

TECHNISCHE UNIVERSITÄT MÜNCHEN

Lehrstuhl für Verfahrenstechnik disperser Systeme

Partikelbetrachtungen und Partikelcharakterisierungen in Malzmaische für die Bierbereitung

Dipl.-Ing. (Univ.) Johannes Tippmann

Vollständiger Abdruck der von der Fakultät Wissenschaftszentrum Weihenstephan für Ernährung, Landnutzung und Umwelt der Technischen Universität München zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktor-Ingenieurs

genehmigten Dissertation.

Vorsitzender:

Univ.-Prof. Dr.-Ing. U. M. Kulozik

Prüfer der Dissertation:

1. Univ.-Prof. Dr.-Ing. K. Sommer (i.R.)
2. Univ.-Prof. Dr.-Ing. T. Becker
3. Hon.-Prof. Dr.-Ing. H. M. Eßlinger, Technische Universität Bergakademie Freiberg

Die Dissertation wurde am 06.11.2013 bei der Technischen Universität München eingereicht und durch die Fakultät Wissenschaftszentrum Weihenstephan für Ernährung, Landnutzung und Umwelt am 14.02.2014 angenommen.

„Durch unser Wissen unterscheiden wir uns nur wenig, in unserer grenzenlosen Unwissenheit aber sind wir alle gleich.“

Karl Raimund Popper

Gewidmet

Meinem langjährigen Bürokollegen Dr. Marcus Hertel

Meinem Vater Walter Tippmann

Ich hätte gerne noch mit euch gefeiert.

Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Verfahrenstechnik disperser Systeme, Wissenschaftszentrum Weihenstephan, Technische Universität München, im Zeitraum von 2005 bis 2011.

Es sei an dieser Stelle allen gedankt, die mich in der Zeit dieser Arbeit unterstützt und immer wieder angetrieben haben.

Meinem Doktorvater, dem ehemaligen Ordinarius des Lehrstuhls für Maschinen- und Apparatekunde und späteren Lehrstuhls für Verfahrenstechnik disperser Systeme, Herrn Prof. Dr.-Ing. Karl Sommer, möchte ich besonderen Dank aussprechen. Er gab mir während meiner Zeit nicht nur die Möglichkeit, ausgiebig im Bereich der Feststoffverfahrenstechnik im Sudhaus zu forschen, auch für mein „Arbeitshobby“, der Forschung im Schankanlagenbereich, lies er mir großzügige Freiräume. Für beides nahm er sich stets Zeit zur Diskussion, kritischen Hinterfragung der Ergebnisse und gab mir immer wieder Anreiz zu neuen Überlegungen.

Ihm ist es auch zu verdanken, dass ich während der Zeit am Lehrstuhl nicht nur mit meiner „Dissertationsarbeit“ beschäftigt war. Durch die Lehrstuhlseminare, außerordentlichen Vorlesungen für uns Doktoranden und Kongressreisen bot er uns Möglichkeiten, sich weit über den Tellerrand hinaus fortzubilden. Auch dafür nochmals ein großer Dank!

Den Zweitprüfern Herr Prof. Dr.-Ing. Thomas Becker und Herr Prof. Dr.-Ing. Hans-Michael Eßlinger sowie dem Prüfungsvorsitzenden Prof. Dr.-Ing. Ulrich Kulozik möchte ich für die Übernahme des jeweiligen Amtes danken.

Mein weiterer Dank gilt Prof. Dr.-Ing. Jens Voigt und Prof. Dr.-Ing. Heinz Dauth, welche als Wissenschaftliche Angestellte stets für Diskussionen und zum Meinungsaustausch bereit waren. Auch für die Unterstützung zu meiner persönlichen Entwicklung sei beiden von Herzen gedankt!

Unvergessen wird mir die Zeit am Lehrstuhl bleiben, welche ich mit den vielen Kollegen verbringen durfte. Ob während der Arbeit, beim Feierabend-Bier in Charly's Pub, beim Rauchen auf dem Balkon, oder den vielen schönen Festen. Immer ergab sich

die Möglichkeit eines fruchtbaren Austausches – sei es über die Wissenschaft, das Neueste vom Campus oder über private Dinge.

Ein besonderes Dankeschön möchte ich dem Werkstattteam um Peter Rauscher aussprechen. Trotz der häufigen Sonderwünsche und Extravaganzen schafften sie es immer, noch so ausgefallene Ideen umzusetzen und eine Vielzahl von Prototypen für die Untersuchungen zu bauen.

Ebenso ein dickes Dankeschön an Andrea Greif, die bei Fragen und Problemen im Labor stets zur Seite stand.

Danken möchte ich den über 40 Studenten, mit denen ich in meiner Zeit am Lehrstuhl zusammenarbeiten und oder deren Arbeiten betreuen durfte. Ohne sie wäre vieles nicht möglich gewesen.

Auch möchte ich mich bei all den Förderern und Sponsoren dieser Arbeit bedanken. Die Weihenstephaner Jubiläumsstiftung 1905 an der Technischen Universität München, die Wissenschafts-Förderung des Deutschen Brauerbundes, die Firmen Rheotest Mehdingen, Krones Werk Steinecker, Ziemann, Endress+Hauser, die Mälzereien IREKS und Weyermann®, um nur einige zu nennen. Durch ihre Großzügigkeit wurde vieles ermöglicht, was ohne Forschungsauftrag nicht zu bewerkstelligen gewesen wäre.

Für das kritische Korrekturlesen meiner Arbeit möchte ich mich noch bei meiner Frau Julia und Prof. Dr.-Ing. Heinz Dauth bedanken, die mir mit vielen hilfreichen Kommentaren im Endspurt noch eine großartige Unterstützung gegeben haben.

Meiner lieben Frau Julia sei auch von ganzem Herzen dafür gedankt, dass sie die unzähligen Stunden meiner Abwesenheit aufgrund von Kongressen, der ein oder anderen Überstunde am Lehrstuhl und die Zeit des Zusammenschreibens geduldig ertragen hat!

Inhalt

Inhalt	I
Formelzeichen und Abkürzungen.....	VII
1 Einleitung und Zielsetzung	1
2 Verfahrenstechnische Aspekte des Maischen und des Läuterns (Stand des Wissens)	4
2.1 Unit Operations des Maischprozesses	4
2.1.1 Mischen und Homogenisieren	5
2.1.2 Rühren, Sedimentieren, Rheologie	6
2.1.3 Lösung und Diffusion, Stoffübergang, Enzymtechnologie	7
2.1.4 Partikeltechnologie	8
2.1.5 Bildung und Ausdampfung von Aromastoffen	9
2.1.6 Anwendung ausgewählter Unit Operations zur Inline-Steuerung des Maischens	10
2.2 Unit Operations beim Läutern und verfahrenstechnische Charakterisierungsmöglichkeiten.....	11
2.2.1 Sedimentation	12
2.2.2 Fest-Flüssig-Trennung	14
2.2.3 Auswaschung des Extraktes	17
2.2.4 Partikeltechnologie	17
2.2.5 Bildung und Ausdampfung von Aromastoffen beim Läutern	17
2.3 Partikelgrößenmessung.....	17
2.3.1 Möglichkeiten von Partikelgrößenmessungen	17
2.3.2 Anwendungsbereiche in der Brauerei	20
2.4 Ladungsmessung	21
2.4.1 Mechanismen der Ladungsmessung.....	21
2.4.2 Anwendungsmöglichkeiten der Ladungsmessung	23
3 Allgemeine Materialien und Methoden.....	25

3.1	Rohstoffe	25
3.2	Material und Methoden der Maischeherstellung	25
3.2.1	Schrotmühle	25
3.2.2	Probenteiler	26
3.2.3	Laborreaktor LR 2001 mit optionalem Kapillarviskosimeter <i>LK 2.1</i>	26
3.2.4	Kongressmaischbad BMW8/CPU	28
3.2.5	Maischverfahren	28
3.3	Vorhandene Analysengeräte und -methoden	29
3.3.1	Stammwürzemessung mittels Biegeschwinger	29
3.3.2	Viskositätsanalysen	30
3.3.2.1	Aufnahme der Maischeviskosität durch Messung des Drehmoments	30
3.3.2.2	Aufnahme der Würzeviskosität mittels Kapillarviskosimeter	31
3.3.3	Partikelgrößenanalysen	33
3.3.3.1	Siebturmanalyse (Pfungstätter Plansichter)	33
3.3.3.2	Laserbeugungsspektroskopie	33
3.3.4	Photoanalyse des Maischprozesses unter dem Mikroskop	35
3.3.5	Partikelladungsmessgerät PCD-03 mit Titrator PCD-T3 und Titrationssoftware PCD LabX	36
3.4	Statistische Methoden	39
4	Entwicklung und Validierung von Arbeits- und Messmethoden	41
4.1	Entwicklung einer Probennahme- und Messmethode zur Bestimmung der Partikelgrößenverteilung von Maische mittels Laserbeugung	41
4.1.1	Problemstellung	42
4.1.2	Versuchsdurchführung zur Entwicklung der Analysenmethode	42
4.1.3	Ergebnisse	44
4.1.4	Diskussion	48
4.2	Validierung der Helos-Messergebnisse durch eine optische Formfaktoranalyse	49

4.2.1	Problemstellung.....	49
4.2.2	Versuchsdurchführung	49
4.2.3	Ergebnisse	50
4.2.4	Diskussion	52
4.3	Entwicklung einer Messmethode zur Bestimmung der Ladungsdichte von Maische	52
4.3.1	Problemstellung.....	52
4.3.2	Versuchsdurchführung zur Entwicklung der Analysenmethode.....	53
4.3.3	Ergebnisse	54
4.3.4	Diskussion	58
5	Feststoffhandling beim Maischen.....	60
5.1	Untersuchungen und Anwendung der Herrmann´schen Viskositätsmessung der Maischesuspension in Verbindung mit der Partikelgrößenverteilung der Maische	60
5.1.1	Versuchsdurchführung	60
5.1.2	Ergebnisse	61
5.1.2.1	Grundsätzlicher Verlauf des Drehmoments.....	61
5.1.2.2	Einfluss der Drehzahl	62
5.1.2.3	Einfluss des Schüttungsverhältnisses auf das Drehmoment.....	63
5.1.2.4	Einfluss der Schrotfeinheit von Malzen auf das Drehmoment und die Viskosität	65
5.1.2.5	Einfluss der Malzqualität auf das Drehmoment	67
5.1.2.6	Einfluss der Schrotfraktionen auf das Drehmoment	69
5.1.3	Diskussion.....	70
5.1.3.1	Diskussion der Viskositätsmessungen	70
5.1.3.2	Diskussion von zusätzlichen Einflüssen auf die Viskosität	71
5.2	Untersuchungen zum Verhalten der Partikelgrößenverteilung während des Maischens	74
5.2.1	Versuchsdurchführung	74

5.2.1.1	Charakterisierung der Partikelgrößenverteilung während des Maischprozesses.....	74
5.2.1.2	Charakterisierung der Partikelgrößenverteilung während des Maischprozesses mit verschiedenen Schrotfraktionen.....	75
5.2.1.3	Charakterisierung der Partikelgrößenverteilung während des Maischprozesses mit verschiedenen Schrotfeinheiten	75
5.2.1.4	Charakterisierung der Partikelgrößenverteilung während des Maischprozesses mit verschiedenen Malzsorten	75
5.2.1.5	Charakterisierung der Partikelgrößenverteilung während des Maischprozesses mit verschiedenen Enzymkonzentrationen	75
5.2.1.6	Charakterisierung der Partikelgrößenverteilung während des Maischprozesses mit verschiedenen Rasttemperaturen bei der Maltoserast.....	76
5.2.2	Ergebnisse	76
5.2.2.1	Generelle Beschreibung der Partikelgrößenverteilungen während des Maischprozesses	76
5.2.2.1.1	Vergleich der Summenverteilungskurven zwischen 0 und 10 Minuten	79
5.2.2.1.2	Vergleich der Summenverteilungskurven zwischen 10 und 20 Minuten	81
5.2.2.1.3	Vergleich der Summenverteilungskurven zwischen 20 und 40 Minuten	82
5.2.2.1.4	Vergleich der Summenverteilungskurven zwischen 40 und 50 Minuten	83
5.2.2.1.5	Vergleich der Summenverteilungskurven zwischen 50 und 90 Minuten	83
5.2.2.2	Ergebnisse der Untersuchungen zur Charakterisierung der Maische mit verschiedenen Schrotfeinheiten	83
5.2.2.3	Ergebnisse der Untersuchungen zur Charakterisierung der Maische mit verschiedenen Schrotfraktionen	87

5.2.2.4	Ergebnisse der Untersuchungen zur Charakterisierung der Maische mit verschiedenen Malzsorten.....	90
5.2.2.5	Ergebnisse der Untersuchungen zur Charakterisierung der Maische mit verschiedenen Enzymkonzentrationen.....	95
5.2.2.6	Ergebnisse der Untersuchungen zur Charakterisierung der Maische mit verschiedenen Rasttemperaturen bei der Maltoserast.....	101
5.2.3	Diskussion.....	106
5.3	Photoanalytische Darstellung des Maischverlaufes und Validierung der Partikelgrößenmessung unter dem Mikroskop	107
5.3.1	Versuchsdurchführung	107
5.3.2	Ergebnisse	108
5.3.3	Diskussion.....	110
5.4	Untersuchungen zu einer Inline-Steuerung des Maischprozesses	111
5.4.1	Versuchsdurchführung	111
5.4.2	Ergebnisse	113
5.4.3	Diskussion.....	116
5.5	Untersuchungen zur Ladungsdichte der Maische.....	117
5.5.1	Versuchsdurchführung	117
5.5.2	Ergebnisse	118
5.5.2.1	Ergebnisse der Ladungstitrationen.....	118
5.5.2.2	Ergebnisse der korrespondierenden Partikelgrößenmessungen.....	119
5.5.2.3	Ergebnisse der zentrifugierten Maischen	122
5.5.3	Diskussion.....	122
6	Schlussfolgerungen	126
6.1	Viskositätsmessungen beim Maischen.....	126
6.2	Partikelgrößenmessungen beim Maischen.....	127

6.3	Anwendung der Partikelgrößeninformationen für eine Inline-Steuerung des Maischprozesses.....	128
6.4	Nutzen der Informationen Maischeviskosität und Partikelgrößenverteilung zur Maischebeurteilung	128
6.5	Nutzen der Visualisierung des Stärkekornerhaltens	129
6.6	Ladungstitration als Analysemethode des Maischprozesses	129
6.7	Möglichkeiten zur Optimierung des Läuterprozesses	129
7	Zusammenfassung.....	131
8	Summary.....	133
9	Quellennachweise und Literatur.....	135
9.1	Eigene Veröffentlichungen	135
9.2	Literatur	136
10	Abbildungen	148
11	Tabellen	155
12	Anhang.....	156
12.1	Malzspezifikationen	156
12.2	Schrotsortierungen der Plansichteranalysen	161
12.3	Mikroskop-Maischversuche	162
12.3.1	Maischversuch ohne Enzymgabe.....	162
12.3.2	Maischversuch mit Enzymgabe.....	163
12.3.3	Maischversuch mit Enzymgabe nach Verkleisterung	164
13	Lebenslauf	165

Formelzeichen und Abkürzungen

A	Filtrations-/Sedimentationsfläche	m ²
c	Titrationmittelkonzentration	mol/l
d	Durchmesser	m
d _e	Ersatzkorndurchmesser	m
F	Faraday-Konstante = 96,486	C/mol
h	Kuchenhöhe	m
k	Durchlässigkeit eines Filterkuchens	m ²
m	Masse	kg
M _t	Drehmoment	Ncm
n	Drehzahl	U/min
n	Anzahl der Ereignisse	-
Ne	Newton-Zahl	-
P	Rührerleistung	W
PCD	Particle Charge Detector	
PDW	Photonen-Dichtewellen-Spektroskopie	
Δp	Differenzdruck	kg/m s ²
q	Spezifische Gesamtladungsmenge	mol
Q	Gesamtladungsmenge	C
Q _M	Massenbezogene Gesamtladungsmenge	C/g
q _r	Dichteverteilung einer Mengengart r	
Q _r	Summenverteilung einer Mengengart r	
r	Mengengart einer Partikelgrößenverteilung	-
r	Abstand der Glasfasern im PDW	mm
Re	Reynolds-Zahl	-
s	Empirische Standardabweichung	
s ²	Empirische Varianz	
t	Quantil der t-Verteilung	
V	Volumen	m ³
ṽ	Volumenstrom	m ³ /s
x	Länge	m
x ₁₀	mittlerer Partikeldurchmesser bei Q _r =10%	m
X ₅₀	mittlerer Partikeldurchmesser bei Q _r =50%, Median	m
X ₉₀	mittlerer Partikeldurchmesser bei Q _r =90%	m
x _α	Größe einer Partikel aus dem Merkmal α	m
x _β	Größe einer Partikel aus dem Merkmal β	m
α	Irrtumswahrscheinlichkeit	
ε	Permeabilität	m ²
η	dynamische Viskosität	kg/m s
μ _a	Absorptionskoeffizient	1/mm
μ _s '	Streukoeffizient	1/mm
ρ	Dichte	kg/m ³
σ	Oberflächenladungsdichte	C/m ²
ψ	Formfaktor	-
ψ	Elektrisches Potential	J/C

1 Einleitung und Zielsetzung

Die Zeitspanne von der Entdeckung des Bierbrauens in Mesopotamien über das Mittelalter bis hin zur modernen Brautechnologie stellt eine ständige Entwicklung und Gewinnung neuer Erkenntnisse über Rohstoffe, Anlagen und Prozesse dar. Die Entwicklungen wurden, wie in jeder Industrie, von verschiedenen Einflussfaktoren bestimmt und hatten gesundheitsrelevante, kulturelle oder wirtschaftliche Aspekte als Motivation. Dies ging einher mit der Erschließung immer neuer Wissenschaftsfelder [1, 2].

Ab der Zeit der Industrialisierung setzte eine Konzentration der früher meist kleineren Betriebe ein. So entstand die heutige Brauindustrie mit stetig wachsenden Betriebsstätten und Konzernen, wodurch auch die immer neuen technischen Herausforderungen immer größer wurden. Entwicklungen werden heutzutage – in der Brauindustrie gleichwohl wie in der restlichen Industrie - durch ökologische und ökonomische Ziele vorgegeben [3].

Die Verfahrenstechnik als eigene Disziplin ist eine noch recht junge Wissenschaft. Der erste Lehrstuhl für dieses Fachgebiet wurde Ende der 1920er Jahre in Karlsruhe mit Prof. Dr.-Ing. Emil Kirschbaum besetzt. Das Ziel des Lehrstuhls war es, Ingenieure auszubilden, deren Spezialisierung das ingenieurwissenschaftliche Verständnis zur Betrachtung stoffumwandelnder Prozesse ist [4]. Kirschbaum gilt als Pionier und maßgeblich treibende Kraft für die Entwicklung der Verfahrenstechnik in der Folgezeit [5].

Wie die Erfahrung zeigt, ist die Branche der Brauer als tendenziell eher konservativ einzuschätzen. Vor allem im klein- und mittelständisch geprägten Bereich wird der Verwendung bewährter technologischer Methoden gegenüber verfahrenstechnisch innovativer Neuentwicklungen oftmals der Vorzug gegeben. Dies mag mit ein Grund dafür sein, dass sich die Brauereiverfahrenstechnik als bewusst wahrgenommene Chance zur Innovation erst in den vergangenen Jahrzehnten verstärkt entwickeln konnte.

Die Prozessschritte im Sudhaus beinhalten unterschiedliche Unit Operations der dispersen Verfahrenstechnik. Die bedeutendste für den Brauprozess ist dabei wohl die Lösung und Stoffumwandlung der Stärkekörner in vergärbare Zucker, wodurch die fermentative Eigenschaft der gewonnenen Würze entsteht. Eine weitere verfahrens-

technische Grundoperation im Sudhaus ist die Fest-Flüssig-Trennung für die Gewinnung der „blanken“ Würze, welche üblicherweise mit einem Läuterbottich oder einem Maischefilter durchgeführt wird.

Über die technologischen Auswirkungen dieser Prozessschritte im Sudhaus wurden umfangreiche Untersuchungen durchgeführt. Die verfahrenstechnische Beschreibung ist jedoch noch nicht hinreichend erfolgt und birgt noch umfangreiche Verbesserungspotentiale.

Der Lehrstuhl für Verfahrenstechnik disperser Systeme (ehemals Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde) befasst sich mit brauspezifischen Fragestellungen seit langer Zeit. Vor dem Hintergrund entstand diese Arbeit zur Vertiefung des Verständnisses bekannter Prozesse, der Entwicklung neuer Analysemethoden sowie der Erschließung neuer Forschungsschwerpunkte.

Das Feststoffhandling beim Maischen und Läutern stellt an sich zwei getrennte Systeme dar, die im Hinblick auf das Läutern jedoch einen direkten Zusammenhang besitzen. Aus diesem Grund wurden die verfahrenstechnischen Aspekte dieser beiden Prozessschritte getrennt wie auch im Zusammenhang eingehend untersucht. Gespräche mit Anlagenherstellern und Brauereien zu Beginn des Projektes zeigten, dass eine Inline-Steuerung des Maischprozesses von allen Seiten vermisst und als notwendig angesehen wird.

Aus diesen Anforderungen ergab sich die Aufgabenstellung, neue Möglichkeiten zur Maischepartikel-Charakterisierung zu entwickeln und sie nach Möglichkeit für beide Anforderungen nutzen zu können. Bei Maische handelt es sich um eine disperse Suspension. Schubert gibt dafür verschiedene Charakterisierungsmöglichkeiten an [6]. Einige davon werden bereits von anderen Autoren beschrieben [7–9], ausgewählte und neue sollten die Aufgabenstellung dieser Arbeit sein.

In der vorliegenden Arbeit sollten dabei nachfolgende Ziele verfolgt werden:

- Entwicklung und Validierung von Messmethoden zur verfahrenstechnischen Charakterisierung des dispersen Zustandes der Maische
- Verfahrenstechnische Charakterisierung des Maischprozesses anhand der entwickelten Methoden

- Bereitstellen von Basiswissen über mögliche Inline-Steuerungssysteme für den Maischprozess
- Schaffung von Basiswissen, um den Läuterprozess zu optimieren

2 Verfahrenstechnische Aspekte des Maischen und des Läuterns (Stand des Wissens)

Die Bierherstellung ist ein Jahrtausende alter Prozess, der in seinen biochemischen Grundoperationen bis heute nahezu unverändert ist. Lediglich die technischen Möglichkeiten und Anwendungen wurden über die Jahrhunderte hinweg stetig optimiert und weiterentwickelt [1, 2].

2.1 Unit Operations des Maischprozesses

Der Maischprozess ist die „Geburt“ des Bieres, indem die im Malz vorhandene Stärke durch enzymatische, chemische und physikalische Vorgänge in die vergärbaren Zucker umgewandelt wird. Es stellt dadurch den bedeutendsten Vorgang beim Maischen dar [1, 10–12]. Dies erfolgt nach der Lösung des Schrotens im Brauwasser und führt zur Suspension Maische, welche durch verschiedene Temperaturstufen (Rasten) geführt wird. Dadurch werden die im Malz vorhandenen Enzyme entsprechend ihrer optimalen Wirktemperatur aktiviert und vollziehen die Umwandlungsprozesse.

Der Erfolg einer guten Maischarbeit hängt dabei von einer Vielzahl von technologischen Faktoren ab [1]. Die Literatur zeigt jedoch auch, dass aufgrund zahlreicher Fortschritte in der Gerstenzüchtung und der Mälzungstechnologie der Schwerpunkt des Maischens auf die amylolytische Arbeit gelegt werden kann [13–19].

Verfahrenstechnisch gesehen handelt es sich bei Maische um eine Suspension, welche aus einer dispersen (Malzschrot→Treber) und einer kontinuierlichen Phase (Wasser→Würze) besteht [9, 20, 21]. Der Maischprozess setzt sich aus unterschiedlichen Unit Operations zusammen.

Tabelle 1: Verfahrenstechnische Unit Operations des Maischprozesses

Unit Operation	Vorgang im Maischbottich
Mischen und Homogenisieren	Einmaischen, gleichmäßige Durchmischung für einen homogenen Prozess
Sedimentation	Absetzen der Maischefeststoffe
Rühren	Verhindern des Absetzens der Maischefeststoffe, Homogenisierung der Suspension und des Erwärmungsprozesses
Rheologie	Bewegung der kontinuierlichen und der dispersen Phasen während des Maischens
Lösung, Stoffübergang	Übergang der löslichen Bestandteile von der dispersen in die kontinuierliche Phase

	se
Diffusion	Transport der Enzyme zum Substrat Stärke, Transport der gebildeten Zucker
Partikeltechnologie	Verhalten der Schrotpartikeln während des Maischens, Status der Partikeln während des Maischprozesses
Wärmeübergang und Temperaturführung	Aufheizen der Maische, um die für die optimale Aktivierung der Enzyme benö- tigte Temperatur zur Verfügung zu stel- len
Thermische Trennung	Ausdampfung von Aromastoffen wäh- rend des Maischprozesses

2.1.1 Mischen und Homogenisieren

Das richtige Mischen und Homogenisieren hat für einen erfolgreichen Maischprozess entscheidende Bedeutung [10, 22]. Entstehen beim Einmaischen - dem Vermischen von Wasser und Malzschrot - Klumpen, werden dadurch Prozessvorgänge für eine erfolgreiche Stoffumsetzung der wertgebenden Inhaltsstoffe verhindert. Die Folge sind eine inhomogene Maischequalität und Probleme beim nachgeschalteten Läuterprozess [22–24]. Binkert merkt an, dass das Wort Maischen von Mischen abgeleitet ist [25].

Der dem Maischen vorgelagerte Prozess, das Schroten, kann auf verschiedene Arten durchgeführt werden. Zum Erhalt der Spelzen, die vor allem im Läuterbottich einen besseren Läuterprozess bewirken, wird hierfür oftmals ein Nassschrotverfahren mit Walzenmühlen eingesetzt [10, 26]. Ein besonderes System einer Nassschrotmühle stellt das Dispergiersystem Dispax der Firma Ziemann, Ludwigsburg, dar. Das Malzschrot wird durch 3 Rotor-Stator-Stufen feinst zerkleinert, homogenisiert und in den Maischbottich gepumpt [27]. Hierbei erfolgt bereits eine gute Homogenisierung der Malzinhaltsstoffe mit Wasser. Dieses System ist allerdings nur für Maischefilter geeignet, da durch die ebenfalls zerkleinerten Spelzen der Aufbau eines möglichst porösen Filterkuchens im Läuterbottich nicht mehr möglich ist.

Daneben werden in vielen Brauereien auch Trockenschrotmühlen oder Schrotmühlen mit lediglich leichter Konditionierung des Malzes eingesetzt. Bei diesen Zerkleinerungsmethoden treten die oben benannten Probleme der Klumpenbildung auf [10]. Um diese zu vermeiden, wurden mehrere Systeme entwickelt, welche die Homogenisierung beim Einmaischen sicherstellen. Das System des Vormaischers, mit wel-

chem schon seit geraumer Zeit gearbeitet wird [10], wurde durch die Systeme Optimischer® [25] sowie AlloySius [23] optimiert.

Um die Homogenisierung der Maische im Bottich zu verbessern, wurde von der Firma Krones das Maischsystem Shakesbeer entwickelt, bei welchem die Homogenisierungsbeschleunigung durch einen eingebauten Rüttler erreicht werden soll [28–30]. Dies wirkt sich auch positiv auf den Läuterprozess aus [31].

2.1.2 Rühren, Sedimentieren, Rheologie

Das Rühren steht beim Maischen direkt mit zwei weiteren Unit Operations in Zusammenhang, dem Entgegenwirken einer Sedimentation sowie der Gewinnung von rheologischen Informationen.

Aufgrund von Dichteunterschieden sinken die Malzpartikeln im Maischbottich ab. Dies kann zu zahlreichen Problemen führen. Daher ist ein Rührwerk für Maischbottiche unverzichtbar [10]. Binkert merkt an [25], dass die Entwicklung von Rührern lange Zeit ein Hauptaugenmerk zur Verbesserung der Maischequalität war. Dies ist laut Narziß eng mit den zahlreichen Konsequenzen, welche aus einem falschen Rühren resultieren können, verbunden [10]. Das Hauptaugenmerk des Rührens liegt, bei gleichzeitigem Vermeiden von Scherkräften und Sauerstoffaufnahme, bei der optimalen Homogenisierung der Maische für einen idealen Prozessablauf. Die Homogenisierung betrifft dabei die gleichmäßige Verteilung der Schrotpartikeln sowie den gleichmäßigen Wärmeübergang.

Herrmann [9, 32] führte Untersuchungen zur Kraftaufnahme eines Ankerrührers zur rheologischen Beurteilung der Maische durch. Er entwickelte eine kontinuierliche Charakterisierungsmöglichkeit der Maische und führte Messungen für diese Charakterisierungsparameter durch. Damit kann über eine Viskositätsmessung der Suspension der Zustand der Maische, wie z.B. die Verkleisterung, beschrieben und beurteilt werden. Geode arbeitete auf dem gleichen Gebiet, verwendete allerdings ein Rührgerät mit 6 Fächern. Er zeigte damit neben dem Abbau der Maischefeststoffe auch die Möglichkeit auf, dass Rohstoffunterschiede durch Viskositätsunterschiede nachzuweisen sind [33, 34]. Auch untersuchte er den Einfluss von Variationen der Enzymkonzentrationen auf die Viskosität [35].

Die stetige Viskositätsmessung der kontinuierlichen Phase liefert ebenfalls Informationen zur Beurteilung der Maischequalität. Allerdings wird dies in der Literatur für die

Prozesseinbindung mit klassischen Viskosimetern teilweise kontrovers diskutiert [9, 36–41].

Anlagenhersteller haben das Potential dahinter erkannt und versuchen, die Rührer ihrer Maischbottiche mit entsprechenden Sensoren auszustatten. Dies ist jedoch nicht immer zu realisieren, da durch zu hohe Verluste (Reibung der Rührwerkswelle, elektrische Verluste) das erhaltene Messsignal in einem Industriemaischbehälter nicht immer ausreichend für eine Beurteilung ist [Michel, R., persönliche Mitteilung]. Um dieses Problem zu umgehen, hat die Firma Ziemann, Ludwigsburg, einen Ultraschallsensor zur Viskositätsmessung im Maischbottich entwickelt, mit dem die Viskosität der Maische beurteilt werden kann [43]. Hoog stellte fest, dass eine Messung der Maischeviskosität unter bestimmten Voraussetzungen durch die Integration eines Anton Paar Rheoswing RSD 1-1 möglich ist [41]. Erfolge wurden auch mit Hilfe von Kernresonanzmessungen erzielt [44].

Untersuchungen zur Viskosität scheinen nach der durchgeführten Recherche das am meist untersuchte verfahrenstechnische Charakteristikum der Suspension Maische zu sein [7, 33–35, 37, 38, 40, 41, 45, 46]. Neben Rückschlüssen auf die Ursachen der Viskosität durch Modelle, wie sie Herrmann [9] im Zusammenhang mit den Partikelgrößen aufgestellt hat, bestehen noch weitere Möglichkeiten, die bereits in anderen Industriezweigen eingesetzt werden.

2.1.3 Lösung und Diffusion, Stoffübergang, Enzymtechnologie

Der wichtigste Prozess des Maischens ist die Lösung der wertgebenden Substanzen aus den Feststoffpartikeln des Schrotes in die kontinuierliche Phase Würze. Dies geschieht durch ein Zusammenwirken der verschiedenen Prozesse Lösung, Diffusion, Stofftransport und Enzymtechnologie.

Die Geschwindigkeit dieser Vorgänge hängt von einer Vielzahl von Parametern ab, deren Bestimmung die Grundlage einer Reihe von Arbeiten gewesen ist [47–53]. Ziel dieser Arbeiten war meist auch eine Modellierung des Maischprozesses. Die Modelle lassen teils gute Rückschlüsse auf den Prozess zu, sind aber aufgrund der Komplexität der Maische (z.B. unterschiedliche Malzzusammensetzung durch Sorte, Provenienz, Jahrgang) noch nicht direkt in der Praxis anwendbar. Ein allgemeingültiger Ansatz konnte noch nicht gefunden werden [54, 55].

Ein neuer gesamtheitlicher Ansatz zu diesem Thema wird derzeit im AiF-Forschungsprojekt AiF 16542 N durchgeführt [56].

2.1.4 Partikeltechnologie

Der Zusammenhang zwischen der Partikelgrößenverteilung und der Reaktionsgeschwindigkeit ist sowohl in der Verfahrenstechnik [20, 57] als auch in der Braubranche bekannt [10, 27, 58–60]. So stellt die Partikelgrößenzusammensetzung einen wichtigen Einflussfaktor für die Maisch- und Läuterarbeit dar. Feineres Schrot führt zu höheren Ausbeuten, kann aber auch zu Problemen, gerade im klassischen Läuterbottich, führen [10, 27, 58, 59]

Die Partikeltechnologie spielt demnach beim Maischen eine wichtige Rolle. Die Suspension Maische besteht aus einer kontinuierlichen sowie einer dispersen Phase, welche sich während des Maischprozesses signifikant in ihren Charakteristika verändern. Gekennzeichnet ist diese Änderung vor allem von der Malzlösung beim Einmaischen sowie der Stärkelösung durch Enzyme.

Der Umfang an Arbeiten zum Themenkomplex der Partikelgrößenanalyse in Biermaischen ist überschaubar [7, 9, 10, 61].

Bühler gibt in seiner Dissertation Partikelgrößenverteilungen über den Stärkeabbau während des Maischprozesses an. Die Vermessung erfolgte dabei mittels eines Coulter Counter LS 130 und eines Coulter Multisizer II. Er beschreibt exemplarisch den Partikelabbau im Maischprozess, allerdings ohne die Ergebnisse mit statistischer Absicherung darzustellen. Weiterhin benutzt Bühler nur ein Maischprogramm mit den Temperaturen von 65°C und 75°C [7].

Einen weiteren Ansatz zur Charakterisierung der Partikelgrößenveränderungen beim Maischen verfolgten Herrmann [9] und Schwill-Miedaner [61]. Teilweise verwendeten sie die Methode der Laserbeugung, benutzten aber schwerpunktmäßig einen Nasssiebturm zur Suspensionsanalyse. Diese Methode hatte den Nachteil, dass die durchgeführten Analysen durch die aufwändige Probenaufbereitung mit 20 min Zeitversatz erfolgten. Zudem wurde durch die Verwendung eines Nasssiebturmes für die Größenordnung der Partikeln nur eine relativ breite Klassenteilung erzielt.

Im Hinblick auf den Läuterprozess stellen die Partikelgrößen der Maische einen wichtigen Einflussfaktor dar. Schneid äußert die Vermutung, dass die Partikelgrößenver-

teilung einen Einfluss auf den Läuterprozess besitzt und in dieser in gewissem Masse durch eine verbesserte Enzymdiffusion in die Maischepartikeln durch moderne Techniken beim Maischen beschleunigt werden kann [30]. Näher diskutiert und untersucht wurde dies von Bühler, welcher auch die Einflüsse der Abmaischtemperatur auf die Partikelgröße und den Modalwert der Probe untersuchte. Er postuliert, dass der Läutererfolg schwerpunktmäßig von der Zusammensetzung der feinen Partikeln abhängt [7].

Kreisz analysierte die Läuterzeit durch den Einfluss von Enzymen im Maischprozess [62]. Er untersuchte dabei lediglich die Schrotzusammensetzung mit einem Plansichter. Er konnte feststellen, dass eine Enzymzugabe zu schnelleren Läuterzeiten führt. Dabei versäumte er allerdings, durch das Aufstellen einer Massenbilanz der Feinpartikeln im Maischbottich einen möglichen Effekt auf den Läuterprozess festzustellen.

Eine weitere Möglichkeit, disperse Phasen zu charakterisieren, ist die Messung der Oberflächenladung bzw. des Strömungspotentials [63]. Untersuchungen zum Verhalten der Oberflächenladung oder des Zeta-Potentials während des Maischens konnten in der Literaturrecherche im Rahmen dieser Arbeit nicht gefunden werden. Allerdings wurden bereits Untersuchungen im Kaltbereich zur Bierklärfiltration, zur Trübungsstabilisierung und zum Gushing durchgeführt [64–73]. Ein Einfluss durch Ladungseffekte auf die (Tiefen-)Filtration im Läuterbottich kann vermutet werden.

2.1.5 Bildung und Ausdampfung von Aromastoffen

Die Bildung von Aromastoffen bei der Bierherstellung beginnt bereits während der Mälzung und wird über den Maisch-, Läuter- und Kochprozess fortgeführt [74, 75]. Diese teilweisen unerwünschten Aromakomponenten gilt es, während der Kochung bis unter den Geschmacksschwellenwert auszutreiben [10]. Die Tatsache, dass sich im Whirlpool erneut Aromastoffe nachbilden, muss besonders berücksichtigt werden.

Ein im Sudhaus besonders beachteter Aromastoff ist das Dimethylsulfid (DMS). Dieser Aromastoff entsteht, direkt, oder indirekt als DMS-Precursor, während der Mälzung und wird dadurch in den Brauprozess eingebracht. Der Precursor ist thermisch instabil und zerfällt unter thermischer Beanspruchung in DMS. Der Geschmacksschwellenwert von DMS liegt bei ca. 50-100 µg/l [76–78], wobei sich DMS-Gehalte in diesem Bereich auch positiv auf den Biergeschmack auswirken können. Werte von 100 – 130 µg/l Gesamt-DMS (Precursor und freies DMS) sollten in der Ausschlag-

würze nicht überschritten werden, um unerwünschte Geschmackseinflüsse (meist kohlartig, gemüseartig) im fertigen Bier zu vermeiden [77–79].

DMS wird zwar bei niedrigen Temperaturen, wie sie beim Maischen und Läutern vorherrschen, nicht sehr stark gebildet, ist aber aufgrund der Einschleppung durch das Malz teilweise in sehr hohen Konzentrationen vorhanden. Nach der Arrhenius-Gleichung hängt die Bildung von Aromastoffen von der Temperatur ab, was bedeutet, dass bei höheren Temperaturen mehr Aromastoffe gebildet werden [80]. Demzufolge wird eine entsprechend große Menge DMS während der Kochung zusätzlich gebildet.

Scheuren fand in seiner Arbeit heraus [81], dass die Flüchtigkeit von DMS mit abnehmender Temperatur zunimmt. Dies begünstigt die Möglichkeit, durch gezieltes Austreiben von DMS bereits vor dem Kochprozess den Gehalt unter den kritischen Schwellenwert zu reduzieren und somit Energie zu sparen. Die Durchströmung mit Luft und eine einhergehende Oberflächenvergrößerung können diesen Prozess beschleunigen.

2.1.6 Anwendung ausgewählter Unit Operations zur Inline-Steuerung des Maischens

Die Würzeherstellung wird durch verschiedene Maischverfahren, je nach gewünschtem Biertyp, durchgeführt. Diese Maischprogramme beruhen größtenteils auf Empirie und Erfahrung, und werden durch sogenannte Sicherheitssysteme gesteuert [55, 82, 83]. Es wird dabei die Dauer der Rast so lange gewählt, bis die gewünschten stofflichen Umsetzungen möglichst vollständig abgelaufen sind und dies durch eine zeitliche Zugabe abgesichert ist. Schwill-Miedaner führte Untersuchungen zur Zeitoptimierung des Maischprozesses durch und zeigte damit auf, dass kürzere Rastzeiten möglich sind [84]. Dies setzt jedoch entsprechende Qualitäten in den verwendeten Rohstoffen voraus. Lösungen für eine Inline-Prozesssteuerung, welche gegen diese Unsicherheiten eingesetzt werden können, sind für den Einsatz in einer Brauerei noch nicht marktreif vorhanden, wenngleich zahlreiche Ansätze existieren [55].

Das Vorliegen der bekannten kontinuierlichen und dispersen Phase eröffnet die Möglichkeit, diese zu messen und zur Charakterisierung der Maische heranzuziehen. Im Laufe des Maischprozesses verändert sich die Zusammensetzung der Maische durch verschiedene Einflüsse, wodurch u.a. die Viskosität und die rheologischen Ei-

genschaften der Maische beeinflusst werden. Wie bereits erwähnt, wird beispielsweise versucht, diese Veränderung beispielsweise durch die Messung der Viskosität über die Drehmomentaufnahme des Rührwerkes im Maischbottich oder mittels Ultraschallsensoren aufzunehmen. Ein Verfahren, den Zustand der Maische über die Partikelgrößenverteilung oder die Partikelmenge online oder inline zu messen, ist noch nicht vorhanden.

Laut Hass sind auch für die Bierherstellung Online- oder Inline-Messungen zukunftsweisend [85]. Hass, Reich et al. führten mit verschiedenen Suspensionen Messungen durch und fanden heraus, dass die Photonen-Dichtewellen-Spektroskopie durchaus eine praktikable Möglichkeit dafür darstellt [86–90].

2.2 Unit Operations beim Läutern und verfahrenstechnische Charakterisierungsmöglichkeiten

Der Läuterprozess im Sudhaus stellt die Fest-Flüssig-Trennung einer komplexen Suspension durch Filtration dar. In ihm erfolgt die Abtrennung disperser Malzrückstände von der kontinuierlichen Phase Würze und teilt sich insgesamt gesehen in zwei Verfahrensschritte - eine Filtration und eine anschließende Auswaschung der Treber [10]. Diese wird klassischerweise auf zwei verschiedene Arten durchgeführt, entweder in einem Läuterbottich oder in einem Maischefilter. Die größte Verbreitung besitzt dabei immer noch der Läuterbottich. Es ist allerdings zu beobachten, dass der Maischefilter langsam an Marktanteilen gewinnt [91].

Bevor der Läuterprozess in einem Läuterbottich beginnt, muss die Maische in diesen überführt werden. Früher erfolgte die Einlagerung von oben, wird aber aufgrund einer schonenderen Behandlung der Maische und als Schutz vor zu großer Sauerstoffaufnahme in modernen Systemen mittlerweile von unten durch einen Maischeverteiler in der Läuterbottichmitte durchgeführt [10].

Nach einer Läturruhe, in der sich der Filterkuchen bildet, erfolgt das sogenannte Trübwürzepumpen, bei dem der trübe Vorlauf in das Gefäß von oben zurückgegeben wird, bis die Würze blank läuft. Der Start des Trübwürzepumpen ist das Vorschießen. Hierbei werden die Anstiche (Ablaufrohre des Läuterbottichs) kurz schnell aufgerissen, um die angesammelten Feststoffpartikeln unter dem Läuterbottich zu entfernen. Diese sammeln sich beim Abmaischen durch Sedimentation durch die Senkbo-

denschlitze am Läuterbottichboden an und behindern bei Nicht-Entfernen den Würze fluß beim Läuterprozess.

Nachdem der Hauptlauf die Würze geklärt hat, erfolgt das Waschen des Treberkuchens durch das sogenannte Überschwänzen, bei dem heißes Wasser intervallweise oder kontinuierlich von oben auf den Kuchen gegeben wird. Das Waschen erfolgt bis zur Glattwassernutzschwelle. Dies ist der Gehalt an Extrakt, welcher gerade noch rentabel im Vergleich zum Energieaufwand einer Stammwürzekorrektur durch Kochen ist [10].

Im Maischefilter wird der Filterkuchen in 20-50 einzelne, kleine Filterkuchen zerlegt, welche über vertikal eingesetzte Filtertücher abgeläutert werden. Der Ablauf der Würze wird beim Maischefilter durch Druckbeaufschlagung unterstützt. Die Prozessschritte Trübwürzepumpen und Kuchenauswaschung werden auch beim Maischefilter durchgeführt, laufen technisch bedingt aber anders ab als in einem Läuterbottich.

Ebenso wie das Maischen lässt sich das Läutern in verschiedene Unit Operations unterteilen.

Tabelle 2: Verfahrenstechnische Unit Operations des Läuterprozesses

Unit Operation	Vorgang im Läuterbottich
Sedimentation	Absetzen der Maischefeststoffe
Fest-Flüssig-Trennung	Abscheiden der Maischefeststoffe
Auswaschen	Möglichst umfangreiche Gewinnung der wertgebenden Substanzen
Thermische Trennung	Ausdampfung von Aromastoffen während des Läuterprozesses

2.2.1 Sedimentation

Eine Sedimentation von Feststoffen tritt ein, wenn Partikeln gewisse Voraussetzungen in Bezug auf Größe und Dichte erfüllen und nicht durch äußere Einflüsse (z.B. Rührer) in Schwebe gehalten werden. Die stationäre Sinkgeschwindigkeit w_f bei laminaren Bedingungen lässt sich berechnen, wobei vorausgesetzt wird, dass sich die Partikeln wie Kugeln verhalten und sich frei gegeneinander bewegen können. Sind diese Voraussetzungen nicht erfüllt, muss eine Korrektur durch einen Partikelformkorrekturfaktor bzw. den Schwarmbehinderungsfaktor erfolgen. Ab einer gewissen Feststoffdichte verändert sich die partikelspezifische Sinkgeschwindigkeit und es tritt der Fall der Schwarmsinkgeschwindigkeit ein [6, 20, 92].

Diese Beeinflussung kann sich positiv und negativ beschleunigend auf die Partikel-sinkgeschwindigkeit auswirken und tritt ab einer Partikelkonzentration von $\varphi_S > 0,25\%$ auf. Bis zu einer Partikelkonzentration von 2-5 % bilden die Partikeln sogenannte Cluster ohne dabei zu agglomerieren, sinken aber nach den Gesetzen einer großen Partikel schneller ab. Bei weiter steigender Konzentration verdrängt eine Partikel nach dem Kontinuitätsprinzip ein gewisses Volumen, welches durch das Absinken der Partikeln nach oben strömt. Dies geschieht umso mehr, je größer die Partikelkonzentration ist und führt mit steigender Konzentration zu immer langsameren Sinkgeschwindigkeiten. Dabei treten auch Effekte auf, durch welche sich Partikeln gegenseitig in der Sedimentation behindern, wodurch diese unabhängig von ihren geometrischen Eigenschaften mit der gleichen Geschwindigkeit sedimentieren [6, 20].

Ein Effekt, der durch dieses Partikelverhalten auftritt, ist die sogenannte Zonensedimentation. Diese kann aus Flockungsvorgängen oder nahe beieinander liegenden Partikelgrößen resultieren [20].

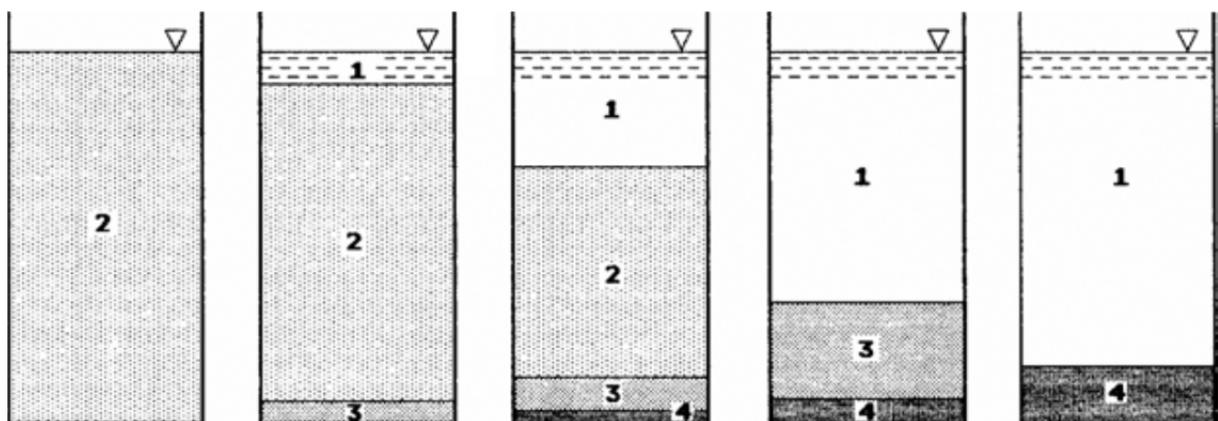


Abbildung 1: Sedimentationszonen einer Suspension (1: Klarflüssigkeitszone; 2: Sedimentationszone; 3: Kompressionszone; 4: verdichtetes Sediment) [20]

Diese Kenntnis nennt Stieß essentiell für die Auslegung von Anlagen, welche für solche Aufgabenstellung konzipiert sind [20].

Viele Modelle, welche Sedimentationsvorgänge beschreiben, beziehen sich auf monodisperse und eng verteilte Stoffsysteme. Bei klassischer Läuterbottichmaische handelt es sich um ein breit verteiltes, überwiegend binäres Partikelsystem aus groben (z.B. Spelzen, Griese) sowie feinen (unlösliche Mehlbestandteile, kleine Bruchstücke) Partikeln. Maischefilterschrote sind in der Regel feindisperser und enger verteilt, allerdings besitzen die Partikeln der Spelzen eine andere Dichte als die Parti-

keln des Mehlkörpers [10]. Diese beiden wichtigen Charakteristika bedingen jeweils unterschiedliche Sinkgeschwindigkeiten der Partikeln.

Nach der Einlagerung der Maische in den Läuterbottich tritt eine teilweise Zonensedimentation auf, wodurch die charakteristische Schichtung des Treberkuchens ausgebildet wird [7, 93]. Die vorhandenen Schichten werden in der Brauersprache als Oberteig bzw. Unterteig bezeichnet [10], wobei der Oberteig nur aus feinen Partikeln und der Unterteig aus einer Mischung von feinen und groben Partikeln besteht.

Im Maischefilter muss eine solche Sedimentation vermieden werden, da hier ein homogener Aufbau in der Vertikalen von essentieller Bedeutung für den Trennvorgang ist [10].

2.2.2 Fest-Flüssig-Trennung

Sowohl beim Maischefilter als auch beim Läuterbottich gab es in den vergangenen Jahren eine Vielzahl von Entwicklungen, welche den Prozess vor allem im Hinblick auf die Belegzeiten der Anlage optimiert haben. Dies gelang auch durch eine Beschleunigung des Filtrationsvorganges. Dabei spielten oftmals Erfahrung und Empirie eine wichtige Rolle, die Hintergründe hinter den Effekten wurden teilweise nicht ausreichend beschrieben.

In den vergangenen Jahrzehnten wurden zudem weitere Separationsmethoden entwickelt, welche sich jedoch nicht flächendeckend durchsetzen konnten. Neben den beiden klassischen Läutermethoden wurde vor allem der Strainmaster zur Separation eingesetzt. Dessen Prinzip beruht darauf, durch perforierte Rohrleitungsbündel die Filtrationsfläche zu vergrößern und so den Prozess zu beschleunigen [10, 94–96].

Es gibt eine Vielzahl von Ansätzen zu einer alternativen Fest-Flüssig-Trennung im Sudhaus. Ansätze sind u.a. die Trennung mit Drehtrommel-Vakuumfiltern, Hydrozyklonen und Dekantern [97–100]. Einen Überblick über weitere Methoden geben Schöffel et al. in ihrem zweiteiligen Artikel „Weniger bekannte, meist kontinuierlich arbeitende Läutergeräte“ [101, 102] sowie Narziss [10] und Briggs et al. [96]. Die meisten Systeme setzten sich nach Narziss jedoch wegen zu hoher Fettsäuregehalte nicht durch [10, 103] Narziß, L., persönliche Mitteilung]. Briggs et al. [96] stellen auch fest, je schneller der Separationsvorgang ist, desto höher ist der Fettsäuregehalt sowie der anderer unerwünschter Inhaltsstoffe.

Narziss beschreibt im Läuterbottich drei verschiedene, sich überlagernde Filtrationsmechanismen (Sieb-, Kuchen- und Tiefenfiltration), deren genaue Abgrenzung anhand ihrer Filtrationswirkung und –effekte jedoch noch nicht ausreichend erklärt ist [10]. Kunze ergänzt hierzu, dass die Tiefenfiltration durch zwei Effekte, durch Verstopfen und durch Adsorption, stattfindet [104].

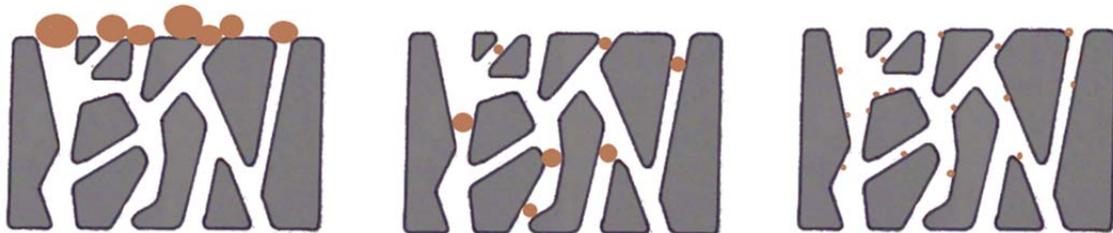


Abbildung 2: Filtrationseffekte durch Oberflächenfiltration, Tiefenfiltration durch Verstopfen und Tiefenfiltration durch Adsorption (v.l.n.r.) [104]

Die Basis der Läuterbottich-Filtration bildet ein Filtermedium als Stützschrift (Senkboden), über welchem sich der Treberkuchen als Filterschrift aufbaut. Der dabei entstehende Filterwiderstand R setzt sich aus zwei Faktoren zusammen, dem Widerstand des Filtermediums R_M und dem Widerstand des Filterkuchens R_K [105].

Um den Läuterprozess mathematisch zu beschreiben, wendete Huige et al. die Darcy-Gleichung an, in welcher der Widerstand indirekt durch die Permeabilität k beschrieben wird [59].

$$\dot{V} = \frac{k \cdot A \cdot \Delta p}{\eta \cdot h} \quad \text{Gleichung 1}$$

Die Permeabilität ist dabei abhängig von der Partikelgröße d_e und der Porosität ε des Schüttgutes.

$$k = \frac{\varepsilon^2 \cdot d_e^2}{(1 - \varepsilon)^2 \cdot 180} \quad \text{Gleichung 2}$$

Es ist dabei zu beachten, dass diese Annahme nur für einen konstanten, inkompressiblen Filterkuchen gilt. Es herrscht noch Uneinigkeit, ob es sich beim Verhalten des Filterkuchens im Läuterprozess um eine rein kompressible, eine inkompressible oder eine kombinierte Form der Kuchenfiltration handelt [7, 10].

Technologische Einflüsse auf den Läuterprozess werden von Bühler zusammengefasst [7]. In seinen eigenen Untersuchungen stellte er fest, dass beim Läutervorgang

die feine Schicht (vgl. 2.2.1) über den Spelzen, der sogenannte Feinteig, den größten Einfluss auf den Läuterprozess hat [7]. Zudem fand er heraus, dass durch die Erhöhung der Abmischtemperatur eine Vergrößerung der Partikelgrößen zu beobachten war. Zwar würde sich mit einer parallelen Erniedrigung der Viskosität die Filtrationsgeschwindigkeit theoretisch erhöhen, jedoch merkt er an, dass das Gegenteil der Fall ist. Bezüglich der Gründe für das Partikelwachstum konnte er keine Aussagen treffen.

Auch Kreisz untersuchte Einflüsse auf die Läutergeschwindigkeit. Er reduzierte die Menge an großen Polysacchariden durch enzymatische Maischebehandlung und konnte dadurch die Läutergeschwindigkeit erhöhen [62].

Einen weiteren Einfluss auf den Läuterprozess stellt die Ablaufgeschwindigkeit der Würze dar. Erfolgt das Vorschießen zu intensiv oder wird der Volumenstrom zu Beginn des Läuterns zu hoch gewählt, geht der Volumenstrom im Lauf des Läuterprozesses gegen Null, da sich der Kuchen zusammenzieht [10]. Aufgrund dieser Aussage lässt sich bereits die Kompressibilität des Filterkuchens belegen (vgl. oben).

Um diesem Problem entgegen zu wirken, werden von den Sudhausherstellern verschiedene Strategien angewandt. Das geläufigste Hilfsmittel für einen kontinuierlichen Würzeablauf ist der Einsatz eines Hackwerkes mit mehreren Messern, welches heutzutage häufig über eine Fuzzy-Logic gesteuert wird [106–108].

Eine weitere diskutierte Möglichkeit zur Beschleunigung des Filtratablaufs ist der Einsatz von Senkböden mit unterschiedlichen freien Durchgangsflächen. Während diese nach Narziß einen eher untergeordneten Einfluss besitzt [10], führt sie nach anderen Autoren zu deutlichen Steigerungen [109–114]. Zahlenwerte, welche die Abhängigkeit zwischen Durchflussgeschwindigkeit und Durchgangsfläche definieren, sind nicht vorhanden.

Zur Verhinderung der Volumenstromreduktion durch zu starkes partielles Zusammenziehen des Filterkuchens und zur gleichmäßigeren Auslaugung der Treber wird von der Firma GEA-Huppmann ein größerer Abstand zwischen Senkboden und Läuterbottichboden sowie ein vergrößerter Läutertulpenwinkel propagiert [115, 116]. Wissenschaftliche Begründungen hierzu sind noch nicht zu finden.

2.2.3 Auswaschung des Extraktes

Die Auswaschung des Extraktes wird in der Brauersprache „Überschwänzen“ genannt. Durch diesen Prozess werden die restlichen in den Trebern vorliegenden Extraktbestandteile in die Würze überführt. Das Auswaschen erfolgt anhand des Extrakt-Konzentrationsgradienten zwischen dem Anschwänzwasser und dem Treberkuchen. Die Auswaschung soll gleichmäßig über den kompletten Filterkuchen bis zum Erreichen einer gewissen Restkonzentration im Treber erfolgen [10].

Mit dem Anschwänzen muss begonnen werden, bevor der Flüssigkeitspegel unter das Niveau des Filterkuchens fällt. Dadurch wird der Auftrieb und die Luftfreiheit des Filterkuchens sichergestellt [7]. Für das Anschwänzen gibt es kontinuierliche und diskontinuierliche Strategien [10].

2.2.4 Partikeltechnologie

Partikelgrößenmessungen und andere Methoden werden in zahlreichen Industrien schon erfolgreich für die Prozessoptimierung eingesetzt. Wie bereits erwähnt, hat die Partikelgrößenverteilung sowie die Partikelmasse einen entscheidenden Einfluss auf die Porosität des Filterkuchens und somit auf den Volumenstrom (vgl. 2.2.2). Diese Kenngrößen werden bislang im Brauprozess noch zu wenig eingesetzt, um gezielte Verbesserungen zu erreichen.

Ebenso könnte die Kenntnis der Partikelladungen dazu beitragen, die Kenntnisse über die Abscheidemechanismen im Treberkuchen durch Tiefenfiltration genauer zu beschreiben [6, 105].

2.2.5 Bildung und Ausdampfung von Aromastoffen beim Läutern

Untersuchungen zur Aromastoffaustreibung während dem Läuterprozess sind bislang nicht vorhanden und wurden erst in jüngster Zeit durchgeführt [81, 117, 118].

2.3 Partikelgrößenmessung

2.3.1 Möglichkeiten von Partikelgrößenmessungen

Der Partikelgrößenbereich, welcher mit einem Messsystem gemessen werden kann, hängt von verschiedenen Faktoren ab. Den größten Einfluss darauf hat dabei das Messsystem selbst [20, 119–121]. Daher ist vor den Untersuchungen festzulegen, welcher Partikelgrößenbereich von Interesse für die Untersuchungen ist. Maische ist eine komplexe Matrix mit Partikelgrößen vom Nanobereich (z.B. Proteine) [10] bis hin

zu mehreren Millimetern (Spelzen). Der für die stoffliche Umsetzung interessante Bereich für die Maische liegt im Bereich zwischen 1 μm und 500 μm , dem Bereich der Stärkekörner und derer Agglomerate [10, 120].

Für die Ermittlung der Partikelgrößenverteilung einer Suspension gibt es eine Reihe von Analysenmethoden (z.B. Nasssiebung, Sedimentationsanalyse), von denen jedoch viele sehr zeitaufwändig oder nicht für alle Partikelgrößenbereiche geeignet sind [120].

Eine schnelle, immer weiter verbreitete und üblicherweise einfach durchzuführende Methode zur Messung von Partikelgrößen ist die Laserbeugung, welche unter gewissen Voraussetzungen auch für sehr kleine Partikelgrößen geeignet ist [119, 121–123]. Während für Partikeln im Mikrometer-Bereich die Auswertung mit der Fraunhofer-Theorie möglich ist, gilt es zu beachten, dass für Partikeln im Nanometer-Bereich bei Anwendung der Mie-Theorie auch die Kenntnis der komplexen Brechungsindizes notwendig ist [121]. Standards für diese Analysenmethode sind in der Norm BS ISO 13320 geregelt [124].

Die erfolgreiche Anwendung eines Messsystems setzt das Verständnis verschiedener Anforderungen voraus. In der Natur besitzen die meisten Partikeln keine ideale, sphärische Form, sondern weichen davon ab. Je nach verwendetem Messsystem sind die Partikelgrößen in Folge dessen für sich gesehen wahre Werte. Allerdings sind sie untereinander nicht ohne weiteres vergleichbar. Erreichbar wird die Vergleichbarkeit, wenn die Partikelgröße durch einen Äquivalenzdurchmesser angegeben wird. Dieser ist in Abhängigkeit eines bestimmten Partikelmerkmals wie z.B. die Sinkgeschwindigkeit oder die Projektionsfläche zu ermitteln.

Um auf Basis einer Partikeleigenschaft (Größe, Sinkgeschwindigkeit) die Abweichung des Äquivalenzdurchmessers von der realen Partikel zu beschreiben, werden Formfaktoren verwendet. Sie setzen jeweils eine spezifische Eigenschaft wie z.B. Oberfläche, Projektionsfläche oder Sinkgeschwindigkeit mit derjenigen ins Verhältnis, welche über den Äquivalenzdurchmesser berechnet worden ist. Der Wert des Formfaktors beträgt $\psi \leq 1$ und entspricht beim Bezug auf eine ideale, runde Partikel der Zirkularität. Sie kann mit entsprechenden Formeln auch auf alle anderen Partikelformen bezogen werden [20]. Allgemein ausgedrückt lautet die Formulierung

$$\psi_{\alpha,\beta} = \frac{x_{\alpha}}{x_{\beta}}$$

Gleichung 3

und wurde von Pahl et al. [125] beschrieben.

Abbildung 3 zeigt eine reale, unregelmäßige Partikel mit unterschiedlichen Durchmessern sowie eine ideale sphärische Partikel mit einem Durchmesser. Beide Partikeln besitzen dabei die gleiche Projektionsfläche.

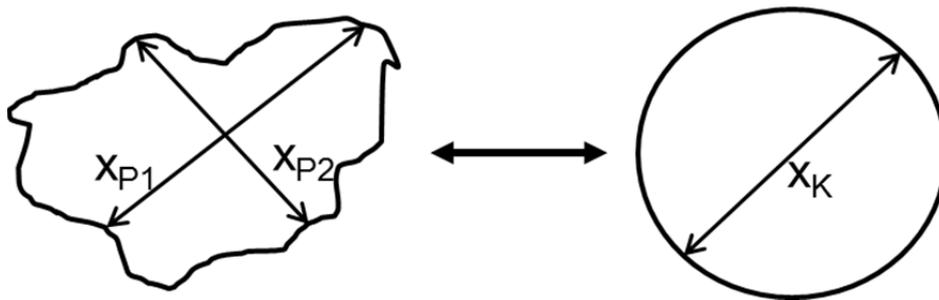


Abbildung 3: Reale Partikel (links) und flächengleiche Partikel (rechts)

Zusätzlich zum Formfaktor ist die Sphärizität eine Möglichkeit, Partikeln zu beschreiben. Von den Partikeln ist eine Formanalyse z.B. mit Hilfe eines Mikroskop oder anderer geeigneter Methode durchzuführen. Anhand dieser Daten kann z.B. die Sphärizität nach Wadell ermittelt werden. Diese beschreibt das quadrierte Verhältnis des Durchmessers der volumengleichen zur oberflächengleichen Kugel [6, 20].

Einen guten Überblick über die weitere Charakterisierung von Partikeln geben Stieß [20] und Merkus [119]. Eine Definition erfolgt auch über die Normenreihe DIN ISO 9276 [126].

Die von einem Messgerät festgestellten Werte werden in Partikelgrößenverteilungen dargestellt, entweder als Summen- oder als Dichteverteilung. Dies ist für verschiedene Mengenarten r möglich, welche in Tabelle 3 dargestellt sind.

Tabelle 3: Mengenarten von Partikelgrößenverteilungen

r	Mengenart	Methoden
0	Anzahl	Zählverfahren
1	Länge	Längenmessung
2	Volumen	Fotographische Verfahren (2D)
3	Masse	Siebung, Laserbeugung, Streulicht, Sedimentation (mit Dichte) (3D)

Die Dichteverteilung ist dabei die Ableitung der Summenverteilung.

$$q_r(x) = \frac{dQ_r}{dx} \approx \frac{\Delta Q_r}{\Delta x}$$

Gleichung 4

Manchmal ist es notwendig, dass Verteilungen mit unterschiedlichen Mengenarten r miteinander verglichen werden sollen (z.B. Längenverteilung und Volumenverteilung). Dafür werden zuerst entsprechend der Mengenart die Gesamtzahl der Partikel einer Intervallbreite und anschließend die neue Verteilung der benötigten Mengenart berechnet.

Zusätzlich ist festzustellen, dass Partikelgrößenverteilungen nur Verhältniszahlen beschreiben. Um absolute Partikelgrößenänderungen festzustellen, ist die Feststoffmasse mit einzubeziehen.

Partikelgrößenverteilungen besitzen verschiedene Kennzahlen. Die am häufigsten verwendete ist der Median. Der Wert ist die Partikelgröße, bei welchem 50 % der Partikelmenge bei einem bestimmten Partikelmerkmal r kleiner bzw. größer ist. Er wird auch als $x_{50, r}$ bezeichnet. Eine weitere Kennzahl ist der Modalwert. Er gibt an, welche Partikelklasse bei einem entsprechenden Partikelmerkmal r am häufigsten vorhanden ist. Es handelt sich dabei um das Maximum der Dichteverteilung.

2.3.2 Anwendungsbereiche in der Brauerei

Partikelgrößenmessungen in der Brauerei sind nicht weit verbreitet und beschränken sich im Wesentlichen auf die Schrotanalyse. Diese wird mit Hilfe des Pfungstatter Plansichters, einer definierten Zusammensetzung von verschiedenen Siebböden, durchgeführt [127, 128]. Diese Analyse ermöglicht einen groben Überblick über die Zusammensetzung des eingesetzten Malzschrotes, wodurch die Schrotung beurteilt werden kann. Jedoch stößt dieses System spätestens bei der Verwendung von Nassschrotmühlen an seine Grenzen. Um diese Schrot-Suspensionen zu analysieren, sind entweder Trocknungsmethoden notwendig, welche sich durch Agglomerationsprozesse negativ auf die Schrotzusammensetzung auswirken können, oder es ist eine Analyse mit dem Nasssiebturm durchzuführen. Auf diesem Gebiet wurden bereits Untersuchungen durchgeführt und Methoden entwickelt [9, 10, 61]. Eine exakte Bestimmung der Partikelgrößenverteilung ist damit nahezu unmöglich [129]. Vor allem die Einflüsse durch Ultraschallunterstützung oder starkes Schütteln der Siebe führen zu verfälschten Ergebnissen, da Agglomerations- und Desagglomerationsvorgänge stattfinden. Zudem sind beide Systeme, Nass- wie auch Trockensiebung, auf die Messdauer bezogen langsam und zeitaufwändig [9, 127, 130].

2.4 Ladungsmessung

2.4.1 Mechanismen der Ladungsmessung

Neben der Partikelgrößenanalyse stellt die Messung der Ladung von Partikeln eine Methode zur Partikelcharakterisierung dar. Sie ist ein Teil einer Vielzahl von Mechanismen, mit denen Partikelinteraktionen beschrieben werden können [131]. Für diese Theorie gibt es eine Reihe von Modellvorstellungen [63]. Die Grundlagen dafür sind auf Helmholtz, Gouy, Chapman und Stern zurückzuführen [132]. Das Messprinzip der Oberflächenladungsmessung beruht auf der Abscherung einer Elektronenwolke, welche sich um die zu vermessende Partikeln befindet.

Zum Verständnis der Oberflächenladung von Partikeln merkt Müller [63] an, dass eine Partikel z.B. in elektrolytfreiem Wasser nach außen hin neutral erscheint, obwohl die Partikel an sich eine Ladung besitzt. Diese „Ladungsneutralität“ ergibt sich daraus, dass solche Teilchen dissoziierbare Gruppen besitzen, welche sich als eine Art Wolke im umgebenden Wasser um die Partikel aufhalten und somit eine offensichtliche Neutralität herstellen. Es bildet sich eine diffuse Schicht. Beim Aufbau dieser Gesamtladung können sowohl positive als auch negative Ionen sowie eine Kombination beider die Wolke bilden.

Auch können Ladungsverhältnisse aus Fehlstellen im Gitter des Körpers resultieren, woraus sich wiederum eine entsprechende Wolke bildet. Durch diese Ladungsverhältnisse ergibt sich die Oberflächenladung mit dem elektrischen Potential ψ [63, 133].

