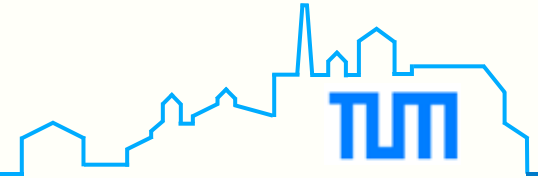


Technologische Abnahme und mikrobiologische Betrachtung von Getränkeabfüllanlagen

Prof. Fritz Jacob



Forschungszentrum Weihenstephan
für Brau- und Lebensmittelqualität



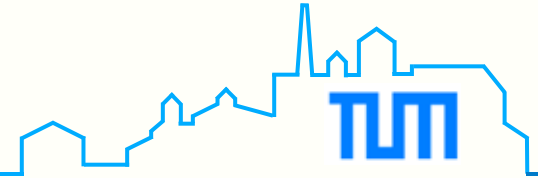
TECHNOLOGISCHEN ABNAHME

AUFTRAGSERTEILUNG AN PRÜFINSTITUT / PRÜFER

- durch AG oder AN**
 - **aufgrund vertraglicher Abnahmevereinbarung**

- durch AG / BETREIBER**
 - **zur Überprüfung oder wegen Zweifel an der Einhaltung garantierter Werte**

 - **zum Beweis/Nachweis offensichtlicher Nichteinhaltung garantierter Werte**

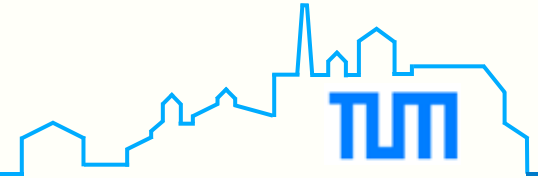


ANFORDERUNG AN DEN LIEFERANTEN DER ABFÜLLANLAGE BEI VERTRAGLICH VEREINBARTER ABNAHME

- Die Abnahmebereitschaft der Anlage ist erklärt und liegt vor.**

VOM LIEFERANTEN ZU BEACHTEN

- Einstellungs- und Nachjustierungsarbeiten sollten während der Abnahme nicht mehr, bestenfalls nur im allseitigen Einvernehmen erfolgen.**

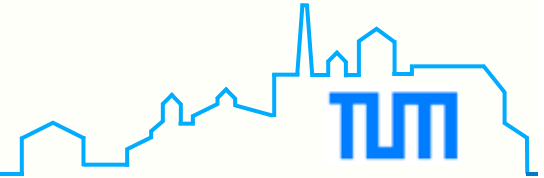


ANFORDERUNGEN AN DEN BETREIBER DER ABFÜLLANLAGE

Das / die für die Abnahme vorgesehene(n) abzufüllende(n) Produkt(e) sollte(n) zumindest näherungsweise aufweisen

- den garantierten maximal verarbeitbaren CO₂-Gehalt
- die garantierte maximale Abfülltemperatur
- und
- in genügender Menge vorliegen.

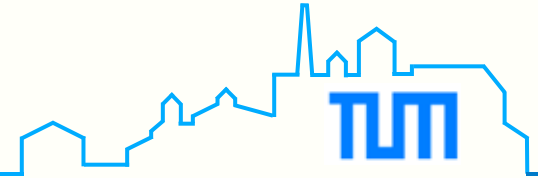
Einem Mangel an Spanngas, Ausstattungsmaterial, Gebinden und Verpackungseinheiten sollte vorgebeugt sein.



TECHNOLOGISCHE ABNAHMEPARAMETER

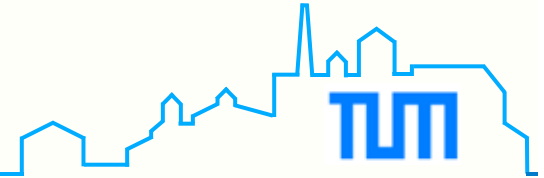
- O₂- Aufnahme während des Abfüllvorganges
- Erhöhung der O₂- Belastung des Produktes im abgefüllten Gebinde
- CO₂- Verlust/CO₂- Aufnahme des Produktes durch den Abfüllvorgang
- Spanngas-Verbrauch der Füllmaschine
- Füllmenge und Füllgenauigkeit
- Füllmengenverlust

bei Betrieb des Füllers mit vereinbarter bzw. garantierter Leistung und für die Abnahme **vereinbartem Produkt.**



DURCHZUFÜHRENDE MESSUNGEN

- Temperatur des in den Füller einlaufenden Produktes
- O₂-Gehalt des in den Füller einlaufenden Produktes.
- O₂-Gehalt des Produktes unmittelbar nach der Abfüllung.
- O₂-Gehalt des Produktes nach Phasenausgleich in abgefüllten, verschlossenen Gebinden
- CO₂-Gehalt des in den Füller einlaufenden Produktes
- CO₂-Gehalt des Produktes in abgefüllten, verschlossenen Gebinden
- CO₂-Verbrauch der Füllmaschine (korrekte Ermittlung meist nicht möglich)
- Füllmenge mit und ohne Hochdruckeinspritzung



