

Landwirtschaftskammer Rheinland-Pfalz

Zulassung von Laboratorien und Methoden zur Durchführung der Untersuchungen von Wein und Schaumwein für die Beantragung einer amtlichen Prüfungsnummer in Rheinland-Pfalz

gemäß § 23 Absatz 1 und 3 der Wein-Verordnung in der Fassung der
Bekanntmachung vom 21. April 2009
(BGBl. I Seite 827)

Auflage 2016

Überarbeitet mit freundlicher Unterstützung durch Frau Isabella Rülker, Frau Dr. Christine Schleich, Herr Tomasz Brzezina (alle Landesuntersuchungsamt, ILCA Mainz) und Herrn Dr. Reinhard Ristow (Speyer)

I. Zulassung von Laboratorien zur Erstellung von Untersuchungsbefunden

Die Landwirtschaftskammer ist gemäß § 2 Nr. 4 der LandesVO über Zuständigkeiten auf dem Gebiet des Weinrechts vom 18. Juli 1995 (GVBl. S. 284) die zuständige Stelle für die Zulassung von Labors zur Erstellung von Untersuchungsbefunden nach § 23 Abs. 1 WeinVO.

Labors, die eine Anerkennung anstreben, haben einen formlosen Antrag mit Zeugnisausschnitten und fachlichem Lebenslauf der Laborleiterin oder des Laborleiters bei der Zentrale der Landwirtschaftskammer in Bad Kreuznach einzureichen. Nach einer erfolgreichen fachlichen Überprüfung der Laborausstattung und der Fachkenntnisse der unterschreibungsberechtigten Laborleiterin oder des Laborleiters kann die Zulassung erfolgen.

Die Zulassung ist gebührenpflichtig.

II. Allgemeine Anmerkungen

- a) Auf dem Untersuchungsbefund ist die bei der Untersuchung angewendete Methode mit der nachstehend aufgeführten Numerierung anzugeben. Andere als die aufgeführten Methoden sind für die Untersuchungen nicht zugelassen.
- b) für alle Angaben ist die Berechnung der Werte auf eine Stelle hinter dem Komma erforderlich, außer bei der Angabe der freien und gesamten SO_2 (ohne Dezimalstelle) und bei der Dichtebestimmung (vier Stellen hinter dem Komma).
- c) Werden nach einer Methode, die nicht als Referenzmethode deklariert ist, gesetzlich fixierte Grenzwerte erreicht, so ist die jeweils angegebene Referenzmethode anzuwenden
- d) Als Grenzfälle können z.B. trockene oder halbtrockene Erzeugnisse in Betracht kommen. Sodann ist bei der Gesamtsäure das potentiometrische Verfahren 5.2.1. oder 5.2.2. anzuwenden.
- e) Automatisierte Verfahren können angewendet werden, wenn sie auf demselben physikalisch-chemischen Prinzip beruhen und eine vergleichbare Präzision (Richtigkeit, Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit) aufweisen.
- f) Gemäß § 29 Absatz 1 Ziffer 3 Weingesetz (Weinbuch- und Analysenbuchführung) in Verbindung mit §13 Weinüberwachungsverordnung fallen alle Aufzeichnungen während der Analysen mit den entsprechenden Ergebnissen unter die Analysenbuchführungspflicht (das gilt auch für die Titerstellung von Lösungen, Pyknometereichung, Verdünnungen, Blindwerte etc.).

III. Untersuchungsbefund

1. Gesamtalkohol

Berechnung des potentiellen Alkohols nach der Formel

$$\frac{(\text{Gesamtzucker reduktometrisch, als Invertzucker berechnet} - 1) \times 0,47 \text{ g/l}}{(\text{Gesamtzucker enzymatisch, als Invertzucker berechnet}) \times 0,47 \text{ g/l}}$$

2. vorhandener Alkohol

- 2.1. Destillation des mit Calciumhydroxid versetzten Weines mit anschließender pyknometrischer oder elektronischer (unter Verwendung eines Biegeschwingers) Dichtemessung des Destillates (1)
- 2.2. Chemische Alkoholbestimmung nach Dr. Jacob (2)
- 2.3. Chemische Alkoholbestimmung nach Dr. Rebelein (3)
- 2.4. Einfache direkte Destillation mit pyknometrischer oder elektronischer (unter Verwendung eines Biegeschwingers) Dichtemessung des Destillates (4)
- 2.5. Berechnung aus relativer Dichte und Refraktion (5), (6) und (7)
- 2.6. Enzymatische Methode (8)
- 2.7. Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC) (9) und (10)
- 2.8. Fourier Transform Infrarotspektroskopie (FTIR) (11)
- 2.9. Nah-Infrarot-Spektroskopie (NIR) (12)

