

P. Schropp und F. Mösel

Der Kübler Bierdest 2 zur schnellen, destillativen Bestimmung wichtiger Qualitätsparameter bei Bier

Die Destillationsanalyse gilt nach wie vor als Referenzmethode zur Bestimmung der Stammwürze, Alkohol, Extrakt und Vergärungsgrad. Der Kübler Bierdest 2 vereinfacht und verkürzt dieses Verfahren durch Anwendung der Wasserdampfdestillation. Seine Leistungsfähigkeit hinsichtlich Wiederholbarkeit und Richtigkeit wurde eingehend untersucht. Die Ergebnisse zeigen eine Wiederholbarkeit, die nahezu identisch ist mit der Standard-Destillation. Die Richtigkeit bewegt sich in einem sehr engen Bereich von maximal $\pm 0,1\%$ Abweichung bei Stammwürze und Alkohol gegenüber der Standard-Destillationsmethode. Die Möglichkeit, mit dieser Apparatur auch die photometrische Bestimmung der vicinalen Diketone durchführen zu können, erweitert den Einsatzbereich im Brauereilabor.

BC 36 Bier

(Deskriptoren: Bier, Analysenmethoden, Destillation, Wiederholbarkeit, Richtigkeit)

Descriptors: Beer, analysis methods, distillation, repeatability, accuracy).

1 Einleitung

Auch heute noch dient die Destillation als Referenzmethode zur Bestimmung der klassischen Bier-Parameter wie Stammwürze, Alkohol, Extrakt und Vergärungsgrad. Da die Destillation ein sehr zeitaufwendiges Verfahren darstellt, wird immer wieder versucht, diesen Nachteil durch schnellere und leicht zu handhabende Verfahren zu ersetzen. Dies ist mit den bekannten automatisierten Geräten zur Bieranalyse, wie SCABA und Dichte/Schall (DSA), gelungen, ohne jedoch bis heute die Destillation als Referenzmethode ablösen zu können. Der Bierdest 2 der Firma Leo Kübler GmbH (Abb. 1), Karlsruhe, erfüllt die Anforderungen als Referenzanalyse und ermöglicht gleichzeitig durch die Technik der „Wasserdampfdestillation“ eine wesentlich zügigere Durchführung der klassischen Bieranalyse.

Die Überprüfung der Leistungsfähigkeit dieses Analysegerätes war Bestandteil einer Semesterarbeit an der Doemens-Akademie. Die Untersuchungsergebnisse hinsichtlich Wiederholbarkeit und Richtigkeit dieser Methode werden hier vorgestellt.

2 Das Messprinzip und die Handhabung des Kübler Bierdest 2

Die Basis der Bestimmungsmethode mit dem Bierdest 2 ist die Destillation, die immer noch die Referenzmethode bei der Bieranalyse darstellt. Um eine möglichst kurze Destillationszeit zu erreichen, wird das Verfahren der Wasserdampf-Destillation an-

gewandt, bei der ein Austreiben des Alkohols durch eingeblasenen Wasserdampf erfolgt.

Zuerst erfolgt die Messung der Dichte des entkohlensäurten Bieres mit einem geeichten Hochpräzisions-Aräometer. Im Bierdest 2 wird aus 100 ml dieses Bieres der Alkohol in einen Messkolben überdestilliert (Dauer etwa 2 min) und mit destilliertem Wasser auf das Ausgangsvolumen aufgefüllt. Der Alkoholgehalt wird wiederum mit einem Aräometer bestimmt.

Die Berechnung der Werte wie Stammwürze, Extrakt scheinbar und wirklich, Ausstoßvergärungsgrad erfolgt über ein mitgeliefertes PC-Programm nach Plato und Tabarie. Hierbei werden auch die bei der eichamtlichen Überprüfung ermittelten Abweichungen der Spindeln mitberücksichtigt (Die Eingabe von Korrekturfaktoren für jede einzelne Spindel ist möglich).

