

Neue Wege der Photometrie – Zentral-Laboratorium der VLB testet neues Spektralphotometer

Die Photometrie ist ein wichtiger Bestandteil der heutigen Labortätigkeit in einem Betrieb der Getränkeindustrie. Die Bestimmung der Bittereinheiten, der Farbe oder die photometrische Jodprobe sind nur einige Beispiele der Routine-Analytik eines Brauereilabores. Zu diesen Methoden kommen noch die verschiedenen enzymatischen Nachweise, wie z.B. die Bestimmung des Alkohols oder der Zucker (Saccharose, Fruktose und Glukose).

Dipl.-Brm. Mirko Geier und Dr. Diedrich Harms, Zentral-Laboratorium der VLB Berlin

Einführung

Ob Großbrauerei oder Kleinbetrieb, für jedes Labor ist eine einfache und schnelle Bedienung der Analysegeräte wichtig, um eine effiziente und hohe Geräteauslastung zu gewährleisten. Das Spektralphotometer DR6000 der Firma Hach® bietet mit seiner neuen Ausstattung eine Möglichkeit für die bessere und schnellere Bearbeitung des täglichen Probenaufkommens.

Das Spektralphotometer DR6000

Das DR6000 ist ein Einstrahl-Spektralphotometer mit Referenzstrahltechnik. Das Gerät verfügt über zwei Küvetenschächte: Einer dieser Schächte ist für die auf Basis einer zusätzlich integrierten Barcode-Erkennung automatisierten Analyse von 13 mm-Rundküvetten ausgelegt. Der zweite Schacht fungiert als Universaladapter für die Aufnahme diverser Rechteckküvetten.

Die Vielfalt an Einsatzmöglichkeiten, es sind 200 Analysenprogramme hinterlegt, spiegelt die große Anzahl an Anwendungen wider, die durch die Möglichkeit, eigene Methoden zu implementieren, gut ergänzt wird.

Nicht nur die Barcode-Erkennung der Rundküvetten ermöglicht eine schnellere Bearbeitung der Proben, sondern auch das RFIDModul. Bei dieser Technologie kann nicht nur der Anwender durch einen RFID-Anwender-Transponder vom Gerät erkannt werden, es ist zusätzlich auch möglich, die Proben mit solchen Transpondern zu identifizieren. Dies kann zum einen eine Verwechslung der Proben ausschließen und zum anderen die Rückverfolgbarkeit erleichtern bzw. sicherer gestalten. In Tabelle 1 sind die Technischen Daten des Photometers dargestellt.



Touch-Screen mit klar strukturierter Bedieneroberfläche

Funktionen/Bedienung

Das DR6000 verfügt über die standardmäßigen Funktionen eines Spektralphotometers und kann somit in vielen Labors für die Routineanalyse, aber auch für spezielle Versuche eingesetzt werden. Mit dem Touchscreen und der einfachen Menüführung bietet das Spektralphotometer eine sehr anwenderfreundliche Bedieneroberfläche. (Abb. 1)

Tabelle 1: Technische Daten des Photometers
Quelle: Hach GmbH

Leistungsspezifikationen	
Anzeigemodus	Transmission (%), Extinktion und Konzentration
Lichtquelle	Deuteriumlampe (UV) und Halogenlampe (visueller Bereich)
Wellenlängen-Bereich	190–1.100 nm
Wellenlängen-Genauigkeit	±1 nm (Wellenlängenbereich 200–900 nm)
Wellenlängen-Reproduzierbarkeit	<0,1 nm
Wellenlängen-Auflösung	0,1 nm
Wellenlängen-Kalibrierung	automatisch
Wellenlängen-Auswahl	automatisch, je nach gewähltem Verfahren
Scangeschwindigkeit	900 nm/min (in 1-nm-Schritten)
Spektrale Bandbreite	2 nm (1,5–2,9 nm bei 656 nm, 1 nm bei der D2 Linie)
Photometrischer Messbereich	±3 Ext (Wellenlängenbereich 200–900 nm)
Photometrische Genauigkeit	5 mExt 0,0–0,5 Ext, <1% bei 0,5–2,0 Ext bei 546 nm
Photometrische Linearität	<0,5 % bis 2 Ext
Streulicht	KI Lösung bei 220 nm <3,3 Ext / <0,05 %
Langzeitstabilität	10 Stunden bei 546 nm ≤0,0034 Ext
Datenspeicher	5.000 Messwerte
Anwenderprogramme	200
Abmessungen	Breite 50 cm/Höhe 21,5 cm/ Tiefe 46 cm
Gewicht	11 kg
Schnittstellen	2x USB Typ A 1x USB Typ B 1x Ethernet

