

M. Schmitt and S. Home

Sieving Test for Malt - Determination of Accuracy, Repeatability and Reproducibility

Submitted on behalf of the Analysis Committee of the European Brewery Convention

EBC method 3.11.1, Sieving Test for Barley, was modified and tested for malt. Six samples were analysed in 12 laboratories. Fractions I – IV and the amount of broken kernels and foreign matter were analysed in duplicate. Repeatability and reproducibility figures were determined for the combined fraction I + II, fraction IV, broken kernels and foreign matter. Repeatability (r_{95}) of fractions, except broken kernels, were independent of the mean value. Reproducibility (R_{95}) of fraction IV was independent of the mean and other fractions were dependent on the mean value. All results were acceptable and the method was recommended for inclusion in Analytica-EBC.

Descriptors: EBC Analysis Committee, sieving test, barley, malt, method 3.11.1, method 4.22

1 Introduction

The Analysis Committee of the European Brewery Convention (EBC) decided to modify the method 3.11.1, Sieving Test for Barley, making it suitable for malt. The committee then carried out an inter-laboratory collaborative trial to determine the accuracy and precision of the malt sieving test.

2 Experimental

The organisation of the trial and the statistical treatment of the collected data were conducted according to the procedure given in the International Standard ISO 5725-2. Six malt samples were sent to 12 laboratories. The laboratories were asked to determine the fractions from I to IV, broken kernels (fraction V) and foreign matter (fraction VI) in duplicate. All laboratories reported all the results.

3 Results and Discussion

The basic data are presented in table 1. The statistical evaluation was carried out using EBC method 14.2. In the statistical evalu-

ation of data numerical consistency was tested using Cochran's and Grubb's test to identify stragglers and outliers. The Cochran test detected one outlier for fraction III and broken kernels and two for foreign matter. By Grubb's test one outlier for fraction III, six outliers for fraction IV, one outlier for broken kernels and six outliers for foreign matter were detected. No stragglers were found.

It was decided to combine the fractions I and II and drop out the fraction III in the final calculations on repeatability and reproducibility. The precision data using the accepted results for fraction I + II, IV, broken kernels and foreign matter of all the samples are shown in table 2. The precision results are summarised in table 3.

4 Conclusions

Repeatability and reproducibility results are acceptable and the EBC Analysis Committee recommended the inclusion of the method in Analytica-EBC. The method is published in the up-date of Analytica-EBC issued in June 2005 (method 4.22).