3 Durchführung der vergleichenden Untersuchung

Die hier dargestellten Ergebnisse wurden im Rahmen der Bier-Ringanalysen ermittelt, welche seit 1995 vom Doemens-Techni-



Abb. 1 Kübler Bierdest 2

kum durchgeführt werden (1). Bei drei Ringanalysendurchgängen (04/2000, 01/2001 und 02/2001) wurden von zwei Laboratorien Analysen der Stammwürze, des Alkohols, des scheinbaren und wirklichen Extraktes sowie des Ausstoßvergärungsgrades mit dem Bierdest 2 durchgeführt. Bei jedem Ringanalysendurchgang kamen dabei vier verschiedene Biergattungen (Vollbier, Schankbier, Starkbier und alkoholfreies Bier) zur Untersuchung. Jeder Analyse wurde dabei eine 5fach-Bestimmung zugrunde gelegt, um auch die Wiederholbarkeit der Methode beurteilen zu können. Die mit dem Bierdest 2 ermittelten Ergebnisse wurden mit den Resultaten der anderen Ringanalysenteilnehmer verglichen, die diese Analysen mit der „normalen“ Destillation, der Refraktometrie, dem Bieranalysator SCABA sowie dem Dichte/Schall-Verfahren durchführten.

4 Wiederholbarkeit

Gemäß DIN ISO 5725 ist die Wiederholbarkeit r definiert als derjenige Wert, unterhalb dessen man die absolute Differenz

zwischen zwei einzelnen Prüfergebnissen, die man mit demselben Verfahren an identischem Prüfmaterial und unter denselben Bedingungen (derselbe Arbeiter, dasselbe Gerät, dasselbe Labor, kurze Zeitspanne) erhalten hat, mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit erwarten darf (2). Üblicherweise wird als Wahrscheinlichkeit 95% vorgegeben. Die Wiederholbarkeit beschreibt somit die Präzision (Genauigkeit) eines Prüfverfahrens. In den Abbildung 2 bis 6 ist die Wiederholbarkeit r_{95} der einzelnen Untersuchungsmethoden bei der Bestimmung der Stammwürzebereich hinweg eine signifikante Überlegenheit der automatisierten Verfahren SCABA und Dichte/Schall im Vergleich zur Destillation und Refraktometrie. Dies ist auf die geringe Einflussmöglichkeit und somit auch geringen Fehlermöglichkeiten des durchführenden Analytikers zurückzuführen. Im Gegensatz hierzu führen individuelle Fehler bzw. Ungenauigkeiten (z.B. beim Auffüllen der Volumina im Messkolben, Ablesen der Spindel usw.) bei Destillation und Refraktometrie zu einer erhöhten Wiederholbarkeit (3).

