



AiF 20126 N

„Entwicklung eines mobilen Nachweissystems im Handheld-Format zur quantitativen Bestimmung von vicinalen Diketonen aus Jungbier“

Forschungsstelle I: Albert-Ludwigs-Universität Freiburg
Institut für Mikrosystemtechnik
Lehrstuhl Chemie und Physik von Grenzflächen
Institutsleiter: Prof. Dr. Jürgen Rühle
Projektleiter: Dr. Thomas Brandstetter

Koordinierung: Wissenschaftsförderung der Deutschen Brauwirtschaft e.V., Berlin
Dr. Erika Hinzmann

Laufzeit: 01. 06. 2018 – 31. 05. 2020
Förderung durch das BMWi über die AiF

Ausgangssituation:

Im Brauprozess entstehen in allen Prozessstufen vor allem aber während der Gärung zahlreiche zum Teil erwünschte wie aber auch unerwünschte Aromastoffe. Ein wichtiger Parameter ist dabei der Diacetylgehalt, da höhere Konzentrationen von Diacetyl im Bier einen Fehlgeschmack verursachen. Insbesondere Brauereien ohne eigenes Labor müssen die Testung von Stichproben während des Brauvorganges extern zur Analyse geben oder eigene Prozessrezepturen ohne entsprechende Prozesskontrollen blind durchführen. Ein wesentliches Problem hierbei ist, dass für die Analyse von Diacetyl ein komplexes Anreicherungsverfahren erforderlich ist, um eine exakte Bestimmung vorzunehmen, was eine einfache vor-Ort Analytik für KMU praktisch ausschließt.

Forschungsziel:

Zielsetzung ist daher, ein Nachweisverfahren anzubieten, das ein optimales Diacetylmanagement zur Steigerung der Bierqualität bei gleichzeitiger Kosten- und Zeitersparnis gerade für KMU vor-Ort ermöglichen wird. Kern des Ansatzes für diese vor-Ort-Nachweismethode ist, mit einer sogenannten "Capture and release"-Oberfläche gezielt aus einer Bierprobe im



Durchfluss Diacetyl und analoge Verbindungen anzureichern (Capture) und diese im Anschluss konzentriert von der Oberfläche wieder abzulösen (release). In einem kleinen mobilen Messgerät (Kosten bis zu 2.000 €) würde mittels dieser Oberflächenchemie in einem Kanal ein reaktivierbares Anreicherungsverfahren zum Fangen und gezielten Freisetzen vicinaler Diketone realisiert werden. Dieses erlaubt, Diacetyl aus 100 ml Bierprobe so aufzukonzentrieren, dass anschließend in einfacher Weise photometrisch der Diacetylgehalt und der Gehalt an strukturell ähnlichen Verbindungen quantifiziert werden kann.

Ergebnisse:

Kern des Ansatzes war, mit einer sogenannten "Capture and release"-Oberfläche gezielt aus einer Bierprobe Diacetyl und analoge Verbindungen anzureichern (Capture) und diese im Anschluss konzentriert von der Oberfläche wieder abzulösen (release). Zunächst erfolgte die Entwicklung des "Capture & Release" Prinzips: Dies erfolgte über die Synthese einer Vielzahl von Polymeren zur Anreicherung des Zielmoleküls und die Identifikation eines hochreaktiven funktionellen Polymers zur Anreicherung von Diketonen, sowie die Optimierung des Freisetzungsprozesses mit reversibler und mehrfach verwendbarer Oberfläche und schneller Kinetik. Mit Poly(DMAA-co-VA) und Polyhydraziden sowie verschiedenen Polyolen wurden Polymersysteme entwickelt und deren Binde- und Freisetzungverhalten von Diketonen untersucht. Mit den erfolgreichen Ergebnissen dieser Testreihen wurde der zweite Meilenstein erreicht: Die „Capture & Release“-Oberfläche für VDKs funktioniert qualitativ. Durch die (Weiter-)Entwicklung des Dopamin-Systems und der entsprechenden Mikrofluidik konnte im nächsten Schritt (Design und Erprobung des Anreicherungsmoduls) ein Anreicherungsmodul entwickelt und hohe Anreicherungsfaktoren erreicht werden. Zusätzlich wurde die stark vereinfachte Anreicherung in einem Spritzenfilter mit Membran erprobt und erfolgreich zum Einsatz gebracht. Damit wurde der dritte Meilenstein erreicht: Das Anreicherungsmodul ist entwickelt.

Parallel erfolgte die Entwicklung einer tragbaren vor-ort Detektionseinheit, die Identifizierung einer spezifischen Anfärbe- und Nachweisreaktion außerhalb der Bierfarbstoffe und die Übertragungsmöglichkeit auf andere Substanzen/Detektionsprozesse. Ein Detektionssystem (Entwicklung der mobilen UV-Messeinheit) wurde neu konstruiert und nach Auswahl und Testung der passenden LED und Photodiode erfolgreich zur Konzentrationsbestimmung von vicinalen Diketonen in wässrigen Systemen eingesetzt und ins Gesamtsystem integriert. Die mit der Detektionseinheit erhaltenen Ergebnisse wurden mit denen von einem kommerziellen Photometer verglichen und eine hohe Übereinstimmung festgestellt. Dies führte zum Abschluss des vierten Meilensteins: Die UV/VIS-Einheit zur Detektion von VDKs funktioniert.

