

# Fermentation Monitor QWX43

Julia Rosenheim, Product Owner  
Endress+Hauser Level+Pressure, Maulburg

## Table of content

*Wie "genau" ist "genau" und wie kann der Fermentation Monitor QWX43 von Endress+Hauser helfen, genaue Aussagen über die Gärung zu treffen, um den Prozess zu automatisieren?*

*Wie sieht eine Laborprobenvorbereitung im Normalfall aus und welche Schritte können das Messergebnis maßgeblich beeinflussen?*

*Vergleich von Inline- und Labormessungen*

*Kongruenz zwischen Inline- und Labormessungen*

*Fazit*

## Wie „genau“ ist „genau“ und wie kann der Fermentation Monitor QWX43 von Endress+Hauser helfen, genaue Aussagen über die Gärung zu treffen, um den Prozess zu automatisieren?

Die Bestimmung wichtiger Parameter bei der Fermentation von Würze zu Bier, wie beispielsweise dem Extraktwert oder dem Alkoholgehalt, erfolgt in der traditionellen Brauerei hauptsächlich durch Labormessungen. Diese spielen eine zentrale Rolle, und die Probennahme gehört meist zur täglichen Routine. Die Proben werden entweder vor Ort mit Handmessgeräten als Richtwert untersucht oder, wenn eine genauere Aussage zur Gärsteuerung oder Freigabe benötigt wird, im Labor analysiert.

Im Labor erfolgt die Untersuchung normalerweise mit Geräten, die eine Kombination aus NIR-Technologie zur Bestimmung der Alkoholkonzentration und hochgenauer Dichtemessung zur Zuckerbestimmung nutzen. Die Genauigkeit dieser Messungen ist entscheidend, da sie ohne direkte Inline-Messung im Tank die Grundlage für zahlreiche Entscheidungen und Entwicklungen bildet, von der Steuerung des Gärprozesses bis hin zur Qualitätskontrolle.

Die Präzision der Labormessungen hängt nicht nur von den verwendeten Instrumenten ab, sondern auch von verschiedenen Faktoren wie der Kalibrierung und Wartung der Messgeräte, der Qualifikation und Erfahrung des Bedienpersonals, den Umgebungsbedingungen sowie der Methodik und den Protokollen, die bei den Messungen angewendet werden. Wenn die Laborergebnisse mit den Messungen des Fermentation Monitor QWX43 direkt im Gärtank verglichen werden sollen, ist es unerlässlich, diese Einflüsse zu berücksichtigen, um fundierte Entscheidungen treffen zu können. Bild 1 illustriert diese Gegebenheiten.

