

EUR 4511 d

KOMMISSION DER EUROPÄISCHEN GEMEINSCHAFTEN

**ENTWICKLUNG UND UNTERSUCHUNG EINES GERÄTES ZUR
KONTINUIERLICHEN BESTIMMUNG DES
STAMMWÜRZEGEHALTES VON BIEREN
(Schlussbericht)**

von

**H. LANGEL, J. OHM (Frieseke & Höpfner GmbH)
F. ASSELMAYER (TH München)**

1970



Bericht abgefasst von
Frieseke & Höpfner GmbH, Erlangen-Bruck - Deutschland
Euratom-Vertrag Nr. 100-66-4 IRAD
und
Prof. Dr. Ing. F. Asselmeyer
Technische Hochschule München - Deutschland
Euratom-Vertrag Nr. 096-66-4 IRAD

HINWEIS

Das vorliegende Dokument ist im Rahmen des Forschungsprogramms der Kommission der Europäischen Gemeinschaften ausgearbeitet worden.

Es wird darauf hingewiesen, dass die Kommission der Europäischen Gemeinschaften, ihre Vertragspartner und die in deren Namen handelnden Personen :

keine Gewähr dafür übernehmen, dass die in diesem Dokument enthaltenen Informationen richtig und vollständig sind, oder dass die Verwendung der in diesem Dokument enthaltenen Informationen oder der in diesem Dokument beschriebenen technischen Anordnungen, Methoden und Verfahren nicht gegen gewerbliche Schutzrechte verstößt;

keine Haftung für die Schäden übernehmen, die infolge der Verwendung der in diesem Dokument enthaltenen Informationen oder der in diesem Dokument beschriebenen technischen Anordnungen, Methoden oder Verfahren entstehen könnten.

Dieser Bericht wird in den auf der vierten Umschlagseite genannten Vertriebsstellen

zum Preise von DM 5,10	FF 7,75	FB 70,-	Lit. 870,-	Fl. 5,10
------------------------	---------	---------	------------	----------

verkauft.

Es wird gebeten, bei Bestellungen die EUR-Nummer und den Titel anzugeben, die auf dem Umschlag jedes Berichts aufgeführt sind.

Gedruckt von Smeets, Brüssel
Luxemburg, September 1970

Das vorliegende Dokument wurde an Hand des besten Abdruckes vervielfältigt, der zur Verfügung stand.

EUR 4511 d

DEVELOPMENT AND TESTING OF A DEVICE FOR CONTINUOUS DETERMINATION OF THE WORT CONTENT OF BEERS - Final Report by H. LANGEL*, J. OHM* and F. ASSELMEYER**

Commission of the European Communities
Report prepared by *Frieseke & Höpfner GmbH, Erlangen-Bruck(Germany)
Euratom Contract No. 100-66-4 IRAD
and by Prof. F. Asselmeyer - **Technische Hochschule Munich(Germany)
Weihenstephan Physics Institute
Euratom Contract No. 096-66-4 IRAD
Luxembourg, September 1970 - 50 Pages - 16 Figures - FB 70,-

1. In conjunction with Prof. Asselmeyer of the Institute of Physics of the Technical University of Munich, a radiometric device has been developed for the continuous and highly accurate determination of the

EUR 4511 d

DEVELOPMENT AND TESTING OF A DEVICE FOR CONTINUOUS DETERMINATION OF THE WORT CONTENT OF BEERS - Final Report by H. LANGEL*, J. OHM* and F. ASSELMEYER**

Commission of the European Communities
Report prepared by *Frieseke & Höpfner GmbH, Erlangen-Bruck(Germany)
Euratom Contract No. 100-66-4 IRAD
and by Prof. F. Asselmeyer - **Technische Hochschule Munich(Germany)
Weihenstephan Physics Institute
Euratom Contract No. 096-66-4 IRAD
Luxembourg, September 1970 - 50 Pages - 16 Figures - FB 70,-

1. In conjunction with Prof. Asselmeyer of the Institute of Physics of the Technical University of Munich, a radiometric device has been developed for the continuous and highly accurate determination of the

density of beer and other liquid foods or materials. With the use of this compensation method one is practically independent of the measured value of the temperature of the liquid.

II. A new means has been discovered of continuously measuring liquid density for the accurate determination of the concentration of beer during the production process. The use of β -rays has made it possible to increase the recording sensitivity of the radiometric determination of density to $\Delta \rho = \pm 1 \cdot 10^{-4} \text{ g cm}^{-3}$.

An account is given of the results of the laboratory tests on a prototype and of its industrial use over a period of several months. The measurement standards were fulfilled.

density of beer and other liquid foods or materials. With the use of this compensation method one is practically independent of the measured value of the temperature of the liquid.

II. A new means has been discovered of continuously measuring liquid density for the accurate determination of the concentration of beer during the production process. The use of β -rays has made it possible to increase the recording sensitivity of the radiometric determination of density to $\Delta \rho = \pm 1 \cdot 10^{-4} \text{ g cm}^{-3}$.

An account is given of the results of the laboratory tests on a prototype and of its industrial use over a period of several months. The measurement standards were fulfilled.

EUR 4511 d

KOMMISSION DER EUROPÄISCHEN GEMEINSCHAFTEN

**ENTWICKLUNG UND UNTERSUCHUNG EINES GERÄTES ZUR
KONTINUIERLICHEN BESTIMMUNG DES
STAMMWÜRZEGEHALTES VON BIEREN
(Schlussbericht)**

von

**H. LANGEL, J. OHM (Frieeseke & Höpfner GmbH)
F. ASSELMAYER (TH München)**

1970



**Bericht abgefasst von
Frieeseke & Höpfner GmbH, Erlangen-Bruck - Deutschland
Euratom-Vertrag Nr. 100-66-4 IRAD
und
Prof. Dr. Ing. F. Asselmeyer
Technische Hochschule München - Deutschland
Euratom-Vertrag Nr. 096-66-4 IRAD**

ZUSAMMENFASSUNG

I. In Zusammenarbeit mit dem Physikalischen Institut Weihenstephan TH München, Prof. Dr. Asselmeyer wurde ein radiometrisches Gerät entwickelt, mit dem eine hochgenaue kontinuierliche Messung der Dichte von Bier oder auch anderen flüssigen Lebensmitteln bzw. Stoffen möglich ist. Durch die Wahl des Verfahrens (Kompensationsverfahren) wird die Abhängigkeit des Messwertes von der Flüssigkeitstemperatur weitgehend ausgeschaltet.

II. Zur exakten Konzentrationsbestimmung von Bier während des Produktionsvorganges wurde ein neuer Weg zur kontinuierlichen Dichtemessung an Flüssigkeiten gefunden. Die Anwendung von β -Strahlung ermöglichte die Nachweisempfindlichkeit der radiometrischen Dichtebestimmung auf $\Delta\rho = \pm 1 \cdot 10^{-4} \text{ g cm}^{-3}$ zu steigern.

Über die Ergebnisse der Untersuchungen eines Prototyps im Labor- und mehrmonatigen Betriebseinsatz wird berichtet. Die messtechnischen Anforderungen konnten erfüllt werden.

SCHLAGWORTER

MEASUREMENT
REFRACTION
DENSITY
CONCENTRATION
AIR
HUMIDITY
FLUID FLOW
RADIOMETERS

INHALTSVERZEICHNIS

I. Entwicklung eines kontinuierlichen Dichtemeßgerätes zur Bestimmung des Stammwürzegehaltes von Bieren

1. Grundlagen der Bestimmung des Stammwürzegehaltes
2. Forderungen an ein Meßgerät zur kontinuierlichen Dichtemessung an Bieren
3. Wahl des Meßverfahrens
4. Meßmethode
5. Aufbau der Meßkammer
6. Aufbau der Anlage
 - 6.1 Die Meßstelle
 - 6.2 Zentralgerät und Schreiber
7. Wirkungsweise der Anlage
8. Erprobung des Prototyps im Labor und im Brauerei-Betrieb
9. Technische Daten des Prototyps

Literatur

Anhang

1. Berechnung der Druckabhängigkeit
2. Berechnung des minimalen Durchflusses bei Lebensmittelmessung

II. Untersuchung der brautechnischen Einsatzmöglichkeit eines kontinuierlichen Dichtemessers zur Bestimmung des Stammwürzegehaltes von Bieren, Beteiligung am Bau und Erprobung eines Betriebsmeßgerätes

1. Vorbemerkung
2. Aufgabenstellung
3. Konstruktionsgrundlagen und Prototyp
4. Erprobung im Laboratorium
5. Technischer Stand vor dem Betriebseinsatz
6. Betriebserfahrungen
7. Derzeitiger technischer Stand
8. Vorschläge für die endgültige Ausführung

Entwicklung eines kontinuierlichen Dichtemeßgerätes
zur Bestimmung des Stammwürzegehaltes von Bieren

von

H. Langel und J. Ohm
(Frieeseke und Hoepfner GmbH)

1. Grundlagen der Bestimmung des Stammwürzegehaltes *)

Der Stammwürzegehalt von Bieren dient als steuerliche und zollrechtliche Erfassungsgrundlage und als wichtiges Produktionsparameter der Biererzeugung. Die genaue Kenntnis des Stammwürzegehaltes erleichtert die automatische Kontrolle des Produktionsprozesses und die Klassifizierung des Produktes in verschiedene Komponenten.

Als Besteuerungsgrundlage dient die Stammwürze z. B. in den Ländern Bundesrepublik Deutschland, Dänemark und Schweden, das Produkt Stammwürze mal Biermenge in den Niederlanden, Italien und Österreich.

Die Stammwürze kann am fertigen Produkt nur indirekt gemessen werden. Da das Bier ein Mehrkomponenten-Gemisch darstellt, müssen mehrere voneinander unabhängige Größen ermittelt werden. Die Messung von zwei Größen - der Dichte und der Brechzahl - hat sich dabei als ausreichend erwiesen. Aus diesen beiden Größen kann mittels eines von den Prüfbehörden anerkannten Nomogramms nach Prof. Schild der Stammwürzegehalt ermittelt werden.

Bisher wurde die Dichte mit einem Pyknometer und die Brechzahl mit einem Eintauch-Refraktometer an Stichproben im Labor ermittelt. Man strebt jedoch eine automatische, kontinuierliche Messung beider Größen an, die die aufwendigen Labormessungen ersetzt und eine bessere Produktionsüberwachung ermöglicht.

Ein kontinuierlich arbeitendes optisch-elektrisches Refraktometer zur Erfassung der Brechzahl wurde bereits von Herrn Prof. Asselmeyer, Physikalisches Institut Weihenstephan der TH München entwickelt und im Betrieb erprobt. Die auf dem Markt befindlichen Dichtemeßgeräte genügen nicht den Anforderungen der kontinuierlichen Dichtemessung an Bieren.

*) Manuskript erhalten am 4. Mai 1970

2. Forderungen an ein Meßgerät zur kontinuierlichen Dichtemessung an Bieren.

Geforderte technische Daten:

Meßbereich	:	$\int_{20^{\circ}} 0,9982 \dots 1,0300 \text{ g/cm}^3$
Meßunsicherheit	:	$1 \dots 2 \times 10^{-4} \text{ g/cm}^3$
Meßguttemperatur	:	$-2 \dots +10^{\circ}\text{C}$
Flüssigkeitsdruck	:	$0 \dots 2 \text{ atü}$
Zeitkonstante	:	$1 \dots 10 \text{ sec.}$

Die Totzeit, die durch das Volumen des Gerätes und der Zuleitung bedingt ist, soll nicht mehr als 10 sec. betragen.

Das Gerät muß wegen einer möglichen Infektionsgefahr leicht und vollständig zu reinigen sein. Es sollen keine Toträume in der Führung der Flüssigkeit vorhanden sein, da diese die Entstehung von Ablagerungen und damit die Bildung von Bakterienherden begünstigen.

Scharfe Kanten und plötzliche Querschnittserweiterungen sollten möglichst vermieden werden, da sonst Kohlensäureentbindung auftreten kann.

In der Konstruktion sollen nur Materialien, die keine Korrosionserscheinungen zeigen, verwendet werden.

Das Gerät muß spritzwassergeschützt aufgebaut sein, da am Einsatzort feuchte Atmosphäre und nasse Arbeitsmethode vorherrscht. Es sollte einfach zu bedienen sein, da das Personal aus angelernten Arbeitern bestehen soll.

Das Gerät muß bei Anwendung radiometrischer Meßmethoden den Strahlenschutzbedingungen genügen. Eine Veränderung des Bieres durch Strahlung darf nicht erfolgen. Auch bei Beschädigung des Gerätes muß eine radioaktive Verseuchung des Bieres ausgeschlossen sein.