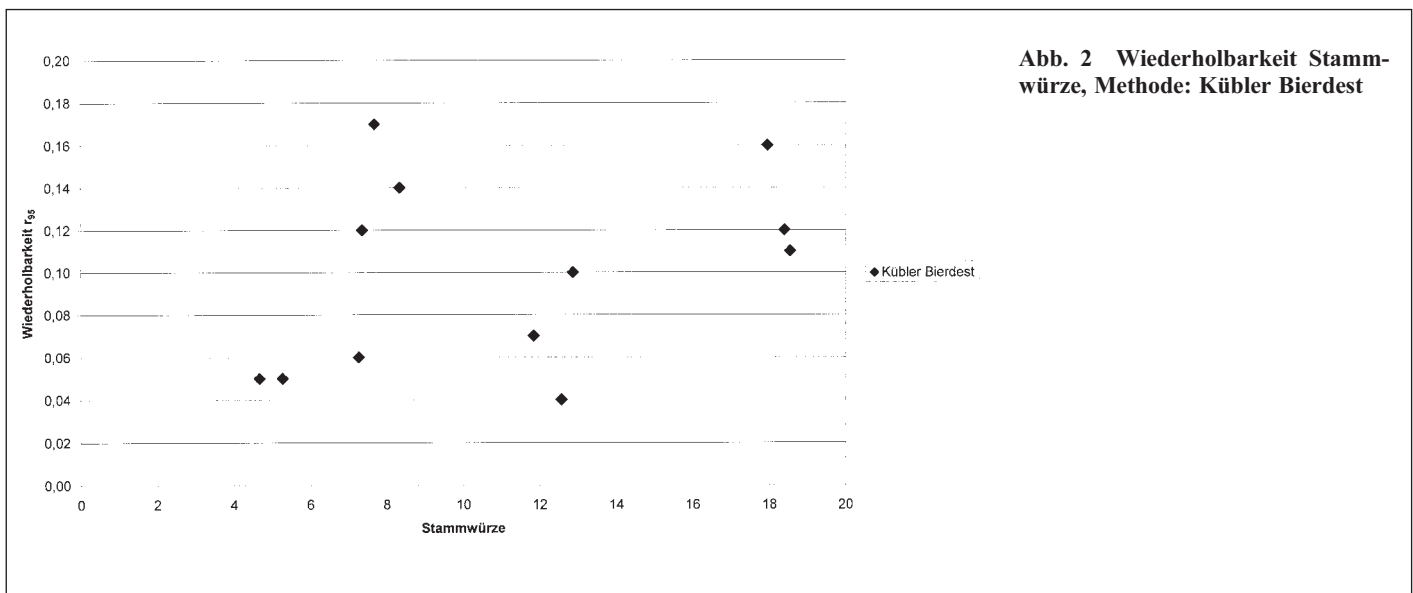


Abb. 2 Wiederholbarkeit Stammwürze, Methode: Kübler Bierdest

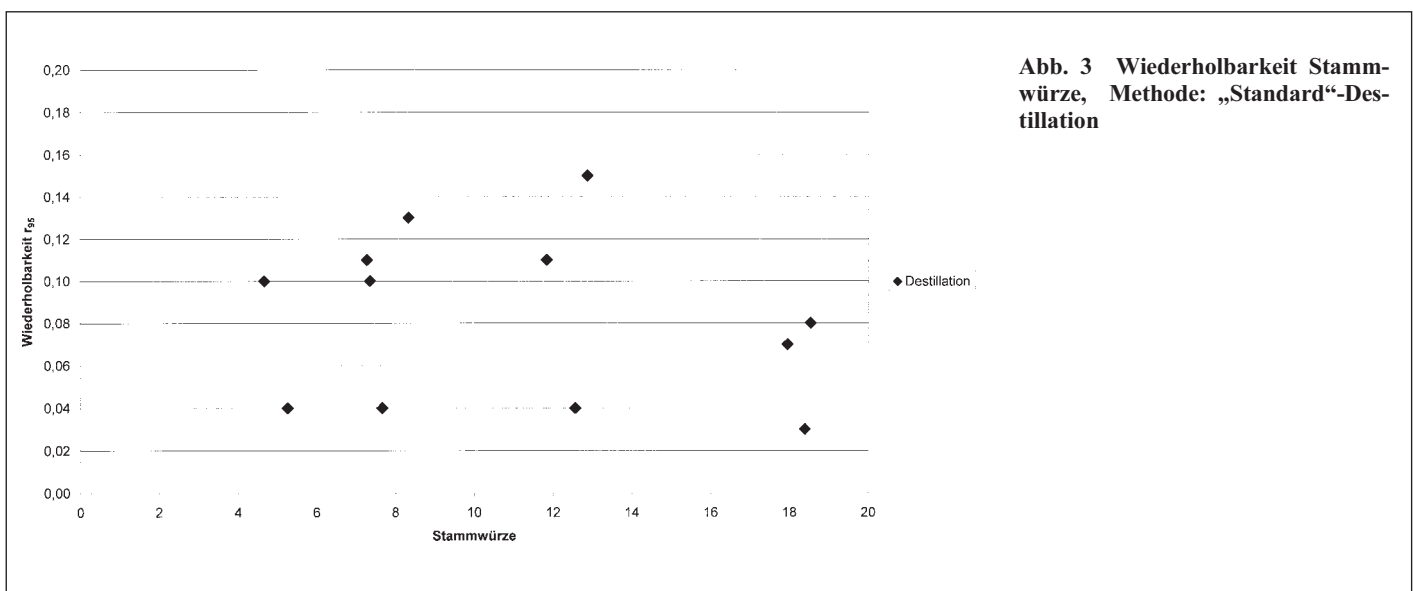


Abb. 3 Wiederholbarkeit Stammwürze, Methode: „Standard“-Destillation

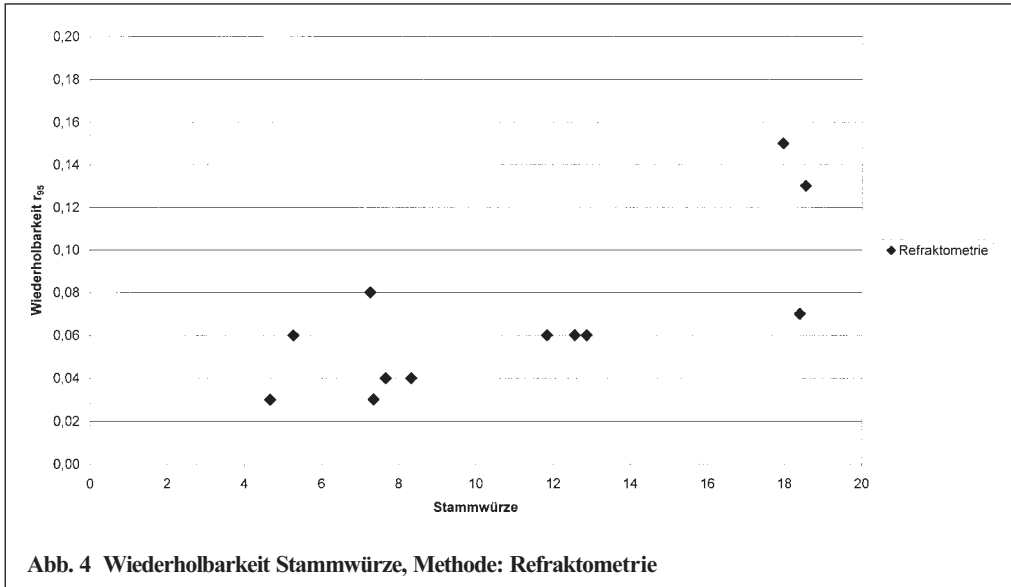


Abb. 4 Wiederholbarkeit Stammwürze, Methode: Refraktometrie

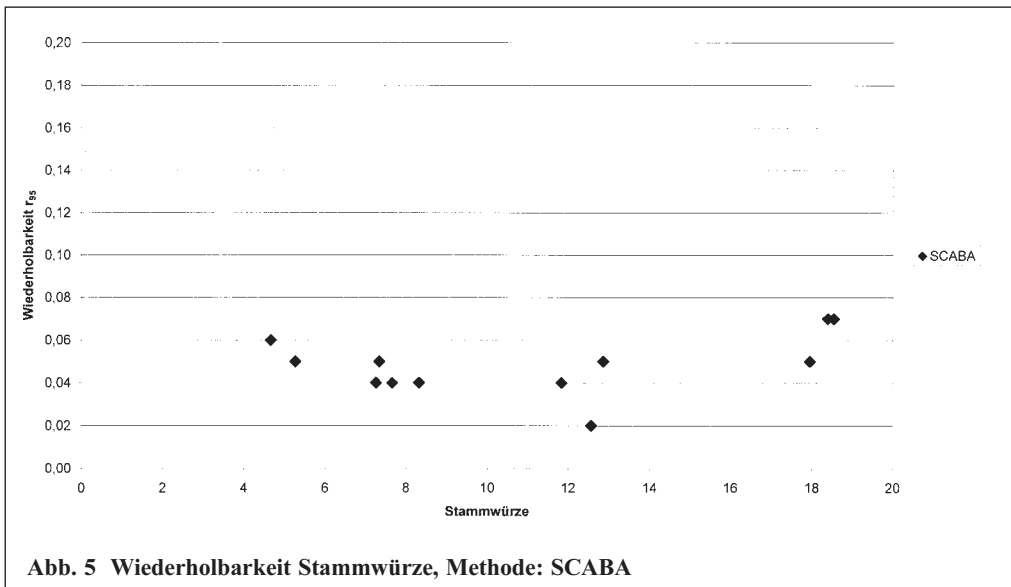


Abb. 5 Wiederholbarkeit Stammwürze, Methode: SCABA

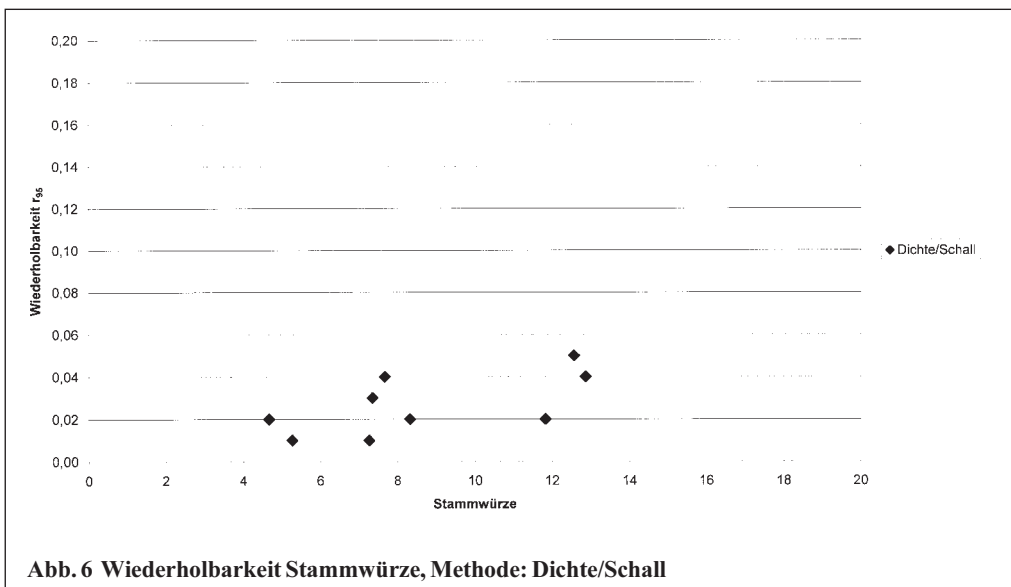


Abb. 6 Wiederholbarkeit Stammwürze, Methode: Dichte/Schall

Ausschlaggebend für eine Bewertung des Bierdest 2 ist der Vergleich mit der „Standard-Destillation“. Naturgemäß kann der Bierdest 2 keine bessere Präzision aufweisen als die