

H.-M. Anger

# Netzwerk Friabilimeter – 1. Durchgang einer Kalibriergemeinschaft

Im Auftrag der MEBAK und des EBC Analysenkomitees

Vor knapp 25 Jahren wurde das Friabilimeter zur praxisgerechten, reproduzierbaren Beurteilung der Malzlösung vorgestellt und fand seitdem eine rasche Verbreitung. Friabilimeter-Ergebnisse sind in vielen Malzlieferverträgen limitiert, weswegen sie mit einer möglichst hohen statistischen Sicherheit den Verhältnissen im Rohstoff entsprechen sollten. Verschleißerscheinungen unterschiedlich intensiv genutzter Geräte sorgten dafür, dass die bei Ringanalysen erreichten Präzisionsdaten eine größere Streuung aufwiesen; vor allem kam es bei Ringanalysensystemen in Kontinentaleuropa und auf den britischen Inseln zu systematischen Abweichungen, die sich im Lauf der Zeit verstärkten und bei den Anwendern Nachjustierungen erforderten. Als mit Erscheinen des 14. EBC-Standardmalzes nach dem üblichen Ringversuch der Mürbigkeitswert um gut zwei Prozentpunkte höher eingestuft wurde als es der Messung mit dem „Urfriabilimeter“ entsprach, wurde deutlich, dass Geräte, die auf unterschiedlichen Kalibrierungen basieren, rasch zu Fehlinterpretationen bei der Beurteilung der Malzlösung führten. Auf Vorschlag des Herstellers wurde daraufhin bei sechs europäischen Instituten ein Netzwerk etabliert, das auf baugleichen, optimal ausgestatteten Geräten beruht. In diesem Zirkel werden seitdem regelmäßig Ringanalysen mit den gültigen EBC-Standardmalzen ausgeführt, die zunächst dazu führten, dass die Mürbigkeit des 14. Standardmalzes von der EBC korrigiert wurde. Die Entstehung der Friabilimeter-Kalibriergemeinschaft (FCN) wird in diesem Beitrag dargestellt.

BC 34 Malz

(Deskriptoren: Malzanalysen, Friabilimeter)

Descriptors: Malt analysis, friabilimeter).

## 1 Einleitung

Mit dem Friabilimeter stellte Chapon 1978 als Weiterentwicklung des Mürbimeters ein Gerät vor, das die wesentliche Malzeigenschaft, die Lösung, beurteilen sollte, und zwar

- praxisgerecht und kostengünstig sowie
- mit raschen, gut reproduzierbaren Ergebnissen.

Mit zunehmendem Abbau des Endosperms im Verlauf der Keimung nimmt der mechanische Widerstand des Korns ab, es ist mit relativ geringem Kraftaufwand zu zerreiben. Die Zerkleinerung findet unter definierten Bedingungen statt, wobei das Malz zwischen eine konstant belastete Andruckrolle und ein umlaufendes Sieb gelangt. Durch dieses werden die mürben, zerkleinerten Probenanteile gedrückt, auf diese Weise wird eine Trennung der gelösten Körner von den unterlösten oder glasigen Körnern erreicht.

Chapon (1979) stellte vor allem Eigenschaften des weniger gelösten Anteils heraus: höherer Extrakt- und Proteinanteil, geringere Eiweißlösung. Die zerriebenen, mürben Anteile korrelierten gut mit einer Malzqualitätsskala, in der physikalische und chemische Merkmale des Malzes, z.B. HL-Gewicht, Mehligkeit nach Längsschnitt, VZ45°C, Extraktendifferenz, Tannoidegehalt, Endvergä-

rungsgrad der Kongresswürze u.a., in einem Punktesystem zusammengefasst wurden. In späteren Arbeiten von Chapon, Kretschmer u.a. wurde dieser Ansatz weiter vertieft (Chapon 1980, Kretschmer 1982, Kieninger 1980).

Aufgrund verschiedener Korrelationsrechnungen wurde die Forderung erhoben, die Malzanalyse auf die Parameter Feinschrotextrakt, VZ 45°C und Friabilimeterwert, ggfs. noch auf Farbe, Glanzfeinheit, pH-Wert und Verzuckerungszeit zu begrenzen.

## 2 Heterogenität der Malzprobe

Die Mürbigkeitsmessung wird durch mehrere lösungsunabhängige Malzeigenschaften beeinflusst. So ist mit zunehmendem Wassergehalt ein lineares Absinken des Ergebnisses zu beobachten, von Wackerbauer, Anger und Kölsch (1985) wird von 2% Mürbigkeitsabnahme je Prozent Wassergehaltszunahme berichtet. Selbst die Wasseraktivität, also das Gleichgewicht zwischen relativer Feuchte des Malzes und der Luftfeuchtigkeit während der Analyse spielt nach Angaben von Wasberghe, Haffmans und Angelino (1994) eine Rolle. Es werden daher eine Regelung der Luftfeuchtigkeit innerhalb der Fronthaube des Gerätes sowie kleine Wasseraktivitätswerte beim Malz gefordert.