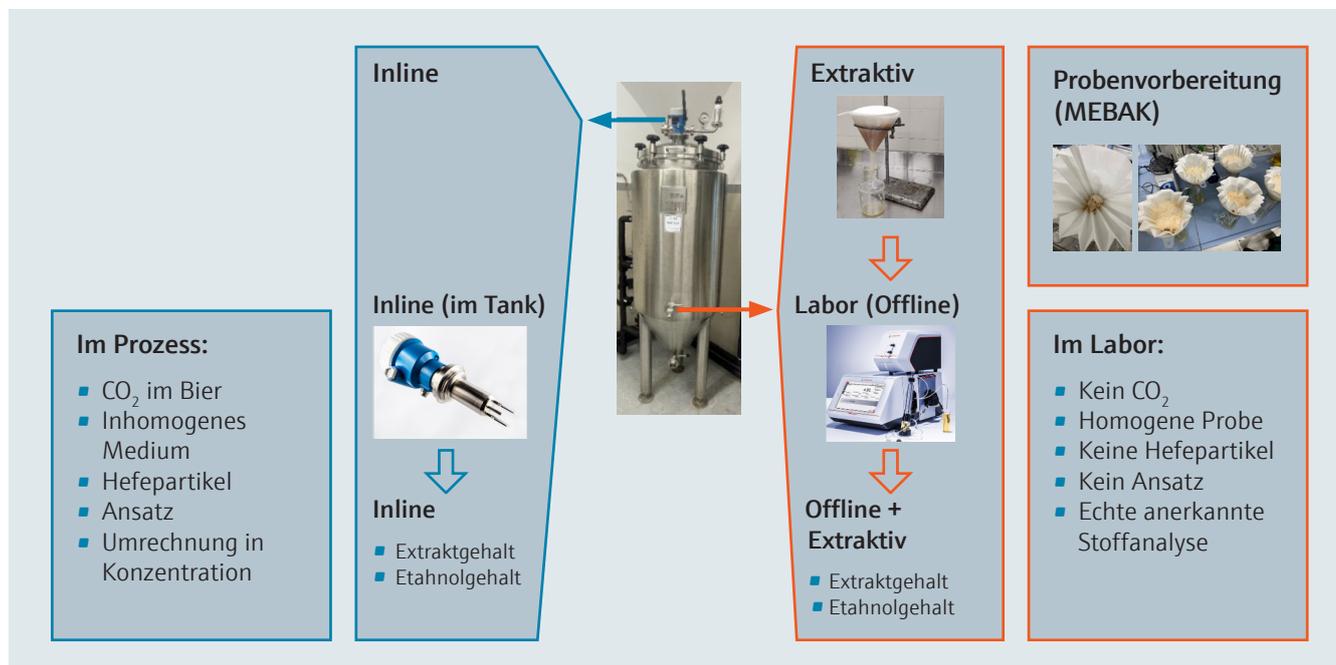


Bild 1: Vergleich von inline und Labormessung bei Bier – schematisch

Dieses White Paper konzentriert sich auf die Einflüsse der Laborprobenvorbereitung auf das Labormessergebnis und zeigt, wie diese optimal mit den Inline-Messwerten des Fermentation Monitor QWX43 verglichen und verifiziert werden können. Dabei werden verschiedene Studienergebnisse herangezogen und erläutert. Zusätzlich wird die Verwendung der im Gärtank gemessenen Prozessdaten für eine optimale Gärsteuerung diskutiert.

## Wie sieht eine Laborprobenvorbereitung im Normalfall aus und welche Schritte können das Messergebnis maßgeblich beeinflussen?

Innerhalb des Methodenkatalogs der Mitteleuropäischen Brautechnischen Analysenkommission (MEBAK) wird die notwendige Probenvorbereitung für die Messung von Extrakt und Alkoholkonzentrationen im Labor mittels einer Kombination aus NIR und Dichtemessung beschrieben.

Um die Probe für eine ungestörte Labormessung vorzubereiten, muss das in der Probe vorhandene CO<sub>2</sub> entfernt werden. Zusätzlich muss sichergestellt werden, dass die Probe frei von Trubstoffen ist. Das Austreiben des durch die Vergärung entstandenen CO<sub>2</sub> wird laut Vorschrift mittels wiederholtem Schütteln und anschließender Druckentlastung des Probengefäßes erreicht. Die Trubstoffe sollen mittels Filtern der Probenlösung entfernt werden. In der Praxis werden diese zwei Schritte oft in einem Schritt vereint, indem die Probe durch ein Filterpapier mit geringer Porengröße gefiltert wird, dem zusätzlich Kieselgur beigefügt wird, um das CO<sub>2</sub> zu entfernen.

Idealerweise muss die Probe gefiltert werden, bis sie völlig klar ist, damit das Laborgerät über NIR eine zuverlässige und wiederholbare Messung gewährleisten kann. Durch die oben beschriebenen Schritte wird die Ursprungprobe aber maßgeblich verändert. Die Entfernung des gasförmigen CO<sub>2</sub> sorgt dafür, dass auch andere leicht flüchtige Bestandteile der Probe, wie der Alkohol, in geringen Mengen mitgerissen werden und aus der Probe verschwinden. Aus diesem Grund ist der Alkohol-Labormesswert typischerweise etwas niedriger als die direkt im Tank gemessene Alkoholkonzentration. Dieses Phänomen findet man häufig beim Vergleich der Labormessdaten mit den Inline-Geräten im Gärtank.

