

**FTIR- Analytik mit dem Oenofoss:
Ein geeignetes Werkzeug für die
Kellerwirtschaft?**

Projektarbeit zum Lernmodul Abschlussprojekt

im Bildungsgang

Staatlich geprüfte(r) Weinbautechniker(in) (Fachschule II)
der Fachrichtung Weinbau und Önologie

an der BBS Landwirtschaft
des Dienstleistungszentrums Ländlicher Raum
Rheinhessen-Nahe-Hunsrück
in Bad Kreuznach

Fachlehrer:Herr Hamm

Lernmodul:

vorgelegt am:

von: Steffen Mickley

Wohnort: Grünstadt

Inhaltsverzeichnis:

1. Einleitung	3
1.1. Erwartungen im Qualitätsmanagementbereich bei der Mostanalyse	3
1.2. Erwartungen während des Ausbaus.....	3
1.3. Erwartungen im Bereich der Abschlussanalyse.....	3
2. Ökonomische Aspekte zur Anschaffung des Oenofoss	4
2.1. Kostenaufschlüsselung Oenofoss	5
2.1.1. Anschaffungskosten abzüglich Förderung nach WMO	5
2.1.2. Betriebskosten incl. Abschreibung Oenofoss.....	6
2.1.3. Lohnkosten Oenofoss	8
2.1.4. Gesamtkosten / fünf Proben mit Oenofoss.....	8
2.2. Kostenaufschlüsselung Labor	8
2.2.1. Nebenkosten (Fahrtkosten) ins Labor	9
2.2.2. Gesamtkosten Labor.....	10
2.3. Kostenvergleich Labor - Oenofoss.....	10
3. Hauptteil.....	12
3.1. Grundlagen der FTIR-Messung	12
3.1.1. Die FTIR- Spektroskopie.....	12
3.2. Aufbau des Oenofoss.....	16
3.2.1. Ablauf der Messung und Probenvorbereitung.....	17
3.2.2. Erklärung des Messprogrammes	17
4. Technische Untersuchung des Oenofoss	19
4.1. Die Probenvorbereitung.....	21
4.1.1. Vergleichsversuch verschiedene Faltenfilter-Typen	21
4.1.2. Vergleichsversuch Zentrifugation / Faltenfilter / Spritzenfilter	21
4.2. Referenzanalysen 2009	26
4.3. Versuchsreihe nach der Änderung der Kalibrierungsdatenbank	28
4.4. Untersuchungen der Einzelparameter	30

4.4.1.	Parameter Alkohol.....	31
4.4.2.	Parameter vergärbare Zucker	33
4.4.3.	Parameter Weinsäure- Äpfelsäure.....	36
4.5.	Erneute Versuchsreihe nach der Kalibrierung.....	40
5.	Abschlussdiskussion	47
6.	Abbildungsverzeichnis:.....	49
7.	Tabellenverzeichnis:.....	50
8.	Literaturverzeichnis:	51

1. Einleitung

Für die moderne Weinbereitung ist eine genaue Kenntnis der Inhaltsstoffe von Most und Wein unabdingbar. Die wesentlichen Messgrößen sind dabei im Mostbereich Säure und Mostgewichte, im weiteren Verlauf Restzucker und Alkohol nach der Gärung, sowie die Äpfelsäure beim biologischen Säureabbau und während der Lagerung die Schwefelbilanz. Die Messung dieser Parameter kann entweder bei spezialisierten Laboren in Auftrag gegeben oder mit auf dem Markt befindlichen Analysegeräten selbst durchgeführt werden. Eine Möglichkeit hierfür stellen die FTIR-Spektroskopiegeräte dar, wie z.B. das Oenofoss.

1.1. Erwartungen im Qualitätsmanagementbereich bei der Mostanalyse

Die Analyse im Mostbereich beinhaltet außer Mostgewicht und Gesamtsäure auch andere Parameter wie Weinsäure- Äpfelsäure Verhältnis, pH-Wert und hefeverwertbarer Stickstoff. Diese Parameter geben den Einblick auf den Zustand des Leseguts und demzufolge auch die Möglichkeit, individuell auf die Moste durch Behandlungsmaßnahmen Einfluss zu nehmen. Ein einfaches und praktikables Messverfahren, welches diese Parameter quantifiziert, würde daher, die Schlagkraft und das Qualitätsniveau eines Betriebs verbessern.

1.2. Erwartungen während des Ausbaus

Während des Ausbaus ist besonders zum Gärungsende eine Übersicht über den Restzuckergehalt erforderlich, um ggf. durch eine Gärunterbrechung die Ausbaustufe halbtrocken oder lieblich einstellen zu können. Hierfür sollten während des Ausbaus auch der pH-Wert und die Gesamtsäure überwacht werden können, was für BSA und die Süße-Säurebilanz wichtig ist.

1.3. Erwartungen im Bereich der Abschlussanalyse

Die Abschlussanalyse ist die Analyse nach dem Verschneiden von Grundweinen und vor der Analyse zur amtlichen Prüfnummer. Um einen trockenen Wein auszubauen muss die letzte Analyse im Restzuckerbereich absolut zuverlässig sein, da bei Überschreitungen der Wein vom Amtlichen Labor abgelehnt wird, was immer mit zusätzlichem Aufwand und großem Ärger verbunden ist.

In der vorliegenden Arbeit wird zunächst hinterfragt, unter welchen Rahmenbedingungen der Einsatz des Oenofoss gegenüber Laborauftragsmessungen wirtschaftlich erscheint. Danach wird das Funktionsprinzip der FTIR-Spektroskopie in Bezug auf Weinanalytik allgemein erläutert und dann anhand der einzelnen Messparameter untersucht, ob und inwieweit das Oenofoss den gestellten Ansprüchen entspricht.

2. Ökonomische Aspekte zur Anschaffung des Oenofoss

In diesem Kapitel wird untersucht, ab welcher Betriebsgröße bzw. Anzahl von Messproben sich die Anschaffung eines FTIR- Gerätes im Vergleich zu herkömmlichen Auftragsanalysen in einem Weinlabor rentiert.

In meinem Arbeitgeberbetrieb wurden bisher im Jahr ca. 250 Analysen von einem amtlichen Labor durchgeführt. Sowohl aus Kostengründen als auch wegen der erhofften Zeitersparnis wurden erstmals 2009 Überlegungen angestellt, ob eine Umstellung auf eigene Durchführung der Analysen eine günstigere Alternative sein könnte.

Hierfür boten sich zunächst verschiedene Verfahren an, z.B. per Titration, über photometrische Verfahren oder als modernste Methode die FTIR-Spektroskopie. Die wirtschaftlichen Vor- und Nachteile der einzelnen Möglichkeiten werden unter Abschnitt 2.1-2.2 genauer gegeneinander differenziert.

Wir entschieden uns im Betrieb für die FTIR- Spektroskopie, da laut Herstellerangaben dieses Verfahren dazu geeignet sein soll, mit Ausnahme von SO² alle für uns wichtigen Parameter - Alkohol, Restzucker, Säure, pH- Wert, Mostgewicht und Äpfelsäure - innerhalb von kurzer Zeit zu analysieren: Dies sollte bei unserer Betriebsgröße sowohl zu Kosteneinsparungen als auch höherer Schlagkraft führen. Gerade für den Einsatz zur Mostqualitätseinstufung, der Überwachung des Gärverlaufs und zum Abstoppen von restsüßen Weinen erschien dieser Zugewinn an Schlagkraft trotz der hohen Anschaffungskosten daher als die beste Lösung.

Von den auf dem Markt verfügbaren FTIR-Geräten für diesen Einsatzbereich entschieden wir uns nach Auswertung verschiedener Herstellerangebote für das Oenofoss der Firma Foss. Foss ist Marktführer in Deutschland im Bereich der FTIR- Analytik in Most und Wein und hat mit anderen Geräten wie dem Winescan und Grapescan den Analytikbereich im Weinbau entscheidend vereinfacht. Die Winescan FTIR sind Vollautomaten, die mehrere Proben gleichzeitig analysieren können und eine umfangreichere Probandatenbank besitzen. Das Oenofoss ist die kleinere und weniger umfangreiche Version des Winescan, für die wir uns zunächst wegen des beträchtlichen Kostenunterschiedes (fast Faktor 3) entschieden hatten.

Erst nach dem Kauf des Gerätes wurde beim Gebrauch deutlich, dass bei der Gesamtbeurteilung der Eignung weitere Faktoren berücksichtigt werden müssen – insgesamt eine zeitintensive Aufgabe und Gegenstand dieser Arbeit.

2.1. Kostenaufschlüsselung Oenofoss

In diesem Kapitel werden zuerst die Kosten des Oenofoss und des Labors analysiert und miteinander verglichen.

Um eine gleichmäßige Kostenaufschlüsselung durchführen zu können, müssen mehrere Faktoren beachtet werden. Da in der Regel Weinlabors wegen des vergleichsweise höheren Transportaufwands selten mit der Messung von Einzelproben beauftragt werden, sondern eher kleinere Probenensembles verschickt werden, wurde für die Kostenabschätzung von einem durchschnittlichen Probenumfang von 5 Proben je Sendung bzw. Transport ausgegangen.

Bei einem Ausstoss von ca. 75 Weinen im Jahr, die aus ca. 100 Ausgangspartien zusammengestellt werden und für die im Schnitt jeweils 3 Analysen erforderlich sind, summiert sich somit der Analysebedarf unseres Betriebes auf etwa 300 Proben bzw. 60 Probenensembles.

Ein weiterer Aspekt neben dem Kostenfaktor ist beim Betrieb eines eigenen Analysegerätes der Gewinn an Flexibilität und Schlagkraft, denn im Prinzip können alle benötigten Informationen jederzeit selbst generiert und ohne Verzug kellerwirtschaftlich umgesetzt werden – auch die praktische Notwendigkeit zur Probenbündelung entfällt. Wenn Bedarf besteht, können auch Einzelproben ohne besonderen Aufwand sofort gemessen werden.

Bei Eigenmessung entfallen weiterhin die Abhängigkeit von Öffnungs- und Rückmeldezeiten (typisch sind 6-24 Stunden) von Servicelaboren, sowie Fahrzeiten für den Probentransport. Gegenzurechnen ist der Zeitbedarf für die Eigenanalysen. Beide Kostenblöcke sind variabel, da sie von dem Stundenlohn der zur Verfügung stehenden Arbeitskraft abhängen, sowie den zurückzulegenden Fahrtstrecken für den Probentransport bzw. dem Zeitbedarf für die Arbeit am Oenofoss. Aus diesem Grund wird hier nicht mit jeweils einer fixen Zahl, sondern Minimum- und Maximumwerten gerechnet, die einen Korridor ergeben, in dem sich in Praxis die Kosten bewegen.

2.1.1. Anschaffungskosten abzüglich Förderung nach WMO

Das Oenofoss kostet in der Anschaffung 20.000€ für das Geräte-Grundmodul inklusive dem Wein Basis-Messprogramm. Jedes weitere spezielle Messprogramm für Süßwein, Most und

Most in der Gärung kostet zusätzliche 2.500€, was sich also zu einer Gesamtsumme von 28.500€ aufaddiert. Zusätzlich wird zur Steuerung und Auswertung ein PC benötigt; hierfür bietet sich ein Standard-Laptop an, um die Mobilität des relativ kompakten Oenofoss besser nutzen zu können.

Im Rahmen der Förderung nach Weinmarktordnung (WMO) ist das Oenofoss mit 30% der Nettoinvestitionssumme förderungsfähig, das bedeutet, dass man hier mit einem Zuschuss von 6.285 Euro rechnen kann. Dieser Förderungsbetrag ist aber zunächst selbst vorzustrecken, da die Förderung erst mit der Einreichung der Rechnung erstattet wird. Abzüglich der Förderung ist also eine Investitionsaktivierung von 22.454 Euro zu tätigen.

(Übersicht dazu in Tab.1)

Oenofoss Förderung		Beispiel
geplante Investition (Brutto)		28.740 €
Mwst	19%	5.461 €
Netto		23.279 €
Bemessungsgrundlage 90%	90%	20.951 €
WMO Förderung	30%	6.285 €
zu aktivierender Investitionsanteil		22.454 €

Abbildung 1

2.1.2. Betriebskosten incl. Abschreibung Oenofoss

Die jährlichen Festkosten pro Jahr setzen sich aus der Abschreibung und den Zinskosten zusammen (siehe Abbildung 2). Nach der Addition dieser beiden Kosten ergibt sich ein Betrag von ca. 3.593 €. Hinzu kommen noch die variablen Kosten von 60 Cent/Analyse, die einen Einfluss auf die Gesamtkosten haben; diese wiederum sind abhängig von der Gesamt-Probenanzahl. Bei 300 Proben je Jahr ergeben sich Gesamtkosten von 3.772 € pro Jahr ohne Lohnkosten. Zum späteren Kostenvergleich zwischen Oenofoss und Labor wird wie oben erläutert das Beispiel mit gebündelten Analysen verwendet. Dies sind bei 300 Analysen im Jahr ca. 63 € für 5 Proben mit dem Oenofoss (siehe Abbildung 2).

Maschinenkostenrechnung für das Oenofoss			
Festkostenrechnung			
Anschaffungswert			28.739,50 €
Nutzungsdauer in Jahre			10
Kapitalbindung			50%
Zinssatz			5%
Unterbringung in % vom Anschaffungswert			0,50%
variable Kosten			
Faltenfilter je Probe			0,50 €
Pipettenspitzen je Probe			0,10 €
jährliche Leistung - Probenanzahl			300
1. Festkosten			
	Ansch.Wert - Restwert		
AfA (Zeit-AfA)	Nutz.dauer		2.873,95 €
Zinskosten	A x Kap.binding x Zinssatz		718,49 €
Summe Festkosten	Festkosten je Jahr		<u>3.592,44 €</u>
2. variable Kosten je Leistungseingheit (Probe)			
Faltenfilter + Pipettenspitzen			0,60 €
Summe variable Kosten je Probe			<u>0,60 €</u>
Gesamtkostenberechnung			
Festkosten je Jahr			3.592,44 €
Festkosten je Probe			11,97 €
variable Kosten	je Probe		0,60 €
Gesamtkosten je Probe			12,57 €
Gesamtkosten je Jahr			3.772,44 €
Kosten für fünf Analysen bei 300 Analysen im Jahr			
Gesamtkosten			62,87 €

Abbildung 2

2.1.3. Lohnkosten Oenofoss

Die Lohnkosten einer Analyse mit dem Oenofoss setzen sich aus der Probenvorbereitung und der eigentlichen Messung zusammen. Hier ist auch wieder die Anzahl der zu untersuchenden Proben ausschlaggebend: bei einer Probe dauert die Probenvorbereitung in Form einer Filtration mit einem Faltenfilter ca. 7 Minuten, die eigentliche Analyse dauert ca. 2 Minuten, was mit anschließender Auswertung zusammen ca. 10 Minuten für die Einzelanalyse ausmacht. Einige Faktoren bei der Eigenanalyse, wie z.B. die Abnahme der relativen Vorbereitungszeiten pro Probe bei der Simultanverarbeitung von größeren Stückzahlen, entziehen sich einer genauen Berechnung und können nur abgeschätzt werden. Für einen späteren Kostenvergleich werden fünf Proben analysiert, was ca. 5 Minuten pro Analyse inklusive Probenvorbereitung ausmacht. Dies ergibt 25 Minuten für fünf Analysen. Die Lohnkosten hängen auch vom Stundenlohn der zu Verfügung stehenden Arbeitskräfte ab und betragen ca. 7,50- 17,50€/h, was schließlich die Spanne von 3,20- 7,20 € für 5 Analysen ergibt.

2.1.4. Gesamtkosten / fünf Proben mit Oenofoss

Die einzelnen Faktoren wie Abschreibung, Zinskosten und Lohnkosten ergeben aufaddiert die Gesamtkosten; bei 300 gemessenen Proben im Jahr ein Betrag von 66,07- 70,07 € für fünf Messungen als ein Probenpaket, die sich aus der oben beschriebenen Simultanverarbeitung ergeben.

