(19) Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 10 2021 118 440 A1** 2023.01.19

(12) # Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2021 118 440.1**
(22) Anmeldetag: **16.07.2021**
(43) Offenlegungstag: **19.01.2023**

(51) Int Cl.: ***C12C 11/00*** (2006.01)

(71) Anmelder:
Dausch, Manfred, 76831 Göcklingen, DE

(74) Vertreter:
Patentanwälte Dr. Keller, Schwertfeger Partnerschaft mbB, 76829 Landau, DE

(72) Erfinder:
Dausch, Manfred, 76831 Göcklingen, DE; Mattes, Dominik, 76139 Karlsruhe, DE

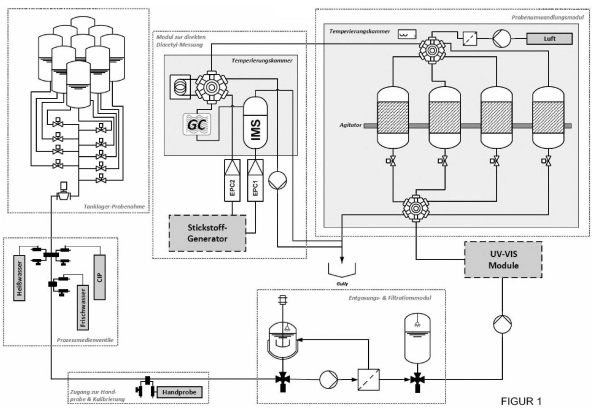
(56) Ermittelter Stand der Technik:
WO 2017/ 218 039 A1

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen.

(54) Bezeichnung: **Verfahren und Anlage zur Qualitätsüberwachung des Fermentationsprozesses bei Bier**

(57) Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur automatisierten Qualitätsüberwachung des Fermentationsprozesses und/oder zur Bestimmung des Endpunktes der Fermentation während des Bierbrauprozesses bei der Herstellung von Bier durch Bestimmung von einer oder mehreren Aromakomponenten oder anderen Inhaltsstoffen des Bieres, umfassend die Schritte:
a) automatisiertes Entnehmen einer Bierprobe aus einem oder mehreren Fermentationsbehältern,
b) Überführen und Entgasen der aus dem oder den Fermentationsbehältern entnommenen Bierprobe in einem Entgasungsmodul,
c) Bedarfsweises Filtrieren oder Zentrifugieren der Bierprobe zur Entfernung von nicht-flüssigen Schwebstoffen,
d) Einleiten des Filtrats oder des Zentrifugats der Bierprobe in ein Probenumwandlungsmodul, das aus einem oder mehreren Probenbehältern besteht, in denen jeweils ein definiertes Probenvolumen der filtrierten oder zentrifugierten Bierprobe eingeleitet wird, bei dem ein ausreichendes Kopfraumvolumen noch vorhanden ist,
e) Erwärmen der Proben in dem Probenbehälter oder den Probenbehältern zur Umwandlung von Vorstufen der Aromakomponenten in die Aromakomponenten oder von Inhaltsstoffen, wobei die Erwärmung solange erfolgt, bis die Vorstufen der Aromakomponenten nahezu vollständig in die Aromakomponenten umgewandelt worden sind,
f) Entnehmen von Messgas aus dem Kopfraum von dem Probenbehälter oder von einem der Probenbehälter und Überführen des Messgases in eine Messeinrichtung zur qualitativen und quantitativen Bestimmung der einen oder mehrerer Komponenten des Bieres.
Die Erfindung betrifft ferner eine Anlage zur Durchführung eines solchen Verfahrens.



FIGUR 1

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Anlage zur automatisierten Qualitätsüberwachung des Fermentationsprozesses und/oder zur Bestimmung des Endpunktes der Fermentation während des Bierbrauprozesses bei der Herstellung von Bier durch Bestimmung von einer oder mehreren Aromakomponenten oder anderen Inhaltsstoffen des Bieres.

[0002] Der Brauprozess zur Herstellung von Bier basiert auf einer Fermentation, bei der einige Stoffwechselprozesse ablaufen, die zur Bildung von unterschiedlichen chemischen Verbindungen und Nebenprodukten führen. Während der alkoholischen Gärung entsteht, bedingt durch den Stoffwechsel der für die Fermentation eingesetzten Bierhefen, eine Vielzahl von Nebenprodukten, die das Aroma, den Geschmack und damit auch die Qualität eines Bieres wesentlich beeinflussen. Zu solchen Nebenprodukten gehören unter anderem vicinale Diketone (VDK), höhere Alkohole, Ester, organische Säuren, Schwefelverbindungen, Phenole, Carbonyle und Hopfenöle. Ein Bier ist somit ein höchst komplexes Multikomponentengemisch mit einer Vielzahl von Aromaverbindungen, deren Vorliegen und Konzentration letztendlich auf den komplexen Hefestoffwechsel zurückzuführen sind. Grob unterscheidet man Bukettstoffe, zu denen höhere Alkohole, Ester und organische Säuren gehören. Sie bestimmen wesentlich das Aroma des Bieres. Daneben gibt es noch sogenannte Jungbier-Bukettstoffe, zu denen Aldehyde, vicinale Diketone und Schwefelverbindungen gehören. Sie verleihen dem Bier bei Vorhandensein einen unreifen, unharmonischen Geschmack oder Geruch und beeinflussen in höheren Konzentrationen die Bierqualität negativ. Ziel der Gärung und des Bierreifungsprozesses ist es, die Konzentration der Jungbier-Bukettstoffe im Bier soweit wie möglich zu verringern und die Bukettstoffe in den gewünschten Konzentrationsbereichen anzureichern.

[0003] Bislang ist eine gezielte Steuerung aller für das Bieraroma verantwortlichen Substanzen im Gär- und Reifungsprozess unmöglich.

[0004] Daher wird zur Ermittlung des Gärerfolges und des Reifungsgrades von Bier auf Leitsubstanzen zurückgegriffen, die mit der sensorischen Qualität des Bieres korrelieren. Zu diesen Leitsubstanzen gehören die vicinalen Diketone, die dem Bier beim Überschreiten eines bestimmten Schwellenwertes einen unreinen, süßlichen und bei höherer Konzentration sogar widerlichen Geschmack verleihen. Zu den wichtigsten Aromakomponenten der vicinalen Diketone gehören Diacetyl (Butan-2,3-dion), Pentan-2,3-dion. Im Bierbrau-Prozess produzieren Bierhefen aus dem Stoffwechsel-Zwischenprodukt Acetolactat Diacetyl, das sie weiter zu 2,3-Butandiol reduzieren. Während der Gärung sind die Konzentrationen an freiem Diacetyl in der Regel gering und α-Acetolactat macht den Großteil des vorhandenen „Gesamt-Diacetyls“ aus. Daher werden die Diacetyl-Konzentrationen bei der Analyse häufig als „Gesamt-Diacetyl“-Konzentrationen, d. h. als Summe des freien Diacetyls und des α-Acetolactats („potenzielles Diacetyl“ oder „Diacetyl-Vorstufe“) ausgedrückt, um potenzielle Diacetyl-Konzentrationen hervorzuheben.

[0005] Das Aroma von Diacetyl wird häufig als buttrig, süß und hin und wieder auch als karamellig beschrieben. Der Gehalt an vicinalen Diketonen im Fertigbier (d.h. in abgefüllten Flaschen oder Fässern) ist somit ein wesentliches Kriterium für den Reifungsgrad und damit für die Qualität des Bieres. Diacetyl hat einen Geschmacks-Schwellenwert von etwa 0,1 bis 0,15 Milligramm pro Liter, 2,3-Pentandion einen etwa 10-fach höheren.

[0006] Die Überwachung von vicinalen Diketonen als Leitsubstanzen und anderen Aromakomponenten ist daher ein wichtiger Bestandteil während des Gärprozesses. Vorzugsweise liegt der Schwellenwert zwischen 3 und 100 ppb (parts per billion), wobei auch Zwischenbereiche und Zwischenwerte von der Erfindung umfasst sind. Bei leichten Lagerbieren liegt der Schwellenwert von Diacetyl in der Regel zwischen 5 und 20 ppb. Bei dunklen Bieren reicht häufig wegen der menschlichen sensorische Schwelle ein höherer Schwellenwert zwischen 40 und 100 ppb, bevorzugt zwischen 60 und 80 ppb.

[0007] Die Wahrnehmung von Diacetyl in Bier ist bei Menschen recht unterschiedlich und sensorische Unterschiede sind häufig genetisch bedingt. Eine Vielzahl von Menschen ist jedoch geschmackssensitiv und bemerkt Geschmacksveränderungen durch höhere Konzentrationen von vicinalen Diketonen im Fertigbier.

