

	<b>Amtliche Qualitätsweinuntersuchung</b>	Seite 1 von 11
		Stand: September 2014
<b>FOSS WineScan™ SO<sub>2</sub>: Bestimmung von freier und gesamter schwefligen Säure mittels FT-IR-Spektrometrie</b>		

## Inhaltsverzeichnis

1	Gegenstand und Zweck.....	2
2	Messverfahren.....	2
3	Konfiguration .....	3
4	Reagenzien und Lösungen.....	3
4.1	Standardisierung .....	3
4.2	Nullpunktflüssigkeit .....	4
4.3	Reinigungslösung.....	4
4.4	Phosphorsäure-Lösung.....	4
4.5	Stammlösung für Kontrollproben.....	5
4.6	Kontrollstandards .....	5
5	Durchführung der Analyse .....	6
5.1	Probenvorbereitung.....	6
5.2	Vorbereitung der Messung.....	6
5.3	Durchführung Messung.....	6
5.4	Beenden der Messung .....	6
6	Slope-Intercept-Korrektur .....	7
7	Funktionsüberprüfungen.....	7
7.1	Nullpunkteinstellung .....	7
7.2	Messung der wässrigen Kontrollstandards .....	7
8	Wartungsarbeiten .....	8
8.1	Reinigung .....	8
8.2	Intervall-Einweichen .....	8
8.3	Durchfluss-System reinigen .....	9
8.4	Standardisierung .....	9
8.5	Abfallbehälter leeren .....	9
8.6	Datensicherung und Datenbank-Bereinigung.....	9
9	Zuverlässigkeitsdaten der Methode.....	10
10	Angabe und Absicherung der Ergebnisse .....	11

	Amtliche Qualitätsweinuntersuchung	Seite 2 von 11
		Stand: September 2014
FOSS WineScan™ SO <sub>2</sub> : Bestimmung von freier und gesamter schwefliger Säure mittels FT-IR-Spektrometrie		

## 1 Gegenstand und Zweck

Diese Arbeitsanweisung gilt für die Bestimmung von freier und gesamter schwefliger Säure in Weinen mittels Fourier-Transform-Spektrometrie im mittleren Infrarotbereich (FT-IR) für die amtliche Qualitätsweinprüfung (AP-Analyse). Das hierbei eingesetzte WineScan™ SO<sub>2</sub>-Interferometer ermöglicht eine parallele Flüssigkeits- und Gasanalyse in einer Durchflussküvette und einer Gasmesszelle. Dieses Dokument geht jedoch nur auf die Analytik der schwefligen Säure nach Übergang in die Gasphase ein – die Arbeitsanweisung zur Untersuchung anderer Weinbestandteile mittels FT-IR für die amtliche Qualitätsweinprüfung („Untersuchungsverfahren zur Bestimmung von Vorhandenem Alkohol, Reduzierendem Zucker und Gesamtsäure mittels FT-IR-Spektrometrie bei der amtlichen Qualitätsweinuntersuchung“) bleibt hiervon unberührt.

Ferner werden die notwendigen Funktionsüberprüfungen und Wartungsarbeiten, sowie die Herstellung der hierfür benötigten Lösungen beschrieben. Durch die beschriebenen Kontrollmaßnahmen soll die bestmögliche Übereinstimmung zwischen den nach dieser Arbeitsanweisung ermittelten Ergebnissen und den durch Anwendung der entsprechenden Referenzanalytik erhaltenen Referenzwerten erreicht werden.

## 2 Messverfahren

Kohlensäure- und partikelfreie Weine werden ohne weitere Probevorbereitung dem Analysensystem zugeführt. Zu Beginn der Analyse werden Probe und Phosphorsäure nacheinander in die Reaktionskammer geleitet. Die Reaktionskammer ist konstant auf 85 °C temperiert. Durch die Vermischung von Wein und Phosphorsäure in der Reaktionskammer wird SO<sub>2</sub> kontinuierlich freigesetzt und durch die Gasmesszelle geleitet. Die IR-Gasspektren werden dabei am Detektor aufgenommen. Das freie Schwefeldioxid wird fast augenblicklich freigesetzt. Das gebundene Schwefeldioxid wird von der Säure hydrolysiert und kontinuierlich freigesetzt. Während der Reaktion werden mit einem Fourier-Transform-Infrarotspektrometer die IR-Absorptionsspektren erfasst.