Weiterhin haben Spelzenanteil und Spelzendicke einen Einfluss auf die Ergebnisse. Dickere Spelzen z.B. bei Wintergerstenmalzen oder ein relativ hoher Spelzenanteil bei entsprechendem Anteil Malzkörner der 2. Sorte vermindern scheinbar die Mürbigkeitsergebnisse.

Bei Malzmischungen ist die resultierende Mürbigkeit von der Ausgangsmürbigkeit der Einzelmalze abhängig.

Der Technisch-wissenschaftliche Ausschuss der VLB veröffentlichte 1987 eine Reihe von Daten, die anhand von Ringversuchen und Befragungen der Mitglieder zusammengetragen worden waren. Danach korrelierte die Friabilimeter-Mürbigkeit mit der

Viskosität, der Extrakt Differenz, der Endvergärung und dem Eiweißlösungsgrad jeweils auf Drei-Sterne-Signifikanzniveau. Ein statistisch gesicherter Zusammenhang mit der VZ 45°C wurde nicht gesehen. Gleichzeitig wurde beobachtet, dass mit abnehmender Mürbigkeit die Standardabweichungen bei Ringvergleichen immer größer werden. Der Grund liegt darin, dass es zunehmend schwieriger wird, mit abnehmender Homogenität der Partie identische Muster aus einer größeren Malzmenge zu entnehmen.

Mit Aufkommen fluorimetrischer Messungen der löslichen Beta-Glucane sowie zur Bestimmung von Modifikation und Homogenität einer Malzprobe wurden Aspekte unterschiedlicher Malzlösung in einer Partie stärker beleuchtet. Demnach kann allein aus der Mürbigkeit kein Rückschluss auf die cytolytische Lösung gezogen werden, eine hohe Ganzglasigkeit deutet jedoch auf einen erhöhten Beta-Glucananteil hin. Nach *Wackerbauer, Hardt und Hirse* (1996) stellt allein die Carlsberg-Calcofluor-Methode eine verlässliche Methode zur Abschätzung möglicher Verarbeitungsprobleme in der Brauerei dar. Nachteilig hierbei ist lediglich der geringe Probenumfang von 100 Körnern, der eine korrekte Probenahme voraussetzt.

### 3 Friabilimetrie in der Praxis

Das Friabilimeter als Instrument der raschen Wareneingangskontrolle hat in der Praxis eine sehr weite Verbreitung gefunden. Für viele kleinere Betriebe ist es mangels entsprechender Laborausstattung überhaupt die einzige Prüfung des eingekauften Malzes. Dies führt zwangsläufig dazu, der Mürbigkeit eine bisweilen unangemessen hohe Wertigkeit zukommen zu lassen. Demzufolge wird sie in vielen Malzlieferverträgen mit relativ engen Toleranzen festgeschrieben.

Das Friabilimeter ist ein mechanisch arbeitendes Gerät mit sich drehenden Teilen, die durch den Kontakt mit dem Prüfgut naturgemäß einem gewissen Verschleiß unterliegen. Der Geräteverschleiß wird durch die Häufigkeit der Nutzung und durch das Prüfgut selbst beeinflusst. Bestimmungsgemäß ist es nur für Gerstenmalz konzipiert, Gerste selbst oder andere Rohfrucht sind nicht zur Prüfung vorgesehen. Je geringer die Lösung ist, d.h. je ähnlicher das Malz der Gerste wird, umso höher die Gerätebelastung. Das Malz wird zwischen der sich drehenden Siebtrommel und einer Andruckrolle zerrieben. Bei längerem Gebrauch erlahmt deren Federkraft, die Körner werden stärker geschont, die Mürbigkeit nimmt scheinbar ab. Andererseits wird der Gummiblag der Rolle abgetragen, ihr Durchmesser verringert sich. Bei gleicher Siebtrommelgeschwindigkeit läuft sie dann etwas schneller, Körner werden bei konstanten acht Minuten Analysendauer häufiger gerieben, die Mürbigkeit nimmt scheinbar zu.

Das Friabilimeter sollte daher entsprechend der Nutzung kontrolliert werden, geeignete Prüfmittel sind jedem Gerät beigegeben. Abgenutzte Bauteile werden werksseitig ausgetauscht. Soweit die Theorie. Dass eine regelmäßige Prüfung beim Anwender tatsächlich stattfindet, ist nicht immer belegt.