Standard-Destillation, da auch hier obgenannte Fehlerquellen berücksichtigt werden müssen. Abbildung 2 und 3 zeigen jedoch, dass die Wiederholbarkeit des Bierdest 2 durchaus im selben Bereich liegt wie die der Standard-Destillation.

5 Richtigkeit

Nach wie vor gilt die Destillationsanalyse als Referenzmethode bei der Bestimmung der Stammwürze und des Alkohols. Dementsprechend muss auch weiterhin als Richtigkeit einer Analysenmethode deren Abweichung zur Destillation definiert werden. Die Abbildungen 7 und 8 zeigen diese Abweichungen in Abhängigkeit vom Stammwürze- bzw. Alkoholgehalt. Deutlich erkennbar ist die systematische Abweichung der Refraktometrie, die vor allem im hohen Stammwürze- bzw. Alkoholbereich zu signifikant erhöhten Werten führt. Der Bierdest 2 bewegt sich hingegen in einem sehr engen Bereich von maximal $\pm 0,1\%$ Abweichung gegenüber dem mit der Standard-Destillationsmethode ermittelten Stammwürze- bzw. Alkoholgehalt. Bezüglich der Richtigkeit ist der Bierdest 2 den Analysenautomaten SCABA und Dichte/Schall somit zumindest ebenbürtig.

6 Weitere Einsatzmöglichkeiten

Bei Investitionsplanungen im Brauereilabor ist natürlich die Frage von Bedeutung, ob Analysengeräte für mehrere Analysenparameter gleichzeitig Verwendung finden können. Aus diesem Grunde wurde abschließend untersucht, ob sich der Bierdest 2 auch zur photometrischen Untersuchung der