[0008] Die vicinalen Diketone werden von der Hefe in ihrem Stoffwechsel nicht selbst gebildet, sondern lediglich ihre Vorstufen. Bei den Vorstufen handelt es sich um Acetohydroxysäuren, die in das Bier während des Fermentationsprozesses abgegeben werden. Die Vorstufen der vicinalen Diketone sind geschmacks- und geruchslos und können somit lediglich über empfindliche gaschromatische Verfahren bestimmt werden. Die Vorstufe von Diacetyl (Butan-2,3-dion) ist 2-Acetolactat, die Vorstufe von Pentan-2,3-dion ist 2-Acetohydroxybutyrat. Während des Fermentationsprozesses nehmen die Konzentrationen der Vorläufer der vicinalen Diketone zu, wobei deren Peak, je nach Biersorte, in der Regel zwischen 20 und 50% der Fermentationszeit erreicht ist. Danach werden die Vorstufen in die vicinalen Diketone umgewandelt, deren Konzentration am Ende der Fermentation wiederum am höchsten ist.

Während des sich anschließenden Reifungsprozesses des Bieres während der Tanklagerung sinken die VDK-Spiegel wieder, da die Hefe die VDK als Energiequelle nutzt. Wird die Hefe während des Reifungsprozesses zu früh entfernt oder der Prozess abgestoppt, können VDK später im Fertigbier auftreten und dort für die nicht erwünschten Geschmackseinbußen sorgen. Aus diesem Grund überwachen die Brauer die VDK-Spiegel im Rahmen des Bierreifungsprozesses. Bei traditionellem Lagerbier ist ein möglichst geringer VDK-Wert wünschenswert. Deshalb wird das Bier mehrere Wochen im Anschluss an die Fermentation gelagert, damit die Hefe ausreichend Zeit hat, die noch vorhandenen VDK zu verstoffwechseln.

[0009] Bislang versuchte man, die VDK-Spiegel durch eine gezielte Auswahl der Fermentationsparameter zu kontrollieren und damit die Menge der während der Gärung gebildeten Acetohydroxysäuren. Zu diesen Parametern gehören die Auswahl des Hefestammes bzw. der Hefemutanten, die Konzentration der Hefe während der Fermentation, der Eintrag von Sauerstoff, die Würzzusammensetzung und schließlich auch die Gärtemperatur und der Druck.

[0010] Daneben gibt es Verfahren, bei denen die Temperatur während des Fermentationsprozesses gemessen wird, um anhand der Temperaturänderungen abschätzen zu können, wann die Vorstufen der VDK zu VDK umgewandelt werden. Dieses Verfahren ist jedoch sehr ungenau, da nicht bestimmt werden kann, wann die Hefe die restlichen VDK metabolisiert hat.

[0011] Über chemisch-physikalische Methoden ist es möglich, Aromakomponenten und andere Inhaltsstoffe über deren Signaturen nachzuweisen. Zur Bestimmung der Inhaltstoffe werden Methoden angewendet, zu denen z.B. die Ionenmobilitätsspektrometrie (IMS) mit einer vorgelagerten Gaschromatographie (GC)-Säule (GC-IMS) oder die Gaschromatographie mit Elektroneneinfangdetektor (GC-ECD) gehört. Dabei handelt es sich allerdings um labortechnische Methoden, die sehr aufwändig und kostenintensiv ist. Denn es werden lediglich Stichproben entnommen, die in ein Labor geschickt werden müssen, um dort analysiert zu werden. Nicht jede Brauerei hat ein eigenes Labor. Oftmals ist jedoch ein Labor für mehrere Brauereien zuständig. Bis das Ergebnis vorliegt, können mitunter mehrere Tage vergehen. In dieser Zeit müssen die Fermentationsbehälter weiter gekühlt werden, was mit hohen Kosten und Kapazitätsproblemen verbunden ist. Häufig ist zudem der Zeitpunkt für die Reifung des Bieres bereits überschritten und die Qualität des Bieres nicht mehr optimal. Eine solche zeitversetzte Messung zur Bestimmung von VDK im Labor ist somit sehr problematisch, da beispielsweise bei Fehlchargen keine Eingriffsmöglichkeiten bestehen. Ferner unterlaufen Fehler bei der Probennahme (z.B. durch Oxidation), beim Probentransport (z.B. Oxidation, Dauer, Temperatur) oder bei der Probenvorbereitung (Entgasung und Filtration). Schließlich wird üblicherweise der gesamte Fermentationsprozess, welcher mehr als 10 Tage andauern kann, mit lediglich ein bis zwei Messungen überwacht, was zu sehr langen Standzeiten der Biere in den einzelnen Tanks führt. Dies hat wiederum enorme Kapazitätsprobleme bei den Brauereien zur Folge.

[0012] Zusammengefasst existiert bislang kein zuverlässiges Verfahren, um den Gärerfolg und damit den Reifungsgrad von Bier während des Bierbrauprozesses vollständig in einem Online-Prozess zu überwachen.

[0013] Um den Reifungsprozess nicht mehr „blind“ zu fahren, ist es daher für Brauereien wünschenswert, auf ein Verfahren oder ein System zurückzugreifen, das eine vollautomatisierte Qualitätskontrolle für das Bier und damit des Reifungsgrades von Bier ermöglicht.

[0014] Somit ist es Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein Verfahren und ein System zur automatisierten Überwachung des Gärerfolges und des Reifungsgrades von Bier während des Bierbrauprozesses bereitzustellen, mit dem es möglich ist, während des Prozesses (Online-Prozess) Komponenten des Bieres, insbesondere Aromakomponenten des Bieres zu bestimmen, ohne dass eine manuelle Probenentnahme erfolgen muss.

[0015] Gelöst wird diese Aufgabe durch ein Verfahren mit den Merkmalen des Anspruchs 1 und eine Anlage zur Durchführung eines solchen Verfahrens. Bevorzugte Ausführungsvarianten finden sich in den Unteransprüchen wieder.

[0016] Das erfindungsgemäße Verfahren zur automatisierten Qualitätsüberwachung des Fermentationsprozesses und/oder zur Bestimmung des Endpunktes der Fermentation während des Bierbrauprozesses bei der Herstellung von Bier basiert auf einer automatisierten Bestimmung von Komponenten des Bieres, vorzugsweise Aromakomponenten des Bieres, insbesondere von vicinalen Diketonen (VDK), aber auch anderen Inhaltsstoffen wie Aldehyden, Schwefelverbindungen oder organischen Verbindungen. Ziel ist es, eine Online-Kontrolle der Bierqualität im Prozess zu erhalten, um so den Fermentations- und Reifungsprozess bei der Herstellung von Bier zu optimieren. Die erforderlichen Lagerzeiten können damit für jede Biersorte exakt ermittelt werden. Auch ist es möglich, eine Fehlcharge unmittelbar aufzuspüren. Durch die Automatisierung der Qualitätskontrolle können Prozessschritte unmittelbar umgesetzt werden, da der Endpunkt der Fermentation genau bestimmt werden

kann. Bisherige Labormethoden benötigen mehr als 24 Stunden, bis ein Ergebnis vorliegt. Ist der Gehalt an VDK zu hoch und somit die gewünschte Bierqualität noch nicht erreicht, kann der Reifeprozess verlängert werden. Umgekehrt kann der Reifeprozess abgestoppt werden, wenn die gewünschte Bierqualität erreicht ist. Somit erfolgt die Bestimmung des Endpunktes der Fermentation bzw. des Reifungsprozesses im Rahmen des erfindungsgemäßen Inline-Bestimmungsverfahrens innerhalb kürzester Zeit.

[0017] Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht eine automatisierte Qualitätsüberwachung des Fermentationsprozesses und/oder eine Bestimmung des Endpunktes der Fermentation während des Bierbrauprozesses bei der Herstellung. Die Verfolgung des Fermentationsverlaufs und des Reifungsprozesses zur Bestimmung des Reifungsgrades des Bieres ist demnach problemlos möglich. Das erfindungsgemäße Verfahren basiert u.a. auf der Bestimmung von einer oder mehreren Aromakomponenten des Bieres, insbesondere von vicinalen Diketonen, wie Diacetyl (Butan-2,3-dion) oder Pentan-2,3-dion, oder anderen Inhaltstoffen, die für das jeweilige Bier charakteristisch sind. Hierfür ist erfindungsgemäß vor der Messung eine Probenaufbereitung notwendig, um überhaupt in der Lage zu sein, zuverlässige Messergebnisse während des Fermentationsprozesses zu erhalten. Zur Probenaufbereitung gehört u.a. das Entgasen der aus dem Fermentationsbehälter entnommenen Bierprobe, ggf. das Entfernen von Schwebstoffen, das Umwandeln von Inhaltsstoffen in den Probenbehältern und die Entnahme von Messgas aus den Probenbehälter, um dieses dann einer Messeinrichtung zuzuführen.

[0018] Die Bestimmung der Konzentration der VDK ist insbesondere notwendig, um den Endpunkt der Fermentation zu ermitteln. Die weiteren oder anderen Komponenten oder Inhaltsstoffe des Bieres können mit der Messeinrichtung analysiert werden, um einen Eindruck über den Fermentationsverlauf und/oder die Qualität des Bieres zu erhalten. Vorzugsweise erfolgt dies durch die spektroskopische Analyse einer oder mehrerer Inhaltsstoffe des Bieres und einer anschließenden Hauptkomponentenanalyse.