Schwefeldioxid verfügt über eindeutige Merkmale im mittleren Infrarotspektrum. Das IR-Spektrum für Schwefeldioxid überschneidet sich jedoch teilweise, insbesondere mit Wasser, Alkohol und anderen flüchtigen Substanzen. Anhand mathematischer Modellberechnungen kann das Schwefeldioxid-Signal erfasst und über die für die Qualitätsweinanalyse zugelassene Produktkalibrierung quantifiziert werden. Für die amtliche Qualitätsweinanalyse darf hierfür nur die jeweils zugelassene Basiskalibrierung eingesetzt werden. Auf das so erhaltene vorläufige Messergebnis wird außerdem noch eine Slope-Intercept-Korrektur zum Ausgleich gerätebedingter Unterschiede angewendet. Einzelergebnisse und Mittelwert werden mit der Probebezeichnung ausgegeben und protokolliert.

Die Messbereiche für die Messung in Wein liegen bei

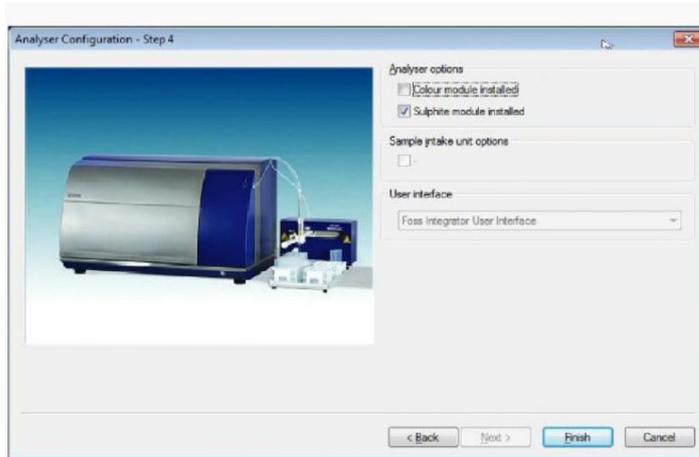
10 – 60 mg/l freiem Schwefeldioxid bzw.

60 – 260 mg/l gesamtem Schwefeldioxid.

Der Anwendungsbereich der beschriebenen Methode beschränkt sich ferner auf Erzeugnisse, deren Grenzwert für die gesamte schweflige Säure (berechnet als SO<sub>2</sub>) maximal bei 250 mg/l liegt.

### 3 Konfiguration

Im Konfigurationsschritt des Analysesystems ist das „Sulphite-Modul“ ausgewählt.



Es ist auch möglich, das SO<sub>2</sub>-Modul zu deaktivieren, indem man es aus der Konfiguration nimmt und den Haken entfernt. Falls dies über einen längeren Zeitraum (über 1 Woche) geplant ist, sollte die restliche Phosphorsäure in der Reaktionskammer entfernt werden. Bitte dazu vorher mit einem Techniker von Foss Kontakt aufnehmen.

Die Dauer der Hydrolyse ist auf die Option „Medium“ gesetzt. Diese Standardeinstellung darf nicht verändert werden, da die erstellten Kalibrierungen auf dieser Einstellung beruhen.

### 4 Reagenzien und Lösungen

Die benötigten Reagenzien und Lösungen sollten in einem Labor mit guter Belüftung vorbereitet werden und nur in geeignete Behälter befüllt werden. Beim Umgang mit Chemikalien sind geeignete Schutzkleidung und -handschuhe, sowie eine Schutzbrille zu tragen. Die Angaben der entsprechenden Sicherheitsdatenblätter müssen beachtet werden!

Soweit nicht anders angegeben,

- sind analysenreine Chemikalien zu verwenden,
- ist unter „Wasser“ im Sinne dieser Vorschrift entmineralisiertes Wasser oder Wasser von entsprechender Reinheit und
- unter „Lösung“ eine wässrige Lösung zu verstehen.