Abbildung 4 zeigt die generellen Verhältnisse um eine Partikel und Abbildung 5 die Bezeichnungen der Bereiche, welche mit zunehmendem Abstand von der Partikelmitte auftreten.

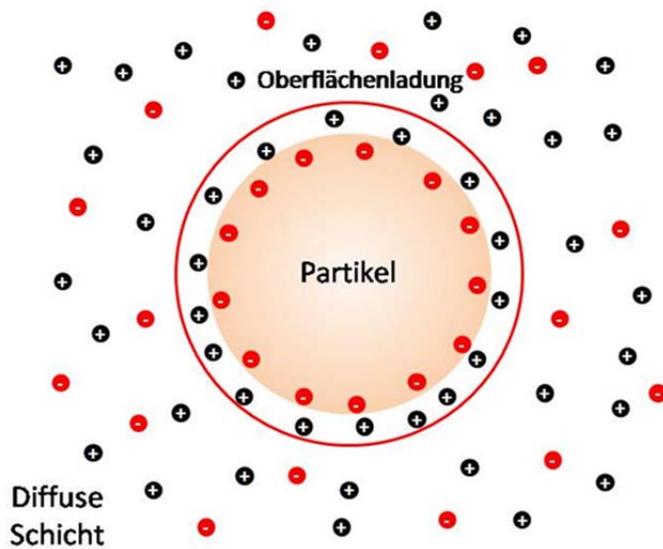


Abbildung 4: Beispiel einer Partikel in Lösung [134]

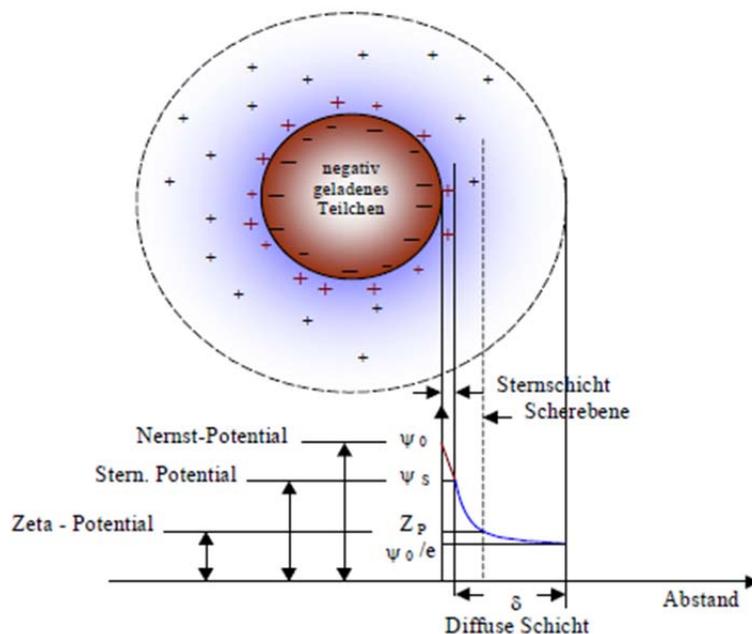


Abbildung 5: Modell der Ladungs- und Potentialverteilung um eine Partikel [135]

Die innere Schicht wird als Stern-Schicht bezeichnet und unterteilt sich in die innere (dehydratisierte Ionen) und in die äußere (hydratisierte Ionen) Helmholtz-Schicht. Im weiteren Abstand um die Partikel befindet sich die diffuse Schicht, welche auch als Gouy-Chapman-Schicht oder Zetapotential definiert wird.

Wie in Abbildung 5 zu sehen ist, bilden die Kationen direkt an der Oberfläche der Partikel die Sternschicht. Sie verläuft von der Partikel entfernend linear. Dies ist mit der gleichmäßigen räumlichen Verteilung der Ladungen in der Nähe des Teilchens begründet. Der Bereich neben dieser Sternschicht weist keinen linearen, sondern

einen exponentiellen Ladungsverlauf auf. Dies ist das Resultat aus der inhomogenen Kationenverteilung mit zunehmendem Abstand von der Partikel.

Entsprechend dieser Schichtung können verschiedene Potentiale definiert werden. Direkt an der Partikeloberfläche liegt das sogenannte Nernst-Potential Ψ_0 vor. Diesem folgen entsprechend dem Schichtenaufbau das Sternpotential Ψ_s sowie das Zeta-Potential Z_p . Die Stärken dieser Schichten hängen von verschiedenen Faktoren wie z.B. dem Elektrolytgehalt oder pH-Wert einer Lösung ab.

Aufbauend auf dieser elektrochemischen Grundlage und unter Berücksichtigung von van-der-Waalschen Anziehungskräften ergibt sich die sogenannte DLVO-Theorie [63]. Diese Grenzflächentheorie wurde von Derjaguin, Landau, Overbeek und Verwey aufgestellt und beschreibt das Agglomerations- bzw. Abstoßungsverhalten von Partikeln, welche auf den Wechselbeziehungen zwischen der van-der-Waalschen Anziehung und der elektrochemischen Abstoßung beruht [136].

2.4.2 Anwendungsmöglichkeiten der Ladungsmessung

Die Ladungsdichte wird bereits in vielen Industrien zur Charakterisierung verschiedener Stoffe, Suspensionen und deren Verhalten eingesetzt [63, 134, 137]. Eine ausführliche Übersicht darüber gibt Gun'ko et al. [138].

Neben Anwendungen in der Lebensmittelindustrie [139–141] findet auch im Bereich des Brauwesens diese Analysenmethode seit geraumer Zeit Anwendung. Sie wird für Analysen zur Bieralterung, der Trübungsstabilität sowie zum Gushingverhalten von Bier [66–70, 142] ebenso eingesetzt wie für die Charakterisierung von „beer particles“ und Hefezellen [143].

Für die Filtration, speziell die Tiefenfiltration, spielt die Oberflächenladung eine sehr große Rolle [20, 105, 144]. Mladenchev stellt hierzu fest, dass dies für den Partikelgrößenbereich von 0,1 μm bis 10 μm einen entscheidenden Einfluss haben kann [135]. Dadurch gewinnt dieser Aspekt Interesse in Bezug auf die Abscheidung der feinen Maischebestandteile im Läuterbottich, worüber bislang noch keine Literatur zu finden ist.

Wie Sartor in ihrer Recherche herausfand [145], resultieren aus verschiedenen Untersuchungen unterschiedliche Meinungen, in wie weit die Partikelladung Einfluss auf verschiedene Prozesse, auch in der Getränkeindustrie, nehmen kann. Auch merkt

sie an, dass zahlreiche Untersuchungen mit den falschen Ausgangs- und Zielproblemen untersucht wurden (z.B. breite Partikelverteilungen), wodurch nur geringe Informationen gewonnen werden konnten. Mit einer gewissen Eingrenzung gibt es jedoch eine Vielzahl von Fragestellungen, welche mit Hilfe der Oberflächenladung bearbeitet werden können.

Selbst wenn die Oberflächenladung nur einen untergeordneten Effekt auf die Tiefenfiltration haben sollte, so stellt sie eine Möglichkeit dar, Agglomerationseffekte zu charakterisieren, welche sich durch eine veränderte Partikelgrößenverteilung wiederum auf die Filtrationsfähigkeit auswirken kann [105]. Dies spielt auch im Brauprozess eine wichtige Rolle, da sich z.B. eine Verzögerung nach dem Maischeende negativ auf die Filtrationszeit beim Läutern auswirkt. Bühler konnte bei einer Verlängerung des Abmaischvorganges bzw. einer Temperaturerhöhung zum Abmaischen ebenfalls eine Zunahmen der Partikelgrößen im Feinbereich feststellen, jedoch dafür keine Erklärung liefern [7].

Mit diesen Kenntnissen und mit Hilfe der DLVO-Theorie [63] kann somit ein Ansatz gegeben sein, dieses Phänomen zu erklären und zu quantifizieren. Untersuchungen zu Zusammenhängen zwischen Proteinen und zeta-Potential unterstreichen dies [139, 146–148].

Untersuchungen von Getreidemahlerzeugnissen mit Hilfe dieser Messmethode und die Detektion und Möglichkeit der Unterscheidung verschiedener Sorten [149] lassen den Schluss zu, dass diese Analysenmethode auch für Malz und für Biermaische geeignet sein kann. Wongsagonsup [139] konnte den Proteingehalt von Reis mittels der Zetapotentialmessung bestimmen. Da das Strömungspotential stark mit dem Zetapotential korreliert, ist es denkbar, dass diese Methode analog auch auf Malz anwendbar ist und somit die teilweise sehr teuren Messgeräte zur Proteinbestimmung ablösen können. Somit kann durch die Messung des Strömungspotentials der Brauindustrie sowohl verfahrenstechnisch als auch analytisch ein aussagekräftiges Analysenverfahren gegeben werden.

3 Allgemeine Materialien und Methoden

Die für die Experimente verwendeten Rohstoffe, Versuchs- und Analysengeräte werden, sofern notwendig, mit ihren Grundlagen, beschrieben. Spezielle Messgeräte, mit denen neue Verfahren entwickelt wurden, werden im entsprechenden Kapitel beschrieben.

3.1 Rohstoffe

Für die Versuche wurden verschiedene Malze verwendet. Tabelle 4 gibt eine Übersicht über die Varietäten und die dazugehörigen Versuche. Die Spezifikationen sind, sofern vorhanden, dem Anhang beigelegt.

Tabelle 4: Verwendete Malze und ihre Bestimmungen

Mälzerei	Malztyp	Versuche
IREKS, 2008	Pilsner, gut gelöst	<ul style="list-style-type: none"> • Drehmomentmessungen • Partikelgrößenmessungen • Partikelladungsmessungen
IREKS, 2010	Pilsner, gut gelöst	<ul style="list-style-type: none"> • Partikelgrößenmessungen • Partikelladungsmessungen
BGT	Münchener Malz Typ II	<ul style="list-style-type: none"> • Partikelladungsmessungen
BGT	Wiener Malz	<ul style="list-style-type: none"> • Partikelladungsmessungen
Weyermann, 2006	Pilsner, gut gelöst	<ul style="list-style-type: none"> • Entwicklung der Analysenmethode
Weyermann, 2007	Pilsner, gut gelöst	<ul style="list-style-type: none"> • Partikelgrößenmessungen • Partikelladungsmessungen
Weyermann, 2007	Spitzmalz	<ul style="list-style-type: none"> • Drehmomentmessungen • Partikelgrößenmessungen • Partikelladungsmessungen
Weyermann	Münchener Malz Typ II	<ul style="list-style-type: none"> • Partikelladungsmessungen
Weyermann	Wiener Malz	<ul style="list-style-type: none"> • Partikelladungsmessungen

3.2 Material und Methoden der Maischeherstellung

3.2.1 Schrotmühle

Die verwendeten Schrote wurden, wenn nicht anders angegeben, mit der Schrotmühle der Pilotbrauerei am Lehrstuhl für Verfahrenstechnik disperser Systeme hergestellt. Es handelt sich dabei um eine 2-Walzen-Mühle Modell 16/16 der Firma Wilhelm Künzel, Kulmbach.

Mit dieser Schrotmühle kann ein variabler Mahlspace von 0,1-2,0 mm eingestellt werden. Die Überprüfung des Walzenabstandes erfolgte mit einer Spaltlehre.

3.2.2 Probenteiler

Mit der Schrotmühle hergestellte Chargen wurden für die Versuche über Probenteiler aufbereitet. Für die grobe Teilung stand ein Metallkreuz zur Verfügung, für die feinere Teilung ein automatischer Probenteiler Retsch PT der Firma Kremer & Kreiler Laborgeräte, München.

3.2.3 Laborreaktor LR 2001 mit optionalem Kapillarviskosimeter LK 2.1

Für die Labormaischversuche wurde ein Laborreaktor LR 2001 der Firma IKA, Staufen, verwendet. Der Laborreaktor wurde von Herrmann zusammen mit der Firma IKA speziell für Maischversuche konstruiert [9].

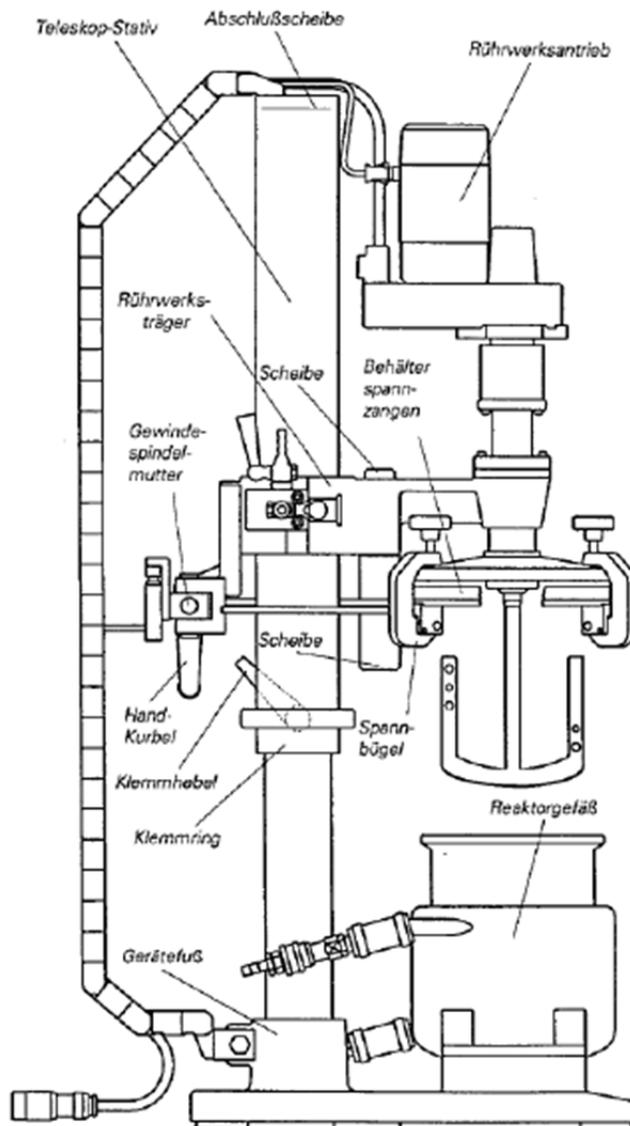


Abbildung 6: Aufbauzeichnung des Laborreaktor LR 2001 der Firma IKA, Staufen [9]

An einem Teleskopstativ, welches die Aufhängung darstellt, sind der Rührwerksträger mit dem Rührwerksantrieb sowie ein Drehmomentmessgerät angebracht. Im Antrieb ist der Ankerrührer frei hängend montiert, so dass das Drehmoment möglichst verlustfrei aufgenommen werden kann.

Das Reaktorgefäß besitzt einen Heizmantel, welcher über ein Temperierbad die Prozesstemperatur im Reaktor erzeugt. Das Reaktorgefäß wird mittels Behälterspannungen am Deckel des Reaktorturmes befestigt. Durch den Deckel verläuft die Welle des Rührers.

Im Deckel des Reaktorturmes befinden sich weitere Bohrungen, durch welche Messgeräte, Strömungsbrecher und Probennahmeventile in den Reaktor eingeführt werden können.



Abbildung 7: Laborreaktor LR 2001, IKA, Staufen, mit eingebauten Geräten

Optional kann über die Öffnungen im Deckel des Laborreaktors ein ebenfalls von Herrmann entwickeltes System zur Viskositätsmessung mittels Kapillarviskosimeter (gelber Gerätekörper) eingesetzt werden. Bei dem verwendeten Gerät handelte es sich um ein Kapillarviskosimeter Rheotest LK 2.1 der Firma Rheotest Mehdingen GmbH, Ottendorf-Okrilla.

Weitere Spezifikationen und Dimensionen sind der Arbeit von Herrmann [9] zu entnehmen.

Die Steuerung des Laborreaktors erfolgte mit der Software Labworldsoft ® 4.1 der Firma IKA, Staufen. Über diese Software können alle für das Maischen notwendigen Parameter programmiert und aufgezeichnet werden.

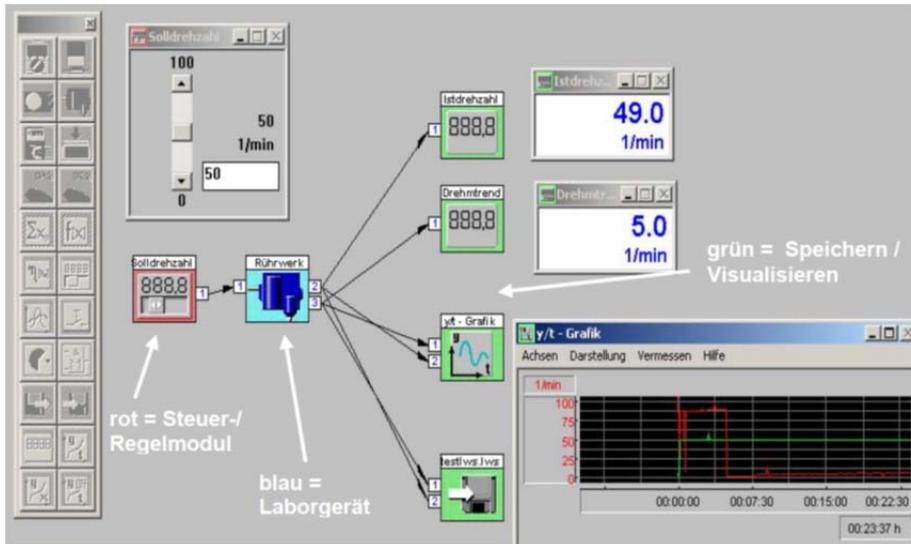


Abbildung 8: Screenshot der Benutzeroberfläche mit Funktionserklärungen der Software *Labworldsoft* ® 4.1

3.2.4 Kongressmaisbad BMW8/CPU

Kleine Versuchsmaischen wurden in einem programmierbaren Kongressmaisbad vom Typ BMW8/CPU der Firma Dinkelberg analytics GmbH, Gablingen, hergestellt. Dieser Maischapparat besitzt einen mikroprozessorgesteuerten Programmregler Dicon PR D 95.630 der Firma JUMO GmbH & Co. KG, Fulda.

Die Maischebehälter besitzen ein Füllvolumen von 500 ml. Die Temperaturführung wird programmiert und läuft automatisch ab. Gerührt wird die Maische mittels Blatt-rührer, welche über einen Bajonettverschluss an der Welle in ein Spannfutter eingesetzt werden.

3.2.5 Maischverfahren

Für die Versuche wurden 2 Maischverfahren angewendet.

Hoch-Kurz-Maischverfahren eignen sich für gut gelöste Malze. Da bei diesen Malzen die Eiweißmoleküle bereits beim Mälzen sehr weit abgebaut worden sind, kann diese Rast übersprungen werden [10]. Dieses Maischverfahren wurde eingesetzt, wenn ausschließlich hochgelöste Malze verwendet wurden. Die Temperaturführung ist in Abbildung 9 dargestellt.

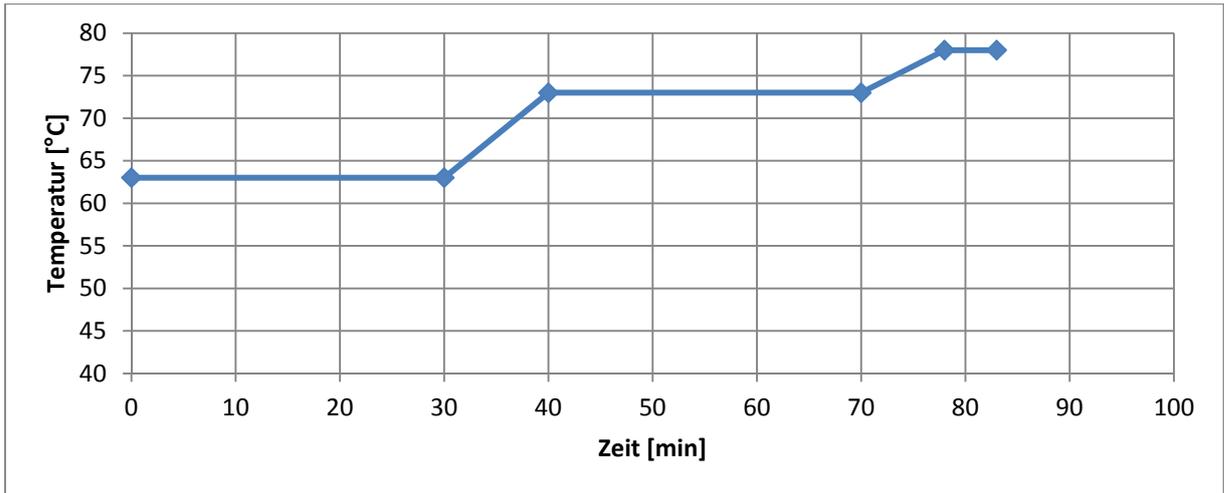


Abbildung 9: Schema des Hoch-Kurz-Maischverfahren

Infusions-Maischverfahren mit niedriger Einmischtemperatur eignen sich auch für Malze, welche nicht so hoch gelöst sind [10]. Um eine Vergleichbarkeit der Versuche zu gewährleisten, wurde für die meisten Versuche das Infusionsschema wie in Abbildung 10 eingesetzt.

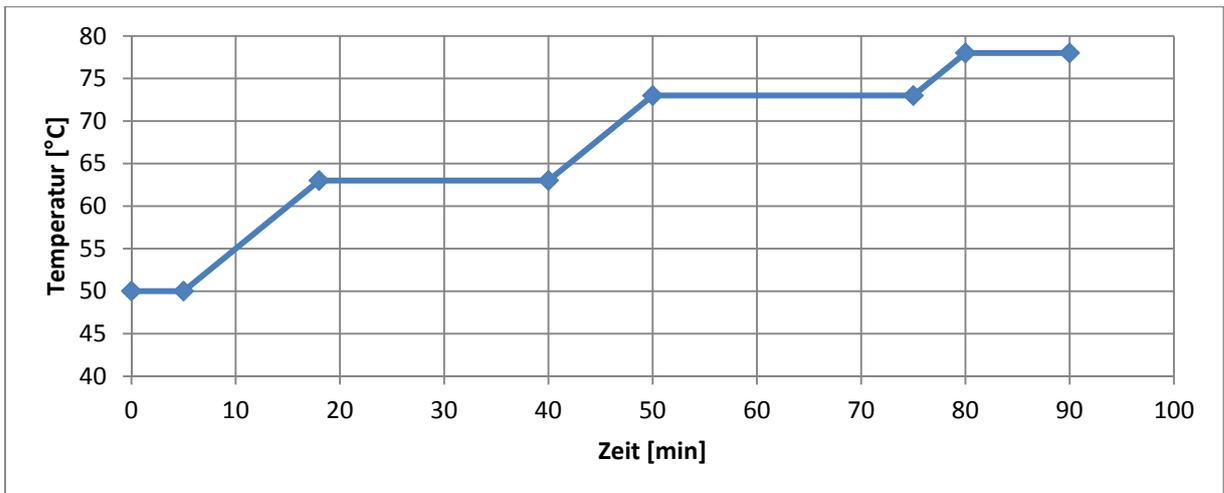


Abbildung 10: Schema des Standard-Infusionsverfahrens

3.3 Vorhandene Analysengeräte und -methoden

3.3.1 Stammwürzemessung mittels Biegeschwinger

Die Dichte der hergestellten Würzen und Zuckerlösungen wurden mit einem Handbiegeschwinger DMA 35n der Firma AntonPaar GmbH, Graz, Österreich durchgeführt.

3.3.2 Viskositätsanalysen

3.3.2.1 Aufnahme der Maischeviskosität durch Messung des Drehmoments

Die Aufnahme der Suspensionsviskosität der Maische erfolgte mit dem in Kap. 3.2.3 beschriebenen Labor-Reaktor.

Über die Welle des Ankerrührers im Reaktor nimmt das Aufnahmegerät Visco-Click VK 250/600, Fa. IKA-Werke, Stufen in Abhängigkeit der Suspensionsviskosität das entstehende Drehmoment auf. Es misst das absolute Drehmoment im Bereich von 0 bis 600 Ncm.

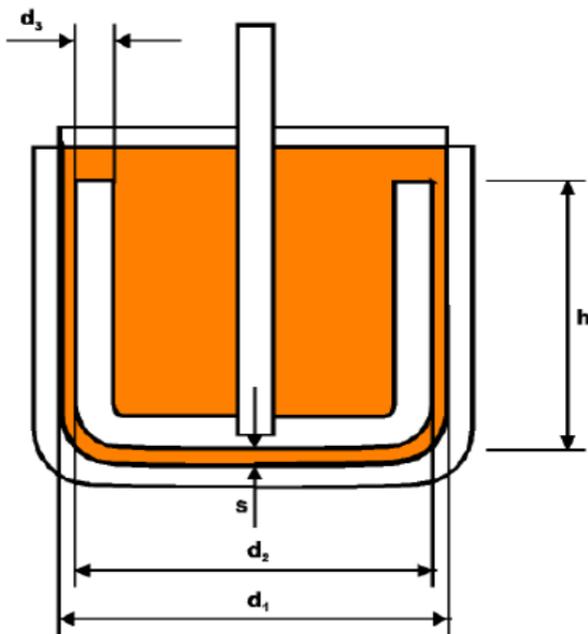


Abbildung 11: Geometrische Daten des Ankerrührers ($d_1=153$ mm, $d_2=142$ mm, $d_3=18$ mm, $h=126$ mm, $s=5$ mm) [9]

Um reproduzierbare und vergleichbare Ergebnisse zu erhalten, darf die Umdrehungszahl während der Messung nicht verändert werden. Durch eine RS 232-Schnittstelle wird der Ankerrührer und das Visco-Click mit einem PC verbunden und mit der Steuer- und Datenerfassungssoftware labworldsoft® gesteuert.

Die Viskositätsmessung durch die Leistungsaufnahme eines Rührer basiert auf den Arbeiten von Metzner/Otto [150] und Rieger/Nowak [151]. Die Viskosität wird als repräsentative Viskosität benannt, da sie über ein indirektes Verfahren ermittelt wird. Andere Bezeichnungen lauten scheinbare oder wirksame Viskosität [152].

Das Vorgehen zur Ermittlung der Suspensionsviskosität erfolgt dabei durch folgende Schritte:

Durch die Aufnahme des Drehmomentes M_t bei verschiedenen Rührerdrehzahlen n kann mit

$$P = 2\pi \cdot M_t \cdot n \quad \text{Gleichung 5}$$

die Rührerleistung P ermittelt werden. Sie ist für jedes spezifische Rührwerk mit einer Flüssigkeit aufzunehmen, welche die Eigenschaften der kontinuierlichen Phase der später zu vermessenden Suspension besitzt.

Basierend auf der berechneten Rührerleistung kann mit

$$Ne = \frac{P}{\rho \cdot n^3 \cdot d_2^5} \quad \text{Gleichung 6}$$

die Ne-Zahl als dimensionslose Leistungskennzahl berechnet werden. Mit der parallel gemessenen Viskosität (Kapillarviskosimeter) der Flüssigkeit kann mit

$$Re = \frac{n \cdot \rho \cdot d_2^2}{\eta_s} \quad \text{Gleichung 7}$$

die Re-Zahl ermittelt werden, da $Ne=f(Re)$ ist. Daraus lässt sich die Leistungscharakteristik des Rührwerks erstellen.

Wird der letzte Schritt umgekehrt, kann mit Gleichung 7 umgestellt nach

$$\eta_s = \frac{n \cdot \rho \cdot d_2^2}{Re} \quad \text{Gleichung 8}$$

die scheinbare Viskosität im Rührbehälter berechnet werden.

Da das Drehmoment und die Viskosität einen linearen Zusammenhang besitzen, kann von der Änderung des Drehmoments die Änderung der Viskosität abgeleitet und somit eine Aussage über die Viskosität einer Suspension getroffen werden. Dies ist nur aussagekräftig, wenn die Drehzahl in allen Versuchen konstant ist, welche mit der 3. Potenz in die Berechnung der Ne-Zahl eingeht. Zudem muss immer die gleiche Reaktorkonfiguration verwendet werden, da der Rührerdurchmesser mit der 5. Potenz die Ne-Zahl beeinflusst.

3.3.2.2 Aufnahme der Würzeviskosität mittels Kapillarviskosimeter

Zur Bestimmung der Viskosität der kontinuierlichen Phase wurde ein Kapillarviskosimeter RHEOTEST® LK 2.1 der Fa. RHEOTEST Messgeräte Medingen GmbH, Ottendorf, verwendet. Als Kapillare können je nach Viskositätsbereich, Röhren mit

unterschiedlichen Durchmessern verwendet werden und damit einen Messbereich zwischen 0,5 und 20.000 mPas erfassen. Das minimale Messvolumen beträgt 25 ml. Das Messgerät kann auf Temperaturen zwischen $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ und $+150\text{ }^{\circ}\text{C}$ eingestellt werden, wodurch die Viskositätsmessung bei Realzuständen möglich ist.

Da die Probenzuführung in das Kapillarviskosimeter möglichst feststofffrei erfolgen muss, entwickelte Herrmann eine Filterkerze, über welche die Maischesuspension abfiltriert und dadurch nur die kontinuierliche Phase in die Kapillare eingesaugt wird (vgl. Abbildung 12).

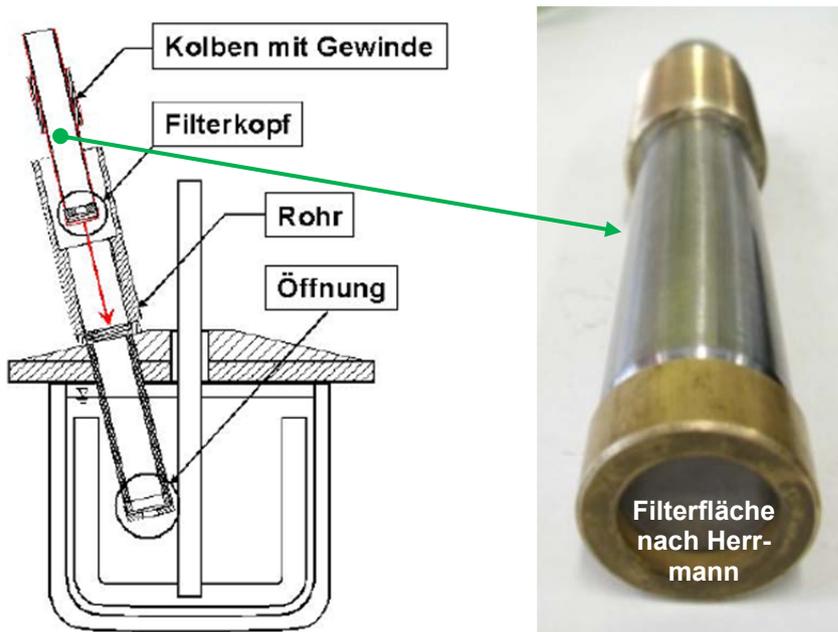


Abbildung 12: Einbringung der Kapillare zur feststofffreien und Filterkerze nach Herrmann [9]

Im Zuge der Untersuchungen wurde jedoch festgestellt, dass die von Herrmann empfohlene Filterfläche am unteren Ende der Kerze (Abbildung 12) für die angestrebten Untersuchungen unzureichend ausgelegt war. Ohne entsprechenden Unterdruck floss nicht das benötigte Volumen an Würze in den Ansaugraum des Kapillarviskosimeters, selbst unter Verwendung des von Herrmann konstruierten Schraubkolben (Ansaugzeit 5 – 15 min [9]).

Um die Filterfläche zu erhöhen, wurde die Herrmann'sche Filterkerze modifiziert. Die Ansaugkerze wurde zur Erhöhung der Filterfläche seitlich mit Bohrungen versehen. Diese dienten als Stützsicht für ein Filtertuch mit $65\text{ }\mu\text{m}$ Maschenweite, welches der Abscheidung der Partikel diene (Abbildung 13).

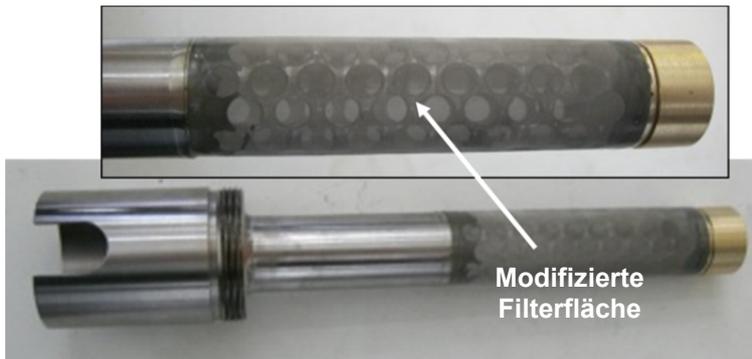


Abbildung 13: Modifizierte Filterkerze zur raschen Entnahme von kontinuierlicher Phase aus der Maische

3.3.3 Partikelgrößenanalysen

Die Partikelgrößenverteilungen dieser Arbeit wurden mit zwei Messmethoden bestimmt.

3.3.3.1 Siebturmanalyse (Pfungstätter Plansichter)

Für die Trockenschrotanalysen wurde der Plansichter *KS 1000* der Firma *Retsch GmbH, Haan*, verwendet. Er entspricht der DIN ISO 3310 [153] sowie der MEBAK-Methode II.1.1.1 Schrotsortierung [127].

Der verwendete Siebsatz hatte Maschenweiten wie in Tabelle 5 angegeben.

Tabelle 5: Siebe des Plansichters für die Schrotanalyse

Sieb 5	1,250 mm
Sieb 4	1,000 mm
Sieb 3	0,500 mm
Sieb 2	0,250 mm
Sieb 1	0,125 mm
Boden	

3.3.3.2 Laserbeugungsspektroskopie

Die Trockenschrotanalysen sowie die Messungen der Maischesuspensionen wurden mit dem Laserbeugungsspektroskop *HELOS* der Firma *SYMPATEC, Clausthal-Zellerfeld* durchgeführt. In Abhängigkeit der zu messenden Probe wurde dieses Messgerät mit unterschiedlichen Dispergiereinheiten versehen. Für Nassmessungen konnte sowohl die Einheit *CUVETTE* als auch die Dispergiereinheit *SUCCELL* verwendet werden. Für Trockenmessungen stand die Trockendispergiereinheit *RODOS* zur Verfügung.

Das Spektroskop wurde mit unterschiedlichen Linsen betrieben. Davon abhängig war der messbare Partikelgrößenbereich. Entsprechend mussten vor der Messung teilweise Siebschnitte durchgeführt werden.

Das Prinzip der Laserlichtbeugung beruht darauf, dass monochromatisches Licht durch ein Partikelkollektiv geschickt, von diesem auf verschiedene Arten umgelenkt und durch ein Detektorelement analysiert wird [119, 122]. Die Umlenkung erfolgt durch Beugung, Brechung, Absorption und Reflexion [123], wodurch ein sogenanntes Beugungsbild entsteht. Die dadurch entstandenen Bilder geben die entsprechenden Rückschlüsse auf die vom Laserlicht getroffenen Größen der Partikeln. Kleine Partikeln erzeugen weniger differenzierte Ringmuster mit größeren Radien bis zu den entsprechenden Intensitätsminima, während große Partikeln viel differenziertere Ringmuster abbilden [122] (Abbildung 14).

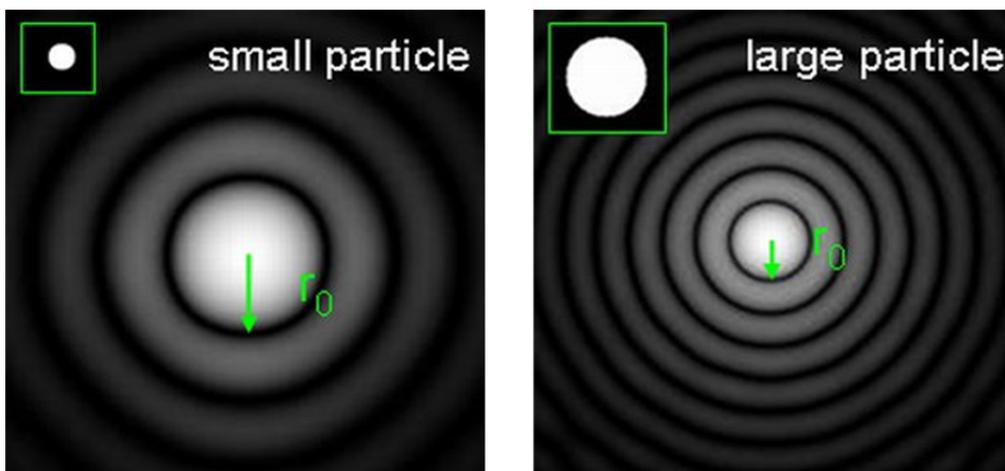


Abbildung 14: Beugungsbilder von kleinen (links) und großen (rechts) sphärischen Partikeln [122]

Zur Auswertung werden nach Merkus drei Modelle verwendet: die Fraunhofer-Theorie, die Mie-Theorie und die Theorie der anomalen Beugung. Die Anwendung hängt von der Partikelgröße des gemessenen Kollektives ab [119]. Ist diese kleiner als die Wellenlänge des verwendeten Laserstrahls, kommt die Mie-Theorie zum Einsatz. Werden Partikeln untersucht, welche größer als die verwendete Lichtwellenlänge sind, kann die Fraunhofer-Theorie angewendet werden [123].

Das schematische Funktionsprinzip ist in Abbildung 15 dargestellt.

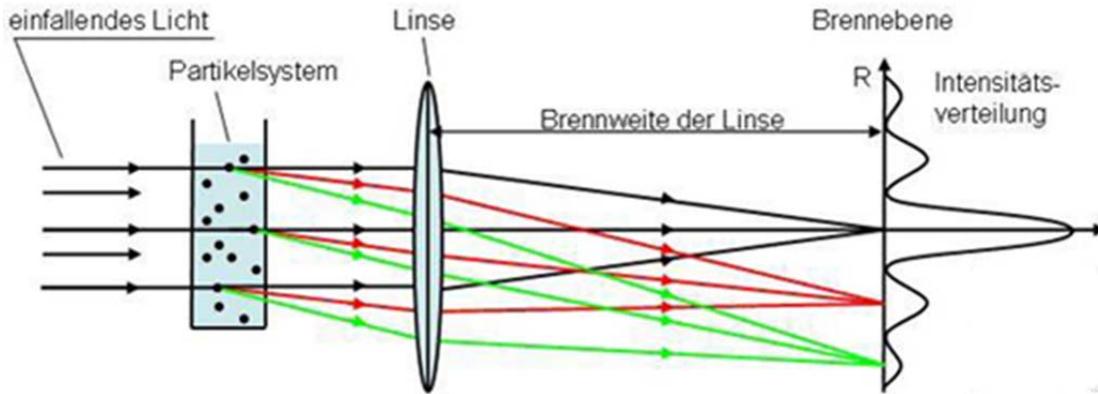


Abbildung 15: Schematisches Funktionsprinzip der Laserbeugung [154]

Ein wichtiger Aspekt ist die verwendete optische Konzentration der zu untersuchenden Lösung, resultierend aus der Konzentration und Größe der gelösten dispersen Stoffe [155, 156]. Die minimale Konzentration hängt vom Signal-Rausch-Verhältnis ab, wodurch bei zu geringer Konzentration keine Aussagekraft mehr getroffen werden kann. Die maximale Konzentration wird durch zwei Einflussfaktoren definiert: der Empfindlichkeit des Detektors und davon, wie der Auswertelogarithmus Mehrfachbeugungen erfasst [156]. Beide Fälle führen zu keinen sinnvoll auswertbaren Beugungsbildern [119].

3.3.4 Photoanalyse des Maischprozesses unter dem Mikroskop

Die Versuche der Photoanalyse wurden in einem Mikroskop-Maischbehälter, wie in Abbildung 16 dargestellt, durchgeführt.

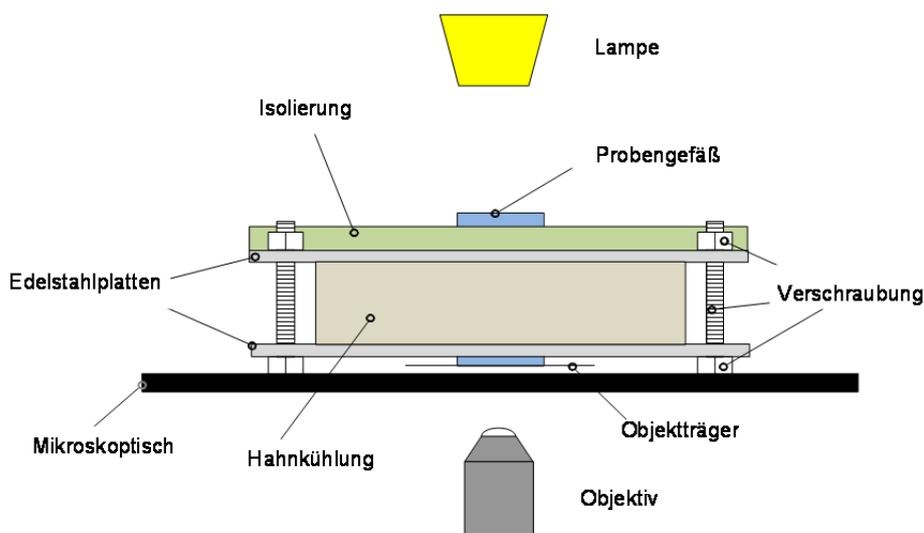


Abbildung 16: Schemazeichnung des Mikroskop-Maischbehälters

Der Maischvorgang wurde mit einem Durchlicht-Mikroskop Leica CM IRB, Leica Mikrosysteme Vertrieb GmbH, Wetzlar, beobachtet. An dem Mikroskop war eine Digitalkamera Basler 101FC, Basler AG, Ahrensburg, zur Aufnahme digitaler Bilder angeschlossen. Die Aufnahmen wurden mit einer 250-fachen Vergrößerung durchgeführt.

Die Heizeinheit für den Maischbehälter bestand aus einer Hahnkühlung für Schankanlagen, welche zur Stabilisierung zwischen zwei Edelstahlplatten eingeschraubt war. Die Temperierung erfolgte mit einem Thermostat JULABO F30, JULABO Labor-technik GmbH, Seelbach, verbunden.

Das Probengefäß, in welchem gemaischt wurde, war ein Mehrzweckgefäß der Firma Greiner Bio-One GmbH, Frickenhausen. Es hat einen Durchmesser von 24,5 mm und eine Höhe von 40,0 mm. Um das Gefäß unter dem Mikroskop verwenden zu können, wurde auf die Plane Oberseite, an der sich normalerweise der Deckel befindet, ein Standard-Objekträger mit thermoresistentem Klebstoff angebracht. Der ursprüngliche Boden wurde abgeschnitten.

Der Aufbau dieses Versuchs wurde bereits in einer Semesterarbeit entwickelt [157].

3.3.5 Partikelladungsmessgerät PCD-03 mit Titrator PCD-T3 und Titrationssoftware PCD LabX

Für die Messung von Ladungspotentialen, ein Messverfahren zur Bestimmung der Ladung eines Stoffes oder einer Suspension, gibt es verschiedene Methoden [63]. Müller beschreibt, dass Stoffe und Partikeln, welche z.B. aufgrund ihrer Größe nicht oder nur schwer durch Zetapotentialmessung analysiert werden können, durch die Messung des Strömungspotentials auf ihre Ladung hin charakterisiert werden können. Dies beruht dabei auf der zwischen den beiden Messmethoden bestehenden Korrelation. Schneider [134] bestätigt diesen Zusammenhang.

Das Strömungspotential wird durch ein Abscheren der diffusen Ladungswolke von der Partikel erreicht. Es kann mit unterschiedlichen Messmethoden detektiert werden, entweder durch einen Streaming Current Detector (SCD) [158], einen Particle Charge Detector (PCD) [63] oder einen Streaming Potential Jar (SPJ) [159]. Mit diesen Messgeräten wird dabei fast die gesamte diffuse Wolke von den Partikeln abgeschert. Die Bestimmung der Ladung erfolgt durch Titration mit meist einwertigen Titrationsreagenzien, in der Regel bis zum isoelektrischen Punkt.

Bei der Ladungstitration wird in der Praxis von einer 1:1 Stöchiometrie ausgegangen. Je nach vorliegender Ladung werden dabei anionische (Polyethylensulfonsäure, Polyethylenschwefelsäure, Polystyrensulfonsäure, Polystyrenschwefelsäure) oder kationische (Poly-diallyldimethylammoniumchlorid) Titrationsreagenzien eingesetzt. Diese Stoffe liegen in einem breiten pH-Spektrum stabil dissoziiert vor, weshalb sie für diesen Einsatz sehr gut geeignet sind [63].

In der Messung wird ein Volumen V an Titrens zur Probe titriert, bis der Nullpunkt mit dem Messsignal = 0 mV erreicht ist. Über den Verbrauch an Titrationsreagenz mit der Titrationsmittelkonzentration c kann die spezifische Ladungsmenge q der Probe berechnet werden:

$$q = V * c \quad \text{Gleichung 9}$$

Unter Berücksichtigung der Faraday'schen Konstante $F = 96485,34 \text{ C/mol}$ wird der molare Bezug eliminiert. Dadurch kann die Gesamtladungsmenge Q in Coulomb C errechnet werden.

$$Q = q * F \quad \text{Gleichung 10}$$

Um den Einfluss von unterschiedlichen Probenmassen zu entfernen, wird die bei den Versuchen verwendete Probenmenge bzw. der Feststoffgehalt der Probe mit einbezogen. Damit berechnet sich die massenspezifische Gesamtladungsmenge der Probe Q_M in C/g:

$$Q_M = \frac{Q}{m} \quad \text{Gleichung 11}$$

Ebenso ist es möglich, die Oberflächenladungsdichte σ in C/m^2 einer Probe zu bestimmen. Dafür muss allerdings die gesamte Oberfläche aller Probenpartikeln bestimmt werden. Dies kann sich bei komplexen Dispersionen als sehr schwierig erweisen. Eine Aussage über die Oberflächenladungsdichte ist auch nur dann gesichert, wenn die bereits erwähnte stöchiometrische Ladungsneutralisation von 1:1 vorliegt [63].

Das Abscheren der Elektronen erfolgt beispielsweise in einem Particle Charge Detector (PCD). Das Messprinzip ist in Abbildung 17 und Abbildung 18 dargestellt.

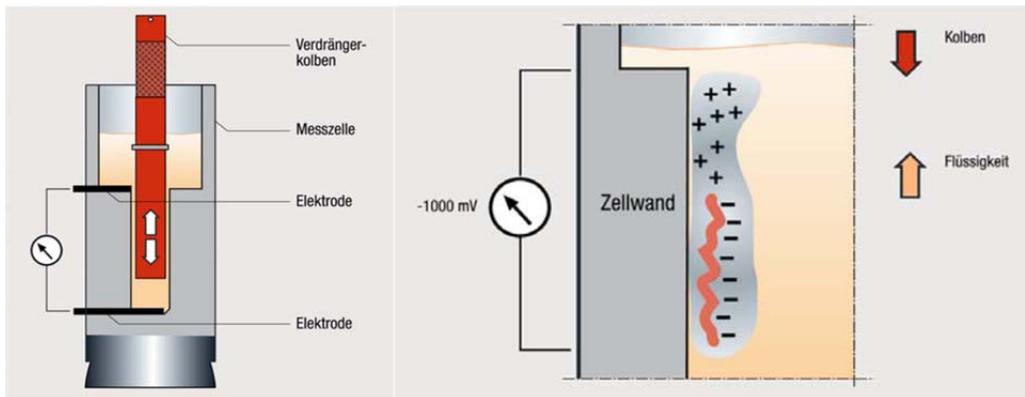


Abbildung 17: Messprinzip und Verhalten der Elektronen in einem Messkolben zur Analyse des Strömungspotentials dispers gelöster Partikel 1 [134]

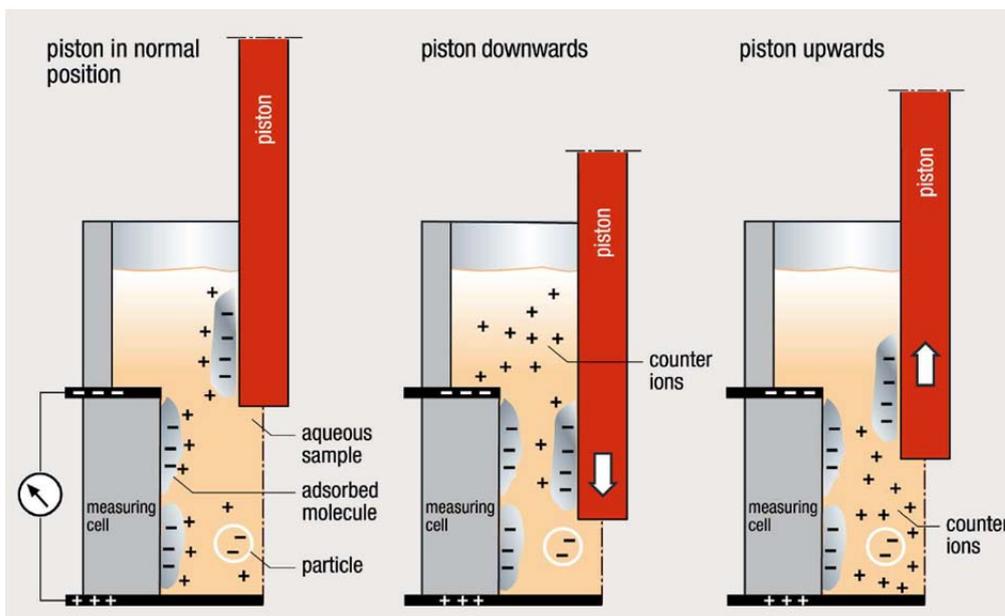


Abbildung 18: Messprinzip und Verhalten der Elektronen in einem Messkolben zur Analyse des Strömungspotentials dispers gelöster Partikel 2 [134]

Die in der Suspension vorhandenen Partikeln werden an der Messzelle, welche aus ladungsneutralem Polytetrafluorethylen (PTFE) besteht, adsorbiert. Der Verdrängerkolben oszilliert üblicherweise mit einer gewissen Frequenz von 4 Hz periodisch in vertikaler Richtung mit einem Kolbenhub von 5 mm. Die dadurch entstehende Strömung schert die diffuse Schicht der Partikeln ab, wodurch eine Potentialdifferenz entsteht. Diese kann über zwei Elektroden gemessen werden. Das ausgegebene Signal stellt die nach außen hin wirksamen Ladungen der in der Suspension vorliegenden Partikeln dar.

Für die Partikelladungsmessung stand ein Mutek PCD-03 der Firma BTG Instruments GmbH, Herrsching, zur Verfügung. Mit diesem Gerät war ein Titrator Mutek PCD-03T, BTG Instruments GmbH, Herrsching, gekoppelt. Er dosierte automatisch

das Titrationsmittel Poly-DADMAC 0,001N bis zum Iso-elektrischer Punkt in die Messzelle. Über den Verbrauch wurde die Oberflächenladungsdichte probenspezifisch berechnet. Die Messzelle kann mit 10ml Probenlösung gefüllt werden.

Polydiallyldimethylammoniumchlorid (Poly-DADMAC) ist ein kationisches, aus mehreren Monomeren aufgebautes Polyelektrolyttitrationsmittel, welches quantitativ Ladungen neutralisiert [160]. Die quaternäre Ammoniumgruppe des Poly-DADMAC trägt, vom pH-Wert unabhängig, immer dieselbe Ladungsmenge und ist monovalent [161].

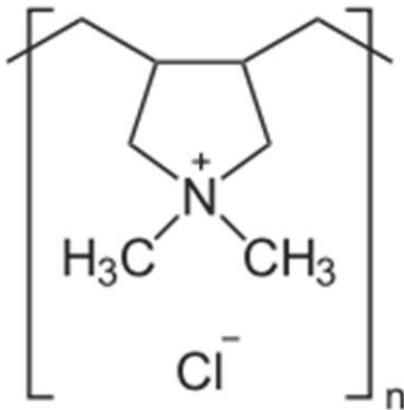


Abbildung 19: Monomer eines Poly-DADMAC

Die Messung der Oberflächenladung von Partikeln ist ein sehr sensibles System. Verunreinigungen sowie Strukturveränderungen der Messzelle und des Verdrängerkolbens wirken sich negativ auf die Messungen aus. Aus diesem Grund empfiehlt die Firma BTG ein besonderes Pflegeprozedere, welches angewendet wurde.

3.4 Statistische Methoden

Versuchsdurchführungen sind fehlerbehaftet. Diese Fehler sind auf verschiedene Ursachen zurückzuführen. Zudem ist es aus ökonomischen Gründen oftmals nicht sinnvoll, eine sehr große Anzahl an Ergebnissen zu ermitteln. Für Ereignisse bei einem kleinen Stichprobenumfang gibt daher die mathematische Statistik Lösungsmöglichkeiten über Wahrscheinlichkeitsaussagen [162].

Der Mittelwert einer zufälligen Stichprobe vom Umfang n , welche mit identischen Voraussetzungen ermittelt wurden, errechnet sich mit

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

Gleichung 12

Die Streuung der Ergebnisse oder empirische Varianz s^2 um den Mittelwert einer Stichprobe lässt sich durch

$$s^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \quad \text{Gleichung 13}$$

berechnen.

Die empirische Standardabweichung einer Stichprobe ergibt sich dann aus

$$s = \sqrt{s^2} \quad \text{Gleichung 14}$$

Für Ereignisse mit dem Stichprobenumfang $n \rightarrow \infty$ ergibt sich für die Werte um den Mittelwert eine Normalverteilung. Bei kleineren Stichproben müssen die Konfidenzintervalle um den Mittelwert mit der Standardabweichung s , dem spezifischen Quantil t der t-Verteilung nach Student in Abhängigkeit der Freiheitsgrade $n-1$, der Irrtumswahrscheinlichkeit α und der Anzahl der Stichproben n berechnet werden.

$$\left[\bar{x} - t_{1-\frac{\alpha}{2}; [n-1]} \cdot \frac{s}{\sqrt{n}}, \bar{x} + t_{1-\frac{\alpha}{2}; [n-1]} \cdot \frac{s}{\sqrt{n}} \right] \quad \text{Gleichung 15}$$

Voraussetzung für diese Art der Berechnung ist, dass die Werte normalverteilt sind.

Die Irrtumswahrscheinlichkeit α der durchgeführten Versuche wurde auf 5% festgesetzt. Sofern nicht anderweitig vermerkt, wurden die Versuche in einer Dreifachbestimmung durchgeführt.

4 Entwicklung und Validierung von Arbeits- und Messmethoden

Arbeitsmethoden, welche nicht dem Stand der Technik entsprachen bzw. noch nicht beschrieben wurden, mussten entwickelt und auf ihre Verwendbarkeit hin untersucht werden.

4.1 Entwicklung einer Probennahme- und Messmethode zur Bestimmung der Partikelgrößenverteilung von Maische mittels Laserbeugung

Stieß stellte fest, dass die Optimierung eines Prozesses nur stattfinden kann, wenn der disperse Zustand und das Verhalten der Partikel beschrieben werden kann [20]. Für den Bereich der Bierherstellung spielt hierfür besonders der Prozessschritt des Maischens eine Rolle. Die Auflösung der Stärkebestandteile bedingt eine Veränderung der dispersen Phase. Aus diesen Veränderungen können sowohl technologische als auch prozesstechnische Vorteile gewonnen werden.

Bühler führte ebenfalls Untersuchungen zur Partikelgrößenmessung von Maischepartikeln durch [7]. Sein Hauptaugenmerk lag nicht in der Charakterisierung des Maischprozess, sondern er leitete aus den Partikelgrößenverteilungen Einflüsse auf den Läuterprozess ab. Er verwendete dafür einen Coulter Counter LS 130 und einen Coulter Multisizer II zur nassdispersen Vermessung der Maischepartikeln sowie eine Nasssiebmethode mit Trocknungsvorgang zur Ermittlung der Partikelmasse.

Im Bereich der Maischeanalytik gab es für Partikelgrößenanalysen bislang nur wenig und keine differenzierteren Untersuchungen. Auch eine Empfehlung zu einer reproduzierbaren Analysenmethode zur Beschreibung des dispersen Zustandes über die Maischzeit war nicht vorhanden. Aus diesem Grund wurde eine neue Analysenmethode entwickelt.

Als Messinstrument fiel die Entscheidung auf das Laserbeugungsspektroskop Helos der Firma Sympatec, Clausthal-Zellerfeld. Neben der Analysengeschwindigkeit und dem Messbereich spielte vor allem die Aussicht auf eine Inline-Implementierung eine Rolle. Hierfür sind nach Aussagen von Sympatec mittlerweile Systeme am Markt erhältlich. In einer Brauerei oder bei artverwandten Prozessen wurden sie jedoch noch nicht implementiert.

4.1.1 Problemstellung

Für die Analyse der Maische wurde zuerst ein von Sympatec empfohlenes Verfahren zur Vermessung von Suspensionen angewendet. Bei diesem Verfahren werden, nach Zugabe der dispersen Probe in die Messvorrichtung, durch Ultraschall vorhandene Gasblasen ausgetrieben um Messfehler zu vermeiden.

Es hat sich jedoch herausgestellt, dass dieses Vorgehen bei Maische zu nichtreproduzierbaren Ergebnissen führt. Aus diesem Grund musste eine Messmethode entwickelt werden, mit welcher die Partikelgrößenverteilung von Maische rasch und reproduzierbar ermittelt werden kann.

Die Entwicklung einer Methode zum Umgang mit Proben, welche nicht direkt neben dem Messgerät gewonnen werden, war eine weitere Anforderung dieser Arbeit. Für die Analyse von Proben, die z.B. in einer Brauerei entnommen werden, müssen diese in ein Labor transportiert werden. Da nach der Entnahme aus dem Maischbottich weiterhin biochemische Vorgänge ablaufen, treten starke Veränderungen in der Partikelgrößenverteilung, wenn die Lagerung und der Transport bis zur Analyse nicht ordnungsgemäß durchgeführt werden.

4.1.2 Versuchsdurchführung zur Entwicklung der Analysenmethode

Für die Herstellung der Referenzmaische wurde Brauwasser aus $\frac{3}{4}$ vollentsalztem Wasser und $\frac{1}{4}$ Stadtwasser verwendet. In 1600 ml dieses Wassers wurde im IKA Laborreaktor 400 g gut gelöstes, Pilsner Malz eingemaischt. Das Schrot hierfür wurde in der Schrotmühle mit einem Walzenabstand von 0,75 mm hergestellt.

Die Probennahme von ca. 20 ml erfolgte mit einer Ansaugvorrichtung, an welcher ein Edelstahlrohr angebracht war. Dieses Rohr war mit einem Abstandshalter versehen, so dass die Probe immer aus dem gleichen zentralen Bereich der Maische entnommen wurde (Abbildung 20).

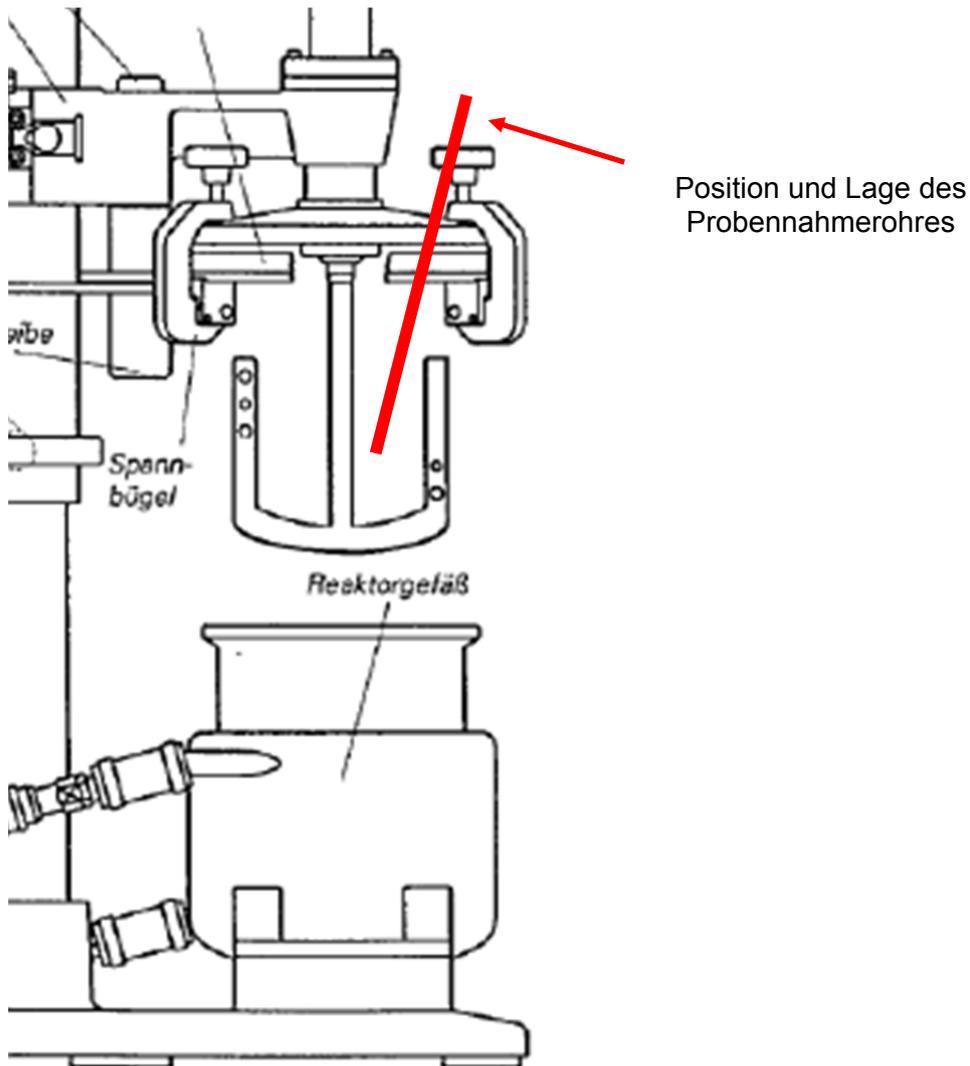


Abbildung 20: Ausschnitt aus dem Aufbau des Laborreaktors mit Lage und Position des Probennahmerohres

Um den Messbereich des Helos von $4,5\ \mu\text{m}$ bis $1750\ \mu\text{m}$ nicht zu überschreiten, wurde ein Siebschnitt bei $1000\ \mu\text{m}$ durchgeführt. Das Filtrat wurde direkt in kaltes, entgastes Wasser gegeben, um einerseits einen weitergehenden Abbau der Inhaltsstoffe zu vermeiden, und andererseits die Maische entsprechend vorher zu verdünnen.

Die Analysen der Partikelgrößenverteilung wurden mit der Nassmesszelle CUVETTE durchgeführt. Mit dieser Messapplikation lässt sich ein Partikelgrößenbereich von $0,25\ \mu\text{m}$ bis $1750\ \mu\text{m}$ vermessen. Bei der verwendeten Linse handelte es sich um die Größe „R6“ mit einer Analysenbreite von $4,5\ \mu\text{m}$ bis $1750\ \mu\text{m}$.

Nach Erhalt reproduzierbarer Ergebnisse mit dieser Probenvorbereitung und Analyse in der CUVETTE wurde die Methode auch auf die Dispergiereinheit SUCCELL übertragen und angewandt. Diese Dispergiereinheit kann für Partikelgrößen bis 875 μm eingesetzt werden. Für diesen Messbereich wurde die Linse R5 (0,5-875 μm) verwendet. Zur Probenvorbereitung wurde ein Siebschnitt bei 600 μm durchgeführt.

Für die Analysen wurde die gekühlte Probe durch vorsichtiges Schütteln homogenisiert und anschließend bis zu einer optischen Konzentration von ca. 15% in die Messküvette überführt. Das vorsichtige Homogenisieren muss durchgeführt werden, um sedimentierte Partikeln wieder gleichmäßig in der Suspension zu verteilen. Es muss aber vermieden werden, dass sich durch das Schütteln Gasblasen in der Flüssigkeit bilden.

4.1.3 Ergebnisse

Die ersten Messreihen mit Einsatz der Ultraschallentgasung zeigten keine reproduzierbaren Messergebnisse. Wie in Abbildung 21 zu sehen ist, erstrecken sich die Konfidenzintervalle über einen nicht-logischen Bereich.

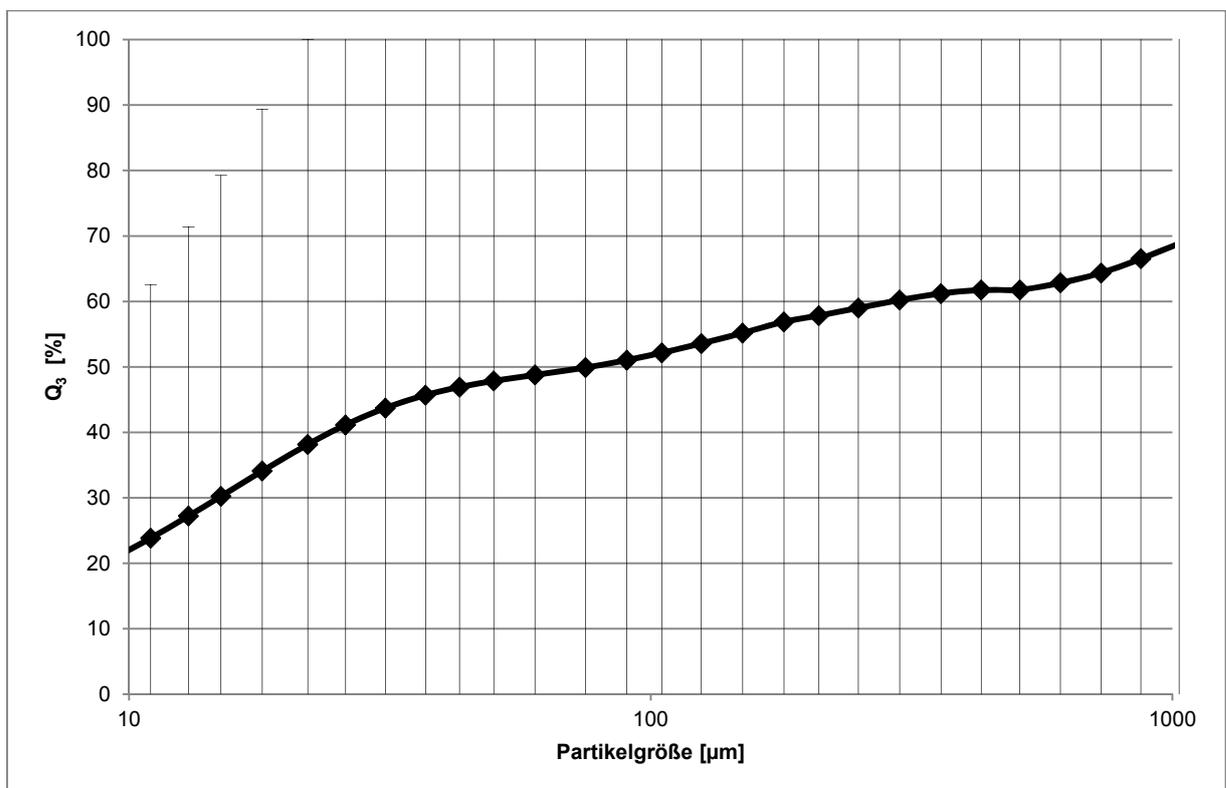


Abbildung 21: Nicht auswertbare Summenverteilung der ersten Messreihen nach Standard-Anleitung zur Partikelgrößenanalyse

Die Ursache für die breite Streuung der Messwerte wurde in der Ultraschallbehandlung der Proben gefunden. Diese Probenvorbereitung ist bei Messungen in flüssigen Medien üblich, um noch gelöste Gase aus der Probe auszutreiben.

Um den Einfluss des Ultraschalls auszuschließen, wurde bereits das Wasser zur Verdünnung der Probe mit Ultraschall entgast und auf die Ultraschallentgasung in der Messvorrichtung verzichtet. Ein Gaseintrag durch die heiße Maische war nicht zu erwarten, da das Probenvolumen (ca. 20 ml) einerseits im Vergleich zum Vorlagevolumen (ca. 250 ml) sehr gering war, und andererseits die Löslichkeit von Gasen in Flüssigkeiten mit zunehmender Temperatur abnimmt [163].

Ein weiterer Einfluss durch Temperatur wurde bei einem zu großen zeitlichen Abstand zwischen Probennahme und Analyse bzw. zu langsamer Analyse festgestellt. Eine Probe wurde bei ca. 25°C in die Messküvette gegeben und alle 3 Minuten vermessen. Die Feststoffpartikeln der Probe wurden dabei durch einen Magnetrührer mit langsamer Drehzahl in Schwebelage gehalten. Abbildung 22 zeigt beispielhaft einen Verlauf dieser Messungen und die Verschiebung der Partikelgrößenverteilung über einen Zeitraum von 30 Minuten.

