

Technische Universität München

Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde

Entwicklung von Messmethoden zur Untersuchung der  
rheologischen Eigenschaften der Maische

Jan Herrmann

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**

**(Dr.-Ing.)**

genehmigten Dissertation.

Vorsitzender: Univ.-Prof. Dr.-Ing. Eberhard Geiger

Prüfer der Dissertation: 1. Univ.-Prof. Dr.-Ing. Karl Sommer

2. Univ.-Prof. Dr.-Ing. habil. Antonio Delgado

3. Priv.-Doz. Dr.-Ing. habil. Annette Schwill-Miedaner

Die Dissertation wurde am 04.11.2002 bei der Technischen Universität München  
eingereicht und durch die Fakultät Wissenschaftszentrum Weihenstephan für  
Ernährung, Landnutzung und Umwelt am 26.11.2002 angenommen.

## **Vorwort**

Die vorliegende Arbeit wurde in der Zeit von Januar 1998 bis September 2002 an der Fakultät Wissenschaftszentrum Weihenstephan für Ernährung, Landnutzung und Umwelt der Technischen Universität München am Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde durchgeführt.

Herrn Univ.-Prof. Dr.-Ing. K. Sommer, dem Lehrstuhlinhaber, möchte ich für die Möglichkeit danken, an seinem Institut eine Doktorarbeit durchführen zu können. Die Vielseitigkeit seines Lehrstuhls und die unvergesslichen Lehrstuhlseminare trugen zum interdisziplinären und eigenverantwortlichen Arbeiten bei. Die stete Bereitschaft von Herrn Sommer zu vielen wertvollen Diskussionen haben wesentlich zum Gelingen der Arbeit beigetragen.

Herrn Univ.-Prof. Dr.-Ing. habil. A. Delgado, Lehrstuhl für Fluidmechanik und Prozessautomation, danke ich für die Übernahme des Korreferates.

Herrn Univ.-Prof. E. Geiger, Lehrstuhl für Technologie der Brauerei II, danke ich für die Übernahme des Vorsitzes.

Meinen herzlichen Dank möchte ich Frau Priv.-Doz. Dr.-Ing. habil. Annette Schwill-Miedaner aussprechen, die mich schon als Diplomand für den Lehrstuhl gewinnen konnte und die ganze Zeit über bestens unterstützt hat.

Weiterhin danke ich allen Kollegen des Lehrstuhls, meinen Diplomanden und studentischen Mitarbeitern für ihre Hilfsbereitschaft und das große Engagement.

Meiner lieben Freundin Kathrin Stotz, die mich bei der schriftlichen Ausarbeitung dieser Arbeit von allen anderen Arbeiten entlastet und dadurch tatkräftig unterstützt hat, danke ich ganz besonders.

Meinen Dank möchte ich auch den Mitarbeitern der Werkstatt unter der Leitung von Herrn Rauscher für die Anfertigung der Sonderteile, ohne die diese Arbeit nicht möglich gewesen wäre, aussprechen.

Diese Arbeit widme ich meinen Eltern Gerlinde und Heinz Joachim Herrmann. Sie haben mich immer in meinem Vorhaben unterstützt und dadurch das Zustandekommen ermöglicht. Dafür bin ich ihnen sehr dankbar.

Freising, im Oktober 2002

## Inhaltsverzeichnis

### FORMELZEICHEN, SYMBOLE UND DEREN BEDEUTUNG

### ABBILDUNGSVERZEICHNIS

### TABELLENVERZEICHNIS

<b>1. EINLEITUNG</b> .....	<b>1</b>
1.1. Problemstellung und Zielsetzung .....	1
1.2. Prozessablauf: Zerkleinern, Maischen, Läutern .....	2
1.3. Maischbottich und Maischerührer .....	7
1.4. Messmethoden zur Erfassung der Stoffumsetzungen beim Maischen.....	9
<b>2. GRUNDLAGEN</b> .....	<b>10</b>
2.1. Rheologische Grundlagen.....	10
2.1.1. Mikrorheologische Betrachtung .....	11
2.1.2. Makrorheologische Betrachtung .....	12
2.1.3. Viskosität .....	12
2.1.4. Fließverhalten von Suspensionen.....	14
2.1.5. Einfluss konzentrierter Suspensionen auf die Suspensionsviskosität.....	16
2.1.6. Maximale Packungsdichte $\phi_{\max}$ und intrinsische Viskosität $[\eta]_{\text{intrins}}$ .....	17
2.1.7. Nicht – Newton´sches Fließverhalten von Suspensionen .....	18
2.1.8. Einfluss der Partikelfractionen auf die maximale Packungsdichte $\phi_{\max}$ .....	23
2.1.9. Konzept der Aufteilung der dissipierten Energie unter Scherdeformation...	26
2.1.10. Äquivalente Scherrate .....	27
2.2. Kennzeichnung eines Partikelkollektives .....	29
2.3. Beschreibung der Maische als Suspension .....	31
2.3.1. Viskositätsbeeinflussende Veränderungen der dispersen Phase .....	32
2.3.2. Viskositätsbeeinflussende Inhaltsstoffe in der kontinuierlichen Phase .....	34
2.3.3. Experimentelle Ermittlung der Maischeviskosität.....	36
2.3.4. Prinzip des rheometrischen Rührens.....	40
2.4. Klassische Beschreibung der Turbulenz .....	41
2.4.1. Beanspruchung von Partikeln im Turbulenzfeld beim Rühren .....	43
2.4.2. Beanspruchung vom Spelz bei Scherkräften.....	45

<b>3. MATERIAL UND METHODEN.....</b>	<b>46</b>
3.1. Rohstoffe für die Maischversuche .....	46
3.2. Zerkleinerung vom Malz .....	47
3.3. Maischprogramme .....	47
3.4. Entwicklung der Versuchsanlage für die Viskositätsmessung .....	48
3.4.1. Aufbau der Versuchsanlage.....	48
3.4.2. Konstruktion des Probennehmers zur Viskositätsmessung der kontinuierlichen Phase .....	50
3.5. Kalibrierung des Rührsystems .....	53
3.6. Nasssiebung .....	55
3.7. Bildanalyse und Bildverarbeitung .....	55
3.7.1. Verkleisterung.....	55
3.7.2. Partikelcharakterisierung der Spelzen durch Bildanalyse .....	56
3.8. $\beta$ – Glucanbestimmung .....	57
3.9. Dichtebestimmung der Maische .....	57
<b>4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION FÜR GROBSCHROTMAISCHEN.....</b>	<b>58</b>
4.1. Auswertung der Ergebnisse und Einteilung des Maischprozesses .....	58
4.2. Viskositätsverlauf der Maische für Grobschrot unterschiedlicher Lösung .....	60
4.3. Vergleich der Viskosität von Infusions – und Isothermmaischen (Grobschrot)..	62
4.4. Temperaturhaltezeit isothermer Maischen .....	63
4.5. Viskositätsverlauf der Suspension und der kontinuierlichen Phase .....	64
4.6. Vergleich Infusions – und Isothermwürzeviskosität von Grobschrot .....	66
4.7. Temperaturhaltezeit isothermer Würzen .....	66
4.8. Lösungsvorgänge während der Verkleisterung (62°C – Rast) .....	67
4.9. Struktur der Würze nach der Verkleisterung .....	68
4.10. Struktur der Würze vor der Verkleisterung .....	69
4.11. Disperse Phase vor und nach der Verkleisterung .....	71
4.12. Quellung und Desagglomeration der dispersen Phase .....	72
4.13. Rheologisches Modell für die Würze vor der Verkleisterung .....	74
4.14. Abschätzung der Strukturkräfte nach der Verkleisterung .....	77
4.15. Charakterisierung der Spelzenfraktion bei Grobschrot.....	79
4.16. Zusammenfassung für Grobschrotmaischen.....	83

<b>5. SCHERBEANSPRUCHUNG DER WÜRZE UND ZERKLEINERUNG DER SPELZEN BEIM MAISCHEN.....</b>	<b>85</b>
5.1. Scherbeanspruchung der Würze beim Maischen.....	85
5.2. Zerkleinerung der Spelzen .....	87
<b>6. ERGEBNISSE FÜR FEINSCHROTMAISCHEN .....</b>	<b>88</b>
6.1. Disperse Phase vor und nach der Verkleisterung .....	89
6.2. Würzeviskosität vor der Verkleisterung bei Feinschrot.....	90
6.3. Viskositätsverlauf der Feinschrotmaische im Vergleich zur Grobschrotmaische .....	92
<b>7. SCHLUSSFOLGERUNGEN .....</b>	<b>95</b>
<b>8. ZUSAMMENFASSUNG .....</b>	<b>97</b>
<b>9. SUMMERY .....</b>	<b>99</b>
<b>10. LITERATUR.....</b>	<b>100</b>
<b>11. ANHANG.....</b>	<b>106</b>
11.1. Laborrührsystem (Komponenten und technische Daten) .....	106
11.2. Versuchprotokolle für die Probennahme und Viskositätsmessung bei Infusions- maischen (Grob – und Feinschrot).....	112
11.2.1. Berechnung der Schüttungsmengen durch Anpassung der Füllhöhe bei Feinschrot.....	114
11.3. Versuchsprotokoll und – auswertung für die Nasssiebung.....	114
11.3.1. Versuchsprotokoll .....	114
11.3.2. Versuchsauswertung .....	115
11.4. Probenvorbereitung und Bildanalyse (Komponenten und technische Daten) .	116
11.5. Suspensionsviskosität von Grobschrotmaische .....	118
11.6. Berechnung der Volumenkonzentration $\phi_t$ bei 50°C für Grobschrotmaische...	121
11.7. Suspensionsviskosität von Feinschrotmaische .....	122
11.8. Charakterisierung der Spelzenfraktion bei Feinschrot.....	124
11.9. Bestimmung der maximalen Packungsdichte $\phi_{max}$ und des Feststoffvolu- mens $V_{fest}$ .....	126

## Formelzeichen, Symbole und deren Bedeutung

<b>griechische Symbole</b>	<b>Bedeutung</b>	<b>Einheit</b>
$\dot{\gamma}$	Schergefälle	[s <sup>-1</sup> ]
$\dot{\gamma}_0$	Schergefälle, ab der die Viskosität $\eta < \eta_0$ wird	[s <sup>-1</sup> ]
$\dot{\gamma}^\oplus$	äquivalente Scherrate	[s <sup>-1</sup> ]
$\dot{\gamma}_c$	kritische Scherrate	[s <sup>-1</sup> ]
$\eta_0$	Scherviskosität bei sehr niedrigen Scherraten	[mPas]
$\eta_\infty$	Scherviskosität bei sehr hohen Scherraten	[mPas]
$\tau$	Schubspannung	[Pa]
$\eta$	Viskosität der Suspension, Maischeviskosität	[mPas]
$\rho$	Dichte	[kg / m <sup>3</sup> ]
$\theta$	Temperatur	[K]
$\varepsilon$	örtliche Dissipation	[m <sup>2</sup> / s <sup>3</sup> ]
$f$	Frequenz	[s <sup>-1</sup> ]
$\nu$	kinematische Viskosität	[m <sup>2</sup> / s]
$\Lambda$	Makromaß	[m]
$\phi_c$	stoffspezifische kritische Volumenkonzentration	[-]
$\eta_{fl}$	dynamische Scherviskosität der kontinuierlichen Phase	[mPas]
$\eta_g$	Viskosität des idealen Gases bei $\theta = 0$ K	[mPas]
[ $\eta_{intrinsic}$ ]	intrinsische Viskosität	[-]
$\lambda_K$	Kolmogorov'scher Längenmaßstab	[m]
$\phi_{max}$	Maximale Packungsdichte	[-]
$\eta_s$	repräsentative Viskosität nach Rieger u. Novak	[mPas]
$\phi_t$	Volumenfüllgrad, Volumenkonzentration der dispersen Phase	[-]
$\eta_w$	Viskosität der Würze (Maischefiltrat)	[mPas]

<b>lateinische Symbole</b>	<b>Bedeutung</b>	<b>Einheit</b>
$\dot{E}_V$	dissipierte Energie pro Volumeneinheit	[W / m <sup>3</sup> ]
$\dot{E}_s$	Strukturenergie pro Zeiteinheit	[W]
$\dot{E}_{fl}$	Viskositätsenergie pro Zeiteinheit	[W]
$\Delta m$	Massendifferenz	[g]
$\Delta Q_3$	relativer Massenanteil	[%]
$a$	Maß für den Abfall der Carreau – Kurve, bis $\eta_\infty$ erreicht ist	[-]
$A$	Fläche, Querschnitt	[m <sup>2</sup> ]
$A_E$	Konstante im Newton´schen eindimensionalen Energiespektrum	[-]
$a_f$	Faktor zur Berechnung der Fehlergrenze	[-]
$a_G$	Gitterkonstante	[mm]
$a_{max}$	maximale Teilchendimension	[mm]
$a_{min}$	minimale Teilchendimension	[mm]
$a_p$	Faktor zur Berechnung des Konfidenzintervalls für $n_p$ Versuchswiederholungen	[-]
$b$	Faserbreite	[mm]
$b_m$	Bestimmtheitsmaß	[-]
$B(\phi_t)$	Erhöhungsfaktor	[-]
$d_1$	Behälterinnendurchmesser	[mm]
$d_2$	Rührerdurchmesser	[mm]
$d_3$	Breite des Rührblattes	[mm]
$d_d$	Durchmesser des Rotors vom Ultraturrax	[mm]
$d_F$	Partikelgröße	[mm]
$E(k)$	eindimensionales Energiespektrum	[m <sup>3</sup> / s <sup>2</sup> ]
$f$	Fehlergrenze	± [-]
$F$	Kraft	[N]
$f_{Fläche}$	Formfaktor bezogen auf die gerechnete Fläche eines Partikels mit $Feret_{min}$ und $Feret_{max}$	[-]
$f_{Umfang}$	Formfaktor bezogen auf den gerechneten Umfang eines Partikels mit $Feret_{min}$ und $Feret_{max}$	[-]

<b>lateinische Symbole</b>	<b>Bedeutung</b>	<b>Einheit</b>
h	Höhe des Rührers	[mm]
k	Wellenzahl	[-]
K	Konsistenzfaktor	[Pas <sup>m</sup> ]
K <sub>p</sub>	Packungsparameter	[-]
l	Faserlänge	[mm]
l <sub>k</sub>	Länge der Kapillare	[mm]
m	Fließindex	[-]
M <sub>leer</sub>	Leergewicht der Siebe	[g]
M <sub>Rückstand</sub>	Masse des trockenen Rückstandes R(x) beim Siebschnitt	[g]
M <sub>t</sub>	Drehmoment	[Nm]
M <sub>TrS</sub>	Masse der Trockensubstanz	[g]
M <sub>voll</sub>	Vollgewicht	[g]
n	Drehzahl	[s <sup>-1</sup> ]
Ne	Newtonzahl	[-]
n <sub>p</sub>	Probenmenge	[-]
P	Rührerleistung	[W]
p	Partikelformfaktor	[-]
P <sub>p</sub>	Sicherheit der Vorhersage des wahren Wertes	[%]
r	Abstand zweier Punkte	[m]
Re	Reynoldszahl	[-]
r <sub>w</sub>	Radius des Wirbels	[mm]
s	Plattenabstand, Scherspalthöhe	[m]
S <sub>n-1</sub>	Standardabweichung	[-]
t	Zeit	[min]
T	Temperatur	[°C]
T <sub>s</sub>	Verkleisterungstemperatur	[°C]
u <sub>e</sub>	Schwankungsgeschwindigkeit	[m / s]
v	Geschwindigkeit	[m / s]
V	Volumen	[m <sup>3</sup> ]
V <sub>fest</sub>	Spelzenvolumen nach Verkleisterung	[m <sup>3</sup> ]
V <sub>gesamt</sub>	Gesamttriebervolumen	[m <sup>3</sup> ]
V <sub>hohl</sub>	Hohlraumvolumen im Treber	[m <sup>3</sup> ]

<b>lateinische Symbole</b>	<b>Bedeutung</b>	<b>Einheit</b>
$V_{\text{sus}}$	Maischevolumen	[m <sup>3</sup> ]
$x$	Maschenweite, Äquivalentdurchmesser	[mm]
$x_{50,3}$	Äquivalentdurchmesser, bei dem 50 % aller untersuchten Partikeln kleiner oder gleich diesem Durchmesser sind	[µm]
$x_{90,3}$	Äquivalentdurchmesser, bei dem 90 % aller untersuchten Partikeln kleiner oder gleich diesem Durchmesser sind	[µm]
$X_M$	Arithmetischer Mittelwert	[-]
$x_{\text{max}}$	größte Maschenweite	[mm]
$x_{\text{min}}$	kleinste Maschenweite	[mm]

## Abbildungsverzeichnis

Bild 1.1:	Maischverfahren, Verkleisterungstemperaturen, Temperaturoptima und Inaktivierungstemperaturen verschiedener Enzyme.....	5
Bild 2.2:	Einfluss der Partikelform (zwei – und dreidimensional) auf die kritische Konzentration $\phi_C$ .....	20
Bild 2.3:	Einfluss der Scherrate auf die Suspensionsviskosität.....	21
Bild 2.4:	Schematische Scherviskositätsfunktionen von Modellsuspensionen bei zugrundeliegender Newton'scher Matrixfluid.....	22
Bild 2.5:	Einfluss der Bidispersität auf die Suspensionsviskosität bei unterschiedlichen Konzentrationen.....	24
Bild 2.6:	Maximale Packungsdichte und relative Viskosität polydispenser Kugelsuspensionen.....	25
Bild 2.7:	Modell der äquivalenten Scherrate.....	28
Bild 2.8:	Modell der schubspannungsäquivalenten, inneren Scherrate.....	29
Bild 2.9:	Formdiagramm nach Walz.....	30
Bild 2.10:	Klassifizierung der Maische als Suspension.....	31
Bild 2.11:	Seitenansicht eines Großstärkekorns.....	32
Bild 2.12:	Schematische Darstellung des Stärkekorns (d), des kristallinen und amorphen Bereiches (c) und der Struktur von Amylopektin (a, b).....	32
Bild 2.13:	Ringpackung des Amylopektins im Stärkekorn.....	33
Bild 2.14:	Abbaustadien des $\beta$ – Glucans beim Maischen.....	34
Bild 2.15:	Spezifischer Druckverlust $\Delta p_{\text{spez.}}$ in einem waagerechten hydraulisch glatten Rohr während des Maischprozesses für Feinschrot.....	39
Bild 2.16:	Rieger – Novak – Methode.....	40
Bild 3.17:	Partikelgrößenverteilung vom geschroteten Handelsmalz (fein, grob).....	47
Bild 3.18:	Laborreaktor LR 2001, Fa. IKA.....	49
Bild 3.19:	Probennehmer am Laborreaktor.....	50
Bild 3.20:	Veränderung der Viskosität durch Zugabe von $\beta$ – Glucan in Wasser und Würze aus normal und schlecht gelöstem Malz.....	52
Bild 3.21:	Temperierbares Kapillarviskosimeter.....	52

Bild 3.22:	Leistungscharakteristik des Laborreaktors LR 2001.....	54
Bild 3.23:	Nasssiebturm.....	55
Bild 4.1:	Rührer – Drehmoment in einer Grobschrotmaische (1 : 2,8) mit Einteilung des Maischprozesses im Laborreaktor.....	59
Bild 4.2:	Viskositätsverlauf für Grobschrotmaischen (1 : 2,8) aus unterschiedlicher Lösung (schlecht gelöstes Malz von Charge 1).....	60
Bild 4.3:	Drehmomentsverlauf von isothermen Grobschrotmaischen (1 : 2,8) unterschiedlicher Lösung in Abhängigkeit von der Zeit (schlecht gelöstes Malz von Charge 1).....	64
Bild 4.4:	Gegenüberstellung Würzeviskosität und Maischeviskosität von Grobschrot (normal gelöst, 1 : 2,8).....	65
Bild 4.5:	Vergleich der Würzeviskosität isothermer Würzen (normal gelöst, 1 : 2,8) in Abhängigkeit von der Zeit.....	67
Bild 4.6:	Vergleich der Würzeviskosität von Infusions – und Isotherm – Maische bei 62 °C (normal gelöst, 1 : 2,8).....	68
Bild 4.7:	Vergleich der Würzeviskosität einer Infusionsmaische mit den Würzeviskositäten durch Herunterkühlen der abgeschlossenen Infusionsmaische auf die jeweiligen Rasttemperaturen (Grobschrot, normal gelöst, 1 : 2,8).	69
Bild 4.8:	Morphologische Veränderung des suspendierten Stärkekorns in Abhängigkeit von der Zeit und Temperatur.....	70
Bild 4.9:	Veränderung der Partikelfractionen von normal gelösten isothermen Grobschrotmaischen (normal gelöst).....	71
Bild 4.10:	Quellungs – und Desagglomerationsbilanz für Grobschrot.....	73
Bild 4.11:	Würzeviskosität bei 50 °C – Rastanfang $\eta_{50a}$ in Abhängigkeit von der Volumenkonzentration mit Ausgleichskurve nach Gleichung (2.11).....	75
Bild 4.12:	Würzeviskosität bei 50 °C – Rastende $\eta_{50e}$ in Abhängigkeit von der Volumenkonzentration mit Ausgleichskurve nach Gleichung (2.11).....	77
Bild 4.13:	Maischeviskosität von Grobschrot in Abhängigkeit von der Drehzahl des Rührers (Grobschrot 1 : 2,8, normal gelöst).....	79
Bild 4.14:	Gegenüberstellung der Anzahlsummenverteilung $Feret_{min}$ im trockenen und nassen Zustand der Grobschrotspelzen.....	80
Bild 4.15:	Gegenüberstellung der Anzahlsummenverteilung $Feret_{max}$ im trockenen und nassen Zustand der Grobschrotspelzen.....	81

Bild 4.16:	Korrelation bei Grobschrotspelzen zwischen gemessener Fläche und berechneter Fläche ( $b_m = 0,998$ für $f = 0,575$ , $P_p = 95\%$ )	81
Bild 4.17:	Überprüfung der Korrelation bei Grobschrotspelzen zwischen gemessenem Umfang und berechnetem Umfang ( $f_{\text{Umfang}} = 1,7$ )	82
Bild 4.18:	Binarisierte Spelzen	82
Bild 4.19:	Verhältnis aus $Feret_{\text{max}}$ und $Feret_{\text{min}}$ in Abhängigkeit von der Fläche der Spelzen (nass)	83
Bild 5.20:	Temperaturverlauf des Hochkurzmaisverfahrens mit Zeitpunkten der forcierten Scherung	85
Bild 5.1:	Würzeviskositätsverlauf eines Hochkurzmaisverfahrens mit und ohne Scherbelastung	86
Bild 6.1:	Veränderung der Partikelfraktionen von normal gelösten isothermen Feinschrotmaischen (normal gelöst)	89
Bild 6.2:	Quellungs – und Desagglomerationsbilanz für Feinschrot	90
Bild 10.1:	Versuchsanlage	106
Bild 10.2:	Benutzeroberfläche der Software labworldsoft	108
Bild 10.3:	Ankerrührer mit geometrischen Daten	109
Bild 10.4:	Technische Zeichnung vom Probennehmer: Messrohr (links), Kolben mit Gewinde (rechts)	111
Bild 10.5:	Aufteilung vom trockenen Rückstand $R(x)$ und dem suspendierten Durchgang $D(x)$ zur Differenzierung von Quellungs – und Desagglomerationsanteil bei Zimmertemperatur	121
Bild 10.6:	Drehmomentsverlauf von isothermen Feinschrotmaischen (1 : 2,8) in Abhängigkeit von der Zeit	123
Bild 10.7:	Gegenüberstellung der Anzahlsummenverteilung $Feret_{\text{min}}$ im trockenen und nassen Zustand der Feinschrotspelzen	124
Bild 10.8:	Anzahlsummenverteilung $Feret_{\text{max}}$ im trockenen und nassen Zustand der Feinschrotspelzen	124
Bild 10.9:	Korrelation bei Feinschrotspelzen zwischen gemessener Fläche und berechneter Fläche ( $b_m = 1,000$ für $f = 0,585$ , Konfidenzzahl 95 %)	125
Bild 10.10:	Überprüfung der Korrelation bei Feinschrotschrotspelzen zwischen gemessenem Umfang und berechnetem Umfang ( $f_{\text{Umfang}} = 1,7$ )	125

## Tabellenverzeichnis

Tabelle 2.1: Dynamische Viskosität von bekannten Newton'schen Flüssigkeiten bei Zimmertemperatur (20 °C) und Atmosphärendruck .....	13
Tabelle 2.2: Scherraten – Bereiche für industriell angewendete Fließprozesse [97]..	13
Tabelle 2.3: maximale Packungsdichte verschiedener sphärischer und nicht-sphärischer Partikeln [37] .....	18
Tabelle 2.4: Scherfestigkeit verschiedener organischer Materialien (mit Vertrauensbereich für 95 % Wahrscheinlichkeit) [83].....	45
Tabelle 3.1: Analysen der verwendeten Malze .....	46
Tabelle 3.2: Maischprogramm für Grob- und Feinschrotmaischen .....	48
Tabelle 4.1: Vergleich der Maischeviskosität von Isotherm – und Infusionsmaische .	62
Tabelle 4.2: Vergleich der Würzeviskositäten von Isotherm – und Infusionsmaische ... ..	66
Tabelle 5.1: $\beta$ – Glucankonzentrationen der Würzen mit und ohne Scherbelastung und ohne $\beta$ – Glucanase (Maischende).....	86
Tabelle 5.2: Vergleich der Formfaktoren und der Anzahl der Spelzen .....	87
Tabelle 6.3: Vergleich Feinschrotwürzen (normal gelöst) unterschiedlicher Konzentration mit Gleichung (2.11) gerechnet und gemessen .....	91
Tabelle 6.4: Vergleich Feinstschrotwürzen (normal gelöst) unterschiedlicher Konzentration mit Gleichung (2.11) gerechnet und gemessen .....	91
Tabelle 6.5: Vergleich der Viskositäten von Grob – und Feinschrotmaische .....	92
Tabelle 6.6: Vergleich von $\phi_{\max}$ und $V_{\text{fest}}$ mit Konfidenzbereich für Fein – und Grobschrot nach der Verkleisterung .....	93
Tabelle 6.7: Vergleich der gerechneten und gemessenen Viskositäten von Grob – und Feinschrotmaische (1 : 2,8) .....	94
Tabelle 11.1: Versuchsprotokoll für Feinschrot (normal und schlecht gelöst).....	113
Tabelle 11.2: Protokoll zur Nasssiebung .....	114
Tabelle 11.3: Versuchsauswertung für die Nasssiebung .....	115
Tabelle 11.4: Versuchsauswertung für den Siebschnitt mit anschließender Nasssiebung .....	116
Tabelle 11.5: Rückstand für Grob- und Feinschrotspelzen.....	116

Tabelle 11.6: Suspensionsviskosität von normal gelöster Grobschrotmaische .....	118
Tabelle 11.7: Suspensionsviskosität von schlecht gelöster Grobschrotmaische .....	119
Tabelle 11.8: Würzeviskosität von Grobschrot (schlecht gelöst) 1 : 3,5 .....	119
Tabelle 11.9: Bilanz des Siebschnitts mit allen Sieben und anschließender Nass- siegung (nach Bild 11.5) für normal gelöstes Grobschrot .....	120
Tabelle 11.10: Würzeviskosität von Infusionsmaische (normal gelöstes Grobschrot) für unterschiedliche Schüttungen.....	121
Tabelle 11.11: Suspensionsviskosität von normal gelöster Feinschrotmaische .....	122
Tabelle 11.12: Suspensionsviskosität von schlecht gelöster Feinschrotmaische ....	122
Tabelle 11.13: Würzeviskosität von Infusionsmaische (normal gelöstes Feinschrot) für unterschiedliche Schüttungen.....	123

## 1. Einleitung

### 1.1. Problemstellung und Zielsetzung

Die Ermittlung verfahrenstechnischer Kenngrößen zur Beschreibung von Stoffströmen und Umwandlungsprozessen ist eine wichtige Voraussetzung zur Berechnung und Optimierung von Produktionsprozessen und – anlagen.

Bei der Optimierung der Brauprozessabschnitte Zerkleinern des Malzes, Maischen und Läutern müssen die Rohstoffqualität und die daraus gewonnenen Zwischenprodukte charakterisiert und klassifiziert werden. Vermahlungsgrad, Konzentration (Schüttungsverhältnis), Temperatur und Zeit sind die entscheidenden Prozessparameter zur Optimierung des Brauprozesses.

Zentrale verfahrenstechnische Einheit ist der Maischbottich. Beim Maischen laufen die wesentlichen enzymatischen und mechanischen Abbauvorgänge ab, deren Effizienz den gesamten Brauprozess beeinflussen.

Die Zusammensetzung der durch den Maischprozess erhaltenen Würzen und deren Abhängigkeit von Rohstoffqualität, Temperaturverlauf und Zeiteinhaltung der Wirkungsoptima der Enzyme ist technologisch und kinetisch eingehend untersucht worden.

Die Zusammensetzung der Feststoffbestandteile beim Maischen und deren Veränderung in Abhängigkeit von mechanischen Einflüssen, Rohstoffqualität, Temperaturverlauf und Zeit sind weitestgehend unerforscht. Zerkleinerung, Desagglomeration, Scherung, Quellung, und Verkleisterung sind die entscheidenden mechanischen Abbauvorgänge und wirken sich auf die Gewinnung der Lösungsprodukte in der Würze aus.

Zur Lösung dieser Problemstellung werden rheologische Eigenschaften untersucht, die für Strömungsvorgänge beim Pumpen, Rühren und Filtrieren wichtig sind.

Die rheologischen Eigenschaften von Suspensionen werden im allgemeinen durch

- das Fließverhalten der kontinuierlichen Phase,
- die Eigenschaften der dispersen Phase,
- die Wechselwirkungen der dispersen und kontinuierlichen Phase sowie
- die Wechselwirkungen zwischen den einzelnen Partikeln der dispersen Phase bestimmt.

Die Maischesuspension ist hinsichtlich Partikelgröße und Kornform eine heterogene Suspension.

Die vorliegende Arbeit setzt sich als Ziel, die Maische als Suspension durch die Entwicklung geeigneter Messmethoden und Anwendung der Messgrößen auf Suspensionsmodelle aus der Literatur rheologisch zu charakterisieren.

## **1.2. Prozessablauf: Zerkleinern, Maischen, Läutern**

Die Maische im Brauprozess stellt ein komplexes Stoffsystem dar, das sich in Abhängigkeit von Temperatur und Zeit in der Zusammensetzung der dispersen und kontinuierlichen Phase (Wasser) ändert. Die rheologisch relevante disperse Phase (Schrot) setzt sich aus Stärkemehl, Stärkeagglomeraten (Mehlkörperbruchstücke) und Cellulosefasern (Spelzen) zusammen. Das Schrot ist das Ergebnis einer vorangegangenen Zerkleinerung. Ziel der konventionellen Zerkleinerungstechnik ist das Zerlegen des Endosperms (Mehlkörper). Das Schrot besteht je nach Vermahlungsgrad aus unterschiedlich großen Mehbruchstücken. Diese Bruchstücke sind aus einzelnen Stärkekörnern sowie Zellwandbruchstücken (Proteine, Glucane) aufgebaut. Beim Grobschrot zeigt sich eine sehr breite Partikelgrößenverteilung, während beim Feinschrot mit Hilfe moderner Feinstvermahlung  $x_{90,3}$  – Werte kleiner 80  $\mu\text{m}$  erreicht werden können [7].

Der Grund für die Verwendung unterschiedlicher Partikelgrößenverteilungen ist die sich dem Maischprozess anschließende Fest / Flüssigtrennung (Läuterung). Nach dem Maischprozess wird bei Temperaturen zwischen 75 °C und 78 °C absatzweise ein Kuchen durch Sedimentation aus den in der Maische mitgeführten nicht – löslichen Feststoffbestandteilen aufgebaut. Ziel der Läuterung ist eine möglichst verlustfreie und schnelle Gewinnung der Flüssigkeit mit den gelösten Bestandteilen (Extrakt). Im Brauereibereich kommen dafür eigens konstruierte Läuterbottiche zum Einsatz. Die beiden gängigsten Systeme sind der Läuterbottich und der Maischefilter. In einer aktuellen Forschungsarbeit wurde die Vibrationssiebung (Dynamische Mikrofiltration) als eine technische Alternative für den Läuterbottich vorgestellt [7]. Neben der Technik der Fest / Flüssigtrennung erhofft man sich vom Feinschroten eine schnellere und vollkommene Lösung [29].

Da in Brauereien hauptsächlich der Läuterbottich (93 % in Deutschland [8]) eingesetzt wird, wird von der Zerkleinerungstechnik die Unversehrtheit der Spelzen und die Zerkleinerung der Mehlkörper gefordert.

Durch die gleichzeitige Beanspruchung von Spelze und Mehlkörper bei der Vermahlung stellen die in der Brauerei eingesetzten klassischen Walzenmühlen einen Kompromiss hinsichtlich Mehlkörperzerkleinerung und Spelzenunversehrtheit dar. Fischer [29] untersuchte unterschiedliche Walzenpaarabstände einer Sechswalzenmühle hinsichtlich der Veränderungen der Trockenschrotfraktionen. Die Untersuchungen zeigten, dass ein Walzenpaarabstand von 0,4 mm zur Spelzenschädigung führt und ein doppelt so großer Abstand zur unzureichenden Ausmahlung des Mehlkörpers aus den Spelzen. Eine anschließende Spelzentrennung wäre mit einem Extraktverlust verbunden. Demnach können bereits kleine Veränderungen des Mahlspaltes zu Ausbeuteverlusten führen. Zur Verbesserung der Spelzenunversehrtheit kann vor der Vermahlung ein Weichschacht eingebaut werden. Innerhalb dieser Weichstrecke werden die Spelzen der ganzen Körner eine definierte Zeit mit Wasser befeuchtet. Die Elastizität wird durch die Wasseraufnahme erhöht. Der Mehlkörper soll dabei weitestgehend trocken bleiben, um anschließend in der Walzenmühle zerkleinert zu werden. Die elastischere Spelze hingegen übersteht den Mahlstuhl schadensfrei [30].

Die Forderung der Stärkekornvereinzelung wird auch von Prallmühlen erfüllt. Allerdings ist die Schädigung der Spelze bei dieser Vermahlung nicht zu vermeiden. Daher können Feinstvermahlungen nur einen Anteil der Gesamtschüttung vom Läuterbottichschrot ausmachen oder die Festflüssigtrennung muss mit den entsprechenden Alternativtrenntechniken durchgeführt werden.

Die über die Vereinzelung der Stärkekörner (Desagglomeration) hinausgehende Zerkleinerung des Einzelstärkekorns durch Feinstvermahlung wird in der Literatur kontrovers diskutiert.

Lotz [1] stellte fest, dass bei gut gelösten Malzen die Vermahlung nur einen untergeordneten Einfluss hat und kaum Unterschiede beim Lösen und Abbau der Malzinhaltsstoffe bringt. Richter [86] und Einsiedler [26] fanden heraus, dass selbst das Fächerschlägerschrot ( $x_{75,3} = 100 \mu\text{m}$ ) unversehrte Stärkekörner hervorbringt. In der Reaktionsgeschwindigkeit des Stärkeabbaus lag kein signifikanter Unterschied zwischen Fein- und Grobschrot vor. Die Unversehrtheit von Stärkekörnern nach der Vermahlung in einer Dispergiermühle (Dispax, Fa. IKA) wurde von Herzog [25] durch Rasterelektronen – Mikroskop – Aufnahmen (REM – Aufnahmen) bestätigt. Jek [33] zeigte mittels REM – Aufnahmen die Unversehrtheit der Stärkekörner von Pulverschrotten unterschiedlicher Cerealien aus der Müllereitechnologie. Durch Verwendung der Rührwerkskugelmühle konnte Richter [86] erstmals das Stärkekorn weiter zerkleinern

und dies mittels Laserbeugungspektroskopie messtechnisch nachweisen [86]. Schneider [7] erhielt durch Feinstvermahlung mit einer Zirkoplex-sichtermühle ( $x_{75,3} = 40 \mu\text{m}$ ) einen signifikanten Anstieg der Extraktausbeute, was sich auch in einer Erhöhung im Zuckerspektrum widerspiegelte. Beim Endvergärungsgrad zeigen sich bei Schneiders Untersuchungen jedoch keine Unterschiede.

Mit den bisher industriell genutzten Feinvermahlungstechniken (Prallmühle) wird das Stärkekorn nicht weiter zerkleinert. Für die Erhöhung der reaktiven Oberfläche ist die Vermahlung der Stärkekörner weiterhin von großem Interesse, da erst mit der Erhöhung reaktiver Stellen eine Ausbeutesteigerung erreicht werden kann.

Die Partikelgrößenverteilung wird bei grobem Schrot mit der Siebanalyse und bei feinem Trockenschrot mit Laserbeugungspektroskopie bestimmt. Für Rühr-, Strömungs- und Filtrationsaufgaben ist jedoch die Kenntnis der Partikelfractionen in der Maische notwendig, da sich durch Auswaschen der Spelzen und Zerfallen von Mehlkörperbestandteilen bis hin zu den vereinzelt Stärkekörnern die Feststoffmassenverteilung der Maische gegenüber der des Trockenschrotes ändern wird. Der Feststoffgehalt der Maische wurde bisher geschätzt ([5], [4], [6]). Schneider [7] ermittelte den Feststoffgehalt der Maische aus der Ausbeute und den Messdaten der Filtration. Durch Siebschnitte oder Zentrifugieren wurden die Feinstfraktionen aus der Maische untersucht. So wurden von Uhlig und Vasquez [31] sogenannte nicht hydrolysierbare Feinstoffe (NHF) durch Filtration (ohne Angabe der Maschenweite) und Zentrifugieren aus der Maische herausgetrennt. Die qualitative Feinstoffzunahme durch mechanische Einflüsse beim Maischen wurde diskutiert. Bühler [32] untersuchte erstmals systematisch die suspendierten Feinfraktionen der Maische nach Abschluss des Maischprozesses ( $x < 1000 \mu\text{m}$ ) durch Trennen der Probe über zwei Siebe und Auswaschen der Rückstände.

Eine Aufstellung der gravimetrischen Partikelfractionen trocken und suspendiert nach MEBAK [68] steht also noch aus. Für eine eindeutige Bestimmung des löslichen und nicht-löslichen Feststoffanteils wäre es daher empfehlenswert, eine Methode der Feststoffbestimmung während des Maischens zu wählen.

Ziel des Maischens ist es, einen möglichst hohen Anteil der Stärkekörner der enzymatischen Hydrolyse zugänglich zu machen und in das wertgebende Zucker- und Stickstoffspektrum abzubauen. Für die enzymatische Hydrolyse in der Maische werden die Temperaturoptima der jeweiligen Hydrolasen zwischen 10 und 30 Minuten gehalten (s. Bild 1.1).

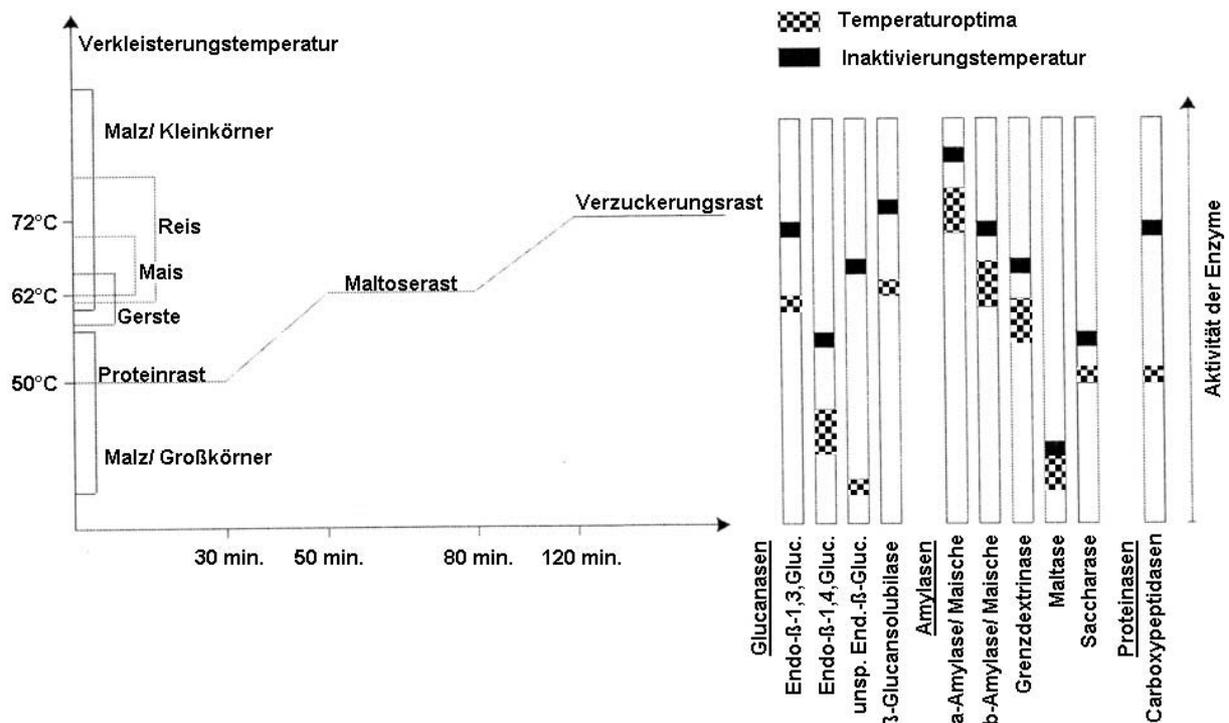


Bild 1.1: Maischverfahren, Verkleisterungstemperaturen, Temperaturoptima und Inaktivierungstemperaturen verschiedener Enzyme [71]

Das gewählte Temperaturprogramm hängt von der Löslichkeit des Malzes und vom Biertyp ab.

In der Regel werden drei Rasten angewandt (s. Bild 1.1). Die erste ist die Eiweiß – und β – Glucanrast bei 45 °C - 50 °C, in der polymere Kohlenhydrate und Proteine zu Dextrinen und mittel – sowie niedermolekulare Stickstofffraktionen abgebaut werden. Die zweite Rast bei 62 °C – 65 °C wird auch Maltoserast genannt. Dabei werden von den zuvor verkleisterten Stärkekörnern (Amylose und Amylopektin) Maltosemoleküle vom nicht reduzierenden Ende der Amylose – und Amylopektin – Ketten abgespalten. In der anschließenden dritten 72 °C – Rast wird das noch vorhandene Amylopektin und die Amylose über Dextrine bis hin zur Glucose abgebaut.

Bei der klassischen technologischen Beschreibung des Maischprozesses werden die Hydrolyse – Prozesse in Amylyolyse (Abbau der Stärke), Proteolyse (Abbau von Proteinen) und Zytolyse (Abbau von Gerüstsubstanzen, β – Glucanen) unterteilt.

Die Zugänglichkeit der Stärkekörner ist ein Qualitätsparameter des Malzes und wird vom Mälzungsprozess bestimmt. Während der Keimung werden die Stärkekornagglomerate durch den enzymatischen Abbau der sie umgebenden Zellwände freigelegt.

Dieser Zugänglichkeits – beziehungsweise Lösungsgrad des Malzes wird von der modernen Mälzereitechnologie erfüllt [22]. Bereits 34 % der deutschen Brauereien verwenden daher das sogenannte Hochkurzmaisverfahren, das bei Einmaischtemperaturen von 62 °C und einer Rast bei 72 °C für stärkeabbauende Enzyme ein zeitoptimiertes Maischverfahren durchführt und auf die zellwandabbauenden Enzyme wie Proteinasen und Glucanasen (50 °C – Rast) verzichtet [8].

Die Herabsetzung der Einmaischtemperatur und die damit verbundene Maischzeitverlängerung kann jedoch nur eingeschränkt auf den Abbau von hochmolekularen Zellwandbestandteilen (Proteine,  $\beta$  – Glucan) im Vergleich zum Mälzen Einfluss nehmen. So kann ein knapp gelöstes Malz bezüglich des  $\beta$  – Glucanabbaus nur 30 % und bezüglich des hochmolekularen Eiweißes nur 60 % der Abbaumenge im Vergleich zum Mälzen erreichen [22]. Dickel [34] bestätigte durch seine Analysen die geringfügige Zunahme an freiem Amino – Stickstoff (FAN) bei der Proteolyse und die geringfügige Abbaumenge an  $\beta$  – Glucan bei der Zytolyse im Maischprozess.

Bisher sind die Infusionsmaisverfahren fest einprogrammiert und das Steuerungspotential hinsichtlich Temperaturvariation und Anpassung der Reaktionszeit werden nicht genutzt. Der Grund dafür ist, dass momentan keine prozesstauglichen online Analyseverfahren zur Erfassung der Vorgänge zur Verfügung stehen.

Neben dem beschriebenen sogenannten Infusionsmaisverfahren wird das Dekoktionsmaisverfahren unterschieden, bei dem Maischanteile getrennt gekocht und wieder zur Hauptmaische zurückgeführt werden. In der Kombination beider Verfahren kommen das Ein –, Zwei – und Dreimaishverfahren sowie das Springmaisverfahren am häufigsten vor [12].

Im Ausland wird beim traditionellen englischen Maischprozess das Maischen auf eine einzige Temperatur beschränkt und damit zeitlich und energetisch auf ein Minimum reduziert. Bei der Eintemperatur – Infusionsmaische wird Wasser bei Verkleisterungstemperatur mit dem Schrot vermischt und in einem wärmeisolierten Bottich ohne Rührsystem bis zur Verzuckerung gehalten. Anschließend wird die Würze getrennt (Läuterung). Das Verfahren ist in England weit verbreitet. Der Nachteil liegt in den hohen Extraktverlusten, die im Treber zurückbleiben. Aus dem Englischen leitet sich der Begriff Infusion ab, der die Bedeutung „Aufguss“ hat [21].

Damit stellt das klassische Infusionsmaisverfahren den Aufguss des Malzschrotes mit Wasser bei einer Temperatur zwischen 60 ° und 72 °C dar. Maischen und Läutern erfolgen in einem Bottich.

Im Gegensatz zu diesem statischen Verfahren steht die technische Entwicklung von Maischbottichen mit entsprechenden Rührsystemen in den letzten 10 Jahren.

Die Prozessschritte Maischen und Läutern laufen mit Ausnahme vom englischen Verfahren in getrennten Anlagen ab. Aufgrund der schnellen Entwicklung rationeller Läuteranlagen in den letzten Jahren stellt das zeitlich aufwendige Maischprogramm den Engpass bei der Würzebereitung dar [22]. Daher wurden am Lehrstuhl für Maschinen – und Apparatekunde Untersuchungen bezüglich der Zeitoptimierung der Maischrasten durchgeführt. Im Hinblick auf die wertgebenden Abbauprodukte der Würze (Zucker, Aminosäuren und niedermolekulare Stickstoffverbindungen) konnte nach einer Haltezeit von durchschnittlich 20 Minuten bei der jeweiligen Temperatur keine weitere Steigerung erzielt werden [24]. Schwill – Miedaner [22] schließt nicht aus, dass die dabei erreichte Gesamtmaiszeit von 70 Minuten noch weiter heruntergesetzt werden kann.

### **1.3. Maischbottich und Maischerührer**

Der Maischprozess erfolgt absatzweise in heißwasser – oder dampfbeheizten Rührkesseln mit boden – und wandnahen Scheibenrührern. Der Rührer soll die geforderten Grundrühraufgaben Suspendieren, Wärmeverteilung und Wärmeübergang optimal erfüllen. Der Brauereianlagenbau verzichtet jedoch auf Strömungsbewehrungen. Im Rührkessel bildet sich eine Rotationsströmung aus. Vertikal – und Radialkomponente bleiben klein. Der Bereich um die Längsachse wird unzureichend durchmischt. Es ergeben sich dadurch Temperaturdifferenzen von bis zu 7 K zwischen Behälterwand und Kernzone [9].