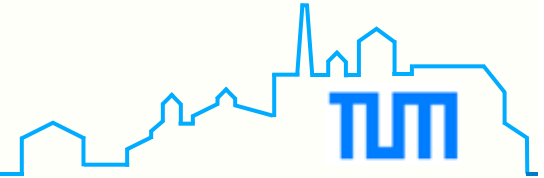
BERECHNUNG O₂-AUFNAHME IM FÜLLER

= DIFFERENZ
aus

O₂-Gehalt des Produktes **unmittelbar** nach der Abfüllung.

und

O₂-Gehalt des in den Füller einlaufenden Produktes



**SAUERSTOFFBELASTUNG
DES ABGEFÜLLTEN PRODUKTES**

=

**Gesamt-O₂-Gehalt des Produktes
nach Phasenausgleich im abgefüllten, verschlossenen Gebinde
(Gebinde geschüttelt bzw. rotiert)**

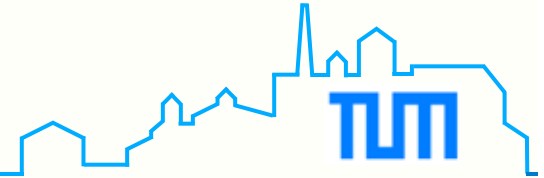
**SAUERSTOFFGESAMTBELASTUNG
DURCH DEN ABFÜLLPROZESS**

= DIFFERENZ

aus

**O₂-Gehalt des Produktes
nach Phasenausgleich im abgefüllten, verschlossenen Gebinde
und**

O₂-Gehalt des in den Füller einlaufenden Produktes



GESAMTSAUERSTOFF NACH VILACHÁ UND UHLIG

Messung nachdem Behälter mit Bier geschüttelt:

$$\text{O}_2\text{-GESAMT(mg/l)} = X \left[\frac{32 \cdot 1000 \cdot \text{HS} \cdot (4,15 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 + 2 \cdot 10^{-4} \cdot T - 0,0701)}{0,082 \cdot T \cdot 1,0332 \cdot 100} + 1 \right]$$

$$= X \cdot f_{\text{ges}}; \quad f_{\text{ges}} = [f_0 \cdot (f_1 + f_2) / f_3] + 1$$

X = gemessener O₂-Gehalt im Bier nach schütteln (mg/l)

HS = % Kopfraumvolumen

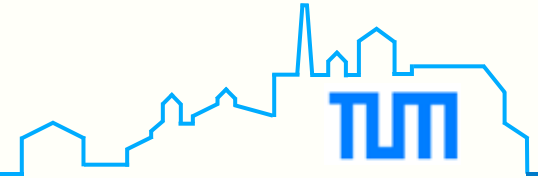
T = Temperatur in Kelvin (K)

$$f_0 = 32.000 \cdot \text{HS}$$

$$f_1 = 0,000000415 \cdot T^2$$

$$f_2 = 0,0002 \cdot T - 0,0701$$

$$f_3 = 8,47224 \cdot T$$



BERECHNUNG DER LUFT IM KOPFRAUM GESAMT-O₂ NACH VILACHÁ UND UHLIG

für den 0,33 l-Behälter

$$\frac{\text{O}_2\text{-GESAMT (errechnet)} - \text{O}_2 \text{ im Bier(ungeschüttelt)}}{\text{-----}} = \text{ml Luft im Kopfraum}$$

0,848

für den 0,355 l-Behälter

$$\frac{\text{O}_2\text{-GESAMT (errechnet)} - \text{O}_2 \text{ im Bier(ungeschüttelt)}}{\text{-----}} = \text{ml Luft im Kopfraum}$$

0,788

für den 0,5 l-Behälter:

$$\frac{\text{O}_2\text{-GESAMT (errechnet)} - \text{O}_2 \text{ im Bier(ungeschüttelt)}}{\text{-----}} = \text{ml Luft im Kopfraum}$$

