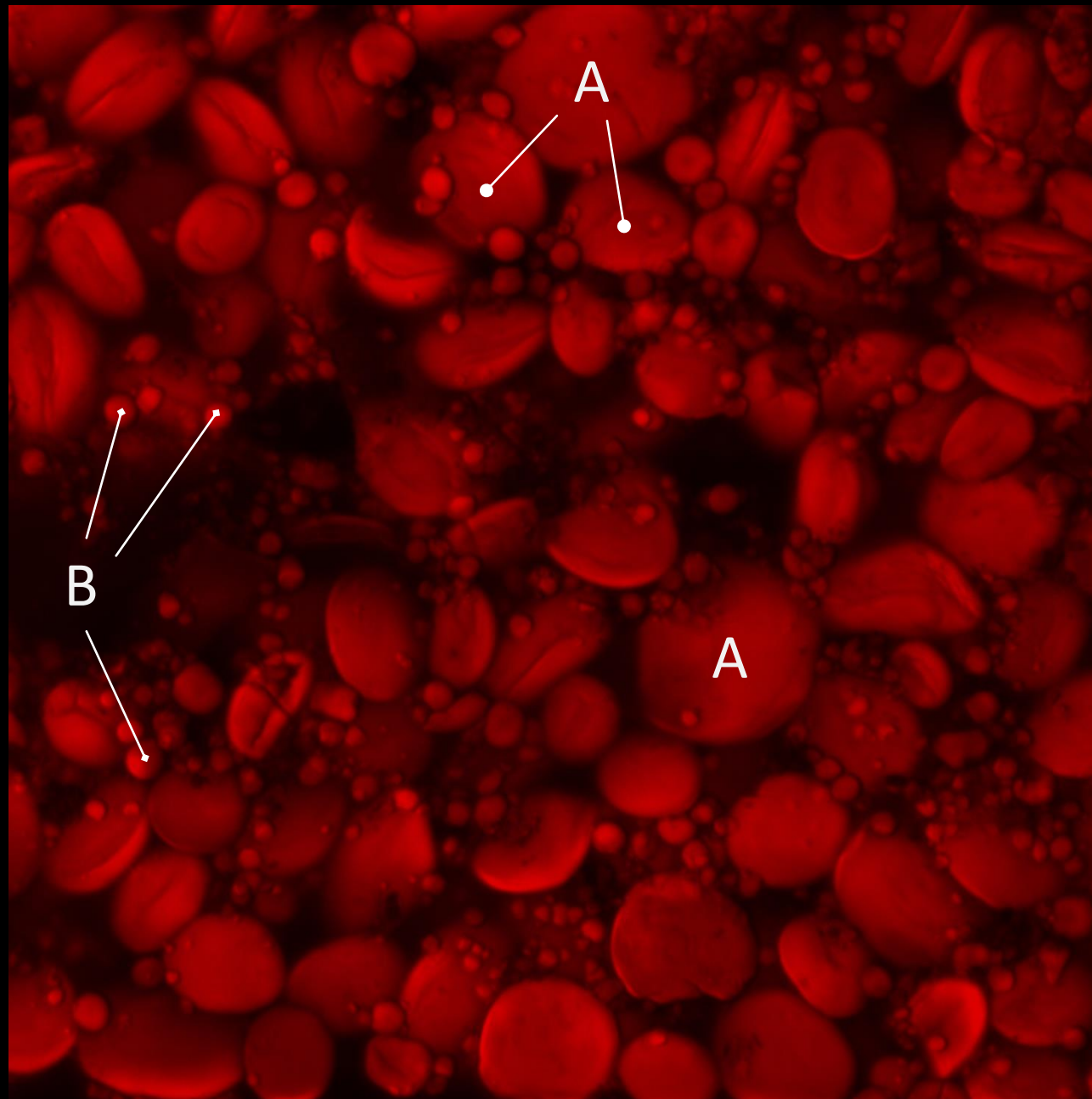




**maltiply**  
... your business!

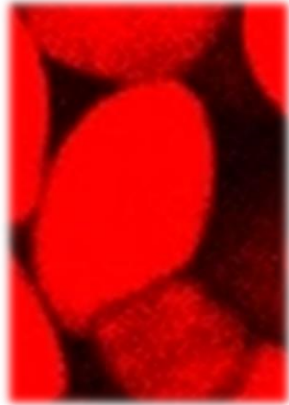
# **Verkleisterung:** Analysemethoden und deren Relevanz für die Praxis

*Praxisseminar BLQ, 13.10.2022, M. Rittenauer*



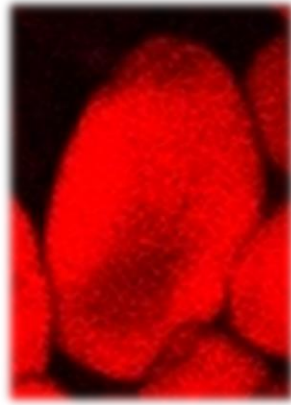
*Gerstenmalzstärke: Safranin Objektiv: 40; 1024×1024 pixel*

# Grundlegende Fragestellungen

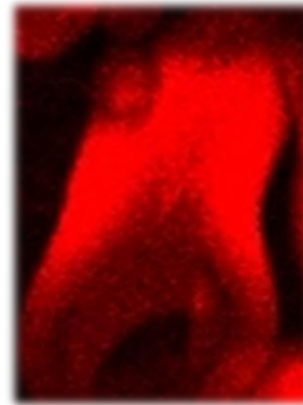


Stärke Korn im Grundzustand

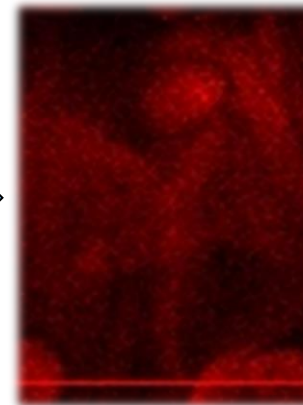
(kaum enzymatisch abbaubar)



Gequollenes Stärke Korn



Aufplatzen des Stärke korns



Vollständig geplatzt es Stärke Korn

(enzymatisch abbaubar)

→ Welches **Messprinzip** bestimmt die erforderliche Temperatur welche die enzymatische Zugänglichkeit der Stärkekörner induziert?