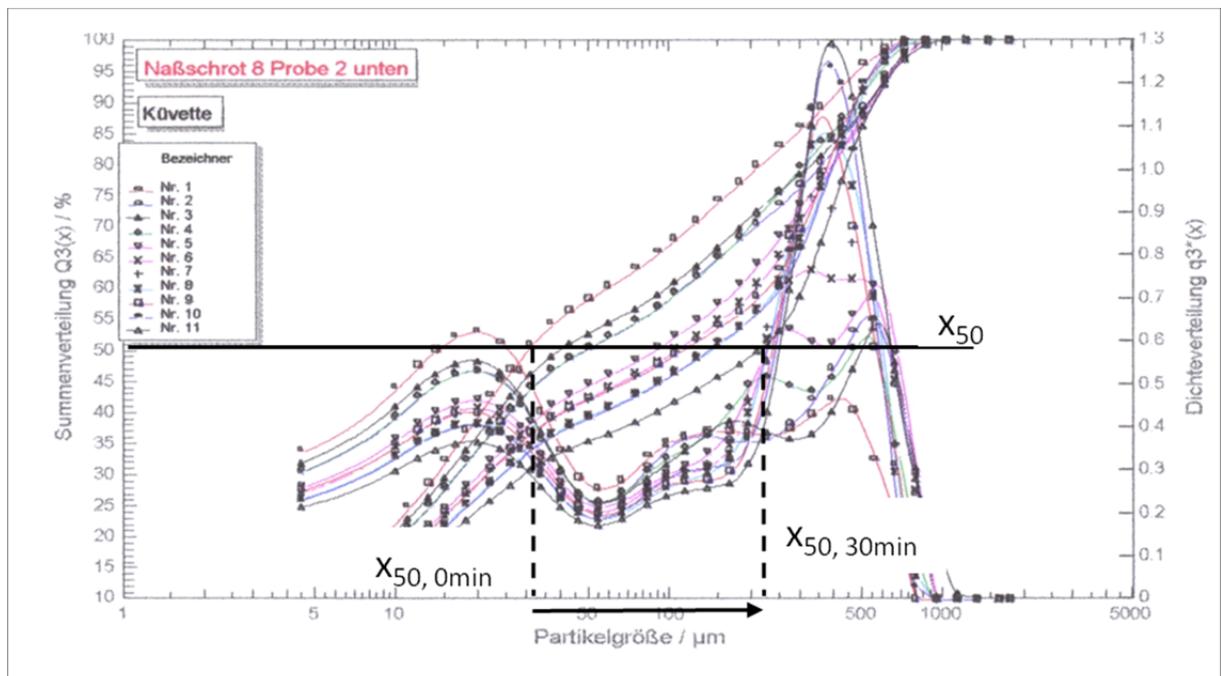


Abbildung 22: Veränderung der Partikelgrößenverteilung der Maischeprobe über der Zeit, Messintervall 3 Min*

* Durch einen Computerabsturz gingen mehrere Daten dieser Versuchsreihen verloren, weshalb hier ein Screenshot zur Veranschaulichung verwendet wird.

Bei den Messungen wurde festgestellt, dass die Lagerbedingungen der Probe eine entscheidende Rolle spielen. Werden Proben entnommen und ist eine Analyse nicht unmittelbar möglich, muss die Probe entsprechend konserviert werden. Dies erfolgte durch rasches Abkühlen und Einfrieren der Probe mit flüssigem Stickstoff. Zur Validierung dieses Vorgehens wurden aus einer Maische Proben entnommen, welche zum einen unmittelbar analysiert und zum anderen mit der erwähnten Methode eingefroren wurden. Für die gefrorenen Proben wurde zur Analysenvorbereitung eine Auftaumethode entwickelt. Die Ergebnisse vor und nach dem Einfrieren sind in Abbildung 23 angeführt.

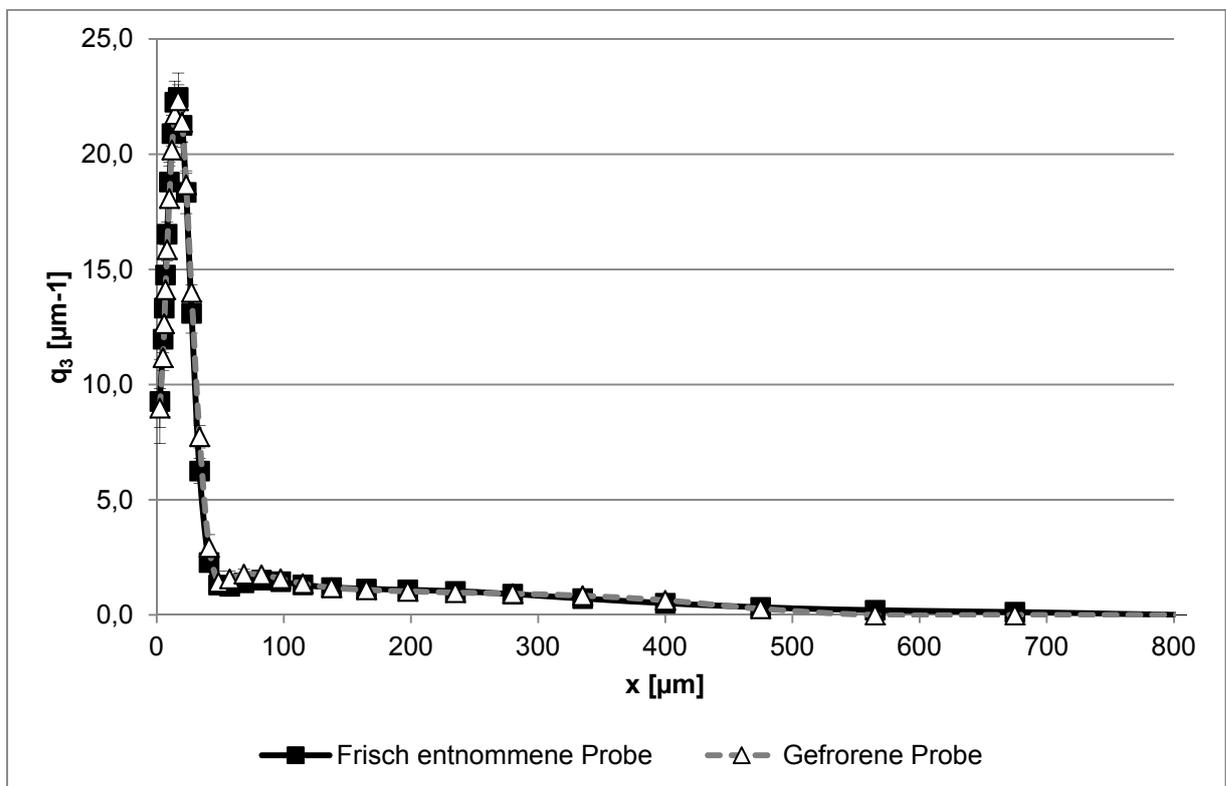


Abbildung 23: Dichteverteilungen vor und nach dem Einfrieren einer Probe der gleichen Maischesuspension

In der Summe wurden als negativ beeinflussende Faktoren für eine falsche Proben-
vorbereitung die folgenden Kriterien festgestellt:

- Art der Lagerung und Lagertemperatur der Probe
- Analysentemperatur
- Analysenzeit
- Ultraschall

Abschließend wurde eine Verifizierung der Probennahmemethode aus dem Maischbehälter durchgeführt, da die Grundvoraussetzung für die zuverlässige Beurteilung eines Versuchs die richtige Probennahme ist. Es wurden daher bei laufendem Rührwerk aus drei unterschiedlich hohen Schichten Proben entnommen und mit der entwickelten Methode vermessen. Es konnten dabei keine Unterschiede in den Partikelgrößenverteilungen festgestellt werden. Die Ergebnisse belegen, dass durch den Ankerrührer einer Sedimentation der Feststoffpartikeln ausreichend stark entgegen gewirkt wird.

Aus den verschiedenen Messreihen ergab sich folgendes, standardisiertes Analysenschema.

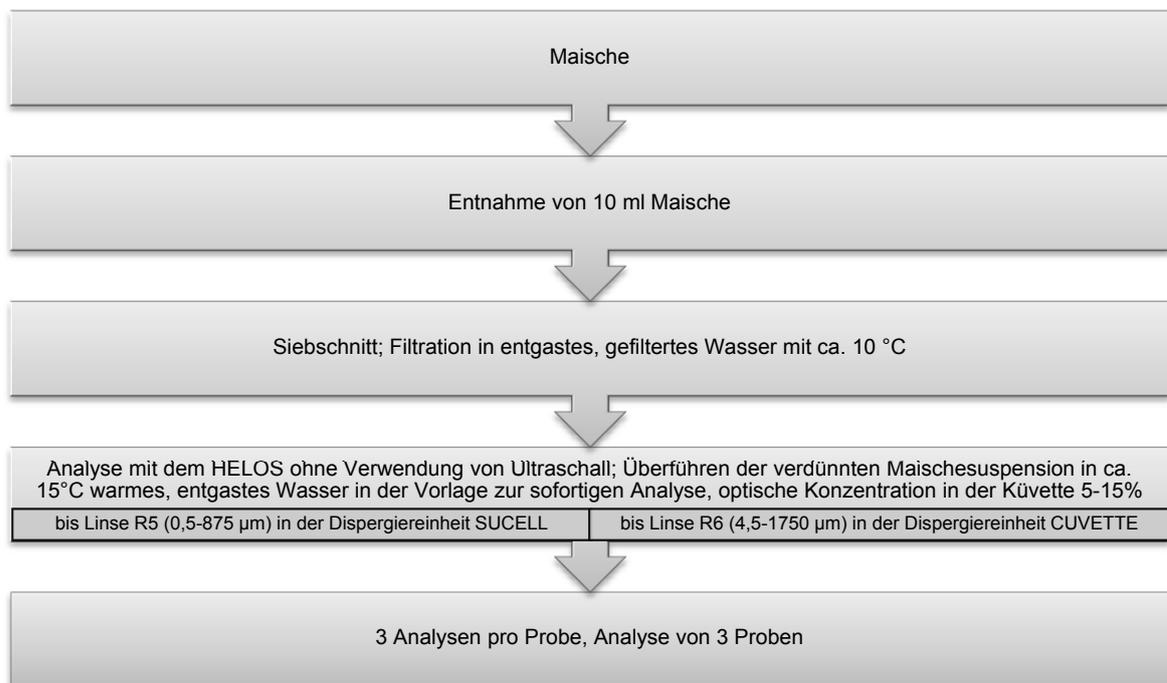


Abbildung 24: Analysenschema zur Messung der Partikelgrößenverteilung direkt nach Entnahme aus dem Maischbehälter

Zur Analyse von Proben, welche nicht direkt nach der Entnahme analysiert werden können, wurde eine Methode entwickelt, mit welcher die Proben eingefroren werden und damit bis zur Analyse konstant in ihrem Zustand gehalten werden.

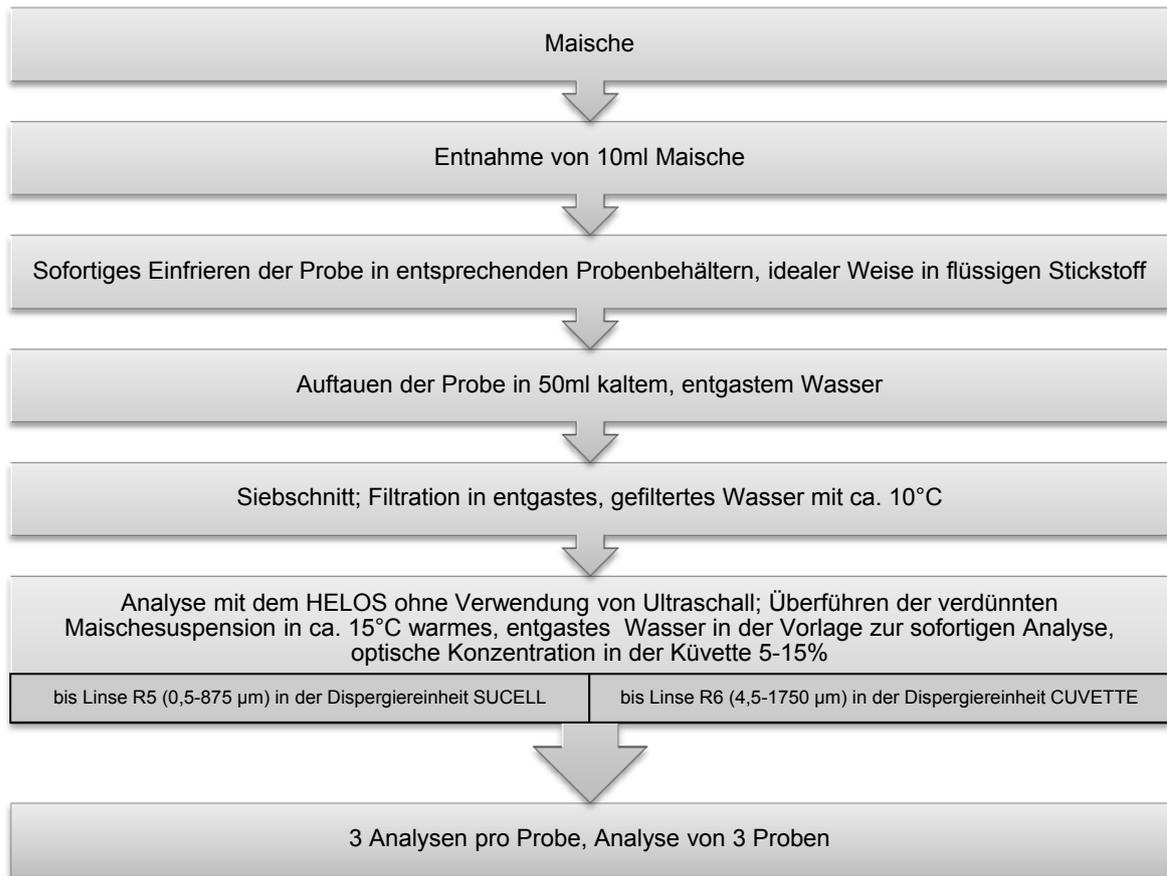


Abbildung 25: Analysenschema zur Messung der Partikelgrößenverteilung mit gefrorenen Maischeproben

Diese Messmethode wurde für die Untersuchungen zum Feststoffhandling beim Maischen angewendet. Analog dazu kann sie auch für die Vermessung der Partikelgrößenverteilung in der Läuterwürze angewendet werden.

4.1.4 Diskussion

Die Entwicklung der Messmethode stellte die Anforderung, den Zustand der Maische mit einem Laserbeugungsspektroskop unverfälscht und reproduzierbar zu analysieren. Diese Anforderung galt sowohl für im Labor hergestellte Proben als auch für Proben, welche in Brauereien entnommen wurden.

Die Art der Lagerung und die Lagertemperatur der Maische sind entscheidende Kriterien um nachhaltige Veränderungen der Suspension zu verhindern. Erste Messreihen zeigten bedingt durch eine falsche Lagertemperatur keine reproduzierbaren und sinnvollen Ergebnisse.

Der Analysentemperatur kommt ebenfalls eine entscheidende Rolle zu. Wird die Analysentemperatur zu hoch gewählt, setzen Abbauvorgänge wieder ein und verfälschen somit das Ergebnis. Wird die Analysentemperatur zu gering gewählt, kann die

Scheibe der Küvette mit Kondenswasser beschlagen. Als geeignet zeigte sich eine Analysentemperatur von 15°C. In direktem Zusammenhang dazu steht die Analysenzeit. Ist der Zeitraum bis zu Messung zu lang, erfolgt ein Erwärmen der Suspension, was wiederum die oben angeführten Konsequenzen nach sich zieht.

Die Firma Sympatec empfiehlt, Suspensionen vor der Analyse mit dem Helos durch Ultraschall zu entgasen. Dies führte bei den Maischeproben zu keinen zielführenden Ergebnissen. Daher wurden die Proben so vorbereitet, dass eine Analyse ohne diese Ultraschallbehandlung möglich ist.

4.2 Validierung der Helos-Messergebnisse durch eine optische Formfaktoranalyse

4.2.1 Problemstellung

Die Partikelgrößenmessung mit Hilfe der Laserbeugung erfolgt durch eine Umrechnung der auf dem Sensor detektierten Beugungsmuster durch ein Inversionsverfahren in eine Partikelgrößenverteilung [121]. Je ähnlicher die zu vermessende Partikel eine sphärische Geometrie aufweist, desto einfacher gelingt die Umrechnung. Da die meisten Partikeln jedoch hiervon abweichen, erfolgt durch den Auswertalgorithmus die Berechnung der entsprechenden Verteilung.

Um solche Abweichungen der gewonnenen Ergebnisse zu überprüfen, besitzt der Helos die Möglichkeit, eine sogenannte Formfaktor-Korrektur durchzuführen. Diese kann in den Messeinstellungen entsprechend programmiert werden. Für Standardmessungen ist hier der Wert 1 hinterlegt, was einer Kugel entspricht. Um die mit Hilfe des Helos gewonnenen Ergebnisse auf ihre Belastbarkeit hin zu überprüfen, wurden Analysen zur Ermittlung des Formfaktors von Maischepartikeln, v.a. der Stärkekörner, durchgeführt [121, 124, 164].

4.2.2 Versuchsdurchführung

Für diese Untersuchungen wurden mit dem Auflicht-Mikroskop ERGOLUX, Leitz, Wetzlar, bei 250facher Vergrößerung (25×10) mehrere Maischeproben vermessen. Die Analyse erfolgte durch Markieren des Umfangs sowie des Durchmessers der Partikeln (Abbildung 26). Die Auswertesoftware ordnete die Partikeln in die zuvor definierten Äquivalenzdurchmesser-Klassen <15 µm, 15-25 µm und >25 µm ein und berechnete die dazugehörigen Formfaktoren.

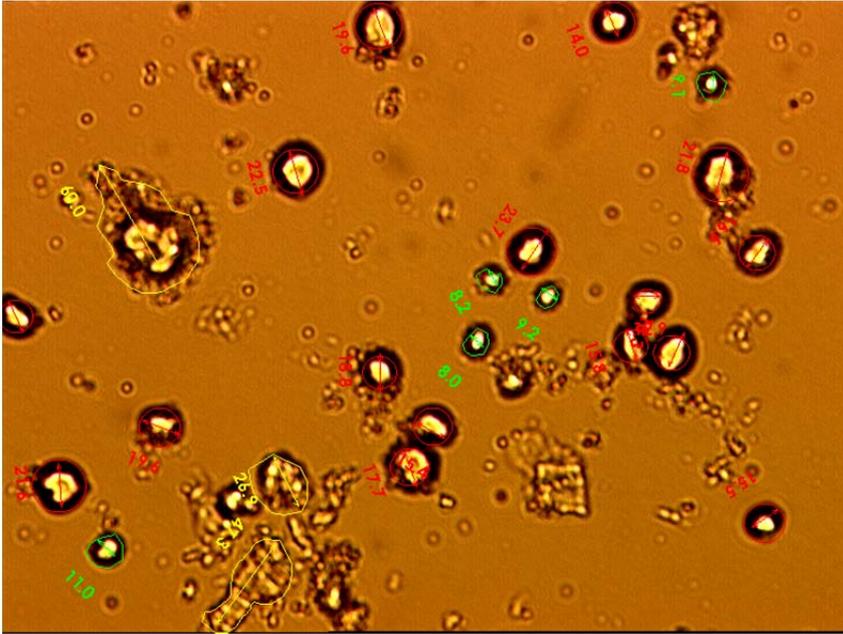


Abbildung 26: Aufnahme der Stärkekörner unter dem Mikroskop, Umfang und Durchmesser markiert

Die so gewonnenen Formfaktorwerte wurden in die Auswertesoftware des Helos eingesetzt und die Auswertungen der Partikelgrößenverteilungen miteinander verglichen.

4.2.3 Ergebnisse

Die Analysen der Stärkekörner auf ihren Formfaktor haben gezeigt, dass Partikeln im Größenbereich von $<15\ \mu\text{m}$ einen Formfaktor von $0,67\pm 0,18$, in der Größenklasse $15 - 25\ \mu\text{m}$ von $0,88\pm 0,004$, und für Partikeln in der Klasse $>25\ \mu\text{m}$ von $0,56\pm 0,07$ besitzen. Die größte Unregelmäßigkeit zeigte sich für die Klasse $>25\ \mu\text{m}$, bei der Einzelergebnisse in einem Bereich von 0,07 bis 0,86 analysiert wurden.

Diese Ergebnisse zeigen, dass die für die Maischemessungen interessanten Partikeln einen Formfaktor von $\Psi\approx 0,9$ besitzen. Es wurden daraufhin im Helos Vergleichsauswertungen mit einem Formfaktor von 0,9 durchgeführt und mit den nicht-angepassten Formfaktor von 1 verglichen. Die Auswirkung des korrigierten Formfaktors auf das Messergebnis ist in Abbildung 27 dargestellt.

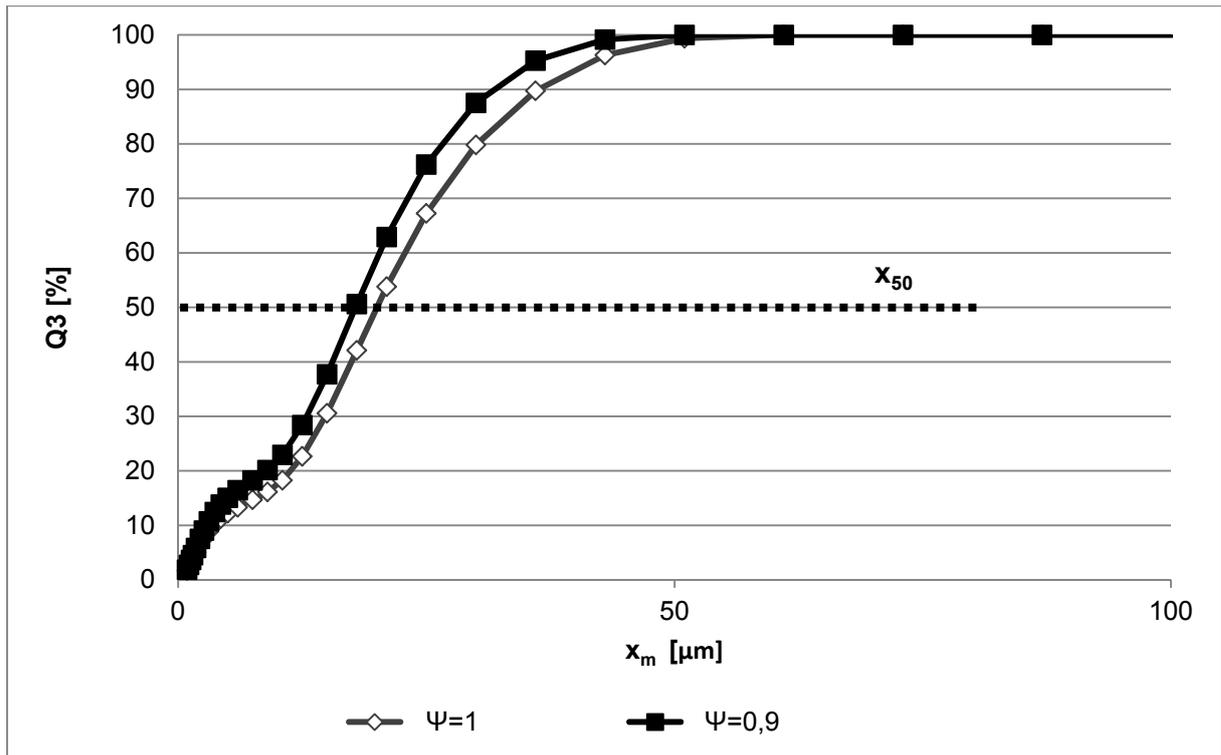


Abbildung 27: Q_3 -Verteilungen einer gleichen Probe Stärkemehl aus Gerstenmalz, ausgewertet mit $\Psi=1,0$ und $\Psi=0,9$

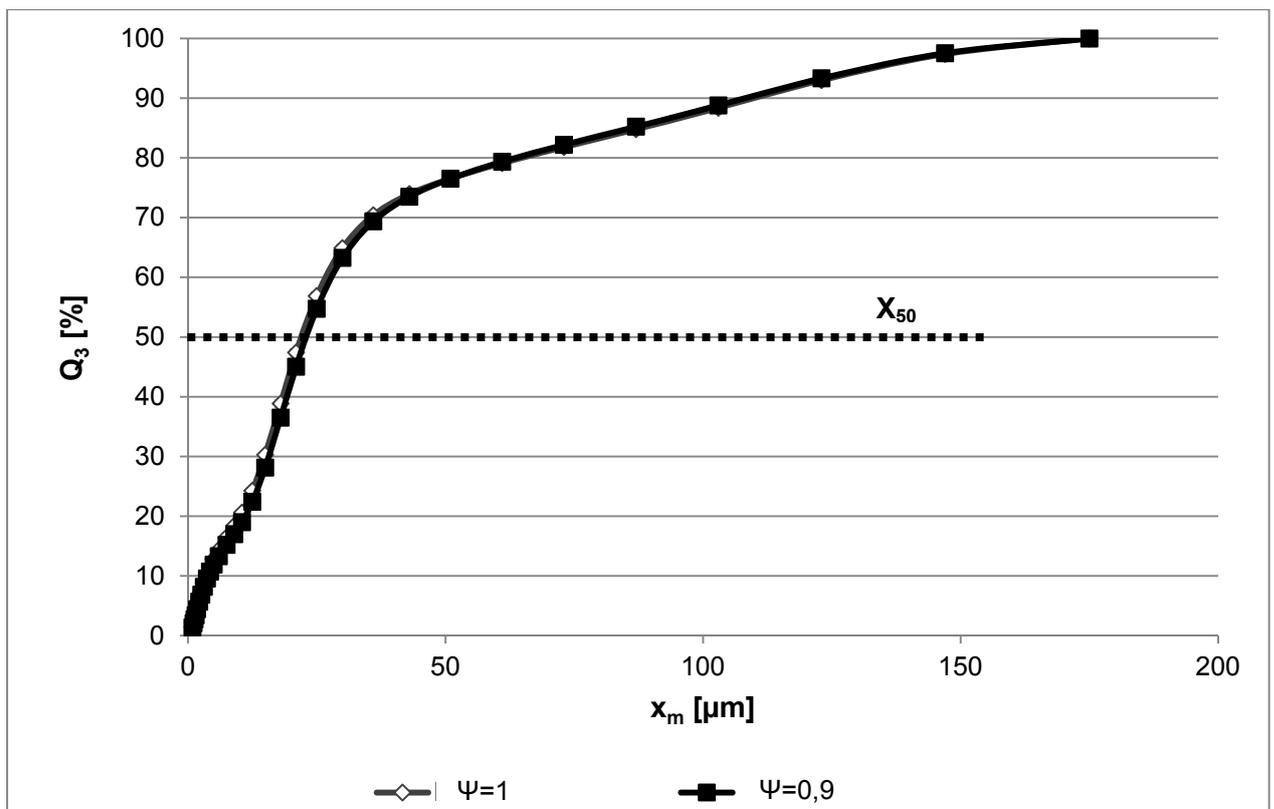


Abbildung 28: Q_3 -Verteilungen einer gleichen Probe Malzschrot, ausgewertet mit $\Psi=1,0$ und $\Psi=0,9$

4.2.4 Diskussion

Es zeigt sich durch die Anpassung des Formfaktors eine Verschiebung des x_{50} um 2 μm im Stärkemehl und keine Verschiebung des x_{50} in der Maischeprobe. Es ist bei der Interpretation allerdings zu beachten, dass der Helos keine differenzierte Zuordnung des Formfaktors zu den entsprechenden Partikelgrößenklassen ermöglicht.

Für die Genauigkeit wäre eine solche Funktion sehr hilfreich, kann aber aufgrund der Laser-Technologie nicht umgesetzt werden. Die Möglichkeit einer differenzierten Partikelgrößenanalyse mit Formfaktorbetrachtung bietet das Gerät Qicpic, der Firma Sympatec, Clausthal-Zellerfeld, welches die dispergierten Partikeln mittels dynamischer Bildanalyse vermisst. Dieses Gerät stand für diese Untersuchungen leider nicht zur Verfügung.

4.3 Entwicklung einer Messmethode zur Bestimmung der Ladungsdichte von Maische

Ergänzend zur Partikelgrößenanalyse können Partikeln auch durch ihre Oberflächenladung charakterisiert werden. Die Auswirkungen auf die Filtration ist bekannt [20, 105, 135, 144, 145]. Für die Betrachtung der Maische spielt dies ebenfalls eine Rolle, da im Läuterprozess auch Filtrationsmechanismen wirken [10], welche durch die Ladung von Partikeln beeinflusst werden können. Es liegt daher die Vermutung nahe, dass sich auch im Läuterprozess Partikelladungen auf das Filtrationsverhalten auswirken. Dadurch ergibt sich ein Werkzeug zur Prozesssteuerung, womit bereits durch Analyse der Partikelladung des Malzes eine Aussage über den Läuterprozess getroffen werden kann.

Weiterhin ist bekannt, dass durch die Ladungsmessung z.B. der Proteingehalt von Reis gemessen werden kann [139]. Ist dies auch auf das Malz anwendbar, können teure und zeitaufwändige Analysen ersetzt werden.

Um dies untersuchen zu können, musste eine Methode entwickelt werden, mit der die Oberflächenladung der Maischepartikeln gemessen werden konnte.

4.3.1 Problemstellung

Das komplexe disperse System Maische besteht aus einer Vielzahl von Inhaltsstoffen und einer breiten Partikelgrößenmatrix. Zudem finden durch die biochemische Zusammensetzung laufend Veränderungen der Inhaltsstoffe statt.

Müller beschreibt, dass Temperatur, Partikelgröße, Viskosität, Schergeschwindigkeit, sowie die komplette Zusammensetzung der Flüssigkeit Einfluss auf die Messgröße [63] nehmen. Somit ist für sinnvolle Aussagen dafür Sorge zu tragen, dass möglichst wenig der Einflussfaktoren verändert werden.

Die für die Vermessung der Oberflächenladung geltenden Anforderungen mussten für Maische ermittelt und durch Reproduzierbarkeitstests validiert werden.

4.3.2 Versuchsdurchführung zur Entwicklung der Analysenmethode

Für die Referenzmaischen wurde 50,0 g mit 0,75 mm Walzenabstand geschrotetes, gut gelöstes Pilsener Malz der Firma IREKS mit 200 g vollentsalztem Wasser im Kongressmaischedbad im Hoch-Kurz-Maischverfahren gemaischt. Vollentsalztes Wasser wurde deshalb verwendet, um ionische Einflüsse von Wasserinhaltsstoffen und Schwankungen der Wasserqualität auszuschließen.

Nach dem Maisch-Ende wurde die Maische in den Maischbechern automatisch auf 20°C abgekühlt und mit vollentsalztem Wasser auf 300,0 g aufgewogen. Anschließend wurde die Suspension durch ein spezielles, ladungsneutrales 300 µm-Sieb gegeben, um die für die Messung störenden großen Partikeln abzuscheiden.

Zur Analyse wurde das Filtrat mit temperiertem (20°C), vollentsalztem Wasser auf 5% Maische verdünnt. Dies gewährleistete eine immer konstante Analysentemperatur, da das Ladungspotential auch temperaturabhängig ist. Es ist hierbei anzumerken, dass sich durch das Verdünnen auch eine Veränderung der Ladungsdichte ergibt. Dies ist zulässig, da dieses Verfahren für alle Messungen angewendet wurde.

Um die Einflussnahme einer Probenlagerung auf die Ladung herauszufinden, wurden Proben bei zwei unterschiedlichen Temperaturen (20 °C und 0 °C) für 4 Stunden gelagert. Deren Analyse erfolgte alle 30 Minuten.

In die gereinigte Messzelle wurden 10,0g der verdünnten Probenlösung überführt und eine automatische Endpunkttitration durchgeführt. Das Messergebnis wurde in die massenspezifische Ladungsmenge Q_M für 100% Maische umgerechnet. Dies erfolgte wie bereits in 2.4.1 beschrieben.

Entsprechend dem folgenden Vorgehen konnte die massenspezifische Ladungsmenge Q_M berechnet werden.

Berechnung der Verdünnungskonzentration:

$$m_{Probe} = m_{Maische} + m_{H_2O, dest} \quad \text{Gleichung 16}$$

$$c_{Maische, verdünnt} = \frac{m_{Maische}}{m_{Probe}} \quad \text{Gleichung 17}$$

$$m_{Maische \text{ in Probe}} = c_{Maische, verdünnt} \cdot m_{Maische} \quad \text{Gleichung 18}$$

Berechnung der Gesamtladungsmenge q [mol]:

V : verbrauchtes Titrationsmittel

$$q = V_{\text{Titrationmittel}} \cdot c_{\text{Titrationmittel}} \quad \text{Gleichung 19}$$

Berechnung der Gesamtladungsmenge Q [C]:

$$Q = q \cdot F \quad \text{Gleichung 20}$$

mit Faraday'sche Konstante $F = 96486,34$ [C/mol]

Massenspezifische Ladungsmenge Q_M [C/g]:

$$Q_M = \frac{Q}{m_{\text{Maische in Probe}}} \quad \text{Gleichung 21}$$

4.3.3 Ergebnisse

Die Vorversuche zeigten, dass eine Verdünnung der Probe erfolgen muss. Wird die Analyse mit 100% Maische durchgeführt, wird durch die große Trägheit der Suspension eine Verzögerung im Kolbenhub induziert, wodurch der Kolben der Messeinheit kurzzeitig aus der Halterung rutscht. Dies führt zu einer Störung der Frequenz, welche zur Messung konstant bei 4Hz liegen muss. Als Grenzwert für eine zuverlässige Messung wurde eine Maischekonzentration von max. 20% ermittelt. Als ideale Verdünnung wurde eine Konzentration von 5% Maische festgestellt.

Die Entscheidung zugunsten der 5%igen Verdünnung fiel aufgrund der kurzen Titrationszeit in Zusammenhang mit einer guten Reproduzierbarkeit (Abbildung 29 und Abbildung 30). Wie bereits erwähnt ist eine Verdünnung zulässig, wenn das Verdünnungsverfahren für alle Analysen angewendet wird und somit die Vergleichbarkeit erhalten bleibt.

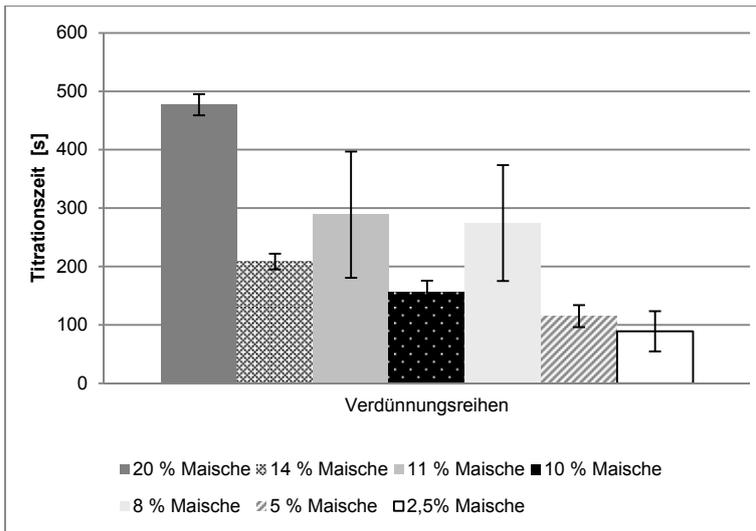


Abbildung 29: Titrationszeiten bis zum Erreichen des Nullpunktes bei verschiedenen Verdünnungen, $n=3$, $\alpha=0,05$

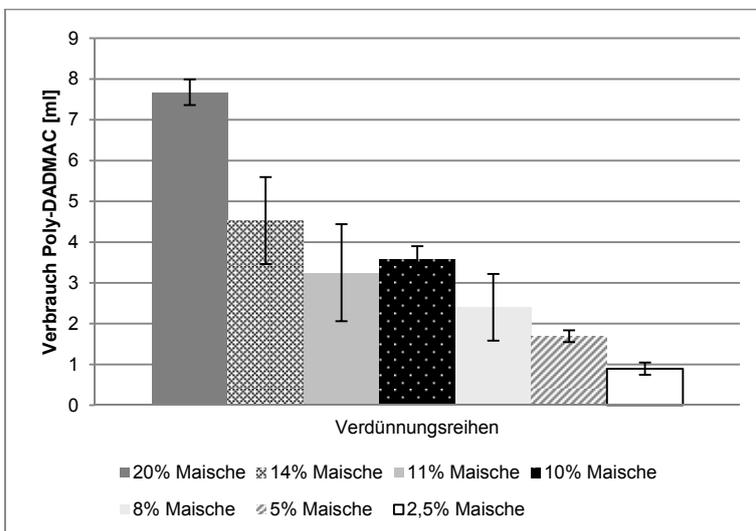


Abbildung 30: Verbrauch an Poly-DADMAC bis zum Erreichen des Nullpunktes bei verschiedenen Verdünnungen, $n=3$, $\alpha=0,05$

Zur Feststellung der Reproduzierbarkeit wurden Analysen von 4 unabhängigen, aber identischen Maischen durchgeführt. Die Ergebnisse der Ladungstiteration sind in Abbildung 31 dargestellt.

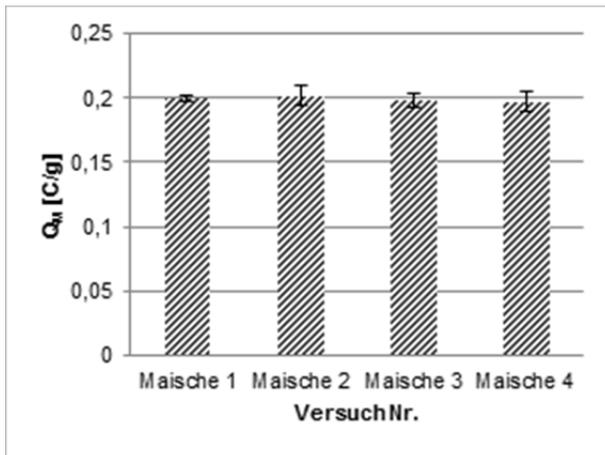


Abbildung 31: Ergebnisse der Versuche zur Validierung der Reproduzierbarkeit der Ladungsmessung einer Standardmaische, $n=3$, $\alpha=0,05$

Die sehr kleinen Konfidenzintervalle belegen eine sehr gute Reproduzierbarkeit.

Der Einfluss der Messtemperatur wird in Abbildung 32 dargestellt. Das Strömungspotential ist in der bei 20 °C vermessenen Probe im Vergleich zur 0 °C-Probe fast doppelt so groß. Bei niedrigeren Temperaturen herrscht eine geringere Molekularbewegung, was sich auch auf das Potential der Probe auswirkt. Daher ist für eine Vergleichbarkeit der Proben unbedingt auch die gleiche Analysentemperatur einzustellen.

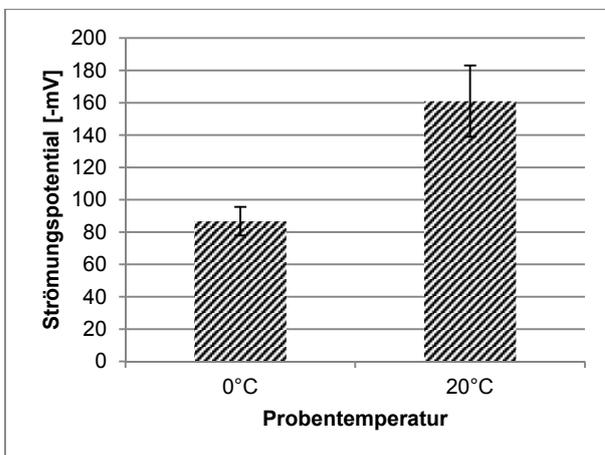


Abbildung 32: Ergebnisse zur Auswirkung unterschiedlicher Probentemperatur auf das Strömungspotential einer gleichen Probe, $n=3$, $\alpha=0,05$

Ebenso zeigte die Temperatur der Probenlagerung einen signifikanten Einfluss auf die Ladungsdichte (Abbildung 33 und Abbildung 34). Über den Zeitraum von 210min änderte sich bei der 20 °C-Lagerung die Ladungsdichte signifikant, während sie bei

der 0 °C-Lagerung konstant blieb. Vor der Vermessung der 0 °C-Proben mussten diese allerdings rasch auf 20 °C temperiert werden.

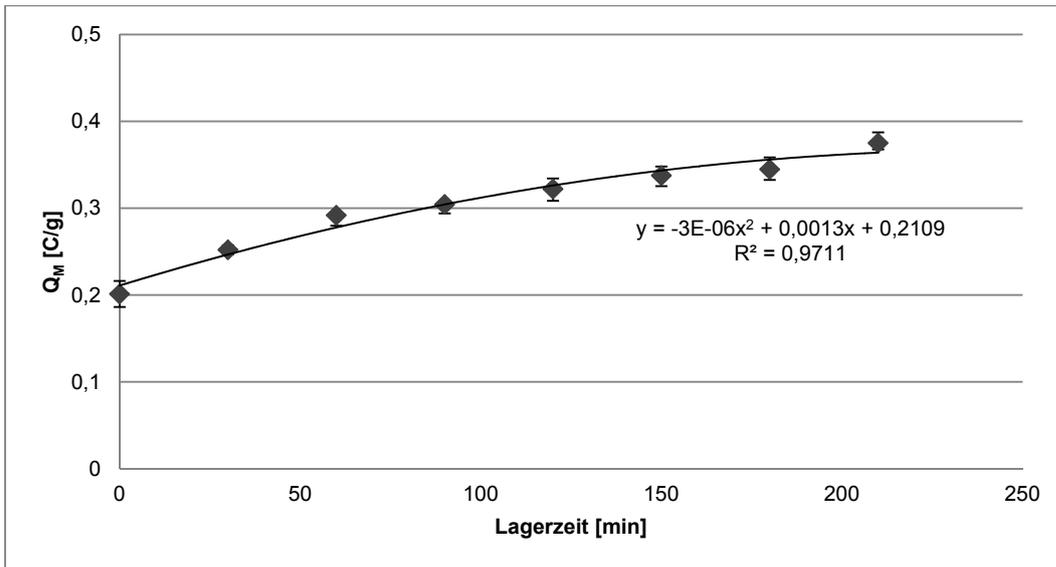


Abbildung 33: Ergebnisse zur Veränderung der massenspezifischen Ladungsdichte Q_M bei Lagerung der Probe bei 20 °C, $n=3$, $\alpha=0,05$

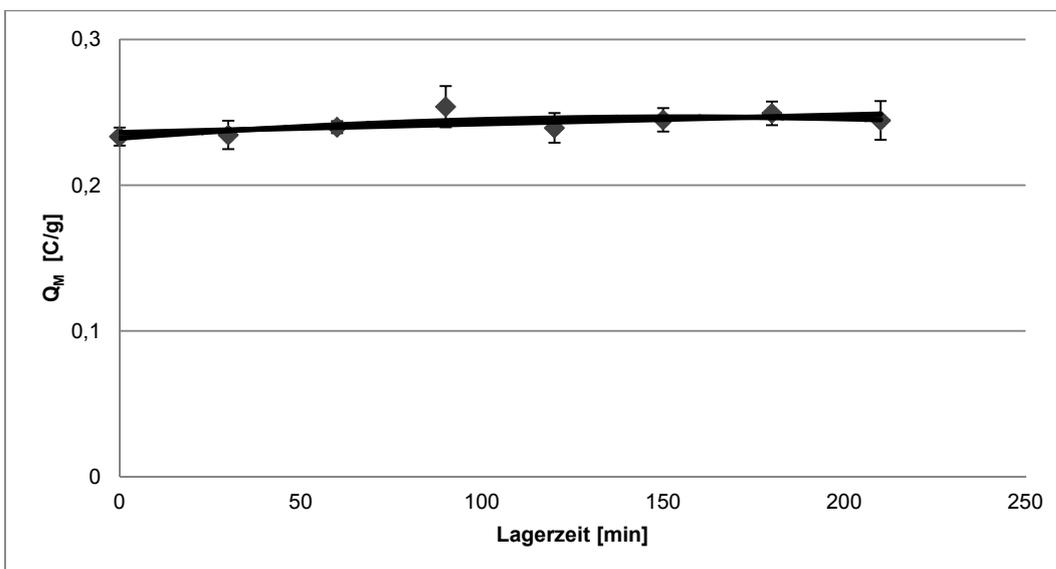


Abbildung 34: Veränderung der massenspezifischen Ladungsdichte Q_M bei Lagerung der Probe bei 0 °C, $n=3$, $\alpha=0,05$

Aus diesen Untersuchungen kann für die Analyse der Ladungsdichte von Maische das folgende Analysenschema aufgestellt werden (Abbildung 35). Der Ablauf ist in den ersten beiden Schritten für die Maischeherstellung in einem Kongressmaisbad

formuliert. Diese müssen an Maischeproben aus anderen Gefäßen angepasst werden.

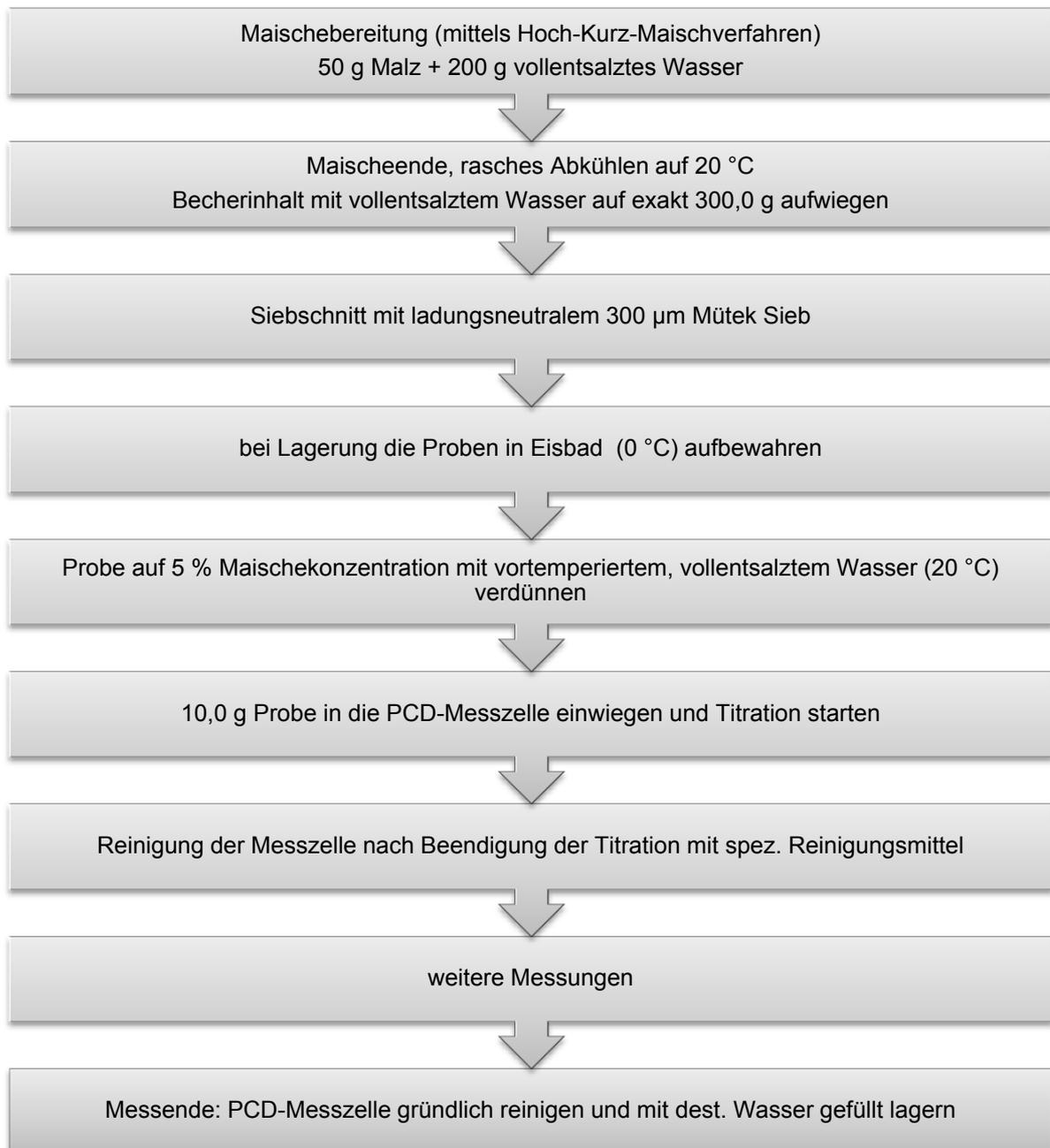


Abbildung 35: Analysenschema zur Messung der Partikelladungen des Feinanteils der Maische

4.3.4 Diskussion

Die Untersuchungen zur Entwicklung dieser Messmethode haben gezeigt, dass die Vermessung der massenspezifischen Ladungsdichte von Maische mit reproduzierbaren Ergebnissen möglich ist. Beim System Maische handelt es sich um ein biochemisches System, welches einer ständigen Veränderung ausgesetzt ist. Das führt dazu, dass Systemänderungen auftreten, wenn thermische Aktivierungsenergie vorhanden

ist. Den Unterschied in der Lagerstabilität bei unterschiedlichen Temperaturen zeigten die Analysen sehr eindeutig.

Neben den Temperaturbedingungen sind für eine erfolgreiche Vermessung vor allem drei Faktoren entscheidend: sauberes Arbeiten, die geeignete Probenkonzentration und die Verwendung von vollentsalztem Wasser.

Für die Untersuchungen wurde vollentsalztes Wasser verwendet um konstante Rahmenbedingungen für die Analysen zu erreichen. Für den Fall, dass Versuche mit Prozesswasser durchgeführt werden sollen, kann solches für den Maischprozess verwendet werden. Für die Verdünnungsstufen nach dem Maischen muss wieder vollentsalztes Wasser verwendet werden, um elektrochemische Einflüsse auszuschließen.

5 Feststoffhandling beim Maischen

5.1 Untersuchungen und Anwendung der Herrmann'schen Viskositätsmessung der Maischesuspension in Verbindung mit der Partikelgrößenverteilung der Maische

In dieser Untersuchungsreihe wurde das von Herrmann [9] entwickelte System zur Erfassung der Suspensionsviskosität mittels Drehmoment für verschiedene Malze und Malzaufbereitungen angewandt. So fern notwendig und sinnvoll, wurden in Kombination mit dieser Messung Daten der kontinuierlichen (Viskosität) und der dispersen Phase (Partikelgrößenverteilung) aufgenommen.

Wie bereits beschrieben, wurden mit dieser Analysenmethode schon Untersuchungen durchgeführt. Sie wurden jedoch noch nicht in Bezug zu Partikelgrößenanalysen mit Laserbeugungsspektroskopie gesetzt. Zudem bestanden noch Fragen zur Auswirkung verschiedener Malzparameter wie Malzqualität, Schrotfeinheit und Malzkonzentration, welche mit diesen Untersuchungen ergänzt werden sollen.

5.1.1 Versuchsdurchführung

Zur Vorbereitung der Versuche wurden 2,00 l Wasser im Maischreaktor vorgelegt und auf 50 °C temperiert. Über einen Edelstahltrichter wurde nach Erreichen der Starttemperatur das Malz innerhalb von 5-10 Sekunden hinzugefügt. In den Versuchen wurden die in Tabelle 6 aufgeführten Versuchsparameter verwendet.

Tabelle 6: Variationsparameter und Versuchskennzahlen der Maischversuche zur Viskositätsbestimmung

Ergebnis-Nr.	Variationsparameter	Menge Wasser [l]	Menge Schrot [g]	Walzenabstand Schrotmühle [mm]	Drehzahl [U/min]
5.1.2.2	Drehzahl	2,00	600 g Spitzmalz	1,4	35, 50, 75 100
5.1.2.3	Schüttung	2,00	300 g, 600 g Pilsner	0,8	50
5.1.2.4	Schrotfeinheit	2,00	600 g Pilsner	0,2; 0,8; 1,4	50
5.1.2.5	Malzqualität	2,00	600 g Pilsner, Spitzmalz	0,2; 1,4	50
5.1.2.6	Schrotfraktionen	2,00	Pilsner (fraktioniert)	0,2; 0,8; 1,4	50

Als Maischprogramm diente das Temperaturregime wie in Abbildung 10 dargestellt.

Während der Maischversuche wurden das Drehmoment des Rührers, die Viskosität der kontinuierlichen Phase mit einem Kapillarviskosimeter sowie die Partikelgrößenverteilung der dispersen Phase mittels Laserbeugungsspektroskopie aufgenommen. Für das Partikelgrößenverhalten wurden noch weitere Versuche durchgeführt, so dass in diesem Teil der Ergebnisse schwerpunktmäßig auf das Viskositätsverhalten eingegangen wird.

5.1.2 Ergebnisse

Die Variation verschiedener Parameter zur Charakterisierung der Maische mittels der Viskositätsmessung durch Drehmomentaufnahme ergab deutliche Unterschiede.

5.1.2.1 Grundsätzlicher Verlauf des Drehmoments

Das Drehmoment zeigt über die Maischdauer einen grundsätzlich charakteristischen Verlauf, welcher in Abbildung 36 dargestellt wird.

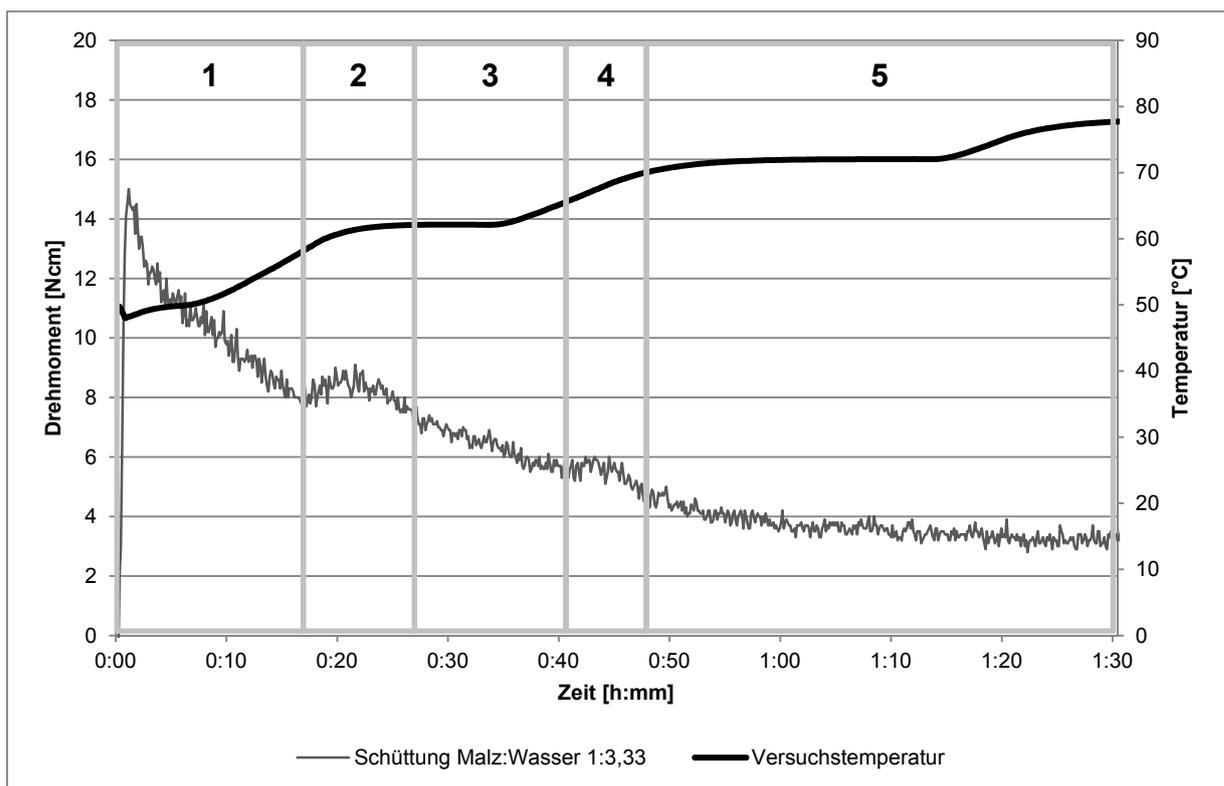


Abbildung 36: Genereller Verlauf des Drehmoments während der Maischzeit

Nach dem Vorheizen des Vorlagewassers wird die Drehmomentanzeige auf 0 kalibriert, so dass ein normierter Ausgangswert aufgenommen werden kann. Anschließend wird, wie beschrieben, über einen Edelstahltrichter das Malzschrot der Vorlage zugeführt. Wie im Bereich 1 zu sehen ist, nimmt sofort beim Einmaischn die Leistung des Rührers schlagartig zu. Die Feststoffe stören in ihrer trockenen, agglome-

rierten Form die Strömungsverhältnisse im Maischbottich. Mit zunehmender Rührdauer nimmt die erbrachte Leistung wieder ab, wodurch sich die Lösungsvorgänge im Maischbehälter sehr gut beschreiben lassen. Die Agglomerate lösen sich durch die Flüssigkeit in der Maische auf und die ersten wasserlöslichen Bestandteile gehen in die Flüssigkeit über.

Im Bereich 2 ist ein Peak zu erkennen. Dieser ist in Korrelation mit der zu dem Zeitpunkt vorhandenen Temperatur auf die Verkleisterung der Stärkekörner zurückzuführen. Die Verkleisterung sorgt für ein Aufquellen der Partikeln, wodurch die Viskosität der Maische entsprechend verändert und dies über das Drehmoment messbar ist.

Nach der Verkleisterung lösen sich durch enzymatische Vorgänge die Partikeln, was zu einer weiteren Strukturveränderung der Suspension führt (Bereich 3). Die Masse der Stärkepartikeln nimmt ab (vgl. [9]).

Nur teilweise war der Peak im Bereich 4 in den Versuchen zu messen. Herrmann beschrieb diesen zweiten Peak als Peak vor der Verzuckerung [9]. Da er aber nicht bei allen Versuchen aufgetreten ist, liegt die Vermutung nahe, dass dieser auf eine andere Ursache zurückzuführen ist. Es konnte nachgewiesen werden, dass es sich im Fall eines solchen Peaks um einen zweiten Verkleisterungspeak handelt. Von den physikalischen Eigenschaften her wäre zu erwarten gewesen, dass sich mit steigender Temperatur die Viskosität verringert. Dies ist jedoch nicht der Fall. Die genauere Betrachtung der Temperatur zeigt, dass diese zum Zeitpunkt der Drehmomentzunahme auch nur sehr gering gestiegen ist. Diese Theorie konnte in Mikroskop-Maischversuchen bestätigt werden. Für eine mögliche Laboranwendung bedeutet dies, dass bei einem zweiten vorhandenen Peak die ideale Verkleisterungstemperatur bei der ersten Rast noch nicht vorhanden war, so dass hier die Temperatur auf die Anforderungen des Malzes korrigiert werden muss.

Im 5. Bereich schließlich fallen das Drehmoment und damit auch die Viskosität erwartungsgemäß ab.

5.1.2.2 Einfluss der Drehzahl

Die Variation der Drehzahl zeigte signifikante Unterschiede in der Auswirkung auf das Drehmoment.

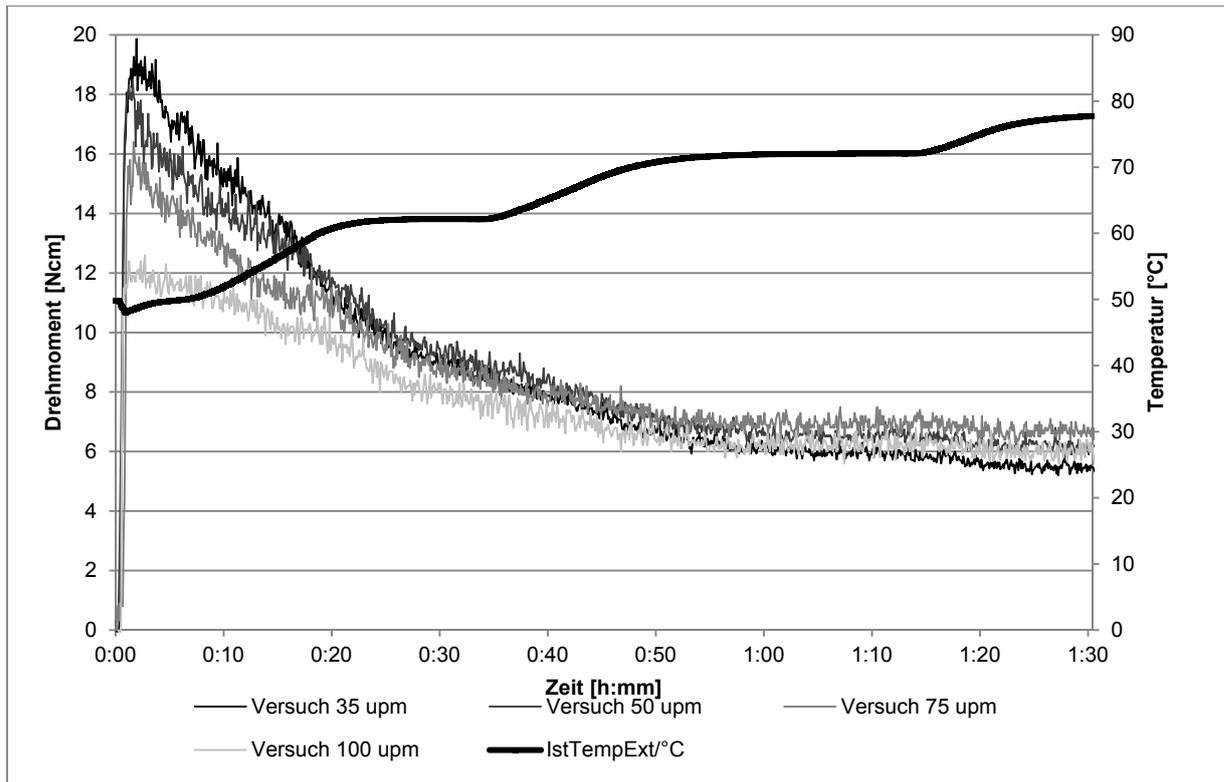


Abbildung 37: Auswirkung der Drehzahl auf das Drehmoment (35, 50, 75 und 100 (U/min)); Versuche mit gleicher Schüttung und gleicher Temperaturführung

Es war bei diesen Untersuchungen festzustellen, dass bei erhöhter Drehzahl niedrigere Drehmomente resultierten. Dies wird auch durch die Theorie von Rieger und Nowak belegt [151], nach welcher auch Herrmann [9] und andere [165] ihre Arbeit ausgewertet haben.

Für die weiteren Untersuchungen wurde die Drehzahl auf 50 U/min festgelegt. Dadurch wurde sichergestellt, dass die erzielten Ergebnisse hoch genug aufgelöst waren, und im gleichen Zug die Strömungszustände im Maischreaktor für eine gleichmäßige Durchmischung der Suspension sorgten.

5.1.2.3 Einfluss des Schüttungsverhältnisses auf das Drehmoment

Der Einfluss des Schüttungsverhältnisses wurde mit gut gelöstem Pilsner Malz, Weyermann, durchgeführt.

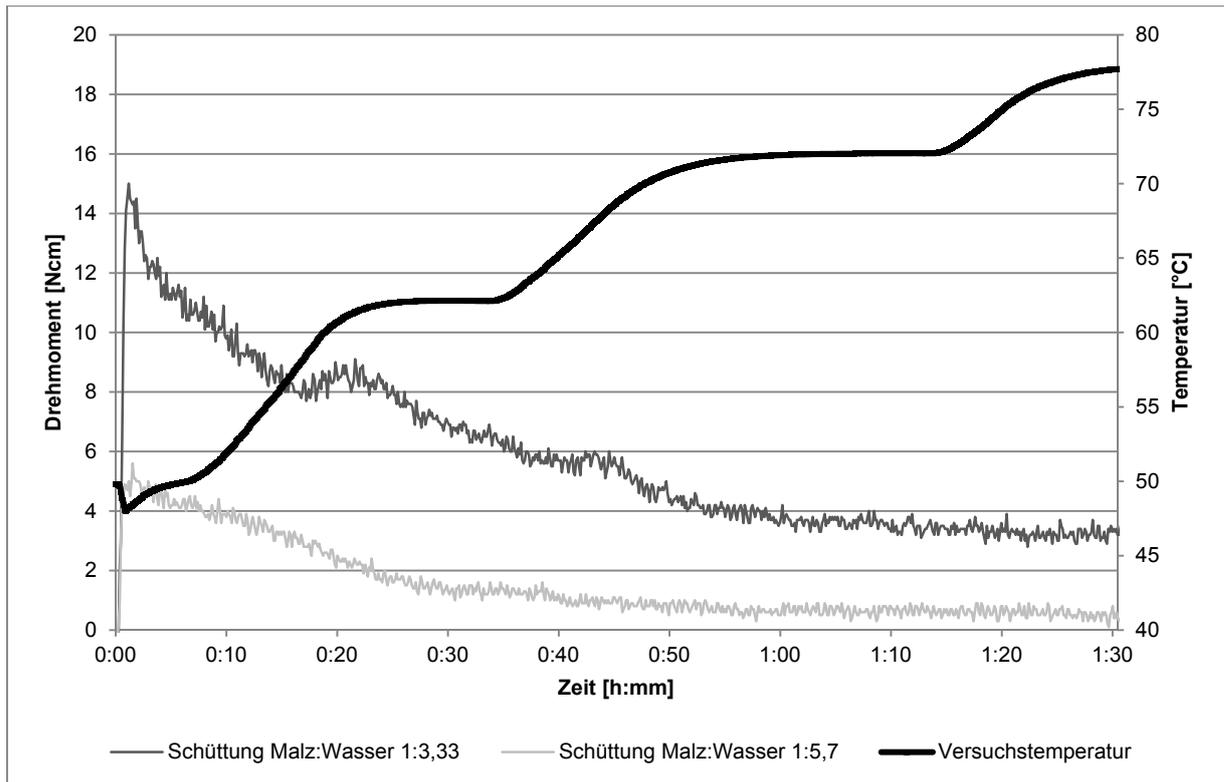


Abbildung 38: Auswirkung des Schüttungsverhältnisses auf das Drehmoment

Der Einfluss der Schüttungsmenge ist signifikant unterschiedlich. Je höher der Anteil der dispersen Phase, desto mehr Leistung ist notwendig, die Suspension homogen zu rühren.

Beim Vergleich der beiden Kurven in Abbildung 38 fällt weiterhin auf, dass die Verkleisterungs-Peaks bei der dickeren Maische (1:3,33) auftraten, bei der dünneren Maische (1:5,7) jedoch nicht festgestellt werden konnten. Die Ursache dafür könnte darin liegen, dass sich die Partikeln in der dünnen Maische trotz Aufquellens gegenseitig weniger beeinflusst haben und dadurch weniger Reibungskräfte entstanden sind. Grundlagen der Rheologie stützen diese Aussage. Um die gleichen Strömungszustände für eine dickere Suspension zu erhalten, ist eine höhere Leistung notwendig [166].

5.1.2.4 Einfluss der Schrotfeinheit von Malzen auf das Drehmoment und die Viskosität

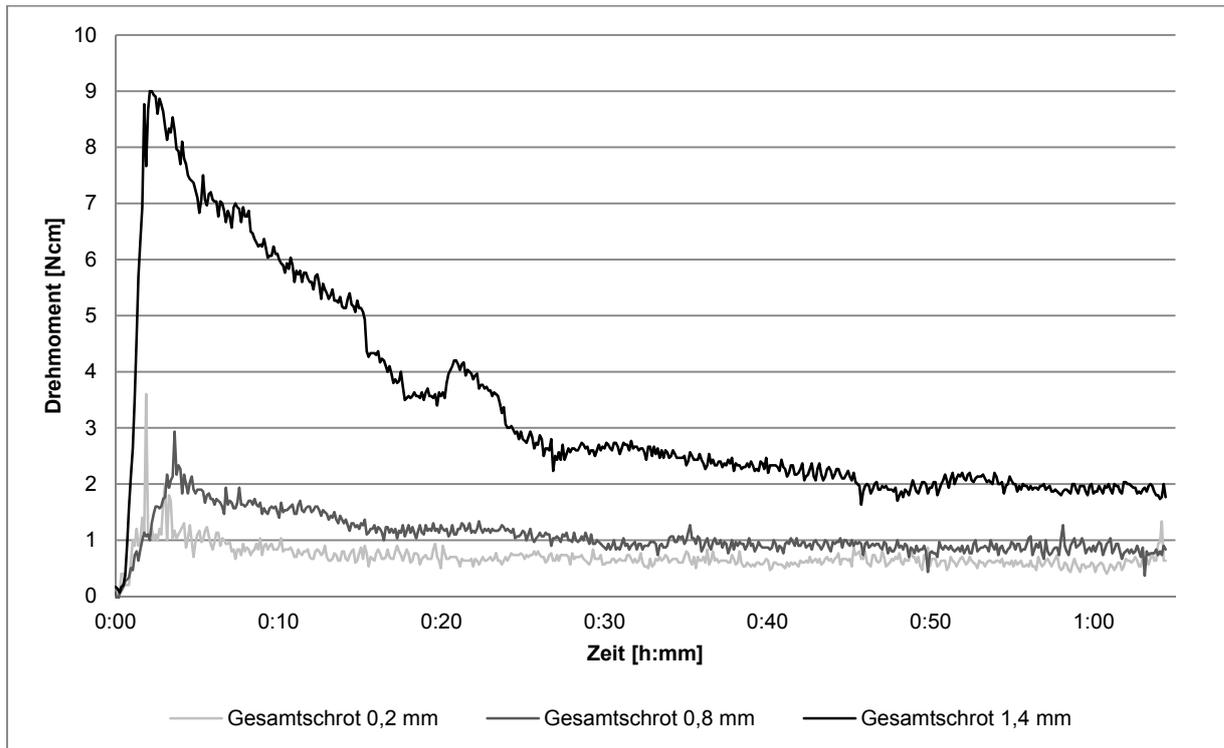


Abbildung 39: Auswirkung der Schrotfeinheit auf das Drehmoment bei Pilsner Malz

Abbildung 39 zeigt die Drehmomentverläufe der Untersuchungen mit feinem, mittlerem und grobem Schrot. Das größte Drehmoment weisen die Maischen, welche mit Schrot 1,4 mm Walzenabstand hergestellt wurden, auf. Die Maischen der Gesamtschrote 0,8 mm und 0,2 mm unterscheiden sich hinsichtlich des Drehmoments nur gering.