#### 4.1 Standardisierung

„FTIR-Equalizer“ (P/N 1001105 = 6 x 37 ml)

Die geschlossenen Flaschen mit der Standardisierflüssigkeit sind bei 5 - 8 °C im Kühlschrank aufzubewahren und geschlossen ca. zwei Jahre haltbar

	Amtliche Qualitätsweinuntersuchung	Seite 4 von 11
		Stand: September 2014
FOSS WineScan™ SO <sub>2</sub> : Bestimmung von freier und gesamter schwefliger Säure mittels FT-IR-Spektrometrie		

## 4.2 Nullpunktflüssigkeit

Die Nullpunktflüssigkeit ist einmal wöchentlich frisch anzusetzen:

1 Löffelspitze „Zero Salt“ (P/N 1015912 = 1 x 23 g) in 1 L Wasser

Der Nullpunktbehälter muss vor dem Befüllen gründlich mit heißem Wasser gereinigt werden.

## 4.3 Reinigungslösung

Die Reinigungslösung ist einmal wöchentlich frisch anzusetzen:

50 ml „Cleaning Agent“ (P/N 1015910 = 4 x 100 ml) auf 2 L mit Wasser auffüllen

## 4.4 Phosphorsäure-Lösung

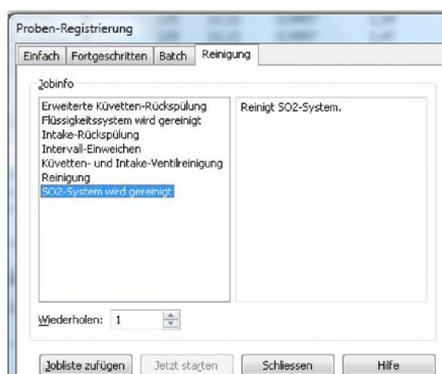
Für jede Analyse werden ca. 4 ml Phosphorsäure verwendet. Die Konzentration in der Anwendung beträgt 25 Vol.-%. Die Säure kann entweder in dieser Stärke direkt gekauft oder aus einer 85 %igen Phosphorsäure durch Verdünnung hergestellt werden:

etwa 400 ml Wasser vorlegen, 294 ml Phosphorsäure (85 Gew.-%,  $d = 1,71$ ) zufügen und mit Wasser auf 1000 ml auffüllen. Anschließend 1,5 g „WineScan SO<sub>2</sub> AntiFoam“ Antischaummittel (P/N 60048366= 1 x 100 ml) zufügen und sorgfältig mischen.

*Alternativ:*

etwa 400 g Wasser vorlegen, 503 g Phosphorsäure (85 Gew.-%,  $d = 1,71$ ) zufügen und mit Wasser auf 1000 g auffüllen. Anschließend 1,5 g „WineScan SO<sub>2</sub> AntiFoam“ Antischaummittel (P/N 60048366= 1 x 100 ml) zufügen und sorgfältig mischen.

Für eine Bestimmung wird 1 ml 25%ige Phosphorsäure eingesetzt. Wenn die Phosphorsäure selbst hergestellt wird, wird die Herstellung größerer Chargen empfohlen. Wenn eine neue Charge hergestellt wurde, wird eine Spülung des Durchflusssystems mit der neuen Phosphorsäure empfohlen (es gibt einen kleinen „Puffer-Behälter“ in der Reaktionskammer). Beim Wechseln der Modi – wie „Wechsel in den Stoppmodus und Rückkehr in den Standby-Modus“ – wird der Puffer in der Reaktionskammer mit der neuen Säure gefüllt. Führen Sie daher nach einem neuen Säureansatz sicherheitshalber 3 Reinigungszyklen des SO<sub>2</sub>-Moduls durch. Öffnen Sie dazu mit „F2“ die Probenregistrierung, wählen „SO<sub>2</sub>-System wird gereinigt“ und klicken dann auf „Jetzt starten“:



Die erste Analyse sollte außerdem sicherheitshalber mit einer Testprobe („Dummy-Probe“) durchgeführt und das Ergebnis verworfen werden.

#### 4.5 Stammlösung für Kontrollproben

Für die Langzeitkontrolle der Reproduzierbarkeit der SO<sub>2</sub>-Messwerte werden wässrige Natriumbisulfitlösungen aus einer Stammlösung (1000 mg/l SO<sub>2</sub>) empfohlen. Diese Proben werden folgendermaßen hergestellt, dabei ist es wichtig, abgekochtes destilliertes Wasser zu verwenden:

In einem 1 L-Maßkolben wird abgekochtes, destilliertes Wasser vorgelegt und 1,483 g Natriumbisulfit (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) darin aufgelöst. Mit abgekochtem Wasser bis zur Graduierung auffüllen.