Bedenklicher ist jedoch ein weiterer Umstand: verschiedene Ringanalysensysteme in Kontinentaleuropa und auf den britischen Inseln, die separat Friabilimetervergleiche anstellten, führten ab Mitte der Neunziger Jahre zu systematischen Abweichungen bei den Ergebnissen die sich im Laufe der Zeit verstärkten, und in Folge Nachjustierungen der Geräte erforderten. Mit dem Erscheinen des 14. EBC-Standardmalzes wurde nach dem üblichen Ringversuch dafür die Mürbigkeit auf 87,1% festgelegt, ein Wert, der die Einstellung des Originalgerätes (sog. „Urfriabilimeter“) um ca. 2,5% übertraf.

Betriebs- und Institutslaboratorien, die ihre Geräteeinstellungen mit diesem Malz regelmäßig prüfen, justierten ihre Friabilimeter neu bzw. verlangten dies vom Hersteller im Zuge der normalen Wartungsarbeiten. Der kam nun diesem Verlangen nach und so waren ab 1997 Geräte im Einsatz, die, auf verschiedenen Kalibrierungen basierend, die Malzmürbigkeit prüften, und das bedeutete nichts anderes, als dass es zwischen den Handelspartnern im Malzgeschäft mitunter zu schmerzlichen Auseinandersetzungen über den Brauwert der Ware kam, oft sogar, ohne dass ein objektiver Grund dazu bestand. Anlässlich der TwA-Sitzung 1997 hat der Fachausschuss für Qualitätssicherung und Analysetechnik besorgt an die verantwortlichen Gremien appelliert, diesem unhaltbaren Zustand ein Ende zu bereiten. Die MEBAK ist nach ihrer Herbstsitzung 1997 an den Hersteller herangetreten. Dieser schlug die Bildung eines Friabilimeter-Netzwerks vor.

Darüber wurde anlässlich der MEBAK-Sitzung am 23. April in Prag und der Tagung des EBC-Analysenkomitees am 12. Mai in Linz 1998 diskutiert.

Die Einrichtung des Netzwerkes sah folgende Punkte vor:

- Der Hersteller stellt sechs europäischen Instituten fabrikneue, optimal ausgestattete Referenzgeräte zur Verfügung, und zwar
  - Brewing Research International, Nutfield, Surrey
  - Institute Français des Boissons/Brasserie et Malterie, Vandœuvre
  - Staatliche Brautechnische Prüf- und Versuchsanstalt, Weihenstephan
  - TNO, Nutrition and Food Research Institut, Zeist, Holland
  - Versuchs- und Lehranstalt für Brauerei in Berlin (VLB)
  - VTT, Espoo, Finnland
- Ein weiteres Referenzgerät verbleibt beim Hersteller
- Die Institute halten die Geräte (was Prüfung und Wartung angeht) in einem optimalen Zustand nach dem jeweiligen Stand der Technik.
- Die Institute veranstalten mit diesen Geräten in regelmäßigen Zeitabständen Ringanalysen mit einem Referenzmalz (EBC-Malz, IOB check malt oder anderen).
- Die Ringanalysenergebnisse werden in den einschlägigen Publikationsorganen veröffentlicht.
- Das Netzwerk steht für Schiedsanalysen zur Verfügung.
- Zur Ausstattung der Referenzgeräte, sowie aller anderen zukünftig ausgelieferten Geräte gehören
  - ein Betriebsstundenzähler, der dem Anwender hilft, Fristen für die einfache Wartung oder die werksseitige Überholung einzuhalten. Eine Überprüfung nach 120 Stunden Betriebszeit wird empfohlen.
  - eine Einstellschraube, die es ermöglicht, das Gerät den veröffentlichten Werten des Standardmalzes anzupassen (bei den Referenzgeräten ist die Einstellschraube versiegelt).
  - Prüfeinrichtungen mit zertifiziertem Gewicht, Rachenlehre, Anschlagleiste.
  - eine bebilderte Kurzanleitung, die anschaulich den Analysengang und die erforderlichen Prüf- und Wartungsarbeiten beschreibt.