Das Start-Menü ermöglicht einen schnellen Zugriff auf die Bereiche:

- Gespeicherte Programme
- Anwender-Programme
- Barcode-Programme
- Favoriten
- Einzel-Wellenlänge
- Multi-Wellenlänge
- Wellenlängen-Scan
- Zeit-Scan

Die Firma Hach bietet eine Vielzahl vorinstallierter Analysenprogramme an. Unter dem Menüpunkt „gespeicherte“ bzw. „Barcode-Programme“ finden sich die Hach Tests und Verfahren mit Hach-Chemikalien. Eigene entwickelte Verfahren können im Menü unter „Anwenderprogramme“ hinterlegt werden. Einzel-Wellenlängen-Messungen können als Extinktion, Transmission oder Konzentration dargestellt werden. Mit dem Multi-Wellenlängenprogramm können bis zu vier Wellenlängen gemessen und Berechnungen für Extinktionsdifferenzen und Extinktionsverhältnisse angezeigt werden. Mit dem Zeit-Scan ist die Möglichkeit gegeben, eine Wellenlänge über einen bestimmten Zeitraum zu erfassen. Mit der Funktion „Wellenlängen-Scan“ können Spektren in einem bestimmten Wellenlängenbereich aufgezeichnet werden, welche bei verschiedenen Analysen eine bessere Aussagekraft liefern. Eine erweiterte photometrische Jodprobe kann mit einem Spektrum eine bessere und spezifischere Aussage über einen höheren Jodwert geben.

Einsatzmöglichkeiten

Eine aktuelle Problemstellung ist die Bestimmung der Farbe von Getränken, z.B. von Mischgetränken aus Bier und farbigen Erfrischungsgetränken, die deutlich von der Bierfarbe abweichen. Bei der üblichen Wellenlänge von 430 nm ist nicht gewährleistet, ob dieser Wert zuverlässig und aussagekräftig ist. Eine neue Methode bietet die farbmetrische Erfassung mittels $L^*a^*b^*$.

$L^*a^*b^*$

Diese drei Buchstaben stehen für die Achsen in einem dreidimensionalen Farbsystem zur Beurteilung der Helligkeit, dem Rot-Grünanteil und Gelb-Blauanteil: Dieses System bietet eine andere Art zur Beurteilung der Farbe:

- L^* = 0 % Schwarz
100 % Weiß
- a^* = $-a^*$ = Grün
 $+a^*$ = Rot
- b^* = $-b^*$ = Blau
 $+b^*$ = Gelb

Somit kann die Farbe eindeutiger erfasst und als Diagramm dargestellt werden. Alle Messdaten können in einem internen Speicher hinterlegt werden. Dieser kann bis zu 5.000 Messdaten erfassen. Zusätzlich kann mit der integrierten analytischen Qualitätssicherung eine eigene Überprüfung der Arbeitsweise, dem Photometer oder dem Zubehör durchgeführt werden.

Untersuchungen

Das DR6000 bietet mit seinen 200 Anwenderprogrammen ein breites Spektrum an Einsatzmöglichkeiten. Nicht alle Programme sind für ein Brauereilabor von Bedeutung. Da in den vergangenen Jahren jedoch die Tendenz beobachtet werden konnte, dass sich in Brauereien neben der Produktion von Bier zunehmend die Herstellung von alkoholfreien Getränken etabliert, werden neue Methoden zur Überwachung der Produktion und Kontrolle der Produkte benötigt.

