

Prozessanalyzesysteme:

Auf den feinen Unterschied kommt es an!

„Zuckerwasser, Limonade, Brause ... ist doch alles das Gleiche, oder ?“

Natürlich nicht! Rohstoffqualität, besondere Rezeptzusammenstellungen und unterschiedliche Herstellungsverfahren machen das Produkt erst zu dem, was der Konsument wünscht: Ein begehrenswertes, anregendes, erfrischendes Getränk. Doch bevor man dieses Endergebnis vorliegen hat, müssen bei der Herstellung die einzelnen Prozessschritte streng eingehalten und das komplette Verfahren qualitativ abgesichert werden.

Die Qualität beginnt selbstverständlich bereits bei den Rohstoffen. Die Eingangskontrolle für Konzentrate, Essenzen usw. kann eine umfangreichere Analyse beanspruchen, die meist nur mit Laborinstrumenten durchzuführen ist. Hierfür ist eine repräsentative Querschnittsprobe des Rohstoffs empfehlenswert.

Handelt es sich beispielsweise bei dem Rohstoff um Milch, so wird bereits beim Heraussaugen der Milch auf dem Bauernhof in den Tank des Milchsammelwagens diese Querschnittsprobe entnommen. Der von GEA Diessel entwickelte doppelköpfige Probenehmer PS4 nimmt dabei zum einen eine repräsentative Probe des aktuellen Milchlieferanten (Bauern) und gleichzeitig eine Tourprobe für den gesamten Tankinhalt. Mit diesem Verfahren ist die lückenlose Kontrolle der Milch während des Transports bis zur anschließenden Übergabe im Verarbeitungsbetrieb gewährleistet. Nicht selten wird sogar hier nochmals in der stationären Annahmestelle auf die gleiche Weise eine Probe des Tankinhalts entnommen und somit gegen kontrolliert (Abb. 1).

Die Inhaltsstoffe, wie Fett, Protein und Milchzucker sind dabei wichtig für die Abrechnung und für die entsprechende Planung der optimalen Weiterverarbeitungskette für z. B. Trinkmilch, Sahne, Käse usw. Aber noch wichtiger ist die Überprüfung auf eventuelle gesundheitsgefährdende Stoffe. Die EG-Richtlinie Nr.178/2002 fordert eine lückenlose Rückverfolgbarkeit für Nahrungsmittel vom Erzeuger bis zum verkaufsfähigen Endprodukt.

Schon die Einführung der Norm ISO 9000 ließ die Dokumentation der Produktionsschritte mit Verfahren und Qualitätsnachweis als grundlegende Firmenphilosophie in der Nahrungsmittelbranche festschreiben. Jeder Prozessschritt ist detailliert erklärt und an vielen Stellen wird das Zwischenprodukt mit diversen Kontrolleinrichtungen überwacht. Die Labortechnik wird dabei durch die Prozessmess- und Analysetechnik sehr wirkungsvoll unterstützt. Die Verfahren können INLINE, d.h. direkt in der produktführenden Rohrleitung oder ONLINE, d.h. in einer Bypassleitung (aus der Hauptleitung heraus) installiert werden. Hierdurch entfallen zeitaufwendige Probenentnahmen und -aufbereitungen, so dass die Ergebnisse quasi sofort vorliegen und eine Reaktion unmittelbar erfolgen kann. Größtenteils werden hierbei folgend Messprinzipien an den verschiedensten Einsatzorten verwendet:

- ▶ Leitfähigkeit
- ▶ Dichte
- ▶ Brechungsindex
- ▶ Schallgeschwindigkeit
- ▶ Viskosität
- ▶ Trübung
- ▶ Farbe
- ▶ Gelöste Gasanteile CO₂ und O₂
- ▶ pH-Wert

Rohstoffüberwachung

Der für die Herstellung von Erfrischungsgetränken unverzichtbare Rohstoff Zucker wird trotz der obligatorischen Ausgangskontrolle in den Zu-

ckerfabriken bei der Annahme in den weiterverarbeitenden Betrieb auf Menge und Qualität hin überwacht. Die Bestimmung von Spurenelementen, wie z. B. den Aschegehalt, ist nur mit Laborgeräten möglich, so dass wiederum eine möglichst automatisierte Probenentnahme erforderlich ist.

Die prozesstechnische Messung der Konzentration des flüssigen Zuckers (die Anlieferungsform kann Flüssigzucker sein oder der Kristallzucker wurde in der Lösestation bereits gelöst) findet direkt in der Produktleitung statt. Hierzu eignen sich besonders die physikalischen Messgrößen: Dichte, Brechungsindex oder Schallgeschwindigkeit. Die erreichbaren Genauigkeiten der einzelnen Verfahren sind vergleichbar und liegen z. B. beim Flüssigzucker besser als 0,1 Brix. GEA Diessel besitzt die eichamtliche Zulassung für die Mengenerfassung des Flüssigzuckers auf Basis eines Massedurchflusszählers und der dazugehörigen Auswerteeinheit CS3 mit und ohne Konzentrationsmessung.