**Tabelle 1 Test dreier baugleicher Friabilimeter**

<b>Malz 1</b>					<b>Malz 1</b>				
Mürbigkeit, %	Messung 1	Gerät 1	Gerät 2	Gerät 3	Ganzglasigkeit, %	Messung 1	0,8	1,1	1,0
	Messung 2	75,3	75,6	74,2		Messung 2	0,8	1,3	1,6
	Messung 3	75,1	75,6	75,3		Messung 3	1,4	1,1	1,1
	Messung 4	76,8	75,5	75,3		Messung 4	0,7	0,7	1,3
	Messung 5	76,5	75,2	75,6		Messung 5	0,9	1,0	1,2
Mittelwert		76,0	75,6	75,3	Mittelwert		0,9	1,0	1,2
Standardabweichung		0,9	0,2	0,6	Standardabweichung		0,3	0,3	0,2
<b>Malz 2</b>					<b>Malz 2</b>				
Mürbigkeit, %	Messung 1	84,9	85,1	85,3	Ganzglasigkeit, %	Messung 1	0,4	0,6	0,5
	Messung 2	85,2	84,6	85,2		Messung 2	0,8	0,3	0,5
	Messung 3	85,1	85,5	84,4		Messung 3	0,8	0,6	0,6
	Messung 4	85,5	84,7	85,3		Messung 4	0,2	0,5	0,5
	Messung 5	86,1	84,2	84,4		Messung 5	0,4	0,4	1,0
Mittelwert		85,3	84,8	84,9	Mittelwert		0,5	0,5	0,6
Standardabweichung		0,4	0,5	0,5	Standardabweichung		0,3	0,2	0,2
<b>Malz 3</b>					<b>Malz 3</b>				
Mürbigkeit, %	Messung 1	98,1	97,9	98,6	Ganzglasigkeit, %	Messung 1	Gerät 1	Gerät 2	Gerät 3
	Messung 2	98,6	97,7	98,2		Messung 2	0,2	0,3	0,3
	Messung 3	98,5	98,5	98,7		Messung 3	0,2	0,2	0,5
	Messung 4	98,3	98,2	98,5		Messung 4	0,3	0,2	0,1
	Messung 5	98,5	98,0	98,3		Messung 5	0,1	0,1	0,3
Mittelwert		98,4	98,1	98,5	Mittelwert		0,2	0,3	0,3
Standardabweichung		0,1	0,3	0,2	Standardabweichung		0,1	0,2	0,1
<b>Malz 4</b>					<b>Malz 4</b>				
Mürbigkeit, %	Messung 1	65,6	64,7	63,1	Ganzglasigkeit, %	Messung 1	0,6	0,6	1,2
	Messung 2	65,8	64,2	65,4		Messung 2	0,7	0,7	0,8
	Messung 3	64,5	64,7	64,7		Messung 3	0,7	0,7	0,6
	Messung 4	64,0	63,5	63,8		Messung 4	0,7	0,7	0,6
	Messung 5	64,3	64,1	65,3		Messung 5	0,6	0,6	0,7
Mittelwert		64,8	64,2	64,5	Mittelwert		0,7	0,7	0,8
Standardabweichung		0,8	0,5	0,7	Standardabweichung		0,1	0,1	0,1
<b>Malz 5</b>					<b>Malz 5</b>				
Mürbigkeit, %	Messung 1	79,2	77,4	79,4	Ganzglasigkeit, %	Messung 1	1,5	1,9	1,8
	Messung 2	77,6	78,8	77,9		Messung 2	2,3	1,9	2,3
	Messung 3	78,8	78,8	78,5		Messung 3	1,5	2,0	1,5
	Messung 4	79,6	75,8	77,9		Messung 4	1,1	2,3	1,6
	Messung 5	75,9	77,9	75,5		Messung 5	3,1	2,7	3,5
Mittelwert		78,2	77,7	77,9	Mittelwert		1,9	2,2	2,1
Standardabweichung		1,6	1,4	1,3	Standardabweichung		0,9	0,4	0,9

**4 Friabilimeter-Netzwerk**

Die Installation des Netzwerks begann im Sommer 1998. Bereits am 8. April wurden in einem Vorversuch drei der neuen Referenzgeräte mit vier homogenen Malzen nebeneinander geprüft, und zwar in Berlin und in Weihenstephan. Das Ergebnis aus Berlin wurde am 23. 4. der MEBAK vorgestellt (siehe Tab. 1).

Die Malze hatten unterschiedliche Lösungsniveaus, dem entsprechen die Mürbigkeiten.

Interessant sind in diesem Zusammenhang Betrachtungen zur Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit. Beide Kenngrößen werden in den veröffentlichten Analysenvorschriften (MEBAK/EBC Analytica) genannt. Beschreibt die Wiederholbarkeit (r) die Streuung verschiedener Proben ein und desselben Prüfmusters, ausgeführt in einem Labor, mit einem Prüfgerät, von einer Prüfperson, so steht die Vergleichbarkeit (R) für ein anderes Prüfmuster derselben Charge, ausgeführt in einem anderen Labor, mit einem anderen Prüfgerät, von einer anderen Prüfperson. Das Verfahren zur Ermittlung beider Kenngrößen ist nach DIN ISO 5725 festgelegt.