[0019] Das erfindungsgemäße Verfahren zur automatisierten Qualitätsüberwachung des Fermentationsprozesses und/oder zur Bestimmung des Endpunktes der Fermentation während des Bierbrauprozesses bei der Herstellung von Bier durch Bestimmung von einer oder mehreren Aromakomponenten oder anderen Inhaltsstoffen des Biere, umfasst die Schritte:

a) automatisiertes Entnehmen einer Bierprobe aus einem oder mehreren Fermentationsbehältern,

b) Überführen und Entgasen der aus dem oder den Fermentationsbehältern entnommenen Bierprobe in einem Entgasungsmodul,

c) Bedarfsweises bzw. optionales Filtrieren oder Zentrifugieren der Bierprobe zur Entfernung von nicht-flüssigen Schwebstoffen,

d) Einleiten des Filtrats oder des Zentrifugats der Bierprobe in ein Probenumwandlungsmodul, das aus einem oder mehreren Probenbehältern besteht, in denen jeweils ein definiertes Probenvolumen der filtrierten oder zentrifugierten Bierprobe eingeleitet wird, bei dem ein ausreichendes Kopfraumvolumen noch vorhanden ist,

e) Erwärmen der Proben in dem Probenbehälter oder den Probenbehältern zur Umwandlung von Vorstufen der Aromakomponenten in die Aromakomponenten oder von Inhaltsstoffen, wobei die Erwärmung solange erfolgt, bis die Vorstufen der Aromakomponenten nahezu vollständig in die Aromakomponenten umgewandelt worden sind,

f) Entnehmen von Messgas aus dem Kopfraum von dem Probenbehälter oder von einem der Probenbehälter und Überführen des Messgases in eine Messeinrichtung zur qualitativen und quantitativen Bestimmung der einen oder mehrerer Komponenten des Bieres.

[0020] Unter „periodischer Entnahme“ versteht man die Entnahme einer Bierprobe aus einem Tanklager zu festgelegten Zeitpunkten oder Intervallen. Automatisiert wird die Entnahme durch die Anwendung und Anordnung von Prozessventilen, die es ermöglichen, bestimmte Proben-Volumina aus den Fermentationsbehältern zu entnehmen.

[0021] Schwebstoffe (auch Trübstoffe genannt) sind im Bierbrauprozess bekannt. Dazu gehören z.B. chemische (z. B. Eiweiße) und biologische (z. B. Hefen) Trübstoffe oder sonstige Schwebstoffe.

[0022] Die Fermentation findet in großen Brauereien normalerweise in Tanklagern bzw. Gärlagern statt, wobei die alkoholische Gärung mehrere Tage in Anspruch nimmt. Die Menge an Diacetyl im Fermentationsbehälter wird u.a. durch die Fermentationstemperatur, die Fermentationsdauer und den pH-Wert beeinflusst. Da die VDK gegen Ende des Fermentationsprozesses in weniger geschmacksintensive Moleküle umgewandelt werden, soll das Bier nur so lange wie nötig in den Behältern verbleiben, um einen höheren Durchsatz der Bierproduktion zu realisieren und die Qualität des Bierproduktes sicherzustellen. Durch die Tankprobenentnahme im ersten Verfahrensschritt wird automatisch in einem festgelegten Zyklus eine Bierprobe aus dem Fermentationsbehälter bzw. dem Gärtank entnommen und

der Gehalt der VDK bestimmt. Dazu werden für die Probenentnahme mehrere Ventile geschaltet, wodurch eine händische Probenentnahme entfällt.

[0023] Die aus den Tanks entnommene Probe wird in einem weiteren Verfahrensschritt zu einem Entgasungsmodul und anschließend zu einer optionalen Separationseinrichtung, z.B. einem Filter, einer Filtereinrichtung oder eine Zentrifuge überführt. Für die Probennahme sind Probenentnahmeventile am Tank sowie Probenleitungen vorgesehen. Das Filtrationsmodul dient der Entfernung von Schwebstoffen, welche die analytische Auswertung bei der Bestimmung der VDK beeinträchtigen könnten. So können Partikel durch Streuung oder Absorption von Licht die Messung stören. Bei bestimmten Biergetränken kann jedoch eine Separationseinrichtung entbehrlich sein.

[0024] Der Begriff „Filtration“ soll hierbei zunächst breit ausgelegt werden, denn er umfasst den Einsatz einer Separationseinrichtung, vorzugsweise einer Filtereinrichtung oder die Entfernung von festen Partikeln und Schwebstoffen über Zentrifugation. Durch diese Behandlung wird entweder ein klares Filtrat oder Zentrifugat gewonnen. Diese Probenvorbereitung ist notwendig, da Gasblasen oder Partikel eine spätere Analyse, beispielsweise in der GC-IMS oder der UV/VIS-Spektroskopie, stören würden. Auch dürfen bei einem Druckabfall keine Gasblasen mehr entstehen. Eine Schaumkrone wiederum könnte den Phasenübergang bei der Gasphasen-Extraktion behindern. Vorzugsweise werden für die Filtration Filter eingesetzt, die eine Porengröße von 1 - 3 µm aufweisen. Bevorzugt hat der Filter einen Aufbau, der es ermöglicht, damit Partikel mit einem Durchmesser von > 2 µm aus der Bierprobe herauszufiltern.

[0025] Das Entgasungsmodul besteht vorzugsweise aus einem Entgasungsbehälter. Die Separationseinrichtung bzw. das Filtrationsmodul umfasst vorzugsweise eine Filtereinheit, einen Filtrat-Behälter, ein optionales Kühl-System sowie Pumpen zur Fluidförderung.

[0026] Für die Entgasung wird die Bierprobe zunächst durch den Vordruck mit minimaler Schaumbildung in das Entgasungsmodul transportiert und das Gefäß anschließend entspannt. Die Bierprobe wird vorzugsweise durch ständiges Rühren entgast, so dass sie das Entgasungsmodul frei von Gas und Schaum verlassen kann. Das Entgasungsmodul umfasst deshalb vorzugsweise ein Rührwerk für die Entgasung. Vorzugsweise erfolgt die Entgasung bei atmosphärischem Druck. Eine schaumlose Befüllung erfolgt vorzugsweise, indem der Behälter mit Gegendruck befüllt wird. Ferner ist ein Befüllen in einer alternativen Ausführungsvariante auch über eine absperrende Pumpe oder mittels eines Regelventils und einer Beruhigungsstrecke zur Schaumverhütung möglich. Vorzugsweise ist ein Behälter mit Sprühkugel zur Reinigung vorgesehen. Das Entgasungsmodul umfasst in einer bevorzugten Variante Messeinrichtungen für eine definierte Befüllung des Behälters. Ventile übernehmen ein Ablassen des Überdruckes. In einer bevorzugten Variante kann eine Gegendruckkontrolle mit allmählichem Entspannen auf atmosphärischen Druck erfolgen, um die Schaumbildung weiter zu reduzieren.

[0027] In einer alternativen Ausführungsform ist eine Entgasung durch Ultraschallbehandlung möglich. Auch ein Entgasen mittels Zentrifuge oder durch die Filtration ist möglich.

[0028] In einer bevorzugten Variante ist vorgesehen, dass der Filter nach jeder Messung rückgespült wird. Daher wird vorzugsweise ein rückspülbarer Filter eingesetzt. Für eine Vollautomatisierung des Prozesses ist die Filtration gegenüber der Zentrifugation für die Stofftrennung bevorzugt.

[0029] Nachdem die nicht flüssigen Schwebstoffe aus der entgasten und filtrierten Bierprobe entfernt wurden, wird das Filtrat oder Zentrifugat der Bierprobe in ein Probenumwandlungsmodul geleitet. Dieses besteht aus einem oder mehreren Probenbehältern, in die jeweils ein definiertes Probenvolumen der filtrierten oder zentrifugierten Bierprobe eingeleitet wird. Grundlage hierfür ist eine sogenannte Head-Space-Analyse, also eine Entnahme der GasPhase im Kopfbereich des Behälters für eine spätere Messung. Jeder Probenbehälter erhält ein definiertes Volumen der Bierprobe. Gleichzeitig erfolgt während der Inkubation eine Wärmezufuhr. Durch die Temperierung der Probenbehälter wird ein Teil der flüssigen Probe von der Flüssigphase in die Gasphase überführt. Durch die thermische Behandlung werden ferner Vorstufen der VDK umgewandelt, also z.B. 2-Acetolactat zu Diacetyl (Butan-2,3-dion) oder 2-Acetohydroxy-Butyrat zu Pentan-2,3-dion. Es bildet sich hierbei ein Gleichgewicht zwischen Flüssigphase und Gasphase aus. Die Erwärmung im Probenbehälter erfolgt vorzugsweise bei einer Temperatur von etwa 60 °C, alternativ auch bei einer Temperatur zwischen 60 °C und 90 °C, vorzugsweise bei etwa 80 °C. Die Erwärmung der Bierproben im Probenbehälter oder den Probebehältern erfolgt dabei so lange, bis die Vorstufen der Aromakomponenten nahezu vollständig in die Aromakomponenten umgewandelt worden sind.