→ Wie müssen die **Messvorschriften** dieser Messsprinzipie an die Matrix Malz angepasst werden um genaue und reproduzierbare Ergebnisse zu liefern?

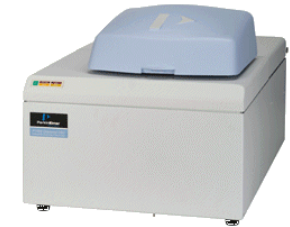
→ Welches ermittelte Temperatur hat die höchste Relevanz für die **Praxis (Maischen)**?

# Methoden zur Ermittlung der VKT

## **Kalorimetrisch: Dynamic-Scanning-Calometry (DSC)**

Aufschmelzen der kristallinen Stärkestrukturen

- Stärkeaufreinigung nötig (Paper I)
- Bestimmung von Kleinstmengen (ca. 5 mg)
- + Direkte Methode



Quelle: Perkin Elmer

## **Rheologisch: Viskosimeter (z.B. Rapid-Visco-Analyzer, RVA)**

Erfassung der Viskositätszunahme bei Verkleisterungsbeginn

- Angepasste Messvorschrift notwendig (Paper II + III)
- Indirekte Bestimmung der VKT
- + Vergleichbares Prinzip: Maischebottich im Kleinmaßstab



Quelle: Perten

## **Optisch: mikroskopische Betrachtung der Stärkekörner (CLSM)**

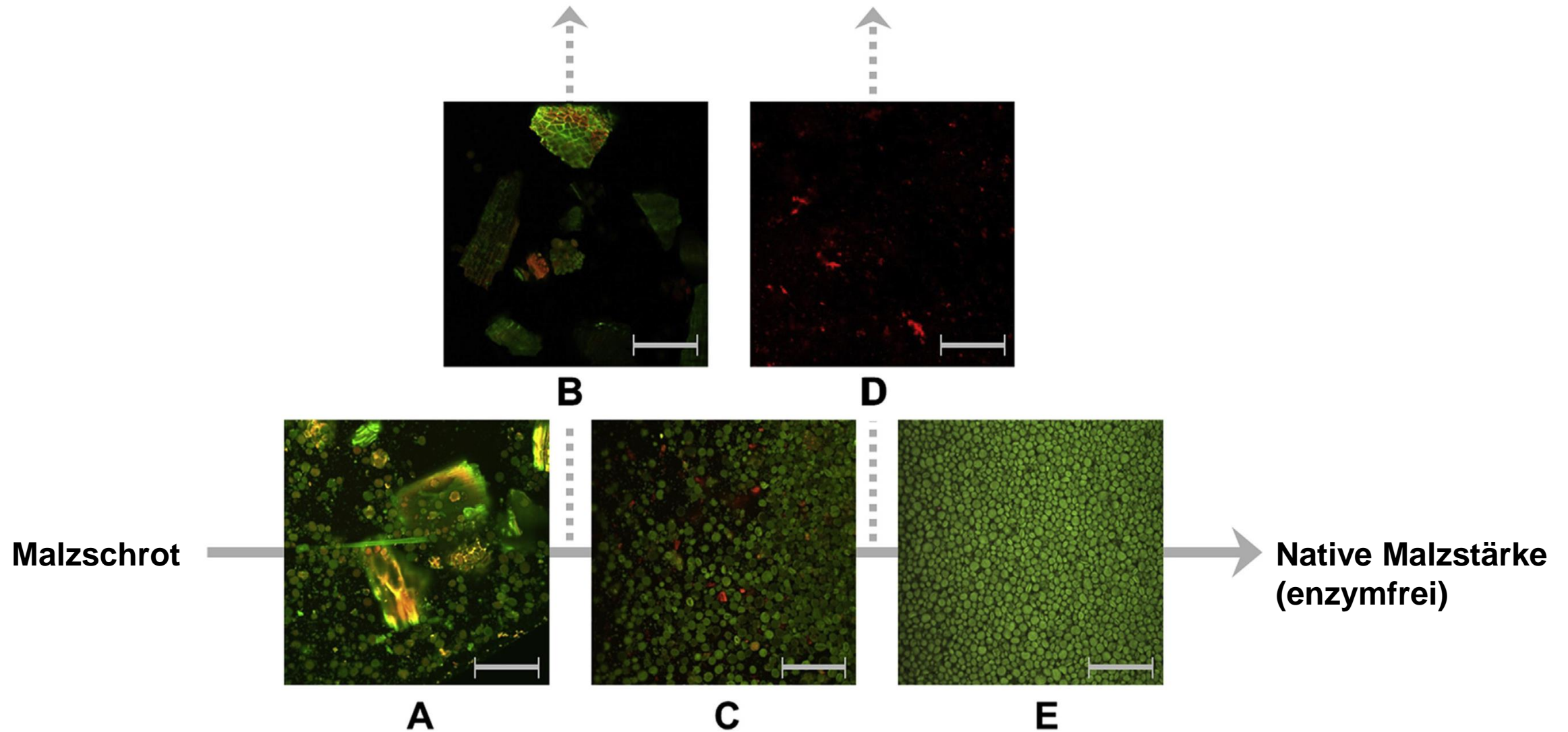
Beobachtung der Ausdehnung der angefärbten Stärkekörner durch Hitzeeinwirkung