Vom EBC-Analysenkommittee werden die zulässigen Schwankungsbreiten mit

$$r = 12 - 0,11 m \quad \text{und} \\ R = 21,7 - 0,192 m$$

angegeben, wobei m für den Mittelwert der Messreihe steht.

Die im Vorversuch gefundenen Werte der Wiederholbarkeit liegen deutlich unter den nach MEBAK/Analytica EBC angegebenen, was einerseits für fabrikneue Geräte selbstverständlich sein mag, was aber auch zeigt, dass die vom Analysenkommittee nach einer Ringanalyse 1988 veröffentlichten Werte mit ganz unterschiedlich konditionierten Geräten oder eben mit einem nicht homogenen Malz gefundenen wurden.

Die hier ermittelte Vergleichbarkeit, die natürlich auch weit unter dem veröffentlichten Wert liegt, wird dadurch beeinflusst, dass es sich zwar um unterschiedliche Geräte handelte, der Test jedoch am selben Ort, zur selben Stunde, von derselben Person und mit demselben Prüfmuster erfolgte. Der statistische Fehler, der von den Geräten ausgeht, kann so aus der Differenz von Vergleichbarkeit und Wiederholbarkeit abgeleitet werden und die ist, unabhängig von der Malzmürbigkeit, recht klein.

Der zweite Schritt zur Installation des Netzwerkes war, alle dafür vorgesehenen Geräte beim Hersteller einem ähnlichen Test zu unterwerfen, wobei die nach DIN 5725 vorgesehenen fünf (bei festgestellten Ausreißern acht) Wiederholungen vorgenommen wurden. Dieser Test unter Aufsicht der Staatlichen Brautechnischen Prüf- und Versuchsanstalt und der VLB fand am 25. Juni 1998 statt. Untersucht wurden zwei Malze unterschiedlicher Lösung.

Die Ergebnisse sind in den Tabellen 2 und 3 dargestellt.

Tabelle 2 Malz x 124		Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit nach DIN ISO 5725 / Amtl. Sammlung § 35 LMBG								
Teilnehmer		1625	1626	1627	1628	1629	1630	1640	1641	Urfria
Mürbigkeiten		80,60	80,50	79,96	80,30	79,96	80,90	78,46	79,80	81,58
		79,02	80,40	80,08	78,88	80,92	80,48	79,08	78,56	79,62
		79,40	79,50	80,40	78,04	79,68	80,08	78,88	79,10	79,48
		79,50	78,96	80,34	79,20	80,46	81,22	77,90	81,44	79,84
		77,48	79,56	79,58	77,30	79,40	80,08	78,00	78,92	80,18
Mittelwerte x(i)		79,20	79,78	80,07	78,74	80,08	80,55	78,46	79,56	80,14
Standardabweichungen		1,13	0,65	0,33	1,14	0,61	0,50	0,52	1,14	0,85
Varianzen		1,27	0,43	0,11	1,31	0,37	0,25	0,27	1,30	0,72
Tests auf Ausreißer										
Grubbs,	PG	1,53	1,10	1,49	1,36	1,37	1,32	1,18	1,64	1,70
Signifikanzniveau 1%		< 1,764								
Dixon,	PG	0,494	0,351	0,463	0,367	0,303	0,281	0,169	0,569	0,667
Signifikanzniveau 1%		< 0,821								
										>—> keine Ausreißer
N	40 Gesamtprobenzahl									
n	8 teilnehmende Geräte, „Urfriabilimeter“ nicht im Test									
m	5 Proben je Gerät									
Ergebnis	Mittelwert	79,6		MEBAK I, 4.1.3.6.1						
	r(95)	2,21		3,249						
	R(95)	2,95		6,425						

Tabelle 3 Malz x 142 Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit nach DIN ISO 5725 / Amtl. Sammlung § 35 LMBG