2.2. Kostenaufschlüsselung Labor

Zur Vereinfachung der Darstellung wurden in der folgenden Kostenaufstellung nur die Parameter Alkohol, Restzucker und Säure berücksichtigt, da diese die am häufigsten gefragten Messungen sind. Die Messung dieser drei Parameter kosten ca. 18 € ohne MwSt., zum späteren Kostenvergleich wird allerdings die Mehrwertsteuer mit eingerechnet um einen ausgewogenen Vergleich zu ermöglichen.

2.2.1. Nebenkosten (Fahrkosten) ins Labor

Zur Kalkulation der Fahrkosten benötigt man folgende Kostenpunkte:

Stundenlohn eines Betriebshelfers ca. 7,50- 17,50 €/h

Fahrkosten von ca. 30 Cent/km, die sich aus der Abschreibung eines PKW's errechnen.

Beispiel:

In meinem Abreitegeberbetrieb brauchen wir ca.25 Minuten zu unserem Labor (15km), ergibt eine Fahrzeit von Insgesamt 50 Minuten was also pro Fahrt ca. 6,25- 14,60€ Lohnkosten je nach Arbeitskraft entspricht. Wenn man davon ausgeht, dass wir jährlich ca. 75 verschiedene Weine auf den Markt bringen und diese während des Ausbaus bis zu 3mal in ein Labor fahren, sind das insgesamt 300 Proben die zu analysieren sind, allerdings fährt man ja nicht jede Proben einzeln zum Labor. Bei durchschnittlich 5 Proben pro Fahrt sind das 60 Fahrten bzw. 375- 875€ Lohnkosten im Jahr, zusätzlich 30 cent pro gefahrenen Kilometer an Fahrkosten ergeben für fünf Proben 9€ und 540€ pro Jahr, was zusammen ca. 915- 1415€ Lohn- und Fahrkosten ausmacht. (Siehe Abbildung 3)

Lohnkosten je Stunde	7,50 € -	17,50 €		
Fahrkosten je km	0,30 €			
5 Proben je Fahrt				
Ausgangssituation Beispiel Labor				
Entfernung in km einfach	15			
Hin- und Rückweg in km	30			
Zeit je Fahrt in Min.	50			
Fahrten je Jahr	75			
Lohnkosten je Fahrt	6,25 € -	14,58 €		
Fahrkosten je Fahrt	9,00 €			
Lohn- und Fahrkosten für 5 Proben je Fahrt	15,25 € -	23,58 €		
Lohn- Fahrkosten pro Jahr	1.143,75 € -	1.768,75 €		

Abbildung 3

2.2.2. Gesamtkosten Labor

Die Gesamtkosten vom Labor setzen sich aus Lohn- und Fahrtkosten sowie den Kosten für die Untersuchungen zusammen. Wie oben schon erläutert belaufen sich die Lohn- und Fahrtkosten je nach Gehalt der Arbeitskraft die die Arbeit ausführt zwischen 15,25- und 23,58€ für das oben genannte Beispiel von jeweils 5 Proben auf einer Wegstrecke von 30 km und einer Fahrtzeit von 50 Minuten. Die Analysen belaufen sich auf 22€ inkl. MwSt. pro Analyse, was bei 5 Analysen 110€ ausmacht.

2.3. Kostenvergleich Labor - Oenofoss

In diesem Kapitel werden die Kosten von Oenofoss und Labor gegenübergestellt (siehe Abb.4). In den Abschnitten 2.1- 2.2 wurde mit fünf Messungen als Paket gerechnet, hier werden die Kosten für die Gesamtproben im Jahr auf Einzelproben heruntergebrochen. Abbildung 5 zeigt, dass bei ca. 140 Proben im Jahr die Kosten je Einzelprobe bei Analyse im Labor und mit dem Oenofoss identisch sind, also der Break Even Point (Gewinnschwelle) erreicht wird: bei weniger Proben ist somit das Labor im Bezug auf die Kosten wirtschaftlicher, darüber nehmen die Vorteile des Oenofoss zu. Diese Zahlen können betriebspezifisch abweichen, da die Faktoren Lohnkosten, Fahrtkosten und Laborkosten nicht konstant sind. Im Beispielbetrieb werden durch die Anschaffung des Oenofoss bei 300 Analysen pro Jahr ca. 12 -13 € pro Analyse, insgesamt also 3.600 – 3.900 € im Jahr gespart.

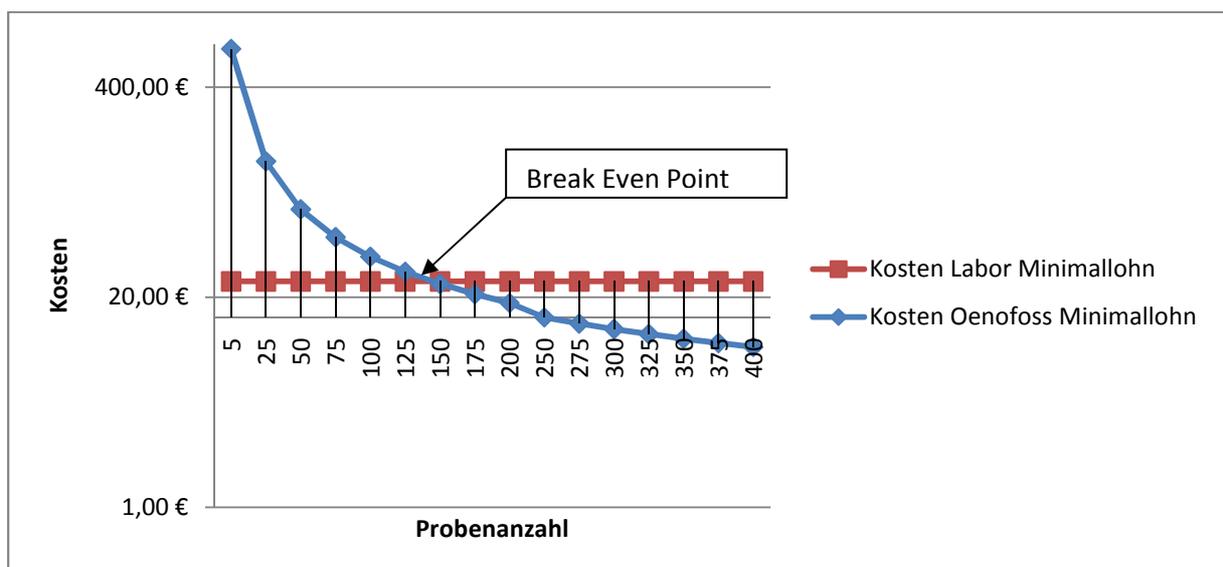


Abbildung4

Kostenvergleich Oenofoss- Labor

Festkosten + Variable Kosten + Lohnkosten								
Proben/Jahr	Kosten Oenofoss VON- BIS			Kosten Labor VON - BIS		Differenz Mindestlohn	Differenz Maximallohn	
5	688,74 €		688,94 €	25,05 €	-	26,72 €	663,69 €	662,22 €
25	138,74 €	-	138,94 €	25,05 €	-	26,72 €	113,69 €	112,22 €
50	69,99 €	-	70,19 €	25,05 €	-	26,72 €	44,94 €	43,47 €
75	47,07 €	-	47,27 €	25,05 €	-	26,72 €	22,02 €	20,56 €
100	35,62 €	-	35,82 €	25,05 €	-	26,72 €	10,57 €	9,10 €
125	28,74 €	-	28,94 €	25,05 €	-	26,72 €	3,69 €	2,22 €
150	24,16 €	-	24,36 €	25,05 €	-	26,72 €	-0,89 €	-2,36 €
175	20,88 €	-	21,08 €	25,05 €	-	26,72 €	-4,17 €	-5,63 €
200	18,43 €	-	18,63 €	25,05 €	-	26,72 €	-6,62 €	-8,09 €
250	14,99 €	-	15,19 €	25,05 €	-	26,72 €	-10,06 €	-11,53 €
275	13,74 €	-	13,94 €	25,05 €	-	26,72 €	-11,31 €	-12,78 €
300	12,70 €	-	12,90 €	25,05 €	-	26,72 €	-12,35 €	-13,82 €
325	11,82 €	-	12,02 €	25,05 €	-	26,72 €	-13,23 €	-14,70 €
350	11,06 €	-	11,26 €	25,05 €	-	26,72 €	-13,99 €	-15,45 €
375	10,41 €	-	10,61 €	25,05 €	-	26,72 €	-14,64 €	-16,11 €
400	9,83 €	-	10,03 €	25,05 €	-	26,72 €	-15,22 €	-16,68 €

Abbildung5

3. Hauptteil

3.1. Grundlagen der FTIR-Messung

Die im vorangegangenen Teil berechneten wirtschaftlichen Vorteile des Oenofoss beruhen auf der Annahme, dass das Gerät im praktischen Betrieb auch die vom Hersteller angegebenen technischen Spezifikationen erfüllt, das heißt, die Analysenergebnisse hinreichend präzise und sicher sind. Diese Untersuchung ist Gegenstand des nächsten Teils dieser Arbeit.

Wie schon in der Einleitung erläutert, gehören zu den Erwartungen an das Gerät außer Kosteneinsparung auch die Qualitätsüberprüfung im Mostbereich sowie die exakte Analyse auf Hinblick zur abschließenden AP- Analyse. In diesem Kapitel werden die Anforderungen genauer durchleuchtet und erklärt.

In diesem Kapitel werden die FTIR- Spektroskopie näher erläutert und auf das Oenofoss mit seinen Messprogrammen eingegangen: dies ist wichtig, um spätere Arbeitsabläufe der Versuche verstehen und auswerten zu können.

3.1.1. Die FTIR- Spektroskopie

Ähnlich dazu wie wir komplexe technische Geräte wie z.B. Autos und Computer alltäglich benutzen und deren Vorteile einschätzen können, ohne ihre Konstruktion und Physik unbedingt und vollständig verstehen zu müssen, ist auch die FTIR-Spektroskopie letztlich nur ein Mittel oder Werkzeug in der Hand des Kellertechnikers, um Informationen zu Eigenschaften von Mosten und Weinen zu bekommen, dem eigentlichen Zweck.

Ziel dieser Arbeit ist daher auch nicht, eine Einführung in die FTIR-Spektroskopie zu geben: hierfür sind im Internet viele Artikel zu finden, die durch Bildmaterial und animierte Modelle teilweise sogar halbwegs anschaulich sind – stellvertretend zwei Beispiele:

<http://www.ir-spektroskopie.de/>, von Ralf Arnold,

oder das anonyme Praktikumsskript der Uni Münster,

http://www.unimuenster.de/imperia/md/content/physikalische_chemie/praktikum/app_ir.pdf

Hier werden daher nur einige Grundlagen zusammengefasst, die einen groben Überblick vermitteln sollen und daher zum Verständnis des praktischen Arbeitsteils sinnvoll erscheinen.

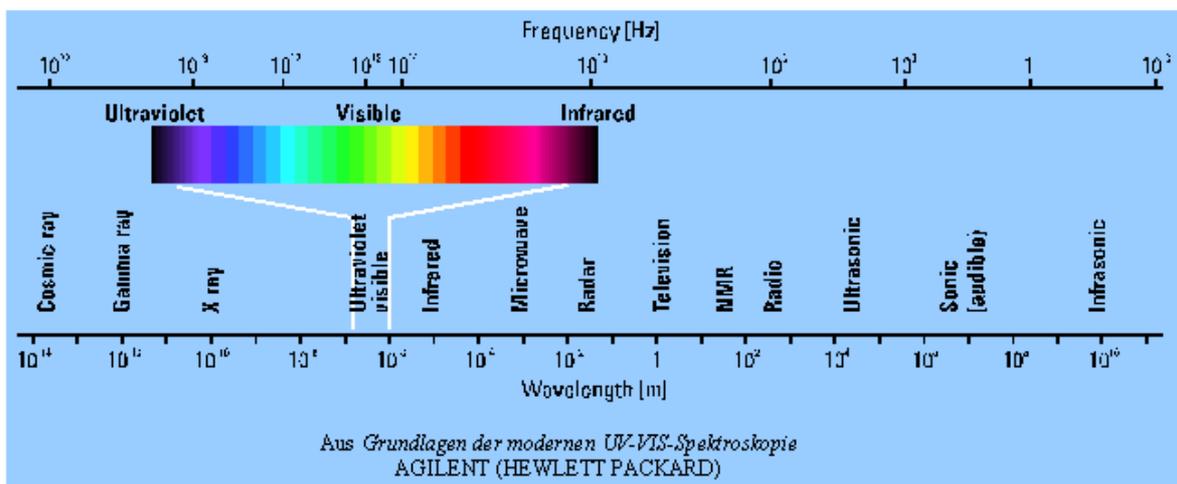
1. Licht als Analysewerkzeug

Licht als elektromagnetische Strahlung wird durch seine Intensität und Wellenlänge bzw. Frequenz charakterisiert und wird vom Menschen sehr unterschiedlich wahrgenommen: sehen können wir nur den Bereich von etwa 400 nm (violett/blau) bis knapp 800 nm (rot), der deshalb auch als VIS („visible“) Bereich bezeichnet wird. Im kürzerwelligen Bereich schliesst sich das UV an, dessen Auswirkungen wir ggf. als Sonnenbrand erleben, und im langwelligen Bereich das Infrarot, wovon wir einen Teilbereich als Wärmestrahlung empfinden.

Die Energieübertragung in Form von Wärme deutet schon darauf hin, dass Licht im IR-Bereich offenbar spezifische Wechselwirkungen mit Materie eingeht, das Licht selbst dabei also auch verändert werden muss, und diese Veränderungen wiederum Rückschlüsse auf Eigenschaften wie Struktur und Zusammensetzung der Materie ermöglichen.

Die hierzu entwickelten Verfahren werden als IR-Spektroskopie bezeichnet.

Im mittleren Infrarot (MIR oder nur IR; Bereich von 2,5 μm bis 25 μm) werden vor allem organische funktionelle Gruppen (z.B. OH- und COOH) zur Schwingung angeregt und absorbieren dadurch Teile des eingestrahlt Lichts; daher ist die IR-Spektroskopie zur Bestimmung der für uns wichtigsten Parameter in Most und Wein besonders gut geeignet.



1

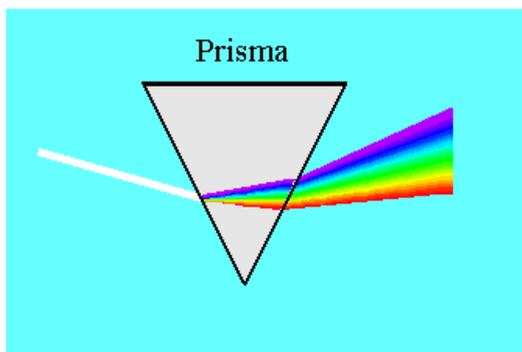
Abbildung 4

¹Grundlagen der modernen UV- VIS- Spektroskopie AGILENT (Hewlett Packard)

2. Allgemeiner Aufbau eines Spektrometers

Jedes Spektrometer besteht im Prinzip aus einer Lichtquelle, einer Vorrichtung (z.B. Prismen oder Gitter) Abb.2 zum Ausfiltern enger Wellenlängenbereiche und einem Strahlenteiler, der diese monochromen Lichtstrahlen entweder direkt als Referenzstrahl in einen Detektor leitet oder über eine Probenkammer, in der das Licht die Probe durchstrahlt, bevor das Signal ebenfalls vom Detektor aufgenommen wird.

Der elektronische Teil des Spektrometers vergleicht dann die Detektorsignale von Referenz- und Probenstrahl und errechnet aus den Differenzen probenspezifische Messwerte.



