



PATENTDIREKTORATET
KØBENHAVN

(21) Patentansøgning nr.: 0645/79

(51) Int.Cl.⁴ G 01 N 33/14

G 01 N 21/03

(22) Indleveringsdag: 15 feb 1979

(41) Alm. tilgængelig: 09 sep 1979

(44) Fremlagt: 05 okt 1987

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 08 mar 1978 DE 2809910

(71) Ansøger: *DIESEL G.M.B.H. & CO.; Steven 1; 3200 Hildesheim-Bavenstedt, DE

(72) Opfinder: Ulrich-Christian *Sanden; DE

(74) Fuldmægtig: Patentbureauet Giersing & Stelling ApS

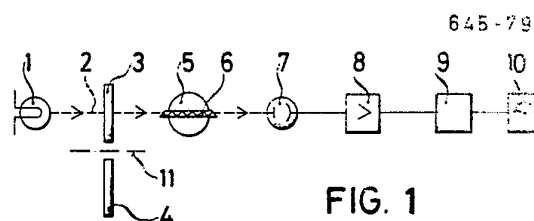
(54) Fremgangsmåde og apparat til kvantitativ bestemmelse af bestanddele af øl

(56) Fremdragne publikationer

(57) Sammendrag:

Til opnåelse af en enkel og pålidelig kvantitativ bestemmelse af bestanddelene af øl og/eller ølurt ved særskilt bestemmelse af hver enkelt af disse bestanddele, nemlig alkohol, ekstrakt eller urt og carbondioxid, gennemstråles øllet med infrarødt lys af forskellig bølglængde, nemlig for alkoholbestanddelens vedkommende en bølglængde på 2,9 - 3,1 μ , for ekstrakten eller urten en bølglængde på 9,0 - 9,8 μ og for carbondioxidbestanddelen en bølglængde på 4,2 - 4,4 μ .

Opfindelsen omfatter også et apparat til udførelse af fremgangsmåden, ved hvilket der i en gennemstrømningsledning (5) for øllet er indsat en ATR-celle (6) (ATR = afsvækket totalreflektion), som omstrømmes af væsken (14), og til hvilken infrarød målestråling (2) med den i de enkelte tilfælde udkrævede bølglængde tilføres, og hvorfra den ledes videre til en indretning (7-10) til konstatering og indikering af den stedfundne absorption.



- 1 -

Opfindelsen angår en fremgangsmåde og et apparat til kvantitativ bestemmelse af bestanddele af øl og/eller ølurt, ved hvilken enkeltbestanddelene nemlig alkohol, ekstrakt eller urt og opløst carbondioxid bestemmes enkeltvis.

5 Ved en kendt fremgangsmåde af denne art sker bestemmelsen af alkohol og ekstrakt ved hjælp af refraktometre, altså ved bestemmelse af de forskellige brydningsstal og ved vægtfyldemålinger, hvorhos de procentuelle bestanddele findes ud fra de to værdier. Til bestemmelse af carbondioxidet sættes øllet under vacuum, og carbondioxided måles på
10 grundlag af den således optrædende afgasning.

En ulempe ved denne kendte fremgangsmåde er, at den er meget kompliceret og bekostelig og almindeligvis kun kan udføres under laboratoriebetingelser. Desuden giver den kendte fremgangsmåde meget unøjagtige værdier, da randbetingelserne såsom tryk- og temperaturvariationer,
15 indgår i måleværdierne og påvirker disse. Endelig har den kendte fremgangsmåde den ulempe, at den ikke muliggør en gennemstrømningsmåling, altså ingen såkaldt in-line-måling.

Opfindelsen har følgelig til opgave at tilvejebringe en fremgangsmåde af den indledningsvis angivne art, med hvilken de ovennævnte ulemper undgås, og som i forbindelse med en meget enkelt udførelse giver
20 meget nøjagtige måleværdier.