Ein weiterer Effekt kann bei der im Labor gemessenen Extraktkonzentration beobachtet werden. Bei einer Evaluation empirischer Daten wurde festgestellt, dass sich in einigen Fällen augenscheinlich die Zuckerkonzentration in der Laborprobe gegenüber den Inline-Werten des Fermentation Monitor QWX43 erhöht hat. Im Gegensatz zum beschriebenen Verdampfen bei der Alkoholkonzentration scheint sich dieses Verhalten der Probe allerdings nicht bei jeder Probe einzustellen. Aus den empirisch ermittelten Ergebnissen und zahlreichen Praxisbeispielen kann eine Abhängigkeit der final im Labor ermittelten Extraktkonzentration von Faktoren wie dem Biertyp oder dem Filterverhalten der verwendeten Hefe angenommen werden.

In der Praxis legen die Ergebnisse der Vergleichsdaten nahe, dass die Entfernung des CO<sub>2</sub> während der Probenvorbereitung und somit das ungewollte Entfernen eines Teils des Alkohols der wesentliche Effekt zu sein scheint. Dieser kann durch geeignete Kompensationsalgorithmen zuverlässig korrigiert werden, damit der Inline-Messwert der Alkoholkonzentration im Tank mit den Freigabegrenzen, die unter Nutzung der Labormessungen festgelegt wurden, übereinstimmt. Hierzu geeignete Kompensationsalgorithmen werden im Fermentation Monitor QWX43 zur Verfügung gestellt, um den Vergleich der Inline-Messwerte des Gerätes mit den Labormesswerten zu erleichtern.

## Vergleich von Inline- und Labormessungen

### Effekte unzureichender Filterung der Laborprobe bzw. generelle Streuung von Labormesswerten bei vorgeschriebener Probenbehandlung:

Ein Effekt auf die Labormessung, welcher auf unzureichende Filterung zurückzuführen ist, lässt sich allerdings nicht über Kompensationsalgorithmen ausgleichen. Hier reagiert die Sensorik im Labor nicht wiederholbar. Der Anwender sollte sich jedoch des entstehenden Phänomens bewusst sein, da eine unzureichend gefilterte Probe bei einem Vergleich der Inline-Messung mit dem Laborergebnis eine vermeintlich hohe Abweichung zwischen beiden Messwerten suggerieren kann. Im Normalfall würde dem Labormesswert durch den Anwender höhere Glaubwürdigkeit beigemessen, was in der beschriebenen Situation zu einer schwerwiegenden Fehlentscheidung führen kann, da der Labormesswert durch die unzureichende Filterung stark verfälscht wird.

Generell lässt sich jedoch sagen, dass selbst bei vorschriftsmäßiger Filterung und Probenbehandlung sowie der vorgeschriebenen Wartung und Kalibrierung der Laborgeräte durch den Hersteller die Labormessungen eine gewisse Streuung aufweisen, die bei einer vergleichenden Beurteilung berücksichtigt werden muss. Bild 2 bis Bild 4 veranschaulichen diese Streuung. Im Laborversuch wurden aus einer Flasche gefiltertem Fertigbier vier Proben entnommen, die nach der Filterung und Entgasung jeweils in drei Teile aufgeteilt und unabhängig voneinander im Laborgerät, das eine Kombination aus NIR- und Dichtemessung verwendet, vermessen wurden.

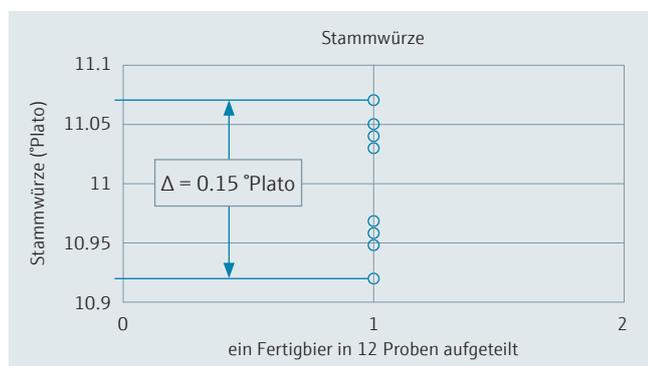


Bild 2: Streuungsspanne des Messwertes Stammwürze unter 12 Messungen eines gefilterten und entgasten klaren Fertigbieres (Typ Pilsener)

