

OI: 10.18832/kp2016014

Vertikální refraktometr pro sledování průběhu kvašení

Vertical Refractometer for the Monitoring of Main Fermentation

Petr KOŠIN, Jan ŠAVEL, Adam BROŽ

Budějovický Budvar, n.p., Karolíny Světlé 4, 370 21 České Budějovice / *Budějovický Budvar, n.p., Karolíny Světlé 4, CZ-370 21 České Budějovice*

e-mail: petr.kosin@budvar.cz

Recenzovaný článek / *Reviewed Paper***Košin, P. – Šavel, J. – Brož, A.: Vertikální refraktometr pro sledování průběhu kvašení.** Kvasny Prum. 62, 2016, č. 3, s. 90–93

Při měření refrakce kvasící mladiny se musí odstranit kvasnice filtrací a vzorek zbavit oxidu uhličitého, což prodlužuje dobu měření. Popisuje se měření refrakce s vertikálně uloženým hranolem bez nutnosti úpravy vzorku. K měření postačuje 50 ml vzorku, doba měření je 1 min, což umožňuje rychlé stanovení stupně prokvašení a řízení kvasného procesu. Jsou uvedeny výpočetní vzorce pro stanovení stupně prokvašení z refrakce a původní refrakce vzorku před kvašením.

Košin, P. – Šavel, J. – Brož, A.: Vertical refractometer for the monitoring of main fermentation. Kvasny Prum. 62, 2016, No. 3, pp. 90–93

Fermenting beer samples usually have to be filtered and degassed prior to refraction measurement with ordinary horizontal digital refractometer. The article deals with the use of vertical refractometer without the need to treat samples prior to the measurement. The volume of sample (50 ml) is sufficiently low as well as the duration of analysis is (around 1 minute per sample), which enables fast determination of the degree of fermentation needed to control the fermentation. Calculation formulas for the degree of fermentation from the refraction and original wort refraction are summarized.

Košin, P. – Šavel, J. – Brož, A.: Vertikal - Refraktometer zur Verfolgung des Gärungsprozesses. Kvasny Prum. 62, 2016, Nr. 3, S. 90–93

Bei der Messung der gärenden Würze ist es notwendig, die Hefe und Kohlendioxid aus dem Muster zu beseitigen, beides verlängert die Messungszeit. In dem Artikel wird eine Messung der Refraktion auf Refraktometer mit einem senkrecht montierten Prismen ohne Notwendigkeit Muster Probenvorbereitung beschrieben. Zur Messung ist es genügend 50 ml Muster, die Messungszeit dauert eine Minute, was ermöglicht eine schnelle Bestimmung des Vergärungsgrades und damit die Steuerung des Gärungsprozesses. Zur Bestimmung des aktuellen Vergärungsgrades und des ursprünglichen Grades der Stammwürze aus der Refraktionsmessung sind die notwendige Berechnungsformel beigefügt.

Klíčová slova: hlavní kvašení, řízení procesu, refraktometr, vertikální hranol, stupeň prokvašení, eliminace zákalu a CO₂**Keywords:** main fermentation, process control, refractometer, vertical prism, degree of fermentation, elimination of haze and CO₂

1 ÚVOD

Metody sledování průběhu kvašení piva se liší způsobem předchozí úpravy vzorku, jehož pracnost je přímo úměrná přesnosti výsledku analýzy. Nejjednodušším způsobem bylo ponoření sacharometru přímo do kvasné kádě, které ve své době neslo nejen riziko rozbití sacharometru a kontaminace piva rtuť, olovem a střepy, ale hlavně bylo kvůli nadnášení sacharometru oxidem uhličitým a ulpívání pěny na stonku sacharometru málo přesné. Přesto v menších provozech požadovanému účelu dodnes dostačuje.

Analýza se zpřesní částečným zbavením oxidu uhličitého třepáním a odečítáním údaje na sacharometru v odměrném válci, čímž lze řídit kvašení i ve větším provozu. Nejpřesnější, ale nejpracnější je způsob, při kterém se po odstranění oxidu uhličitého a kvasnic vzorek analyzuje stejným způsobem jako hotové pivo, například pomocí automatického analyzátoru. Investičně nákladnou alternativou je zapojení automatického analyzátoru v kombinaci s automatizovaným odběrem vzorků přímo v provozu.