In den letzten Jahren wurde das Augenmerk auf die Optimierung der Rührorgane im Maischbottich gelegt, um mit der Rührströmung die Wärmeverteilung und Suspendierung über die Füllhöhe zu verbessern ([9], [10], [11]). Die aktuellen Rührer – Modelle beruhen auf dem Prinzip des Gegenstromrührers durch rechtwinklig zueinander versetzte Rührblätter [18, 19]. Allerdings zeigten eigene Ergebnisse, dass erst mit Strombewehrung eine Verbesserung der Suspendierung erfolgen konnte [10]. Unabhängig von der Rührerkonstruktion bleiben die bereits erwähnten Nachteile bei Rührsystemen ohne Strombrecher erhalten. Aufgrund hygienischer Bedenken sind Einbauten bis auf Leitersprossen vom Kunden nicht gewünscht.

Gscheidtmeyer [20] konnte die Abnahme der Wärmeübergangszahl an der Behälterinnenseite über mehrere Sude eines unbewehrten Maischbottichs messen. Als Grund

für die Abnahme wird Belagbildung an der Behälterinnenwand genannt. Die Kondensationswärme an den dampfbeheizten Mantelflächen führt zu Temperaturspitzen an der Behälterinnenwand, wodurch Maische anbrennt und zu Belägen führt. Der Belag führt zu einem zusätzlichen Wärmestromwiderstand und zu einer Verschlechterung der Wärmedurchgangszahl. Zusätzlich führen die niedrigen Rührerumfangsgeschwindigkeiten zu niedrigen Nusselt – Zahlen.

Ein Kriterium für die Wahl der Rührerumfangsgeschwindigkeit ist, neben der Suspensionierung und der Optimierung des Wärmeübergangs, der Eintrag von Scherkräften. In der Literatur werden unabhängig von der Rührergeometrie (Durchmesser, Blattbreite, Anstellwinkel usw.) Drehzahlen von maximal 35 U / min. empfohlen ([12], [13]). Andrews [14] fasste in seinem Artikel die Ursachen und Folgen hoher Scherkräfte beim Maischen und Würzekochen technologisch zusammen. Er stellte die Hypothese auf, dass beim Maischen unter hohen Scherkräften zusätzliches  $\beta$  – Glucan freigesetzt wird, das sich in gelartige Strukturen umwandelt, sich auf den Filterporen ablagert und die Filtrationsgeschwindigkeit beim Läutern verringert. Wie hoch die Scherkräfte sein müssen, bis diese  $\beta$  – Glucanfreisetzung eintritt, wird jedoch nicht angegeben. Die englische Eintemperatur – Infusionsmaische wird von Andrews als ideales System favorisiert, da nach dem Einmaischen nicht mehr gerührt wird und damit Scherungen ausbleiben.

Schwill – Miedaner [23] stellte bei einer forcierten Drehzahl des Maischerührers (200 U / min.,  $d_2 = 400$  mm, einstufiger Internmig) während des Maischens eine drastische Verschlechterung der anschließenden Läuterung fest. Jedoch konnte eine  $\beta$  – Glucanfreisetzung bei den erhöhten Scherraten nicht nachgewiesen werden.

Aus dem Schrifttum geht bisher nicht eindeutig hervor, ob die erhöhten Scherkräfte zu Schädigungen der nicht – löslichen Bestandteile der Maische, zur Freisetzung von zusätzlichem  $\beta$  – Glucan oder zu strukturellen Veränderungen der gelösten  $\beta$  – Glucane und damit zur Viskositätserhöhung der Würze führen.

Sowohl der Rührkessel als auch der Rührer sind nicht genormt und für den Brauereibetrieb speziell angefertigt. Die geometrischen Verhältniszahlen sind nicht festgelegt.

Die Beurteilung des Strömungsbildes erfolgte z.B. optisch mit gefärbten Kunststoffgranulaten unterschiedlicher Dichte, deren Verteilung in der Rührströmung von Maischebehälter nachbauten aus Acryl (Labor – oder Technikumsmaßstab) bei Zimmertemperatur über der Füllhöhe in Newton´schen Fluiden unterschiedlicher Viskosität beobachtet werden ([11], [10]). Die gemessenen Leistungskennzahlen sind jedoch nur unzurei-

chend auf das Originalmedium Maische übertragbar, da bisher für die Maische keine physikalischen Größen vorliegen, die eine genauere Beschreibung und Modellierung der Maischesuspension zuließen.

#### **1.4. Messmethoden zur Erfassung der Stoffumsetzungen beim Maischen**

Der Einsatz von prozesstauglichen online Analysenverfahren zur Erfassung der Vorgänge beim Maischprozess ist in der Braupraxis ungebräuchlich.

Der Jodtest zur Beurteilung der Verzuckerung und die Dichtebestimmung (Extrakt) am Ende des Maischprozesses sind die gängigsten Kontrollen der Maischarbeit im Betriebsmaßstab. Üblicherweise wird ein festgelegtes Temperaturprogramm gefahren.

Einsiedler [26] hat erstmals systematisch und umfassend die reaktionskinetischen Vorgänge beim Stärke-, Protein- und  $\beta$ -Glucanabbau in Abhängigkeit von Temperatur und Zeit im Labormaßstab untersucht. Mit den entwickelten mathematischen Modellen kann die Größenordnung der Veränderung eines Inhaltsstoffes zu einem bestimmten Zeitpunkt bei Variation des Maischprogramms berechnet und damit vorhergesagt werden. Die reaktionskinetischen Betrachtungen von Einsiedler und Schwill-Miedaner [23] haben gezeigt, dass für die drei Abbauewege bei Handelsmalzen Rastdauern von jeweils 20 Minuten ohne Qualitätseinbußen ausreichen.

Die bisherigen kinetischen Betrachtungen leiten sich von filtrierten Würzeproben ab, die zum gegebenen Zeitpunkt durch Herunterkühlen fixiert und anschließend analysiert wurden. Ziel aktueller Forschungsarbeiten ist es, die drei Hydrolyse-Prozesse des Maischens (Amylolyse, Proteolyse und Zytolyse) prozesstechnisch so zu erfassen, dass Fehlbläufe erkannt und entsprechende Gegenmaßnahmen eingeleitet werden können. Dazu wird am Lehrstuhl für Prozessautomation und Fluidmechanik in Zusammenarbeit mit dem Lehrstuhl der Brauereitechnologie I eine prozesstaugliche Online-Messeinheit zur Zustandsbeschreibung der genannten Teilprozesse entwickelt. Diese Zustandsbeschreibung soll dazu dienen, eine Prozessführung zu implementieren, die sowohl variierende Randbedingungen in der Rohstoffzusammensetzung kompensiert als auch die Einhaltung technologischer wie wirtschaftlicher Zielvorgaben unterstützt. Fischer, Mitzscherling u.a. [46] haben dazu eine Bypassmessstrecke am Maischbottich im Technikumsmaßstab konstruiert, über die eine zuvor mit einem Hydrozyklon getrennte Würze prozessbegleitend auf Dichte, Viskosität, pH und Leitwert vermessen wird. Die biochemischen Umsetzungen sollen aus den aufgenommenen Daten der Hydrozyklonwürzen abgeleitet und mit Hilfe neuronaler Netze gesteuert werden.

Biochemische Sensoren für die direkte Bestimmung von Abbauprodukten wie Zucker oder Proteine in der unfiltrierten Maische existieren bisher nicht. Kommerzielle Bio – Sensoren für die direkte Zuckerbestimmung können selbst für die filtrierte Würze ausgeschlossen werden, da die hohe Zuckerkonzentration in Maischen eine Verdünnung in den für die Zuckersensoren messbaren Bereich erfordern würde.

Optische oder photometrische Inline – Messmethoden sind grundsätzlich auszuschließen, da die Maische lichtundurchlässig ist. Erst die filtrierte klare Würze erlaubt die Anwendung photometrischer offline – Messmethoden. In einer aktuellen Arbeit [35] werden absatzweise filtrierte Proben von Würzen gelchromatographisch in die unterschiedlichen Molekülgrößen getrennt und photometrisch mittels UV – und Fluoreszenz –Detektor quantitativ bestimmt.

Grundsätzlich muss die Maische für alle bisher erwähnten Messmethoden filtriert werden. Aufgrund des hohen Sedimentkuchenwiderstandes der Feststoffe benötigt die konventionelle Schwerkraft – Filtration viel Zeit, um für Analysen ausreichend hohe Probenmengen bereitzustellen. Prozessbegleitende Analysen verlangen jedoch eine schnelle Bereitstellung der Probe, da temperatur – und zeitabhängige Stoffumsetzungen untersucht werden. Stand der Technik ist es, die Würze durch „schnelles“ Herunterkühlen der Probe zu fixieren, um die enzymatischen Reaktionen zu stoppen und anschließend nach der Filtration die Zusammensetzung der Würze zu untersuchen. Bisher liegt keine einheitliche Arbeitsvorschrift für das Fixieren von Würzen vor.

Eine neuartige Ultraschallmessung zur online – Erfassung der Konzentration der Feststoffe in der Maische stellt eine Möglichkeit dar, den Abbau der Mehlkörperbestandteile in Abhängigkeit von Temperatur und Zeit zu messen. Bisherige Ansätze für den Einsatz für Maische scheinen erfolgsversprechend sind aber noch in der Entwicklung [88].

## **2. Grundlagen**

### **2.1. Rheologische Grundlagen**

Die Rheologie beschreibt das Verhalten eines Körpers bei mechanischer Beanspruchung durch äußere Kräfte. Dabei kommt es zu einer reversiblen (elastischen) oder irreversiblen (viskosen) Deformation des Körpers. Das Deformationsverhalten ist dabei abhängig von der Intensität der einwirkenden Kraft und bei strukturierten Systemen von der Einwirkzeit.

Die Ursache für die Veränderung von Fließeigenschaften basiert auf dem Vorhandensein und der dynamischen Ausbildung von Strukturen im Körper. Je nach Größenbereich der Strukturen unterscheidet man die Mikro – bzw. Makrorheologie. Zur Einteilung der Strukturen bezüglich ihrer Größe wird die Einteilung disperser Systeme nach Schubert [41] übernommen.

### **2.1.1.Mikrorheologische Betrachtung**

Die Mikrorheologie betrachtet die Körper in ihrem molekularen beziehungsweise dispersen Aufbau. Dabei werden als Parameter Form, Größe, Konzentration und Wechselwirkungen der Komponenten sowie deren statische beziehungsweise dynamische Mikrostrukturen untersucht.

Die mikrorheologischen Deformationsprozesse werden auf der Basis atomphysikalischer und physiko – chemischer Gesetzmäßigkeiten beschrieben und interpretiert. Flüssigkeiten nehmen eine Zwischenstellung zwischen Gasen und Festkörpern ein. Die Flüssigkeitsmoleküle können wie die der Gase ihren Platz wechseln. Dabei unterliegen die Moleküle der intermolekularen Anziehungskraft der Nachbarmoleküle, der Wechselwirkungspotentialenergie mit den Nachbarmolekülen und der Wärmebewegung. Im Vergleich zu Gasen sind die Moleküle im flüssigen Zustand dicht gepackt, so dass der Abstand zwischen den Molekülen durch die wirkenden Anziehungskräfte nur in bestimmten Grenzen ohne gleichzeitige Änderung des Aggregatzustandes veränderlich ist. Die Umordnung der Moleküle ist nur möglich, wenn Fehlstellen in der Molekülpackung bestehen. Die Erhöhung der Temperatur führt zu einer Zunahme dieser Fehlstellen. Die Dichte der Flüssigkeit verringert sich und die Beweglichkeit der Moleküle nimmt zu. Nach der Theorie von Frenkel und Eyring müssen die Moleküle ein Energiepotential aufbringen, um in eine Fehlstelle überwechseln zu können. Dasjenige Molekül, das der Fehlstelle am nächsten ist und das das erforderliche Energiepotential besitzt, springt in die Fehlstelle über und gibt damit den eigenen Platz frei. Die Anzahl der möglichen Sprünge pro Zeiteinheit ist um so größer, je mehr Fehlstellen vorhanden sind und je geringer das erforderliche Energiepotential ist. Der Mechanismus wird als Selbstdiffusion bezeichnet.

Kommt es zu einer äußeren Krafteinwirkung, so ist die Wahrscheinlichkeit von Sprüngen der Moleküle in Richtung der Kraft größer, da das erforderliche Energiepotential geringer ist als in entgegengesetzter Richtung zur Kraft. Es kommt zu einer er-

zwungenen Bewegung in Richtung der Kraft, die das viskose Fließen der Flüssigkeit bedingt.

### 2.1.2. Makrorheologische Betrachtung

Die Makrorheologie betrachtet die Körper als kontinuierliches Medium ohne Berücksichtigung der Mikrostruktur. Es werden phänomenologische Betrachtungen bei der Deformation des Körpers angestellt. Die Phänomene werden mit rheologischen Zustandsgleichungen und mechanischen Modellen beschrieben. Die messtechnische Erfassung zur experimentellen Bestimmung dieser Phänomene wird als Rheometrie definiert. Die Rheometrie soll den physikalischen Zustand im Mikrobereich integral widerspiegeln. Aufgrund der Komplexität der zu untersuchenden Stoffe werden große Anforderungen an die Messtechnik gestellt.

### 2.1.3. Viskosität

Zur Charakterisierung der Veränderungen der Fließeigenschaften wird die Viskosität gemessen. Die Viskosität ist ein Maß für die Fließfähigkeit der untersuchten Flüssigkeit. Je höher die Viskosität ist desto mehr widersetzt sich die Flüssigkeit dem Fließen.

#### Definition:

In der Modellvorstellung wird das Fließen dadurch ausgelöst, dass ein Fluid mit einer Kraft über eine Fläche gezogen wird, auf der sich die nächste Flüssigkeitsschicht befindet. Abhängig von den Haftungsbedingungen (Reibungswiderstand) zwischen diesen beiden Schichten wird sich eine entsprechend langsame (bei hoher Reibung) oder schnelle Geschwindigkeit (bei geringer Reibung) der ersten Flüssigkeitsschicht einstellen. Bei einer Newton'schen Platte / Plattenanordnung haften die oberste und unterste Flüssigkeitsschicht jeweils an einer Platte fest, so dass die Kraft von der gezogenen auf die stillstehende Platte über die zum Fließen gezwungene Flüssigkeitsschicht übertragen wird (actio = reactio).

Der physikalische Bezug zwischen der eingesetzten Kraft und des sich eingestellten Geschwindigkeitsgradienten wird über den Koeffizienten Viskosität (genauer: dynamische Viskosität) ausgedrückt. Die dynamische Viskosität beschreibt das Verhältnis aus Schubspannung und Schergefälle.

Daraus ergibt sich:

$$\text{Schergefälle} \quad \dot{\gamma} = \frac{v}{s} \quad (2.1)$$

und

$$\text{Schubspannung} \quad \tau = \frac{F}{A} \quad (2.2)$$

und schließlich

$$\text{dynamische Viskosität} \quad \eta = \frac{F}{v} \cdot \frac{s}{A} = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (2.3)$$

Wenn die Struktur der Moleküle während des erzwungenen Fließens nicht verändert wird, ist die Viskosität ebenfalls konstant. Das heißt, wenn z.B. die angesetzte Kraft  $F$  verdoppelt wird, dann verdoppelt sich auch die Geschwindigkeit  $v$ . Die Flüssigkeit zeigt dann ein sogenanntes Newton'sches Fließverhalten. Tabelle 2.1 gibt einen Überblick über die dynamische Viskosität von bekannten Newton'schen Flüssigkeiten bei Zimmertemperatur und Atmosphärendruck.

Tabelle 2.1: Dynamische Viskosität von bekannten Newton'schen Flüssigkeiten bei Zimmertemperatur (20 °C) und Atmosphärendruck

Flüssigkeit	dynamische Viskosität [Pas]
Glas	$10^{40}$
Bitumen	$10^8$
Syrup	$10^2$
Olivenöl	$10^{-1}$
Wasser	$10^{-3}$
Luft	$10^{-5}$

Die folgende Tabelle 2.2 zeigt Scherraten – Bereiche für industriell angewendete Fließprozesse.

Tabelle 2.2: Scherraten – Bereiche für industriell angewendete Fließprozesse [97]

Fließprozess	Scherrate [ $s^{-1}$ ]
Sedimentation von feinen Partikeln	$10^{-6} - 10^{-4}$
Extrusion	$10^0 - 10^2$
Rohrströmung	$10^0 - 10^3$
Mischen (Rührströmung)	$10^1 - 10^3$
Sprühen	$10^3 - 10^4$
Mahlen	$10^3 - 10^5$
Schmierung	$10^3 - 10^7$

Anhand der großen Viskositäts – und Scherratenbreite wird deutlich, dass die Viskositätsmessung für den praktisch relevanten Scherratenbereich und für das jeweilig zu verarbeitende Produkt ausgelegt werden muss.

#### 2.1.4. Fließverhalten von Suspensionen

Das Newton'sche Fließ – Modell war ausreichend, bis die Synthetikfaser – und Kunststoffproduktion begann. Mit der aufkommenden Petrochemie und der Charakterisierung komplexer biochemischer Prozesse etablierte sich die Lehre des Fließens (Rheologie) als interdisziplinäre Wissenschaft. Mit der Verwendung komplexerer Materialien waren entsprechend komplexere rheologische Zusammenhänge verbunden. Die Viskosität dieser Fluide ist keine Konstante mehr. Das heißt, dass die angreifenden Kräfte nicht mehr linear von der Scherrate abhängig sind. Die Struktur der Flüssigkeit ändert sich mit den Schubspannungen. Die Fluide, deren Viskosität sich in Abhängigkeit von der Scherrate ändert, fasst man unter den nicht – Newton'schen Flüssigkeiten zusammen.

##### Strukturviskosität:

Ein sehr häufig vorkommendes nicht – Newtonsches Fluid ist das strukturviskose Fluid. Es zeichnet sich dadurch aus, dass mit zunehmender Scherrate die Viskosität abnimmt. Bei der Diskussion der Strukturviskosität wird häufig das sogenannte Power – Law – Modell verwendet.

$$\eta_s = K \cdot \dot{\gamma}^{m-1} \quad (2.4)$$

Beim Potenzgesetz (Power – Law – Modell, Gleichung (2.4)) ist die Einheit von K abhängig vom Exponenten m [Pas<sup>m</sup>]. K ist der sogenannte Konsistenzfaktor und m ist der Fließindex. K und m sind voneinander abhängig. Es macht daher keinen Sinn, die beiden Faktoren getrennt voneinander mit anderen Fluiden zu vergleichen wie es oft in der Literatur gemacht wird. Der exponentielle Zusammenhang wird häufig als Anpassungskurve für  $f(\tau) = \dot{\gamma}^m$  verwendet. Mit einem Exponenten  $m < 1$  werden scherverdünnende oder strukturviskose Medien diskutiert während bei  $m > 1$  dilatante Fließkurven (scherverdickendes Fließen) diskutiert werden können.

Unter Einbeziehung der konstanten Viskosität bei sehr niedrigen und sehr hohen Scherraten  $\eta_0$  und  $\eta_\infty$  werden mit einer erweiterten Funktion (sog. Carreau – Modell) die beiden Viskositätsplateaus miteinbezogen:

$$\eta = \frac{\eta_0 - \eta_\infty}{\left[1 + \left(\frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_0}\right)^a\right]^{\frac{1}{2}}} + \eta_\infty \quad (2.5)$$

Durch das Verhältnis des gemessenen Schergefälles  $\dot{\gamma}$  und  $\dot{\gamma}_0$  (Schergefälle, ab der die Viskosität  $\eta < \eta_0$  wird) kürzt sich die Dimension [1/s] heraus und ein Potenzieren mit a ist möglich. a ist ein Maß für den Abfall der Kurve, bis  $\eta_\infty$  erreicht ist.

Die Anwendung aller bisher genannten Gleichungen beschränken sich auf strukturelle Änderungen bei konstanter Konzentration.

Einstein [36] befasste sich in seiner für die Suspensionsrheologie bahnbrechenden Arbeit von 1905 mit der theoretischen Herleitung des Fließverhaltens von Suspensionen bei unterschiedlichen Konzentrationen ( $\phi_t \leq 0,03$ ).

Die Anwesenheit eines sphärischen und starren Teilchens in einem strömenden Medium führt zu einer Veränderung der Geschwindigkeitsverteilung um das Teilchen. Die hydrodynamische Störung führt zu einer zusätzlichen Energiedissipation, die sich in einem Anstieg der Viskosität bemerkbar macht. Einstein zeigte, dass die Zunahme der Viskosität von der Volumenkonzentration der suspendierten Partikeln abhängt:

$$\eta = \eta_{fl} \cdot (1 + 2,5 \cdot \phi_t) \quad (2.6)$$

$\eta$  ist die Viskosität der Suspension und  $\eta_{fl}$  ist die Viskosität der Trägerflüssigkeit.

Für die Berechnung traf Einstein folgende Annahmen:

1. Die Trägerflüssigkeit ist Newton'sch, inkompressibel und die Suspension darf als Kontinuum betrachtet werden.
2. Die Strömung ist schleichend (Vernachlässigung von Rotationsbewegung und Trägheitseffekten der Partikeln).
3. Wandgleiteneffekte zwischen den Teilchen und dem Fluid treten nicht auf.
4. Die Partikeln sind kompakt und sphärisch.
5. Keine Wechselwirkung zwischen den Partikeln.
6. Systemabgrenzende Wände haben keinen Einfluss auf den Strömungsvorgang.
7. Dichtefluktuaton treten nicht auf (keine Sedimentation der Partikeln).
8. Teilchenwanderung findet nicht statt (Migration).
9. Die Störung der Geschwindigkeit durch die Anwesenheit eines Teilchens ist lokal; das Geschwindigkeitsfeld in dem umgebenden Fluid verhält sich so, als ob keine Teilchen vorhanden wären.

Aus der 1. und 6. Annahme lassen sich zwei wichtige Folgerungen für die Suspensionsrheologie ableiten:

- Der Durchmesser der Fluidmoleküle ist wesentlich kleiner als der mittlere Partikeldurchmesser der suspendierten Teilchen.
- Um die Wandeffekte zu vermeiden, muss der mittlere Partikeldurchmesser der suspendierten Teilchen wesentlich kleiner sein, als der einzustellende Spalt des Rheometers.

Gleichung (2.6) bedeutet, dass die Zugabe kompakter, kugelförmiger Partikeln zu einem Fluid zu einer Viskositätserhöhung führt, die dem 2,5 – fachen des Volumenfüllgrades  $\phi_t$  entspricht. Die Viskositätserhöhung ist unabhängig von der Größe der Partikeln. Der Nachteil der Theorie von Einstein liegt im eingeschränkten Gültigkeitsbereich der Volumenkonzentrationen ( $\phi_t \leq 0,03$ ). Dadurch können nur Viskositätserhöhungen bis 7,5 % über der der Trägerflüssigkeitsviskosität vorausberechnet werden. Nahezu alle Suspensionen in der Praxis sind in der Regel höher konzentriert [37].

### 2.1.5. Einfluss konzentrierter Suspensionen auf die Suspensionsviskosität

Bei höher konzentrierten Suspensionen spielen hydrodynamische Wechselwirkungen eine große Rolle. Hydrodynamische Wechselwirkungen entstehen, wenn der Abstand zweier Partikeln so klein wird, dass der Strömungswiderstand der einen Kugel einen Einfluss auf das Strömungsverhalten um die andere Kugel ausübt.

Batchelor [39] konnte in Anlehnung an die Einstein – Theorie zeigen, dass bis zu einer Volumenkonzentration bis  $\phi_t = 0,10$  die Viskositätserhöhung proportional zur quadratischen Volumenkonzentration ansteigt :

$$\eta = \eta_{fl} \cdot (1 + 2,5 \cdot \phi_t + 6,2 \cdot \phi_t^2). \quad (2.7)$$

Die theoretischen Ansätze zur Beschreibung des Newton'schen Fließverhaltens von Suspensionen mit  $\phi_t > 0,10$  sind um ein Vielfaches komplizierter. Auf Grund der Vielzahl der sich einstellenden hydrodynamischen Wechselwirkungen gelingt eine Beschreibung der Viskositätserhöhung nur durch Mittelung der Effekte [37]. Ball und Richmond [90] gingen von der Annahme aus, dass der viskositätserhöhende Effekt aller suspendierten Partikeln die Summe der Effekte der Einzelpartikeln darstellt. In Anlehnung an die Theorie von Einstein stellten sie die Viskositätszunahme in differentieller Form dar:

$$d\eta = (2,5 \cdot \eta_{fl}) \cdot d\phi, \quad (2.8)$$

wobei  $d\eta$  die infinitesimale Zunahme der Suspensionsviskosität bei der Zugabe einer infinitesimalen Volumenkonzentration  $d\phi$  der Partikeln darstellt.

Eine Integration zwischen 0 und  $\phi_t$  ergibt unter Berücksichtigung der Zuordnung von  $\eta_{fl}$  bei  $\phi = 0$  und  $\eta$  bei  $\phi = \phi_t$  Gleichung (2.9):

$$\eta = \eta_{fl} \exp(2,5 \cdot \phi). \quad (2.9)$$

Aufgrund von Packungseinschränkungen fanden Ball und Richmond heraus, dass bei der weiteren Zugabe eines Teilchens zu einer bereits konzentrierten Suspension weit mehr Raum als der durch das Partikelvolumen  $d\phi$  nach Gleichung (2.8) benötigt wird. Je höher der Volumenfüllgrad einer Suspension desto dichter erfolgt die Aneinanderlagerung der Partikel. Diese Tatsache führt zu der Einführung des sogenannten Packungsparameters  $K_p$ , der die Möglichkeit der Partikelkumulation in Gleichung (2.8) berücksichtigt. Ersetzt man  $d\phi$  durch  $d\phi / (1 - K_p \cdot \phi_t)$  und integriert wie oben mit den Randbedingungen  $\eta_{fl}$  bei  $\phi = 0$  und  $\eta$  bei  $\phi = \phi_t$  ergibt sich Gleichung :

$$\eta = \eta_{fl} \cdot \frac{1}{(1 - K_p \cdot \phi_t)^{2,5 \cdot (1/K_p)}}. \quad (2.10)$$

Die Suspensionsviskosität  $\eta$  geht gegen unendlich wenn  $\phi_t = 1 / K_p$  wird.

Aus dieser Darstellung heraus wurde der Parameter  $1 / K_p$  als maximale Packungskumulation  $\phi_{max}$  gedeutet, über der kein Fließen mehr stattfindet und damit die Viskosität der Suspension gegen unendlich geht. Die Suspension hat Feststoffcharakter.

Abweichend von der 4. Annahme (s. S. 15) wird durch Einführung der dimensionslosen intrinsischen Viskosität  $[\eta_{intrins}]$  die Möglichkeit eröffnet, auch nichtsphärische Partikelsuspensionsviskositäten zu berechnen. Wird der Wert  $5/2$ , der für sphärische Partikeln gilt, durch  $[\eta_{intrins}]$  ersetzt, ergibt sich Gleichung (2.11):

$$\eta = \eta_{fl} \cdot \left(1 - \frac{\phi_t}{\phi_{max}}\right)^{-[\eta_{intrins}] \cdot \phi_{max}}. \quad (2.11)$$

Die von Ball und Richmond hergeleitete Gleichung (2.11) entspricht der empirisch hergeleiteten Gleichung von Krieger und Dougherty [40] von 1959. Beide führen auf die Einstein – Gleichung (2.6) zurück, wenn die Volumenkonzentration  $\phi_t$  klein wird.

### 2.1.6. Maximale Packungsdichte $\phi_{max}$ und intrinsische Viskosität $[\eta_{intrins}]$

Der Einfluss der Partikeln bei höherer Volumenkonzentration auf die Viskosität der Suspension wird am besten in Abhängigkeit der maximalen Packungsdichte  $\phi_{max}$  und intrinsischen Viskosität  $[\eta_{intrins}]$  bestimmt [37].

Grundsätzlich stellt die maximale Packungsdichte  $\phi_{\max}$  den Volumenanteil der dispersen Phase dar, der sich in dichtester Packung anordnet. Für monodisperse, sphärische und hexagonal gepackte Partikeln ist der maximale Wert  $\phi_{\max} = 0,740$ .

Später erkannte man, dass auch die Partikelform, die Partikelgrößenverteilung und die Scherströmung einen Einfluss auf die dichtest mögliche geometrische Packung haben. Der Einfluss der Partikelform wird durch die intrinsische Viskosität  $[\eta_{\text{intrins}}]$  beschrieben. Barnes fasst für sphärische und nicht – sphärische Partikeln die ermittelte maximale Packungsdichte und intrinsische Viskosität unter Scherbelastung diverser Autoren zusammen [37]:

Tabelle 2.3: maximale Packungsdichte verschiedener sphärischer und nichtsphärischer Partikeln [37]

System	geometrische Daten	$\phi_{\max}$	$[\eta_{\text{intrins}}]$
Kugeln	$x < 1 \mu\text{m}$	0,71	2,70
Kugeln	$x > 40 \mu\text{m}$	0,61	3,28
Glasfasern	$l / b = 7$	0,37	3,80
Glasfasern	$l / b = 14$	0,26	5,03
Glasfasern	$l / b = 21$	0,23	6,00
Glasplättchen	$l \times b = 30 \times 700 \mu\text{m}$	0,27	9,25
Glasplättchen	$l \times b = 100 \times 400 \mu\text{m}$	0,38	9,87

Tabelle 2.3 zeigt deutlich, dass nicht – sphärische Partikeln weitaus geringere Packungsdichten haben als sphärische Partikeln. Übertragen auf die Gleichung (2.11) kann für eine bestimmte Konzentration  $\phi_t$  und eine Trägerflüssigkeitsviskosität  $\eta_{\text{fl}}$  gefolgert werden, dass die Viskosität  $\eta$  der Suspension mit anisotropen Partikeln höher ist als die einer Kugelsuspension. Der Strömungswiderstand der nicht – sphärischen Partikeln ist höher und damit auch die Energiedissipation durch die Präsenz der Teilchen. Obwohl die Theorie von Einstein für sphärische Partikeln hergeleitet wurde, erlaubt die Modifizierung seiner Gleichung (2.6) in Form der Gleichung (2.11), eine Reihe anisotroper Partikeln mit entsprechend unterschiedlichen Strömungswiderständen rheologisch zu diskutieren.

### 2.1.7. Nicht – Newton´sches Fließverhalten von Suspensionen

Bisher gelten die Gleichungen für den Konzentrationsbereich von Suspensionen, in dem die Viskosität unabhängig von der Scherbelastung ist (s. S. 17). Die hydrodynamischen Kräfte dominieren und die Suspension hat Newton´sches Fließverhalten.

Mit wachsender Feststoffvolumenkonzentration sind die Feststoffpartikeln dichter gepackt. Ab einer stoffspezifischen kritischen Konzentration  $\phi_C$  treten Störungseffekte durch benachbarte Teilchen und somit Partikel – Partikelwechselwirkungen auf. Die interpartikulären Wechselwirkungskräfte übersteigen die hydrodynamischen Kräfte und die Viskosität wird zusätzlich von der Scherrate abhängig. Damit beginnt das Nicht – Newton'sche Fließverhalten. Die Fließgrenze stellt das integrale Maß für die Wechselwirkungskräfte zwischen den Partikeln dar.

Weipert et al. [44] formulieren die kritische Konzentration in Abhängigkeit vom Partikelformfaktor  $p$  anisotroper Teilchen:

$$\phi_C \geq p^{-2} \quad (2.12)$$

wobei der Partikelformfaktor  $p$  als  $p = a_{\max} / a_{\min}$  definiert ist.  $a$  stellt die maximale beziehungsweise minimale Teilchendimension dar.

Hochstein [45] schätzt mit einer geometrischen Betrachtung den mittleren freien Abstand von Fasern in einer Suspension ab. Dabei befinden sich die Mittelpunkte der Faser auf den Eckpunkten eines kubisch – raumzentrierten Gitters mit der Gitterkonstanten  $a_G$ , die gleich dem kürzesten Abstand zwischen zwei Fasermittelpunkten ist. Eine Gitterzelle mit dem Volumen  $a_G^3$  enthält in dieser Anordnung dann eine Faser mit dem Durchmesser  $D$  und der Länge  $L$  (Zylinderform):

$$\phi_C = \frac{\pi \cdot D^2}{4} \cdot \frac{L}{a_G^3} \quad (2.13)$$

Saar et al. entwickelten ein numerisches Modell für Kristallschmelzen (Ellipsen – und Quaderform) und berechneten für zufällige Kristallanordnungen die kritische Konzentration  $\phi_c$  (s. Bild 2.2).

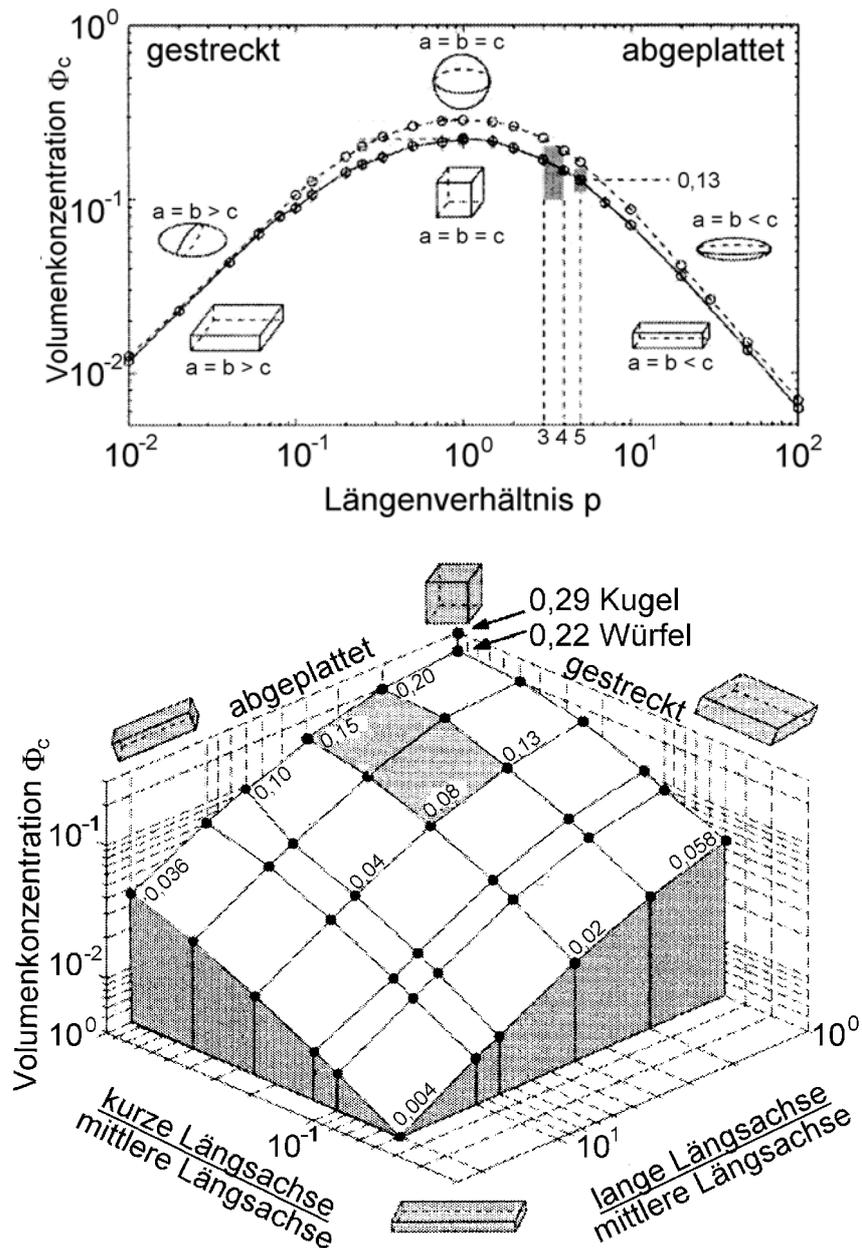


Bild 2.2: Einfluss der Partikelform (zwei – und dreidimensional) auf die kritische Konzentration  $\phi_c$  [43]

Bei  $p = 5$  beträgt  $\phi_c = 0,13 \pm 0,01$  nach Saar (s. Bild 2.2) während nach Gleichung (2.12) für das gleiche  $p$  die kritische Konzentration schon bei  $\phi_c = 0,04$  erreicht ist und nach Hochstein eine kritische Konzentration von  $\phi_c = 0,25$  errechnet wird (Annahme:  $a_G = L/2$ ). Das ungleiche Ergebnis zeigt, dass der Einfluss der Partikel-Par-

tikelwechselwirkungen der jeweiligen Suspension experimentell nachgeprüft werden muss, worauf in Kapitel 2.1.9 näher eingegangen wird.

Der Einfluss von Scherströmung und Konzentration auf nicht – Newton´sche Effekte zeigt folgendes Bild 2.3.

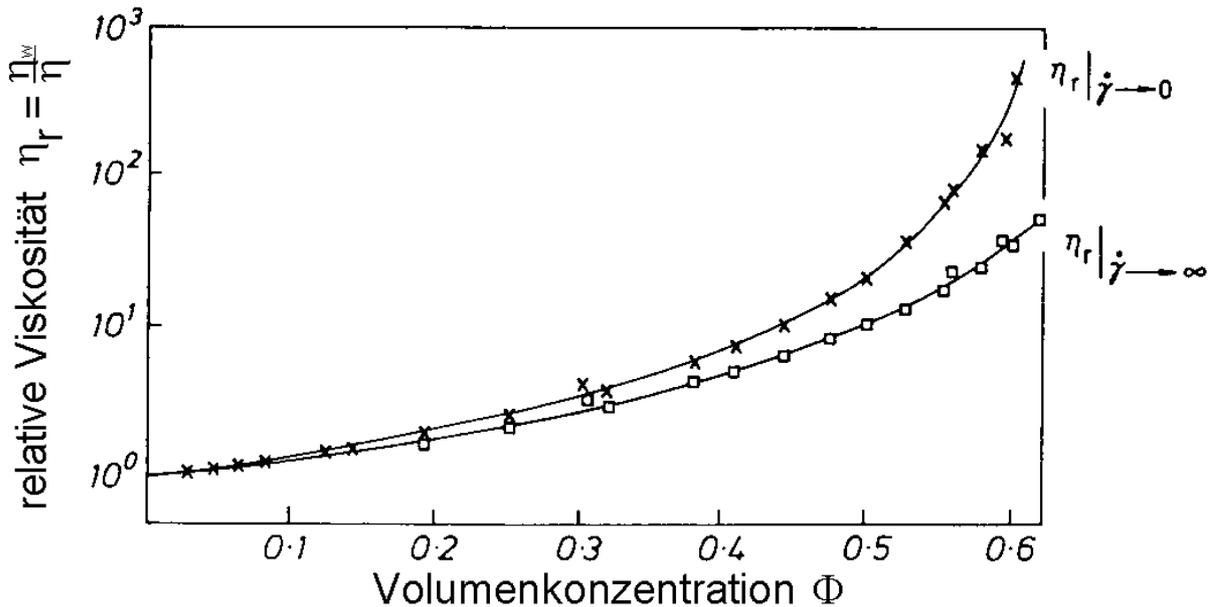


Bild 2.3: Einfluss der Scherrate auf die Suspensionsviskosität [37]

Im Bild 2.3 ist die relative Viskosität ( $\eta / \eta_{fl}$ ) in Abhängigkeit von der Volumenkonzentration für monodisperse Latex – Kugeln bei hohen und niedrigen Scherraten ( $\dot{\gamma} \rightarrow \infty$  bzw.  $\dot{\gamma} \rightarrow 0$ ) dargestellt. Beide Ergebnisse wurden mit der Gleichung (2.11) angepasst. Bis zu einer Konzentration von  $\phi_t = 0,25$  verlaufen die relativen Viskositäten deckungsgleich und sind unabhängig von der Scherrate. Die Latex – Suspension unterschiedlicher Volumenkonzentration hat bis dahin Newton´sches Fließverhalten. Dem scherverdünnenden Effekt bei sehr hohen Volumenkonzentrationen ( $\phi_t > 0,3$ ) wird durch entsprechende Anpassung der maximalen Packungsdichte  $\phi_{max}$  Rechnung getragen ( $\phi_{max} | \dot{\gamma} \rightarrow \infty > \phi_{max} | \dot{\gamma} \rightarrow 0$ ). Dies wird damit begründet, dass bei dominierenden hydrodynamischen Kräften (hohe Scherraten bzw. Schubspannungen) die Tendenz von dreidimensionaler zu zweidimensionaler Strukturbildung der Partikeln besteht. Die zweidimensionale Scherfließstruktur ist dichter gepackt und besitzt einen reduzierten Strömungswiderstand, was zu strukturviskosem Fließverhalten der Suspension führt.

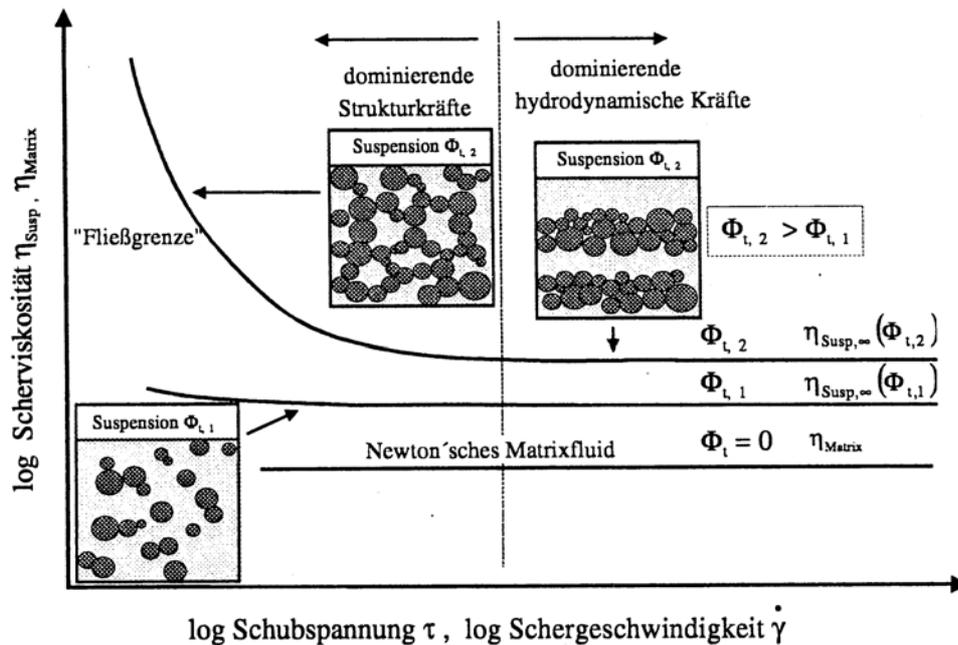


Bild 2.4: Schematische Scherviskositätsfunktionen von Modellsuspensionen bei zugrundeliegender Newton'scher Matrixfluid

Bild 2.4 veranschaulicht graphisch die Bereichsabgrenzung zwischen Strukturkräften (Partikel – Partikelwechselwirkungen) und hydrodynamischen Kräften. Bis zu einer Volumenkonzentration  $\phi_{t,1}$  kann über den gesamten Messbereich ( $\dot{\gamma}$  bzw.  $\tau$ ) Newton'sches Fließverhalten beobachtet werden. Für eine höhere Volumenkonzentration  $\phi_{t,2}$  kommt es bei niedrigen Scherraten zu einer festkörperähnlichen Struktur. Die Strukturierung der dispersen Phase führt zur Ausbildung einer Fließgrenze, deren Höhe von den interpartikulären Wechselwirkungen und den Parametern der dispersen Phase (Partikelform, Partikeldurchmesser, Partikelverteilung und Partikeloberfläche) abhängt. Windhab [69] stellte für kugelförmige und monodisperse Partikeln ein einfaches geometrisches Modell auf, das dem von Gleichung (2.13) entspricht. Das geometrische Modell diente zur Beschreibung des experimentell gefundenen Zusammenhangs zwischen Fließgrenze und Volumenkonzentration für  $\phi_t > \phi_c$ . Damit konnte er die Wechselwirkungskräfte zwischen idealisierten Feststoffpartikeln berechnen [69].

Aufgrund der Komplexität des Nicht – Newton'schen Bereiches werden verschiedene disperse Systeme üblicherweise in einem Konzentrationsbereich verglichen, in dem die Viskositätsfunktion von der Belastungsvorgabe unabhängig ist (Newton'sches Fließverhalten im Bereich dominierender hydrodynamischer Kräfte). Dieser Zustand wird auch als „high – shear“ – Bereich bezeichnet.

Die in Tabelle 2.3 zusammengestellten Wertepaare  $\phi_{\max}$  und  $[\eta]_{\text{intrins}}$  stellen somit für die monodispersen Suspensionen Anpassungsparameter dar, mit der im „high – shear“ – Bereich sowohl für sphärische als auch anisotrope Partikeln die Suspensionsviskosität nach Gleichung (2.11) in Abhängigkeit von der Konzentration berechnet werden kann.

### **2.1.8. Einfluss der Partikelfraktionen auf die maximale Packungsdichte $\phi_{\max}$**

In den bisherigen Ausführungen wurden die Parameter Partikelform und Packungsdichte in Abhängigkeit von der Konzentration für monodisperse Suspensionen berechnet.

Das folgende Bild 2.5 stellt den Einfluss bidisperser Partikelfraktionen für sphärische Partikeln in verschiedenen Mischungsverhältnissen und Konzentrationen auf die Suspensionsviskosität dar.

Auf der Abszisse ist der Anteil des größeren Partikels gegen die relative Viskosität auf der Ordinate aufgetragen. Die Linien verbinden die Punkte gleicher Volumenkonzentration  $\phi_t$  von 0 (100 % kleine Teilchen) bis 1 (100 % große Teilchen). Das Durchmesser Verhältnis beträgt 5. Interessant ist, dass der Einfluss der Bidispersität erst ab Konzentrationen  $\phi_t > 0,25$  messbare Veränderungen in der Viskosität zeigt. Vergleicht man diese Grenzkonzentration mit der von Bild 2.3, so ist die Grenzkonzentration gleich mit der kritischen Konzentration  $\phi_c$ . Das bedeutet, dass im Newton'schen Bereich die Partikelgrößenverteilung von sphärischen Partikeln keinen Einfluss auf die Suspensionsviskosität hat.

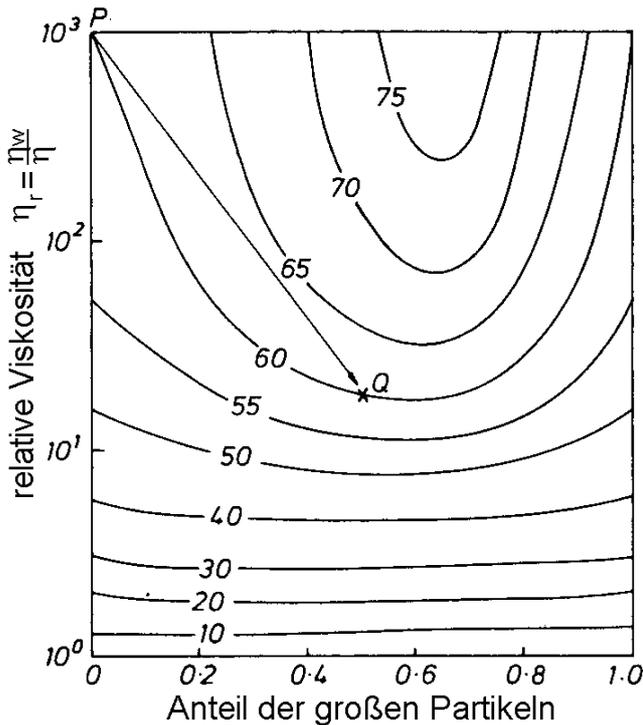


Bild 2.5: Einfluss der Bidispersität auf die Suspensionsviskosität bei unterschiedlichen Konzentrationen

Bild 2.5 zeigt für Volumenkonzentrationen  $\phi_t > 0,25$  ein Minimum der Viskosität bei einem Anteil der großen Partikeln von 0,65. Das Minimum prägt sich mit zunehmender Gesamtkonzentration stärker aus. Es kommt zu einer Abnahme der Viskosität im Vergleich zur monodispersen Ausgangskomponente der großen Partikeln, obwohl in der Volumenkonzentration ein Anteil von 0,35 der kleinen Partikeln enthalten ist, der den mittleren Durchmesser verkleinert und damit die spezifische Oberfläche erhöht.