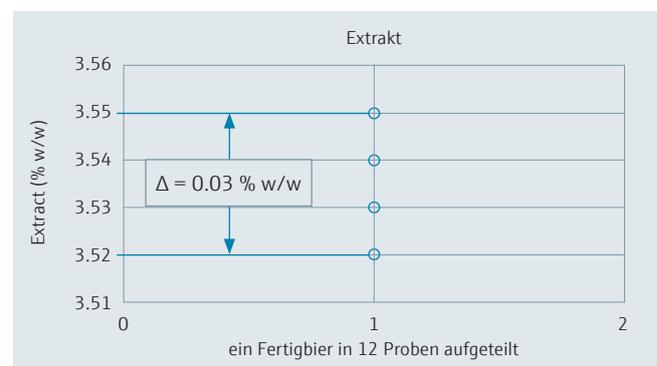


Bild 3: Streuungsspanne des Messwertes Extrakt (wirklich/scheinbar) unter 12 Messungen eines gefilterten und entgasten klaren Fertigbieres (Typ Pilsener)

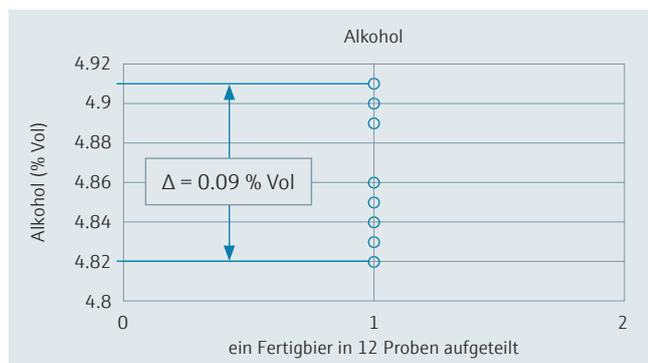


Bild 4: Streuungsspanne des Messwertes Alkohol unter 12 Messungen eines gefilterten und entgasten Fertigbieres (Typ Pilsener)

**Nichtlinearitäten bei der Messung:** Beide Verfahren, Inline- und Labormessungen, können Nichtlinearitäten aufweisen. Bei Inline-Messungen können diese durch ungleichmäßige Verteilung des Mediums und unterschiedliche Gasgehalte entstehen, während bei Labormessungen mögliche Inhomogenitäten der Probe selbst eine Rolle spielen können. Eine Nichtlinearität kann festgestellt werden, wenn die Abnahme des Extrakt Gehaltes zur Zunahme des Alkoholgehaltes keine Linearität aufweist. Dieser lineare Zusammenhang kann in Bild 5 und Bild 6 exemplarisch ersehen werden. Die Abweichungen zwischen dem theoretisch herstellbaren linearen Zusammenhang und der tatsächlichen Messwerte sind die durch Bild 7 bis Bild 9 verdeutlichten Nichtlinearitäten im direkten Vergleich bei >20 Gärvorgängen verschiedener Biertypen.

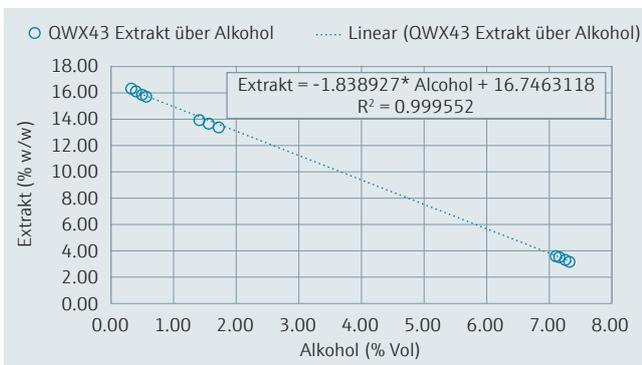


Bild 5: Nichtlinearität – Zusammenhang einer Gärung – gemessen mit Fermentation Monitor QWX43