Přes jednoduchost měření se pro sledování kvašení málo rozšířily digitální refraktometry s horizontálním uložením vzorku (dále horizontální refraktometry), které sice potřebují podobnou úpravu vzorku jako densitometrické metody, avšak pracují s mnohem menším objemem kapaliny. Nevýhodou je nedostatečná teplotní kompenzace údajů u levnějších přístrojů. Zajímavou alternativou by mohl být vertikálně uspořádaný refraktometr s temperací vzorku (dále vertikální refraktometr), jehož využití je předmětem tohoto sdělení.

2 MATERIÁL A METODY

2.1 Pivo a kvasnice

K pokusům se použil světlý ležák a světlé výčepní pivo a kvasnice spodního kvašení se střední sedimentační schopností. Kvasící pivo se odebíralo přímo z kvasných tanků pivovaru, pivo se známým ob-

1 INTRODUCTION

Methods for the monitoring of main fermentation differ in the way of sample preparation; the labor intensity is directly proportional to the accuracy of analysis result. The easiest way has always been the immersion of hydrometer directly into the fermentation vessel, which brings not only the risk of breakage of hydrometer and contamination of beer by mercury, lead and glass fragments, but also is inaccurate due to the buoyancy of hydrometer by carbon dioxide and due to the beer foam sticking on the hydrometer scale. In spite of these risks is this easy method used in smaller operations up to the present time.

Hydrometric analysis can get more precise by degassing of beer sample and by reading of the hydrometer in a graduated cylinder. Such a method can be successfully used even in bigger breweries. The most accurate, but also the most labor demanding is analysis by automated beer analyzer after the removal of carbon dioxide and yeast in the same way as analysis of the finished beer. Investment-expensive alternative is to set automated beer analyzer in a combination with an automated sampling device directly in the fermentation department.

Monitoring of fermentation with horizontal digital refractometer is only rarely used, despite the simplicity of measurement with much smaller volume of liquid. The disadvantage is the need for sample preparation similar to densitometry and the lack of cheaper devices with temperature control. An interesting alternative could be vertical refractometer with temperature control, of which usage is the subject of this communication.

2 MATERIAL AND METHODS

2.1 Beer and yeast

Pale lager and bottom fermentation yeasts with medium sedimentation rate were used in the experiments. Fermenting beer was sam-

sahem kvasnic se připravilo přimícháním hustých kvasnic do vytřepaného filtrovaného piva, pivo s různým obsahem CO₂ se připravilo smísením nevytřepaného (5 g/l CO₂) a vytřepaného (2 g/l CO₂) piva.

2.2 Analyzátoři

- Automatický analyzátor piva Alcoalyzer Plus (Anton Paar, Rakousko)
 - Horizontální číslicový refraktometr s výpočtovou korekcí na teplotu 20 °C a přesností měření 0,1 % °Brix DR 301-95 (Krüss Optonic, Německo)
 - Vertikální číslicový refraktometr s temperací Peltierovým článkem a přesností 0,05 °Brix Abbemat 300 Juice Station (Anton Paar, Rakousko).
- Při porovnání výsledků analyzátorů se zanedbávají drobné rozdíly mezi °Brix a % hm.

2.3 Výpočty

Z naměřené refrakce (°Brix) a extraktu původní mladiny stanovené automatickým analyzátořem piva se vypočetly hodnoty alkoholu a skutečného extraktu podle dříve publikovaného postupu využívajícího vzorců (1) a (2) (Šavel et al., 2009). Zdánlivý extrakt se vypočetl z relativní hustoty vzorku vzorcem (3) (Basařová et al., 2010). Relativní hustota vzorku se získala z Tabarieho vzorce (4) po převedení skutečného extraktu a alkoholu na relativní hustoty vzorců (5) a (6) (Košin et al., 2008). V praxi častěji používaný zdánlivý stupeň prokvašení se vypočetl podle vzorce (7) (Basařová et al., 2010).