[0030] Nach der gewünschten Equilibrierungszeit wird eine repräsentative Gasmenge als Gas-Probe aus dem Probenbehälter entnommen und analysiert. Das Volumen der in einen Probenbehälter eingeleiteten Bierprobe sollte vorzugsweise exakt einstellbar sein, damit repräsentative und reproduzierbare Messproben aus der Gasphase vorliegen.

[0031] Vorzugsweise bestehen die Probenbehälter aus Edelstahl. In alternativen Varianten können auch Behälter aus Glas oder Kunststoff zum Einsatz kommen. Hydrophobe Oberflächen sind bevorzugt. An jedem Behälter sind Anschlüsse für Fluidleitungen sowie Leitungen zur Reinigung vorgesehen. Ferner gibt es noch Sicherungseinrichtungen, um beispielsweise das Eindringen von Flüssigkeit in die Gasleitung zu verhindern oder Überdrücke zu vermeiden. CIP (Cleaning In Place)-fähige Behälter und eine automatische Probenzufuhr sind ebenfalls Bestandteil einer bevorzugten Ausführungsvariante.

[0032] Jeder Behälter umfasst eine Heizeinrichtung, um die gewünschte Umwandlungstemperatur von beispielsweise 60 °C oder 80 °C zur erzielen. Um das Umwandeln der Vorstufen der VDK zu den VDK zu beschleunigen, ist zusätzlich in einer bevorzugten Variante vorgesehen, dass die Bierprobe in den Probenbehältern geschüttelt oder gerüttelt wird. Durch das Schütteln bzw. Rütteln der Probe soll die Umwandlung der Vorläufer und das Erreichen des Gleichgewichtszustands im Kopfraum des Behälters unterstützt werden. Ferner wird die Oberfläche an der Phasengrenze vergrößert, was die Diffusion über die Phasengrenze hinweg unterstützt. Durch das Vermischen wird ferner die Diffusion in der Flüssigkeit gesteigert. Vorzugsweise umfasst daher das Probenumwandlungsmodul auch einen Agitator, der die Proben in Frequenzen von vorzugsweise zwischen >0 Hz und 20 Hz schüttelt. Vorzugsweise umfasst der Agitator einen Elektromotor mit Richtungsumkehr, der eine Drehtellerlagerung antreibt. In alternativen Ausführungsvarianten sind auch Linearantriebe denkbar, die mit hoher Frequenz angesteuert werden. Auch eine Kreisbahn-Bewegung mit Hilfe mehrerer linearer Antriebe und geeigneter Steuerung sind möglich. In alternativen Varianten sind auch Schüttelbäder, Laboragitatoren oder Ultraschall-Bäder einsetzbar.

[0033] Im weiteren Verfahrensschritt wird aus dem Head-Space der Probenbehälter ein Messgas aus dem Kopfraum („Head-Space“) des Probenbehälters entnommen, welches dann einer Messeinrichtung zugeführt wird. Konkret wird das Messgas über eine Probenschleife auf eine GC-Säule geschickt. Die Probe soll möglichst immer gleiche Bedingungen aufweisen, unabhängig von den Druckbedingungen im Probenbehälter. Für den Transport des Messgases wird ein Trägergas verwendet, vorzugsweise Stickstoff oder synthetische Luft. Bei der Gasprobenförderung baut sich zunächst Druck durch das Konditionieren im Probenbehälter auf. Durch ein Ventil kann der Druck in Richtung der Probenschleife abgebaut werden. Durch ein Anheben des Flüssigkeitspegels im Probenbehälter wird die Probe in Richtung der Probenschleife gefördert, in welche diese unter atmosphärischem Druck einströmt. Alternativ können zur Gasprobenförderung auch Pumpen eingesetzt werden oder Auto-Sampler. In einer weiteren alternativen Ausführungsform wird das Messgas aus dem Kopfraum abgesaugt, beispielsweise mit einer Spritze oder durch Anlegen eines Vakuums.

[0034] In einer bevorzugten Ausführungsvariante wird zur Erhöhung des Druckes im Kopfraum des Probenbehälters ein Fluid, also ein Gas oder eine Flüssigkeit, in den Probenbehälter gebracht, so dass ein Überdruck im Kopfraum entsteht. Beim Einleiten von weiterer Probenflüssigkeit in den Probenbehälter wird der Flüssigkeitspegel im Behälter angehoben, wodurch sich der Gasdruck im Kopfraum erhöht.

[0035] Im Falle der GC-IMS dauert die Analyse typischerweise 15 Minuten, so dass bei einer Messeinrichtung sechs Proben in 90 Minuten gemessen werden können. Bei einer Vielzahl von Messeinrichtungen wird die Umschlagszahl durch die Multiplikatoren natürlich entsprechend erhöht.

[0036] Für den Gastransport sind Gasleitungen vorgesehen, um das Messgas aus dem Kopfraum der Probenbehälter zur Messeinrichtung, vorzugsweise GC-IMS, zu leiten. Die Gasleitungen eignen sich ferner auch zum Ausblasen bzw. zum Trockenblasen von leeren Probenbehältern und für eine Überdruckabsicherung.

[0037] Das Messgas wird in einem ersten Verfahrensschritt gaschromatographisch getrennt und in einem zweiten Verfahrensschritt einer Ionenmobilitätsspektroskopie unterzogen (GC-IMS). Dadurch erhält man eine zweidimensionale Auftrennung, wodurch auch eine Analyse eines komplexen Multikomponentengemisches wie Bier möglich ist. Ein besonderer Vorteil dieser Analysemethode besteht darin, dass es eine vollautomatisierte Handhabung der Proben übernehmen kann, d.h. die Analyse der aus den Probenbehältern entnommenen Messgase zur qualitativen und quantitativen Bestimmung der vicinalen Diketone bzw. auch anderer Aromakomponenten. Alternativ können auch andere Verfahren für die qualitative und quantitative Bestimmung der Aromakomponenten verwendet werden, beispielsweises UV/VIS, GC-ECD (Gaschromatographie mit Elektroneneinfangdetektor) oder GC-MS (Gaschromatographie mit Massenspektrometer). Bei der GC-IMS hat sich als Trägergas Stickstoff oder ein stickstoffhaltiges Gasgemisch als vorteilhaft herausgestellt. Auch andere Trägergase sind denkbar, wie zum Beispiel Helium.

[0038] Vorzugsweise wird die Menge an Gesamt-Diacetly bestimmt, d.h. die Summe des freien Diacetyls und des α-Acetolactats. Der gewünschte Reifungsgrad des Bieres bzw. der Endpunkt der Fermentation ist auf jeden Fall dann erreicht, wenn die gemessenen Aromakomponenten aus der Probe des

Probenumwandlungsmoduls unterhalb eines gewünschten Schwellenwertes vorhanden sind. Der genaue Richtwert hängt von dem jeweiligen Biertyp ab. Normalerweise sollte der Gehalt an Gesamt-Diacetyl plus Vorstufen (Acetohydroxysäuren) nicht mehr als 0,10 ppm betragen. Davon entfallen auf Butan-2,3-dion <0,05 ppm und auf Pentan-2,3-dion <0,02 ppm. Bedingt durch die erfindungsgemäße Aufarbeitung der Proben und der automatisierten GC-IMS-Messung ist es möglich, Richtwerte von 1 ppb zu erreichen, d.h. Aromakomponenten, insbesondere vicinale Diketone, mit einem Gehalt von 0,001 ppm. Bisher war eine solche gezielte Überwachung der Prozesse der Gärung und Reifung des Bieres in einem Inline-Prozess nicht möglich.

[0039] Vorzugsweise werden das Intervall und/oder die Anzahl der Messungen in Abhängigkeit vom Vorhandensein und/oder der Menge der untersuchten Komponenten vorgenommen. Bei der Bestimmung des Endpunktes fließen ferner noch Faktoren wie Fermentationsverlauf, Biersorte und/oder das Erreichen eines definierten Schwellenwertes in die Messintervalle und -anzahl ein. Hier reicht es zumeist aus, sich bei der Messung auf die vicinalen Diketone zu beschränken, d.h. auf das Gesamt-Diacetyl und das Pentan-2,3-dion.

[0040] Zur Qualitätsbestimmung wird wiederum eine Vielzahl von Komponenten analysiert, wobei vorzugsweise die UV/VIS-Spektroskopie zum Einsatz kommt. Als Ergebnis erhält man eine spekroskopische Signatur, die multivariat ausgewertet werden kann, d.h. in Form einer Hauptkomponentenanalyse. Die Hauptkomponentenanalyse („Principal Component Analysis", kurz: PCA) ist ein mathematisches Verfahren der multivariaten Statistik. Die PCA dient dazu, umfangreiche Datensätze zu strukturieren, zu vereinfachen und zu veranschaulichen, indem eine Vielzahl statistischer Variablen durch eine geringere Zahl möglichst aussagekräftiger Linearkombinationen (die Hauptkomponenten) genähert wird. Solche Signaturen sind charakteristisch wie ein Fingerabdruck für das jeweilige Bier und ermöglichen, Rückschlüsse auf die Qualität des Bieres zu ziehen.

[0041] Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren können Leitzsubstanzen bzw. Markerverbindungen schnell, effizient und vollautomatisiert in Echtzeit bestimmt werden, sowohl qualitativ als auch quantitativ, um so Rückschlüsse auf den Gärerfolg und den Reifungsgrad der jeweiligen Charge zu ziehen. Fehlchargen könne dadurch ohne Verzögerungen in Echtzeit identifiziert werden. Die Endpunkte der Fermentation bzw. der Reifegrad lassen sich für jede einzelne Charge sehr genau bestimmen, um so die die Qualität des Bieres genau zu erfassen und sicherzustellen.

[0042] Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht es zudem, die aufwändige Laboranalytik zu ersetzen und in den Prozess zu verlagern. Alternativ ist es auch möglich, Stichproben für eine existierende Laboranalytik als Handprobe zu entnehmen und zu messen.

[0043] Neben dem Verfahren umfasst die Erfindung auch eine Anlage zur automatisierten Qualitätsüberwachung des Fermentationsprozesses und/oder zur Bestimmung des Endpunktes der Fermentation während des Bierbrauprozesses bei der Herstellung von Bier durch Bestimmung von einer oder mehreren Aromakomponenten oder anderen Inhaltsstoffen des Bieres, umfassend

a) eine Probenentnahmeeinrichtung für die automatisierte Entnahme einer Bierprobe aus einem oder mehreren Fermentationsbehältern einer Brauanlage,

b) ein Entgasungsmodul für die Entgasung der aus dem oder den Fermentationsbehältern entnommenen Bierprobe,

c) ein Probenumwandlungsmodul, bestehend aus einem oder mehreren beheizbaren Probenbehältern, zur Umwandlung von Vorstufen der Aromakomponenten in die Aromakomponenten oder von Inhaltsstoffen,

d) eine Messeinrichtung zur Bestimmung der in der Gasphase des Kopfraums eines Probenbehälters enthaltenen Aromakomponenten oder Inhaltsstoffe.

[0044] In einer bevorzugten Ausführungsform umfasst die Anlage eine Separationseinrichtung, vorzugsweise einen Filter oder eine Zentrifuge, zur Entfernung von nicht flüssigen Schwebstoffen in der Bierprobe.

[0045] In einer bevorzugten Variante des Systems sind zur Probennahme Prozessmedienventile vorgesehen, die insbesondere zur Bereitstellung von Frischwasser, Heißwasser oder Dampf zum Sterilisieren sowie für die Zuleitung von CIP-Medien geschaltet werden. Ferner gibt es in einer bevorzugten Variante auch die Möglichkeit für eine Handprobe bzw. zur Kalibrierung.

[0046] Der Filter des Filtrationsmoduls ist nach jeder Messung vorzugsweise rückspülbar. Für eine spektroskopische multivariate Auswertung von Inhaltsstoffen des Bieres ist in einer bevorzugten Variante ferner ein UV/VIS-Modul vorgesehen. Damit wird eine spektroskopische Messung des filtrierten und entgasten Bieres möglich. Auch kann eine multivariate Datenauswertung zur Bestimmung der Menge an höheren Alkoholen, Aminosäuren, Zuckern, Estern oder anderen Verbindungen durchgeführt werden. Üblicherweise sollte die VDK-Fracht jedoch <500

ppb betragen, damit die UV/VIS geeignete Signaturen hervorbringt. Der Verlauf der Fermentation kann über die multivariate Statistik detektiert werden und für jede Charge ein sogenannter „golden batch“ ermittelt werden. Ferner können auch Abweichungen von diesem Mittelwert zum Nachweis von Fehlchargen herangezogen werden. Letztendlich werden dadurch Produktionszeiten verkürzt und die Qualität erhöht.

[0047] In einer bevorzugten Variante ermöglicht die UV/VIS auch die Überwachung der CIP-Abläufe, insbesondere was die Zusammensetzung der Reinigungsmedien betrifft, aber auch was die Sauberkeit von Wasser, Laugen und Säuren angeht. Damit lässt sich die CIP-Prozessführung optimieren, der Wasser- und Chemikalieneinsatz reduzieren und letztendlich die Reinigung optimieren. Das UV/VIS-Modul besteht aus einem Spektrometer mit Messzellen plus der erforderlichen Einrichtungen für die Datenverarbeitung, Software und Elektronik. Ferner umfasst sie auch die Fluidtechnik zur Messung und Regelung der Fluidströme. Anstelle einer UV/VIS könnten auch Sensoren eingesetzt werden, um beispielsweise pH-Messungen, Dichtemessungen oder Messungen der elektrischen Leitfähigkeit vorzunehmen.

[0048] Das Probenentnahmemodul ist wie oben beschrieben zusammengesetzt und umfasst einen oder mehrere Probenbehälter, die vorzugsweise von einem Agitator geschüttelt und über eine Heizeinrichtung beheizt werden.

[0049] Das erfindungsgemäße System umfasst auch die Steuerungstechnik und Software zur Verwaltung und Steuerung von Ventilen, Pumpen und Sensoren. Die Steuerungstechnik überwacht und startet Spülungsabläufe, wenn die Startkonditionen gegeben sind. Ferner können auch Probleme in den zu steuernden Komponenten aufgedeckt werden, um so entsprechende Alarme auszulösen. Der gesamte Fermentationsprozess kann gesteuert und überwacht werden, insbesondere die Zeitpunkte der Probenentnahme, der Messung und des Abstoppens des Fermentationsprozesses in Abhängigkeit von der zu messenden Biersorte.

[0050] Durch die Wärmezufuhr und das Schütteln der Probenbehälter des Probenumwandlungsmoduls wird sichergestellt, dass eine vollständige Umwandlung der Vorstufen der VDK zu den VDK erfolgt. Liegt der Messwert der aus dem Probenumwandlungsmodul entnommenen Probe unterhalb des gewünschten Richtwertes, dann ist auf jeden Fall sichergestellt, dass der gewünschte Reifegrad in den Lagertanks erreicht ist.

[0051] Die Erfindung wird in dem nachfolgenden Ausführungsbeispiel näher erläutert.

Fig. 1 zeigt ein Schema des Verfahrens und Systems zur automatisierten Überwachung des Gärerfolges und des Reifungsgrades von Bier während des Bierbrauprozesses.

Fig. 2 zeigt den Verlauf von Gesamt-Diacetyl während der Fermentation.

Fig. 3. zeigt eine Hauptkomponentenanalyse von drei verschiedenen Fermentationsproben.

[0052] In **Fig. 1** erkennt man links oben zunächst ein Tanklager, welches aus mehreren Fermentationsbehältern besteht. Von Einzel- oder mehreren Behältern können zu bestimmten, zuvor festgelegten Zeitpunkten Bierproben entnommen werden. In den Fermentationsbehältern findet über mehrere Tage die alkoholische Gärung statt. Durch die Aufspaltung von Zucker durch die Hefen entsteht Alkohol und Kohlenstoffdioxid. Während dieses Prozesses entstehen auch die Vorstufen der VDK. Die VDK werden gegen Ende des Fermentationsprozesses in weniger geschmacksintensive Moleküle umgewandelt. Ziel ist es, dass das Bier nur so lange wie nötig in den Behältern verbleibt, um einen höheren Durchsatz in der Bierproduktion zu realisieren.

[0053] Durch die Tankprobenentnahme werden automatisch in einem festgelegten Zyklus Proben durch Schalten mehrerer Ventile aus dem Fermentationstank entnommen. Durch die Automatisierung entfällt eine händische Probenentnahme. Über Prozessmedienventile wird die Probe von den Tanks zum Entgasungs- und Filtrationsmodul geleitet. An jedem Fermentationsbehälter sind Probenentnahmeventile sowie Probenleitungen vorgesehen. Diese münden letztendlich in ein leckagesicheres Drei-/Zwei-Wege-Ventil, über das die Medien in das System eingespeist werden können. Je nach Aufbau der Anlage können die Prozessmedienventile den gesamten Aufbau des Systems versorgen oder alternativ kann jedes Modul eigene Prozessmedienventile besitzen. Die aus dem Tanklager entnommene Probe wird letztendlich dem Entgasungs- und Filtrationsmodul zugeführt. Dort findet zunächst eine Entgasung statt, d.h. die Bierprobe wird durch Vordruck mit minimaler Schaumbildung in das Entgasungsmodul transportiert und das Gefäß anschließend entspannt.