Denne opgave løses ifølge opfindelsen ved, at øllet gennemstråles med infrarødt lys, og at der som målestråling for alkoholbestanddelen anvendes en bølgelængde på $2,9\mu$ til $3,1\mu$, til ekstrakten eller urten
25 en bølgelængde på $9,6\mu$ til $9,8\mu$ og til carbondioxidbestanddelen en bølgelængde på $4,2\mu$ til $4,4\mu$, hvorhos de respektive infrarødb absorptioner måles og evalueres.

Med denne fremgangsmåde opnås, at man ved overholdelse af de ifølge opfindelsen angivne bølgelængdeområder meget nøjagtigt kan finde de
30 procentuelle andele af hver enkelt bestanddel, da de procentuelle andele og deres absorption indenfor de ovennævnte bølgelængdeområder udtrykkes ved definerede værdier. Desuden er absorptionsforholdene i infrarødt lys fuldstændigt uafhængige af de ydre betingelser, altså uafhængige af de foreliggende tryk og i vid udstrækning uafhængige af de
35 foreliggende temperaturer. De drejer sig desuden ved fremgangsmåden

- 2 -

ifølge opfindelsen om en metode, som kan arbejde med ufølsomme apparater, og som derfor kan anvendes i stor målestok.

Med fremgangsmåden ifølge opfindelsen kan man altså uden skadelig indvirkning på produktionsforløbet ved ølfremstillingen praktisk taget på ethvert produktionssted bestemme enkeltbestanddelene af øllet og/eller af urten. Hertil er det ikke, som ved de kendte fremgangsmåder nødvendigt på bekostelig måde at udtage prøver og at undersøge dem under laboratoriebetingelser, men der kan på de fornødne steder foretages direkte indikation af måleværdierne. En særlig overvågning af apparaterne såvel som uddannede fagkræfter er ikke nødvendige.

Ved et apparat til udøvelse af fremgangsmåde ifølge opfindelsen er det særlig fordelagtigt, hvis den pågældende gennemløbsledning, gennem hvilken øllet strømmer, indeholder en ATR-celle (ATR = afsvækket totalreflektion), som omstrømmes af væsken, og som under gentagen reflektion muliggør måling af den omstrømmende væskes absorptionsforhold ved gennemstrømning. De ovenfor nævnte bølgelængder ændres herved ikke.

Apparatet ifølge opfindelsen kan arbejde med midlerne ved en kendt fremgangsmåde til infrarødspektroskopi, ved hvilken der foretages sammenligningsmålinger mellem på den ene side den til måling bestemte væske og på den anden side vand. For derved at eliminere den over store dele af infrarødområdet optrædende stærke absorption i vand. Den til måling bestemte væske og vandet er indeholdt i to kyvetter, hvorhos der ved den kendte fremgangsmåde kobles om fra den ene til den anden kyvette med forholdsvis høj frekvens, så at differenceværdien kan evalueres. Dermed elimineres vandets absorption praktisk taget. Der behøves hertil to kyvetter med tilsvarende ledninger. Ved anvendelse af en ATR-celle i gennemstrømning behøves en yderligere ledning med samme tværsnit for sammenligningsmediets vand, som må tilføres særskilt.

Det er derfor særlig fordelagtigt, hvis apparatet ifølge opfindelsen gør brug af dele af et andet kendt apparat til infrarødt spektroskopi, ved hvilket der omkobles mellem to efter de nødvendige bølgelængder afstemte filtre. De to filtre bringes altså afvekslende ind i strålegangen, hvorhos omkoblingen, sker med en frekvens på ca. 100 Hz. Den ene filterværdi svarer til det ovenfor angivne bølgelængdeområde, som muliggør bestemmelse af den procentuelle andel, og den anden fil-

- 3 -

terværdi svarer til en bølglængdeværdi, som ligger i en afstand på 1μ til 2μ opad eller nedad fra det ovenfor angivne bølglængdeområde for de enkelte bestanddele. På denne måde dannes differenceværdien mellem et af bestanddelsværdien forud bestemt maksimum og en ved siden deraf liggende basis.