$$A = 0,67062 \cdot P - 0,66091 \cdot R \quad (1)$$

$$E_R = 1,27582 \cdot R - 0,29388 \cdot P \quad (2)$$

$$E_A = -460,234 + 662,649 \cdot h_{EA} - 0,202,414 \cdot h_{EA}^2 \quad (3)$$

$$h_{EA} = h_{ER} + h_A - 1 \quad (4)$$

$$h_{ER} = 7,7240 \cdot 10^{-10} E_R^4 - 6,8676 \cdot 10^{-8} E_R^3 + 1,1830 \cdot 10^{-5} E_R^2 + 3,8786 \cdot 10^{-3} E_R + 1 \quad (5)$$

$$h_A = 1,3687 \cdot 10^{-8} A^4 - 8,5754 \cdot 10^{-7} A^3 + 3,6456 \cdot 10^{-5} A^2 - 1,9324 \cdot 10^{-3} A + 1 \quad (6)$$

$$ADF = \frac{P - E_A}{P} \cdot 100 \quad (7)$$

kde A je alkohol v % hm., P je extrakt původní mladiny v % hm., R je refrakce v °Brix, E_R je skutečný extrakt v % hm., E_A je zdánlivý extrakt v % hm., h_{EA} je relativní hustota vzorku piva, h_{ER} je relativní hustota vzorku piva zbaveného alkoholu, h_A je relativní hustota směsi voda-alkohol o stejné koncentraci alkoholu jako v původním vzorku piva a ADF je zdánlivý stupeň prokvašení v %.

U všech měření se k výpočtům podle vzorců (1) – (7) použily hodnoty extraktu původní mladiny stanovené automatickým analyzátořem piva.

3 VÝSLEDKY A DISKUSE

3.1 Vliv kvasnic a oxidu uhličitého na měření refrakce

Hlavní nevýhodou, která brání přímému využití horizontálních refraktometrů v pivovarství bez předchozí úpravy vzorku, je citlivost měření na plyny uvolňující se z kapaliny a na sedimentující nerozpustitelné látky. Oba vlivy eliminuje refraktometr s vertikálním uspořádáním původně vyvinutý pro výrobce džusů s vysokým obsahem dužniny, která sedimentací narušuje měření. Schéma vertikálního refraktometru uvádí obr. 1.

U horizontálního a vertikálního refraktometru se sledoval vliv oxidu uhličitého a kvasnic v pivo na výsledek měření. Ověřovala se shoda výsledků se vzorky bez oxidu uhličitého a kvasnic a změna údajů přístroje v čase po naplnění refraktometru.

Oxid uhličitý ani kvasnice neměly zásadní vliv na výsledek měření refrakce vertikálním refraktometrem, zatímco u horizontálního refraktometru nebylo možné získat ustálenou hodnotu refrakce u vzorků s vyšším obsahem CO₂ nebo kvasnic (tab. 1 a 2).

U horizontálního refraktometru refrakce vzorků s vyšším obsahem CO₂ neustále kolísala v důsledku vzniku a uvolňování bublin, refrakce vzorků s vyšším obsahem kvasnic rostla s jejich postupující sedimentací. S vertikálním refraktometrem se získaly stabilní hodnoty refrakce (obr. 2 a 3).

pled directly from fermentation vessels in the brewery. Beer with controlled amount of yeast was prepared by mixing filtered degassed beer with yeast suspension. Beer with controlled amount of CO₂ was prepared by mixing degassed (2 g/l CO₂) with standard (5 g/l CO₂) beer.

2.2 Analyzers

- Automated beer analyzer Alcoalyzer Plus (Anton Paar, Austria)
 - Horizontal digital refractometer with calculated compensation to the temperature 20 °C and the accuracy of reading 0.1 % °Brix DR 301-95 (Krüss Optonic, Germany)
 - Vertical digital refractometer with temperature control by Peltier heat pump and the accuracy of reading 0.05 °Brix Abbemat 300 Juice Station (Anton Paar, Austria).
- Result ignore minor differences between units °Brix a % w/w.

2.3 Calculation

From measured refraction (°Brix) and original wort extract measured by automated beer analyzer was calculated the amount of alcohol and the real extract according to the previously published method, which uses formulas (1) and (2) (Šavel et al., 2009). Apparent extract was calculated from the specific gravity by formula (3) (Basařová et al., 2010). Specific gravity was calculated from the Tabarie formula (4) after the conversion of real extract and alcohol to their specific gravities by formulas (5) and (6) (Košin et al., 2008). More practical expression by the apparent degree of fermentation was calculated by formula (7) (Basařová et al., 2010).