Teilnehmer	1625	1626	1627	1628	1629	1630	1640	1641	Urfria
Mürbigkeiten	87,08	88,14	89,28	87,54	90,42	89,66	89,00	90,38	87,76
	87,04	87,60	88,06	85,72	89,88	89,66	88,14	89,96	86,24
	86,06	87,26	88,06	86,42	89,74	89,16	89,52	90,82	86,78
	86,88	87,92	87,60	87,32	89,44	89,04	88,74	89,70	86,82
	87,46	87,28	87,52	85,68	89,58	89,00	87,76	89,18	86,42
Mittelwerte x(i)	86,90	87,64	88,10	86,54	89,81	89,30	88,63	90,01	86,80
Standardabweichungen	0,52	0,39	0,70	0,87	0,38	0,33	0,70	0,63	0,59
Varianzen	0,27	0,15	0,50	0,76	0,14	0,11	0,48	0,40	0,35
Tests auf Ausreißer									
Grubbs, PG	1,63	1,29	1,67	1,15	1,61	1,08	1,28	1,32	1,63
Signifikanzniveau 1%	< 1,764								
Dixon, PG	0,586	0,568	0,693	0,118	0,551	0,061	0,300	0,317	0,618
Signifikanzniveau 1%	< 0,821								
>—> keine Ausreißer									
N	40 Gesamtprobenzahl								
n	8 teilnehmende Geräte, „Urfriabilimeter“ nicht im Test								
m	5 Proben je Gerät								
Ergebnis	Mittelwert	88,37	MEBAK I, 4.1.3.6.1						
	r(95)	1,60	2,280						
	R(95)	4,13	4,733						

Inzwischen hatte das EBC-Analysenkomitee getagt und befürwortete die Netzwerk-Idee. Man beschloss, dass die beteiligten Institute den Ringversuch mit zwei Standardmalzen ausführen, wobei Referenzgeräte verwendet werden sollen, die auf der Basis des Chaponschen Urfriabilimeters eingestellt sind.

Die Analysen fanden im August und September 1998 statt, die Ergebnisse finden sich in den Tabellen 4 und 5.

Bei den Malzen handelt es sich um das 14. EBC-Standardmalz und das IOB Check malt 1994 aus England. Beide Proben weisen unterschiedliche Lösungsniveaus auf, die Mürbigkeits-Mittelwerte sind entsprechend.

Von jeweils acht ermittelten Werten wurden entsprechend der Norm fünf genommen und dann – nach Prüfung auf Ausreißer nach *Grubbs* und nach *Dixon* – die Wiederholbarkeit und die Vergleichbarkeit dieser Referenzgeräte ermittelt. Zum Vergleich sind bei jedem Malz die nach *Analytica EBC* (1997) bzw. vom IOB (1995) ausgegeben r- und R- Werte daneben gestellt.

Auch bei diesem Institutsvergleich sind Vergleichs- und Wiederholstandardabweichung deutlich geringer als ursprünglich angegeben oder gar nach den Rechenformeln ermittelt.

Von großer Bedeutung ist jedoch, dass der Mürbigkeits-Mittelwert des 14. EBC-Malzes nunmehr mit 84,7 % festgestellt wurde. Die EBC hat diesen Wert übernommen, d.h. die veröffentlichten 87,1 % wurden um 2,4 Prozentpunkte zurückgenommen. Diese

Regelung war seit dem 1. Oktober 1998 in Kraft und galt bis zum Auslaufen des 14. Standardmalzes im Herbst 2000 (Tab. 6).

Das 14. EBC-Standardmalz wurde bis zu seinem Auslaufen insgesamt viermal bei einem Ringversuch gemessen. Die Ergebnisse mit den sieben beteiligten Geräten sind für die Größen Mürbigkeit, Teil- und Ganzglasigkeit in den Abbildungen 1 bis 3 dargestellt.

Bei Betrachtung der Präzisionsdaten für die Ringversuche ist festzuhalten, dass die Wiederholbarkeit r bei Mürbigkeit, Teil- und Ganzglasigkeit den nach MEBAK oder *Analytica EBC* ermittelten sehr nahe kommt. Die Vergleichbarkeit R, die im Malzhandel eher zum Tragen kommt, liegt bei den Geräten des Netzwerks deutlich unter den in der Analysenvorschrift genannten Werten. Dies ist ein weiterer Hinweis darauf, dass die in der Praxis angetroffenen Geräte unterschiedlichen Alters die Vergleichbarkeit stark beeinflussen.

## 5 Schluss

Industrie, Institute und der Hersteller des Friabilimeters hoffen, auf diese Weise zu einer zuverlässigeren Messung der Malzmürbigkeit zu gelangen. Den beteiligten Instituten obliegt es, regelmäßig Ringanalysen vorzunehmen und deren Ergebnisse in geeigneter Form zu veröffentlichen. Den Anwendern sei ans Herz gelegt, die Geräte nicht nur zu nutzen sondern, entsprechend dem Verschleiß, regelmäßige Kontroll- und Wartungsarbeiten vorzunehmen und diese nach den selbstgestellten Qualitätsansprüchen