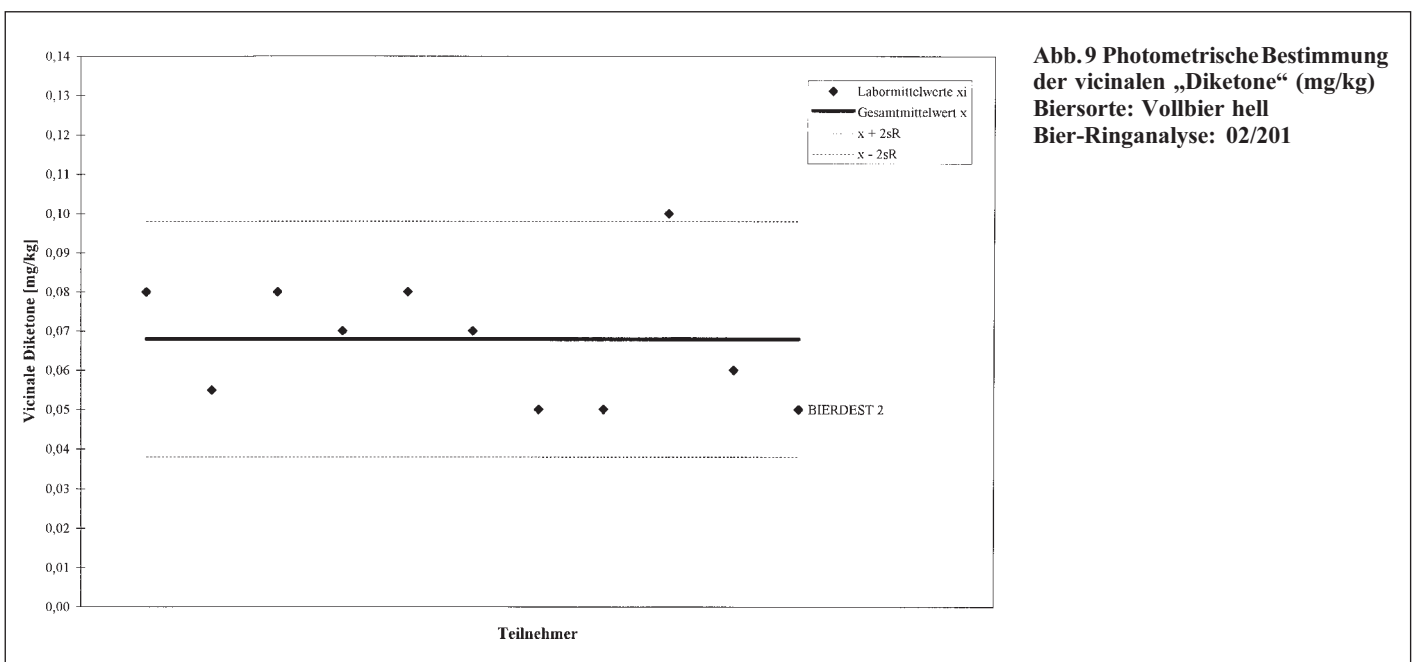
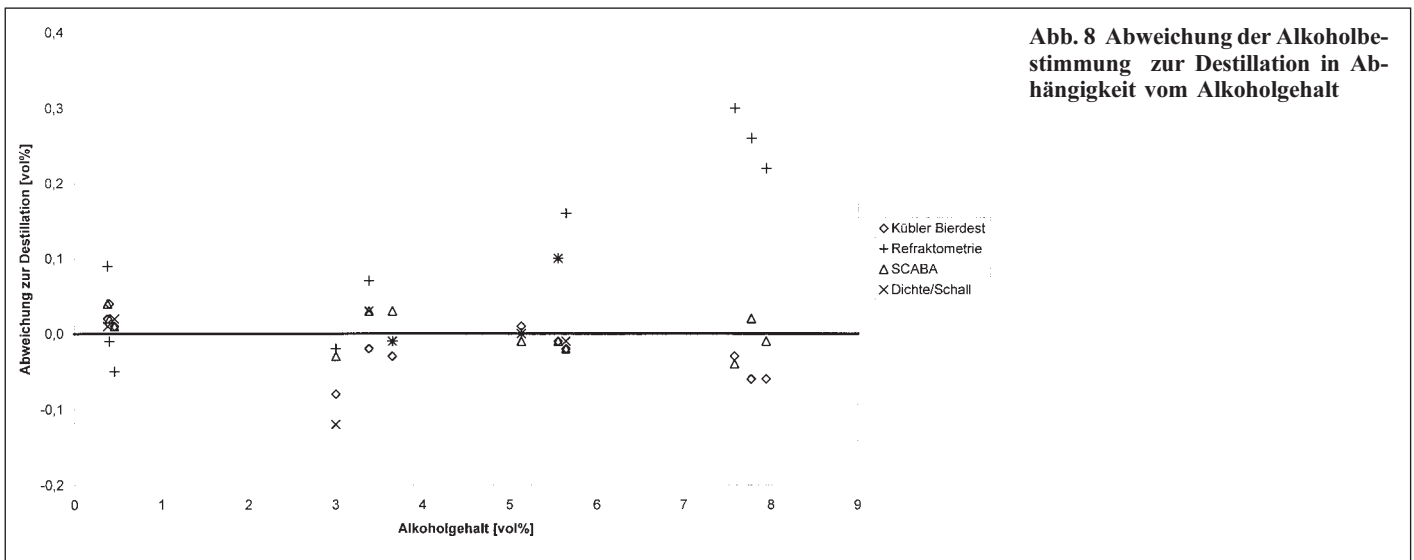
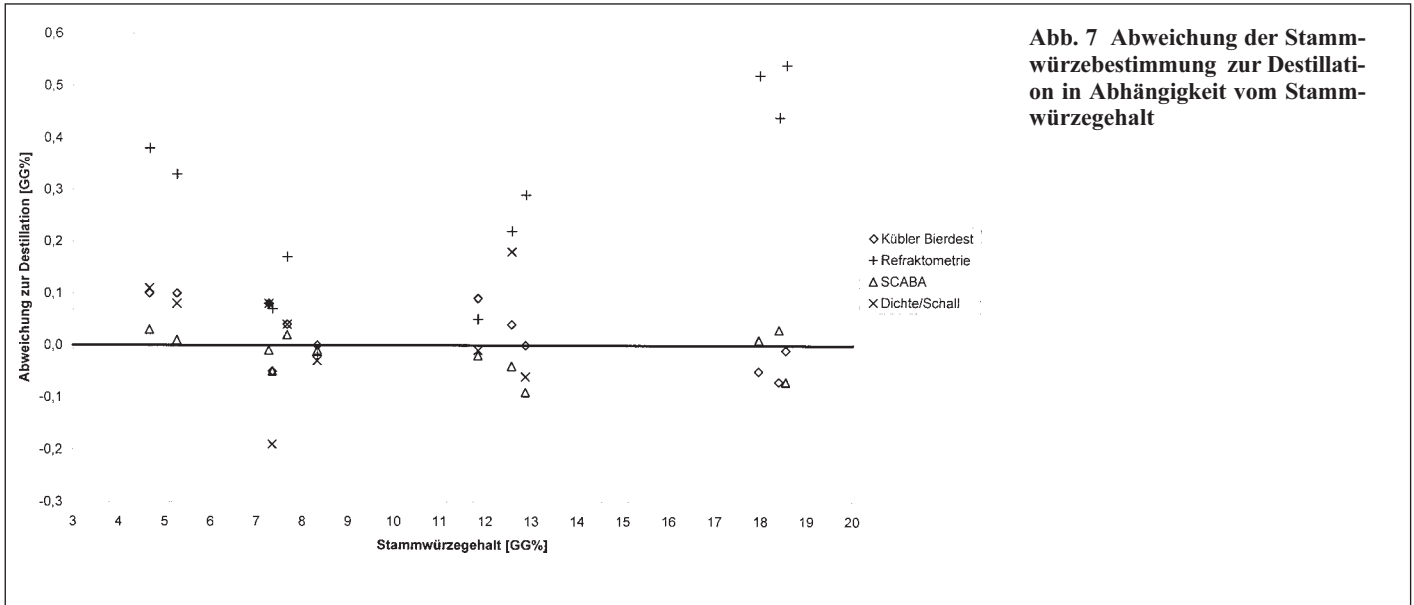