1 Spatelspitze „Zero Salt“ (P/N 1015912 = 1 x 23 g) zugeben

Den Kolben mit einem dicht schließenden Stopfen verschließen und alles sorgfältig mischen (Magnetrührer).

Die Stammlösung in kleinere Gebinde umfüllen, luftdicht verschließen und im Kühlschrank zur Stabilisierung 1 Tag stehen lassen. Es hat sich gezeigt, dass die Stammlösung bei dieser Lagerung ca. 1 Monat verwendet werden kann.

#### 4.6 Kontrollstandards

Die drei Kontrollstandards werden entsprechend den Angaben in der nachfolgenden Tabelle hergestellt. Dazu können entweder 50 ml- oder 100 ml Maßkolben verwendet werden:

Kontrollstandard	Stammlösung	
	50-ml-Maßkolben	100-ml-Maßkolben
40 mg/l	2 ml	4 ml
80 mg/l	4 ml	8 ml
120 mg/l	6 ml	12 ml

Nach Vorlage der Stammlösung (Abschnitt 4.5) werden die Standards mit bereits abgekochtem destilliertem Wasser hergestellt. Die Maßkolben luftdicht verschließen und im Kühlschrank zur Stabilisierung 1 Tag stehen lassen.

#### **Hinweis:**

Das Ziel dieser Standards ist das Erhalten einer stabilen und wiederholbaren Kontrollprobe über einen langen Zeitraum hinweg. Diese Standards dienen nicht zur Justierung oder Kontrolle der Kalibrierung!

	<b>Amtliche Qualitätsweinuntersuchung</b>	Seite 6 von 11
		Stand: September 2014
<b>FOSS WineScan™ SO<sub>2</sub>: Bestimmung von freier und gesamter schwefliger Säure mittels FT-IR-Spektrometrie</b>		

## 5 Durchführung der Analyse

### 5.1 Probenvorbereitung

Es gelten allgemeinen Richtlinien für die Probenvorbereitung. Die Proben sollten frei von Partikeln, und insbesondere weitestgehend von CO<sub>2</sub> befreit sein. Jungweine müssen daher filtriert, und die restliche CO<sub>2</sub> ausgeschüttelt werden.

Das Gleichgewicht zwischen freiem Schwefeldioxid und Gesamtschwefeldioxid ist temperaturabhängig. Es ist daher wichtig, dass alle Proben bei gleicher Temperatur stabilisiert werden.

Die vorbereiteten Proben sind zügig zu vermessen.

### 5.2 Vorbereitung der Messung

- Den Reinigungsbehälter unter die Pipette „Clean“ in das Gerät stellen
- Den Säurebehälter mehrmals stürzen, um den Entschäumer gründlich zu verteilen und anschließend unter die Pipette „Acid“ stellen.
- Reinigung durchführen (Abschnitt 8.1)
- Nullpunkteinstellung durchführen (Abschnitt 7.1)

### 5.3 Durchführung Messung

Vor Beginn der Routineanalysen wird eine Testprobe zur SO<sub>2</sub>-Messung empfohlen, deren Wert aber nicht berücksichtigt wird („Dummy-Probe“).

Danach wird mittels der Kontrollstandards (Abschnitt 4.6) die Reproduzierbarkeit der Messwerte vom SO<sub>2</sub>-Modul geprüft.

Die vorbereiteten Proben können nun vermessen werden. Die Proben können dem Analysensystem manuell oder mit einem Autosampler zugeführt werden. Als Basiskalibrierung ist die derzeit aktuellste Version 1.8 zu verwenden. Die Einzelergebnisse und der Mittelwert werden mit der Probebezeichnung ausgegeben und protokolliert.

