

P. Čejka, V. Kellner, J. Čulík, M. Jurková, T. Horák und M. Poledníková

Bestimmung des Stammwürzegehaltes mittels NIR-Spektrometrie und Kryoskopie

NIR-Spektrometrie im nahen Bereich ermöglicht die Bestimmung einiger analytischer Werte in der Würze bzw. im Bier. Zu den Vorteilen gehören: die Geschwindigkeit der Bestimmung, das geringe Volumen der Probe, der nichtdestruktive Charakter der Bestimmung, die Mehrzwecknutzung der Apparatur. Als Nachteil wird der höhere Anschaffungspreis angeführt. Im Rahmen der Arbeit wurden die Ergebnisse der NIR-Spektrometrie mittels RAPITEC, einem Gerät von der Firma Nicolet, mit den Ergebnissen der Analysatoren SCABA und DSA 48 verglichen, und zwar an 86 Bierproben. Die angewandte Methode lieferte bessere Ergebnisse als DSA 48, aber schlechtere als SCABA. Die Unterschiede waren jedoch gering, so daß die NIR-Spektrometrie für die Routinepraxis empfohlen werden kann. Als zweite Methode wurde die Kryoskopie getestet. An einer Garnitur von 81 Bierproben wurde die Stammwürzebestimmung unter Anwendung des ADVANCED 3D3 von der Fa. Advanced Instruments durchgeführt sowie der scheinbare Extrakt mit dem Densitometer DMA 55 von der Fa. Anton Paar bestimmt. Aus diesen beiden Größen wurden die Gehalte an Alkohol, wirklichem Extrakt und Extrakt aus der Stammwürze errechnet und die Ergebnisse mit der klassischen Destillationsmethode verglichen. Es konnte eine sehr gute Übereinstimmung zwischen den beiden Methoden festgestellt werden.

BC 36 Bier

(Deskriptoren: Alkoholbestimmung, Bieranalysen, NIR-Spektrometrie, Kryoskopie, Stammwürzegehalt.

Descriptors: Determination of alcohol, beer analysis, near-infrared spectrometry, cryoscopy, original gravity).

1 Einleitung

Eine der häufigsten Labormethoden in der Brauerei ist die Bestimmung des Stammwürzegehaltes im Bier. Die Destillationsmethode gilt als die genaueste, ist jedoch leider zeitraubend und anspruchsvoll. Um das Verfahren einer Stammwürzegehaltsbestimmung automatisieren und vereinfachen zu können, wurden andere Labormethoden gesucht und geprüft. In den Braulaboratorien sind die automatischen Analysatoren DSA 48 von der Fa. Anton Paar und SCABA von der Fa. Tecator bekannt und werden auch angewandt.

Zur Bieranalyse können auch andere Labormethoden, die nicht zu den traditionellen Analysemethoden gehören, herangezogen werden. In diesem Artikel werden z. B. die NIR-Spektrometrie und Kryoskopie beschrieben (1, 2). In letzter Zeit wird in den Brauereien und in der Lebensmittelindustrie immer häufiger die NIR-Spektrometrie angewandt (3 – 7). Zur Laborbestimmung des Stammwürze- und Ethanolgehaltes in der Brauerei wird von der Fa. Tecator das Gerät 5665 Beer Analyzer RAPITEC angeboten. Im Forschungsinstitut für Brauerei und Mälzerei in Prag wurde

das Gerät Protégé der Fa. Nicolet getestet. Die Ergebnisse werden in diesem Artikel vorgestellt und diskutiert. Weiterhin wird auch die Möglichkeit der Nutzung der Kryoskopie im Braulabor beurteilt.

Schon in den 60er Jahren diskutierte man einen möglichen Einsatz der Kryoskopie für die Bestimmung des Endvergärungsgrades oder der diastatischen Kraft (8, 9). Vor 40 Jahren setzte man zur experimentellen Arbeit auf dem Gebiet der Kryoskopie das Gerät Advanced 3D der Firma Advanced Instruments ein.

Das Ziel war, die Anwendungsmöglichkeiten beider Geräte zur Bestimmung der Bierhauptparameter im Labor (d. h. Bestimmung des wirklichen Extrakts, des Ethanol- und Stammwürzegehaltes) zu prüfen.

2 Prinzipien der angewandten Methoden

2.1 NIR-Spektrometrie

Die NIR-Spektrometrie ist eine optische, nichtdestruktive analytische Methode, die zur Gruppe der Molekülspektrometrie gehört. Die Infrarotabsorption bzw. -emission beruht auf der Anregung von Molekülschwingungen einzelner Atome oder Atomgruppen in den Molekülen und/oder von Molekülrotationen und ergibt ein als Infrarotspektrum bezeichnetes Absorptions- bzw. Emissionsspektrum, das ein in Rotations-, Schwingungs- und Rotations-schwingungsspektrum gegliedertes Bandenspektrum ist. Die zur Ermittlung des Infrarotspektrums dienenden Infrarotspektrometer bestehen zumeist aus einem geeigneten Infrarotstrahler als Strahlenquelle, einem Monochromator zur Ausfilterung von Infrarotstrahlen einheitlicher Wellenlänge, meist ein Echelle-Gitter oder ein Interferometer, einer Küvette zur Aufnahme der Probesubstanz und einem Infrarotdetektor mit Verstärkungs-, Anzeige- und Registriervorrichtung. Um das Emissionsspektrum der Strahlenquelle eliminieren zu können, werden Vergleichsmessungen mit und ohne Probesubstanz durchgeführt.