Tabelle 1 Vergleich der Diacetyl-Konz. vor und nach Destillation

Diacetyl (mg/kg) ohne Destillation	Diacetyl (mg/kg) nach Destillation mit BIERDEST 2
0,20	0,18
0,40	0,37

vicinalen Diketone im Bier eignet. Die Untersuchung hierzu wurde entsprechend den Vorgaben der MEBAK (4) durchgeführt (ohne vorherige Temperierung der Proben).

Abbildung 9 zeigt das Ergebnis der photometrischen VDK-Bestimmung mit dem Bierdest 2 im Vergleich zu den Ergebnissen der anderen Teilnehmer. Das Analyseergebnis mit dem Bierdest 2 liegt innerhalb der doppelten Standardabweichung aller Teilnehmer und kann somit als richtig angesehen werden.

Zur Überprüfung eines möglichen Verlustes an Diacetyl während der Destillation wurden Diacetyl-Standard-Lösungen ohne Destillation sowie nach Destillation mit dem Bierdest 2 photometrisch gemessen. Um die Aussagekraft zu verstärken, wurden Diacetyl-Konzentrationen gewählt, die über dem Geruchsschwellenwert liegen. Die Ergebnisse zeigt Tabelle 1. Nach der Destillation mit dem Bierdest 2 wurde auch bei hohen Konzentrationen eine Wiederfindungsrate an Diacetyl von mindestens 90% ermittelt. Die Eignung des Bierdest 2 zur photometrischen VDK-Bestimmung ist damit gegeben.

7 Zusammenfassung

Der Bierdest 2 der Firma Leo Kübler GmbH erfüllt die Erwartungen hinsichtlich Präzision (nahezu identische Wiederholbarkeit r_{95} wie bei der Standard-Destillation) und Richtigkeit (Abweichungen zur Destillation im Bereich von maximal $\pm 0,1$ % bei Stammwürze und Alkohol). Durch die verkürzten Destillationszeiten (circa 2 min) ergeben sich wesentliche Vorteile gegenüber einer „klassischen“ Destillation der Probe. Auch wird durch die Wasserdampftechnik ein Einbrennen der Probe in der Destille ausgeschlossen. Die Komplettauswertung aller relevanten Parameter über ein mitgeliefertes PC-Programm mit Korrekturmöglichkeit für jede einzelne Spindel macht die Handhabung einfach und zuverlässig.

Durch die Möglichkeit, auch vicinale Diketone mit dem Bierdest 2 bestimmen zu können, erweitert sich der Anwendungsbereich dieses Messgerätes im Brauereilabor.