Mehr und mehr interessant geworden ist die Überwachung des Invertierungsgrades für den gelösten Zucker. Der Zeitraum zwischen Zuckerlösung und Verarbeitung sollte möglichst kurz gehalten werden. Der Inversionsgrad gilt daher als Nachweisparameter für die „Frische“ des Grundstoffs Zucker. Der Inversionsgrad kann wiederum di-



Autor:
Hermann Hartmann,
Dipl. Phys., bei GEA
Diessel verantwortlich
für Mess- und Daten-
technik

Abbildung 1:
doppelköpfiger
Probenehmer
Typ PS4 auf dem
Milchtankwagen



Abbildung 2:
zweistufige Wasserentgasung vom Typ „DI-OX“ mit einem Restsauerstoffgehalt von weniger als 0,02 mg/L Ausmischkontrolle und Feinjustage



Abbildung 3:
INLINE-Mischanlage Typ „DI-CON“ inklusive Karbonisierung



Abbildung 4:
Karbonisierungsstation „DI-CAR“ für AfG-Produkten mit Analyseeinheit für Brix und CO₂



rekt in der Produktleitung mittels der Messkombination aus Dichte und Schallgeschwindigkeit (Geräteausführung: **DI-WAVE**) detektiert werden, denn die Schallgeschwindigkeit der Zuckerlösung ändert sich sehr signifikant mit der Aufspaltung von Saccharose in die Monosaccharide Glucose und Fructose.

Fruchtsirupkonzentrate aus Apfel, Orange usw. werden im Prozess typischerweise auf ihren „Brixgehalt“ überwacht. Besonders bei faserigen Ausgangsprodukten empfiehlt sich das optische Verfahren des Refraktometers, bei dem die „Pulpen“-Anteile

und sogar geringfügige Gaseinschlüsse keine Messwertverfälschung verursachen.

Jedes Fertiggetränk besteht zu annähernd 90% aus Wasser. Die Qualität dieses Rohstoffs ist somit überaus wichtig und darf keinesfalls vernachlässigt werden. Brunnenwasser verleiht dem Getränk einen markanten Geschmack. Die spezifische Mineralienzusammensetzung kann zwar labortechnisch überwacht werden, aber eine gezielte „Nach-Mineralisierung“ des Wassers ist praktisch nicht möglich. Um eine gleich bleibende Getränkequalität zu erzielen, wird im umgekehrten Fall das Produktionswasser häufig demineralisiert.

Weiterhin wichtig für die Haltbarkeit und den Geschmack des Fertiggetränks ist der Sauerstoffanteil des Produktionswassers. GEA Diessel stellt Wasserentgasungsanlagen nach den unterschiedlichsten Verfahren her. Heiß- oder Kaltentgasung mit oder ohne CO₂-Begasung je nach Anwendung für Soft- oder kohlenstoffhaltige Erfrischungsgetränke oder für Bierprodukte. Für die Überwachung des Wirkungsgrades von z. B. einer Entgasungsanlage vom Typ: **DI-OX** (Abb. 2) wird am Ausgang der Wasserentgasung der Sauerstoffgehalt permanent gemessen und registriert. Zur Vermeidung von Fehlchargen wird bei Überschreitung des Grenzwertes von z. B. 0,05 mg/L O₂-Gehalt ein Alarm ausgelöst.

Während in der Vergangenheit in den so genannten „Sirupküchen“ die Fertiggetränke „Batchweise“ angesetzt wurden, kommen heutzutage vermehrt Gemischreaganlagen mit der INLINE-Mischtechnik zum Einsatz. Die **DI-CON**-Systeme von GEA Diessel, die z.B. mit den hochgenauen Durchflusszählern der IZM-Baureihe bestückt sind, mischen weltweit erfolgreich für die verschiedensten Kunden alle möglichen Produkte nach sehr individuellen Rezepten (Abb. 3).

Die erzielbare Ausmischgenauigkeit ist dabei allein mit der reinen Verhältnisregelung bereits sehr hoch. Um bereits frühzeitig Störungen der relevanten Messgeräte zu erkennen, besteht häufig die zusätzliche Forderung, auch das ausgemischte Produkt sofort zu analysieren. Wichtig ist, dass das Produkt vor der Analyse bereits gut homogen vermischt ist, d. h. hinter dem Mischpunkt befindet sich je nach Konsistenz des Produkt ein statischer oder sogar dynamischer Mischer. Die Ansprechzeit der Analyseeinheit muss

entsprechend kurz sein. Reine 2-Komponentengemische, wie z. B. Softgetränke aus Fruchtsirup und Wasser lassen sich recht einfach mit den bereits oben genannten Messprinzipien direkt im Prozess messen.