Der Infrarotspektralbereich liegt im stetigen Spektrum der elektromagnetischen Strahlung, die durch einen Wellenzahlbereich $12\,500 - 10\text{ cm}^{-1}$, (die Wellenlänge $0,8 - 1000\ \mu\text{m}$) begrenzt ist. Für praktische Zwecke wird der Wellenbereich unterteilt in: Ferninfrarotzone ($400 - 10\text{ cm}^{-1}$), mittlere Infrarotzone ($4000 - 400\text{ cm}^{-1}$) und Nahinfrarotzone NIR ($12\,500 - 4000\text{ cm}^{-1}$).

Die bei der praktischen Nutzung der NIR-Spektrometrie gewonnenen Ergebnisse werden durch eine chemometrische Software ausgewertet, die die Methode der mathematischen Statistik nutzt. Diese Methoden verlangen eine, soweit möglich, reiche Datenfolge von Kalibrierstandards, die die Eigenschaften des gemessenen Materials charakterisieren sollten. Die Funktionsfähigkeit des Regressionsmodells (dessen Prinzip ein Vergleich der Spektren mit Kalibrierpolynom ist) ist eng von der Erfüllung dieser Grundbedingungen abhängig. Es ist nötig, sich bewußt zu machen, daß mit Hilfe der NIR-Spektrometrie-Analyse keine größere Genauigkeit erreicht werden kann, als die der Ausgangsgrößen, die durch klassische Verfahren gewonnen wurden. Im Falle der erfolgreichen Eichung bringt die Arbeit auf dem Gebiet der NIR, insbesondere unter Anwendung externer Reflexionssonden folgende Vorteile:

- eine umfangreiche Arbeits-, Zeit- und Materialersparnis;
- eine nichtdestruktive Messung;
- auf die Mustervorbereitung für die Analyse kann verzichtet werden;
- es sind weder Waage noch Chemikalien für die Analyse notwendig;
- die Messung durch eine Transparentverpackung (helles Glas, PE) ist möglich;
- eine Messung des flüssigen Musters in einer Quarzküvette ist möglich.

Die Anwendung einer Quarzoptik im NIR Bereich ist sehr vorteilhaft, weil sie eine elektromagnetische Strahlung etwa über 2000 cm^{-1} durchläßt. Dadurch konnten auch preisgünstige externe Sonden mit lichtleitenden Fasern verwendet werden.

2.2 Kryoskopieprinzip

Die Kryoskopie ist eine Methode zur Bestimmung der Molmasse von gelösten Stoffen durch Herabsetzung des Gefrierpunktes der Lösung gegenüber dem des reinen Lösungsmittels. Das Prinzip der Kryoskopiemessung ist relativ einfach: die Temperatur, bei

der eine Lösung erstarrt (Aggregatzustandsänderung flüssig – fest), ist proportional der Zahl von in der Suspension gelösten Teilchen. Ein Mol eines in der wäßrigen Lösung von 1 kg gelösten Stoffes (1 Mol enthält $6,023 \times 10^{23}$ Moleküle) erniedrigt den Taupunkt um $1,858\text{ }^\circ\text{C}$. Die Hälfte der gelösten Stoffmenge ($1/2\text{ Mol}$) erniedrigt auch um die Hälfte den Taupunkt, die doppelte gelöste Stoffmenge erhöht zweimal den Wert des Taupunktes. Es kann also gesagt werden, daß ein Wert des Taupunktes eine lineare Funktion der Menge von gelösten Stoffteilchen ist. Die Anwendung dieser Methode ist besonders vorteilhaft zur Bestimmung der Molmasse eines unbekanntes Stoffes.

In der Lebensmittelindustrie wird Kryoskopie sehr oft angewandt, z.B. zur Stärkeanalyse, Sirupkontrolle oder in den Molkereien. Diese Methode kann jedoch auch zur Grundanalyse eines Bieres verwendet werden, weil die Moleküleigenschaften der Maltose und des Ethanol unterschiedlich sind. Der Unterschied äußert sich durch eine Osmolalitätsdifferenz* ihrer Lösungen: Die Osmolalität einer 1% Maltoselösung hat einen Wert von $30\text{ mOsm/kg H}_2\text{O}$, die Osmolalität der 1% Ethanolösung beträgt schon $220\text{ mOsm/kg H}_2\text{O}$. Je mehr Ethanol in einer Lösung gelöst wird, desto höher wird die Osmolalität der Lösung. Nur eine Bestimmung der Osmolalität in einem Muster ist jedoch nicht ausreichend, die Analyse muß mit einer anderen charakteristischen Messung kombiniert werden, z.B. mit Bestimmung einer relativen Dichte, wie es bei den Bieranalysen ohne Musterdestillation üblich ist (z.B. Kombination der Dichte- und Refraktionsmessung bei dem refraktoskopischen Verfahren oder Dichte- und Ultraschallmessung mit dem automatischen Analysator DMA 48 usw.). Die Vorteile der Kryoskopie bestehen in einer relativ großen Empfindlichkeit bei der Ethanolmessung und einer Unempfindlichkeit gegenüber Sacchariden und Eiweißstoffen (besser als bei der Refraktion oder dem Ultraschall). Der größte Vorteil der Kryoskopie ist jedoch die einfache Messung. Durch die Anwesenheit einiger kleiner Moleküle (Metallionen, Aminosäuren, niedrige Dextrine u.s.w.) im Bier entsteht jedoch die Frage, wieweit eine Messung durch diese Moleküle beeinflusst werden kann.

* Osmolalität ist ein Maß für die osmotisch wirksame Konzentration eines gelösten Stoffes bezogen auf die Maßeinheit der Lösung. Bei einem nicht dissoziierenden Stoff ist die Osmolalität gleich der Molarität, bei dissoziierten Stoffen ist letztere mit der Zahl von Ionen pro Molekül zu multiplizieren.

Einheit der Osmolalität = Osmolen/kg H_2O oder mehr benützt:
 $\text{mOsm/kg H}_2\text{O} = 10^{-3}\text{ osmol}$

Tabelle 1 10%-, 11%- und 12%-Bier – Korrelationskoeffizienten (r) der Kalibrations- und Validationsregressionen bei der Anwendung von unbehandelten und behandelten Spektren aller Kalibrationsmuster					
		Scheinbarer Extrakt (%)	Wirklicher Extrakt (%)	Ethanol (%)	Stammwürzegehalt (%)
		r	r	r	R
Underivierte Spektren	Kalibration	0,9986	0,9897	0,9933	0,9886
	Validation	0,9814	0,9846	0,9906	0,9861
1. Derivation	Kalibration	0,9954	0,9968	0,9898	0,9929
	Validation	0,9870	0,9908	0,9875	0,9901
2. Derivation	Kalibration	0,9920	0,9964	0,9921	0,9957
	Validation	0,9399	0,9494	0,9906	0,9781

3 Versuchsteil

3.1 Die Bestimmung des Stammwürzegehaltes mittels NIR-Spektrometrie

Mit der klassischen Destillationsmethode und durch Anwendung des Gerätes Protégé 460 der Fa. Nicolet wurden Grundanalysen von 86 Mustern ausgeführt. Als Kalibrierstandards wurden die Muster betrachtet, die durch die klassische Methode analysiert worden waren.

Durch eine Transmissionsmessung unter Anwendung von 0,2 cm Quarzküvetten wurden die Spektren von Kalibrationsstandards ermittelt. Die Messung erfolgte unter den folgenden Bedingungen:

- Spektralbereich 11 000 – 4000 cm⁻¹
- Zahl des Aufnahmeverfahrens 32
- Auflösung 16 cm⁻¹

Jeder Standard wurde bei dreifachem Einfüllen in die Küvette dreimal gemessen. Die erhaltenen Werte der Spektren wurden durch eine Mittelbestimmung, erste- und zweite Ableitung, ma-

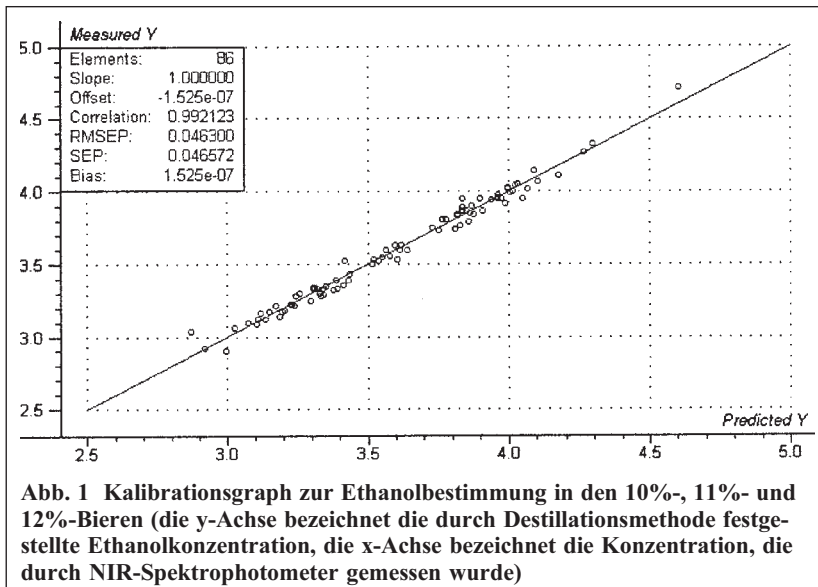


Abb. 1 Kalibrationsgraph zur Ethanolbestimmung in den 10%-, 11%- und 12%-Bieren (die y-Achse bezeichnet die durch Destillationsmethode festgestellte Ethanolkonzentration, die x-Achse bezeichnet die Konzentration, die durch NIR-Spektrophotometer gemessen wurde)

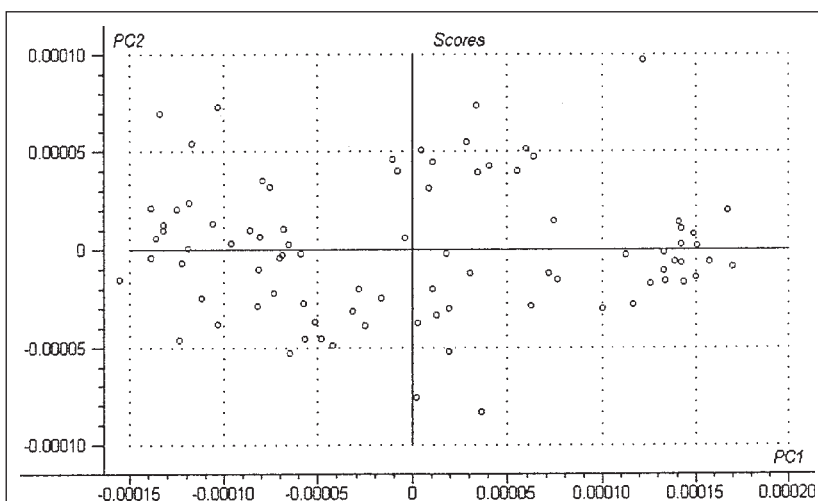


Abb. 2 Ergebnis der Analyse von Hauptkomponenten, die in das Kalibrationspektrum eingegeben wurden (Principal Component Analysis – PCA). Die Analyse der Hauptkomponenten beschreibt die Homogenität der eingegebenen Kalibrationsstandards.

thematisch verarbeitet. Kalibrationen wurden mit den ursprünglichen und mathematisch verarbeiteten Daten unter Anwendung der Methode kleinster Quadrate (PLS = Partial Least Squares) und der sogenannten „Cross Validations“-Methode ermittelt. Bei der mathematischen Cross Validations-Methode werden schrittweise, abhängig von der Kalibrierzahl, ein oder mehrere Kalibrierpunkte für die Auswertung ausgeschlossen. Die erworbene Kalibrationsabhängigkeit wurde für die Ermittlung eines Validationswertes angewandt.

Alle gemessenen Werte von 10%-, 11%- und 12%-Bieren wurden im Kalibrations- Regressionsmodell gespeichert. In Tabelle 1 sind die durch Berechnung der analysierten Muster gewonnenen Kalibrations- und Validations-Korrelationskoeffizienten angegeben.

Zur Ansicht werden Kalibrationsgraph zur Ethanolbestimmung (Abb. 1) und die Analysenergebnisse der in das Kalibrationspektrum eingegebenen Hauptkomponenten angeführt (Abb. 2). Aus Abbildung 2 geht hervor, daß die einzelnen Messungen an sich unabhängig sind und die Datenpaare keine Tendenz zur Clusterbildung haben.

Die festgestellten durchschnittlichen Abweichungen zwischen der klassischen und der NIR-Methode bei der Ermittlung des wirklichen Extrakts, des Ethanol- und des Stammwürzegehaltes sind in den Abbildungen 3, 4 und 5 dargestellt. Der Stammwürzegehalt wurde mittels der Balling-Formel aus den Werten des wirklichen Extrakts und des Ethanolgehalts berechnet, da diese im Vergleich mit den direkt gerechneten Werten eine engere Korrelation mit den ursprünglichen Werten aufwiesen.

3.2 Bestimmung des Stammwürzegehaltes mittels kryoskopischer Methode

Bei 81 Biermustern wurde eine Grundanalyse des Bieres durch die klassische Destillationsmethode und die gleichzeitige Feststellung der Osmolalität mit Hilfe des Gerätes Advanced 3D3 der Firma Advanced Instruments durchgeführt. Durch Schütteln wurde bei allen Mustern vor der Osmolalitätsmessung die Kohlensäure entfernt. Zur Berechnung aller Grundparameter wurden die Werte der Osmolalität und des scheinbaren Extrakts angewandt. Die Eichung des Gerätes erfolgte in längeren Zeitabschnitten durch Standardmuster, die Kalibrierung mittels destilliertem Wasser fand jedoch in kurzen Zeitabschnitten statt.

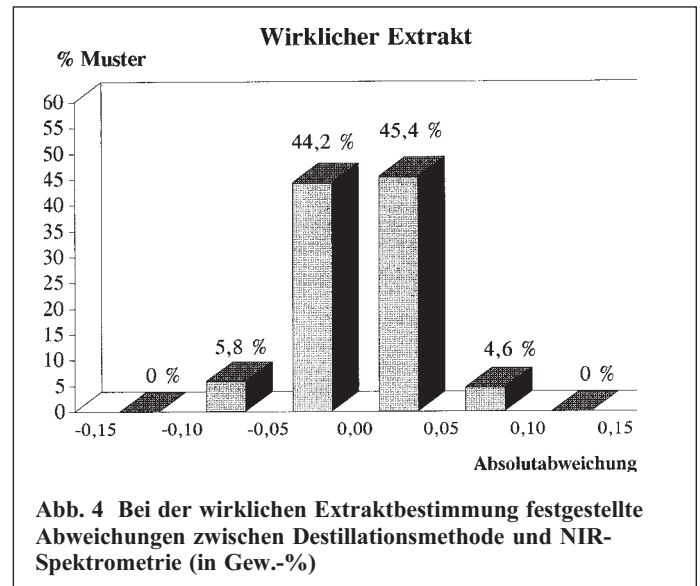
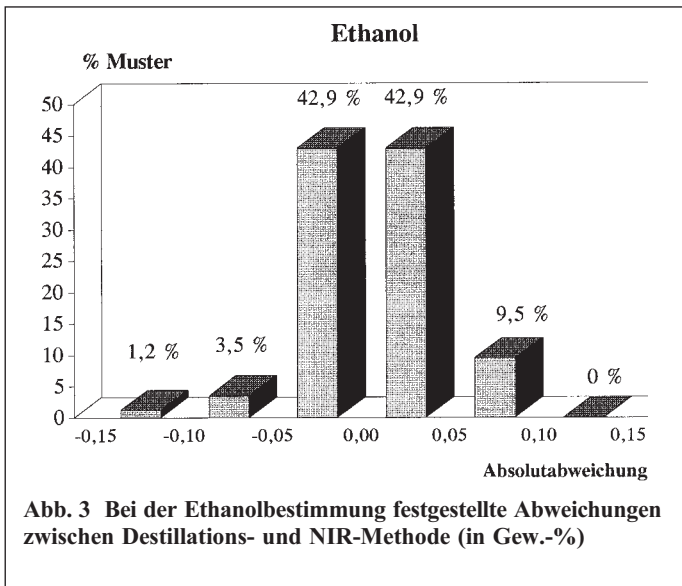
Für 10%-Biere wurde der Wert der Osmolalität im Bereich 809 – 947 mOsm, für 11%-Biere im Bereich 990 – 1047 mOsm und für 12%-Biere schon im Bereich 1045 – 1197 mOsm festgestellt, der Wert des Variationskoeffizienten betrug dabei weniger als 0,4%. Eigene Berechnungen erfolgten mit der mehrfachen Regressionsmethode mittels der Programme ADSTAT und STATGRAPHICS.

Für einen Datensatz wurden folgende Regressionsgleichungen erhalten:

$$A = 0,003474 K - 0,2013. E_{sch} + 0,553$$

$$E_w = 0,001571 K + 0,9101. E_{sch} + 0,294$$

$$P = 0,008053 K + 0,5000. E_{sch} + 1,705$$



A ...Ethanolgehalt (in gew. %)

E_w ...wirklicher Extrakt (in gew. %)

P ...Stammwürzegehalt (in gew. %)

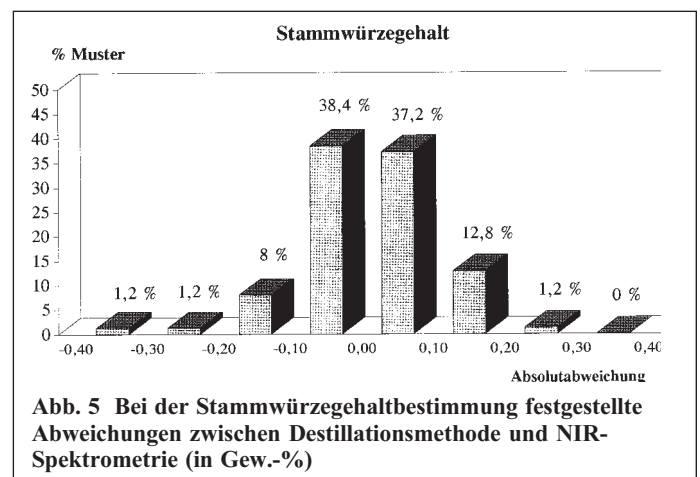
K ...Osmolalität (mOsm/kg H₂O)
[aus dem Gerät Advanced 3D3]

E_{sch}...scheinbarer Extrakt (in gew. %)
[aus dem Densitometer Paar DMA 55]

Falls kein Densitometer der Fa. Paar zur Verfügung steht, kann der Wert des scheinbaren Extrakts, sofern keine große Genauigkeit benötigt wird, mit einem Saccharimeter festgestellt werden. Die bei der Bestimmung des wirklichen Extrakts, des Ethanolgehalts und des Stammwürzegehalts festgestellten Abweichungen zwischen der klassischen und kryoskopischen Methode werden in den Abbildungen 6, 7 und 8 aufgezeigt. Durch kryoskopische Methode festgestellte und mittels der Balling-Formel berechnete Werte wiesen jedoch keinen Unterschied auf.

4 Diskussion der Ergebnisse

In Tabelle 2 werden durchschnittliche Absolutabweichungen der einzelnen Parameter zwischen klassischer Methode, NIR-Spektrometrie und kryoskopischer Methode aufgezeigt. Um eine allgemeine Auswertung durchführen zu können, wurden die Daten durch Ergebnisse ergänzt, die bei früheren Auswertungen mit den



Geräten SCABA (Firma Tecator) und DSA 48 (Firma A. Paar) zusammengefaßt worden waren (10).

Aus den Daten in Tabelle 2 geht hervor, daß die NIR-Spektrometrie bessere Parameter aufweist als die des Gerätes DSA 48, die Ergebnisse sind schlechter im Vergleich zum Gerät SCABA (in drei verfolgten Parametern: wirklicher Extrakt, Ethanol und Stammwürzegehalt, die Werte des wirklichen Extrakts sind geringfügig besser). Weil Destillate fast keinen Extrakt oder Zucker enthalten, ist die Messung des Ethanol- und Zuckergehalts sehr

	Relativabweichung des scheinbaren Extrakts (%)	Relativabweichung des wirklichen Extrakts (%)	Relativabweichung des Ethanolgehalts (%)	Relativabweichung des Stammwürzegehalts (%)
SCABA	1,39	0,85	0,76	0,51
DSA 48	2,00	1,38	1,35	0,73
Infrarotspektrometrie	1,67	0,79	0,98	0,67
Kryoskopie	–	0,49	1,02	0,76

perspektiv. Die Anwendung dieser Messung in der Weinindustrie wird auch nicht ausgeschlossen.

Die kryoskopische Methode weist im Bereich der Stammwürzegehaltmessung zum DSA 48 vergleichbare Ergebnisse auf, für die Ethanolmessung ist sie noch genauer als das DSA 48. Die besten Resultate werden durch die Kryoskopie im Bereich der wirklichen Extraktmessung erreicht (besser als SCABA). Die mit der kryoskopischen Methode erzielten Ergebnisse wurden bei drei Biermustern durch einen unterschiedlichen Ethanolgehalt etwas verzerrt (rund 4% der Muster). Höchstwahrscheinlich wurde diese Abweichung durch eine unterschiedliche Restextraktzusammensetzung verursacht (die getesteten Biere stammten aus mehreren Bierbrauereien), die den Wert der Osmolalität beeinflussen kann. Es ist wahrscheinlich, daß die Resultate der Messung von Bieren aus derselben Brauerei (mit denselben Eigenarten) auch kleinere Abweichungen gegenüber klassischen Methoden aufweisen werden.

5 Auswertung

Vor- und Nachteile der NIR-Spektrometrie im Vergleich zur klassischen Methode (Mustervorbereitung, Anspruch an das Bedienpersonal usw.) wurden bei Analysen von 86 Biermustern, bei denen beide Methoden angewandt wurden, festgestellt.

Vorteile:

- Eine sehr gute Übereinstimmung mit der klassischen Methode;
- große Material- und Arbeitsersparnis;
- die Messung dauert nur drei Minuten;
- eine kleine Mustermenge genügt zum Messen;
- keine qualifizierte Bedienung nötig;
- nach der Einführung des Eichungsmodells braucht das Gerät nicht kalibriert zu werden;
- es ist möglich, das Gerät auch für andere Zwecke zu verwenden.

Nachteile:

- Höherer Preis;
- für die Installation des Eichungsmodells ist eine qualifizierte Bedienung mit Erfahrungen nötig.