3. Wahl des Meßverfahrens.

Der größte Teil der gestellten Forderungen wird durch radiometrische Meßgeräte erfüllt, die im Gegensatz zu den mechanischen Dichtemeßgeräten keine bewegten Teile enthalten. Die ausgeführten radiometrischen Dichtemeßgeräte benutzen die Absorption von γ -Strahlung im Meßgut als Maß für dessen Dichte (2). Die Dichte wird dabei meist direkt in der Rohrleitung gemessen. Die Meßunsicherheit dieser Geräte beträgt minimal ca. 1 mg/cm^3 , ist also zu groß. Die am Strahlungsdetektor gemessene Intensität J ist gegeben durch die Beziehung:

$$\text{Gleichung 1: } J = J_0 \cdot \exp - \frac{l \cdot \rho}{F_0}$$

Hierin bedeutet J_0 die ohne Absorber gemessene Intensität. Diese ist naturgemäß von der Entfernung Strahler - Strahlungsdetektor abhängig. l ist die Dicke der durchstrahlten Flüssigkeitsschicht, bei Rohren ist sie etwa gleich dem Durchmesser. ρ ist die mittlere Dichte und F_0 ist die $1/e$ -Flächenmasse für den betreffenden Strahler, d.h. die Flächenmasse bei der die Strahlung durch Absorption auf den e -ten Teil absinkt. Durch Differentiation von Gleichung 1 erhält man die Beziehung:

$$\frac{dJ}{J} = - \frac{d\rho}{\rho} \cdot \rho \cdot \frac{l}{F_0}$$

Man sieht, daß bei gegebener relativer Dichteänderung $d\rho/\rho$ und Dichte ρ die relative Intensitätsänderung dJ/J dann groß ist, wenn l groß und F_0 klein ist. Da nun wegen der Abnahme der Strahlungsintensität mit der Entfernung die Größe l nicht beliebig groß gemacht werden kann, bleibt nur die Möglichkeit, F_0 klein zu machen. Das bedeutet die Wahl eines Strahlers mit geringer Durchdringungsfähigkeit der Strahlung. Da γ -Strahlung geringerer Energie nicht verfügbar sind, kommen nur β -Strahler in Frage. Für das Meßproblem wurde Sr 90 wegen seiner großen Halbwertszeit (28 Jahre) und seiner günstigen $1/e$ -Flächenmasse gewählt.

4. Meßmethode.

Als Meßmethode wurde das Kompensationsverfahren mit zwei gleich aufgebauten Meßkammern (Ionisationskammer mit Strahlerhalter) gewählt. In einer Kammer wird die Dichte des Bieres, in der anderen die Dichte der Vergleichsflüssigkeit (Wasser) gemessen. Bei entsprechender Zusammenschaltung der Kammern erhält man einen Meßwert (Differenzstrom I), der etwa proportional zur Dichtedifferenz zwischen Bier und Wasser ist. Der Meßwert bleibt bei Temperaturänderungen in der Meß- und Vergleichsflüssigkeit konstant, weil die dabei verursachten Dichteänderungen vom Bier und Wasser innerhalb des Meß- und Temperaturbereiches gleich sind. Die Temperaturkompensation ist nur dann voll wirksam, wenn keine unzulässig hohe Temperaturdifferenz zwischen dem Bier und dem Wasser auftritt. Durch einen Wärmeaustauscher kann die Differenz zwischen der Bier- und der Wassertemperatur klein gehalten werden.

Die Methode hat gegenüber der häufig verwendeten Spannungskompensation (eine Ionisationskammer und eine Gegenspannungsquelle [2]) folgende Vorteile:

Der Nullpunkt der Anordnung bleibt erhalten, lediglich die Empfindlichkeit nimmt mit dem Strahlerabfall ab. Der Empfindlichkeitsabfall wird durch Erhöhung der Verstärkung des Meßverstärkers aufgehoben

Die Häufigkeit der Justierung wird bei der Kammerkompensation erheblich geringer.

Bei einer Dichteauflösung von $\Delta \rho = 1 \cdot 10^{-4} \text{ g/cm}^3$ erhält man lt. Messung eine relative Stromänderung von $\Delta J/J \approx 2,5 \cdot 10^{-4}$. Der Abstand zwischen zwei Justierungen für die Spannungskompensation berechnet sich zu:

$$\text{Gleichung 2: } \underline{t_{\text{Justier 1}} = 1,44 \cdot T_{1/2} \cdot \frac{\Delta J}{J}}$$

$T_{1/2}$ Halbwertszeit des Präparates ($T_{1/2} \text{ Sr 90} = 28\text{a}$)

$\frac{\Delta J}{J} (\ll 1)$ Verlangte Nachweisunsicherheit

Mit obigen Werten erhält man einen Justierabstand von rund 3,5 Tagen.

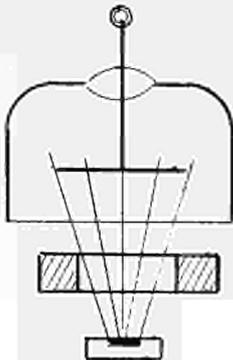
Bei der Kammerkompensation geht der Strahlerabfall nur auf die Abweichung ein und hängt daher mit dem Meßbereichsumfang zusammen.

Bei dem gewählten Meßbereich $\Delta \rho = \rho_{\text{Bier}} - \rho_{\text{H}_2\text{O}} = 318 \cdot 10^{-4} \text{ g/cm}^3$ und der Dichteauflösung $\Delta \rho = 1 \cdot 10^{-4} \text{ g/cm}^3$ erhält man eine zulässige Abweichung von 0,31 % vom Meßbereich. In die Gleichung 2 eingesetzt bekommt man für $t_{\text{Justier } 2} \approx 46$ Tage.

Bei der Spannungskompensationsmethode müßte der angenähert parabelförmig verlaufende Temperaturgang des Wassers (und Bieres) elektrisch nachgebildet werden.

5. Aufbau der Meßkammer.

In einem Versuchsaufbau wurde zunächst eine Anordnung bestehend aus einem Strahler, einer Küvette mit parallelem Strahlenfenster und einer Ionisationskammer verwendet.



Die durch den Flüssigkeitsdruck hervorgerufene Durchbiegung ist aber so groß, daß sie bei der Mindestfenstergröße und der maximalen Fensterdicke unzulässig große Meßwertänderungen hervorruft.

Aus diesem Grunde wurde für die Ausführung der Meßkammer die fertigungsmäßig

schwierige, aber gegen Druckschwankungen unempfindlichere radialsymmetrische Anordnung (zylinderförmiger Strahler in der Mitte des Meßrohres und radialsymmetrische Ionisationskammer um das Meßrohr) verwendet. Die Wandstärke des Strahlerfensters der Meßstelle (Vorabsorption) ergibt sich durch die Forderung, eine genügende Druckfestigkeit des Fensters zu erreichen und die Absorption im Fenster möglichst gering zur Gesamtabsorption (Strahlenfenster und Meßstrecke) zu halten. Mit einer so gewählten Fensterdicke und einer zunächst angenommenen Meßabsorberdicke wurde die Absorptionskurve aufgenommen, d.h. es wurde für verschiedene Flüssigkeitsdichten der Strom einer Ionisationskammer gemessen und auf einfach log. Papier aufgetragen. Abb. Nr. 1 zeigt den Verlauf der Absorptionskurve

Vergleicht man die mit einer I-Kammer gemessene β -Absorptionskurve mit der γ -Absorptionskurve, so kann man in erster Näherung diese Kurve auch durch die Gleichung 1 ausdrücken. Nach weniger als einer $1/e$ -Schicht ergibt sich aber ein steilerer Verlauf als die e -Funktion angibt. Bei höheren Flächengewichten hat die Absorptionskurve einen Wendepunkt, nach dem die Steigung immer kleiner wird. Nach Erreichen der maximalen Reichweite der β -Teilchen geht die Steigung nach Null, Dies wird durch den Untergrund, der aus der durch die β -Strahlung erzeugten Photonenstrahlung (Bremsstrahlung) besteht, verursacht.

Um eine möglichst hohe relative Stromänderung bei einer bestimmten Dichteänderung zu bekommen, müßte man die maximale Steilheit der Absorptionskurve in den Meßbereich legen. Abb. Nr. 2 zeigt eine graphische Methode, mit der die maximale Steilheit einer beliebigen Absorptionskurve gefunden werden kann. Bei der Wahl bzw. Festlegung der günstigsten Meßabsorberdicke ist aber noch ein anderer Einfluß zu beachten: Die Meßunsicherheit durch die Statistik I_{st}/I nimmt mit zunehmenden Flächengewicht bis $F \approx 2 F_0$ zunächst ab und nimmt mit weiter steigendem Flächengewicht wieder zu. Die Dicke der durchstrahlen Flüssigkeitsschicht d_0 wurde mit 3,5 mm festgelegt.

Die Konstruktion wird weitgehend durch die Forderungen unter Punkt 2 bestimmt. Um das Meßrohr gut reinigen zu können, muß der im Zentrum des Meßrohres befindliche Strahlerhalter entfernt werden können. Da das Meßrohr nur eine geringe Wandstärke hat, kann es keine tragende Funktion erfüllen. Das Meßrohr muß gegen das Ionisationskammervolumen vollkommen abgedichtet werden. Dies erfordert eine hochwertige Verbindungsstelle.

In Abb. Nr. 3 ist das Schnittbild des verbesserten Prototyps einer Meßkammer dargestellt.

Das Meßgut fließt durch den unteren Einlaufstutzen 5 in das Meßrohr (Meßstelle 1; Wandstärke ca. 0,23) an dem Strahlerhalter 2 (Strahler 100 mCi Sr 90, Meßstelle 1, Wandstärke 0,23 mm) vorbei und durch den oberen Auslaufstutzen 5 wieder heraus.

Der Strahlerhalter wird durch den Stift 3 in seiner Lage fixiert und durch den Flansch 4 fest mit dem Meßkammergehäuse verbunden. Längenänderungen des Meßrohres durch Temperaturänderungen des Meßgutes werden durch die Membran 6 aufgefangen. Die durch den im Strahlerhalter befindlichen Sr 90-Strahler ausgesandten β -Teilchen gelangen durch das Meßgut (Meßabsorberdicke 3,5 mm) und durch das Meßrohr in den gasgefüllten Ionisationskammerraum. Dieser gasdichte Raum enthält die zwei notwendigen Elektroden, Mittelelektrode oder Meßelektrode 7 und Saug- bzw. Aussenelektrode 8 zum Abtransport der durch die Strahlung erzeugten Elektronen und Ionen. Beide Elektroden sind durch insgesamt 9 Keramikisolatoren (Aluminiumoxydscheiben 9) vom Gehäuse isoliert und werden zum Anschluß über zwei Durchführungen 10 herausgeführt. Die äusseren Abmessungen der Kammer werden durch die Flanschteile 11 und 12 sowie dem Zylinder 13 begrenzt. Sorgfältig ausgeführte Schweißungen und Lötungen sowie ein späterer Lecktest gewährleisten die notwendige Dichtheit des I-Kammerraumes. Um den äusseren Zylinder der Meßkammer und auf dessen Stirnseite ist eine 20 mm starke Bleiabschirmung 14 angebracht, die die heraustretende Bremsstrahlung auf etwa 6 % der Anfangsintensität schwächt. Zum Schutz des oberen Strahlerhalter- teiles wird eine Schutzkappe 15 aufgeschraubt.

Das Schnittbild für den Strahlerhalter ist auf Abb. Nr. 4 dargestellt. Der zylinderförmige, durchbohrte Sr.90-Strahler 3 (Abmessung $15 \times 5 \text{ } \varnothing$) ist fest mit der Strahlerhalterstange 2 verschraubt. Die Dichtung 4 schließt mit dem Flansch der Strahlerhalterstange den Innenraum des Strahleraufnahmerohres 1 von der äusseren Atmosphäre ab.

Beim ersten Meßkammer-Prototyp wurde der Ionisationskammerraum mit O-Ringen abgedichtet. Messungen an zwei Kammern ergaben, daß sich die erforderliche Dichtheit mit O-Ringen nicht erreichen ließ.

6. Aufbau der Anlage.

Im wesentlichen besteht das Bierdichtemeßgerät aus der Doppelmeßkammeranordnung (Meßstelle), dem Zentralgerät und dem Anzeigeelement (Potentiometerschreiber). Siehe Abb. Nr. 5.

6.1 Die Meßstelle.

Die Meßstelle besteht aus zwei auf einen u-förmigen Rahmen montierten Meßkammern. Im Rahmen unter den Kammern ist ein Rundbehälter angeschweißt, der einem Teil der Elektronik (Verstärker, Hochohmwiderstand mit Thermostat) aufnimmt. Siehe Abb. Nr. 6

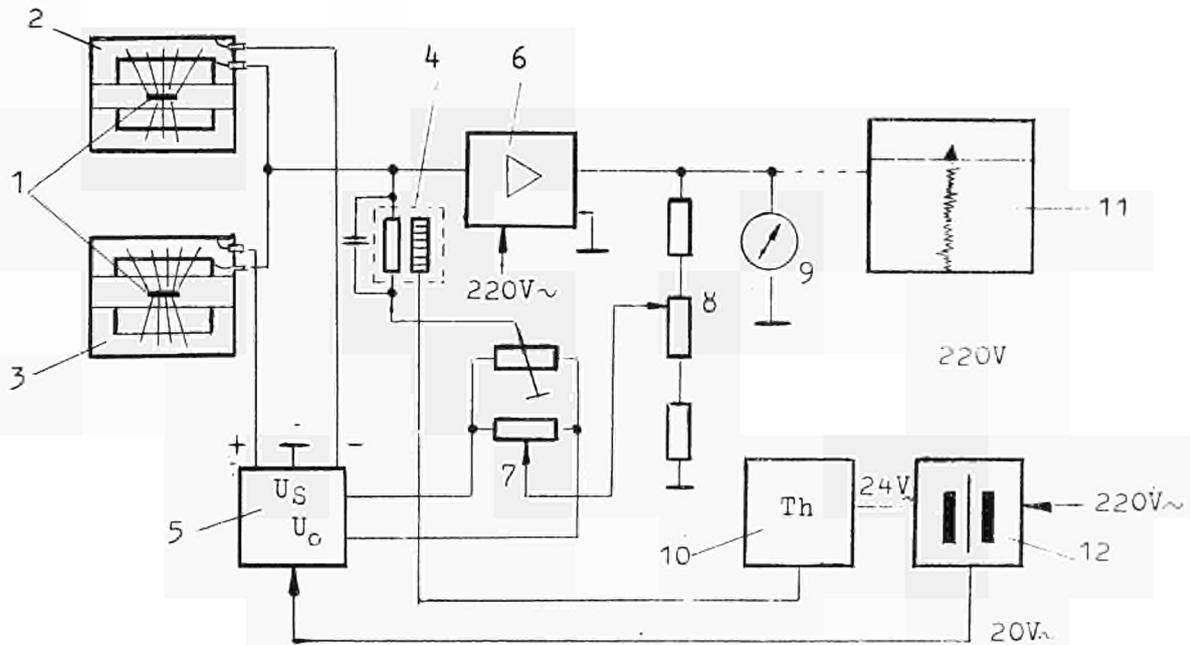
Der Verstärkerraum wird durch O-Ringe feuchtigkeitsdicht abgedichtet.