Beim Einmaischen zeigen alle Proben ihr Drehmomentmaximum, welches sich dann während des Maischvorganges reduziert. Das Absinken des Drehmoments dauert beim 1,4 mm-Schrot wesentlich länger als bei den anderen beiden Maischen. Da, wie bekannt, bei größeren spezifischen Oberflächen Diffusionsvorgänge und somit auch Abbauvorgänge schneller stattfinden, scheint dies der Einfluss auf dieses Verhalten zu sein.

Auch zum Maischende ist zu erkennen, dass das gröbere Schrot immer noch für ein höheres Drehmoment sorgt. Dies resultiert ebenfalls aus ungelösten, großen Partikeln und Spelzen. Spelzen liegen zwar auch im Schrot der 0,8 mm-Vermahlung vor. Während im groben Schrot aber immer noch Agglomerate und vorhanden sind, sind diese im feiner vermahlene Schrot bereits mechanisch und enzymatisch aufgelöst.

Durch die Temperaturerhöhungen des Maischvorgangs sind nur minimale Veränderungen des Drehmoments zu erkennen.

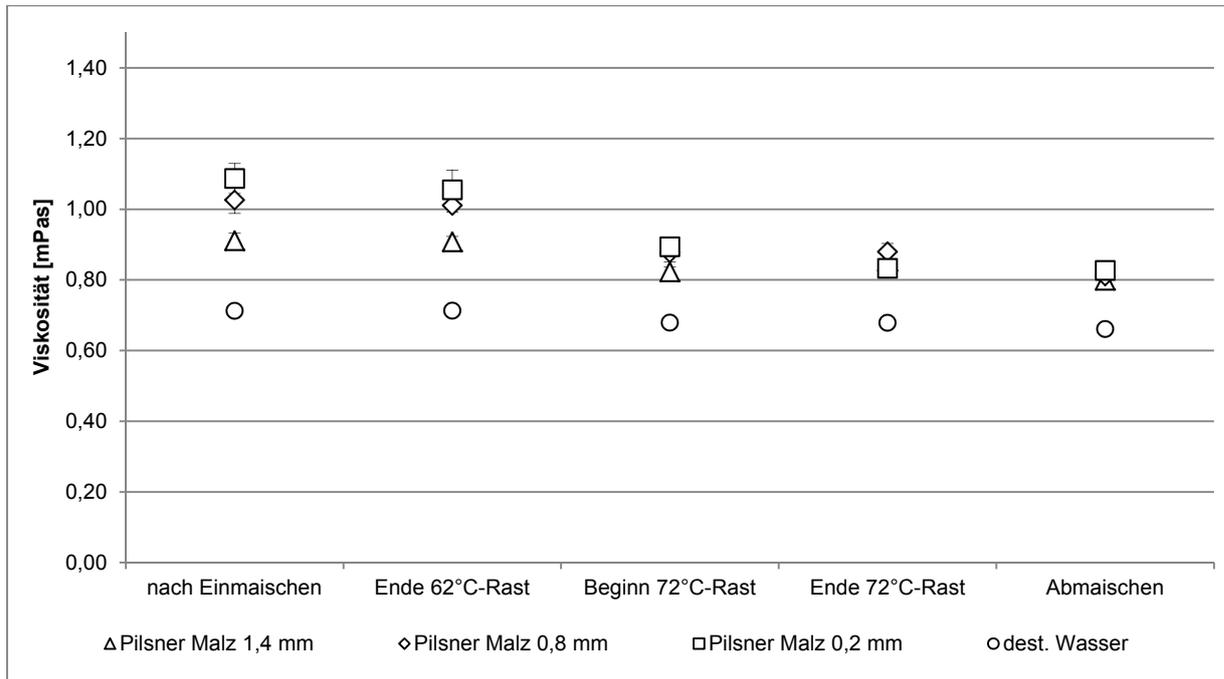


Abbildung 40: Viskositätszustände der kontinuierlichen Phasen in den Maischen aus unterschiedlich geschrotetem Malz, $n=3$, $\alpha=0,05$

Die Viskositätsmessungen der kontinuierlichen Phasen zeigen, dass sich während des Maischprozesses ein ähnlicher Verlauf feststellen lässt wie bei den Viskositäten der Suspensionen. Die Viskositätsunterschiede zu Beginn des Maischens gleichen sich im Laufe des Maischprozesses aus. Gegen Ende des Maischprozesses besitzt die kontinuierliche Phase aller drei Maischen eine annähernd gleiche Viskosität.

Interessant ist bei diesen Viskositätswerten, dass das Schrot 1,4 mm den niedrigsten Wert besitzt, das Schrot 0,2 mm den höchsten. Diese Werte resultieren ebenfalls aus den unterschiedlichen Lösungsgeschwindigkeiten der Malzinhaltsstoffe.

Zur Überprüfung des Temperatureinflusses auf die Viskosität der kontinuierlichen Phase ohne den Einfluss des Extraktes wurde der Wasserwert bestimmt. Dabei wurde der gleiche Maischprozess mit reinem Wasser durchgeführt und entsprechend die Viskosität gemessen.

Dieser zeigt, dass die Viskosität der Abhängigkeit von der Temperatur folgt. Da diese Abnahme jedoch schwächer ist als in den kontinuierlichen Phasen der Maischen, kann festgestellt werden, dass die gemessene Viskosität durch die Veränderungen in der Maische verursacht werden.

5.1.2.5 Einfluss der Malzqualität auf das Drehmoment

Für diese Untersuchungen wurde Pilsner Malz und Spitzmalz jeweils mit 1,4 mm und 0,2 mm Walzenabstand geschrotet.

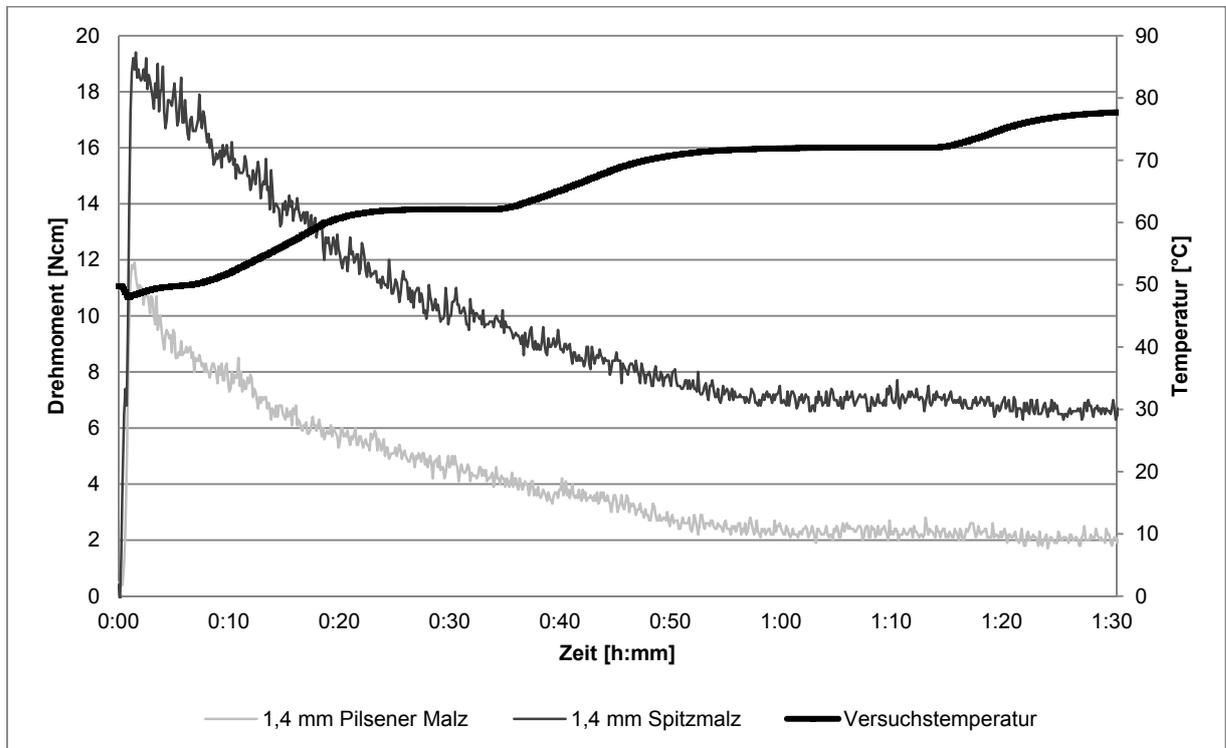


Abbildung 41: Vergleich der Drehmomentverläufe von Pilsner Malz und Spitzmalz bei einer Mahlstärke von 1,4 mm

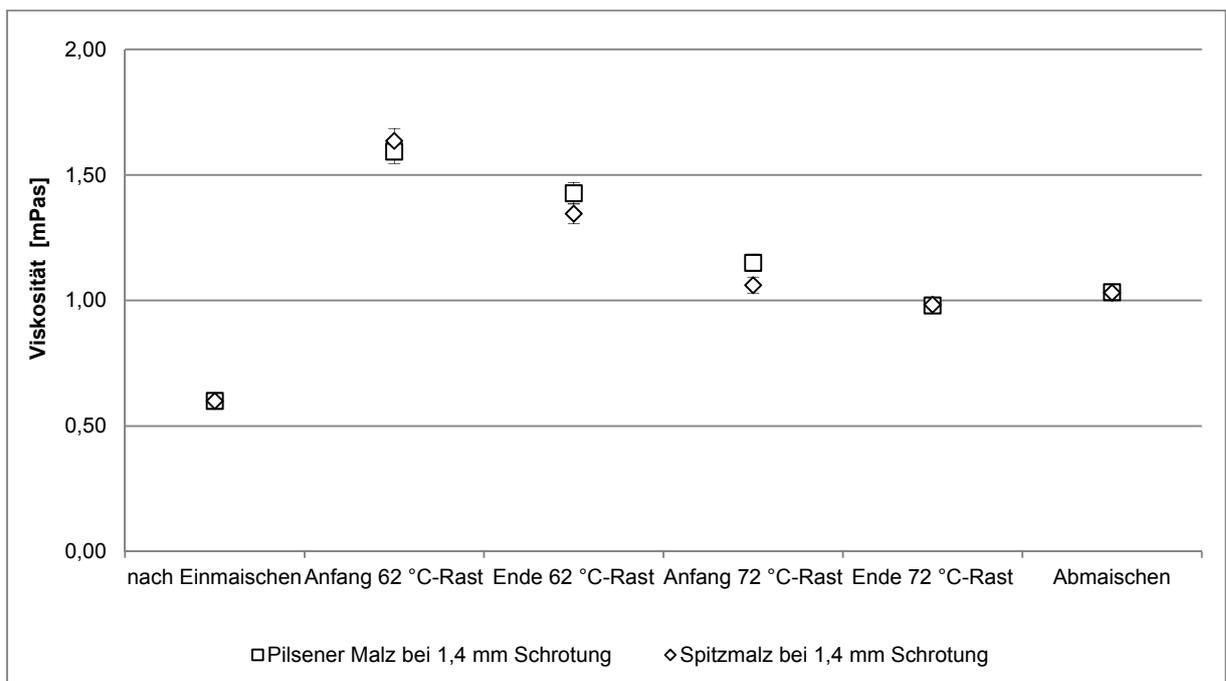


Abbildung 42: Viskositäten der kontinuierlichen Phase von Pilsner Malz und Spitzmalz bei einer Mahlstärke von 1,4 mm

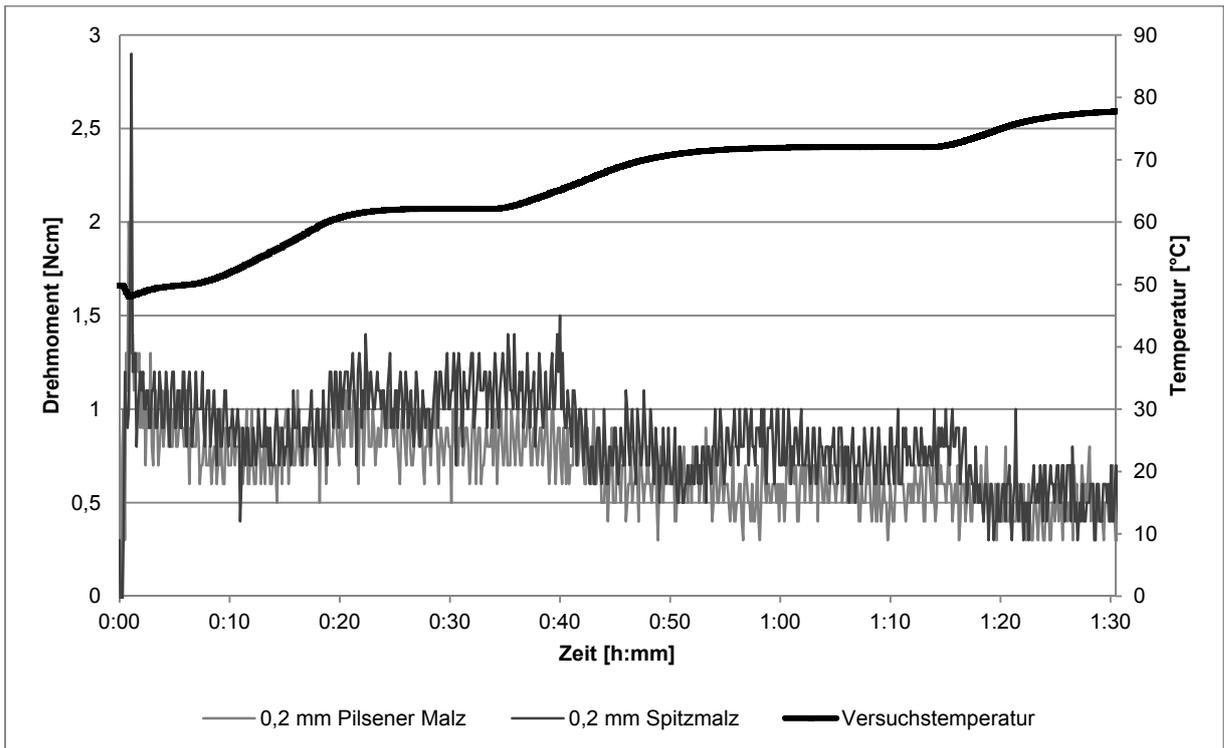


Abbildung 43: Vergleich der Drehmomentverläufe von Pilsner Malz und Spitzmalz bei einer Mahlstärke von 0,2 mm

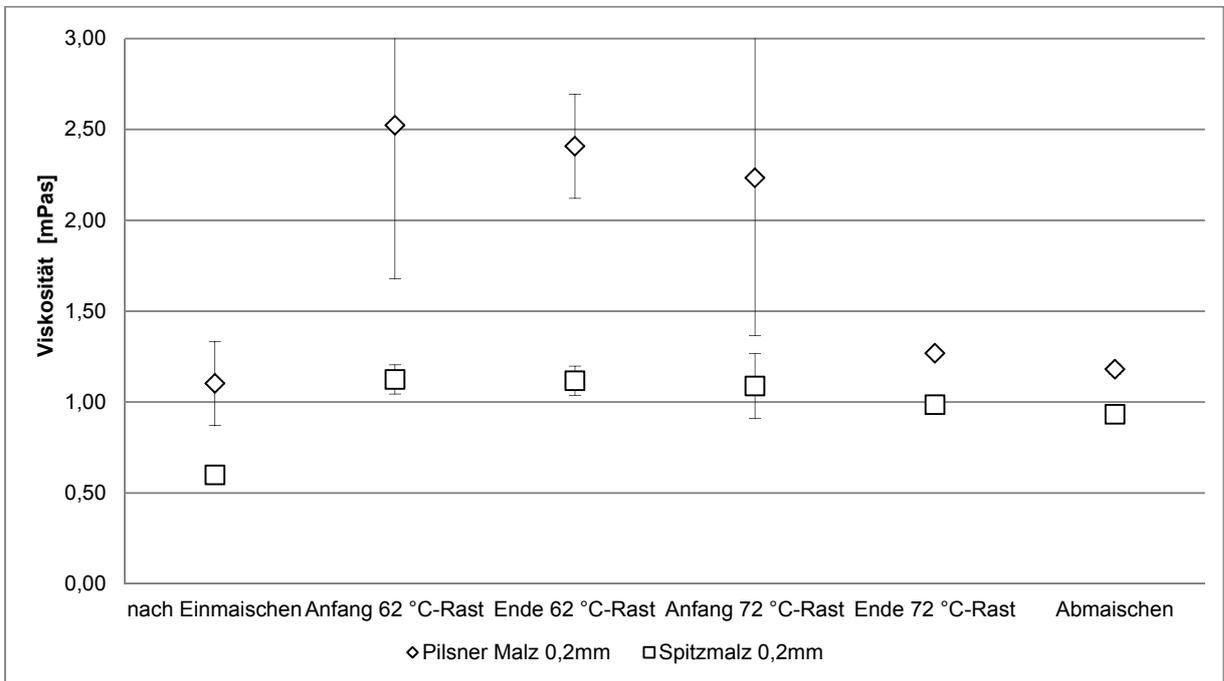


Abbildung 44: Viskositäten der kontinuierlichen Phase von Pilsner Malz und Spitzmalz bei einer Mahlstärke von 0,2 mm, $n=3$, $\alpha=0,05$

Die Drehmomentverläufe der Spitzmalzmaischen weisen höhere Werte auf als die des gut gelösten Pilsner Malzes. Dies resultiert daraus, dass im schlecht gelösten Malz die molekulare Auflösung des Mehlkörpers noch nicht komplett vollzogen ist

und dadurch das höhere Drehmoment bewirkt. Die Partikelgrößenanalysen im Folgenden bestätigen dies.

Die Viskosität der kontinuierlichen Phase ist in den Maischen mit der 1,4 mm-Schrotung annähernd gleich, bei den Maischen der 0,2 mm-Schrotung liegt eine signifikante Differenz vor. Die erste Feststellung ist vermutlich darauf zurückzuführen, dass aus den großen Partikeln der grob geschroteten Malze Inhaltsstoffe in gleichem Masse in der Würze lösen. Bei dem fein vermahlene Malz tritt wieder der Effekt des höheren Lösungsgrades des Pilsner Malzes auf.

5.1.2.6 Einfluss der Schrotfraktionen auf das Drehmoment

Für diese Untersuchungen wurden die Versuche mit verschiedenen Schrotfraktionen durchgeführt. Das Malz wurde mit einem Walzenabstand von 0,8 mm geschrotet und anschließend über den Siebturm in 4 Klassen geteilt. Für die Maische wurden die Klassen <150 µm, 150-500 µm und 500-1000 µm verwendet. Es wurde die gleiche Masse an gesiebten Schrot (600 g) eingewogen wie bei den vorherigen Versuchen, um den stärksten Einfluss auf die Maische- und Würzeviskosität ermitteln zu können.

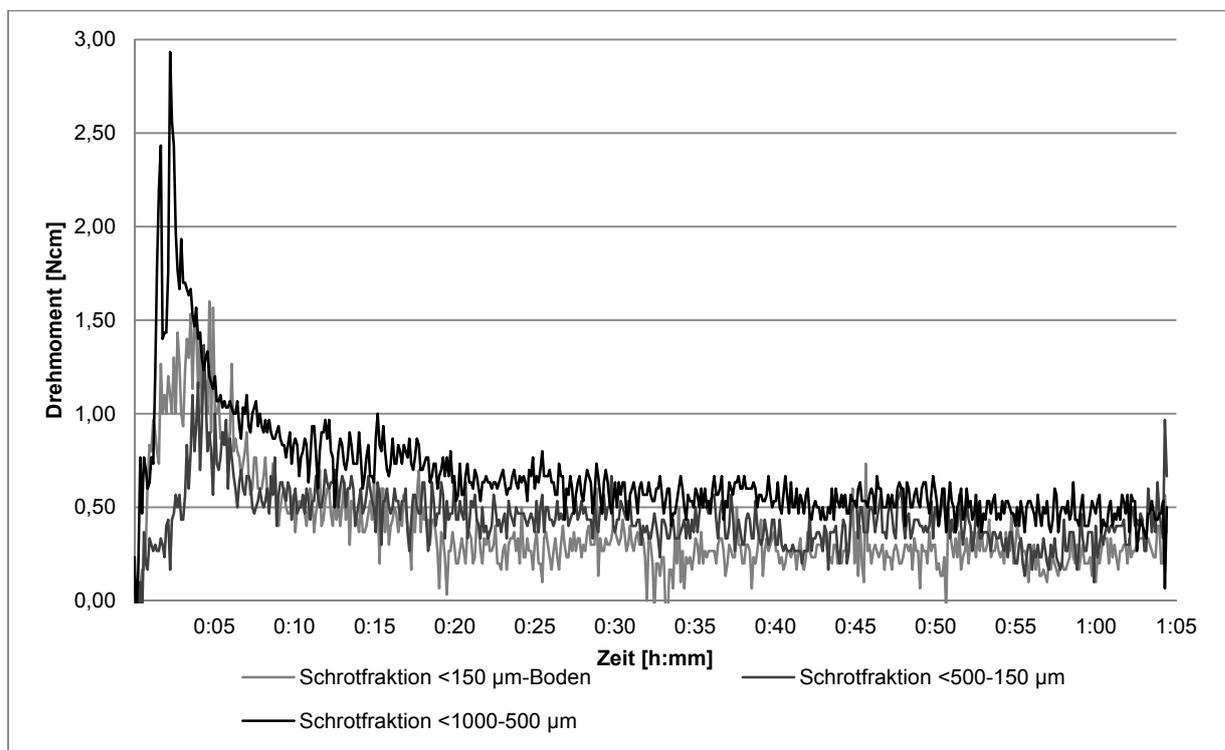


Abbildung 45: Drehmomentverläufe der unterschiedlichen Malzfraktionen

Die einzelnen Fraktionen aus dem mit 0,8 mm Walzenabstand vermahlene Schrot zeigen, ähnlich wie die Maischen der Gesamtschrote, ihr Drehmomentmaximum zum Beginn des Maischprozesses. Ein schwacher Peak bei der Verkleisterung kann fest-

gestellt werden. Auch hier ist das Drehmoment in der Maische mit geringerer Partikelgröße niedriger. Weiterhin ist zu beobachten, dass bereits zum Ende der 62 °C-Rast trotz Temperaturzunahme kaum mehr Veränderungen im Drehmoment festzustellen sind.

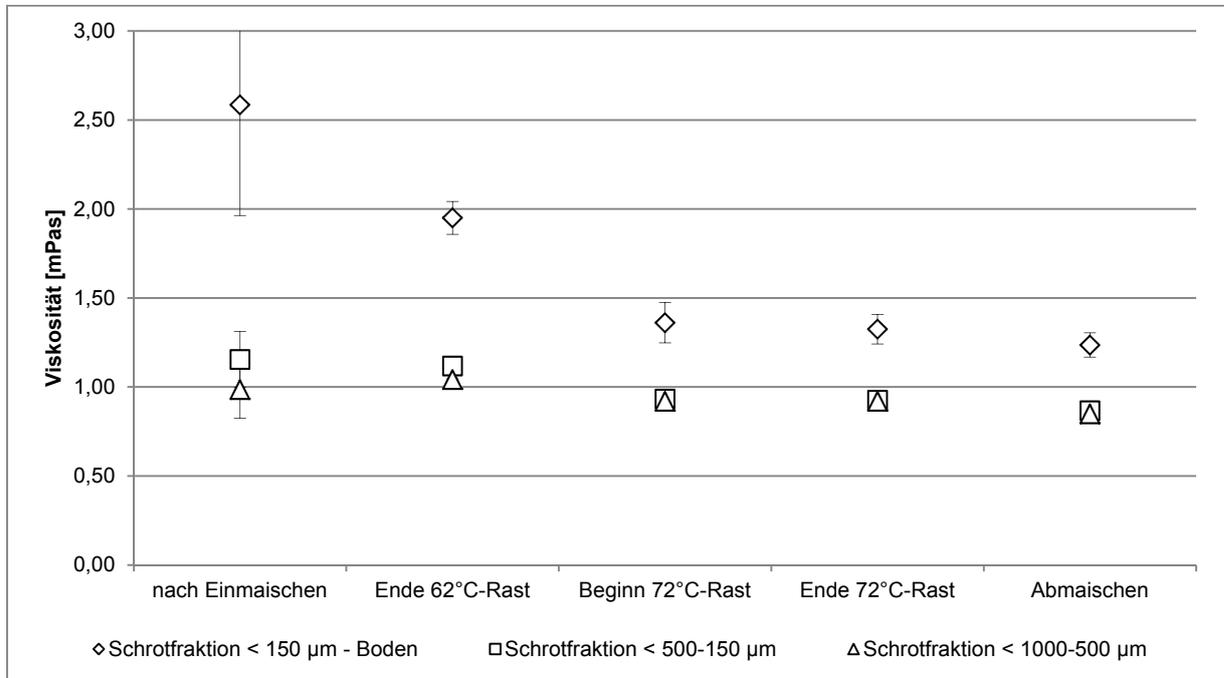


Abbildung 46: Viskositätsverläufe der verschiedenen Schrotfraktionen, $n=3$, $\alpha=0,05$

Die feinste Schrotfraktion liefert die höchsten Viskositätswerte. Ab der 72 °C-Rast zeigen alle Viskositätskurven einen konstanten Verlauf bis zum Maischende.

Die beiden Viskositäten miteinander verglichen lassen den Rückschluss zu, dass die Stärkekörner der feinsten Fraktion am vollständigsten in Lösung gehen und dadurch stärker auf die Viskosität der kontinuierlichen Phase wirken. Die beiden anderen Fraktionen besitzen mehr Partikeln, welche sich im Maischprozess nicht vollständig auflösen. Daraus ergeben sich ein höheres Drehmoment der Suspension und eine niedrigere Viskosität der kontinuierlichen Phase.

5.1.3 Diskussion

5.1.3.1 Diskussion der Viskositätsmessungen

In den Versuchen wurde mit einer Temperatur von 50 °C eingemaischt und unmittelbar auf 62 °C aufgeheizt. Ebenso wurden Versuche durchgeführt, bei denen direkt mit 62 °C eingemaischt wurde. Dies entspricht den für gut- bzw. hochgelöste Malze empfohlenen Einmischtemperaturen.

Unmittelbar beim Erreichen der Verkleisterungstemperatur beginnen die Stärkekörner zu quellen, was später auch durch Partikelgrößenmessungen und Bildanalysen gezeigt werden konnte. Bei den Viskositätsmessungen schlug sich dieser Prozess in einer Drehmomentzunahme nieder.

In den unterschiedlichen Untersuchungen waren signifikante Unterschiede festzustellen. So führen feinere Schrotungen bzw. die Verwendung des Feinanteils eines Normalschrotes zu sehr deutlichen Veränderungen der Viskosität, während bei größeren Schroten oder den Grobanteilen das Drehmoment höher ist, jedoch nicht so starke Veränderungen aufweist. Diese Beobachtungen lassen sich durch diese Untersuchungen ziemlich zweifelsfrei auf den Einfluss der Stärkekörner zurückführen. Ebenso lassen sich Unterschiede erkennen, wenn unterschiedliche Konzentrationen beim Einmaischen verwendet werden. Dickere Maischen besitzen eine höhere Enzymausstattung, was dazu führt, dass Abbauvorgänge schneller und gründlicher erfolgen.

Aus der Gesamtbetrachtung der Untersuchungen können Merkmale für eine Qualitätsdifferenzierung abgeleitet werden. So weisen die Drehmomente der schlecht gelösten Spitzmalzproben durchwegs höhere Werte auf als die eines gleich geschrotenen, gut gelösten Malzes. Die Viskositätswerte des Kapillarviskosimeters zeigen umgekehrte Werte. Die Viskositäten der kontinuierlichen Phasen des schlecht gelösten Malzes waren durchwegs niedriger als die der gut gelösten Malze.

Zusammen betrachtet kann dadurch die schlechtere Lösung der Spitzmalze während des Maischprozesses durch beide Viskositätsarten gemessen werden. Lösen sich bei schlecht gelöstem Malz die Stärkekörner langsamer auf, ist ein höheres Drehmoment zu erwarten (Viskosität der Suspension), während durch die geringeren Zuckergehalt in der Lösung die Viskosität der kontinuierlichen Phase niedriger ist. Die Ursache ist die schlechtere Substraterreichbarkeit der Enzyme (zu geringe Auflösung der Gerüstbaustoffen) sowie eine von Grund auf niedrigere Enzymausstattung.

5.1.3.2 Diskussion von zusätzlichen Einflüssen auf die Viskosität

Herrmann stellte ähnliche Ergebnisse fest [9]. Er führte eine erhöhte Viskosität zusätzlich auf den Eintrag von hochmolekularen β -Glucanen zurück. Dies sollte ebenfalls nochmals überprüft werden.

Die Beobachtungen von Herrmann bestätigen sich durch die Messungen der β -Glucane jedoch nur teilweise und zeigen die direkt viskositätsbeeinflussenden Ei-

genschaften in der Maische. Bei der Messung der Viskositäten der kontinuierlichen Phasen konnten teilweise gegensätzliche Ergebnisse festgestellt werden.

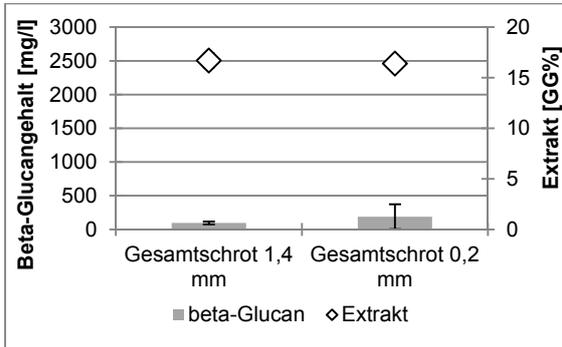


Abbildung 47: β -Glucan-Gehalte und Viskositäten von gut gelöstem Malz unterschiedlicher Schrotung, $n=3$, $\alpha=0,05$

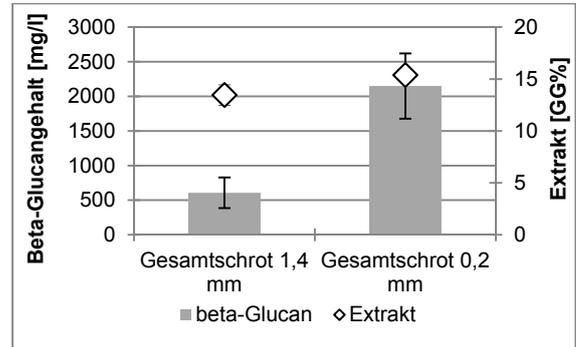


Abbildung 48: β -Glucan-Gehalte und Viskositäten von Spitzmalz unterschiedlicher Schrotung, $n=3$, $\alpha=0,05$

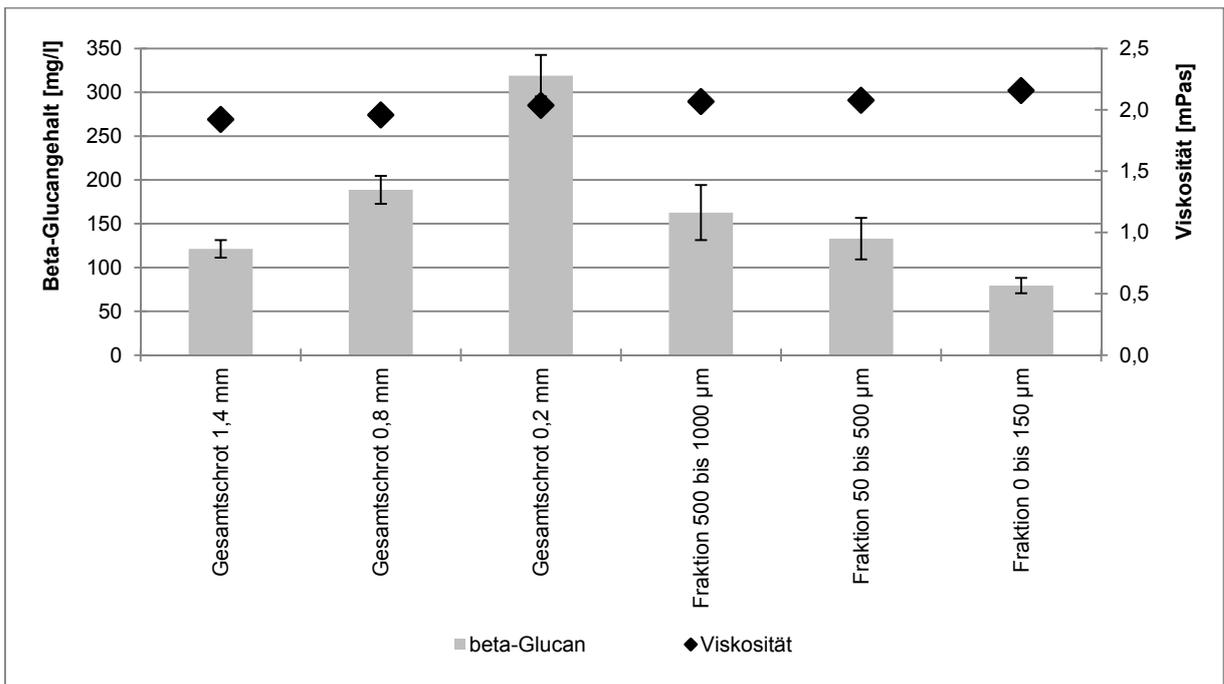


Abbildung 49: β -Glucan-Gehalte und Viskositäten der untersuchten, gut gelösten Malz-Proben, $n=3$, $\alpha=0,05$

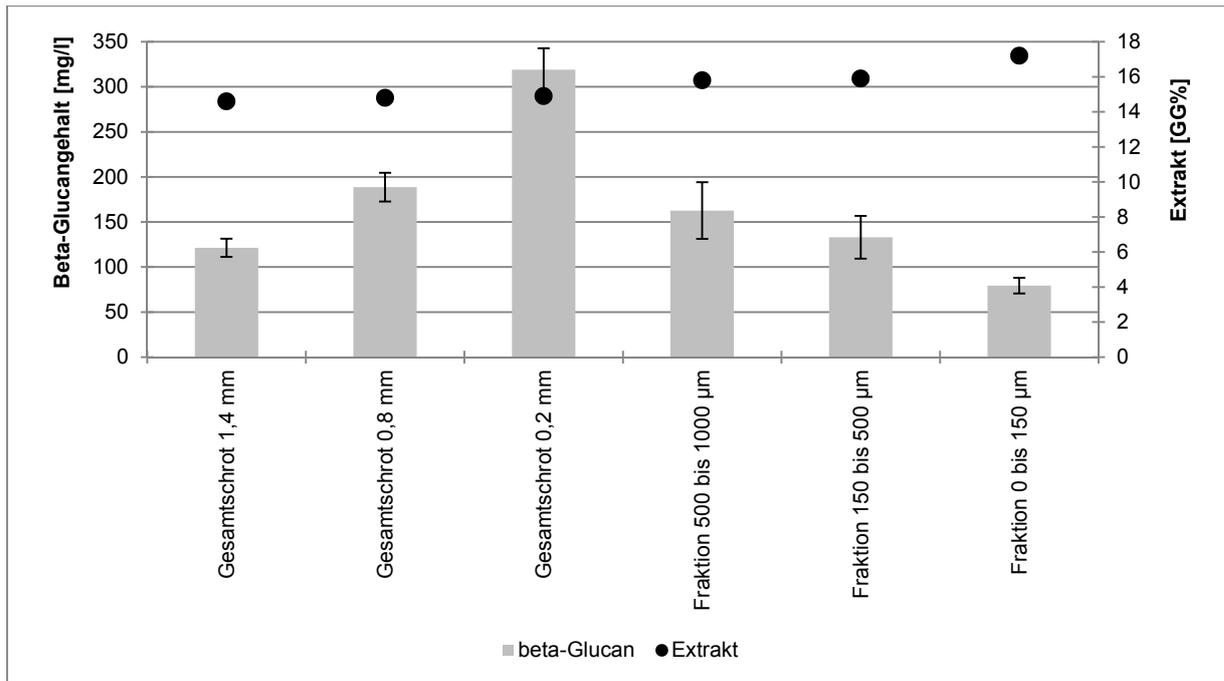


Abbildung 50: β -Glucan-Gehalte und Extraktgehalte der untersuchten, gut gelösten Malz-Proben, $n=3$, $\alpha=0,05$

Der Gehalt an β -Glucan steigt, bei Betrachtung der gesamten Maische, mit der Feinheit der Vermahlung signifikant an, da mit einer vergrößerten spezifischen Oberfläche ein intensiverer Stoffaustausch stattfinden kann.

Die Analyse der einzelnen Fraktionen in Bezug auf β -Glucan zeigt, dass hier in den feineren Fraktionen ein gegensätzliches Verhalten feststellbar ist. Die β -Glucan-Gehalte nehmen in den feineren Fraktionen signifikant ab, während die Stammwürzegehalte zunehmen.

Diese Beobachtung lässt den Schluss zu, dass das β -Glucan aus den stärker zerkleinerten Spelz- und Griesteilen des Malzes resultieren muss.

Da das β -Glucan für die Viskosität mitverantwortlich ist und auch einen Einfluss auf die Filtrierbarkeit sowohl im Läuterbottich als auch im weiteren Produktionsprozess hat, kann aus diesen Ergebnisse gefolgert werden, dass bei β -Glucan-reichen Malzen ein etwas gröberes Schrot die Ausbeute nicht wesentlich verschlechtert, die Prozessführung dadurch allerdings positiv beeinflusst werden kann. Zusätzlich kann der Läuterprozess durch einen gröberen Kuchen positiv beeinflusst werden. Untersuchungen hierzu wurden durchgeführt, jedoch noch nicht publiziert.

Tabelle 7: Vergleichswerte der Maischversuche unterschiedlicher Schrotungsarten zur verfahrenstechnischen Beurteilung der Maischen

Schrotung	x ₅₀ 62°C	x ₅₀ 72°C	x ₅₀ 78°C	°P	β-Glucan [mg/l]	Viskosität [mPas]
0,2 mm Gesamtschrot	321	336	302	14,9	319	1,975
0,8 mm Gesamtschrot	400	403	441	14,8	188	1,918
1,4 mm Gesamtschrot	333	371	364	14,6	121	1,919
0-150 µm Siebung	89	107	107	17,2	79	1,860
150-500 µm Siebung	461	485	461	15,9	133	1,913
500-1000 µm Siebung	713	724	685	15,8	162	1,914

5.2 Untersuchungen zum Verhalten der Partikelgrößenverteilung während des Maischens

Basierend auf der in den Vorversuchen entwickelten Messmethode wurde eine Versuchsreihe mit unterschiedlichen Malzqualitäten und Versuchseinstellungen durchgeführt, um die Einflüsse dieser Variationen auf die Partikelgrößenverteilung der Maischen zu untersuchen.

5.2.1 Versuchsdurchführung

Für diese Untersuchungen wurden die in Kapitel 3 erwähnten Geräte verwendet. Als Rohstoffe standen 3 Malze in unterschiedlichen Qualitäten zur Verfügung (vgl. Tabelle 12 - Tabelle 14 im Anhang). Vor den Untersuchungen erfolgte zusätzlich eine Trockenschrotanalyse der Malzschrote.

Das Schüttungsverhältnis bei diesen Versuchen betrug 400 g Malzschrot zu 1,6 l Wasser.

Die Analysen erfolgten mit dem entwickelten Messprinzip (vgl. Kapitel 4.1), wobei der Siebschnitt vor den HELOS-Messungen mit einem 630 µm Sieb der Fa. Haver & Boecker, Oelde, durchgeführt wurde. Die verwendete Linse im HELOS hatte eine Analysenweite bis 875 µm.

5.2.1.1 Charakterisierung der Partikelgrößenverteilung während des Maischprozesses

Es wurde eine Standardmaische hergestellt und mit der in Kap. 4.1 entwickelten Messmethode zur Charakterisierung des Partikelverhaltens während des Maischprozesses analysiert, um eine Beschreibung des Maischprozesses in Abhängigkeit der Partikelgrößenverteilung zu erhalten. Für die Versuche wurde Pilsner Malz der Firma IREKS verwendet.

Um den Übergang vom Trockenschrot zur Maische beschreiben zu können, erfolgte vor den Untersuchungen der Maische zusätzlich eine Trockenschrotanalyse der Malzschrote mit dem Helos und der Trockendispergiereinheit Rodos.

5.2.1.2 Charakterisierung der Partikelgrößenverteilung während des Maischprozesses mit verschiedenen Schrotfraktionen

Um die Einflüsse der verschiedenen Schrotfraktionen auf die Partikelgrößenveränderungen zu ermitteln, wurden Schrote mit dem Plansichter klassiert. Aus diesen Proben wurden Maischen mit dem Standardmaischverfahren hergestellt und auf ihre Partikelgrößen analysiert.

Für die Versuche wurde Pilsner Malz der Firma IREKS verwendet.

5.2.1.3 Charakterisierung der Partikelgrößenverteilung während des Maischprozesses mit verschiedenen Schrotfeinheiten

Um die Einflüsse verschiedener Schrotfeinheiten auf die Partikelgrößenveränderungen während des Maischens zu ermitteln, wurden Schrote mit unterschiedlichem Walzenabstand der Schrotmühle hergestellt. Aus diesen Proben wurden Maischen nach Standardmaischverfahren hergestellt und auf ihre Partikelgrößen analysiert. Der Walzenabstand der Schrotmühle betrug 0,2 mm, 0,75 mm und 1,4 mm, so dass drei Trockenschrote mit unterschiedlicher Zusammensetzung entstanden.

Die Versuchsreihen wurden mit Pilsner Malz der Firma IREKS durchgeführt.

5.2.1.4 Charakterisierung der Partikelgrößenverteilung während des Maischprozesses mit verschiedenen Malzsorten

Um Einflüsse verschiedener Malzqualitäten auf die Partikelgrößenverteilungen zu ermitteln, wurden Standardschrote und Variationen dieser hergestellt und mit dem Standardmaischverfahren gemaischt. Bei den verwendeten Malzsorten handelte es sich um 2 Sorten Pilsner Malz der Firma IREKS (IREKS 1, IREKS 2) und um Spitzmalz der Firma Weyermann. Die Malze wurden mit einem Walzenabstand von 0,75 mm hergestellt und mit dem Standardmaischverfahren gemaischt.

5.2.1.5 Charakterisierung der Partikelgrößenverteilung während des Maischprozesses mit verschiedenen Enzymkonzentrationen

Für diese Versuchsreihe wurden 3 verschiedene Malzsorten verwendet. Die Versuche wurden jeweils ohne und mit Enzymgabe durchgeführt. Als Enzym wurde Ther-

mamyl® SC, eine thermostabile Endo-Amylase Thermamyl® der Firma Novozymes A/S, Bagsværd, Dänemark, verwendet. Die Enzym-Menge betrug 0,5 ml und wurde sofort zu Maischbeginn gegeben.

Bei den verwendeten Malzsorten handelte es sich um 2 Sorten Pilsner Malz der Firma IREKS (IREKS 1, IREKS 2) und um Spitzmalz der Firma Weyermann. Die Malze wurden mit einem Walzenabstand von 0,75 mm hergestellt und mit dem Standardmaisverfahren gemaischt.

5.2.1.6 Charakterisierung der Partikelgrößenverteilung während des Maischprozesses mit verschiedenen Rasttemperaturen bei der Maltoserast

Um den Einfluss der Verkleisterungstemperatur eines Malzes auf die Partikelgrößenverteilungen zu ermitteln, wurden Schrote mit unterschiedlicher Rastführung gemaischt und analysiert. Bei den verwendeten Malzsorten handelte es sich um 2 Sorten Pilsner Malz der Firma IREKS (IREKS 1, IREKS 2) und um Spitzmalz der Firma Weyermann. Die Malze wurden mit einem Walzenabstand von 0,75 mm hergestellt

Die Maltoserasten um die Verkleisterungstemperatur lagen bei 60 °C, 62 °C und 64 °C.

5.2.2 Ergebnisse

5.2.2.1 Generelle Beschreibung der Partikelgrößenverteilungen während des Maischprozesses

Der Übergang vom Trockenschrot in die Maischesuspension stellt nach dem Schroten die nächste große Veränderung der Partikelgrößenzusammensetzung dar. Wie in Abbildung 51 zu sehen ist, setzen die Lösungsvorgänge des Schrotes im Wasser durch Desagglomeration sofort ein und führen zu einer Verfeinerung des Partikelkollektives.

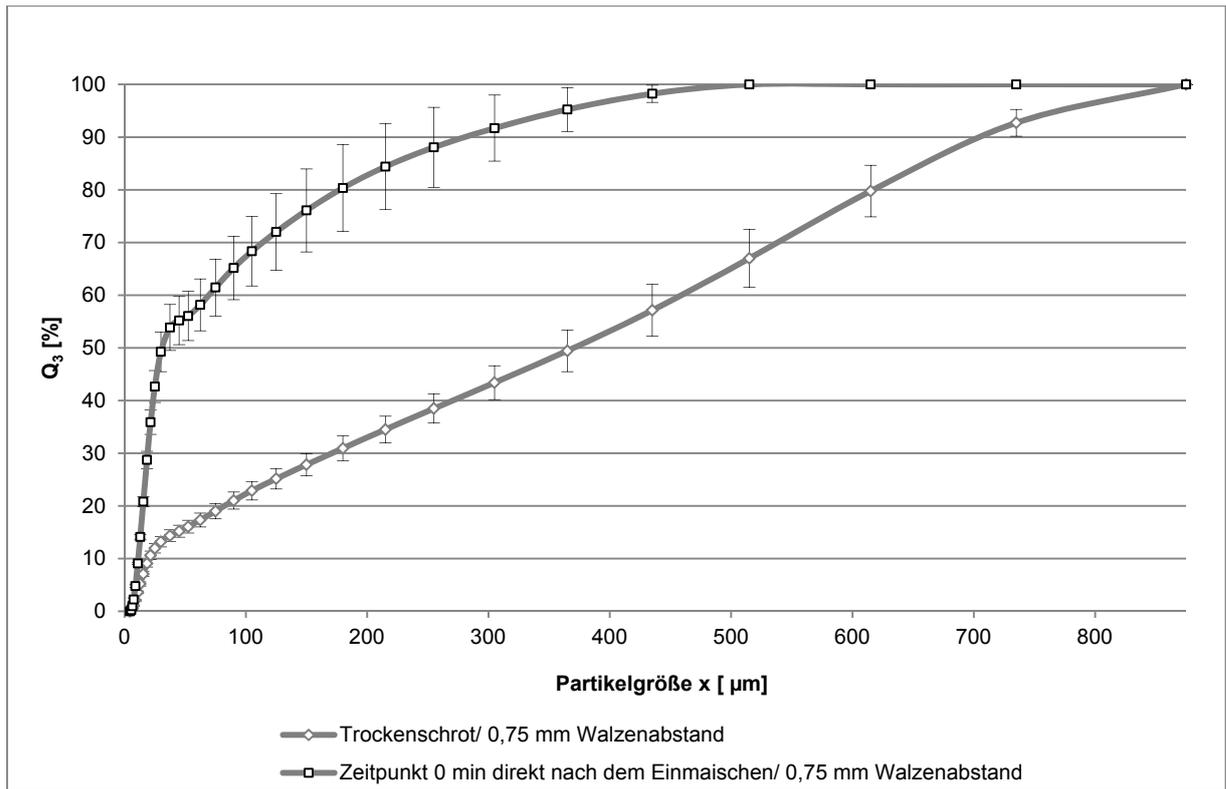


Abbildung 51: Partikelgrößenverteilungen des Trockenschrottes und der Maischesuspension direkt nach dem Einmaischen, n=3, $\alpha=0,05$

Die Veränderung der Partikelgrößenverteilung in der Maische setzt sich im weiteren Verlauf fort (Abbildung 52). Während des Prozesses weist sie charakteristische Merkmale auf, die bei allen Versuchsreihen, die im Rahmen dieser Arbeit angefertigt wurden, in ähnlicher Form beobachtet werden konnten. Aus diesem Grund werden diese Erkenntnisse anhand von Maischversuchen mit dem Malz IREKS 2 bei einem Maischverfahren mit Maltoserast bei 62 °C ohne Enzymzugabe beschrieben werden.

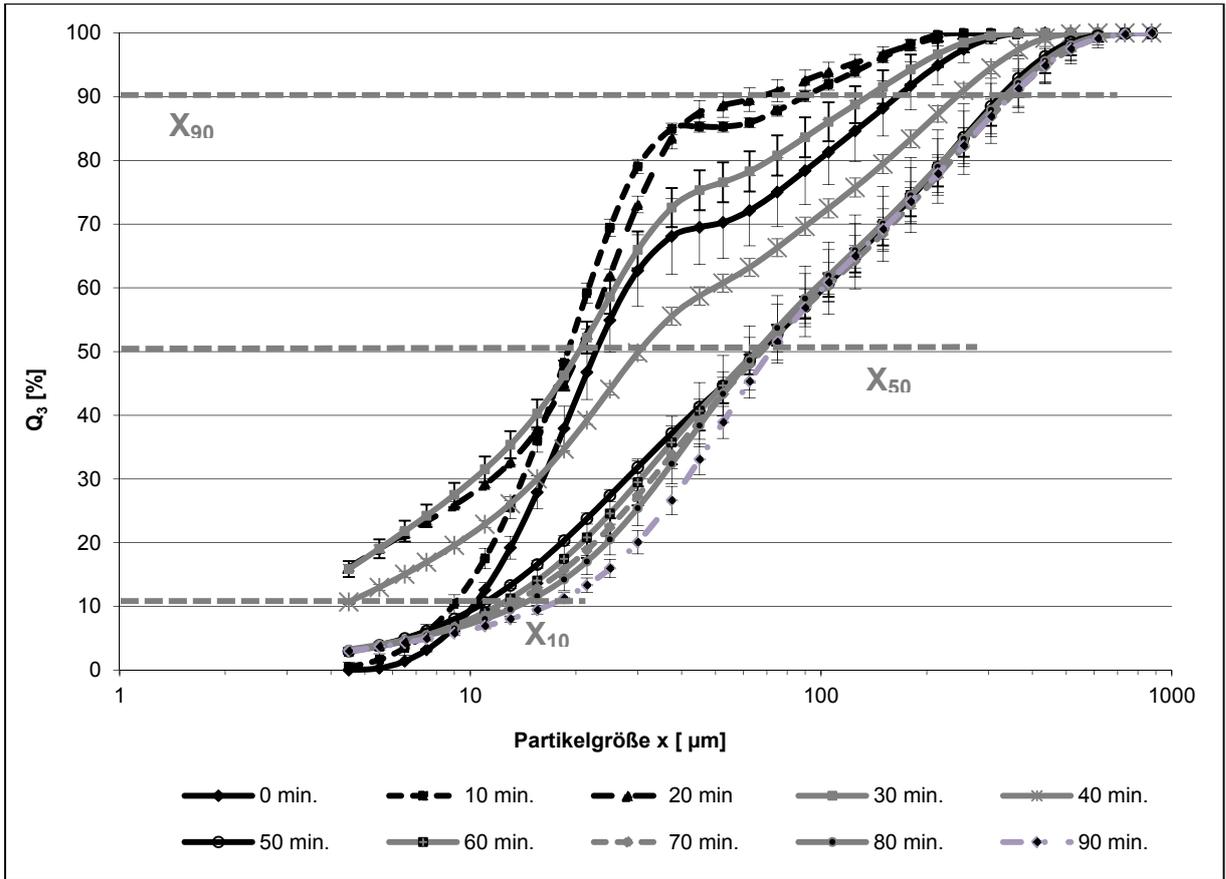


Abbildung 52: Partikelgrößenverteilungen der Maische der Probe Pilsner Malz IREKS 2, Schrotung 0,75 mm, Infusionsmaischverfahren 62 °C, n=3, $\alpha=0,05$

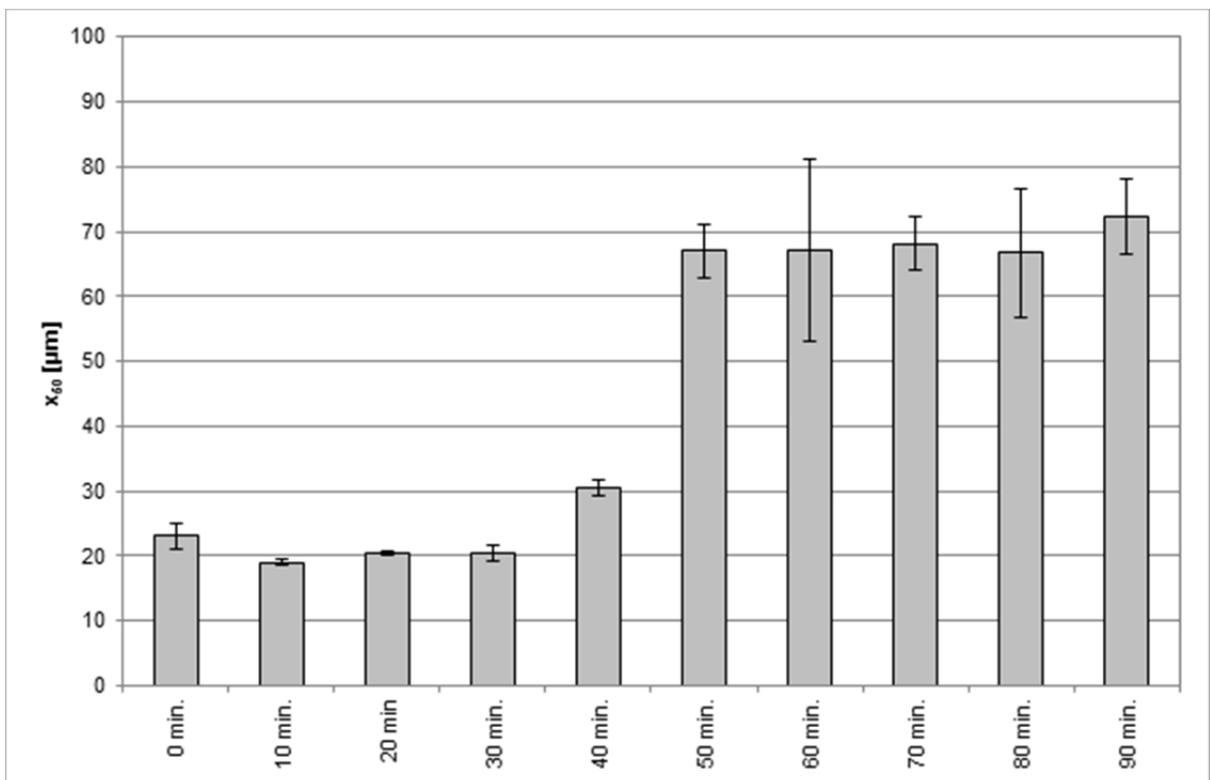


Abbildung 53: x_{50} -Werte der Maische der Probe Pilsner Malz IREKS 2, Schrotung 0,75 mm, Infusionsmaischverfahren 62 °C, nach regelmäßigen Zeitpunkten, n=3, $\alpha=0,05$

Die Summenverteilungskurven zeigen ebenso wie die x_{50} -Werte (Abbildung 53) die Veränderungen der Partikelgrößenverteilungen während des Maischprozesses. Und auch bei den in Abbildung 52 markierten Kenngrößen x_{10} und x_{90} lässt sich die Veränderung in Richtung größerer Partikeln nachweisen.

Was in den Summenverteilungen generell auffällt, sind die großen Steigungen im Bereich zwischen 15 und 30 μm , vor allem in den ersten Minuten des Maischens, wohingegen der Feinanteil in diesen Proben noch relativ gering vorhanden ist. Im weiteren Verlauf des Maischprozesses nimmt der ganz feine Anteil vom Verhältnis her zu, ehe er zum Maisch-Ende wieder weniger wird.

Im Folgenden soll die Veränderungen der Partikelgrößenverteilungen aus Abbildung 52 während des Maischprozesses genauer erläutert und die Gründe hierfür diskutiert werden.

5.2.2.1.1 Vergleich der Summenverteilungskurven zwischen 0 und 10 Minuten

Der Vergleich der Summenverteilungskurven der Probennahmezeitpunkte 0 und 10 Minuten zeigt, dass die Feinheit der Partikeln deutlich zugenommen hat. Der Volumenanteil der Partikeln im Bereich $<40 \mu\text{m}$ beträgt direkt nach dem Einmaischen ca. 55 %, nach 10 Minuten beträgt dieser Anteil ca. 85 %. Auch der x_{50} -Wert nimmt zwischen diesen beiden Probennahmezeitpunkte ab. Dieser Bereich spiegelt den Größenbereich von Stärkekörnern wider, welche zu diesem Zeitpunkt noch nicht verkleistert sind und noch nicht desagglomeriert in der Suspension vorliegen.

Die Gründe dafür liegen zum einen darin, dass die Partikeln kurz nach dem Einmaischen noch aneinander hängen und durch die physikalische Beanspruchung durch das Rührwerk sowie durch Eindringen von Wasser voneinander gelöst werden. Durch das Wasser lösen sich die wasserlöslichen Gerüstsubstanzen, wodurch die Bindungen zwischen den Stärkekörnern gelöst werden. Im vorliegenden Temperaturbereich zwischen 49,5-53,6 °C wirken die Endo- β -Glucanasen, die lösliches, hochmolekulares β -Glucan zu niedermolekularem β -Glucan, Cellbiose und Laminariobiose abbauen. Zudem wirken bei Temperaturen bis 55 °C proteolytische Enzyme, welche die hochmolekulare Proteine zu Aminosäuren abbauen und auch so Haftbrücken zwischen den Stärkekörnern lösen [10]. Das Desagglomerationsverhalten wird von Herrmann bestätigt, welcher dieses über Nasssiebung bereits untersucht hat [9].

Eine weitere Möglichkeit diesen Sachverhalt zu erklären besteht darin, dass durch Maltose-Abspaltung bereits eine Partikelgrößenverkleinerung der Stärkekörner erfolgt. Schur [167] merkt dazu an, dass im verwendeten Temperaturbereich die größte Menge an Maltose gebildet wird. Bei sehr hohen Enzymkonzentrationen ist dies auch eine mögliche Erklärung, wie die Versuche unter dem Mikroskop gezeigt haben (vgl. Kap. 5.3).

Abbildung 54 zeigt solche Agglomerate, welche direkt nach dem Einmaischen isoliert werden konnten.

Weiterhin fällt in der Übersicht der Summenverteilungen auf, dass die Kurve zum Zeitpunkt $t=0$ min größere Konfidenzintervalle aufweist als die Grafen der folgenden Proben. Ein Grund für diese Tatsache dürfte sein, dass die Stärkeagglomerate nicht der Idealform einer Kugel entsprechen, sondern oft länglich oder unterschiedlich geformt sind. Dadurch ergeben sich Schwankungen bei der Messung am Laserbeugungsspektrometer, wodurch größere Konfidenzintervalle entstehen.

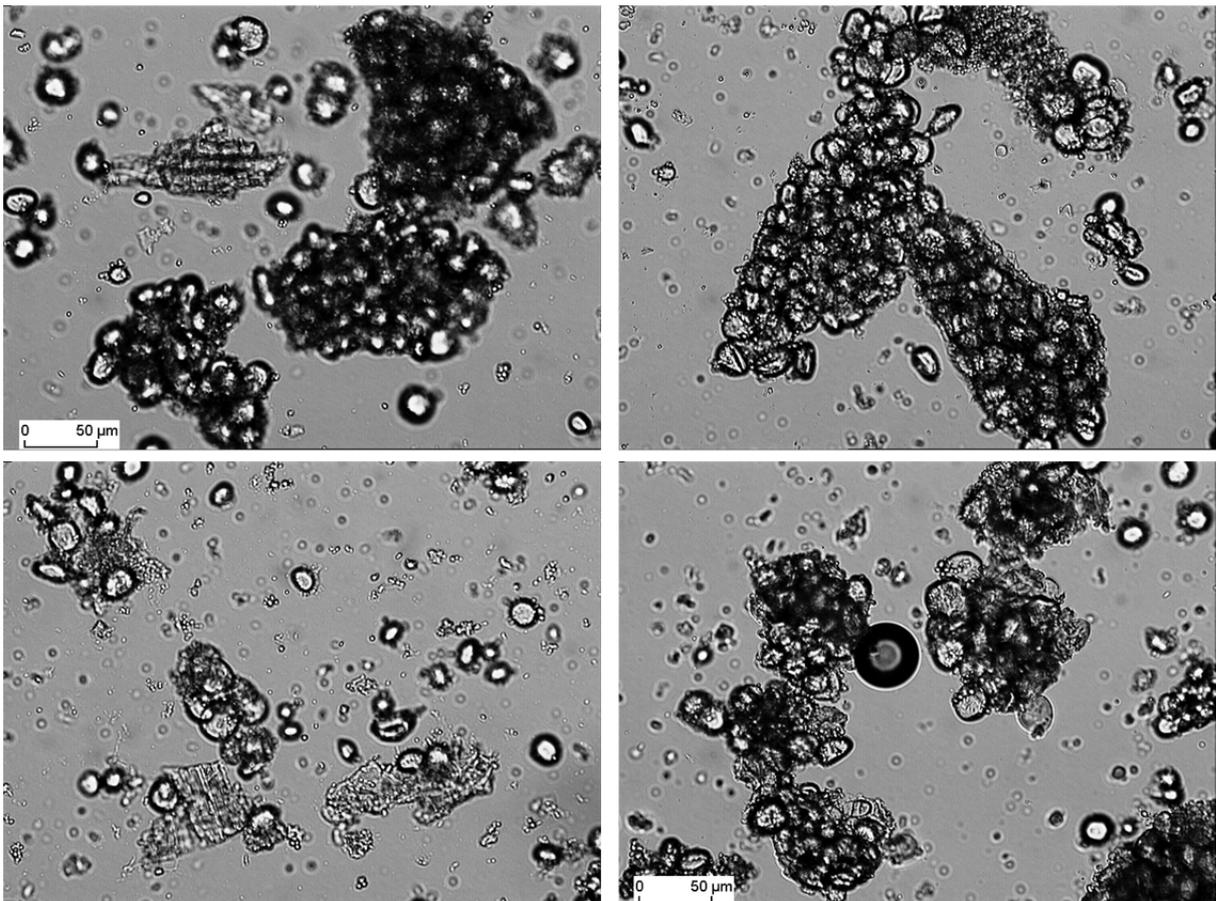


Abbildung 54: lichtmikroskopische Aufnahmen von Stärkeagglomeraten unmittelbar nach dem Einmaischen

Ein weiterer Grund für die großen Fehler könnte in der Probennahme liegen. Gerade am Anfang finden sehr schnelle Lösungsvorgänge statt (vgl. Messungen des Drehmoments), was die Anforderung an den Probennahmezeitpunkt sehr stark erhöht. Die Abweichung von einer Minute in der Probennahme kann dadurch schon sehr starke Auswirkungen auf die Qualität des Messergebnisses besitzen.

5.2.2.1.2 Vergleich der Summenverteilungskurven zwischen 10 und 20 Minuten

Der Vergleich der Summenverteilungskurven der Messungen bei 10 und 20 Minuten zeigt, dass die Anzahl der feineren Partikeln mit einem Äquivalenzdurchmesser unter 70 µm noch einmal zugenommen hat. Dieses Verhalten war bei anderen Versuchsreihen teilweise noch stärker festzustellen. Weiterhin ist zu erkennen, dass Partikeln mit einem Äquivalenzdurchmesser <5 µm verstärkt in der Messung auftreten.

Die Erklärung für dieses Verhalten kann mit den Gründen aus Kap. 5.2.2.1.1 analog sein, wobei diese weniger stark ausgeprägt sind und das in Lösung gehen von Gummistoffen nicht mehr stattfindet. Die bereits teilweise desagglomerierten Stärkeagglomerate zersetzen sich noch weiter, so dass mit der Zeit nur noch einzeln vorliegende Stärkekörner die Suspension darstellen. Abbildung 55 zeigt den Zustand der Maische nach dem Einmaischn und aufsuspendieren. Die großen Agglomerate sind aufgelöst und nur noch kleine Zusammenschlüsse sind vorhanden. Was in dieser Abbildung weiterhin auffällt sind kleine Stärkepartikeln sowie andere disperse Stoffe, welche sich in der vorherigen Probe nicht als einzelne Partikeln feststellen ließen. Diese erklären die Zunahme der feinen Fraktion in der Partikelgrößenverteilung.

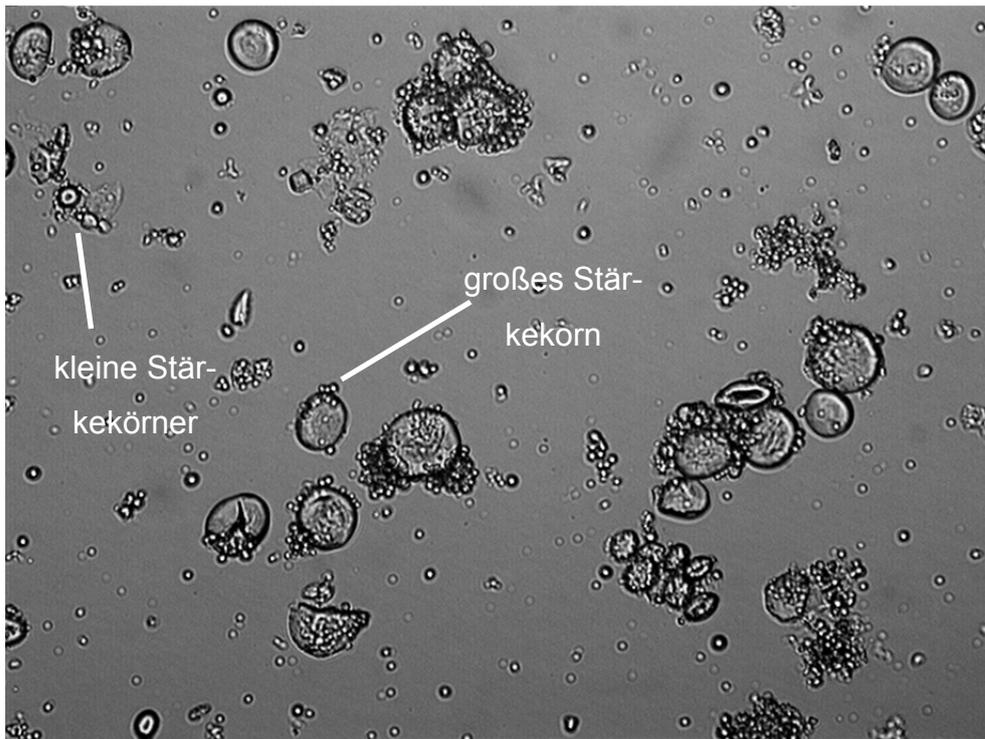


Abbildung 55: lichtmikroskopische Aufnahmen von Stärkekeörnern nach Desagglomeration im Wasser

Die Tatsache, dass es zwischen 10 und 20 Minuten nur zu einer geringen Verfeinerung der Partikel kommt, stützt auch Schur's These [168]. Die Probennahme erfolgte nach 20 min während der Maltosebildungsrast. Hier wird ihm zufolge zwar noch ein geringer Teil Maltose gebildet, der Hauptteil der Maltosebildung hat jedoch schon zuvor stattgefunden.

Bei der Auftragung einer Summenverteilungskurve muss noch beachtet werden, dass es sich hierbei um Relativzahlen handelt. Es kann also auch durchaus der Fall sein, dass die große Fraktion ab- und dadurch die feine Fraktion zugenommen hat.

Herrmann merkt an, dass bei den Maischepartikeln nach 25 Minuten eine stabile Struktur erreicht wird [9]. Demzufolge sind die Veränderungen bis zu dem beschriebenen Probennahmezeitpunkt entsprechend der Literatur.

5.2.2.1.3 Vergleich der Summenverteilungskurven zwischen 20 und 40 Minuten

Im Zeitraum zwischen 20 und 40 Minuten dieser Maischversuche zeigt sich eine deutliche Vergrößerung des Partikelkollektives. Die Ursache hierfür hat mehrere Gründe, wobei die einsetzende Verkleisterung im Hinblick auf die zu diesem Zeitpunkt herrschende Temperatur die stärkste ist. Des Weiteren setzt bei diesen Temperaturen der enzymatische Abbau der Stärke durch die α -Amylase ein. Dies kann

dafür sorgen, dass die kleinen Stärkekörner dadurch bereits abgebaut werden und in der Partikelgrößenverteilung signifikant abnehmen.