$$A = 0,67062 \cdot P - 0,66091 \cdot R \quad (1)$$

$$E_R = 1,27582 \cdot R - 0,29388 \cdot P \quad (2)$$

$$E_A = -460,234 + 662,649 \cdot h_{EA} - 0,202,414 \cdot h_{EA}^2 \quad (3)$$

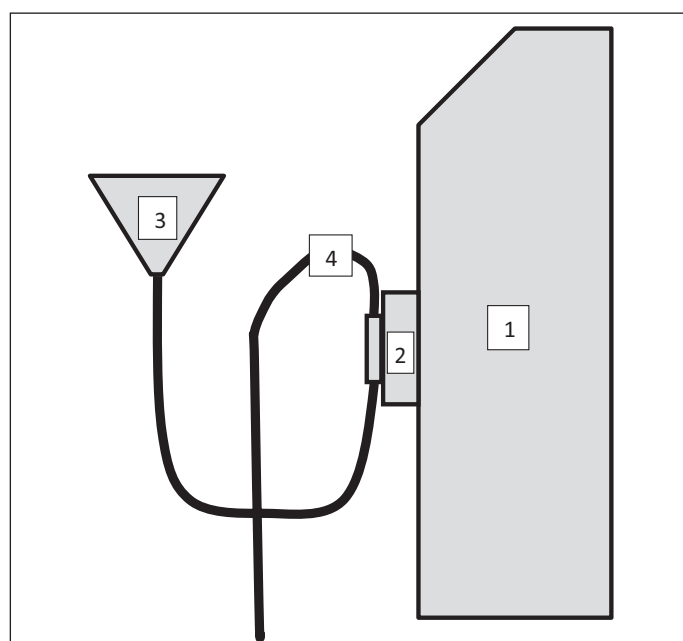
$$h_{EA} = h_{ER} + h_A - 1 \quad (4)$$

$$h_{ER} = 7,7240 \cdot 10^{-10} E_R^4 - 6,8676 \cdot 10^{-8} E_R^3 + 1,1830 \cdot 10^{-5} E_R^2 + 3,8786 \cdot 10^{-3} E_R + 1 \quad (5)$$

$$h_A = 1,3687 \cdot 10^{-8} A^4 - 8,5754 \cdot 10^{-7} A^3 + 3,6456 \cdot 10^{-5} A^2 - 1,9324 \cdot 10^{-3} A + 1 \quad (6)$$

$$ADF = \frac{P - E_A}{P} \cdot 100 \quad (7)$$

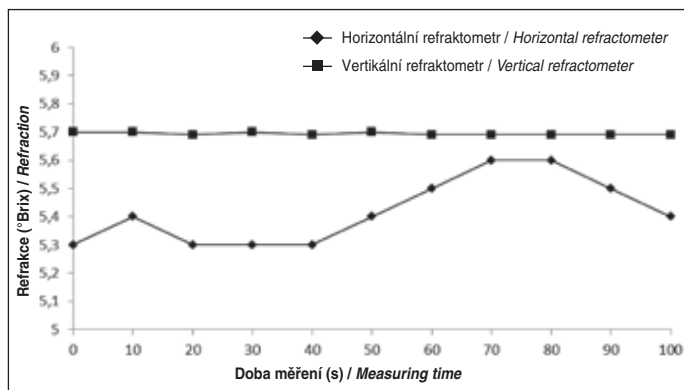
where A is the alcohol in % w/w., P is the original wort extract in % w/w., R is the refraction in °Brix, E_R is the real extract in % w/w, E_A is



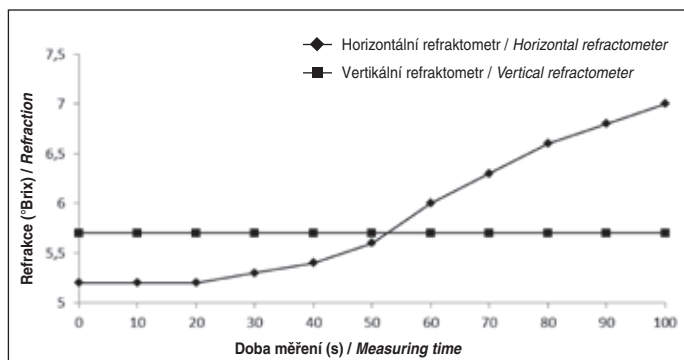
Obr. 1 Vertikální refraktometr: 1 tělo refraktometru, 2 refraktometrický hranol, 3 nálevka vzorku s hadičkou, 4 přeпад do odpadu / Fig. 1 Vertical refractometer: 1 body of refractometer, 2 prism, 3 filler of sample with tubing, 4 overflow to waste