[0054] Vorzugsweise enthält der Entgasungsbehälter eine Sprühkugel zur Reinigung und ein Rührwerk zur Entgasung. Ferner sind auch Messeinrichtungen zur definierten Befüllung des Behälters vorgesehen. Ein Ventil verhindert einen Überdruck. In einer bevorzugten Variante ist eine Gegendruckkontrolle mit allmählichem Entspannen auf atmosphärischen Druck möglich, mit dem Ziel der Reduzierung der Schaumbildung. Letztendlich ermöglicht das Entgasungsmodul eine schaumarme Befüllung. Zur weiteren Entfernung der Schwebstoffe ist ein Filtrationsmodul

vorgesehen, d.h. eine Filtereinrichtung, mit der es möglich ist, Partikel zu entfernen, die größer als 2 µm sind. Die Filtration ist erforderlich, um eine klares und reproduzierbares Filtrat für die spätere Messung zu erhalten. Ferner ist es wesentlich, dass es zu keiner Kreuzkontamination zwischen den Proben kommt. Der Filter ist nach jeder Messung rückspülbar. Optional kann die entgaste und filtrierte Probe nun einem UV/VIS-Modul zugeführt werden, um dort spektroskopische Analysen vornehmen zu lassen.

[0055] Ansonsten geht die Probe direkt in das Probenumwandlungsmodul. Dort wird die Probe zu gleichen Teilen auf die einzelnen Probenbehälter aufgeteilt. Die Probenbehälter werden für eine bestimmte Zeitdauer auf eine bestimmte Temperatur zwischen vorzugsweise 50 °C und 90 °C, vorzugsweise auf eine Temperatur von etwa 60 °C oder etwa 80 °C, erhitzt.

[0056] In einer bevorzugten Ausführungsform werden die Proben gleichzeitig von einem Agitator gleichmäßig geschüttelt. Hierbei sind Frequenzen zwischen >0 Hz - 20 Hz vorgesehen. Durch das Schütteln der Probe wird die Umwandlung der Vorläufer der VDK und das Erreichen des Gleichgewichtszustandes im Head-Space der Probenbehälter unterstützt. Ein Teil der Proben kann über ein Ventil auch einem Gully zugeleitet werden, in den auch verworfene Medien abgeführt werden, beispielsweise CIP- oder Spülmedien. Das Probenumwandlungsmodul umfasst ferner eine Temperierungskammer sowie Einrichtungen zum Zuführen von Luft. Messgas wird aus dem Head-Space der Probenbehälter entnommen und einer Messeinrichtung zugeführt. In der gezeigten Variante handelt es sich hierbei um ein Modul zur Messung von Diacetyl. In der gezeigten Ausführungsvariante kommt die GC-IMS zum Einsatz. Das Messmodul besteht aus elektrischen Druckreglern (EPC 1, EPC 2), einer GC-Säule zur ersten Auftrennung und einem Ionenmobilitätsspektrometer (IMS) zur zweiten Auftrennung. Eine Pumpe, Probenschleifen und Fluidleitungen sowie geeignete Ventile und Steuerungskomponenten sorgen für eine automatisierte Messung der Aromakomponenten, im gezeigten Fall der Bestimmung von Diacetyl.

[0057] In der gezeigten Ausführungsvariante kommt als Messeinrichtung ein Modul zur direkten Diacetyl-Messung zum Einsatz. Die Erfindung ist jedoch nicht auf die Bestimmung von vicinalen Diketonen beschränkt, sondern funktioniert auch für die qualitative und die quantitative Bestimmung anderer Aromakomponenten, d.h. Jungbier-Bukettstoffen oder Bukettstoffen.

[0058] Das Messgas aus dem Probenumwandlungsmodul wird durch ein Trägergas getrieben, um die GC-Säule zu beaufschlagen. Diese befindet sich in einer Temperierungskammer. Abhängig von der Mobilität und dem Dampfdruck trennen sich die Moleküle in der Säule ab und treten als unterschiedliche Chargen aus der Säule hervor. Die Trennleistung sowie der Austrittszeitpunkt kann über den Säulentyp, die Säulenlänge und die Temperatur gesteuert werden. Im sich anschließenden IMS werden die eintretenden Moleküle ionisiert und von einem elektrischen Feld durch das Trägergas gezogen. Während der Aufbereitung spült eine Pumpe die Probenschleife mit Luft, sowie die EPCs, die GC-Säule und das IMS mit Trägergas. Während der Probenförderung ist die Pumpe ausgeschaltet. Der Druckregler EPC 1 lässt das Trägergas (N_2) durch das IMS strömen. Über den Druckregler EPC 2 wird die GC-Säule gespült. Bei der Probenentnahme wird die Probe über die Fluidleitung in die Probenschleife geführt. Ist die Probe mit einer repräsentativen Probe gefüllt, wird das 6-Port-Ventil geschaltet und die Probe auf die GC-Säule geleitet. Nach vollendeter Probennahme schaltet das Ventil zurück und die Probenschleife wird wieder mit Luft mittels der Pumpe gespült.

[0059] In **Fig. 2** ist eine Auswertung einer erfindungsgemäßen Bierprobe anhand einer Bestimmung von Gesamt-Diacetyl gezeigt, um den Endpunkt der Fermentation zu bestimmen. Man erkennt, wie die Konzentration an Diacetyl im Laufe des Reifungsprozesses des Bieres abnimmt. Der Peak liegt bei einer Fermentationsdauer von etwa 90 Stunden. Danach nimmt die Menge an Gesamt-Diacetyl ab. Nach etwa 220 Stunden flacht die Kurve ab, d.h. die Abnahme läuft weniger schnell. Wann die Fermentation abgebrochen wird, hängt nun von der jeweiligen Biersorte und der erwünschten Restkonzentration an Gesamt-Diacetyl ab. Bei leichten Lagerbieren liegt der Schwellenwert von Diacetyl in der Regel bei etwa 5 ppb. Bei dunklen Bieren reicht ein Schwellenwert zwischen 40 und 60 ppb, da die menschliche Sensorik den Geschmack bei noch niedrigeren Werten nicht erfassen könnte.

[0060] Ist der gewünschte Richtwert erreicht, ist der Reifungsprozess fertig und das Bier kann aus dem Tanklager zur Abfüllung entnommen werden. Durch die Probenumwandlung im Probenumwandlungsmodul, die damit einhergehende Temperaturerhöhung und das optionale Schütteln der Probe wird sichergestellt, dass sich keine weiteren VDK in signifikanter Menge mehr bilden können. Das Bier erhält seine gewünschte Qualität und wird weder zu früh noch zu spät zum Fertigbier abgefüllt.

[0061] In **Fig. 3** ist eine Hauptkomponentenanalyse („Principal Component Analysis“ - PC) von drei Fermentationsproben gezeigt.

[0062] Die Hauptkomponentenanalyse ist ein Verfahren der multivariaten Statistik. Sie dient dazu,

umfangreiche Datensätze zu strukturieren, zu vereinfachen und zu veranschaulichen, indem eine Vielzahl statistischer Variablen durch eine geringere Zahl möglichst aussagekräftiger Linearkombinationen genähert wird.

[0063] Die Analyse der drei Fermentationsproben erfolgt in dreidimensionaler Darstellung unter Heranziehung einer ersten Hauptkomponente (PC1) und einer zweiten Hauptkomponente (PC3) in Abhängigkeit von der Fermentationsdauer (Fermentationszeit in Tagen). Die Fermentationsprobe 1 zeigt den Verlauf von Diacetyl einer idealen Probe. Die Fermentationsproben 2 und 3 zeigen im Vergleich hierzu einen veränderten Verlauf, so dass daraus geschlossen werden kann, dass der Endpunkt der Fermentation bereits überschritten wurde (Fermentation 2) bzw. noch nicht erreicht wurde (Fermentation 3). Im Idealfall ist der Endpunkt der Fermentation dann erreicht, wenn die Kurve den Verlauf der Referenzkurve hat (Fermentation 1).

[0064] Die Analyse der Probe erfolgte erfindungsgemäß durch eine Probenvorbereitung, d.h. die Probe wurde hierzu aus einem Fermentationsbehälter entnommen und zunächst in einem Entgasungsmodul entgast. Anschließend wurden nicht flüssige Schwebstoffe über einen rückspülbaren Filter entfernt und das so erhaltene Filtrat einem Probenbehälter zugeführt. Hier erfolgte eine Inkubation der Probe von etwa 90 min bei einer Temperatur von 60° C. Anschließend wurde das Messgas aus dem Kopfraum des Probenbehälters entnommen und einer GC-IMS Messeinrichtung zugeführt, um den Gehalt an Gesamtacetyl zu bestimmen. So wurde das Ergebnis der **Fig. 3** erhalten.