5.2.2.1.4 Vergleich der Summenverteilungskurven zwischen 40 und 50 Minuten

Aus den Probenamen bei 40 und 50 Minuten lässt sich eine weitere, starke Vergrößerung des Partikelkollektives beobachten. Dies entspricht dem Zeitraum, in dem in der Maische die Verzuckerungsvorgänge ablaufen. Hier werden die aufgequollenen Stärkekörner zu niedermolekularen Zuckern abgebaut. Diese werden durch die Laserbeugung nicht mehr erfasst. Die verbliebene, ungelöste Suspension vergrößert sich dadurch weiter.

Es ist zu diesem Zeitpunkt auch davon auszugehen, dass die cytolytischen Abbauvorgänge abgeschlossen sind. Dies bedeutet, dass die vormals noch stofflich gebundenen Stärkekörner so weit als möglich freigelegt sind und diese wiederum durch die Verkleisterung als molekulare Stärke in der Lösung vorhanden sind.

5.2.2.1.5 Vergleich der Summenverteilungskurven zwischen 50 und 90 Minuten

Die Betrachtung der Partikelgrößenverläufe im Zeitraum von 50 bis 90 Minuten zeigt nur noch geringe signifikante Änderungen. Diese finden hauptsächlich im Bereich von 20-50 μm statt. Dies bedeutet, dass in den letzten 40 Minuten dieser Maischversuche keine allzu großen Veränderungen in der Zusammensetzung der Partikelgrößenverteilung mehr festzustellen waren. Neben einem möglichen Aufquellen von unlöslichen Schrotbestandteilen (z.B. Spelzensplitter) ist die weitere Auflösung der Stärkekörner die wahrscheinlichste Ursache für diese weiteren Veränderungen.

Wird dieses Messsystem zur Partikelgrößenanalyse mit der Jodnormalitäts-Prüfung kombiniert, kann festgestellt werden, dass bei Jodnormalität und Konstanz der Partikelgrößenverteilung der Maischprozess beendet werden kann. Eine Abhängigkeit der Maischerastdauer von der Partikelgrößenverteilung ist hiermit also möglich.

5.2.2.2 Ergebnisse der Untersuchungen zur Charakterisierung der Maische mit verschiedenen Schrotfeinheiten

Abbildung 56 zeigt die Summenverteilungen der Trockenschrotanalysen der Fein-, Normal-, und Grobschrote des Malzes IREKS 2. Des Weiteren sind die Summenverteilungen kurz nach dem Einmaischen sowie nach 10 Minuten Maischdauer abgebildet. Abbildung 57 greift explizit den Intervallbereich von 1 bis 100 μm heraus.

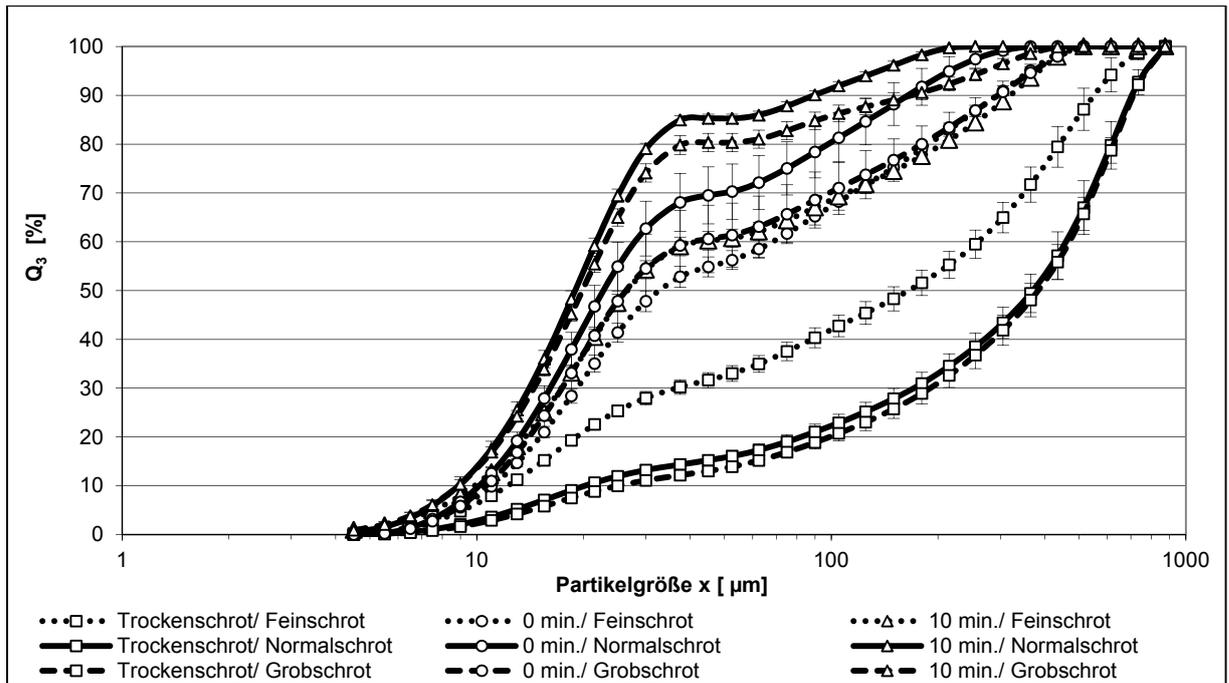


Abbildung 56: Summenverteilungen der 3 Schrotfeinheiten des Malz IREKS 2, trocken vermessen sowie zu Maischbeginn und nach 10 Minuten Maischzeit, $n=3$, $\alpha=0,05$

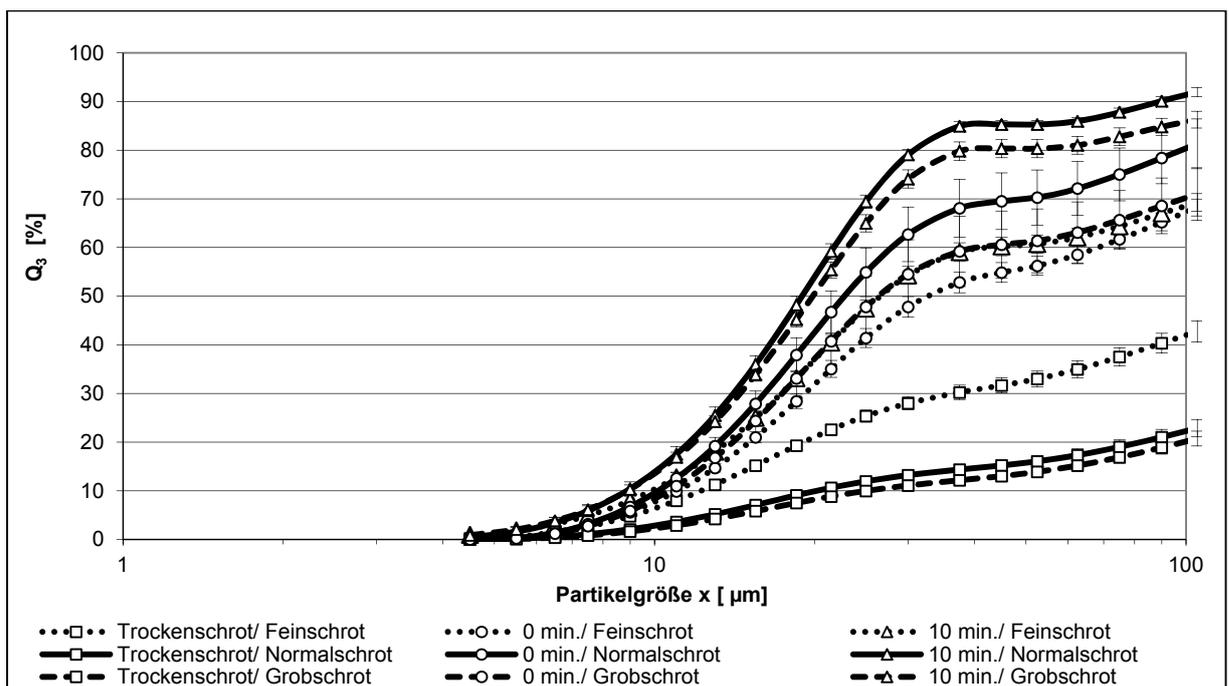


Abbildung 57: Summenverteilungen der 3 Schrotfeinheiten des Malz IREKS 2, trocken vermessen sowie zu Maischbeginn und nach 10 Minuten Maischzeit, Anzeigebereich auf 0 bis 100µm vergrößert, $n=3$, $\alpha=0,05$

Es ist wiederum zu erkennen, dass die Partikeln der Maischesuspension bei allen Schrotfeinheiten feiner sind als die der Trockenschrote. Besonders stark ausgeprägt sind hierbei die Partikeln im Größenbereich zwischen 5 und 30 µm. Hierbei handelt

es sich wiederum um die Stärkekörner, welche sich aus den Agglomeraten lösen. Diese sofort nach dem Einmaischen feststellbare Veränderung der Partikelzusammensetzung lässt sich, wie bereits beschrieben, für alle Schrotfeinheiten auf die Lösungsvorgänge durch das Wasser sowie die mechanischen Beanspruchungen durch das Rührwerk zurückführen. Partikelgrößen über 500 µm sind kaum feststellbar.

In den 10 Minuten nach dem Einmaischen nimmt der Feinheitsgrad der Maischepartikeln des Normalschrotes und des Grobschrotes weiterhin zu. Die Partikelgrößenverteilungen des Feinschrotes hingegen weisen kaum eine Veränderung auf. Die Ursache dieses Verhaltens liegt in der Zusammensetzung der verwendeten Proben. Während in den Proben des Normalschrot und des Grobschrot der Spelzenanteil durch den Siebschnitt für die Analyse sehr gering ist, ist dieser im Feinschrot noch mit vorhanden. Für die Partikelzusammensetzung der interessierenden Größen bedeutet dies, dass sich im Normal- und Grobschrot ein verhältnismäßig höherer Anteil an Mehlkörperbestandteilen befindet, welche sich im Maischprozess in einzelne Stärketeilchen zersetzen. Beim Feinschrot hingegen tritt dieser Desagglomerations-Effekt durch 2 Aspekte nicht auf: zum einen ist der Mehlkörper von vornherein feiner vermahlen, zum anderen ist durch den höheren Spelzenanteil ein anderes Zusammensetzungsverhältnis von Spelzen zu Mehlkörperinhaltsstoffen vorhanden.

Diese Aspekte könnten auch erklären, warum das Feinschrot, von welchem die feinsten Partikelgrößenverteilungen zu erwarten waren, nicht die feinste Partikelgrößenverteilung lieferte.

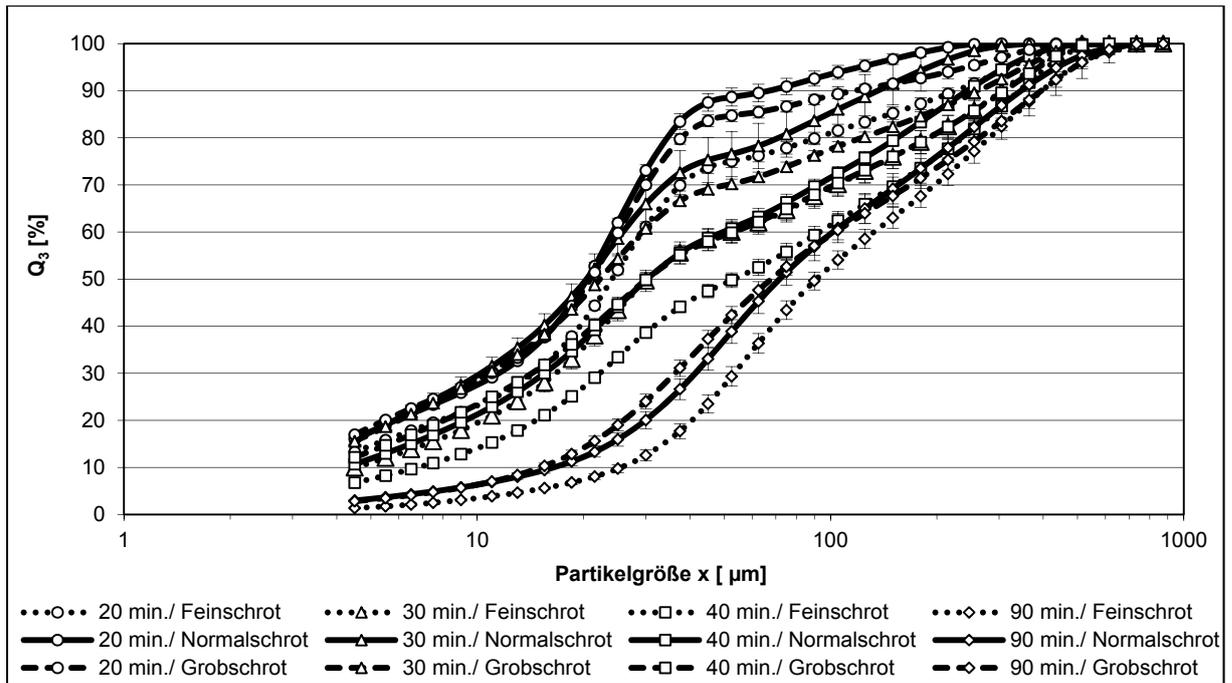


Abbildung 58: Summenverteilungen der 3 Schrotfeinheiten des Malz IREKS 2 während des Maischprozesses (Infusion 62 °C, ohne Enzymgabe), $n=3$, $\alpha=0,05$

Abbildung 58 zeigt die Veränderungen der Summenverteilungen der Maischen unterschiedlicher Schrotfeinheiten während des Maischprozesses bis zum Abmaischen. Es werden nur die Proben nach 20, 30, 40 und 90 Minuten dargestellt, da sich auch hier zwischen 40 und 90 Minuten keine signifikanten Veränderungen mehr ergeben haben.

Es ist, wie bereits in Kapitel 5.2.2.1 beschrieben, auch hier die charakteristische Veränderung der Partikelgrößenveränderung zu beobachten. Es konnte festgestellt werden, dass mit zunehmender Maischdauer die Unterschiede zwischen den Summenverteilungen fortlaufend kleiner wurden. Dabei zeigt das Feinschrot wieder die größte Partikelgrößenverteilung, die Partikelgrößenverteilungen des Normalschrotes sind feiner als die des Grobschrotes. Zum Maischende besitzen diese beiden Proben annähernd die gleichen Partikelgrößenverteilungen.

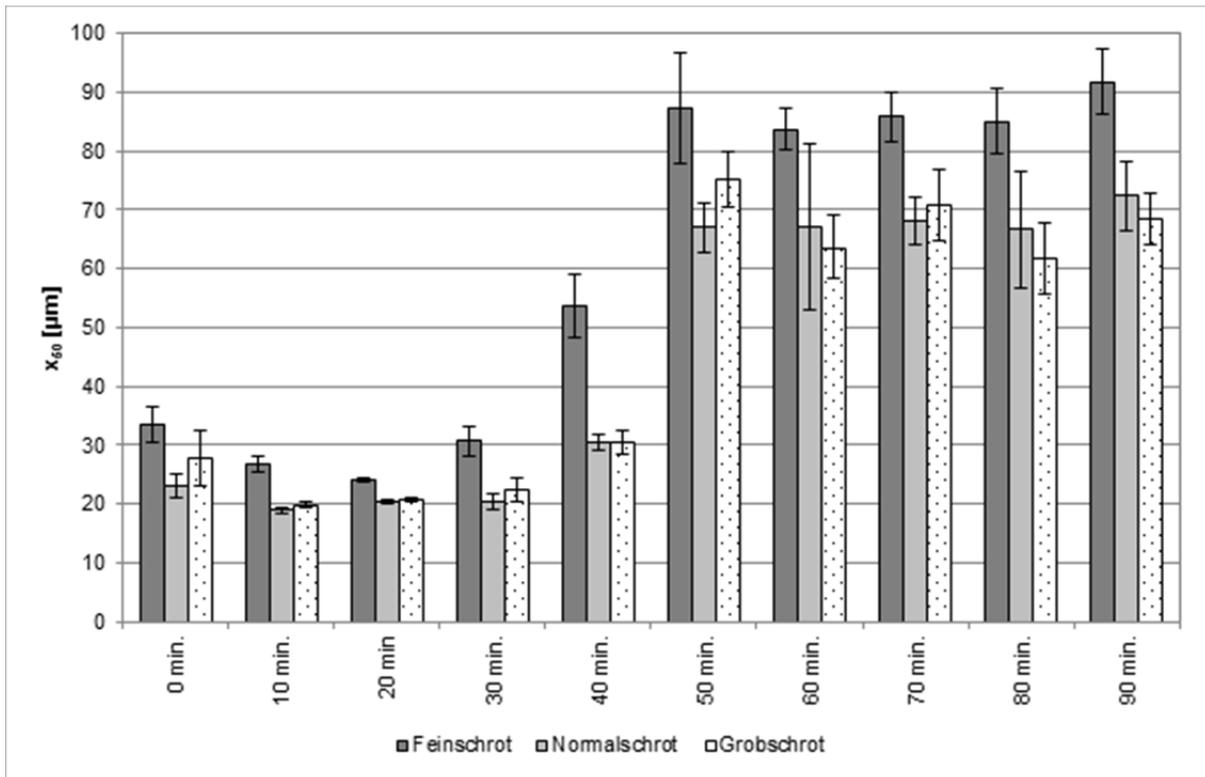


Abbildung 59: x_{50} -Werte der 3 Schrotfraktionen des Malz IREKS 2 während des Maischprozesses (Infusion 62 °C, ohne Enzymgabe), nach regelmäßigen Zeitpunkten, $n=3$, $\alpha=0,05$

In Abbildung 59 sind die x_{50} -Werte der Summenverteilungen der Proben unterschiedlicher Schrotfraktionen während des Maischprozesses dargestellt. Sie verdeutlichen die Zusammenhänge und Veränderungen der Partikelgrößenverteilungen während des Maischens nochmals zu den oben beschriebenen Summenverteilungen.

5.2.2.3 Ergebnisse der Untersuchungen zur Charakterisierung der Maische mit verschiedenen Schrotfraktionen

Nach dem Schrotten mit einem Walzenabstand von 0,8 mm wurde das Schrot über den Siebturm in die Fraktionen Boden – 150 µm, 150-500 µm und 500 µm-1000 µm klassiert. Diese Fraktionen wurden mit den Vorgaben des Standardmaischverfahrens gemaischt und an charakteristischen Punkten Analysen durchgeführt.

Die Ergebnisse der Analysen werden in Abbildung 60 - Abbildung 62 dargestellt.

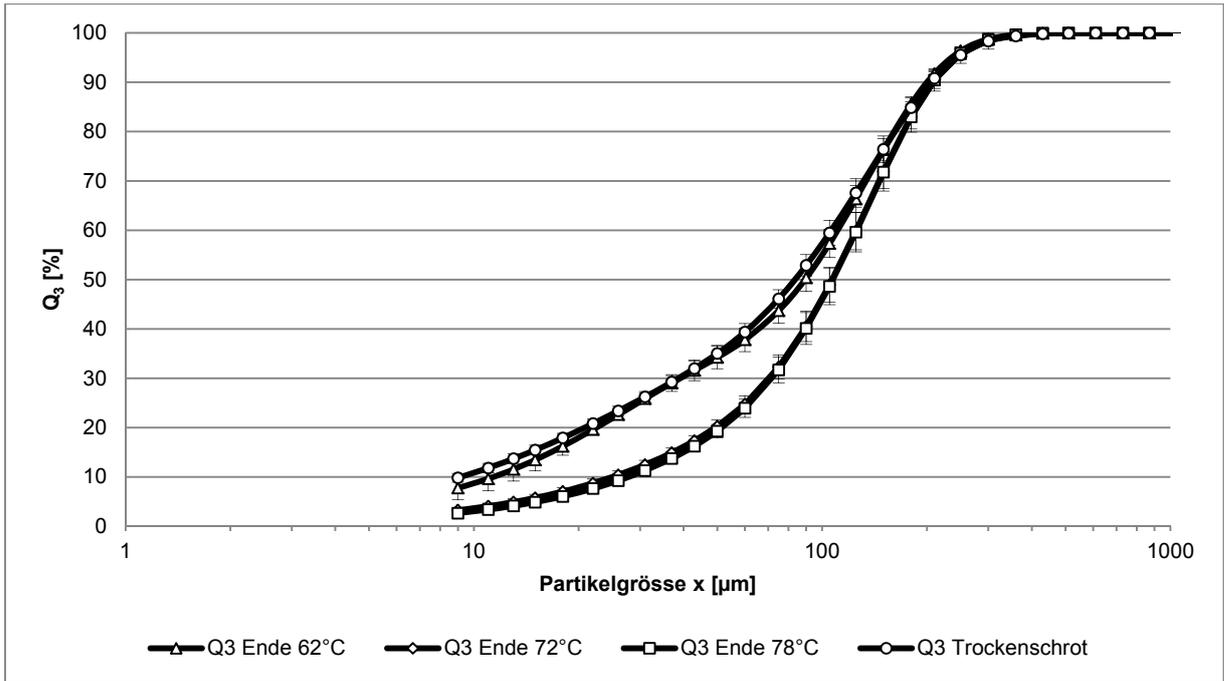


Abbildung 60: Partikelgrößenverlauf während des Maischprozesses mit der Schrotfraktion Boden-150 µm, n=3, α=0,05

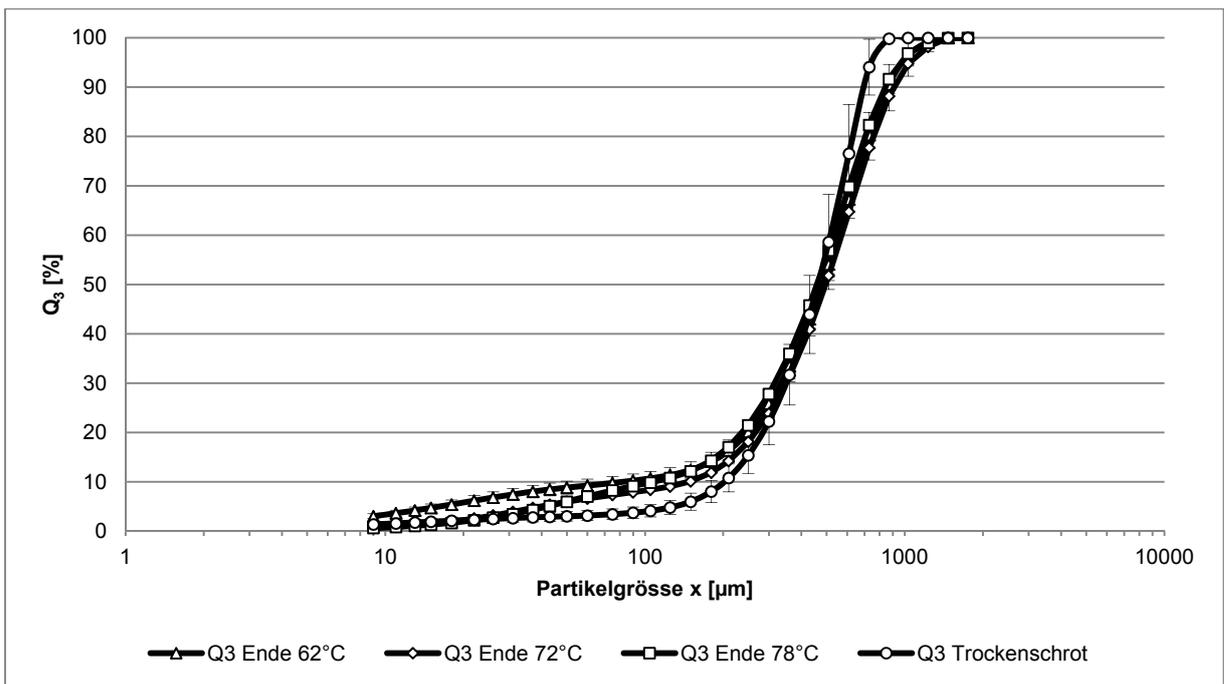


Abbildung 61: Partikelgrößenverlauf während des Maischprozesses mit der Schrotfraktion 150-500 µm, n=3, α=0,05

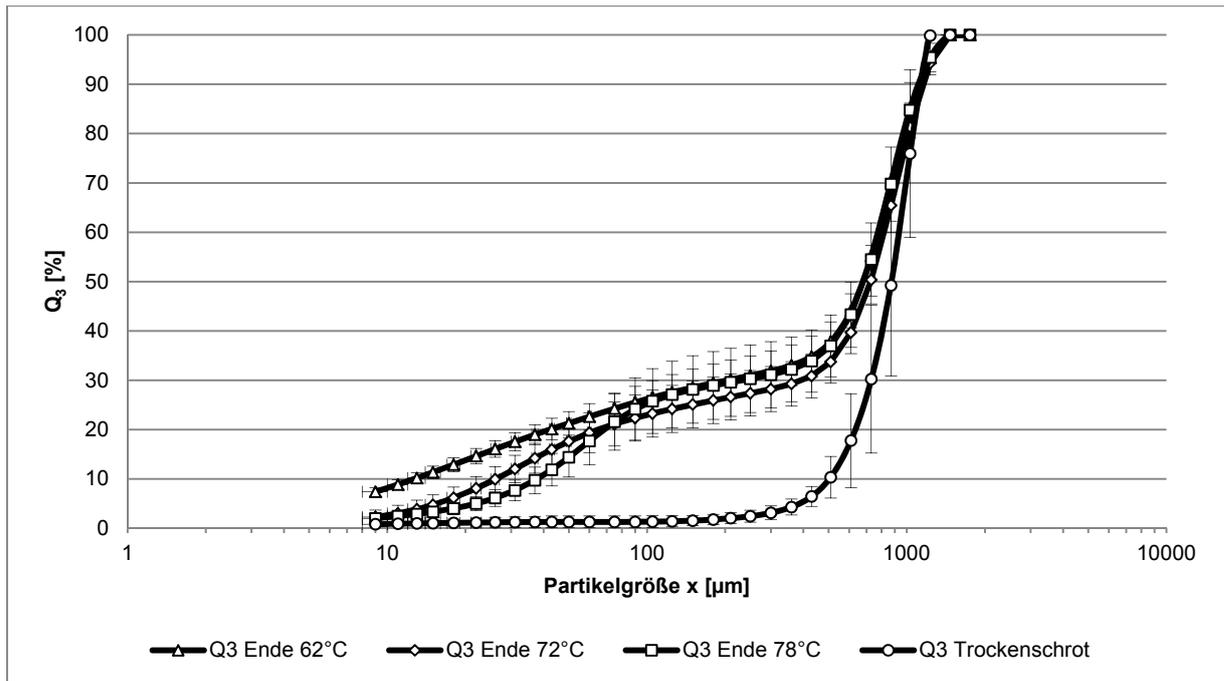


Abbildung 62: Partikelgrößenverlauf während des Maischprozesses mit der Schrotfraktion 500-1000 µm, n=3, $\alpha=0,05$

Die Untersuchungen zeigen wiederum, dass die meisten Veränderungen im Bereich von $<100\mu\text{m}$ stattfinden, verursacht durch die Veränderungen in den Stärkekörnern.

In der Maische der Fraktion 0-150 µm treten offensichtlich die geringsten Veränderungen in der Partikelgrößenverteilung auf (vgl. Abbildung 60). Über die Maischdauer erfolgt eine geringe Vergrößerung des Kollektivs, welches auf die Lösung der Stärkpartikeln zurückzuführen sein dürfte. Die restlichen gemessenen Partikeln sind unlösliche Bestandteile.

Im Bereich von 150-500 µm fällt auf, dass im Gegensatz zu der Maische des Versuchs zuvor zwischen dem Trockenschrot und der ersten Maischemessung Unterschiede vorliegen. Dies ist dadurch zu erklären, dass bei den Partikeln dieser Klasse Agglomerate vorliegen, welche sich nach dem Einmaischen lösen und dadurch zu einer Verfeinerung des Partikelkollektivs führen (vgl. Abbildung 61).

Der gleiche Effekt - nur noch viel stärker – ist für die Fraktion 500-1000 µm zu beobachten, was in Abbildung 62 zu sehen ist. Auch hier weist das trockene Gut eine gröbere Struktur auf. Nach dem Einmaischen und der ersten Rast liegen auch hier mehr feinere Partikeln vor. Der Partikelgrößenbereich lässt wieder darauf schließen, dass sich hierdurch die Agglomerate des Schrotes gelöst haben und dadurch z.B. Stärkekörner freigesetzt wurden.

5.2.2.4 Ergebnisse der Untersuchungen zur Charakterisierung der Maische mit verschiedenen Malzsorten

Abbildung 63 fasst die Summenverteilungen der verwendeten Malzsorten zu den Probennahmezeitpunkten nach 10 und 20 Minuten zusammen. Die Probe direkt nach dem Einmaischen weist aus den oben beschriebenen Gründen (vgl. Kap. 5.2.2.1.1) sehr hohe Konfidenzintervalle auf und ist daher nicht aussagekräftig.

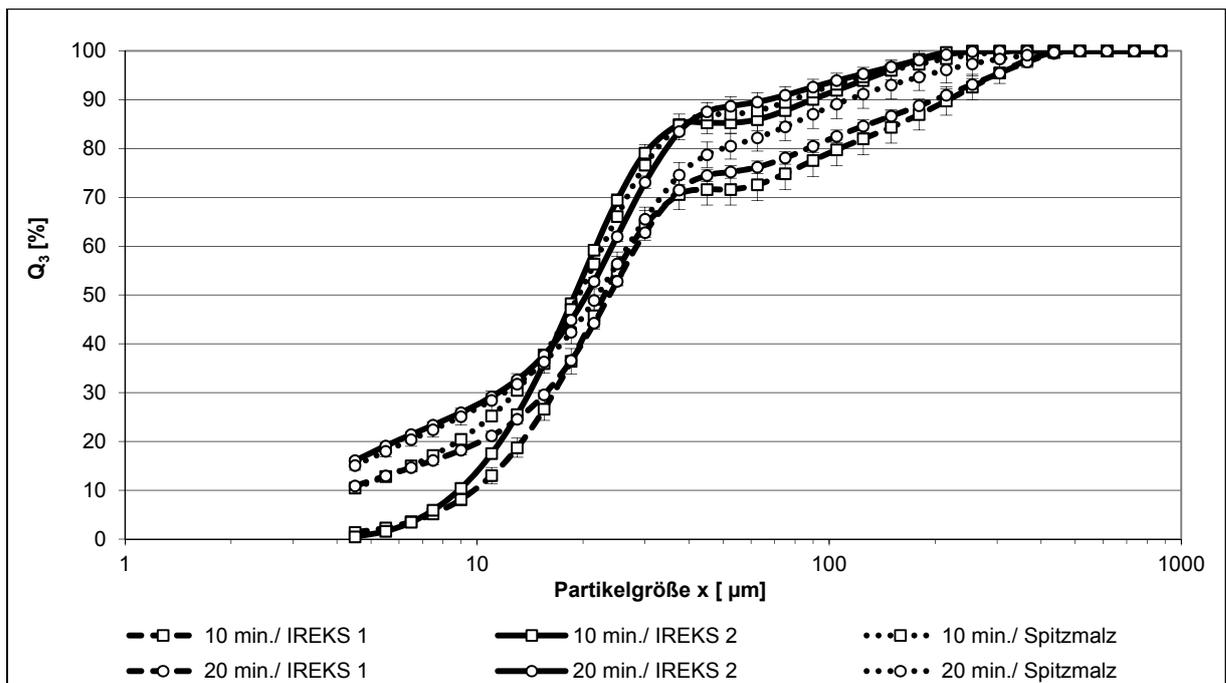


Abbildung 63: Summenverteilungen der Schrote der unterschiedlichen Malzsorten nach 10 und 20 Minuten Maischdauer, $n=3$, $\alpha=0,05$

Der Vergleich der Summenverteilungen der drei Malzsorten nach 10 Minuten zeigt, dass die Verteilungen der Malze IREKS 2 und Spitzmalz nahezu identisch sind. Die Probe IREKS 1 zeigt eine gröbere Zusammensetzung und weicht von den anderen beiden Proben ab. Diese Beobachtung ist jedoch nur für die größten 30% der Partikelmasse feststellbar. Der x_{50} -Wert aller Proben ist nahezu identisch.

Die Masse der Partikel von kleiner 50 μm ist, bezogen auf die Gesamtmenge, bei Malz IREKS 1 zum Zeitpunkt 10 Minuten mehr als 10% geringer als bei den anderen Malzsorten. Auch beim Maximum der Summenverteilungen zeigen sich in den untersuchten Proben deutliche Unterschiede. Das Malz IREKS 1 erreicht diesen Wert deutlich später als die beiden anderen Proben.

Auch die Betrachtung der Feinstfraktionen (Abbildung 64) liefert sehr unterschiedliche Verhaltensweisen der Partikeln. Bei allen 3 Malzen ist ein unterschiedlicher Gehalt der feinsten Partikeln festzustellen.

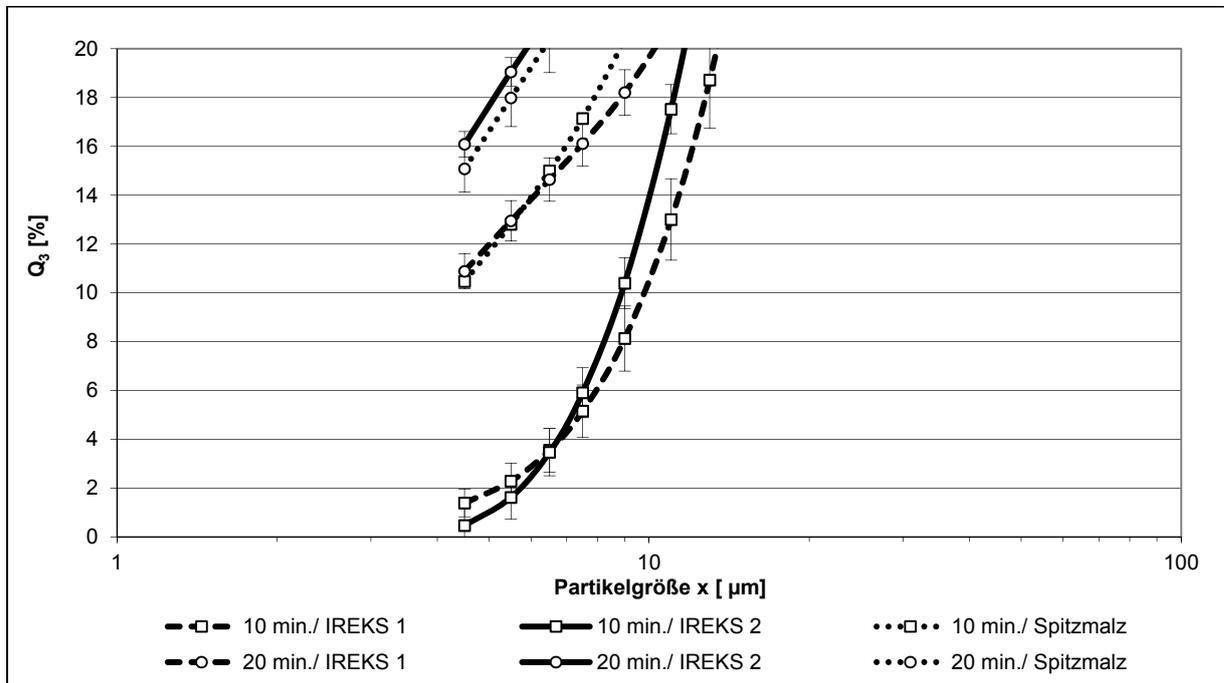


Abbildung 64: Summenverteilungen der Schrote der unterschiedlichen Malzsorten nach 10 und 20 Minuten Maischdauer, Betrachtung der Feinst-Fraktionen, $n=3$, $\alpha=0,05$

Sowohl die Malzanalysen (vgl. Anhang) als auch die Analysen mit dem Plansichter (Abbildung 65) lassen für diese Resultate keine schlüssige Erklärung zu. Ganz im Gegenteil lassen diese Ergebnisse eine andere Entwicklung der Partikelgrößenverteilung während des Maischprozesses vermuten.

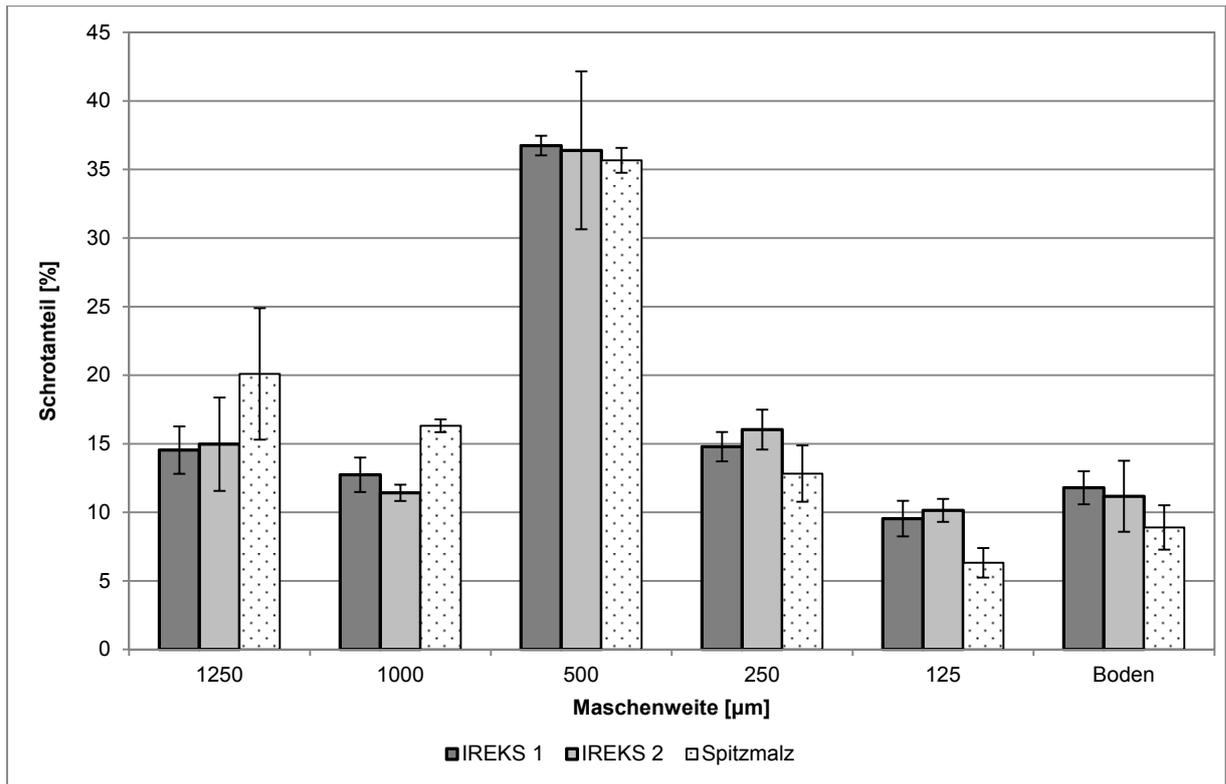


Abbildung 65: Plansichteranalysen der Normalschrote der 3 verwendeten Malzsorten IREKS 1, IREKS 2 und Spitzmalz

Es kann daher an dieser Stelle festgestellt werden, dass durch die Verwendung der Laserbeugungsspektroskopie eine viel tiefere Informationsfülle erhalten werden kann, als dies mit den herkömmlichen Methoden erreicht wird. Es muss allerdings auch hier bedacht werden, dass durch den Siebschnitt ein gewisser Teil der Proben entfernt wurde.

Die Betrachtung der Summenverteilungen nach 10 und nach 20 Minuten zeigen, dass bei den beiden gutgelösten Malzen eine leichte Verfeinerung des Partikelkollektives stattgefunden hat, während beim Spitzmalz eine Vergrößerung zu messen war. Die Ursache hierfür kann in der schlechteren Lösung des Spitzmalzes liegen, welches durch die geringere Lösung einen höheren Anteil an höhermolekularen Stoffen besitzt, wodurch auch die Lösung im Maischbottich beeinflusst wird.

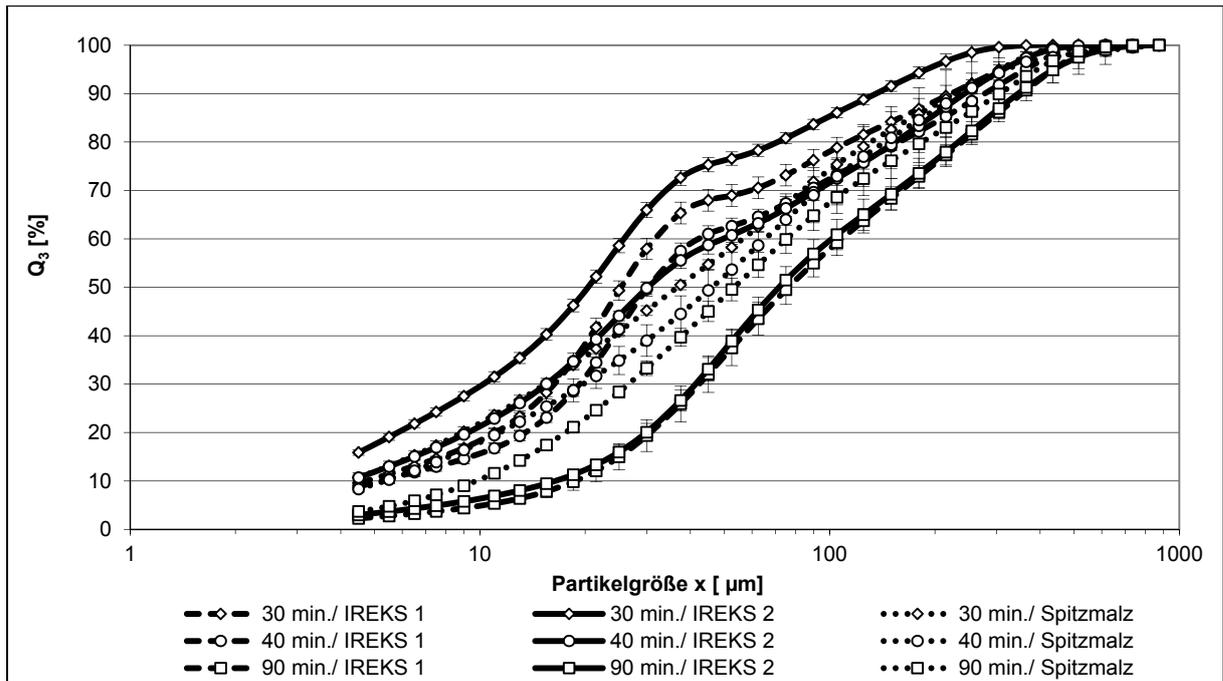


Abbildung 66: Summenverteilungen der Normalschrote der unterschiedlichen Malzsorten zwischen 30 und 90 Minuten Maischdauer, $n=3$, $\alpha=0,05$

Abbildung 66 stellt die Probennahmezeitpunkte nach 30, 40 und 90 Minuten dar. Auch hier wurde wiederum auf die Darstellung der Zeitpunkte dazwischen aus Gründen der Übersichtlichkeit verzichtet.

Es ist bei allen Malzsorten das bereits beschriebene, charakteristische Verhalten während des Maischprozesses feststellbar. Allerdings finden die Partikelgrößenveränderungen in unterschiedlichen Zeiträumen statt. Zum Ende des Maischprozesses besitzen die Feststoffe der gut gelösten Malze eine nahezu identische Partikelgrößenverteilung, während die Partikeln des Spitzmalzes eine feinere Verteilung aufweisen.

Der Angleich der Partikelverteilungen der beiden gut gelösten Malze hat sich bereits nach 40 Minuten vollzogen. Deutlich wird dies auch bei der Betrachtung der x_{50} -Werte (Abbildung 67). Im weiteren Verlauf ergeben sich jedoch wieder Unterschiede in den Median-Werten.

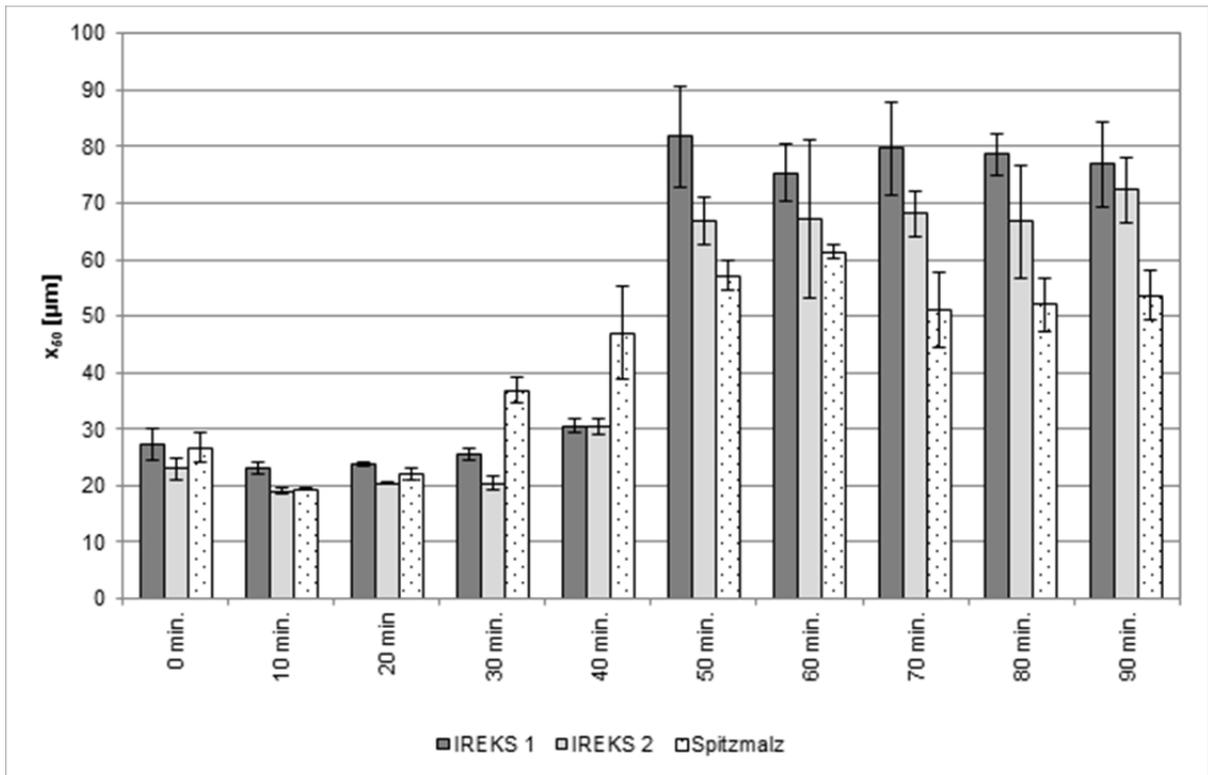


Abbildung 67: x_{50} -Werte der 3 Malzsorten während des Maischprozesses (Normalschrot, Infusion 62 °C, ohne Enzymgabe), nach regelmäßigen Zeitpunkten, $n=3$, $\alpha=0,05$

Die Erklärung für diese Unterschiede liegt in den unterschiedlichen Zusammensetzungen der Malze. Die Partikelgrößenverteilungen der beiden gut gelösten Malze haben über den Maischprozess eine Annäherung bei gleichzeitig größerer Zunahme der Partikelgrößen. Dies ist ein Indiz für die gute Lösung, da die feineren Bestandteile, welche zu einem großen Teil aus Stärke besteht, stärker abgebaut werden.

Beim Spitzmalz hingegen ist keine so große Zunahme des Median feststellbar. Dies resultiert höchstwahrscheinlich aus der schlechten Lösung des Malzes, wodurch kein so weitreichender Abbau stattfinden kann. In gewisser Hinsicht lässt sich dieses Argument auch durch eine geringere Extraktausbeute belegen.

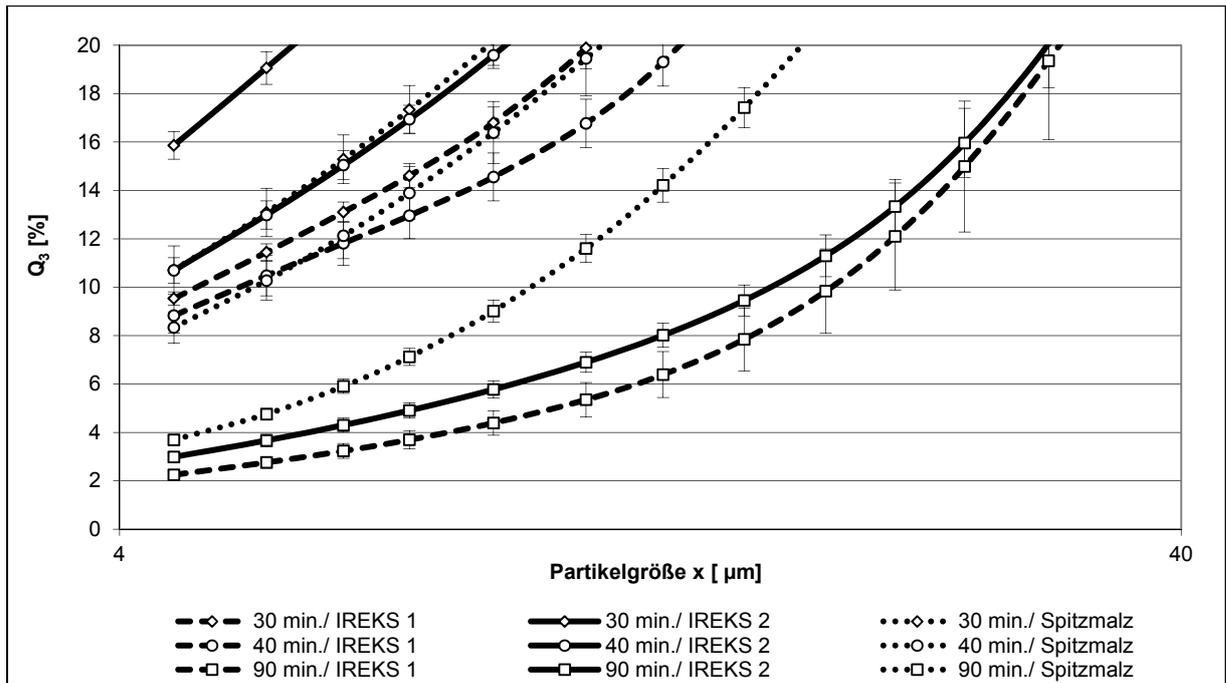


Abbildung 68: Summenverteilungen der Schrote der unterschiedlichen Malzsorten zwischen 30 und 90 Minuten Maischdauer, Betrachtung der Feinstfraktionen, $n=3$, $\alpha=0,05$

Auch hier wird speziell der Anteil der ganz feinen Fraktionen betrachtet. Waren zu Maischbeginn zwischen den Malzen noch sehr starke Unterschiede feststellbar (vgl. Abbildung 64), so ist der Anteil der Partikeln $<4,5 \mu\text{m}$ zum Maischende bei allen 3 Proben im ungefähr gleichen Verhältnis (Abbildung 68).

5.2.2.5 Ergebnisse der Untersuchungen zur Charakterisierung der Maische mit verschiedenen Enzymkonzentrationen

Um den Einfluss einer zusätzlichen Enzymzugabe herauszuarbeiten, wurden unterschiedliche Malzsorten mit einer Überschussgabe an Enzym gemaischt. Um einen Überblick über den Stärkeabbau während des gesamten Maischprozesses zu erhalten, wurden speziell die Ergebnisse nach 10, 20, 30, 40, 50 und 90 Minuten Maischzeit analysiert. Proben aus diesen Zeitbereichen haben in den Versuchen gezeigt, dass sie während des Maischens die deutlichsten Veränderungen der Maische darstellen. Zwischen 50 und 90 Minuten finden keine signifikanten Veränderungen der Partikelgrößenzusammensetzung mehr statt.

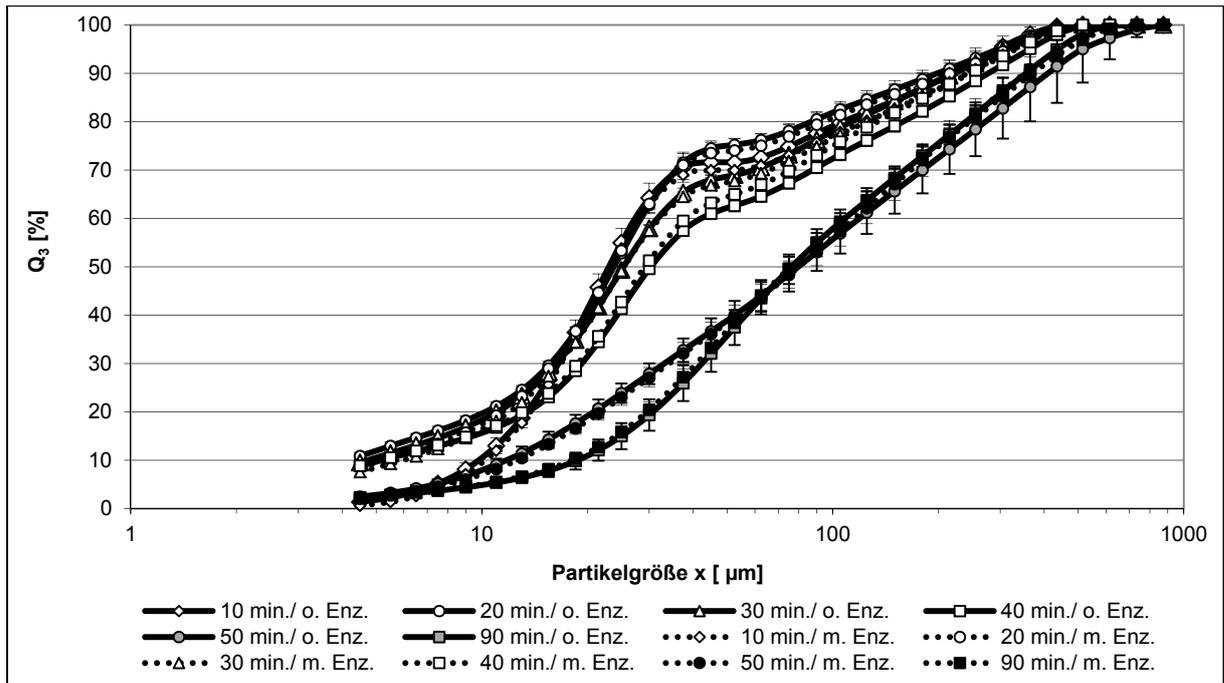


Abbildung 69: Veränderungen der Partikelgrößenverteilung der Probe Pilsner Malz IREKS 1, Schrotung 0,75 mm, Infusionsmaischverfahren 62 °C (o. Enz. = ohne Enzymzugabe, m. Enz. = mit Enzymzugabe) , n=3, $\alpha=0,05$

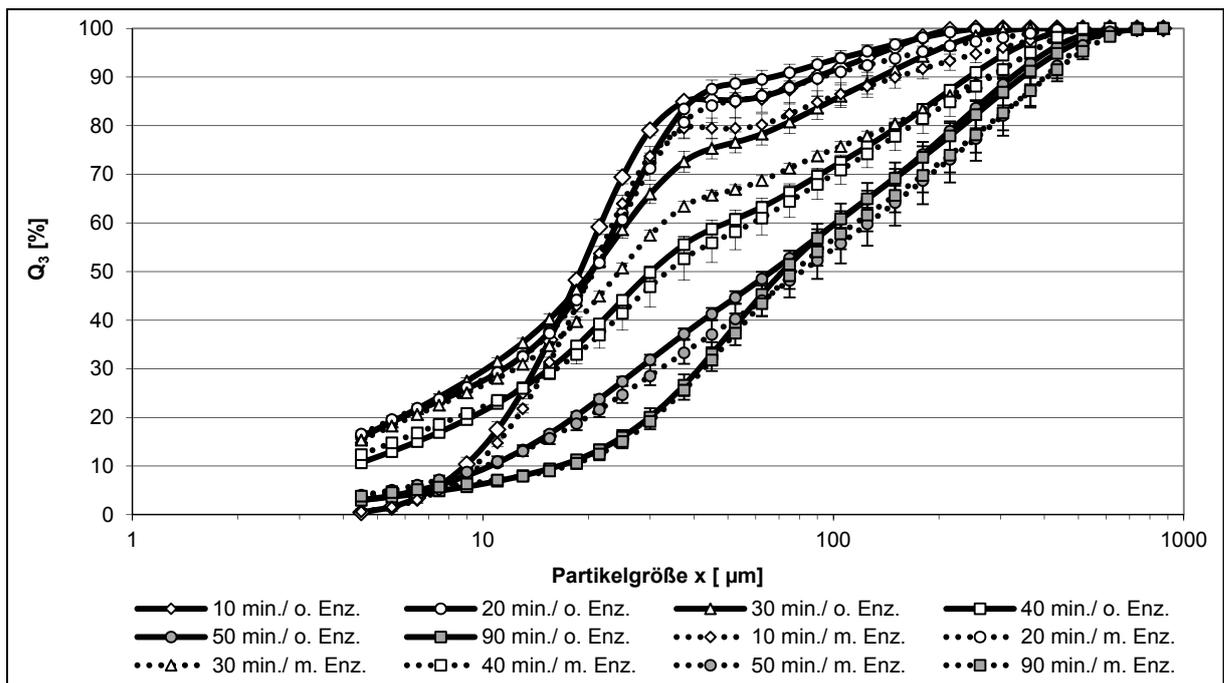


Abbildung 70: Veränderungen der Partikelgrößenverteilung der Probe Pilsner Malz IREKS 2, Schrotung 0,75 mm, Infusionsmaischverfahren 62 °C (o. Enz. = ohne Enzymzugabe, m. Enz. = mit Enzymzugabe)

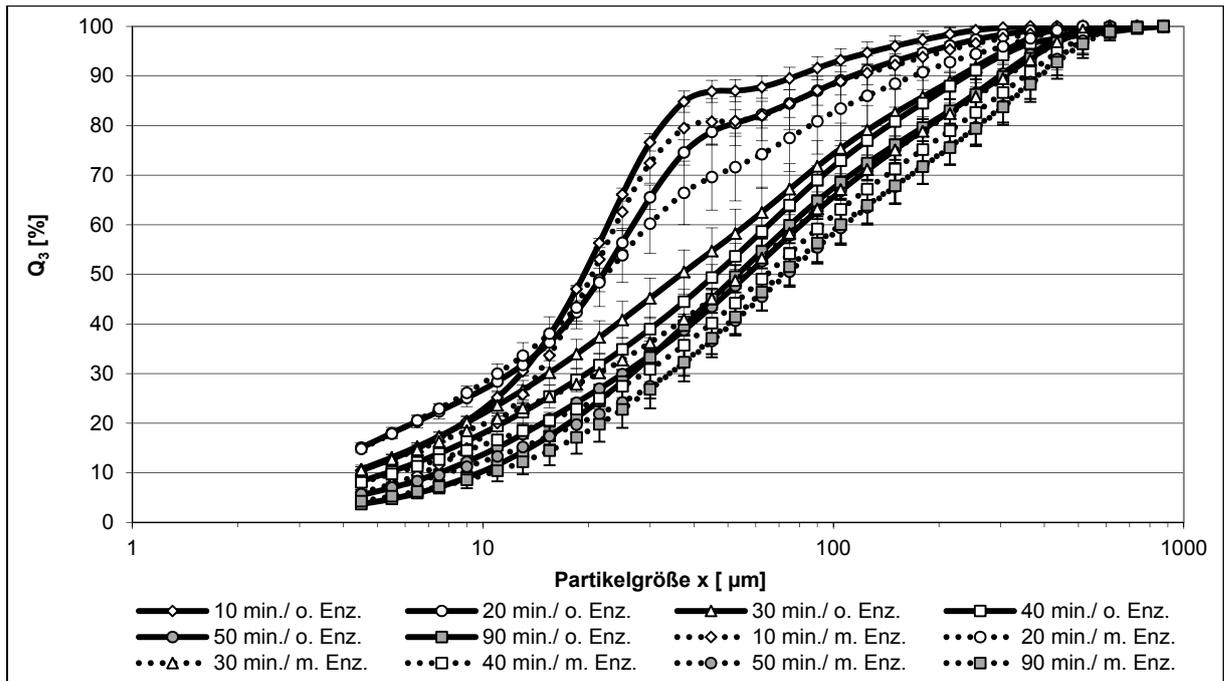


Abbildung 71: Veränderungen der Partikelgrößenverteilung der Probe Spitzmalz, Schrotung 0,75 mm, Infusionsmaisverfahren 62 °C (o. Enz. = ohne Enzymzugabe, m. Enz. = mit Enzymzugabe), n=3, $\alpha=0,05$

Die Summenverteilungen zeigen bei allen Versuchen, dass die Proben mit Enzymzugaben fast immer die größeren Partikeln besitzen als die Proben ohne Enzymzugabe (Abbildung 69 - Abbildung 71).

Die Partikelgrößen des Malzes IREKS 1 weist hierbei die geringsten Unterschiede auf und sind unter Betrachtung der Konfidenzintervalle gleich. Bei den anderen beiden Proben, IREKS 2 und Spitzmalz, sind die Unterschiede deutlich zu erkennen. Dies dürfte darauf zurückzuführen sein, dass bei diesen beiden Malzen die Enzymausstattung sehr gering war, was die Beschleunigung durch die Enzymzugabe verdeutlicht.

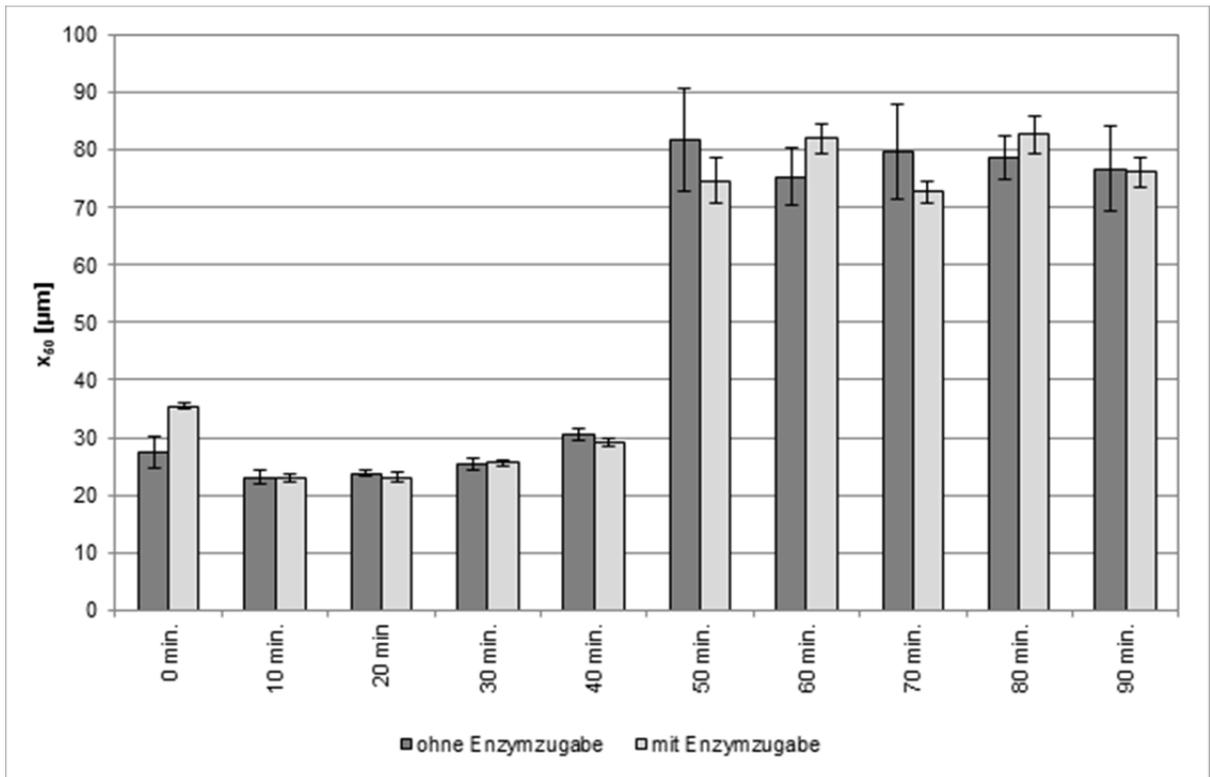


Abbildung 72: x_{50} -Werte der Maischeproben IREKS 1 mit und ohne Enzymzugabe nach regelmäßigen Zeitpunkten, $n=3$, $\alpha=0,05$

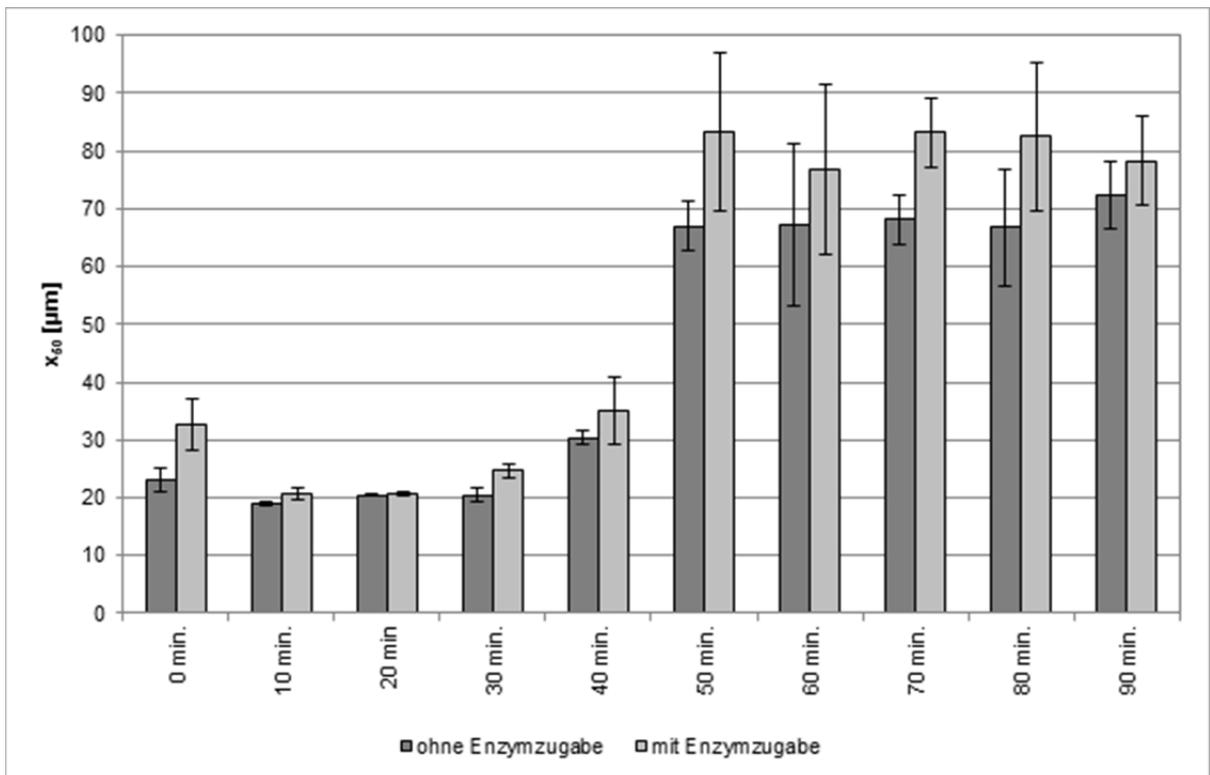


Abbildung 73: x_{50} -Werte der Maischeproben IREKS 2 mit und ohne Enzymzugabe nach regelmäßigen Zeitpunkten, $n=3$, $\alpha=0,05$

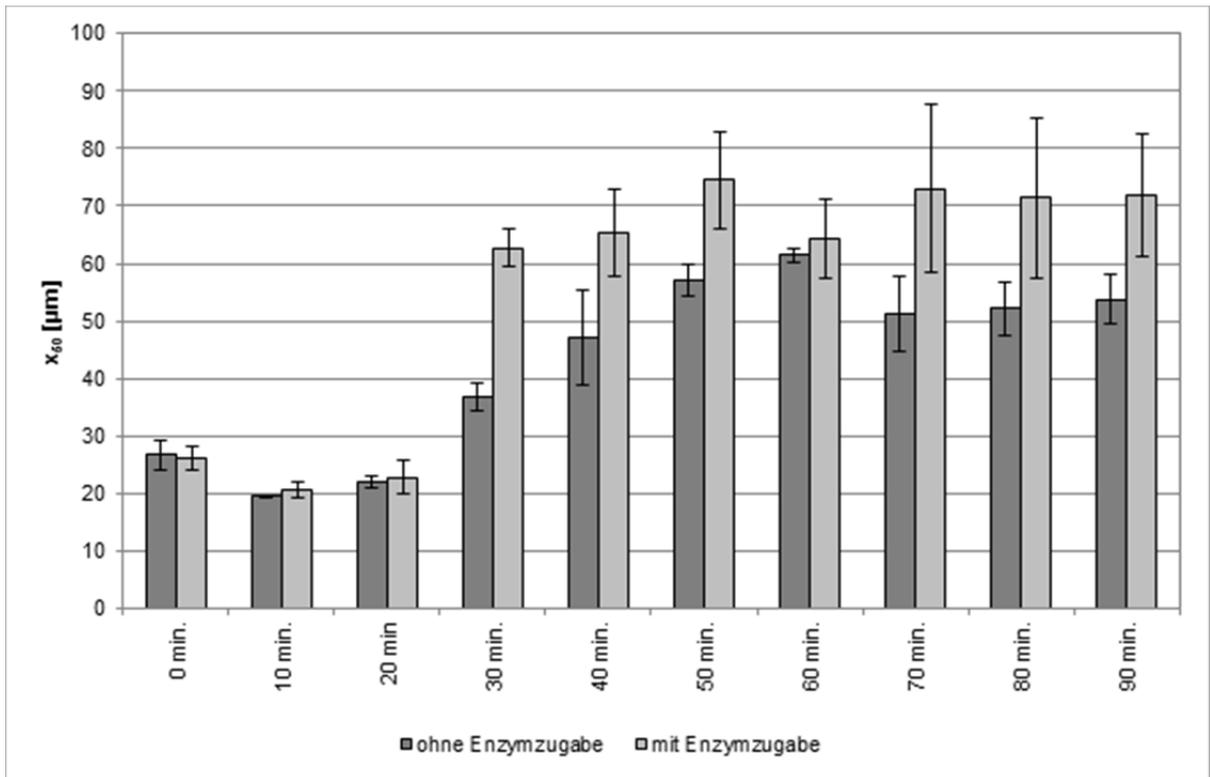


Abbildung 74: x_{50} -Werte der Maischeproben Spitzmalz mit und ohne Enzymgabe nach regelmäßigen Zeitpunkten, $n=3$, $\alpha=0,05$

Auch die x_{50} -Werte der Proben (Abbildung 72 - Abbildung 74) verdeutlichen diese Abweichungen. Während bei der Probe IREKS 1 keine Unterschiede feststellbar sind, zeigt IREKS 2 einen tendenziell höheren Wert für die Probe mit Enzym. Die Probe Spitzmalz zeigt signifikante Unterschiede in den Versuchen mit und ohne Enzym.