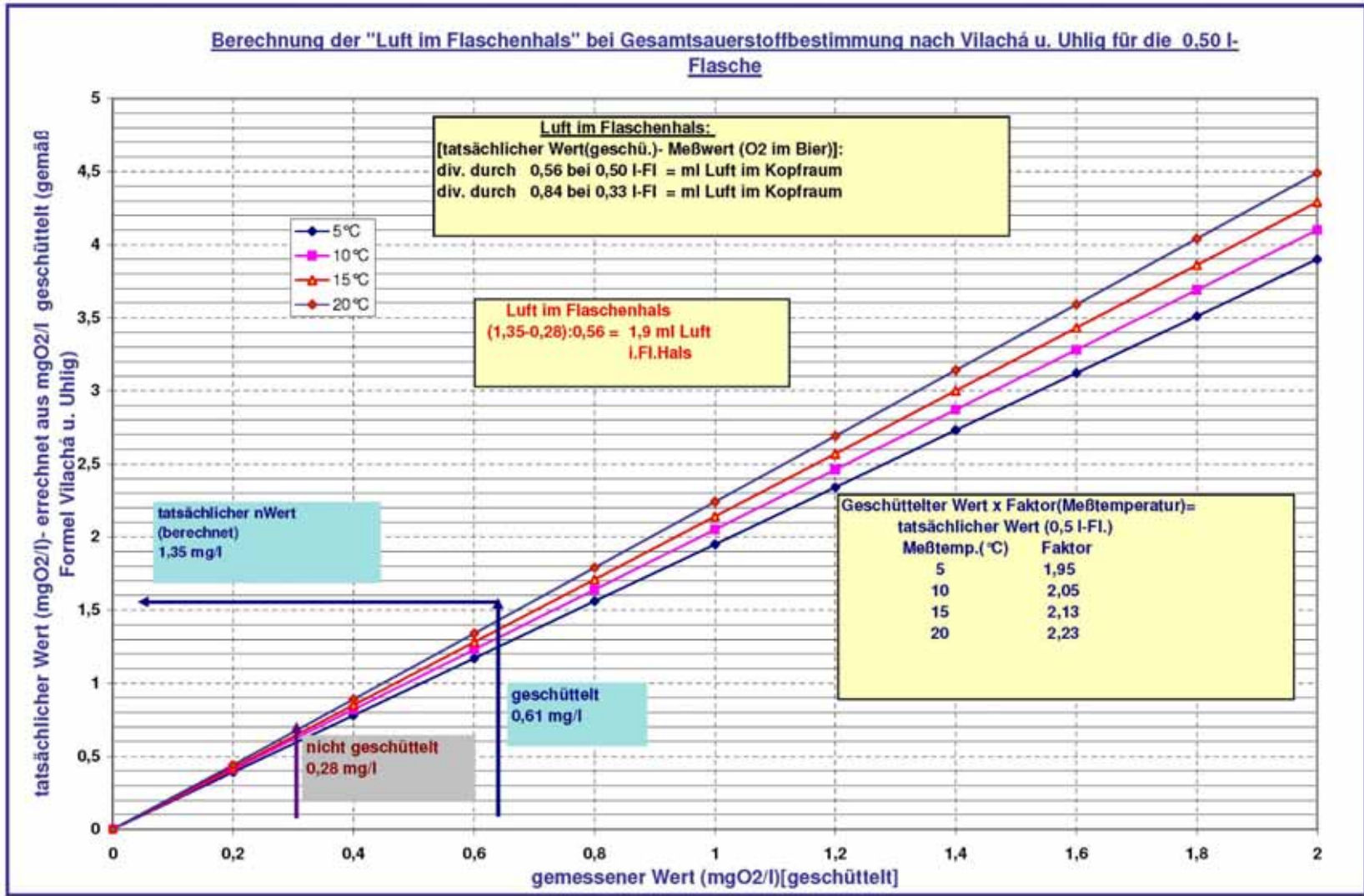
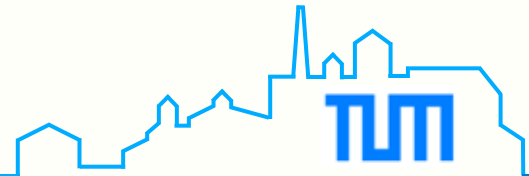
0,560

für den 1,0 l-Behälter

$$\frac{\text{O}_2\text{-GESAMT (errechnet)} - \text{O}_2 \text{ im Bier(ungeschüttelt)}}{\text{-----}} = \text{ml Luft im Kopfraum}$$

0,280

Technologische Abnahme von Getränkeabfüllanlagen



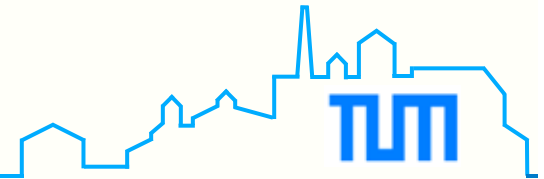
je-Weihenstephan
 Gesamtsauerstoff n.Vilachá u. Uhlig,Diagramm 0,5l -je

MESSMETHODEN –MESSGERÄTE O₂-MESSUNG UND LUFT IM KOPFRAUM

Methoden wie die Unterwassertrichtermethode zur Bestimmung der „Luft im Flaschenhals“ oder „Zahm und Nagel“ gehören mittlerweile zur Historie der Brauereianalytik