2

Abbildung 5

3. Besonderheiten des FTIR-Spektrometers

In Abwandlung zum obengenannten Prinzip werden beim FTIR-Spektrometer keine monochromatischen Lichtbündel über Prismen oder Gitter erzeugt, sondern ein Interferometer zerlegt den von der Lichtquelle ausgesandte Strahl in zwei Teilstrahlen. Diese beiden Strahlenbündel legen zwei getrennte optische Wege zurück und werden dann wieder miteinander überlagert und interferieren. Danach interagiert der Strahl mit der Probe und gelangt schließlich auf den Detektor. Die **optische Wegdifferenz x** zwischen den beiden Wegen ist variabel und der Detektor misst die auftreffende **Strahlungsintensität I** in Abhängigkeit von x . Das Ergebnis **$I(x)$** nennt man **Interferogramm**.

² www.faes.de/.../mka_photometrieaufnahme.html

Dazu Ralf Arnold: „Um zu verdeutlichen, wie das Interferogramm eines Spektrums entsteht, betrachtet man das Spektrum als Summe von monochromatischen Wellen. Das Interferogramm einer monochromatischen Welle ist eine Cosinus-Funktion (siehe Abbildung 6,a). Das Interferogramm eines diskreten Spektrums ist die Summe der Interferogramme der enthaltenen monochromatischen Wellen. Abbildung 6b zeigt das Spektrum und Interferogramm für drei monochromatische Wellen. Im kontinuierlichen Fall wird die Summe durch ein Integral ersetzt. Abbildung 6c und 6d zeigen zwei kontinuierliche Spektren und ihre Interferogramme.

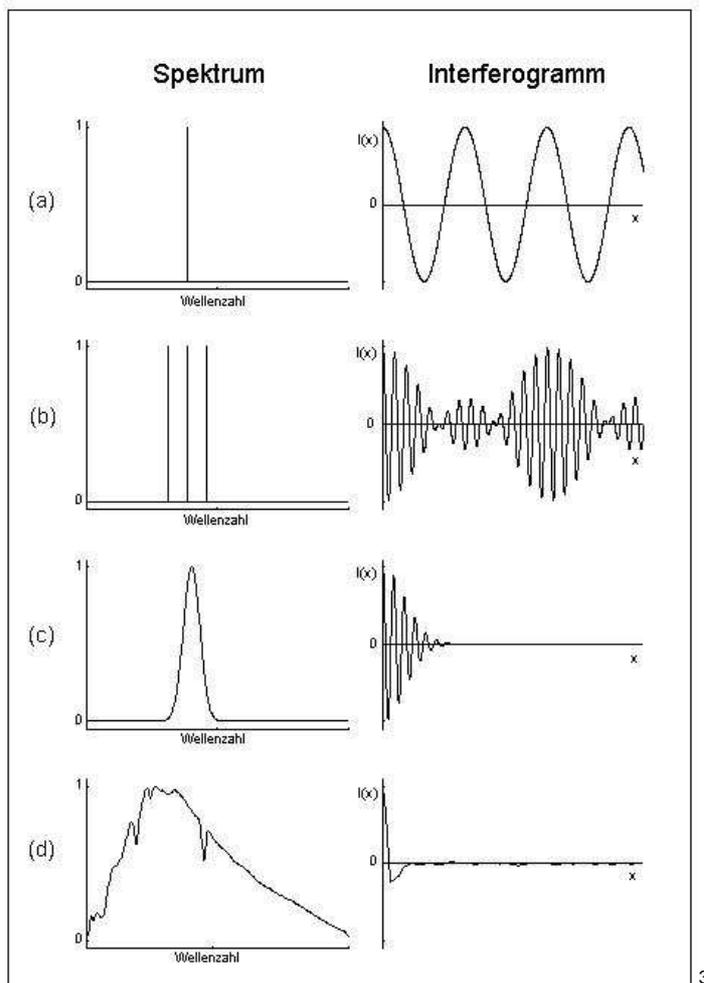


Abbildung 6

Abbildung 6: Ausgewählte Spektren und ihre Interferogramme

Das Interferogramm ist demnach die Summe oder das Integral über Cosinus-Funktionen. Das erinnert an die Fouriertransformation. Tatsächlich ist das Spektrum die

³ www.faes.de/.../mka_photometrieefuehrung.html

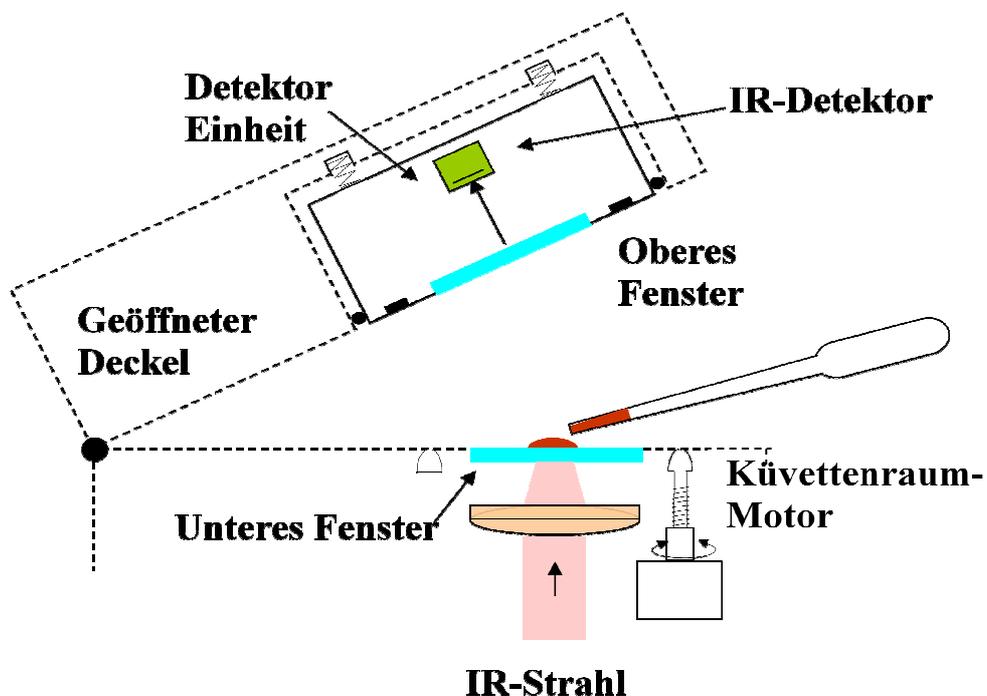
Fouriertransformierte des Interferogramms. Daher leitet sich auch der Name des Messverfahrens Fourier-Transform-Infrarot-Spektroskopie ab.“

Die Hauptvorteile der FTIR gegenüber der herkömmlichen IR Spektroskopie bestehen darin, dass wegen der höheren Lichtintensität und der gleichzeitigen Erfassung eines gesamten Spektrums wesentlich höhere Messempfindlichkeit bei hoher Präzision und zugleich viel kürzeren Messzeiten erreicht werden – dagegen fällt der Hauptnachteil, die aufwendige mathematische Nachbearbeitung, dank moderner Computertechnik praktisch nicht mehr ins Gewicht.

3.2. Aufbau des Oenofoss

Das Oenofoss ist ein kompaktes Gerät mit einer fest eingebauten Klappküvette. Der Aufbau der Küvette ist in Abbildung 9 dargestellt. Der Deckel der Klappküvette kann durch den Küvettenraummotor in zwei Stellungen gebracht werden.

Durch die Messung mit 2 verschiedenen Schichtdicken erhöht sich der Konzentrationsbereich, in dem Probeninhaltsstoffe quantifiziert werden können. ⁴



3.2.1. Ablauf der Messung und Probenvorbereitung

Vor Beginn der Messung muss eine Probenvorbereitung durchgeführt werden, um störende Trubstoffe, die durch Hefen und Schönungsmittel entstanden sind, sowie das im Wein gelöste CO₂ aus der Probe zu entfernen. Im Kapitel 4.1 wird näher auf die hierbei angewandten Methoden eingegangen. Nach dieser Vorbereitung werden 0,5 ml Versuchswein in den Küvettenraum des Oenofoss mit einer Pipette zugegeben. Danach wird der Deckel der Küvette langsam geschlossen, um den Einschluss von Luftbläschen zu vermeiden. Nun kann die Messung gestartet werden. Nach dem Ablauf der Messung wird die Küvette nach Absaugen der Probe und Nachspülen mit destilliertem Wasser mit einem weichen Tuch oder Kleenex ausgerieben.

3.2.2. Erklärung des Messprogrammes

Das Messprogramm ist so ausgelegt, dass man es mit einem Touchscreen im Keller benutzen kann, Vorteil dieses Aufbaus ist die Übersichtlichkeit der einzelnen Funktionen im Programm, grundlegend muss immer zuerst das Messprogramm ausgewählt werden um eine Messung durchführen zu können oder in der Probendatenbank arbeiten zu können. Dies geschieht über den **Produktwahlbutton**. (siehe Abbildung 10)



Abbildung 8

Nachdem das Messprogramm ausgewählt wurde erscheint der Bildschirm für die Einzelprobe, hier kann man durch die Auswahl des grünen Start- Buttons die Messung starten Nachdem die Messung gestartet ist erscheint ein Fenster, das die Probenregistrierung ermöglicht; hier können Informationen wie die **Rebsorte**, **Tanknummer** und **Proben- ID** hinterlegt werden, um später die Analysen eines Weines zu vergleichen. (Siehe Abbildung 11)

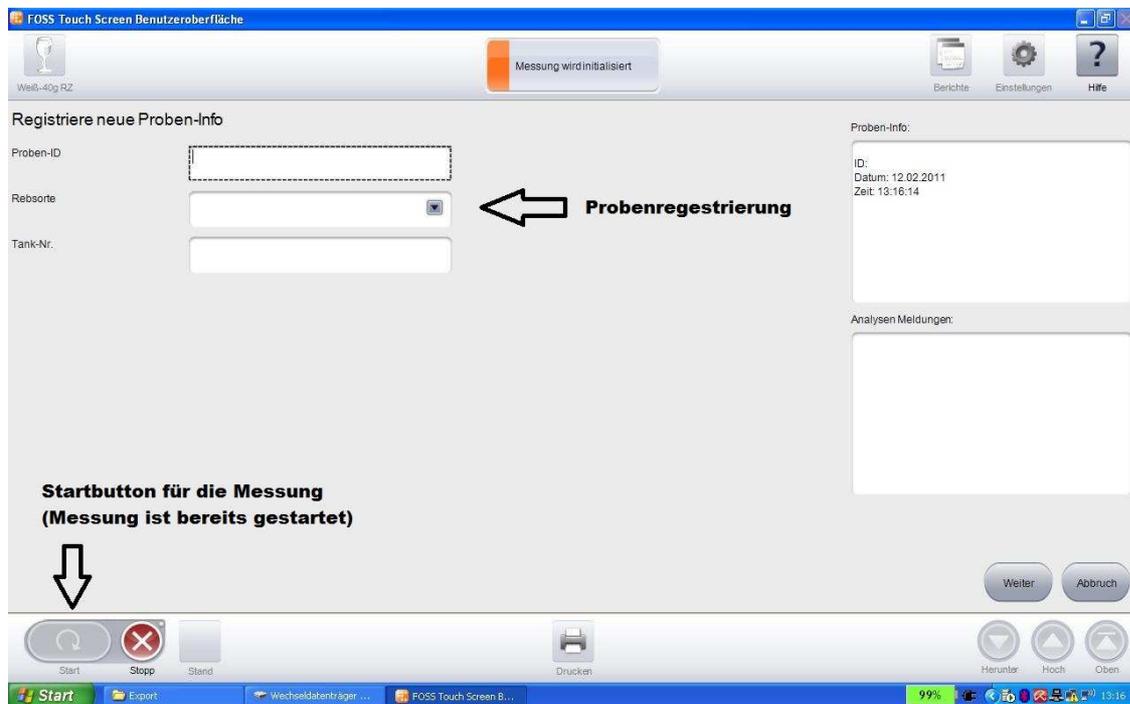


Abbildung 9

Durch einen Klick auf den Button **WEITER** im rechten Bildrand erscheint das Ergebnisfeld der Analyse (siehe Abbildung 10), hier erscheinen nach Ablauf der Messung die Analyseergebnisse, über den Button **Drucken** können die Ergebnisse ausgedruckt werden. Zur Probenverwaltung gibt es im Bild rechts oben eine Auswahlmöglichkeit über man die den Verlauf einzelner Parameter eines Weines, der mehrmals gemessen wurde, einsehen kann. (Siehe Abbildung 12)

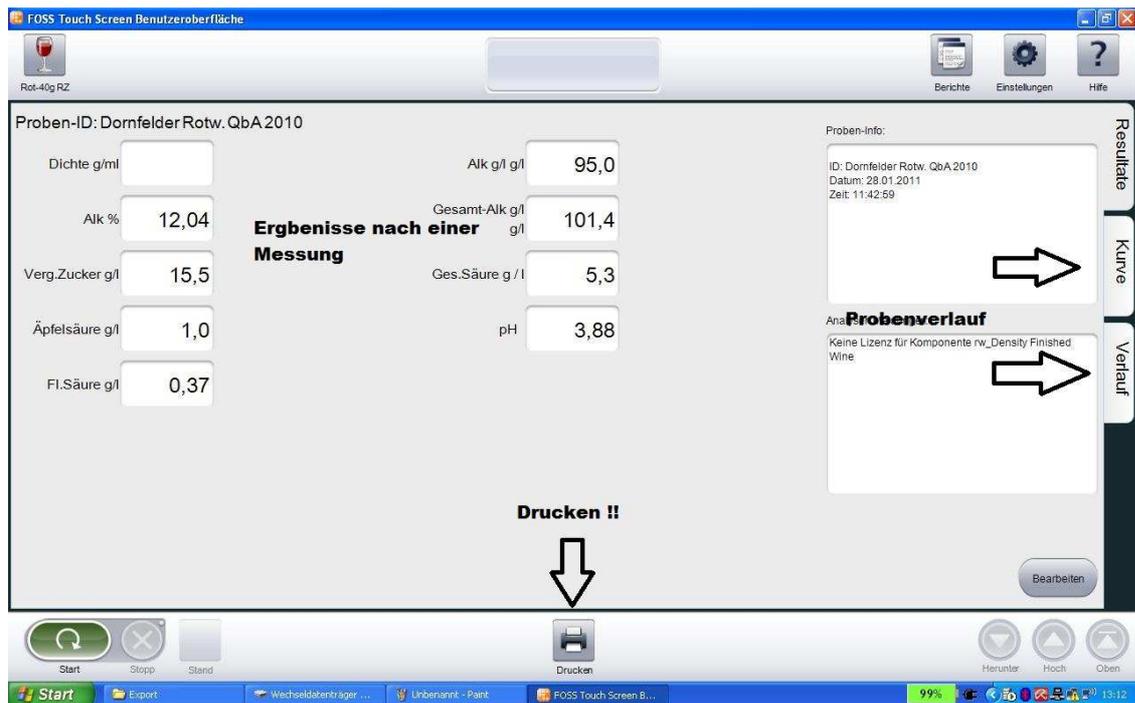


Abbildung 10

Über den Button **Einstellungen** kann das Messprogramm wieder verlassen werden.

4. Technische Untersuchung des Oenofoss

Nachdem in den vorhergehenden Kapiteln die Theorie der FTIR- Analytik sowie Aufbau und Bedienung des Oenofoss abgehandelt wurden, geht es in diesem Abschnitt um die praktische Fragestellung, ob und wie FTIR sich im Betriebseinsatz bewährt. Dies ist der wichtigste Teil der Arbeit, denn die vorangestellten Überlegungen zu Ökonomie und Grundlagen der Messungen wären uninteressant, falls das Oenofoss keine hinreichend genauen und sicheren Ergebnisse liefern sollte.

Die Untersuchungen gliedern sich in die Bereiche: Probenvorbereitung, einer Messreihe mit Referenzanalysen und die Messung von Einzelparametern.