Anmerkung: Methode 2.1. ist Referenzmethode

3. Gesamtextrakt

- 3.1. Indirekte pyknometrische Bestimmung unter Anwendung der Alkoholbestimmung nach Methode 2.4. (13)
- 3.2. Berechnung nach der Formel von Tabarié unter Anwendung der Alkoholbestimmung nach Methode 2.1. (14)
- 3.3. Berechnung nach der Formel von Tabarié
Auf der Grundlage der im Analysebefund angegebenen Methoden und Ergebnisse der Bestimmung von Relativer Dichte und vorhandenem Alkohol (ausgenommen der Anwendung der Alkoholbestimmung nach 2.1)

Anmerkung: Methode 3.2. ist Referenzmethode

4. Gesamtzucker, als Invertzucker vor und nach Inversion

- 4.1. Bestimmung nach der Methode Luff-Schoorl (15)
- 4.2. entfällt
- 4.3. Schnellmethode nach Dr. Jakob (2)
- 4.4. Schnellmethode nach Dr. Rebelein (3)
- 4.5. Enzymatische Methode (16)
- 4.6. Neocuproinmethode (17)
- 4.7. Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC) (18)
- 4.8. Fourier Transform Infrarotspektroskopie (FTIR) (11)

Anmerkung:

- a) Berechnung des Gesamtzuckers:

bei den reduktometrischen Bestimmungen (4.1 bis 4.4) wird 1 g/l vom Gesamtzuckeranteil abgezogen.

bei der enzymatischen und der HPLC Bestimmung (4.5 und 4.7) wird die Summe aus Glucose und Fructose gebildet.

- b) Anstelle der Zuckerbestimmung nach Inversion kann im Analysenzeugnis dann der Vermerk „D.C. negativ“ stehen, wenn eine dünnschichtchromatografische Bestimmung (D.C.) ergeben hat, dass der Wein keine Spuren von Saccharose erkennen läßt. Hier kann dann für weitere Berechnungen der Wert der Zuckerbestimmung vor Inversion zu Grunde gelegt werden.

Weist die D.C. Rohrzucker nach, ist die Zuckerbestimmung nach Inversion durchzuführen.

Die Anwesenheit von Rohrzucker gilt in Verbindung mit dem D.C.-Nachweis als gegeben, wenn bei trockenen Weinen der Wert nach Inversion den vor Inversion um 1 g/l, bei restsüßen Weinen um 2 g/l übersteigt.

- c) für weitere Berechnungen, z.B. bei Angabe von „trocken“ oder „halbtrocken“, ist vom „Wert nach Inversion“ auszugehen, sofern nicht eine D.C.-Untersuchung Saccharosefreiheit nachgewiesen hat.
- d) Methoden 4.5. und 4.7. sind Referenzmethoden

5. Gesamtsäure

- 5.1. Potentiometrische Bestimmung (19)
- 5.2.1. Potentiometrische Bestimmung (20)
- 5.2.2. Endpunktfeststellung mit Indikator (20)
- 5.3. Fourier Transform Infrarotspektroskopie (FTIR) (11)

Anmerkung: Methode 5.2.1. bzw. 5.2.2. ist Referenzmethode

6. Gehalt an freier schwefliger Säure

- 6.1. Direkte jodometrische Titration (Schnellmethode) (21)
- 6.2. Methode nach Paul (22) in der Fassung der OIV-Methode OIV-MA-AS323-04A
- 6.3. Pararosanilinmethode(Kolorimetrische Bestimmung-Messung der Parafuchsin-methylsulfonsäure bei 560 nm) (23)
- 6.4. Photometrisches Verfahren auf Grundlage der Verwendung von 2,2 -Dinitro-5,5 -dithiodibenzoessäure (DNTB) (24)
- 6.5. Fourier-Transform-Spektrometrie (FT-IR) (35)

Anmerkung: Methode 6.2. ist Referenzmethode

7. Gehalt an gesamter schwefliger Säure

- 7.1 Methode nach Allgemeine Verwaltungsvorschrift (25)
- 7.2. Methode nach Tanner (26)
- 7.3 Methode nach Paul (22) in der Fassung der OIV-Methode OIV-MA-AS323-04A
- 7.4.1. Destillations-Methode nach Dr. Jakob:(27)
- 7.4.2. Destillations-Methode nach Dr. Rebelein (3)
- 7.5.1. einfache Hydrolyse (28)
- 7.5.2. doppelte Hydrolyse (29)
- 7.5.3. Hydrolyse nach Dr. Rebelein (30)
- 7.6 Pararosanilinmethode Kolorimetrische Bestimmung (Messung der Parafuchsinmethylsulfonsäure bei 560 nm) (23)