Bei Mehrkomponentengemischen (Getränkzusammensetzungen mit Zucker, Essenz, Konzentrat, Alkohol usw.) muss eventuell eine stufenweise Analyse gewählt werden oder es müssen mehrere Messverfahren angewendet werden (Dichte, Schallgeschwindigkeit, CO₂-Gehaltsmessung usw.), die erst über spezielle mathematische Auswerteverfahren zu verwertbaren Messergebnissen führen.

Typischerweise wird im AfG-Bereich das ausgemischte Fertiggetränk vor dem Füller in einem Puffertank zwischengelagert und dort mit dem von GEA Diessel gefertigten CO₂-Injektor in Kombination mit der Mess- und Regeleinheit **DI-CAR** gezielt aufkarbonisiert. Eine Umpumpleitung am Tank wird dabei zur ständigen Analyse des Brix- und des CO₂-Gehalts genutzt. Die Brixmessung erfolgt üblicherweise mit einem Dichtemessgerät nach dem Biegeschwinger-Prinzip, während das **DI-traco** den Partialdruck und -temperatur der entgasten Flüssigkeitsprobe nach dem „Henry-Dalton'schen“ Gesetz zur Bestimmung der gelösten CO₂-Anteils benutzt. Um die hohen Genauigkeitsanforderungen des Fertiggetränks erreichen zu können, werden die so ermittelten Messwerte zur Feinjustage des Produkts in der Regelschleife der Mischanlage genutzt (Abb. 4).

Grundsätzlich sind die beschriebenen, rein physikalischen Messverfahren nicht in der Lage, die Inhaltsstoffe „direkt“ - also spezifisch - zu bestimmen. D. h. bei der Messung von Dichte, Schallgeschwindigkeit usw. handelt es sich immer um „Summenparameter“, aus denen man nur „indirekt“ die Konzentration herausrechnen kann. Dagegen liefern spektrale Verfahren, wie z. B. die Infrarotmesstechnik im nahen (NIR) oder mittleren (MIR) Spektralbereich einen weit höheren Informationsgehalt über die (Molekular-)Struktur des zu untersuchenden Produkts. So lassen sich beispielsweise die Inhaltsstoffe der Milch, wie Fett, Eiweiß und Lactose allein mit nur einem MIR-Messsystem bestimmen.

In der Prozessmesstechnik stehen diese „echten“ Analyseverfahren erst am Anfang. So kann z. B. der Säuregehalte im Getränk auch nur indirekt über die Messung der Leitfähigkeit

oder des pH-Wertes bestimmt werden. Für das Mehrkomponentengemisch Bier (Wasser, Extrakt, Alkohol, gelöster CO₂-Gehalt) hat sich bereits vor mehr als 20 Jahren die Schallmesstechnik als sehr praxiserichte Methode zur Bestimmung des Stammwürzegehaltes herauskristallisiert.

Verantwortlich hierfür ist das besondere Verhalten des Schalls während der Vergärung von Zucker zu Alkohol. Während die Dichte durch den entstehenden Alkohol stark abnimmt, ändert sich die Schallgeschwindigkeit dagegen nur sehr gering. Die Stammwürze lässt sich somit sehr einfach und mit guter Genauigkeit berechnen. Der Messkopf ist verschleiß- und wartungsfrei und besteht komplett aus Edelstahl, so dass der robuste Aufbau alle Merkmale eines idealen Prozessmesssystems besitzt.

Das einfache und wirksame Messgerät wird direkt in die Produktleitung über ein VARIVENT-Gehäuse eingebaut, so dass die einwandfreien hygienischen Verhältnisse zu keinem bakteriologischen Risiko für das Getränk führen (Abb. 5).

Das von GEA Diessel entwickelte und gefertigte Messsystem **DI-check** bietet alle für die Prozesssteuerung erforderlichen Signale. Die integrierte Temperaturmessung liefert einen Messwert, der innerhalb einer Spanne von etwa 8 - 10 Grad kompensiert ist. Sollen die geringfügigen Einflüsse des Verhältnisses von Alkohol zu Extrakt oder des gelösten CO₂-Gehaltes auch noch ausgeglichen werden, so kann das Messsystem mit einer Dichte- und CO₂-Messung erweitert werden (Geräteausführung **DI-WAVE**). In kontinuierlichen Bierausmischanlagen („Stammwürzeoptimierungsanlagen“) dienen diese Messsignale wieder der Feinjustierung des Fertiggetränks bezüglich Stammwürze oder Alkohol.