Folgende Toleranzbereiche werden von der Fa. Foss ausgeschrieben:

Leistungsdaten & Systembeschreibung

Produkt Parameter	OenoFoss™ Wine	OenoFoss™ Flex	OenoFoss™ Versatile	OenoFoss™ Colour	Genauigkeit*	Wieder- holbarkeit**	Bereich	Einheit	
 Most*	°Oechsle			X	0.45	0.1	12-27	°Oechsle	
	pH-Wert			X	0.05	0.01	2.6-4.0	pH	
	Flüchtige Säure			X	0.05	0.018	0-0.6	g/l	
	Gesamtsäure			X	0.30	0.06	2-12	g/l	
 Most während der Gärung*	Glu+Fru		X	X	2.30	0.75	0-240	g/l	
	pH-Wert		X	X	0.08	0.01	2.6-4.0	pH	
	Gesamtsäure		X	X	0.20	0.05	2.0-6.5	g/l	
	Äpfelsäure		X	X	0.30	0.08	0-7	g/l	
	Flüchtige Säure		X	X	0.05	0.018	0-0.6	g/l	
	Alkohol		X	X	0.20	0.04	0-13	Vol %	
 Fertiger Wein*	Glu+Fru	X	X	X	0.45	0.10	0-5	g/l	
	Glu+Fru	X	X	X	0.70	0.15	0-10	g/l	
	pH-Wert	X	X	X	0.08	0.02	2.6-4.0	pH	
	Gesamtsäure	X	X	X	0.20	0.05	2-5	g/l	
	Äpfelsäure	X	X	X	0.35	0.08	0-6	g/l	
	Flüchtige Säure	X	X	X	0.08	0.014	0-1.0	g/l	
	Alkohol	X	X	X	0.15	0.04	8-16	Vol %	
	Farbe Abs. 420	(X)	(X)	(X)	X	0.04	0.012	0-1.2	
	Farbe Abs. 520	(X)	(X)	(X)	X	0.04	0.012	0-3.0	
	Farbe Abs. 620	(X)	(X)	(X)	X	0.02	0.012	0-0.6	

* Genauigkeit: Grad der Übereinstimmung des Gerätes zur Referenzmethode

** Wiederholbarkeit: Standardabweichung beim selben Messprinzip mit der selben Probe und dem selben Gerät bei zwei aufeinanderfolgenden Messungen

* Probenvorbereitung notwendig gemäß Empfehlungen (siehe Probenvorbereitung)

5

Abbildung 11

⁵ Oenofoss Service Manuell

4.1. Die Probenvorbereitung

Trubstoffe und ausperlende Kohlensäure verhindern, dass der Infrarotstrahl die Probe ungestreut passieren kann, deshalb müssen diese Störfaktoren bei der Probenvorbereitung abgetrennt werden. Hierfür erscheinen grundsätzlich sowohl die Filtration mit Falten- oder Spritzenfilter, als auch das Zentrifugieren der Probe geeignet zu sein. Ob beide Verfahren tatsächlich zum gleichen Ergebnis führen, soll in einem Vergleich herausgefunden werden. Hierfür wurden einige Moste über Filtration und Zentrifugation geklärt und beispielhaft die Messergebnisse vergleichend in den Tabellen 12 bis 15 gegenübergestellt.

4.1.1. Vergleichsversuch verschiedene Faltenfilter-Typen

Aus früheren eigenen Beobachtungen war bekannt, dass verschiedene Filtermaterialien zu einem unterschiedlichen Ausgasen von CO₂ aus den Weinproben führen. Daher wurden auch zur Probenvorbereitung für das Oenofoss verschiedene Filtertypen verglichen: der Bentofilter der Firma Wagner aus Alzey und der Faltenfilter Typ 595. Der Bentofilter (60 NTU) hat kleinere Poren als der Faltenfilter 595 (160 NTU).

Die Untersuchungsprobe ist ein Rieslingmost, der direkt nach der Kelter entnommen wurde. Der Most wurde filtriert und jeweils drei mal das Mostgewicht mit dem Oenofoss bestimmt.

Das Ergebnis ist in der Tabelle 1 zusammengefasst:

Probenbezeichnung	Mostgewicht	Säure [g/l]
Probe 1.0 Bentofilter	80,4	9,8
Probe 1.1 Bentofilter	82,0	9,9
Probe 1.2 Bentofilter	80,2	9,9
Probe 1.3 F595	81,4	10,0
Probe 1.4 F595	81,1	10,0
Probe 1.5 F595	81,3	10,1

Tabelle 1

4.1.2. Vergleichsversuch Zentrifugation / Faltenfilter / Spritzenfilter

Um den möglichen Einfluss kleinster Partikel zu erfassen, wird nun ein Vergleich zwischen Zentrifugation, dem Bentofilter, und einem Spritzenfilter mit einer Porenweite von 0,45µm untersucht, der zu noch höherer Klärschärfe führt. Die Probenvorbereitung fand in diesem Versuch mit verschiedenen, durchgegorenen Weinen statt, wobei die Parameter Alkohol, Restzucker und Säure verglichen werden. Die Ergebnisse im Einzelnen:

Probe 1:

Z = Zentrifugation (4000g x 4 min.) FF= Faltenfilter Typ 595;SF= Spritzenfilter 0,45µm

Probenbezeichnung	Alkohol [vol.%]	Restzucker[g/l]	Säure [g/l]
Riesling 1.0 Z	11,48	11,2	5,4
Riesling 1.1 Z	11,27	10,3	5,5
Riesling 1.2 FF	11,12	10,5	5,3
Riesling 1.3 FF	11,18	10,5	5,4
Riesling 1.4 SF	10,87	11,3	5,4

Abbildung 11
Tabelle 2

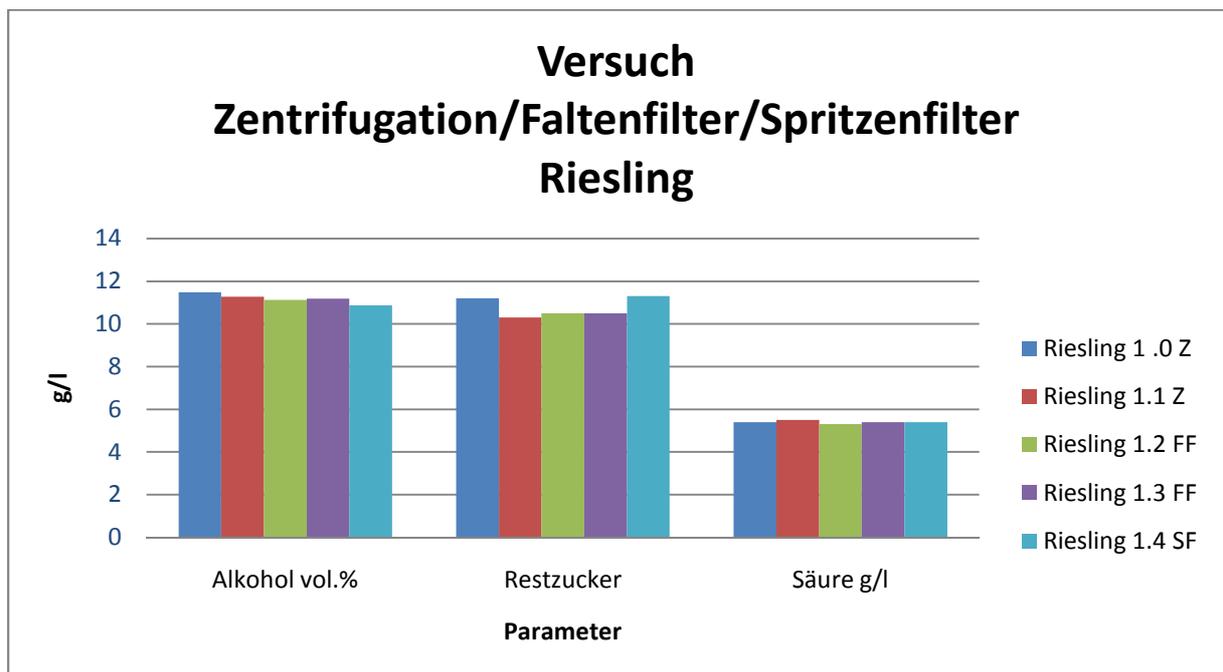


Abbildung 12

Probe 2:

FF= Faltenfilter Typ 595;SF= Spritzenfilter 0,45µm

Probenbezeichnung	Alkohol [vol%]	Restzucker [g/l]	Säure [g/l]
Silvaner 2.0 Z	11,73	1,0	7,4
Silvaner 2.1 FF	11,88	0,3	7,3
Silvaner 2.2 SF	11,48	1,4	7,2

Abbildung 13
Tabelle 3

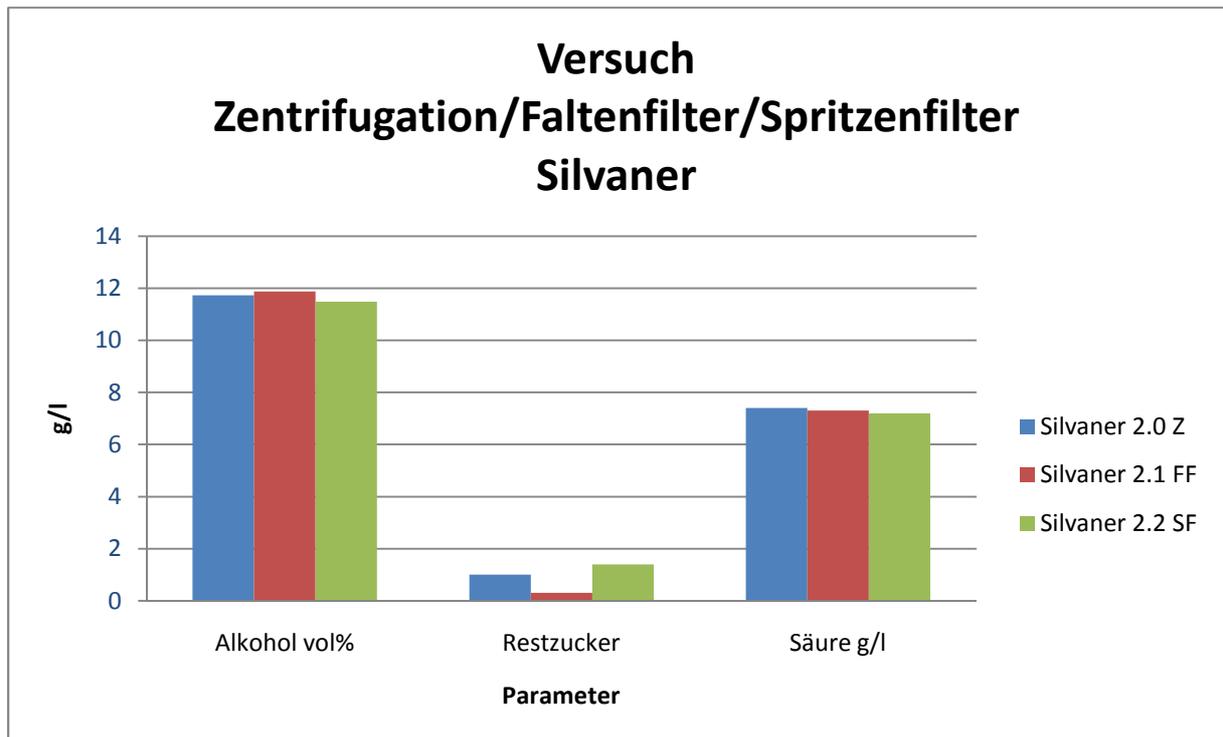


Abbildung 13

Probe 3:

FF= Faltenfilter Typ 595;SF= Spritzenfilter 0,45µm

Probenbezeichnung	Alkohol [vol.%]	Restzucker [g/l]	Säure [g/l]
Müller Th. 3.0 Z	10,78	12,4	9
Müller Th. 3.1 FF	10,82	12,3	9
Müller Th. 3.2 FF	10,87	12,1	9
Müller Th. 3.3 SF	10,67	12,5	9

Tabelle 4

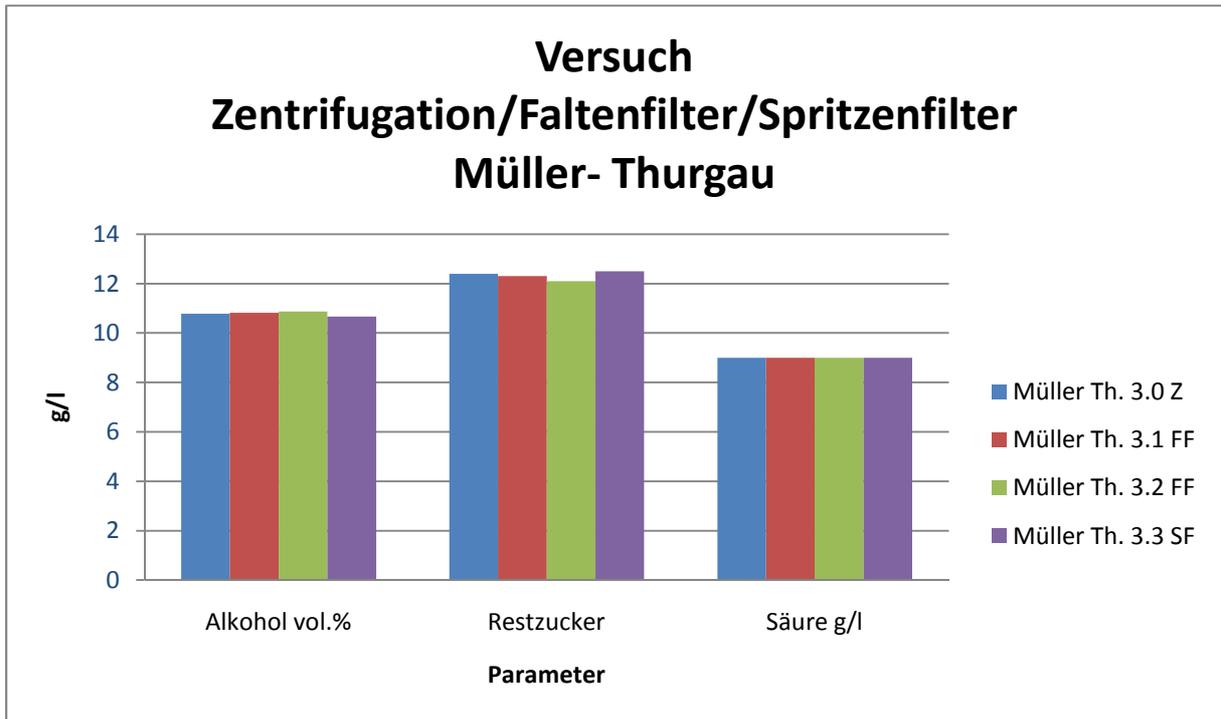


Abbildung 14

Probe 4:

FF= Faltenfilter Typ 595;SF= Spritzenfilter 0,45µm

Probenbezeichnung	Alkohol [vol.%]	Restzucker [g/l]	Säure [g/l]
Weissb.4.0 Z	11,73	4,0	5,9
Weissb. 4.1 FF	11,62	3,8	5,9
Weissb. 4.2 FF	11,56	3,9	5,9
Weissb. 4.3 SF	11,18	5,3	6,1