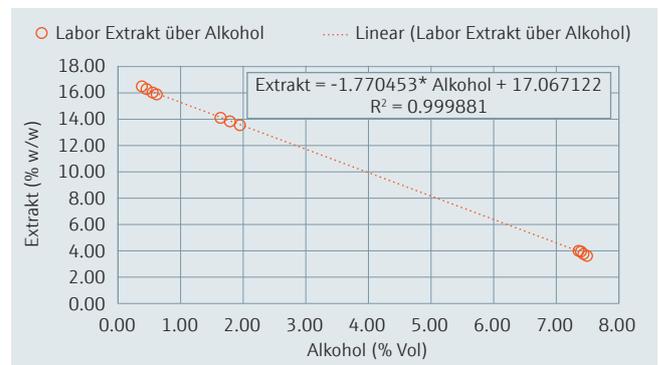


Bild 6: Nichtlinearität – Zusammenhang einer Gärung – gemessen mit der Labormessung

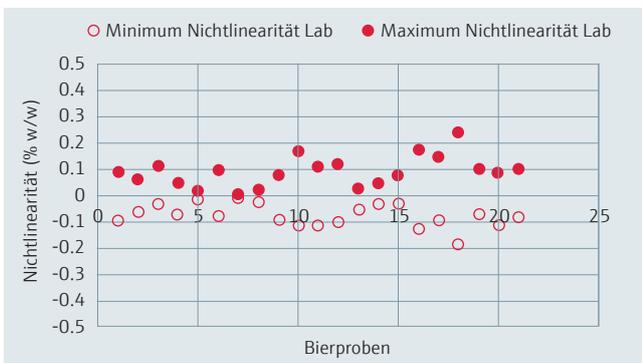


Bild 7: Nichtlinearität der Labormessung über > 20 verschiedene Gärungen verschiedener Biertypen (Labormessung)

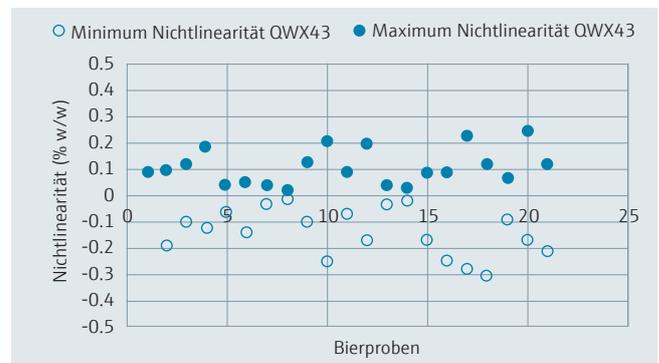


Bild 8: Nichtlinearität der Messung inline durch Fermentation Monitor QWX43 über > 20 verschiedene Gärungen verschiedener Biertypen (Messung mittels Fermentation Monitor QWX43)

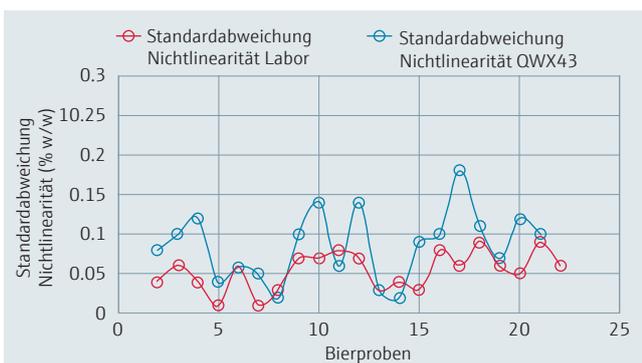


Bild 9: Direkter Vergleich der Standardabweichungen der Nichtlinearität beider Verfahren über die Messung von > 20 verschiedenen Gärungen

## Kongruenz zwischen Inline- und Labormessungen

Endress+Hauser hat mit dem Fermentation Monitor QWX43 ein Gerät mit einer Multisensorik entwickelt, welches während des Gärprozesses von klaren Würzen aus Getreidemalzen bzw. Getreiden zu z.B. Bier die Parameter der Gärung analog zu den im Labor bestimmten Parametern zuverlässig misst und für eine effektive Prozesssteuerung ausgibt.

Die Technische Universität München (TUM) hat am Standort Freising innerhalb der TUM School of Life Sciences das Forschungszentrum Weihenstephan für Brau- und Lebensmittelqualität (BLQ). Dieses untersucht die Messwerte des Fermentation Monitor QWX43 im Vergleich zu im Labor ermittelten Messwerten. Dabei wurde das Kontrollmessgerät „Alcolyzer DMA 5000M“ der Firma Anton Paar verwendet.