6.2 Zentralgerät und Schreiber.

Das Zentralgerät ist spritzwasserdicht in einem handelsüblichen Gußkasten mit Tür eingebaut. Es enthält die Stromversorgung, einen Spannungswandler zur Erzeugung der Saugspannung sowie eine Spannung zur Nullpunktjustierung.

Sämtliche Bedienelemente zur Justierung und zum Ausgleich des Strahlerabfalls sind im Zentralgerät untergebracht. Zur Registrierung des Meßwertes dient ein Potentiometer-schreiber. Die Genauigkeit und die Schreibbreite müssen groß genug sein, um die mögliche Auflösung zu erreichen.

(Schreiberdaten: z. B. 0,25 % Meßunsicherheit;
Schreibbreite 250 mm)

7. Wirkungsweise der Anlage.

Blockschaltbild

- 1 Strahlungsquelle, je 100 mCi Sr 90
- 2 Meß- und Vergleichs-Ionisationskammer
- 3 Meß- und Vergleichs-Ionisationskammer
- 4 Thermostat mit Hochohmwiderstand $10^{10} \Omega$
- 5 Saugspannungsquelle $U_S \pm 200 \text{ V}$ mit Nullpunktspannung U_0
- 6 Kapazitätsdiodenverstärker
- 7 Nullpunkt-Potentiometer
- 8 Gegenkopplungsteiler
- 9 Nullinstrument
- 10 Thermostatsteuerung
- 11 Potentiometerschreiber
- 12 Netzgerät

Je nach der Dichte der Meß- bzw. Vergleichsflüssigkeit werden die von dem radioaktiven Präparat 1 austretenden β -Teilchen mehr oder weniger absorbiert. Die durch das Meßgut hindurchgehenden Teilchen erzeugen im Ionisationskammervolumen einen Strom, der proportional der Teilchenintensität ist. Die Ionisationskammern 2 und 3 sind in Differenz geschaltet. Diese Schaltung erreicht man dadurch, in dem man die Mittelelektroden der Ionisationskammern untereinander verbindet und die Saug-elektrode der einen Kammer an negative Spannung und der anderen an positive Spannung legt. Bei Dichtegleichheit von Meß- und Vergleichsflüssigkeit heben sich die beiden gleichgroßen, aber entgegengesetzt fließenden Ströme auf.

Der Differenzstrom (Meßstrom) I wird durch den Kapazitätsdioden-verstärker 6, der in Spannungs-Parallel-Gegenkopplung betrieben wird, verstärkt.

Als Gegenkopplungswiderstand dient der Hochohmwiderstand 4, der durch einen Thermostaten (Thermostatsteuerung 10) auf konstanter Temperatur gehalten wird. Zur Justierung des Nullpunktes wird das Nullpunkt-Potentiometer 7 so verstellt, daß bei Durchleitung von Wasser durch beide Kammern das Nullinstrument 9 keine Abweichung mehr zeigt. Mit der variablen Gegenkopplung 8 kann der Empfindlichkeitsabfall durch Strahlerabfall nach einem Zeitplan ausgeglichen werden.

8. Erprobung des Prototyps im Labor und im Brauerei-Betrieb.

Die Eichung des Gerätes und alle damit zusammenhängenden Untersuchungen sind lt. Vertrag vom Physikalischen Institut Weihenstephan, Prof. Dr. Asselmeyer, übernommen worden. Der Versuchseinsatz des Bierdichtemessers im Filterkeller der Staatsbrauerei Weihenstephan erfolgte ebenfalls durch Vorbereitung und Betreuung der oben genannten Stelle. Die Untersuchungsergebnisse werden in einem getrennten Bericht vorliegen.

Auf Abb. Nr. 7 ist der Rohr- und Leitungsplan für den Anschluß und Aufbau der Bierdichte-Meßanlage dargestellt.

Man erkennt im Kreislauf der Biermeßkammer die Magnetventile 3 und 4, die bei einem Strahlerhalterrohrbruch (drohende Verseuchungsgefahr bei ev. Undichtigkeit des Strahlers) den Lebensmittel-Zu- und Ablauf abschalten. Die Sicherheitsschaltung funktioniert folgendermaßen:

Die erhöhte Absorption durch das in den Strahlerhalter eingedrungene Bier bringt den Schreiber nach höherer Dichte auf Anschlag. Der in den Schreiber eingebaute Mikroschalter betätigt die Magnetventile und schaltet den Meßkammerkreislauf von der Hauptleitung ab.

9. Technische Daten des Prototyps.

A n m e r k u n g : Es werden nur die Daten angegeben, die bei uns bekannt sind oder von uns ermittelt wurden.

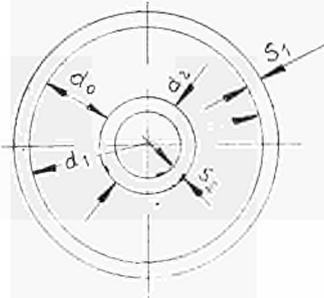
Meßbereich	:	$\rho_{200} = 0,9982 \dots 1,0300 \text{ g/cm}^3$
Ausgangssignal	:	0 ... ca. 2,5 V (etwa linear) bis 15 mA belastbar
Meßunsicherheit durch Statistik	:	$\pm 0,00015 \text{ g/cm}^3$
Zeitkonstante	:	10 s
Zul. Flüssigkeitsdruck	:	0 ... 2 atü
Durchfluß für Lebensmittel:	:	$\geq 1,5 \text{ ltr/h}$
Verwendete Strahler	:	2 x 100 mCi Sr 90
Umgebungsbestrahlung in 1 m Abstand	:	0,2 m rem/h
Anschlußwerte, Netzspannung:	:	220 V; 50 Hz
Leistungsaufnahme	:	20 VA (ohne Schreiber)

Literatur

1. "Ein registrierendes optisch-elektrisches Refraktometer für die Konzentrationsbestimmung in der Brauerei".
F. A s s e l m e y e r und K. H ö h n ,
Brauereiwissenschaft, 18. Jahrgang, Nr. 5, 1965

2. "Dichtemessung mittels Radioisotopen".
H. L a n g e l ,
Industrie-Anzeiger, 87. Jahrgang, Nr. 18, 1965

3. "Deutsches Atomgesetz und Strahlenschutzrecht".
F i s c h e r h o f ,
Nomos Verlagsgesellschaft Baden-Baden, Kommentar Band II 1966

Anhang1. Berechnung der Druckabhängigkeit

$$d_1 = 13,21 \text{ mm } \varnothing$$

$$S_1 = S_2 = 0,23 \text{ mm}$$

$$d_2 = 6,19 \text{ mm } \varnothing$$

$$E = 20300 \text{ kp/mm}^2$$

(alle Maße sind Mittelwerte)

Querschnitt des Meßrohres.

Der Einfluß des Flüssigkeitsdruckes wird einmal durch die Kompressibilität K der Flüssigkeit, zum anderen durch die Änderung der Dicke d_0 der durchstrahlten Flüssigkeitsschicht hervorgerufen. Die letztere ändert sich, weil bei Druckerhöhung das äußere Rohr gedehnt und das innere zusammengedrückt wird.

Die Änderung der Flächenmasse der Flüssigkeit bei einer Erhöhung des Druckes um Δp ist:

$$\Delta F = (d_0 \frac{\partial \rho}{\partial p} + \int \frac{\partial d_0}{\partial p}) \cdot \Delta p$$

Die Dichteänderung ergibt sich durch Division von d_0

$$\text{Gleichung 3: } \Delta \rho = \left(\frac{\partial \rho}{\partial p} + \frac{1}{d_0} \frac{\partial d_0}{\partial p} \right) \cdot \Delta p$$

Hierin ist $\frac{\partial \rho}{\partial p} = K \approx 5 \cdot 10^{-5} / \text{atü}$ die Kompressibilität.

Unter Anwendung der Formeln:

$$\sigma = \frac{d}{2s} \cdot p \quad (\text{Zug- oder Druckspannung})$$

$$\text{und} \quad \frac{\Delta d}{d} = \frac{\sigma}{E} \quad (\text{Dehnung oder Kompression})$$

Auf beide Rohre ($d = d_1$ bzw. d_2) und mit $d_0 = (d_1 - d_2) / 2$ ergibt für den zweiten Ausdruck in Gleichung 3:

$$\frac{1}{d_0} \cdot \frac{\partial d_0}{\partial p} = \frac{1}{E} \frac{(d_1 + s) d_1 + (d_2 - s) d_2}{2s (d_1 - d_2)} = 0,33 \cdot 10^{-4} / \text{atü}$$

Der gesamte Druckeinfluß ist $\frac{\Delta \rho}{\Delta p} = 0,83 \cdot 10^{-4} \text{ g/cm}^3 \text{ atü}$

2. Berechnung des minimalen Durchflusses bei Lebensmittelmessung.

Nach § 1 der Lebensmittel-Bestrahlungs-Verordnung vom 19. Dez. 1959 (3) (BG Bl. I, S. 761) darf die von dem Lebensmittel absorbierte Strahlendosis 10 rd nicht überschreiten.

Für das Bierdichtemeßgerät ergibt sich also für den verwendeten Strahler und für das aus der Konstruktion gegebene Meßvolumen ein Mindestdurchsatz der Meßflüssigkeit, bei dem die zulässige Dosis gerade erreicht wird.

Näherungsweise kann dieser Mindestdurchsatz berechnet werden.

$$\text{Gleichung 4: } \underline{P \approx A \cdot n \cdot \eta \cdot \bar{E} \cdot e_0}$$

worin P Leistung (W)

A Aktivität des Strahlers (Ci)

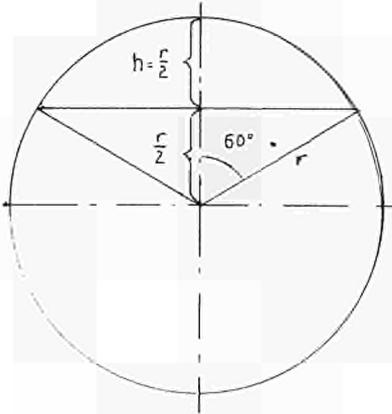
n $3,7 \cdot 10^{10}$ Zerfälle/sCi

Geometriefaktor (1)

$\bar{E} \approx \frac{\bar{E}_{\max}}{3}$ mittlere Energie der Elektronen (eV)

e_0 Elementarladung ($\approx 1,6 \cdot 10^{-19}$ As)

Der Geometriefaktor kann annähernd bestimmt werden. Aus der Schnittzeichnung der Ionisationskammer (Abb. Nr. 3) entnimmt man, daß die vom Präparat ausgesandten Partikel in einen Raumwinkel von etwa 60° ionisieren können.



Das Verhältnis der Oberfläche der Kugelkappe zur Oberfläche der gesamten Kugel ergibt näherungsweise den Geometriefaktor:

$$\eta = \frac{O_{kk}}{O_k} = \frac{2 \pi r h}{4 \pi r^2} = 0,25$$

Durch die Schwächung im Strahlerhalterfenster (ca. 0,23 mm Fe) erreicht nur noch ca. 37 % der Anfangsintensität das Meßvolumen.

In der Meßflüssigkeit wird die einfallende Strahlung auf 7 % geschwächt. Die Masse des bestrahlten Lebensmittelvolumens erhält man aus der Hohlzylinderformel (Abmessungen siehe 1. Berechnung der Druckabhängigkeit).

$$M = V \cdot \rho = h (d_1^2 - d_2^2) \frac{\pi}{4} \rho \approx 1,3 \text{ g}$$

Mit den Umrechnungskonstanten $1 \text{ W}_S \hat{=} 10^7 \text{ erg}$ und $1 \text{ rd} = 100 \text{ erg/g}$ ergibt sich aus Gleichung 4 die in einer Sekunde absorbierte Energie zu 380 erg. Daraus kann man die Energiedosis bestimmen. Mit der zulässigen Dosis errechnet sich eine zulässige Verweilzeit von rund 3,45 s für das Flüssigkeitsvolumen.