### 5.4 Beenden der Messung

- Am Ende des Arbeitstages Reinigung durchführen (Abschnitt 8.1)
- Nullpunkteinstellung durchführen (Abschnitt 7.1)
- Den Behälter mit der Reinigungslösung entfernen, verschließen und durch ein 50 ml- oder 100 ml-Becherglas mit Nullpunktlösung (Abschnitt 4.2) oder destilliertem Wasser ersetzen.
- Durchfluss-System reinigen (Abschnitt 8.3)
- Den Säurebehälter entfernen und verschließen.
- Abfallbehälter leeren (Abschnitt 8.5)

## 6 Slope-Intercept-Korrektur

Bei der Methodvalidierung hat sich gezeigt, dass – insbesondere bei der Bestimmung der freien schwefligen Säure – die Regressionsfunktion (Referenz auf FT-IR) nicht mit der ersten Winkelhalbierenden zusammenfällt (siehe Abschnitt 9). Daher müssen sich die eingesetzten Slope-Intercept-Korrekturfaktoren zwingend von Slope = 1 und Intercept = 0 unterscheiden. Bezüglich der Durchführung und Dokumentation von Slope-Intercept-Korrekturen wird auf Abschnitt 11.5 des Dokuments „Untersuchungsverfahren zur Bestimmung von Vorhandenem Alkohol, Reduzierendem Zucker und Gesamtsäure mittels FT-IR-Spektrometrie bei der amtlichen Qualitätsweinuntersuchung“ verwiesen.

## 7 Funktionsüberprüfungen

Die zur Prüfung der Funktionsfähigkeit des Analysensystems ergriffenen Maßnahmen sind nachvollziehbar zu dokumentieren.

### 7.1 Nullpunkteinstellung

Doppelklick auf den dafür angelegten Schnelljob.

Die Nullpunkteinstellung basiert auf Luft, welche durch die Gasmesszelle strömt, während parallel dazu die Nullpunktlösung durch die WineScan-Küvette fließt. Dem Messprogramm Nullpunkt sind in diesem Fall die Komponenten „Z7“ und „Z8“ hinzugefügt.

Die empfohlenen Warnungs- und Fehlerlimits sind wie folgt:

	<b>Z7</b>	<b>Z8</b>
<b>Warnung</b>	0,5	0,25
<b>Fehler</b>	1,000	0,500

Sind die Werte nur gelb markiert, wird automatisch eine Korrektur durchgeführt.

Sind die Werte außerhalb der definierten Limits (rot markierte Werte) bitte den Nullpunkt nicht akzeptieren, sondern eine Reinigung nach Abschnitt 8.1 durchführen und die Nullpunkteinstellung wiederholen. Sind die Werte wieder außerhalb der definierten Limits, muss der Nullpunkt akzeptiert und dann wiederholt werden. Danach sollten sich die Werte innerhalb der Limits befinden.

Der Nullpunkt wird nun im stündlichen Intervall automatisch durchgeführt.

### 7.2 Messung der wässrigen Kontrollstandards

Vor dem Beginn der Routinemessungen werden die drei Kontrollstandards (Abschnitt 4.6) mit dem WineScan analysiert. Wenn bei den Messungen der Kontrollstandards systematische Abweichungen auftreten, müssen die Kontrollstandards bzw. die Stammlösung kontrolliert werden. Sind diese stabil geblieben, hat sich evtl. die Durchflussrate des SO<sub>2</sub>-Gases durch die Gasmesszelle verändert. Dann muss das SO<sub>2</sub>-Modul mit Hilfe eines Technikers überprüft werden.

## 8 Wartungsarbeiten

In einem Gerätebuch sind alle Maßnahmen zur Sicherung der Funktionsfähigkeit des Analysensystems nachvollziehbar zu dokumentieren. Dies gilt insbesondere für Nachweise über Reparatur- und Wartungsarbeiten, aber auch für die Durchführung von Standardisierungen und die in Abschnitt 11.4 des Dokuments „Untersuchungsverfahren zur Bestimmung von Vorhandenem Alkohol, Reduzierendem Zucker und Gesamtsäure mittels FT-IR-Spektrometrie bei der amtlichen Qualitätsweinuntersuchung“ beschriebenen monatlichen Kontrollen des Einsaugvolumens, der Spülwirksamkeit und die Wiederholbarkeitsprüfungen.

### 8.1 Reinigung

Starten der Reinigung durch Doppelklick auf den dafür angelegten Schnelljob. Die Anlage führt nun eine 2-fache Spülung mit dem WineScan-Reinigungsmittel („Cleaning Agent“, 2,5 %ig) durch.

Um eine Verschmutzung des SO<sub>2</sub>-Moduls zu vermeiden, wird automatisch während der Analysen nach jeder 5. Messung eine Reinigung des Moduls durchgeführt. Damit nach dem Analysenende in der Reaktionskammer keine Rückstände haften bleiben, ist die Option „Automatic Clean“ (Automatische Reinigung) auf 2 Minuten einzustellen.

