

Traubenmostanalyse mit Hilfe der FTIR-Spektroskopie

Die FTIR-Spektroskopie bietet ein schnelles und umweltschonendes Verfahren für die Routineanalytik von Hauptkomponenten in Traubenmost und Wein. Es zeigt sich, dass diese Methode zur standardmässigen Erhebung der Reifeparameter Oechsle-Grade und titrierbare Gesamtsäure geeignet ist. In Zukunft soll die Kalibration auf weitere Parameter ergänzt werden.

DANIEL BAUMGARTNER, ROLAND BILL UND IRMA ROTH,
EIDGENÖSSISCHE FORSCHUNGSANSTALT WÄDENSWIL

Überall dort, wo routinemässig möglichst schnell mehrere Parameter analysiert werden müssen, lohnt es sich den Einsatz eines FTIR-Gerätes zu prüfen. Während die Referenzmethoden oft zeit- und arbeitsintensiv sind, lassen sich mit einem FTIR-Gerät mehrere zuvor geeichte Parameter mit einer einzigen Messung bestimmen. Die FTIR-Methode ist ein indirektes Verfahren. Für den erfolgreichen Einsatz muss das Gerät deshalb für jeden gewünschten Parameter vorgängig geeicht werden und die zu analysierende Probe muss zum Probensatz passen, mit welchem kalibriert worden ist. In den Jahren 1999 und 2000 wurden von rund 750 Traubenmostproben sowohl mittels Referenzmethoden als auch mit Hilfe eines FTIR-Gerätes (WineScan FT 120) die Reifeparameter «Oechsle-Grade» sowie die «titrierbare Gesamtsäure» gemessen.

Ältere IR-Geräte sind oft so gebaut, dass polychromatisches Licht einer IR-Lampe, d. h. ein Gemisch vieler Wellenlängen, mittels Prisma oder Gitter zuerst in einzelne Komponenten (=Wellenlängen) zerlegt wird und diese zeitlich nacheinander die Probe passieren. Das Spektrum der Wellenlängen im IR-Bereich lässt sich direkt auf einem Schreiber festhalten. Die FTIR-Technik dagegen besteht darin, dass die unzerteilte polychromatische IR-Strahlung auf zwei ungleich langen Wegen durch die Probe zum Detektor geführt wird. Dabei entsteht ein Interferogramm, ein Wellenmuster, das die gesamte Information des Infrarotspektrums enthält. Dieses wird anschliessend über das mathematische Verfahren der Fourier-Transformation aus dem Interferogramm berechnet.

FTIR-Spektroskopie

Vorteile

- kurze Analysezeit
- minimale Probenvorbereitung
- einfache Bedienung
- hoher Probendurchsatz
- tiefe Verbrauchs- und Unterhaltskosten

Nachteile

- hohe Investitionskosten
- produktabhängige Kalibration
- nötig
- indirekte Methode
- keine Mineralstoffe messbar

Das Prinzip der FTIR-Messung

Das Infrarotspektrometer misst die Durchlässigkeit einer Probe für Infrarotstrahlung.

Die Interpretation des Infrarotspektrums

Elektromagnetische Strahlung im Wellenlängenbereich des Infrarotlichts hat die Eigenschaft, dass sie chemische Bindungen, Molekülteile und ganze Moleküle in definierte Schwingungen versetzen kann. Die dabei absorbierte Energie ist als Wärme spürbar. In der chemischen Analytik gewinnt man durch das Messen der absorbierten Energie verschiedener Wellenlängen das Infrarotspektrum einzelner Substanzen