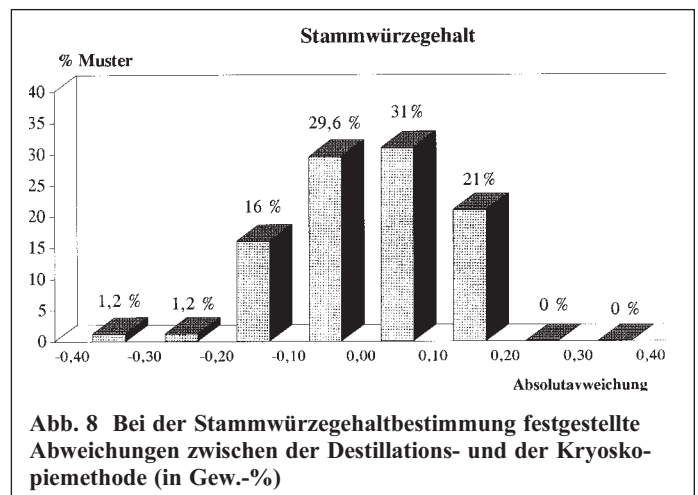
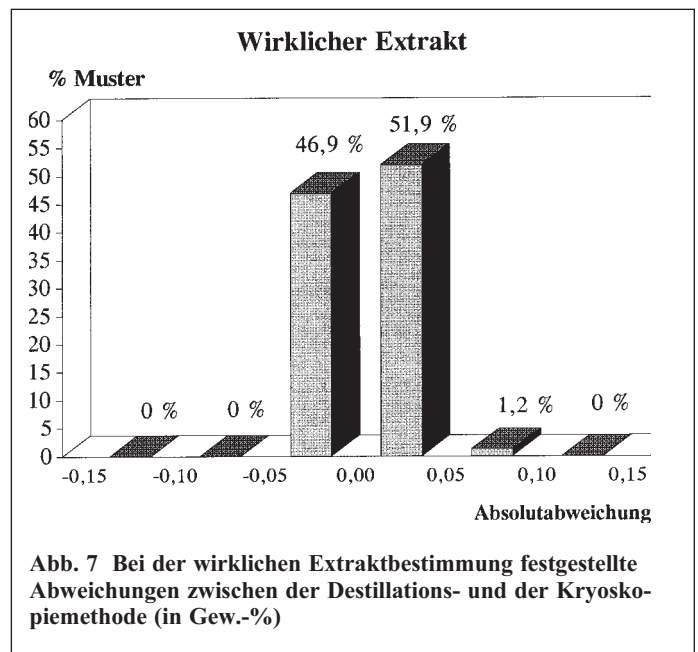
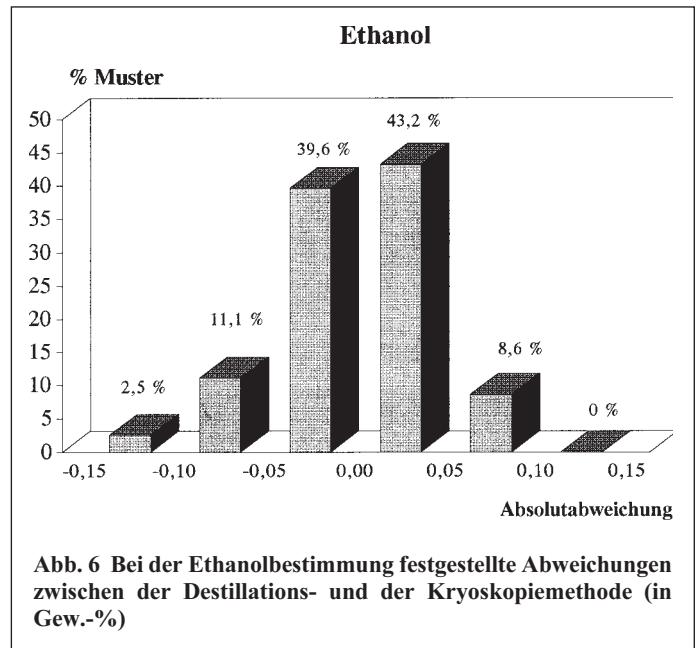
Die gleiche Auswertung von kryoskopischen und klassischen Methoden wurde mit 81 Biermustern durchgeführt.

Vorteile:

- Eine befriedigende Übereinstimmung mit der klassischen Methode;
- die Messung dauert nur 4 – 5 Minuten,
- für die Messung sind nur geringe Mustermengen nötig;
- es besteht kein Bedarf an qualifizierter Bedienung;
- das Gerät braucht nicht jeden Tag geeicht zu werden,
- niedriger Preis;
- es ist möglich, das Gerät auch für andere Zwecke zu verwenden.

Nachteile:

- Zur Bestimmung ist es nötig, den Wert des scheinbaren Extrakts zu kennen (Densitometer-, Pyknometeranwendung), die Berechnung von Konstanten könnte auch ein Problem darstellen.



Abschließend kann gesagt werden, daß die beiden beschriebenen Methoden zur Bestimmung des wirklichen Extrakts, des scheinbaren Extrakts, des Stammwürzegehalts und des Ethanolgehalts im Bierlabor angewandt werden können.

6 Zusammenfassung

Zwei nicht traditionelle Methoden zur Bestimmung des wirklichen Extrakts, des scheinbaren Extrakts, des Stammwürzegehalts und des Ethanolgehalts werden in diesem Artikel beschrieben. Es handelt sich um die NIR-Spektrometrie im nahen Bereich (Anwendung des Gerätes Protégé 460 der Firma Nicolet) und die Kryoskopie (Gerät Advanced 3D3 der Firma Advanced Instruments).

Dabei wurde festgestellt, daß zu den Vorteilen der NIR-Spektrometrie eine schnelle und nichtdestruktive Messung, kleine Mustermengen und die Möglichkeit anderer Verwendung des Gerätes gehören. Ein Nachteil ist jedoch der höhere Preis. Die angewandte IR-Methode gewährt auch bessere Ergebnisse als die mittels eines geläufigen DSA 48-Gerätes gewonnenen. Noch genauer sind jedoch die mit SCABA gemessenen Resultate.