Tabelle 4 EBC-Malz Nr. 14 Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit nach DIN ISO 5725 / Amtl. Sammlung § 35 LMBG							
Teilnehmer	VTT	TNO	BRI	VLB	WEIH	Pfeuffer	IFBM
Mürbigkeiten	85,0	86,2	84,4	84,6	84,8	85,4	84,6
	86,0	86,7	83,3	85,0	84,6	85,4	84,5
	86,0	86,0	82,4	84,0	84,2	83,2	84,4
	85,0	84,9	84,4	84,0	84,0	85,8	83,7
	86,0	85,6	84,1	84,0	84,2	84,2	84,5
Mittelwerte x(i)	85,60	85,88	83,72	84,32	84,36	84,80	84,34
Standardabweichungen	0,55	0,68	0,86	0,46	0,33	1,08	0,36
Varianzen	0,30	0,46	0,75	0,21	0,11	1,16	0,13
Tests auf Ausreißer							
Grubbs, PG	1,10	1,45	1,53	1,48	1,34	1,49	1,75
Signifikanzniveau 1%	< 1,764						
Dixon, PG	0,000	0,389	0,450	0,600	0,250	0,385	0,778
Signifikanzniveau 1%	< 0,821						
>--> keine Ausreißer							
N	35 Gesamtprobenzahl						
n	7 teilnehmende Geräte						
m	5 Proben je Gerät						
Ergebnis	Mittelwert	84,72	MEBAK I, 4.1.3.6.1				
	r(95)	1,89	2,681				
	R(95)	2,54	5,434				

Tabelle 5 IOB Check Malt 1994 Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit nach DIN ISO 5725 / Amtl. Sammlung § 35 LMBG							
Teilnehmer	VTT	TNO	BRI	VLB	WEIH	Pfeuffer	IFBM
Mürbigkeiten	95,5	96,4	94,8	94,6	94,8	96,0	94,5
	95,4	95,5	95,8	94,2	94,8	95,8	95,6
	94,9	95,8	95,4	94,2	94,2	95,9	95,7
	94,5	95,6	95,1	94,6	94,4	96,3	94,4
	94,5	95,4	95,3	94,4	94,0	95,9	94,8
Mittelwerte x(i)	94,96	95,74	95,28	94,40	94,44	95,98	95,00
Standardabweichungen	0,48	0,40	0,37	0,20	0,36	0,19	0,61
Varianzen	0,23	0,16	0,14	0,04	0,13	0,04	0,37
Tests auf Ausreißer							
Grubbs, PG	1,13	1,66	1,40	1,00	1,23	1,66	1,14
Signifikanzniveau 1%	< 1,764						
Dixon, PG	0,100	0,600	0,400	0,500	0,250	0,600	0,077
Signifikanzniveau 1%	< 0,821						
>--> keine Ausreißer							
N	35 Gesamtprobenzahl						
n	7 teilnehmende Geräte						
m	5 Proben je Gerät						
Ergebnis	Mittelwert	95,11	MEBAK I, 4.1.3.6.1				
	r(95)	1,12	1,537				
	R(95)	1,78	3,438				



**Tabelle 6 Präzisionsdaten aus Ringversuchen mit dem 14. Standardmalz**

	Mittelwert	r	R	
Mürbigkeit	85,0	2,3	3,1	Ringversuche
		2,7	5,4	nach MEBAK berechnet
Teilglasigkeit	2,9	1,3	1,7	Ringversuche
		1,1	2,3	nach MEBAK berechnet
Ganzglasigkeit	0,8	0,7	0,7	Ringversuche
		0,5	1,2	nach MEBAK berechnet

zu dokumentieren. Dem Hersteller ist für die Initiative zu diesem Netzwerk zu danken, die Nutzer des Gerätes benötigen aber auch in Zukunft rechtzeitig Informationen über Veränderungen im Zusammenhang mit der Mürbigkeitsmessung, so dass es gar nicht erst zu den Konfusionen kommt, die wir im vergangenen Jahr erlebt haben.

Ob mit geänderten Einstellungen der Geräte, mit neuen Bewertungen der Mürbigkeit allerdings Messdifferenzen, die aus der Inhomogenität vieler Malze herrühren, beseitigt werden, bleibt offen. Es wäre zumindest zu diesem Zeitpunkt falsch, bei Praxismalzen geringere Toleranzen, etwa in Anlehnung an die hier dargestellten, zu fordern.

Schließlich sei daran erinnert, dass die Mürbigkeitsmessung die konventionelle Malzanalyse ergänzen, aber nicht ersetzen kann.

Die Ringversuche werden mit dem nunmehr gültigen 15. EBC-Standardmalz fortgeführt. Über die Ergebnisse wird später zu berichten sein.