Tab. 1 Refrakce vzorků piva s různým obsahem CO₂ měřená horizontálním a vertikálním refraktometrem / *Table 1 Refraction of beer samples with diverse CO₂ content measured by horizontal and vertical refractometer*

Obsah CO ₂ v pivu / CO ₂ in beer (g/l)	Vertikální refraktometr / Vertical refractometer (°Brix)	Horizontální refraktometr / Horizontal refractometer (°Brix)
2.0	5.70	5.7
3.5	5.70	5.3 – 5.6
5.0	5.69	5.3 – 5.6



Obr. 2 Časový průběh refrakce po naplnění refraktometru vzorkem piva s 5 g/l CO₂ / *Fig. 2 Stability of refraction in time after filling the refractometer by beer with 5 g/l CO₂*



Obr. 3 Časový průběh refrakce po naplnění refraktometru vzorkem vytřepaného piva s přidávkou kvasnic o koncentraci 50.10⁶ buněk/ml / *Fig. 3 Stability of refraction in time after filling the refractometer by beer with 50.10⁶ yeast cells/ml*

3.2 Využití refraktometru pro sledování průběhu kvašení

Vzorky kvasící mladiny odebrané z různých kvasných tanků se bez filtrace a třepání souběžně měřily horizontálním a vertikálním refraktometrem. Stejně vzorky se po vytřepání a filtraci přes křemelinu na papírovém filtru analyzovaly automatickým analyzátořem piva. Hodnoty zdánlivého prokvašení vypočtené z refrakce změřené vertikálním refraktometrem byly významně blíže referenční analýze než hodnoty z refrakce změřené horizontálním refraktometrem (obr. 4 a 5).

Po filtraci a vytřepání vzorků kvasící mladiny vertikální refraktometr poskytoval stále stejné výsledky, ale zdánlivá prokvašení vypočtená z refrakce z horizontálního refraktometru se významně přiblížila referenčním hodnotám (obr. 6).

Pro výpočet alkoholu a skutečného extraktu se použily hodnoty původní stupňovitosti vypočtené automatickým analyzátořem piva, při běžném užití by se použila refrakce vzorku změřená před zakvašením mladiny.

Spotřeba vzorku pro měření vertikálním refraktometrem (cca 50 ml) je vyšší než u horizontálního refraktometru (cca 1 ml), protože vertikální refraktometr vyžaduje větší objem vzorku na proplach před měřením. Doba měření je přibližně 1 minuta na jeden vzorek.

Hlavní výhodou vertikálního refraktometru je odstranění pracnosti s úpravou vzorku a s tím související zkrácení doby analýzy. Přesnost

Tab. 2 Refrakce vzorků piva s různým obsahem kvasnic měřená horizontálním a vertikálním refraktometrem / *Table 2 Refraction of beer samples with diverse yeast content measured by horizontal and vertical refractometer*

Obsah kvasnic v pivu (10 ⁶ buněk/ml) / Yeast in beer (10 ⁶ cells/ml)	Vertikální refraktometr / Vertical refractometer (°Brix)	Horizontální refraktometr / Horizontal refractometer (°Brix)
0	5.70	5.7
25	5.69	5.2 – 7.0
50	5.69	5.2 – 7.0

the apparent extract in % w/w, h_{EA} is the specific gravity of beer sample, h_{ER} is the specific gravity of beer sample after alcohol evaporation and volume refill, h_A is the specific gravity of water-alcohol mixture of the same alcohol concentration as in original beer sample. ADF is the apparent degree of fermentation in %.

Original wort gravity of all samples used in the calculations (1) – (7) was measured by automated beer analyzer, but in practice can be measured prior to the fermentation by refractometer.

3 RESULTS AND DISCUSSION

3.1 The influence of yeast and CO₂ on the refraction

The main disadvantage, which limits wider use of horizontal refractometers for fermentation monitoring without former sample preparation, is the sensitivity of measurement to the bubbles liberating from the liquid and to the sedimentation of undissolved substances. Both influences should be eliminated by the use of vertically orientated refractometer, which was originally developed for producers of fruit juices with high content of flesh. Scheme of vertical refractometer is depicted in Fig. 1.