Tabelle 5

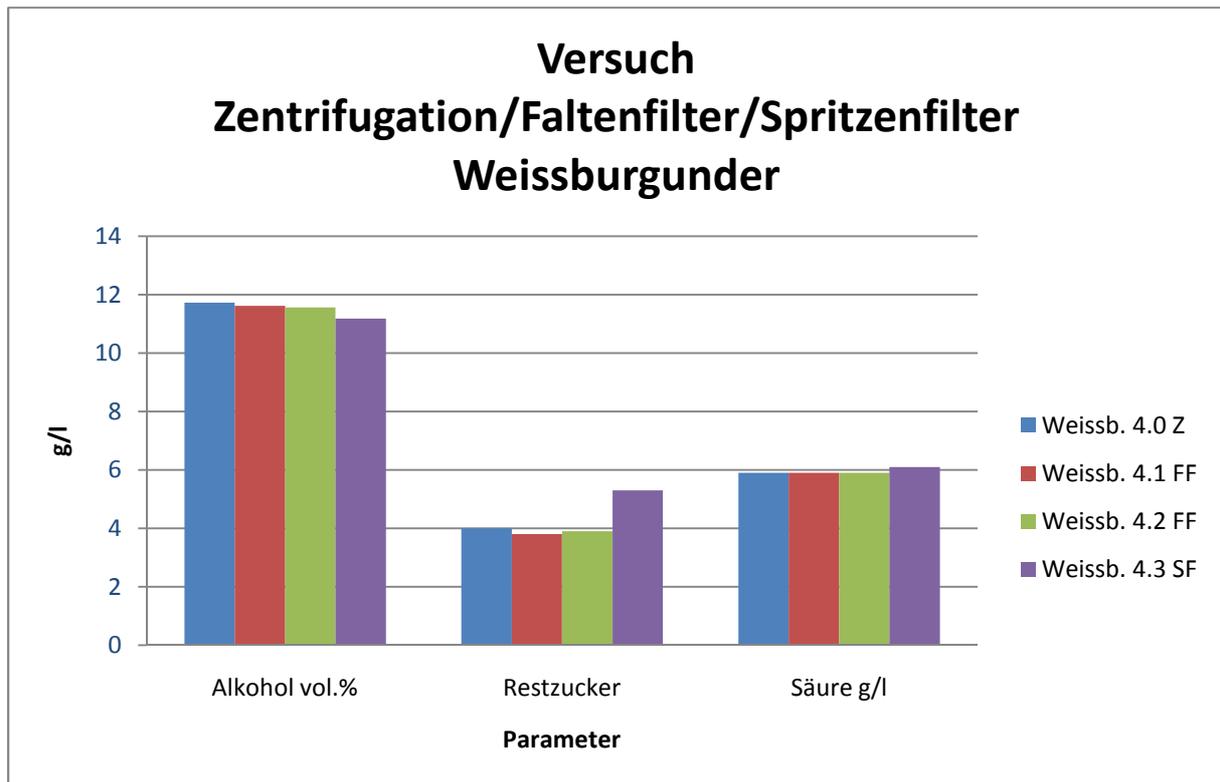


Abbildung 15

Diskussion der Versuchsergebnisse zur Probenvorbereitung:

Da bei Most keine Störungen (Abbruch der Messung) von ausperlendem CO₂ verursacht wurden, kommen für Moste grundsätzlich alle getesteten Verfahren der Probenvorbereitung in Frage: die gemessenen Abweichungen der Einzelergebnisse liegen im Bereich der für das Oenofoss angegebenen Messtoleranzen (siehe Abbildung 13). Sind mehrere Mostproben zu verarbeiten, ist das Zentrifugieren die Methode der Wahl, da mit geringerem Einsatz von Verbrauchsmaterial die Proben parallel in einem Arbeitsgang geklärt werden können.

Bei Weinen ist die Probenvorbereitung wegen der Gefahr des Ausgasens von Gärungskohlensäure in der Probenküvette beim Temperieren der Probe offenbar grösser: vor allem bei zentrifugierten Proben, aber auch bei der Verwendung des Faltenfilters Typ 595 wurden öfter Messabbrüche registriert. Bentofilter und Spritzenfilter sind zur Entgasung besser geeignet.

Während die Ergebnisse von Restzucker- und Säuregehalten sich unabhängig von der Art der Probenvorbereitung gut reproduzieren liessen, waren die gemessenen Alkoholgehalte bei der Verwendung von Spritzenfiltern immer etwas niedriger; ob hier ein ursächlicher Zusammenhang mit der Vorbereitungsmethode besteht oder unbekannte Faktoren wie möglicherweise längere Standzeiten der Proben ausschlaggebend gewesen sein könnten, bleibt offen.

4.2. Referenzanalysen 2009

Nachdem das Oenofoss 2009 angeschafft wurde, musste man sich zeitlich stark mit dem Gerät beschäftigen. Es wurden, wie von der Firma Foss empfohlen, für jedes Messprogramm 10 Referenzanalysen in ein amtliches Labor gebracht, das für unseren Betrieb auch die Analysen zur Amtlichen Prüfnummer untersucht. Dadurch sollte die Kalibrierungsdatenbank des Oenofoss mit den Ergebnissen an das Labor angeglichen werden. Dies wurde von einem Servicetechniker der Fa. Foss durchgeführt. Anschließend wurden mit dem fertig konfigurierten Gerät von unserer Seite weitere Referenzanalysen gemessen gelassen um die Messgenauigkeit festzustellen. Die Proben die dabei in das Oenofoss eingelesen wurden, wurden mit der oben erläuterten Probenvorbereitung über einen Bento- Faltenfilter abfiltriert.

Ergebnisse siehe Tabellen 6 und 7.

Tabelle Messvergleich Restzucker in g/l:

Messung Vergärbarer Zucker [g/l]			
Proben ID	Referenzwert	Oenofoss	Differenz
00001	6,8	6,2	0,6
00002	8,0	7,0	1,0
00003	6,5	5,6	0,9
00004	0,9	0	0,9
00005	5,2	3,7	1,5
00006	8,6	8,6	0
00007	3,0	3,6	-0,6
00008	8,8	7,6	1,2
00009	5,2	3,7	1,5
00010	9,6	10,7	-1,1
00011	36,1	33,6	2,5
00012	85,0	72,3	12,7
00013	26,0	24,3	1,7
00014	17,1	15,5	1,6
00015	93,8	74,8	19,0
00016	52,2	43	9,2
00017	32,2	29,5	2,7
00018	73,8	61,8	12,0
00019	92,2	76,2	16,0

Tabelle 6

Zulässige Abweichungen laut Hersteller: 0,7 g/l

Tabelle Messvergleich vorh. Alkohol in [vol.%]:

Messung Alkohol [vol.%]			
Proben ID	Referenzwert	Oenofoss	Differenz
00001	11,95	12,03	-0,08
00002	11,95	11,87	0,08
00003	12,82	12,86	-0,04
00004	12,76	12,87	-0,11
00005	12,94	12,70	0,24
00006	11,85	12,12	-0,27
00007	13,92	12,99	0,93
00008	12,34	12,73	-0,39
00009	12,94	12,70	0,24
00010	14,50	14,23	0,27
00011	8,95	9,08	-0,13
00012	7,49	7,73	-0,24
00013	9,49	9,57	-0,08
00014	9,96	10,02	-0,06
00015	7,70	7,76	-0,06
00016	8,89	9,11	-0,22
00017	8,46	8,36	0,10
00018	7,87	8,08	-0,21
00019	7,58	7,81	-0,23

Tabella 7

Zulässige Abweichungen laut Hersteller: 0,15 vol.%

Beide Tabellen zeigen 19 Messungen mit dem Oenofoss. Zum Vergleich die jeweiligen Referenzanalysewerte, sowie die Abweichungen der Wertepaare. Laut Foss soll in der Weinkalibrierung die Maximalabweichung der Differenz bei Restzucker 0,7 g/l und bei Alkohol 0,15 vol.% nicht überschreiten. Die Zahlen die über dieser Maximalabweichung liegen sind rot markiert und die Zahlen innerhalb der vorgegebenen Grenzen grün.

Diskussion:

Das vorliegende Ergebnis zeigt, dass mit der vorgegebenen Kalibrierung die Mehrzahl der durchgeführten Messungen nicht die von Foss proklamierten Qualitätskriterien (siehe Tabelle 7) erfüllt. Da wie schon gezeigt die Ursache hierfür nicht in der Probenvorbereitung liegen kann, blieb als Erklärung die Annahme, dass die Kalibrierung noch unzureichend war. Nach Reklamation bei Foss wurden in Absprache mit dem Servicetechniker 20 weitere Referenzanalysen in die Kalibrierung eingelesen. Dabei wurden durch Foss auch die

Messprogramme verändert: Die ursprünglichen Messprogramme Wein und Süßwein wurden jeweils zusätzlich in Rot und Weiss gegliedert, ebenfalls wurde die Kalibrierung des Weinbereichs von einem ursprünglichen Messbereich von 0-17 g/l Restzucker auf 0- 40 g/l erweitert. Der Süßweinbereich setzt im neuen Messprogramm dagegen erst oberhalb von 40 g/l Restzucker ein.

Der Erfolg dieser Massnahmen wurde in einer weiteren Versuchsreihe überprüft:

4.3. Versuchsreihe nach der Änderung der Kalibrierungsdatenbank

In dieser Reihe wurden fünf Weine mit dem Programm Weisswein 0-40 g/l Restzucker und eine Probe im Süßweinbereich gemessen. Die Probenvorbereitung wurde wieder mit dem Bentotest Faltenfilter durchgeführt. Zusätzlich zu den Parametern Alkohol, Restzucker und Säure wurden auch die Parameter Äpfelsäure*, pH- Wert* und flüchtige Säure* verglichen (diese Parameter waren aus Kostengründen bei den vorangegangenen Referenzanalysen ausgespart worden).

Siehe Tabelle 8 Bis 13 .

Probebezeichnung	Alk.[vol.%]	Verg.Zucker	Ges.Säure	Äpfelsäure	pH	Fl.Säure
T.101Chardonnay	12,84	1,1	6,6	4,4	3,82	0,38
T.101Chardonnay	12,88	1,1	6,5	4,4	3,81	0,39
T.101Chardonnay	12,79	1,2	6,5	4,4	3,82	0,41
Referenz FTIR Oppenheim	13,35	3,0	6,5	4,0	3,90	0,52
Differenz	-0,51	-1,87	0,03	0,40	-0,08	-0,13

Tabelle 8

Probenbezeichnung	Alk.[vol.%]	Verg.Zucker	Ges.Säure	Äpfelsäure	pH	Fl.Säure
T.120Grauburgunder	12,60	1,0	5,2	0	4,00	0,35
T.120Grauburgunder	12,57	0,8	5,2	0	4,01	0,34
T.120Grauburgunder	12,60	0,9	5,2	0	4,00	0,32
Referenz FTIR Oppenheim	12,98	1,3	5	0,3	4,00	0,51
Differenz	-0,39	-0,40	0,20	-0,30	0,00	-0,17

Tabelle 9

Probenbezeichnung	Alk.[vol.%]	Verg.Zucker	Ges.Säure	Äpfelsäure	pH	Fl.Säure
T.172Riesling1	12,37	1,9	7,7	5,1	3,67	0,48
T.172Riesling2	12,31	1,8	7,7	5,0	3,67	0,47
T.172Riesling3	12,33	2,1	7,7	5,1	3,66	0,49
Referenz FTIR Oppenheim	13,12	3,4	7,3	4,4	3,70	0,53
Differenz	-0,78	-1,47	0,40	0,67	0,03	-0,05

Tabelle 10

Probenbezeichnung	Alk.[vol.%]	Verg.Zucker	Ges.Säure	Äpfelsäure	pH	Fl.Säure
#282-1	12,10	6,7	5,8	3,6	3,81	0,42
#282-2	12,12	6,8	5,8	3,6	3,80	0,41
#282-3	12,12	6,9	5,8	3,6	3,80	0,40
Referenz FTIR Oppenheim	12,59	8,1	5,6	3,3	3,80	0,49
Differenz	-0,47	-1,30	0,20	0,30	0,00	-0,08

Table 11

Probenbezeichnung	Alk.[vol.%]	Verg.Zucker	Ges.Säure	Äpfelsäure	pH	Fl.Säure
T.106Kerner2	8,73	64,8	6,2	5,7	3,84	0,56
T.106Kerner3	8,77	64,3	6,1	5,8	3,85	0,53
T.106Kerner4	8,77	64,2	6,1	5,7	3,85	0,56
Referenz FTIR Oppenheim	8,97	70,0	6,6	5,5	3,7	0,46
Differenz	-0,22	-5,57	-0,47	0,23	0,15	0,09

Table 12

Probenbezeichnung	Alk.[vol.%]	Verg.Zucker	Ges.Säure	Äpfelsäure	pH	Fl.Säure
#85-1	10,22	17,1	7,0	4,4	3,62	0,41
#85-2	10,16	17,0	7,0	4,4	3,62	0,39
#85-3	10,16	17,1	7,0	4,4	3,63	0,43
Referenz FTIR Oppenheim	11,62	18,6	6,9	4,1	3,60	0,44
Differenz	-1,44	-1,53	0,10	0,30	0,02	-0,03

Table 13

Wie auch im ersten Versuch sind die Überschreitungen der Vorgegebenen Maximalabweichungen Rot und die Ergebnisse die unter dieser Grenze liegen grün markiert. Die Proben wurden dreimal mit dem Oenofoss gemessen und das Durchschnittsergebnis dieser Analysen wurde gegenüber dem Referenzergebnis Differenziert.

Diskussion:

Trotz der von Foss durchgeführten Änderung der Messprogramme inklusive der Rekalibrierung ist dieses Ergebnis nach wie vor unbefriedigend, da mehr als die Hälfte der Messwerte außerhalb der vorgegebenen Toleranzbereiche liegen.

Andererseits fiel auf, dass die Wiederholbarkeit der Einzelergebnisse gut ist und den genannten Spezifikationen entspricht.

Daraus wurde der Schluss gezogen, dass die zu hohen Abweichungen der Messergebnisse von den „Ist-Werten“ (unter der Annahme, dass die Daten des professionellen DLR-Labors in Oppenheim korrekt sind!) nicht an physikalischen Unzulänglichkeiten des FTIR-Prinzips liegen, sondern noch immer die Kalibrationsdatenbank nicht ausreicht.

Um nicht absehbare Ausgaben für weitere Referenzanalysen zu vermeiden, wurde daher entschieden, „künstlichen“ Wein durch exakt dosierte Zugaben von Alkohol, Wein- und Äpfelsäure, Glukose und Fruktose in destilliertes Wasser selbst anzusetzen und für die Fehlersuche zu verwenden.

4.4. Untersuchungen der Einzelparameter

Um vorab zu überprüfen, ob eine Messung von Einzelparametern in wässriger Lösung als Most- bzw. Weinersatz überhaupt möglich ist, wurden als Beispiel zwei Vergleichsproben mit 90%igem Ethanol und destilliertem Wasser mit 8- und 12vol.% Alkohol hergestellt. Zur Alkoholbestimmung mit dem Oenofoss wurde das Messprogramm für **Wein -40g/l Restsüße** verwendet (Abb. 18).

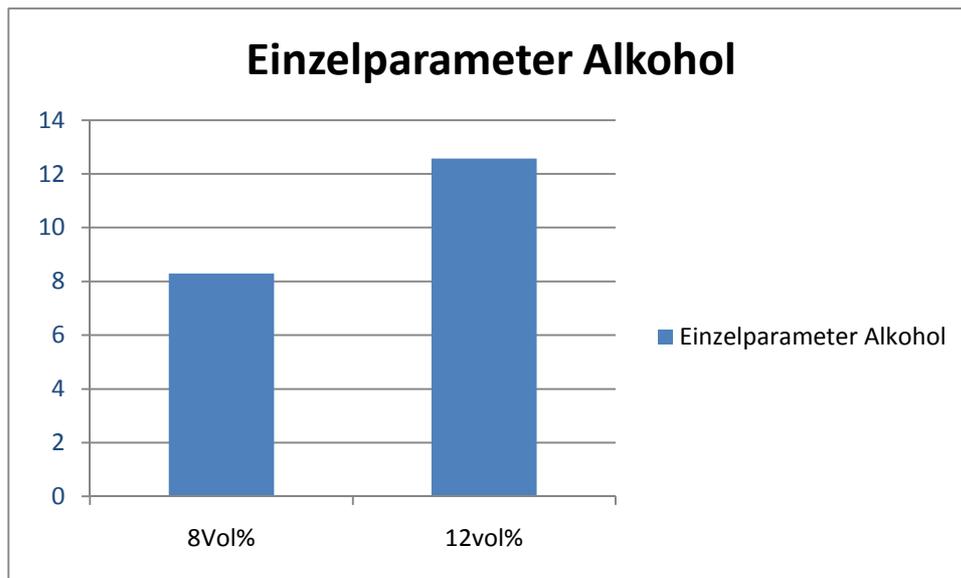


Abbildung 16

Die Abb. 18 zeigt, dass die Alkohol-Messergebnisse recht gut mit den Sollwerten der Testlösungen übereinstimmen. Die Abweichungen liegen zwar etwas ausserhalb des in der Abbildung 18 angegebenen Toleranzbereichs, was aber auch an Ungenauigkeiten beim Ansetzen der beiden Testlösungen liegen könnte. Grundsätzlich ergab der Vorversuch also, dass die Verwendung selbst hergestellter Testlösungen geeignet erscheint, um die Kalibration des Oenofoss für Einzelparameter wie z.B. Alkohol zu überprüfen.