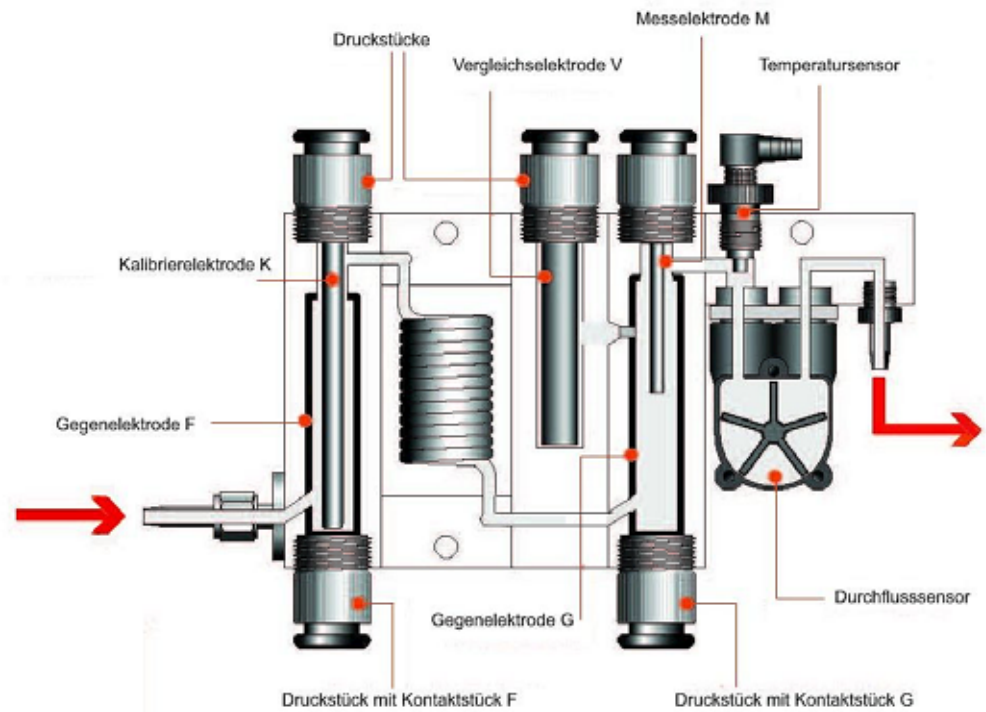


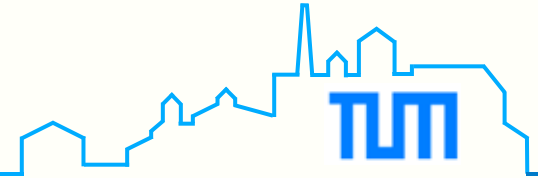
Es stehen heute moderne, zuverlässige Automaten unterschiedlicher Hersteller zur Verfügung



Sauerstoff-Analysator

Digox 6.1





DAS MESSPRINZIP DES DIGOX 6.1 (Dr.Thiedig)

beruht auf der kathodischen Reduktion gelösten Sauerstoffs an einer polarisierten Elektrode. Das zu analysierende Medium dient gleichzeitig als Elektrolyt und ist somit nicht durch eine Membran vom Sensor getrennt.

- Der Sensor arbeitet driftfrei und zuverlässig und lässt sich auch während der Messung kalibrieren.**
- Die Ansprechzeit ist durch den direkten Kontakt mit dem Medium extrem kurz. Auch kleine Sauerstoff-Peaks können so detektiert werden.**
- Die Messempfindlichkeit des Sensors ist jederzeit auch während der Messung überprüfbar.**



FLASCHENDREHER

Phasenausgleich Produkt-Kopfraum



ANSTICHVORRICHTUNG

mit Orbisphere-O₂-Analyser

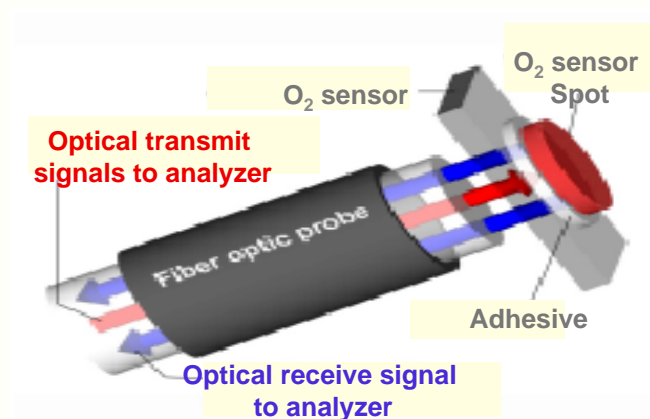
O₂ und CO₂ MESSUNG MIT EINEM GERÄT



CO₂/O₂-Messgerät TYP c-DGM (Haffmans)

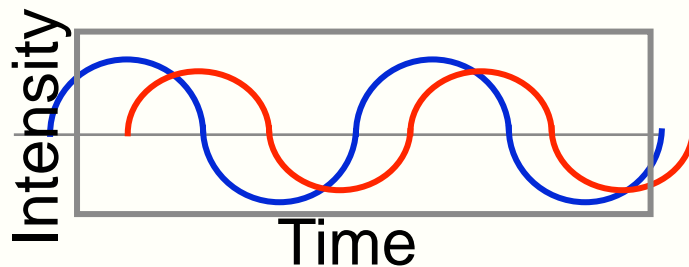
O₂-MESSUNG (Prinzip Haffmans)

Grundlage ist die Messung der Lumineszenz einer O₂-empfindlichen Schicht.



Verfahrensprinzip

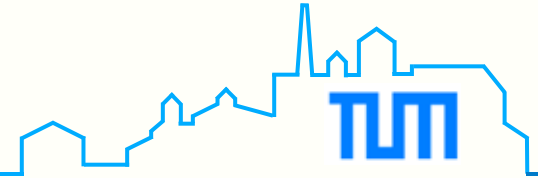
- Sauerstoff(O₂) Sensor (Sensor Spot) ist in Kontakt mit dem Medium.
- Der Sensor Spot wird von einer Lichtquelle kurze Zeit intensiv belichtet
- Abhängig vom O₂-Gehalt im Medium reflektiert der Sensor Spot ein Lichtsignal.
- Der Photo Detektor mißt dieses Lichtsignal, welches zur Berechnung des Sauerstoffgehaltes dient.