- 7.7 Photometrisches Verfahren auf Grundlage der Verwendung von 2,2`-Dinitro-5,5 - dithiodibenzoessäure (DNTB) (24)
- 7.8 Fourier-Transform-Spektrometrie (FT-IR) (35)

Anmerkung:

- a) Referenzmethoden: eine der vorgenannten Destillationsmethoden 7.1. – 7.4.
- b) zu 7.5. nicht bei Beerenauslesen, Trockenbeerenauslesen und Eiswein

8. Relative Dichte 20/20° C

- 8.1. Pyknometrische Methode (31)
(Zulässig ist auch 50 ml Pyknometer)
- 8.2. Bestimmung mit Aräometer d 20/4 bzw. d 20/20, geprüft. (32)
- 8.3. Hydrostatische Waage (31)
- 8.4. Bestimmung mit nach dem Prinzip des Biegeschwingers arbeitendem Dichtemeßgerät (5, 31) geeicht bei 20° C,

Anmerkung: Methode 8.1. und 8.4 sind Referenzmethoden

9. Druck

- 9.1. Messung des Überdrucks mit einem Manometer (33)
- 9.2. Bestimmung des Überdrucks mittels alkalimetrischen Titration in Anwesenheit der Carboanhydrase (34)
- 9.3. Bestimmung des Kohlendioxid-Gehaltes und des Kohlendioxid-Überdruckes mittels Mehrfach-Volumen-Expansion (36)

Anmerkungen:

Das Manometer ist jährlich durch das Eichamt zu überprüfen

Literatur:

1. Kompendium der internationalen Analysemethoden der Organisation für Rebe und Wein (OIV), Methode: OIV-MA-AS312-01A Ziffer 4A: Measurement of the alcoholic strength of the distillate using a pycnometer und 4B: Measurement of the alcoholic strength of wine by electronic densimetry using frequency oscillator.
2. L. Jakob: Die kombinierte Alkohol-Zucker-Bestimmung, ein Weg zur Vereinfachung der Weinanalyse Allgem. Dt. Weinfachzeitung **109**, 780 bis 783 (1973)
3. Schnellverfahren zur Bestimmung des Alkohol-, Zucker- und Gesamt-SO₂-Gehaltes in Wein und Fruchtsäften sowie des Blutalkohols Chemie, Mikrobiologie, Technologie der Lebensmittel **2**, 112 bis 121(1973)
4. Allgemeine Verwaltungsvorschrift (AVV 1960) - Bundesanzeiger Nr. 86 vom 5. Mai 1960 Methode V2 bzw. Weinanalytik: Franck-Junge, Carl Heymanns Verlag 1971 Teil B, V2
5. H. Lay und H. Reimer: Beitrag zur Vereinfachung von Qualitätsweinanalysen Weinwirtschaft **117**, 433 bis 435 (1981)
6. Th. Müller und G. Würdig: Rechnerische Ermittlung des Alkohol- und Extraktgehaltes von Weinen aus dem Dichteverhältnis $d_{20/20}$ und der Refraktionszahl R_{D}^{20} Deutsche Lebensmittel-Rundschau **77**, 55 bis 59 (1981)
7. G. Scholten, R. Woller und E. Steinmetz: Automatisierte Weinanalyse, 2 Mitteilung Weinwissenschaft Nummer 6 vom Dezember 1983
8. Methoden der enzymatischen Analyse Band II Hrsg. H.U. Bergmeyer: Bestimmung mit Alkoholdehydrogenase (ADH) und NAD S. 1457-1460
9. G.Barka und V.Heidger: Erfahrungen mit der neuen Bestimmungsmethode für Zucker und Alkohole in der Lebensmittelanalytik GIT Supplement 2/89
10. V. Heidger: Neue Generation in der Weinanalytik Weinwirtschaft Technik Nr. 1-12 Januar 1990
11. Untersuchungsverfahren zur Bestimmung von vorhandenem Alkohol, reduziertem Zucker und Gesamtsäure mittels FTIR-Spektrometrie bei der amtlichen Qualitätsuntersuchung, siehe Internetseite der LWK Rheinland-Pfalz
12. Leitlinien für die Geräte zur Infrarot-Analyse in der Önologie, Resolution OIV/OENO 390/2010 Anhang 1
13. Allgemeine Verwaltungsvorschrift (AVV 1960) - Bundesanzeiger Nr. 86 vom 5. Mai 1960 Methode V3 bzw. Weinanalytik: Franck-Junge, Carl Heymanns Verlag 1971 Teil B, V3
14. Kompendium der internationalen Analysemethoden der Organisation für Rebe und Wein (OIV), Methode: OIV-MA-AS2-03B: Total dry matter
15. Kompendium der internationalen Analysemethoden der Organisation für Rebe und Wein (OIV), Methode: OIV-MA-AS311-01A: Reducing substances