Die für die bidisperse Suspension

beobachtete Viskositätserniedrigung kann nicht über einen reduzierten Partikeldurchmesser und eine damit verbundene erhöhte spezifische Oberfläche erklärt werden, da eine größere spezifische Oberfläche eine höhere Viskosität erwarten lassen würde [38]. Die Ausbildung des Minimums wird in Anlehnung an Gleichung (2.11) auf die erzielbare maximale Packungsdichte  $\phi_{\max}$  zurückgeführt. Die Zwischenräume der großen sphärischen Partikeln werden durch die kleinen Partikeln ausgefüllt, was zu einer höheren Packungsdichte  $\phi_{\max}$  gegenüber der monodispersen Packungsdichte führt. Das Verhältnis aus  $\phi_t / \phi_{\max}$  wird kleiner und damit auch die Viskosität bei gleicher Konzentration. Der Pfeil P→Q verdeutlicht die Abnahme der Viskosität um 50 % wenn eine hochkonzentrierte monodisperse Suspension ( $\phi_t = 0,60$ ) in eine bimodale Suspension (50 / 50) gleicher Konzentration umgewandelt wird.

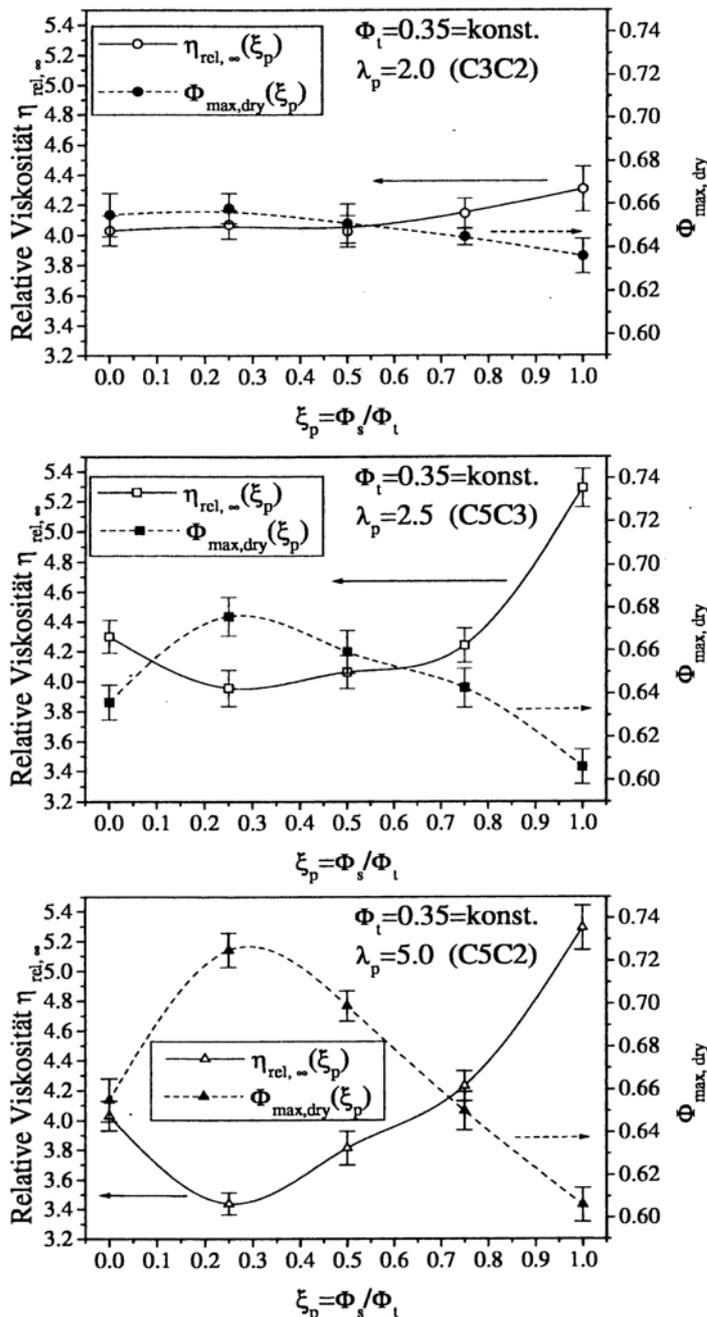


Bild 2.6: Maximale Packungsdichte und relative Viskosität polydisperser Kugelsuspensionen [38]

Bei dem größten  $\lambda_p$  (drittes Diagramm von oben) wird dieser Verlauf am deutlichsten. Aufgrund der Unterschiede der beiden gemischten Partikelgrößenverteilungen (C5 und C2) haben die kleinen Partikel Platz, die Hohlräume der Kugelpackung von den großen Partikeln auszufüllen. Die Folge ist eine maximale

Schmitt [38] konnte in einer aktuellen Arbeit die Abhängigkeit der Viskosität von der maximalen Packungsdichte  $\phi_{\max}$  auf polydisperse Suspensionen erweitern. In Bild 2.6 ist die relative Viskosität (linke Ordinate) und die maximale Packungsdichte  $\phi_{\max} = \phi_{\max, \text{dry}}$  (rechte Ordinate) in Abhängigkeit vom Partikelkleinanteil  $\xi_p$  dargestellt.  $\xi_p$  ist das Verhältnis aus der Volumenkonzentration der feineren Partikelgrößenverteilung zur Volumenkonzentration der Gesamtmischung aus feineren und größeren Partikeln. C2 hat die feinste, C3 die mittlere und C5 die größte Partikelgrößenverteilung.  $\lambda_p$  ist definiert als Verhältnis der  $x_{50}$ -Werte ( $x_{50, \text{groß}} / x_{50, \text{klein}}$ ) der Ausgangsverteilungen (C2, C3, C5), die entsprechend  $\xi_p$  gemischt wurden. Je höher die erzielbare maximale Packungsdichte (gestrichelte Linie) einer Partikelgrößenverteilung ist, um so kleiner fällt bei konstant gehaltenem Volumenkonzentration (hier:  $\phi_t = 0,35$ ) die relative Viskosität (durchgezogene Linie) aus.

Packungsdichte von über  $\phi_{\max} > 0,72$ , die aufgrund von Gleichung (2.11) zu entsprechend niedrigeren Suspensionsviskositäten führt.

### 2.1.9. Konzept der Aufteilung der dissipierten Energie unter Scherdeformation

Im folgenden wird ein Modell von Sommer [42] vorgestellt, das die gemessene Schubspannung in den Teil der inneren Strömungsreibung (hydrodynamische Kräfte) und in den Teil der Partikel – Partikelwechselwirkungen (Strukturkräfte) unterteilt.

In Analogie zur mechanischen Reibungskraft, bei der ein Körper durch Gleiten auf einer Oberfläche Energie verliert, wird die Reibungsenergie auf die Scherströmung übertragen. Bei der Scherströmung ist die Schubspannung  $\tau$  die Reibungsenergie pro Volumeneinheit. Das Produkt von gemessener Schubspannung  $\tau$  und entsprechender Scherrate  $\dot{\gamma}$  ergibt die Summe der dissipierten Energie pro Volumeneinheit und Zeit

$\dot{E}_V$ :

$$\dot{E}_V = \frac{E_{\text{diss}}}{V \cdot t} = \tau \cdot \dot{\gamma} = \eta \cdot \dot{\gamma}^2 \quad (2.14)$$

Bei hochkonzentrierten Suspensionen teilt sich die gesamte ins Medium eingebrachte Scherleistung  $\dot{E}_V$  in Struktur – und Viskositätsenergie ( $\dot{E}_s$  und  $\dot{E}_{fl}$ ) auf:

$$\dot{E}_V = \frac{\dot{E}_{fl} + \dot{E}_s}{V} \quad (2.15)$$

Die in das Flüssigkeitsvolumen  $V_{fl} / V = (1 - \phi_t)$  eingebrachte Viskositätsenergie führt zu der volumenspezifischen Leistungsdissipation  $\dot{E}_{Vfl}$ :

$$\dot{E}_{Vfl} = \frac{\dot{E}_{fl}}{V} = \frac{\dot{E}_{fl}}{V_{fl}} \cdot (1 - \phi_t) \quad (2.16)$$

Aus der in die Flüssigkeit eingebrachten Leistung  $\dot{E}_{Vfl}$  wird eine äquivalente Scherrate  $\dot{\gamma}^\oplus$  abgeleitet, bei der die gleiche Energie pro Volumeneinheit und Zeit in eine Flüssigkeit mit der Viskosität  $\eta_{fl}$  eingebracht wird.

$$\frac{\dot{E}_{fl}}{V_{fl}} = \eta_{fl} \cdot \dot{\gamma}^{\oplus 2} \quad (2.17)$$

Gleichung (2.15) wird mit Gleichung (2.16) und (2.17) zu Gleichung (2.18) umgeformt:

$$\frac{\dot{E}_{\text{diss}}}{V} = \eta_{fl} \cdot \dot{\gamma}^{\oplus 2} \cdot (1 - \phi_t) + \frac{\dot{E}_s}{V} \quad (2.18)$$

Die dissipierte Energie ist in den hydrodynamischen Teil mit der zunächst noch unbekanntem Äquivalentscherrate  $\dot{\gamma}^{\oplus}$  und in den strukturellen Teil mit der unbekanntem  $\dot{E}_s$  aufgeteilt. Zur Lösung der beiden Unbekannten wird eine weitere Gleichung benötigt. Sommer erhält die zweite Gleichung mit Hilfe eines identischen Scherexperimentes bei zwei verschiedenen Temperaturen  $T_1$  und  $T_2$ :

$$\frac{\dot{E}_1}{V} = \eta_{fl1} \cdot \dot{\gamma}^{\oplus 2} \cdot (1 - \phi_t) + \frac{\dot{E}_{s1}}{V} \quad \text{für } T_1 \quad (2.19)$$

$$\frac{\dot{E}_2}{V} = \eta_{fl2} \cdot \dot{\gamma}^{\oplus 2} \cdot (1 - \phi_t) + \frac{\dot{E}_{s2}}{V} \quad \text{für } T_2 \quad (2.20)$$

Durch die gleichen Randbedingungen der Scherexperimente (gleiche äußere Scherrate  $\dot{\gamma}$  und gleiche Volumenkonzentration  $\phi_t$ ) legt Sommer [42] fest, dass die Äquivalentscherrate  $\dot{\gamma}^{\oplus}$  und  $\dot{E}_s$  gleich bleiben und somit unabhängig von der Temperatur sind.

Durch diese Festlegung und Gleichsetzen von (2.19) und (2.20) ergibt sich

$$\dot{E}_s = \frac{\frac{\dot{E}_1}{V} - \frac{\dot{E}_2}{V}}{\left( \frac{1}{\eta_{fl1}} - \frac{1}{\eta_{fl2}} \right)} \quad (2.21)$$

Die energetische Betrachtung von Sommer [42] ermöglicht die Abschätzung der Partikel – Partikelwechselwirkungen  $\dot{E}_s$ , wenn sie die hydrodynamischen Kräfte übersteigt, ohne die genauen interpartikulären Mechanismen zu kennen.

### 2.1.10. Äquivalente Scherrate

Zur Darstellung der Fließvorgänge in einer Suspension wurde von Sommer [42] das Konzept der äquivalenten Scherrate und später von Gleißle und Baloch [92] das Konzept der schubspannungsäquivalenten, inneren Schergeschwindigkeit entwickelt.

Beide Konzepte basieren auf der idealisierten mikroskopischen Betrachtung der Strömungsvorgänge, bei der die kontinuierliche Phase bei konstanter makroskopischer

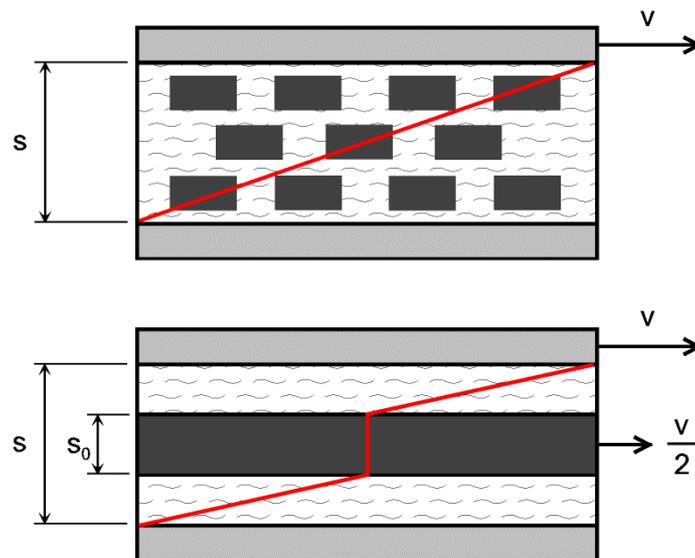


Bild 2.7: Modell der äquivalenten Scherrate

Scherrate in den Partikelzwischenräumen eine stärkere Scherung als die reine Flüssigkeit erfährt. Nach Sommer [42] werden die Suspensionspartikeln zu einer mittig im Scherspalt angeordneten Platte zusammengefasst (s. Bild 2.7). Die obere Platte wird mit  $v$  bewegt, die untere Platte befindet sich in Ruhe. Die mittig angeordnete Platte bewegt sich mit  $v/2$ .

Daraus ergibt sich die äquivalente Scherrate  $\dot{\gamma}^\oplus$  in Abhängigkeit von  $\dot{\gamma}$  wie folgt:

$$\dot{\gamma}^\oplus = \frac{2 \cdot \frac{v}{2}}{s - s_0} = \frac{v}{(s - s_0)} \cdot \frac{s}{s} = \dot{\gamma} \cdot \frac{1}{\left(1 - \frac{s_0}{s}\right)} \quad (2.22)$$

Die äquivalente Scherrate  $\dot{\gamma}^\oplus$  erhöht sich um den Faktor des verengten Scherspalttes oberhalb und unterhalb der mit  $v/2$  gleitenden Platte.

Die Dicke  $s_0$  multipliziert mit der Scherfläche  $A$  ergibt das Partikelvolumen, das im Verhältnis mit dem Gesamtschervolumen ( $V = s \cdot A$ ) die Partikelvolumenkonzentration  $\phi_t$  ergibt:

$$\frac{\eta}{\eta_{fl}} = \frac{\left(\frac{v}{s}\right)}{\left(\frac{v}{s - s_0}\right)} = \frac{s}{(s - s_0)} = \frac{1}{\left(1 - \frac{s_0 \cdot A}{s \cdot A}\right)} = \frac{1}{(1 - \phi_t)} \quad (2.23)$$

Die Gleichung (2.23) entspricht exakt der ersten Herleitung von Einstein [36], die dann 1911 um den Faktor 2,5 korrigiert wurde [s. Gleichung (2.6)].

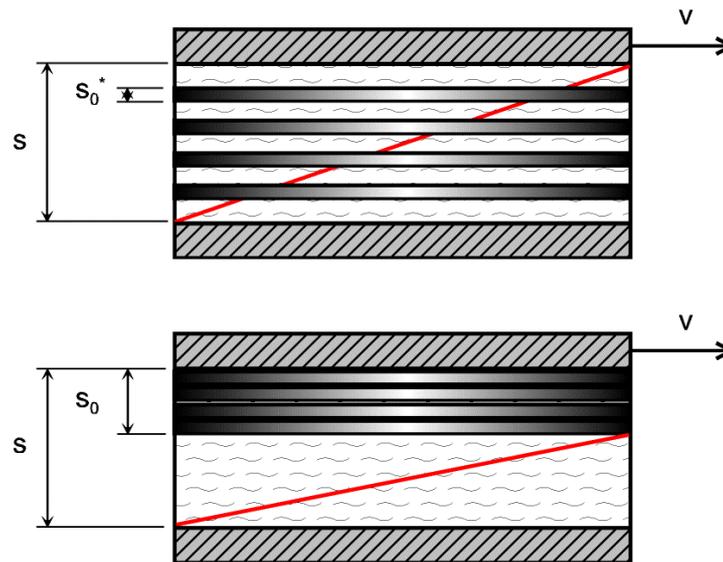


Bild 2.8: Modell der schubspannungsäquivalenten, inneren Scherrate

Beim Konzept von Gleißle und Baloch [92] zur Simulation von Fließvorgängen in heterogenen Systemen wird die Suspension als Schichtensystem betrachtet. Die disperse Phase liegt als steife Platten der Anzahl  $n$  und der Dicke  $s_0^*$  in dem Fluid vor. Die Feststoffplatten werden zu einer wandparallelen Gesamtschicht zusammengefasst (s. Bild 2.8). Der Scherspalt ist auf die Höhe  $s - s_0$  reduziert, so dass sich  $\dot{\gamma}^\oplus$  entsprechend Gleichung (2.22) erhöht. Dieser Faktor wird als Erhöhungsfaktor  $B(\phi_t)$  bezeichnet und statt dem Quotienten mit der Volumenkonzentration wie in Gleichung (2.23) eingesetzt:

$$\eta = \frac{1}{(1 - \phi_t)} \cdot \eta_{fl} = B(\phi_t) \cdot \eta_{fl} \quad (2.24)$$

Beide Gleichungen stellen den Verschiebungsfaktor der Viskosität in Abhängigkeit der Volumenkonzentration gleichermaßen dar. Beide Modelle leiten sich von der Einstein – Gleichung ab.

## 2.2. Kennzeichnung eines Partikelkollektives

Zur Kennzeichnung eines Partikelkollektives wird dieses nach einem messbaren möglichst eindeutigen Partikelmerkmal eingeteilt. Das Partikelmerkmal muss dabei eine messbare physikalische Größe (z.B. Fläche, Volumen, Masse) sein. Welche physikalische Größe ausgewählt wird, richtet sich nach dem verfahrenstechnischen Prozess (z.B. Mischen, Rühren, Pumpen). Zur Charakterisierung von Partikeln in Suspensionen

sind die Partikelgröße und die Partikelform zu erfassen, da sie Einfluss auf Strömungswiderstand beziehungsweise Fließverhalten haben (s. Tabelle 2.3, S.18).

Die Methoden zur Bestimmung der Partikelgrößenverteilung (Sieb, Laserbeugungsspektroskopie) beschreiben den Formtyp durch eine geometrische Größe (z.B. Quadrat – oder Kreisscheibenform). Daher wird in der Praxis sehr häufig der Äquivalentdurchmesser verwendet, der sich in den meisten Fällen auf die flächen-, umfangs- oder volumenäquivalente Kreisscheiben – bzw. Kugelform bezieht.

Zur objektiven geometrischen Beschreibung der Partikelform werden in der Literatur Formdiagramme vorgeschlagen. Bei der Beschreibung der Partikelform eines Objektes werden charakteristische geometrische Daten des Partikels mit den Formfaktoren kreis – oder quadratähnlicher (zweidimensionale Abbildungen) beziehungsweise kugel – oder würfelförmiger Formen (dreidimensionale Abbildung) verglichen.

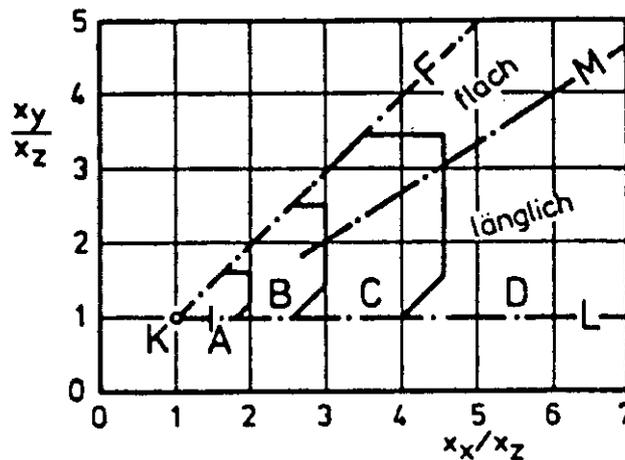


Bild 2.9: Formdiagramm nach Walz [91]

In Bild 2.9 werden die experimentell ermittelten maximalen Längenabmessungen eines Partikels bezogen auf die drei Achsenrichtungen eines dreidimensionalen Koordinatensystems (x, y, z) ins Verhältnis zur Maximalabmessung in z – Achsenrichtung gesetzt. Das Verhältnis der Längenabmessungen ergibt Formfaktoren. Abhängig von der Größe der Formfaktoren wird das Diagramm in die Bereiche kugelig, gedrunken sowie flach- und langgestreckte Partikeln eingeteilt.

Bei der zweidimensionalen Abbildung einer rechteckigen Faser bieten sich die geometrischen Größen Faserlänge  $l$  und – breite  $b$  als messbare Objekteigenschaften an. Das Verhältnis aus Faserbreite zu Faserlänge ergibt einen Formfaktor (Voraussetzung

$l > b$ ). Ist der Formfaktor nahe bei 1, so ist die Faserform als quadratisch zu sehen. Wird der Formfaktor hingegen sehr klein, so ist die Faserform stäbchenförmig. Bei unregelmäßigen Partikelkollektiven müssen die auftretenden Partikelformen den Einzelpartikeln zuzuordnen sein. Die eindeutige Beschreibung durch Partikellänge und – breite ist nur bei der direkten Flächen – bzw. Umfangsmessung der Einzelpartikeln möglich (Individualanalyse) [72].

### 2.3. Beschreibung der Maische als Suspension

Bei den Suspensionseigenschaften der Maische wird die disperse von der kontinuierlichen Phase unterschieden (s. Bild 2.10).

Die disperse Phase der Maische setzt sich aus unterschiedlich großen Agglomeraten von Stärkekörnern (Mehlkörperbruchstücke) und Cellulosefasern (Spelzen) zusammen. Die Partikelgrößenverteilung dieses Partikelkollektives (Schrot) hängt von der Zerkleinerungstechnik ab.

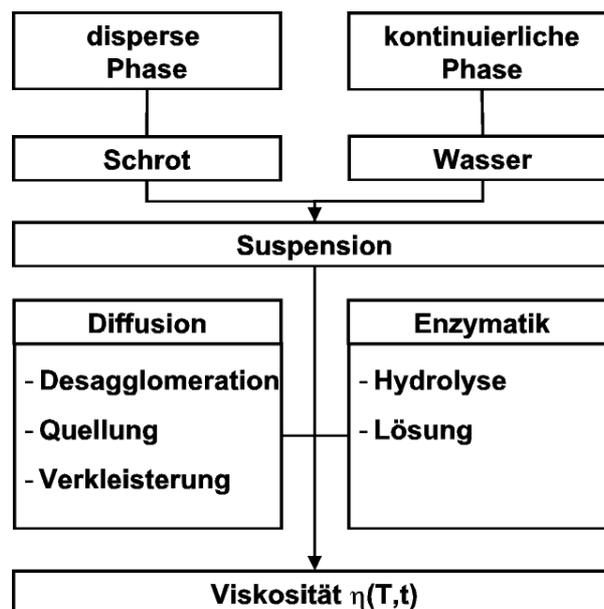


Bild 2.10: Klassifizierung der Maische als Suspension

Die kontinuierliche Phase ist Wasser mit den darin gelösten molekularen Abbauprodukten aus dem Mälzungs – und Maischprozess (Zucker – und Aminosäurespektrum und  $\beta$  – Glucan, s. Kapitel 1). Die Suspensionsviskosität  $\eta$  ändert sich in Abhängigkeit der Prozessparameter Temperatur (T) und Zeit (t) (s. Bild 2.10).

### 2.3.1. Viskositätsbeeinflussende Veränderungen der dispersen Phase

Die Ursachen für die Viskositätsänderung der Suspension (Maische) sind das Desagglomerieren und Quellen von Mehlkörperbruchstücken und Spelzen nach dem Einmischen und die Verkleisterung der Stärkeprimärpartikeln nach Erreichen der Verkleisterungstemperatur.

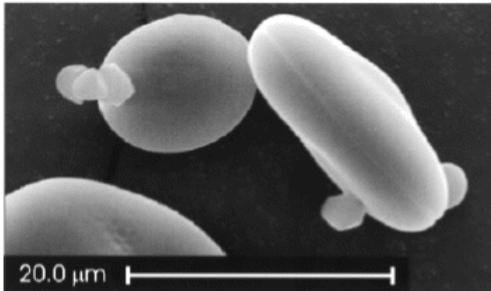


Bild 2.11: Seitenansicht eines Großstärkekorns [61]

Die Stärkeagglomerate (Mehlkörperbruchstücke) bestehen aus größtenteils kugel- und linsenförmigen Stärke-Primärpartikeln. Die linsenförmigen Großkörner (s. Bild 2.11) haben eine Größe zwischen 20 – 30  $\mu\text{m}$  und machen 10 % der Gesamtanzahl der

Stärkeprimärpartikeln aus. Die kugelförmigen Kleinkörner haben eine Größe von 1 – 5  $\mu\text{m}$  und machen entsprechend 90 % der Gesamtanzahl der Primärpartikeln aus [12].

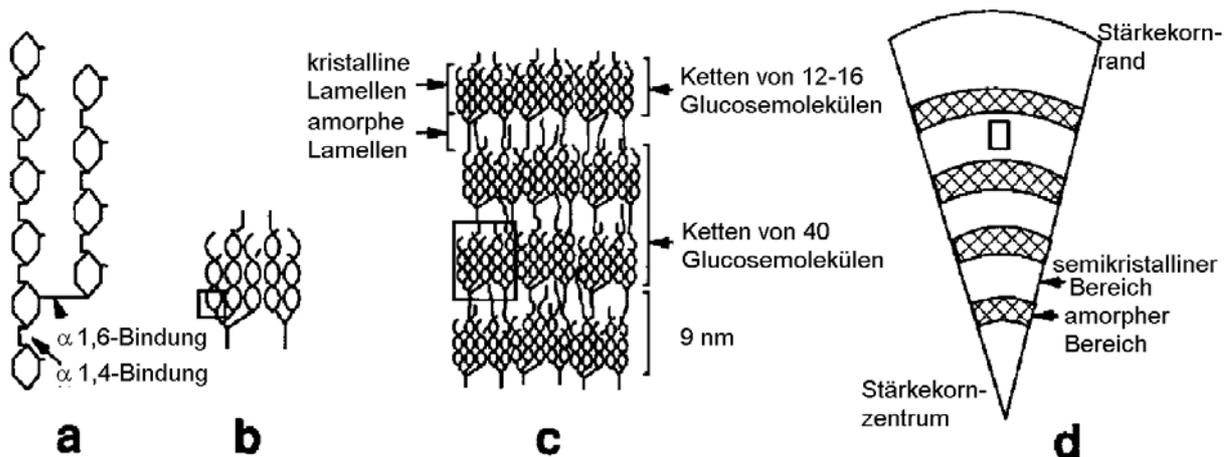


Bild 2.12: Schematische Darstellung des Stärkekorns (d), des kristallinen und amorphen Bereiches (c) und der Struktur von Amylopektin (a, b) [60]

Die Stärkekörner haben einen semikristallinen Strukturaufbau. Der Hauptteil an kristallinen Strukturen im Stärkekorn geht auf das Amylopektin zurück. Das Amylopektin ist ein breites Netzwerk parallel angeordneter Doppelhelices (s. Bild 2.12 (a, b, c)), die im Stärkekorn radial ausgerichtet sind und durch Faltung zu der charakteristischen Ringbildung im Stärkekorn führen (s. Bild 2.12 (d)).

In Bild 2.13 wird diese Ringbildung an einem aufgebrochenen Stärkekorn unter dem Rasterelektronenmikroskop sichtbar.

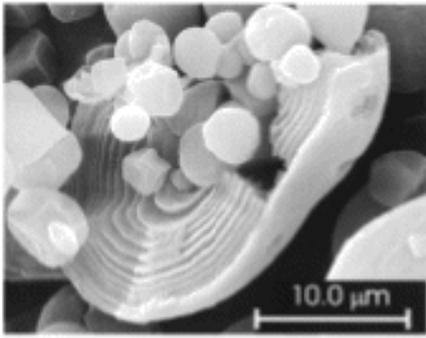


Bild 2.13: Ringpackung des Amylopektins im Stärkekorn [61]

Die Stärke besteht zu 76 – 83 % aus Amylopektin und zu 17 – 24 % aus Amylose [12].

Entscheidend für die Suspensionsrheologie ist die Veränderung der Stärkekörner durch das Benetzen und Durchdringen mit Wasser (Einmaischen) und durch den Einfluss der anschließenden

Temperaturrasten.

Bei Überschuss von Wasser, wie es bei Maische der Fall ist, vollzieht sich die Verkleisterung in zwei Teilen:

- Hydratation und Quellung der amorphen Regionen
- Schmelzen der kristallinen Bereiche

Weiteres Erhitzen und weitere Wasseraufnahme führen zum Herauswaschen der Amylose aus den Stärkekörnern und zum restlosen Schmelzen der kristallinen Bestandteile [61]. Mit dem Schmelzen der Kristalle erfolgt eine lockere Bindung zwischen den Helices und dem Lösungsmittel (Wasser). Die geordnete Struktur wird mit dem Schmelzprozess aufgehoben. Im Vergleich zu den wässrigen Stärkesuspensionen werden bei hoch – konzentrierten Stärkegemischen mit Erreichen der Schmelz – bzw. Verkleisterungstemperatur nur geringe Teile der kristallinen Struktur zum Schmelzen gebracht. Der destabilisierende Effekt der Stärkekristalle ist also stark vom Wasseranteil in der Suspension abhängig [62]. Die Schmelztemperaturen von Amylopektin und Amylose sind unterschiedlich. Bei Amylose liegt sie zwischen 76 °C und 88 °C während sie für Amylopektin zwischen 60 °C und 66 °C liegt (s. Bild 1.1). Das Schmelzen der Stärkekristalle führt zu einem hohen Anstieg der Viskosität. Erst mit dem Verkleistern können die Stärkepolymere enzymatisch hydrolysiert werden [63].

Die Spelzen als zweiter Hauptbestandteil der dispersen Fraktion liegen als zerkleinerte Cellulosefasern vor. Je nach Zerkleinerungsgrad wird die Länge und die Breite der Fasern verändert. Im Siebturm bleibt die trockene Spelzenfraktion auf einer Siebmaschenweite von  $x = 1,27$  mm mit einem durchschnittlichen Rückstandsanteil von 18 % bei Läuterbottichschrot und 11 % bei Maischefilterschrot zurück. Die Spelzen

werden während des Maischprozesses durch Enzyme kaum verändert [12]. Weitere charakteristische geometrische Daten liegen weder für den trockenen noch für den nassen Zustand vor. Im geschälten und beschädigten Zustand erscheinen die beiden Spelzenschalen als trapezförmige Bruchstücke. In ihrer Funktion als äußerste Umhüllung des Mehlkörpers liegen die Bauch – und Rückenspelze an dem oval geformten bauchigen Korn an. Das ganze Gerstenkorn kann als länglicher Kegelstumpf beschrieben werden. Aus dieser vereinfachten räumlichen Form lässt sich die Trapezform der zerkleinerten Schalenteile als zweidimensionale Kegelstümpfe ableiten.

Für den zerkleinerten Spelz darf von einer flachen platten Form ausgegangen werden. Die Charakterisierung des zerkleinerten Spelzes kann daher auf ein – und zweidimensionale Partikelmerkmale beschränkt werden.

### 2.3.2. Viskositätsbeeinflussende Inhaltsstoffe in der kontinuierlichen Phase

In der kontinuierlichen Phase werden die aus den Hydrolyseprozessen der Feststoffbestandteile gewonnenen molekularen Strukturen gelöst.

Die löslichen Bestandteile, die die Viskosität der kontinuierlichen Phase beeinflussen, sind:

- $\beta$  – Glucane
- Stärke (bzw. Zucker)
- Eiweißstoffe (bzw. Stickstoffverbindungen)

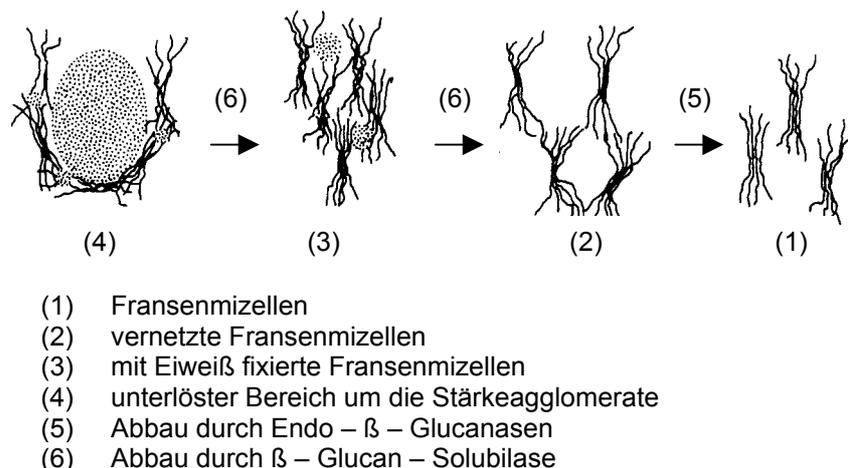


Bild 2.14: Abbaustadien des  $\beta$  – Glucans beim Maischen [13]

Das  $\beta$  – Glucan wird in der Literatur als zentrale und maßgebliche viskositätsbeeinflussende Substanz der Maische beschrieben. In Bild 2.14 ist das  $\beta$  – Glucan anhand ei-

nes Modells in den einzelnen Abbaustadien skizziert. Es ist ein lineares, aperiodisch verknüpftes Polysaccharid. Das Molekül ist flexibel und damit vollkommen streckbar wie auch verknäulbar [99]. Aufgrund der aperiodischen Glycosid – Verknüpfungen innerhalb des Moleküls wird es im Modell als Fransenmizell { s. Bild 2.14, Nummer (1) } dargestellt [13].

Das Gersten –  $\beta$  – Glucan ist in den Zellwänden ursprünglich mit Proteinen verbunden { s. (4), Bild 2.14 }. Erst durch Lösung der Esterbindung zwischen den Proteinen und den  $\beta$  – Glucanen beim Mälzen und Maischen { s. (3)  $\rightarrow$  (2) , Bild 2.14} wird das  $\beta$  – Glucan wasserlöslich [12]. Nach dem enzymatischen Abbau in lösliche Form beeinflusst diese Substanz die Viskosität der kontinuierlichen Phase ([59], [48], [12]). Der Abbau dieser Substanz lässt sich während des Maischprozesses viskosimetrisch gut beobachten. Der  $\beta$  – Glucangehalt steigt bei 60 °C – 65 °C sprunghaft an. Dies ist auf eine Freisetzung von Zellwandmaterial bei der Verkleisterung der Stärke zurückzuführen ([47], [48]). Bei einer Temperatur von 60 °C – 65 °C ist keine Endo –  $\beta$  – Glucanaseaktivität mehr nachweisbar ist. Es erfolgt die Lösung hochmolekularer  $\beta$  – Glucanverbindungen durch die temperaturunempfindlichere “ $\beta$  – Glucan – Solubilase“, die jedoch den Abbau von (2) zu (1) (s. Bild 2.14) nicht weiterführt. Eiselt [94] definiert die hochmolekularen  $\beta$  – Glucanverbindungen als Assoziate, die sich durch besonders hohe Viskositäten auszeichnen.

Der Effekt der sprunghaften Zunahme von  $\beta$  – Glucanen zwischen 60 °C – 65 °C ist in der Literatur ausreichend bestätigt. Die Ursache für die  $\beta$  – Glucanerhöhung hingegen beruht auf Annahmen. Die  $\beta$  – Glucan – Solubilase ist bisher nicht erforscht und die Annahme, dass es sich um eine Esterase handelt, ist rein hypothetisch.

Neben dem Einfluss der einzelnen  $\beta$  – Glucanassoziate wird der Einfluss durch Strukturänderungen in Form von Vernetzungen einzelner Assoziate unterschiedlicher Molekülgröße auf die Viskosität in der Literatur kontrovers diskutiert. Die vernetzten  $\beta$  – Glucanassoziate werden  $\beta$  – Glucanengele genannt und sollen aufgrund von Scherkräften entstehen [65]. Bei Temperaturen  $T > 60$  °C werden die Gele in die Solform überführt, wodurch sie für den Heißbereich keinen Einfluss haben [89].

Leedham u. a. [93] behaupteten, dass durch eine Scherbelastung der Maische höhere  $\beta$  – Glucankonzentrationen in der Würze vorliegen. Schwill – Miedaner [23] konnte bei unterschiedlichen Belastungsarten (Rohr – und Rührströmung, Dispergierung) keine Viskositätsänderung und keinen Anstieg der  $\beta$  – Glucane in der filtrierten Maische feststellen. Als Grund wird der sehr hohe Schubspannungsbereich für molekulare Verän-

derungen ( $\tau \approx 5 \cdot 10^6 - 5 \cdot 10^{10}$  Pa) angeführt, der von den wesentlich niedrigeren Schubspannungen im Brauprozess von  $\tau \approx 20 - 1500$  Pa nicht erreicht wird. Drost [64] konnte mit seinen Ergebnissen für unterschiedliche Belastungsarten auf die Struktur vom  $\beta$  – Glucan im fertigen Bier die Resultate von Miedaner bestätigen. Die für die Strukturänderungen relevante Grenzviskosität [entspricht Staudinger – Index] zeigte bei allen von Drost durchgeführten Strömungsexperimenten keine messbaren Veränderungen. Eiselt [94] stellte die Hypothese auf, dass die bei der Verkleisterung freigesetzten  $\beta$  – Glucan – Assoziate unter Scherkräfteinwirkung bei hoher Temperatur in einem aktivierten (d.h. gestreckten) Zustand vorliegen, in dem sie Verbindungen untereinander knüpfen können und die neu entstandenen Strukturen durch schnelles Abkühlen fixiert werden. Kulicke u. a. [95] stellten in konzentrierten  $\beta$  – Glucansuspensionen (isoliert aus der Gerste) fest, dass die Gelbildung erst mehrere Stunden nach der Scherbeanspruchung rheologisch messbar ist. Eine spontane Gelbildung direkt nach der Scherbeanspruchung ist nach Kulicke auszuschließen. Bisher geht aus der Literatur nicht eindeutig hervor, ob durch Scherkräfte die  $\beta$  – Glucankonzentration steigt, die  $\beta$  – Glucanverbindungen sich strukturell ändern oder beide Einflüsse einen Einfluss auf die Viskosität haben.

Bei den Eiweißstoffen sind die Gelproteine zu nennen, die einen Einfluss auf die Viskosität der Maische haben. Unter Sauerstoffeinfluss bilden die schwefelhaltigen Aminosäuren Disulfidbrücken aus, die zu einer Molekülvergrößerung führen. Stärkekörner,  $\beta$  – Glucane und Pentosane, die mit Proteinen verbunden sind nehmen an der Bildung von Komplexen teil. Durch die Komplexbildung kommt es zur Teigbildung [12].

Um die biochemisch – physikalischen Vorgänge während des Maischens zu messen und auf das Fließverhalten zu beziehen, müssen der Feststoffanteil und die Lösungsprozesse im Flüssiganteil getrennt voneinander in Abhängigkeit von der Zeit und Temperatur gemessen werden.

### **2.3.3. Experimentelle Ermittlung der Maischeviskosität**

Bei den Messgeräten zur absoluten Bestimmung des Fließverhaltens fließfähiger Systeme wird eine rheometrische Strömung realisiert (stationäre parallele Schichtenströmung). Die gebräuchlichsten Gerätetypen sind das Kapillar – und Rotationsrheometer. Die gängigsten Typen sind das konzentrische Zylinder –, Kegel – Platte – und das Platte – Platte – Rheometer.

Bisherige Versuche der rheologischen Charakterisierung der Maische müssen hinsichtlich Zeit, Temperatur, Partikeleigenschaften, Scherraten und Partikelvolumenkonzentration unterschieden werden. Für die Untersuchung an Suspensionen ist es erforderlich, dass die Abmessungen der Schergeometrie um den Faktor 10 größer sind als die größten in der Suspension befindlichen Teilchen [69]. In der Literatur werden Fließkurven für Feinschrotmaischen diskutiert, deren Partikeln einen mittleren Äquivalentdurchmesser zwischen 10 – 200 µm haben. Unter Einhaltung der geometrischen Randbedingungen in einem konzentrischen Zylinder – Rheometer zeigte Hagen [53] die Problematik der Messgenauigkeit aufgrund der Sedimentation der Stärkekörner vor der Verkleisterung. Die Suspensionen hatten bei Volumenkonzentrationen zwischen 10 und 20 % im Bereich dominierender hydrodynamischer Kräfte ( $300 \text{ s}^{-1} < \dot{\gamma} < 800 \text{ s}^{-1}$ ) Newton'sches Fließverhalten. Lotz [1] und Resch [5] verwendeten das koaxiale Zylinder – Rheometer für die Bestimmung der Fließeigenschaften von Feinschrotmaischen (sog. Pulverschrotmaischen) nach Abschluss des Maischprozesses und stellten eine Gleichung für die Maischeviskosität ( $1000 \text{ s}^{-1} < \dot{\gamma} < 6000 \text{ s}^{-1}$ ) in Abhängigkeit von der Feststoffmassenkonzentration auf. Schneider [7] untersuchte unterschiedlich aufkonzentrierte Feinschrotmaischen nach Abschluss des Maischprozesses mit dem Platte – Platte – Rheometer. Bei Volumenkonzentrationen größer 50 % konnte er ein ausgeprägtes strukturviskoses Verhalten der breiigen Suspensionen im Bereich dominierender Strukturkräfte ( $1 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1} < \dot{\gamma} < 1 \cdot 10^2 \text{ s}^{-1}$ ) nachweisen.

Bisher wird die Viskosität der Würze bei 20 °C bestimmt und anschließend auf die Prozess Temperatur mit empirischen Annäherungsfunktionen hochgerechnet. Die im Braubereich am häufigsten angewendete Näherungsfunktion  $\eta_{fl} = f(T)$  ist die von Asselmeyer, Issig und Höhn [73]. Asselmeyer u. a. legten Ausgleichskurven durch die experimentell ermittelten Viskositäten von Vorder – und Ausschlagwürzen bei Temperaturen zwischen 1 °C - 80 °C. Er leitete auf der Basis dieser Kurvenschar folgende mathematische Funktion ab:

$$\eta_{fl} := \eta_g \cdot e^{\left[ \frac{\ln\left(\frac{\theta_3}{\theta_1}\right) \cdot \left( \operatorname{arsinh}\left(\ln\left(\frac{\eta_2}{\eta_g}\right)\right) - \operatorname{arsinh}\left(\ln\left(\frac{\eta_1}{\eta_g}\right)\right) \right)}{\ln\left(\frac{\theta_2}{\theta_1}\right)} + \operatorname{arsinh}\left(\ln\left(\frac{\eta_1}{\eta_g}\right)\right) \right]} \quad (2.25)$$

Nach der Gleichung (2.25) müssen für zwei Temperaturen ( $\theta_1$  und  $\theta_2$ ) die entsprechenden Viskositäten ( $\eta_1$  und  $\eta_2$ ) der untersuchten Würze experimentell ermittelt werden,

um für eine beliebige Temperatur  $\theta_3$  die Viskosität  $\eta_{fl}$  zu berechnen (mit  $\eta_g = 0,000137$  mPas).

Nach dem bisherigen Stand in der Literatur sind rheologische Untersuchungen von Feinschrotmaischen mit konventionellen Rheometern im „high – shear“ – Bereich möglich.

Für Grobschrote mit großen Partikeln wurden rheologische Bestimmung mit Torsions – oder Rotationskörpern im unendlich großem Spalt durchgeführt. Einen Versuch zur Inline – Viskositätsmessung innerhalb des Maischprozesses für Grob – und Feinschrotmaischen stellt die Schwingungsrheometrie mit dem Physica – Rheoswing RSD 1-1 (Fa. Paar Physica, Stuttgart) dar. In einer Reihe von Veröffentlichungen wurde der Torsionsschwinger als geeignetes Messverfahren für die Erfassung der Suspensionsviskosität in der Maische vorgestellt ([74], [76], [75], [77]). Dabei wird ein Torsionsschwingungskopf direkt in die Suspension eingetaucht. Die Schwingungsdämpfung einer tordierenden Messsonde wird gemessen. Die Dämpfung der Torsionsschwingung wird auf die Viskosität der Suspension bezogen [77]. Eigene Untersuchungen des Messsystems sowohl im Labor – als auch im Technikumsmaßstab ließen jedoch keine Rückschlüsse auf die Suspensionsviskosität zu. Die Messwerte ließen sich nicht eindeutig der Suspensions – oder Trägerflüssigkeitsviskosität zuordnen [79].

Eine weitere Möglichkeit zur Bestimmung der rheologischen Eigenschaften von Grobschrot – Maischen ist das Rohrrheometer. Dabei wird der Druckabfall einer Rohrströmung auf einer geraden waagerechten Rohrstrecke gemessen, der Rohrreibungsbeiwert berechnet und in Abhängigkeit von der Re – Zahl beziehungsweise der Viskosität dargestellt. Eigene Versuche im Technikumsmaßstab zeigten, dass keine signifikante Unterscheidung des Druckverlustes in einer Rohrströmung einer im Kreislauf gepumpten Maische möglich ist (s. Bild 2.15, S. 39). Der mit Erreichen der 62° C –Rast abgenommene Druckverlust ist nicht signifikant.

Druckverlustmessungen mit konditioniertem Nassschrot in einer waagerechten Rohrströmung im Betriebsmaßstab wurden mit dem Ansatz von Ostwald – de Waele (Fließindex, Konsistenzfaktor) modelliert [52]. Für Einfachmessungen wurden Maischeviskositäten von Läuterbottichschrot zwischen 0,058 und 0,116 Pas in einem Schergefälle zwischen 10 und 10000 s<sup>-1</sup> gemessen.

