

# Genau, stabil und schnell

## Optisches Meßverfahren für die Bestimmung von gelöstem Sauerstoff

*Eine andauernde Diskussion in der Getränkeindustrie befaßt sich mit der erforderlichen Geschmacksstabilität von Getränken. Sauerstoff spielt dabei eine wichtige Rolle, da es die Geschmacksstabilität negativ beeinflusst. Aus diesem Grund wird in Brauereien und bei Erfrischungsgetränkeherstellern der O<sub>2</sub>-Gehalt während der Produktion regelmäßig überprüft. Die herkömmliche Meßmethode ist jedoch relativ zeitaufwendig und unter Umständen ungenau. Mit einem optischen Meßverfahren hingegen können selbst bei sehr niedrigen O<sub>2</sub>-Werten sehr genaue und stabile Meßresultate erzielt werden bei vergleichsweise kurzen Ansprechzeiten.*

**D**urch die neue Meßmethode kann rechtzeitig die Zunahme des O<sub>2</sub>-Gehaltes vermieden und Bier oder Erfrischungsgetränke produziert werden, die sehr geringe O<sub>2</sub>-Konzentrationen aufweisen. Auf diese Weise können Qualität und Geschmacksstabilität während der gesamten Haltbarkeitszeit konstant gewährleistet werden.

### Traditionelle Messungen von gelöstem Sauerstoff

Die herkömmliche Art der Messung von gelöstem Sauerstoff (DO; Dissolved Oxygen) in der Getränkeindustrie verwendet elektrochemische Analysensysteme mit einem Clark- oder ähnlichen Sensor. Das Meßprinzip der elektrochemischen O<sub>2</sub>-Messung ist amperometrisch und beruht auf der Messung von Strom, der durch eine Redox-Reaktion generiert wurde. Generell ist diese Art der Messung sehr zeitaufwendig, mit langsamen Ansprechzeiten, sowie unterhalts-

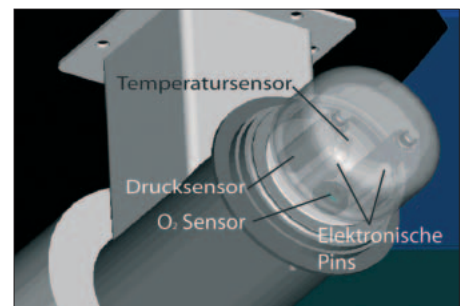
und kalibrierungsintensiv. Darüber hinaus wird viel O<sub>2</sub>-verbraucht, was dazu führt, daß der DO unbeständig abnimmt wenn der Produktfluß versiegt.

### Neue optische DO-Messung

Unlängst hat Haffmans eine innovative, optische DO-Meßtechnik für die Getränkeindustrie entwickelt. Zusammen mit der auf dem Henry'schen Gesetz basierenden CO<sub>2</sub>-Messung wurde die neue O<sub>2</sub>-Meßmethode in den CO<sub>2</sub>/O<sub>2</sub>-Gehaltmeter integriert.

#### Meßprinzip

Der Sauerstoffsensor ermittelt den O<sub>2</sub>-Gehalt der Flüssigkeit mittels einer optischen Messung nach dem Lumineszenzverfahren (dynamische Lumineszenzlösung/quenching), wobei eine sauerstoffempfindliche Sensorschicht mit blauem Licht bestrahlt wird. Dadurch werden die Moleküle in der sauerstoffempfindlichen Schicht in einen angeregten Zustand gebracht und erreichen ein höheres Energieniveau. Während die Moleküle auf ihr normales Energieniveau zurückfallen, lumineszieren sie. Sauerstoff beschleunigt die Normalisierung des Zustands der Moleküle wobei rotes Licht ausgesendet wird. Anhand des Zeitunterschieds zwischen Bestrahlen und Lumineszieren, der in Form einer Phasenverschiebung gemessen wird, sowie der Produkttemperatur, wird der Sauerstoffwert berechnet. Die optische Messung von DO



*Die optische Messung von gelöstem Sauerstoff ist unabhängig von Druck, Farbe und Durchfluß des Getränks sowie vom Alter der Lichtquelle.*

ist unabhängig von Druck, Farbe und Durchfluß des Getränks sowie vom Alter der Lichtquelle (LED).

Diese Technologie wird bereits in anderen Industrien verwendet, beispielsweise bei Wasseraufbereitungsanlagen. Die große Herausforderung war es nun, diese Technologie auch für die Getränkeindustrie einsetzbar zu machen und gleichzeitig den hohen Anforderungen dieser zu entsprechen:

#### 1. Hohe Meßgenauigkeit selbst bei niedrigen DO Gehalten

Brauereien sind in der Lage den DO-Gehalt so zu reduzieren, daß dieser im Endprodukt sehr gering ist. Voraussetzung dafür ist jedoch, daß die gemessenen DO-Werte verlässlich sind. Die traditionelle Meßmethode kann bei sehr niedrigen Sauerstoffgehalten sehr ungenau sein. Da ein Wegfall des Stroms den DO Gehalt beeinflussen würde, muß dies nach Möglichkeit vermieden werden. Grund

#### Frank Verkoelen



Seit 1984 bei Haffmans BV tätig. Zunächst als Projekt-Ingenieur für CO<sub>2</sub>-Rückgewinnung, danach tätig in der Abteilung Forschung & Entwicklung, später Abteilungsleiter F & E. Seit sechs Jahren als Senior Product Manager Quality Control verantwortlich für den Vertrieb von QC Equipment.

für den Wegfall kann die Verwendung von verschiedenen Elektrodenmaterialien mit unterschiedlichem Standardpotential sein, die einer elektrisch leitenden Lösung und hoher Polarisationsspannung ausgesetzt sind.