### 8.2 Intervall-Einweichen

Nach ca. 50 durchgeführten SO<sub>2</sub>-Analysen, mindestens jedoch 1x wöchentlich bzw. jeden zweiten Tag (je nach Probendurchsatz), sollte eine Intervallreinigung durchgeführt werden. Als Einstellungen für diese Reinigung wird eine „Interval Clean Time“ (Intervallreinigungsdauer) von 30 Minuten und ein „Interval Clean Refresh“ (Intervallreinigungsauffrischzeit) alle 10 Minuten empfohlen.

Einmal im Monat sollte ein intensives Einweichen durchgeführt werden; hierzu wird unter der Option „WineScan-Einstellungen“ die Einweichzeit auf 4 Stunden und die Auffrischzeit auf 30 Minuten verlängert.



Starten des Intervall-Einweichens durch Doppelklick auf den dafür angelegten Schnelljob.

### 8.3 Durchfluss-System reinigen

Zur Reinigung des Durchfluss-Systems mit F<sup>2</sup> die Probenregistrierung öffnen, die Option „Flüssigkeitssystem wird gereinigt“ wählen und dann auf „Jetzt starten“ klicken:



### 8.4 Standardisierung

Eine Flasche Standardisierflüssigkeit („FT-IR-Equalizer“, siehe Abschnitt 4.1) wird kurz vor der Messung frisch geöffnet und ohne Umfüllen nach der Entnahme aus dem Kühlschrank direkt vermessen. Eventuelle Reste der Flüssigkeit sind zu verwerfen und dürfen nicht wieder verwendet werden.

Das SO<sub>2</sub>-Modul nutzt die Standardisierungsdaten, die bei der WineScan-Standardisierung ermittelt wurden. Dabei wird jedoch nur eine Korrektur in Richtung der Wellenlängenachse durchgeführt. Eine Korrektur der Signalstärke (Amplitude) erfolgt dabei nicht.

### 8.5 Abfallbehälter leeren

Nach der SO<sub>2</sub>-Messung wird die Reaktionskammer mit Luftdruck entleert. Dabei wird der Inhalt der Kammer über ein spezielles Drainageröhrchen aus Edelstahl in den Abfallkanister abgelassen. Dieses Drainageröhrchen verfügt über einen zusätzlichen Knick, damit der Abfall senkrecht nach unten in den Abfallschlauch geleitet wird. Damit werden Spritzer weitgehend vermieden.

Der Abfall vom WineScan hat einen recht niedrigen pH-Wert im Bereich von 1 bis 5. Daher sollte man im Umgang mit diesem Abfall besonders vorsichtig sein. Da sich im Abfallbehälter Reinigungslösung und Phosphorsäure mischt, wird im Laufe des Tages allmählich Chlorgas freigesetzt. Daher sollte der Abfallbehälter mindestens einmal arbeits-täglich entleert werden.

### 8.6 Datensicherung und Datenbank-Bereinigung

Da das SO<sub>2</sub>-Modul wesentlich mehr Spektraldaten liefert, füllt sich die Datenbank sehr schnell. Daher sollten regelmäßige Datensicherungen (Backups) und Datenbank-Bereinigungen (Aufräumen) durchgeführt werden. Je nach dem durchschnittlichen täglichen Durchsatz sollte monatlich oder sogar 14-tägig eine Datensicherung (Backup) bzw. eine Datenbank-Bereinigung erfolgen. Für die Datensicherung mit der Funktion „Backup“ bietet der Foss Integrator eine automatische Planungsoption. Diese Option sollte auch als Erinnerung für die Option „Data Base Clean Up“ (Datenbank-Bereinigung) verwendet werden.