The influence of CO₂ and yeast in beer on the refraction was measured by horizontal and vertical refractometer. The correspondence of results for samples with and without CO₂ and yeast was verified as well as the stability of refraction in time after the filling of the refractometer.

CO₂ and yeast did not influence the results measured by vertical refractometer, whereas it was almost impossible to get stable results with horizontal refractometer for samples with higher CO₂ or yeast content (Table 1 and 2).

The refraction of samples with higher CO₂ measured by horizontal refractometer was permanently fluctuating as a result of liberating bubbles, refraction of samples with yeast was growing as yeast settled in time. Vertical refractometer gave stable results for both samples (Fig. 2 and 3).

3.2 Use of refractometer for the monitoring of fermentation

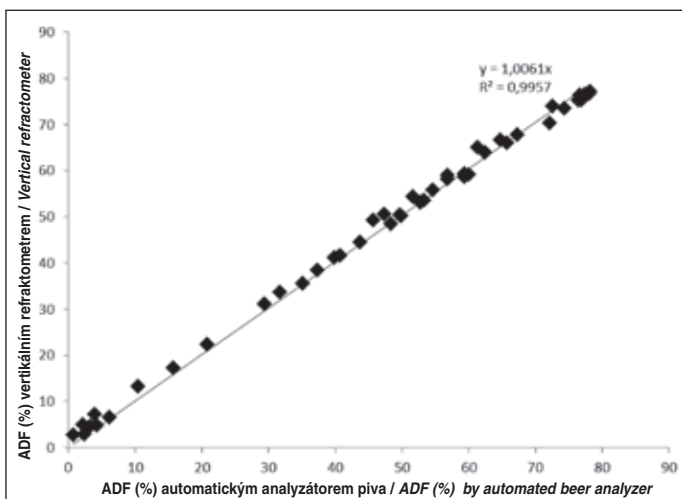
Refractions of samples of fermenting wort sampled from different fermentation vessels were measured without filtration and degassing by horizontal and vertical refractometers. The same samples were simultaneously analyzed by automated beer analyzer after laboratory filtration and degassing. Apparent degrees of fermentation calculated from refraction measured by vertical refractometer were much closer to the reference analysis compared to horizontal refractometer (Fig. 4 and 5).

Vertical refractometer gave sufficiently accurate data for the calculation of apparent degree of fermentation even without filtration and shaking of samples, whilst data from horizontal refractometer got substantially improved only after laboratory filtration and degassing of the samples (Fig. 6).

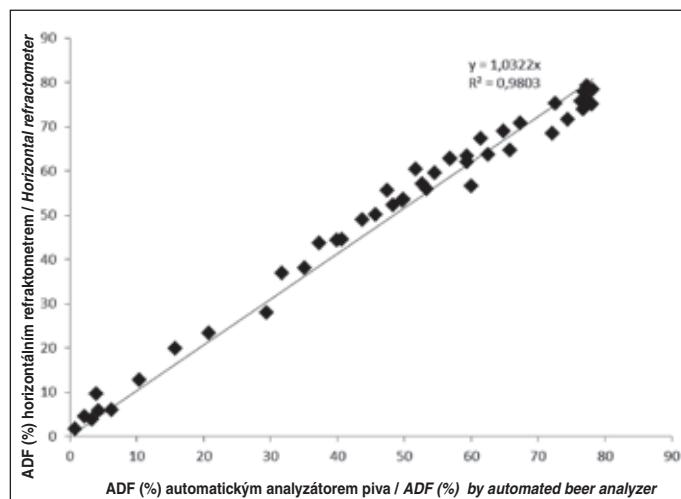
For the calculations of alcohol and real extract were used values of original wort gravity from the automated beer analyzer, in practical use of refractometer the original wort refraction before fermentation would be measured.

The sample volume needed for vertical refractometer (50 ml) is higher compared to the horizontal refractometer (1 ml), because higher volume of sample is needed for the flushing of the measurement chamber. The duration of measurement of 1 sample is approximately 1 minute.