8 Summary

Schropp, P., and Mösel, F.: The Kübler Bierdest 2 for fast, distillative determination of significant quality parameters for beer — Monatsschrift für Brauwissenschaft 55, No 3/4, 70 – 74, 2002

BC 36 Beer

Distillation analysis is valid now as before as reference method to determine the original gravity, alcohol, extract and degree of fermentation. The Kübler Bierdest 2 simplifies and shortens this method by using water vapour distillation. Its performance in respect of repeatability and accuracy has been carefully studied. The findings reveal a repeatability which is almost identical with that of standard distillation. The accuracy is within a very close tolerance range of max. $\pm 0.1\%$ in the case of original density and alcohol compared with the standard distillation methods. The possibility of photometric determination of vicinal diketone of this apparatus also extends the area of application in brewery laboratories.

Schropp, P., et Mösel, F.: Le « Bierdest 2 de Kübler » pour une détermination rapide de la distillation de la bière, un paramètre important de la qualité — Monatsschrift für Brauwissenschaft 55, No. 3/4, 70 – 74, 2002

BC 36 Bière

La méthode par distillation compte toujours comme méthode de référence pour la détermination de la densité du moût primitif, l'extrait et le degré d'atténuation. Le « Bierdest 2 de Kübler » simplifie et raccourcit cette procédure par une application de la distillation à la vapeur. La capacité productive a été évaluée de façon approfondie par la répétabilité et la justesse. Les résultats montrent une répétabilité presque identique à celle de la méthode par distillation. La justesse se situe dans un espace très étroit d'un maximum de $\pm 0,1$ % de l'écart pour la densité du moût primitif et de l'alcool comparée² à la méthode par distillation. La possibilité de pouvoir utiliser cette appareillage pour la détermination photométrique des dicétones vicinales élargit le domaine d'utilisation dans le laboratoire de brasserie.

9 Literatur

- Schropp, P., und Stempf, W.: Beurteilung analytischer Qualitätsparameter bei Bier, Teil I: Ringanalysen – eine effektive Methode zur Überprüfung der Leistungsfähigkeit des eigenen Qualitätssicherungslabors, Monatsschrift für Brauwissenschaft 54, Nr. 5/6, 119 – 126, 2001.
- DIN ISO 5725 „Accuracy (Trueness and Precision) of Measurement Methods and Results, Part 2“, Beuth Verlag GmbH, Berlin, 1993.
- Schropp, P., und Stempf, W.: Beurteilung analytischer Qualitätsparameter bei Bier, Teil II: Stammwürze, Alkohol, Extrakt (scheinbar und wirklich) und Ausstoßvergärungsgrad, Monatsschrift für Brauwissenschaft 54, Nr. 7/8, 149 – 158, 2001.
- Brautechnische Analysenmethoden der MEBAK, Band II, 3. Auflage, 1993, Kap. 2.27 Vicinale Diketone.

(Manuskripteingang: 22. 10. 2001)

IMPRESSUM

Monatsschrift für Brauwissenschaft

ISSN 0723-1520

Herausgeber und Verlag:

Fachverlag Hans Carl GmbH, Andernacher Str. 33a, D-90411 Nürnberg, Telefon (09 11) 9 52 85-0, Telefax (09 11) 9 52 85-48, e-mail: brauwissenschaft@hanscarl.com
Internet: <http://www.hanscarl.com>

Redaktion: Dipl.-Ing. Dr. Thomas Bühler (Objektleiter, verantwortl. für redaktionellen Inhalt, 0911 / 9 52 85-37). Wissenschaftliche Beratung: Dr.-Ing. Karl-Ullrich Heyse (09 11) 9 52 85-22.

Geschäftsführung: Michael Schmitt, Wolfgang Illguth.

Erscheinungsweise: 6 x jährlich.

Jahresbezugspreis: Inland EUR 96,- + EUR 9,- Vertriebsgebühr + MwSt. Ausland: Binnenmarktländer-Empfänger mit Umsatzsteuer-Identifikationsnummer und Drittländer: EUR 104,- + EUR 13,- Vertriebsgebühr. Binnenmarktländer-Empfänger ohne Umsatzsteuer-Identifikationsnummer: EUR 104,- + EUR 13,- Vertriebsgebühr + MwSt. Preis der Einzelnummer EUR 21,- + Porto. Kündigungsfrist: 6 Wochen zum Jahresende.

Druck: Bollmann Druck GmbH, Zirndorf b. Nürnberg.

Die Zeitschrift und alle in ihr enthaltenen Beiträge und Abbildungen sind urheberrechtlich geschützt.