Daher sollte es sich lohnen, weitere Messreihen mit feiner abgestuften Verdünnungsreihen durchzuführen.

4.4.1. Parameter Alkohol

Mischungsreihe												
Alk.Gehalt / [vol.%]												
12%	10	9	8	7	6	5	4	3	2	1	0	
8%	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
Soll-Wert	12,0	11,6	11,2	10,8	10,4	10,0	9,6	9,2	8,8	8,4	8,0	

Tabelle 14

Wie in Tabelle 14 gezeigt, wurden die zwei Alkohol-Stammlösungen so miteinander gemischt, dass sich eine linear abgestufte Verdünnungsreihe von 12 vol% bis 8 vol% ergab. Die jeweiligen Proben wurden dann im Oenofoss mit dem Programm Wein -40g/l Restsüße gemessen. Die Ergebnisse sind in Abb. 19 wiedergegeben:

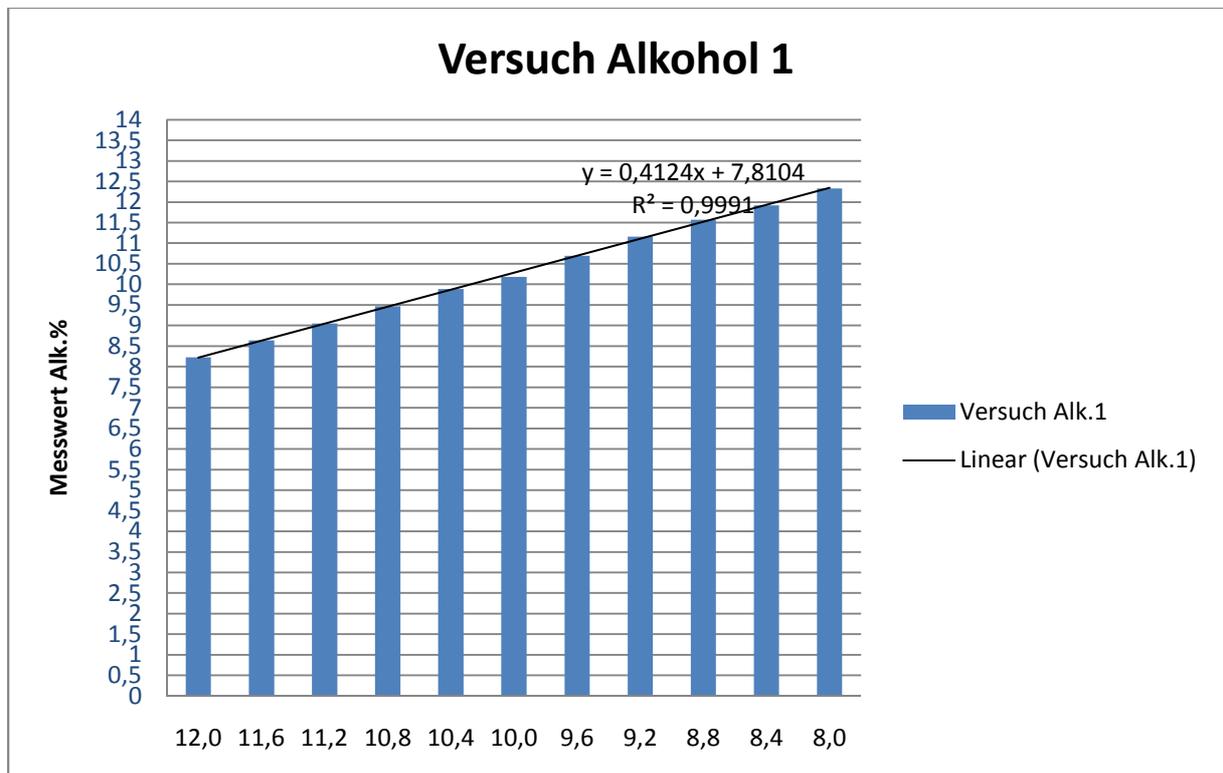


Abbildung 17

Die Anwendung der linearen Regression ergab, dass die mit dem Oenofoss bestimmten Alkoholwerte mit den Alkoholkonzentrationen der eingesetzten Verdünnungsreihe exakt linear korreliert sind.

Messungen im Oberen und Unteren Grenzbereich:

In allen Messprogrammen sind für jeden Parameter untere und obere Grenzwerte genannt; im Programm Wein bis 40 g/l z.B. liegen diese für Alkohol bei 8 vol.% und 16 vol.%. Nachdem die vorhergehenden Versuche gezeigt haben, dass im angegebenen Messbereich alle Ergebnisse linear mit den Sollwerten korrelieren, soll nun überprüft werden, wie sich die Werte im und ausserhalb des Grenzbereichs verhalten (siehe Tabelle 15 und 16)

Untersuchung im Unteren und Oberen Grenzbereich:

Lösung	[Alkvol. %] Foss	Lösung	[Alk vol.%] Foss
8 vol.%	8,22	13 vol.%	15,26
7 vol.%	-999,34	14 vol.%	16,39
		15 vol.%	17,54
		16 vol.%	-999,34

Tabelle 15

Die Messungen im und ausserhalb des Grenzwertbereichs ergeben, dass sowohl bei Unterschreitung als auch Überschreitungen ein Fehlercode in Form eines irrealen Ergebnisses ("-999,34") ausgegeben werden. Beim unteren Grenzwert ist die Grenze etwas schärfer eingestellt als bei dem oberen Grenzwert.

Alkohol- Zucker Korrelation:

Tabelle 16

Alk %	Verg.Zucker[g/l]
12,33	0,3
11,92	0,4
11,57	0,3
11,16	0,7
10,69	0,7
10,18	0,9
9,89	0,8
9,47	0,9
9,05	1
8,64	1
8,23	1,1

Während der Durchführung des Versuchs ist aufgefallen das bei abnehmender Alkoholkonzentration der Wert des vergärbaren Zuckers ansteigt, obwohl die Probe nur aus Ethanol und destilliertem Wasser bestand.

Diskussion über die Einzelmessung Alkohol:

Die erste Fragestellung dieses Versuchsteils war, ob überhaupt eine Messung von Einzelparametern mit der FTIR- Analytik möglich ist. Die Antwort ist ein klares Ja.

Die zweite Frage stellt sich bezüglich der Korrelation der Messwerte mit den Sollwerten in linearen Verdünnungsreihen. Die mathematische Auswertung bestätigt einen linearen Zusammenhang mit sehr hohem Bestimmtheitsmaß (R^2 nahe 1).

Bei Über- und Unterschreitung des Messbereiches nimmt die Wertekurve nicht wie man vermuten könnte eine andere Form an, sondern das Gerät gibt Fehlermeldungen in Form eines konstanten, irrationalen Wertes aus; offenbar ist dies in der Software so programmiert.

Dieses insgesamt positive Ergebnis stimuliert analoge Versuche mit den weiteren Einzelparametern vergärbaren Zucker (Glucose, Fructose), Gesamtsäure und Äpfelsäure.

4.4.2. Parameter vergärbaren Zucker

Analog zum oben beschriebenen Versuch mit Alkohol wurden Versuchsreihen mit Glucose und Fructose durchgeführt.

Zur Simulation einer natürlichen Restsüße nach Gärunterbrechung wurde eine Fructose-Stammlösung erstellt und verdünnt, und um einen Wein mit zugesetzter Süßreserve zu simulieren diente eine Verdünnungsreihe aus einer 1:1-Glucose-Fructose-Stammlösung.

Das Messen von Saccharose ist übrigens mit dem Oenofoss nicht möglich, was nach der Anreicherung eines Mostes oder Weines berücksichtigt werden muss.

Versuchsreihe Fructose:

Tabelle 17

Verdünnung	Fructose [g/l]
F 0g/l	4,2
F 4g/l	12,7
F 8g/l	15,8
F 12g/l	18,8
F 16g/l	21,6
F 20g/l	24,8
F 24g/l	27,5
F 28g/l	30,3
F 32g/l	33,3
F 36g/l	36,4
F 40g/l	-999

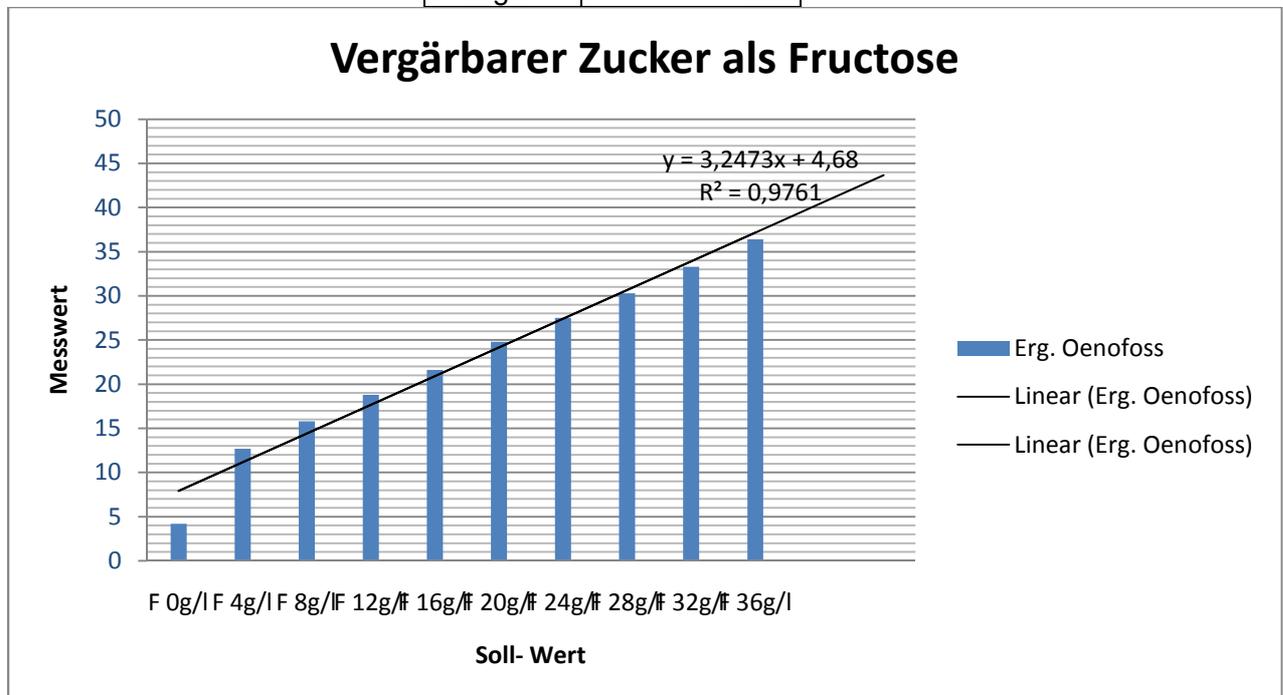


Abbildung 18

In dem Bereich von 4 g bis 36 g Fructose/l waren die Messergebnisse mit den vorgelegten Testkonzentrationen linear korreliert, allerdings im Absolutwert gegeneinander verschoben: das Oenofoss gab höhere Fructosekonzentrationen an als in den Testlösungen vorhanden waren. Besonders deutlich wurde das bei destilliertem Wasser, in dem das Oenofoss noch 4 g Fructose „fand“. Dementsprechend lag die am stärksten konzentrierte Testlösung mit echten 40 g/l Fructose auch oberhalb des Grenzwertes (erkennbar an der Fehlerangabe - 999,99; dieser Wert wurde nicht in Abb. 20 aufgenommen).

Versuchsreihe Glucose- Fructose:

Sollwert	Vergärbarer Zucker [g/l]
F:G 0g/l	4,1
F:G 4g/l	11,4
F:G 8g/l	14,1
F:G 12g/l	16,7
F:G 16g/l	19,0
F:G 20g/l	21,9
F:G 24g/l	24,3
F:G 28g/l	26,3
F:G 32g/l	29,1
F:G 36g/l	31,7
F:G 40g/l	37,7

Tabelle 18

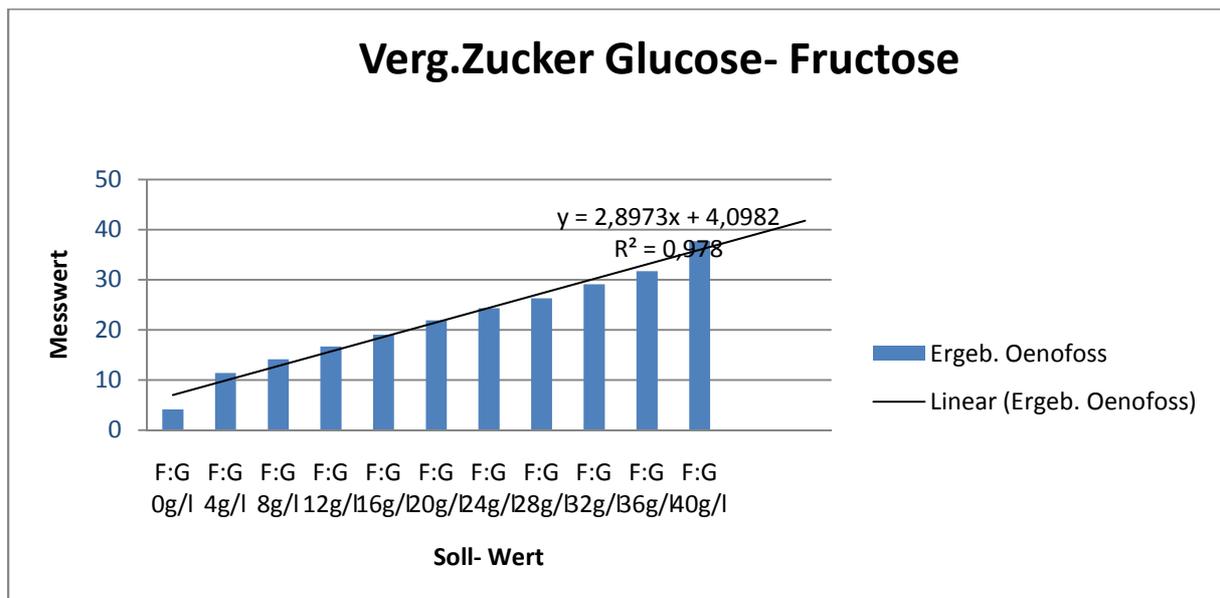


Abbildung 19

Ergebnis vergärbarer Zucker:

Ebenso wie bei der Alkoholmessung zeigt die mathematische Auswertung der Zuckermessungen den linearen Zusammenhang zwischen den Sollwerten und den Oenofoss-Ergebnissen. Dies gilt sowohl für Fructose (natürliche Restsüße), als auch Glucose:Fructose (Süßreserve).