Weiterhin zeigen die Ergebnisse, dass die Vergrößerung des Partikelkollektivs mit Enzymgaben wesentlich schneller voranschreitet. Dies bedeutet, dass die feineren Partikeln in diesem Fall schneller abgebaut werden und somit die größeren Partikeln stärker in den Vordergrund rücken. Weiterhin ist erkennbar, dass sich dieser Zustand bis zum Maischende hält.

Ein Vergleich der 3 Malzsorten untereinander zeigt ebenso große Abweichungen. Die Unterschiede der Partikelgrößenverteilung während des Maischprozesses mit Enzym resultieren vermutlich daraus, dass die α -1,4-Bindungen der Stärke durch das Enzym schon zu Zeitpunkten hydrolysiert werden, bei denen die im Malz enthaltenen Enzyme noch nicht oder nur sehr schwach wirken. Es könnte allerdings auch daran liegen, dass der Abbau der genannten Bindung, durch das zusätzliche Angebot an Enzymen schneller abläuft. Die Unterschiede der Summenverteilungen zum Ende

des Maischens deuten darauf hin, dass außerdem durch die Enzymzugabe mehr α -1,4-Bindungen der Stärke gespalten werden als ohne Zugabe. Die Abweichungen der Summenverteilungen sind bei den verschiedenen Malzsorten unterschiedlich stark ausgeprägt. Die geringen Differenzen der Versuche mit dem Malz IREKS 1 lassen darauf schließen, dass es sich bei dem Malz um ein sehr stark mit Enzymen ausgestattetes Malz handelt. Da die Oberfläche der Stärkekörner offensichtlich nicht mehr Enzym aufnehmen kann, erfolgt die Enzymdiffusion in beiden Fällen gleich schnell, wodurch kein Unterschied in der Abbaugeschwindigkeit feststellbar ist. Die Probe IREKS 2 verhält sich gemäß den Erwartungen, dass mit Enzymgabe ein schnellerer Abbau stattfindet und sichtbar ist. Die größten Unterschiede sind bei der Probe mit dem Spitzmalz feststellbar. Bereits bei der Probennahme nach 40 min ist dieser stärker ausgeprägt als bei den anderen beiden Proben. Dies entspricht auch den Erwartungen, dass durch die Enzymgabe die Stärke des enzymschwachen Malzes verstärkt abgebaut wird.

Da Spitzmalze in der Regel nicht so hoch gelöst sind wie gut gelöste Pilsner Malze, können die Mehlkörper nur bis zu einem gewissen Grad abgebaut werden. Abbildung 75 und Abbildung 76 greifen den Bereich bis 100 μm näher heraus und bestätigen diese Aussage.

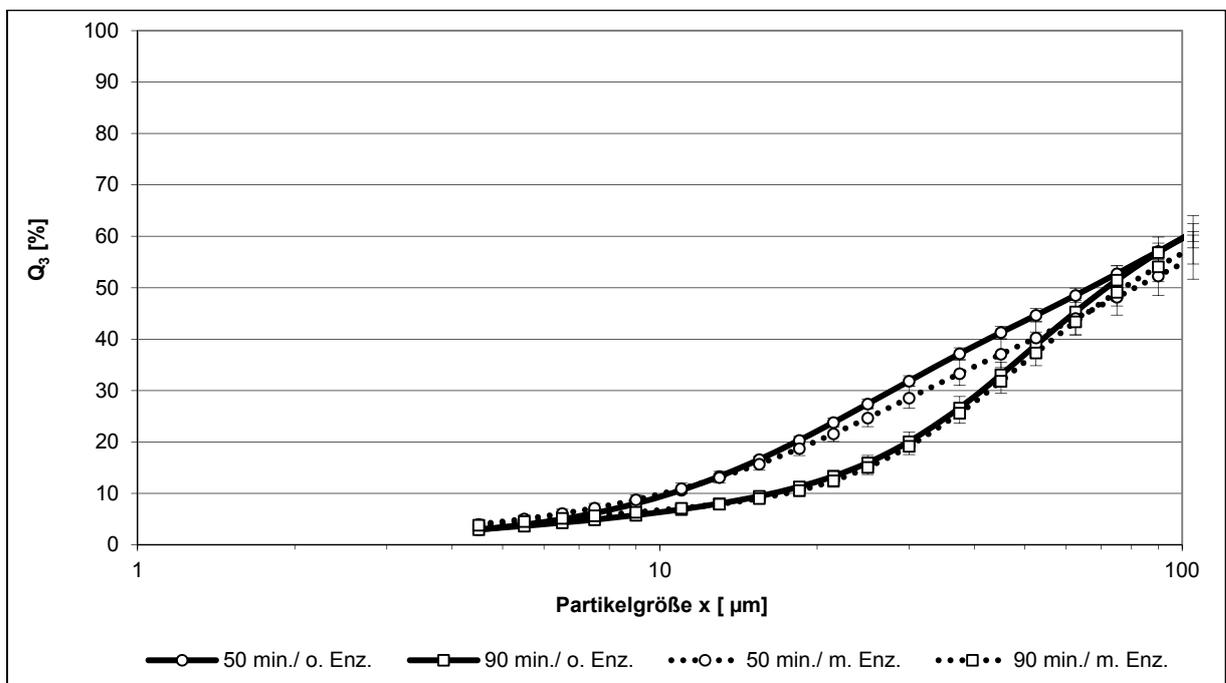


Abbildung 75: Summenverteilungen der Probe IREKS 2 im Feinbereich, $n=3$, $\alpha=0,05$

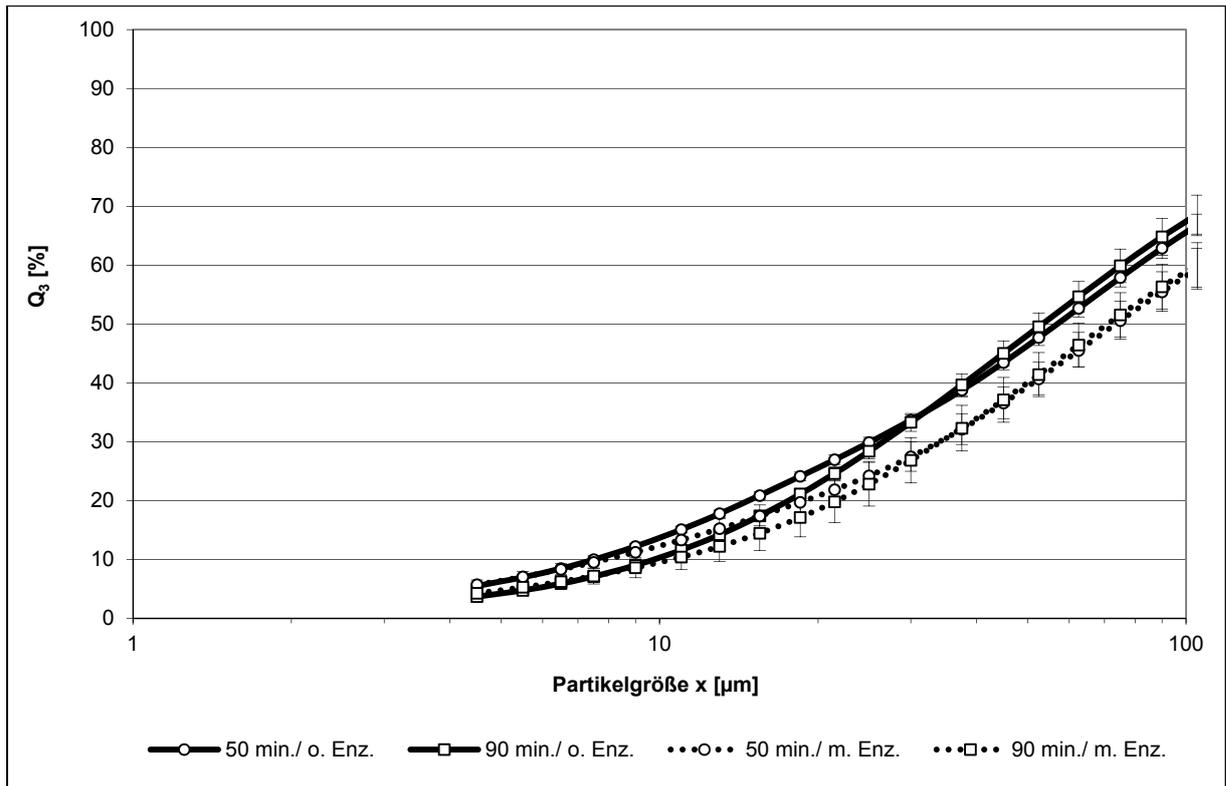


Abbildung 76: Summenverteilungen der Probe Spitzmalz im Feinbereich, $n=3$, $\alpha=0,05$

5.2.2.6 Ergebnisse der Untersuchungen zur Charakterisierung der Maische mit verschiedenen Rasttemperaturen bei der Maltoserast

Die Diagramme der Abbildung 77 - Abbildung 79 zeigen die Partikelgrößenverteilungen unterschiedlicher Malzsorten, welche mit variierten Maischverfahren gemaischt wurden. Mit Ausnahme der Maltose-Rast wurden keine Parameter verändert. Die Maltoserast wurde dabei auf 60 °C, 62 °C und 64°C gesetzt.

Aus Gründen der Übersichtlichkeit werden in den Diagrammen nur die Analysenwerte der Proben bei 20, 30 und 40 Minuten dargestellt, da diese um den interessanten Zeitpunkt der Verkleisterung liegen. Zudem sind die Partikelgrößenverteilungen zum Maischende angeführt, um die Auswirkungen der unterschiedlichen Maltoserasten auf den Endzustand der Partikelgrößenverteilungen festzustellen.

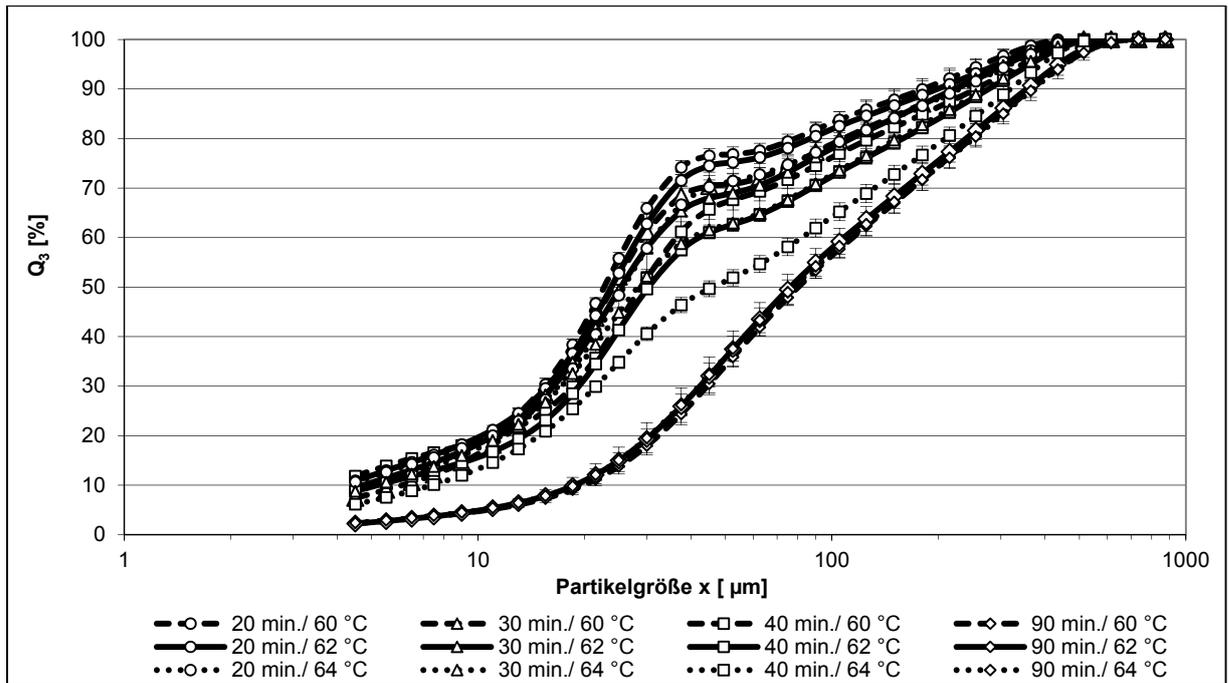


Abbildung 77: Veränderungen der Partikelgrößenverteilung der Probe IREKS 1 bei Maltoserasten von 60, 62 und 64 °C, n=3, $\alpha=0,05$

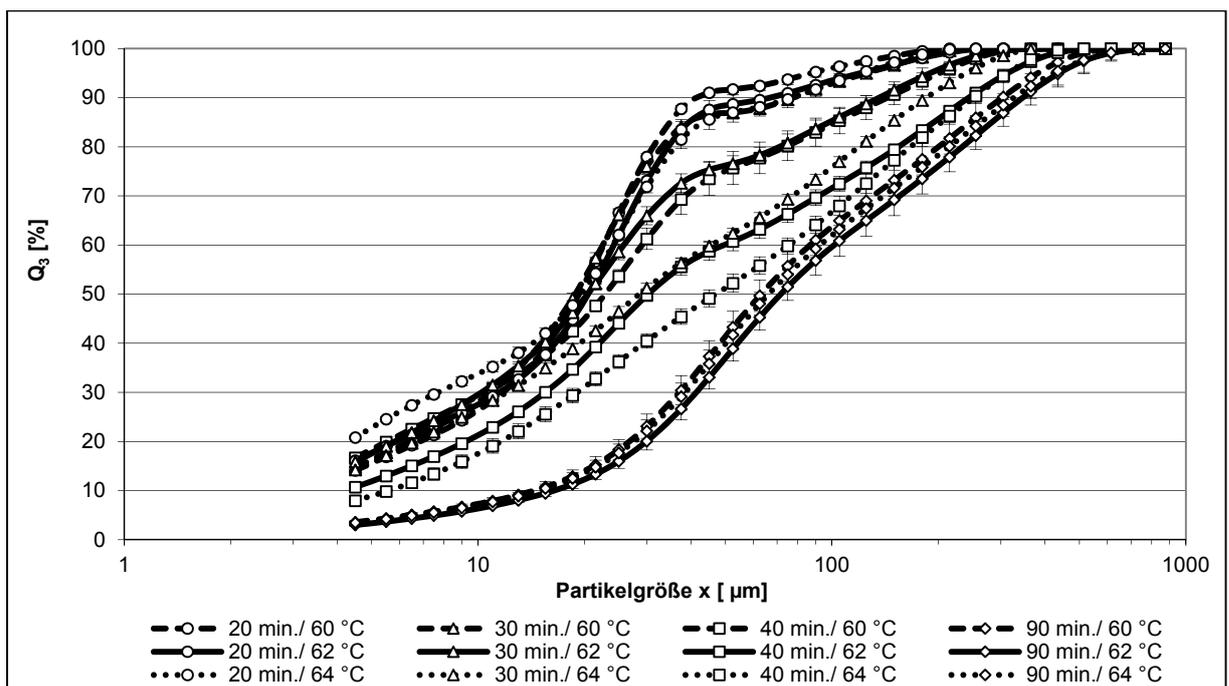


Abbildung 78: Veränderungen der Partikelgrößenverteilung der Probe IREKS 2 bei Maltoserasten von 60, 62 und 64 °C, n=3, $\alpha=0,05$

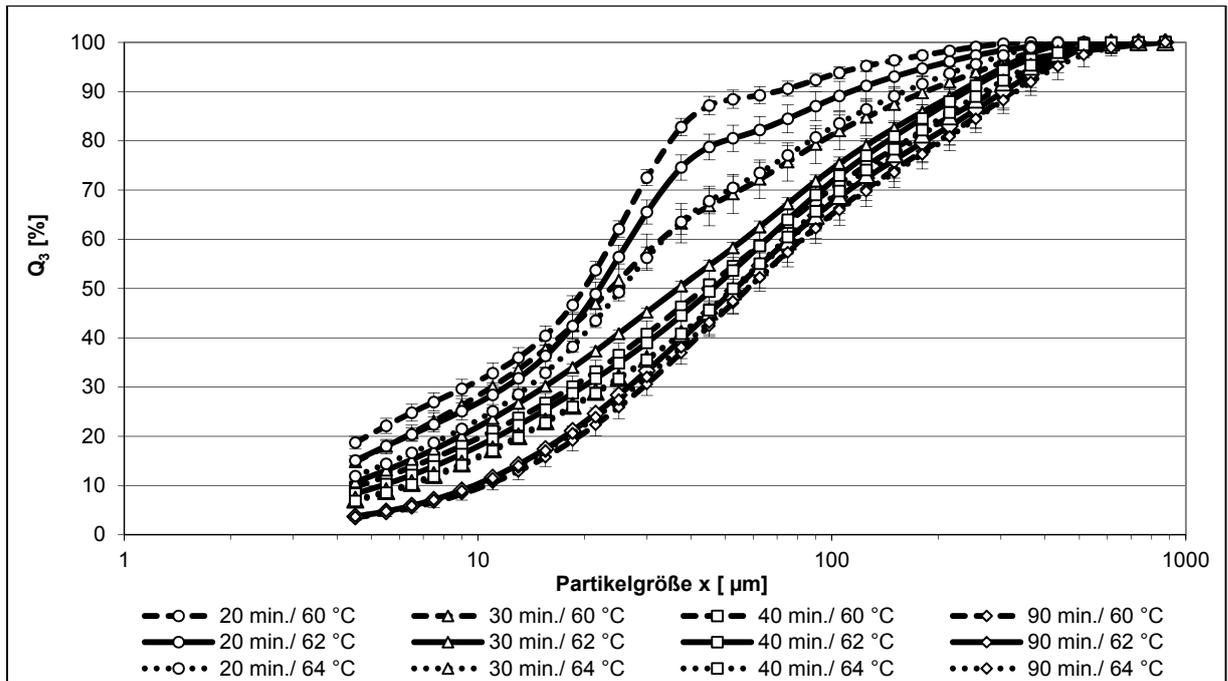


Abbildung 79: Veränderungen der Partikelgrößenverteilung der Probe Spitzmalz bei Maltoserasten von 60, 62 und 64 °C, $n=3$, $\alpha=0,05$

Aus den Summenverteilungen kann abgelesen werden, dass mit dem Fortschreiten des Maischprozesses eine Vergrößerung des Partikelkollektives stattfindet, unabhängig davon, bei welcher Temperatur die Maltoserast stattgefunden hat. Die Abhängigkeit der Verkleisterung von der Temperatur kann durch die Kurvenverläufe sehr deutlich – unabhängig vom Malztyp – festgestellt werden. Je höher die Temperatur, desto schneller läuft dieser Prozess in der Maische ab.

Gut zu erkennen ist die stärkere Ausprägung der Vergrößerung auch an den x_{50} -Werten zu den Messungen nach 30 und 40 Minuten. Diese sind umso größer, je höher die Rasttemperatur war (Abbildung 80 - Abbildung 82).

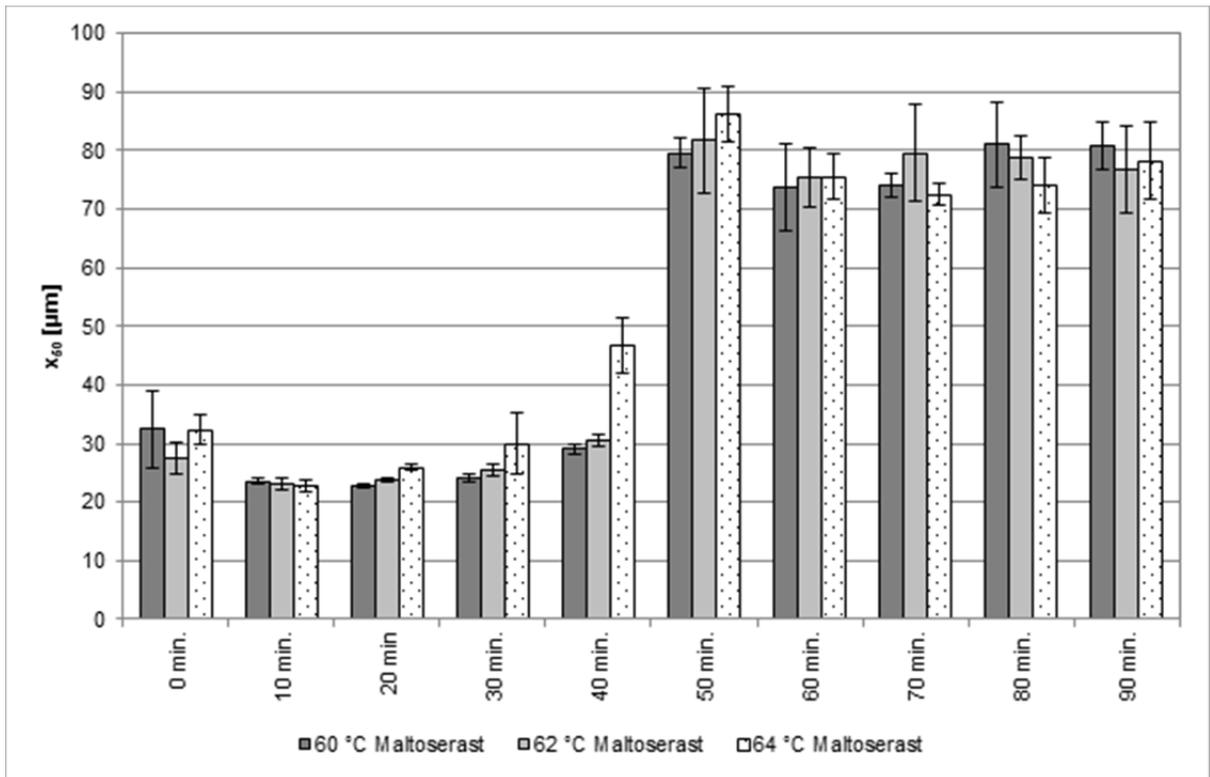


Abbildung 80: x_{50} -Werte der Maischeproben IREKS 1 bei unterschiedlichen Maltoserasttemperaturen nach regelmäßigen Zeitpunkten, $n=3$, $\alpha=0,05$

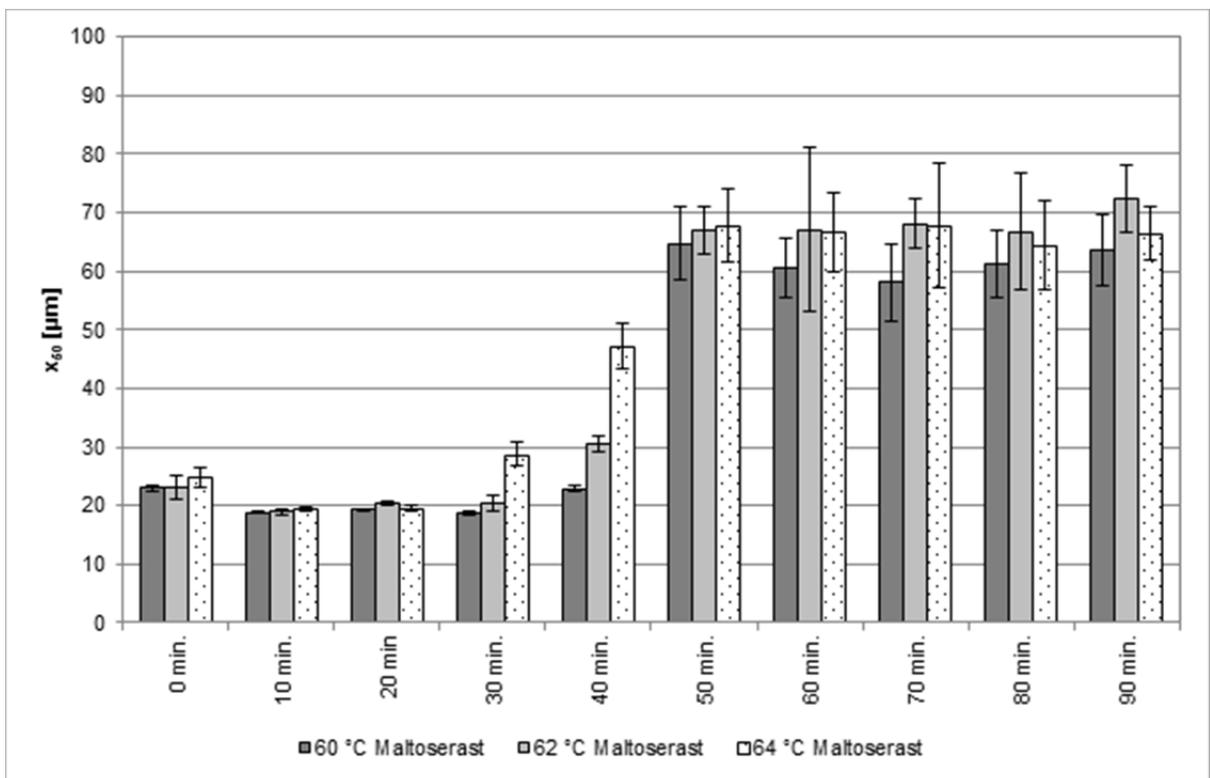


Abbildung 81: x_{50} -Werte der Maischeproben IREKS 2 bei unterschiedlichen Maltoserasttemperaturen nach regelmäßigen Zeitpunkten, $n=3$, $\alpha=0,05$

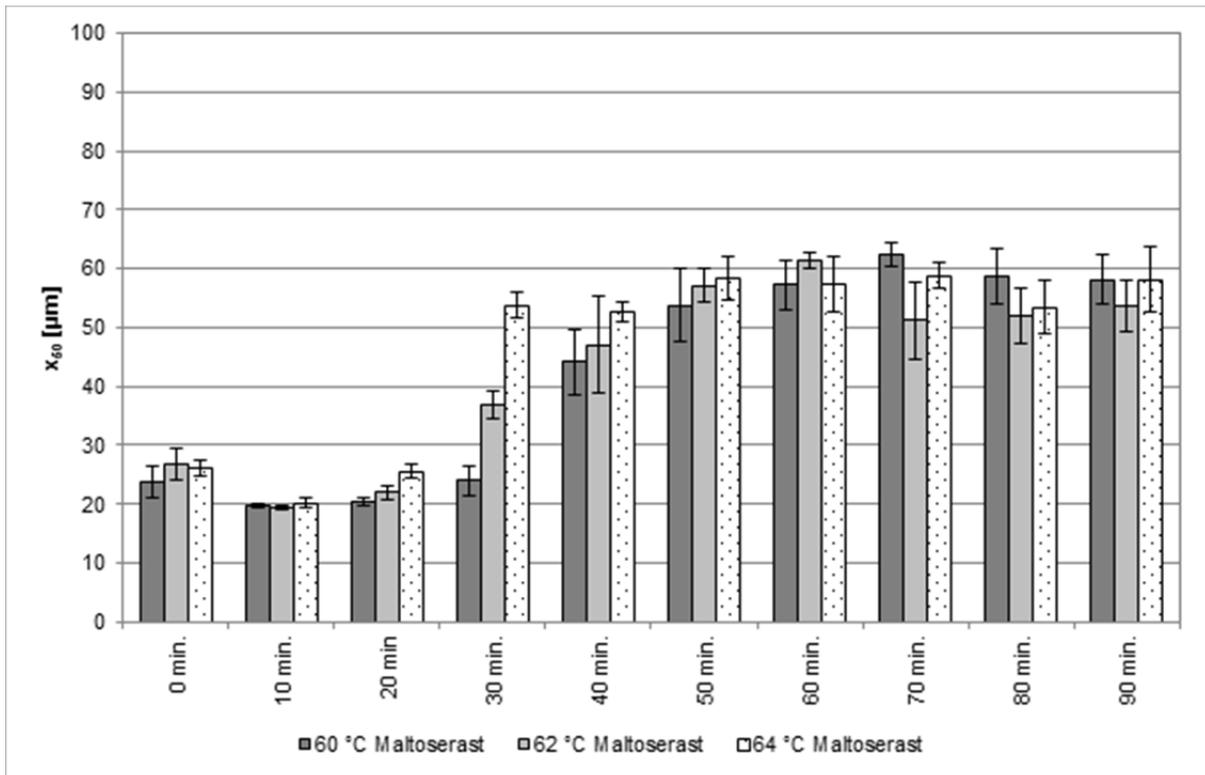


Abbildung 82: x_{50} -Werte der Maischeproben Spitzmalz bei unterschiedlichen Maltoserasttemperaturen nach regelmäßigen Zeitpunkten, $n=3$, $\alpha=0,05$

Die Diagramme zeigen die Abhängigkeit der Partikelgröße von der Verkleisterungstemperatur. Es zeigt sich, dass die Quellung der Stärkekörner bei höheren Temperaturen schneller von statten geht als bei niedrigeren.

Wie bereits in Kapitel 4.1 dargestellt, lässt sich dies generell mit der Laserbeugungsspektroskopie feststellen und konnte mit diesen Versuchen weiter belegt werden.

Die drei Malzsorten miteinander verglichen zeigen, dass die Quellung bei Spitzmalz offensichtlich früher beginnt als bei den beiden gut gelösten Pilsner Malzen. Hierfür sind zwei Erklärungsansätze möglich. Zum einen könnte dieser Quellvorgang deshalb schneller stattfinden, da durch die knappe Lösung noch mehr höhermolekulare Substanzen vorhanden sind, welche evtl. schneller aufquellen. Die zweite, etwas greifbarere Erklärung, liegt in der unterschiedlichen Enzymausstattung der unterschiedlichen Enzyme. Die gut gelösten Pilsner Malze besitzen mehr Enzyme, was die Vermutung zulässt, dass mit beginnender Verkleisterung bereits ein Abbau an den Stärkemolekülen stattfindet und diese daher in ihrer Größe nicht so stark zunehmen.

Werden die Partikelgrößen bei den späteren Probennahmezeitpunkten betrachtet, fällt erneut auf, dass die Partikeln des Spitzmalzes nicht die Größe der anderen beiden Malze erreichen. Dies könnte daran liegen, dass durch die schwächere Enzymausstattung ein schwächerer Abbau der Partikeln erfolgt, wodurch die kleineren Partikeln stärkeren Einfluss auf die Verteilung nehmen und der x_{50} daher vergleichbarer Weise kleiner ausfällt.

Die schnellere Vergrößerung des Partikelkollektives wirkte sich in den Untersuchungen nicht signifikant auf die finalen Zusammensetzungen zum Maischende aus.

5.2.3 Diskussion

Die Untersuchungen haben gezeigt, dass durch die Messung der Partikelgrößenverteilungen während des Maischprozesses sowohl eine qualitative Aufnahme als auch eine Steuerung des Prozesses möglich ist. Mit der Charakterisierung des Maischprozesses durch die Veränderungen der Partikelgrößenverteilungen konnte eine weitere verfahrenstechnische Kenngröße für das Sudhaus aufgestellt werden.

Es ist für den Einsatz in einem industriellen Prozess jedoch wahrscheinlich zu aufwändig, jedes Mal eine Probe zu nehmen, diese zu analysieren und entsprechend den Prozess zu steuern.

Die Firma Sympatec, Clausthal-Zellerfeld, bietet die Möglichkeit einer Inlinemessung mit dem Helos an. Da die Maische jedoch nicht 1:1 zur Analyse verwendet werden kann, sondern einer gewisse Aufbereitung (Siebschnitt, Verdünnung) bedarf, ist dies erst nach einer entsprechenden Prozessapplikation möglich.

Eine alternative Messmöglichkeit wurde in Zusammenarbeit mit der Universität Potsdam, Institut für Physikalische Chemie, gefunden [169] (vgl. Kap. 5.4).

Die Desagglomerationsvorgänge gerade beim Einmaischen, wie sie in der vorliegenden Arbeit festgestellt werden konnten, sind bei Bühler nicht zu sehen. Dafür sind zwei Ursachen anzuführen. Zum einen wandte Bühler einen Siebschnitt bei 106 μm an, um eine Probe zu erhalten, die er auch im submicron-Bereich vermessen konnte. Dadurch entfernte er relevante Partikelgrößen, welche für den Maischprozess von Bedeutung sind und auf welche die Zunahme der frei vorliegenden Stärkekörner zu Maischbeginn zurückzuführen ist. Zum anderen lag die Einmischtemperatur seiner Versuche mit 65 °C deutlich über der Verkleisterungstemperatur vieler Gerstenmalze

[10]. In den durchgeführten Untersuchungen wurde die Einmischtemperatur mit 50 °C so gewählt, dass dieser Effekt mit aufgenommen werden kann.

5.3 Photoanalytische Darstellung des Maischverlaufes und Validierung der Partikelgrößenmessung unter dem Mikroskop

In den Messungen mit der Laserbeugung konnten Veränderungen in der Partikelgrößenzusammensetzung der Maischen festgestellt werden. Um festzustellen, auf welche Veränderungen der Suspension dies zurückzuführen ist, wurden Mikroskop-Maischen zur Aufnahme von Q_2 -Verteilungen durchgeführt.

Zur Bildanalytischen Beschreibung und gleichzeitigen Validierung des verwendeten Messverfahrens wurden Schrot- und Maischeproben unter dem Mikroskop analysiert. Mit Hilfe einer Maischapparatur konnte auch unter dem Mikroskop gemaischt werden.

5.3.1 Versuchsdurchführung

Für die Maischversuche wurde nach dem Aufheizen des Wassers gerade so viel Malzschrot in die Lösung gegeben, dass eine optische Auswertung der Stärkekörner noch möglich war. Es wurde hochgelöstes Pilsner Malz verwendet und mit dem Standardtemperaturprofil vermaischt. In einem weiteren Versuch wurde Enzym zugegeben.

Zur Auswertung der Partikelgrößen wurden die Umrisse ausgewählter Stärkekörner mit der Software Optimas markiert. Dadurch konnte der Flächeninhalt der Stärkekörner ermittelt und der Äquivalentdurchmesser berechnet werden.

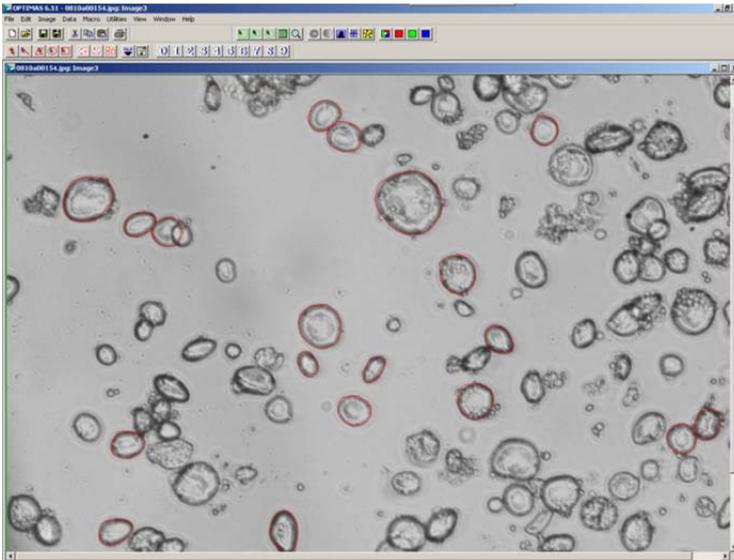
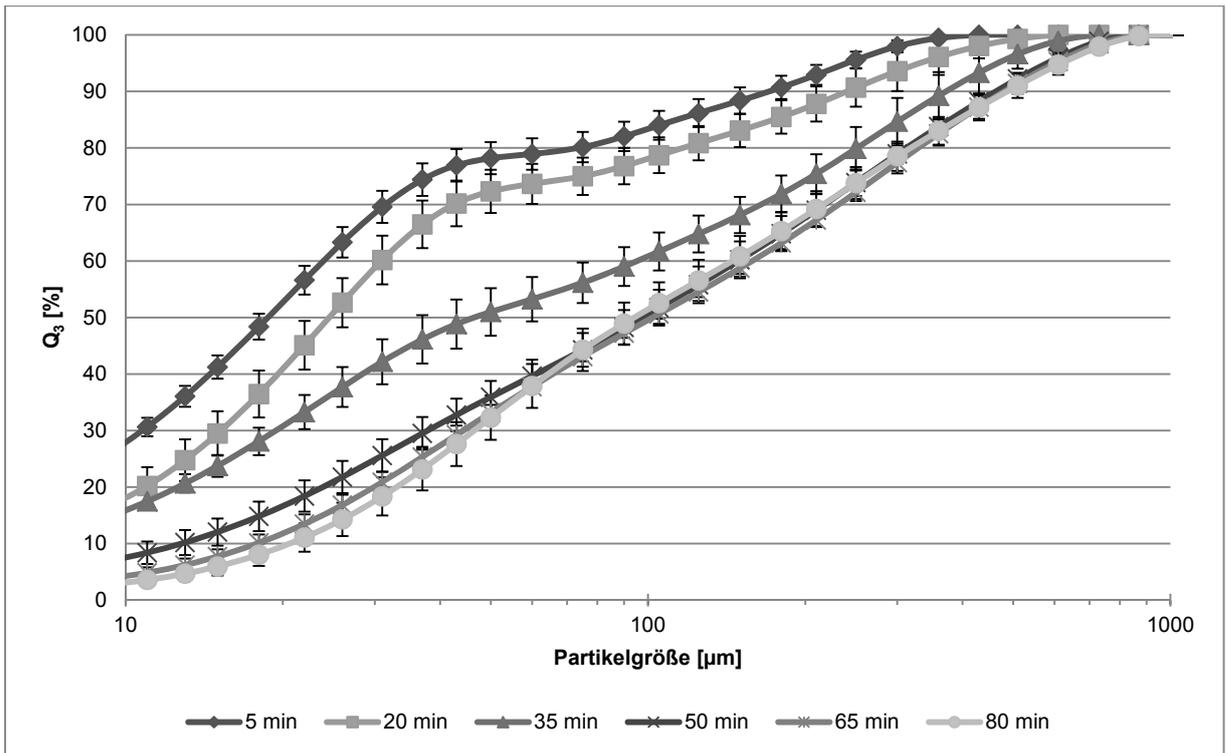
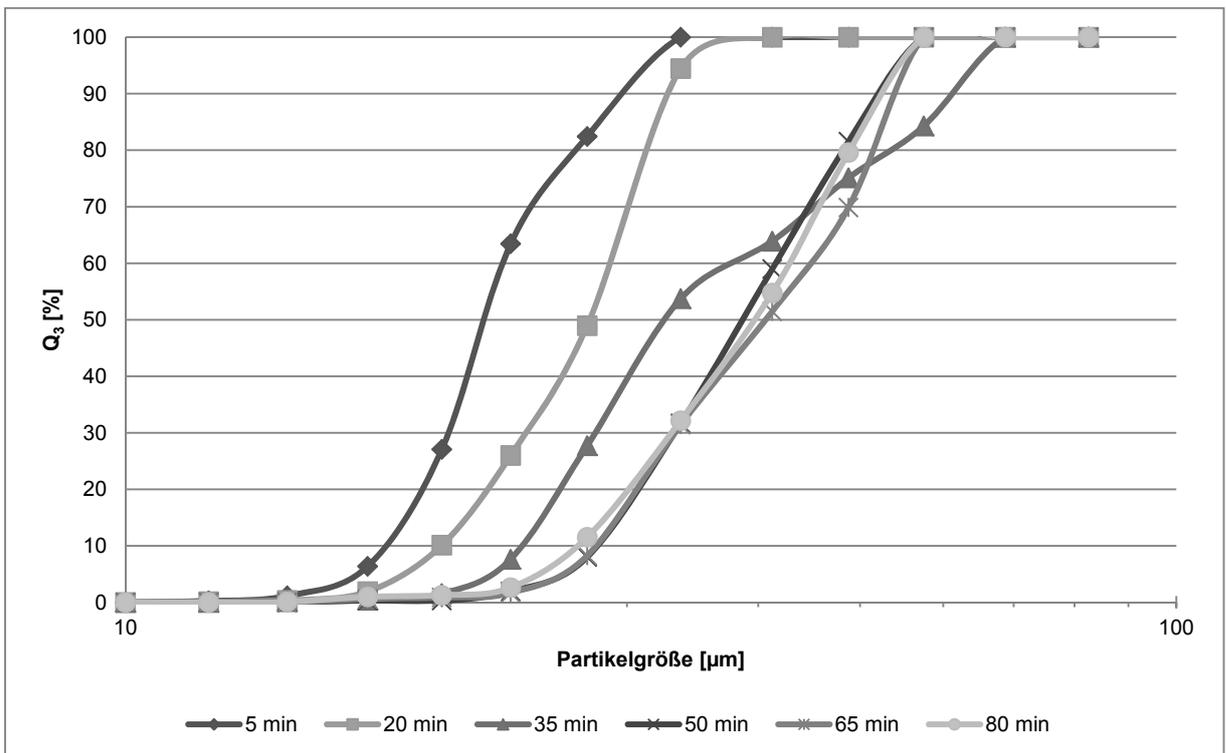


Abbildung 83: Bestimmung des Umfangs der Stärkekörner mit Optimas

Die Äquivalentdurchmesser wurden analog zur Klassierung der Helos-Messungen sortiert. Damit konnte eine Q_2 -Verteilung erstellt werden, welche durch Momentenumrechnung in eine Q_3 -Verteilung transferiert wurde.

5.3.2 Ergebnisse

Abbildung 84 und Abbildung 85 zeigen die Summenverteilungen der Maische-Partikel aus der Helos- und der Mikroskop-Analyse. Es ist zu sehen, dass sich die Partikelgrößenverteilungen vom Größenverhältnis her um eine log-Stufe unterscheiden. Dies resultiert daraus, dass für die Maischversuche im Reaktor die komplette Maische verwendet wurde, während die Suspensionslösung unter dem Mikroskop nur aus der feinen Schrotfraktion bestand. Hintergrund für diese Entscheidung war, dass die einzelnen Partikel so besser unter dem Mikroskop analysiert werden konnten.

Abbildung 84: Q₃-Verteilung der Helos-Analyse, n=3, $\alpha=0,05$ Abbildung 85: Q₃-Verteilung der Mikroskop-Analyse

Weiterhin haben die Untersuchungen gezeigt, dass durch eine Erhöhung der Enzymkonzentration eine signifikant schnellere Auflösung der Stärkekörner erfolgt. Die

Analyse einzelner Stärkekörner auf ihre Partikelgrößen war beim Einsatz von Enzymen nicht mehr möglich (Abbildung 86).

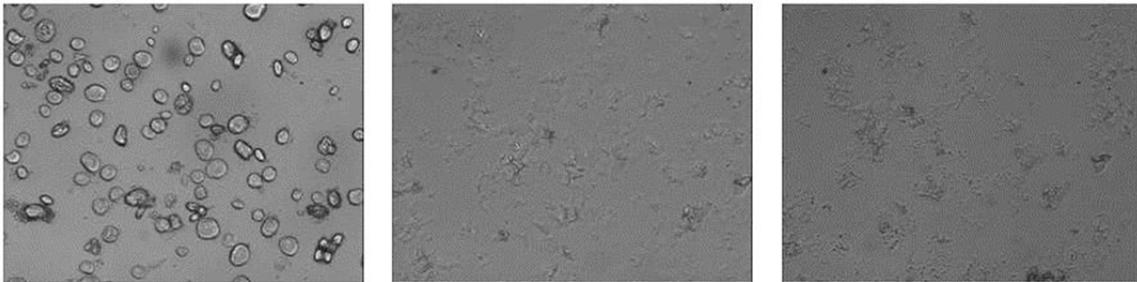


Abbildung 86: Stärkekörner während des Maischprozesses unter dem Mikroskop bei Überschussgabe von Enzym nach 5, 35 und 80 Minuten Maischdauer

Die Ergebnisse wurden über eine Videosoftware zu Zeitraffer-Aufnahmen des Maischprozesses zusammengeführt. Die Videos sind unter den folgenden Links erreichbar.

<http://www.youtube.com/watch?v=yKVeU4MC29s>

<http://www.youtube.com/watch?v=xXXJaVaX3yE>

Ausschnitte aus diesen Videos sind im Anhang 12.3 angefügt.

Anhand der Maischen unter dem Mikroskop konnte die Verkleisterung der Stärkekörner durch die Zunahme ihrer Größe beobachtet werden. Bei diesen Versuchen wurde die in Kapitel 5.1.2.1 festgestellte Verkleisterungsproblematik optisch nachgewiesen.

5.3.3 Diskussion

Die Untersuchungen zeigten, dass sich die Ergebnisse der Summenverteilungen um eine log-Stufe unterscheiden, was aus den unterschiedlichen Ausgangsmaterialien der Maischen resultiert. Es ist jedoch zu sehen, dass sich die Partikeln in der Gesamtmaische des Reaktors im Hinblick auf die Partikelgrößenveränderungen genauso verhalten wie die Probe unter dem Mikroskop. Es kann daher festgestellt werden, dass die mit der Helos-Messungen gewonnen Partikelgrößenverteilungen richtig interpretiert worden sind.

5.4 Untersuchungen zu einer Inline-Steuerung des Maischprozesses

Wie zu Beginn der Arbeit erwähnt, wäre eine Inline-Steuerung des Maischprozesses eine gute Möglichkeit, die Prozesszeiten zu optimieren. Mit den durchgeführten Analysen und dem entwickelten Analysenverfahren lassen sich jedoch nur at-line-Proben analysieren. Die gewonnenen Erkenntnisse geben aber die Möglichkeit, mit innovativen Technologien eine Inline-Steuerung des Maischprozesses in Abhängigkeit der Partikelgröße umzusetzen. Solche Verfahren werden bereits in anderen Industrien erfolgreich eingesetzt [57].

Durch ein Kooperationsprojekt mit der Universität Potsdam, Physikalische Chemie, Institut für Chemie, Potsdam-Golm, wurde ein Verfahren getestet, mit welchem diese Aufgabenstellung gelöst werden kann.

5.4.1 Versuchsdurchführung

Ein Verfahren, Inline die Partikelgrößenveränderungen einer Suspension zu messen, stellt die Photonen-Dichtewelle-Spektroskopie (PDW) dar und wird in verschiedenen Bereichen schon hierfür eingesetzt [85–88, 90, 170–175]. Durch einen geringen apparativen Aufbau und lediglich einer etwas aufwändigeren Softwareeinheit ist es möglich, das System einfach in bestehende Prozesse zu integrieren und an diese zu adaptieren. Saulich [175] untersuchte damit das Verhalten von Fetten und Hass [169] das von Milch, woraus auch eine mögliche Anwendbarkeit an Biermaische als Hypothese aufgestellt wurde.

Eine wichtige Anforderung dieser Messmethode an die zu messende Suspension ist, dass ausreichend Streulicht erzeugt wird [87]. Dies ist in einer Biermaische gegeben.

Das Spektrometer besteht aus zwei Glasfaserelementen, von denen eines als Laserquelle, das andere als Sensor dient. Der Laser generiert ein hochfrequentes, intensitätsmoduliertes Laserlicht, welches in eine trübe Probe gegeben wird. Dieses Licht wird in verschiedenen Abständen r abgegeben und durch die zweite Faser, die Detektionsfaser, aufgenommen. Der Detektor mit dem Netzwerkanalysator ermittelt die wechselnde Amplitude und Phase [85]. Durch interne Algorithmen errechnet die Auswerteeinheit die sich dadurch die Zustandsbeschreibungen des Partikelkollektives. Die Messgrößen werden in Absorptionskoeffizient μ_a und Streukoeffizient μ_s' ausgegeben, wobei μ_a von der chemischen Zusammensetzung und μ_s' von der Par-

tikelgröße abhängen [169]][85, 87]. Abbildung 87 zeigt den schematischen Aufbau des Verfahrens.

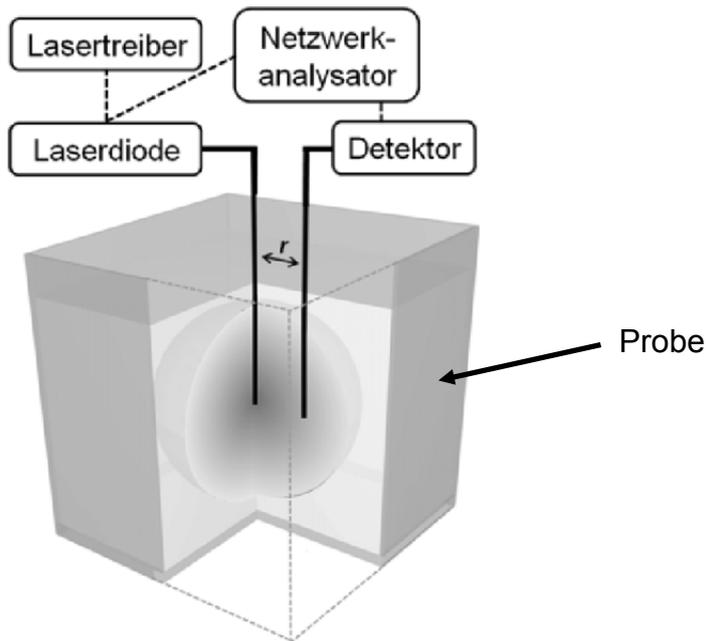


Abbildung 87: Vereinfachtes Aufbauschema der Photonen-Dichtewellen-Spektroskopie [85]

Laut den Entwicklern aus Potsdam handelt es sich bei dem Messsystem um eine unabhängige und Kalibrierungs-freie Messmethode, mit welcher die Absorption und die effektive Streuung von trüben Suspensionen ermittelt werden kann [173, 176]. Sie geben weiterhin an, dass es sich dabei um eine der wenigen verfügbaren Messtechniken handelt, mit welchen Inline-Messungen durch hohe Abtastraten und hohen hygienischen Anforderungen realisiert werden können.

Zusammen mit den Herren Hass, Krug und Reich der Universität Potsdam, Physikalische Chemie, Institut für Chemie, Potsdam-Golm, wurden orientierende Untersuchungen zur Inline-Vermessung von Biermaische durchgeführt. In der ersten Versuchsreihe erfolgten Untersuchungen in einer Petrischale und in einem Becherglas, in der zweiten Versuchsreihe im Maischreaktor (Abbildung 88).



Abbildung 88: Mischversuche in einer Petrischale (links) und in einem Becherglas zur generellen Eignungsprüfung (Mitte), und im Maischreaktor (rechts); alle Abbildungen jeweils mit den PDW-Laserdioden

Für die Versuche wurden Maischen verschiedener Konzentrationen, Fraktionen und Qualitäten verwendet. Ebenso wurden unterschiedliche Temperaturprofile eingesetzt.

5.4.2 Ergebnisse

Als geeignete Wellenlänge wurde in den Vorversuchen der Wert 638 nm ermittelt (Abbildung 89 und Abbildung 90), für den variablen Abstand zwischen den beiden Dioden 20-30 mm.

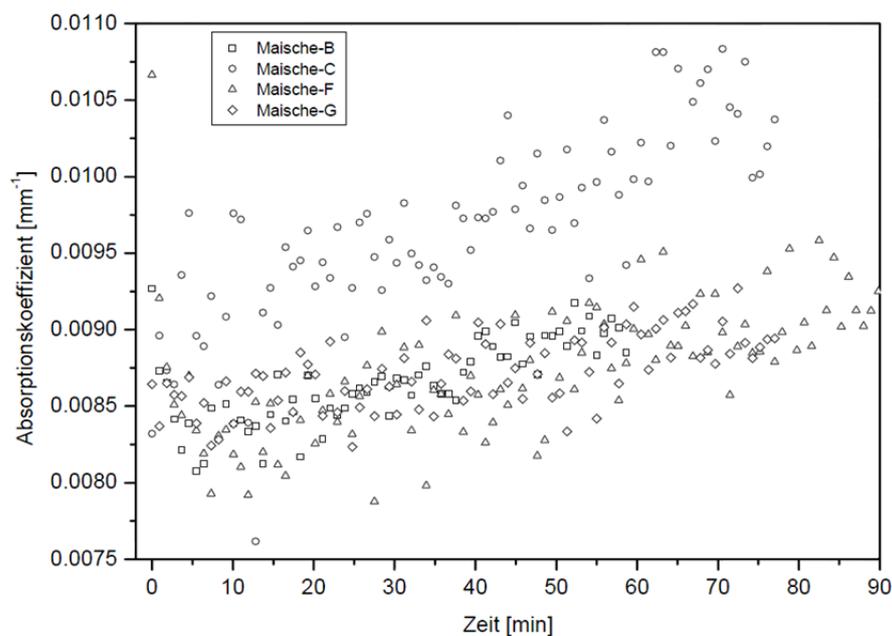


Abbildung 89: Absorptionskoeffizienten von Maischen, vermessen mit 904 nm

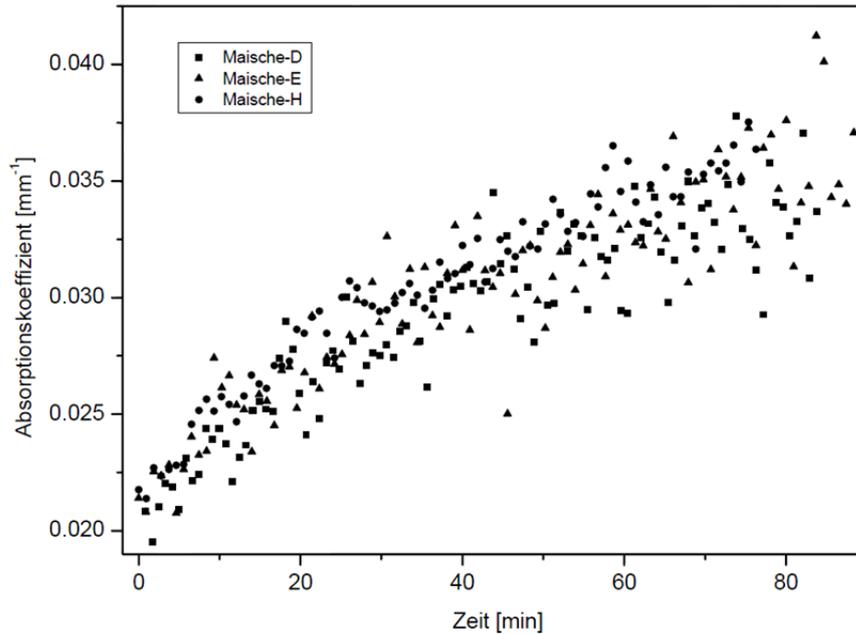


Abbildung 90: Absorptionskoeffizienten von Maischen, vermessen mit 638 nm

Die Untersuchungen haben gezeigt, dass durch die Photonen-Dichtewellen-Spektroskopie eine Veränderung der Maische messbar ist. Sowohl für den Absorptionskoeffizienten als auch für den Streulichtkoeffizienten konnten signifikante Kurvenverläufe festgestellt werden (Abbildung 91). Die Ergebnisse der Untersuchungen waren reproduzierbar.

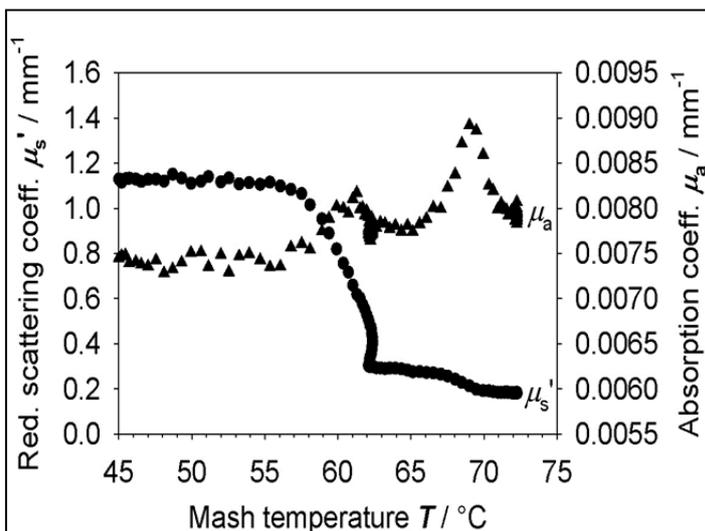


Abbildung 91: Absorptions- und Streuungsverlauf eines Maischversuches

Abbildung 92 - Abbildung 94 zeigen die Ergebnisse des Streulichtkoeffizienten ausgewählter Maischversuche. In Abbildung 95 werden die Streukoeffizienten von zwei Versuchen miteinander verglichen.

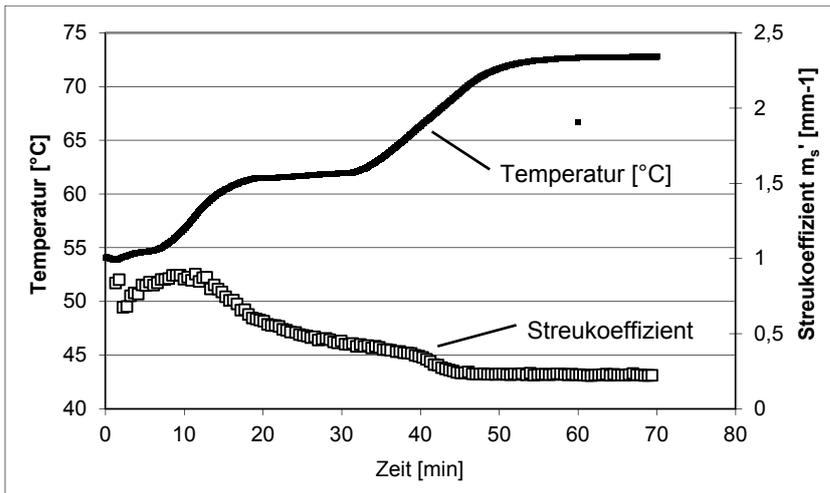


Abbildung 92: Temperatur- und Streukoeffizientenverlauf einer Maische mit Pilsner Malz, Fraktion 150-500 µm

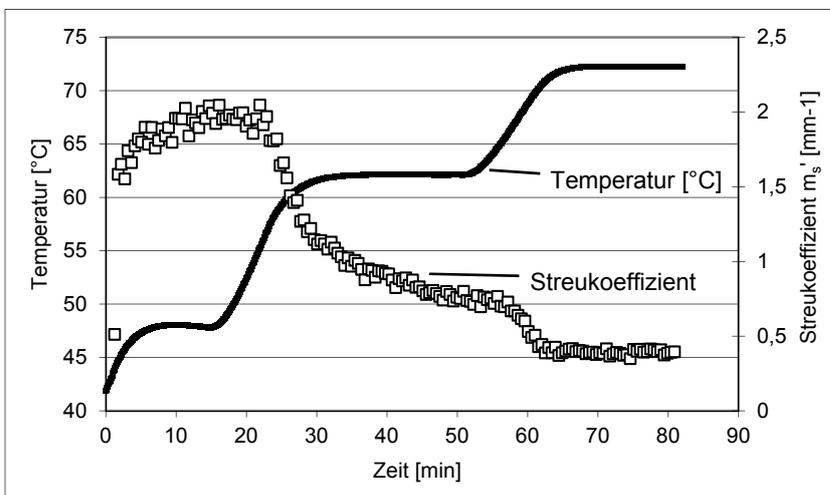


Abbildung 93 Temperatur- und Streukoeffizientenverlauf einer Maische mit Spitzmalz, 0,8 mm Walzenabstand

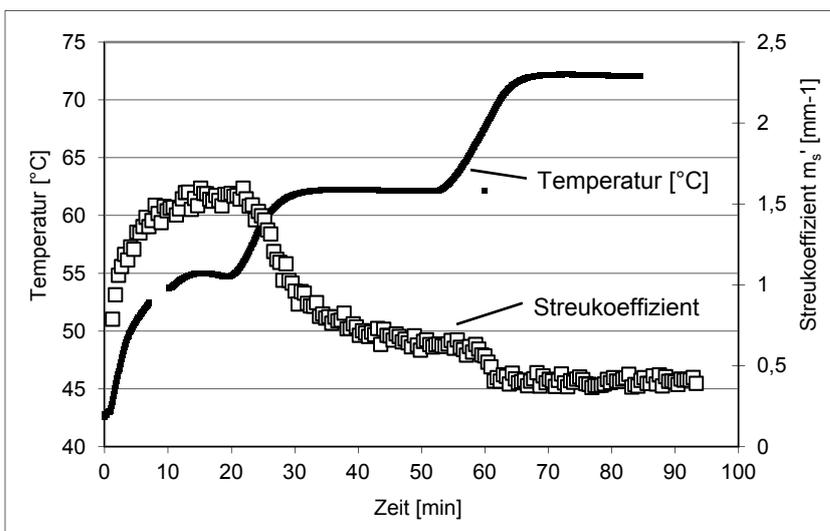


Abbildung 94: Temperatur- und Streukoeffizientenverlauf einer Maische mit Pilsner Malz, 0,8 mm Walzenabstand

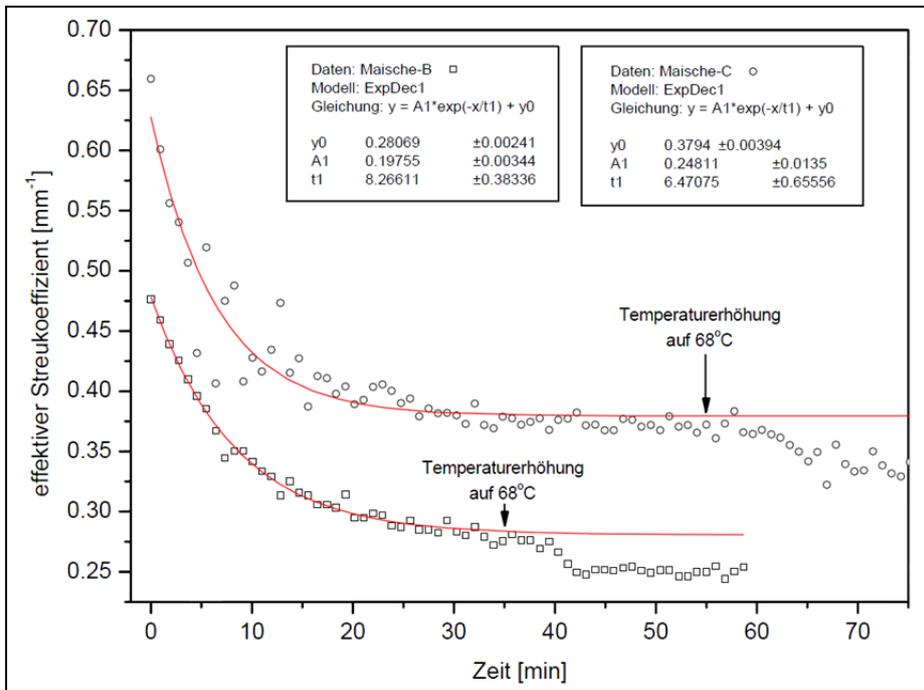


Abbildung 95: Vergleich von 2 Streulichtkoeffizienten

Wie in Abbildung 92 - Abbildung 95 zu sehen ist, ist auch hier feststellbar, dass zwischen den verschiedenen Malzsorten und Schrotfeinheiten Unterschiede vorhanden sind. Die Kurven zeigen immer charakteristische Verläufe. Die Unterschiede sind auf drei Einflussfaktoren zurückzuführen: die Partikelgröße, die Partikeldichte und die Temperatur. Die ersten beiden Einflussfaktoren ließen sich, kombiniert mit den Partikelgrößenverteilungen dieser Arbeit, durch die durchgeführten Untersuchungen nachweisen, letzteres wird von Reich angenommen [86].

Die Temperaturveränderung tritt im Messsignal nicht synchron, sondern zeitversetzt auf. Dies lässt den Rückschluss zu, dass durch die Temperaturveränderung eine Veränderung im Partikelkollektiv einhergeht, was sich dann auf das Streulicht auswirkt und somit einen stärkeren Einfluss besitzt als die Temperatur selbst. Diese Beobachtungen können durch die in dieser Arbeit ermittelten Ergebnisse zur Maischeviskosität und zur Partikelgrößenanalyse bestätigt werden. Es handelt sich bei diesen Veränderungen offensichtlich um die Verkleisterung der Stärke sowie um die einsetzende Verzuckerung.

5.4.3 Diskussion

In der anschließenden Diskussion mit den Wissenschaftlern der Universität Potsdam wurde festgestellt, dass eine Anwendbarkeit der Photonen-Dichtewellen-

Spektroskopie zur Inline-Steuerung des Maischprozesses möglich sein sollte. Hass hat dies auch in seiner Dissertation diskutiert [169].

Für eine Umsetzung dieser Methode im Sudhaus ist es notwendig, die Einflussparameter wie Malzsorte, Schüttungsverhältnis und Mahlgrad unter Berücksichtigung der Temperatur auf die Koeffizienten der PDW tiefer zu untersuchen und somit eine Basis für ein Verfahren zur Inline-Maischesteuerung in Abhängigkeit der Partikelgröße zu entwickeln.

5.5 Untersuchungen zur Ladungsdichte der Maische

In Untersuchungen zum Läuterprozess konnten Verhalten beobachtet werden, welche die Betrachtung weiterer Aspekte als die reine Partikelgrößenmesstechnik erforderten. Wie bereits erwähnt (vgl. Kap. 4.3), stellt die Messung der Ladungsdichte in vielen Industriebereichen bereits eine aussagekräftige Analysenmethode dar. Um diese Messtechnik auch in der Brauerei zu etablieren, wurden Versuche mit verschiedenen Malzen durchgeführt. Es wurde damit unter anderem ein Lösungsansatz angestrebt, warum manche Malzsorten trotz offensichtlicher Gleichheit (Schrotsortierung, Extrakt, Viskosität, ...) ein unterschiedliches Läuterverhalten aufweisen.

5.5.1 Versuchsdurchführung

Die Versuche wurden mit unterschiedlichen Malzsorten, unterschiedlichen Schrotfeinheiten und unterschiedlichen Schrotfraktionen durchgeführt.

Das Schrot wurde mit der Zwei-Walzen-Mühle hergestellt. Der Walzenabstand wurde dabei, je nach Versuch, auf 0,3mm (IREKS Pilsner Malz), 0,75mm (alle Malze) und 1,1mm (IREKS Pilsner Malz) eingestellt.

Nach dem Schroten wurde das Schrot über einen Rotations-Kegel-Probenteiler in homogene Chargen für die Maischen geteilt. Für die Versuche mit den Fraktionsanalysen wurden die Proben nach dem Sichten geteilt.

Das Maischen erfolgte wie schon bei der Methodenentwicklung mit 50,0 g Schrot und 200 g vollentsalztem Wasser in einem Kongressmaisbad. Für die Versuche der Fraktionsanalysen wurden 50 g der Fraktionen eingemaischt. Nach dem Maischende wurden die Proben auf 300,0 g aufgewogen.

Um die enzymatischen Abbauvorgänge zu stoppen, wurden die Proben unmittelbar nach Maischende abgekühlt und bis zur Analyse bei 0°C gelagert. Die Analyse er-

folgte mit den beiden entwickelten Verfahren zur Partikelgrößenanalyse (Kap. 4.1) und zur Ladungstitration (Kap. 4.3).