- Beobachtung von Kleinstmengen (50 -100 Stärkekörner)
- Aufwändig, schwer standardisierbar für Laboralltag
- + Direkte Methode, gute Ergänzung zu anderen Analysemethoden



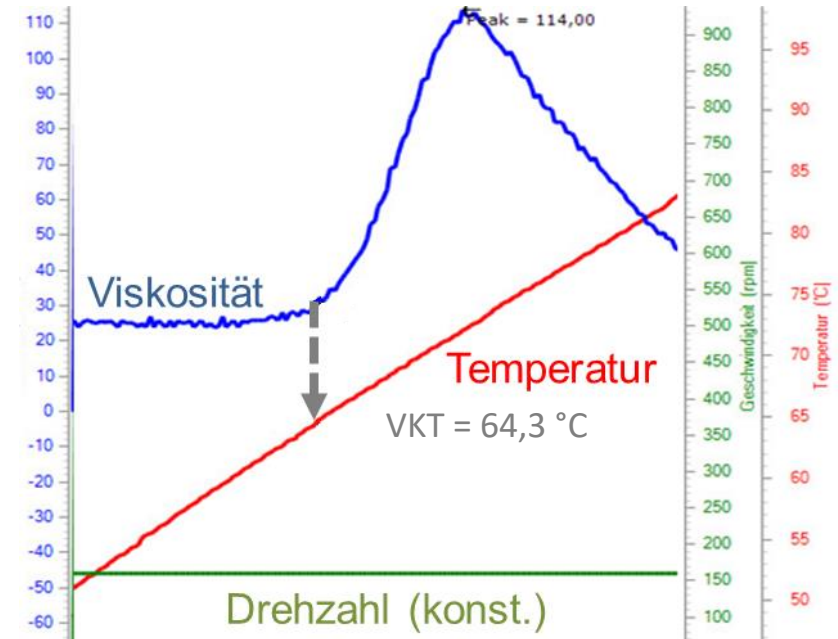
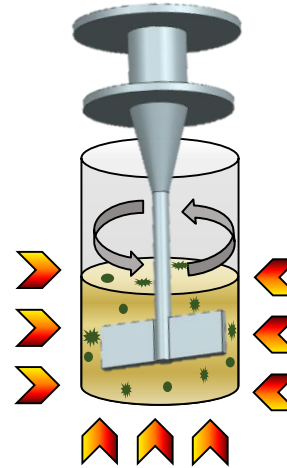
Quelle: NIKON Imaging