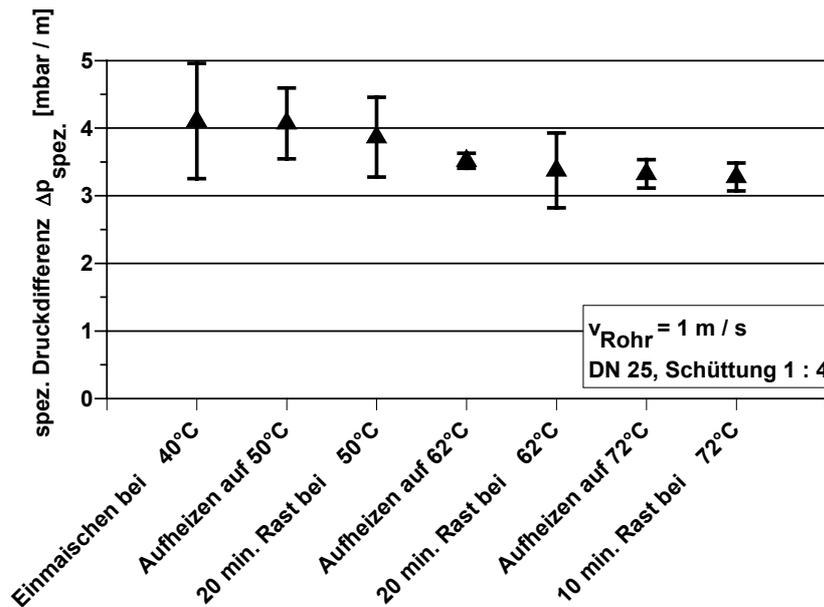


Bild 2.15: Spezifischer Druckverlust  $\Delta p_{\text{spez.}}$  in einem waagerechten hydraulisch glattem Rohr während des Maischprozesses für Feinschrot (normal gelöst)

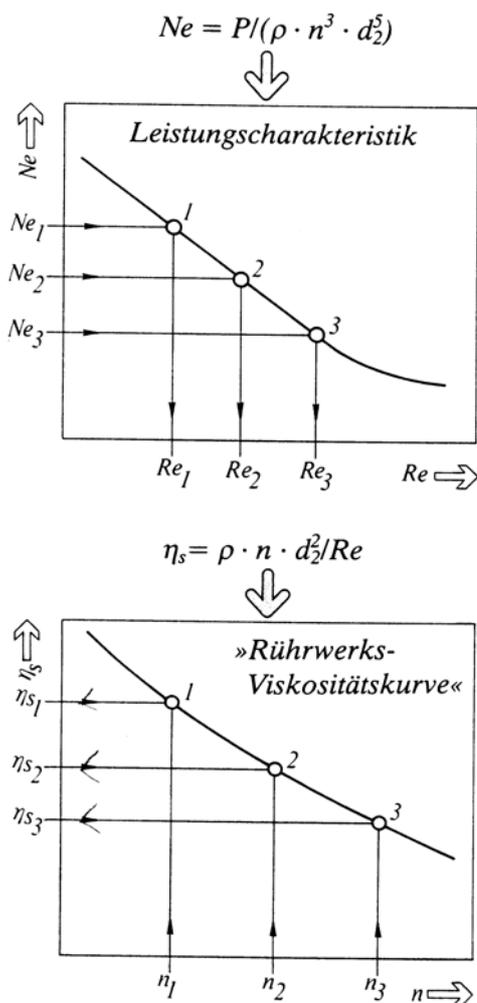
Aufgrund der heterogenen Feststoffzusammensetzung von Grobschrotmaischen sind Rührreaktoren entwickelt worden, die die Veränderung des Drehmoments am Rührorgan in Bezug zu den Lösungsvorgängen der gerührten Maischesuspension setzen. Die Messmethode stammt aus der Stärkeindustrie (Papier-, Textil- und Klebstoffindustrie). Dabei handelt es sich um den Brabender – Viskographen und das Haake – Rotovisko – Gerät. Die Viskosität wird in Form eines geräteeigenen relativen Maßsystems ausgedrückt (Brabender – Einheiten bzw. Rotovisko – Einheiten) [3]. Yoshida und Yamada [54] waren 1970 die ersten, die mit dem Brabender – Viskographen im Brauereibereich arbeiteten. Ihre Versuche zeigten, dass der qualitative Drehmomentsverlauf in einem Rührreaktor eine summarische Größe für den Lösungsgrad und die Enzymaktivität des Malzes darstellt. Sie hatten eine einfache und schnelle Methode gefunden, die angelieferte Malzqualität in der Brauerei im Vergleich zu den bisherigen Methoden (z.B.: Extraktdifferenz, Viskosität der Kongresswürze und Hartongindex) zu bestimmen. Bei der Beurteilung von Züchtungserfolgen neuer Gerstensorten mit einem hohen Mälzungspotential stellte sich der Viskograph als ungeeignet heraus [2]. Hingegen wurde die Eignung bei der Beurteilung der Auswirkungen von Zusatzstoffen (z.B. Rohfrucht) und Enzymen auf die Malz – und damit Maischequalität bestätigt [80]. Alle Arbeiten haben gemeinsam, dass der Verkleisterungspeak durch die Zunahme des Drehmomentes erfasst wird. Der qualitative Verlauf des Verkleisterungspeaks und

damit die Erhöhung der Viskosität wird in der angegebenen Literatur eingehend technologisch diskutiert.

Nach dem bisherigen Stand sind rheologische Untersuchungen für Grobschrotmischen mit konventionellen Rheometern nicht möglich. Daher wird über die Leistungszahl in Rührströmungen oder den Rohrreibungsbeiwert in Rohrströmungen der Zusammenhang zu den Strömungsbedingungen in Form der Re – Zahl bestimmt. Über die Reynoldszahl kann auf die Viskosität geschlossen werden, wie im folgenden Kapitel 2.3.4 erläutert wird.

### 2.3.4. Prinzip des rheometrischen Rührens

Rieger und Novak [56] fanden eine Methode, die der Rührer – Leistung direkt eine repräsentative Viskosität  $\eta_s$  zuordnet. Das Rieger – Novak – Verfahren entspricht in den ersten beiden Verfahrensschritten dem Metzner – Otto – Verfahren [57].



Dabei wird im ersten Schritt bei verschiedenen Rührerdrehzahlen  $n$  das Drehmoment  $M_t$  gemessen und die Rührerleistung  $P$  berechnet:

$$P = 2\pi \cdot M_t \cdot n. \quad (2.26)$$

Die Messungen werden mit Original – Fluid im Original – Rührwerk durchgeführt. Aus der berechneten Rührerleistung wird die dimensionslose Leistungszahl  $Ne$  berechnet (Newton – Zahl):

$$Ne = \frac{P}{\rho \cdot n^3 \cdot d_2^5}. \quad (2.27)$$

Im zweiten Schritt wird eine  $Re$  – Zahl aus der newtonschen Leistungscharakteristik  $Ne = f(Re)$  des Rührwerks abgelesen, die mit der berechneten  $Ne$  – Zahl korrespondiert (s. Bild 2.16).

Bild 2.16: Rieger – Novak – Methode [58]

$$\text{Re} = \frac{n \cdot \rho \cdot d_2^2}{\eta_s} \quad (2.28)$$

Aus der Re – Zahl wird die entsprechende Viskosität  $\eta_s$  berechnet (s. Bild 2.16).

$$\eta_s = \frac{n \cdot \rho \cdot d_2^2}{\text{Re}} \quad (2.29)$$

Hugelshofer [55] charakterisierte über dieses Verfahren Suspensions – Emulsionsmischungen rheologisch bei Leistungsmessungen eines Wendelrührers. Bei stabilen Mischungen (konstante Suspensionsviskosität) konnte er aus dem Drehmoment und der Drehzahl Viskositäten nach dem Rieger – Novak – Verfahren errechnen, die mit den Viskositäten eines Rotationsviskosimeters gut übereinstimmten.

Banke [85] ließ sich dieses Verfahren zur rheologischen Untersuchung grobdispenser Suspensionen patentieren.

#### 2.4. Klassische Beschreibung der Turbulenz

Um die Beanspruchung von Partikeln in turbulenter Strömung von Suspensionen zu erforschen, ist die freie Turbulenz entscheidend. Die freie Turbulenz entsteht in Freistrahlen, im Rührerstrom und in Nachlaufströmungen hinter Blenden, Lochplatten und Umlenklechen. Die der Hauptströmung entzogene kinetische und / oder Druckenergie wird vollständig in die kinetische Energie der Zusatzwirbelbewegung umgewandelt und dissipiert in Wärme.

Die Turbulenz kann als die Überlagerung einer Grundströmung mit einer großen Zahl von Turbulenzelementen unterschiedlicher Abmessungen und Intensität betrachtet werden, die eine stochastische Zusatzgeschwindigkeit  $u_e$  zur Grundströmung erzeugen.

Eine turbulente Strömung wird charakterisiert

- durch die Schwankungsgeschwindigkeit  $u_e$
- den Turbulenzgrad
- den Makromaßstab  $\Lambda$
- die örtliche Dissipation  $\varepsilon$
- dem Kolmogorov'schen Längenmaßstab  $\lambda_K$

Aufgrund der unterschiedlich großen Strukturen der Turbulenz unterscheidet man Makro – und Mikroturbulenz. Für die Beanspruchung der Partikeln in turbulenter Strömung von Suspensionen ist die Mikroturbulenz von entscheidender Bedeutung [15].

In der Praxis hat es sich als zweckmäßig erwiesen, Wirbelgrößen und deren kinetische Energie als Energiespektrum  $E(k)$  abhängig von der Wellenzahl  $k$  als reziproken Wert der Wellenlänge  $\lambda$  darzustellen [81].

Zur Bestimmung der Wellenzahl wird der zeitliche Verlauf der örtlichen Geschwindigkeit durch eine Fourier – Analyse in ein Spektrum sinusähnlicher Verläufe mit den Frequenzen  $f_1 \dots f_n$  aufgespalten. Wird angenommen, dass die Wirbel schlupffrei mit der Strömung mitgenommen werden, so entspricht der Frequenz  $f$  eine Wellenlänge eines Turbulenzelementes.

$$\lambda = \frac{u_e}{f} = \frac{2\pi}{k} \quad (2.30)$$

Bei der Mikroturbulenz unterscheidet man zwei Bereiche des Energiespektrums  $E(k)$ : den Trägheitsbereich und den Dissipationsbereich. Die kinetische Energie der turbulenten Schwankungsgeschwindigkeit wird an immer kleinere Wirbel übertragen (Trägheitskräfte) bis der kleinste stabile laminar fließende Wirbel erreicht wird (Reibungskräfte). Als Maß für die kleinste Wellenlänge  $\lambda_K$  dient die von Kolmogorov aus dimensionsanalytischen Betrachtungen heraus formulierte Beziehung:

$$\lambda_K = \left( \frac{v^3}{\varepsilon} \right)^{\frac{1}{4}} \quad (2.31)$$

mit

$$\varepsilon = \frac{P}{\rho \cdot V} \quad (2.32)$$

Mit der kleinsten Wellenlänge  $\lambda_K$  erfolgt die Unterteilung in die beiden Bereiche

1. Trägheitsbereich: ( $20\lambda_K < \Delta r < 0,1\Lambda$ )

$$E(k) = A_E \cdot \varepsilon^{\frac{2}{3}} \cdot k^{-\frac{5}{3}} \quad (2.33)$$

mit der dazugehörigen Schwankungsgeschwindigkeit  $u_e$ :

$$u_e^2 = 1,9 \cdot (\varepsilon \cdot \Delta r)^{\frac{2}{3}} \quad (2.34)$$

Dabei ist  $\Lambda$  das Makromaß, das dem größten Turbulenzballen entspricht. Im Falle der Rührströmung wird in der Literatur vorgeschlagen, das Makromaß gleich dem Rührerdurchmesser  $d_2$  zu setzen [81].

2. Dissipationsbereich ( $\Delta r < 6\lambda_K$ )

$$E(k) = \varepsilon^2 \cdot \nu^{-4} \cdot k^{-7} \quad (2.35)$$

mit der dazugehörigen Schwankungsgeschwindigkeit  $u_e$ :

$$u_e^2 = 0,0676 \cdot \Delta r^2 \cdot \frac{\varepsilon}{\nu} \quad (2.36)$$

$\Delta r$  ist die Distanz zwischen zwei unterschiedlich hohen lokalen Turbulenzgeschwindigkeiten  $u(r)$  und  $u(r + \Delta r)$  im Geschwindigkeitsfeld der Wirbel, aus deren Differenz sich die turbulente Schwankungsgeschwindigkeit  $u_e$  ergibt. Die örtliche Dissipation  $\varepsilon$  und die kinematische Viskosität  $\nu$  bestimmen somit die Intensität und die Struktur der Mikroturbulenz.

Entscheidend für die Beanspruchung der Partikeln ist das Verhältnis  $\Delta r / \lambda_K$ . Aufgrund der Struktur der Mikroturbulenz kann für eine Partikelgröße  $d_F$  die mechanische Beanspruchung in der turbulenten Strömung durch Gleichsetzen von  $\Delta r$  und  $d_F$  abgeschätzt werden [17].

Wenn das Partikeln wesentlich größer ist als die kleinsten Wirbel ( $20\lambda_K < \Delta r < 0,1\Lambda$ ), so ergibt sich die Belastung der Teilchen aus der Schwankungsgeschwindigkeit an der Partikeloberfläche und den damit verbundenen schwankenden Druckverteilungen. Ist das Partikel hingegen wesentlich kleiner als der kleinste Wirbel ( $\Delta r < 6\lambda_K$ ), dann wird die Geschwindigkeitsverteilung im Wirbel durch das Partikel nicht gestört. Der Wirbel ist ein rotierender, zylindrischer Fluidbereich [82].

Durch die turbulente Schwankungsgeschwindigkeit erfahren die Partikeln eine dynamische Beanspruchung, die sich bei turbulent fließenden Wirbeln nach

$$\tau \approx \rho \cdot u_e^2 \quad (2.37)$$

und bei laminar fließenden Wirbeln nach

$$\tau \approx \frac{\lambda_K \cdot \sqrt{u_e^2}}{d_F} \quad (2.38)$$

ergibt [15].

#### 2.4.1. Beanspruchung von Partikeln im Turbulenzfeld beim Rühren

Im Bereich der Chemieverfahrenstechnik gibt es Veröffentlichungen, die den Zusammenhang zwischen der Zerstörungskinetik (Abnahme von  $d_F$ ) und dem Rührerleistungseintrag experimentell ermitteln. Biedermann und Henzler [15] zeigten in scale – up – Versuchen, dass der volumenbezogene Leistungseintrag die entscheidende Größe für die Partikelbeanspruchung ist und nicht wie bisher angenommen die Rührer-

umfangsgeschwindigkeit. Sie zeigten, dass Rührer mit großer relativer Blatthöhe und großem  $d_2 / d_1$  die geringste Scherung verursachen, da bei kleinen axialfördernden Rührern der größte Teil der Gesamtenergie dissipiert wird. Shamlou u.a. [17] bestätigen die Abhängigkeit der Zerstörungskinetik vom volumenbezogenen Leistungseintrag anhand von verschiedenen beanspruchten Kalksteinagglomeraten in vollturbulenter Strömung. Zusätzlich konnten sie durch Vergleich eines Rührers mit einem Vibrationsmischer feststellen, dass die Zerstörungskinetik unabhängig von der eingesetzten strömungsinduzierenden Quelle ist.

Bals und Hinrichs [16] prüften im Bereich der Lebensmitteltechnologie zwei Berechnungsansätze hinsichtlich ihrer Eignung für die Auslegung eines schonenden Rührvorgangs von Rahm (Fett – Wassersuspension). Es werden experimentell ermittelte Scherraten in einem Rotationsrheometer zugrundegelegt, die bei Einhaltung entsprechender Zeiten zu einem überproportionalen Anstieg der Viskosität führen. Der steile Anstieg bei Überschreitung der jeweiligen Scherzeit ist auf die irreversible Schädigung der Fettkügelchen zurückzuführen. Diese kritische Scherrate  $\dot{\gamma}_c$  wird in Abhängigkeit von der Rührerdrehzahl  $n$  formuliert und zum einen in Abhängigkeit von  $d_2 / d_1$  (Gleichung (2.39)) und zum anderen in Abhängigkeit  $d_2 / s$  (Gleichung (2.40)) formuliert.

$$\dot{\gamma}_c = \frac{2 \cdot n \cdot \pi \cdot \frac{d_2}{d_1}}{\left[ \left( \frac{d_2}{d_1} \right)^2 - 1 \right]} \quad (2.39)$$

$$\dot{\gamma}_c = \frac{n \cdot \pi \cdot d_2}{2 \cdot s} \quad (2.40)$$

Die experimentelle Überprüfung beider Ansätze im Rührreaktor zeigte, dass die berechneten Drehzahlen zu hoch sind. Das heißt, die irreversible Schädigung im Rührreaktor stellt sich bereits bei niedrigeren Drehzahlen im Vergleich zu den Drehzahlen, die mit dem rheometrischen Scherraten berechnet wurden.

Denk u.a. [98] konnten für die Reduzierung der Heißwürzebelastung im Brauprozess eine kritische Strömungsgeschwindigkeit für die Rohrströmung festlegen. Durch globale Betrachtung zahlreicher Whirlpools im Betriebsmaßstab ergab sich eine maximale Whirlpool – Eintrittsgeschwindigkeit von 3,5 m / s, bis zu der die Inhaltsstoffe der Heiß-

würze zwischen 90 °C und 100 °C nicht zerstört und die Denaturierung des Proteinverbindungen nicht gestört wurden. Basierend auf dieser maximalen Rohrströmungsgeschwindigkeit ergibt sich eine maximale Schubspannung von 50 Pa. Für Anlagenteile (Rohrkrümmer, T –Stücke) konnten die zulässigen Strömungsgeschwindigkeiten bezogen auf die maximale Schubspannung numerisch ermittelt werden.

#### 2.4.2. Beanspruchung vom Spelz bei Scherkräften

Wie bereits in Kapitel 1.3 erwähnt, wird der Einfluss von Scherkräften beziehungsweise Schubspannungen in der Brauwissenschaft kontrovers diskutiert. In vollturbulenten Rühr-, Rohr- und Pumpenströmungen soll es neben der Beeinflussung der gelösten Bestandteile (s. Kapitel 2.3.2) auch zum Abrieb von nichtlöslichen Bestandteilen kommen ([32], [31]). Bisher gibt es keine Angaben über kritische Scherraten oder Schubspannungen für Maischen, bei deren Überschreitung es zu strukturellen Veränderungen in der löslichen oder nicht – löslichen Fraktion kommt.

Palmowski [83] hat bei Zerkleinerungsversuchen von organischen Feststoffen die Scherfestigkeit unter anderem von Heu gemessen. Dabei wurde die gemessene maximale Kraft auf die ursprünglich zu scherende Querschnittsfläche bezogen (s. Tabelle 2.4) .

Tabelle 2.4: Scherfestigkeit verschiedener organischer Materialien (mit Vertrauensbereich für 95 % Wahrscheinlichkeit) [83]

Material	Scherfestigkeit [N / mm <sup>2</sup> ]
Reis	8,36 ± 1,74
Heu (lufttrocken)	3,19 ± 0,55
12 h gewässertes Heu	8,9 [84]
Kartoffeln	0,35 ± 0,04
Äpfeln	0,12 ± 0,01

Wenn man davon ausgeht, dass Heu überwiegend aus Cellulose besteht, könnte in erster Näherung die gemessene Schubspannung von  $3,2 \cdot 10^6$  Pa auch ein Grenzwert für den Spelz darstellen. Die Größenordnung der Schubspannung für die Schädigung der Cellulosestruktur wird durch die Schubspannungen in der turbulenten Strömung im Brauprozess (20 – 1500 Pa) nie erreicht. Interessant ist, dass das gewässerte Heu an Elastizität zunimmt und einen fast dreifach so hohen Grenzwert annimmt. Diese Tat-

sache deckt sich mit den empirischen Erfahrungen aus der Brauerei. Durch die Befeuchtung der ganzen Gerstenkörner vor der Vermahlung (s. Kapitel 1.2) wird die Schädigung der Spelzen während des Mahlvorganges minimiert.

Eine Schädigung der Spelzen durch Schubspannungen in turbulenter Strömung im Brauprozess kann nach den Angaben aus der Literatur ausgeschlossen werden.

### 3. Material und Methoden

#### 3.1. Rohstoffe für die Maischversuche

Für die Maischen wurden Malze unterschiedlicher Qualität verwendet. Die differierende Malzlösung bezieht sich auf die Zugänglichkeit des Stärkekornes. Je schlechter das Malz gelöst ist, desto unbeschadeter die Zellwand der stärkekorntragenden Zellen, desto höher der  $\beta$  – Glucangehalt und desto höher die Viskosität. Aufgrund der geringen Mengen an schlecht gelöstem Malz, die extra hergestellt wurden, musste über die Versuchszeit mit drei verschiedenen Chargen gearbeitet werden. Die Analysen im einzelnen können der Tabelle 3.1 entnommen werden.

Tabelle 3.1: Analysen der verwendeten Malze

Analyse	Einheit	Pilsener Malz			
		Handelsmalz	schlecht gelöst Charge 1	schlecht gelöst Charge 2	schlecht gelöst Charge 3
Wassergehalt	%	4,4	5,2	4,7	4,9
Extrakt wfr.	%	82,6	81,9	81,3	80,8
Extrakt Differenz	%	1,3	5,0	3,7	2,8
Friabilimeter Mürbigkeit	%	84,4	61,1	68,2	64,5
Teilglasig	%	14	37,1	30,4	33,3
Ganzglasig	%	1,6	1,8	1,4	2,2
Verzuckerung	min.	10 - 15	< 10	< 10	< 10
Farbe	EBC	3,1	2,4	2,5	2,1
Eiweiß wfr.	%	10,4	10	10	9,4
Löslicher N	mg / 100 g MTrS	694	596	602	664
ELG	%	41,8	37,2	37,8	44,2
Viskosität (bez. auf 8,6 %)	mPas	1,53	1,769	1,555	2,061

### 3.2. Zerkleinerung vom Malz

#### Feinschrot und Grobschrot

Die Gerstenmalze wurden mit einer Miag – Mühle in Grob – (Walzenabstand 0,8 mm) und Feinschrot (Walzenabstand 0,2 mm) vermahlen [68]. Die Partikelgrößenverteilungen sind dem Bild 3.17 zu entnehmen. Hierbei ist darauf hinzuweisen, dass die x – Achse die Maschenweite der verwendeten Siebe vom Siebturm nach MEBAK [68] darstellt und das Läuterbottichschrot als Vergleich aus Narziß [12] entnommen ist. Auf der Ordinate sind die aufsummierten Rückstände bezogen auf die jeweiligen Maschenweiten in Prozent angegeben.

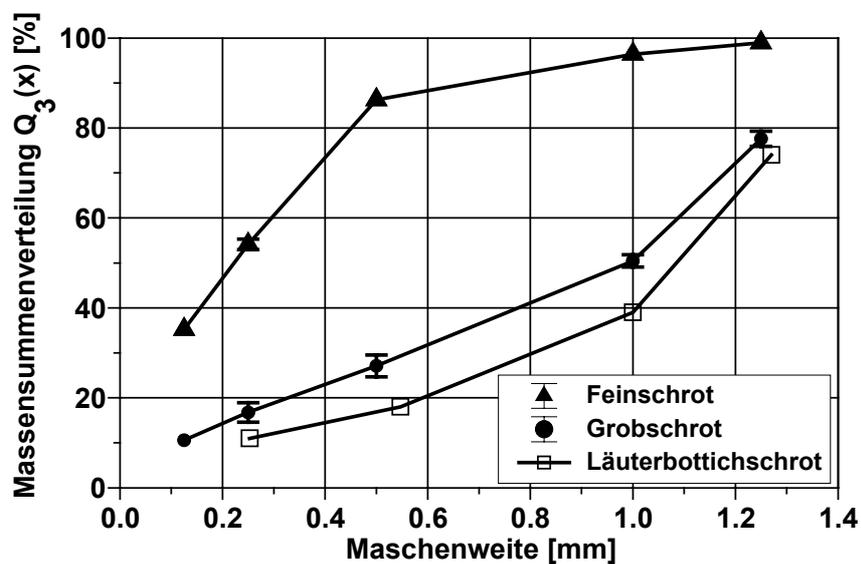


Bild 3.17: Partikelgrößenverteilung vom geschroteten Handelsmalz (fein, grob)

### 3.3. Maischprogramme

Der Einfluss der Abbauvorgänge auf die Maischeviskosität in Abhängigkeit von Zeit und Temperatur wurde mit Infusionsmaischen und isothermen Maischen verfolgt. Die Temperaturen, Haltezeiten und Aufheizraten für Grobschrot sind der nachfolgenden Tabelle 3.2 zu entnehmen.

Tabelle 3.2: Maischprogramm für Grob- und Feinschrotmaischen

normal gelöstes Schrot		Zeit [min.]		Gradient [°C / min.]	Temperatur [°C]	
Prozess	Enzymatik	Infusion	Isotherm	Infusion	Infusion	Isotherm
Einmaischen	Proteolyse / Cytolyse	14	14	-	40	50 / 62 / 72 / 78
Aufheizen		10		1		
Temperaturrast I	Proteolyse / Cytolyse	30	30	-	50	
Aufheizen		12		1		
Temperaturrast II	Amylolyse	30	30	-	62	
Aufheizen		10		1		
Temperaturrast III	Verzucker- ung	10	30	-	72	
Aufheizen		10		1		
Abmaischen	keine	8	30	-	78	

Die Einmischzeit beträgt sowohl bei Isotherm – als auch bei Infusionsmaischen 14 Minuten. Die isotherme Maische wird konstant auf einer Rast – Temperatur (s. Tabelle 3.2 Temperaturrasten I – III und Abmaischttemperatur) 60 Minuten gehalten. Dadurch können enzymatische Hydrolyseprozesse gezielt gesteuert und auf ihren Viskositätseinfluss untersucht werden. Durch Überschreitung der Temperaturoptima nimmt die Aktivität der Enzymgruppen rapide ab (s. Bild 1.1), die Polymere bleiben erhalten und der Einfluss der Polymere auf die Viskosität der kontinuierlichen Phase kann gemessen werden. Die Infusionsmaischen beginnen bei 40 °C und werden mit 1 °C / min. auf die enzymatisch relevanten Rast – Temperaturen (Zytolyse, Proteolyse und Amylolyse) stufenweise aufgeheizt. Das Maischprogramm für Feinschrot ist Anhang 11.2 zu entnehmen.

### 3.4. Entwicklung der Versuchsanlage für die Viskositätsmessung

#### 3.4.1. Aufbau der Versuchsanlage

In der Literatur wird der Rührreaktor im Labormaßstab bei der Erfassung von rheologischen Veränderungen nach Zugabe und Lösung von grobdispersen Partikeln als geeignet beschrieben (s. Kapitel 2.3.4). Es erschien daher sinnvoll, eine entsprechend modifizierte Anlage für die mechanischen und biochemischen Veränderungen im Maischprozess zu konstruieren.

In Zusammenarbeit mit der Fa. IKA wurde ein Laborreaktor (LR 2001) konstruiert, der folgende Kriterien erfüllt [67]:

- Erfassung der viskositätsbeeinflussenden Veränderungen in der Maische

- schnelle und genaue Drehmoment – und Drehzahlerfassung
- reibungsfreies Rühren durch freihängende Rührwelle ohne Unwucht
- Messbereich zwischen 10 – 400 mPas
- reproduzierbare Messungen
- Aufheizrate von 1 °C / min.
- gleichmäßiger Leistungseintrag in das Rührmedium für ausreichende Suspendierung
- ausreichender Abstand zwischen Rührer und Behälterwand

Der modifizierte IKA – Laborreaktor besteht aus den Komponenten Teleskopstativ, Rührwerksträger, Behälterspannvorrichtung und einem zentrisch angeordneten freihängenden Ankerrührer am Rührwerksantrieb (s. Bild 3.18). Rührwerksantrieb mit Rührwelle und Ankerrührer sind in einem Spannring fixiert.

Der Spannring ist in Rotationsrichtung frei beweglich und kann das von der rotierenden

Welle übertragene Drehmoment (actio) auf eine Kraftmessdose weiterleiten (reactio). Die Reibungsverluste sind durch die speziell konstruierte frei hängende Rührwelle minimal, so dass das ins Rührmedium eingebrachte Drehmoment verlustfrei gemessen werden kann. Die Drehmomentmessung (IKA – Viskoklick) zusammen mit dem eingespanntem Rührwerksantrieb und der Rührwelle sind am Rührwerksträger befestigt. Der Rührwerksträger ist mit dem Teleskopstativ verbunden. Der Rührwerksträger schließt mit dem Deckel und den Behälterspannzangen ab. Beim Einspannen des Reaktorgefäßes mit den Behälterspannzangen wird das Gefäß unter dem Deckel zentriert und mit drei Spannschrauben fest angezogen. Durch die Fixierung des Behälters können die geometrischen

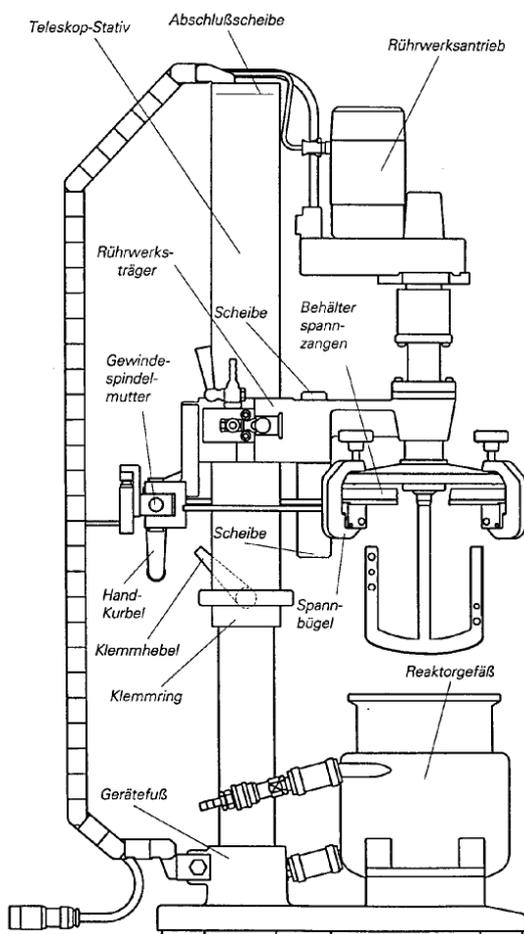


Bild 3.18: Laborreaktor LR 2001, Fa. IKA

Randbedingungen konstant gehalten werden (s. Anhang Bild 11.3). Die einzelnen

technischen Daten der Anlagen – Komponenten sowie eine Abbildung der Anlage sind dem Anhang 11.1 zu entnehmen.

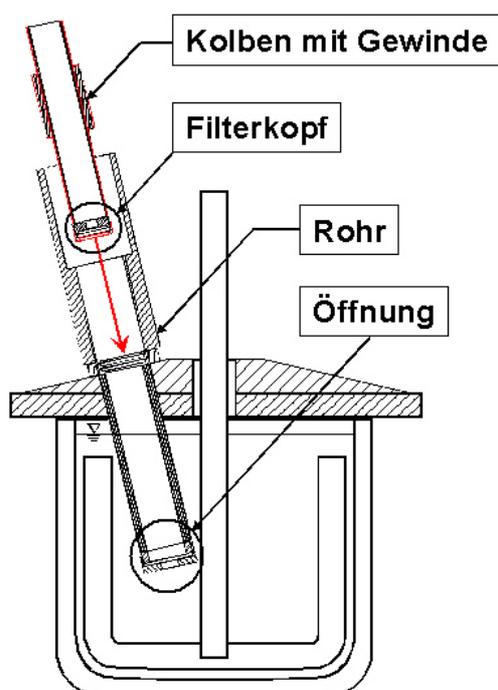
### 3.4.2. Konstruktion des Probennehmers zur Viskositätsmessung der kontinuierlichen Phase

Für die getrennte energetische Betrachtung des volumenspezifischen Leistungseintrages in der Suspension nach Sommer (s. 2.1.9) und die Erfassung der viskositätsbeeinflussenden gelösten Stoffe muss die Viskosität der kontinuierlichen Phase in Abhängigkeit von Zeit und Temperatur während des Maischprozesses getrennt gemessen werden. Das Ziel war, eine Probennahme (Filtration) und direkte Messung der Würzeviskosität in der Maische bei der jeweiligen Rasttemperatur in Abhängigkeit von der Zeit zu realisieren. Folgende Kriterien mussten erfüllt werden:

- schnelle Bereitstellung der filtrierten Probe in ausreichender Menge
- definierte Trennung der kontinuierlichen von der dispersen Phase
- direkte Messung der Viskosität bei der jeweiligen Prozesstemperatur mit einem temperaturierbaren Viskosimeter

Bei der Wahl der Probennahme zur Messung der Viskosität der Trägerflüssigkeit hat sich die statische Druckfiltration als geeignet herausgestellt.

Die Druckfiltration erfolgt über ein in die Maische eingetauchtes Rohr, über dessen Öff-



nung die Maische in das Rohrinne gelangt (s. Bild 3.19). Nach Verschließen dieser Öffnung wird ein Kolben mit Gewinde in das Rohr eingeschraubt. Der Kolben schließt dicht mit dem Rohrinne über eine O – Ringdichtung ab und baut einen Druck auf. Am Kopf des Kolbens ist ein 50 µm – Edelstahl – Filtersieb (s. Bild 3.19 : Filterkopf) eingespannt, durch das die kontinuierliche Phase in das Innere des Kolbens hineingepresst wird. Durch die Druckfiltration mit definierter Trennung gewinnt man je nach Schrotzusammensetzung, Lösungsgrad und Prozessabschnitt innerhalb von

Bild 3.19: Probennehmer am Laborreaktor

5 – 15 Minuten eine ausreichende Probenmenge für die sich anschließende Viskositätsmessung. Die Konstruktionszeichnung des Probennehmers ist dem Anhang 11.1, Bild 11.4 zu entnehmen.

Bei der Wahl des Viskosimeters musste im Vorfeld überlegt werden, ob die Scherratenabhängigkeit der filtrierten kontinuierlichen Phase berücksichtigt werden muss. Die Änderungen im Wasser resultieren allein aus den Abbau – und Lösungsvorgängen des Feststoffes. Die Konzentration der gelösten Bestandteile in der Flüssigkeit am Ende des Maischprozesses liegt zwischen 16 und 20 GG - %. Dieser Vorderwürzekonzentration entspricht eine Viskosität zwischen 2,000 und 3,295 mPas bei 20 °C. Die Vorderwürze bleibt nach Erreichen der maximalen Konzentration eine wässrige Lösung. Die viskositätsbeeinflussenden Hauptinhaltsstoffe sind Maltose (Hauptzucker der abgebauten Stärke) und das  $\beta$  – Glucan. Der Maltosegehalt einer 18 GG - %igen Würze liegt bei 70 g / l und der  $\beta$  – Glucangehalt bei 150 – 200 mg / l (normal gelöstes Malz) [23]. Aus Bild 3.20 kann man abschätzen, dass die Viskosität der Würze erst bei  $\beta$  – Glucanzugaben von über 1300 mg / l deutlich ansteigt. Eiselt [94] bestätigt in seiner Dissertation die geringe Zunahme der von ihm definierten  $\beta$  – Glucanviskosität von 1,075 mPas / g / l  $\beta$  – Glucan. Dabei setzt Eiselt die Differenz der Viskosität vor und nach dem Abbau von  $\beta$  – Glucan ins Verhältnis zur Differenz vom  $\beta$  – Glucangehalt vor und nach dem Abbau. Bei den Werten von Scott [49] (s. Bild 3.20) beträgt die  $\beta$  – Glucanviskosität durchschnittlich 0,78 mPas / g / l  $\beta$  – Glucan (in Würze von normal gelöstem Malz). Der  $\beta$  – Glucangehalt der schlecht gelösten Malze, die in dieser Arbeit verarbeitet werden, liegen bei 1010 – 1100 mg / l.

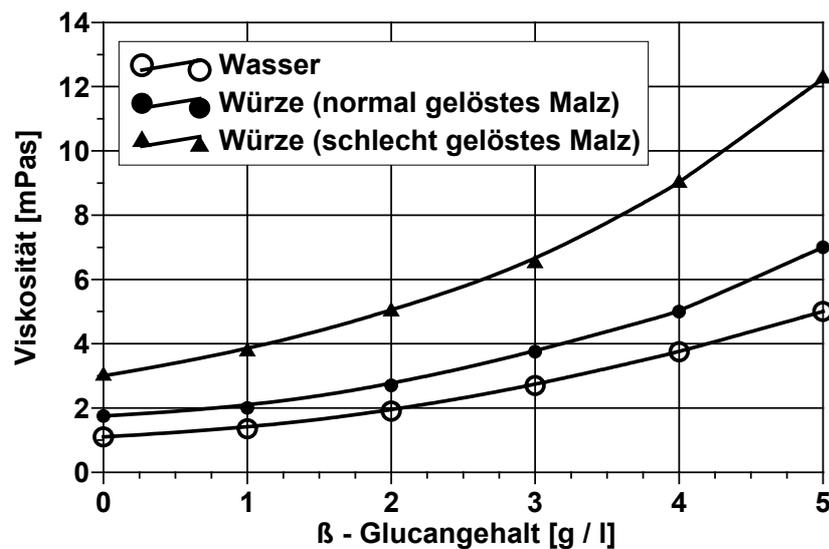


Bild 3.20: Veränderung der Viskosität durch Zugabe von  $\beta$  – Glucan in Wasser und Würze aus normal und schlecht gelöstem Malz [49]

Die Konzentrationen von Zucker und  $\beta$  – Glucan sind zu gering, als dass ein großer Anstieg der Viskosität zu erwarten wäre [66].

Eine Messung der Fließkurve ist damit sinnlos, da von einer Scherratenabhängigkeit aufgrund der zu erwartenden niedrigen Viskositätswerte abgesehen werden kann.

Aufgrund der zu erwartenden niedrigen Viskositätswerte musste eine präzise Einpunktmessmethode gefunden werden, die reproduzierbare Ergebnisse bei den Pro-

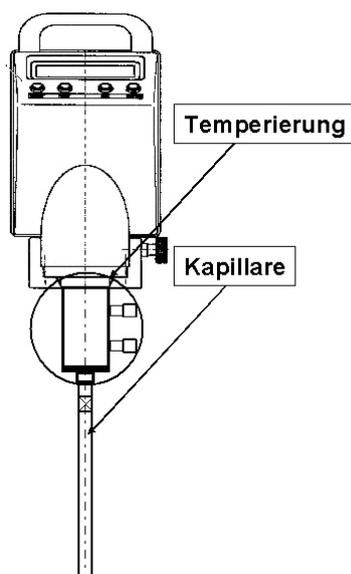


Bild 3.21: Temperierbares Kapillarviskosimeter

zesstemperaturen zwischen 50 °C und 78 °C liefert. Der Temperaturbereich erfordert eine exakte Temperierung, da die Temperaturabhängigkeit der Viskosität sehr hoch ist.

In Zusammenarbeit mit der Fa. Rheotest (Medingen) wurde ein temperierbares Kapillarviskosimeter für niedrigviskose Flüssigkeiten entwickelt. Unmittelbar nach der Druckfiltration wird das temperierbare Kapillarviskosimeter (s. Bild 3.21) in die filtrierte Probe vom eingeschraubten Kolben (s. Bild 3.19) eingetaucht. Dazu wurden von der Fa. Rheotest Spe-

zial – Kapillaren mit einer Gesamtlänge von jeweils  $l_k = 200$  mm gefertigt. Nach jeder Messung werden der Probennehmer und das Kapillarviskosimeter gespült und getrocknet, um keine Beeinträchtigung der nachfolgenden Viskositätsmessung zu haben.

#### Funktionsweise des Kapillarviskosimeters:

Das Kapillarviskosimeter RHEOTEST® LK 2.1 misst gemäß dem Hagen – Poiseuille-schen Gesetz für laminare Kapillar – Strömung:

$$\frac{\Delta V}{\Delta t} = \frac{\pi \cdot r_k^4 \cdot \Delta p}{8 \cdot \eta \cdot l_k} \quad (3.1)$$

Ein Kolben oberhalb der eingeschraubten Kapillare (s. Bild 3.21, innerhalb der Temperierung) saugt das zu messende Fluid durch die Kapillare ein und drückt es danach in umgekehrter Richtung wieder durch die gleiche Kapillare mit einem konstanten Volumenstrom  $\Delta V / \Delta t$  heraus. Ein Drucksensor, der im Kolben angebracht ist, misst den Druckverlust  $\Delta p$ , der sich über die Kapillarlänge  $l_k$  bei konstantem Volumenstrom aufbaut. Das Drucksignal wird in der geräteinternen Auswerteelektronik verarbeitet und die Gleichung (3.1) nach der Viskosität  $\eta$  aufgelöst. Ein PT – 100 Temperatursensor nimmt gleichzeitig die Temperatur des Fluids auf und ermöglicht, mit Hilfe der Temperierung (s. Bild 3.21) die Prozesstemperaturen bei der Messung exakt einzustellen. Ein – und Ausaugvorgang dauern im Falle der Würzemessungen 20 Sekunden. Pro Messung wurden 4 Einzelwerte aufgenommen. Aus den 4 Einzelmessung wird auf die Viskosität bei der jeweiligen Prozesstemperatur gemittelt. Das genaue Versuchsprotokoll mit der auf das Maischprogramm zeitlich abgestimmten Probennahme und Viskositätsmessung ist Anhang 11.2 zu entnehmen.

### **3.5. Kalibrierung des Rührsystems**

Zur Berechnung der Suspensionsviskosität der Maische nach dem Prinzip des rheometrischen Röhrens (s. 2.3.4) wird die Leistungscharakteristik des Rührsystems bestimmt. Als Kalibrierflüssigkeit werden Saccharoselösungen unterschiedlicher Temperatur und Konzentration angesetzt, die einen Viskositätsbereich von 10 – 400 mPas abdecken. In einem Drehzahlbereich zwischen 40 – 160 U / min. werden die Drehmomente gemessen und entsprechend den Gleichungen (2.26) - (2.29) die Leistungs- und Reynoldszahlen gerechnet. Die Viskosität wird mit den Kapillaren I – IV vom Kapillarviskosimeter (Fa. Rheotest) und die Dichte mit dem Handbiegeschwinger (Fa.

Paar Physica) gemessen (s. Anhang 11.1). Die Leistungscharakteristik des Rührsystems ist in Bild 3.22 logarithmisch dargestellt.

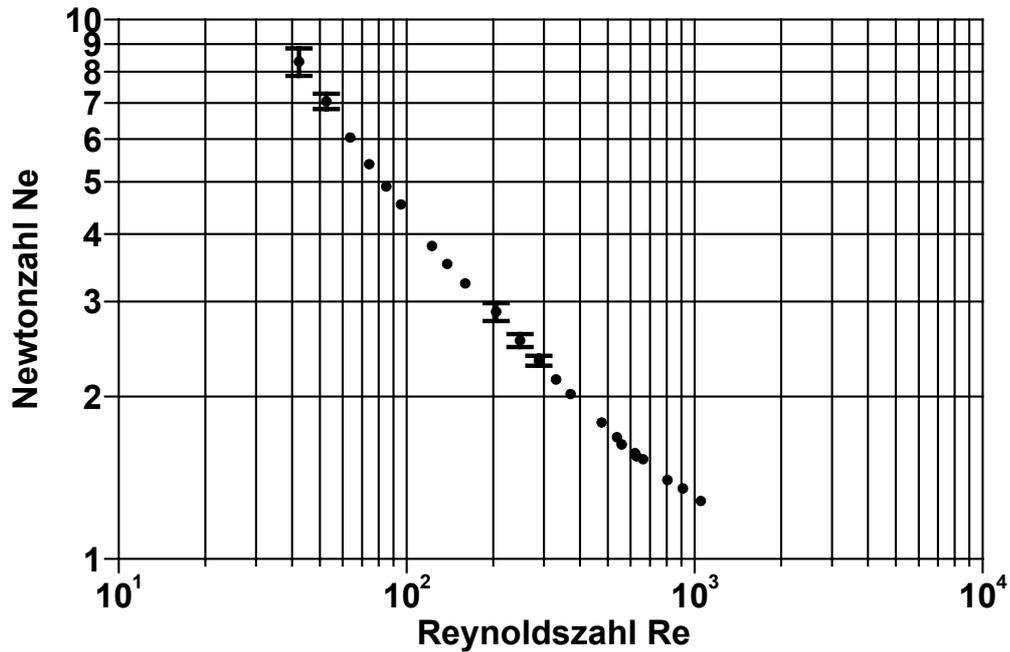


Bild 3.22: Leistungscharakteristik des Laborreaktors LR 2001

Im laminaren Bereich verläuft die Leistungszahl (Ne – Zahl) indirekt proportional zur Re – Zahl. Bei Re – Zahlen größer 1200 pendelt sich die Ne – Zahl auf einen konstanten Wert ein und die Leistungszahl wird unabhängig von den Strömungsverhältnissen. Zur Bestimmung der repräsentativen Viskosität (s. Kapitel 2.3.4) werden innerhalb des laminaren Strömungsbereiches zur gemessenen Ne – Zahl der gerührten Maische die entsprechende Re – Zahl aus Bild 3.22 abgelesen. Aus der Re – Zahl wird die Viskosität der Suspension (s. Gleichung (2.29)) im Laborreaktor bestimmt.

### 3.6. Nasssiebung

Zur quantitativen Beschreibung der Desagglomerations – und Quellungsvorgänge von

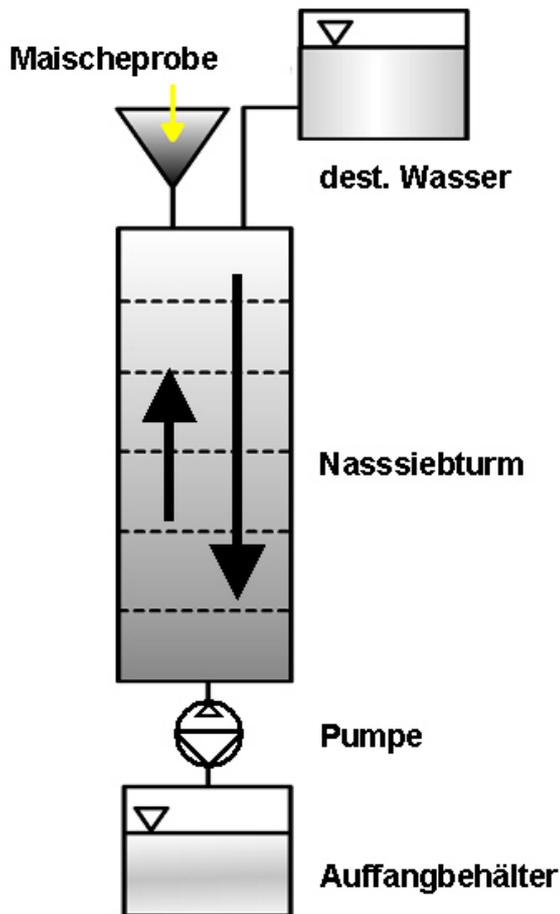


Bild 3.23: Nasssiebturm

Mehlkörperbruchstücken und Spelzen nach dem Einmischen und während des Maischprozesses wurde ein am Lehrstuhl konstruierter Nasssiebturm nach dem Vorbild der vollautomatischen Nasssiebanlage von der TH Karlsruhe verwendet (Siebmaschenweiten nach MEBAK [68]).

#### Aufbau und Prinzip:

Zwischen den einzelnen Sieben befinden sich Glaszylinder. Die Glaszylinder werden mit den Sieben zu einem Siebturm vertikal zusammengebaut und wasserdicht abgeschlossen. Die Suspension wird in die oberste Kammer eingegossen. Die Partikel bilden ihrer Größe entsprechend Rückstände auf den Sieben. Mit Hilfe einer Schlauchpumpe durchströmt Wasser die Siebe. Durch kurzzeitige Umkehr der Förderrichtung wird ein Aufwirbeln der Partikeln bewirkt. Aufgrund der größeren Projektionsfläche von Spelzen und Grobgrießen werden diese höher aufgewirbelt im Vergleich zu den kugeligen Kleinpartikeln mit kleinerer Angriffsfläche und gleicher Dichte. Der anschließende Förderstrom nach unten zieht die Kleinpartikeln durch die Siebe, ehe die Grobpartikeln den Durchlass versperren. Die genaue Versuchsdurchführung und –auswertung der Nasssiebung ist dem Versuchsprotokoll von Anhang 11.3 zu entnehmen.

### 3.7. Bildanalyse und Bildverarbeitung

#### 3.7.1. Verkleisterung

Neben der summarischen Erfassung der Verkleisterung über den Leistungseintrag wird durch mikroskopische Aufnahmen die Verkleisterung eines einzelnen Stärkekorns

in Abhängigkeit von Temperatur und Zeit visualisiert. Dazu wird die Probe unter einem Umkehrhelfeld – Mikroskop (Fa. Leitz, Labovert FS) mit einer Ummantelungstemperierung (Fa. VHS – Schankanlagentechnik,  $\varnothing = 25$  mm) auf die Prozesstemperaturen eingestellt. Eine Spatelspitze vom Pudermehl wird in destilliertes und entgastes Wasser bei 40 °C gegeben. Ein Gesichtsfeld mit vereinzelt Stärkekörnern wird fixiert. Anschließend folgt eine Temperaturreise mit 50 °C, 62 °C und 72 °C. Innerhalb der Rasten werden 10 Bilder pro Minute aufgenommen. Die aufgenommene Sequenz der digitalen Bilder gibt Aufschluss über die Vergrößerungsgeschwindigkeit und schließlich die Auflösung des Stärkekorns während der Verkleisterung.

### **3.7.2. Partikelcharakterisierung der Spelzen durch Bildanalyse**

Mit der Bildanalyse kann die Quellung und die Größenzunahme der Spelzen vor und nach der Befeuchtung durch geometrische Parameter bestimmt werden. Die Form der einzelnen Spelze kann in Abhängigkeit vom Zerkleinerungsgrad bestimmt werden.