Diskussion über die Einzelmessung Vergärbarer Zucker

Bei Fructose und Fructose / Glucose in Mischung war jeweils die lineare Korrelation der Messergebnisse mit den Zuckergehalten der vorgelegten Testlösungen gut zu erkennen, was, wie schon bei der Alkoholmessung, das Funktionsprinzip des Gerätes bestätigt. Ebenso wie bei den Alkoholmessungen beobachtet wichen allerdings die vom Oenofoss angegebenen Absolutwerte von den wahren Probenkonzentrationen ab. Da Zucker selbst in destilliertem Wasser detektiert wurde, können eventuelle Ungenauigkeiten beim Ansetzen der Verdünnungsreihen als mögliche Ursachen mit Sicherheit ausgeschlossen werden. Als Erklärung für diesen Fehler bleibt daher mit hoher Wahrscheinlichkeit eine noch immer ungenügende Kalibrierung des Gerätes.

4.4.3. Parameter Weinsäure- Äpfelsäure

Das Oenofoss gibt die Summe aus Wein- und Äpfelsäure als Gesamtsäure aus, zusätzlich wird die Äpfelsäure als Einzelwert angezeigt. Daher wurden analog zu den obengenannten Versuchen mit Alkohol und Zuckern in diesem Versuch zunächst die Säuren einzeln und dann in verschiedenen Mischungsverhältnissen Äpfelsäure:Weinsäure angesetzt und gemessen (siehe Tabelle 19 und Abbildung 22).

Äpfelsäure:

Soil- Wert	Ges.Säure	Äpfelsäure
AS-0g/l	0	0,2
AS-1g/l	3,1	1,8
AS-2g/l	4,0	2,7
AS-3g/l	4,8	3,3
AS-4g/l	5,5	3,9
AS-5g/l	6,1	4,5
AS-6g/l	6,8	5,1
AS-7g/l	7,6	5,8
AS-8g/l	8,3	6,4
AS-9g/l	9,1	999,99
AS-10g/l	10,9	999,99

Tabelle 19

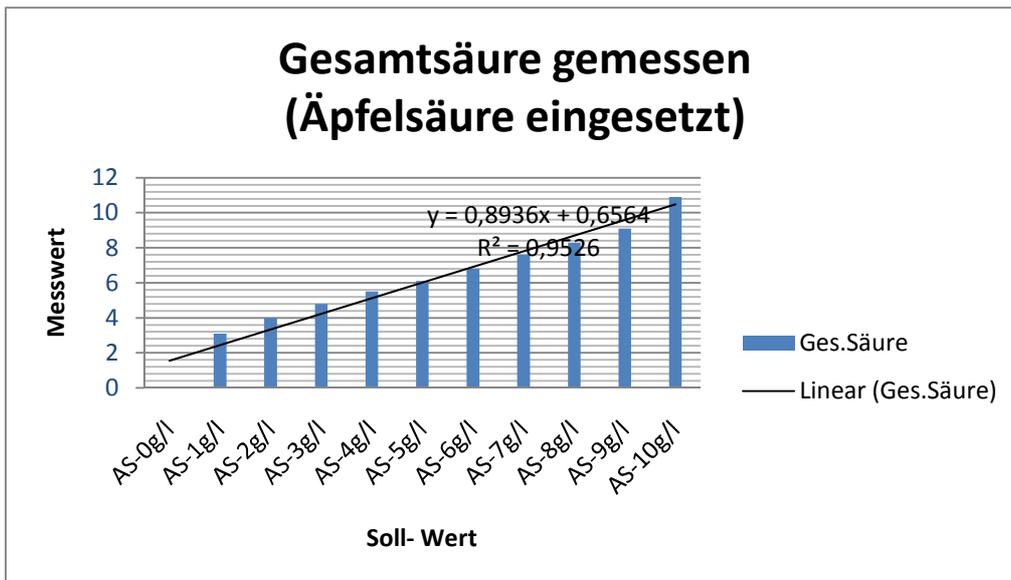


Abbildung 20

Verdünnungsreihe im Messbereich der Äpfelsäure.

Weinsäure:

Soll- Wert	Ges.Säure [g/l]
WS 0g/l	0
WS 1g/l	3,1
WS 2g/l	3,7
WS 3g/l	4,3
WS 4g/l	5,0
WS 5g/l	5,7
WS 6g/l	6,2
WS 7g/l	6,9
WS 8g/l	7,5
WS 9g/l	8,1
WS 10g/l	9,7

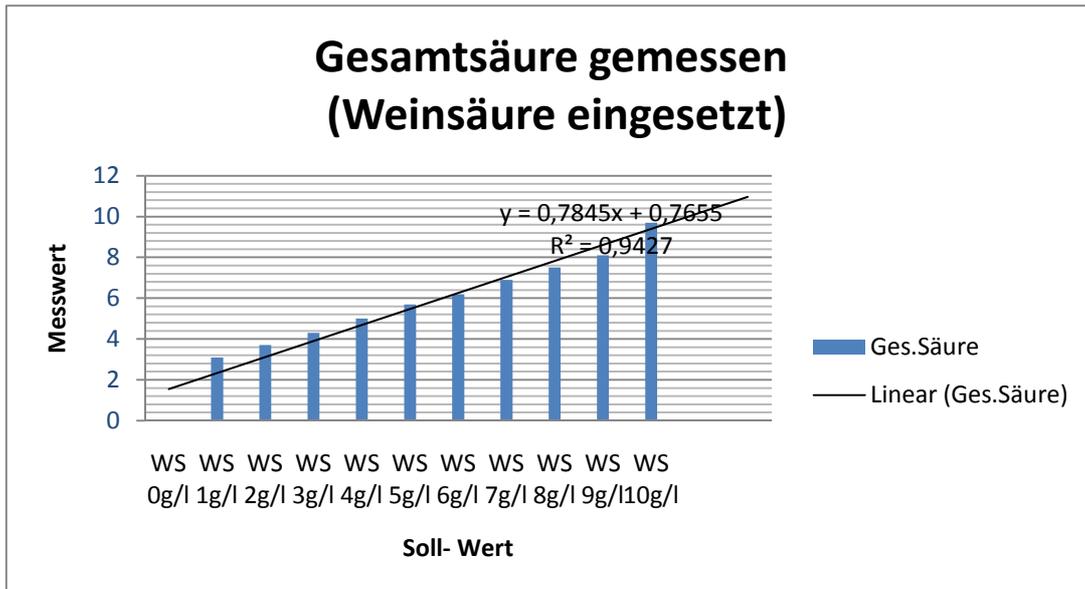


Abbildung 21

Verdünnungsreihe im Messbereich der Weinsäure.

Ergebnis Weinsäure- Äpfelsäure:

Die Ergebnisse der Versuchsreihen bestätigen die schon von den anderen Einzelparametern bekannte gute Korrelation zwischen den Soll- und Messwerten auch für Äpfelsäure die mit dem Oenofoss messbar ist. In der Tabelle 20 ist dieser Messwert gesondert angegeben.

Weinsäure- Äpfelsäure:

Soll- Wert	Ges.Säure	Äpfelsäure	Weinsäure errechnet
WS-AS 6:4 = 10 g/l	10,4	4,5	5,9
WS:AS 5:4 = 9 g/l	8,8	3,5	5,3
WS-AS 5:3 = 8 g/l	8,2	3,9	4,3
WS-AS 4:3 = 7 g/l	7,5	3,3	4,2
WS-AS 3:3 = 6 g/l	7,0	3,2	3,8
WS-AS 7:7 = 14 g/l	999,99	6,9	999,99
WS:AS 1:5 = 6 g/l	7,2	4,2	3

Tabelle 20

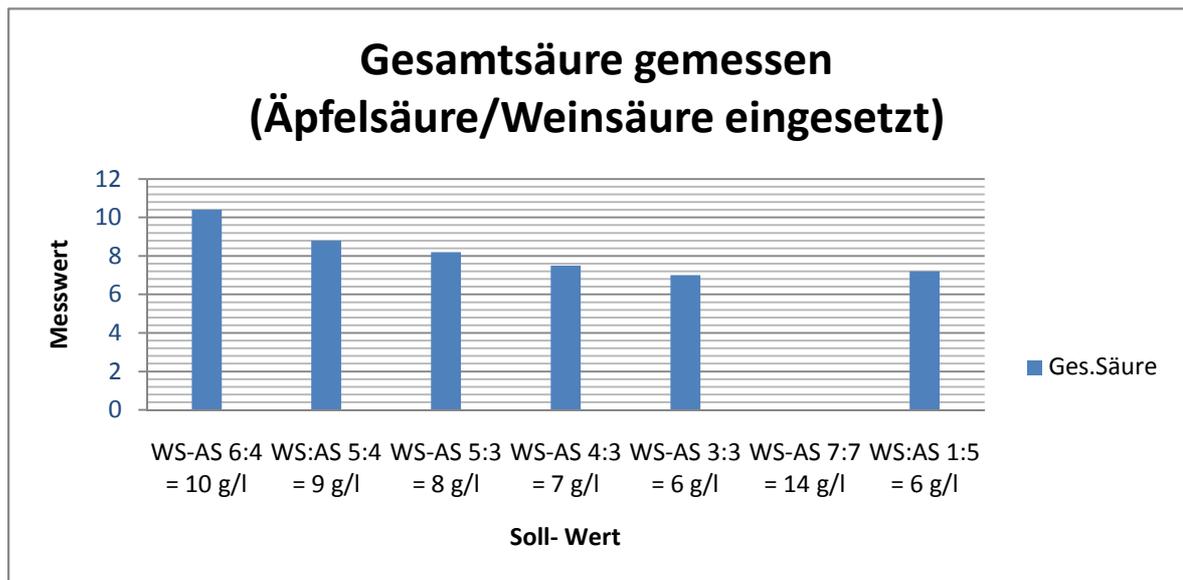


Abbildung 22

Hier wurden verschiedene Mischungsverhältnisse von Äpfelsäure zu Weinsäure erstellt.

Diskussion nach den Untersuchungen der Einzelparameter:

Die Überprüfung der Messgenauigkeit der Parameter Alkohol, vergärbare Zucker, Äpfelsäure und Weinsäure ergab, dass in der Mehrzahl der Fälle ein linearer Bezug zwischen den eingesetzten Probenverdünnungen und den Messergebnissen bestand. Allerdings gab es vor allem bei Glucose und Fructose auch mehr oder weniger deutliche Abweichungen von den Sollwerten.

Während den Versuchsmessungen ist weiterhin aufgefallen, dass verschiedene Parameter sich entweder gegenseitig beeinflussen, oder vom Gerät nicht vollständig voneinander differenziert werden können:

So wurde z.B. bei der Alkoholmessung mit zunehmenden Konzentrationen ein Anstieg des vergärbaren Zuckers angegeben, obwohl destilliertes Wasser ohne jeglichen Zuckergehalt zur Verdünnung verwendet wurde (siehe Tab. 16).

Desweiteren wurden interessante Ergebnisse zum Weinsäure-/Äpfelsäure-Verhältnis gefunden: die Äpfelsäure wird als Einzelparameter dargestellt, also ist das Oenofoss in der Lage, Weinsäure und Äpfelsäure zu differenzieren. Ebenso wird die Gesamtsäure ausgegeben. In selbst angesetzten Lösungen, die nur Wein- und Äpfelsäure enthalten, errechnet sich die Weinsäure daher aus der Differenz zwischen Äpfelsäure und Gesamtsäure (siehe Versuchsreihe in Tabelle 21). Im Weinbereich ist diese Berechnung der

Weinsäure allerdings nicht möglich, da in der Matrix Wein weitere Säuren einen Einfluss auf die Gesamtsäure haben.

Da grobe Fehler beim Ansetzen der Testlösungen ausgeschlossen werden können, weist das Gesamtergebnis der Einzelparameter-Versuche wie schon die zuvor durchgeführten Messreihen auf Probleme im Kalibrationsprogramm, bzw. unzureichende Korrektur-einstellung im Messprogramm hin, auf die der Anwender selbst keinen Einfluss nehmen kann.

Diese Ergebnisse waren Grund genug, mit Nachdruck erneut den Servicetechniker der Firma Foss unter Hinweis auf die festgestellten Probleme einzubestellen, um eine weitere Nachkalibration durchführen bzw. einlesen zu lassen.

4.5. Erneute Versuchsreihe nach der Kalibrierung

Wie im letzten Kapitel schon begründet wurden in diesem Versuch ca. 60 verschiedene Weine (Weissweine bis 40g, Süß- und Rotweine) auf alle mit dem Oenofoss im Weinbereich messbaren Parameter untersucht. Zeitgleich wurden die identischen Proben mit gleicher Vorbereitung (Bentotest-Faltenfilter) im Labor des DLR- Oppenheim mit dem Weinscan gemessen. Zusätzlich wurde der Parameter Alkohol durch die Dichtebestimmung als eine zweite Referenzmethode gemessen.

Zur besseren Übersicht sind im Folgenden nur die Ergebnisse für die Weissweine bis 40 g/l Restzucker aufgeführt.

Messergebnisse des **vorhandenen Alkohol in [vol. %]** im Messprogramm Wein bis 40 g/l Restzucker:

ID	Rebsorte	Oenofoss	Winescan	Referenz	Diff. Oenof.- Winesc.	Diff.Oeno.- Ref.	Diff- Wines.- Ref.
W9101103016	Silvaner	11,46	11,89		-0,43		
W9101103017	Grauer Burgunder	12,24	12,65	12,53	-0,41	-0,29	0,11
W9101103018	Chardonnay	12,61	12,93	12,81	-0,32	-0,20	0,11
W9101103019	Silvaner	10,66	11,08	10,98	-0,42	-0,32	0,10
W9101103020	Riesling	10,80	11,31	10,91	-0,51	-0,11	0,39
W9101103058	Silvaner	11,71	11,99	12,05	-0,28	-0,34	-0,06
W9101103059	Bacchus	11,32	11,70	11,33	-0,38	-0,01	0,37
W9101103060	Silvaner	11,85	12,22	11,86	-0,37	-0,01	0,35
W9101103063	Grauer Burgunder	12,17	12,66	12,55	-0,49	-0,38	0,11
W9101103064	Riesling	12,00	12,33	12,05	-0,33	-0,05	0,28
W9101103231	Grauer Burgunder	10,99	11,13	11,13	-0,14	-0,14	0,00
W9101103232	Kerner	10,68	11,01	10,91	-0,33	-0,23	0,10
W9101103233	Kerner	9,84	10,04	9,89	-0,20	-0,05	0,15
W9101103234	Rivaner	10,82	11,06	10,86	-0,24	-0,04	0,20
W9101103243	Riesling	11,77	11,96	11,88	-0,19	-0,10	0,09
W9101103246	Riesling	12,02	12,28	12,09	-0,27	-0,08	0,19
W9101103284	Gewürztraminer	11,34	11,80	11,77	-0,46	-0,43	0,03
W9101103300	Silvaner	11,83	12,14	11,80	-0,32	0,03	0,34
W9101103301	Riesling	11,66	12,15	11,81	-0,49	-0,15	0,34
W9101103303	Grauer Burgunder	11,71	12,09	11,98	-0,38	-0,27	0,11
W9101103304	Weißer Burgunder	12,34	12,66	12,43	-0,32	-0,09	0,23
W9101103305	Sauvignon Blanc	12,61	12,98	12,86	-0,37	-0,25	0,11
W9101103306	Riesling	11,85	12,31	12,02	-0,46	-0,16	0,29
W9101103307	Riesling	12,22	12,65	12,31	-0,43	-0,09	0,34
W9101103308	Riesling	11,38	11,85	11,61	-0,47	-0,23	0,24

Tabelle 21

Diese Tabelle zeigt drei Messergebnisse für den vorhandenen Alkohol: Oenofoss, Referenzanalyse (Dichte), Winescan, die drei letzten Spalten zeigen die Differenz zu den jeweiligen Messmethoden, die rot markierten Differenzergebnisse sind über halb des von Foss angegebenen Toleranzbereichs.