# Stärkeaufreinigung (DSC-Methode)

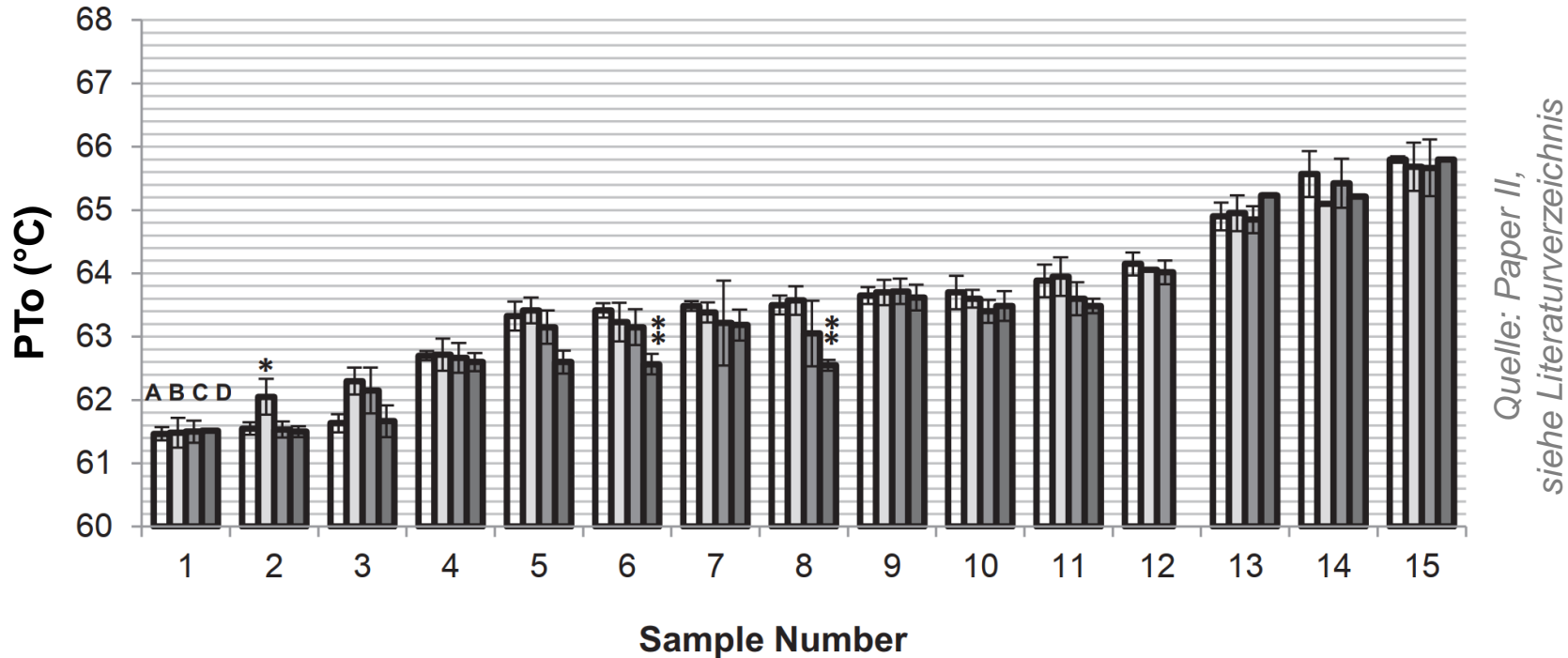


# VKT: rheologische Bestimmung

- Die Suspension wird in einen Zylinder eingebracht, in dem sich ein Rotor mit konstanter Geschwindigkeit dreht
- Durch den Widerstand der Suspension wird über die Energieaufnahme des Motors die „Gesamtviskosität“ errechnet
- Die Probe wird erhitzt und die Viskositätsänderung gemessen (→ Micro-Maischgefäß)
- Ermittlung der Maischetemperatur bei Viskositätsanstieg = VKT
- OFFEN: Standardisierung der Probevorbereitung, Ermittlung des idealen Schüttungsverhältnis, Einfluss Amylasen?

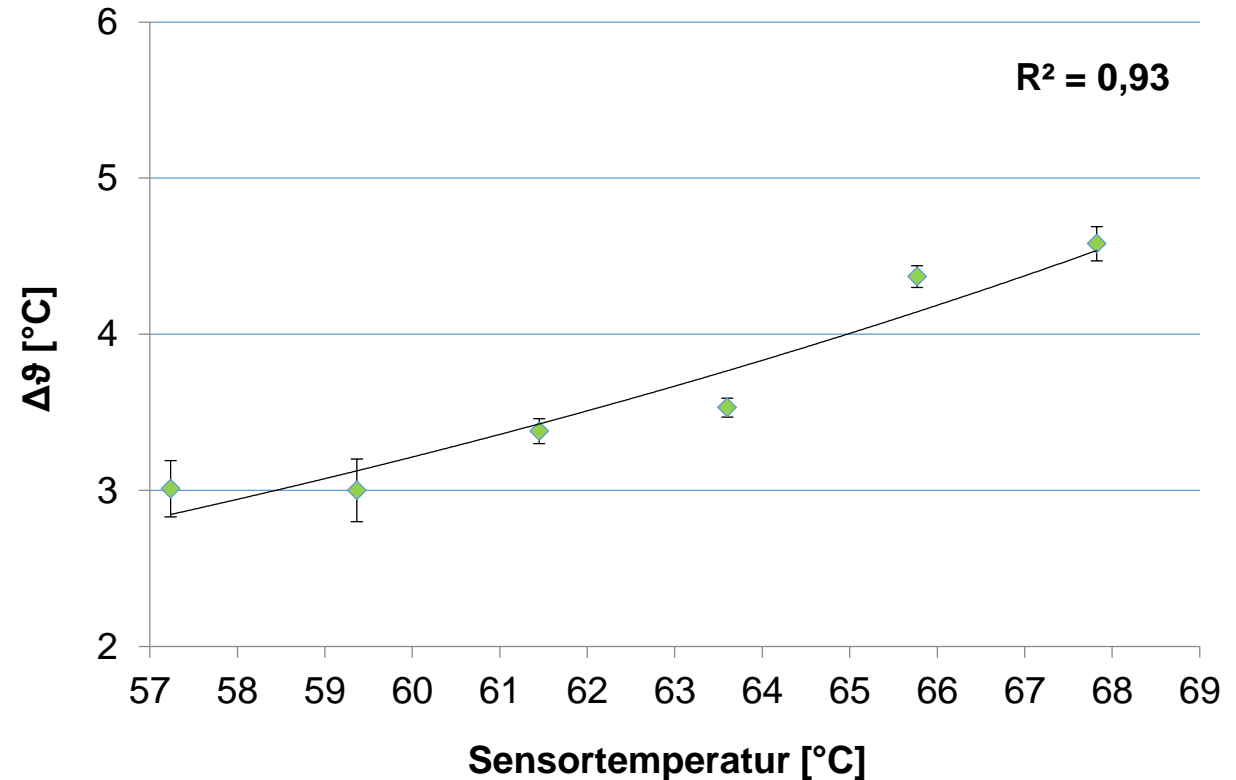
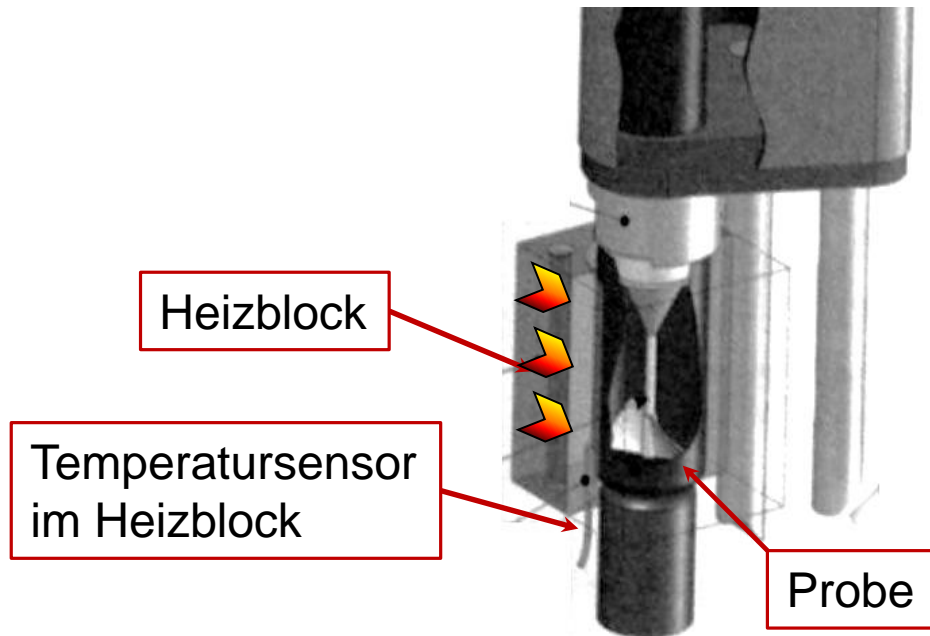