Um den Einfluss von Maischepartikeln auf die Gesamtladung zu ermitteln, wurden die Maischeproben in einer Zentrifuge für 10 Minuten bei 5000 U/min vorbehandelt. Anschließend wurde die überständige Würze sowie die absedimentierten Partikel auf ihre Ladung untersucht.

Zur Überprüfung des Einflusses von Zucker wurden Lösungen unterschiedlicher Zuckerkonzentrationen auf ihre Ladungen untersucht.

5.5.2 Ergebnisse

5.5.2.1 Ergebnisse der Ladungstitrationen

Die Untersuchungen der Ladungsmessungen in Abbildung 96 - Abbildung 103 zeigten signifikante Unterschiede der Malze und Fraktionen.

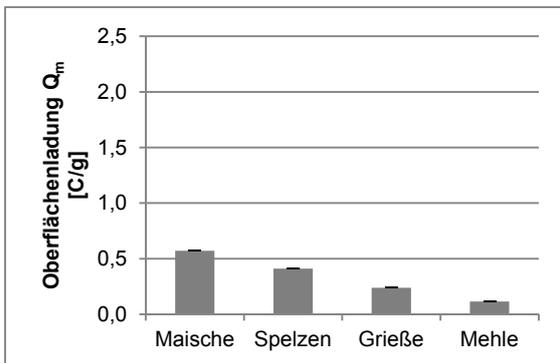


Abbildung 96: Massenspezifische Oberflächenladung des Pilsner Malz, 1,1mm, IREKS, n=3, $\alpha=0,05$

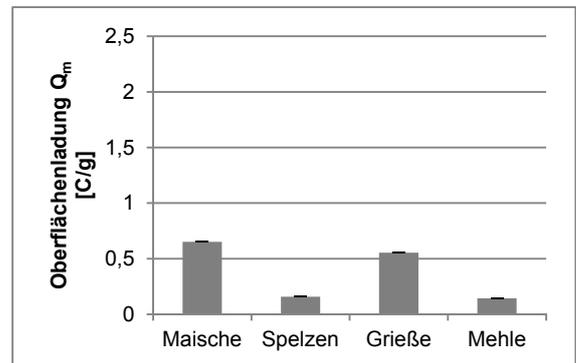


Abbildung 98: Massenspezifische Oberflächenladung des Pilsner Malz 0,3mm, IREKS, n=3, $\alpha=0,05$

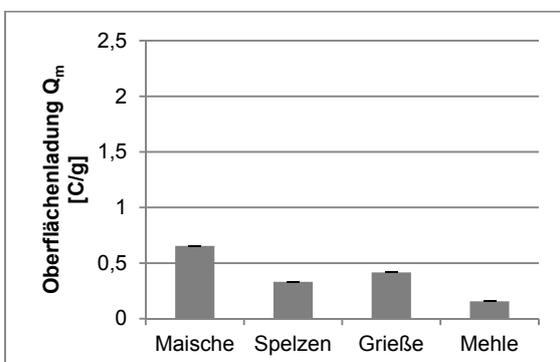


Abbildung 97: Massenspezifische Oberflächenladung des Pilsner Malz, 0,75mm, IREKS, n=3, $\alpha=0,05$

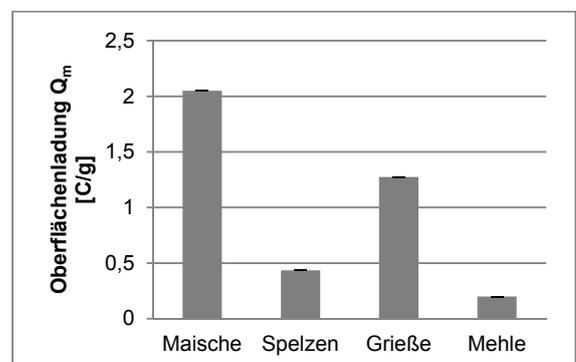


Abbildung 99: Massenspezifische Oberflächenladung des Münchner Malz Typ II, Weyermann, n=3, $\alpha=0,05$

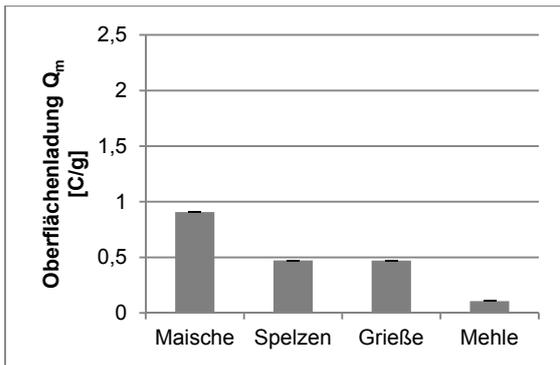


Abbildung 100: Massenspezifische Oberflächenladung des Münchner Malz Typ II, BGT, $n=3$, $\alpha=0,05$

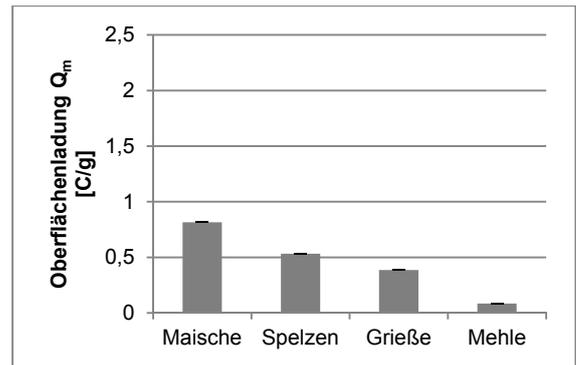


Abbildung 102: Massenspezifische Oberflächenladung des Wiener Malz, BGT, $n=3$, $\alpha=0,05$

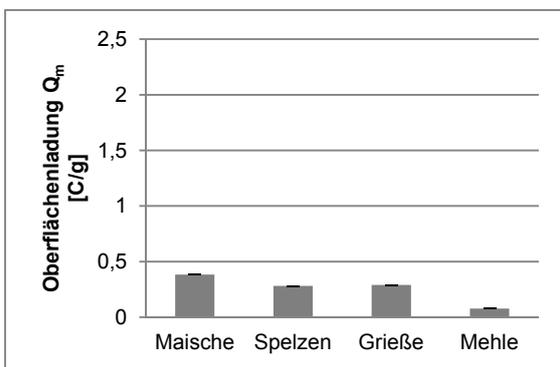


Abbildung 101: Massenspezifische Oberflächenladung des Wiener Malz, Weyermann, $n=3$, $\alpha=0,05$

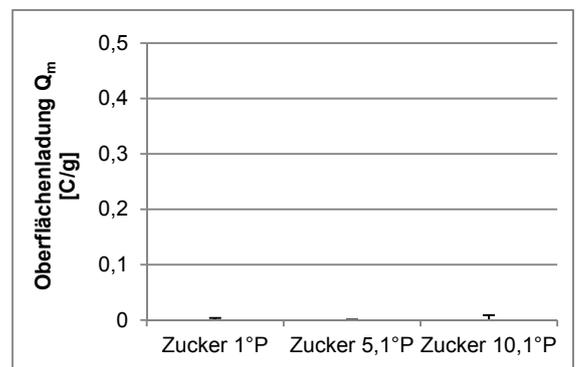


Abbildung 103: Massenspezifische Oberflächenladung der Zuckerlösungen, $n=3$, $\alpha=0,05$

Die unterschiedlichen Malzsorten wiesen sowohl in der Gesamtmaische als auch in den einzelnen Fraktionen signifikante Unterschiede auf. Bei den unterschiedlichen Schrotfeinheiten war vor allem beim sehr fein vermahlenden Malz eine erhöhte Ladung in der Fraktion Grieße zu messen. Die Malzfraktionen untereinander unterscheiden sich signifikant in ihrer Oberflächenladung.

In den Zuckerlösungen konnten keine Ladungen festgestellt werden.

5.5.2.2 Ergebnisse der korrespondierenden Partikelgrößenmessungen

Zu den Ladungsmessungen wurden Partikelgrößenmessungen durchgeführt. Die Ergebnisse werden in Tabelle 8 und Tabelle 9 dargestellt, Abbildung 104 zeigt die Zusammenhänge der ermittelte Q_m -Wert und der x_{50} -Werte der unterschiedlichen Fraktionen. Hieraus werden qualitative Unterschiede zwischen den verschiedenen Malzfraktionen erneut dargestellt.

Tabelle 8: Dispersitätskenngrößen und Ladungsmengen unterschiedlicher Fraktionen des Pilsner Malzes

Parameter	Mehle	Spelzen	Grieße	Maische
Q_m	0,16	0,33	0,42	0,65
x_{10} [μm]	18,62	6,40	7,92	6,37
x_{50} [μm]	108,50	48,84	28,06	41,78
x_{90} [μm]	293,28	222,17	202,12	262,27

Tabelle 9: Dispersitätskenngrößen und Ladungsmengen unterschiedlicher Fraktionen verschied

Malzsorte	Fraktion	Q_m [C/g]	x_{50} [μm]
Pilsner Malz (0,75mm)(I/1)	Maische	0,722	49,183
	Spelzen	0,49	73,44
	Grieße	0,58	37,72
	Mehle	0,213	132,956
Pilsner Malz (0,75mm)(I/2)	Maische	0,654	46,518
	Spelzen	0,331	58,59
	Grieße	0,416	29,726
	Mehle	0,156	77,844
Münchener Malz 2 (W/1)	Maische	2,049	176,426
	Spelzen	0,435	94,291
	Grieße	1,275	159,584
	Mehle	0,199	102,171
Münchener Malz 2 (W/2)	Maische	0,907	40,986
	Spelzen	0,472	47,267
	Grieße	0,47	34,121
	Mehle	0,011	107,748
Wiener Malz Hell (W/1)	Maische	0,383	53,879
	Spelzen	0,282	40,919
	Grieße	0,29	44,336
	Mehle	0,077	163,995
Wiener Malz Hell (W/2)	Maische	0,815	30,299
	Spelzen	0,533	43,787
	Grieße	0,387	24,323
	Mehle	0,084	126,871

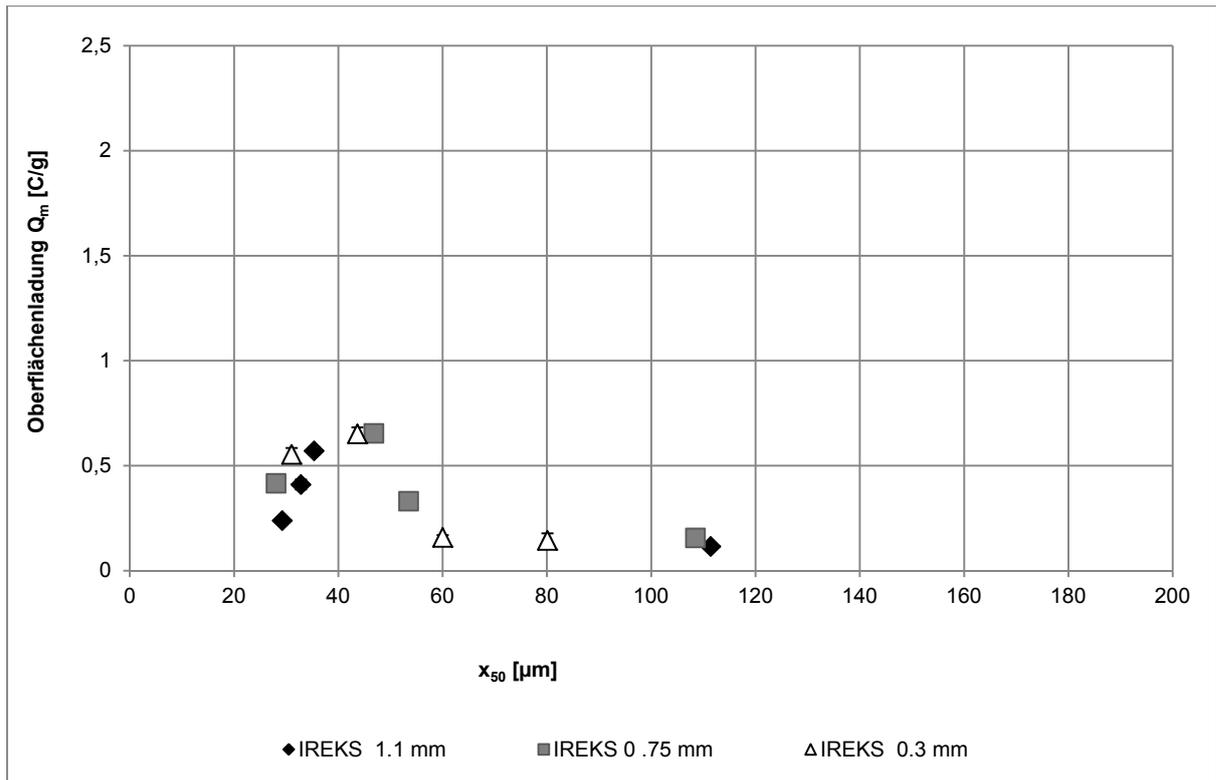


Abbildung 104: Oberflächenladungen verschiedener Malzschorffaktionen unterschiedlich fein vermahlener Malzproben, $n=3$, $\alpha=0,05$

Die Daten müssen kritisch betrachtet werden. Durch den für die Messung notwendigen Siebschnitt bei 300 μm wird vor allem aus den Klassen Spelzen und Griesse auch ein gewisser Teil an Feststoffen entfernt, welche dadurch nicht in der Messung der Oberflächenladung erfasst werden. Allerdings zeigen die Ergebnisse erneut recht deutlich, wie sich aus den einzelnen Malzfraktionen Agglomerate lösen und wie ihre Wirkung auf die Maische ist.

Unter dieser Berücksichtigung kann festgestellt werden, dass die Gesamtmaische eine von der Summe der einzelnen Fraktionen abweichende Oberflächenladung besitzt. Daraus lässt sich erkennen, dass die Maischeinhaltsstoffe als Gesamtheit andere wechselwirkende Eigenschaften aufweisen als die Einzelfraktionen.

Zudem lässt sich dadurch beweisen, dass die Oberflächenladung der Maische nicht rein von der Partikelgröße, sondern viel mehr von den gelösten Inhaltsstoffen und den vorhandenen Partikelkonzentrationen abhängt. Diese Feststellung ist wichtig im Hinblick auf mögliche Effekte der Oberflächenladung bei der Filtration im Läuterprozess.

5.5.2.3 Ergebnisse der zentrifugierten Maischen

Wie in Abbildung 105 zu sehen ist, weisen die zentrifugierten Maischen signifikant unterschiedliche Ladungen zu den unbehandelten Proben auf.

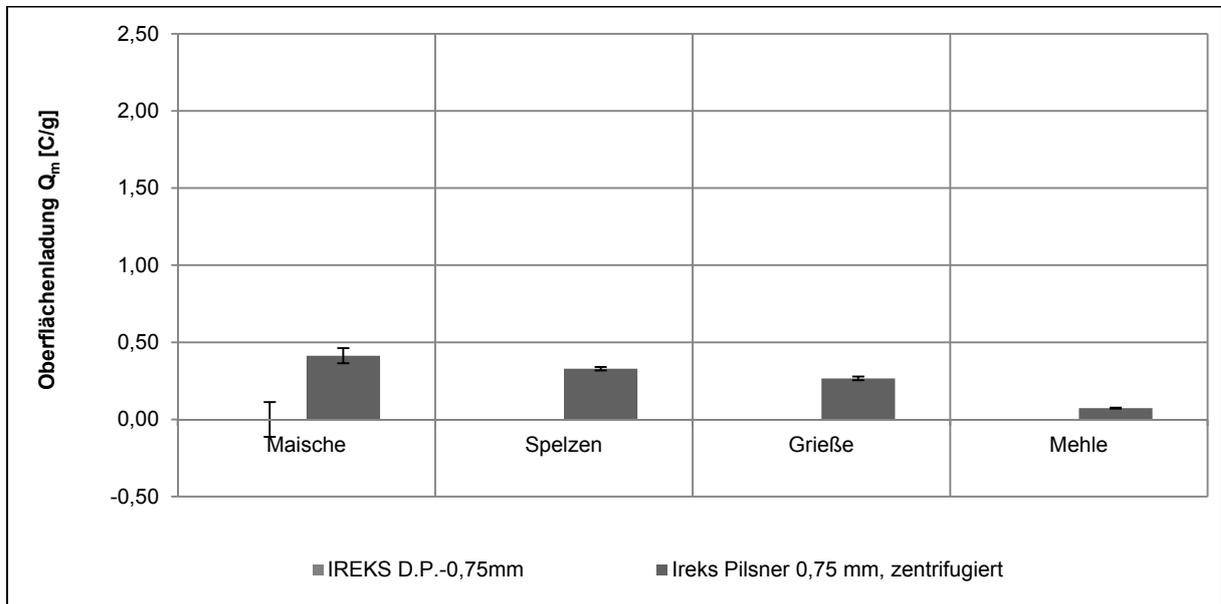


Abbildung 105: Oberflächenladungen der ursprünglichen sowie zentrifugierten Maischen, $n=3$, $\alpha=0,05$

Durch das Zentrifugieren wurden Partikeln $>5 \mu\text{m}$ abgeschieden. Die anschließend gemessenen Proben weisen mehr oder weniger große Unterschiede auf, welche umso größer sind, je mehr Feststoffe abgeschieden wurden. Es wird damit gezeigt, dass die gelösten Stoffe einen wesentlichen Anteil auf die Ladung der Maische besitzen.

5.5.3 Diskussion

Mit den Untersuchungen konnte reproduzierbar belegt werden, dass sich Malze in ihren Sorten, Schrotfeinheiten und Schrotfraktionen signifikant unterscheiden. Die von Müller gegebenen Anforderungen (vgl. 4.3.1) [63] wurden für diese Analytik eingehalten.

Das System Maische besteht aus einem breiten Spektrum von Partikeln, welche sich somit recht unterschiedlich auf die Gesamtladung der Maische auswirken. Ebenso ist ein Einfluss durch die kontinuierliche Phase vorhanden, in der eine Vielzahl von molekular gelösten Stoffen vorliegt.

Auf der Suche nach Quellen dieser Ladungen ist die Betrachtung der verschiedenen Maischen ein erster Ansatzpunkt. Die verschiedenen Fraktionen besitzen unter-

schiedliche Inhaltsstoffzusammensetzungen [10], wodurch auch eine unterschiedliche Ladung induziert wird.

Die stärkereiche Mehlfraktion zeigte in den Analysen die kleinste Oberflächenladung, aber den größten x_{50} -Wert. Diese Tatsache belegt unter Berücksichtigung der immer konstanten Masse welche gemischt wurde, dass durch die Stärke- bzw. Zuckermoleküle kein Einfluss auf die Oberflächenladung entsteht und die Ladung daher von anderen Inhaltsstoffen resultieren muss. Dies bestätigen Untersuchungen, welche Wongsagonup [139], Marsh [177] und Matsumoto [178] im Zusammenhang mit Kohlenhydraten durchgeführt haben. Einzig Benitez widerspricht diesen Ergebnissen, allerdings wurde in ihren Untersuchungen die Oberflächenladung in Abhängigkeit der Brix-Werte ermittelt. Brix-Werte umfassen alle Inhaltsstoffe [179].

Die aus den Spelzen resultierende Maischeprobe besitzt eine Oberflächenladung von $Q_m=0,331$ C/g. Damit liegt der Wert zwischen den Ladungen der Maischen aus den Mehlen und den Grießen.

Die Ladung resultiert offensichtlich aus Ionen, Proteinen sowie aus Stoffen der Spelzen. Analysen hierzu hat McCartney [180] durchgeführt. Diese zeigen, dass die Spelzen aus verschiedenen, geladenen Stoffen bestehen, welche sich während dem Maischvorgang in der Maische lösen. Beispielhaft ist dies an den Zusammenhängen zwischen der Ladung und der mittleren Partikelgröße zu sehen. So besitzen die Mehle eine Ladung von $Q_m=0,165$ C/g, während in der Spelzenmaische eine Ladung von $Q_m=0,331$ C/g gemessen wurde. Die Ladung der Grieß-Maische betrug $Q_m=0,432$ C/g und besaß damit die höchste Oberflächenladung.

Mit den festgestellten Einflüssen auf die Ladungsdichte kann hier die Vermutung aufgestellt werden, dass über diese Methode leicht eine Aussage über die Zusammensetzung des Malzes getroffen werden kann. Dies ist jedoch aufgrund der komplexen Zusammenhänge, Zusammensetzungen und Veränderungen in der Maische nicht trivial.

Als eine weitere Betrachtungsweise wurde die Ladungsbilanz der drei Fraktionen mit der Ladung der Gesamtmaische verglichen. Die normierten Werte sollten miteinander übereinstimmen. Die Untersuchungen ergaben jedoch, dass die Maische mit $Q_m=0,654$ wesentlich unter der Gesamtladung der Fraktionenbilanz liegt ($Q_m=0,912$). Diese Diskrepanz kann verschiedene Ursachen haben. So ist es z.B. möglich, dass

sich die Ladung aufgrund von Überlagerungsreaktionen in der Gesamtmaische anders entwickelt als in den fraktionierten Maischen. Auch spielt die Anzahl der vorhandenen Partikeln eine wichtige Rolle.

Durch die Veränderung der Ladung einer Probe lassen sich zusätzliche Informationen gewinnen. Abbildung 106 zeigt nochmals (vgl. Abbildung 33) die Veränderung der Ladung über den Lagerzeitraum.

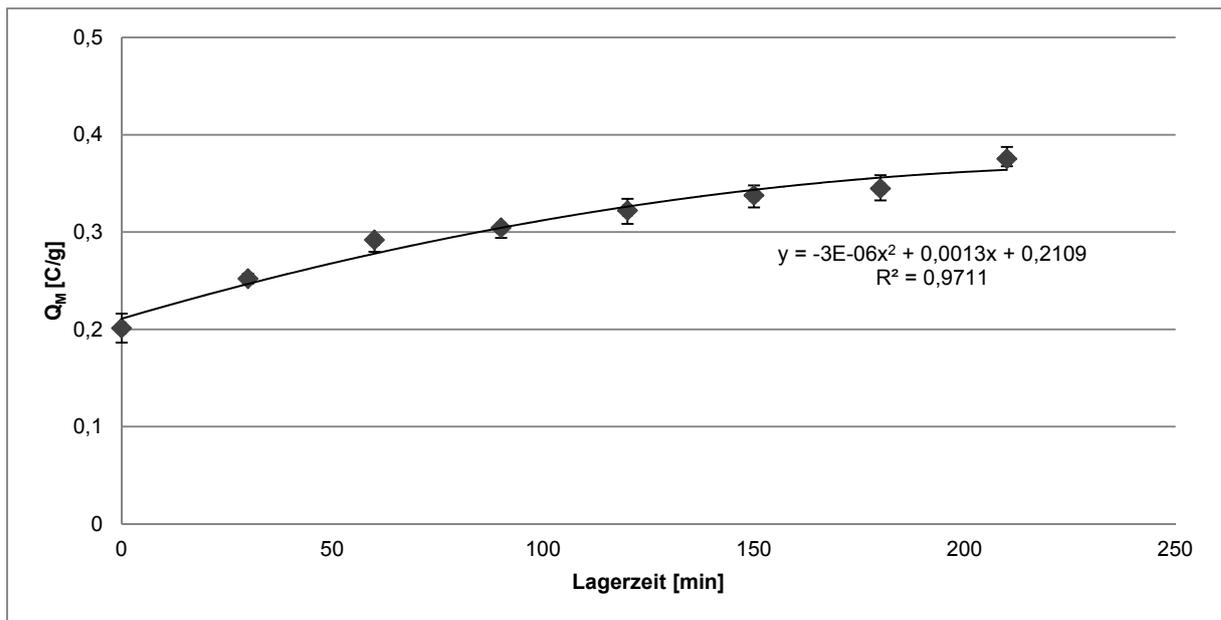


Abbildung 106: Veränderung der massenspezifischen Ladungsdichte Q_M bei Lagerung der Probe bei 20 °C, n=3, $\alpha=0,05$

Die Messpunkte der Ladungsdichte weisen einen polynomischen Verlauf von $y = -3E-06x^2 + 0,0013x + 0,2109$ mit einem Bestimmtheitsmaß von $R^2 = 0,9711$ auf. Fällungsvorgänge, wie z.B. eine Eiweißkoagulation oder Eiweißflokulation verändern das Suspensionsspektrum und führen dadurch zu einer Veränderung der Ladungsdichte. Dabei besteht prinzipiell die Möglichkeit, dass sich aus molekular gelöstem Eiweiß neue Partikeln bilden oder dass durch Agglomeration zu großen Partikeln die Partikelanzahl abnimmt.

Eine reaktionskinetische Auswertung [181] zeigt, dass es sich möglicherweise um eine Gesamtreaktionen 1. oder 2. Ordnung handelt, welche sich aus einer Mehrzahl von Einzelreaktionen zusammensetzt und alle einen Einfluss auf die Ladungsdichte besitzen. Eine Auswertung nach 1. Ordnung wird in Abbildung 107 gezeigt. Die Ladungsdichte besitzt eine Reaktionskonstante von $k_{QM} = 0,0024$ 1/min. Das Be-

Stimmtheitsmaß kann den direkten Zusammenhang für eine Reaktion 1. Ordnung jedoch nicht sicher darstellen.

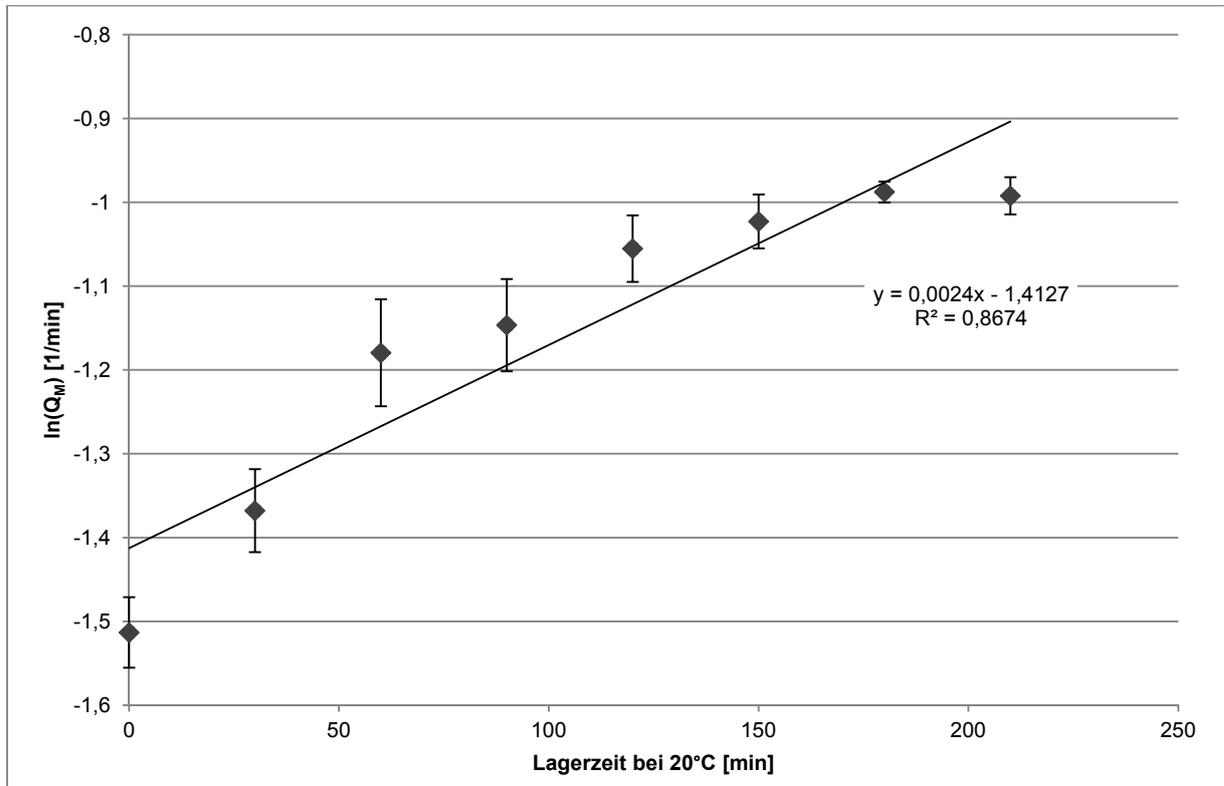


Abbildung 107: Reaktionskinetische Auswertung durch Logarithmieren der Ladungsdichte Q_M , Probe gelagert bei 20 °C, $n=3$, $\alpha=0,05$

Diese Ergebnisse stellen mit der Aufnahme von Aufnahme von Reaktionskinetiken eine weitere Anwendungsmöglichkeit dar.

Um die Möglichkeiten der Analysenmethode Ladungsmessung für den Brauprozess tiefer zu erschließen, werden tiefere Untersuchungen zum Einfluss auf den Läuterprozess und Untersuchungen zur Aufnahme von Reaktionskinetiken empfohlen.

6 Schlussfolgerungen

6.1 Viskositätsmessungen beim Maischen

Die Herrmann'schen Ergebnisse hinsichtlich verschiedener Einflüsse auf die Maischeviskosität konnten in diesen Untersuchungen durch Einflüsse der Malzqualität und verschiedenen Aufbereitungarten ergänzt werden. In Kombination mit den Partikelgrößenverteilungen der Maischen konnten zudem Erkenntnisse gewonnen werden, mit denen der Maischprozess aus verfahrenstechnischer Sicht weiter beschrieben werden kann.

Die Untersuchungsergebnisse, gerade im Vergleich des gut und des schlecht gelösten Malzes, zeigen, dass aus den beiden Viskositäten nicht immer die gleichen Rückschlüsse gezogen werden können. Zeigt die Viskosität der kontinuierlichen Phasen bei den unterschiedlichen Malzqualitäten kaum Unterschiede, ist dieser bei der Suspensionsviskosität signifikant vorhanden.

Für die Beurteilung der Maische und des Maischprozesses bedeutet dies, dass es generell möglich ist, mit diesen Methoden eine Qualitätsbeurteilung durchzuführen. Ein schlecht gelöstes Malz oder ein Malz mit zu geringer Enzymausstattung liefert höhere Werte im Drehmoment als ein gut gelöstes, enzymstarkes Malz. Allerdings bleibt zu bedenken, dass durch zahlreiche andere Einflüsse auf das Drehmoment eine differenzierte Aussage nicht ohne weiteres möglich ist.

Wie sich durch die Untersuchungen bestätigt hat, ist es damit möglich, den Verkleisterungspunkt zu überprüfen.

Diese Information im Labormaßstab zu gewinnen gestaltet sich einfach. Um sie aber im Großmaßstab zu integrieren, ist unter Berücksichtigung der oben beschriebenen limitierenden Faktoren noch Entwicklungsbedarf vorhanden.

Die Betrachtung der Leistungskurven von Rührwerken zeigt, dass die üblicherweise in Maischbottichen verbauten Rührwerke mit ihrer Ähnlichkeit zu Propellerrührern bei kleinen Reynoldszahlen eine kleine Ne-Zahl besitzen (Abbildung 108). Kann die Ne-Zahl erhöht werden, wird mit den in Kapitel 3.3.2.1 beschriebenen Grundlagen ein deutlicheres höheres Signal für das Drehmoment gemessen.

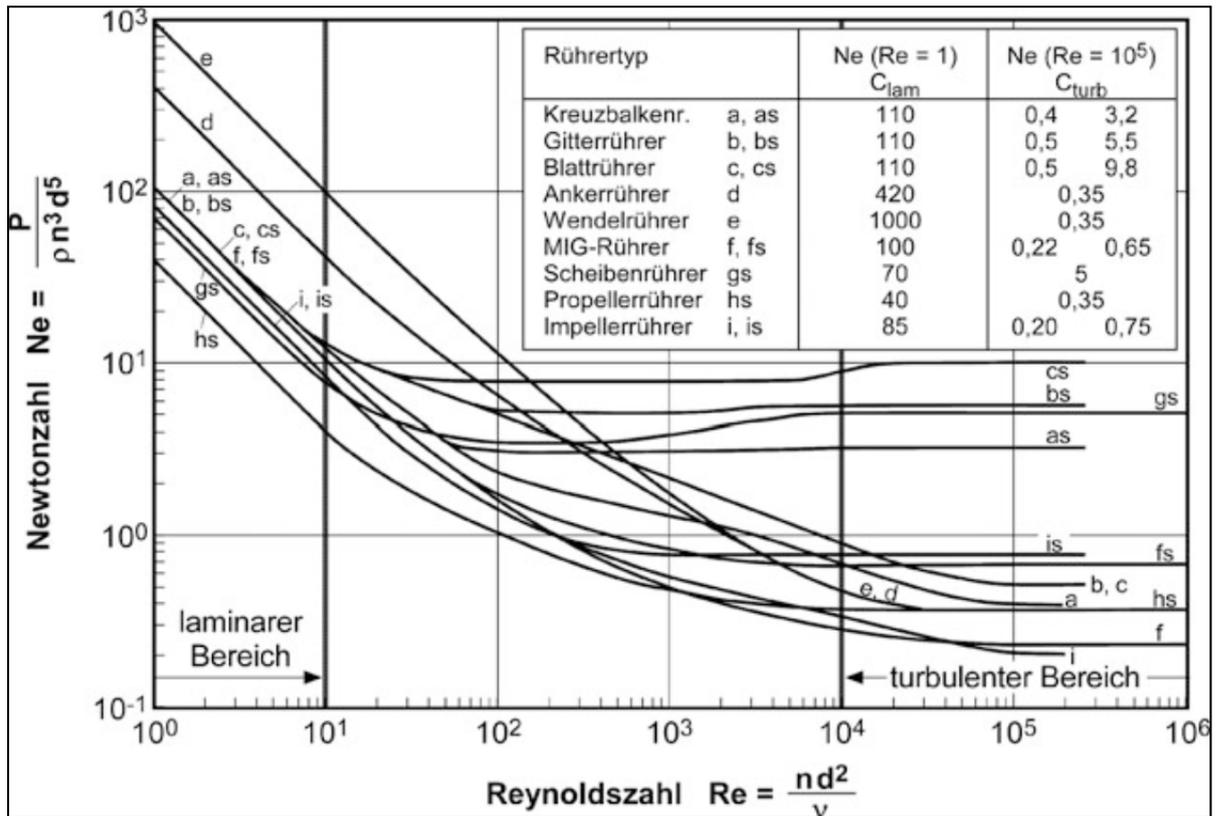


Abbildung 108: Leistungscharakteristika verschiedener Rührertypen nach Zlokarnik, s bedeutet Einbau eines Strömungsbrechers [182]

Auch der Einsatz von zwei gegenläufigen Rührern hat in Untersuchungen zu einer Verstärkung des Leistungssignals geführt [183]. Die Eignung für den Mischprozess muss noch überprüft werden, vor allem unter den Gesichtspunkten der Scherkraftbelastung und des Sauerstoffeintrages

6.2 Partikelgrößenmessungen beim Maischen

Mit der vorliegenden Arbeit wurde das erste Mal eine umfassende Beschreibung des Maischprozesses in Abhängigkeit der Partikelgrößenverteilung durchgeführt. Es konnte gezeigt werden, dass durch die Messung der Partikelgrößen Unterschiede in der Malzqualität, Sorte, Schrotung und Lösungsgrad detektiert werden können. Die durchgeführten Untersuchungen zur Partikelgrößenanalyse haben gezeigt, dass in der Betrachtung der Feinpartikeln der Maische noch Potential vorhanden ist, die Prozessvorgänge im Maischbottich besser zu verstehen und so zu optimieren.

Mit der zu Beginn entwickelten Analysenmethode wurde die Grundlage für die nachfolgenden Untersuchungen geschaffen. Bei Probennahmen außerhalb des Labors zeigten die gewonnenen Ergebnisse ohne passende Konservierung ausschließlich unlogische Werte. Nach der Entwicklung der Messmethode wurden erneut Proben au-

ßerhalb des Labors genommen. Diese wurden durch rasches Einfrieren konserviert, angemessen transportiert, vorbereitet und analysiert. Hier zeigte sich eine sehr gute Reproduzierbarkeit gegenüber nicht eingefrorenen, direkt vermessenen Proben. Die Analyse von Proben aus beliebigen Anlagen ist unter Einhaltung der Analysenvorschrift nun somit möglich.

Neben der Charakterisierung des Maischprozesses wurden mit der entwickelten Analysenvorschrift auch Treberkuchenanalysen durchgeführt. Es ergaben sich dadurch völlig neue Ansätze, den Treberkuchen sowie den Läuterprozess zu betrachten. Der größte Informationsgehalt in diesem Anwendungsgebiet wurde durch die Kombination mit einer Massenverteilung möglich, was durch die reine Laserbeugungsspektroskopie nicht durchgeführt werden kann.

6.3 Anwendung der Partikelgrößeninformationen für eine Inline-Steuerung des Maischprozesses

Mit den in dieser Arbeit gewonnenen Ergebnissen durch die Laserbeugungsspektroskopie wurden Grundlagen geschaffen, die für eine Inline-Steuerung des Maischprozesses in Abhängigkeit der Partikelgröße eingesetzt werden können. Erste Untersuchungen mit Photonen-Dichtewellen-Spektroskopie wurden erfolgreich durchgeführt. Wird dieses Verfahren weiterentwickelt und intensiv auf den Maischprozess angepasst, wird es möglich sein, den Maischprozess inline-gesteuert minutengenau zu führen und somit wertvolle Zeit einzusparen.

Auch mit der Photonen-Dichtewellenspektroskopie konnten Unterschiede bei verschiedenen Malzqualitäten festgestellt werden. Auch hier ist es denkbar, dass durch weiterführende Untersuchungen ein schnelles Analysenverfahren zur Beurteilung der Malzqualität geschaffen werden kann.

6.4 Nutzen der Informationen Maischeviskosität und Partikelgrößenverteilung zur Maischebeurteilung

Die in dieser Arbeit gewonnenen Erkenntnisse zur Maischeviskosität und zur sich verändernden Partikelgrößenverteilung während des Maischprozesses konnten in einen guten Zusammenhang gebracht werden und somit eine Reihe von Informationen zur Beurteilung sowohl der Malz- als auch der Maischequalität ermöglicht.

Der Einsatz dieser Messtechniken stellt sowohl im Labor als auch im Großmaßstab eine Erweiterung des Analysenspektrums dar. Sie können einzeln oder kombiniert über ein Multi-Analysetool ebenfalls eine Inline-Steuerung des Maischprozesses ermöglichen.

6.5 Nutzen der Visualisierung des Stärkekornerhaltens

Für die Untersuchungen dieser Arbeit dienten die Analyse der Stärkekörner und ihr Verhalten unter dem Mikroskop der Validierung und Beschreibung des Maischprozesses. Der Versuchsaufbau, welcher für diese Arbeit nochmals weiterentwickelt wurde, ermöglicht es, mikroskopische Prozesse mit ihrem Temperaturverhalten darzustellen. Die damit gewonnenen Informationen fördern das Verständnis von Prozessabläufen und werden bereits erfolgreich in der Lehre eingesetzt.

6.6 Ladungstitration als Analysenmethode des Maischprozesses

Aus der Kenntnis der Ladungsdichte der Maische ist ebenfalls noch sehr viel Potential zu erwarten. Zwar hängt diese Analysenmethode von einer Vielzahl von Einflussfaktoren ab, die Erfahrungen anderer Industrien versprechen aber eine erfolgreiche Anwendbarkeit auch im Sudhausbereich. Wie in den Untersuchungen gezeigt wurde, ist es auch damit möglich, unterschiedliche Malzsorten und Malzqualitäten rasch zu unterscheiden.

Die Möglichkeit der Proteingehaltsbestimmung durch Ladungstitration oder die Aufnahme reaktionskinetischer Kenngrößen stellen weitere Anwendungsgebiete dar. Bei einer erfolgreichen Entwicklung einer Proteinmessmethode wäre damit die Möglichkeit gegeben, zeitaufwändige Analysen wie z.B. die Kjeldal-Analyse durch eine schnellere Methode zu ersetzen.

Die Anwendung im Hinblick auf die Filtrationseffekte beim Läutern ist ein weiteres Einsatzgebiet, welches bislang noch nicht genutzt wird. Stellt sich heraus, dass die Ladungen auf den Läuterprozess einen signifikanten Einfluss besitzen, kann durch entsprechende Gegenmaßnahmen dieser Prozess optimiert und beschleunigt werden.

6.7 Möglichkeiten zur Optimierung des Läuterprozesses

Die gewonnenen Erkenntnisse konnten bereits auf den Läuterprozess übertragen werden. Es wurde dabei festgestellt, dass die Partikelgröße einen gewissen Einfluss auf

das Filtrationsverhalten besitzt, jedoch schwächer ist als der Effekt der Feststoffkonzentration an sich. Untersuchungen von Bühler [7, 184, 185] und Kreis [62] konnten damit im Wesentlichen bestätigt werden.

In einer weiteren Anwendung konnten mit der Partikelgrößenanalyse Strömungsverläufe und Rückhalteraten von Partikeln im Treberkuchen betrachtet werden. Damit kann das Ablaufverhalten von Läuterbottichen auf einem neuen Weg beurteilt werden, wodurch sich neue Ansätze ergeben, diesen Prozessschritt besser zu verstehen und zu optimieren.

7 Zusammenfassung

Verfahrenstechnische Dispersitätsanalysen stellen eine verfahrenstechnische Disziplin dar, welche in der Brauindustrie zur Erweiterung der Kenntnisse und Optimierung der Prozesse noch viel Potential besitzt. Die Kenntnis verschiedener Kennzahlen wie Partikelgröße, Partikelform oder Partikelladung eröffnet die Möglichkeit, Vorgänge zu beschreiben und zu charakterisieren.

Im Brauprozess spielen sowohl beim Maischen als auch beim Läutern die Partikel eine wichtige Rolle. Durch die Partikelgröße werden beim Maischen Vorgänge wie Wasser- oder Enzymdiffusion in das Stärkekorn oder die Zuckerdiffusion aus dem Stärkekorn heraus beeinflusst. Je kleiner die Partikel ist, desto größer ist die spezifische Oberfläche. Dadurch werden Diffusionsvorgänge beschleunigt, was zu Zeiteinsparungen und Ausbeutesteigerungen führen kann.

Im Läuterprozess spielt die Partikelgröße ebenfalls eine wichtige Rolle. Sie nimmt Einfluss auf den Aufbau des Filterkuchens und auf die Qualität des Filtrationsprozesses.

Ziel dieser Arbeit war es, in einem ersten Schritt Messverfahren zur Charakterisierung des dispersen System Biermaische zu entwickeln, um sie in einem zweiten Schritt anzuwenden.

Es wurde ein Messverfahren entwickelt, welches es ermöglicht, die Partikelgrößenverteilung von feinen Partikeln der Biermaische, welche aufgrund biochemischer Abbauprozesse einer ständigen Änderung unterworfen sind, schnell und reproduzierbar zu messen. Die Messmethode wurde sowohl für frische Proben direkt nach der Entnahme als auch für extern gewonnene Proben mit Tiefkühlagerung entwickelt und validiert.

Mit dieser Methode wurden anschließend verschiedene Maischen analysiert. Diese Maischen wurden aus verschiedenen Malzen, unterschiedlichen Malzqualitäten und variierten Schrotfeinheiten hergestellt. Es zeigte sich, dass in Abhängigkeit des Ausgangsrohstoffes signifikant unterschiedliche Partikelgrößenverteilungen gemessen werden. Es besteht die Möglichkeit, über den Maischprozess den momentanen Zustand der Maische erfassen. Allerdings sind der Laserbeugungsspektroskopie bei einer Inline-Anwendung dabei gewisse Grenzen gesetzt. In orientierenden Messun-

gen mit der Photonen-Dichtewellen-Spektroskopie an der Universität Potsdam konnten erste Erfahrungen zur Installation einer Inline-Steuerung zur Maischeprozessführung in Abhängigkeit der Partikelgrößenverteilung durchgeführt werden.

Als zweite Messmethode wurde ein Verfahren für die Messung der Ladungsdichte in Maische entwickelt. Die Reproduzierbarkeit der Analysen ermöglicht es, Maische anhand ihrer Ladungsdichte zu charakterisieren. Auch hier wurden mit unterschiedlichen Malzen in verschiedenen Aufbereitungsstufen Untersuchungen durchgeführt. Die Ergebnisse zeigten auch hier, dass zwischen den verschiedenen Maischen signifikante Unterschiede vorhanden sind.

Die Ergebnisse der Ladungsmessung stellen eine Basis für weitergehende Untersuchungen zur Analyse des Läutervorganges dar. Auch ist es denkbar, dass eine Analysenmethode zur Bestimmung des Eiweißgehaltes durch Ladungstitration etabliert werden kann.

8 Summary

The analysis of disperse systems represents a procedural discipline, which still has a lot of potential in the brewing industry to increase the knowledge and optimization of processes. The knowledge of various indicators such as particle size, particle shape or particle charge makes it possible to describe and characterize processes.

In the brewing process, particles play an important role both during mashing and lautering. Through the particle size, processes such as water and enzyme diffusion into the starch granule or sugar diffusion out of the starch granule can be influenced. The smaller the particles are, the larger the specific surface area. Thus diffusion processes are accelerated, which leads to time savings and a higher efficiency.

In the lautering process, the particle size also plays an important role. It influences the structure of the filter cake and the quality of the filtration process.

The aim of this work was to develop measurement methods for the characterization of the disperse system beer mash in a first step, and to apply them in a second step.

A measurement method was developed which makes it possible to measure the particle size distribution of fine particles of beer mash quickly and reproducibly. These particles are subjected to a permanent change due to biochemical degradation processes. The measurement method was developed and validated for two scenarios: fresh samples immediately after taking and frozen samples taken externally.

Using this method, different mashes were analyzed. These mashes were prepared from different malts, different malt qualities and different grinding methods. It was shown that depending on the raw material significantly different particle size distributions can be measured. With the measurement system it is possible to detect the current status of the mash during the whole mashing process. However, the laser diffraction spectroscopy has some limits in an in-line application. In initial measurements with photon density wave spectroscopy at the University of Potsdam first experiments for installing an in-line control for mashing process control were carried out.

The second developed measurement method was for determine the particle charge of mash. The reproducibility of the analysis makes it possible to characterize mash on the basis of their particle charge density. Here, too, studies were carried out with

different types of malt and different treatment of them. The results also show that significant differences exist between the different resulting mashes.

The results of the particle charge measurement provide a basis for further studies on the analysis of the lauter tun. It is also possible that an analysis method for the determination of protein content can be established by the particle charge titration.

9 Quellennachweise und Literatur

9.1 Eigene Veröffentlichungen

Teile dieser Dissertation wurden in folgenden Publikationen veröffentlicht:

- Tippmann, J. : **Correlation between fineness of malt grist and particle size on the conversion during mashing and filtration process**. *Filtech 2007 - PAPER Volume I*. Filtech 2007, Wiesbaden. 2007.
- Tippmann, J., Voigt, J., Sommer, K. : **Maischen und Läutern aus verfahrenstechnischer Sicht**. Der Weihenstephaner, 1. 2008.
- Tippmann, J., Voigt, J., Sommer, K. : **Correlation Between Fineness of Malt Grist and Particle Size and Conversion During the Mashing and Filtration Process**. MBAA TQ 45, 1, S. 8–12. 10.1094/TQ-45-1-0008. 2008.
- Tippmann, J., Voigt, J., Sommer, K. : **Influences on the wort flow in the lautering process during beer production**. Proceedings of the 10th World Filtration Congress, Leipzig. 2008.
- Tippmann, J., Voigt, J., Sommer, K. : **Procedural operation units during mashing and lautering**. Proceedings of the World Brewing Congress 2008, Honolulu, HI, USA. 2008.
- Tippmann, J., Voigt, J., Sommer, K.: **Partikelmessverfahren zur Beurteilung der Maisch- und Läuterarbeit**. Chemie Ingenieur Technik 80, 9, S. 1427–1428. 10.1002/cite.200750538. 2008.
- Tippmann, J., Voigt, J., Sommer, K. : **"Bubble bobble" in the lauter tun - A new way for mash separation in the brewhouse**. Proceedings Filtech 2009, Wiesbaden. 2009.
- Tippmann, J., Voigt, J., Sommer, K. : **What happens during mashing – a closer look on the behavior of the particles during the mashing process**. *Proceedings*. 31th Asia Pacific Section Convention 2010 of the Institute of Brewing and Distilling, Gold Coast, Australia. 2010.
- Tippmann, J., Scheuren, H., Heinzerling, M., Henke, S., Voigt, J., Sommer, K.: **In einem Zug - Erhöhung des Volumenstroms und Reduktion des DMS-Gehaltes - ein Ansatz für ein effizienteres Läutern**. Brauindustrie, 4, S. 18–21. 2010.
- Tippmann, J., Voigt, J., Sommer, K. : **New investigations on the process technology of mashing and lautering**. *Proceedings*. 123th Anniversary Convention of the Master Brewer Association of the Americas MBAA, Providence, RI, USA. 2010.
- Scheuren, H. and Tippmann, J. : **Verfahren zur Würzebehandlung während des Läutervorgangs sowie Vorrichtung zur Läuterung**, DE 102009004929 A1. 2010.
- Tippmann, J., Scheuren, H., Voigt, J., Sommer, K.: **Procedural Investigations of the Lautering Process**. Chem. Eng. Technol 33, 8, S. 1297–1302. 10.1002/ceat.201000109. 2010.
- Tippmann, J., Voigt, J., Sommer, K.: **Measuring Particle Size Distribution of Mash with Laser Diffraction to Evaluate the Process Success**. BrewingScience 64, 2, S. 13–21. 2011.

Tippmann, J., Lauer, J., Voigt, J., Sommer, K.: **Vom Äquivalentdurchmesser zur Idealform - Möglichkeiten zur verfahrenstechnischen Charakterisierung von Maische durch Partikeltechnologie.** Brauindustrie, 8, S. 40–43. 2011.

9.2 Literatur

- [1] Eßlinger, H. M., Ed. 2009. : **Handbook of Brewing. Chapter 7: Wort Production.** Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, Germany. 9783527623488.
- [2] Hornsey, I. S. : **A history of beer and brewing.** Royal Society of Chemistry, Cambridge. 2003.
- [3] Strange, T. and Bayley, A. : **Nachhaltige Entwicklung. Wirtschaft, Gesellschaft, Umwelt im Zusammenhang betrachtet.** OECD Publishing. 2009.
- [4] Fratzscher, W. and Meinicke, K.-P. : **Verfahrenstechnik und Wiedervereinigung.** Cremer, H.: *VDI und Verfahrenstechnik.* Akademie Verlag, Berlin. 1997. <http://www.worldcat.org/oclc/36798436>.
- [5] Pieper, C., Handel, K. : **Auf der Suche nach der nationalen Innovationskultur Deutschlands - die Etablierung der Verfahrenstechnik in der BRD/DDR seit 1950.** *Freiberger Arbeitspapiere.* Aufsatz, Technische Universität Bergakademie Freiberg. Fakultät für Wirtschaftswissenschaften, Freiberg. 2003.
- [6] Schubert, H. : **Handbuch der Mechanischen Verfahrenstechnik.** in 2 Bdn. WILEY-VCH, Weinheim. 2003.
- [7] Bühler, T. : **Effects of Physical Parameters in Mashing on Lautering Performance.** Dissertation, Loughborough University, Loughborough. 1996.
- [8] Schwill-Miedaner, A., Flocke, R., Sommer, K.: **Zusammenhänge zwischen Malzauflösung und Partikelgrößenverteilung des Schrottes.** Brauwelt, 12, S. 412–415. 1997.
- [9] Herrmann, J. : **Entwicklung von Messmethoden zur Untersuchung der rheologischen Eigenschaften der Maische.** Dissertation, Technische Universität München. Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde, Freising-Weihenstephan. 2002.
- [10] Narziß, L. and Back, W. : **Die Technologie der Würzebereitung.** Die Bierbrauerei / Ludwig Narziß; Werner Back ;2. WILEY-VCH, Weinheim, Bergstr. 2009.
- [11] Schwill-Miedaner, A., Miedaner, H.: **Leistung steigern und Energie sparen. Teil 1.** Brauwelt, Jubiläumsausgabe, S. 84–89. 2011.
- [12] Gupta, M., Abu-Ghannam, N., Gallagher, E.: **Barley for Brewing: Characteristic Changes during Malting, Brewing and Applications of its By-Products.** *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety* 9, 3, S. 318–328. 10.1111/j.1541-4337.2010.00112.x. 2010.
- [13] Schütz, M., Hartmann, K., Herrmann, M., Keßler, M., Kreis, S., Krottenthaler, M., Schneeberger, M., Thiele, F., Zarnkow, M., Back, W., Mezger, R.: **Analytische Kontrollmöglichkeiten technologischer Prozesse. Teil 1.** Brauwelt, 8-9, S. 216–220. 2006.
- [14] Maruhashi, T., Gastl, M., Becker, T., Narziß, L.: **Auswirkungen von proteolytischer Malzlösung und Maischintensität auf die Bierqualität.** Brauwelt, 14, S. 430–436. 2011.
- [15] Back, W. : **Ausgewählte Kapitel der Brauereitechnologie.** Hans Carl, Nürnberg. 2008. <http://www.worldcat.org/oclc/65184057>.

- [16] Eßlinger, H. M., Ed. 2009. : **Handbook of Brewing. Chapter 6: Malting**. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, Germany. 9783527623488.
- [17] Arbeitsgemeinschaft zur Förderung des Qualitätsgerstenanbaues im Bundesgebiet e.V. (Braugersten-Gemeinschaft), Ed. 2010. : **Braugersten Jahrbuch 2010**, München.
- [18] Palmer, G. H.: **Ultrastructure of endosperm and quality**. Options Méditerranéennes, 20, S. 19–29. 1991.
- [19] Brandstetter, A., Ed. 2011. : **Markus Herz: "Züchtungsfortschritt in der Malzqualität von Winterbraugerste"**. 61. Tagung Vereinigung der Pflanzzüchter und Saatgutkaufleute Österreichs; Höhere Bundeslehr- und Forschungsanstalt für Landwirtschaft Raumberg-Gumpenstein, 23.-25. November 2010. Höhere Bundeslehr- und Forschungsanst. für Landwirtschaft Raumberg-Gumpenstein, Irdning. 978-3-902559-53-1.
- [20] Stieß, M. : **Mechanische Verfahrenstechnik - Partikeltechnologie I. Band 1**. Springer, Berlin, Heidelberg. 2009.
- [21] Schwill-Miedaner, A. : **Verfahrenstechnik im Brauprozess**. Fachverlag Hans Carl, Nürnberg. 2011.
- [22] Schöffel, F.: **Pulverisierung von Malz**. Brauwissenschaft 25, 10, S. 301–312. 1972.
- [23] Bahnke, F., Nuber, C.: **AlloySius – Vom Vormaischer zum Maischefertiger**. Brauwelt, 28, S. 768–769. 2007.
- [24] Langenhan, R.: **Influence of modern milling methods on mashing/lautering**. Brew. Distill. Int. 23, 5, S. 16–17. 1992.
- [25] Binkert, J., Haertl, D., Lindner, M.: **Trockenschrot auf neuen Wegen**. Brauwelt, 36, S. 1164, 1166–1168. 2005.
- [26] Menger, H.-J. and Keller, U. : **Advantages of whole grain conditioning (WGC) for milling with roller mills (RM) and lautering with a lauter tun (LT)**. World Grains Summit 2006, San Francisco, CA, USA. 2006.
<http://www.wgsummit.org/program/pdfs/ProgramBook.pdf>.
- [27] Menger, H.-J.: **Advantages of Fine Wet Milling with a Rotor/Stator System and Lautering with a Thin-Layer Chamber Mash Filter**. MBAA TQ 43, 1, S. 52–57. 2006.
- [28] Methner, F.-J., Schneid, R., Nüter, C.: **Einfluss des Maischsystems „Shakesbeer“ auf Heizraten und den Extraktgehalt der resultierenden Würzen**. Brauwelt, 41-42, S. 1132–1134. 2007.
- [29] n.n. : **steinecker ShakesBeer. Das optimierte Maischsystem**, Neutraubling. 2009. Accessed 3 November 2010.
- [30] Schneid, R. : **Verfahrenstechnische Beeinflussungen des Maischens sowie dessen Auswirkungen auf den Brauprozess und die Bierqualität**. Dissertation, Technische Universität Berlin. Institut für Biotechnologie, Berlin. 2009.
- [31] Schneid, R., Liebl, K.: **ShakesBeer improves filterability characteristics**. Brauwelt International, I, S. 48–50. 2010.
- [32] Herrmann, J., Sommer, K.: **Development of a Device to Determine the Rheology of Mash**. MBAA TQ 38, 1, S. 55–58. 2001.
- [33] Goode, D. L., Wiltschko, E. A., Ulmer, H. M., Arendt, E. K.: **Application of the Rapid Visco Analyser as a Rheological Tool for the Characterisation of Mash Viscosity as Affected by the Level of Barley Adjunct**. J. Inst. Brew. 111, 2, S. 165–175. 2005.

- [34] Goode, D. L., Rapp, L., Schober, T. J., Ulmer, H. M.: **Development of a New Rheological Laboratory Method for Mash Systems—Its Application in the Characterization of Grain Modification Levels.** J. Am. Soc. Brew. Chem. 63, 2, S. 76–86. 2005.
- [35] Goode, D. L., Ulmer, H. M., Arendt, E. K.: **Model Studies to Understand the Effects of Amylase Additions and pH Adjustment on the Rheological Behaviour of Simulated Brewery Mashes.** J. Inst. Brew. 111, 2, S. 153–164. 2005.
- [36] Herrmann, J., Schwill-Miedaner, A., Sommer, K.: **Viskositätsmessungen mit dem Physica-Rheoswing RSD 1-1®.** Brauwelt, 28/29, S. 1313–1315. 1999.
- [37] Hoog, D., Senge, B., Annemüller, G.: **Rheologische Kontrolle von Labormaischen.** Brauwelt 137, 37, S. 1606–1611. 1997.
- [38] Hoog, D., Annemüller, G., Senge, B.: **Rheologische Kontrolle des großtechnischen Maischprozesses.** Brauwelt 138, 19, S. 858–865. 1998.
- [39] Annemüller, G., Senge, B.: **Viskositätsmessungen in Maischen mit dem Physica-Rheoswing RSD 1-1.** Brauwelt, 9/10, S. 346–350. 2000.
- [40] Senge, B., Annemüller, G., Schwarzlos, M., Blochwitz, R., Böhm, W.: **Rheologische Untersuchungen des Maischprozesses mittels Inline/Online-Meßverfahren.** Brauwelt 136, 9, S. 401-408 und 420-422. 1996.
- [41] Hoog, D.: **Rheologische Untersuchungen von Malzmaischen.** Dissertation, Technische Universität Berlin. Fakultät für Prozesswissenschaften, Berlin. 2003.
- [42] Michel, R., persönliche Mitteilung. mündlich an Tippmann, J., Freising-Weihenstephan. 2009.
- [43] Menger, H.-J.: **Mechanische Zerkleinerung der Rohstoffe in der Brautechnologie: Interdisziplinäre Zusammenhänge zwischen dem Schroten, Maischen und der Läuterarbeit.** 1. Hochschulkurs Verfahrenstechnik im Sudhaus. 2009.
- [44] Götz, J., Schneider, J., Först, P., Weisser, H.: **A Comparative Nuclear Magnetic Resonance and Rheological Study on Mash and Spent Grain Suspensions Worts and Carbohydrate Solutions.** J. Am. Soc. Brew. Chem. 61, 1, S. 37–47. 2003.
- [45] Holmes, G.: **Uses for the Rapid Viscoanalyser in a Brewery.** MBAA TQ 32, 2, S. 72–75. 1995.
- [46] Mitzscherling, M.: **Prozeßanalyse des Maischens mittels statistischer Modellierung.** Dissertation, Technische Universität München. Lehrstuhl für Fluidmechanik und Prozeßautomation, Freising-Weihenstephan. 2004.
- [47] Marc, A., Engasser, J. M., Moll, M., Flayeux, R.: **A kinetic model of starch hydrolysis by α - and β -amylase during mashing.** Biotechnol. Bioeng 25, 2, S. 481–496. 10.1002/bit.260250214. 1983.
- [48] Koljonen, T.: **Simulation of the mashing process.** Dissertation, Helsinki University of Technology. Technical Research Centre of Finland, Espoo, Finland. 1995.
- [49] Müller, R.: **A mathematical model of the formation of fermentable sugars from starch hydrolysis during high-temperature mashing.** Enzyme and Microbial Technology 27, 3-5, S. 337–344. 10.1016/S0141-0229(00)00218-0. 2000.
- [50] Hämäläinen, J. J., Koljonen, T., Stenholm, K., Pietilä, K.: **A Simulation Model for Planning of the Mashing Process.** MBAA TQ 34, 1, S. 313–319. 1997.

- [51] Einsiedler, F. : **Experimentelle Untersuchung und Modellierung komplexer biochemischer und technologischer Prozesse am Beispiel des Maischens**. Dissertation, Technische Universität München. Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde, Freising-Weihenstephan. 1997.
- [52] Brandam, C., Meyer, X. M., Proth, J., Strehaiano, P., Pingaud, H.: **An original kinetic model for the enzymatic hydrolysis of starch during mashing**. Biochemical Engineering Journal 13, 1, S. 43–52. 10.1016/S1369-703X(02)00100-6. 2003.
- [53] Ferenczy, L., Bendek, G.: **Untersuchungen der Veränderung der Würzproteinzusammensetzung während des Maischprozesses mit der SDS-PAGE-Gelelektrophorese und deren Einfluss auf das Abläutern**. Monatsschrift für Brauwissenschaft, 5, S. 191–200. 1991.
- [54] Scheuren, H., Tippmann, J., Voigt, J., Sommer, K. : **Prediction of malt sugar content in converted mash**. 30th Asia Pacific Section Convention 2008 of the Institute of Breweing and Distilling, Auckland, New Zealand. 2008.
- [55] Mitzscherling, M., Becker, T., Delgado, A., Back, W., Krottenthaler, M., Kühbeck, F.: **Online Monitoring of Gravity, FAN and beta-Glucan during Mashing**. J. Inst. Brew. 113, 3, S. 293–301. 2007.
- [56] n.n. : **Maischprozesssimulation - Modellbasierte Unterstützung bei der Entwicklung, Führung und Überwachung der Depolymerisation von Naturpolymeren am Beispiel des Maischprozesses**. AiF 16542 N, Bonn. 2011.
- [57] Ruscitti, O., Franke, R., Hahn, H., Babick, F., Richter, T., Stintz, M.: **Zum Einsatz der Partikelmesstechnik in der Prozessintensivierung**. Chemie Ingenieur Technik 80, 1-2, S. 191–199. 10.1002/cite.200700168. 2008.
- [58] Schneider, J. : **Dynamische Mikrofiltration von Feinstschrotmaische mit oszillierenden Membranen**. Dissertation, Technische Universität München. Lehrstuhl für Brauereianlagen und Lebensmittel-Verpackungstechnik, Freising-Weihenstephan. 2001.
- [59] Huige, N. J., Westermann, D. H.: **Effect of Malt Particle Size Distribution on Mashing and Lautering Performance**. MBAA TQ 12, 1, S. 31–40. 1975.
- [60] Nieroda, J. : **Einfluss der Schrotfeinheit auf den Maischprozess**. Diplomarbeit, Technische Universität München. Lehrstuhl für Brauereianlagen und Lebensmittel-Verpackungstechnik, Freising-Weihenstephan. 1998.
- [61] Schwill-Miedaner, A. : **Ausgewählte Aspekte zur Technologie der Würzebereitung**. Habilitation, Technische Universität München. Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde, Freising-Weihenstephan. 2000.
- [62] Kreis, S. : **Der Einfluss von Polysacchariden aus Malz, Hefe und Bakterien auf die Filtrierbarkeit von Würze und Bier**. Dissertation, Technische Universität München. Lehrstuhl für Technologie der Brauerei I und Getränketechnologie, Freising-Weihenstephan. 2002.
- [63] Müller, R. H., Nitzsche, R., Paulke, B.-R. : **Zetapotential und Partikelladung in der Laborpraxis**. Einführung in die Theorie, praktische Messdurchführung, Dateninterpretation ; Colloidal drug carriers (cdc) 1st expert meeting Berlin 15. - 17. 6 1995 ; mit 24 Tabellen. Wiss. Verl.-Ges., Stuttgart. 1996.
<http://www.worldcat.org/oclc/614267007>.
- [64] Ilberg, V. : **Untersuchung des Abscheidemechanismus von Submikronpartikeln an Membranen**. Dissertation, Technische Universität München. Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde, Freising-Weihenstephan. 1996.

- [65] Christian, M., Titze, J., Ilberg, V., Jacob, F.: **Novel Perspectives in Gushing Analysis: A Review**. J. Inst. Brew. 117, 3, S. 295–313. 2011.
- [66] Christian, M.: **Einflussfaktoren, Entstehung und Analytik des Phänomens Gushing**. Dissertation, Technische Universität München, Freising-Weihenstephan. 2011.
- [67] Titze, J., Christian, M., Ilberg, V., Jacob, F.: **Particle Analysis - A Combined Method to Analyze the Colloidal Characteristics of Particles**. BrewingScience 63, May/June, S. 62–71. 2010.
- [68] Titze, J., Ilberg, V.: **Ladungstitration zur Charakterisierung hoch molekularer Stickstoffverbindungen während des Würzekochens**. Brauwelt, 15/16, S. 456–459. 2010.
- [69] Titze, J., Ilberg, V., Jacob, F., Parlar, H.: **Einsatzmöglichkeiten der Ladungstitrationsmethode zur Beurteilung der chemisch-physikalischen Bierstabilität, Teil 1**. Brauwelt, 18/19, S. 506–509. 2008.
- [70] Titze, J., Ilberg, V., Jacob, F., Parlar, H.: **Einsatzmöglichkeiten der Ladungstitrationsmethode zur Beurteilung der chemisch-physikalischen Bierstabilität, Teil 2**. Brauwelt, 23, S. 624–627. 2008.
- [71] Titze, J., Christian, M., Jacob, F., Parlar, H., Ilberg, V.: **The Possibilities of Particle Analysis Demonstrated by the Measurement of the Colloidal Stability of Filtered Beer**. Journal of the Institute of Brewing 116, 4, S. 405–412. 10.1002/j.2050-0416.2010.tb00791.x. 2010.
- [72] Titze, J., Herrmann, A., Ilberg, V.: **Ein chemisch-physikalischer Erklärungsansatz**. Brauindustrie, 4, S. 14–17. 2012.
- [73] Titze, J.: **Theoretische und praktische Aspekte bei der Anwendung der Ladungstitrationsmethode zur schnelleren Vorhersagbarkeit der kolloidalen Stabilität untergäriger Biere**. Dissertation, Technische Universität München, Freising-Weihenstephan. 2013.
- [74] Forster, C.: **Der Einfluss der Darrtechnologie auf die Malz- und Bierqualität**. Dissertation, Technische Universität München. Lehrstuhl für Brauereitechnologie I, Freising-Weihenstephan. 1996.
- [75] Hertel, M.: **Das Ausdampfverhalten von Aromastoffen während der Würzekochung**. Dissertatoin, Technische Universität München. Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde, Freising-Weihenstephan. 2007.
- [76] Meilgaard, M.: **Flavor chemistry of beer: part ii: flavour and threshold of 239 aroma volatiles**. MBAA TQ 12, 3, S. 151–168. 1975.
- [77] Anness, B. J., Bamforth, C. W.: **DIMETHYL SULPHIDE—A REVIEW**. Journal of the Institute of Brewing 88, 4, S. 244–252. 10.1002/j.2050-0416.1982.tb04101.x. 1982.
- [78] Eßlinger, H. M., Ed. 2009.: **Handbook of Brewing. Chapter 15: Properties and Quality**. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, Germany. 9783527623488.
- [79] Pfenniger, H. B.: **Brautechnische Analysenmethoden - Band III. Methodensammlung der Mitteleuropäischen Brautechnischen Analysenkommission (ME-BAK)**, Freising-Weihenstephan. 1996.
- [80] Lang, G.: **Reaktionskinetik**. Diesterweg [u.a.], Frankfurt am Main [u.a.]. 1990.
- [81] Scheuren, H.: **Modellierung gekoppelter Austreibungs- und Nachbildungsprozesse aromatischer Komponenten in der Lebensmittelindustrie am Bei-**

- spiel der Würzebereitung**. Dissertation, Technische Universität München. Lehrstuhl für Verfahrenstechnik disperser Systeme, Freising-Weihenstephan. 2011.
- [82] Delgado, A., Back, W. : **Abschlußbericht des AiF-Forschungsvorhaben 13469 "Entwicklung eines Prozessführungssystems zur Optimierung der cytololytischen, proteolytischen und amyolytischen Abbauvorgänge beim Maischen"**. 2004. Accessed 3 April 2011.
- [83] Kühbeck, F., Dickel, T., Krottenthaler, M., Back, W., Mitzscherling, M., Delgado, A., Becker, T.: **Effects of Mashing Parameters on Mash β -Glucan, FAN and Soluble Extract Levels**. J. Inst. Brew. 111, 3, S. 316–327. 2005.
- [84] Schwill-Miedaner, A., Einsiedler, F., Sommer, K.: **Untersuchungen zur Zeitoptimierung von Maischverfahren**. Brauwelt, 12, S. 466–471. 1998.
- [85] Hass, R., Munzke, D., Reich, O.: **Inline-Partikelgrößenmesstechniken für Suspensionen und Emulsionen**. Chemie Ingenieur Technik 82, 4, S. 477–490. 10.1002/cite.200900172. 2010.
- [86] Reich, O., Löhmannsröben, H.-G., Schael, F.: **Optical sensing with photon density waves: Investigation of model media**. Phys. Chem. Chem. Phys. 5, 23, S. 5182–5187. 10.1039/b308630e. 2003.
- [87] Reich, O. : **Photonendichtewellenspektroskopie mit intensitätsmodulierten Diodenlasern**. Dissertation. Institut für Chemie, Potsdam. 2005.
- [88] Vargas Ruiz, S., Hass, R., Reich, O.: **Optical monitoring of milk fat phase transition within homogenized fresh milk by Photon Density Wave spectroscopy**. International Dairy Journal 26, 2, S. 120–126. 10.1016/j.idairyj.2012.03.012. 2012.
- [89] Reich, O., Sandmann, M., Bressel, L., Hille, C.: **Optische Charakterisierung von Algenkulturen und der Lichtverteilung in Photobioreaktoren**. Chemie Ingenieur Technik 84, 8, S. 1178–1179. 10.1002/cite.201250168. 2012.
- [90] Bressel, L., Hass, R., Reich, O.: **Particle sizing in highly turbid dispersions by Photon Density Wave spectroscopy**. Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer. 10.1016/j.jqsrt.2012.11.031. 2013.
- [91] Baumgärtner, Y., Kantelberg, B.: **Läuterbottich vs. Maischefilter – ein Vergleich (Teil 1)**. Brauwelt, 44, S. 1407–1410. 2010.
- [92] Tomas, J. : **Mechanische Verfahrenstechnik - Trennprozesse**. Vorlesungsskript, Otto-von-Guericke-Universität. Lehrstuhl Mechanische Verfahrenstechnik, Magdeburg. 2008.
- [93] Clerck, J. de. : **A Textbook of Brewing, vol. I. Translated by K. Barton-Wright**. Chapman-Hall Ltd., London. 1957.
- [94] Dillon, W. F.: **The STRAINMASTER -15 Years**. MBAA TQ 12, 4, S. 233–234. 1975.
- [95] Priest, F. G. and Stewart, G. G., Eds. 2006. : **Handbook of brewing. Second Edition**. CRC/Taylor & Francis, Boca Raton. 9780824726577.
- [96] Briggs, D. E., Boulton, C. A., Brookes, P. A., Stevens, R. : **Brewing. Science and practice**. Woodhead Publishing Limited, Cambridge. 2004.
- [97] Reiter, F. : **Verfahren zur kontinuierlichen Gewinnung von Malzwürze**, 1254566. 1961.
- [98] Reiter, F.: **"B-I-W-Verfahren" zur Maische- und kontinuierliche Würzengewinnung**. Brauwelt 102, 24, S. 449–451. 1962.