Auch die Kryoskopie gewährleistet gute Ergebnisse. Als Vorteile der Kryoskopie können eine kurze Analysenzeit, Bedienungsfreundlichkeit, keine tägliche Eichung angeführt werden. Die Abweichungen der Ergebnisse bei der Ethanolgehalt- und Stammwürzemesung sind in etwa vergleichbar mit denen des Gerätes DSA 48. Bei der Bestimmung des wirklichen Extrakts ist die Abweichung sogar geringer als die des SCABA-Gerätes.

7 Summary

Čejka, P., Kellner, V., Čulík, J., Jurková, M., Horak, T., and Poledníková, M.: Determining the original gravity using near-infrared spectrometry and cryoscopy — Monatsschrift für Brauwissenschaft 53, No. 11/12, 223 – 228, 2000

BC 36 Beer

Close-range near-infrared spectrometry enables the determination of a few analytical values in the wort or in beer. The advantages of this technique include the speed of the determination, the small volume of the sample, the non-destructive nature of the determination, and the suitability of the apparatus for multiple purposes. One disadvantage, however, is the relatively high purchase price. The work involved taking 86 beer samples and comparing the near-infrared spectrometry results for them produced using RAPITEC, a device made by the company Nicolet, with the results for them produced by the analysers SCABA and DSA 48. The applied method supplied better results than DSA 48 but worse results than SCABA. However, the differences were so small that near-infrared spectrometry can be recommended for routine practice. Cryoscopy was tested as the second method. Using a set of 81 beer samples, the original wort was determined with the help of the ADVANCED 3D3 made by the

company Advanced Instruments, and the apparent extract was determined using the densitometer DMA 55 made by the company Anton Paar. These two values were used to calculate the content of alcohol, of real extract and of extract from the original wort, and the results were compared with the traditional distillation method. This revealed a high level of correspondence between the two methods.

Čejka, P., Kellner, V., Čulík, J., Jurková, M., Horak, T., et Poledníková, M.: Détermination de la densité du moût primitif avec la spectrométrie NIR et cryoscopie — Monatsschrift für Brauwissenschaft 53, No. 11/12, 223 – 228, 2000

BC 36 Bière

La spectrométrie NIR permet la détermination de quelques paramètres dans le moût et la bière. Les avantages sont les suivants: la vitesse de détermination, le faible volume de l'échantillon, le caractère non-destructif de la détermination, l'aptitude à usages multiples de l'appareil. L'inconvénient est le coût élevé de l'acquisition. Dans le cadre du travail, on a comparé les résultats de la spectrométrie NIR de la Société Nicolet, le RAPITEC avec les résultats de l'analyseur SCABA et DSA 48 en analysant 86 échantillons de bière. La méthode NIR appliquée fournissait de meilleurs résultats que le DSA 48 mais de plus mauvais que le SCABA. Les différences étaient cependant faibles. La spectrométrie NIR peut être recommandée pour les contrôles en routine. A partir de 81 échantillons de bière on a déterminé la densité du moût primitif en utilisant le ADVANCED 3D3 de la Société Advanced Instruments. L'extrait apparent a été déterminé avec le densimètre DMA 55 de la Société Anthon Paar. A partir des deux paramètres on a calculé la teneur en alcool, l'extrait réel et l'extrait de la densité du moût primitif et les résultats ont été comparés avec ceux de la méthode par distillation. On a pu observer un très bonne liaison entre les deux méthodes.

8 Literatur

1. Čejka, P., Čulík, J., Kellner, V., und Tenkl, T.: Kvas. Prum. **43**, 202, 1997.
2. Čejka, P., Jurková, M., Kellner, V., und Mikan, V.: Kvas. Prum. **43**, 237, 1997.
3. Williams, P., und Norris, K. H.: Near Infra Technology in the Agricultural and Food Industries, St. Paul, USA, 1987.
4. Lebouille, J. L. M., und Drost, W. C.: Multivariate Calibration and Cloning of Near Infrared Analysis in Malting and Brewing. EBC Symposium of Instrumentation a Measurement Monography XX, 1992.
5. Osborne, B. G., Fearnt, T., und Hindle, P. H.: Practical NIR Spectroscopy with Application in Food and Beverage Analysis. Logman Food technology, Ed. D. Browning, 1991.
6. Allison, M. J., Brown, A. T., und Freeman, P. L.: Proc. Eur. Brew. Conv. Congr., 1989.
7. Allison, M. J., und Maule A. P.: Proc. Eur. Brew. Conv. Congr., 1991.
8. Abele, J. H.: Brew. Dig. **40**, 5, 60, 1965.
9. Owades, L. J., und Harris, A. F.: Proc. Am. Soc. Brew. Chem., May 1964, S. 60.
10. Čejka, P.: Kvas. Prum. **38**, 331, 1992.

(Manuskripteingang: 23.2.2000
überarbeitete Fassung 15.9.2000)