Die Bildanalyse gliedert sich in Bildvorverarbeitung, Objekterkennung anhand eines Binärbildes und die Objektvermessung zur Ermittlung der partikelspezifischen Parameter. Die einzelnen Schritte sind durch entsprechende Software automatisiert (Image C, Fa. Imtronic, Berlin). Die Gesamtheit der untersuchten Spelzen kann durch die digitale Bildauswertung mit höherer Genauigkeit beschrieben werden als durch manuelle Auswertung.

Die Voraussetzung für die automatische Bildanalyse liegt in der Eignung des digitalen Bildes für die Objekterkennung der Partikel. Daher ist die Unterscheidung zwischen Einzelpartikeln und die Differenzierbarkeit des Partikels gegenüber dem Hintergrund wichtige Voraussetzung.

Für die Spelzen wurden Digitalfotos auf einer von unten mit mattem Licht gleichmäßig beleuchteten Klarsichtfolie gemacht, so dass die Spelzen als schwarze Konturen gut zu erkennen waren. Die Bereitstellung der bestmöglichen digitalen Bildqualität unter Zielsetzung möglichst guter Kontraste sowohl im trockenen als auch nassen Zustand wurde ermöglicht [70].

Nach der Vorverarbeitung erfolgt eine pixelweise Umwandlung des Grauwerte – Bildes in ein Binär – Bild (Schwarz – Weiß – Bild). Für alle im Binärbild eindeutig voneinander getrennten Objekte kann eine automatische Analyse geometrischer Merkmale durchgeführt werden. Die vorherige Vereinzelnung der Spelzen ermöglicht die getrennte Objekterkennung.

Trennung, Vereinzeln und Befeuchtung der Spelzen sowie Fotoaufnahmen und Bildanalyse mit der Software Imtronic sind Anhang 11.4 zu entnehmen.

### Definition der Messgrößen

#### **Fläche**

Die Fläche  $F$  berechnet die Software unter Berücksichtigung des Kalibrierungsfaktors aus der Pixelanzahl des gefundenen Objektes in  $\text{mm}^2$ .

#### **Umfang**

Der Umfang  $U$  wird aus den Projektionen des Teilchens unter Berücksichtigung des Kalibrierungsfaktors in  $\text{mm}$  berechnet. In die Projektion für eine Richtung gehen alle Konturpunkte mit der entsprechenden Ausrichtung bezüglich ihrer Nachbarkpunkte ein. Es wird also der gesamte Umfang abgefahren und sämtliche Einbuchtungen berücksichtigt.

#### **Minimale und maximale Feret'sche Durchmesser**

Der Feret'sche Durchmesser ist definiert als die Projektion des Kornumrisses auf die Senkrechte zur Blickrichtung.

Der Feret'sche Durchmesser ist eine Messgröße, die von der Blickrichtung auf die Partikeln abhängt. Ändert sich die Blickrichtung, so ändert sich auch der Feret'sche Durchmesser und es ergibt sich ein Maximum und ein Minimum. Diese beiden Extremwerte werden von jedem Partikel bestimmt und als  $\text{Feret}_{\text{max}}$  und  $\text{Feret}_{\text{min}}$  bezeichnet.

### **3.8. $\beta$ – Glucanbestimmung**

Der  $\beta$  – Glucangehalt der filtrierten Maischen wurde mit dem  $\beta$  – Glucan – Analyser – tector 5700, System Carlsberg, bestimmt. Das Messprinzip beruht auf der Komplexbildung des Fluorochroms Calcofluor mit hochmolekularem  $\beta$  – Glucan, wodurch die Fluoreszenz ansteigt. Über Kalibrierkurven mit gereinigtem  $\beta$  – Glucan (Standardlösung) lässt sich der  $\beta$  – Glucangehalt ohne weitere Probenaufbereitung mit einer Genauigkeit von 8 % ermitteln [68].

### **3.9. Dichtebestimmung der Maische**

Zur Berechnung der repräsentativen Viskosität der Maischesuspension wird die Dichte der Maische benötigt. Übliche Methoden wie Biegeschwinger oder Pyknometer sind aufgrund der grobdispersen Struktur nicht anwendbar.

Daher wurde in einen 500 ml – Standzylinder eine Probe der Suspension abgefüllt und abgewogen. Der Standzylinder war isoliert, damit die Temperatur während der Wägung konstant blieb. Die gewogene Suspensionsmasse wurde ins Verhältnis zum abgelesenen Volumen im Standzylinder bei der jeweiligen Maischtemperatur gesetzt.

#### **4. Ergebnisse und Diskussion für Grobschrotmaischen**

##### **4.1. Auswertung der Ergebnisse und Einteilung des Maischprozesses**

Eine Quantifizierung des Fließverhaltens von Suspensionen gelingt nur dann, wenn eine Suspension in einem definierten strukturellen Zustand vorliegt.

Mit dem in Anhang 11.1 beschriebenen Rühr – Rheometer werden die strukturellen Änderungen in Abhängigkeit von der Zeit und Temperatur bestimmt. Die Ergebnisse sollen Aufschluss darüber geben, in welchen Zeitspannen die Maischesuspension strukturell unverändert bleibt und damit definiert ist. Dazu ist die exakte Einhaltung des Maischablaufs nötig:

- programmierbarer Temperaturverlauf,
- einheitliches Einmaischen über die Vibrations – Zuteilrinne,
- konstante Drehzahl nach dem Einmaischen
- Probennahme der kontinuierlichen Phase innerhalb des Maischprozesses bei der jeweiligen Prozesstemperatur

Bild 4.1 zeigt eine Dreifachmessung des Drehmoments einer Grobschrotinfusionsmaische (normal gelöst; 1 : 2,8) in Abhängigkeit von der Zeit. Der Verlauf des Drehmoments über die Gesamtmaiszeit wird unterteilt in folgende Abschnitte:

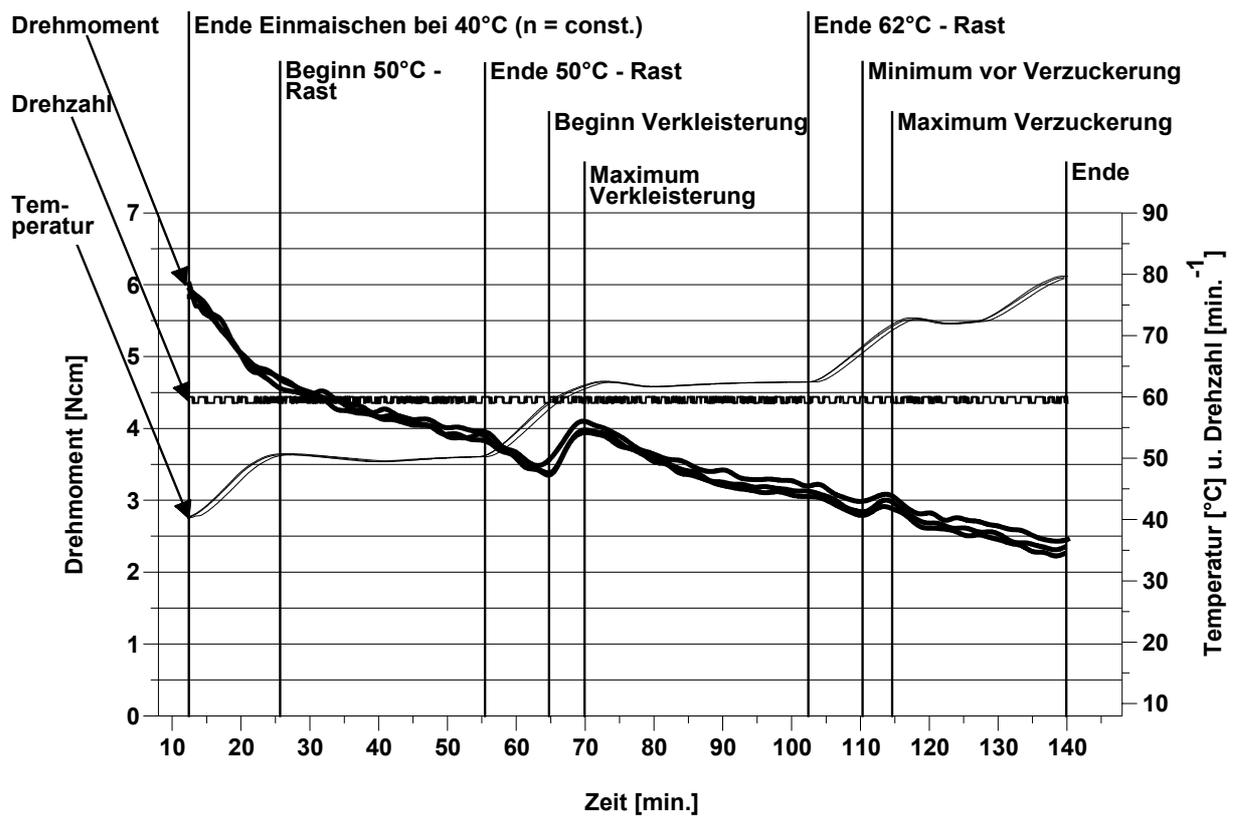


Bild 4.1: Rührer – Drehmoment in einer Grobschrotmaische (1 : 2,8) mit Einteilung des Maischprozesses im Laborreaktor

- Ende Einmischen 40 °C
- Beginn / Ende 50 °C – Rast
- Beginn / Maximum der Verkleisterung / Ende 62 °C – Rast
- Minimum / Maximum der Verzuckerung / Ende Maischen

Die Drehmomentsverläufe der beiden Wiederholungsmessungen stimmen sehr gut mit der ersten Messung überein.

### **Auswertung des Drehmoments**

Das Drehmoment wird auf die entsprechenden Suspensionsviskositäten am Rührer über die Leistungscharakteristik (s. Bild 3.22) nach dem Rieger – Novak – Verfahren (s. Kapitel 2.3.4, Gleichungen (2.26) – (2.29)) umgerechnet.

### Statistische Auswertung der Daten

Jeder Versuch wurde dreimal durchgeführt. Zur statistischen Absicherung der Ergebnisse wurden aus den drei Messwerten der arithmetische Mittelwert  $X_M$  und die Standardabweichung  $S_{n-1}$  gebildet.

Zur Bestimmung der Fehlergrenzen für die Dreifachmessung dient die Student – t – Verteilung. Die Student – t – Verteilung dient bei endlich durchgeführten Messwiederholungen  $n_p$  zur Abschätzung des Bereiches, in dem sich der wahre Messwert befindet. Die Voraussetzung für die Anwendung der Student – t – Verteilung ist, dass die Messwerte normalverteilt sind und die Messung mindestens zweimal wiederholt wird. Für technische Prozesse wird eine Sicherheit von  $P_p = 95 \%$  empfohlen. Bei  $n_p = 3$  und  $P_p = 95 \%$  ergibt sich aus der Student – t – Verteilung ein Faktor von  $a_p = 4,3$ .

Die Fehlergrenze  $f$  wird mit der Standardabweichung  $S_{n-1}$ , dem Faktor  $a_p$  und der Stichprobenmenge  $n_p = 3$  berechnet:

$$f = \pm \frac{4,3 \cdot S_{n-1}}{\sqrt{3}} \quad (4.1)$$

### 4.2. Viskositätsverlauf der Maische für Grobschrot unterschiedlicher Lösung

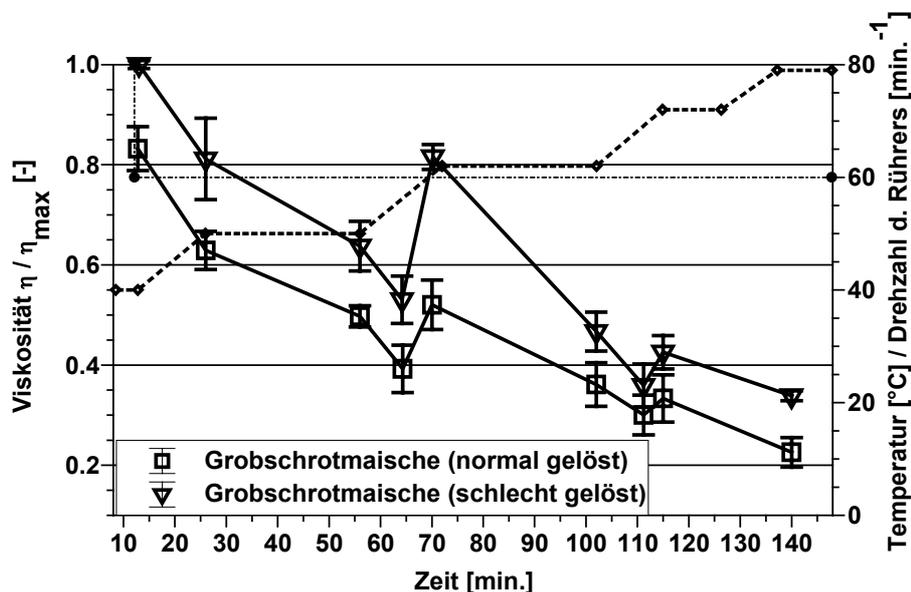


Bild 4.2: Viskositätsverlauf für Grobschrotmaischen (1 : 2,8) aus unterschiedlicher Lösung (schlecht gelöstestes Malz von Charge 1)

Bild 4.2 zeigt den Viskositätsverlauf für unterschiedlich gelöste Grobschrotmaischen zu den zuvor in Bild 4.1 festgelegten Zeitpunkten.

Auf der linken Ordinate ist die Suspensionsviskosität im Verhältnis zur maximal gemessenen Viskosität dargestellt (absolute Ergebnisse in Anhang 11.5). Auf der rechten Ordinate ist die Temperatur und die Drehzahl des Rührers aufgetragen.

Der Messpunkt nach Beendigung des Einmaischens bei 40 °C ist das absolute Maximum. Ursache für den Anstieg sind die Partikeln des Schrotes, die vom Rührer suspendiert werden und durch ihre Präsenz den Strömungswiderstand erhöhen. Nach dem Einmaischen fällt die Viskosität aufgrund der Temperaturerhöhung auf 50 °C ab.

Der signifikante Viskositätsabfall bei konstant gehaltenen 50 °C ist flacher. Die Abnahme der Viskosität ist während der 50 °C – Rast allein auf die strukturellen Änderungen der Suspension zurückzuführen. Der anschließende Viskositätsabfall durch die Temperaturerhöhung ist gleich der Viskositätsabnahme von 40 °C auf 50 °C bis zum Erreichen der Verkleisterungstemperatur  $T_s$  (hier  $T_s = 58$  °C). Die Strukturumwandlung der Stärkekörner ist ab der Verkleisterungstemperatur die rheologisch entscheidende Veränderung trotz Temperaturerhöhung. Nach 15 Minuten bei 62 °C ist die Maischeviskosität auf das Niveau vom Verkleisterungsminimum abgefallen und ändert sich bis zum Ende der 62 °C – Rast nicht mehr signifikant. Der leichte Anstieg der Maischeviskosität bei der sich anschließenden Temperaturzunahme von 62 °C auf 72 °C ist nicht signifikant. Mit Abschluss der Verkleisterung kann durch die darauffolgenden Messpunkte eine monoton abfallende Ausgleichsgerade innerhalb der Konfidenzintervalle gezogen werden.

Der Gesamtverlauf der Viskosität bei schlecht gelöstem Malz ist höher. Interessant ist, dass die Verlaufscharakteristik bis auf den Verkleisterungspeak identisch mit der vom normal gelösten Grobschrot ist. Die Viskositätszunahme bedingt durch die Verkleisterung erfolgt trotz der schlechteren Zugänglichkeit der Stärkekörner bei der gleichen Temperatur und zur selben Zeit wie bei normal gelöster Maische.

Die rheologischen Veränderungen in Abhängigkeit von Zeit und Temperatur werden in Bild 4.2 für ein festgelegtes Programm dargestellt. Während der Temperaturrasten beim Infusionsverfahren ist die Viskositätsänderung auf mechanische und enzymatische Abbauvorgänge in Abhängigkeit von der Zeit zurückzuführen. Es stellt sich die Frage, ob diese Vorgänge messtechnisch und zeitlich zu differenzieren sind. Weiterhin ist unklar, ob sich die innerhalb einer Infusionsmaische gemessenen strukturellen Veränderungen nur in dem festgelegten Temperatur – Zeit – Verlauf einstellen. Komplex erweist sich das Zusammenspiel zwischen Temperaturzunahme und gleichzeitigen Strukturänderungen. Bei der Erwärmung der Maische von 50 °C auf 62 °C stellen sich

die Strukturänderungen der Stärkekörner durch den Verkleisterungspeak ganz deutlich heraus.

### 4.3. Vergleich der Viskosität von Infusions – und Isothermmaischen (Grobschrot)

Um den Einfluss des festgelegten Temperatur – Zeit – Verlaufes zu untersuchen, wurden die Maischeviskositäten isothermer Maischen gemessen und mit den Infusionsmaischen verglichen.

Jeder Messung sowohl bei der Isotherm – wie auch bei der Infusionsmaische ging eine Einmisch – und Mischzeit von 14 Minuten voraus. Die Maischeviskositäten der isothermen Maische bei 50 °C wurden 10 Minuten eher gemessen, da der Infusionsmaische die Aufheizzeit von 40 °C auf 50 °C vorausgeht (Aufheizrate 1 °C / min.). Entsprechend addieren sich die Temperierungszeiten der folgenden Rasten der Infusionsmaische gegenüber der isothermen Rast hinzu (bei 62 °C: 1 h 04 min.; bei 72 °C: 1 h 44 min.). Zusätzlich verlängert sich auch die Rührzeit in der Infusionsmaische.

Tabelle 4.1: Vergleich der Maischeviskosität von Isotherm – und Infusionsmaische

Maischeviskosität [mPas]	Grobschrot (normal gelöst)		Grobschrot (schlecht gelöst) (schlecht gelöstes Malz von Charge 1)	
	Isotherm	Infusion	Isotherm	Infusion
Prozess Beginn 50°C – Rast	208 ± 29	224 ± 14	260 ± 26	289 ± 29
Ende 50°C – Rast	166 ± 23	177 ± 8	207 ± 21	227 ± 18
Maximum Verkleisterung	221 ± 31	185 ± 14	328 ± 33	291 ± 9
Ende 62°C – Rast	164 ± 23	129 ± 16	257 ± 26	166 ± 11
72°C – Rast	134 ± 19	119 ± 17	416 ± 42	152 ± 12

Tabelle 4.1 vergleicht die isothermen Maischeviskositäten mit denen vom Infusionsmaischverfahren. Die Konfidenzintervalle der isothermen Maische in dieser Versuchsreihe sind rechnerische Werte, da die isothermen Versuche nur einmal durchgeführt wurden. Das gerechnete Konfidenzintervall ergibt sich aus dem größtmöglichen experimentellen Konfidenzintervall der Infusionsmaischen (14 % bei normal gelöstem, 10 % bei schlecht gelöstem Malz). Dadurch wird vom schlechtesten Fall bei den isothermen Experimenten ausgegangen, um sichere Aussagen zu erhalten.

Trotz der längeren Rühr – und Temperierungszeiten bei der Infusionsmaische zeigt Tabelle 4.1 für die 50 °C – Rast, dass sowohl bei normal gelöstem als auch bei schlecht gelöstem Malz Isotherm – und Infusionsmaischeviskositäten am Anfang und am Ende der Rast gut übereinstimmen. Bei Maischen mit normal gelöstem Malz bestätigt sich die Übereinstimmung auch für die 62 °C – und die 72 °C – Rast. Die Viskosität der Infusionsmaischen ändert sich trotz längerer Rührzeiten und vorausgegangener Temperaturrasten nicht.

Bezogen auf den Aufheizvorgang der Maische in einem Temperaturbereich zwischen 50 °C und 72 °C ist die Temperatur der entscheidende Parameter für die strukturellen Veränderungen normal gelöster Maischen. Eine konstante Temperatur  $T$ , die oberhalb oder unterhalb der Verkleisterungstemperatur  $T_s$  liegt, führt zum gleichen strukturellen Zustand in einer normal gelösten Grobschrotmaische wie eine Infusionsmaische mit entsprechenden Temperatur – Zeit – Verlauf bis zum Erreichen der Temperatur  $T$ . Rühr – und vorgeschaltete Temperaturhaltezeiten nehmen keinen Einfluss auf die Struktur der normal gelösten Grobschrotmaische.

Beim schlecht gelösten Malz hingegen wird der Unterschied zur Infusionsmaische am Ende der 62 °C – Rast und bei der 72 °C – Rast sehr deutlich.

Nach der Verkleisterung scheint die Zugänglichkeit zu den Stärkepolymeren (Amylose und Amylopektin) nicht ausreichend, um in der vorgegebenen Zeit von einer halben Stunde die Verzuckerung durchzuführen. Die Polymere der schlecht gelösten Malze bleiben im Gegensatz zum normal gelösten Malz erhalten und führen zu den hohen Viskositäten. Zusätzlich werden die  $\beta$  – Glucane im Malz freigesetzt und durch Erreichen der Inaktivierungstemperatur der Endo –  $\beta$  – Glucanasen über 60 °C bei den Isotherm – Maischen nicht mehr abgebaut. Aufgrund der hohen Konzentration im schlecht gelösten Malz bestimmen die  $\beta$  – Glucane als Makromoleküle zusätzlich zu den Stärkepolymeren die Struktur der kontinuierlichen Phase und führen zu Viskositätsabweichungen in der isothermen Maische im Vergleich zur Infusionsmaische (s. Tabelle 4.1).

#### **4.4. Temperaturhaltezeit isothermer Maischen**

Im folgenden Experiment wurde bei isothermen Maischen mit Temperaturen unterhalb und oberhalb der Verkleisterungstemperatur  $T_s$  nachgeprüft, ab welcher Zeit die Struktur in der Suspension stabil ist. Dazu wurde das eingebrachte Drehmoment in der Maische in Abhängigkeit von der Zeit aufgenommen.

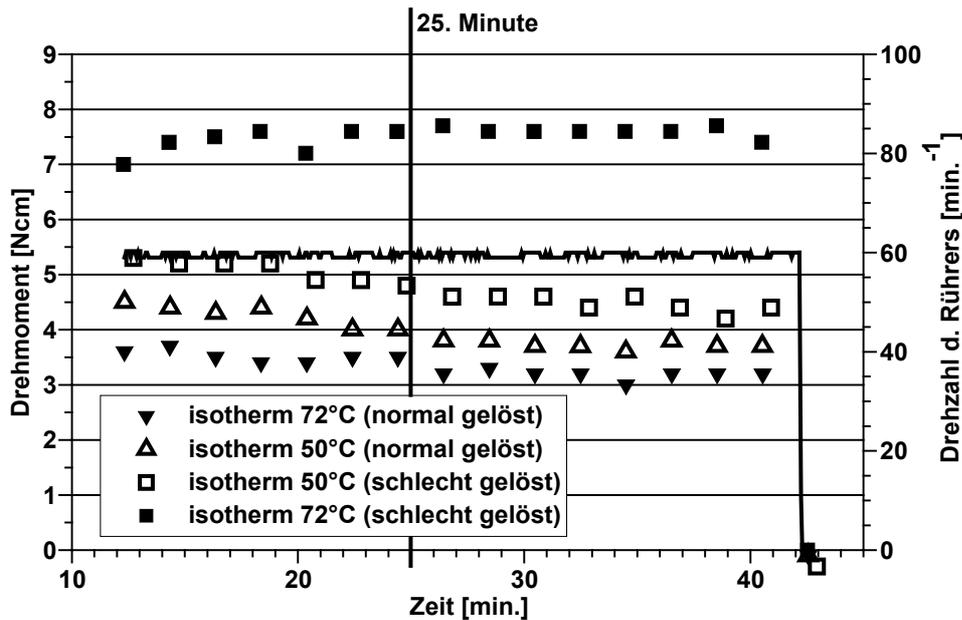


Bild 4.3: Drehmomentsverlauf von isothermen Grobschrotmaischen (1 : 2,8) unterschiedlicher Lösungs in Abhängigkeit von der Zeit (schlecht gelöstes Malz von Charge 1)

In Bild 4.3 ist der Drehmomentsverlauf von isothermer Maische (normal und schlecht gelöst) für 50 °C und 72 °C nach dem Einmischvorgang in Abhängigkeit von der Zeit aufgetragen. Unabhängig vom Lösungsgrad des Schrottes und der Temperatur stellt sich nach 25 Minuten eine stabile Suspension ein. Das Drehmoment ändert sich nicht mehr.

#### 4.5. Viskositätsverlauf der Suspension und der kontinuierlichen Phase

Zur Differenzierung der strukturellen Änderungen in gelöste und nicht – gelöste Bestandteile der dispersen Phase wurde die Viskosität des Filtrates innerhalb der Temperaturrasten zwischen 50 °C und 72 °C gemessen (s. Kapitel 3.4.2).

Die Maschenweite des Filters musste so gewählt werden, dass im Filtrat ausschließlich die in Wasser gelösten Bestandteile enthalten sind. Die Siebmaschenweite wurde mit  $x = 50 \mu\text{m}$  festgelegt. Durch Abtrennung aller Partikeln  $x > 50 \mu\text{m}$  wird der rheologische Einfluss der Stärkekörner vor der Verkleisterung sowie der Einfluss der  $\beta$  – Glucane und der Proteinverbindungen auf die kontinuierliche Phase dem Einfluss der grobdispersen Partikeln (Spelzen, Grieße) gegenübergestellt.

Das Filtrat wird als feindisperse Suspension bezeichnet und im folgenden Würze genannt. Die grobdisperse Suspension wird im folgenden weiterhin Maische genannt.

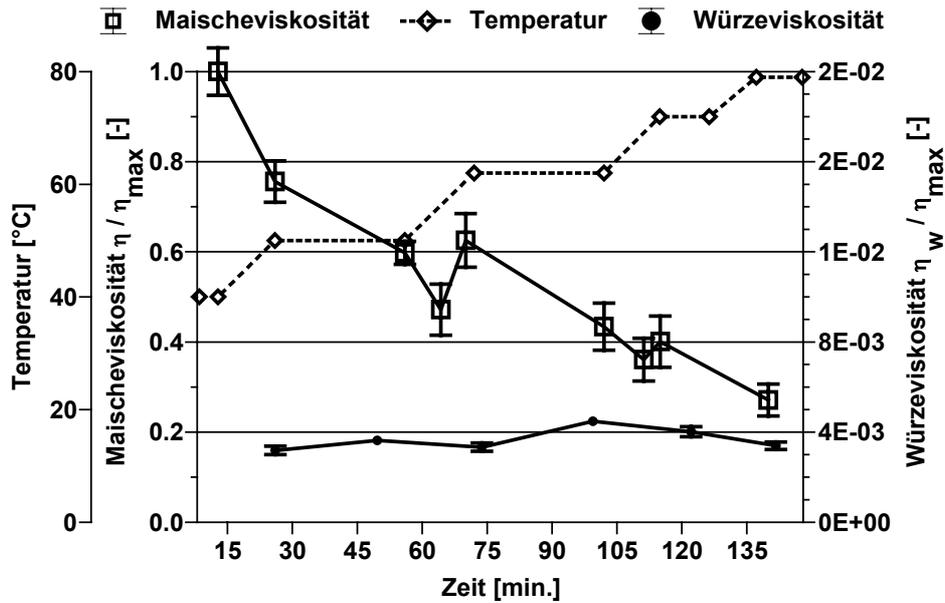


Bild 4.4: Gegenüberstellung Würzeviskosität und Maischeviskosität von Grobschrot (normal gelöst, 1 : 2,8)

In Bild 4.4 ist die Maischeviskosität von normal gelöstem Malz (linke Ordinate) der Würzeviskosität (rechte Ordinate) gegenübergestellt. Die Würzeviskosität liegt um Größenordnungen niedriger als die Maischeviskosität. Die Würze ist im wässrigen Viskositätsbereich (1 – 5 mPas). Die Maischeviskosität wird demnach entscheidend durch die grobdisperse Feststofffraktion beeinflusst. Bezogen auf das beschriebene Modell in Kapitel 2.1.10 verringern die Feststoffe den Scherspalt, wodurch es zur Erhöhung der Suspensionsviskosität gegenüber der Viskosität der kontinuierlichen Phase kommt (s. Gleichung (2.23)).

Innerhalb der 50 °C – Rast nimmt die Würzeviskosität zu. Die Erhöhung der Würzeviskosität während der 50 °C – Rast ist auf das Lösen von Proteinverbindungen zurückzuführen, was im folgenden (s. Kapitel 4.10) noch detaillierter analysiert wird.

Aufgrund der Temperaturerhöhung von 50 °C auf 62 °C fällt die Würzeviskosität ab auf das Niveau von 50 °C – Anfang. Interessant ist, dass die Abnahme der Maischeviskosität nach dem Verkleisterungspeak mit einem zeitlich versetzten Anstieg der Würzeviskosität einhergeht. Die Viskositätserhöhung der Würze innerhalb der 62 °C – Rast ist auf die enzymatische Hydrolyse von verkleisterten Stärkopolymeren in Dextrine und Zucker und das Freisetzen von  $\beta$  – Glucanen zurückzuführen. Am Ende der 62 °C – Rast nimmt die Würzeviskosität bis zur Abmischtemperatur (78 °C) aufgrund der Temperaturerhöhung monoton ab.

Für das schlecht gelöste Grobschrot ergibt sich ein ähnlicher Verlauf in Abhängigkeit von der Temperatur mit höheren Viskositätswerten ab dem Ende der 62 °C – Rast (s. Tabelle 11.8). Die Würzeviskosität ist trotz der höheren Konzentration der  $\beta$  – Glucane im wässrigen Viskositätsbereich.

#### 4.6. Vergleich Infusions – und Isothermwürzeviskosität von Grobschrot

Um den Einfluss von Temperaturverlauf und Rührzeit auch für die kontinuierliche Phase zu untersuchen, werden die Würzeviskositäten für normal gelöste Grobschrotmaischen aus dem Infusionsmischprogramm mit isothermen Maischen in Tabelle 4.2 verglichen.

Tabelle 4.2: Vergleich der Würzeviskositäten von Isotherm – und Infusionsmaische

Würzeviskosität [mPas]	Grobschrot (normal gelöst)	
	Isotherm	Infusion
Prozess		
Beginn 50 °C – Rast	0,983 ± 0,056	0,945 ± 0,056
Ende 50 °C – Rast	1,086 ± 0,046	1,074 ± 0,010
62 °C – Rast	1,348 ± 0,071	1,329 ± 0,050
72 °C – Rast	1,192 ± 0,065	1,295 ± 0,037

Die längeren Prozesszeiten bei den Infusionswürzen entsprechen den Zeiten von Kapitel 4.3. Die Gegenüberstellung der Würzeviskositäten in Tabelle 4.2 bestätigt das Ergebnis von Tabelle 4.1 für die Maischeviskositäten für normal gelöste Grobschrote. Die Vorgeschichte durch längeres Rühren und vorausgegangene Temperaturrasten ist bei der Ausbildung der Struktur während des Erwärmens der Maische in einem Temperaturbereich zwischen 50 °C und 72 °C in der kontinuierlichen Phase ebenfalls nicht relevant. Für die kontinuierliche Phase ist die Temperatur und die Haltezeit der Temperatur entscheidend.

#### 4.7. Temperaturhaltezeit isothermer Würzen

In Bild 4.5 wird die Viskositätsänderung für isotherme Würzen bei 50 °C und 72 °C in Abhängigkeit von der Zeit dargestellt.

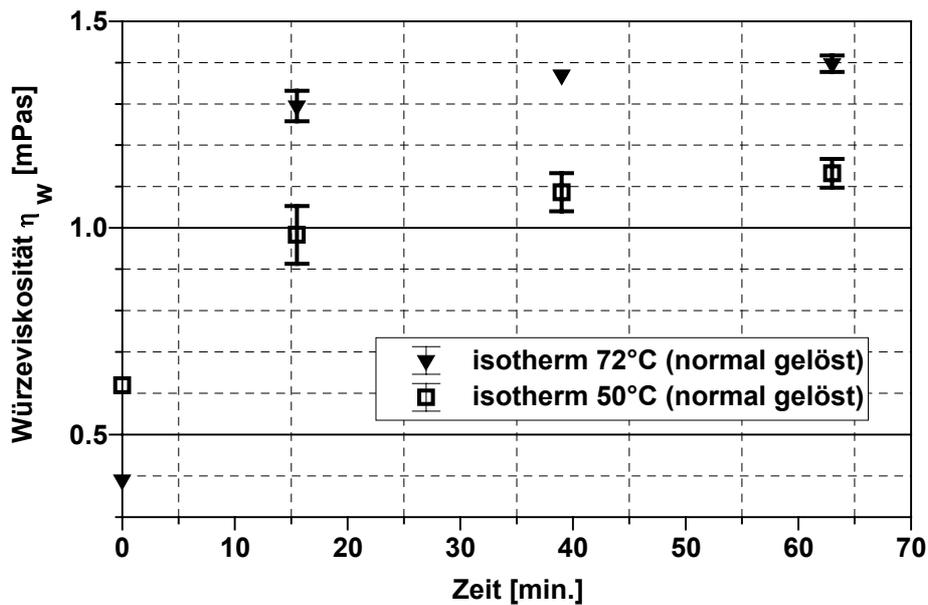


Bild 4.5: Vergleich der Würzeviskosität isothermer Würzen (normal gelöst, 1 : 2,8) in Abhängigkeit von der Zeit

Innerhalb der möglichen Zeitaufösung und der Genauigkeit der Messungen ist der Anstieg der Würzeviskosität ab der 40. Minute für beide isothermen Maischen beendet (Bild 4.5). Der signifikante Unterschied zwischen der Würzeviskosität zwischen der 15. und der 60. Minute ist für die praxisrelevante Rastzeiten von maximal 30 Minuten unbedeutend. Die Veränderung der Würzeviskosität ist sehr klein. Daher wird die Struktur der kontinuierlichen Phase für normal gelöste Maischen aufgrund der geringen Viskositätsänderungen ab der 15. Minute sowohl für die 50 °C als auch für die 72 °C als stabil bewertet. Im Vergleich zur Viskosität von Wasser zum Zeitpunkt  $t = 0$  (s. Bild 4.5) laufen die rheologisch entscheidenden Lösungsvorgänge innerhalb der ersten 15 Minuten ab.

#### 4.8. Lösungsvorgänge während der Verkleisterung (62°C – Rast)

Um den Zeitpunkt des Viskositätsanstieges der Würze aufgrund der Lösungsvorgänge bei 62 °C präziser zu bestimmen, wurden Isotherm – Maischen bei 62 °C viskosimetrisch analysiert und mit den Werten der Infusionsmaische verglichen.

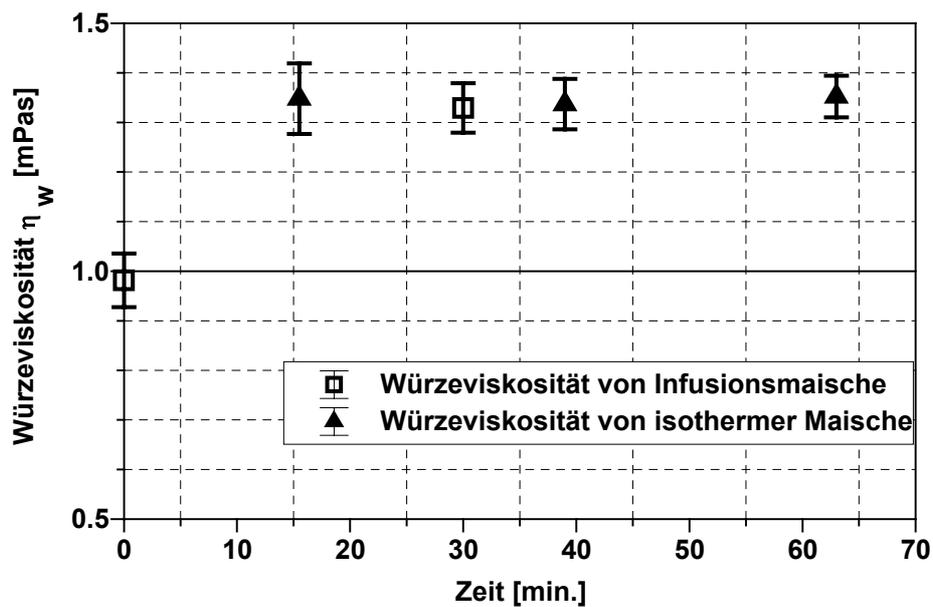


Bild 4.6: Vergleich der Würzeviskosität von Infusions- und Isotherm-Maische bei 62 °C (normal gelöst, 1 : 2,8)

In Bild 4.6 ist die Würzeviskosität in Abhängigkeit von der Zeit aus dem Infusionsmaischemischprogramm und der isothermen Maische für 62 °C aufgetragen. Der erste Messwert der isothermen Würze entspricht bereits dem Endwert der Infusionsmaische. Die folgenden Werte der isothermen Maische bleiben konstant. Der Viskositätsanstieg, bedingt durch die Lösungsprozesse während der 62 °C – Rast, findet innerhalb der ersten 15 Minuten statt, was sich mit [23] deckt. Nach 15 Minuten wird wie in Bild 4.5 auch bei der 62 °C – Rast der rheologische Zustand als stabil bewertet.

#### 4.9. Struktur der Würze nach der Verkleisterung

Nach Abschluss des Verkleisterungs- und Lösungsprozesses in den ersten 15 Minuten von der 62 °C – Rast ist es nun von Interesse, ob sich weitere strukturelle Änderungen in der darauffolgenden 72 °C – und 78 °C – Rast vollziehen.

Dazu wurden Infusionsmaischen nach Abschluss des Maischprozesses von der Abmischtemperatur (78 °C) auf die Rasttemperaturen von 72 °C, 62 °C und 50 °C heruntergekühlt und mit den Daten aus dem vorangegangenen Maischprozess verglichen.

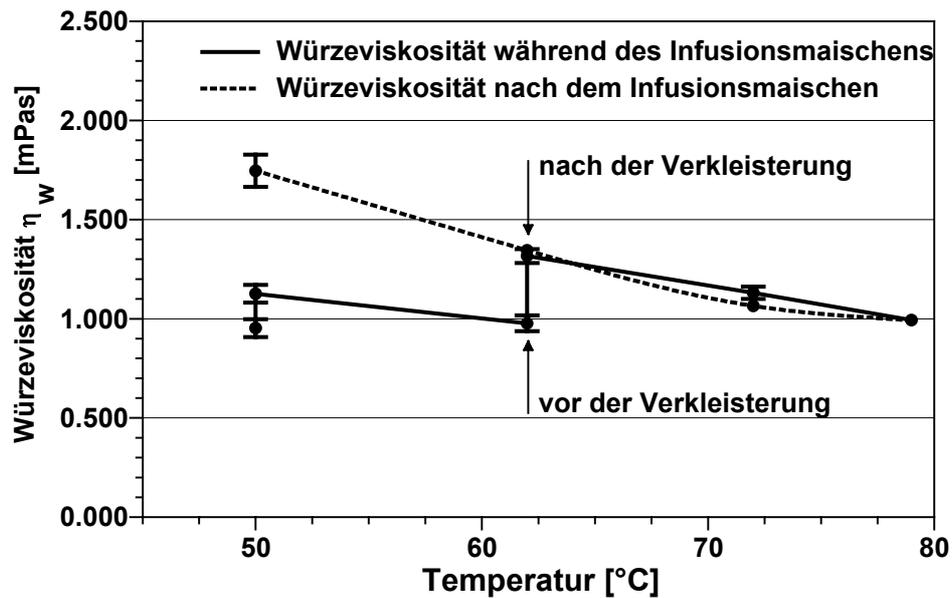


Bild 4.7: Vergleich der Würzeviskosität einer Infusionsmaische mit den Würzeviskositäten durch Herunterkühlen der abgeschlossenen Infusionsmaische auf die jeweiligen Rasttemperaturen (Grobschrot, normal gelöst, 1 : 2,8)

In Bild 4.7 ist die Würzeviskosität einer Infusionsmaische (1 : 2,8) in Abhängigkeit von den Rasttemperaturen dargestellt. Die durchgezogene schwarze Kurve verläuft durch die gemessenen Würzeviskositäten jeweils zu Rastanfang und – ende für 50 °C und 62 °C und durch die Einpunktmessung für die 72 °C – und die 79 °C – Rast während des Maischens. Die gestrichelte schwarze Kurve verbindet die Würzeviskositäten nach Abschluss des Maischens, in dem die Maische durch Herunterkühlen auf die Rasttemperaturen zurücktemperiert wurde und bei jeder Rast nach der Fest / Flüssigtrennung eine Messung durchgeführt wurde. Die gestrichelte und die durchgezogene schwarze Linie verlaufen nach der Verkleisterung deckungsgleich innerhalb des Konfidenzintervalls. Für normal gelöste Grobschrotmaischen konnte mit der Messung nachgewiesen werden, dass bei 72 °C und 79 °C keine viskositätsbeeinflussenden Strukturveränderungen in der Würze mehr erfolgen. Nach der Verkleisterung ändert sich die Viskosität der kontinuierlichen Phase nur noch in Abhängigkeit von der Temperatur.

#### 4.10. Struktur der Würze vor der Verkleisterung

Aus den Ergebnissen von Tabelle 4.2 ist zu entnehmen, dass sich die Würzeviskosität während der 50 °C – Rast sehr wenig ändert. Innerhalb der 50 °C – Rast können proteolytische und cytolytische Enzyme wirken ( Bild 1.1). Die Erhöhung der Würzevisko-

sität wird durch Proteinabbauprodukte hervorgerufen. Die Cytolyse bewirkt den Abbau der gelösten  $\beta$  – Glucane, so dass deren rheologischer Einfluss zu vernachlässigen ist. Neben der Enzymatik ist in der dispersen Phase der Würzeviskosität das Stärkekorn vor der Verkleisterung als entscheidender rheologischer Einfluss zu nennen.

Zur Beurteilung der morphologischen Veränderungen des Stärkekorns vor der Verkleisterung wurde die Bildanalyse nach 3.7.1 angewendet.

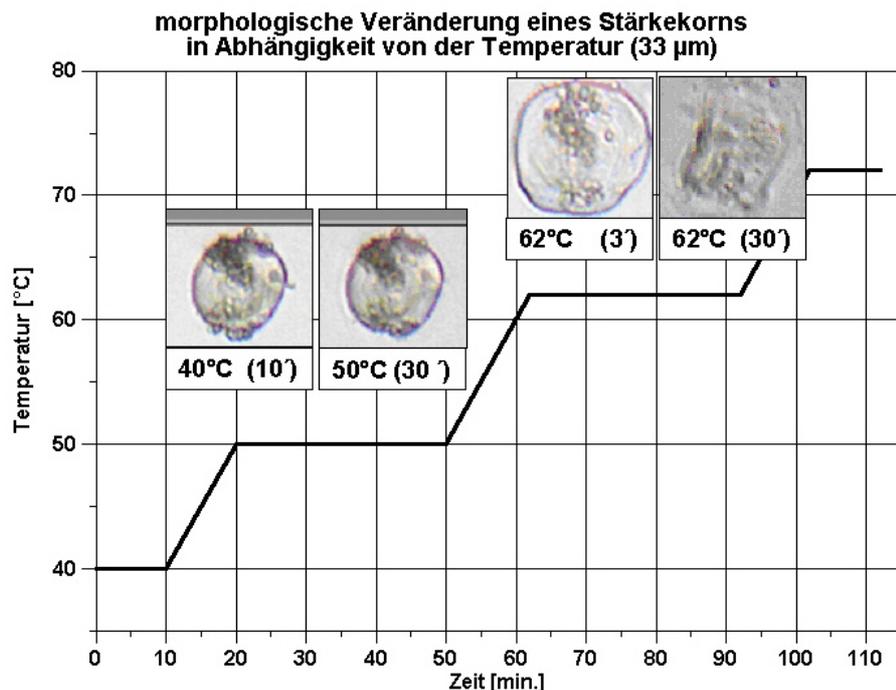


Bild 4.8: Morphologische Veränderung des suspendierten Stärkekorns in Abhängigkeit von der Zeit und Temperatur

In Bild 4.8 sind die Fotos eines Stärkekorns während der Infusionsmaische dargestellt. Die Fotounterschriften geben an, bei welcher Temperatur und Temperaturhaltezeit (in Klammern) die Aufnahmen gemacht worden sind. Im Temperaturbereich zwischen 40 °C und 50 °C ändert sich in den ersten 50 Minuten des Maischprogramms das Stärkekorn nicht. Erst bei Erreichen der Verkleisterungstemperatur kommt es zu dramatischen Veränderungen innerhalb der ersten drei Minuten. Das Stärkekorn nimmt an Volumen zu und löst sich während der 62 °C – Rast auf.

Die Stärkekörner bleiben vor der Verkleisterung unverändert. Die Würze vor der Verkleisterung ist als feindisperse Suspension zu beschreiben. Die Stärkekörner sind in der kontinuierlichen Phase kolloidal gelöst und beeinflussen durch ihre Präsenz die Viskosität der Würze. Die Viskosität der kontinuierlichen Phase wird durch das Lösen

von hydrolysierten Proteinverbindungen innerhalb der 50 °C – Rast zusätzlich leicht erhöht (s. Tabelle 4.2).

#### 4.11. Disperse Phase vor und nach der Verkleisterung

Zur quantitativen Bestimmung der Änderungen der dispersen Phase (grob – und feindispers) wurde nach Kapitel 3.6 die Partikelgrößenverteilung in der Maischesuspension bestimmt. Die Ergebnisse von Bild 4.3 haben gezeigt, dass nach einer Haltezeit von 25 Minuten eine stabile Struktur der Partikeln im Temperaturbereich zwischen 50 °C und 72 °C erreicht ist. Aufgrund der Analysezeit von über 20 Minuten bei der Nasssiebung können keine Änderungen des Partikelkollektives in Abhängigkeit von der Zeit aufgenommen werden. Daher wird der stabile Zustand des Partikelkollektives nach 25 Minuten Maischzeit bei der jeweiligen Rasttemperatur bestimmt.

Im folgenden Bild 4.9 werden die Rückstände der normal gelösten Grobschrotmaischen  $\Delta Q_3(x)$  dargestellt.

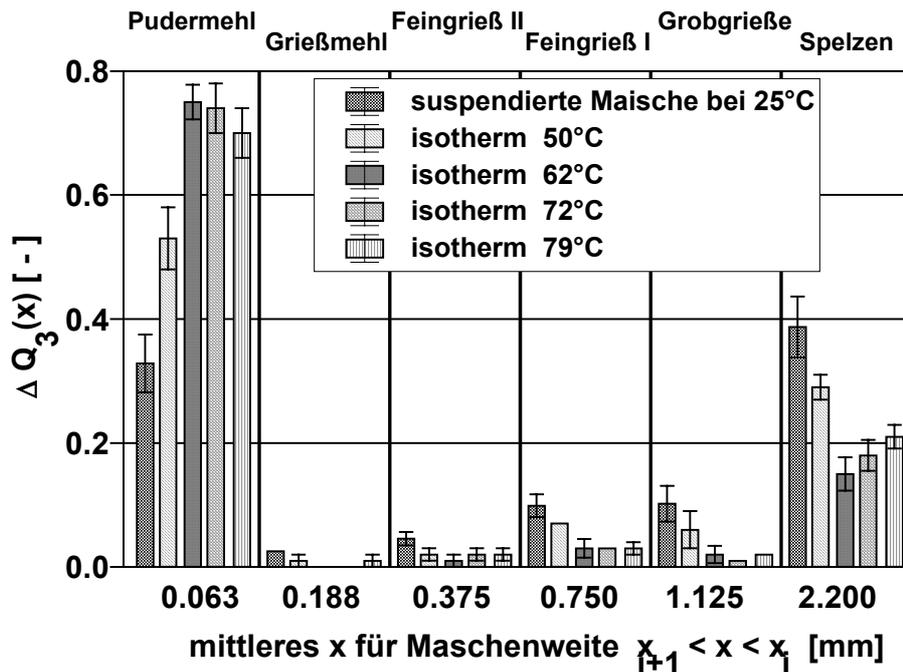


Bild 4.9: Veränderung der Partikelfractionen von normal gelösten isothermen Grobschrotmaischen (normal gelöst)

Auf der Abszisse sind die mittleren Maschenweiten aufgetragen. Die mittlere Maschenweite ist der Mittelwert zweier aufeinanderfolgender Siebmaschenweiten (s. Anhang 11.3.2). Die nach MEBAK [68] festgelegte Fraktionierung steht für die jeweilige mittlere Maschenweite über dem Diagramm. Auf der Ordinate sind die Massenanteile aufgetra-

gen. Für jede mittlere Maschenweite werden die Säulen von links nach rechts mit steigender Temperatur gelesen.