16. Kompendium der internationalen Analysemethoden der Organisation für Rebe und Wein (OIV), Methode: OIV-MA-AS311-02: Glucose and Fructose
17. Moll, Flayeux und Lehuede, Literaturstelle ist bei der LWK hinterlegt.
18. Kompendium der internationalen Analysemethoden der Organisation für Rebe und Wein (OIV), Methode: OIV-MA-AS311-03: Dosage of sugars in wine by HPLC
19. Allgemeine Verwaltungsvorschrift (AVV) - Bundesanzeiger Nr. 86 vom 5. Mai 1960
Methode V7 bzw. Weinanalytik: Franck-Junge, Carl Heymanns Verlag 1971 Teil B, V7
20. Kompendium der internationalen Analysemethoden der Organisation für Rebe und Wein (OIV), Methode: OIV-MA-AS-313-01: Total acidity,
21. Kompendium der internationalen Analysemethoden der Organisation für Rebe und Wein (OIV), Methode: OIV-MA-AS323-04B: Sulfur dioxide
22. Kompendium der internationalen Analysemethoden der Organisation für Rebe und Wein (OIV), Methode: OIV-MA-AS323-04A: Sulfur dioxide
23. E.Hieke, A.Kreisel: Automated Analysis of Beverages, in Particular Wine Z.Anal. Chem 285, 39-42 (1977)
24. M. Dubernet, J.-P. Leboeuf, F. Grasset: Méthode automatisée de dosage colorimétrique du dioxyde de soufre total dans les vins, Feuille vert OIV Nr. 1068
25. Allgemeine Verwaltungsvorschrift - Bundesanzeiger Nr. 86 vom 5. Mai 1960 (AVV 1960)
Methode V28 bzw. Weinanalytik: Franck-Junge, Carl Heymanns Verlag 1971 Teil B, V28
26. H. Tanner: Die Bestimmung der gesamten schwefligen Säure in Getränken, Konzentraten und in Essigen Mitteilung Lebensmitteluntersuchung und Hygiene 1963 (54) S. 158 ff.
27. L. Jakob: Ein abgekürztes Destillationsverfahren zur Bestimmung der gesamten schwefligen Säure in Wein und Traubenmost Allgem. Deutsche Weinfachzeitung **107**, 1163 bis 1165 (1971)
28. Schweizerisches Lebensmittelbuch: Bestimmung der gesamten schwefligen Säure in Wein, Untersuchungsmethode 853.1 Januar 2005
29. Alfred Schmitt, Aktuelle Weinanalytik, Verlag Heller Chemie- und Verwaltungsgesellschaft mbH 3. Auflage, S. 106 bis 107 (2005)
30. H. Rebelein: Schnellverfahren zur Bestimmung der gesamten schwefligen Säure in Weißweinen Das Weinblatt **34** 658 bis 659 (1970)
31. Kompendium der internationalen Analysemethoden der Organisation für Rebe und Wein (OIV), Methode: OIV-MA-AS2-01A Density and Specific Gravity at 20°C
32. Kompendium der internationalen Analysemethoden der Organisation für Rebe und Wein (OIV), Methode: OIV-MA-AS2-01B Density and Specific Gravity at 20°C

33. Kompendium der internationalen Analysemethoden der Organisation für Rebe und Wein (OIV), Methode: OIV-MA-AS314-02 Overpressure measurement of sparkling wines (Oeno 21/2003)
34. Kompendium der internationalen Analysemethoden der Organisation für Rebe und Wein (OIV), Methode: OIV-MA-AS314-01 Carbone Dioxide (A 39 modified by oeno 21/2003 and completed by Oeno 3/2006 revised by 377/2009)
35. Untersuchungsverfahren zur Bestimmung von freier und gesamter schwefliger Säure mittels Fourier-Transform-Spektrometrie bei der amtlichen Qualitätsuntersuchung, siehe Internetseite der LWK Rheinland-Pfalz
36. Bestimmung des Kohlendioxid-Gehaltes und des Kohlendioxid-Überdruckes mittels Mehrfach-Volumen-Expansion, siehe Internetseite der LWK Rheinland-Pfalz