Der kleinste noch zulässige Durchfluß berechnet sich dann aus:

$$Q = \frac{V}{t} \text{ zu } \underline{1,35 \text{ l/h}}$$

worin

Q	Durchfluß (l/h)
V	durchstrahltes Volumen (cm ³)
t	zulässige Verweilzeit (s)

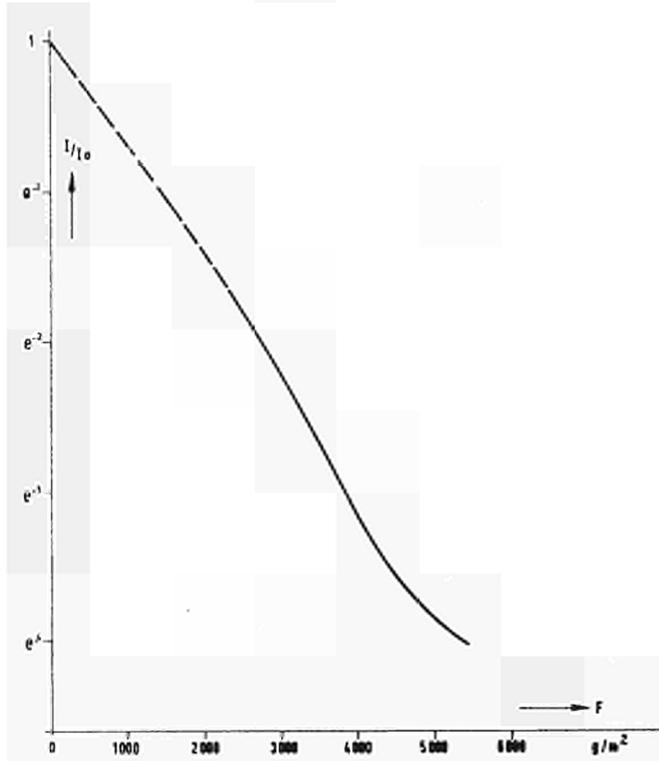


Abb. 1 Absorptionskurve für Sr90-Y90 und leichte Absorber
Bierdichte - Meßkammer
(Vorabsorber $2 \times 0,23 \text{ mm Fe} \approx 3500 \text{ g/m}^2$)

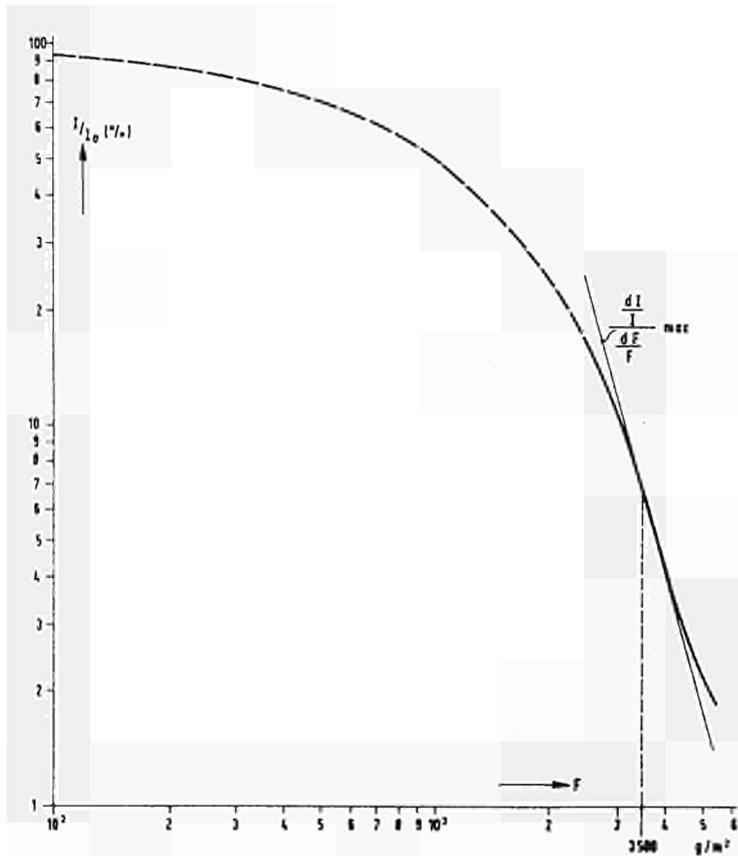
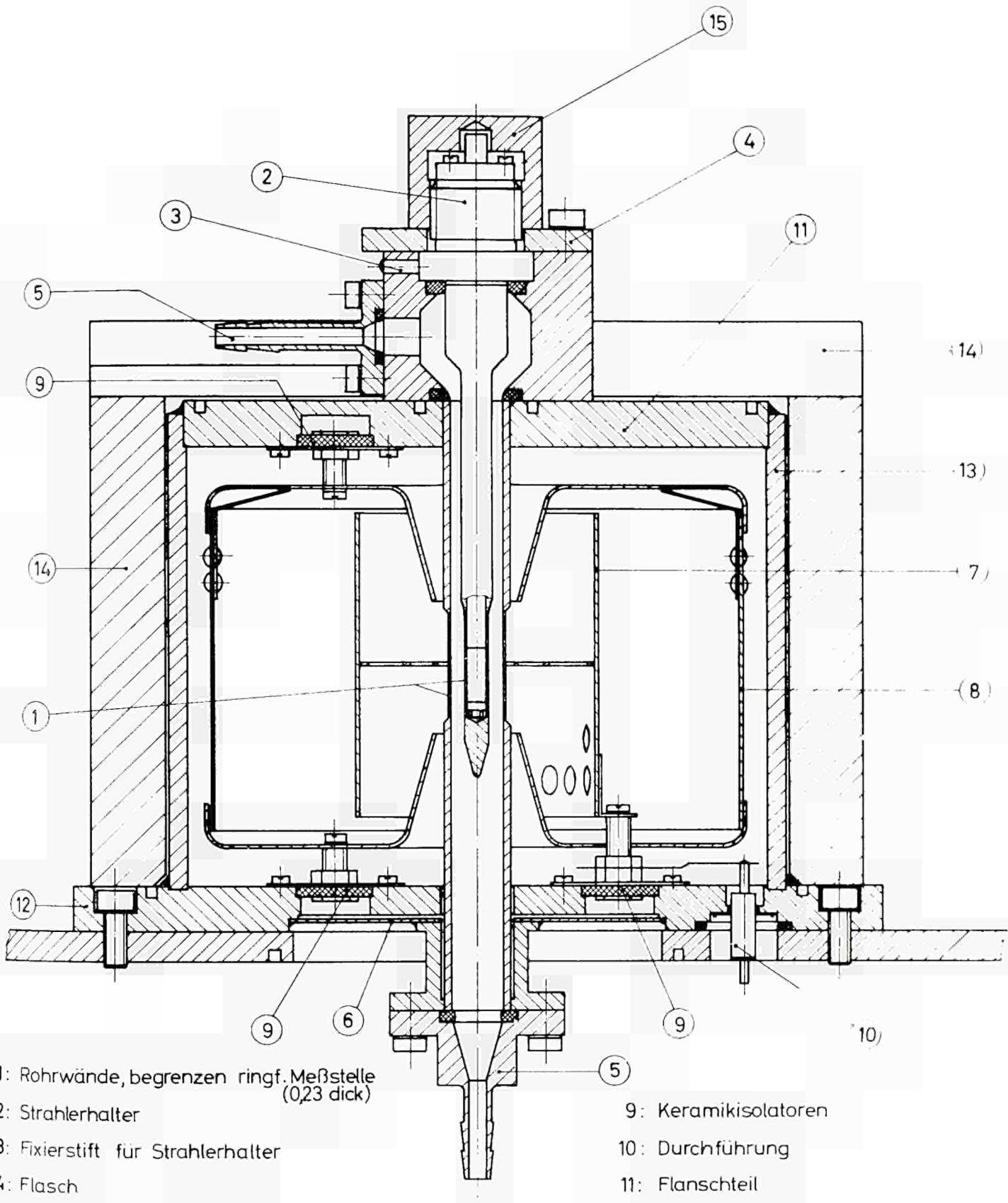


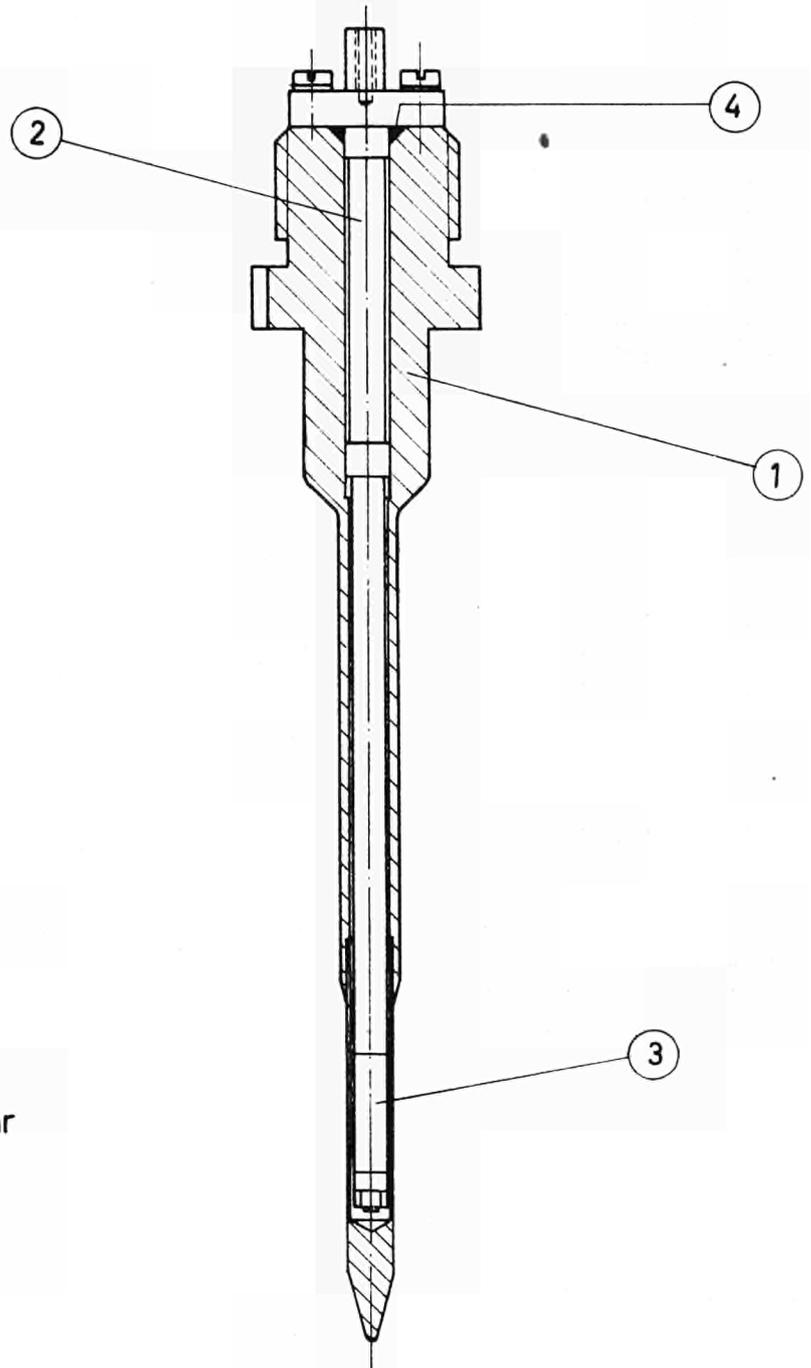
Abb. 2 Auffindung des Empfindlichkeitsmaximums
(Vorabsorber $2 \times 0,23 \text{ Fe}$)



- 1: Rohrwände, begrenzen ringf. Meßstelle
(0,23 dick)
- 2: Strahlerhalter
- 3: Fixierstift für Strahlerhalter
- 4: Flasch
- 5: Ein- u. Auslauf
- 6: Membrane
- 7: Meßelektrode
- 8: Saugelektrode

- 9: Keramikisolatoren
- 10: Durchführung
- 11: Flanschteil
- 12: Flanschteil
- 13: rohrförm. Kammerteil
- 14: Abschirmung aus Blei
- 15: Schutzkappe

Abb.3



- 1: Strahleraufnahmerohr
- 2: Strahlerhalterstange
- 3: Sr⁹⁰ - Strahler
- 4: O - Ring - Dichtung