# Ringversuch MEBAK Analysenvorschrift



**PAPER 2: Ermittlung der idealen Analyseparameter der rheologischen Bestimmung + Evaluierung (PTo)**  
**→ offizielle MEBAK Methode für Gerstenmalz (R-200.32.283)**

# Problematik der RVA Messung




→ Ermittlung einer Korrekturformel zur Bestimmung der aktuellen Maischetemperatur zu Verkleisterungsbeginn (PT5, Paper III)

# Vergleich der Ergebnisse der Messmethoden

- Die VKTs von 13 Malzproben wurden kalorimetrisch (DSC) und rheologisch (RVA, mit / ohne Temperaturkompensation) bestimmt.
- Jede Probe wurde bei ihrem entsprechenden VKT-Niveau isotherm für 5 min. gemaischt (E)
- Jede Probe wurde zusätzlich bei ihrem entsprechenden VKT-Niveau isotherm gemaischt und die Amylasen inhibiert (I)
- Zum Vergleich wurde jede Probe als Kaltextrakt gemaischt (20°C, Amylasen inhibiert)  
→ Ausgangszustand der Stärkekörner zu Maischebeginn
- Jede Probe wurde isotherm 65°C gemäß MEBAK gemaischt → Vergleich max. Ausbeute
- Die resultierenden Maischen wurden rheologisch und mikroskopisch analysiert.  
Es wurden Partikelgrößenverteilungen und der Gehalt vergärbare Zucker bestimmt.

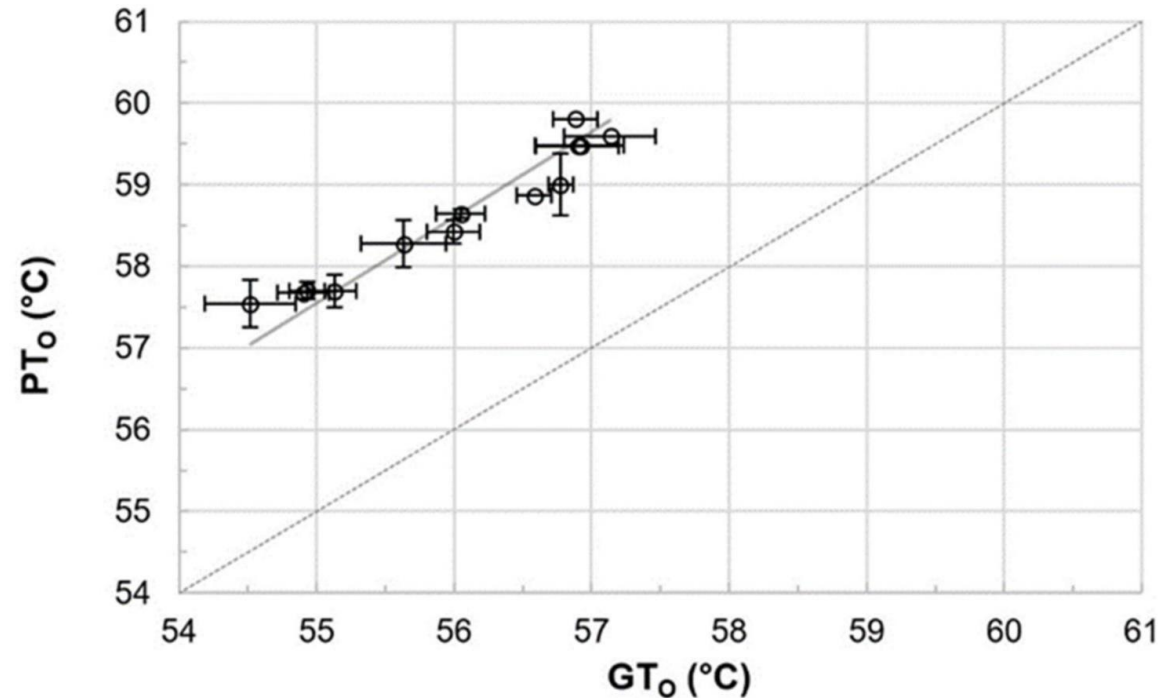
**PROBENÜBERSICHT**



- CE → Kaltextrakt, inhibiert
- GTo → DSC Messung
- PTo → korrigierte rheologische Messung
- PT5 → nicht korrigierte rheologische Messung
- ISO65 → Isotherme 65°C Maische