I afhængighed af gennemstrømningsledningens tværsnit kan ATR-cellen, der sædvanligvis består af safir være indsat på tværs i gennemstrømningsledningen, hvorhos dens midterplan ligger på diameteren i gennemstrømningsledningens tværsnit. Hvis man kun disponerer over ATR-celler af bestemte størrelser, eller hvis man ved store diametre af gennemstrømningsledningerne vil kunne anvende små ATR-celler, er det særlig fordelagtigt, hvis ATR-cellerne indsættes i gennemstrømningsledningen udenfor dennes midterakse og altså danner en sekant i gennemstrømningsledningens tværsnit. På denne måde opnås, at man også kan anvende forholdsvis små og korte ATR-celler i meget store gennemstrømningsledninger under sikring af fuld målenøjagtighed. Det sidste har desuden den fordel, at ledningens gennemstrømningstværsnit praktisk taget ikke forringes på grund af ATR-cellen.

Opfindelsen er nærmere forklaret i det følgende under henvisning til tegningen, på hvilken

- fig. 1 skematisk viser en udførelsesform for et apparat til udøvelse af fremgangsmåden ifølge opfindelsen,
- fig. 2 et skematisk tværsnit af en gennemstrømningsledning med indsat ATR-celle,
- fig. 3 samme set i retning af pilene III-III i fig. 2 og
- fig. 4 et lignende tværsnit som det i fig. 2 viste ved en gennemstrømningsledning med større tværsnit.

Ifølge fig. 1 er der anbragt en infrarød lyskilde 1, hvis strålegang 2 føres gennem filtre 3 og 4 og en i en gennemstrømningsledning 5 indsat ATR-celle 6 til en fotocelle 7. De fra fotocellen 7 kommende signaler, som ændrer sig i overensstemmelse med absorptionsforholdene, tilføres over en forstærker 8 til en invalueringsindretning 9 med en indikatorindretning 10 af kendt art.

Filtrene 3 og 4 bringes afvekslende med forholdsvis høj frekvens ind i strålegangen 2, i hvilket øjemed de hensigtsmæssigt kan være an-

- 4 -

bragt drejeligt omkring en akse 11. Værdien af det ene filter svarer til målestrålingens bølglængdeområde, medens værdien af det andet filter afviger opad eller nedad fra dette bølglængdeområde med en 1μ til 2μ . Derved dannes differenceværdien mellem den ved det ifølge opfindelsen anvendte bølglængdeområde givne måleværdi for de enkelte bestanddele og en ved siden deraf liggende sammenligningsbasis, så at de i optegningen optrædende maksima, som muliggør, at de procentuelle andele let kan konstateres.

Fig. 2 viser skematisk anbringelsen af ATR-cellen 6 på en diameter i gennemstrømningsledningen 5's tværsnit. ATR-cellen 6 er således indsat i gennemstrømningsledningen, at dens ind- og udtrædningsflader 12 og 13 ligger udenfor ledningen. Iøvrigt omstrømmes ART-cellens flader af væsken 14.

Strålegangen 2 bag filtrene 3 og 4 træder ind i ATR-cellen ved fladen 12 og reflekteres flere gange (almindeligvis 25 gange) i cellen og træder atter ud gennem fladen 13. På denne måde kan udføres en meget nøjagtig måling i gennemstrømning.

Fig. 3 viser de i fig. 2 viste dele, set i retning af pilene III - III med de fra gennemstrømningsledningen udragende ind- og udtrædningsflader 12 og 13 i ATR-cellen 6.