Die Prüfmethode, welche als Vergleich befolgt wurde, war:

„B-590.10.181 Stammwürze, Extrakt und Alkohol – Biegeschwinger und NIR“ MEBAK online Methode B-590.10.181 Rev. 2020-10 Mitteleuropäische Brautechnische Analysenkommission (MEBAK<sup>®</sup>) e.V., Freising

Für die Gärversuchsreihen wurde ein 200L-Gärtank genutzt, in welchen der Fermentation Monitor QWX43 eingebaut war. Die verwendete Würze variierte zwischen untergäriger und obergäriger Würze, die mit Hefe des Stamms TUM<sup>®</sup> 34/70 vergoren wurde. Zahlreiche Versuche zeigten eine gute Übereinstimmung zwischen den Labormessungen und den Inline-Messungen des Fermentation Monitor QWX43. Um das Vertrauen der Nutzer in die Inline-Messung zu erhöhen, können die Kompensationsalgorithmen des Fermentation Monitor QWX43 genutzt werden.

Ein paar der entsprechenden Vergleichsreihen zwischen Labor- und Prozessmessungen können in den Darstellungen zehn bis zwölf ersehen werden.

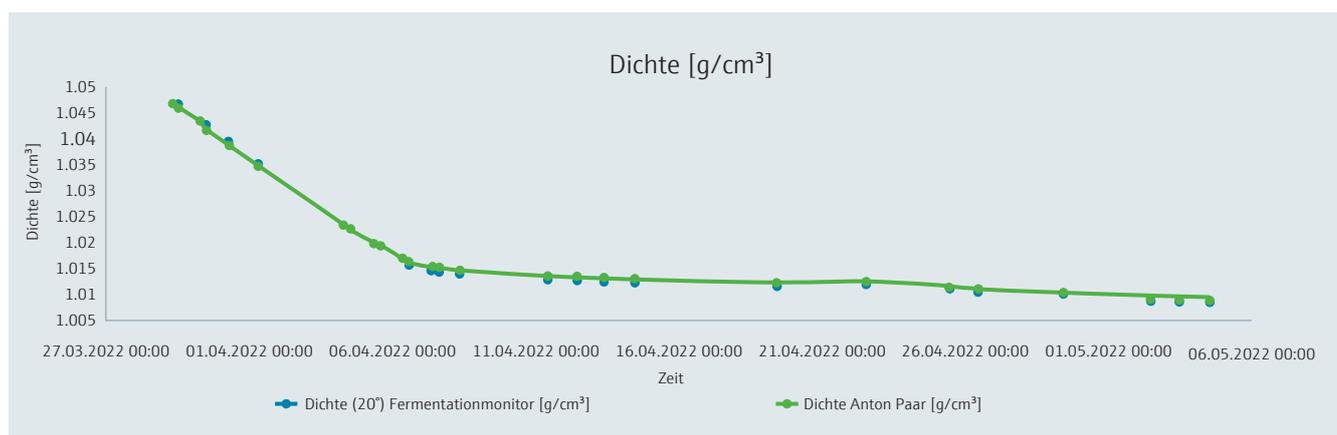


Bild 10: Vergleich der Grundmessgröße „Dichte“ zwischen Anton Paar Alcolyzer und Fermentation Monitor QWX43 bei einem Fermentationsversuch mit obergäriger Würze (Quelle: Bericht TUM)