**6 Summary**

**Anger, H.-M.: Network friabilimeter – 1<sup>st</sup> study by calibration group network** — Monatsschrift für Brauwissenschaft 55, No 3/4, 60 – 68, 2002

**BC 34 Malt**

The friabilimeter for practice-oriented, reproducible assessment of the malt solution was introduced just 25 years ago and quickly gained in popularity since then. In many malt delivery contracts measurements determined by the friabilimeter have to be within close limits which is why the results are to comply with the relationships in raw material with the highest possible statistical reliability. The wear phenomenon of the instruments used to a varying degree are the cause of the wide distribution of the precision data gained by ring analysis; systematic deviations occurred in ring analysis systems on the continent of Europe and in the British Isles which increased in the course of time and called for readjustment by users. With the publication of the 14<sup>th</sup> EBC standard the tenderness value was set a good two percent points higher than the corresponding measurements taken with the “original friabilimeter” after the usual ring test, but it became apparent that the instruments, which were

calibrated differently quickly led to false interpretation in the assessment of the malt solution. A network was established at six European institutes at the suggestion of the manufacturer based on the same built optimal equipped instruments. Since then regular ring analyses have been carried out by this group using the valid EBC standard malts which first led to the tenderness rating of the 14 standard malts being corrected by the EBC. This contribution explains the foundation of the friabilimeter calibration network (FCN).

**Anger, H.-M.: Réseau friabilimètre – première évaluation par une association d’étalonnage** — Monatsschrift für Brauwissenschaft 55, No. 3/4, 60 – 68, 2002

**BC 34 Malt**

Il y a 25 ans on a présenté le friabilimètre comme moyen reproductible et proche de la pratique industrielle pour l’évaluation de la désagrégation du malt. Cet instrument a trouvé depuis une large diffusion. Dans les contrats de livraison de malt les résultats du friabilimètre sont fixés ce qui nécessite une sécurité statistique élevée qui doit correspondre à la qualité des matières premières. Des apparitions d’usures des instruments utilisés de façon intensive ont conduit au niveau des tests inter-laboratoires à des résultats avec une plus grande dispersion. Les tests inter-laboratoires conduits en Europe central et sur les îles britanniques ont montré des déviations systématiques qui s’accroissaient au cours du temps et qui nécessitent l’application d’un réétalonnage. Après l’introduction du 14<sup>ème</sup> malt standard de l’EBC et le test inter-laboratoire usuel il apparaît que les valeurs de désagrégation étaient de deux points pour cent plus élevées que la valeur obtenue avec le friabilimètre initial. Il devenait évident, que les instruments basés sur un étalonnage différent, conduisaient à une interprétation erronée de l’évaluation de la désagrégation du malt. Sur l’initiative du constructeur on a établi, dans six instituts européens, un réseau qui repose sur des instruments optimaux identiques. Dans ce réseau on effectue régulièrement des tests inter-laboratoires avec le malt standard en vigueur de l’EBC ce qui a conduit à une correction des valeurs de désagrégation du 14<sup>ème</sup> malt standard de l’EBC. La mise en place de l’association d’étalonnage du friabilimètre (AEF) est présentée dans ce rapport.

**7 Literatur**

Kretschmer, K.-F., und Chapon, L.: „Ein neuer Weg zur objektiven Bewertung der Malzmürbigkeit: Das Friabilimeter“, Brauwissenschaft 31, Nr. 10, 274 – 276, 1978.

Chapon, L.: „Das Friabilimeter, ein Gerät für die objektive Bestimmung der Malzmürbigkeit“, Mschr. Brauerei 32, Nr. 4, 160 – 167, 1979.

Chapon, L., Erber, H.-L., Kretschmer, K.-F., und Kretschmer, H.: „Das Friabilimeter im Dienste von Qualität und Wirtschaftlichkeit beim Mälzen und Brauen“, Brauwissenschaft 33, Nr.1, 1–11, 1980.

Kieninger, H.: „Vergleichende Untersuchungen zwischen Malzqualität und Friabilimeterwert“, Brauwissenschaft 33, Nr. 5, 119 – 123, 1980.

Kretschmer, H.: „Friabilimeterwert“, Brauwelt 122, Nr. 3, 54 – 58, 1982.

Wackerbauer, K., Anger, H.-M., und Kölsch, J.: „Zur Aussagekraft des Friabilimeters“, Brauwelt 125, Nr. 35, 1758 – 1763, 1985.

Van Waesberghe, W.J.J.M., Haffmans, H.E.F.M., und Angelino, S.A.G.F.: „Friabilimeter-Vergleichswerte“, Brauwelt 134, Nr. 18, 827 – 830, 1994.

(Manuskripteingang: 29. 1. 2002)