„Total packaging oxygen“

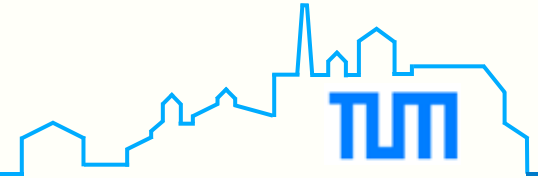


Differenzierte Sauerstoffmessung:
**Bestimmung von Gesamtsauerstoffs über die Messung Sauerstoffs im Kopfraum
und davon getrennt den Sauerstoff in der Flüssigkeit (+ CO2-Gehalt)**



Sauerstoffbelastung beim Abfüllen			
Füllereinlauf	Bier	0,01 - 0,1	mg/l
	AFG	0,5 - 3,0	mg/l
Beim Abfüllen	Bier	0,02 - 0,03	mg/l
	AFG	0,1 - 1,0	mg/l
Kopfraum	Bier	0,10 - 0,15	mg/l
	AFG	2 - 5	mg/l
Gesamt	Bier	0,14 - 0,27	mg/l
	AFG	3 - 4	mg/l

Quelle: Handbuch der Fülltechnik, Behr's Verlag



Sauerstoffbelastung von Bier bei der Abfüllung auf 0,5 l Flaschen				
	aus Abfüllvorgang mg/l	aus Kopfraum mg/l	Gesamt- belastung mg/l	Verhältnis Kopfraum/ Abfüllvorgang
Füllrohrlose Füller				
Spanngas CO ₂ mit doppelter Vorevakuierung	nn - 0,03	0,05 - 0,10	0,05 - 0,13	6
Spanngas CO ₂ mit Vorevakuierung	0,05 - 0,10	0,10 - 0,25	0,15 - 0,35	2,3
Spanngas CO ₂ ohne Vorevakuierung	0,60 - 0,80	0,15 - 0,35	0,75 - 1,15	0,7
Spanngas Luft	0,90 - 1,50	0,30 - 0,45	1,20 - 1,95	0,3
Füllrohrfüller mechanisch gesteuert				
Spanngas CO ₂	0,05 - 0,10	0,12 - 0,30	0,17 - 0,40	2,8
Spanngas Luft	0,10 - 0,20	0,15 - 0,35	0,25 - 0,55	1,7
Füllrohrfüller elektronisch gesteuert				
Spanngas CO ₂	nn - 0,03	0,07 - 0,12	0,07 - 0,15	7,3
Spanngas Luft	0,01 - 0,03	0,10 - 0,25	0,11 - 0,28	8,8

man beachte: an Stelle von mg/l wird des öfteren ppm verwendet, was nicht korrekt ist
 an Stelle von 10⁻³ mg/l wird des öfteren ppb verwendet; ist auch nicht korrekt

Quelle: FZ-Weihenstephan; Erfahrungswerte aus Überprüfungen und Abnahmen

CO₂-MESSUNG (Haffmans)

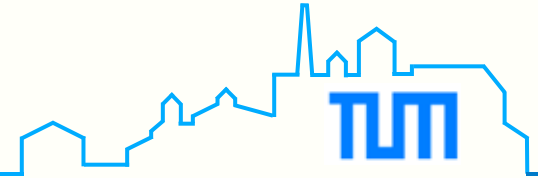


CBL-Messapparatur

Die Messung des CO₂ basiert auf dem Gesetz von Henry, das das Gleichgewicht zwischen einem Gas und einer Flüssigkeit in einem geschlossenen Raum beschreibt. Nach diesem Gesetz steht die Menge des in einer Flüssigkeit gelösten Gases direkt im Verhältnis zum Partialdruck des Gases über der Flüssigkeit.

**Zu messen sind Gleichgewichtsdruck
und Temperatur**

Berechnung mit der CO₂-Formel



CO₂-FORMEL (Haffmans)

$$CO_2 [Gewichts\%] = A \times (p [bar] + p_{atm} [bar]) \times e^{\left(C + \frac{D}{T [^\circ C] + 273,15} \right)} + E$$

A = Umrechnungsfaktor/Kompensationsfaktor (1*)

P = Gasgleichgewichtsdruck (partiell)

P_{atm} = Atmosphärendruck in bar

C = produktabhängiger Faktor (-10,74*)

D = produktabhängiger Faktor (2617,25*)

T = Temperatur der Flüssigkeit in °C

E = Faktor für die CO₂-Einheit P₂₀ (kg/cm²) nur für Japan

*Die Formel basiert auf der Löslichkeit von CO₂ in Bier mit 12 °P und einem scheinbaren Vergärungsgrad von 80 %. Wenn die Zusammensetzung der Probe hiervon stark abweicht, muss die Formel durch Änderung der Konstanten A, C und D entsprechend angepasst werden.