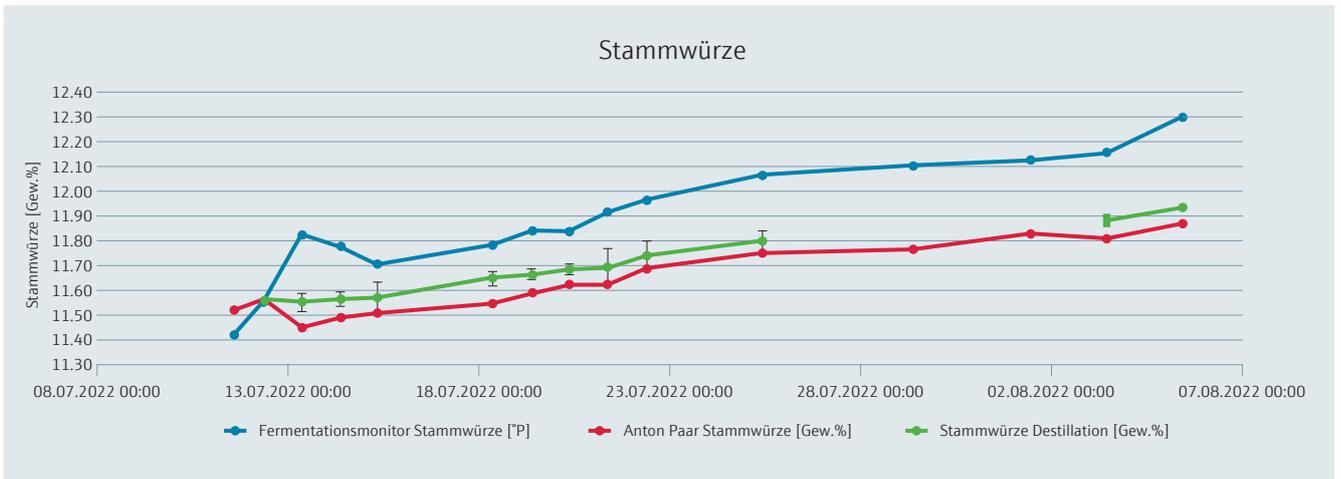


Bild 11: Vergleich der Stammwürzeberechnung bei Anton Paar Alkolyzer Labormessung, Laborbestimmung mittels Destillation und Fermentation Monitor QWX43 während eines Fermentationsversuchs mit untergäriger Würze (Quelle: Bericht TUM)

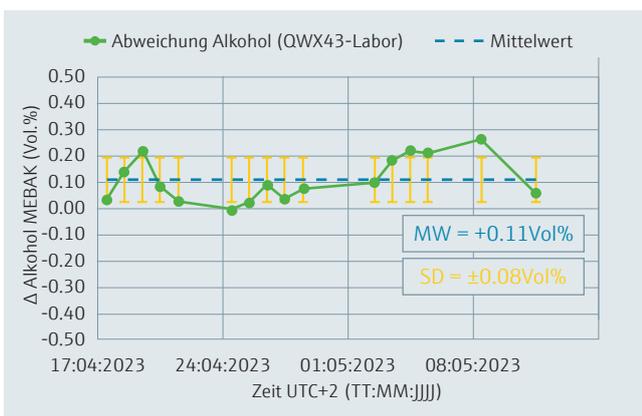


Bild 12: Abweichungen zwischen Labormesswert und inline-Messung beim Alkohol in %Vol, wenn die Kompensationsalgorithmen für die Probenvorbereitung in Fermentation Monitor QWX43 verwendet werden.

Es wurden auch Vergleiche der Inline- und Labormessung mit einem Destillationsverfahren zur Ermittlung des Alkoholgehaltes durchgeführt. Hierbei zeigte sich, dass sowohl das Laborgerät mit der direkt auf den Alkoholgehalt bezogenen NIR Messung, als auch der Fermentation Monitor im Mittel nur sehr geringe Abweichungen vom Wert der Destillation zeigten. Das Laborgerät wies hier eine mittlere Abweichung von 0,09%Vol Alkohol zum destillierten Wert auf und der Fermentation Monitor QWX43 eine mittlere Abweichung von 0,125% Vol Alkohol. Somit liegen beide Verfahren in den Messergebnissen nur unwesentlich auseinander.