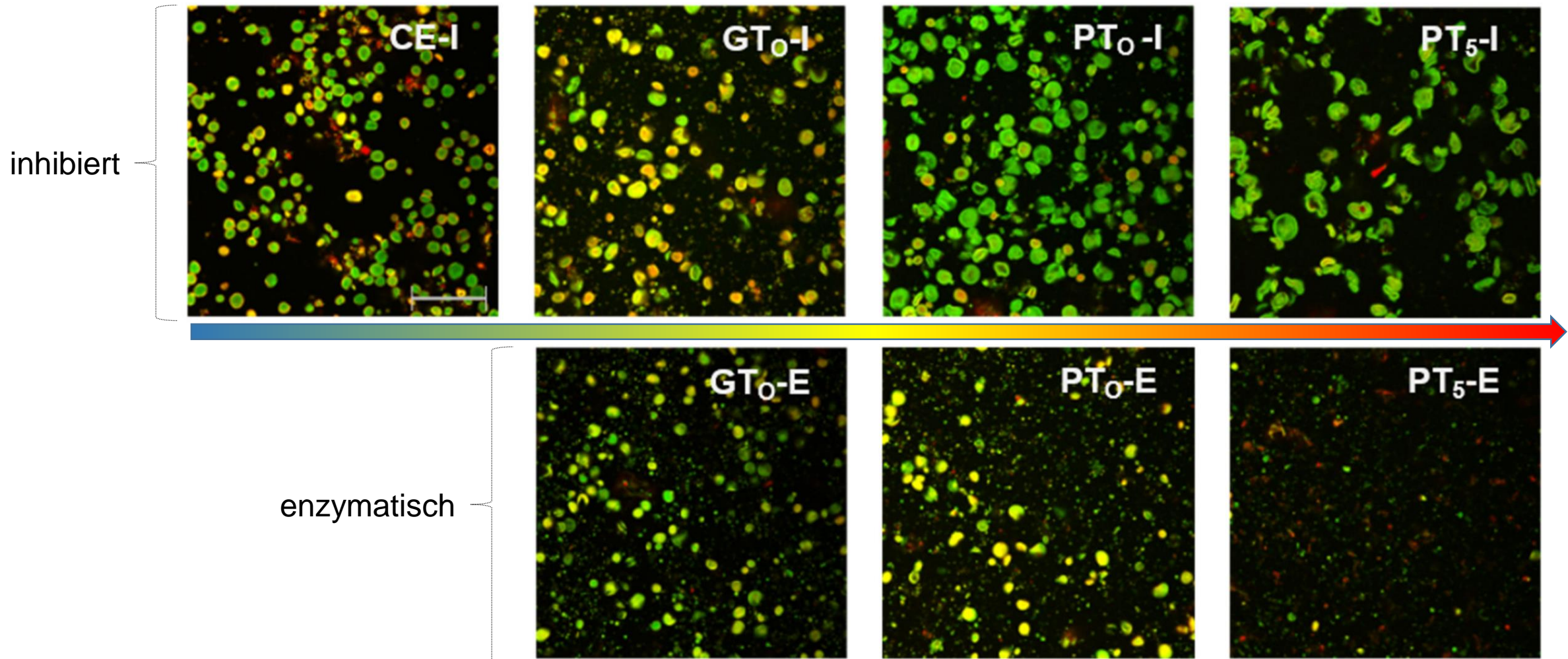
# Vergleich GTo (DSC) und PTo (RVA)

- Ermittelte kalorimetrische VKTs (GTo) sind signifikant niedriger als rheologische (im Schnitt 2,6°C geringer)
- Es gibt einen klaren, statistischen Zusammenhang zwischen den beiden Messmethoden



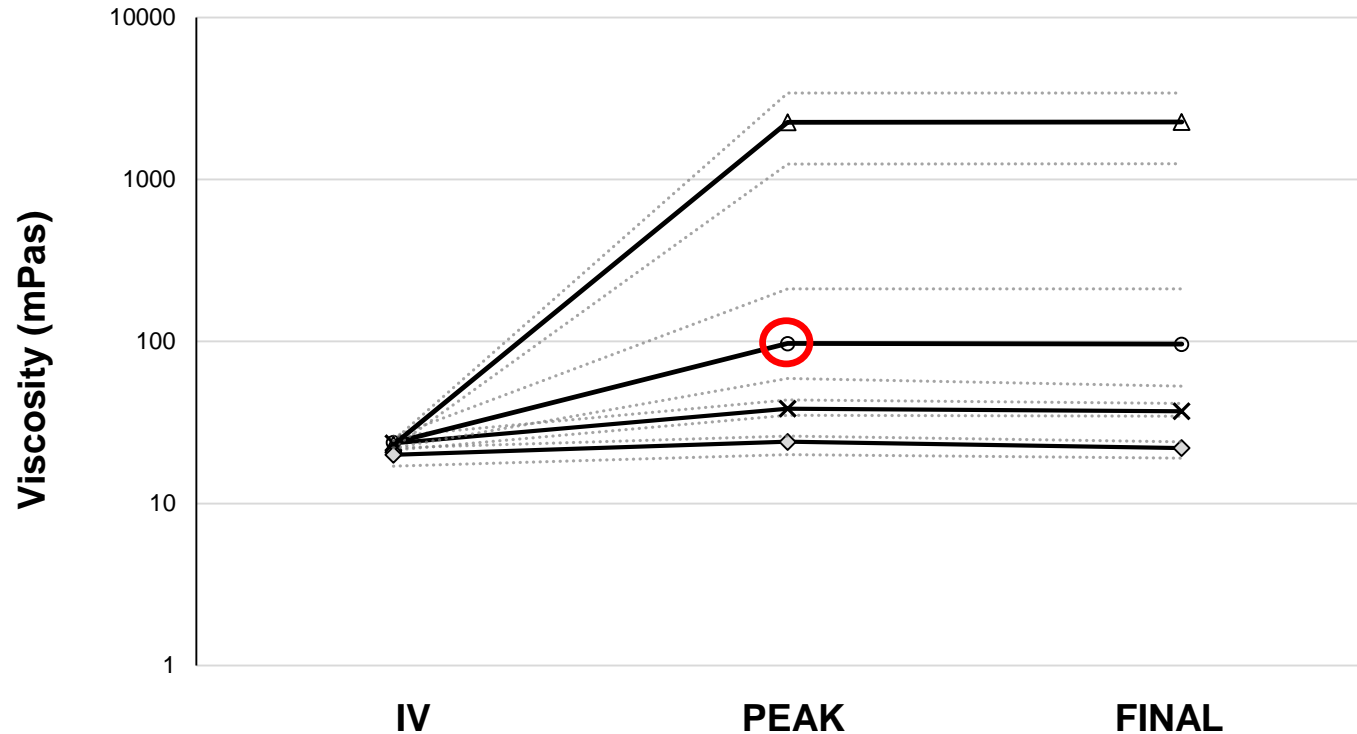
Quelle: Paper IV, siehe Literaturverzeichnis