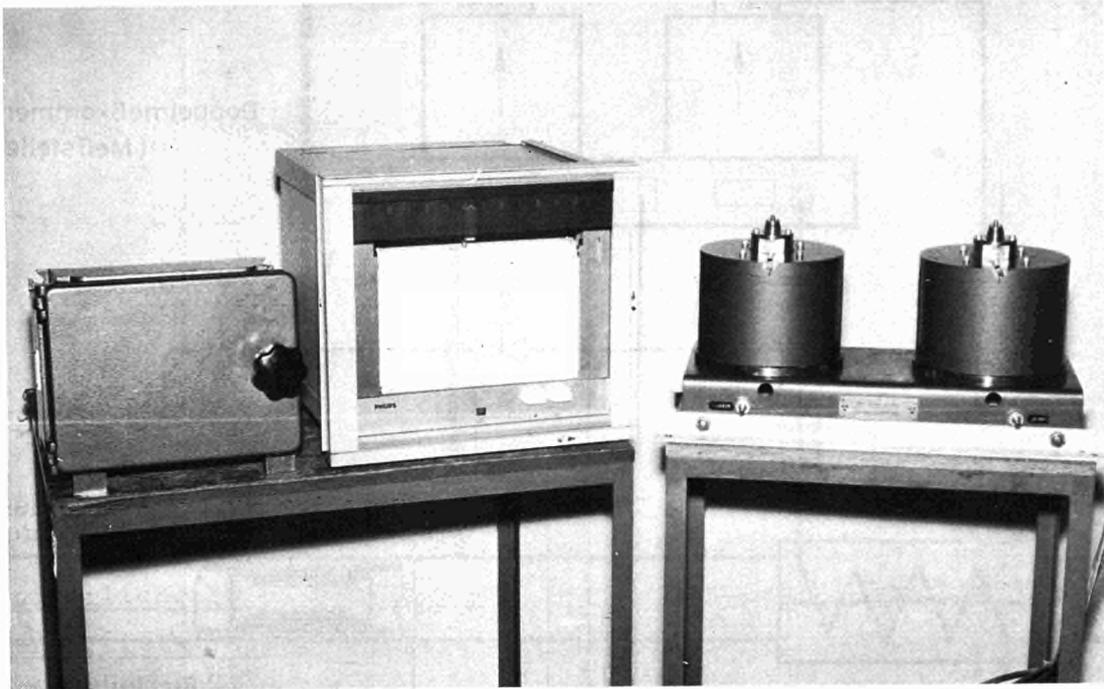


Abb. 5: Aufbau der Anlage

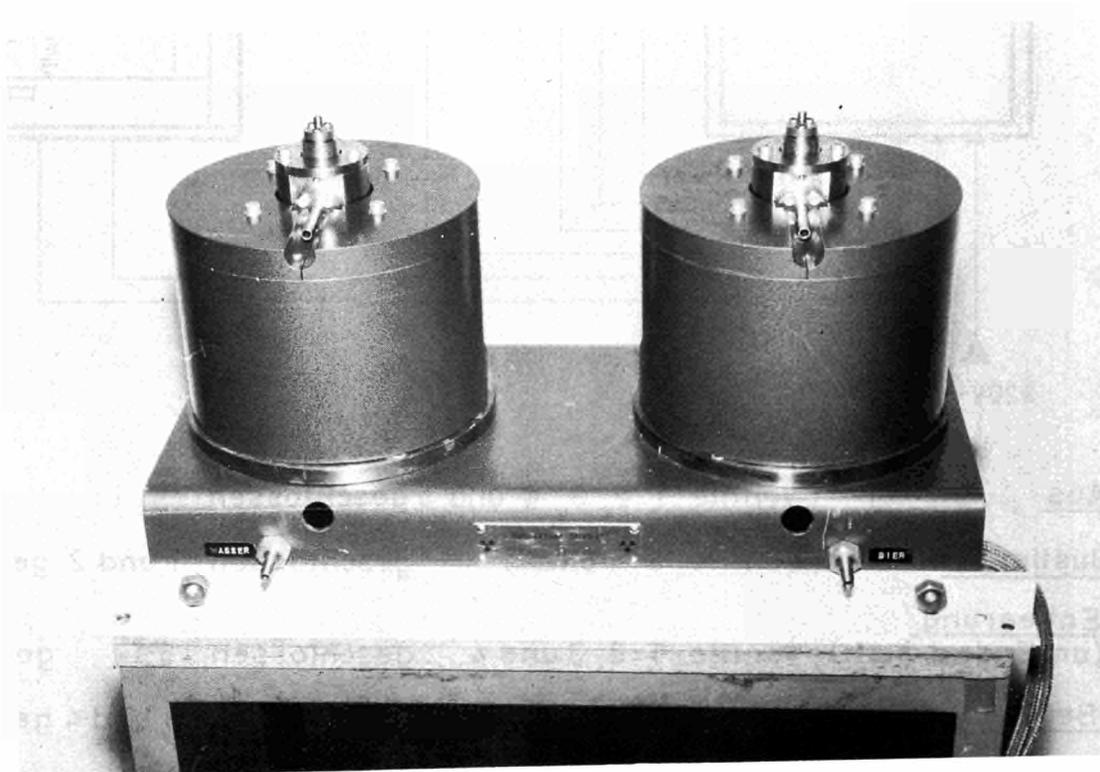
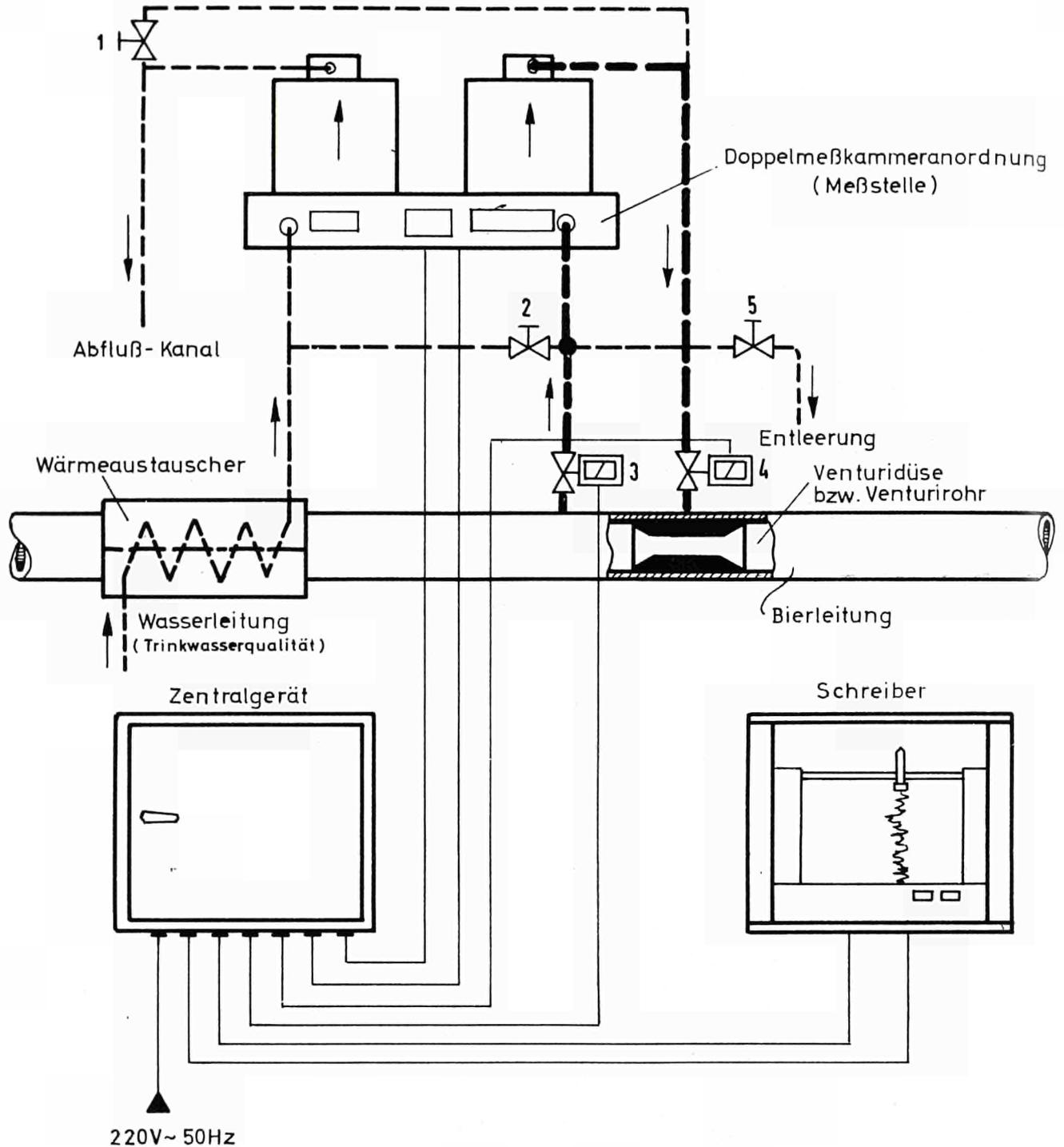


Abb. 6: Meßstelle



- Aus : Ventile 1, 2, 3, 4 und 5 geschlossen
- Justieren : Ventile 3, 4 und 5 geschlossen, 1 und 2 geöffnet
- Entleerung
(am Ende d. Just.) : Ventile 1, 2, 3 und 4 geschlossen, 5 geöffnet
- Betrieb : Ventile 1, 2 und 5 geschlossen, 3 und 4 geöffnet

Abb. 7 Anordnung Bier-Dichte-Meßanlage

Untersuchung der brautechnischen Einsatzmöglichkeit eines
kontinuierlichen Dichtemessers zur Bestimmung des Stammwürzegehaltes
von Bieren, Beteiligung am Bau und Erprobung eines Betriebsmeßgerätes

von

Prof. Dr.-Ing. F. Asselmeyer
Physikalisches Institut Weihenstephan der
Technischen Hochschule München

Forschungsarbeit: Untersuchung der brautechnischen Einsatzmöglichkeit eines kontinuierlichen Dichtemessers zur Bestimmung des Stammwürzegehaltes von Bieren, Beteiligung am Bau und Erprobung eines Betriebsmeßgerätes

1) Vorbemerkung:

Das Physikalische Institut Weihenstephan arbeitet schon seit vielen Jahren an den meßtechnischen Problemen der Erfassung von physikalischen Daten von Würzen und Bieren, um in der Großfabrikation die betriebliche Sicherheit zu garantieren. Im Rahmen dieser Arbeiten wurde bereits ein kontinuierlich registrierendes Refraktometer entwickelt, das eine Genauigkeit von $\Delta n_D = \pm 2 \cdot 10^{-5}$ besitzt. Zur kontinuierlichen Bestimmung der Zusammensetzung von Bier als ternäre Mischung sind in der von Prof. Dr. E. Schild* angegebenen refraktometrischen Bieranalyse mit Hilfe eines Nomogramms als Laborverfahren aber 2 Meßgrößen notwendig, also neben der Brechzahl noch die Dichte des Meßgutes. Aufgrund dieser Tatsache wurde vom Physikalischen Institut Weihenstephan, Prof. Dr.-Ing. F. Asselmeyer, die obige Forschungsarbeit durch Kuratom angeregt, wobei Kuratom die Zusammenarbeit mit der Firma Frieseke und Hoepfner, Erlangen, vorschlug. Somit ergab sich folgende Aufgabenstellung:

2) Aufgabenstellung:

Als Meßaufgabe war das Problem der kontinuierlichen Dichtemessung an Bier zu lösen. Entwicklungsziel war ein vollautomatisches Betriebsmeßgerät.

An ein Dichtemeßgerät zur kontinuierlichen Betriebsmessung werden

*Schild, E., G. Irrgang: Brauwissenschaft 9, (1956) S. 314
Brauwissenschaft 10, (1957) S. 19

als Konstruktionsunterlagen vom Physikalischen Institut Weihenstephan (i. Folg. PIW) folgende Anforderungen gestellt:

1. Meßbereich: $0,9982 < \rho_{20\text{ }^{\circ}\text{C}} < 1,0300 \text{ g cm}^{-3}$
2. Meßgenauigkeit: $\Delta \rho = \pm 1 \cdot 10^{-4} \text{ g cm}^{-3}$
3. Die Dichte soll als Meßgröße für die Stoffkonzentration dienen, daher muß ρ für eine bestimmte Bezugstemperatur angegeben werden.
4. Eine der Dichte ρ analoge elektrische Ausgangsgröße (Spannung oder Strom).
5. Besondere Sorgfalt bei der Gestaltung der Flüssigkeitswege,
 - a) keine scharfen Kanten und Querschnittsänderungen um Kohlensäureentbindung zu vermeiden,
 - b) Vermeidung von Gleitflächen und Toträumen um leichte Reinigung und Desinfektion durch Spülen zu sichern,
 - c) glatte Oberflächen unter Bevorzugung von vergüteten Edelstählen
6. Messung im Nebenstrom.
7. Das Meßgerät muß unempfindlich sein gegen äußere Einflüsse am Verwendungsort:
 Temperatur um 0°C ,
 rel. Luftfeuchtigkeit bis 100 %, z.T. Nebel,
 Schwallwasser

Begründung der Anforderungen:

- Zu 1. Der Meßbereich sollte möglichst mit einem Gerät überstrichen werden, gegebenenfalls mit Hilfe einer elektrischen Meßbereichsumschaltung.
- Zu 2. Die Genauigkeitsforderung sollte erfüllt werden, da das Refraktometer eine Genauigkeit von $\Delta n_D = \pm 2 \cdot 10^{-5}$ hat. Die gleiche Genauigkeit für das Dichtemeßgerät zu fordern wurde vorerst zurückgestellt, um nicht die konstruktive Ausführung allzusehr zu belasten.

Zu 3. -

Zu 4. Die Forderung der der Dichte analogen elektrischen Ausgangsgröße ist zu stellen, da eine laufende Registrierung vorgesehen sein muß.

Zu 5. Die Forderung an strömungstechnisch einwandfreie Flüssigkeitsführungen ist hoch, da Kohlensäureentbindung vermieden werden muß, Reinigung und Desinfektion mit Heißdampf, Heißwasser oder chemischen Mitteln gesichert sein muß und die Materialeigenschaften der Führungsrohre den Anforderungen des Lebensmittelgesetzes genügen müssen.

Zu 6. Die Messung im Nebenstrom bietet mehrere Vorteile:

- a) im Störfall wird der Betriebsablauf nicht beeinträchtigt
- b) das Meßgut kann beliebig nach den meßtechnischen Forderungen temperiert werden
- c) das Meßkammervolumen kann möglichst klein gestaltet werden.

Zu 7. Am Einsatzort des Gerätes finden regelmäßig Spritzreinigungen des ganzen Arbeitsraumes statt, wodurch das Gerät einem extrem rauhen Arbeitsbetrieb ausgesetzt ist.

Diesen Anforderungen wurde kein auf dem Markt befindliches kontinuierliches Dichtemeßgerät gerecht. Somit war als Aufgabe die Konstruktion eines Dichtemessers ausgehend von den meßtechnischen Anforderungen 1. - 4., den speziellen Anforderungen von der Meßgutseite 5. und den Einsatzbedingungen 6. - 7. gestellt.

Die vom PIW vorgeschlagene Aufgabe sollte in Zusammenarbeit zwischen dem PIW und der Firma Frieeseke u. Hoepfner, Erlangen, gelöst werden, wobei der Firma Frieeseke u. Hoepfner die Konstruktion und der Bau des Gerätes übertragen wurde (vgl. Vertrag 100-66-4 IRAD) und das PIW im Rahmen seines Vertrages Nr. 096-66-4 IRAD beratend bei dem Bau mitwirkte und die meßtechnische Erprobung im praktischen Betrieb durchführte.

Der Vertrag Nr.096-66-4 IRAD zwischen der Europäischen Atomgemeinschaft und Prof. Dr.-Ing. F.Asselmeyer wurde am 5.5.1966 auf 2 Jahre geschlossen, wurde zwischenzeitlich aufgrund der Schwierigkeiten bei der meßtechnischen Erprobung bis zum 31.12.1968 verlängert.

3) Konstruktionsgrundlagen und Prototyp

In Verhandlungen mit der Entwicklungsabteilung der Firma Frieske u. Hoepfner (Herrn Dipl.-Ing. Bosch und Dipl.-Phys. Langel) wurde folgende Grundkonzeption erarbeitet:

1. Es stellte sich bald heraus, daß eine radiometrische Dichtemessung eine optimale Lösung darstellt. Dieses Meßprinzip gestattet den Aufbau einer robusten, starren Anordnung ohne die Nachteile empfindlicher, mechanisch bewegter Bauteile. Die bisher bekannten radiometrischen Dichtemeßgeräte benutzen γ -Strahlung, die minimale Meßunsicherheit von $\Delta Q = 1 \cdot 10^{-3} \text{ g cm}^{-3}$ wird mit Meßstrecken von ca. 1 m erreicht. Die geringe Strahlungsschwächung der γ -Strahlung beim Durchgang durch die Materie lassen diese Strahlungsart nicht zur Lösung des Meßproblems als geeignet erscheinen.

Eine Verwendung von β -Strahlung bietet dagegen die Möglichkeit bei wesentlich kürzeren Meßstrecken im cm-Bereich die Meßgenauigkeit um den Faktor 10 zu verbessern. Hinzu kommt die leichter durchführbare Abschirmung, eine für den betrieblichen Einsatz wichtige folgerung.

2. Aufgrund der unter 1 festgelegten Methodik wurde wegen seiner günstigen Halbwertszeit von 28 Jahren $S 90 \rightarrow Y 90$ als Strahler in keramischem Aufbau gewählt.
3. Eine neuartige Gestaltung der Meßkammern mit einer coaxialen Anordnung von Strahler - Meßgutführung - Ionisationskammer. Die Meßstrecke kann als Hohlzylinder mit genügender geometrischer Stabilität ausgeführt werden. Die Strahlung wird räumlich optimal ausgenutzt und verläßt an keiner Stelle die Anordnung. Es muß nur Bremsstrahlung nach außen abgeschirmt

werden. Der Meßgutdurchsatz im Nebenstrom beträgt $20 \div 100 \text{ l.h}^{-1}$.
Besonderes Augenmerk wurde auf die einwandfreie hygienische Gestaltung der Probenwege gelegt.

4. Anwendung der Differenzmessung zwischen zwei Absorptionskammern, von denen die eine vom Meßgut, die andere von einer Bezugsflüssigkeit, am besten Frischwasser der gleichen Temperatur, durchströmt wird.

Mit dieser Anordnung ist bis zu einem gewissen Grade eine Kompensation des Temperatureinflusses auf die Dichte des Meßgutes zu erzielen. Ein weiterer Vorteil ist die weniger häufige Korrektur des Strahlerabfalles, die von Hand erfolgt.

5. Aufteilung der Gesamtanlage in Baugruppen:

- a) Meßstelle mit den beiden Ionisationskammern möglichst unmittelbar an der Hauptleitung
- b) Zentralgerät mit den elektronischen Baugruppen für Stromversorgung und Abgleich, Anordnung in der Nähe der Meßstelle
- c) Anzeigegerät oder Schreiber in beliebiger Entfernung.

Die Konstruktionsdetails, die sich aus mehreren Besprechungen ergaben, sind aus dem Schlußbericht der Firma Frieseke und Hoepfner, Erlangen, (Vertrag Nr. 100-66-4 IRAD) zu entnehmen.

Der von der Firma Frieseke u. Hoepfner erstellte Prototyp ist in Abb. 1 dargestellt. Zum Einsatz in den Betrieb wurde das Gerät durch das PIW nochmals auf 19", spritzwasserdicht, umgebaut (vgl. Abb. 2 und 3), wobei auch betriebliche Sicherungen (Magnetventile) vorgesehen wurden. (Vgl. Abschnitt 5)

4) Erprobung im Laboratorium

An der Dichtemeßanlage wurden zunächst im Laboratorium umfangreiche Messungen und Voruntersuchungen durchgeführt. Die Arbeiten hatten zum Ziel, die allgemeinen meßtechnischen Eigenschaften (wie Empfindlichkeit, Reproduzierbarkeit, Langzeitkonstanz) zu überprüfen und die Eichkurve zu ermitteln. Weiterhin mußten

quantitative Aussagen über den Einfluß von Störgrößen wie Temperatur und Druck auf die Meßstelle gewonnen werden.

Für diese Zwecke wurde ein Meßstand aufgebaut, der in Abb. 4 skizziert ist.

Als Vergleichsflüssigkeit dient Leitungswasser der Vorlauf-temperatur $10,5 \pm 0,5^{\circ}\text{C}$. Die Eichlösung wird im Kreislauf geführt. Da mit einem offenen Sammelgefäß gearbeitet wurde, diente bei den Laboruntersuchungen Rohrzuckerlösung als Testmedium, das auch in der Brauerei als solches verwendet wird. Der Probendurchsatz kann am Rückschlußventil der Förderpumpe zwischen 20 und 100lh^{-1} eingestellt werden. Ein Drosselventil erlaubt den statischen Druck in der Meßkammer auf 2 bis 3 atü zu steigern. Das Meßgut kann in einem Wärmetauscher auf $0 \div 5^{\circ}\text{C}$ abgekühlt werden. Der Volumendurchfluß wird am Auslauf beider Kammern mit Rotametern bestimmt, Temperaturmessung ist vor und nach den Kammern mit Thermoelementen auf $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$ möglich.

Um die vorgesehene Meßgenauigkeit einzuhalten ist es erforderlich, die Temperaturdifferenz beider Meßkammern kleiner

$$\Delta t = \pm 0,5^{\circ}\text{C} \text{ zu halten.}$$

Ein Gleichstrom-Wärmetauscher wurde aus zwei koaxial angeordneten Weichkupferrohren ($8 \times 1 \text{ mm}$ in $12 \times 1 \text{ mm}$) aufgebaut.

Für eine zu übertragende Leistung von 600 kcal h^{-1} und einer Temperaturdifferenz am Einlauf 10°C und am Auslauf $< 0,5^{\circ}\text{C}$ errechnete sich eine Baulänge von 6 m. Durch Messungen wurde bestätigt, daß die Auslauftemperaturen bei gleichem Durchfluß auf

$$\Delta t \leq \pm 0,5^{\circ}\text{C} \text{ übereinstimmen.}$$

Die Bezugsmessungen wurden mit der üblichen Methode, Reischauer Pyknometer und Kompensationswaage, durchgeführt

($\Delta \rho_{\text{max}} \leq 1 \cdot 10^{-4} \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$). Unabhängig von der Meßtemperatur wurde als Bezugsgröße stets die Dichte bei $20,0^{\circ}\text{C}$ angegeben.

Der erste Prototyp des β -Dichtemessers ergab noch kein zufriedenstellendes Verhalten. Unkontrollierbare Nullpunktswanderungen und Unsicherheiten in der Eichung (Abweichungen bei verschiedenen Nachprüfungen bis $\Delta \rho = \pm 3 \cdot 10^{-4} \text{ g cm}^{-3}$) ergaben keine ausreichende Langzeitkonstanz.

Hauptursachen des Fehlverhaltens waren Kondenswasserbildung im Strahlerhalter und Isolationsmängel in den Ionisationskammern.

Am verbesserten Prototyp für die weitere Laborprüfung wurde bei der Neukonstruktion der Meßkammern neben den Verbesserungen an Strahlerhalter und Ionisationskammer eine günstigere Lösung für die Flüssigkeitswege gefunden. Eine Verkleinerung der Toträume und Metallmassen brachte ein günstigeres Temperatur-Zeit-Verhalten, der Probandurchsatz kann daher bis auf $20 \text{ l} \cdot \text{h}^{-1}$ herabgesetzt werden.

Das Nullpunktverhalten zeigt eine verbesserte Langzeitkonstanz, die Schwankungen lagen unter Laborbedingungen in der Größenordnung der Ablesegenauigkeit von $\pm 0,25$ Skt.

Eichung

Für den Meßbereich $0,998 < \rho_{20^\circ\text{C}} < 1,03 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ ergibt sich eine lineare Eichkurve, Schreiberbereich $0 \div 100 \text{ mV}$. Die statistische Schwankungsbreite von $\pm 0,75$ Skt entspricht einer Unsicherheit der Anzeige von $\Delta \rho = \pm 2,3 \cdot 10^{-4} \text{ g cm}^{-3}$. Langsame Meßwertänderungen erlauben über visuelle Mittelwertbildung auf dem Registogramm eine Abschätzung der Anzeige auf $\pm 0,25$ Skt entsprechend $\Delta \rho = \pm 1 \cdot 10^{-4} \text{ g cm}^{-3}$.

Reproduzierbarkeit

Die aufgenommene Eichkurve (Abb. 5) wurde bis zum Ende des Berichtszeitraumes mehrfach überprüft. Nach jeweiliger Korrektur der Nullpunktlage und des Strahlerabfalls lagen alle Abweichungen bei $\Delta \rho = \pm 1 \cdot 10^{-4} \text{ g cm}^{-3}$, die Reproduzierbarkeit genügt somit den Anforderungen.

Temperaturverhalten der Meßstelle

Zur Untersuchung des Temperaturverhaltens wurden beide Meßkam-

mern mit Flüssigkeit der gleichen Dichte und Temperatur beaufschlagt. Variiert man die Temperatur zwischen $+5^{\circ}\text{C} < t < 30^{\circ}\text{C}$, so ergibt sich bei normaler Vertikallage der Kammerachsen als Mittel aus 4 Messungen

$$\frac{\Delta \text{Anzeige}}{\Delta t} = + 0,07 \text{ Skt } ^{\circ}\text{C}^{-1} \hat{=} + 0,22 \cdot 10^{-4} \text{ g cm}^{-3} ^{\circ}\text{C}^{-1}$$

Bemerkenswert, aber für den praktischen Einsatz unbedeutend, ist der abweichende Temperatureinfluß bei horizontaler Kammerlage

$$\frac{\Delta \text{Anzeige}}{\Delta t} = + 0,04 \text{ Skt } ^{\circ}\text{C}^{-1} \text{ (Mittel aus 4 Messungen)}$$

Eine Absenkung der Kammertemperaturen unter $+ 5^{\circ}\text{C}$ führte zunächst zu un stetigen Wanderungen der Anzeige. Durch Unterschreiten des Taupunktes bildeten sich Feuchtigkeitsfilme auf den Durchführungsisolatoren. Durch eine bessere Abdichtung der Zylinderkammer an der Meßstelle (beinhaltet Ionisationskammeranschlüsse, Ableitwiderstand, Verstärker) gegen die Atmosphäre und Einbringen einer Trockenpatrone konnte diese Störung beseitigt werden.

Druckeinfluß auf Kammer 2

Während der Vergleichskammerinhalt stets unter atmosphärischem Druck steht (Leitungswasser, freier Auslauf) ist auf der Meßgutseite ein statischer Überdruck von $1 \div 2,5 \text{ atü}$ zu erwarten. Der Gesamteinfluß des Flüssigkeitsüberdruckes in Meßkammer 2 auf die Anzeige, also Geometrieänderung + Kompressibilität des Wassers, beträgt als Mittelwert aus 4 Messungen

$$\frac{\Delta \text{Anzeige}}{\Delta p} = + 0,35 \text{ Skt atü}^{-1} \hat{=} + 1,1 \cdot 10^{-4} \text{ g cm}^{-3} \text{ atü}^{-1}$$

davon Kompressibilitätsanteil des Wassers = $+ 5 \cdot 10^{-5} \text{ g cm}^{-3} \text{ atü}^{-1}$

Die Kompressibilität des Meßgutes Hier wird gleich der des Wasser angenommen. Abb. 6 zeigt das Druckverhalten der Meßstelle:

5) Technischer Stand vor dem Betriebseinsatz

Aufgrund der positiven Ergebnisse der Laborerprobung war der Prototyp Ende Juli 1968 bereit für die Erprobung unter Betriebsbedingungen.

Folgende Vorbereitungen wurden durchgeführt:

Die Meßstelle wurde mit einem zusätzlichen Schutzgehäuse gegen Schwallwasser versehen. Das Zentralgerät wurde in einem 19" Einschub installiert und konnte zusammen mit dem Schreiber in einem Geräteschrank untergebracht werden.

In die Probenleitung wurde vor und nach der Meßkammer je ein Magnetventil eingebaut. Über einen Grenzwertkontakt am Schreiber wird der Probenstrom sofort unterbrochen falls es zu einem Bruch des Strahlerhalters oder zu Undichtheiten in diesem Bereich kommen sollte.

Vor der Installation in der Brauerei erfolgte die Abnahme der Anlage hinsichtlich Strahlenschutz durch die Oberste Baubehörde. Es wurden folgende Werte gemessen:

an der Oberfläche der Meßstellenabdeckung	0,6 mrad
1 m vom geschlossenen Gerät	0,2 mrad

Da die Strahlenschutzverordnung eine Jahresdosis von 150 m rem zuläßt, darf sich eine Person demnach täglich 20 Minuten im Abstand von 1 m von der Meßstelle aufhalten. Diese Forderung ist erfüllt, da im Filterkeller in der Nähe der Meßstelle keine Person täglich so lange am Meßgerät arbeitet.

Zur Probenförderung wurde ein symmetrisches Venturiröhr als Förderdüse in die Hauptleitung eingeflanscht.

Bei einem Durchsatz von 60 hl in der Hauptleitung und einem Strömungswiderstand im Probenkreis von $\Delta p = 0,1 \div 0,2$ at beträgt die Förderleistung im Meßgerät ca. 30 l/h.

Der Angleich der Temperatur von Meßgut und Leitungswasser als Bezugsflüssigkeit kann nach zwei Betriebsverfahren erfolgen:

a) Betriebsverfahren I

Messung bei Probentemperatur $-1 < t < +2^{\circ}\text{C}$, das Leitungswasser

wird durch einen auf die Hauptleitung aufgesetzten Wärmetauscher auf Meßguttemperatur gebracht, Gefahr der Festpunktsunterschreitung ist gegeben.

b) Betriebsverfahren II

Die Anwendung des unter 4) beschriebenen Wärmetauschers gestattet die Messung, bei gleichem Durchfluß durch die Meßkammern, unter dem sich aus Leitungswassertemperatur von 10°C und Meßguttemperatur ergebenden Mischwert vorzunehmen.

6) Betriebserfahrungen

Die Dichtemeßanlage wurde im Filterkeller der Bayer. Staatsbrauerei Weißenstephan aufgestellt für Messungen unter Betriebsbedingungen. Den Einsatz im Filterkeller zeigt Abb. 7. Ein Beispiel eines Registrierstreifens zeigt Abb. 8 mit Beschriftung.

Abgesehen von einer kleinen Störung durch Kondenswassereinfluß an einer Steckverbindung an der Meßstelle arbeitete das Gerät ohne weitere technische Störung ca. 3 Monate bis zum Ende des Betriebseinsatzes. Dabei wurde die Dichte des Bieres während 55 Arbeitsgängen registriert.

Aufgrund der Raumtemperatur von $0 < t < + 5^{\circ}\text{C}$ verlängerte sich die Einlaufzeit des Meßgerätes nach dem Einschalten auf über 5 Stunden gegenüber wenigen Minuten im Labor. Das Zentralgerät muß daher dauernd eingeschaltet bleiben.

Auffallend ist eine stetige Wanderung der Anzeige für Leitungswasser (Diagramm) Abb. 9. Periodisch vorgenommene Reinigung der Probenwege läßt eine Belagbildung als Ursache ausscheiden.

Während des Betriebseinsatzes wurden 28 Parallelproben entnommen und deren Dichte im Laboratorium pyknometrisch bestimmt.

Vor einer Bewertung der Meßergebnisse sind einige Abweichungen von den Bedingungen bei der Eichung zu beachten:

Die Anzeige des Bezugswertes für Leitungswasser (OP-Lage) erfolgt während den Vorbereitungsarbeiten an der Filterkolonne

bei $+ 10^{\circ}\text{C}$ und barometrischen Druck. Während des Überganges zur Registrierung der Bierdichte ändern sich die Meßbedingungen wie folgt:

1. Der statische Druck in der Meßkammer steigt auf $1,2 \div 2,4$ atü, die Vergleichskammer bleibt auf barometrischem Druck.
2. Die Temperatur beider Kammern sinkt ab
 - a) bei Betriebsverfahren I von $+ 10^{\circ}\text{C}$ auf die Probertemperatur von etwa $+ 1^{\circ}\text{C}$
 - b) bei Betriebsverfahren II von $+ 10^{\circ}\text{C}$ auf die Mischtemperatur von etwa $+ 5^{\circ}\text{C}$.

Der Temperatureinfluß auf die Meßkammern äußert sich in einer Koordinatenverschiebung der bei $+ 8^{\circ}\text{C}$ ermittelten Eichkurve, als Leitwert dient die Nullpunktsslage.

Vor Auswertung der Anzeigewerte über die Eichkurve ist der Nullwert von der Schreiberanzeige abzuziehen. Dabei ist zu berücksichtigen, welchen Änderungen die aktuelle Bezugswertanzeige OP_{10} durch den Übergang auf die Meßbedingungen bei Bier unterliegt.

- OP_{10} Nullpunktsslage bei Leitungswasser $+ 10^{\circ}\text{C}$
 A Anzeige bei Meßbedingungen
 OP_k korrigierte Nullpunktsslage
 A_k korrigierte Anzeige
 EP Druckeinfluß auf die Meßstelle
 ET Temperatureinfluß auf die Meßstelle

$$A_k = A - OP_k = A - (OP_{10} + EP - ET)$$



Die 28 Vergleichsproben ergaben folgende Abweichungen der korrigierten Anzeige von den Laborwerten:

	mittlere Abweichung	Abweichungen
Betriebsverfahren I Probentemperatur (18 Parallelproben)	$+ 3,3 \cdot 10^{-4} \text{ g cm}^{-3}$	min 0 max $+ 7 \cdot 10^{-4} \text{ g cm}^{-3}$
Betriebsverfahren II Mischtemperatur (10 Proben)	$+ 2,3 \cdot 10^{-4} \text{ g cm}^{-3}$	min $+ 1 \cdot 10^{-4} \text{ g cm}^{-3}$ max $+ 4 \cdot 10^{-4} \text{ g cm}^{-3}$

Die sich einer offenbar systematischen Abweichung von $+ 3,3 \cdot 10^{-4} \text{ g cm}^{-3}$ bzw. $2,3 \cdot 10^{-4} \text{ g cm}^{-3}$ überlagernden Meßunsicherheiten von $\Delta \rho = \pm 3,5 \cdot 10^{-4}$ bzw. $\pm 1,5 \cdot 10^{-4} \text{ g cm}^{-3}$ liegen über der angestrebten Meßgenauigkeit von $\pm 1 \cdot 10^{-4} \text{ g cm}^{-3}$

Das Betriebsverfahren II bringt das bessere Ergebnis. Dabei ist zu berücksichtigen, daß beim Verfahren I wegen der teilweise auf $- 2^{\circ}\text{C}$ absinkenden Probetemperatur in der Hauptleitung die erforderliche Temperaturgleichheit des Bezugswassers nicht eingehalten werden konnte.

Nimmt man folgende Einzelfehler an:

Ablesegenauigkeit der Diagramme:

Unsicherheit der Bezugsmethode: je $\pm 1 \cdot 10^{-4} \text{ g cm}^{-3}$

Genauigkeit der Kalibrierkurve:

die sich im Sinne eines Maximalfehlers addieren können, so liegen die beobachteten Streuungen in der Größenordnung der zulässigen Fehlergrenze von $\Delta \rho = \pm 3 \cdot 10^{-4} \text{ g cm}^{-3}$.

Diskutiert man die mittleren Abweichungen der Anzeige, so ist zunächst der systematische Fehler durch die Differenz Meßtemperatur - Eichtemperatur zu betrachten. Der von der Meßgutseite zu erwartende Fehler ergibt sich aus der mit der Temperatur variierenden Differenz der Dichten von Meßgut und Bezugsflüssigkeit.

Geht man von einer Eichung bei $+ 8^{\circ}\text{C}$ aus, so beträgt die zu erwartende Fehlanzeige:

	Betriebsverfahren I Probertemperatur 0°C	Betriebsverfahren II Mischtemperatur 4°C
Rohrzuckerlösung 4 Gew %	+ 2,4 · 10 ⁻⁴ g cm ⁻³	+ 1,2 · 10 ⁻⁴ g cm ⁻³
Exportbier (nach Übersichtsmessung Dipl.-Arbeit Bender)	+ 3,9 · 10 ⁻⁴ g cm ⁻³	+ 1,5 · 10 ⁻⁴ g cm ⁻³

Diese systematischen Fehler liegen in der Richtung und Größenordnung der beobachteten mittleren Abweichungen der Anzeige. Sie begrenzen die Leistungsfähigkeit der Differenzmessung hinsichtlich der Temperaturkompensation.

Vermutlich sind weitere Unsicherheiten von der Meßgutseite zu erwarten, die im einzelnen noch nicht quantitativ erfaßbar sind:

- a) Unterschiede im Ausdehnungskoeffizienten von Saccharoselösung und Bier zwischen 0°C und + 20°C.
- b) Inwieweit ist das C:H-Verhältnis des Meßgutes von Einfluß?
Der β -Absorptionskoeffizient ist für H maximal. Gärung bedeutet Zunahme des H-Anteils, dem Medium wird CO₂ entzogen. Zu erwarten ist β -Abs.-Koeff. Bier > β -Abs.-Koeff. Saccharoselösung.
- c) Bier enthält bei der automatischen Messung 0,4 ÷ 0,5 Gew % Kohlensäure gelöst, deren Einfluß auf die Dichte nicht bekannt ist. Vor der pyknometrischen Vergleichsmessung muß dieser Gasanteil durch Schütteln und Filtrieren entfernt werden.

7) Derzeitiger technischer Stand

Die Erfahrungen aus der Laborerprobung und den Betriebsversuchen dokumentieren den derzeitigen technischen Stand der Dichtemeßanlage:

d) Der Versuchseinsatz des B-Dichtemessers auch bei anderen Medien aus dem Bereich der Lebensmittelindustrie z.B. Würzen, Milch, Zuckerlösungen, Fruchtsäften. Diese Ausweitung bietet sich an, da die Grundkonstruktion den allgemeinen Anforderungen der Lebensmitteltechnologie entspricht und lediglich eine Anpassung des Meßbereiches erforderlich ist.

4. Einführung in die Praxis

Es wird vorgeschlagen, das neue Meßverfahren durch Probeeinbau in Großbetrieben oder Vorführungen anlässlich Ausstellungen und Tagungen einem breiten Anwenderkreis bekannt zu machen. Auf breiter Basis ergäbe sich die Möglichkeit, Betriebserfahrungen zu sammeln und neue Applikationen zu erschließen.

Das PIW könnte z.B. die Einsätze vorbereiten, koordinieren und die Betriebserfahrungen zentral für die weiteren Entwicklungen auswerten. Entsprechende Vorverhandlungen wurden bereits mit namhaften deutschen Großbrauereien geführt, die Interesse für das neue Meßverfahren zeigten und ihr Entgegenkommen für Betriebsversuche zusicherten.

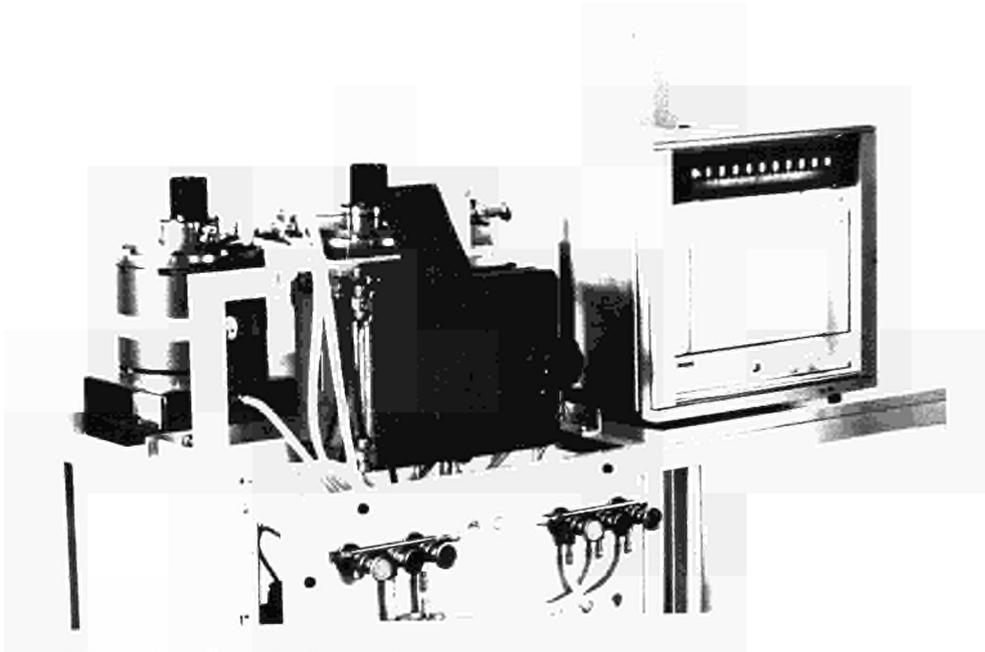


Abb. 1: Prototyp 1

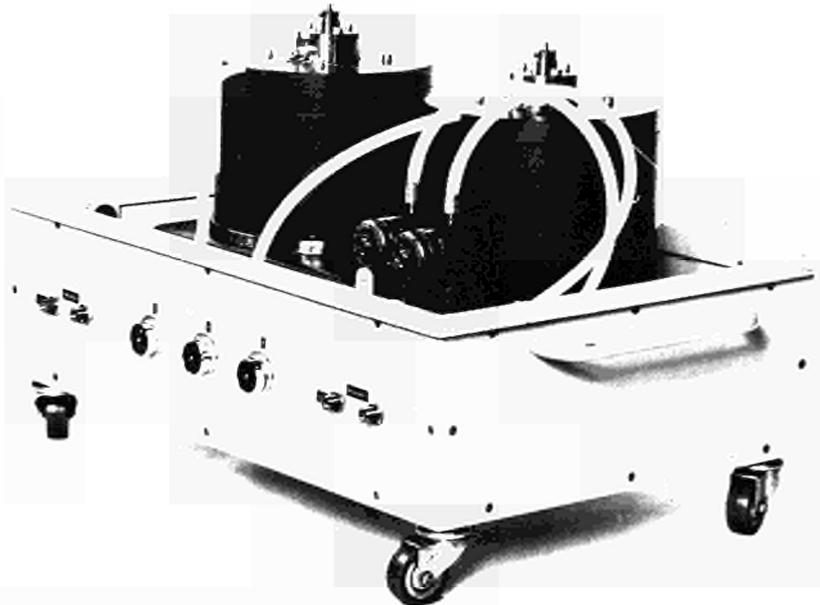


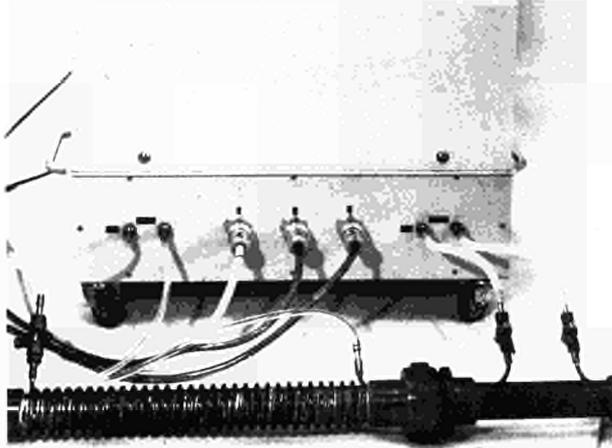
Abb. 2: Prototyp 2
Meßstelle, Schutzabdeckung abgenommen