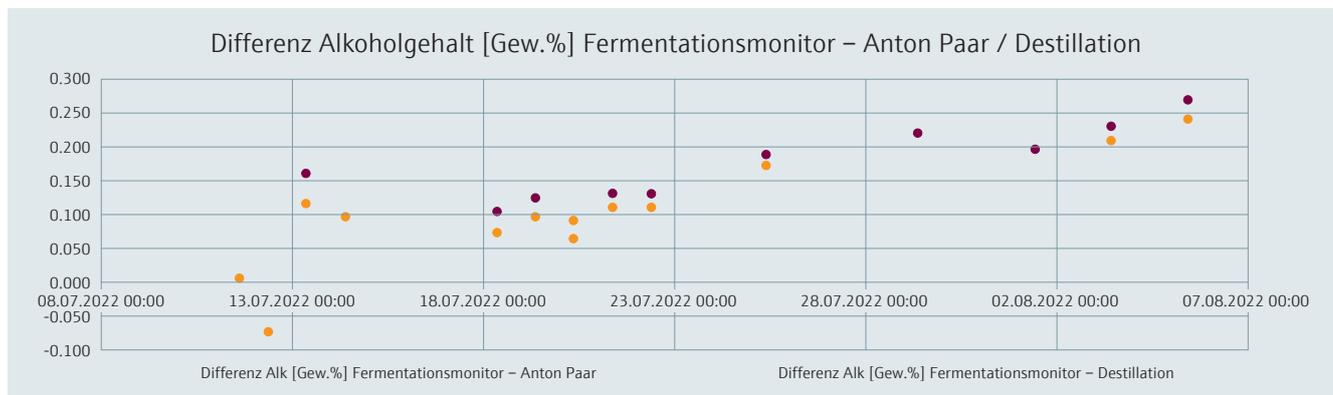


Bild 13: Vergleich von Anton Paar Alcozyler DMATM 5000M und Fermentation Monitor QWX43 Alkoholmessungen mit der Destillationsmethode (Quelle: TUM Bericht)

### Die Gesamtauswertung und Beurteilung der Versuche durch das BLQ der Technischen Universität München ergab folgende Beurteilung:

„Aus dem Vergleich zwischen der Labormessung und der Inlinemessung geht aufgrund statistischer Auswertung hervor, dass ein signifikanter, jedoch sehr geringer Unterschied, zwischen den Messungen vorlag.

Für die Messgröße Alkohol (%Vol.) betragen die gemessenen Unterschiede zwischen Labor- und Inlinemessung im Mittel +0,11 %Vol. Die Standardabweichung dieser Messung beträgt  $\pm 0,09$  %Vol.

Für die Messgröße scheinbarer Extrakt (°Plato) betragen die gemessenen Unterschiede zwischen Labor- und Inlinemessung im Mittel  $-0,13$  °Plato. Die Standardabweichung beträgt  $\pm 0,08$  °Plato.

Bei der Stammwürzeberechnung beider Verfahren (Inline und Laborreferenzmethode) wurde ein Mittelwert von  $+0,16$  °Plato und eine Standardabweichung von  $\pm 0,2$  °Plato ermittelt.

Die im Forschungszentrum Weihenstephan durchgeführten Vergleiche zwischen den Ergebnissen der akkreditierten Labormessung und den Messungen des Inlinemonitors QWX43 zeigen, dass der Fermentationsmonitor QWX43 für die praktische Anwendung zur Automatisierung des Gärprozesses geeignet ist.“

Durch die Nutzung der Kompensationsalgorithmen für den Einfluss der Probenvorbereitung im Labor wurden die Ergebnisse, welche inline mittels Fermentation Monitor QWX43 erzielt werden konnten, noch kongruenter mit den Laborergebnissen.

## Fazit

Als Braumeister und für die Produkt- und Prozessqualität des Bieres verantwortliche Person ziehen die Nutzer meist Labormessung zu Rate, aufgrund derer Prozesssteuerungsevents wie zum Beispiel das Spunden des Tanks freigegeben werden. Labormessungen können stark von der Art der Probenvorbereitung, der möglichen Inhomogenität der Probe, dem Labormessgerät oder vom Bediener beeinflusst werden. Eine zuverlässige Alternative bietet der Fermentation Monitor QWX43 von Endress+Hauser. Die Inline-Messwerte im Tank sind unabhängig von Schwankungen durch Unterschiede in der Probenvorbereitung oder menschlicher Behandlung und bieten eine hohe, durch unabhängige Versuchsreihen nachgewiesene Genauigkeit. Um die Einflüsse der Probenvorbereitung im Labor zu spiegeln und die Messwerte vergleichbarer zu machen, hat Endress+Hauser Kompensationsalgorithmen entwickelt, die beispielsweise auf den im Tank gemessenen Alkoholgehalt angewendet werden können.