Die Massenanteile bei 25 °C (karierte Säulen) stellen die Partikelgrößenverteilung ohne den Einfluss der Temperatur dar. Im Vergleich zur Maische bei Zimmertemperatur sind die Mehlkörperfraktionen bei  $x = 0.188$ ,  $0.375$ ,  $0.750$  und  $1.125$  mm nach dem 25 –minütigen Maischen bei 62 °C bis auf kleine Rückstände komplett abgebaut. Der verbliebene 2 – 3 %-ige Mengenanteil (TrS) in den Fraktionen  $x = 0.750$  und  $x = 1.125$  mm ist auf beschädigte nicht – lösliche Spelzensplitter zurückzuführen. Der übrige Anteil der verbliebenen nicht – löslichen Spelzenfraktion für  $x = 2.200$  mm liegt bei 17 % (TrS).

Nach dem Stärkekorabbau ( $T = 62$  °C) sind die aus der Nasssiebung gravimetrisch erfassbaren Partikelfraktionen festgelegt. Das heißt, die Mengenanteile ändern sich mit Zunahme der Temperatur bis zur Abmaischtemperatur (79 °C) nicht mehr signifikant. Dies entspricht dem Ergebnis für die kontinuierliche Phase nach der Verkleisterung (s. Bild 4.7). Die Maische ist nach der 62 °C – Rast bezogen auf die grob – und feindisperse Struktur stabil und ändert sich rheologisch nur noch in Abhängigkeit von der Temperatur.

#### **4.12. Quellung und Desagglomeration der dispersen Phase**

Die Zunahme der Pudermehlfraktion und die Abnahme der restlichen Fraktionen zwischen 25 °C und 62 °C in Bild 4.9 lässt auf die bereits beschriebenen thermisch – mechanischen und enzymatischen Prozesse schließen (s. Kapitel 2.3.1).

Um die rein mechanischen Veränderungen durch das Suspendieren zu unterscheiden (Quellung und Desagglomeration), wurden Trockensiebschnitte mit anschließender Nasssiebung bei 25 °C nach Bild 11.5 und Tabelle 11.4 durchgeführt (s. Anhang). Die Differenz der Anteile der Nasssiebfraktionen vom Durchgang zweier aufeinanderfolgender Trockensiebschnitte (von  $x_{\min}$  nach  $x_{\max}$  betrachtet) ergibt die Desagglomerations – und Quellungsanteile (s. Tabelle 11.9). Die Messung soll Aufschluss darüber geben, wie sich das Trockenschrot durch das Suspendieren in Wasser hinsichtlich der Partikelfraktionen ändert.

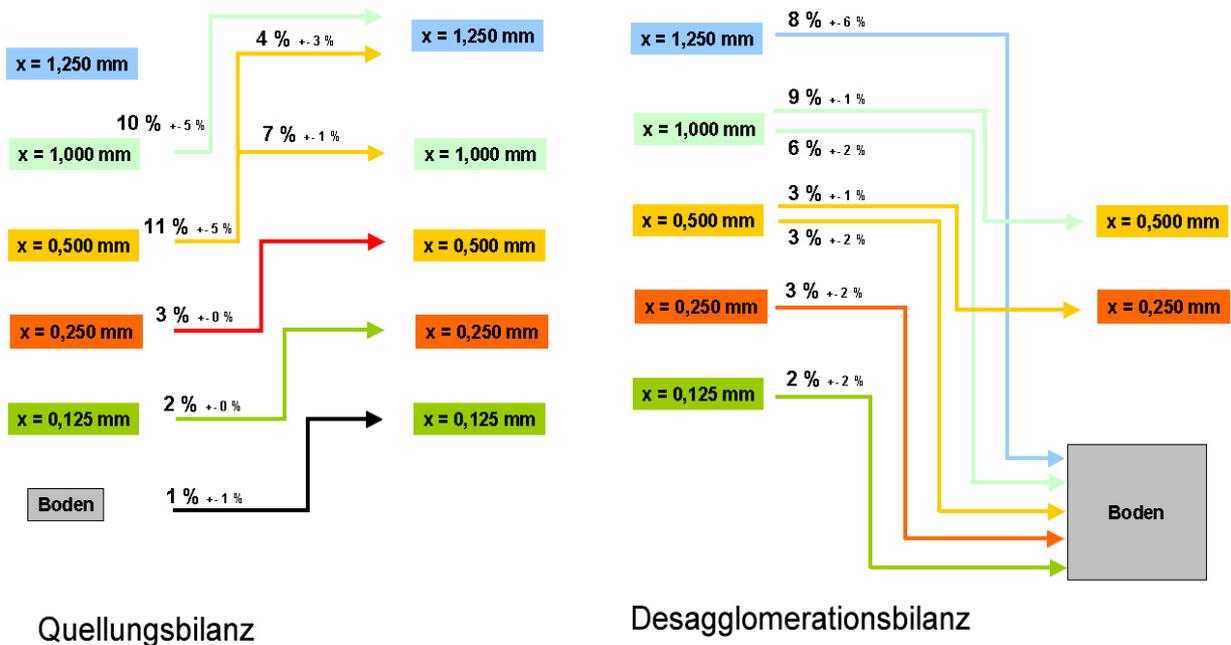


Bild 4.10: Quellungs – und Desagglomerationsbilanz für Grobschrot (normal gelöst)

Bild 4.10 stellt die Bilanz zwischen normal gelöstem trockenem und suspendiertem Grobschrot bezogen auf die quellenden und desagglomerierenden Anteile der Fraktionen in Prozent mit Konfidenzintervall dar. Die untereinander angeordneten Felder symbolisieren die Siebe mit der angegebenen Maschenweite  $x$ . Der Pfeil gibt die Verschiebung des Anteiles vom jeweiligen Siebrückstand (trocken) auf das Sieb nach dem Suspendieren durch Quellung (linke Seite) oder Desagglomeration (rechte Seite) an.

Hauptanteil der gravimetrisch erfassbaren Bestandteile des Schrottes sind die Stärke (Mehlkörper) und die Cellulose (Spelzen).

Insgesamt 22 % der Mehlkörper (s. Bild 4.10, rechte Darstellung), die trocken zerkleinert im Größenbereich zwischen 0,125 und 1,250 mm vorliegen, zerfallen allein durch das Suspendieren in die Feinstfraktion ( $x \leq 0,125$  mm). Die Mehlkörper aus normal gelösten Grobschroten zerfallen in Wasser sehr leicht. Dieses Ergebnis ist für die Zerkleinerungstechnologie interessant. Allein durch die Benetzung mit Wasser zerfällt ein Großteil der Griesse, den man ansonsten durch energieaufwendige Trockenzerkleinerungen pulverisiert.

Spelzen, Spelzensplitter und Mehlkörper aus den unterlöstten Malzkornbereichen quellen, wie in Bild 4.10 auf der linken Seite dargestellt ist. 10 % der Fraktion  $x \leq 1,000$  mm gehen durch die Größenzunahme in die Fraktionen  $x \leq 1,250$  mm über und 11 % der

Fraktion  $x \leq 0,500$  mm verteilen sich auf das 1,000 mm – und das 1,250 mm – Sieb. Der Rest von insgesamt 6 % verteilt sich auf die Siebe mit  $x = 0,125 - 0,500$  mm.

Die Differenzierung der Veränderung bei den Schrotfraktionen bei 25 °C erlaubt Rückschlüsse auf die Veränderung der Fraktionen bei höheren Temperaturen.

Da die Spelzen den Maischprozess unbeschadet überstehen, ist die Abnahme der Fraktionen durch den Einfluss der Temperatur in Bild 4.9 auf den Zerfall von Mehlkörperbestandteilen zurückzuführen, die bei Raumtemperatur (25 °C) zunächst quellen. Die verbleibenden Rückstände auf den Sieben nach der Verkleisterungstemperatur, also nach dem Abbau der Mehlkörper und Stärkekörner, konnten als Spelzen und Spelzensplitter durch optische Kontrolle bestätigt werden.

#### 4.13. Rheologisches Modell für die Würze vor der Verkleisterung

Die Volumenkonzentration der suspendierten Stärkekörner in der kontinuierlichen Phase ist der entscheidende rheologische Einfluss auf die Würzeviskosität vor der Verkleisterung. Die im Theorieteil hergeleitete Gleichung (2.11) (s. Kapitel 2.1.5) zur Berechnung der Suspensionsviskosität nach Krieger – Dougherty und Ball – Richmond für Suspensionen soll auf die Würzeviskosität vor der Verkleisterung angewendet und diskutiert werden.

In Gleichung (2.11) ist die Suspensionsviskosität in Abhängigkeit von der Volumenkonzentration, der Viskosität der kontinuierlichen Phase, der maximalen Packungsdichte und der Partikelform (intrinsische Viskosität) formuliert.

Die Würzeviskosität vor der Verkleisterung wird unterteilt in die Viskosität am Anfang und die Viskosität am Ende der 50 °C – Rast (s. Tabelle 4.2).

Für die Viskosität der Trägerflüssigkeit am Anfang der 50 °C – Rast wird die Viskosität von Wasser bei 50 °C eingesetzt ( $\eta_{fla50^\circ C} = 0,619$  mPas). Dies setzt voraus, dass bis zum Erreichen der 50 °C – Rast keine messbaren viskositätsbeeinflussenden Stoffe in Wasser gelöst worden sind. Für die maximale Packungsdichte  $\phi_{max}$  wird in Anlehnung an Tabelle 2.3 für kugelhähnliche Partikeln in der Größenordnung von 40  $\mu m$  ein Wert von 0,61 angenommen.

Der Massenanteil der vereinzelter Stärkekörner wird aus der Massenbilanz von Bild 4.9 bei 50 °C in der Pudermehlfraktion abgelesen. Dies setzt voraus, dass in der Bodenfraktion ( $x < 0,125$  mm) ausschließlich vereinzelter Stärkekörner vorliegen. Die Annahme konnte getroffen werden, da vorangegangene mikroskopische Untersuchungen der Bodenfraktion dies optisch bestätigten.

Die Masse der Stärkekörner ergibt sich aus der jeweiligen Gesamtschüttung (Grobschrotmenge) und dem experimentell ermittelten Massenanteil bezogen auf die Trockensubstanz. Die Umrechnung von der Masse auf das Volumen der Stärkekörner erfolgt über die Feststoffdichte von Stärke ( $\rho_{\text{Stärke}} = 1250 \text{ kg/m}^3$ , bei  $50 \text{ }^\circ\text{C}$ ). Zur Berechnung der Volumenkonzentration  $\phi_t$  wird das Stärkevolumen ins Verhältnis zum Gesamtvolumen der Maische gesetzt (s. Anhang 11.6).

Die intrinsische Viskosität verbleibt als einzige unbekannte Größe, die für jede Partikelsuspension experimentell ermittelt werden muss. Mit den angenommenen Randbedingungen konnte die berechnete Kurve nach Gleichung (2.11) für ein  $[\eta_{\text{intrins}}]$  durch die experimentell ermittelten Würzeviskositäten gelegt werden.

Bild 4.11 zeigt, dass die Messergebnisse für  $50 \text{ }^\circ\text{C}$  – Rastanfang (s. Tabelle 11.10) mit den gerechneten Werten nach Gleichung (2.11) und der ermittelten intrinsischen Viskosität  $[\eta_{\text{intrins}}] = 3,5$  innerhalb des Konfidenzbereichs sehr gut beschrieben werden (durchgezogene Linie durch die Messpunkte).

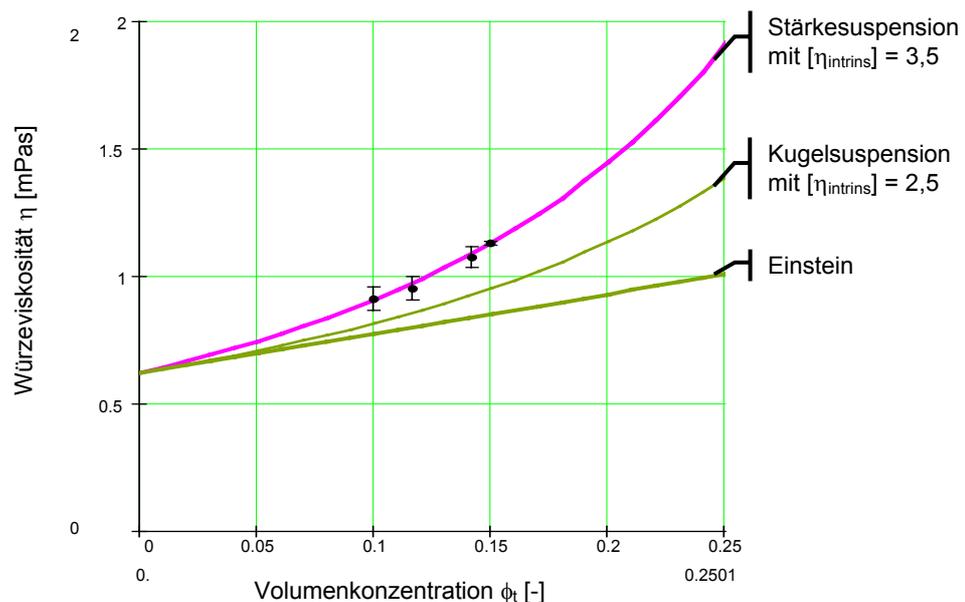


Bild 4.11: Würzeviskosität bei  $50 \text{ }^\circ\text{C}$  – Rastanfang  $\eta_{50a}$  in Abhängigkeit von der Volumenkonzentration mit Ausgleichskurve nach Gleichung (2.11)

Die durchgezogene Linie unterhalb der Messpunkte ist die graphische Darstellung der Gleichung (2.11) mit dem Formfaktor für Kugeln ( $[\eta_{\text{intrins}}] = 2,5$ ) und die durchgezogene Gerade unterhalb dieser Kurve ist die graphische Darstellung der Gleichung (2.6) nach Einstein. Die Abweichung der Stärkekörner von der Kugelform ist signifikant. Die Volumenkonzentration der Stärkekörner ist zu hoch, als dass sie mit dem Ansatz von Einstein beschrieben werden könnte. Die Würzeviskositäten sind im „high – shear“ –

Bereich mit einem Kapillarviskosimeter gemessen worden. Die Volumenkonzentrationen liegen unterhalb der kritischen Konzentration von kugelähnlichen Partikeln nach Kapitel 2.1.5, Bild 2.2. Der Eintrag durch Partikel – Partikelwechselwirkungen ist daher auszuschließen. Die kapillarviskosimetrischen Messungen sind somit im Bereich dominierender hydrodynamischer Kräfte. Die Gleichung (2.11) kann für die Würze-suspension vor der Verkleisterung angewendet werden.

Im nächsten Schritt wurde die berechnete Würzeviskosität nach Gleichung (2.11) mit den experimentell ermittelten Werten am Ende der 50 °C – Rast mit folgenden Annahmen verglichen.

Aufgrund des Ergebnisses der Bildanalyse (s. Bild 4.8) ändert sich die Form der Stärkekörner während der 50 °C – Rast nicht. Daraus wird gefolgert, dass der Wert von  $[\eta_{\text{intrinsic}}]$ , der den rheologischen Einfluss der Kornform beschreibt, über die ganze 50 °C – Rast konstant ist. Für Anfang und Ende der 50 °C – Rast gilt somit  $[\eta_{\text{intrinsic}}] = 3,5$ . Neben konstanter Kornform blieb auch die Korngröße der Stärkekörner über die 50 °C – Rast konstant. Daraus folgt, dass auch die maximale Packungsdichte  $\phi_{\text{max}}$  konstant bleibt. Als weitere Annahme für die Berechnung der Würzeviskosität am Ende der 50 °C – Rast wird festgelegt, dass der Mengenanteil der Stärkekörner und somit auch die zuvor berechneten Volumenkonzentrationen konstant bleiben. Die einzige sich ändernde Größe in Gleichung (2.11) ist die Viskosität von Wasser durch die Lösung der viskositätsbeeinflussenden Malzinhaltstoffe, die während der Rast gebildet werden.

Das folgende Bild 4.12 zeigt, dass die experimentell ermittelten Würzeviskositäten mit Gleichung (2.11) und der korrigierten Viskosität der kontinuierlichen Phase  $\eta_{\text{fl}}50^{\circ\text{C}} = 0,710$  mPas sehr gut innerhalb des Konfidenzbereiches berechnen lassen.

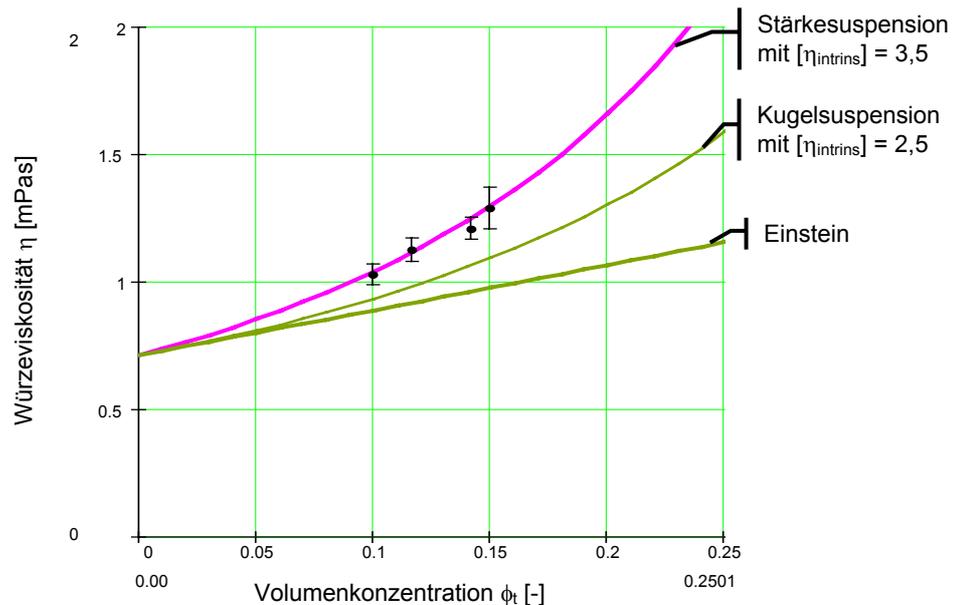


Bild 4.12: Würzeviskosität bei 50 °C – Rastende  $\eta_{50e}$  in Abhängigkeit von der Volumenkonzentration mit Ausgleichskurve nach Gleichung (2.11)

Die getroffenen Annahmen für die Berechnung der Würzeviskosität vor der Verkleisterung wurden durch die Experimente bestätigt, so dass folgende Erkenntnisse aus dem rheologischen Modell zusammengefasst werden können:

- Die Volumenkonzentration der Stärkekörner ist aus den experimentellen Ergebnissen der Nasssiebung für Grobschrot zu berechnen.
- Die Volumenkonzentration der Stärkekörner ändert sich während der 50 °C – Rast nicht mehr. Die Desagglomerationsvorgänge in die Feinstfraktion sind innerhalb der ersten 25 Minuten (Einmisch – und Aufheizzeit) abgeschlossen.
- Die maximale Packungsdichte der Stärkekörner ist  $\phi_{\max} = 0,61$ .
- Die intrinsische Viskosität von Stärkekörnern ist  $[\eta_{\text{intrins}}] = 3,5$ .
- Die Lösung von messbaren viskositätsbeeinflussenden Stoffen erfolgt innerhalb der Rast bei 50 °C. Die Lösung von messbaren viskositätsbeeinflussenden Stoffen vor der 50 °C – Rast ist vernachlässigbar.

#### 4.14. Abschätzung der Strukturkräfte nach der Verkleisterung

Die Maischeviskosität ändert sich nach der 62 °C – Rast nur noch in Abhängigkeit von der Temperatur. Aufgrund der strukturellen Stabilität kann das theoretisch besprochene Modell von Sommer in Kapitel 2.1.9 auf die Maische zwischen 72 °C und 78 °C angewendet werden. Ziel der energetischen Betrachtung ist die Abschätzung der Partikel – Partikelwechselwirkungen (Strukturkräfte) im brautechnologisch relevanten Konzentrationsbereich nach der Verkleisterung. Die Abschätzung soll Aufschluss darüber

geben, ob nach der Verkleisterung Nicht – Newton´sches Fließverhalten in Grobschrotmaischen vorliegt.

Das Konzept der Aufteilung der dissipierten Energie ist für die ideale Scherströmung (Couette – Strömung) entwickelt worden. Aufgrund der bereits erörterten Probleme, die sich mit den konventionellen Rotationsrheometern bei grobdispersen Suspensionen wie der Maische ergeben, muss im Rahmen dieser Arbeit von einem mittleren Schergefälle hypothetisch ausgegangen werden.

Das heißt, die Scherrate wird auf die gemessene Rührleistung pro Volumeneinheit bezogen:

$$\dot{\gamma} = \sqrt{\frac{2 \cdot \pi \cdot M_t \cdot n}{\eta \cdot V}} \quad (4.2)$$

- Energieanteil  $\dot{E}_s$  für 1 : 2,8

Nach Gleichung (2.21) wird die gemessene Leistung  $\dot{E}_1$  und  $\dot{E}_2$  für die Maische bei der Temperatur  $T_1 = 72 \text{ °C}$  und  $T_2 = 79 \text{ °C}$  (s. Tabelle 11.6) ins Verhältnis zur gemessenen Würzeviskosität  $\eta_{fl1}$  und  $\eta_{fl2}$  (s. Tabelle 11.10) gesetzt. Für die Schüttung 1 : 2,8 ergibt sich ein rechnerisches  $\dot{E}_s = - 0,065 \text{ W}$ . Das bedeutet, dass die Partikel – Partikelwechselwirkungen die hydrodynamischen Kräfte nicht übersteigen und annähernd Null betragen. Die höchste Konzentration der Maische in der Praxis (sogenanntes „High – gravity“ –Brauen) liegt zwischen 1 : 2,7 – 1 : 2,8. Daraus kann für das praxisrelevante maximale Schüttungsverhältnis gefolgert werden, dass im Laborreaktor die hydrodynamischen Kräfte nach der Verkleisterung in der Maischesuspension überwiegen. Ein Nicht –Newton´sches Fließverhalten konnte nicht festgestellt werden.

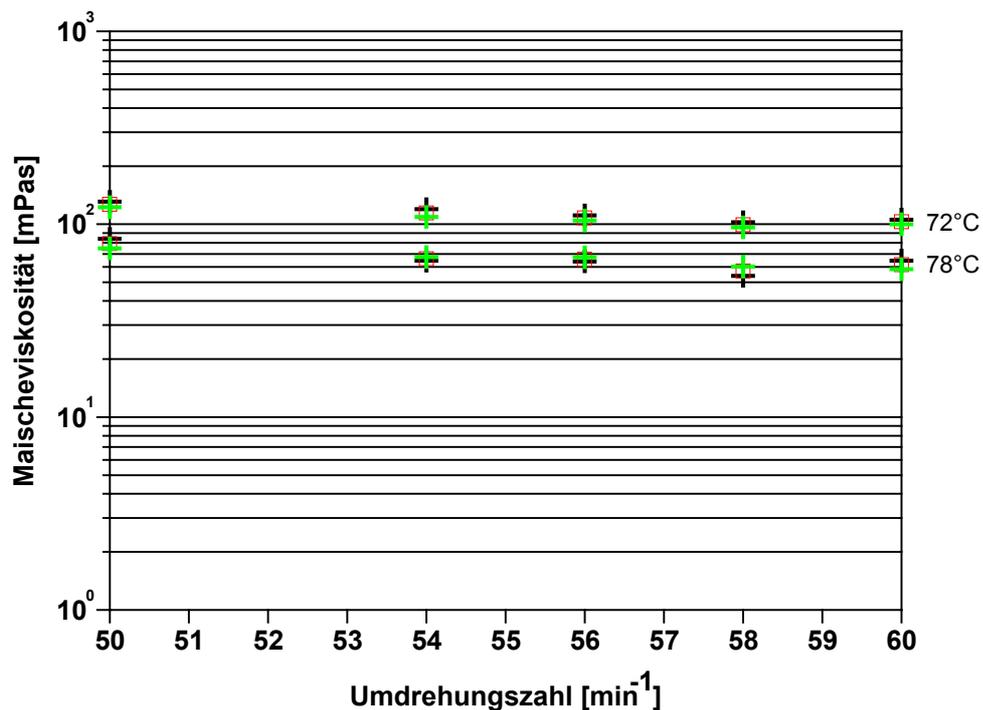


Bild 4.13: Maischeviskosität von Grobschrot in Abhängigkeit von der Drehzahl des Rührers bei 72 °C und 78 °C (Grobschrot 1 : 2,8, normal gelöst)

Die experimentelle Ermittlung der Maischeviskosität für 72 °C und 78 °C bei unterschiedlichen Drehzahlen im Laborreaktor (s. Bild 4.13) bestätigt das Newton'sche Fließverhalten der Grobschrotmaische.

#### 4.15. Charakterisierung der Spelzenfraktion bei Grobschrot

Die Rheologie der Maische wird entscheidend durch die nicht – löslichen Bestandteile der Suspension bestimmt (s. Kapitel 4.5). In Kapitel 4.14 wurde durch die energetische Abschätzung der Partikel – Partikelwechselwirkungen gezeigt, dass die Maische bei den in der Praxis eingesetzten Konzentrationen nach der Verkleisterung Newton'sches Fließverhalten hat. Trotz der nicht – sphärischen Form der Spelzen wird die kritische Konzentration innerhalb des untersuchten Konzentrationsbereiches nicht überschritten. Die Form der Spelzen wurde sowohl im trockenen als auch im nassen Zustand bisher nicht untersucht.

Um die nicht – sphärische Form der Grobschrotspelzen zu beschreiben, wurden durch die in Kapitel 3.7.2 beschriebene Bildanalyse geometrische Daten von trockenen und nassen Spelzen gemessen.

Mit der Individualanalyse der Spelzen wurde es möglich, die Partikelmerkmale eindeutig dem einzelnen Partikel zuzuordnen und für das gesamte Partikelkollektiv zu diskutieren. Fähndrich [70] konnte durch die Gegenüberstellung der trockenen und nassen Spelzen die Veränderungen durch Quellung anhand des maximalen und minimalen Feret'schen Durchmessers messen.

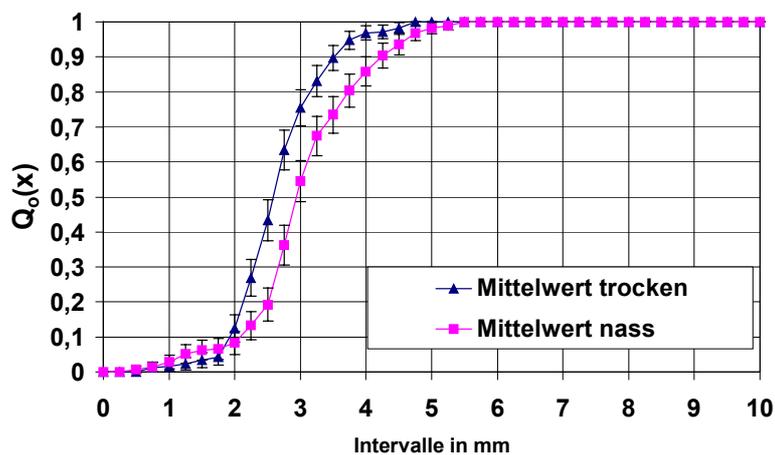


Bild 4.14: Gegenüberstellung der Anzahlsummenverteilung  $Q_{0,\min}$  im trockenen und nassen Zustand der Grobschrotspelzen

In Bild 4.14 und Bild 4.15 sind die Anzahlsummenverteilungen der Feret'schen Durchmesser für Grobschrotspelzen trocken und nass gegenübergestellt. Der minimale Feret'sche Durchmesser im nassen Zustand nimmt im Vergleich zum trockenen Zustand zu (s. Bild 4.14). Der maximale Feret'sche Durchmesser ist nicht signifikant zu unterscheiden (s. Bild 4.15). Die Größenzunahme der Spelzen nach der Wasseraufnahme orientiert sich in eine Richtung. Die Wasseraufnahme bewirkt ein Streckung der bauchigen ovalen Form zu einer ebenen platten Trapez – Form. Die Ausbreitung des Spelz führt zu einer Zunahme der Breite beziehungsweise des minimalen Feret'schen Durchmessers. In Längsrichtung der Spelzen bewirkt der Wassereinschluss hingegen keine messbare Größenzunahme der Spelzenlänge beziehungsweise des maximalen Feret'schen Durchmessers.

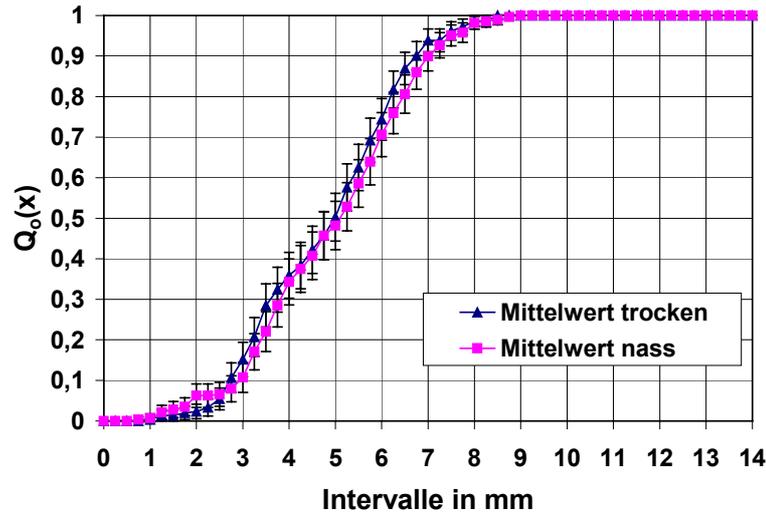


Bild 4.15: Gegenüberstellung der Anzahlsummenverteilung  $Feret_{max}$  im trockenen und nassen Zustand der Grobschrotspelzen

Im nächsten Schritt wurde überprüft, ob eine Korrelation zwischen der gemessenen Fläche sowie dem Umfang und  $Feret_{min}$  und  $Feret_{max}$  der nassen Spelzen besteht. Der Spelz wird in einem stark vereinfachten Modell als Rechteck betrachtet. Die Länge entspricht dem maximalen Feret'schen Durchmesser und die Breite des Rechtecks entspricht dem minimalen Feret'schen Durchmesser.

Für die Berechnung der Fläche wurde das Produkt aus minimalem und maximalem Feret'schen Durchmesser mit einem Faktor  $f_{Fläche}$  multipliziert und mit den gemessenen Flächen auf Gleichheit überprüft (s. Gleichung (4.3)).

$$Fläche_{gemessen} = Feret_{max} \cdot Feret_{min} \cdot f_{Fläche} \quad (4.3)$$

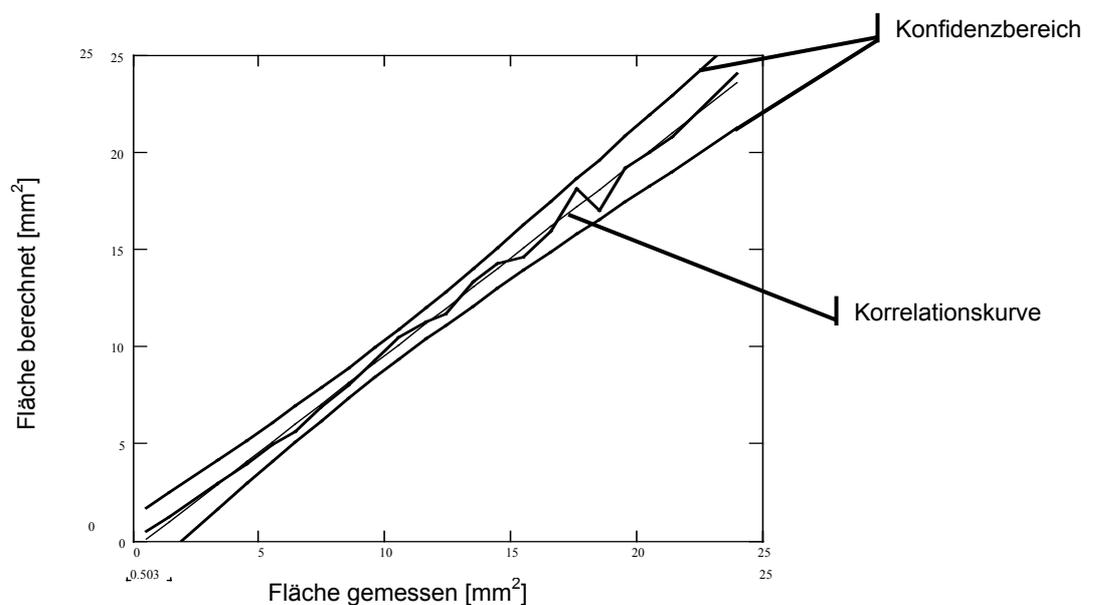


Bild 4.16: Korrelation bei Grobschrotspelzen zwischen gemessener Fläche und berechneter Fläche ( $b_m = 0,998$  für  $f = 0,575$ ,  $P_p = 95\%$ )

Bei einem Faktor  $f_{\text{Fläche}} = 0,575$  konnte die Übereinstimmung der gemessenen Werte mit den berechneten Werten nach Gleichung (4.3) für  $P_p = 95\%$  bestätigt werden (s. Bild 4.16). Etwas mehr als die Hälfte der Rechtecksfläche mit den Kantenlängen der beiden Feret'schen Durchmesser entspricht der Fläche vom Spelz für das gesamte Partikelkollektiv.

Für die Umfangsberechnung wurde Gleichung (4.4) mit den gemessenen Werten verglichen.

$$\text{Umfang}_{\text{gemessen}} = (\text{Feret}_{\text{max}} + \text{Feret}_{\text{min}}) \cdot f_{\text{Umfang}} \quad (4.4)$$

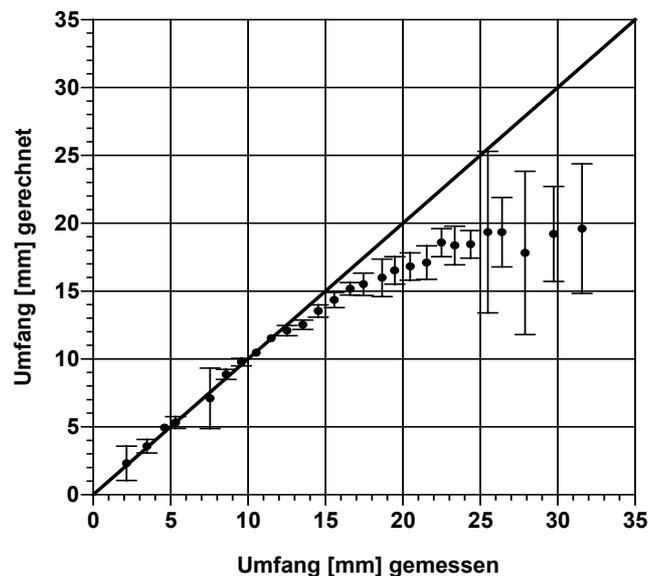


Bild 4.17: Überprüfung der Korrelation bei Grobschrotspelzen zwischen gemessenem Umfang und berechnetem Umfang ( $f_{\text{Umfang}} = 1,7$ )

Bild 4.17 zeigt, dass zwischen dem berechneten Umfang und den gemessenen Daten keine Übereinstimmung für das gesamte Partikelkollektiv vorliegt. Ab dem Umfang von 12 mm ( bei  $f_{\text{Umfang}} = 1,7$ ) werden die gemessenen Werte gegenüber den berechneten Werten größer. Die Spelzen werden mit zunehmender Größe faseriger. Bild 4.18

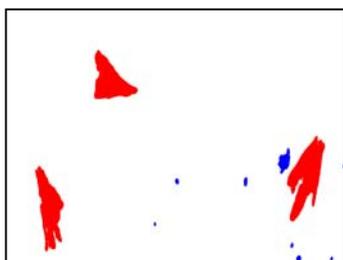


Bild 4.18: Binarisierte Spelzen

verdeutlicht dies exemplarisch an drei binarisierten Spelzen. Durch den faserigen Umriss wird der gemessene Umfang um ein Vielfaches höher im Vergleich zum berechneten Umfang. Der Umfang der untersuchten Spelzen kann daher nicht mit einem Faktor für das ganze Partikelkollektiv beschrieben werden.

Bei einem zweidimensionalen Gebilde wie der Spelze eignet sich als Formfaktor das Verhältnis aus  $\text{Feret}_{\text{min}}$  und  $\text{Feret}_{\text{max}}$ . In Bild 4.19 wird

das Verhältnis aus maximalem und minimalen Feret'schen Durchmesser in Abhängigkeit von der Fläche für die nassen Spelzen dargestellt.

Der Formfaktor  $Feret_{min} / Feret_{max}$  der Spelzen liegt bei konstant 0,63 (s. Bild 4.19). Die großen Konfidenzintervalle im Flächenbereich zwischen 16 und 24  $mm^2$  sind auf die geringe Anzahl an Spelzen in diesem Messbereich zurückzuführen.

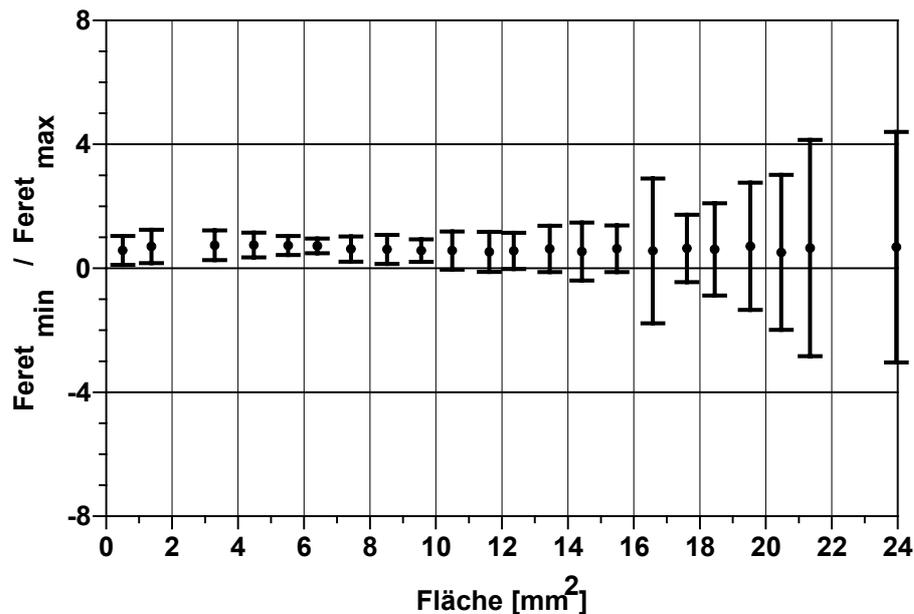


Bild 4.19: Verhältnis aus  $Feret_{max}$  und  $Feret_{min}$  in Abhängigkeit von der Fläche der Spelzen (nass)

#### 4.16. Zusammenfassung für Grobschrotmaischen

Mit den eigens entwickelten und modifizierten Messmethoden können die strukturellen Veränderungen sowohl für die grob – wie auch für die feindisperse Fraktion in einer Grobschrotmaische analysiert werden. Grundlegende Erkenntnisse über den Einfluss von Temperatur und Zeit auf die Veränderung der Grobschrotmaische konnten ermittelt werden, die im folgenden zusammengefasst werden sollen:

Der Maischprozess kann nach dem Einmaischen in drei Teile aufgeteilt werden:

- 1. Teil: vor der Verkleisterung,
- 2. Teil: Verkleisterung und Abbau der Stärkekörner
- 3. Teil: nach der Verkleisterung.

##### 1. Teil:

Im ersten Teil, vor der Verkleisterung, wird die Struktur der Maische durch das Desagglomerieren und Quellen von Mehlkörperbruchstücken und Spelzen verändert, was

durch Nasssiebungen und Bildanalyse nachgewiesen werden konnte. Je höher die Einmischtemperatur desto mehr Grieße (Mehlkörperbruchstücke) zerfallen in die einzelnen Stärkekörner (Primärpartikeln). Das einzelne Stärkekorn verändert sich nicht. Die Struktur der Maischesuspension ist nach 25 Minuten für den im Rahmen dieser Arbeit gewählten Versuchsaufbau, inklusive Einmischzeit und unabhängig vom Lösungsgrad, stabil. Die Lösung von viskositätsbeeinflussenden Stickstoffverbindungen bei normal gelöstem Grobschrot erfolgt innerhalb der 50 °C – Rast. Für die feindisperse Stärkekornsuspension konnte ein rheologisches Modell experimentell bestätigt werden. Der rheologische Formfaktor  $[\eta]_{\text{intrins}}$  für die nicht – zerkleinerten Stärkekörner wurde ermittelt. Die Volumenkonzentration der suspendierten Stärkekörner während der 50 °C bleibt konstant.

### 2. Teil:

Der Verkleisterungspunkt ist exakt zu bestimmen. Verkleisterung und Abbau der Stärkekörner laufen zeitlich versetzt ab. Die Quellung der Stärkekörner ist innerhalb der ersten drei Minuten, die Abbau – und Lösungsvorgänge hingegen erst nach 15 Minuten abgeschlossen. Nach der 62 °C – Rast ändert sich die Struktur sowohl in der fein – als auch in der grobdispersen Fraktion nicht mehr. Die Maischestruktur ist stabil und die Viskosität ändert sich nur noch in Abhängigkeit von der Temperatur.

Die Verkleisterung von schlecht gelöstem Grobschrotmalz ist bei gleicher Temperatur und zur gleichen Zeit wie bei normal gelöstem Grobschrot. Trotz höherer  $\beta$  – Glucan-konzentration in der Würze von schlecht gelöstem Malz ist die Würzeviskosität weiterhin im wässrigen Viskositätsbereich.

### 3. Teil:

Für die grobdisperse Fraktion konnte der Einfluss der Partikel – Partikel – Wechselwirkungen nach dem Verkleistern abgeschätzt werden. Die Strukturkräfte übersteigen die hydrodynamischen Kräfte innerhalb des Konzentrationsbereiches bis 1 : 2,8 nicht. Der Formfaktor der Grobschrotspelzen als Verhältnis aus minimalem und maximalem Feret'schen Durchmesser konnte für nasse Spelzen gemessen werden und ist über das gesamte Partikelkollektiv konstant.

## 5. Scherbeanspruchung der Würze und Zerkleinerung der Spelzen beim Maischen

### 5.1. Scherbeanspruchung der Würze beim Maischen

Die Versuche sollen Aufschluss darüber geben, ob durch die Scherbeanspruchung die Würzeviskosität verändert wird und auf was die Veränderung zurückzuführen ist. Dazu wurden folgende Hypothesen vor dem Hintergrund der bisherigen Veröffentlichungen (s. Kapitel 2.3.2) aufgestellt:

- Der Scherkräfteintrag führt zu einer größeren Freilegung von Zellwandmaterial und zu einer verbesserten Angreifbarkeit des  $\beta$ -Glucans. Die  $\beta$ -Glucanolyase löst mehr  $\beta$ -Glucan. Es kommt zu einer Viskositätserhöhung ohne Strukturänderung.
- Der Scherkräfteintrag führt zu einer höheren  $\beta$ -Glucankonzentration mit zusätzlicher  $\beta$ -Glucanbildung nach Bild 2.14 und dadurch zur Viskositätserhöhung.

Die Viskositätsänderung der Würze durch hohe Scherbeanspruchung wurde mit dem Versuchsaufbau nach Kapitel 3.4 und einem Ultraturrax der Fa. IKA ( $n = 20000 \text{ U / min.}$ ;  $d_d = 5 \text{ mm}$ ) untersucht.

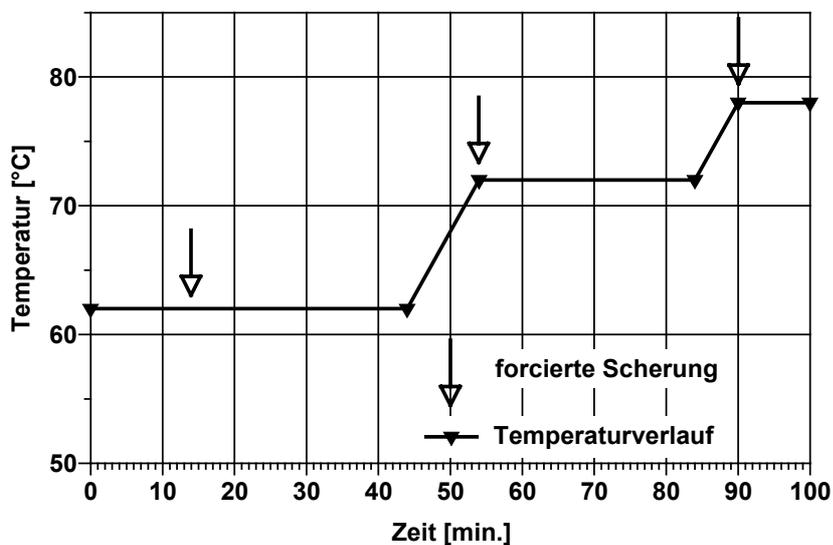


Bild 5.20: Temperaturverlauf des Hochkurzmaisverfahrens mit Zeitpunkten der forcierten Scherung

Ein normal gelöstes Grobschrot wurde bei 62 °C eingemaischt (14 Minuten), 30 Minuten bei 62 °C gehalten auf 72 °C hochgeheizt, 20 Minuten gehalten, auf 78 °C hochgeheizt und abschließend 10 Minuten bei 78 °C gehalten (Schüttung = 1 : 3,5). Am Anfang jeder Rast wurde der Ultraturrax in die Maische eingetaucht und die Maische 2 Minuten bei 20 000 U / min geschert (s. Bild 5.20). Am Ende jeder Rast wurde die

Würzeviskosität nach Kapitel 3.4.2 gemessen. Am Ende des Maischprozesses wurden in den Würzen der  $\beta$  – Glucangehalt nach Kapitel 3.8 bestimmt. Abschließend wurde geläutert und die Läuterzeit gemessen.

Um die messbare Viskositätserhöhung eindeutig auf die  $\beta$  – Glucane zurückzuführen, wurden die gescherten Würzeviskositäten mit identisch scherbelastrten Würzen verglichen, in die thermostabile  $\beta$  – Glucanase im Überschuss zugegeben wurde.

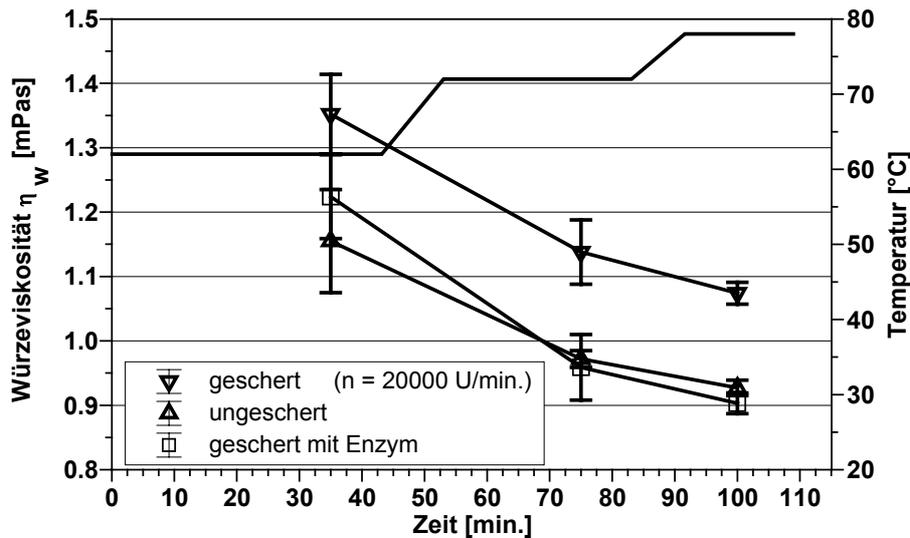


Bild 5.1: Würzeviskositätsverlauf eines Hochkurzmaisverfahrens mit und ohne Scherbelastung

In Bild 5.1 ist die Würzeviskosität in Abhängigkeit von der Zeit, Temperatur, Scherung und  $\beta$  – Glucanasezusatz aufgetragen.