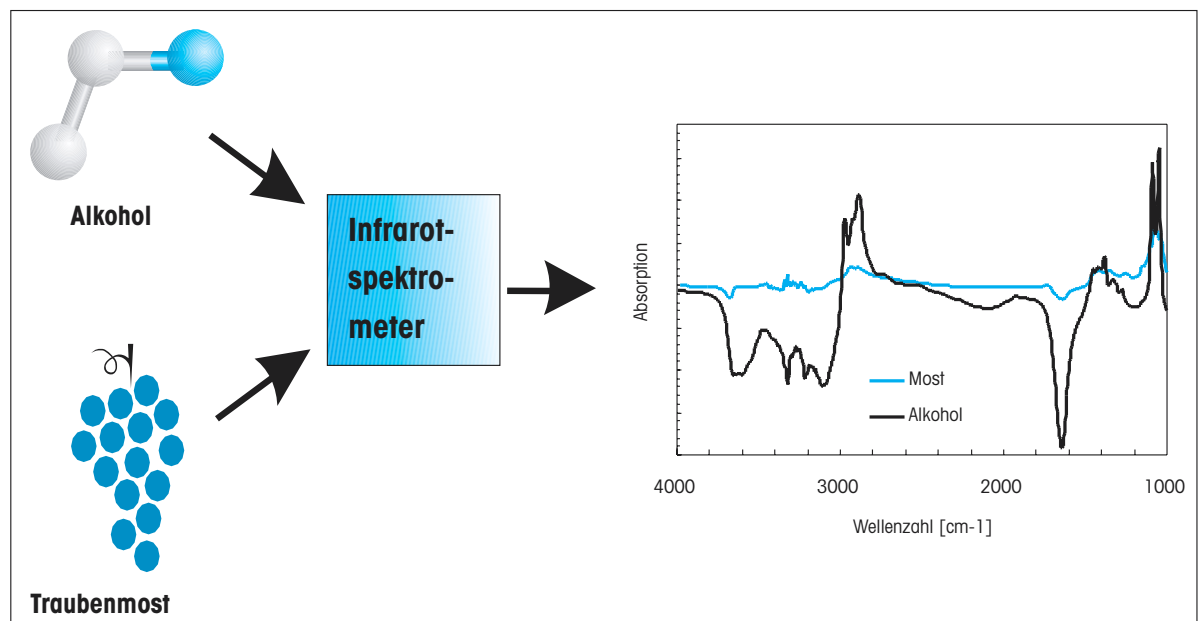


Abb. 1: Infrarotspektren von Alkohol und von Traubenmost.

(z. B. Alkohol). Lage und Intensität der Absorptionsbanden im Spektrum liefern dabei wichtige Informationen zum inneren Aufbau der Substanz. Ist die Probe ein Substanzgemisch (z. B. Most oder Wein), so enthält das resultierende IR-Spektrum die qualitative und quantitative Überlagerung der Spektren aller vorhandenen Einzelkomponenten. Informationen über das Vorhandensein einzelner Stoffe beziehungsweise deren Konzentration lassen sich daher nur indirekt, d. h. mittels Eichung und statistischer Methoden gewinnen.

Ablauf einer FTIR-Messung

Bei dem von uns verwendeten Gerät handelt es sich um das FTIR-Spektrometer «WineScan FT120» der Firma Foss. Die durch Zentrifugation oder Filtration geklärte Probe wird mittels einer eingebauten peristaltischen Pumpe durch die Temperiereinheit geleitet, welche die Probe auf die Analysetemperatur von 40 °C erwärmt. Über ein Sicherheits-Rückschlagventil und einen Feinfilter gelangt die Probe in die Messzelle, wo die Aufnahme des Interferogramms und damit des Infrarotspektrums stattfindet. Pro Messung wird ein Probevolumen von zirka 30 ml benötigt, wobei 85% davon für die Spülung des gesamten Schlauchsystems sowie der Messzelle verwendet wird. Der gesamte Analysevorgang dauert weniger als zwei Minuten pro Probe. Die Reinigung des Gerätes internen Schlauchsystems sowie die Überprüfung des Nullpunktes wird durch eine regelmässige Anwendung der Reinigungslösung respektive der Nulllösung erreicht. Diese beiden Lösungen sind im Wesentlichen die einzigen Verbrauchsmaterialien, welche für den Betrieb des WineScan benötigt werden.

Grenzen der Methode

Da das Infrarotspektrum eines Substanzgemisches eine qualitative und quantitative Überlagerung der Spektren aller vorhandenen Substanzen ist, können im Allgemeinen Konzentrationen unter 0,1 g/l nicht mehr mit genügender Genauigkeit bestimmt werden. Die FTIR-Methode ist deshalb kein Ersatz für eine HPLC-Anlage, mit welcher auch Kleinstmengen von Substanzen sehr genau bestimmt werden können. Im Weiteren sind alle Eichungen produktspezifisch, d. h. es braucht für jedes Produkt (Traubenmost, Wein, Obstsaft) eine eigene Kalibrierung, deren Güte natürlich direkt von der Genauigkeit der verwendeten Referenzmethode abhängt.

Traubenmostanalyse mittels FTIR

Nach den positiven Erfahrungen mit der FTIR-Technik in der Weinanalytik (Patz et al. 1999) wurde der Einsatz des WineScan FT 120 im Bereich der Traubenmostanalyse untersucht. Dazu wurden in den Jahren 1999 und 2000 insgesamt 750 Mostproben mit konventionellen Methoden und mit der FTIR-Technik analysiert. Als einzige Probenvorbereitung wurde der Traubenmost zur Klärung filtriert oder zentrifugiert. Für die Eichung des Gerätes wurden die ersten 80



Abb. 2: WineScan FT 120 von FOSS Electric.