Table 1 Results of the collaborative trial on the method Sieving Test for Malt

		SAMPLES											
		A		B		C		D		E		F	
Lab. Nr	FRACTION Nr	Test 1	Test 2	Test 1	Test 2	Test 1	Test 2	Test 1	Test 2	Test 1	Test 2	Test 1	Test 2
1	I	88,09	88,12	64,78	65,90	85,85	86,00	83,06	82,90	71,93	71,06	82,33	81,46
	II	9,71	9,64	22,76	22,08	12,63	12,55	13,14	13,02	21,78	21,35	9,02	8,95
	III	1,36	1,22	8,24	8,30	1,35	1,15	2,43	2,18	3,54	3,11	0,83	0,93
	IV	0,31	0,10	2,63	2,41	0,54 [°]	0,12 [°]	1,02	1,01	1,31	1,33	6,94 [°]	5,94 [°]
	Broken kernels	1,01	1,38	1,41	1,50	0,42	0,38	0,25	0,67	1,03**	2,03**	0,68	2,15
	Foreign matter	0,11	0,25	0,23	0,15	0,00	0,00	0,1	0,29	0,61*** [°]	1,19*** [°]	0,21*** [°]	0,65*** [°]
2	I	87,93	88,56	64,26	63,01	85,03	83,99	83,22	81,08	70,86	72,17	81,51	81,86
	II	9,28	8,83	22,45	22,78	12,79	13,71	11,64	13,83	24,30	21,65	9,55	9,82
	III	1,62	1,59	8,28	9,30	1,72	1,63	3,33	3,20	3,58	4,29	1,00	0,93
	IV	0,38	0,14	3,82	3,01	0,16	0,12	1,02	0,85	0,87	0,74	0,05	0,05
	Broken kernels	0,79	1,42	1,43	1,82	0,55	0,70	0,82	1,02	0,71	0,95	7,98	7,06
	Foreign matter	0,21	0,00	0,00	0,19	0,01	0,07	0,05	0,07	0,00	0,26	0,00	0,00
3	I	86,14	85,47	63,05	63,49	83,75	83,36	80,73	82,91	68,61	69,83	80,10	78,35
	II	9,75	10,00	23,11	23,18	13,54	14,34	14,86	12,58	25,64	24,42	8,13	9,90
	III	1,92	1,72	9,08	8,25	1,61	1,37	2,43	2,71	3,50	3,85	0,57	0,53
	IV	0,68 [°]	0,99 [°]	3,55	3,88	0,17	0,30	0,78	0,83	1,08	1,11	2,98	2,79
	Broken kernels	1,25	1,02	1,14	1,14	0,49	0,44	0,94	0,70	0,95	0,72	8,04	8,53
	Foreign matter	0,20	0,69	0,00	0,02	0,53	0,34	0,17	0,30	0,16	0,06	0,00	0,01
4	I	86,58	86,52	59,93	59,59	81,36	82,62	81,84	82,12	66,22	66,61	80,48	82,29
	II	10,68	10,89	25,10	26,11	15,75	15,18	13,64	13,73	27,76	28,70	10,82	14,06
	III	1,22	2,08	10,30	10,24	1,65	1,65	2,81	3,24	3,72	4,11	0,82**	1,98**
	IV	0,31	0,51	3,23	4,09	0,12	0,20	0,75	0,97	0,98	0,92	2,16	1,72
	Broken kernels	0,39	0,00	0,82	0,00	0,29	0,00	0,72	0,00	0,72	0,00	5,85	0,00
	Foreign matter	0,12	0,00	0,25 [°]	0,00 [°]	0,7	0,00	0,38	0,00	0,30 [°]	0,00 [°]	0,00	0,00
5	I	89,71	90,42	62,98	64,87	86,68	86,20	81,63	84,24	75,00	73,27	85,57	85,85
	II	8,18	7,98	22,64	21,71	11,18	11,78	13,77	11,85	19,45	21,85	10,32	10,31
	III	1,61	1,34	10,89	9,93	1,98	1,87	3,32	2,97	4,61	3,90	2,04 [°]	2,12 [°]
	IV	0,50	0,26	3,49	3,49	0,16	0,15	1,28	0,94	0,94	0,98	2,07	1,72
	Broken kernels	0,95	0,80	1,41	1,16	0,55	0,59	1,28	0,80	0,86	1,08	7,89	7,07
	Foreign matter	0,89	0,70	0,60 [°]	0,65 [°]	0,40	0,70	0,55	0,26	0,36	0,21	0,16 [°]	0,28 [°]
6	I	88,75	88,20	64,75	65,77	86,01	85,76	83,61	83,74	73,04	72,53	81,31	81,76
	II	8,38	8,51	22,52	22,88	11,65	11,79	12,76	12,28	22,2	22,27	8,80	8,65
	III	1,24	1,52	8,19	7,47	1,54	1,39	2,57	2,18	3,17	3,37	0,75	0,65
	IV	0,40	0,35	3,06	2,84	0,13	0,10	0,50	0,58	0,93	0,86	2,53	2,76