# Mikroskopische Betrachtung

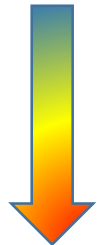


Quelle: Paper IV, siehe Literaturverzeichnis

# Rheologische Betrachtung



Quelle: Paper IV,  
siehe Literaturverzeichnis



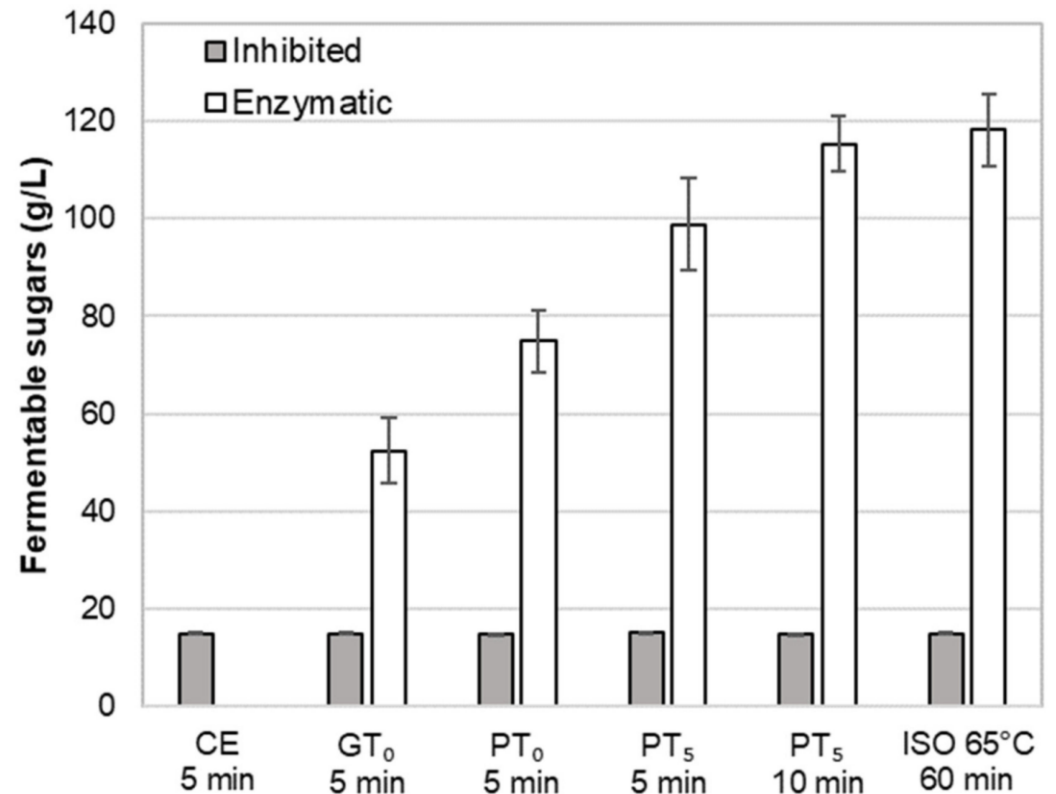
CE  
GTo  
PTo  
PT5

◇  
x  
o  
Δ

→ Referenz (Faktor 1.2 zu Anfangsviskosität)  
→ Geringer Zunahme (Faktor 1.6 zu Anfangsviskosität)  
→ Starke Zunahme (Faktor 4.1 zu Anfangsviskosität)  
→ Sehr starke Zunahme (Faktor 96.5 zu Anfangsviskosität)