Folgend wurde das Arbeitspaket Entwicklung der quantitativen Analyseverfahren im Handheld bearbeitet. Dabei wurde ein Prozess entwickelt mit dem der Diketongehalt in Bier und Wein zuverlässig bestimmt werden kann, basierend auf einer Kapillare als Anreicherungs-einheit mit Peristaltikpumpe und Anfärben der Freisetzungslösung. Die Bestimmung erfolgte durch photometrische Messung mit einem kommerziellen Photometer. In Arbeitspaket Evaluierung des optimierten Workflows wurde angestrebt einen optimierten und damit schnelleren und genaueren Arbeitsablauf zu erreichen. Hierzu wurde an folgenden Parameter gearbeitet: Unterschiedliche Capture/Release Zeiten, pH Abhängigkeit der Freisetzung, Konzentration bzw. Menge der Anfärbechemikalie, Volumenverhältnisse und Grundlinienkorrektur der Anfärbung. Im letzten Schritt (Verifizierungsstudie im Handheld) wurde das entwickelte Detektionssystem für Diketone mit echten Proben verifiziert und ein Demoaufbau erstellt.



Es wurde ebenfalls eine Verifizierung mit Weinproben vorgenommen welche eine sehr gute Übereinstimmung mit der Detektion nach EBC zeigte. Daraus folgte, dass die Eigenfarbe des Weins kein Problem für die Diketonbestimmung darstellt und Proben unabhängig von der Probenmatrix vermessen werden können. Damit können sowohl Wein- als auch Bierproben mit dem neuen Capture&Release-System nach Anfärbung photometrisch bestimmt werden. Final wurde ein tragbarer Demoaufbau entwickelt welcher basierend auf dem Spritzenfilter und dem tragbaren Photometer keine Stromversorgung benötigt und direkt vor-Ort durchgeführt werden kann. Das tragbare System liefert schnelle Ergebnisse mit einer hohen Genauigkeit vergleichbar mit den Messungen des kommerziellen Photometers. Damit konnte das Projektziel ein mobiles Nachweissystem im Handheld-Format zur quantitativen Bestimmung von vicinalen Diketonen aus Jungbier zu entwickeln erreicht werden und der letzte Meilenstein 5: „Die "Capture & Release"-Oberfläche für Diacetyl funktioniert in der mobilen Messeinheit auch quantitativ und stimmt mit der Referenzmethode überein“ abgeschlossen werden.

Das resultierende Gesamtsystem lässt sich als Spritzenfilter oder Kapillarsystem realisieren und anwenden. Mit Blick auf die Referenzsysteme ist es sehr viel schneller, tragbar, kostengünstiger und leicht für KMU anwendbar.

Wirtschaftliche Bedeutung:

Insbesondere für kleinere Betriebe sind viele Prozesskontrollen und Analysenmethoden vor-Ort aufgrund des hohen Investitions- und Personalbedarfs bislang nicht durchführbar. Mit der angestrebten Entwicklung könnten auch diese Unternehmen ihr Qualitätsmanagement deutlich verbessern und die direkte Diacetylbestimmung zur Prozesskontrolle einsetzen. Der Anreicherungsprozess wird die Bestimmung des Diacetylgehaltes direkt aus Bier mit einer Nachweisgrenze bis 0,01 mg/kg gemäß internationalem Standard in 30 min ermöglichen. Dieser UV-/VIS-basierte Technologieansatz ist insbesondere relevant für die Brauwirtschaft aber auch für den Weinbau, für Sensorhersteller, Kunststoffverarbeiter und Labordienstleister nutzbar.

Veröffentlichungen:

F. Tritz, F. D. Scherag, T. Brandstetter und J. Rühle, Entwicklung eines mobilen Nachweissystems im Handheld-Format zur quantitativen Bestimmung von vicinalen Diketonen aus Jungbier. Tagungsbandbeitrag für den MST Kongress Berlin 2019

F. Tritz, F. D. Scherag, T. Brandstetter und J. Rühle, Entwicklung eines mobilen Nachweissystems im Handheld-Format zur quantitativen Bestimmung von vicinalen Diketonen aus Jungbier. Posterbeitrag für den MST Kongress Berlin 2019

F. Tritz, T. Brandstetter und J. Rühle, Beer Analytics_Detection System for Diketones. Posterbeitrag für das interne Event LivMatS meets LiMC2

Patrick L. Fosso Tene, Andreas Weltin, Florian Tritz, Herve J. Defeu Soufo, Thomas Brandstetter, Jürgen Rühle. Cryogel Monoliths for Analyte Enrichment by Capture and Release. *Langmuir*, 2021, 37, 37, 11041–11048. <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/acs.langmuir.1c01638>



Florian Tritz, Development of a mobile detection system in handheld format for the quantitative determination of vicinal diketones from green beer. Posterbeitrag P3.12, International Malting and Brewing Symposium '14th International Trends in Brewing' 17. - 20.10.2021, Leuven Belgien.

Weitere Informationen:

Albert-Ludwigs-Universität Freiburg
Institut für Mikrosystemtechnik
Lehrstuhl Chemie und Physik von Grenzflächen
Georges-Köhler-Allee 103, 79110 Freiburg
Tel.: +49 761 203-7160
Fax: +49 761 203-7162
E-Mail: ruehe@imtek.uni-freiburg.de
Web: <http://www.cpi.uni-freiburg.de/>

Wissenschaftsförderung der Deutschen Brauwirtschaft e.V.
Neustädtische Kirchstr 7A, 10117 Berlin
Tel.: +49 30 209167-19, Fax: +49 30 209167-97
E-Mail: hinzmann@brauer-bund.de
Web: <http://www.wifoe.org>

Das o.g. Projekt der Industriellen Gemeinschaftsforschung der Forschungsvereinigung Wissenschaftsförderung der Deutschen Brauwirtschaft e.V. (Wifö) wurde über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Wissenschaftsförderung
der Deutschen Brauwirtschaft e.V.



Gefördert durch:



aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages