



Application Note AN-D-002

Anionen und Kationen in Bier

Optimierung der Getränkeanalyse mit Ionenchromatographie

Um viele Qualitätskontrollvorschriften zu erfüllen, müssen Getränkeanalysemethoden schnell und robust sein. Eine optimale Produktqualität ist entscheidend für einen gleichbleibenden Geschmack und andere sensorische Eigenschaften von massenproduzierten Getränken. Im Falle von Bier hat die ionische Zusammensetzung einen großen Einfluss auf den Geschmack. So führen beispielsweise Kaliumchloridsalze zu einem bitteren, adstringierenden und seifigen Geschmack, während Magnesiumsulfate eher süß-säuerliche Aromen bilden. Daher ist eine analytische Kontrolle der Anionen und Kationen im Bier unerlässlich, um die Qualität zu gewährleisten und die Bedürfnisse der

Verbraucher zu erfüllen. Die wichtigsten Anionen in Bier werden mit Ionenchromatographie (IC) und suppressierter Leitfähigkeitsdetektion genau bestimmt, während die Kationen mit nicht suppressierter Leitfähigkeit quantifiziert werden. Mit einem Zweikanalsystem können Kationen und Anionen parallel für dieselbe Probe bestimmt werden. Um manuelle Vorbereitungsschritte zu reduzieren, werden die Bierproben automatisch mit Inline-Ultrafiltration filtriert. Funktionen wie automatische Kalibrierung und logische Probenverdünnung optimieren solche Getränkeanalysen und gewährleisten die schnelle Analyse von Proben in Labors mit hohem Probendurchsatz

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Die Bierproben von verschiedenen Anbietern (z. B. Warsteiner™) wurden automatisch verdünnt und durch eine 0,22 µm-Membran in der Ultrafiltrationszelle filtriert (**Abbildung 1**). Analytkonzentrationen, die außerhalb des kalibrierten Bereichs liegen, werden durch die logische Verdünnung mit einem optimalen Verdünnungsfaktor verdünnt, einer Funktion der Chromatographiesoftware MagIC Net, und erneut analysiert. Somit liegen die Ergebnisse immer innerhalb des kalibrierten Bereichs. Nach der Inline-Probenvorbereitung wird die Probe in zwei Analysekanäle injiziert, die gleichzeitig Kationen und Anionen unter **isokratischen Elutionsbedingungen** analysieren (**Tabelle 1**). Der Leitfähigkeitsdetektor ist ein universeller und empfindlicher Detektor zur

Bestimmung aller in der Bierprobe vorhandenen relevanten Ionen. Die MagIC Net-Software bietet eine zeitsparende, zuverlässige Kalibrierung aus einer einzigen Standardlösung durch Injektion steigender Volumina auf die Trennsäule (MiPT - Metrohm intelligenter Partial-Loop-Injektionstechnik). Dadurch werden Pipettierfehler bei der Vorbereitung der Standards vermieden. Zudem können die Proben mit dem am besten geeigneten Injektionsvolumen injiziert werden. Zusammen mit logischen Verdünnungen können so Probenkonzentrationen im Bereich von 1:10.000 zuverlässig analysiert werden. Eine hohe Genauigkeit der Ergebnisse wird durch eine optimale Anpassung der Kalibrierpunkte erreicht (Merkmal: Hoch-Tief-Kalibrierung).

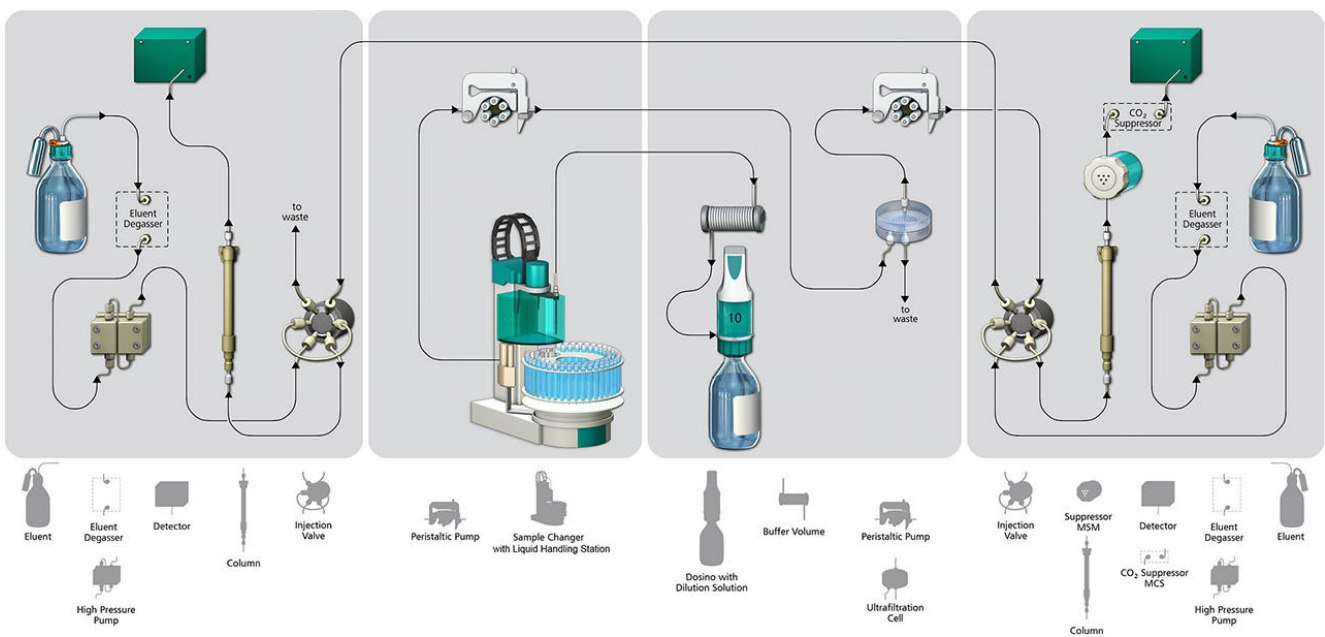


Abbildung 1 Ein Autosampler (einschließlich Filtrations- und Verdünnungsausrüstung) bereitet die Probe für zwei Analysekanäle vor, so dass Anionen und Kationen parallel aus derselben Probe bestimmt werden. Der IC für die Kationenanalyse ist auf der linken Seite dargestellt, der IC für die Anionenanalyse auf der rechten Seite.

Tabelle 1. Messbedingungen für die Bestimmung von Anionen und Kationen in Bier mit Ionenchromatographie.

Methodenparameter	Anionen	Kationen
Säule	Metrosep A Supp 10 - 100/4.0	Metrosep C 6 - 150/4.0
Eluent	4 mmol Na ₂ CO ₃ + 6,0 mmol/L NaHCO ₃ + 5,0 µmol/L NaClO ₄	2,3 mmol HNO ₃ + 1,7 mmol/L Dipicolinsäure
Fluss	0,7 ml/min	0,9 ml/min
Temperatur	30 °C	35 °C
Injektion	20 µL	20 µL
Detektion	Suppressierte Leitfähigkeit	Nicht suppressierte Leitfähigkeit

ERGEBNISSE

Kalium wurde in allen Bierproben als Hauptkation identifiziert, während die Konzentrationen anderer Kationen (z. B. Na⁺, Ca²⁺ und Mg²⁺) bei unter 100 mg/L lagen (**Abbildung 2**). Die Ergebnisse verdeutlichen die Wirkung von K⁺ im Bier, das einen bitteren und adstringierenden Geschmack verursacht. Andere Ionen wie Ammonium (eluiert zwischen Na⁺

und K⁺) können ebenfalls bestimmt werden. Chlorid, Phosphat, Nitrat und Sulfat waren die wichtigsten Anionen, die im Bier nachgewiesen wurden (**Abbildung 2**). Sulfit, ein gängiges Konservierungsmittel, kann neben anderen Anionen im selben Lauf bestimmt werden (Retentionszeit ca. 11 Minuten).

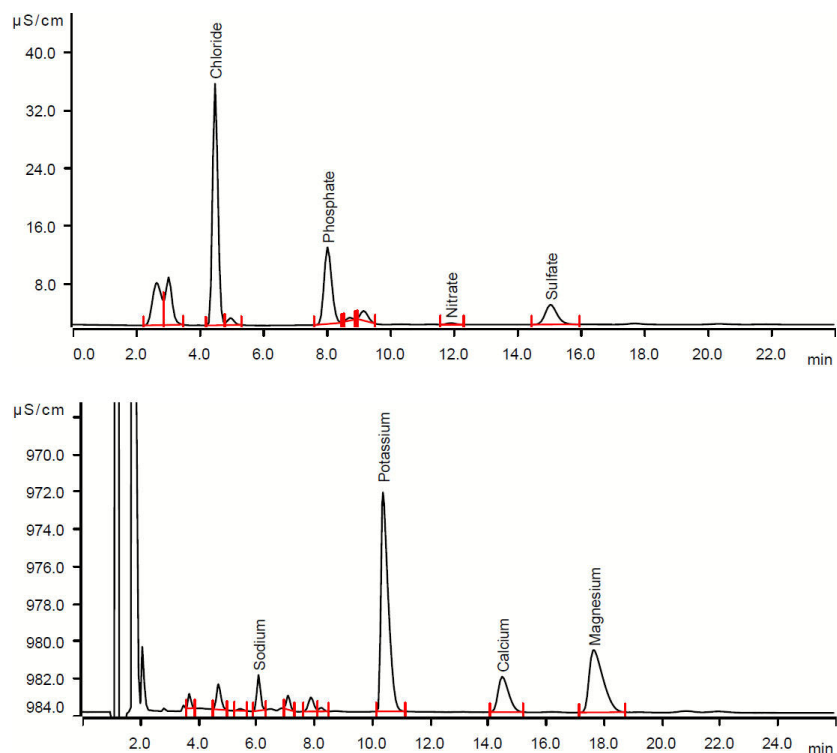


Abbildung 2. Analyse einer Warsteiner Pils-Probe (10-fache Verdünnung) mit Chlorid (229 mg/L), Phosphat (352 mg/L), Nitrat (5 mg/L) und Sulfat (60 mg/L) als Hauptanionen (oben) sowie Natrium (13 mg/L), Kalium (365 mg/L), Calcium (53 mg/L) und Magnesium (56 mg/L) als Hauptkationen (unten).

FAZIT

Die Ionenchromatographie ist ein robustes und einfaches Analyseverfahren zur Überwachung der Bierherstellung und zur Kontrolle der Bierqualität. Die Getränkeproben werden vor der Analyse automatisch verdünnt und gefiltert, um das Analysesystem zu

schützen. Alle wesentlichen Anionen und Kationen werden gleichzeitig in einem Analyselauf quantifiziert. Funktionen wie die logische Verdünnung sparen zusätzlich Zeit und reduzieren die manuelle Arbeit.

Interne Referenz: AW IC BE6-0113-092015

CONTACT

Metrohm Schweiz AG
 Industriestrasse 13
 4800 Zofingen

info@metrohm.ch

GERÄTEKONFIGURATION

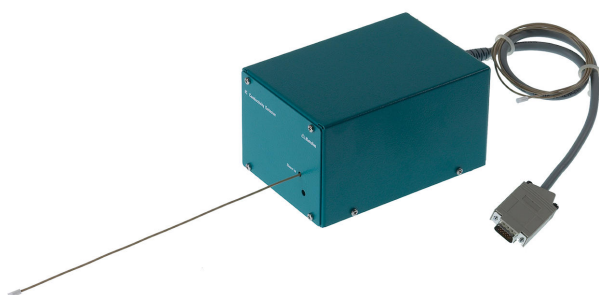


930 Compact IC Flex Oven/SeS/PP/Deg

Der 930 Compact IC Flex Oven/SeS/PP/Deg ist das intelligente Compact-IC-Gerät mit **Säulenofen**, **sequenzieller Suppression** und **Peristaltikpumpe** zur Suppressorregeneration, sowie eingebautem **Degasser**. Das Gerät kann mit beliebigen Trenn- und Detektionsmethoden eingesetzt werden.

Typische Anwendungsgebiete:

- Anionen- oder Kationenbestimmungen mit sequenzieller Suppression und Leitfähigkeitsdetektion



IC Conductivity Detector

Kompakter und intelligenter Hochleistungs-Leitfähigkeits-Detektor zu den intelligenten IC Geräten. Hervorragende Temperaturkonstanz, die gesamte Signalverarbeitung innerhalb des geschützten Detektorblocks und DSP – Digital Signal Processing – der letzten Generation garantieren höchste Präzision der Messung. Dank dem dynamischen Arbeitsbereich sind keine (auch nicht automatische) Bereichswechsel notwendig.



Metrosep A Supp 10 - 100/4.0

Die Metrosep A Supp 10 - 100/4.0 Trennsäule basiert auf einem hochkapazitiven Polystyrol/Divinylbenzol-Copolymer mit einer Partikelgröße von nur 4.6 µm. Diese Säule ist durch hohe Bodenzahlen und eine hohe Selektivität gekennzeichnet. So lassen sich Sulfid und Sulfat ohne Zugabe von organischen Modifizier in den Eluenten sicher trennen. Diese Eigenschaften werden durch eine hohe Flexibilität bei der Säulentemperatur, dem Fluss und der Zusammensetzung des Eluenten ergänzt.

Der robuste Aufbau, das ausgezeichnete Preis-Leistungsverhältnis und die sehr guten Trennleistungen, bei gleichzeitig moderaten Chromatographiezeiten, machen die Metrosep A Supp 10 - 100/4.0 zu einer universell einsetzbaren Anionentrennsäule.



Metrosep C 6 - 150/4.0

Das hochkapazitive C-6-Material macht die Trennsäule Metrosep C 6 - 150/4.0 zur optimalen Lösung für die Trennung von Standardkationen mit hohen Konzentrationsunterschieden bei vernünftiger Retentionszeiten. Trinkwässer mit tiefen Ammoniumgehalten lassen sich mit dieser Säule bestimmen.



858 Professional Sample Processor

Der 858 Professional Sample Processor verarbeitet Proben von 500 µL bis 500 mL. Der Probentransfer erfolgt entweder mittels Peristaltikpumpe am 850 Professional IC System oder durch einen 800 Dosino.



941 Eluent Production Module

Das 941 Eluent Production Module ermöglicht die automatische Herstellung eines Eluenten. Es ermöglicht das kontinuierliche Arbeiten ohne manuelles Eingreifen und garantiert stabile Retentionszeiten. Es ist mit allen Metrohm IC-Geräten kombinierbar und wird von MagIC Net kontrolliert.



800 Dosino

Der 800 Dosino ist ein Antrieb mit Schreib-/Lesehardware für intelligente Dosiereinheiten. Mit fest montiertem Kabel (Länge 150 cm).



MSM Rotor A

Suppressor-Rotor für alle IC-Geräte mit MSM (Metrohm Suppressor Modul)



IC-Ausrüstung: Inline-Verdünnung

Zubehörset zur Inline-Verdünnung. Zur Verwendung mit dem 858 Professional Sample Processor, 800 Dosino and 741 Magnetic Stirrer.



MagIC Net 4.0 Professional: 1 Lizenz

Professionelles PC-Programm für die Steuerung aller intelligenten Professional IC Systeme, Compact IC Geräte und ihrer Peripherie, aller Detektoren und den verschiedenen Autosamplern, 800 Dosino, 771 Compact Interface, etc. Die Software erlaubt die Kontrolle, Datenaufnahme, -auswertung und -überwachung sowie Report-Erstellung von ionenchromatographischen Analysen.

Grafische Benutzeroberfläche für Routineoperationen, umfangreiche Datenbankprogramme, Methodenentwicklung, Konfiguration und manuelle Systemsteuerung; sehr flexible Benutzerverwaltung, leistungsfähige Datenbankoperationen, umfangreiche Datenexportfunktionen, individuell konfigurierbarer Reportgenerator, Steuerung und Überwachung sämtlicher Systemkomponenten und der Chromatographie-Resultate.

MagIC Net Professional erfüllt vollumfänglich die FDA-Vorschrift 21 CFR Part 11 wie auch GLP.

MagIC Net steht in 16 Dialogsprachen zur Verfügung: Deutsch, Englisch, Chinesisch, Traditionelles Chinesisch, Französisch, Italienisch, Spanisch, Portugiesisch, Bulgarisch, Tschechisch, Ungarisch, Japanisch, Koreanisch, Russisch, Slowakisch

1 Lizenz.

Die Installation und Dokumente werden auf einem USB Stick geliefert.