	Amtliche Qualitätsweinuntersuchung	Seite 10 von 11
		Stand: September 2014
FOSS WineScan™ SO <sub>2</sub> : Bestimmung von freier und gesamter schwefliger Säure mittels FT-IR-Spektrometrie		

## 9 Zuverlässigkeitsdaten der Methode

Zuverlässigkeit der automatisierten Bestimmung von freier und gesamter SO <sub>2</sub>		
Jahr des Ringversuchs		2013
Anzahl der Laboratorien		13
Anzahl der Proben für die Ermittlung von Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit:		8
Anzahl der Proben für die Ermittlung der Übereinstimmung mit Referenzmethoden:		22
Parameter	freie schweflige Säure	gesamte schweflige Säure
nach Beseitigung der Ausreißer berücksichtigte Anzahl der Laboratorien	13	13
Anzahl der Proben	8	8
Anzahl der Ergebnisse	205	200
Parameterwertbereich	10 – 62 mg/l	60 – 265 mg/l
Wiederholung in den Laboratorien		
Wiederholstandardabweichung ( $s_r$ )	0,7 / 0,9	2,6 / 2,9
Wiederholgrenze ( $r$ )	1,9 / 2,6	7,4 / 8,1
Vergleich zwischen Laboratorien		
Vergleichsstandardabweichung ( $s_R$ )	$0,25 + 0,091 x_{\text{FTIR, roh}}$	$-2,7 + 0,131 x_{\text{FTIR, roh}}$
	$0,33 + 0,091 x_{\text{FTIR, kor.}}$	$-3,3 + 0,131 x_{\text{FTIR, kor.}}$
Vergleichsgrenze ( $R$ )	$0,70 + 0,255 x_{\text{FTIR, roh}}$	$-5,5 + 0,368 x_{\text{FTIR, roh}}$
	$0,93 + 0,255 x_{\text{FTIR, kor.}}$	$-9,3 + 0,368 x_{\text{FTIR, kor.}}$
Übereinstimmung mit der Referenzmethode		
Anzahl berücksichtigter Proben	21	21
Regressionsfunktion (Referenz auf FT-IR)	$0,262 + 0,714 x_{\text{OIV}}$	$-1,90 + 0,899 x_{\text{OIV}}$
Standardfehler der Schätzung	1,63	4,16
Slope-Intercept-Funktion (FT-IR auf Referenz)	$0,194 + 1,374 x_{\text{FTIR, roh}}$	$2,68 + 1,11 x_{\text{FTIR, roh}}$
Standardfehler der Schätzung	2,27	4,61

### Erläuterungen:

$x_{\text{FTIR, roh}}$  = Konzentration in mg/L bei Bestimmung mit FOSS WineScan SO<sub>2</sub>, Kalibrierung 1.8 ohne Slope-Intercept-Korrektur

$x_{\text{FTIR, kor.}}$  = Konzentration in mg/L bei Bestimmung mit FOSS WineScan SO<sub>2</sub>, Kalibrierung 1.8 mit Slope-Intercept-Korrektur

$x_{\text{OIV}}$  = Konzentration in mg/L bei Bestimmung mit der OIV-Methode

Die in den Abschnitten „Wiederholung in den Laboratorien“ und „Vergleich zwischen den Laboratorien“ alternativ eingetragenen Zahlenwerte bzw. Formeln geben jeweils vor dem Schrägstrich bzw. in der oberen Zeile die Werte ohne Berücksichtigung des Einflusses der notwendigen Slope-Intercept-Korrektur und hinter dem Schrägstrich bzw. in der unteren Zeile die Werte nach Berücksichtigung dieser Korrektur wieder.

	<b>Amtliche Qualitätsweinuntersuchung</b>	Seite 11 von 11
		Stand: September 2014
<b>FOSS WineScan™ SO<sub>2</sub>: Bestimmung von freier und gesamter schwefliger Säure mittels FT-IR-Spektrometrie</b>		

Durch die beschriebenen Kontrollmaßnahmen und die Teilnahme an Laborvergleichsuntersuchungen soll die bestmögliche Übereinstimmung zwischen den nach dieser Arbeitsanweisung ermittelten Parameterwerten und den durch Anwendung der Referenzverfahren erhaltenen „wahren Werten“ erreicht werden.

## **10 Angabe und Absicherung der Ergebnisse**

Der Untersuchungsbericht wird unter Verwendung der festgelegten Verfahrenskennziffern und des vorgeschriebenen Formulars erstellt.

Im Hinblick auf die statistisch ermittelten Präzisionsdaten ist zur Absicherung des Gesamtgehalts an schwefliger Säure die Anwendung einer Referenzmethode dann erforderlich, wenn der für das untersuchte Erzeugnis relevante Grenzwert bis auf 15 mg/l erreicht wird. Da der Schwefeldioxidgehalt im Wein nicht stabil ist, sollten die Ergebnisse in diesem Fall möglichst zeitnah abgesichert werden.