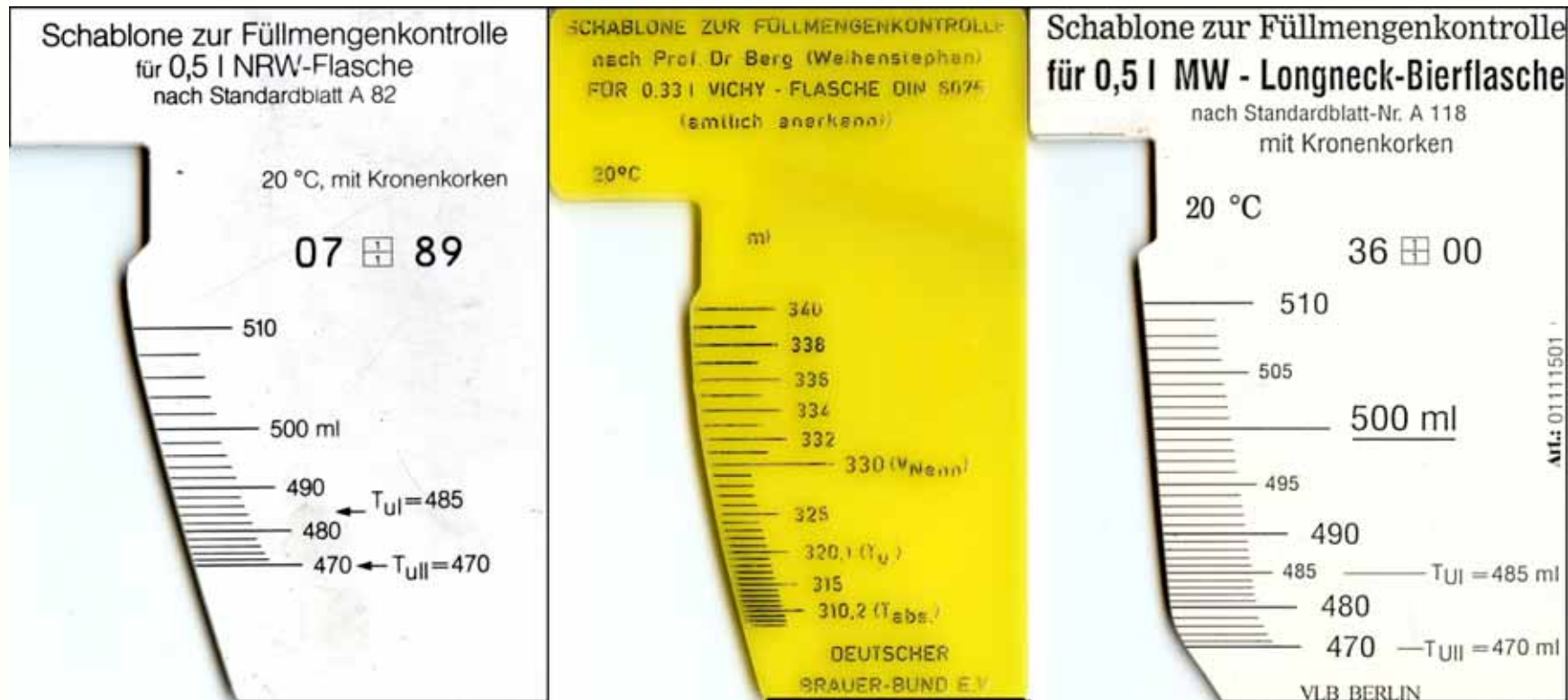
EINZEL CO₂-DRUCK + TEMPERATURMESSEINRICHTUNGEN



CO₂-Berechnung mit Kopfraumluftkorrektur

$$C^* = 10 \left(p + 1.013 - 1.013 \left(V_{\text{air}} / V_{\text{head space}} \right) \right) e^{\left(-10,74 + \frac{2617,25}{t + 273,15} \right)}$$

SCHABLONEN ZUR FÜLLMENGENMESSUNG + KONTROLLE BEISPIELE



MIKROBIOLOGISCHE BETRACHTUNG

- Was wird geprüft
 - Welche Proben werden wo genommen
 - Nachweismedien werden wo genommen
 - Probenverarbeitung
 - Beurteilung der Ergebnisse
- Was wird geprüft**
 - Welche Proben werden wo genommen**
 - Nachweismedien**
 - Probenverarbeitung**
 - Beurteilung der Ergebnisse**

WAS WIRD GEPRÜFT (I)

- ❑ **FRISCHWASSERQUALITÄT**
 - Keimzahlen
 - Hefen
 - Bierschädliche Bakterien
- ❑ **GEREINIGTE FLASCHEN**
 - Ausspülen mit Kochsalzlösung oder S-Bier
- ❑ **LUFTQUALITÄT / KEIMDRUCK**
 - Hefen
 - Bierschädliche Bakterien

WAS WIRD GEPRÜFT (II)

- ❑ **INNERE STERILITÄT FÜLLER**
 - Spülwasser / in Relation zum Ergebnis Füllereingang
 - Kohlensäure
 - Füllerumlauf mit sterilen Flaschen / in Relation zum Ergebnis Füllereingang
 - Hochdruckeinspritzung

- ❑ **ÄUSSERE STERILITÄT => WISCHPROBEN**
 - Waschmaschine
 - Bottle Inspector
 - Füller / Verschließer