Produktüberwachung und Qualitätskontrolle

Normalerweise ist die Abfüllung der letzte Produktionsschritt. „Eigentlich kann jetzt nichts mehr passieren!“ Aber z. B. durch eine Fehlschaltung von Ventilen kann entweder ein völlig falsches Produkt in die Flasche, Dose o.dgl. gefüllt werden oder Leckagen können das Getränk doch noch auf diesem letzten Weg verfälschen. Der Wert des Produktes ist jetzt am höchsten. Regressforderungen und ein enormer Imageschaden stehen auf dem Spiel. Eine Produktüberwachung bringt hier

Sicherheit und liefert mit der lückenlosen Dokumentation gleichzeitig den erforderlichen Nachweis für die betriebliche Qualitätssicherung. Im einfachsten Fall kommen die bereits beschriebenen Messsysteme nochmals zum Einsatz. Eine Kombination z. B. mit einem Durchflusszähler IZM liefert über die Zeitaufzeichnung hinaus auch noch die Mengenaufzeichnung.

Die GEA Diessel Gerätetypen **DI-liquiz** oder **DI-lab** erstellen für jede Charge ein Batchprotokoll, das einfach ausgedruckt werden kann oder als Datenprotokoll z. B. per Profibus-Schnittstelle zu einem PC transferiert wird. Die Visualisierung aller Messgrößen auf einem PC ist selbstverständlich zusätzlich möglich.

Die integrierbare Gebindezählung ermöglicht den aktuellen Vergleich zwischen Soll- und Istmengen und gibt somit „online“ Aufschluss über die Effektivität der Füllmaschine. Verlustmengen werden frühzeitig erkannt, so dass zeitnahe Korrekturmaßnahmen möglich sind (Abb. 6).

Während das kombinierte Messsystem **DI-liquiz** speziell für die Mengen- und Stammwürzebestimmung im Bier konzipiert ist, bietet das modulare System **DI-lab** die Möglichkeit, diverse Produktionsparameter für die kontinuierliche Überwachung und Dokumentation zu adaptieren. Messgeräte für Leitfähigkeit, Farbe, Trübung, Konzentrationen usw. können auch noch nachträglich an das Messdatenerfassungssystem angeschlossen werden (Abb. 7).

Automatisierte Reinigung

Die Effektivität der Reinigung lässt sich über die Prozessparameter Durchfluss, Temperatur, Konzentration der Reinigungslösung und Dauer der Reinigung überwachen. Auch diese Daten sind fest eingebunden z. B. in die DI-CIP Anlagen von GEA Diessel.

Zusammenfassung

Die INLINE- bzw. ONLINE-Prozessanalysetechnik unterstützt an den maßgeblichen Stellen wirkungsvoll die Qualität und Effektivität des Herstellungsprozesses für Getränke. Wenn auch die typischen physikalischen Messtechniken keine sehr hohe Spezifität besitzen, haben sie sich auf Grund der einfachen Installations- und Kalibrierungsbedingungen für die bekannten Anwendungen sowie wegen der weitgehenden Verschleiß- und Wartungsfrei-

heit in vielen Betrieben hervorragend bewährt. Die Steigerung der Effektivität durch z.B. optimierten Rohstoffeinsatz führt häufig zu einer raschen Amortisation der Investitionskosten. GEA Diessel ist sowohl Lieferant von Einzelgeräten, kombinierten Messsystemen sowie von kompletten Produktionslinien und -anlagen. Weitere Informationen: www.diessel.com



Abbildung 5:
Prozessmesssystem „DI-check“

DI-LIQUIZ filler management	
KEG - filler	
START batch	: 12.05.03 09:36
END batch	: 12.05.03 11:27
Batch-no.	: 336
Beer type 12	: Pils
GW UGW/MasMax: 2,00 / 2,00 / 99,99	
CO2	: 5,00 / 5,40 g/l
RDF	: 61,00 / 67,00 %v
batch data:	
EXTRACT average (°P)	: 11,21
ALCOHOL average (vol%)	: 4,76
TEMPERATURE aver. (°C)	: 6,1
Keg size (L)	: 50
Kegs total	: 519
-go ^o - kegs	: 492
-no-go ^o - kegs	: 27
volume (flow meter)	: 24.679,3 L
difference volume:	: 79,3 L

Abbildung 6:
Chargenabdruck mit Füllerüberwachung



Abbildung 7:
„DI-lab“-Einheit mit angeschlossener Prozessvisualisierung