Fig. 4 viser et lignende snit som fig. 2, men i en anden udførelsesform. Her er ATR-cellen 6 indsat i en gennemstrømningsledning 15 med større diameter på en sådan måde, at den danner en sekant til gennemstrømningsledningens tværsnit. Også ved denne udformning ligger ATR-cellens ind- og udtrædningsflader 12 og 13 udenfor ledningen, og cellen omstrømmes på begge sider af væsken 14. Alligevel kan der trods den forholdsvis store diameter af gennemstrømningsledningen 15 anvendes en forholdsvis lille og kort ATR-celle under bibeholdelse af fuld målenøjagtighed. Desuden formindskes gennemstrømningsledningen 15's gennemstrømningstværsnit ved denne udformning mindre, end hvis ATR-cellen var anbragt langs en diameter i gennemstrømningsledningens tværsnit.

Til hvert af de ifølge opfindelsen anvendte tre bølglængdeområder behøves et særskilt filterpar, som indsættes udskifteligt eller der anvendes filtre, hvis værdier kan ændres kontinuerligt indenfor de ovenfor angivne områder.

- 5 -

Der kan opnås særlig gode måleresultater, hvis der som målestråling for alkoholbestanddelen anvendes en bølgelængde på $3,0\mu$ og for carbondioxidbestanddelen en bølgelængde på $4,27\mu$.

- 6 -

P A T E N T K R A V

1. Fremgangsmåde til kvantitativ bestemmelse af bestanddelene af ϕ l og/eller ϕ lurt, ved hvilken enkeltbestanddelene, nemlig alkohol, ekstrakt eller urt og opløst carbondioxid bestemmes enkeltvis, k e n d e t e g n e t ved, at ϕ llet gennemstråles med infrarøds lys, og at der
- 5 som målestråling for alkoholbestanddelen anvendes en bølgelængde på $2,9\mu$ til $3,1\mu$, til ekstrakten eller urten en bølgelængde på $9,6\mu$ til $9,8\mu$ og til carbondioxidbestanddelen en bølgelængde på $4,2\mu$ til $4,4\mu$, hvorhos infrarød absorptionen måles og evalueres i hvert af tilfældene.
2. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at der
- 10 som målestråling for alkoholbestanddelen anvendes en bølgelængde på $3,0\mu$ og for carbondioxidbestanddelen en bølgelængde på $4,27\mu$.
3. Apparat til udøvelse af fremgangsmåden ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at der i den pågældende gennemstrømningsledning (5), gennem hvilken ϕ llet strømmer, er indsat en ATR-celle (6) (ATR = afsvækket totalreflektion), som omstrømmes af væsken (14) og til hvilken
- 15 målestrålingen tilføres, hvorhos der bag ATR-cellen (6) er anbragt en evalueringsindretning (7 - 10).
4. Apparat ifølge krav 3, k e n d e t e g n e t ved, at der til sammenligningsmåling med vand er anbragt en anden gennemstrømningsledning
- 20 for vand med en anden ATR-celle.
5. Apparat ifølge krav 4, k e n d e t e g n e t ved, at der i strålegangen (2) foran ATR-cellen er anbragt to filtre (3, 4), som kan føres afvekslende ind i strålegangen, hvorhos den ene filterværdi svarer til målestrålingens bølgelængdeområde, medens den anden filterværdi afviger fra den førstnævnte værdi med 1μ til 2μ .
- 25 6. Apparat ifølge krav 5, k e n d e t e g n e t ved, at omskiftningen mellem de to filtre (3, 4) sker med en frekvens på ca. 100 Hz.
7. Apparat ifølge krav 3, k e n d e t e g n e t ved, at ATR-cellen (6) er indsat på tværs i gennemstrømningsledningen (5), hvorhos dens
- 30 midterplan ligger på en diameter i gennemstrømningsledningens (5) tværsnit.
8. Apparat ifølge krav 3, k e n d e t e g n e t ved, at ATR-cellen (6) er indsat udenfor gennemstrømningsledningens (5) midterakse og således danner en sekant til gennemstrømningsledningens (5) tværsnit.