WELCHE PROBEN WERDEN ENTNOMMEN AN DER FLASCHENWASCHMASCHINE

- WASSER + ZEITGLEICH GEREINIGTE FLASCHEN**
(ev. Chlor berücksichtigen / Vorlage)
 - **Frischwasser**
 - **Wasser aus Wasserbecken**

- GEREINIGTE (TEST)FLASCHEN** (z. B. 2 X ½ Reihe)

- WISCHPROBEN**
 - **vor Füllbeginn**
 - **bei Füllende**

- LUFTPROBEN AM AUSLAUFTISCH**
 - **vor Füllbeginn**
 - **bei Füllende**

WELCHE PROBEN WERDEN ENTNOMMEN AM BOTTLE INSPEKTOR

- ABSTRICHPROBEN**
 - vor Füllbeginn
 - bei Füllende

- UMGEBUNGSLUFT**
 - vor Füllbeginn
 - bei Füllende

WELCHE PROBEN WERDEN ENTNOMMEN AM FÜLLEREINLAUF

- LETZTES SPÜLWASSER VOR FÜLLBEGINN**
- ERSTES BIER**
- BIER BEI LAUFENDEM BETRIEB UND
GEGEN FÜLLENDE**

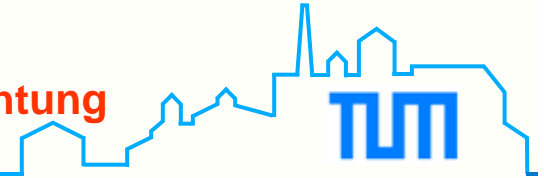
WELCHE PROBEN WERDEN ENTNOMMEN AM FÜLLER UND VERSCHLIESSER (I)

- LETZTES SPÜLWASSER VOR FÜLLBEGINN AUS FÜLLORGAN**
- KOHLensäURE AUS FÜLLORGAN VOR FÜLLBEGINN**
- WASSER DER HOCHDRUCKEINSPRITZUNG**
 - vor Füllbeginn
 - bei Füllende
- ABSTRICHPROBEN (AM FÜLLER UND VERSCHLIESSER)**
 - vor Füllbeginn
 - bei Füllende

WELCHE PROBEN WERDEN ENTNOMMEN AM FÜLLER UND VERSCHLIESSER (II)

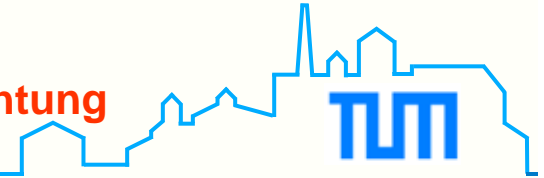
- ❑ **BIERPROBEN**
 - aus 1. Füllerumlauf (eingeschleuste sterile Flaschen)
 - Ca. 30 min nach Füllbeginn Betriebsflaschen
 - Gegen Füllende Betriebsflaschen

- ❑ **UMGEBUNGSLUFT(AM FÜLLER UND
VERSCHLIESSER)**
 - vor Füllbeginn
 - bei Füllende



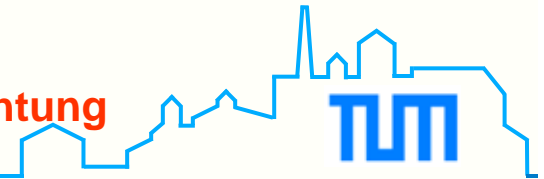
NACHWEISMETHODEN

Nachzuweisende Keime	Nachweismedium
Hefen	Würzeagar + Tetracyclin + Biphenyl
Hefen	Würzegeatine + Tetracyclin + Biphenyl
Bierschädliche Bakterien	NBB Agar
Bierschädliche Bakterien und Hefen	S-Bier
Bierschädliche Bakterien und Hefen	NBB Bouillion AM



PROBENVERARBEITUNG (I)