Proben (49% weisse und 51% blaue Trauben, 36% interspezifische und 64% europäische Sorten) verwendet. Die Oechsle-Bestimmung erfolgte dabei mittels Dichtemessung im Biegeschwinger und die Gesamtsäure wurde durch Titration mit 0,1 M Natronlauge bis pH 7,0 bestimmt. Abbildung 3 zeigt die Eckdaten der zur Eichung verwendeten Proben. Es ist deutlich die breite Streuung der Messwerte auf die Wertebereiche der beiden Parameter zu erkennen. Dies ist unter anderem eine Voraussetzung für eine gute und robuste Kalibration.

Das Berechnen der Kalibration «Traubenmost» erfolgte mit Hilfe des mitgelieferten Softwaremoduls. Qualität und Anwendbarkeit dieser Eichung wurde mit den restlichen rund 650 Proben überprüft, welche dazu ebenfalls mit den Referenzmethoden analysiert wurden. Sowohl für die Oechsle-Grade als auch für die titrierbare Gesamtsäure zeigte sich, dass die errechneten FTIR-Werte ohne weitere Korrekturen an der Kalibration bereits mit hoher Genauigkeit innerhalb der geforderten Toleranzgrenzen lagen (Abbildungen 4 und 5).

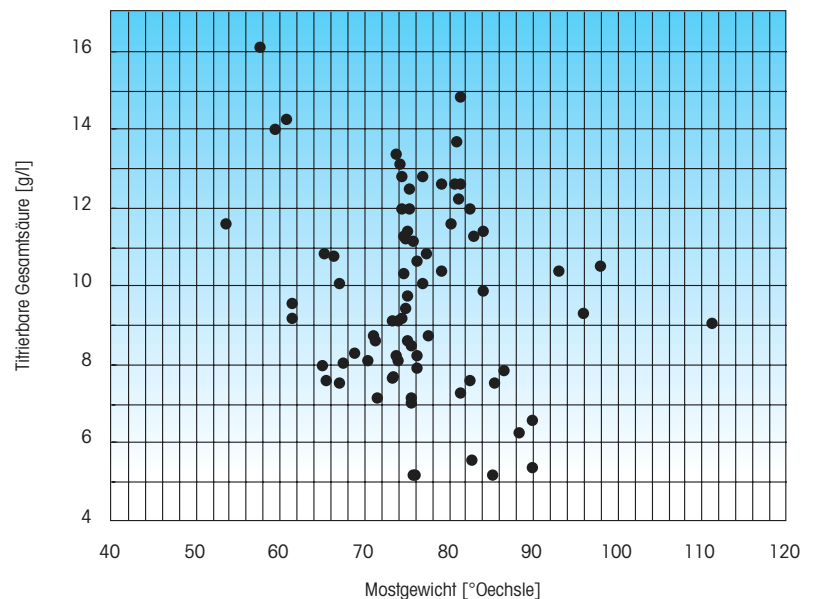


Abb. 3: Eckdaten der Traubenmoste, welche für die Kalibration «Traubenmost» verwendet wurden.

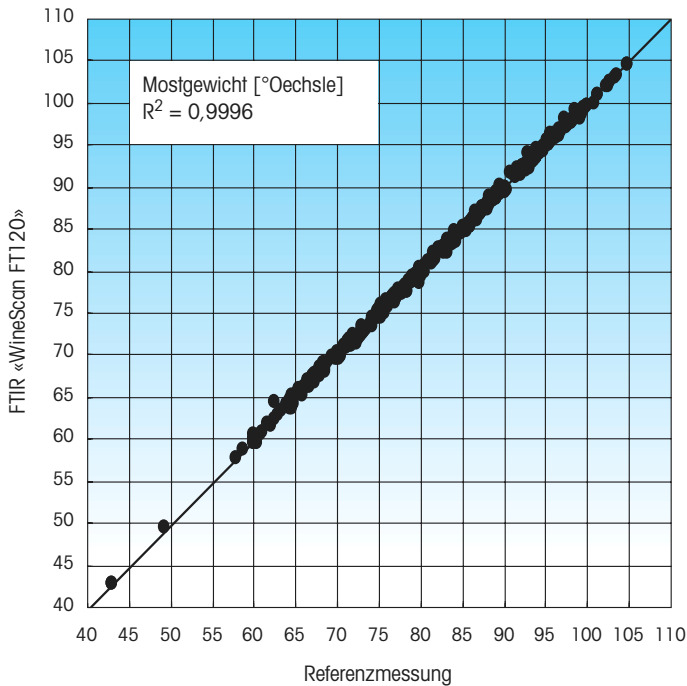


Abb. 4 (links): Vergleich der FTIR-Kalibration «Traubenmost» (WineScan FT 120) mit der Referenzanalyse des Mostgewichtes (Biegeschwinger PAAR).