- [99] Deublein, D. : **Rechenverfahren für Hydrozyklone, Anwendung und Erprobung**. Dissertation, Technische Universität München. Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde, Freising-Weihenstephan. 1980.
- [100] Richter, K. : **Kontinuierliche Treberabtrennung aus Maische mit Dekantern unter Verwendung von Pulverschroten**. Dissertation, Technische Universität München. Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde, Freising-Weihenstephan. 1998.
- [101] Schöffel, F., Deublein, D.: **Weniger bekannte, meist kontinuierlich arbeitende Läutergeräte. 1. Teil: Rotary-Mash-Filter, Siebmantelschnecken zentrifuge, Läuterschacht nach Spielvogel, Bandfilter, Vakuum-Trommelfilter**. Brauwissenschaft 33, 10, S. 263-. 1980.
- [102] Schöffel, F., Deublein, D.: **Weniger bekannte, meist kontinuierlich arbeitende Läutergeräte. 2. Teil: Zentrifugal-Scheibendruckfilter; rotierende Scheiben und Förderschnecken; Wirbelstromabschneider mit Vakuumfilter; Pablo-System und Centribrew-Verfahren; Kombination aus Separatoren und Dekantern, Absetztanks mit Treberpreßschnecken, Trommelfilter mit Innenaufgabe, Vibrations- und Plansieben; Hydrozyklon-Anlage**. Brauwissenschaft 33, 11, S. 304–310. 1980.
- [103] Narziß, L., persönliche Mitteilung. Mündlich an Tippmann, J., Lehrstuhl für Verfahrenstechnik disperser Systeme, Freising-Weihenstephan. 2011.
- [104] Kunze, W. : **Technologie Brauer und Mälzer**. Versuchs- u. Lehranstalt f. Brauerei, Berlin. 2011.
- [105] Svarovsky, L. : **Solid-liquid separation**. Butterworth-Heinemann, Oxford. 2000.
- [106] Sarabia, E., Llata, J., Fernandez, D., Oria, J., Landaluce, R.: **Lauter Tun Control by Neural Networks**. Information, Intelligence, and Systems, International Conference on 0, S. 242. 10.1109/ICIIS.1999.810268. 1999.
- [107] Hege, U. : **Verfahren zur Steuerung des Würzeabflusses aus einem Läuterbottich**, EP 1181347 B1. 2004.
- [108] Back, W., Krottenthaler, M., Voigt, T., Hege, U., van de Braack, B., Stippler, K.: **New control system for the lautering process in the lauter tun**. Brauwelt International 18, 6, S. 475–477. 2000.
- [109] Lotz, M. : **Neue Maischefiltrationstechnik für das Verarbeiten von Pulverschrot**. Herbert Utz Verlag. 1997.
<http://books.google.de/books?id=b7F3Aolz9QQC>.
- [110] Thüsing, C.: **Effizienz im Sudhaus**. Brauindustrie, 3, S. 23–25. 2008.
- [111] Asbeck, F. and Lenz, A. : **Senkboden für einen Läuterbottich**, EP 1002047. Accessed 30 August 2011. 1998.
- [112] n.n. : **Huppmann Post Nr. 19. Zwei Trümpfe zur Beschleunigung**, Kitzingen. 1999. <http://www.huppmann.com/download/hp19d.pdf>. Accessed 30 August 2011.
- [113] Fohr, M.: **Sudhaustechnik auf der Brau Beviiale 2007**. Brauwelt, 48-49, S. 1422–1424. 2007.
- [114] Hoyer Brautechnik & Anlagenbau. : **Läuterbottich Senkböden**. <http://www.mikrobrau-berlin.de/senkboeden.htm>. 2007. Accessed 30 August 2011.

- [115] n.n. : **Hightech im Sudhausbau**. Huppmann Kundenmagazin.
[http://www.geabrewery.de/geabreweryde/cmsresources.nsf/filenames/Technology_Engineering_D.pdf/\\$file/Technology_Engineering_D.pdf](http://www.geabrewery.de/geabreweryde/cmsresources.nsf/filenames/Technology_Engineering_D.pdf/$file/Technology_Engineering_D.pdf).
- [116] n.n. : **Lauterstar TM: Immer einen Schritt voraus - optimale Technik, optimale Prozesse, optimale Ergebnisse**. 2008.
[http://www.geabrewery.de/geabreweryde/cmsresources.nsf/filenames/Lauterstar_D.pdf/\\$file/Lauterstar_D.pdf](http://www.geabrewery.de/geabreweryde/cmsresources.nsf/filenames/Lauterstar_D.pdf/$file/Lauterstar_D.pdf). Accessed 24 February 2010.
- [117] Scheuren, H., Tippmann, J., Henke, S. : **Verfahren zur Würzebehandlung während des Läutervorgangs sowie Vorrichtung zur Läuterung**, 102009004929.
- [118] Tippmann, J., Scheuren, H., Voigt, J., Sommer, K.: **Procedural Investigations of the Lautering Process**. Chem. Eng. Technol 33, 8, S. 1297–1302. 10.1002/ceat.201000109. 2010.
- [119] Merkus, H. G. : **Particle Size Measurements** 17. Springer Netherlands, Dordrecht. 2009.
- [120] Röthele, S. and Kesten, U. : **Die Anwendung der Laserbeugung zur Partikelgrößenanalyse**. ausführliche Deutsche Fassung des Posterbeitrages "The Application of Laser Diffraction Technology". 2nd World Congress of Particle Technology, Kyoto (Japan). 1990.
http://www.sympatec.com/docs/LaserDiffraction/publications/LD_1990_Laserbeugung.pdf.
- [121] Witt, W., Stübinger, T., Köhler, U., List, J., Jordan, J.: **Partikelgrößenanalyse mit absoluter Genauigkeit**. Chemie Ingenieur Technik 84, 3, S. 211–222. 10.1002/cite.201100172. 2012.
- [122] n.n. : **Sympatec Laserbeugung: Überblick und Konzept**.
<http://www.sympatec.com/DE/LaserDiffraction/LaserDiffraction.html>. Accessed 8 August 2011.
- [123] n.n. : **Retsch Technology - Statische Laserlichtstreuung. Technische Grundlagen**. <http://www.retsch-technology.de/de/rt/applikationen/technische-grundlagen/statische-laserlichtstreuung/>. Accessed 8 August 2011.
- [124] British Standards Institution. 2010. : **BS ISO 13320: Particle size analysis. Laser diffraction methods**. British Standards Institution, London.
- [125] Pahl, M., Schädel, G., Rumpf, H.: **Zusammenstellung von Teilchenformbeschreibungsmethoden**. Aufber.-Techn. 14, 5, 10, 11, S. 257-264, 672-683, 759-764. 1973.
- [126] Deutsches Institut für Normung e.V. : **DIN ISO 9276: Darstellung der Ergebnisse von Partikelgrößenanalysen, Teile 1, 2, 4, 6**. Beuth Verlag, Berlin.
- [127] Miedaner, H. : **Brautechnische Analysenmethoden Band II. Methodensammlung der Mitteleuropäischen Brautechnischen Analysenkommission (MEBAK)**. Selbstverl. der MEBAK, Freising-Weihenstephan. 2002.
- [128] Deutsches Institut für Normung e.V. 2010. : **DIN 8777: Sudhausanlagen in Brauereien - Mindestangaben 67.160.10; 67.260**. Beuth Verlag, Berlin.
- [129] Deutsches Institut für Normung e.V. 1987. : **DIN 66165-2: Partikelgrößenanalyse; Siebanalyse; Durchführung**. Beuth Verlag, Berlin.
- [130] Deutsches Institut für Normung e.V. 2001. : **DIN ISO 3310-1; Analysensiebe; Technische Anforderungen und Prüfungen; Teil 1: Analysensiebe mit Metalldrahtgewebe 19.210**. Beuth Verlag, Berlin.

- [131] Schubert, H.: **Grundlagen des Agglomerierens**. Chemie Ingenieur Technik 51, 4, S. 266–277. 10.1002/cite.330510404. 1979.
- [132] Qu, D., Shi, H.: **Studies of activated carbons used in double-layer capacitors**. Journal of Power Sources 74, S. 99–107. 1998.
- [133] St. Philpot, J. L.: **LXXII. Some experimental support for Stern's theory of the electrolytic double layer**. Philosophical Magazine Series 7 13, 86, S. 775–795. 10.1080/14786449209461983. 1932.
- [134] Schneider, R. : **Ladungsmesstechnik**, Herrsching.
- [135] Mladenchev, T. : **Modellierung des Filtrations- und Fließverhaltens von ultrafeinen, kompressiblen, flüssigkeitsgesättigten Partikelpackungen**. Dissertation, Otto-von-Guericke-Universität, Magdeburg. 2007.
- [136] Lagaly, G.: **Colloids**. In *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. 2000.
- [137] Ribitsch, A. : **Textile Fasermodifikation**. Physikalisch-chemische Charakterisierung von Viskosefasern zur Entwicklung eines umweltschonenden Verarbeitungsprozesses, Wien. 2002.
- [138] Gun'ko, V. M., Zarko, V. I., Leboda, R., Chibowski, E.: **Aqueous suspension of fumed oxides: particle size distribution and zeta potential**. Advances in Colloid and Interface Science 91, 1, S. 1–112. 10.1016/S0001-8686(99)00026-3. 2001.
- [139] Wongsagonsup, R., Shobsngob, S., Oonkhanond, B., Varavinit, S.: **Zeta Potential Analysis for the Determination of Protein Content in Rice Flour**. Starch - Stärke 57, 1, S. 25–31. 10.1002/star.200400307. 2005.
- [140] Dietrich, H., Schäfer, E., Schöpplein, E.: **A new control possibility during the fining of fruit juices: Application of a streaming current detector**. Flüssiges Obst 58, S. 354–359. 1991.
- [141] Bach, H.-P., Görtges, S., Burger, K., Schneider, R.: **Das Wildwerden oder Übersäuern (Gushing) des Sektes**. Der Deutsche Weinbau, 16, S. 36–41. 2001.
- [142] Hagemeyer, D.: **Ladungsbestimmung an Kolloiden mittels Strömungspotential**. Brauwelt, 40, S. 1184–1187. 2012.
- [143] Leather, R. V., Dale, C. J., Morson, B. T.: **Characterisation of beer particle charges and the role of particle charge in beer processing**. J. Inst. Brew. 103, 6, S. 377–380. 1997.
- [144] Gösele, W.: **Grenzflächenprobleme bei der Fest/Flüssig-Trennung**. Chemie Ingenieur Technik 58, 3, S. 169–175. 10.1002/cite.330580302. 1986.
- [145] Sartor, M. : **Untersuchungen zum Einfluss elektrokinetischer Repulsitionseffekte auf die Tiefenfiltration mit partikulären Schüttbetten**. Dissertation, Universität des Saarlandes. Naturwissenschaftlich-Technische Fakultät III Chemie, Pharmazie, Bio- und Werkstoffwissenschaften, Saarbrücken. 2006.
- [146] Bowen, W. R., Hall, N. J., Pan, L.-C., Sharif, A. O., Williams, P. M.: **The relevance of particle size and zeta-potential in protein processing**. Nat Biotechnol 16, 8, S. 785–787. 10.1038/nbt0898-785. 1998.
- [147] Wehr, L. R. : **Untersuchungen zu Proteinaggregationsprozessen mittels dynamischer und elektrophoretischer Lichtstreuung**. Dissertation, Freie Universität Berlin. Institut für Kristallographie, Berlin. 2002.
- [148] Ruggiero, C., Mantelli, M., Curtis, A., Rolfe, P.: **Protein-surface interactions**. Cell Biochemistry and Biophysics 42, S. 407–417. 2005.

- [149] Schick, J., Lösche, K.: **Charakterisierung von Getreidemahlerzeugnissen durch eine Partikelladungsmessung (PCD: Particle Charge Detector)**. Getreidetechnologie, 01, S. 42–47. 2010.
- [150] Metzner, A. B., Otto, R. E.: **Agitation of non-Newtonian fluids**. AIChE J. 3, 1, S. 3–10. 10.1002/aic.690030103. 1957.
- [151] Rieger, F., Novák, V.: **Power consumption scale-up in agitating non-newtonian fluids**. Chemical Engineering Science 29, 11, S. 2229–2234. 10.1016/0009-2509(74)80031-X. 1974.
- [152] Hentrich, P.: **EKATO-Handbuch der Rührtechnik**. Grundlagen, Auslegung, Rührer und Rührsysteme, Mechanik, Konstruktion, Dichtungstechnik, Betriebssicherheit, Anwendungsgebiete. EKATO, Schopfheim. 2000.
- [153] Deutsches Institut für Normung e.V.: **DIN ISO 3310: Analysensiebe - Technische Anforderungen und Prüfung**. Beuth Verlag, Berlin, Teil 1-3.
- [154] iPAT - Institut für Partikeltechnik.: **Laserbeugung**. <http://www.imvt.tu-bs.de/img/laserbeugung.jpg>. 2011.
- [155] Witt, W. and Röthele, S.: **Laser diffraction - unlimited?** PARTEC 1995, Nürnberg. 1995.
- [156] Witt, W., Röthele, S., Hübner, T.: **In-line Laserbeugung mit innovativer Probennahme**. 1. Chemnitzer verfahrenstechnisches Colloquium (CVC), Chemnitz. 1998.
- [157] Tippmann, J.: **Untersuchung der Stärkeverkleisterung mittels der digitalen Bildanalyse in Abhängigkeit unterschiedlicher Feinstzerkleinerungstechnologien**. Semesterarbeit, Technische Universität München, Freising-Weihenstephan. 2003.
- [158] Walker, C. A., Kirby, J. T., Dentel, S. K.: **The Streaming Current Detector: A Quantitative Model**. Journal of Colloid and Interface Science 182, 1, S. 71–81. 10.1006/jcis.1996.0438. 1996.
- [159] Wang, F., Hubbe, M. A.: **Development and evaluation of an automated streaming potential measurement device**. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects 194, 1–3, S. 221–232. 10.1016/S0927-7757(01)00802-0. 2001.
- [160] Butler, G. B., Angelo, R. J.: **Preparation and Polymerisation of Unsaturated Quaternary Ammonium compounds VIII. A Proposed Alternating Intramolecular-Intermolecular Chain Propagation**. J. Am. Chem. Soc 79, 12, S. 3128–3131. 10.1021/ja01569a037. 1957.
- [161] Tripathy, T., Ranjan De, Bhudeb: **Flocculation : A New Way to Treat the Waste Water**. Journal of Physical Science 10, S. 93–127. 2006.
- [162] Bronštejn, I. N., Semendjaev, K. A., Musiol, G., Mühlig, H.: **Taschenbuch der Mathematik**. Deutsch, Thun. 1993.
- [163] Christen, D. S.: **Praxiswissen der chemischen Verfahrenstechnik**. Handbuch für Chemiker und Verfahreningenieure. VDI-Buch. Springer, Berlin, Heidelberg. 2010.
- [164] Köhler, U., Stübinger, T., Witt, W.: **Laser-Diffraction Results From Dynamic Image Analysis Data**. The World Congress on Particle Technology (WCPT6), Nürnberg. 2010.
- [165] Knoch, A.: **Influence of Non-Newtonian Flow Behavior on Mixing Process Characteristics**. Chem. Eng. Technol. 22, 2, S. 112–118. 10.1002/(SICI)1521-4125(199902)22:2<112:AID-CEAT112>3.0.CO;2-O. 1999.

- [166] Kneule, F. : **Rühren**. Deutsche Gesellschaft für Chemisches Apparatewesen, Chemische Technik und Biotechnologie, Frankfurt am Main. 1986.
- [167] Schur, F., Pfenniger, H. B., Narziß, L.: **EBC Proceedings 1973**, S. 149–155. 1973.
- [168] Schur, F. : **Untersuchungen über die Amylolyse beim Maischen unter besonderer Berücksichtigung der Kinetik und Energetik sowie der Glycosyl-Transferase-Aktivität**. Dissertation, Technische Universität München. Fachbereich für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Freising-Weihenstephan. 1975.
- [169] Hass, R. : **Angewandte Photonendichtewellen-Spektroskopie**. Dissertation, Universität Potsdam, Potsdam. 2011.
- [170] Tromberg, B. J., Svaasand, L. O., Tsay, T. T., Haskell, R. C.: **Properties of photon density waves in multiple-scattering media**. Appl Opt 32, 4, S. 607–616. 1993.
- [171] Reich, O., Bressel, L., Hass, R.: **Sensing emulsification processes by Photon Density Wave spectroscopy**. In *SPIE Proceedings 2011, 21st International Conference on Optical Fiber Sensors, Ottawa*, S. 77532J.
- [172] Hass, R. and Reich, O. : **Process monitoring by photon density wave spectroscopy**.ACHEMA 2009, Frankfurt am Main. 2009.
- [173] Hass, R., Reich, O.: **Photon Density Wave Spectroscopy for Dilution-Free Sizing of Highly Concentrated Nanoparticles During Starved-Feed Polymerization**. ChemPhysChem 12, 14, S. 2572–2575. 10.1002/cphc.201100323. 2011.
- [174] Frankovitch, C. M. : **Optical methods for monitoring biological parameters of phototropic microorganisms during cultivation**, Univ, Potsdam, Potsdam. 2007.
- [175] Saulich, K. : **Reaktionskinetische Experimente zur Lipase-katalysierten Hydrolyse von Rapsöl in Wasser-in-Öl-Emulsionen**. Dissertation, Technische Universität Cottbus. Fakultät für Umweltwissenschaften und Verfahrenstechnik, Cottbus. 2008.
- [176] Reich, O., Bressel, L., Hass, R., Münzberg, M.: **Prozessanalyse stark lichtstreuender Dispersionen mit Photonendichtewellen-Spektroskopie**. Chemie Ingenieur Technik 84, 8, S. 1361. 10.1002/cite.201250191. 2012.
- [177] Marsh, R. A., Waight, S. G.: **The Effect of pH on the Zeta Potential of Wheat and Potato Starch**. Starch/Stärke 34, 5, S. 149–152. 10.1002/star.19820340502. 1982.
- [178] Matsumoto, S. : **Proteins and Sugars Affecting the Zeta Potential and Stability of Dispersed Vesicular Globules in W/O/W Emulsions**. In: *Food Hydrocolloids Structures, Properties, and Functions*. Springer Science+Business Media, LLC, New York. 1993.
- [179] Benitez, E. I., Lozano, J. E.: **Influence of the Soluble Solids on the Zeta Potential of a cloudy Apple Juice**. Latin American Applied Research 36, S. 163–168. 2006.
- [180] McCartney, D. H., Block, H. C., Dubeski, P. L., Ohama, A. J.: **Review: The composition and availability of straw and chaff from small grain cereals for beef cattle in western Canada**. Can. J. Anim. Sci. 86, S. 443–455. 2006.
- [181] Bechmann, W., Schmidt, J.: **Reaktionskinetik**, S. 137–214.

- [182] Kraume, M. : **Transportvorgänge in der Verfahrenstechnik. Grundlagen und apparative Umsetzungen.** Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg. 2012.
- [183] Heiser, M., Ritter, J., Sperling, R., Kraume, M.: **Koaxialrührwerk zum Rühren hochviskoser und nicht-Newtonscher Medien.** Chemie Ingenieur Technik 79, 7, S. 1029–1034. 10.1002/cite.200700058. 2007.
- [184] Bühler, T., McKechnie, M., Wakeman, R.: **A model describing the lautering process.** Monatsschrift für Brauwissenschaft, 7/8, S. 226–233. 1996.
- [185] Bühler, T., McKechnie, M., Wakeman, R.: **Temperature induced particle aggregation in mashing and its effect on filtration performance.** Trans IChemE 74, C, S. 207–211. 1996.

10 Abbildungen

Abbildung 1: Sedimentationszonen einer Suspension (1: Klarflüssigkeitszone; 2: Sedimentationszone; 3: Kompressionszone; 4: verdichtetes Sediment) [20].....	13
Abbildung 2: Filtrationseffekte durch Oberflächenfiltration, Tiefenfiltration durch Verstopfen und Tiefenfiltration durch Absorption (v.l.n.r.) [104].....	15
Abbildung 3: Reale Partikel (links) und flächengleiche Partikel (rechts).....	19
Abbildung 4: Beispiel einer Partikel in Lösung [134].....	22
Abbildung 5: Modell der Ladungs- und Potentialverteilung um eine Partikel [135]....	22
Abbildung 6: Aufbauzeichnung des Laborreaktor LR 2001 der Firma <i>IKA, Staufen</i> [9].....	26
Abbildung 7: Laborreaktor LR 2001, IKA, Staufen, mit eingebauten Geräten	27
Abbildung 8: Screenshot der Benutzeroberfläche mit Funktionserklärungen der Software <i>Labworldsoft</i> ® 4.1.....	28
Abbildung 9: Schema des Hoch-Kurz-Maischverfahren	29
Abbildung 10: Schema des Standard-Infusionsverfahrens.....	29
Abbildung 11: Geometrische Daten des Ankerrührers ($d_1=153$ mm, $d_2=142$ mm, $d_3=18$ mm, $h=126$ mm, $s=5$ mm) [9].....	30
Abbildung 12: Einbringung der Kapillare zur feststofffreien und Filterkerze nach Herrmann [9].....	32
Abbildung 13: Modifizierte Filterkerze zur raschen Entnahme von kontinuierlicher Phase aus der Maische	33
Abbildung 14: Beugungsbilder von kleinen (links) und großen (rechts) sphärischen Partikeln [122].....	34
Abbildung 15: Schematisches Funktionsprinzip der Laserbeugung [154]	35
Abbildung 16: Schemazeichnung des Mikroskop-Maischbehälters.....	35
Abbildung 17: Messprinzip und Verhalten der Elektronen in einem Messkolben zur Analyse des Strömungspotentials dispers gelöster Partikeln 1 [134].....	38
Abbildung 18: Messprinzip und Verhalten der Elektronen in einem Messkolben zur Analyse des Strömungspotentials dispers gelöster Partikeln 2 [134].....	38
Abbildung 19: Monomer eines Poly-DADMAC	39
Abbildung 20: Ausschnitt aus dem Aufbau des Laborreaktors mit Lage und Position des Probennahmerohres.....	43

Abbildung 21: Nicht auswertbare Summenverteilung der ersten Messreihen nach Standard-Anleitung zur Partikelgrößenanalyse	44
Abbildung 22: Veränderung der Partikelgrößenverteilung der Maischeprobe über der Zeit, Messintervall 3 Min	45
Abbildung 23: Dichteverteilungen vor und nach dem Einfrieren einer Probe der gleichen Maischesuspension	46
Abbildung 24: Analysenschema zur Messung der Partikelgrößenverteilung direkt nach Entnahme aus dem Maischbehälter.....	47
Abbildung 25: Analysenschema zur Messung der Partikelgrößenverteilung mit gefrorenen Maischeproben.....	48
Abbildung 26: Aufnahme der Stärkekörner unter dem Mikroskop, Umfang und Durchmesser markiert	50
Abbildung 27: Q_3 -Verteilungen einer gleichen Probe Stärkemehl aus Gerstenmalz, ausgewertet mit $\Psi=1,0$ und $\Psi=0,9$	51
Abbildung 28: Q_3 -Verteilungen einer gleichen Probe Malzschrot, ausgewertet mit $\Psi=1,0$ und $\Psi=0,9$	51
Abbildung 29: Titrationszeiten bis zum Erreichen des Nullpunktes bei verschiedenen Verdünnungen, $n=3$, $\alpha=0,05$	55
Abbildung 30: Verbrauch an Poly-DADMAC bis zum Erreichen des Nullpunktes bei verschiedenen Verdünnungen, $n=3$, $\alpha=0,05$	55
Abbildung 31: Ergebnisse der Versuche zur Validierung der Reproduzierbarkeit der Ladungsmessung einer Standardmaische, $n=3$, $\alpha=0,05$	56
Abbildung 32: Ergebnisse zur Auswirkung unterschiedlicher Probertemperatur auf das Strömungspotential einer gleichen Probe, $n=3$, $\alpha=0,05$	56
Abbildung 33: Ergebnisse zur Veränderung der massenspezifischen Ladungsdichte Q_M bei Lagerung der Probe bei 20 °C, $n=3$, $\alpha=0,05$	57
Abbildung 34: Veränderung der massenspezifischen Ladungsdichte Q_M bei Lagerung der Probe bei 0 °C, $n=3$, $\alpha=0,05$	57
Abbildung 35: Analysenschema zur Messung der Partikelladungen des Feinanteils der Maische	58
Abbildung 36: Genereller Verlauf des Drehmoments während der Maischzeit	61
Abbildung 37: Auswirkung der Drehzahl auf das Drehmoment (35, 50, 75 und 100 (U/min)); Versuche mit gleicher Schüttung und gleicher Temperaturführung.....	63

Abbildung 38: Auswirkung des Schüttungsverhältnisses auf das Drehmoment	64
Abbildung 39: Auswirkung der Schrotfeinheit auf das Drehmoment bei Pilsner Malz	65
Abbildung 40: Viskositätszustände der kontinuierlichen Phasen in den Maischen aus unterschiedlich geschrotetem Malz, $n=3$, $\alpha=0,05$	66
Abbildung 41: Vergleich der Drehmomentverläufe von Pilsner Malz und Spitzmalz bei einer Mahlstärke von 1,4 mm	67
Abbildung 42: Viskositäten der kontinuierlichen Phase von Pilsner Malz und Spitzmalz bei einer Mahlstärke von 1,4 mm	67
Abbildung 43: Vergleich der Drehmomentverläufe von Pilsner Malz und Spitzmalz bei einer Mahlstärke von 0,2 mm	68
Abbildung 44: Viskositäten der kontinuierlichen Phase von Pilsner Malz und Spitzmalz bei einer Mahlstärke von 0,2 mm, $n=3$, $\alpha=0,05$	68
Abbildung 45: Drehmomentverläufe der unterschiedlichen Malzfraktionen	69
Abbildung 46: Viskositätsverläufe der verschiedenen Schrotfraktionen, $n=3$, $\alpha=0,05$	70
Abbildung 47: β -Glucan-Gehalte und Viskositäten von gut gelöstem Malz unterschiedlicher Schrotung, $n=3$, $\alpha=0,05$	72
Abbildung 48: β -Glucan-Gehalte und Viskositäten von Spitzmalz unterschiedlicher Schrotung, $n=3$, $\alpha=0,05$	72
Abbildung 49: β -Glucan-Gehalte und Viskositäten der untersuchten, gut gelösten Malz-Proben, $n=3$, $\alpha=0,05$	72
Abbildung 50: β -Glucan-Gehalte und Extraktgehalte der untersuchten, gut gelösten Malz-Proben, $n=3$, $\alpha=0,05$	73
Abbildung 51: Partikelgrößenverteilungen des Trockenschrotes und der Maischesuspension direkt nach dem Einmaischen, $n=3$, $\alpha=0,05$	77
Abbildung 52: Partikelgrößenverteilungen der Maische der Probe Pilsner Malz IREKS 2, Schrotung 0,75 mm, Infusionsmaisverfahren 62 °C, $n=3$, $\alpha=0,05$	78
Abbildung 53: x_{50} -Werte der Maische der Probe Pilsner Malz IREKS 2, Schrotung 0,75 mm, Infusionsmaisverfahren 62 °C, nach regelmäßigen Zeitpunkten, $n=3$, $\alpha=0,05$	78
Abbildung 54: lichtmikroskopische Aufnahmen von Stärkeagglomeraten unmittelbar nach dem Einmaischen	80

Abbildung 55: lichtmikroskopische Aufnahmen von Stärkekörnern nach Desagglomeration im Wasser.....	82
Abbildung 56: Summenverteilungen der 3 Schrotfeinheiten des Malz IREKS 2, trocken vermessen sowie zu Maischbeginn und nach 10 Minuten Maischzeit, $n=3$, $\alpha=0,05$	84
Abbildung 57: Summenverteilungen der 3 Schrotfeinheiten des Malz IREKS 2, trocken vermessen sowie zu Maischbeginn und nach 10 Minuten Maischzeit, Anzeigebereich auf 0 bis $100\mu\text{m}$ vergrößert, $n=3$, $\alpha=0,05$	84
Abbildung 58: Summenverteilungen der 3 Schrotfeinheiten des Malz IREKS 2 während des Maischprozesses (Infusion $62\text{ }^\circ\text{C}$, ohne Enzymgabe) , $n=3$, $\alpha=0,05$	86
Abbildung 59: x_{50} -Werte der 3 Schrotfeinheiten des Malz IREKS 2 während des Maischprozesses (Infusion $62\text{ }^\circ\text{C}$, ohne Enzymgabe), nach regelmäßigen Zeitpunkten, $n=3$, $\alpha=0,05$	87
Abbildung 60: Partikelgrößenverlauf während des Maischprozesses mit der Schrotfraktion Boden- $150\text{ }\mu\text{m}$, $n=3$, $\alpha=0,05$	88
Abbildung 61: Partikelgrößenverlauf während des Maischprozesses mit der Schrotfraktion $150\text{-}500\text{ }\mu\text{m}$, $n=3$, $\alpha=0,05$	88
Abbildung 62: Partikelgrößenverlauf während des Maischprozesses mit der Schrotfraktion $500\text{-}1000\text{ }\mu\text{m}$, $n=3$, $\alpha=0,05$	89
Abbildung 63: Summenverteilungen der Schrote der unterschiedlichen Malzsorten nach 10 und 20 Minuten Maischdauer, $n=3$, $\alpha=0,05$	90
Abbildung 64: Summenverteilungen der Schrote der unterschiedlichen Malzsorten nach 10 und 20 Minuten Maischdauer, Betrachtung der Feinst-Fraktionen, $n=3$, $\alpha=0,05$	91
Abbildung 65: Plansichteranalysen der Normalschrote der 3 verwendeten Malzsorten IREKS 1, IREKS 2 und Spitzmalz	92
Abbildung 66: Summenverteilungen der Normalschrote der unterschiedlichen Malzsorten zwischen 30 und 90 Minuten Maischdauer, $n=3$, $\alpha=0,05$	93
Abbildung 67: x_{50} -Werte der 3 Malzsorten während des Maischprozesses (Normalschrot, Infusion $62\text{ }^\circ\text{C}$, ohne Enzymgabe), nach regelmäßigen Zeitpunkten, $n=3$, $\alpha=0,05$	94

Abbildung 68: Summenverteilungen der Schrote der unterschiedlichen Malzsorten zwischen 30 und 90 Minuten Maischdauer, Betrachtung der Feinstfraktionen, $n=3$, $\alpha=0,05$	95
Abbildung 69: Veränderungen der Partikelgrößenverteilung der Probe Pilsner Malz IREKS 1, Schrotung 0,75 mm, Infusionsmaisverfahren 62 °C (o.ENZ. = ohne Enzymzugabe, m.ENZ. = mit Enzymzugabe), $n=3$, $\alpha=0,05$	96
Abbildung 70: Veränderungen der Partikelgrößenverteilung der Probe Pilsner Malz IREKS 2, Schrotung 0,75 mm, Infusionsmaisverfahren 62 °C (o.ENZ. = ohne Enzymzugabe, m.ENZ. = mit Enzymzugabe)	96
Abbildung 71: Veränderungen der Partikelgrößenverteilung der Probe Spitzmalz, Schrotung 0,75 mm, Infusionsmaisverfahren 62 °C (o.ENZ. = ohne Enzymzugabe, m.ENZ. = mit Enzymzugabe), $n=3$, $\alpha=0,05$	97
Abbildung 72: x_{50} -Werte der Maischproben IREKS 1 mit und ohne Enzymgabe nach regelmäßigen Zeitpunkten, $n=3$, $\alpha=0,05$	98
Abbildung 73: x_{50} -Werte der Maischproben IREKS 2 mit und ohne Enzymgabe nach regelmäßigen Zeitpunkten, $n=3$, $\alpha=0,05$	98
Abbildung 74: x_{50} -Werte der Maischproben Spitzmalz mit und ohne Enzymgabe nach regelmäßigen Zeitpunkten, $n=3$, $\alpha=0,05$	99
Abbildung 75: Summenverteilungen der Probe IREKS 2 im Feinbereich, $n=3$, $\alpha=0,05$	100
Abbildung 76: Summenverteilungen der Probe Spitzmalz im Feinbereich, $n=3$, $\alpha=0,05$	101
Abbildung 77: Veränderungen der Partikelgrößenverteilung der Probe IREKS 1 bei Maltoserasten von 60, 62 und 64 °C, $n=3$, $\alpha=0,05$	102
Abbildung 78: Veränderungen der Partikelgrößenverteilung der Probe IREKS 2 bei Maltoserasten von 60, 62 und 64 °C, $n=3$, $\alpha=0,05$	102
Abbildung 79: Veränderungen der Partikelgrößenverteilung der Probe Spitzmalz bei Maltoserasten von 60, 62 und 64 °C, $n=3$, $\alpha=0,05$	103
Abbildung 80: x_{50} -Werte der Maischproben IREKS 1 bei unterschiedlichen Maltoserasttemperaturen nach regelmäßigen Zeitpunkten, $n=3$, $\alpha=0,05$...	104
Abbildung 81: x_{50} -Werte der Maischproben IREKS 2 bei unterschiedlichen Maltoserasttemperaturen nach regelmäßigen Zeitpunkten, $n=3$, $\alpha=0,05$...	104
Abbildung 82: x_{50} -Werte der Maischproben Spitzmalz bei unterschiedlichen Maltoserasttemperaturen nach regelmäßigen Zeitpunkten, $n=3$, $\alpha=0,05$...	105

Abbildung 83: Bestimmung des Umfangs der Stärkekörner mit Optimas	108
Abbildung 84: Q_3 -Verteilung der Helos-Analyse, $n=3$, $\alpha=0,05$	109
Abbildung 85: Q_3 -Verteilung der Mikroskop-Analyse	109
Abbildung 86: Stärkekörner während des Maischprozesses unter dem Mikroskop bei Überschussgabe von Enzym nach 5, 35 und 80 Minuten Maischdauer	110
Abbildung 87: Vereinfachtes Aufbauschema der Photonen-Dichtewellen- Spektroskopie [85]	112
Abbildung 88: Maischversuche in einer Petrischale (links) und in einem Becherglas zur generellen Eignungsprüfung (Mitte), und im Maischreaktor (rechts); alle Abbildungen jeweils mit den PDW-Laserdioden	113
Abbildung 89: Absorptionskoeffizienten von Maischen, vermessen mit 904 nm	113
Abbildung 90: Absorptionskoeffizienten von Maischen, vermessen mit 638 nm	114
Abbildung 91: Absorptions- und Streuungsverlauf eines Maischversuches	114
Abbildung 92: Temperatur- und Streukoeffizientenverlauf einer Maische mit Pilsner Malz, Fraktion 150-500 μm	115
Abbildung 93 Temperatur- und Streukoeffizientenverlauf einer Maische mit Spitzmalz, 0,8 mm Walzenabstand	115
Abbildung 94: Temperatur- und Streukoeffizientenverlauf einer Maische mit Pilsner Malz, 0,8 mm Walzenabstand	115
Abbildung 95: Vergleich von 2 Streulichtkoeffizienten	116
Abbildung 96: Massenspezifische Oberflächenladung des Pilsner Malz, 1,1mm, IREKS, $n=3$, $\alpha=0,05$	118
Abbildung 97: Massenspezifische Oberflächenladung des Pilsner Malz, 0,75mm, IREKS, $n=3$, $\alpha=0,05$	118
Abbildung 98: Massenspezifische Oberflächenladung des Pilsner Malz 0,3mm, IREKS, $n=3$, $\alpha=0,05$	118
Abbildung 99: Massenspezifische Oberflächenladung des Münchner Malz Typ II, Weyermann, $n=3$, $\alpha=0,05$	118
Abbildung 100: Massenspezifische Oberflächenladung des Münchner Malz Typ II, BGT, $n=3$, $\alpha=0,05$	119
Abbildung 101: Massenspezifische Oberflächenladung des Wiener Malz, Weyermann, $n=3$, $\alpha=0,05$	119
Abbildung 102: Massenspezifische Oberflächenladung des Wiener Malz, BGT, $n=3$, $\alpha=0,05$	119

Abbildung 103: Massenspezifische Oberflächenladung der Zuckerlösungen, $n=3$, $\alpha=0,05$	119
Abbildung 104: Oberflächenladungen verschiedener Malzschrotfraktionen unterschiedlich fein vermahlener Malzproben, $n=3$, $\alpha=0,05$	121
Abbildung 105: Oberflächenladungen der ursprünglichen sowie zentrifugierten Maischen, $n=3$, $\alpha=0,05$	122
Abbildung 106: Veränderung der massenspezifischen Ladungsdichte Q_M bei Lagerung der Probe bei 20 °C , $n=3$, $\alpha=0,05$	124
Abbildung 107: Reaktionskinetische Auswertung durch Logarithmieren der Ladungsdichte Q_M , Probe gelagert bei 20 °C , $n=3$, $\alpha=0,05$	125
Abbildung 108: Leistungscharakteristika verschiedener Rührertypen nach Zlokarnik, s bedeutet Einbau eines Strömungsbrechers [182].....	127
Abbildung 109: Schrotsortierung der Malze aus Kap. 5.2 bei Schrotung mit einem Walzenabstand von $0,75\text{ mm}$, $n=3$, $\alpha=0,05$	161
Abbildung 110: Bild-Darstellung eines Maischprozesses ohne Enzymgabe	162
Abbildung 111: Bild-Darstellung eines Maischprozesses mit Enzymgabe zu Beginn des Maischprozesses	163
Abbildung 112: Bild-Darstellung eines Maischprozesses mit Enzymgabe nach der Verkleisterung.....	164

11 Tabellen

Tabelle 1: Verfahrenstechnische Unit Operations des Maischprozesses	4
Tabelle 2: Verfahrenstechnische Unit Operations des Läuterprozesses	12
Tabelle 3: Mengenarten von Partikelgrößenverteilungen	19
Tabelle 4: Verwendete Malze und ihre Bestimmungen	25
Tabelle 5: Siebe des Plansichters für die Schrotanalyse	33
Tabelle 6: Variationsparameter und Versuchskennzahlen der Maischversuche zur Viskositätsbestimmung	60
Tabelle 7: Vergleichswerte der Maischversuche unterschiedlicher Schrotungsarten zur verfahrenstechnischen Beurteilung der Maischen	74
Tabelle 8: Dispersitätskenngrößen und Ladungsmengen unterschiedlicher Fraktionen des Pilsner Malzes	120
Tabelle 9: Dispersitätskenngrößen und Ladungsmengen unterschiedlicher Fraktionen verschied	120
Tabelle 10: Malzspezifikation, Pilsner Malz, <i>Weyermann, Bamberg, 2007</i>	156
Tabelle 11: Malzspezifikation, Spitzmalz, <i>Weyermann, Bamberg, 2007</i>	157
Tabelle 12: „IREKS 1“, Malzspezifikation Pilsner Malz, <i>IREKS, Kulmbach, 2008</i> ...	158
Tabelle 13: „IREKS 2“, Malzspezifikation Pilsner Malz, <i>IREKS, Kulmbach, 2010</i> ...	159
Tabelle 14: Malzspezifikation, Spitzmalz, <i>Weyermann, Bamberg, 2010</i>	160

12 Anhang

12.1 Malzspezifikationen

Tabelle 10: Malzspezifikation, Pilsner Malz, Weyermann, Bamberg, 2007

 MALZANALYSEN Qualitätssicherung Telefon: +49 951 - 93 22 0 - 22 Telefax: +49 951 - 93 22 0 - 922 eMail: andreas.richter@weyermann.de			
Datum Probe:	19.02.2007	EDV-Nummer:	
Betrieb:	BA	Probentyp:	A
Probenherkunft (Silo):		Analysennummer:	M 023736
nach (Silo):		Datum Analyse:	22.02.2007
Kasten/Trommel:		Mitarbeiter (Kürzel):	AR
Ausweichdatum:			
Getreidesorte:	normal gelagert		
Rohstoffprotein:			
Keimtage:			
Malzsorte:	Pilsener Braumalz		
<u>Wasser- und Extraktwerte:</u>		<u>optische u. mechanische Eigenschaften</u>	
Wassergehalt:	5,3 [%]	Geruch:	normal
Extrakt lufttrocken:	77,2 [%]	Aussehen:	klar
Extrakt wasserfrei:	81,6 [%]	Ablauf:	normal
		Friabilität:	90,0 [%]
<u>Würzefarben:</u>		Ganzglaslage:	1,0 [%]
Farbe (Hellige):	3,0 [EBC]	Ausputz:	[%]
Farbe (Photometer):	2,9 [EBC]		
Kochfarbe:	4,7 [EBC]	<u>Viskosität:</u>	
<u>pH-Wert, VZ 45°C, Verzuckerungszeit:</u>		Viskosität ber. 8,6 %:	1,57 [m Pa s]
pH:	5,89	Viskosität ber. 12,0 %:	1,89 [m Pa s]
VZ45°C:	35,7 [%]		
Verzuckerungszeit:	10-15 [min]	<small>Analysenvorschriften: Brautechnische Analysemethoden (MELBAK)</small>	
<u>Stickstoffverhältnisse:</u>			
Eiweiß:	10,4 [%]		
löslicher N:	639 [mg/l]		
ELG*:	38,3 [%]		
<i>Remerkung:</i>	<i>normal gelagert</i>		
			
		Andreas Richter (Leiter QS)	
<small>Mich.Weyermann GmbH, Co.KG Malzfabrik - Heinz Weyermann GmbH Röstmalzbrauerei Brennenstr. 17-19 - D - 96052 Bamberg - Tel.: +49 951 - 93220 - 0 - Fax: +49 951 - 35604 Betrieb Hallfurt: Am Hafen 1 - D - 97437 Hallfurt - Tel. +49-9521-95 35 40 - Fax: +49-9521-9535 418 e-Mail: info@weyermann.de - Internet: www.weyermann.de</small>			

Tabelle 11: Malzspezifikation, Spitzmalz, *Weyermann, Bamberg, 2007*

 MALZANALYSEN		MICH. WEYERMANN GmbH u. Co. KG Qualitätssicherung Telefon: +49 951 - 93 22 0 - 22 Telefax: +49 951 - 9322 0 - 922 eMail: andreas.richter@weyermann.de			
EDV-Nummer:					
Probentyp:				D	
Analysenummer:		M		25513	
Datum Analyse:				20.06.2007	
Mitarbeiter (Kürzel):				RV	
Kunden-Nr.:					
Produktionsort:				BA	
Lieferdatum: 22.06.2007					
Malzsorte: Spitzmalz					
<u>Wasser- und Extraktwerte:</u>			<u>optische u. mechanische Eigenschaften</u>		
Wassergehalt:	6,8	[%]	Geruch:	normal	
Extrakt lufttrocken:	72,4	[%]	Aussehen:	klar	
Extrakt wasserfrei:	77,7	[%]	Ablauf:	normal	
<u>Würzefarben:</u>			Friabilität:	[%]	
Farbe (Hellige):	2,5	[EBC]	Ganzglasige:	[%]	
Farbe (Photometer):	3,0	[EBC]	Ausputz:	[%]	
Kochfarbe:		[EBC]			
<u>pH-Wert, VZ 45°C, Verzuckerungszeit</u>			<u>Viskosität:</u>		
pH:	5,97		Viskosität ber. 8,3 %:	1,86	[m Pa s]
VZ45°C:	29,4	[%]	Viskosität ber. 12,0 %:	2,44	[m Pa s]
Verzuckerungszeit:	10-15	[min]			
<u>Stickstoffverhältnisse:</u>			Analysevorschriften: Brauereische Analysemethoden (MEBAK)		
Eiweiß:	12,7	[%]			
löslicher N:	617	[mg/100g MTs]			
ELG*:	30,4	[%]			
<u>Bemerkung:</u>			 Andreas Richter (Leiter QS)		
<small>Mich. Weyermann GmbH Co. KG Malzfabrik - Heinz Weyermann GmbH Rostmalzbrauerei Brennerstr. 17-19 - D - 96052 Bamberg - Tel.: +49 951 - 93220 - 0 - Fax: +49 951 - 36604 Betrieb Haßfurt, Am Hafen 1 - D - 97437 Haßfurt - Tel.: +49-9521-95 35 40 - Fax: +49-9521-9636 418 e-Mail: info@weyermann.de - Internet: www.weyermann.de</small>					

Tabelle 12: „IREKS 1“, Malzspezifikation Pilsner Malz, IREKS, Kulmbach, 2008

22-FEB-2008 12:12 Von: IREKS MALZABTEILUNG +49 9221 706187 An:+49 8161 71 4242 S.1/1

-- Zentrale --



IREKS GmbH
Lichtenfelsr Straße 20
95326 Kulmbach
Tel.: 09221 706-0
Fax: 09221 706-187
www.ireks-malz.de

IREKS GmbH - Postfach 1529 - 95306 Kulmbach

Lehrstuhl für
Maschinen- und Apparatekunde
Hr. Dr. Jens Voigt
Am Forum 2

85354 Freising

M A L Z A N A L Y S E - N R. 9137

Ansprechp: Herr Pauli
Durchwahl: 09221 706-262
Direktfax: 09221 706-187

Kunden-Nr....: 800000
Kontrakt-Nr...: 800000
Liefer-Datum.: 22.02.2008
Liefer-Schein: 82344

Zu der Lieferung über 2.000 kg Pilsner Malz
ermittelten wir folgende Analysenwerte:

Wassergehalt	4,4	%
Extraktgehalt, Grobschrot, lufttr.	77,7	%
Extraktgehalt, Grobschrot, wfr.	81,3	%
Extraktgehalt, Feinschrot, lufttr.	78,9	%
Extraktgehalt, Feinschrot, wfr.	82,5	%
Mehl-Schrot-Differenz DLFU	1,2	%
Viscosität, bez. auf 8,6 %	1,51	mPas
Friabilimeter, Mehligkeit	87,6	%
Friabilimeter, Ganzglasigkeit	1,4	%
Verzuckerungszeit	5-10	Min.
Ablauf der Würze	KLAR	
Würzefarbe	3,5	EBC
Kochfarbe	5,3	EBC
Eiweißgehalt, wfr.	10,9	%
löslicher Stickstoff	732	mg/100g MTrs.
Eiweißlösungsgrad	42,0	%
Verhältniszahl nach Hartong bei 45 C	39,4	%
pH der Kongreßwürze	5,85	
hl-Gewicht	57,40	kg
Sortierung > 2,8 mm	72,5	%
Sortierung 2,5 - 2,8 mm	20,1	%
Sortierung 2,2 - 2,5 mm	6,9	%
Sortierung < 2,2 mm	0,5	%

Analyse per Fax-Nr.: 08161 / 714242

Analyse kontrolliert:

.....
(Unterschrift)

HypoVereinsbank (BLZ 771 200 73) Kto.-Nr. 3 314 200 IBAN: DE54 7712 0073 0002 3142 00 S.W.I.F.T.: HYVE DE 3314	Commerzbank (BLZ 773 400 76) Kto.-Nr. 1 313 733 IBAN: DE57 7734 0076 0131 3733 00 S.W.I.F.T.: COBA DE 3313	Dresdner Bank (BLZ 760 800 40) Kto.-Nr. 640 146 600 IBAN: DE11 7608 0040 0846 1466 00 S.W.I.F.T.: DRES DE 3313	Deutsche Bank (BLZ 760 700 17) Kto.-Nr. 7 805 544 IBAN: DE92 7607 0012 0780 0544 00 S.W.I.F.T.: DEUT DE 3313	Sparkasse Kulmbach-Kronach (BLZ 771 500 00) Kto.-Nr. 101 204 IBAN: DE05 7715 0000 0000 1012 04 S.W.I.F.T.: BYLADE3313
--	--	--	--	---

10.07/30.000
Aufsichtsratsvorsitzender: Dr. Peter Fischer - Geschäftsführer: Horst Bergmann, Bernd Dieckmann, Hans Albert Rückdeschel, Stefan Soiné
Str: Kulmbach (Staatsgericht Bavaruth HR 8 06) - USt.-IdNr. DE 132 360 421

Tabelle 13: „IREKS 2“, Malzspezifikation Pilsner Malz, IREKS, Kulmbach, 2010

IREKS GmbH • Postfach 15 29 • 95306 Kulmbach

TU - München

Unser Ansprechpartner:
Herr Dr. Graf

Tel.: 09221 706-315
Fax: 09221 706-486
E-Mail: herbert.graf@ireks.com

01.07.2010

Malz – Analyse

Pilsner Malz

Wassergehalt:	4,9 %
Extraktgehalt, Feinschrot, wfr.:	82,0 %
Feinschrot-Grobschrot-Differenz DLFU:	1,0 %
Viscosität, bez. auf 8,6 %	1,49 mPas
Friabilimeter Mehligkeit:	85,6 %
Friabilimeter Ganzglasigkeit:	1,0 %
Verzuckerungszeit:	10-15 Minuten
Ablauf der Würze:	klar
Würzefarbe:	3,0 EBC
Kochfarbe:	5,0 EBC
Eiweißgehalt, wfr.	10,2 %
löslicher Stickstoff	654 mg/100 g MTrs.
Eiweißlösungsgrad:	40,1 %
pH der Kongresswürze:	5,95

Tabelle 14: Malzspezifikation, Spitzmalz, Weyermann, Bamberg, 2010

 MALZANALYSEN Spezialmalz	MICH. WEYERMANN® GmbH Co. KG Qualitätssicherung Telefon: +49 951 - 93 22 0 - 22 Telefax: +49 951- 93 22 0 - 922 eMail: andreas.richter@weyermann.de	
---	--	---

TU München Lehrstuhl für Brau- und Getränketechnologie Weihestephaner Steig 20 D-85354 Freising	EDV-Nummer: Probentyp: K Analysennummer: S 31535 Datum Analyse: 16.06.2010 Mitarbeiter (Kürzel): RV Kunden-Nr.: 705001 Produktionsort: Bamberg
--	--

Lieferdatum: **01.07.2010**

Malzsorte: **Spitzmalz**

Wasser- und Extraktwerte:

Wassergehalt:	6,0	[%]
Extrakt lufttrocken:	71,4	[%]
Extrakt wasserfrei:	75,9	[%]

Würzefarben:

Farbe (Hellige):	5,5	[EBC]
Farbe (Photometer):	5,3	[EBC]

Geruch: **normal**
 Aussehen: **klar**
 Ablauf: **normal**

Ausputz

Analysevorschriften: Brautechnische Analysemethoden
(MEBAK)

Bemerkung: L24D



Andreas Richter (Leiter QS)

Mich.Weyermann® GmbH Co.KG Malzfabrik - Heinz Weyermann® GmbH Röstmalzbierbrauerei
 Brennerstr. 17-19 - D - 96052 Bamberg - Tel.: +49 951 - 93220 - 0 - Fax: +49 951 - 93220-970
 Betrieb Haßfurt: Am Hafen 1 - D - 97437 Haßfurt - Tel. +49-9521-95 35 40 - Fax: +49-9521-9535 418
 e-Mail: info@weyermann.de - Internet: www.weyermann.de



12.2 Schrotsortierungen der Plansichteranalysen

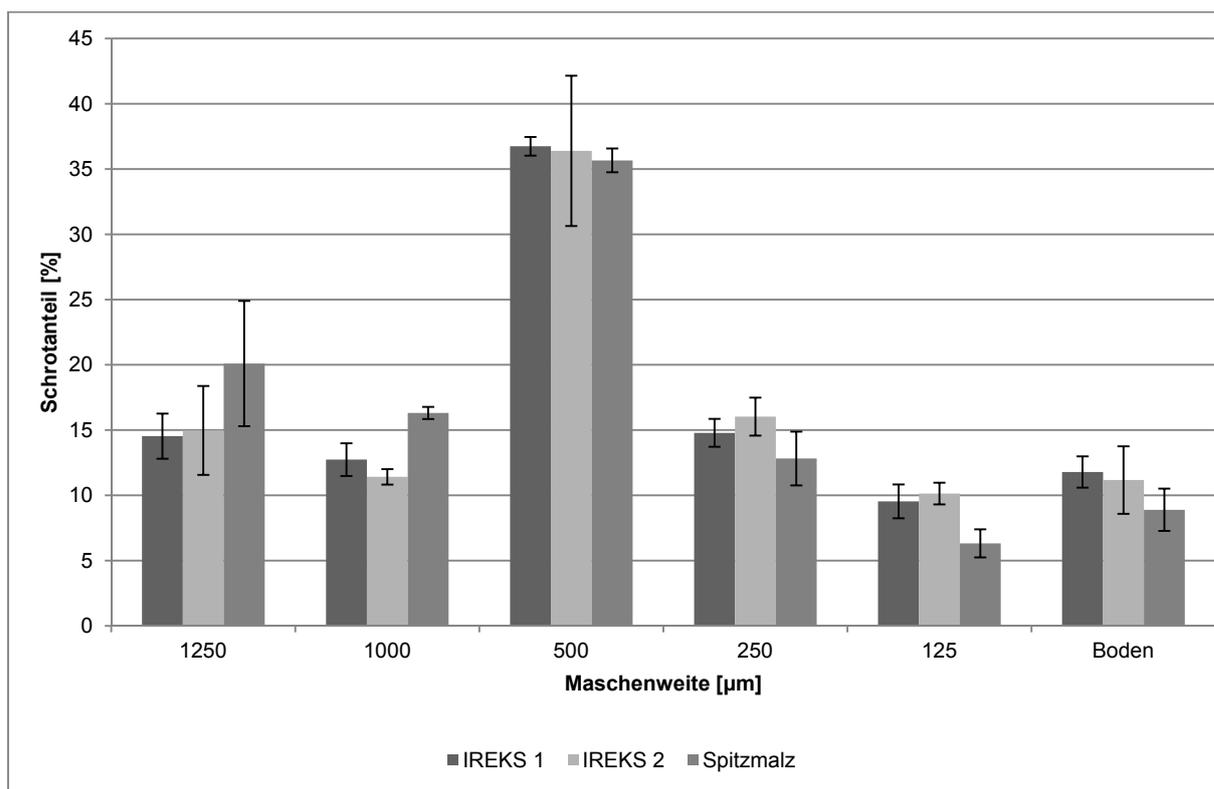
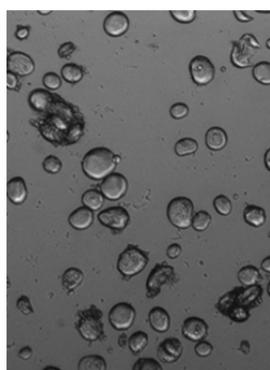


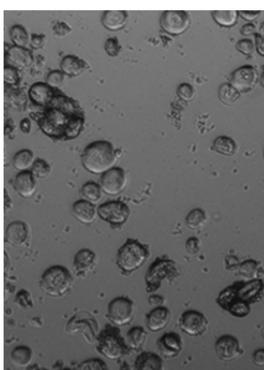
Abbildung 109: Schrotsortierung der Malze aus Kap. 5.2 bei Schrotung mit einem Walzenabstand von 0,75 mm, n=3, $\alpha=0,05$

12.3 Mikroskop-Maischversuche

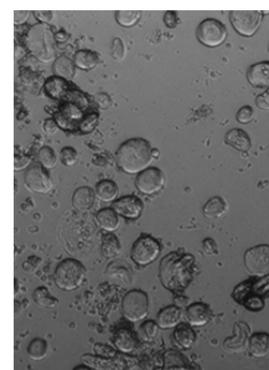
12.3.1 Maischversuch ohne Enzymgabe



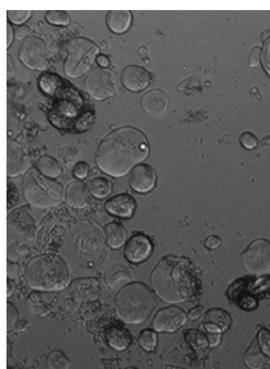
Beginn Maischen



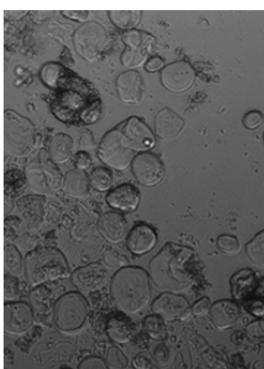
10 Minuten



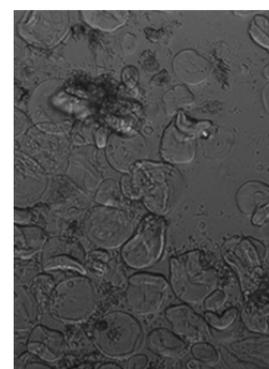
20 Minuten



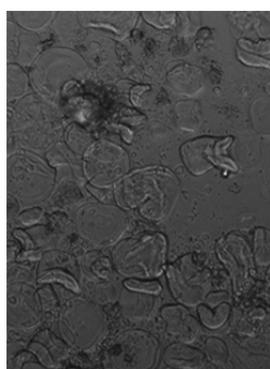
30 Minuten



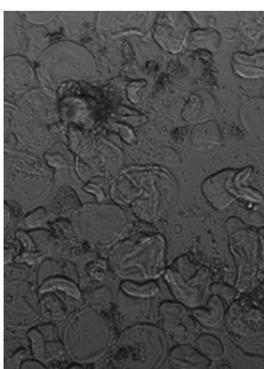
40 Minuten



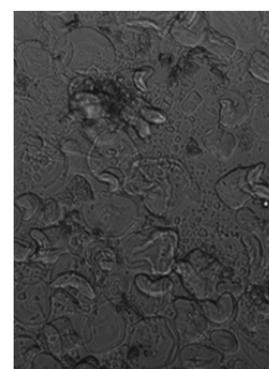
50 Minuten



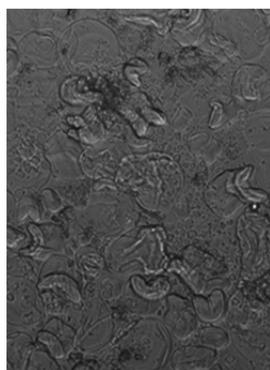
60 Minuten



70 Minuten



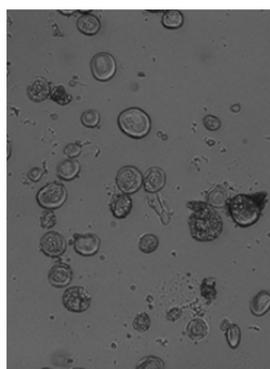
80 Minuten



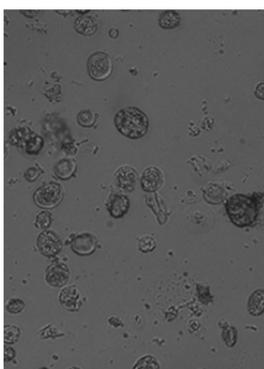
90 Minuten

Abbildung 110: Bild-Darstellung eines Maischprozesses ohne Enzymgabe

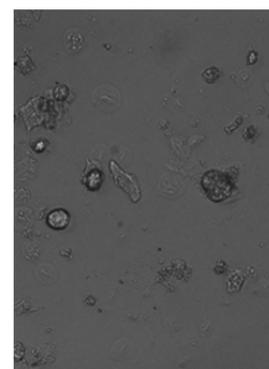
12.3.2 Maischversuch mit Enzymgabe



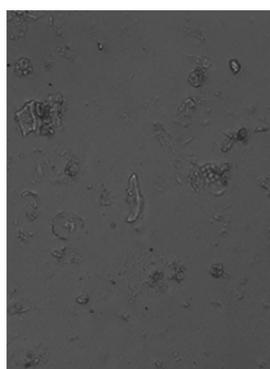
Beginn Maischen



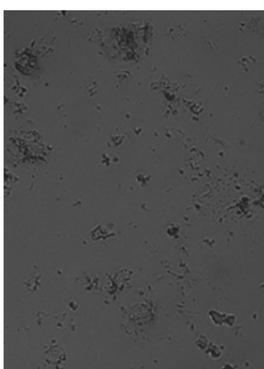
10 Minuten



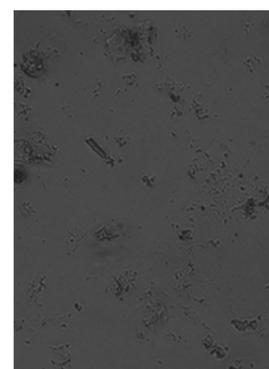
20 Minuten



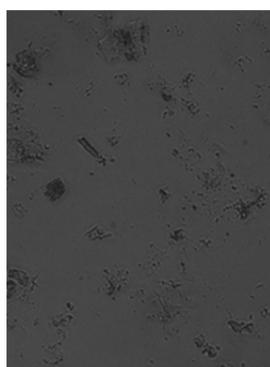
30 Minuten



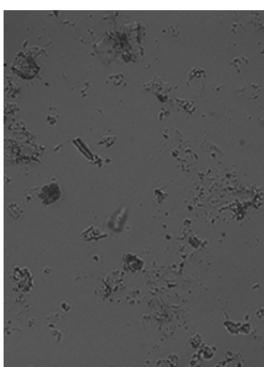
40 Minuten



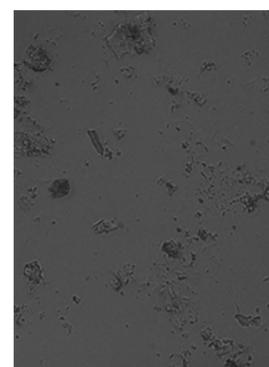
50 Minuten



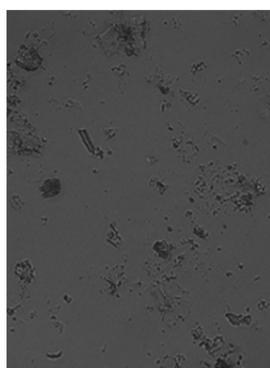
60 Minuten



70 Minuten



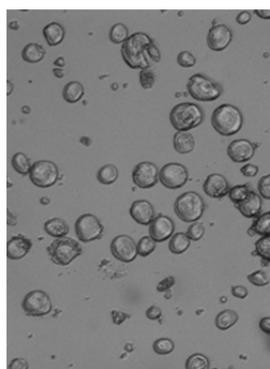
80 Minuten



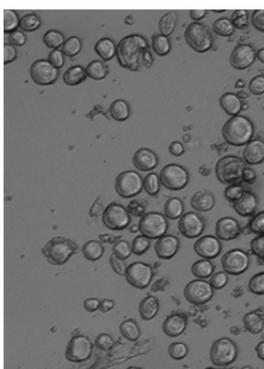
90 Minuten

Abbildung 111: Bild-Darstellung eines Maischprozesses mit Enzymgabe zu Beginn des Maischprozesses

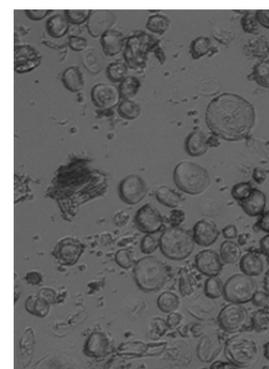
12.3.3 Maischversuch mit Enzymgabe nach Verkleisterung



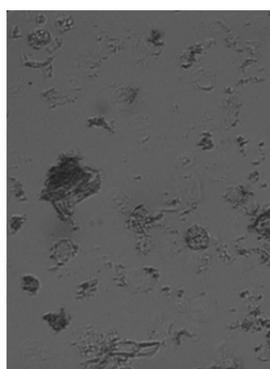
Beginn Maischen



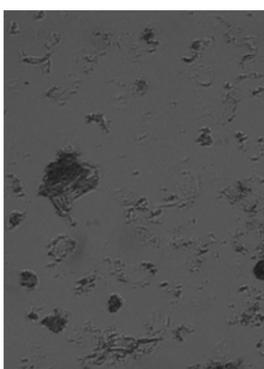
10 Minuten



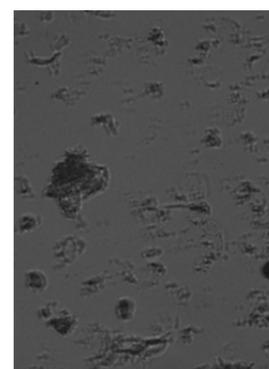
20 Minuten



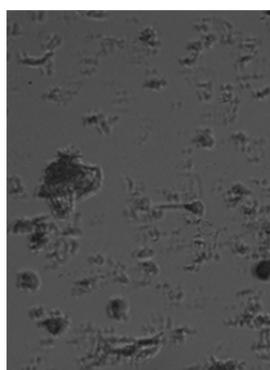
30 Minuten



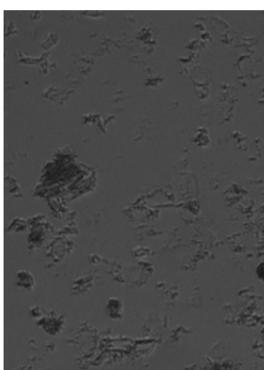
40 Minuten



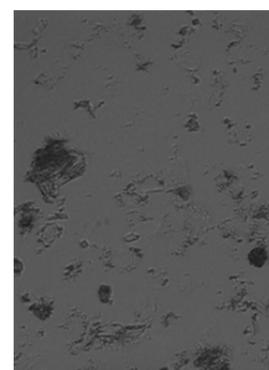
50 Minuten



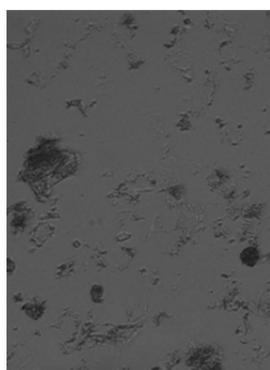
60 Minuten



70 Minuten



80 Minuten



90 Minuten

Abbildung 112: Bild-Darstellung eines Maischprozesses mit Enzymgabe nach der Verkleisterung

13 Lebenslauf

Name		Johannes Tippmann
Anschrift		Ottostraße 19 85354 Freising
Geburtsdatum und -ort		11.10.1976 in Tirschenreuth
Schulabschluss	1996	allgemeine Hochschulreife am Stiftlandgymnasium Tirschenreuth
Studium	11/1997 - 06/2004	Brauwesen und Getränketechnologie an der Technischen Universität München, Abschluss Dipl.-Ing.
Wissenschaftlicher Mitarbeiter	07/2005	Promotion auf dem Gebiet der Feststoffverfahrenstechnik am Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde, Technische Universität München
Beruflicher Werdegang	04/2012	Wissenschaftlicher Angestellter am Lehrstuhl für Brau- und Getränke- Technologie, Technische Universität München

Literaturverzeichnis