	Broken kernels	0,85	1,02	1,20	0,80	0,15	0,46	0,43	0,57	0,57	0,88	6,24	6,25
	Foreign matter	0,37	0,47	0,27	0,13	0,60	0,62	0,21	0,28	0,11	0,20	0,00	0,00
7	I	87,34	86,11	64,04	61,31	85,74	83,46	82,04	81,6	66,54	68,68	76,88	79,8
	II	10,08	11,05	23,1	24,9	12,63	14,52	13,76	13,95	27,92	26,37	9,87	8,47
	III	1,60	1,65	9,40	9,83	1,36	1,62	3,24	3,31	4,21	4,00	0,80	0,70
	IV	0,68	0,76	3,14	3,46	0,18	0,25	0,76	1,04	0,95	0,85	0,00	0,00
	Broken kernels	0,35	0,43	0,32	0,50	0,09	0,15	0,20	0,10	0,38	0,10	12,45 [°]	11,03 [°]
	Foreign matter	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
8	I	88,98	89,40	67,66	67,60	86,07	85,58	83,95	84,50	72,83	73,87	84,84	84,22
	II	8,29	7,72	20,65	20,56	11,35	11,37	11,26	11,08	21,29	20,85	7,82	7,22
	III	1,38	1,52	8,40	8,17	1,71	1,80	3,06	2,80	4,28	4,02	0,61	0,82
	IV	0,36	0,40	2,68	2,68	0,14	0,14	0,94	0,62	0,96	0,78	1,23	1,62
	Broken kernels	0,78	0,73	0,60	0,99	0,31	0,46	0,63	0,70	0,52	0,42	5,50	6,12
	Foreign matter	0,21	0,23	0,01	0,00	0,42	0,65	0,16	0,30	0,12	0,06	0,00	0,00
9	I	87,40	88,30	62,00	63,70	84,40	86,50	83,60	81,50	71,40	71,10	81,20	83,30
	II	10,10	8,20	23,20	22,00	13,30	11,40	11,60	13,80	23,10	23,20	8,60	8,10
	III	1,80	1,50	9,70	9,80	1,60	1,40	3,30	3,10	3,70	4,00	0,80	0,70
	IV	0,40	1,20	4,20	3,50	0,10	0,20	0,60	0,70	0,60	0,80	2,40	2,10
	Broken kernels	0,30	0,60	0,90	1,10	0,60	0,50	0,90	0,90	1,20	0,90	7,00	5,70
	Foreign matter	0,00	0,20	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
10	I	88,96	90,06	65,34	66,34	85,25	87,24	83,38	83,84	76,43	75,55	84,11	81,06
	II	8,33	7,26	21,53	21,16	11,98	10,34	12,08	11,35	19,47	19,23	7,65	9,09
	III	1,18	1,41	8,74	8,58	1,52	0,97	2,57	2,70	3,18	3,53	0,95	0,95
	IV	0,34	0,11	3,15	2,49	0,17	0,23	0,98	1,01	0,47	0,95	1,10	1,72
	Broken kernels	0,91	0,88	1,22	1,43	0,39	0,39	0,84	0,71	0,36	0,66	6,19	7,18
	Foreign matter	0,28	0,28	0,02	0,00	0,69	0,83	0,15	0,39	0,09	0,08	0,00	0,00
11	I	89,23	86,86	66,04	67,07	86,39	87,57	85,67	83,95	74,23	74,78	81,84	81,53
	II	7,99	9,12	20,74	20,97	10,97	10,56	10,50	12,15	20,05	20,44	7,87	8,10
	III	1,26	1,44	8,61	7,65	1,33	0,93	2,70	2,47	3,34	3,10	0,78	0,54
	IV	1,53 [°]	2,58 [°]	4,48	4,29	1,34 [°]	0,98 [°]	1,08	1,44	2,21 [°]	1,64 [°]	9,25	9,82
	Broken kernels	0,71	1,21	0,89	1,08	0,53	0,43	0,35	0,39	0,54	0,47	5,81	5,45
	Foreign matter	0,26	0,50	0,12	0,00	0,47	0,36	0,06	0,14	0,03	0,03	0,00	0,00
12	I	89,39	89,92	66,59	68,67	86,69	88,49	85,53	84,55	75,35	76,18	82,62	81,12
	II	8,13	7,64	21,10	19,89	11,10	9,44	10,59	10,91	20,44	19,45	7,19	6,99
	III	0,95	1,09	8,12	7,68	1,16	1,34	2,44	2,91	2,98	3,13	0,41	0,69
	IV	0,25	0,16	2,57	2,30	0,05	0,12	0,47	0,52	0,55	0,59	1,44	2,08
	Broken kernels	1,01	0,94	1,56	1,42	0,50	0,20	0,67	0,86	0,62	0,58	8,37	9,12
	Foreign matter	0,31	0,35	0,12	0,12	0,63	0,49	0,31	0,29	0,08	0,08	0,00	0,00