Die Zugabe der  $\beta$  – Glucanase zeigt, dass die signifikante Viskositätserhöhung durch die Scherung eindeutig auf die  $\beta$  – Glucane zurückzuführen ist. Die gescherte Würze mit  $\beta$  – Glucanase hat die gleiche Viskosität wie die Referenzwürze (ungeschert).

Tabelle 5.1:  $\beta$  – Glucankonzentrationen der Würzen mit und ohne Scherbelastung und ohne  $\beta$  – Glucanase (Maischende)

Versuch	$\beta$ – Glucangehalt [mg / l]
ungeschert / ohne $\beta$ – Glucanase	128 $\pm$ 35
geschert / ohne $\beta$ – Glucanase	232 $\pm$ 37

In Tabelle 5.1 ist eine signifikante Zunahme der  $\beta$  – Glucankonzentration bei der gescherten Maische im Vergleich zur ungescherten Maische festzustellen. Nach Gleichung (2.37) hat die Schubspannung am Ultraturrax bei 20000 U / min. (mit

$u_e = \pi \cdot d_d \cdot n$  und  $\rho = 1100 \text{ kg / m}^3$ ) eine Größenordnung von 30000 Pa. Aus den Ergebnissen kann gefolgert werden, dass die hohe Schubspannung eine größere Freilegung des Zellwandmaterials bewirkt. Die Anzahl von Esterbindungen zwischen  $\beta$  – Glucanen und Proteinen, die von der  $\beta$  – Glucansolubilase gespalten werden können, wird erhöht. Abbauprodukt ist das  $\beta$  – Glucan, das analytisch mit einer höheren Konzentration in der gescherten Maische nachgewiesen werden konnte.

Die Analyse der scherbeanspruchten Maischen auf  $\beta$  – Glucangele durch Kreis [96] sollte Aufschluss darüber geben, ob die hohe Schubspannung zusätzlich molekulare Veränderungen am  $\beta$  – Glucan verursacht. Die Ergebnisse von Kreis [96] zeigen keinen eindeutigen Nachweis von  $\beta$  – Glucangelen für die scherbelasteten Proben. Aus den bisherigen Experimenten kann damit nicht eindeutig gezeigt werden, ob die Scherbelastung der Maische zu einer Gelbildung führt.

## 5.2. Zerkleinerung der Spelzen

Trotz gleicher Würzeviskosität der ungescherten Würze und der Würze nach Scherung und Enzymzusatz war die anschließende Läuterzeit dreimal so lang wie beim Referenzsud (113 min.). Die Ursache für die längere Läuterung muss demnach in der grobdispersen nicht – löslichen Spelzenfraktion zu finden sein, die den Treberkuchen ausbildet. Durch die Scherung vom Ultraturrax werden die Spelzen zerkleinert, was optisch bestätigt werden konnte. Die Größe und die Form der Spelzen zeigen demnach einen großen Einfluss auf die Durchlässigkeit des Treberkuchens bei gleicher Würzeviskosität. Da die Zerkleinerung der Spelzen durch den Ultraturrax sehr ungleichmäßig erfolgt, wurden zur Charakterisierung die zerkleinerten Spelzen vom Labor – Feinschrot verwendet.

Genau wie in Kapitel 4.15 für Grobschrotspelzen wurden Feinschrotspelzen trocken und nass analysiert (s. Anhang 11.8) und mit den Ergebnissen vom Grobschrot verglichen. Der Vergleich soll zeigen, welche Partikelmerkmale beim Zerkleinern der Spelzen sich ändern.

Tabelle 5.2: Vergleich der Formfaktoren und der Anzahl der Spelzen

Schrot	$f_{\text{Fläche}}$	$x_{50,0}$ (Feret <sub>min</sub> )	Anzahl
Grobschrotspelzen	0,575	2,9	282
Feinschrotspelzen	0,585	1,6	1103

Tabelle 5.2 zeigt, dass sowohl bei Feinschrot – als auch bei Grobschrotspelzen der Faktor  $f_{\text{Fläche}}$  gleich ist. Die Zerkleinerung von der Grob – zur Feinschrotspelze führt zu keiner wesentlichen Änderung der Form bezogen auf die Fläche. Entscheidend ist die Größenabnahme, wie am  $x_{50,3}$  gezeigt werden konnte.

Die quantitative Bestimmung der Partikelmerkmale sowohl vom Fein – als auch vom Grobschrot in Kombination mit den Läuterversuchen bestärken die Hypothese von Bühler und Miedaner, dass die grobdisperse Fraktion der Maische durch hohe Scherraten geschädigt wird und die Zerkleinerung entscheidend die Läuterung der Würze beeinträchtigt.

## **6. Ergebnisse für Feinschrotmaischen**

Aufgrund der Schädigung von Spelzen während des Prozesses und der Anwendung feinvermahlener Schrote in der Praxis, war es von Interesse, die Feinschrote auf die gleichen Merkmale wie das Grobschrot zu analysieren und die Unterschiede herauszuarbeiten. Die Durchführung der Versuche erfolgt identisch zu denen des Grobschrotes (s. Kapitel 4). Die Vergleiche von Maische – und Würzeviskosität bei Infusions – und Isothermmaischen für gut gelöstes Feinschrotmalz bestätigen die Ergebnisse vom Grobschrot. Beim Feinschrot stellte sich nach 25 Minuten eine stabile Struktur beim isothermen Maischen ein. Unabhängig vom vorangegangenen Temperatur – und Zeitverlauf waren die Maische – und Würzeviskositäten von Infusions – und Isothermmaische gleich, so dass auch bei Feinschrotmaischen die strukturellen Änderungen in Abhängigkeit von der Temperatur erfolgen. Die Messwerte können dem Anhang 11.7 entnommen werden.

### 6.1. Disperse Phase vor und nach der Verkleisterung

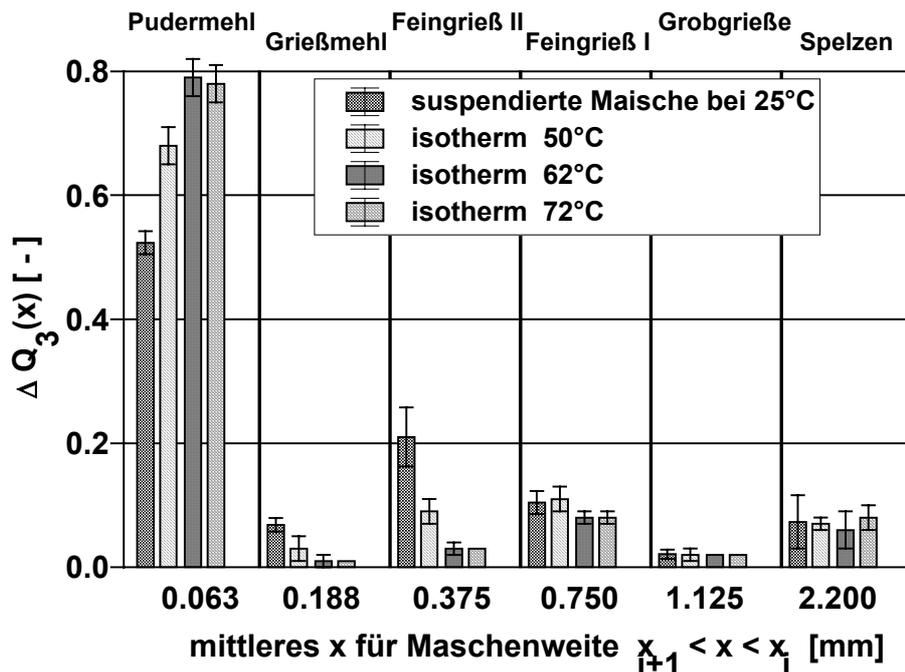


Bild 6.1: Veränderung der Partikelfractionen von normal gelösten isothermen Feinschrotmaischen (normal gelöst)

Die Fraktionen  $x = 2,200$ ;  $1,125$  und  $0,750$  mm in Bild 6.1 verändern sich in einem Temperaturbereich zwischen  $25\text{ °C}$  und  $72\text{ °C}$  nicht. Im Vergleich zum Grobschrot (s. Bild 4.9) sind die Mehlkörper bereits durch die Feinvermahlung zerfallen, so dass die Benetzung mit Wasser (Suspendierung) keine Veränderungen in den groben Fraktionen hervorbringt. Der Abbau der Mehlkörper in den feinen Fraktionen ( $x = 0,375$  und  $0,188$  mm) und schließlich der Abbau der Stärkekörner ist mit Abschluss der  $62\text{ °C}$  – Rast genau wie beim Grobschrot beendet. Die Mengenanteile bleiben bei Temperaturen über  $62\text{ °C}$  konstant. In den Fraktionen  $x = 0,188$  und  $0,375$  mm verbleibt ein Rest an Spelzensplittern zwischen  $1 - 3\%$ . Der größte Anteil der Spelzen verteilt sich zu je  $8\%$  auf  $x = 0,750$  mm und  $x = 2,200$  mm.

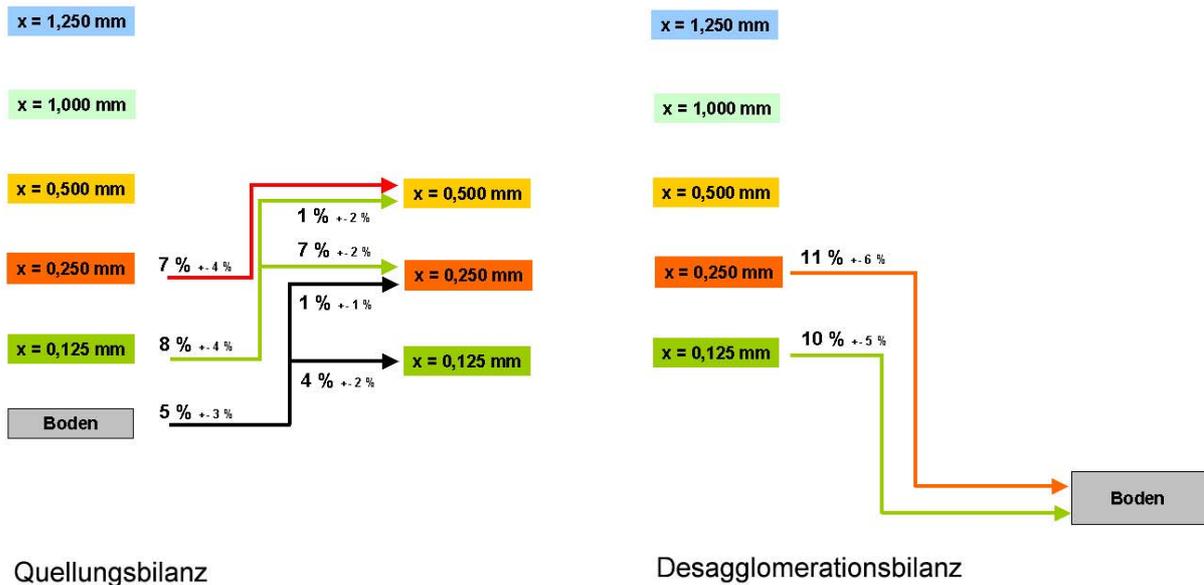


Bild 6.2: Quellungs – und Desagglomerationsbilanz für Feinschrot (normal gelöst)

Die Quellungs – und Desagglomerationsbilanz bei Feinschrot in Bild 6.2 zeigt, dass die ersten drei Fraktionen (Siebmaschenweiten: 0,500 mm – 1,250 mm) durch das Suspendieren unverändert bleiben. Die Quellung der zerkleinerten Spelzen innerhalb dieser Fraktionen ist quantitativ nicht messbar. Insgesamt 21 % der trocken zermahlene Feingrieße II und des Grießmehls (Siebmaschenweiten: 0,250 mm und 0,125 mm) zerfallen durch die Suspendierung zu Pudermehl (Bodenfraktion). Die Mehlkörper aus den unterlöst Malzkornbereichen quellen von der Feinstfraktion und der Grießmehlfraktion in die nächst höheren Fraktionen und werden bis zum Erreichen der 62 °C – Rast abgebaut. Die verbleibenden Rückstände auf den Sieben nach der Verkleisterung konnten als Spelzenfraktionen durch optische Kontrolle bestätigt werden.

## 6.2. Würzeviskosität vor der Verkleisterung bei Feinschrot

Innerhalb der 50 °C – Rast steigt die Würzeviskosität der Feinschrotwürze leicht an, was auf die Lösung von Proteinverbindungen zurückzuführen ist (s. Tabelle 11.13). Entsprechend der Würzeviskosität von Grobschrot vor der Verkleisterung soll das Rheologiemodell mit Gleichung (2.11) auch für die Feinschrotwürzen angewendet werden. Dazu werden folgende Annahmen in Anlehnung an die Ergebnisse vom Grobschrot (s. Kapitel 4.13) getroffen:

- Die Stärkekörner als Primärpartikeln in der Suspension werden durch die feinere Vermahlung des Schrottes nicht zerkleinert. Somit muss  $[\eta]_{\text{intrins}} = 3,5$  weiterhin gelten.

- Die maximale Packungsdichte der Stärkekörner bleibt bei  $\phi_{\max} = 0,61$
- $\eta_{fla50^{\circ}\text{C}} = 0,619$  mPas und  $\eta_{fle50^{\circ}\text{C}} = 0,72$  mPas

Tabelle 6.3: Vergleich Feinschrotwürzen (normal gelöst) unterschiedlicher Konzentration mit Gleichung (2.11) gerechnet und gemessen

Volumenkonz. $\phi_t$	Rast	gerechnet	gemessen
0,065	50 °C – Anfang	0,787	$0,816 \pm 0,070$
	50 °C – Ende	0,916	$0,892 \pm 0,023$
0,115	50 °C – Anfang	0,967	$1,018 \pm 0,088$
	50 °C – Ende	1,125	$1,129 \pm 0,067$
0,140	50 °C – Anfang	1,080	$1,085 \pm 0,045$
	50 °C – Ende	1,256	$1,133 \pm 0,046$

Tabelle 6.3 stellt die gerechneten Werte mit den oben getroffenen Randbedingungen den gemessenen Werten gegenüber. Die Würzeviskosität für Feinschrot vor der Verkleisterung lässt sich gut mit dem Suspensionsmodell berechnen. Es darf angenommen werden, dass die Stärkekörner unbeschadet die Feinvermahlung überstehen.

Im nächsten Schritt wurde ein noch feiner vermahlene Malz gemessen, das aus dem Versuchsschrot von Schneider [7] stammt ( $x_{75,3} = 40 \mu\text{m}$ ). Aufgrund der langen Filtrationszeit bei der Probennahme aus dem Maischbottich, konnten nur die Viskosität am Ende der 50 °C – Rast mit den gerechneten Werten verglichen werden.

Tabelle 6.4: Vergleich Feinschrotwürzen (normal gelöst) unterschiedlicher Konzentration mit Gleichung (2.11) gerechnet und gemessen

Volumen-konz. $\phi_t$	Rast	gerechnet	gemessen
0,090	50 °C – Ende	1,014	$1,042 \pm 0,031$
0,113	50 °C – Ende	1,114	$1,115 \pm 0,031$

Die Übereinstimmung von gerechnetem und gemessenem Wert in Tabelle 6.4 gibt eine weitere Bestätigung für die Annahme, dass auch bei dieser Form der Vermahlung (Strahlmühle) das Stärkekorn nicht zerkleinert wurde.

### 6.3. Viskositätsverlauf der Feinschrotmaische im Vergleich zur Grobschrotmaische

Durch die erfolgreiche Anwendung des Rheologiemodells auf feindisperse Suspensionen von Kapitel 4.13 soll die Gleichung (2.11) für die grobdispersen Spelzen nach der Verkleisterung ebenfalls Anwendung finden. Dazu soll ein rheologischer Formfaktor  $[\eta]_{\text{intrins}}$  für Grob – und Feinschrotspelzen ermittelt werden. Es darf angenommen werden, dass  $[\eta]_{\text{intrins}}$  für die beiden Spelzenformen gleich ist, da die Bildanalyse die gleiche Form der Partikeln ergab (s. Tabelle 5.2).

Tabelle 6.5: Vergleich der Viskositäten von Grob – und Feinschrotmaische

Maischeviskosität [mPas]	Schrot (1:2,8) (normal gelöst)	
	fein	grob
Prozess		
Beginn 50°C – Rast	29 ± 3	297 ± 16
Ende 50°C – Rast	28 ± 6	224 ± 14
62°C – Rast (Ende)	25 ± 4	129 ± 16
72°C – Rast	27 ± 5	119 ± 17
78°C – Rast	19 ± 5	80 ± 10

Der Vergleich in Tabelle 6.5 zeigt, dass die Maischeviskositäten von Feinschrotmaische über den gesamten Maischprozess kleiner sind. Dies kann nach Gleichung (2.11) folgende Gründe haben:

- $\phi_{\text{max}}$  von Grobschrot ist kleiner als von Feinschrot
- $\phi_{\text{t}}$  von Feinschrot ist kleiner als von Grobschrot

In der Literatur gibt es bisher keine Angaben über maximale Packungsdichten  $\phi_{\text{max}}$  von Spelzen. Daher wurden Messungen nach der in der Literatur angegebenen Zentrifugenmethode zur Bestimmung von  $\phi_{\text{max}}$  durchgeführt [38]. Dabei werden Maischen 1 h bei 3500 U / min. zentrifugiert und die Höhe des aussedimentierten Feststoffvolumens  $V_{\text{gesamt}}$  gemessen (Versuchsdurchführung s. Anhang 11.9). Für die Auswertung der Messungen wurde davon ausgegangen, dass in erster Näherung der Verlust vom Wasservolumen durch Wasseradsorption in Spelzen zu vernachlässigen ist.

Tabelle 6.6: Vergleich von  $\phi_{\max}$  und  $V_{\text{fest}}$  mit Konfidenzbereich für Fein – und Grobschrot nach der Verkleisterung

<b>Isotherme Maischen bei 72°C (normal gelöst)</b>		
<b>Schrot</b>	$\phi_{\max}$	$V_{\text{fest}} [\text{m}^3] \cdot 10^{-6}$
Feinschrot	$0,14 \pm 0,02$	$2,61 \pm 0,8$
Grobschrot	$0,14 \pm 0,03$	$3,70 \pm 0,8$

In Tabelle 6.6 werden die maximalen Packungsdichten und das Feststoffvolumen von Fein – und Grobschrotmaischen nach der Verkleisterung verglichen. Die Berechnung der maximalen Packungsdichte und des Feststoffvolumens aus der Zentrifugenmethode ist Anhang 11.9 zu entnehmen. Die maximale Packungsdichte von Fein- und Grobschrot ist gleich. Das Volumen der Feinschrotspelzen hingegen nimmt ein kleineres Volumen in der Suspension ein als die Grobschrotspelzen bei gleicher Ausgangsmenge (Schüttung). Aufgrund der Überschneidung der Konfidenzintervalle ist dieser Unterschied mit einer Sicherheit von 95 % nicht signifikant. Das heißt, die Ursache für die niedrigere Viskosität von Feinschrotmaische mit einer geringeren Volumenkonzentration von  $V_{\text{fest}}$  zu begründen, gelingt nur tendenziell. Dennoch geben die Ergebnisse Anlass dazu, die Größenordnung der Viskosität von Grob – und Feinschrotmaische aus den Messwerten rechnerisch zu ermitteln.

Die Volumenkonzentration  $\phi_t$  der Fein – und Grobschrotmaische nach der Verkleisterung (stabiler Zustand) wird aus dem Verhältnis von  $V_{\text{fest}}$  (s. Tabelle 6.6) und dem Gesamtvolumen der Suspension für das Schüttungsverhältnis 1 : 2,8 berechnet.  $\phi_t$  und  $\phi_{\max}$  werden in Gleichung (2.11) eingesetzt. Für die Viskosität der kontinuierlichen Phase  $\eta_{\text{fl}}$  wird die gemessene Würzeviskosität  $\eta_w$  bei 72°C (Schüttung: 1 : 2,8) eingesetzt (s. Tabelle 11.13 für Feinschrot und Tabelle 11.10 für Grobschrot). Die Maischeviskosität wurde experimentell mit dem Laborreaktor gemessen (s. Kapitel 4.3) und wird mit der Suspensionsviskosität  $\eta$  in Gleichung (2.11) verglichen.

Die letzte Unbekannte ist die intrinsische Viskosität  $[\eta_{\text{intrins}}]$ . Tabelle 6.7 zeigt, dass mit einer angenommenen intrinsischen Viskosität von  $[\eta_{\text{intrins}}] = 49$  die nach Gleichung (2.11) gerechneten Maischeviskositäten mit den gemessenen Maischeviskositäten sowohl für Grob – als auch für Feinschrotmaische (normal gelöst) gut übereinstimmen.

Tabelle 6.7: Vergleich der gerechneten und gemessenen Viskositäten von Grob – und Feinschrotmaische (1 : 2,8)

<b>Maischeviskosität [mPas]</b>	<b>Grobschrot</b>	<b>Feinschrot</b>
72°C – Rast gemessen	119 ± 17	27 ± 5
72°C – Rast gerechnet	129	21

Die Annahme, dass der rheologische Formfaktor  $[\eta]_{\text{intrins}}$  für die unterschiedlich vermahlene Spelzen gleich ist, wird bestätigt. Das Ergebnis zeigt, dass das Rheologiemodell von Ball und Richmond auf die grobdisperse Suspension für normal gelöste Schrote nach der Verkleisterung übertragbar ist.

## 7. Schlussfolgerungen

Die Ergebnisse der Fein – und Grobschrotmaischen ermöglichen erstmalig eine Charakterisierung der heterogenen Suspension Maische. Durch die entwickelten und modifizierten Analysemethoden können Quellung, Desagglomeration, Verkleisterung und Lösungsprozesse während des Maischen quantifiziert werden. Quellung und Desagglomeration der grobdispersen löslichen und nicht – löslichen Fraktionen der Maische können in Abhängigkeit von der Temperatur bilanziert werden.

Nach Beendigung der 62 °C – Rast ändert sich die Partikelgrößenverteilung in der Maische nicht mehr. Bezogen auf den Aufheizvorgang der Maische in einem Temperaturbereich zwischen 50 °C und 72 °C ist die Temperatur der entscheidende Parameter für die strukturellen Veränderungen sowohl in der kontinuierlichen als auch dispersen Phase von Maischen mit normal gelöstem Malz. Nach der Verkleisterung ändert sich die Viskosität der kontinuierlichen Phase nur noch in Abhängigkeit von der Temperatur.

Das Einmaischen von trockenzerkleinertem Grobschrot hat gezeigt, dass bei normal gelöstem Malz durch die Benetzung und das Durchdringen der groben Mehlkörper mit Wasser ein großer Teil der Grobgrieße bereits bei Zimmertemperatur zerfällt (21 % im Vergleich zum Trockenschrot). Die Zerkleinerungsenergie für die mechanische Pulverisierung der Mehlkörper kann demnach durch das Einmaischen erfolgen und somit gespart werden.

Die Verkleisterungs – und die enzymatischen Lösungsvorgänge bei Erreichen der Verkleisterungstemperatur können mit dem selbstentwickelten Probennehmer zeitlich differenziert werden. Die Ergebnisse zeigten, dass die viskositätsbeeinflussenden enzymatischen Lösungen erst nach der Verkleisterung beginnen und nach 15 Minuten abgeschlossen sind. Verkleisterung und enzymatische Lösung setzen nicht gleichzeitig ein.

Auf der Grundlage von Einsteins Suspensionsmodell kann die gemessene Viskosität der fein – und grobdispersen Fraktion der Maischesuspension im stabilen Zustand berechnet werden. Der rheologische Einfluss der spezifischen Partikelform der Stärkekörner und der Spelzen kann durch die intrinsische Viskosität (rheologischer Formfaktor) bestimmt werden. Die Volumenkonzentration der rheologisch relevanten Feststoff – Fraktionen im fein – und grobdispersen Bereich der Maische leitet sich aus den Ergebnissen der Quellungs – und Desagglomerationsbilanz (Nasssiebung) ab. Damit

ist es möglich, die Maischeviskosität für Fein – und Grobschrot in Abhängigkeit von der Volumenkonzentration und der intrinsischer Viskosität rheologisch zu beschreiben.

Die Bildanalyse der trockenen und nassen Spelzen ermöglicht, die Partikelform von Grob –und Feinschrot durch geometrische Größen zu charakterisieren. Für die grob und fein vermahlene Spelzen nach MEBAK [68] konnte gezeigt werden, dass die Form der Partikeln gleich bleibt und nur die Größe der Partikeln abnimmt.

Der Vergleich der intrinsischen Viskosität verschieden fein vermahlener Malzschrote hat gezeigt, dass die industriell angewendeten Feinzerkleinerungen das einzelne Stärkekorn nicht zerkleinert. Daraus folgt, dass keine Vergrößerung der Angriffsfläche mit der erhofften Ausbeutesteigerung beim Maischen zu erwarten ist. Trotz feinerer Vermahlung bleibt die intrinsische Viskosität des Stärkekorns gleich. Die Bildanalyse des einzelnen Stärkekorns in Abhängigkeit von Zeit und Temperatur brachte Aufschluss über die Vergrößerungsgeschwindigkeit und schließlich die Auflösung des Stärkekorns während der Verkleisterung.

Die Konzentrationen der bei Scherdeformation rheologisch relevanten gelösten Inhaltsstoffe in der Würze für die untersuchten normal und schlecht gelösten Malze sind über die gesamte Maischzeit gering und führen zu Viskositäten im wässrigen Viskositätsbereich.

Die Veränderungen der Maische durch forcierten Schereintrag wurden mit dem entwickelten Versuchsaufbau analytisch und rheologisch diskutiert. Die Scherbelastung innerhalb des Maischprozesses führte zu einer Erhöhung der  $\beta$  – Glucankonzentration. Die Veränderung der molekularen Struktur der  $\beta$  – Glucane durch Nachweis von  $\beta$  – Glucangelbildung konnte innerhalb der Genauigkeit der verwendeten Messanalytik nicht nachgewiesen. Für weiterführende Arbeiten wird daher empfohlen, mit einem schlecht gelösten Malz, in der die Ausgangskonzentration an  $\beta$  – Glucanen höher ist, die Versuche zu wiederholen.

Die energetische Abschätzung der Partikel – Partikelwechselwirkungen zeigte, dass das Fließverhalten innerhalb des praktisch relevanten Konzentrationsbereiches nach der Verkleisterung keine Abweichung vom Newtonschen Fließverhalten hat. Die rechnerisch ermittelte mittlere Energie für Partikel – Partikelwechselwirkungen überstieg nicht die hydrodynamische Energie. Zusammenfassend kann für die Maischsuspensionen festgestellt werden, dass im untersuchten Konzentrationsbereich keine Abweichung vom Newtonschen Fließverhalten festzustellen war.

## 8. Zusammenfassung

Die strukturellen Eigenschaften der Maische wurden in einem Rührsystem in Abhängigkeit von Zeit, Temperatur, Konzentration und Vermahlungsgrad gemessen. Für die zeitgleiche Messung der Viskosität der kontinuierlichen Phase während des Maischens wurde ein Probennehmer für die Fest / Flüssigtrennung konstruiert. Bei der Konstruktion des Probennehmers kam es darauf an, eine schnelle und definierte Maischefiltration bei der jeweiligen Rasttemperatur mit sofortiger Vermessung der separierten Probe durchzuführen. Die Veränderung der dispersen Phase in Abhängigkeit von Zeit und Temperatur wurde mit einem am Lehrstuhl konstruierten Nasssiebturm nach dem Vorbild der vollautomatischen Nasssiebanlage der TH Karlsruhe durchgeführt (Siebmaschenweiten nach MEBAK ). Mit Hilfe einer modifizierten Methode der Bildanalyse konnten Quellung und Größenzunahme der nassen nicht – löslichen Spelzen durch geometrische Parameter bestimmt werden.

Die Ergebnisse der Nasssiebung geben quantitativ die Veränderung der dispersen Phase durch Quellung, Desagglomeration und Lösung in Abhängigkeit vom Zerkleinerungsgrad wider. Die Trennung in kontinuierliche und disperse Phase ermöglicht die Abschätzung der hydrodynamischen Kräfte und der Partikel – Partikel – Wechselwirkungs - Kräfte in der Maischesuspension. Die Viskosität der kontinuierlichen Phase liegt um Größenordnungen niedriger als die Maischeviskosität. Die Würze ist sowohl bei schlecht als auch normal gelösten Malzen im wässrigen Viskositätsbereich. Die Maischeviskosität wird entscheidend durch die grobdisperse Feststofffraktion beeinflusst. Mit dem Konzept der Aufteilung der dissipierten Energie unter einem mittleren Schergefälle nach Sommer konnte innerhalb des praxisrelevanten Volumenkonzentrationsbereiches von Maischen berechnet werden, dass die Partikel – Partikel – Kräfte die hydrodynamischen Kräften nicht übersteigen. Die strukturelle Stabilität von Maischen in Abhängigkeit vom Temperatur – Zeitverlauf konnte beurteilt werden.

Mit Hilfe der modifizierten Einstein – Gleichung für Suspensionen ließ sich der rheologische Einfluss der Stärkekörner in der kontinuierlichen Phase vor der Verkleisterung sehr gut beschreiben. In das Modell gehen die Parameter Volumenkonzentration, Partikelform und Flüssigkeitsviskosität ein. Nach der Verkleisterung konnte der Einfluss der nicht – löslichen Spelzenfraktion in der stabilen Maischesuspension mit dem gleichen rheologischen Modell, entsprechend auf die Spelzenpartikelform angepasst, berechnet und messtechnisch bestätigt werden. Es konnte damit gezeigt werden, dass

die Einstein – Gleichung sowohl für fein – als auch grobdisperse und nicht – sphärische Partikeln in Suspensionen am Beispiel der Maische angewendet werden kann. Mit der Bildanalyse der feuchten Spelzen ist die messtechnische Grundlage geschaffen worden, die Spelzen anhand von Partikelmerkmalen zu charakterisieren. Damit könnten Schäden durch extreme Beanspruchungen der Spelzen im Produktionsablauf, wie z.B. Zerkleinerung (Nass- und Trockenvermahlung) und Transport (Rohr – und Pumpenströmung) gemessen werden. Durch Untersuchungen der Verarbeitungseigenschaften von verschiedenen Schrotzusammensetzungen Rückschlüsse auf einen optimalen Vermahlungsgrad bilden, der eine verbesserte Läuterarbeit erlaubt und damit den zeitlichen Ablauf im Sudhaus beschleunigt.

Die Untersuchungsmethoden lassen sich auf andere im Ausland verwendete Cerealien (z.B. Reis, Mais und Hirse) anwenden und ermöglichen für zukünftige Arbeiten, die dispersen und rheologischen Eigenschaften der Suspensionen in Abhängigkeit von Temperatur, Konzentration und Zeit zu bestimmen.

## 9. Summery

A measuring system has been developed in order to measure the parameters required to characterise the rheological properties of the mash: viscosity and density of the continuous phase, particle size distribution, particle concentration and particle shape of non – soluble particles during the mashing process. For that purpose, a laboratory reactor was set up which, in addition to providing power input into the suspension (mash), simultaneously measures the viscosity of the filtered wort (continuous phase) in the stirred medium. Static pressure filtration was found to be suitable for solid/liquid separation within the process for measuring viscosity of the continuous phase. A wet sieve stack has been constructed in order to detect the particle fractions during mashing process. Using the image analysis the plate – shaped cellulose fibres in the suspension were able to detect.

The analytical methods provide the basis for characterisation mash rheologically as a suspension. Further on, swelling, disintegration and gelatinization of the endosperm components were able to detect. The viscosity dependency from solid volume fraction, maximum packing density and shape of starch granules can be described by the modified Einstein –equation for asymmetric particles. The modified Einstein – equation was verified with the experimental results for different volume concentrations. Mash viscosity is mainly influenced by coarse solid components. A method of Sommer allows the separation of energy dissipation into energy dissipation caused by direct particle-particle interaction and into energy dissipation caused by viscous flow. Within the concentration range of practical relevance the energy dissipation caused by particle-particle interaction is negligible.

By means of detecting the intrinsic viscosity for starch granules it was able to prove that time and temperature rests below the gelatinisation temperature have no influence on barley starch granules.

For the insoluble fraction after gelatinisation the modified Einstein – Equation was confirmed. Maximum packing density of coarse and fine fibres was measured with the centrifugation method. Because of the lower maximum packing density of the coarse husks the suspension viscosity is higher compared to the fine husks. The intrinsic viscosity of coarse and fine fibres is the same. Image analysis confirmed that coarse and fine fibres have the same shape. By means of the measuring system further investigations with other starch and cellulose suspensions are possible.

## 10. Literatur

- [1] Lotz, M.: Neue Maischefiltrationstechnik für das Verarbeiten von Pulverschrot. Freising-Weihenstephan, TU München, Dissertation, 1997
- [2] Glennie Holmes, M.: Uses for the rapid viscoanalyzer in a brewery. Technical Quarterly of the MBAA, Vol. 32 (1995), Nr.2, S. 72 – 75
- [3] Kempf, W.; Kalender, G.: Möglichkeiten einer Standardisierung von Viskositätsmessungen zur vergleichenden Beurteilung der rheologischen Eigenschaften und des rheologischen Verhaltens der Stärke. Stärke (1972), Nr. 24, S. 220 – 222
- [4] Stahlbohm, J.: Dynamische Mikrofiltration von Maische. Freising-Weihenstephan, Technische Universität München, Fakultät für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Diplomarbeit, 1994
- [5] Resch, A.: Entwickeln eines Filtrationsmodelles für die Scherspaltfiltration von Maische. Freising-Weihenstephan, Technische Universität München, Fakultät für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Diplomarbeit, 1994
- [6] Schöffel, F.: Rühren der Maische, ein spezieller verfahrenstechnischer Grundvorgang. Brauwissenschaft (1978), Nr. 1, S. 4 – 10
- [7] Schneider, J.: Dynamische Mikrofiltration von Feinstschrotmaische mit oszillierenden Membranen. Freising-Weihenstephan, TU München, Dissertation, 2001
- [8] Kunert, M.: Erfassung und statistische Auswertung möglicher technologischer Einflussfaktoren hinsichtlich der Gushing – Problematik. Freising – Weihenstephan, Technische Universität München, Fakultät für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Diplomarbeit, 2000
- [9] Kamerloher, H.: Untersuchung von Rührwerken für Maischgefäße. Fachhochschule München, Fachbereich 03 – Maschinenbau, Diplomarbeit, 1997
- [10] Herrmann, J.: Experimentelle Untersuchungen von Maischerührern, Viskositätsmessungen von Läuterbottichschrotmaischen und Modellierungsversuch der Maischeviskosität. Freising – Weihenstephan, Technische Universität München, Fakultät für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Diplomarbeit, 1997
- [11] Steinacker, T.: Parameteruntersuchung an ausgewählten Rührorganen für den wirtschaftlichen Einsatz in Maischebehältern. Fachhochschule Würzburg, Fachbereich Maschinenbau / Wirtschaftsingenieurwesen, Diplomarbeit, 1996
- [12] Narziß, L.: Die Bierbrauerei – Die Technologie der Würzebereitung. 6. Aufl. Stuttgart: Enke, 1985
- [13] Kunze, W.: Technologie Brauer und Mälzer. 7. Aufl. Berlin: VLB, 1994
- [14] Andrews, J.M.H.: Shear forces in brewhouse operations. Proc. 5th C & SA Sect. Victoria Falls 1995, S. 127 – 132
- [15] Biedermann, A.; Henzler, H.-J.: Beanspruchung von Partikeln in Rührreaktoren. Chem.-Ing.-Techn. 66 (1994), Nr. 2, S.209 – 211
- [16] Bals, A.; Hinrichs, J.; Kessler, H.G.: Destabilisierung von Fettkugeln beim Rühren. Deutsche Milchwirtschaft. 50 (1999), Nr. 1, S. 137 – 139
- [17] Shamlou, P.; Gierczycki, A.; Titchener-Hooker, J.: Breakage of flocs in liquid suspensions agitated by vibrating and rotating mixers. The Chemical Engineering Journal (1994), Nr.62, S. 23 – 34

- 
- [18] Brauwelt Nachrichten. Brauwelt (1999), Nr. 37/38, S. 1699
- [19] Herrmann, H.; Kantelberg, B.; Wiesner, R.; John, L.: Aspekte des idealen Rührwerks für Maischgefäße. Brauindustrie (1997), Nr. 5, S. 287 – 289
- [20] Gscheidtmeyer, A.: Wärmedurchgangskoeffizienten von Maischbottichpfannen. Freising – Weihenstephan, Technische Universität München, Fakultät für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Diplomarbeit, 2000
- [21] Goldammer, T.: The Brewers' Handbook. Virginia: Apex Publishers, <http://www.beer-brewing.com/mashing/infusion-mashing.htm>, 2001
- [22] Schwill – Miedaner, A.: Derzeitige Schwerpunkte der Brauereitechnologie. Der Weihenstephaner (2002), Nr. 1, S. 21 – 28
- [23] Schwill – Miedaner, A.: Ausgewählte Aspekte zur Technologie der Würzebereitung. Freising-Weihenstephan, Technische Universität München, Fakultät für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Habilitationsschrift, 2000
- [24] Schwill – Miedaner, A.; Einsiedler, F.; Sommer, K.: Untersuchungen zur Zeitoptimierung von Maischverfahren. Brauwelt (1998), Nr. 12, S. 466 – 471
- [25] Herzog, T.: Technologische Untersuchungen zum Vergleich von Zerkleinerungsverfahren in der Brauindustrie mit dem Dispergiergerät DISPAX –REACTOR anhand von Viskositäts- und Extraktanalysen. Freising-Weihenstephan, Technische Universität München, Fakultät für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Diplomarbeit, 1999
- [26] Einsiedler, F.: Experimentelle Untersuchung und Modellierung komplexer biochemischer und technologischer Prozesse am Beispiel des Maischens, Freising-Weihenstephan, TU München, Dissertation, 1998
- [27] Knöpfle, H.P.; Pfenninger, H.: Trockenschroten von Gerste. Schweizer Brauerei-Rundschau (1976), Nr. 8, S. 167 – 171
- [28] Schöffel, F.: Pulverisierung von Malz. Brauwissenschaft (1972), Nr. 10, S. 301 – 312
- [29] Fischer, S.: Optimierung der Walzeneinstellungen einer Sechswalzenmühle zur Herstellung definierter Schrotfraktionen. Freising – Weihenstephan, Technische Universität München, Fakultät für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Semesterarbeit, 1995
- [30] Dycka, J.; Kusche, M.: Untersuchung des Einflusses von Prozess – Parametern des Konditionierungsprozesses auf die technologischen Eigenschaften des Malzes zur Weiterverarbeitung in einer Nassvermahlung. Freising – Weihenstephan, Technische Universität München, Fakultät für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Semesterarbeit, 1998
- [31] Uhlig, K.; Vasquez, S.: Zur Messung des Schereffektes während des Maischens. Brauwelt (1991), Nr. 10, S. 328 – 329
- [32] Bühler, Th. M.: Effects of physical parameters in mashing on lautering performance. Loughborough, University Loughborough, Dissertation, 1996

- [33] Jek, B.: Einbindung und Scale – up eines Zerkleinerungsverfahrens in den Betriebsmaßstab einer Brauerei. Freising – Weihenstephan, Technische Universität München, Fakultät für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Diplomarbeit, 2000
- [34] Dickel, T.; Berngruber, G.; Krottenthaler, M.; Sacher, B.; Back, W. : Einfluss der Temperaturführung auf die Abbauvorgänge beim Maischen. Der Weihenstephaner (2002), Nr. 1, S. 30 – 33
- [35] Dickel, T.: Untersuchungen zur Zellwand –, Eiweiß – und Stärkelösung beim Maischen. 35. Technologisches Seminar (2002), Doktorandenkolloquium
- [36] Einstein, A.: Eine neue Bestimmung der Moleküldimensionen. Annual Phy. (1906), Nr.19, S. 289 – 305
- [37] Barnes, H.; Hutton, J.F.; Walters, K.: An Introduction to Rheology. 1. Aufl. New York: Elsevier, 1989
- [38] Schmitt, M.: Scher – und dehnreologische Untersuchungen an Suspensionen auf der Basis sphärischer Füllstoffe. Erlangen – Nürnberg, Universität Erlangen – Nürnberg, Dissertation, 2000
- [39] Batchelor, G.K.: The effect of Brownian motion on the bulk stress in a suspension of spherical particles. Journal of Fluid Mechanics (1977), Nr. 83, S. 97 – 117
- [40] Krieger, M.; Dougherty, T.H.: A Mechanism for non – Newtonian flow in suspensions of rigid spheres. Transactions of the Society of Rheology (1959), Nr. 3, S. 137 –152
- [41] Schubert, H.: Mechanische Verfahrenstechnik. 2. Aufl. Leipzig: VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1985
- [42] Sommer, K.: Physikalische Vorgänge beim Conchieren. Karlsruhe, Technische Hochschule, Fakultät für Chemieingenieurwesen, Dissertation, 1975
- [43] Saar, M.O.; Manga, M.; Cashman, V.; Fremouw, S.: Numerical models of onset of yield strength in crystal – melt suspensions. Earth and Planetary Science Letters (2001), Nr. 187, S. 367 – 379
- [44] Weipert, D.; Tscheuschner, H.-D.; Windhab, E.: Rheologie der Lebensmittel. 1. Auflage Hamburg: B. Behr’s Verlag, 1993
- [45] Hochstein, B.: Rheologie von Kugel – und Fasersuspensionen mit viskoelastischen Matrixflüssigkeiten. Karlsruhe, Technische Hochschule, Fakultät für Chemieingenieurwesen, Dissertation, 1997
- [46] Fischer, G.; Mitzscherling, M.; Becker, T.; Delgado, A.; Dickel, T.; Krottenthaler, M.; Back, W.: Development of a process control system for the optimisation of the cytolytic, proteolytic and amylolytic degradation during mashing. Proceedings of the 28<sup>th</sup> EBC Congress 2001
- [47] Schuster, K.; Narziss, L.; Kumada, J.: Über die Gummistoffe der Gerste und ihr Verhalten während der Malz – und Bierbereitung. Brauwissenschaft (1967), Nr. 20, S. 185 – 208
- [48] Narziß, L.; Litzenburger, K.: Malzqualität, Maischintensität und Gummistoffgehalt. Brauwissenschaft (1977), Nr. 30, S. 264 – 269
- [49] Scott, R.W.: The viscosity of worts in relation to their content of  $\beta$  - Glucan. J. Inst. Brew. 78 (1972), S. 179 – 186

- [50] Wagner, N.; Krüger, E.: Rheologische Eigenschaften der  $\beta$  – Glucane in Bier. Brauwissenschaft (1990), Nr. 43, S. 328 – 335
- [51] Schwill – Miedaner, A.; Miedaner, H.: Die Viskosität – ihr Informationswert im Rahmen der Sudhausarbeit. Brauwelt (1999), Nr. 13 / 14, S. 593
- [52] Dietrich, P.: Untersuchung zur Rheologie und Förderung von Maischen aus Nassschrotmühlen. Freising – Weihenstephan, Technische Universität München, Fakultät für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Diplomarbeit, 1999
- [53] Hagen, O.: Grundlagen und Einführung in die Messung der scheinbaren Viskosität von Malzschrotsuspensionen. Freising – Weihenstephan, Technische Universität München, Fakultät für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Diplomarbeit, 1983
- [54] Yoshida, T.; Yamada, K.: Assessment of malt quality with a Brabender – viscosograph. Rept. Res. Lab. Kirin Brewery (1972), Nr. 13, S. 59 – 69
- [55] Hugelshofer, D.; Blocher, M.; Windhab, E., Wang, J.: Rheologische Eigenschaften von Mischsystemen aus Suspensionen und Emulsionen. Tagung für Lebensmittelrheologie der Arbeitsgemeinschaft Getreideforschung e.V., Detmold (1999)
- [56] Rieger, F.; Novak, V.: Consistent Scale up Procedure for the Power Consumption in Agitating Non – Newtonian Fluids. Chem. Eng. Sci. (1974), S. 2229 – 2234
- [57] Metzner, A. B.; Otto, R. E.: Agitation of non – Newtonian Fluids. Al.Ch.Ej (1957), S. 3 – 11
- [58] Hrsg. Fa. EKATO: EKATO – Handbuch der Rührtechnik – Handbuch der Grundrühraufgaben. Schopfheim: Ekato Rühr- und Mischtechnik GmbH, 1990
- [59] Narziß, L.; Reicheneder, E.; Gerber, K.: Maischversuche zur Beeinflussung der Gehalte an  $\alpha$  - und  $\beta$  – Glucanen und somit der Filtrierbarkeit des Bieres. Brauwissenschaft (1981), Nr. 34, S. 15
- [60] Smith, A.M.; Denyer, K.; Martin, C.: The Synthesis of the Starch Granule. Annu. Rev. Plant Physiol. Plant Mol. Biol. (1997), Nr. 48, S. 67 – 87
- [61] Rahman, S.; Li, Z.; Batey, I.; Cochrane, M.P.; Appels, R.; Morell, M.: Genetic Alteration of Starch Funtionality in Wheat. Journal or Cereal Science (2000), Nr. 31, S. 91 – 110
- [62] Biliaderis, C. G.; Maurice, T. J.; Vose, J. R. : Starch gelatinization phenomena studied by differential scanning Calorimetry . Journal of Food Science (1980), Nr. 45, S. 1679 – 1674
- [63] Schoch, T. J.: action of various amylases on granular straches. Proceedings of the ASBC 1961, S.82 – 92
- [64] Drost, M. A.: Methoden zur Untersuchung der Auswirkungen mechanischer Belastung auf kolloidale Struktur, Rheologie und Filtrationsverhalten von Bier. Zürich, ETH Zürich, Dissertation, 1999
- [65] Letters, R. :  $\beta$  – Glucans in brewing. Proceedings of the 16<sup>th</sup> EBC Congress 1977, S. 211 – 224
- [66] Mageean, M. P.; Kristott, J. U.; Jones, A. S.: Physical Properties of Sugars And Their Solutions. Leather Food R.A (1991), S. 245