Die optische O<sub>2</sub>-Messung zeichnet sich dagegen durch sehr genaue Messungsergebnisse selbst bei besonders niedrigen Sauerstoffgehalten aus. Der Meßbereich umfaßt 0 bis 2000 ppb und die Genauigkeit liegt bei ± 1 ppb + 2 Prozent des gemessenen Wertes.

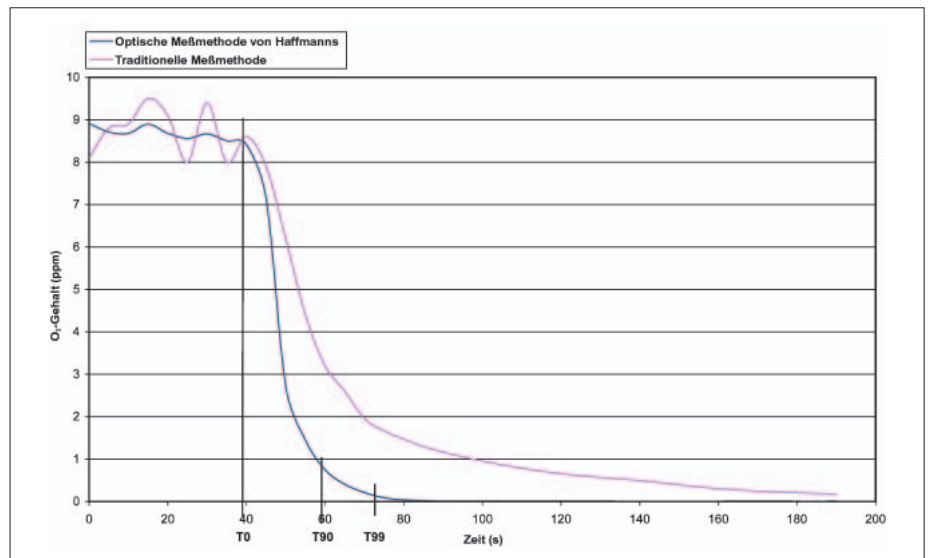
## 2. Schnelle Ansprechzeiten

Verglichen mit der herkömmlichen Meßmethode, bei der es mindestens drei Minuten dauert bevor stabile Werte ermittelt werden können, ist die optische Messung durchschnittlich dreimal so schnell. Auf diese Weise werden nicht nur Arbeitszeit und Kosten, sondern auch der Flüssigkeitsverlust minimiert. Eine ganz normale Ansprechzeit bei der optischen DO Messung ist T<sub>90</sub> < 10 Sekunden beziehungsweise T<sub>99,9</sub> < 60 Sekunden.

Sowohl beim tragbaren CO<sub>2</sub>/O<sub>2</sub>-Gehaltmeter, Typ c-DGM als auch beim In-line CO<sub>2</sub>/O<sub>2</sub>-Gehaltmeter, Typ c-AGM, findet die Messung des DO-Gehaltes während der Probennahme für die CO<sub>2</sub>-Messung statt. Bei der tragbaren Ausführung ist, bei einer empfohlenen Durchflußmenge von 10 l/h, eine Ein-Minuten Messung ausreichend um einen O<sub>2</sub>-Gehalt zu erhalten, der zu 99,9 Prozent dem Endwert entspricht. Bei der in-line Ausführung mit einer empfohlenen minimalen Durchflußgeschwindigkeit



Die Meßgeräte zeichnen sich durch einen geringen Unterhalts- und Kalibrierungsaufwand aus.



Verglichen mit der herkömmlichen Meßmethode ist die optische Messung durchschnittlich dreimal so schnell.

keit von 0,5 m/s, sind die Messungen, die innerhalb einer Minute stattfinden, ausreichend um einen O<sub>2</sub>-Gehalt zu ermitteln, der zu 99 Prozent dem Endwert entspricht.

## 3. Stabile Meßergebnisse

Herkömmliche DO-Meßgeräte müssen normalerweise alle drei Monate kalibriert werden. Bei der optischen DO-Messung ist die maximale Abweichung bei 0 ppb erst nach ca. 1 000 000 Messungen (etwa nach fünf Jahren bei Typ c-DGM und zwei Jahren bei Typ c-AGM) größer als 5 ppb und entspricht nicht mehr den Anforderungen. Der O<sub>2</sub>-Sensor kann nun entweder durch einen neuen, zertifizierten Sensor ausgetauscht oder kalibriert werden, um den Ansprüchen an eine Meßgenauigkeit von 1 ppb zu entsprechen. Nach erfolgreicher Kalibrierung wird der Messungszähler auf Null zurückgesetzt.

Da der DO-Wert in Getränken zu den wichtigen Parametern gehört, setzen Qualitätssicherungsinstanzen, wie beispielsweise ISO, regelmäßige Überprüfungen der Meßgenauigkeit voraus. Sowohl der Nullpunkt als auch der obere Kalibrationspunkt lassen sich schnell und einfach ohne Ausbau des O<sub>2</sub>-Sensors kalibrieren. Der Unterhaltsaufwand fällt somit sehr gering aus.

## Schlußfolgerung

Die neue optische DO-Meßtechnik ermöglicht der Getränkeindustrie eine genaue und stabile Messung

des gelösten Sauerstoffs. Dadurch lassen sich die Produktqualität und Geschmacksstabilität erheblich verbessern. Diese Art der Messung ist aber nicht nur genauer, sondern, durch sehr schnelle Ansprechzeiten, auch erheblich effizienter als die herkömmliche, elektrochemische DO-Meßmethode. Die Tatsache, daß sich die optischen DO-Meßgeräte auch durch sehr geringen Unterhalts- und Kalibrierungsaufwand auszeichnen, macht die Umrüstung auf das neue Verfahren attraktiver. □