Patentansprüche

1. Verfahren zur automatisierten Qualitätsüberwachung des Fermentationsprozesses und/oder zur Bestimmung des Endpunktes der Fermentation während des Bierbrauprozesses bei der Herstellung von Bier durch Bestimmung von einer oder mehreren Aromakomponenten oder anderen Inhaltsstoffen des Bieres, umfassend die Schritte:
a) automatisiertes Entnehmen einer Bierprobe aus einem oder mehreren Fermentationsbehältern,
b) Überführen und Entgasen der aus dem oder den Fermentationsbehältern entnommenen Bierprobe in einem Entgasungsmodul,
c) Bedarfsweises Filtrieren oder Zentrifugieren der Bierprobe zur Entfernung von nicht-flüssigen Schwebstoffen,
d) Einleiten des Filtrats oder des Zentrifugats der Bierprobe in ein Probenumwandlungsmodul, das aus einem oder mehreren Probenbehältern besteht, in denen jeweils ein definiertes Probenvolumen der filtrierten oder zentrifugierten Bierprobe eingeleitet wird, bei dem ein ausreichendes Kopfraumvolumen noch vorhanden ist,
e) Erwärmen der Proben in dem Probenbehälter oder den Probenbehältern zur Umwandlung von Vorstufen der Aromakomponenten in die Aromakomponenten oder von Inhaltsstoffen, wobei die Erwärmung solange erfolgt, bis die Vorstufen der Aromakomponenten nahezu vollständig in die Aromakomponenten umgewandelt worden sind,
f) Entnehmen von Messgas aus dem Kopfraum von dem Probenbehälter oder von einem der Probenbehälter und Überführen des Messgases in eine Messeinrichtung zur qualitativen und quantitativen Bestimmung der einen oder mehrerer Komponenten des Bieres.

2. Verfahren zur automatisierten Qualitätsüberwachung des Fermentationsprozesses und/oder zur Bestimmung des Endpunktes der Fermentation während des Bierbrauprozesses bei der Herstellung von Bier nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass es sich bei den Aromakomponenten um vicinale Diketone handelt, vorzugsweise um Diacetyl (Butan-2,3-dion) oder Pentan-2,3-dion.

3. Verfahren zur automatisierten Qualitätsüberwachung des Fermentationsprozesses und/oder zur Bestimmung des Endpunktes der Fermentation während des Bierbrauprozesses bei der Herstellung von Bier nach einem der Ansprüche 1 bis 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass der oder die Probenbehälter des Probenumwandlungsmoduls mit den darin aufgeteilten Proben erwärmt und gleichzeitig geschüttelt werden.

4. Verfahren zur automatisierten Qualitätsüberwachung des Fermentationsprozesses und/oder zur Bestimmung des Endpunktes der Fermentation während des Bierbrauprozesses bei der Herstellung von Bier nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, dass vor dem Einleiten des Filtrats oder des Zentrifugats in den oder die Probenbehälter eine spektroskopische Messung der filtrierten und entgasten Bierprobe, vorzugsweise über UV/VIS, erfolgt.

5. Verfahren zur automatisierten Qualitätsüberwachung des Fermentationsprozesses und/oder zur Bestimmung des Endpunktes der Fermentation während des Bierbrauprozesses bei der Herstellung von Bier nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass es sich bei der Messeinrichtung um eine GC-IMS, GC-ECD, GC-MS oder ein UV/VIS-Spektrometer handelt.

6. Verfahren zur automatisierten Qualitätsüberwachung des Fermentationsprozesses und/oder zur Bestimmung des Endpunktes der Fermentation während des Bierbrauprozesses bei der Herstellung von Bier nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Fermentations-

verlauf durch eine Hauptkomponentenanalyse der spektroskopischen Signatur von ausgewählten Komponenten des Bieres ausgewertet wird.

7. Verfahren zur automatisierten Qualitätsüberwachung des Fermentationsprozesses und/oder zur Bestimmung des Endpunktes der Fermentation während des Bierbrauprozesses bei der Herstellung von Bier nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, dass genaue Endpunkt der Fermentation dann erreicht ist, wenn die gemessenen Komponenten des Bieres unterhalb eines gewünschten Schwellenwertes in der Bierprobe vorhanden sind.

8. Verfahren zur automatisierten Qualitätsüberwachung des Fermentationsprozesses und/oder zur Bestimmung des Endpunktes der Fermentation während des Bierbrauprozesses bei der Herstellung von Bier nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Entnahme des Messgases vom Kopfraum des Probenbehälters durch Pumpen, Einleitung eines Fluids oder Absaugen erfolgt.

9. Anlage zur automatisierten Qualitätsüberwachung des Fermentationsprozesses und/oder zur Bestimmung des Endpunktes der Fermentation während des Bierbrauprozesses bei der Herstellung von Bier durch Bestimmung von einer oder mehreren Aromakomponenten oder anderen Inhaltsstoffen des Bieres, umfassend:
a) eine Probenentnahmeeinrichtung für die automatisierte Entnahme einer Bierprobe aus einem oder mehreren Fermentationsbehältern einer Brauanlage,
b) ein Entgasungsmodul für die Entgasung der aus dem oder den Fermentationsbehältern entnommenen Bierprobe,
c) ein Probenumwandlungsmodul, bestehend aus einem oder mehreren beheizbaren Probenbehältern, zur Umwandlung von Vorstufen der Aromakomponenten in die Aromakomponenten oder von Inhaltsstoffen,
d) eine Messeinrichtung zur Bestimmung der in der Gasphase des Kopfraums eines Probenbehälters enthaltenen Aromakomponenten oder Inhaltsstoffe.

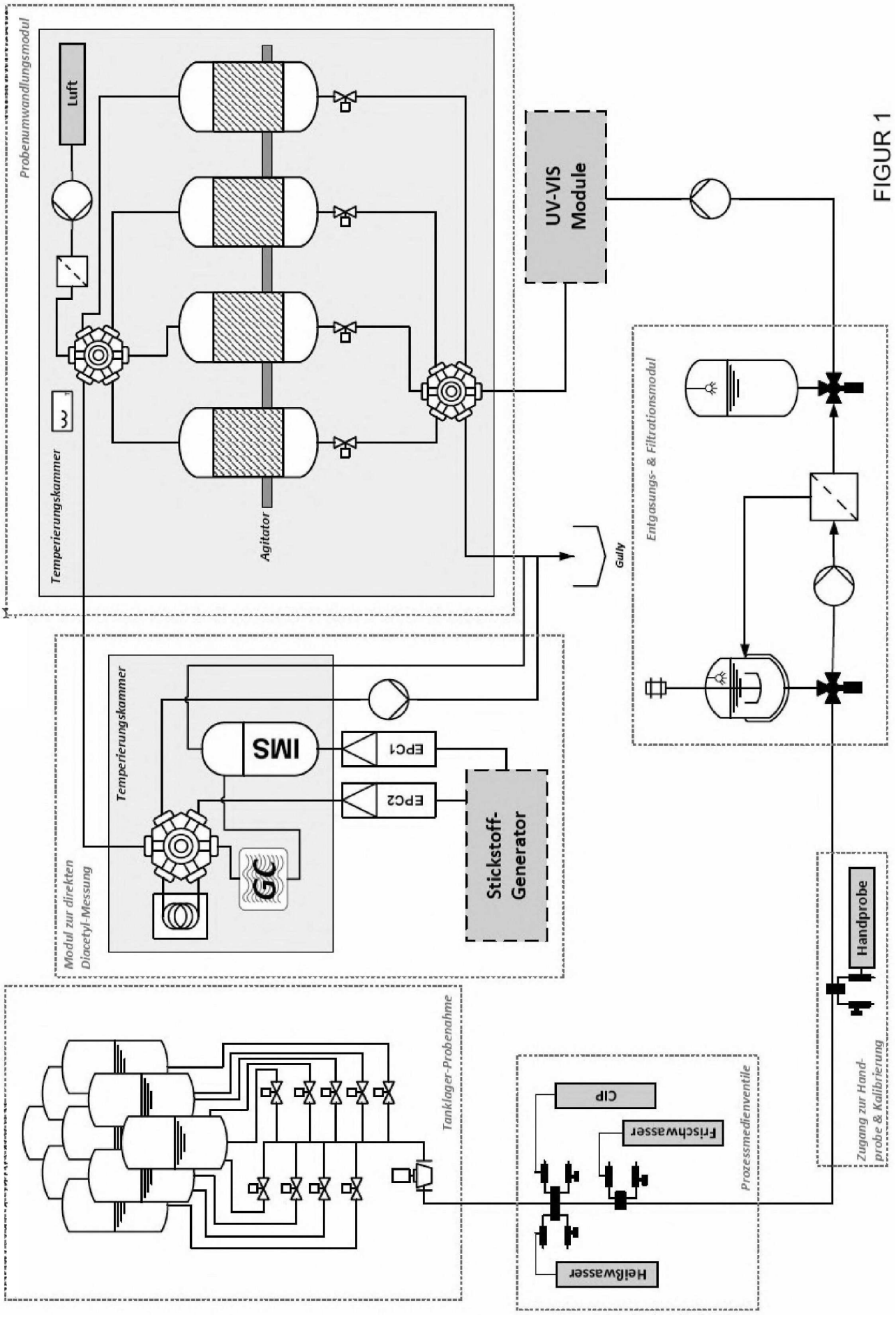
10. Anlage zur automatisierten Qualitätsüberwachung des Fermentationsprozesses und/oder zur Bestimmung des Endpunktes der Fermentation während des Bierbrauprozesses bei der Herstellung von Bier nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet**, dass es eine Separationseinrichtung, vorzugsweise ein Filter oder eine Zentrifuge, zur Entfernung von nicht-flüssigen Schwebstoffen in der Bierprobe umfasst.