The main advantage of vertical refractometer is the elimination of laborious sample preparation and related shortening of time needed for analysis. The accuracy of tested vertical refractometer is also improved by temperature compensation of the prism. To the contrary such vertical refractometer is substantially more expensive com-



Obr. 4 Regresní závislost zdánlivého prokvašení vypočtená z refrakce změřené vertikálním refraktometrem (bez úpravy vzorku) na zdánlivém prokvašení zjištěném automatickým analyzátořem / Fig. 4 Regression dependence of the apparent degree of fermentation (ADF) by vertical refractometer (without sample preparation) on the ADF measured by automated beer analyzer



Obr. 5 Regresní závislost zdánlivého prokvašení vypočtená z refrakce změřené horizontálním refraktometrem (bez úpravy vzorku) na zdánlivém prokvašení zjištěném automatickým analyzátořem / Fig. 5 Regression dependence of the apparent degree of fermentation (ADF) by horizontal refractometer (without sample preparation) on the ADF measured by automated beer analyzer

zkoušeného vertikálního refraktometru také zvyšuje temperování hranolu Peltierovým článkem. Naproti tomu je vertikální refraktometr ve srovnání s horizontálním přístrojem dražší a jeho využití má význam u velkých pivovarů, které vyžadují častější měření stupně prokvašení velkého počtu vzorků.

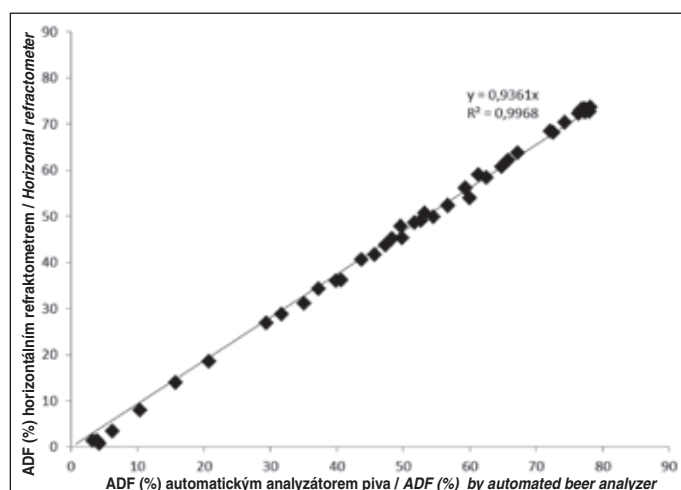
4 ZÁVĚR

Vertikálně uspořádaný refraktometr je vhodný pro provozní kontrolu průběhu kvašení ve velkém počtu kvasných nádob. Kvasící pivo se může měřit bez vytřepávání a filtrace, což snižuje dobu rozboru na 1 min/vzorek a nevyžaduje další zařízení. Přesnost měření dále zvyšuje temperace vzorku Peltierovým článkem.

LITERATURA / REFERENCES

- Basařová, G., Šavel, J., Basař, P., Lejsek, T., 2010: Pivovarství - teorie a praxe výroby piva. VŠCHT, Praha. ISBN 978-80-7080-734-7.
 Košin, P., Šavel, J., Brož, A., Sigler, K., 2008: Control and Prediction of the Course of Brewery Fermentations by Gravimetric Analysis. Folia Microbiol., 53(5): 451–456.
 Šavel, J., Košin, P., Brož, A., Sigler, K., 2009: Použití refraktometrie pro sledování průběhu kvašení. Kvasny Prum., 55: 94–99.

Do redakce došlo / Manuscript received: 10. 9. 2015
 Přijato k publikování / Accepted for publication: 18. 11. 2015



Obr. 6 Regresní závislost zdánlivého prokvašení vypočtená z refrakce změřené horizontálním refraktometrem (po filtraci a vytřepání vzorku) na zdánlivém prokvašení automatickým analyzátořem / Fig. 6 Regression dependence of the apparent degree of fermentation (ADF) by horizontal refractometer (sample filtration and degassing) on the ADF measured by automated beer analyzer

pared to simple horizontal refractometer and so its use is relevant only to bigger breweries, which need more frequent measurement of higher amount of samples.

4 CONCLUSION

Vertical refractometer is suitable for the control of main fermentation in a brewery with higher amount of fermentation vessels. Fermenting beer can be measured without laboratory filtration and shaking, which decreases the duration of analysis to around 1 minute per sample. The accuracy of measurement is sufficient, also due to the temperature control by Peltier heat pump.