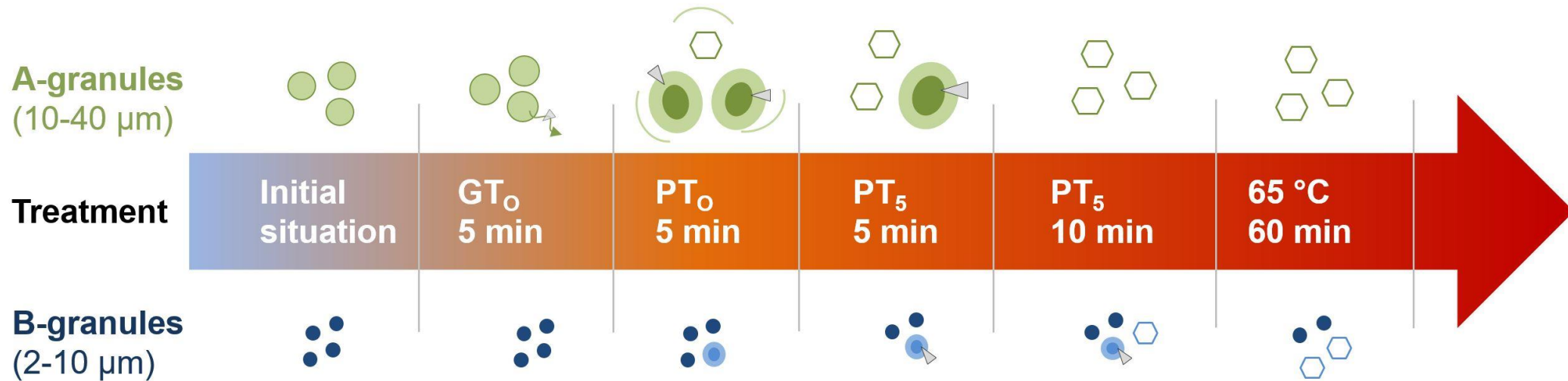
# Vergärbare Zucker


- Zunahme von verg. Zuckern von Kaltextrakt zu **GTo**  
→ Beschädigte Stärke verzuckert (43,2% von Maximum)
- Deutliche Zunahme der verg. Zucker bei **PTo** (61,7% von Maximum)
- Deutliche Zunahme der verg. Zucker bei **PT5** (83,5% von Maximum)
- Deutliche Zunahme der verg. Zucker bei **PT5 10 min** (97,5% von Maximum)




Quelle: Paper IV, siehe Literaturverzeichnis

# Zusammenfassung



 Amylose leaching

 Amylolytic hydrolysis

 Granule swelling

 Sugar

Temperature levels:  $GT_0$ : gelatinization onset;  $PT_0$ : pasting onset;  $PT_5$ : unadjusted pasting temperature

Quelle: Paper IV, siehe Literaturverzeichnis

# Zusammenfassung



- VKT  $\neq$  VKT: Bessere Unterscheidung im Englischen möglich:  
→ gelatinization (DSC) vs. pasting temperature (RVA)
- Rheologische Bestimmung der VKT ist näher an Praxisanforderungen
- Bei korrigierter rheologischer VKT (PT<sub>0</sub>) klarer Verkleisterungsbeginn (... aber keine vollständige Verkleisterung)
- Bei nicht korrigierter rheologischer VKT (PT<sub>5</sub>) stärkster Einfluss auf Stärkekörner / Viskosität / vergärbare Zucker (→ MEBAK Methode)
- **Bereits nach 10 Minuten maischen bei unkorrigierter rheologischer VKT (PT<sub>5</sub>) ist nahezu die gesamte Stärke zu verg. Zuckern (97.5%) abgebaut!**

# Ausblick / Überleitung

- Schwer verkleisterbare B-Körner sind Schlüssel zu maximalen Extraktausbeuten
  - Können B-Körner in der Stärke:
    - a) reduziert werden (Züchtung / Sorten...)?
    - b) während der Mälzung aufgeschlossen / abgebaut werden?
    - c) mechanisch beschädigt werden (zB Vermahlung)?
- Der Beginn der Verkleisterung ist nun zuverlässig analytisch bestimmbar.
  - Bei welcher Temperatur endet die Verkleisterung?
  - Analysemethode?

- **Paper I:** Rittenauer, M., Kolesnik, L., Gastl, M., Becker, T.: From native malt to pure starch - development and characterization of a purification procedure for modified starch. *Food Hydrocolloids* 56(May 2016) (2016), 50 - 57.  
→ **Methode für Malzaufbereitung für DSC Messungen**
- **Paper II:** Rittenauer, M., Gastl, M., Becker, T.: Optimized analytical parameters for the viscometric determination of pasting temperatures of barley malt. *Food Hydrocolloids* 62(January 2017) (2016), 149 - 157  
→ **Messvorschrift für viskosimetrische VKT Messung (RVA, MEBAK)**
- **Paper III:** Rittenauer, M., S. Gladis, et al. (2017). "Critical evaluation of viscometrically determined pasting temperatures in barley malt." *Journal of the Institute of Brewing* 123(4): 472-479.  
→ **Bestimmung des Temperatursausgleichs im RVA**
- **Paper IV:** Rittenauer, M.; Gladis, S.; Gastl, M.; Becker, T.: Gelatinization or Pasting? The Impact of Different Temperature Levels on the Saccharification Efficiency of Barley Malt Starch, *Foods* **2021**, *10*, 1733. <https://doi.org/10.3390/foods10081733> (open access)  
→ **Evaluierung der unterschiedlichen Methoden, Auswirkungen auf Stärkeverkleisterung**



# multiply<sup>x</sup>

... your business!

***Impressum / Contact:***

*multiply GmbH  
Michael Rittenauer  
Schützenmattstr. 3B  
5600 Lenzburg, CH  
[mr@multiply.com](mailto:mr@multiply.com)*