Messergebnisse des **vergärbaren Zucker in [g/l]** im Messprogramm Wein bis 40 g/l Restzucker:

ID	Rebsorte	Oenofoss	Winescan	Diff. Oenof.- Winesc.
W9101103016	Silvaner	5,3	7,0	-1,7
W9101103017	Grauer Burgunder	3,8	5,2	-1,4
W9101103018	Chardonnay	3,9	5,7	-1,8
W9101103019	Silvaner	12,6	14,2	-1,6
W9101103020	Riesling	19,1	22,0	-2,9
W9101103058	Silvaner	11,7	14,6	-2,9
W9101103059	Bacchus	12,1	14,8	-2,7
W9101103060	Silvaner	3,6	4,1	-0,5
W9101103063	Grauer Burgunder	5,8	7,1	-1,3
W9101103064	Riesling	10,0	11,5	-1,5
W9101103231	Grauer Burgunder	4,5	5,2	-0,7
W9101103232	Kerner	14,8	15,5	-0,7
W9101103233	Kerner	28,5	32,4	-3,9
W9101103234	Rivaner	11,8	14,2	-2,4
W9101103243	Riesling	15,1	16,2	-1,1
W9101103246	Riesling	7,4	7,8	-0,4
W9101103284	Gewürztraminer	14,7	15,8	-1,1
W9101103300	Silvaner	8,9	10,3	-1,4
W9101103301	Riesling	6,1	7,1	-1,0
W9101103303	Grauer Burgunder	13,8	14,8	-1,0
W9101103304	Weißer Burgunder	5,2	6,5	-1,3
W9101103305	Sauvignon Blanc	5,2	6,5	-1,3
W9101103306	Riesling	6,6	7,5	-0,9
W9101103307	Riesling	7,0	8,1	-1,1
W9101103308	Riesling	14,3	15,1	-0,8

Tabelle 22

Diese Tabelle zeigt die beiden Ergebnisse des Oenofoss und der Referenzanalyse mit dem Weinscan an, die letzte spalte zeigt wieder die Differenz und farblich den Toleranzbereich an.

Messergebnisse der **Gesamtsäure in [g/l]** im Messprogramm Wein bis 40 g/l Restzucker:

ID	Rebsorte	Oenofoss	Winescan	Diff. Oenof.- Winesc.
W9101103016	Silvaner	7,4	7,2	0,2
W9101103017	Grauer Burgunder	5,7	5,6	0,1
W9101103018	Chardonnay	6,1	6,1	0,0
W9101103019	Silvaner	6,6	6,4	0,2
W9101103020	Riesling	6,7	6,6	0,1
W9101103058	Silvaner	7,6	7,4	0,2
W9101103059	Bacchus	7,6	7,4	0,2
W9101103060	Silvaner	7,2	6,9	0,3
W9101103063	Grauer Burgunder	6,0	6,0	0,0
W9101103064	Riesling	7,2	7,1	0,1
W9101103231	Grauer Burgunder	5,6	5,3	0,3
W9101103232	Kerner	7,4	7,0	0,4
W9101103233	Kerner	7,3	7,0	0,3
W9101103234	Rivaner	6,9	6,5	0,4
W9101103243	Riesling	8,8	8,4	0,4
W9101103246	Riesling	8,2	7,8	0,4
W9101103284	Gewürztraminer	8,8	8,8	0,0
W9101103300	Silvaner	7,1	6,9	0,2
W9101103301	Riesling	7,7	7,4	0,3
W9101103303	Grauer Burgunder	7,0	6,7	0,3
W9101103304	Weißer Burgunder	6,9	6,6	0,3
W9101103305	Sauvignon Blanc	7	6,8	0,2
W9101103306	Riesling	7,9	7,7	0,2
W9101103307	Riesling	7,8	7,6	0,2
W9101103308	Riesling	8,0	7,7	0,3

Tabelle 23

Diese Tabelle zeigt die beiden Ergebnisse des Oenofoss und der Referenzanalyse mit dem Weinscan an, die letzte spalte zeigt wieder die Differenz und farblich den Toleranzbereich an.

Messergebnisse der **Äpfelsäure in [g/l]** im Messprogramm Wein bis 40 g/l Restzucker:

ID	Rebsorte	Oenofoss	Winescan	Diff. Oenof.- Winesc.
W9101103016	Silvaner	3,5	3,2	0,3
W9101103017	Grauer Burgunder	0	0,1	-0,1
W9101103018	Chardonnay	0	0,0	0,0
W9101103019	Silvaner	0,6	1,0	-0,4
W9101103020	Riesling	2,3	2,2	0,1
W9101103058	Silvaner	6,1	5,4	0,7
W9101103059	Bacchus	4,5	4,2	0,3
W9101103060	Silvaner	5,9	5,1	0,8
W9101103063	Grauer Burgunder	2,8	2,5	0,3
W9101103064	Riesling	4,2	3,8	0,4
W9101103231	Grauer Burgunder	1,2	1,3	-0,1
W9101103232	Kerner	4,9	4,3	0,6
W9101103233	Kerner	4,8	4,5	0,3
W9101103234	Rivaner	4,9	4,4	0,5
W9101103243	Riesling	6,3	5,5	0,8
W9101103246	Riesling	5,1	4,6	0,5
W9101103284	Gewürztraminer	4,9	4,6	0,3
W9101103300	Silvaner	5,2	4,7	0,5
W9101103301	Riesling	4,9	4,3	0,6
W9101103303	Grauer Burgunder	4,8	4,3	0,5
W9101103304	Weißer Burgunder	5,0	4,3	0,7
W9101103305	Sauvignon Blanc	5,1	4,4	0,7
W9101103306	Riesling	4,7	4,2	0,5
W9101103307	Riesling	4,6	4,2	0,4
W9101103308	Riesling	5,0	4,5	0,5

Tabelle 24

Diese Tabelle zeigt die beiden Ergebnisse des Oenofoss und der Referenzanalyse mit dem Weinscan an, die letzte spalte zeigt wieder die Differenz und farblich den Toleranzbereich an.

Messergebnisse des **pH- Wert** im Messprogramm Wein bis 40 g/l Restzucker:

ID	Rebsorte	Oenofoss	Winescan	Diff. Oenof.- Winesc.
W9101103016	Silvaner	3,68	3,60	0,08
W9101103017	Grauer Burgunder	3,72	3,60	0,12
W9101103018	Chardonnay	3,68	3,60	0,08
W9101103019	Silvaner	3,61	3,50	0,11
W9101103020	Riesling	3,37	3,20	0,17
W9101103058	Silvaner	3,79	3,80	-0,01
W9101103059	Bacchus	3,65	3,60	0,05
W9101103060	Silvaner	3,70	3,60	0,10
W9101103063	Grauer Burgunder	3,77	3,70	0,07
W9101103064	Riesling	3,58	3,50	0,08
W9101103231	Grauer Burgunder	3,82	3,70	0,12
W9101103232	Kerner	3,59	3,50	0,09
W9101103233	Kerner	3,63	3,50	0,13
W9101103234	Rivaner	3,67	3,60	0,07
W9101103243	Riesling	3,57	3,50	0,07
W9101103246	Riesling	3,60	3,50	0,10
W9101103284	Gewürztraminer	3,60	3,50	0,10
W9101103300	Silvaner	3,69	3,60	0,09
W9101103301	Riesling	3,51	3,40	0,11
W9101103303	Grauer Burgunder	3,65	3,50	0,15
W9101103304	Weißer Burgunder	3,74	3,60	0,14
W9101103305	Sauvignon Blanc	3,69	3,60	0,09
W9101103306	Riesling	3,47	3,30	0,17
W9101103307	Riesling	3,45	3,30	0,15
W9101103308	Riesling	3,44	3,30	0,14

Tabelle 25

Diese Tabelle zeigt die beiden Ergebnisse des Oenofoss und der Referenzanalyse mit dem Weinscan an, die letzte spalte zeigt wieder die Differenz und farblich den Toleranzbereich an.

Messergebnisse der **flüchtigen Säure in [g/l]** im Messprogramm Wein bis 40 g/l Restzucker:

Tabelle 26

ID	Rebsorte	Oenofoss	Winescan	Diff. Oenof.- Winesc.
W9101103016	Silvaner	0,47	0,55	-0,08
W9101103017	Grauer Burgunder	0,47	0,62	-0,15
W9101103018	Chardonnay	0,51	0,63	-0,12
W9101103019	Silvaner	0,44	0,54	-0,10
W9101103020	Riesling	0,39	0,52	-0,13
W9101103058	Silvaner	0,42	0,51	-0,09
W9101103059	Bacchus	0,50	0,56	-0,06
W9101103060	Silvaner	0,43	0,46	-0,03
W9101103063	Grauer Burgunder	0,46	0,52	-0,06
W9101103064	Riesling	0,44	0,50	-0,06
W9101103231	Grauer Burgunder	0,38	0,48	-0,10
W9101103232	Kerner	0,44	0,50	-0,06
W9101103233	Kerner	0,43	0,50	-0,07
W9101103234	Rivaner	0,31	0,44	-0,13
W9101103243	Riesling	0,53	0,52	0,01
W9101103246	Riesling	0,45	0,49	-0,04
W9101103284	Gewürztraminer	0,51	0,49	0,02
W9101103300	Silvaner	0,45	0,50	-0,05
W9101103301	Riesling	0,44	0,48	-0,04
W9101103303	Grauer Burgunder	0,42	0,47	-0,05
W9101103304	Weißer Burgunder	0,39	0,51	-0,12
W9101103305	Sauvignon Blanc	0,4	0,47	-0,07
W9101103306	Riesling	0,44	0,48	-0,04
W9101103307	Riesling	0,43	0,54	-0,11
W9101103308	Riesling	0,45	0,51	-0,06

Diese Tabelle zeigt die beiden Ergebnisse des Oenofoss und der Referenzanalyse mit dem Weinscan an, die letzte spalte zeigt wieder die Differenz und farblich den Toleranzbereich an.

Diskussion über die Versuchsreihen nach der Kalibrierung:

In den Tabellen 21 bis 26 sind die durch das Oenofoss messbaren Parameter für die verschiedenen Versuchsweine aufgelistet und dabei den Referenzanalysen gegenübergestellt. Durch diese Darstellung ist rasch zu erkennen, dass trotz der erneuten Kalibrierung vor allem bei den Parametern vergärbaren Zucker und Alkohol ein großer Teil der Ergebnisse noch immer nicht im Bereich der vorgegebenen Toleranzwerte liegen.

Anzumerken bleibt, dass alle vorhergehenden Kalibrierungen mit Analyseergebnissen des Servicelabors Briegel durchgeführt wurde, während unbekannt ist, wie das WineScan des DLR Oppenheim kalibriert war; es wird jedoch unterstellt, dass das hochwertige und von Experten betriebene FTIR am DLR Oppenheim präzise arbeitet. Ausserdem ist zu fordern, dass Weinanalysen mittels FTIR generell reproduzierbar sein müssen, unabhängig davon, mit welchem Kalibrationsset zuvor eine (korrekte) Eichung durchgeführt wurde.

5. Abschlussdiskussion

Nachdem in den letzten 4 Kapiteln, angefangen mit den Ökonomischen Aspekten bis hin zu den technischen Untersuchungen, alle wichtigen Faktoren zur Bewertung eines Oenofoss durchleuchtet wurden, werden nun die Ergebnisse zu einem Gesamtbild zusammengefügt.

Die Anschaffungskosten des Oenofoss sind mit knapp 29.000 € inklusive aller Messprogramme auf den ersten Blick sehr hoch, allerdings wurde in Kapitel 2.3 verdeutlicht, dass schon ab ca. 140 Analysen im Jahr, die Kosten geringer sind als bei Laboranalysen, wobei sich der Kostenvorteil mit steigender Analysezahl weiter erhöht. Der genaue *Break Even Point* hängt von den Lohn-, Fahrt- und Laborkosten der einzelnen Betriebe ab und kann sich dadurch nach oben oder unten verschieben.

Nachdem also deutlich wurde, dass sich eine Anschaffung betriebswirtschaftlich gesehen ab einer gewissen Betriebsgröße sehr wohl rentiert, wurde im Kapitel der technischen Untersuchungen überprüft, ob das Gerät in der Lage ist, im Alltagsgeschehen der Kellerwirtschaft zu bestehen.

Dies beginnt schon bei der Probenvorbereitung: Hier wurde festgestellt, dass sich Moste wegen des fehlenden Gehaltes an Kohlensäure unkritisch verhalten, weshalb sowohl Zentrifugation als auch verschiedene Filter zur Klärung eingesetzt werden können. Ab dem Einsetzen der Gärung müssen Proben für FTIR wirkungsvoll entgast werden; hierbei erweist

sich die Filtration als wirksamer bzw. zuverlässiger. Insgesamt stellt die Probenvorbereitung jedoch kein Problem dar.

Die sicher wichtigste Forderung an ein Messverfahren ist, dass die Messergebnisse korrekt sind. Hierzu ergaben die technischen Untersuchungen ein gemischtes Bild: bei Alkohol und vergärbarem Zucker wurden deutliche Schwankungen und Abweichungen von den Sollwerten beobachtet, andere Parameter wurden zuverlässiger bestimmt. Nimmt man die von Foss angegebenen Toleranzen als Massstab, muss festgestellt werden, dass nach diesem Kriterium das Oenofoss die „Kellerprobe“ nicht bestanden hat. Solange die Ergebnisse jedoch nicht direkt im Bereich kritischer Grenzwerte für die Kategorisierung nach Geschmacksangaben liegen, kann der Kellerwirt mit den Messwertgenauigkeiten des Oenofoss durchaus arbeiten.

Was man bei der Überlegung zur Anschaffung eines Oenofoss berücksichtigen muss: FTIR ist kein Verfahren, bei dem man ein Gerät auspackt, einschaltet und sofort korrekte Messergebnisse erzielt, sondern es ist eine ganze Menge Zeit und intensive Beschäftigung mit der Materie bis zum erfolgreichen Zieleinlauf erforderlich, wie meine vorliegende Technikerarbeit hoffentlich schlüssig beweist.

6. Abbildungsverzeichnis:

Abbildung 1	6
Abbildung 2	7
Abbildung 3	9
Abbildung 4	13
Abbildung 5	14
Abbildung 6	15
Abbildung 7	16
Abbildung 8	17
Abbildung 9	18
Abbildung 10	19
Abbildung 11	20
Abbildung 12	22
Abbildung 13	23
Abbildung 14	24
Abbildung 15	25
Abbildung 16	30
Abbildung 17	31
Abbildung 18	34
Abbildung 19	35
Abbildung 20	37
Abbildung 21	38
Abbildung 22	39

7. Tabellenverzeichnis:

Tabelle 1.....	21
Tabelle 2.....	22
Tabelle 3.....	22
Tabelle 4.....	23
Tabelle 5.....	24
Tabelle 6.....	26
Tabelle 7.....	27
Tabelle 8.....	28
Tabelle 9.....	28
Tabelle 10.....	28
Tabelle 11.....	29
Tabelle 12.....	29
Tabelle 13.....	29
Tabelle 14.....	31
Tabelle 15.....	32
Tabelle 16.....	32
Tabelle 17.....	34
Tabelle 18.....	35
Tabelle 19.....	36
Tabelle 20.....	38
Tabelle 21.....	41
Tabelle 22.....	42
Tabelle 23.....	43
Tabelle 24.....	44
Tabelle 25.....	45
Tabelle 26.....	46

8. Literaturverzeichnis:

1. Universität Münster: Präsentation FTIR- Spektroskopie

http://www.uni-muenster.de/imperia/md/content/physikalische_chemie/praktikum/app_ir.pdf

2. OenoFoss™ Service Manual / Servicehandbuch

3. www.ir-spektroskopie.de

4. IR- Spektroskopie Eine Einführung, Günzler, Gremlich, WILEY-VCH

5. www.faes.de/.../mka_photometrie_einfuehrung.html

Erklärung:

Hiermit erkläre ich, dass ich die vorliegende Projektarbeit nur unter Zuhilfenahme der angegebenen Unterlagen und Informationsquellen angefertigt habe. Es ist mir bekannt, dass eine Zuwiderhandlung Konsequenzen in Bezug auf die Notengebung nach sich zieht.

Grünstadt, den 09. Mai.2011

.....
Unterschrift