In unseren Untersuchungen zur Vergleichbarkeit mit einem bereits anerkannten Spektralphotometer, wurde der Fokus jedoch auf die Bestimmung der Farbe als auch der Bitterstoffe gelegt. In den Tabellen 2 und 3 ist die statistische Auswertung dargestellt. Mittels Student(T)-Test konnte zwischen Kontrollgerät und dem DR6000 kein signifikanter Unterschied festgestellt werden.

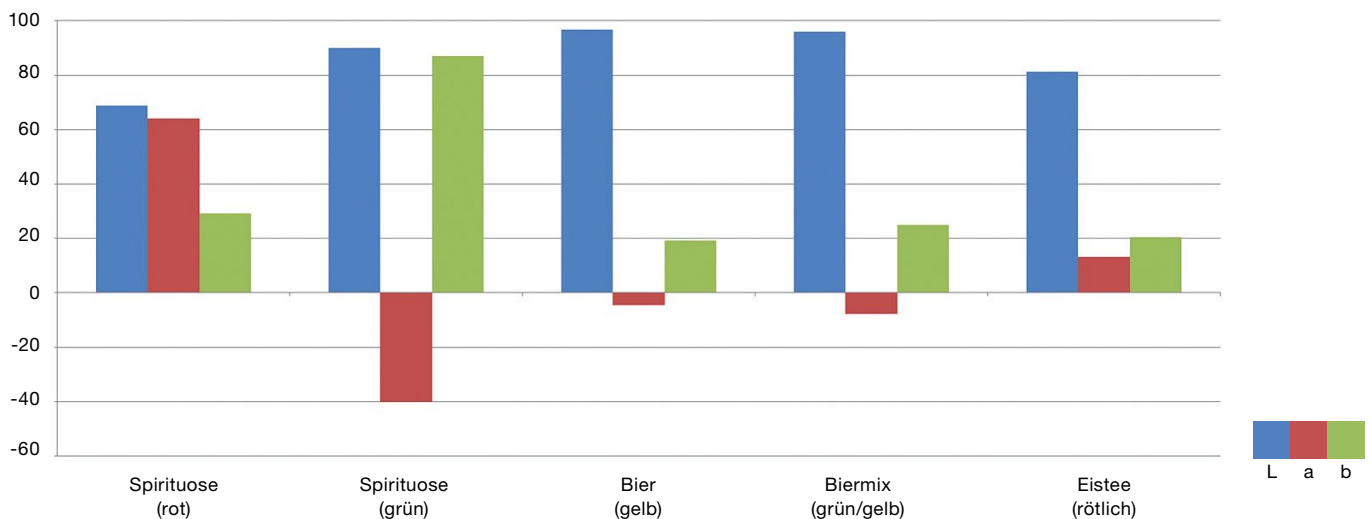


Abb. 2: Farbdifferenzierung von Spirituosen, Bier, Biermischgetränken und Eistee



Abbildung 3: Probeneinbringung per Küvette

Tabelle 2: Analyse der Farbe n=10

	Bier 1		Bier 2	
	Kontroll- gerät	DR6000	Kontroll- gerät	DR6000
Mittelwert	7,3	7,2	7,3	7,3
Median	7,3	7,2	7,3	7,3
Max	7,3	7,3	7,3	7,3
Min	7,2	7,2	7,3	7,3
Präzision	0,018	0,013	0,029	0,021
Varianz	0	0	0,001	0

Tabelle 3: Analyse der Bitterstoffe n=10

	Bier 1		Bier 2	
	Kontroll- gerät	DR6000	Kontroll- gerät	DR6000
Mittelwert	26,2	26,4	19	19,1
Median	26,2	26,4	19	19,1
Max	26,3	26,7	19,1	19,3
Min	26,1	26,1	18,7	18,9
Präzision	0,074	0,141	0,1	0,142
Varianz	0,006	0,02	0,01	0,02

Fazit

Das Spektralphotometer DR6000 bietet mit seiner einfachen Menüführung und der großen Menge an Anwendungen für jedes Labor eine Erleichterung und/oder Erweiterung des Analysenspektrums.

Quellennachweis

Dipl.-Brm. Mirko Geier, Dr. Diedrich Harms: Neue Wege der Photometrie – Zentrallaboratorium der VLB testet neues Spektralphotometer, in: Brauerei-Forum (Februar 2012), S. 7ff.