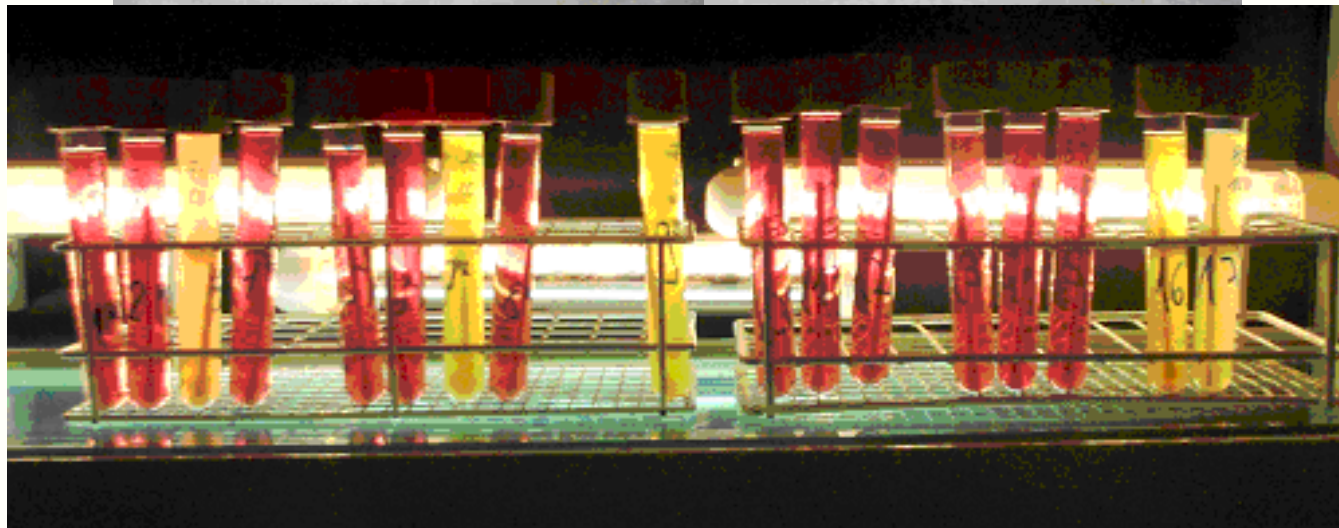
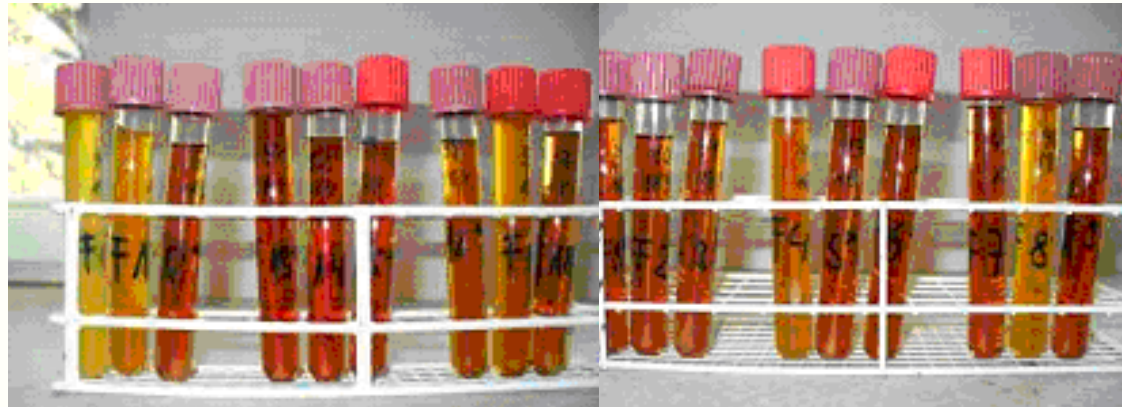
Art	Nährboden	Volumen ml	Art	Bebrütungsdauer Tage
Wasserproben				
Gesamtkeimzahl	Nähragar	1	aerob	2
Hefen	Würzegeatine	250	aerob	3
Biersch. Bakterien	S-Bier	250	flüssig	14
Bierproben				
Standprobe		5 Fl.		28
Membranfiltration				
Hefen	Würzegeatine	3 Fl.	aerob	3
Biersch. Bakterien	S-Bier	3 Fl.	flüssig	14
Fl. = Flaschen				



PROBENVERARBEITUNG (II)

Art	Nährboden	Volumen ml	Art	Bebrütungsdauer Tage
Luftproben				
Hefen	Würzeagar	20	aerob	5
Biersch. Bakterien	NBB Agar	50	anaerob	7
Wischproben	NBB AM		aerob	3
Kohlensäure	S-Bier		anaerob	14
HDE-Wasser	S-Bier		anaerob	14

BEBRÜTETE SWAPS (Tupferproben von einer Füllanlage)



BEURTEILUNG DER ERGEBNISSE (I)

FLASCHENREINIGUNGSMASCHINE

**Gereinigte Flaschen: keine bierschädlichen Bakterien oder Hefen
(Befunde Luft und zulaufendes Frischwasser mit einbeziehen).**

Wischproben und Luftproben im Gesamtkontext beurteilen.

BOTTLE INSPECTOR

Wischproben und Luftproben im Gesamtkontext beurteilen.

BEURTEILUNG DER ERGEBNISSE (II)

❑ **INNERE STERILITÄT FÜLLER**

Abgefülltes Bier darf keine anderen, oder signifikant mehr Keime enthalten als das zulaufende Bier am Füllereinlauf.

HDE- Wasser darf keine bierschädlichen Keime oder Hefen enthalten.

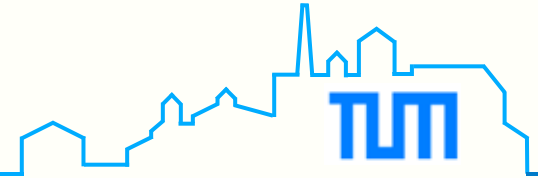
❑ **ÄUSSERE STERILITÄT DER ANLAGEN** (nach Prof. Back)

Positive Befunde der Wischproben maximal

- 10% vor Füllbeginn.
- 30% laufender Betrieb (Füllende).

❑ **LUFTPROBEN**

Es existieren keine Grenzwerte; Ergebnisse haben orientierenden Charakter.



Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit!

Fritz Jacob

Alte Akademie 3

85354 Freising-Weihenstephan

Telefon: +49 (0) 8161 / 71-5170

Telefax: +49 (0) 8161 / 71-4181

E-Mail: f.jacob@wzw.tum.de

www.blq-weihenstephan.de