11. Anlage zur automatisierten Qualitätsüberwachung des Fermentationsprozesses und/oder zur Bestimmung des Endpunktes der Fermentation während des Bierbrauprozesses bei der Herstellung von Bier nach einem der Ansprüche 9 bis 11, **dadurch gekennzeichnet**, dass Prozessmedien-Ventile zur Bereitstellung von Frischwasser, Heißwasser oder Dampf zum Sterilisieren sowie CIP-Medien vorgesehen sind.

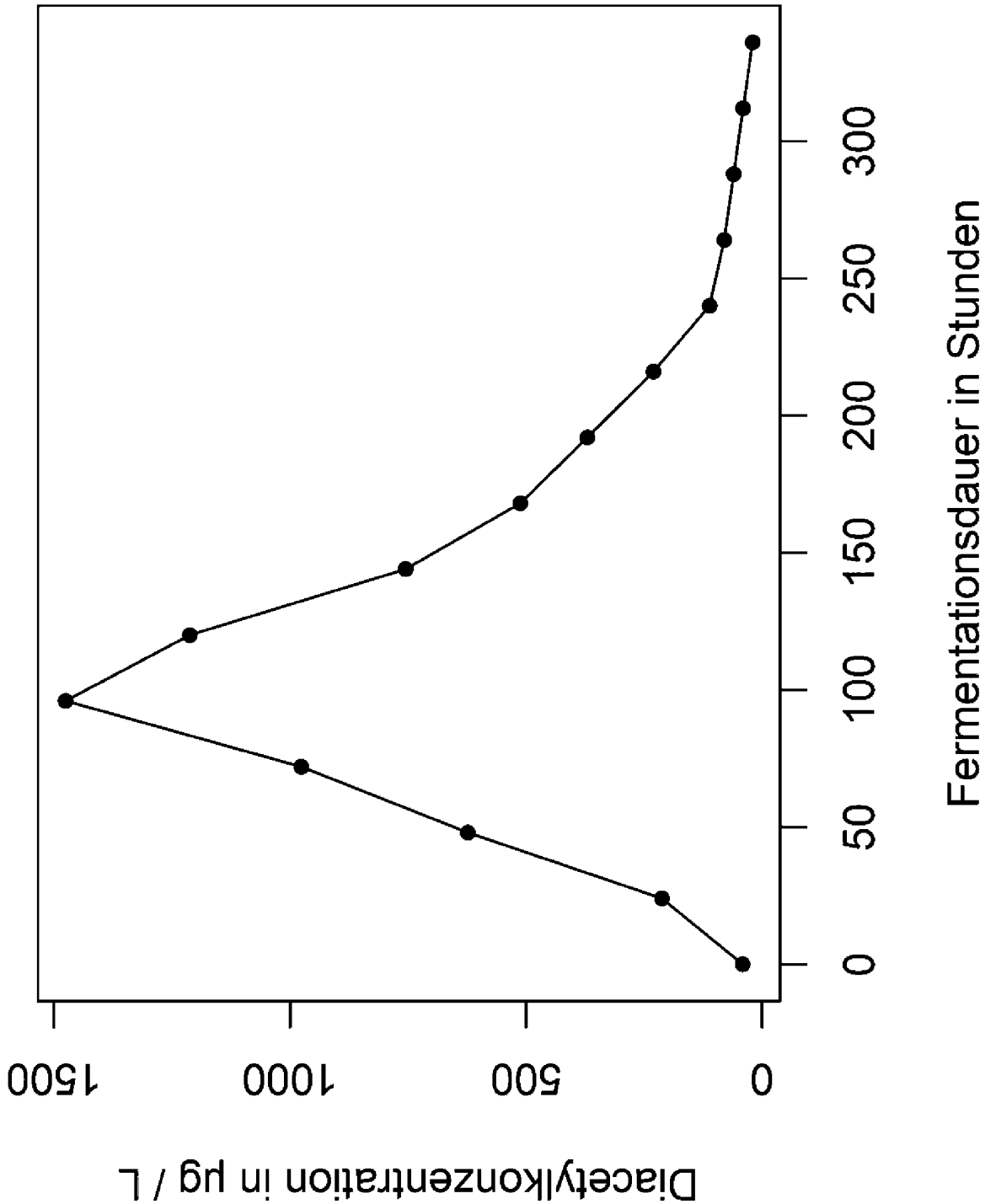
12. Anlage zur automatisierten Qualitätsüberwachung des Fermentationsprozesses und/oder zur Bestimmung des Endpunktes der Fermentation während des Bierbrauprozesses bei der Herstellung von Bier nach einem der Ansprüche 9 bis 11, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Filter des Fitrationsmoduls nach jeder Messung rückspülbar ist.

Es folgen 3 Seiten Zeichnungen

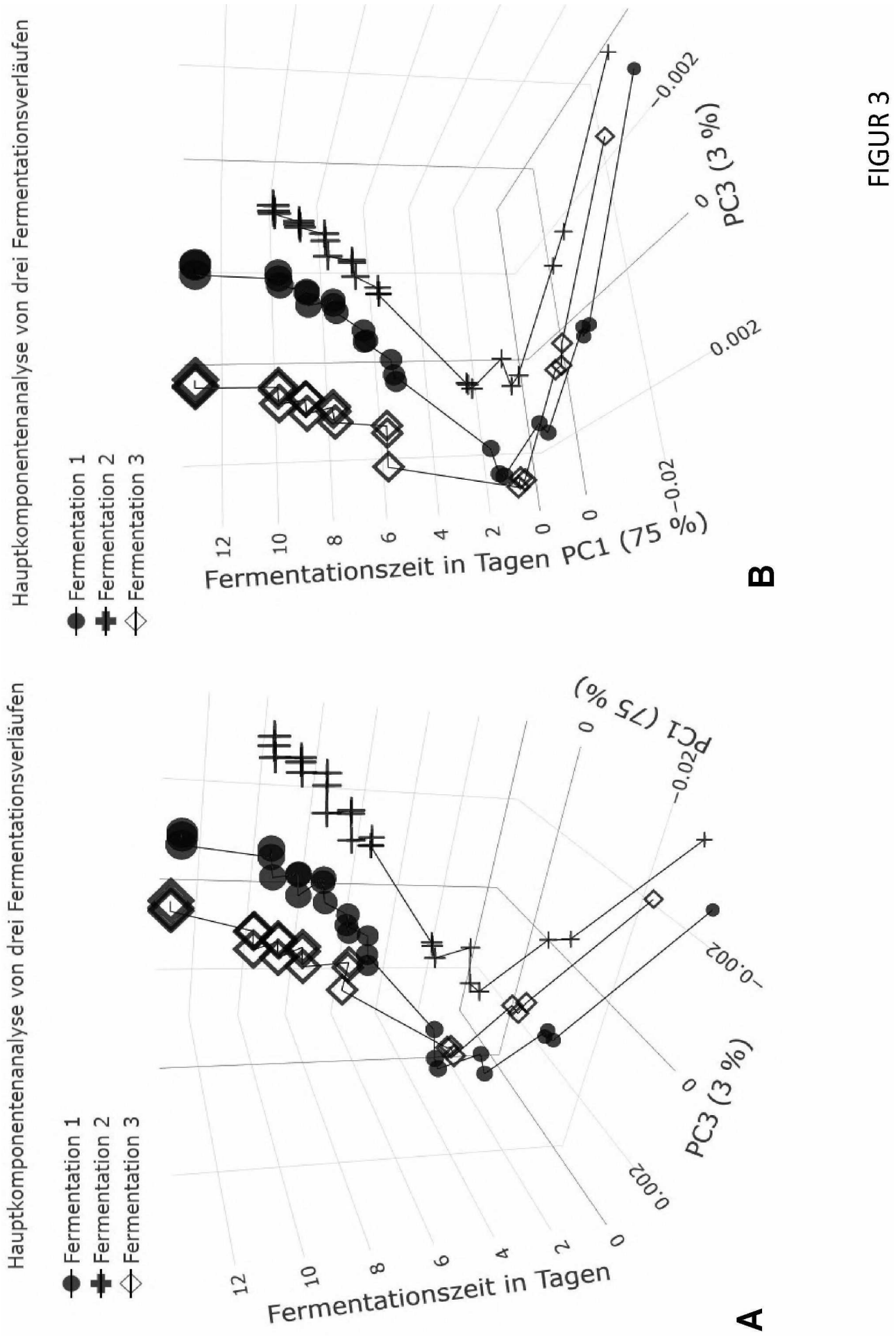
Anhängende Zeichnungen



FIGUR 1


Diacetylkonzentration in µg / L
0
500
1000
1500
Fermentationsdauer in Stunden
0
50
100
150
200
250
300

FIGUR 2


Hauptkomponentenanalyse von drei Fermentationsverläufen
Fermentation 1
Fermentation 2
Fermentation 3
Fermentationszeit in Tagen
PC1 (75 %)
PC3 (3 %)
A
Hauptkomponentenanalyse von drei Fermentationsverläufen
Fermentation 1
Fermentation 2
Fermentation 3
Fermentationszeit in Tagen PC1 (75 %)
PC3 (3 %)
B

FIGUR 3