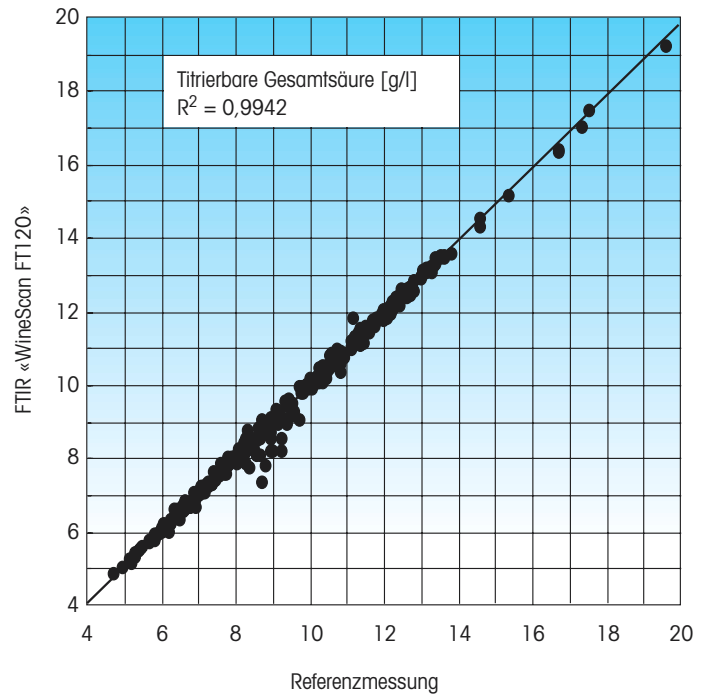


Abb. 5 (rechts): Vergleich der FTIR-Kalibration «Traubenmost» (WineScan FT 120) mit der Referenzanalyse der titrierbaren Gesamtsäure (berechnet als g/l Weinsäure).

Zusammenfassung

Die FTIR-Spektroskopie bietet ein sehr schnelles und umweltschonendes Verfahren für die Routineanalyse in der gesamten Getränkeanalytik. Allerdings muss deutlich darauf hingewiesen werden, dass es sich um eine indirekte Methode handelt. Die erzielten Resultate hängen vollumfänglich von der Auswahl der Eichproben sowie der Zuverlässigkeit der verwendeten Referenzmessungen ab.

Die vorgestellte Kalibrierung «Traubenmost» zeigt für die standardmässig erhobenen Reifeparameter Oechsle-Grade und titrierbare Gesamtsäure gute Ergebnisse. In Zukunft soll die bestehende Kalibrierung durch weitere Parameter wie den Gehalt an Wein- und Äpfelsäure sowie das Glucose/Fructose-Verhältnis ergänzt werden. Diese Zusatzinformationen der Mostanalyse würden zweifelsohne wichtige Hinweise zur Qualität des Traubengutes während der Reife oder bei der Ernte liefern.

Literatur

Patz C.-D., David A., Thente K., Kürbel P. und Dietrich H.: Wine analysis with FTIR spectrometry. *Vitic. Enol. Sci.* 54 (2-3), 80-87, 1999.

RÉSUMÉ

Analyse du moût de raisin au moyen de la spectroscopie FTIR

Partout où l'on désire analyser plusieurs paramètres aussi rapidement que possible, il vaut la peine d'examiner l'utilité d'un appareil FTIR. Tandis que les méthodes de référence demandent souvent beaucoup de temps et de travail, un appareil FTIR permet de déterminer en une seule opération de mesure plusieurs paramètres calibrés au préalable. La méthode FTIR est un procédé indirect. Pour qu'elle puisse fonctionner correctement, il faut donc que l'appareil soit calibré pour chaque paramètre désiré et le matériel analysé doit correspondre au jeu d'échantillons avec lequel le calibrage a été effectué. Au cours des années 1999 et 2000, les paramètres de maturité «degrés Oechsle» et «acidité globale titrable» ont été mesurés sur environ 750 échantillons de moût de raisin à la fois par des méthodes référentielles et au moyen d'un appareil FTIR (WineScan FT 120). A l'avenir, il est prévu de compléter le calibrage existant par d'autres paramètres tels que la teneur en acide tartrique et malique, ainsi que le rapport glucose/fructose.