- Schreiber

- Zentralgerät

- Blindplatte



- Meßstelle mit geschlossener Abdeckung

- Betriebsleitung mit Wärmetauscher für Verfahren I und Venturirohr

Abb. 3: Prototyp

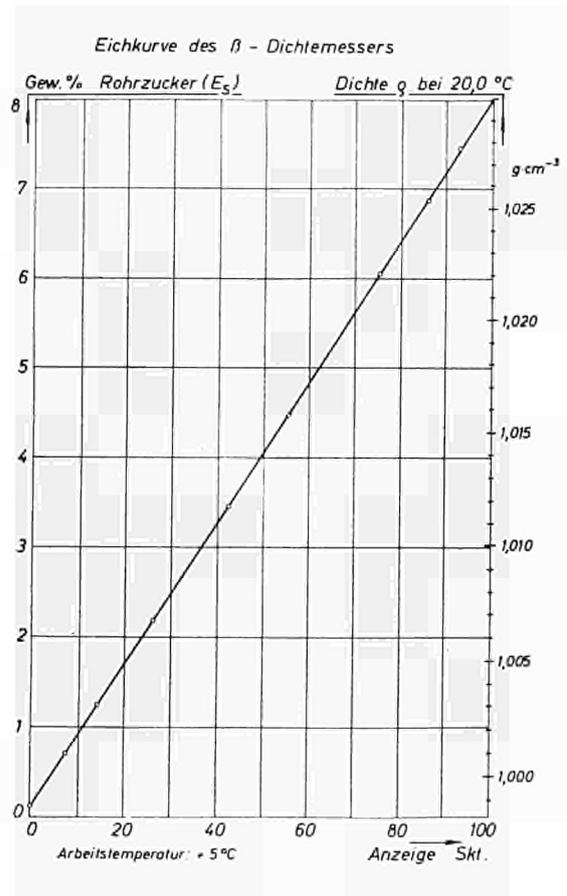
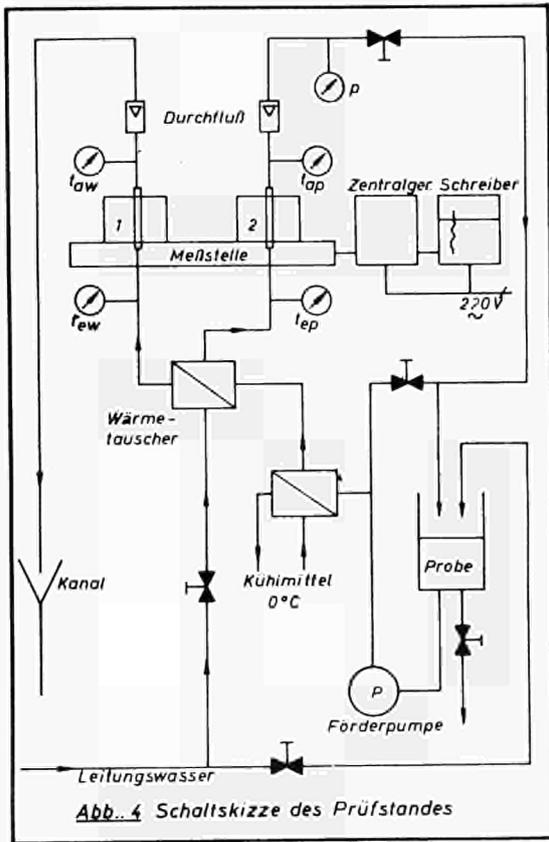


Abb. 5: Eichkurve

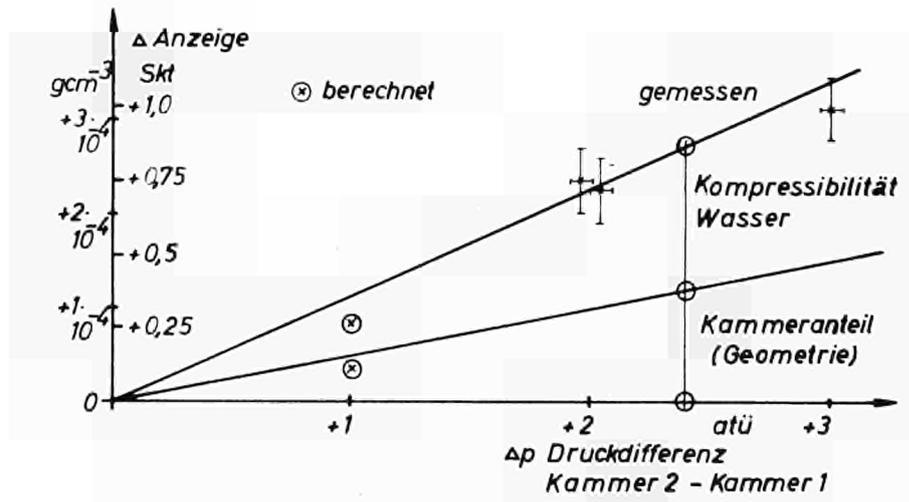


Abb.: 6 Anzeigeänderung durch Druckeinfluß

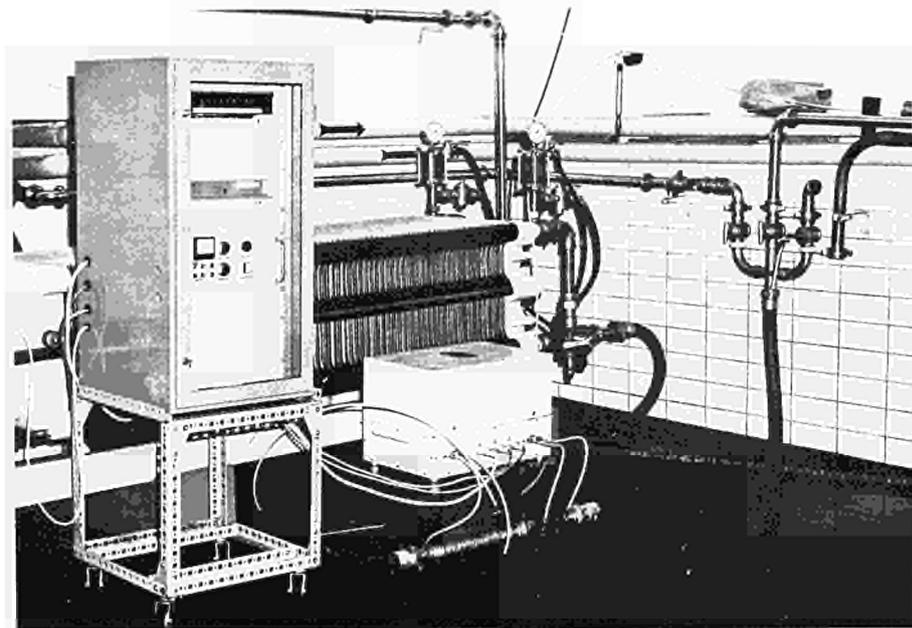


Abb. 7: Betriebseinsatz im Filterkeller

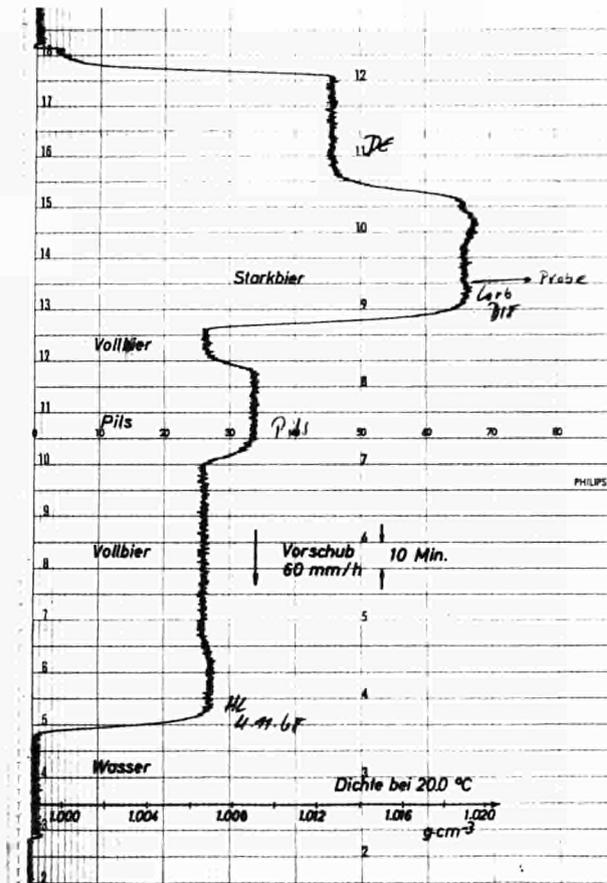


Abb. 8: Registogramm
(Originalbreite 250 mm)

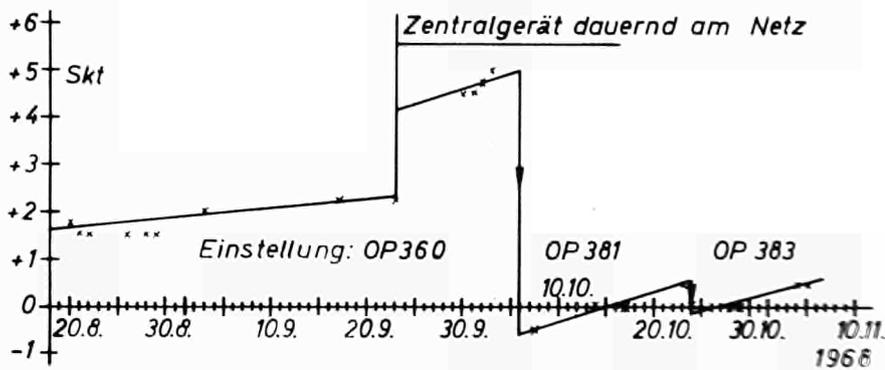


Abb. 9 Lage des Anzeigewertes für Leitungswasser // +10°C, 0atü (Nullpunkt) während des Betriebseinsatzes

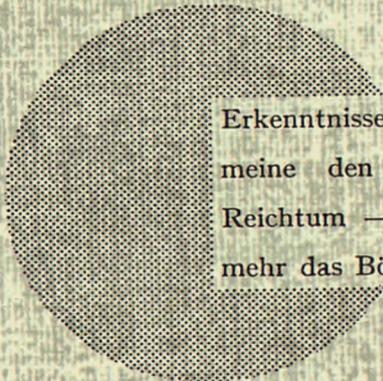
AN UNSERE LESER

Alle Euratom-Berichte werden nach Erscheinen in der von der Zentralstelle für Information und Dokumentation (CID) herausgegebenen Monatszeitschrift „euro abstracts“ angezeigt. Abonnements (1 Jahr : DM 60) und Probehefte sind erhältlich bei :

Handelsblatt GmbH
„euro abstracts“
Postfach 1102
D 4 Düsseldorf 1 (Deutschland)

oder

Luxembourg
des Communautés européennes
37, rue Glesener
Office de vente des publications officielles



Erkenntnisse verbreiten ist soviel wie Wohlstand verbreiten — ich meine den allgemeinen Wohlstand, nicht den individuellen Reichtum — denn mit dem Wohlstand verschwindet mehr und mehr das Böse, das uns aus dunkler Zeit vererbt ist.

Alfred Nobel

VERTRIEBSTELLEN

Alle von der Kommission der Europäischen Gemeinschaften veröffentlichten Berichte sind bei folgenden Stellen zu den auf der ersten Rückseite des Umschlags angegebenen Preisen erhältlich. Bei schriftlicher Bestellung bitte die EUR-Nummer und den Titel, die beide auf der ersten Umschlagsseite jedes Berichts stehen, deutlich angeben.

VERTRIEBSSTELLE DER AMTLICHEN VERÖFFENTLICHUNGEN DER EUROPÄISCHEN GEMEINSCHAFTEN

37, rue Glesener, Luxembourg (Compte chèque postal N° 191-90)

BELGIQUE - BELGIË

MONITEUR BELGE
Rue de Louvain 40-42 - 1000 Bruxelles
BELGISCH STAATSBLAD
Leuvenseweg 40-42 - 1000 Brussel

DEUTSCHLAND

BUNDESANZEIGER
Postfach - 5000 Köln 1

FRANCE

SERVICE DE VENTE EN FRANCE
DES PUBLICATIONS DES
COMMUNAUTES EUROPEENNES
26, rue Desaix - 75 Paris 15°

ITALIA

LIBRERIA DELLO STATO
Piazza G. Verdi, 10 - 00198 Roma

LUXEMBOURG

OFFICE DE VENTE
DES PUBLICATIONS OFFICIELLES
DES COMMUNAUTES EUROPEENNES
37, rue Glesener - Luxembourg

NEDERLAND

STAATSDRUKKERIJ
Christoffel Plantijnstraat - Den Haag

UNITED KINGDOM

H. M. STATIONERY OFFICE
P.O. Box 569 - London S.E.1

Kommission der
Europäischen Gemeinschaften
G.D. XIII - C.I.D.
29, rue Aldringer
L u x e m b o u r g

CDNA04511DEC