*: detected as straggler by Cochran's test ; retained

**: detected as outlier by Cochran's test ; rejected

° : detected as straggler by Grubb's test ; retained

°° : detected as outlier by Grubb's test ; rejected

Table 2 Precision data of the combined fraction I + II, fraction III, Broken kernels and Foreign matter

Fraction I + Fraction II							Fraction IV						
	A	B	C	D	E	F		A	B	C	D	E	F
n_r	12	12	12	12	12	10	n_r	11	12	11	12	11	10
$n_{R_{95}}$	12	12	12	12	12	10	$n_{R_{95}}$	11	12	11	12	11	10
s_r^2	0,14	0,19	0,08	0,06	0,37	0,66	s_r^2	0,05	0,11	0,01	0,02	0,02	0,07
S_L^2	0,31	0,91	0,09	0,12	0,23	1,74	S_L^2	0,03	0,30	0,00	0,04	0,03	0,90
s_r	0,37	0,44	0,28	0,25	0,61	0,81	s_r	0,21	0,34	0,10	0,15	0,12	0,27
s_R	0,67	1,05	0,41	0,43	0,77	1,55	s_R	0,28	0,64	0,10	0,25	0,22	0,99
m	97,17	86,82	97,74	95,64	94,63	90,05	m	0,44	3,27	0,18	0,86	0,89	1,63
r_{95}	1,15	1,36	0,86	0,79	1,89	2,60	r_{95}	0,67	1,05	0,32	0,46	0,39	0,86
R_{95}	2,08	3,26	1,27	1,33	2,40	4,96	R_{95}	0,89	2,00	0,31	0,77	0,70	3,15
CVS_r	0,38	0,50	0,28	0,27	0,64	0,90	CVS_r	49,08	10,34	57,88	17,17	14,04	16,51
CVS_R	0,69	1,21	0,42	0,45	0,82	1,72	CVS_R	64,65	19,66	56,15	28,87	24,96	60,61

Fraction V – Broken kernels							Fraction VI – Foreign matter						
	A	B	C	D	E	F		A	B	C	D	E	F
n_r	11	11	11	11	10	10	n_r	11	10	11	11	10	9
$n_{R_{95}}$	12	12	12	12	11	11	$n_{R_{95}}$	12	11	12	12	11	10
s_r^2	0,05	0,03	0,01	0,03	0,03	0,38	s_r^2	0,02	0,00	0,01	0,01	0,01	0,00
S_L^2	0,05	0,10	0,01	0,06	0,05	3,73	S_L^2	0,04	0,01	0,08	0,01	0,01	0,00
s_r	0,21	0,18	0,11	0,16	0,16	0,62	s_r	0,14	0,06	0,10	0,10	0,07	0,03
s_R	0,31	0,37	0,16	0,29	0,27	2,03	s_R	0,24	0,10	0,30	0,15	0,11	0,07
m	0,84	1,11	0,41	0,67	0,68	6,37	m	0,28	0,09	0,38	0,20	0,12	0,02
r_{95}	0,67	0,56	0,34	0,52	0,52	1,98	r_{95}	0,45	0,20	0,33	0,32	0,24	0,09
R_{95}	0,97	1,15	0,49	0,89	0,85	6,39	R_{95}	0,74	0,31	0,93	0,47	0,34	0,24
CVS_r	25,34	16,14	26,48	24,38	24,02	9,73	CVS_r	50,82	72,80	26,89	50,30	65,04	126,14
CVS_R	37,11	33,26	38,66	42,53	39,79	31,87	CVS_R	84,48	113,36	77,88	74,67	93,23	327,31

Table 3 The summary of the results of the collaborative trial on the Sieving Test for Malt – range, repeatability (r_{95}) and reproducibility (R_{95})

Fraction	Range, %	r_{95} , %	R_{95} , %
I + II	86,8 – 97,2	1,44	25,51 – 0,25 m
IV	0,18 – 3,27	0,63	1,30
Broken kernels	0,41 – 6,37	0,34 m	0,09 – 1,05 m
Foreign matter	0,02 – 0,38	0,27	0,14 – 2,02 m