- [67] Manthey, R.: Entwicklung einer Methode zur Ermittlung der repräsentativen Viskosität von Maische. Freising – Weihenstephan, Technische Universität München, Fakultät für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Diplomarbeit, 1999
- [68] Pfenninger, H. (Hrsg.): Brautechnische Analysenmethoden (MEBAK). Band II, 3. Aufl. Freising – Weihenstephan: Selbstverlag der MEBAK, 1996
- [69] Windhab, E.: Untersuchungen zum rheologischen Verhalten konzentrierter Suspensionen. Karlsruhe, Technische Hochschule, Fakultät für Chemieingenieurwesen, Dissertation, 1986
- [70] Fährndrich, P.: Anwendung der Bildanalyse zur Charakterisierung der Spelzen. Freising – Weihenstephan, Technische Universität München, Wissenschaftszentrum Weihenstephan für Ernährung, Landnutzung und Umwelt, Semesterarbeit, 2002
- [71] Remptke, A.; Stangl, A.: Einsatz verschiedener Rohstoffe im Laborreaktor zur Erfassung verschiedener repräsentativer Viskositäten. Freising – Weihenstephan, Technische Universität München, Fakultät für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Diplomarbeit, 1999
- [72] Beck, M.: Partikelgrößenanalyse von Fasern durch Automatische Bildanalyse. Freising-Weihenstephan, TU München, Dissertation, 1996
- [73] Asselmeyer, F.; Höhn, K.; Issing, E.: Temperaturabhängigkeit von Viskositäten bei Bieren, Ausschlag – und Vorderwürzen. Monatsschrift für Brauwissenschaft 46 (1973), Nr. 4, S. 93 – 101
- [74] Annemüller, G.; Senge, B.: Viskositätsmessungen in Maischen mit dem Physica – Rheoswing RSD 1 – 1. Brauwelt 140 (2000), Nr. 9 / 10, S. 346 – 350
- [75] Hoog, D.; Annemüller, G.; Senge, B.: Rheologische Kontrolle des großtechnischen Maischprozesses. Brauwelt 138 (1998), Nr. 19, S. 858 – 865
- [76] Hoog, D.; Annemüller, G.; Senge, B.: Rheologische Kontrolle von Labormaischen. Brauwelt 137 (1997), Nr. 37, S. 1606 – 1610
- [77] Senge, B.; Annemüller, G.; Schwarzlos, M.; Blochwitz, R.; Böhm, W.: Rheologische Untersuchungen des Maischprozesses mittels Inline / Online – Messverfahren. Brauwelt 136 (1996), Nr. 9, S. 401 – 422
- [78] Hoog, D.; Annemüller, G.; Senge, B.: Rheologische Kontrolle von Labormaischen. Brauwelt 137 (1997), Nr. 37, S. 1606 – 1610
- [79] Herrmann, J.; Schwill – Miedaner, A.; Sommer, K.: Viskositätsmessungen mit dem Physica – Rheoswing RSD 1 – 1. Brauwelt 139 (1999), Nr. 28 / 29, S. 1313 – 1315
- [80] Illgen, A.: Rheologische Untersuchungen in Maischen in Abhängigkeit vom Enzymeinsatz. Wiss. Z. Humboldt – Uni Berlin 37 (1988), Nr. 3, S. 245 – 248
- [81] Werner, F.: Über die Turbulenz in gerührten newtonschen und nicht – newtonschen Fluiden. München – Garching, Technische Universität München, Fakultät für Maschinenwesen, Dissertation, 1997
- [82] Brück, D.: Einfluss mechanischer Belastungen auf dispergierte, empfindliche Inhaltsstoffe von Flüssigkeiten in Leitungssystemen und Behälterströmungen. Freising-Weihenstephan, TU München, Dissertation, 1997

- 
- [83] Palmowski, L.; Müller, J.; Schwedes, J.: Comminution of organic materials to improve their bioavailability. *Engineering in Life Science* (2001), Nr. 1, S. 121 –125
- [84] Müller, J. : Telefongespräch: 2002 Mai, Institut für Mechanische Verfahrenstechnik der TU Braunschweig
- [85] Schutzrecht DE 197 52 221 – A 1 (1999 – 06 – 02). Anton Steinecker Maschinenfabrik GmbH
- [86] Richter, K.: Kontinuierliche Treberabtrennung aus Maische mit Dekantern unter Verwendung von Pulverschroten. Freising-Weihenstephan, TU München, Dissertation, 1998
- [87] Warren Lloyd, W. J., *Technical Quarterly of the MBAA*, Vol. 16 (1979), Nr.2, S. 60 – 67
- [88] [www.ic-dreging.com](http://www.ic-dreging.com), innovation center gmbh (2001)
- [89] Wagner, N.:  $\beta$  – Glucan in Bier und Bedeutung dieser Stoffgruppe für die Bierfiltration. Berlin, TU Berlin, Dissertation, 1990
- [90] Ball, R.; Richmond, P.: Dynamics of colloidal dispersion. *Journal of Phys. Chem. Liquids* (1980), Nr. 9, S. 99 – 116
- [91] Leschonski, K.: Grundlagen und moderne Verfahren der Partikelmesstechnik. 21. Clausthaler Kursus (1999), Kursunterlagen, S. 2.1.19
- [92] Gleißle, W.; Baloch, M.K.: Flow behaviour of concentrated suspensions at high shear stresses and shear rates, Vortrag, 8<sup>th</sup> Int. Technological Conference on Slurry Transport (1983), San Francisco
- [93] Leedham, P. A.; Savage, D. J.; Crabb, D., Morgan, G. T.: Materials and methods of wort production that influence beer filtration. *Proceedings of the 15<sup>th</sup> EBC Congress 1975*
- [94] Eiselt, M.: Untersuchungen über hochmolekulares  $\beta$  - Glucan. Berlin, TU Berlin, Dissertation, 1995
- [95] Böhm, N.; Kulicke, W. – M.: Rheological studies of barley (1 $\rightarrow$ 3) (1 $\rightarrow$ 4) –  $\beta$  – Glucan in concentrated solution: investigation of the viscoelastic flow behaviour in the sol – state. *Carbohydrate Research* (1999), Nr. 315, S. 293 – 301
- [96] Kreis, S.: Der Einfluss von Polysacchariden aus Malz, Hefe und Bakterien auf die Filtrierbarkeit von Bier. Freising-Weihenstephan, TU München, Dissertation, in Vorbereitung
- [97] Werner, F.: Rheologie – Seminar. Freising – Weihenstephan (1998), Lehrstuhl für Fluidmechanik und Prozessautomation Kursunterlagen, Vortrag
- [98] Denk, V.: Methoden zur Untersuchung mechanischer und thermischer Beanspruchungen von Mikroorganismen und Würzeinhaltsstoffen – Mikrofluidmechanik. *Brauwissenschaft* (1995), Nr. 1 / 2, S. 4 – 11
- [99] Linemann, A.: Untersuchung der Struktur – und Eigenschaftsbeziehungen von  $\beta$  – Glucan bei der Bierherstellung. Berlin, TU Berlin, Dissertation, 1996

## 11. Anhang

### 11.1. Laborrührsystem (Komponenten und technische Daten)

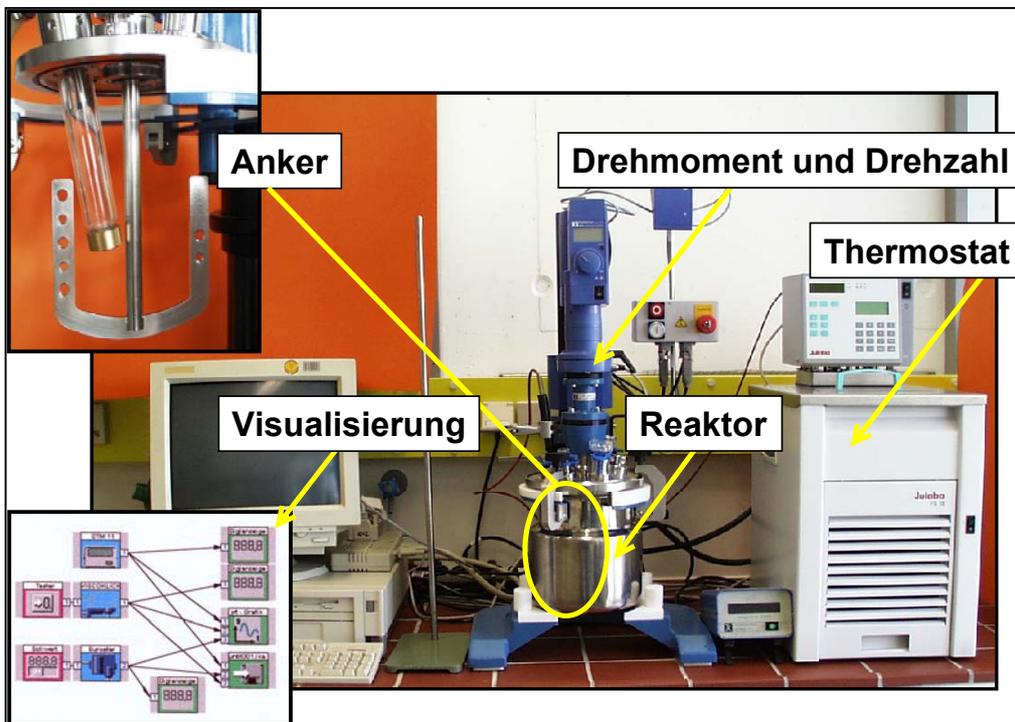


Bild 11.1: Versuchsanlage

#### Anlagen – Komponenten:

##### **Viscoklick 600, Fa. IKA (Staufen)**

Funktion:

Erfassung des Drehmomente

Messgenauigkeit:

Meßbereich von 0 – 60 Ncm: + / - 0,5 Ncm

Meßbereich von 60 – 600 Ncm: + / - 1 Ncm

##### **Rührwerksantrieb EUROSTAR – Power – control – visc, Version P7, Fa. IKA (Staufen)**

Funktion:

Antrieb der Rührwelle

Technische Daten:

Maximales Drehmoment am Spannfutter: 380 Ncm

---

Drehzahlbereich:	8 – 290 U / min
Übersetzungsverhältnis i:	14,9
Spannung/Frequenz:	230 V / 50 Hz / 60 Hz
Motorleistung Aufnahme/Abgabe:	130 W / 110 W
Leistung an der Rührwelle:	105 W
RS 232-Schnittstelle	

***PT – 100 – Messfühler mit DTM 11 – Temperaturmessgerät, Fa. IKA (Staufen)***

Funktion:

Temperaturmessung

Technische Daten:

Mess-/Regelbereich: -100 °C – 850 °C

Digitale Temperaturanzeige

Auflösung K: 0,1

RS 232-Schnittstelle

***Steuerungs – und Datenerfassungssoftware labworldsoft, Fa. IKA (Staufen)***

Funktion:

Die Messwerte werden online über eine RS232 – Schnittstelle digital erfasst und durch die Software labworldsoft auf einem Computer visualisiert. Die Messwerte lassen sich in Microsoft Excel – „\*.txt – Datei übertragen und dort auswerten. Mit dieser Software lassen sich die Versuchsabläufe steuern. So lässt sich z.B. die Drehzahl über Rampen steuern. Aufgebaut ist die Software nach einem Baukastenprinzip, bei dem alle Anlagen – Komponenten und Steuerungsmechanismen per Doppelklick auf die Benutzeroberfläche gebracht werden können. Diese Baukästen lassen sich über Pfeile verbinden. Die Taktzeit der Messwernerfassung reicht von 100 ms bis 1500 ms pro Messwert. Im Rahmen dieser Arbeit werden Drehmoment, Drehzahl und Temperaturen online gemessen.

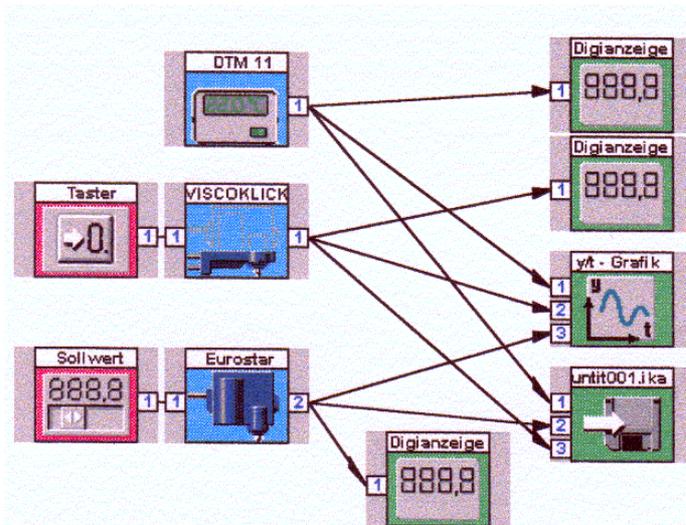


Bild 11.2: Benutzeroberfläche der Software labworldsoft

Bild 11.2 zeigt als Beispiel die Benutzeroberfläche der Software zur Steuerung vom Temperaturmessgerät DTM 11, Viscoklick 600 und der EUROSTAR POWER control-visc (blau unterlegte Buttons). Der Nullabgleich kann beim Viscoklick (Drehmomentsmessung) durch die Tasterfunktion erfolgen und die Drehzahl wird durch einen Sollwert vorgegeben (rot unterlegte Buttons). Die Messwerte Temperatur, Drehmoment und Drehzahl werden sowohl durch eine Digitalanzeige als auch graphisch in Abhängigkeit von der Zeit auf dem Bildschirm dargestellt (grün unterlegte Buttons). Jeder Messparameter wird alle 100 ms aufgenommen und zudem in einer „\*.txt – Datei gespeichert.

temperatur, Drehmoment und Drehzahl werden sowohl durch eine Digitalanzeige als auch graphisch in Abhängigkeit von der Zeit auf dem Bildschirm dargestellt (grün unterlegte Buttons). Jeder Messparameter wird alle 100 ms aufgenommen und zudem in einer „\*.txt – Datei gespeichert.

### **Vibrations – Zuteilrinne „labortette“, Fa. Fritsch (Idar – Oberstein)**

#### Funktion:

Dosierte Zuführung des Trockenschrotes (Einmaischen)

Durch Vibration einer Rinne (U – Form) wird das rieselfähige geschrotete Malz aus einem Trichter in einem gleichmäßigen Strom zum Ende der Rinne gefördert und fällt in den Maischbottich, in dem es bei 80 U / min. mit destilliertem Wasser vermischt wird. Die Förderleistung ist auf die maximale Schwingungsamplitude der Rinne gestellt. Das Einmaischen dauert je nach Einmaischttemperatur und Lösungsgrad des Malzes zwischen 5 und 12 Minuten.

### **Umwälzthermostat FS 18 – HP, Fa. Julabo Labortechnik (Seelbach)**

#### Funktion:

Temperierung des Edelstahlbehälters

#### Technische Daten:

Temperaturbereich: - 30 °C – +100 °C

Digitale Temperaturanzeige

Auflösung : 0,01 °C

RS 232 – und RS485 – Schnittstelle

Programmierung: Die Programmierung ermöglicht die Einstellung fester Infusionsmaischemprogramme mit dem Gradienten von 1 °C / min bei einer Heizleistung von 34 %.

**Edelstahl – Rührkessel und Ankerrührer, Fa. IKA (Staufen)**Funktion:

Rührsystem (Labormaischbottich)

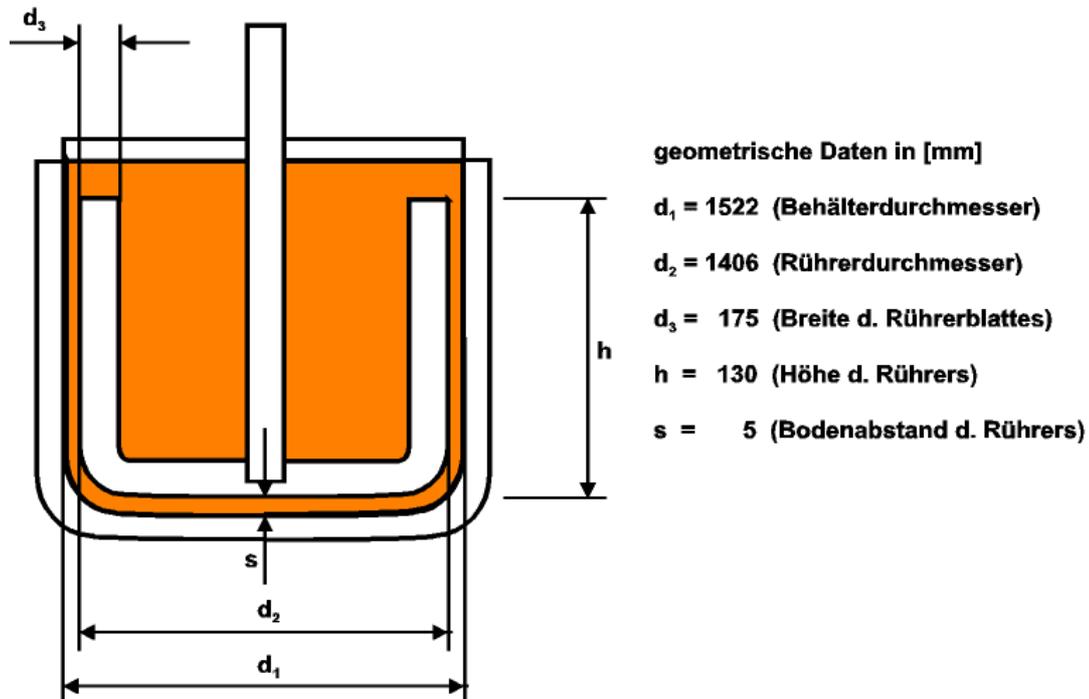
Geometrische Daten:

Bild 11.3: Ankerrührer mit geometrischen Daten

**Handbiegeschwinger, Firma Paar Physica DMA 35n, (Stuttgart)**Funktion:

Dichtemessung

Eine mit Untersuchungslösung gefüllte Messzelle (Biegeschwinger) wird elektronisch zum Schwingen angeregt. Bei steigender Dichte der Lösung (entsprechend ihrer Masse bei gleichem Volumen der Messzelle) wird die Schwingungsdauer der Messzelle beeinflusst. Aus der Schwingungsdauer wird die Dichte berechnet.

Technische Daten:

Probenvolumen:	10 ml
Temperatur:	0 °C – 80 °C
Dichte:	bis 1,9999 g / cm <sup>3</sup>
Viskositätsbereich:	bis ca. 1000 mPas
Messunsicherheit:	0,001 g / cm <sup>3</sup> bzw. 0,2 °C

**Kapillarviskosimeter RHEOTEST LK 2.1, Fa. Rheotest Medingen GmbH,  
(Ottendorf - Okrilla)**Funktion:

Messung der dynamischen Viskosität (Messgutmenge :  $V_P = 10$  ml)

Kapillaren:

## Kapillare I:

Messbereich: 0,900 – 6,000 mPas

Geometrische Daten: Durchmesser  $d_K = 1$  mm, Länge  $L_K = 200$  mm

Kalibrierkonstanten:  $a = -0,246$ ;  $b = 0,974$  (Speicherplatz „Kapillare 6 / 2“ in Auswerteelektronik)

## Kapillare II:

Messbereich: 6,000 – 33,000 mPas

Geometrische Daten: Durchmesser  $d_K = 1,5$  mm, Länge  $L_K = 200$  mm

Kalibrierkonstanten:  $a = -0,940$ ;  $b = 5,055$  (Speicherplatz „Kapillare 1 / 2“ in Auswerteelektronik)

## Kapillare III:

Messbereich: 33,000 – 100,000 mPas

Geometrische Daten: Durchmesser  $d_K = 2$  mm, Länge  $L_K = 200$  mm

Kalibrierkonstanten:  $a = 14,9400$  (Speicherplatz „Kapillare 2“ in Auswerteelektronik)

## Kapillare IV:

Messbereich: 100,000 – 500,000 mPas

Geometrische Daten: Durchmesser  $d_K = 3$  mm, Länge  $L_K = 200$  mm

Kalibrierkonstanten:  $a = 74,6330$  (Speicherplatz „Kapillare 3“ in Auswerteelektronik)

Messverfahren: Die Viskosität wird aus dem arithmetischen Mittel der gemessenen Drücke vom Saugen und Herausdrücken des Fluids durch die Kapillare berechnet.

Temperaturbereich: 0°C – 80°C

Temperaturmessung: PT – 100 (Konstante: -25,6146)

Auswerteelektronik:

Passwort: „111“

RS 232-Schnittstelle

LCD – Display (Anzeige in mPas u. °C)

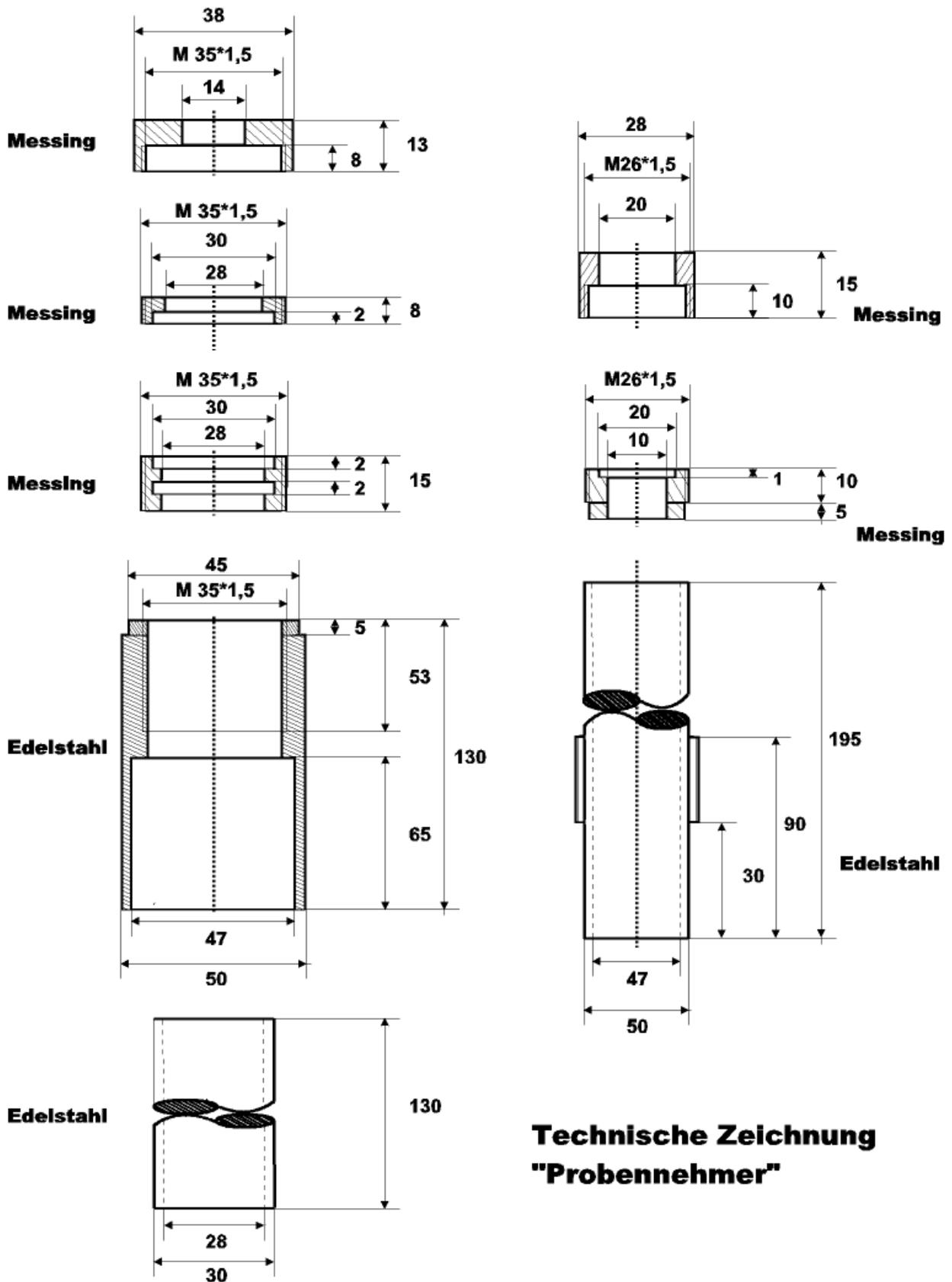


Bild 11.4: Technische Zeichnung vom Probennehmer: Messrohr (links), Kolben mit Gewinde (rechts)

## 11.2. Versuchprotokolle für die Probennahme und Viskositätsmessung bei Infusionsmaischen (Grob – und Feinschrot)

### Grobschrot:

Dateiname:

### Schüttung:

634,3 / 740 / 800 / 900 / 950 g auf 2220 ml

### Einstellungen:

1h vorher Computer und Temperiergefäße einschalten  
Öffnungen am Bottichdeckel mit Folie abdecken

### Füllhöhen:

Füllhöhe in der Hülse mit Wasservorlage:  
Füllhöhe in der Hülse nach Einmaischen:  
Füllhöhe in der Hülse nach 12 min. (Quellung):

Zeitpunkt

Protokoll

00:01:37

Temperaturprogramm starten (Programmgeber 1)

00:01:57

Einmaischen

Kapillartemperatur: **54°C**

00:14:00

Beginn mit Mischen und Schrauben

00:24:00

Bereitstellung der Probe

00:24:30

Beginn der 1.Viskositätsmessung [50°C Anf.]

24 Umdrehungen

während der Messungen Spülbecher bereitstellen

Messergebnisse in Tabelle notieren

Kapillarviskosimeter in Wasserbecher

2x spülen (5x)

Anzahl der Umdrehungen bis Anschlag:

Gesamtumdrehungen:

ab 2. Messung

$\eta$	T

Temperatur im Maischbottich:  $T_{\text{Bottich}}$  (ab 2.Messung)=  
 $T_{\text{Bottich}}$  (nach 6.Messung)=

Zeit (ab 2.Messung) =  
Zeit (nach 6.Messung)=

00:27:30

Ende der Viskositätsmessung

00:28:30

Beginn mit Dichtemessung

$\rho$	T

00:30:00

Beginn mit Ausschrauben des Kolbens

00:31:00

Ende mit Ausschrauben, Stöpsel entfernen

ReinigungReinigung des Filterkolbens

Reinigung des Kolbens, neues Filtersieb einsetzen gut abtrocknen,

Reinigung der Kapillare

Kapillare abschrauben vorderen Kolbenbereich abspülen

Haftwasser aus Kapillare herauspusten

Trockenmessung:

2x spülen (5x)

Kapillartemperatur für nächste Messung:

**Kapillartemperatur: 54°C**

00:38:00	Beginn mit Mischen und Schrauben, Bereitstellung der Probe
00:48:00	Beginn der <u>2. Viskositätsmessung</u> [50°C End.]
00:51:30	Ende der Viskositätsmessung
00:52:00	Dichtemessung
00:53:00	Herausschrauben
00:54:30	Reinigung (s.o.)
01:02:00	Probennahme (s.o), Kapillartemperatur: 67,5°C
01:12:00	<u>3. Viskositätsmessung</u> [62°C Anf.]
01:15:30	Dichtemessung
01:38:00	<u>4. Viskositätsmessung</u> [62°C End.]
01:41:30	Dichtemessung, Kapillartemperatur: 77,5°C
02:01:00	<u>5. Viskositätsmessung</u> [72°C]
02:04:30	Dichtemessung, Kapillartemperatur: 85,5°C
02:20:00	<u>6. Viskositätsmessung</u> [78°C ]

**Feinschrot:**

Das Versuchsprotokoll von Grobschrot muss für Feinschrot aufgrund der längeren Filtrationszeiten von Feinschrotmaischen entsprechend Tabelle 11.1 zeitlich angepasst werden:

Tabelle 11.1: Versuchsprotokoll für Feinschrot (normal und schlecht gelöst)

normal gelöst Zeit [hh:mm:ss]	schlecht gelöst Zeit [hh:mm:ss]	Protokoll	Temperatur [°C]
00:25:00		1. Viskositätsmessung	50 Anfang
00:28:30		Dichtemessung	
01:05:00		2. Viskositätsmessung	50 Ende
01:08:30		Dichtemessung	
01:22:00		3. Viskositätsmessung	62 Anfang
01:25:30		Dichtemessung	
02:04:00		4. Viskositätsmessung	62 Ende
02:07:30		Dichtemessung	
02:17:00		5. Viskositätsmessung	72
02:20:30		Dichtemessung	
02:44:00		6. Viskositätsmessung	78
02:47:30		Dichtemessung	

Schüttung:

800 / 850 / 900 g auf 2220 ml

### 11.2.1. Berechnung der Schüttungsmengen durch Anpassung der Füllhöhe bei Feinschrot

Aufgrund des niedrigeren Verdrängungsvolumen musste die Füllhöhe der Feinschrotmaischen entsprechend angepasst werden:

- Gewünschte Füllhöhe im Maischbottich: 17,3 cm (3 l)
- spezifische Höhenzunahme vom Feinschrot: 0,037 mm / g
- Volumenzunahme: 17,29 ml / mm

Beispiel: für  $m_{sch} = 850$  g ist die Volumenzunahme  $\Delta V = 544$  ml

### 11.3. Versuchsprotokoll und – auswertung für die Nasssiebung

#### 11.3.1. Versuchsprotokoll

Schrotproben auf ~1,5 g Probeteilen ( 30 g im Probeteiler Laborette 10 (Fa. Fritsch, Idar – Oberstein)

Nasssiebturm mit eingespanntem Siebsatz (1,250; 1; 0,5; 0,250; 0,125 mm)

Edelstahlsiebe, Fa. Haver & Boecker (DIN A5 – Muster)

Einstellung der Quetschschlauchpumpe

Volumenstrom: max.

Zyklus: 8 s Zupumpen

2 s Zurückpumpen

nach der Nasssiebung Siebe in den Muffelofen stellen und danach  $\Delta m$  bestimmen  
Wassergehaltsbestimmung von Schrotprobe bei jeder Messung

Tabelle 11.2: Protokoll zur Nasssiebung

<b>NASSSIEBUNG</b>				Anfangsgewicht
Maschenweite x [mm]	$\Delta m$ (x) [g]	$M_{leer}$ (x)	$M_{voll}$ (x)	Zeit im Ofen
Boden				Drahtdicke [mm]
0,125				0,080
0,250				0,140
0,500				0,315
1				0,630
1,250				0,630
	$\Sigma \Delta m$ (x)			/
<b>Wasserbestimmung</b>	Probe <u>vor</u> Trocknung	Probe <u>nach</u> Trocknung	$\Delta m$ nach Trocknung	
Tara=				

### 11.3.2. Versuchsauswertung

Tabelle 11.3: Versuchsauswertung für die Nasssiebung

Maischtemperatur T [°C]	NASSSIEBUNG Differenzwägung nach MEBAK [68]		
Maschenweite x [mm]	gemittelttes $\bar{x}$ [mm] für $x_{i+1} < \bar{x} < x_i$	gemessene Rückstände $\Delta m_i(\bar{x})$ [g]	relative Massenanteil $\Delta Q_{3,i}(\bar{x})$
Boden			
	0,063	$\Delta m_7 = M_{\text{TrS}} - \sum_{i=1}^6 \Delta m_i$	$\Delta Q_{3,7} = \frac{\Delta m_7}{M_{\text{TrS}}}$
0,125		$\Delta m_6$	s.o.
	0,188		
0,250		$\Delta m_5$	s.o.
	0,375		
0,500		$\Delta m_4$	s.o.
	0,750		
1,000		$\Delta m_3$	s.o.
	1,125		
1,250		$\Delta m_2$	s.o.
	2,200		
3,150		$\Delta m_1$	s.o.
Trockenanteil d. Schrotprobe	TrS [ ]	/	
Einwaage	$M_{\text{ges}}$ [g]		
Einwaage TrS	$M_{\text{TrS}} = M_{\text{ges}} \cdot \text{TrS}$ [g]		

Tabelle 11.4: Versuchsauswertung für den Siebschnitt mit anschließender Nasssiebung

Maischtemperatur T [°C]	<b>SIEBSCHNITT UND NASSSIEBUNG</b> Differenzwägung nach MEBAK [68]		
Maschenweite x [mm]	gemitteltetes $\bar{x}$ [mm] für $x_{i+1} < \bar{x} < x_i$	gemessene Rückstände $\Delta m_i(\bar{x})$ [g]	relative Massenanteil $\Delta Q_{3,j}(\bar{x})$
Boden			
	0,063	$\Delta m_7 = (M_{TrS} - M_{RTrS}) - \sum_{i=1}^6 \Delta m_i$	$\Delta Q_{3,7} = \frac{\Delta m_7}{(M_{TrS} - M_{RTrS})}$
0,125		$\Delta m_6$	s.o.
	0,188		
0,250		$\Delta m_5$	s.o.
	0,375		
0,500		$\Delta m_4$	s.o.
	0,750		
1,000		$\Delta m_3$	s.o.
	1,125		
1,250		$\Delta m_2$	s.o.
	2,200		
3,150		$\Delta m_1$	s.o.
Trockenanteil d. Schrotprobe	TrS [ ]	/	
Masse Rückstand (trocken) auf Sieb x	$M_{Rückstand}$ [g]		
TrS Rückstand	$M_{RTrS} = M_{Rückstand} \cdot TrS$ [g]		
Einwaage	$M_{ges}$ [g]		
TrS	$M_{TrS} = M_{ges} \cdot TrS$ [g]		

#### 11.4. Probenvorbereitung und Bildanalyse (Komponenten und technische Daten)

##### **Probenteiler Laborette 10 (Fa. Fritsch, Idar – Oberstein)**

30 g Schrot (grob und fein) auf ~1,5 g probeteilen

##### **Rüttelsieb KS1000 (Fa. Retsch)**

- Trennung der Spelzen: Grobschrotspelzen (Maschenweite x = 1,6 mm)  
Feinschrotspelzen (Maschenweite x = 0,8 mm)
- Einstellung: 70 U / min., 5 Minuten

Tabelle 11.5: Rückstand für Grob- und Feinschrotspelzen

Schrot	Rückstand R(x) [%]	Anzahl der Spelzen
Grobschrotspelzen	$10,7 \pm 1,43$	282
Feinschrotspelzen	$7,7 \pm 1,43$	1103

### ***Digitalkamera Olympus E - 10 (Fa. Olympus, Hamburg)***

Funktion: digitale Bildaufnahme der Spelzen nass und trocken

Einstellungen:

- A für manuelle Blende
- Makro für Nahaufnahmen
- WB für automatischen Weißabgleich
- Zoomeinstellung auf ganz weit für Nahaufnahmen
- Blendenweite auf 6,3
- manueller Fokus, um die Einstellungen manuell den Gegebenheiten anzupassen
- Menue „Aufzeichnungsmodus“:
  - + Super High Quality im Menue Aufzeichnungsmodus 2240 x 1680 Pixel
  - + HARD im Menue Aufzeichnungsmodus für die Bildschärfe
  - + HIGH im Menue Aufzeichnungsmodus für den Kontrast

### ***Befeuchtung der Spelzen***

Nach den digitalen Aufnahmen der trockenen Spelzen wurden die Spelzen mit dest. Wasser beträufelt und 5 Minuten eingeweicht. Vorversuche haben erwiesen, dass keine weiteren Veränderungen am Spelz bei längerer Einwirkzeit als 5 Minuten festzustellen waren [70]. Nach dem Beträufeln bilden sich aufgrund der Oberflächenspannung des Wassers auf der Klarsichtfolie kugelförmige Flüssigkeitsoberflächen aus. Die eingetauchten Spelzen sammeln sich am Scheitelpunkt der Oberflächen. Um eine anschließende Vereinzelung der feuchten Spelzen zu erreichen, wurde das überschüssige Wasser mit Ethanol vermischt. Die Oberflächenspannung wurde dadurch herabgesetzt, die Spelzen vereinzeln sich und die Alkohol – Wassermischung verflüchtigte sich. Anschließend wird die Restflüssigkeit mit einem saugfähigem Papiertuch entfernt, da es sonst zu Reflexionen kommt, die die Auswertung verfälschen.

### ***Bildanalyse – Software Image C (Fa. Imtronic, Berlin)***

Kalibrierung:

Zur Bestimmung der geometrischen Daten ist eine Kalibrierung des digitalen Bildes auf die verwendete Vergrößerung notwendig. Dazu wurde ein Lineal mit oben beschriebener Digitalkameraeinstellung fotografiert und mit der entsprechenden Funktion des Bildanalyse – Programms kalibriert.

Schwellenwert:

Für die pixelweise Umwandlung des Grauwerte – Bildes in ein Binärbild ist die Einstellung des Schwellenwertes nötig. An Hand dieser Schwelle unterscheidet die Software zwischen Partikel und Hintergrund. Bei der Schwellensetzung muss darauf geachtet

werden, dass sich die Partikelform bei der Umwandlung eines Graubildes in ein Schwarzweißbild wenig verändert und alle Partikel erfasst werden. Außerdem muss beachtet werden, dass der Schwellenwert von der Intensität der Lichteinstrahlung abhängig ist.

Der Schwellenwert musste für jedes einzelne Foto manuell eingestellt werden. Dabei lässt sich der Hintergrund der Objekte verändern und wird zweckmäßigerweise so eingestellt, dass die Spelzen allseitig von der Kontrastfarbe umgeben sind, alle Spelzen erfasst werden und der Hintergrund einheitlich hell bleibt. Details über die Optionen zum Einstellen des Schwellenwertes können der Arbeit Beck entnommen werden [72].

#### Auswertung:

Die Bearbeitung und Auswertung der digitalen Bilder erfolgte teilautomatisiert mit manueller Schwellenwerteinstellung nach folgenden Schritten:

- Bildsubtraktion eines Referenzbildes, um nicht zum eigentlichen Bild gehörende Partien zu entfernen
- Erhöhung des Farbkontrastes mit dem entsprechenden Filter
- Durchführung einer Helligkeitsangleichung
- Binarisierung des Bildes
- Messung der verschiedenen Merkmale
- Ausgabe der Ergebnisse

### 11.5. Suspensionsviskosität von Grobschrotmaische

Tabelle 11.6: Suspensionsviskosität von normal gelöster Grobschrotmaische

n = 60 U / min. normal gelöst Schüttung 1 : 2,8	Drehmoment [Ncm]	Ne – Zahl	Leistung [W]	Dichte [kg / m <sup>3</sup> ]	Re - Zahl	Viskosität [mPas]
Ende Einmaischen bei 40°C	5,83 ± 0,24	6,24	0,37 ± 0,015	1091	72 ± 4	297 ± 16
Beginn 50°C –Rast	4,67 ± 0,22	5,04	0,29 ± 0,015	1083	95 ± 6	224 ± 14
Ende 50°C – Rast	3,89 ± 0,13	4,19	0,24 ± 0,015	1083	120 ± 5	177 ± 8
Beginn Verkleisterung	3,40 ± 0,26	3,67	0,21 ± 0,015	1083	152 ± 17	140 ± 16
Maximum Verkleisterung	4,03 ± 0,22	4,34	0,25 ± 0,015	1083	114 ± 8	185 ± 14
Ende 62°C – Rast	3,20 ± 0,22	3,45	0,20 ± 0,015	1083	165 ± 20	129 ± 16
Minimum vor Verzuckerung	2,82 ± 0,24	3,03	0,18 ± 0,015	1088	199 ± 23	107 ± 14
Maximum Verzuckerung	3,04 ± 0,28	3,26	0,19 ± 0,015	1088	179 ± 25	119 ± 17
Ende Maischen	2,34 ± 0,12	2,51	0,15 ± 0,015	1088	265 ± 30	80 ± 10

Tabelle 11.7: Suspensionsviskosität von schlecht gelöster Grobschrotmaische

n = 60 U / min. normal gelöst Schüttung 1 : 2,8	Drehmoment [Ncm]	Ne - Zahl	Leistung [W]	Dichte [kg / m <sup>3</sup> ]	Re - Zahl	Viskosität [mPas]
Ende Einmischen bei 40°C	6,77 ± 1,05	7,20	0,43 ± 0,06	1099	60 ± 11	358 ± 62
Beginn 50°C –Rast	5,72 ± 0,56	6,08	0,36 ± 0,03	1099	74 ± 8	289 ± 29
Ende 50°C – Rast	4,74 ± 0,27	5,03	0,30 ± 0,02	1099	95 ± 8	227 ± 18
Beginn Verkleisterung	4,10 ± 0,28	4,36	0,26 ± 0,02	1099	114 ± 10	189 ± 17
Maximum Verkleisterung	5,74 ± 0,14	6,12	0,36 ± 0,01	1097	74 ± 2	291 ± 9
Ende 62°C – Rast	3,80 ± 0,15	4,05	0,24 ± 0,01	1097	129 ± 10	166 ± 11
Minimum vor Verzuckerung	3,20 ± 0,25	3,40	0,20 ± 0,02	1099	168 ± 18	128 ± 15
Maximum Verzuckerung	3,58 ± 0,28	3,80	0,22 ± 0,015	1099	142 ± 11	152 ± 12
Ende Maischen	3,08 ± 0,06	3,27	0,19 ± 0,01	1099	179 ± 5	121 ± 4

Tabelle 11.8: Würzeviskosität von Grobschrot (schlecht gelöst) 1 : 3,5

Prozess (1 : 3,5)	schlecht gelöstes Grobschrot	normal gelöstes Grobschrot
Beginn 50°C –Rast	0,831 ± 0,125	0,912 ± 0,046
Ende 50°C – Rast	1,088 ± 0,129	1,029 ± 0,040
Beginn 62°C –Rast	0,909 ± 0,198	0,917 ± 0,078
Ende 62°C – Rast	1,423 ± 0,113	1,168 ± 0,053
72°C – Rast	1,185 ± 0,163	1,017 ± 0,047
78°C – Rast	1,253 ± 0,114	0,891 ± 0,029

Tabelle 11.9: Bilanz des Siebschnitts mit allen Sieben und anschließender Nasssiebung (nach Bild 11.5) für normal gelöstes Grobschrot

Siebschnitt bei 0,125 mm		Rückstand Trockensieb bei 0,125 mm		Siebschnitt von 0,125 mm		Bilanz	Konfi	Messwerte	Konfi	Rückstand	Konfi
Maschenweite	Messwerte	Konfi	0,88	Messwerte	Konfi					0,88	0,02
0,063	0,10	0,01		0,10	0,01			0,87	0,07		
0,188	0,01	0,01						0,09	0,08		
0,375	0,00	0,00						0,02	0,04		
0,750	0,00	0,00						0,01	0,01		
1,125	0,00	0,00						0,01	0,03		
2,200	0,00	0,00						0,01	0,03		
	0,12							1,00			
Siebschnitt bei 0,250 mm		Rückstand Trockensieb bei 0,250 mm		Siebschnitt von 0,250 mm		Bilanz	Konfi	Messwerte	Konfi	Rückstand	Konfi
Maschenweite	werte umgerechnet	Konfi	0,83	Messwerte	Konfi					0,83	0,01
0,063	0,12	0,01	0,05	0,10	0,01	0,02	0,02	0,72	0,05		
0,188	0,02	0,00		0,01	0,01	0,01	0,01	0,13	0,02		
0,375	0,02	0,00		0,00	0,00	0,02	0,00	0,10	0,02		
0,750	0,00	0,00		0,00	0,00	0,00	0,00	0,02	0,02		
1,125	0,00	0,00		0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,01		
2,200	0,00	0,00		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00		
	0,17							1,00			
Siebschnitt bei 0,500 mm		Rückstand Trockensieb bei 0,500 mm		Siebschnitt von 0,250 mm		Bilanz	Konfi	Messwerte	Konfi	Rückstand	Konfi
Maschenweite	werte umgerechnet	Konfi	0,73	Messwerte	Konfi					0,73	0,02
0,063	0,15	0,01	0,10	0,12	0,01	0,03	0,02	0,57	0,02		
0,188	0,02	0,01		0,02	0,00	0,00	0,01	0,09	0,03		
0,375	0,05	0,01		0,02	0,00	0,03	0,01	0,19	0,05		
0,750	0,03	0,00		0,00	0,00	0,03	0,00	0,12	0,01		
1,125	0,00	0,00		0,00	0,00	0,00	0,00	0,02	0,00		
2,200	0,00	0,01		0,00	0,00	0,00	0,01	0,02	0,02		
	0,27							1,00			
Siebschnitt bei 1,000 mm		Rückstand Trockensieb bei 1,000 mm		Siebschnitt von 0,500 mm		Bilanz	Konfi	Messwerte	Konfi	Rückstand	Konfi
Maschenweite	werte umgerechnet	Konfi	0,50	Messwerte	Konfi					0,50	0,00
0,063	0,19	0,01	0,23	0,15	0,01	0,03	0,02	0,37	0,03		
0,188	0,02	0,00		0,02	0,01	0,00	0,01	0,05	0,01		
0,375	0,05	0,02		0,05	0,01	0,00	0,03	0,09	0,04		
0,750	0,13	0,01		0,03	0,00	0,09	0,01	0,25	0,02		
1,125	0,08	0,01		0,00	0,00	0,07	0,01	0,16	0,02		
2,200	0,04	0,02		0,00	0,01	0,04	0,03	0,08	0,05		
	0,50							1,00			
Siebschnitt bei 1,250 mm		Rückstand Trockensieb bei 1,250 mm		Siebschnitt von 1,000 mm		Bilanz	Konfi	Messwerte	Konfi	Rückstand	Konfi
Maschenweite	werte umgerechnet	Konfi	0,36	Messwerte	Konfi					0,36	0,05
0,063	0,25	0,01	0,14	0,19	0,01	0,06	0,02	0,39	0,02		
0,188	0,01	0,01		0,02	0,00	-0,01	0,01	0,02	0,01		
0,375	0,04	0,02		0,05	0,02	-0,01	0,04	0,06	0,03		
0,750	0,11	0,01		0,13	0,01	-0,02	0,02	0,17	0,02		
1,125	0,09	0,01		0,08	0,01	0,01	0,02	0,14	0,02		
2,200	0,14	0,03		0,04	0,02	0,10	0,05	0,22	0,05		
	0,64							1,00			
Nasssiebung der gesamten Probe				Siebschnitt von 1,250 mm		Bilanz	Konfi				
Maschenweite	Messwerte	Konfi		Messwerte	Konfi						
0,063	0,33	0,05		0,25	0,01	0,08	0,06				
0,188	0,03	0,00		0,01	0,01	0,01	0,01				
0,375	0,05	0,01		0,04	0,02	0,01	0,03				
0,750	0,10	0,02		0,11	0,01	-0,01	0,03				
1,125	0,10	0,03		0,09	0,01	0,01	0,04				
2,200	0,39	0,05		0,14	0,03	0,25	0,08				

## Trockensiebschnitt und Nasssiebung

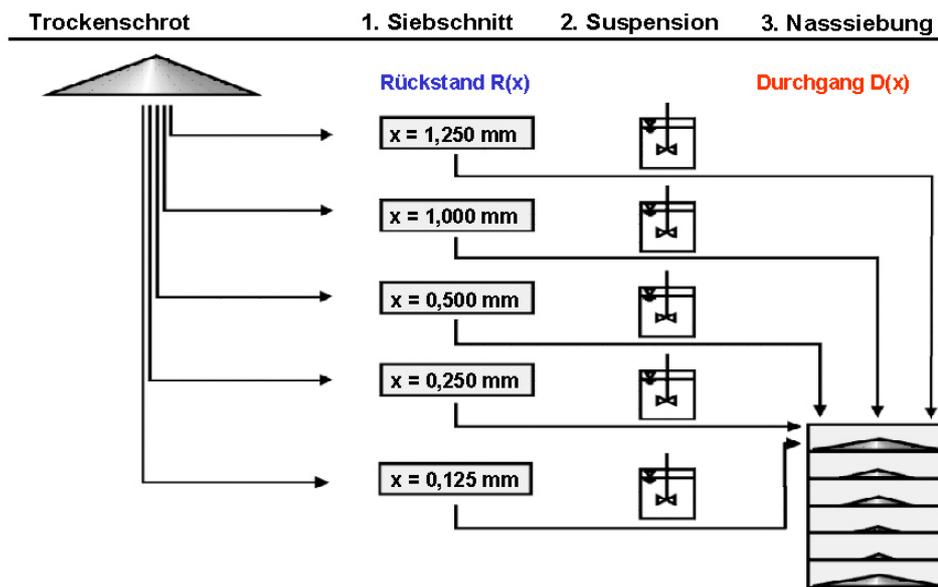


Bild 11.5: Aufteilung vom trockenen Rückstand  $R(x)$  und dem suspendierten Durchgang  $D(x)$  zur Differenzierung von Quellungs- und Desagglomerationsanteil bei Raumtemperatur

Tabelle 11.10: Würzeviskosität von Infusionsmaische (normal gelöstes Grobschrot) für unterschiedliche Schüttungen

Schüttung / Prozess	1 : 3,50	1 : 2,80	1 : 2,47	1 : 2,34
Volumenkonzentration der Stärkekörner $\phi_t$ für 50°C	0,10	0,12	0,14	0,15
Beginn 50°C – Rast	0,912 ± 0,046	0,959 ± 0,065	1,074 ± 0,043	1,129 ± 0,008
Ende 50°C – Rast	1,029 ± 0,040	1,084 ± 0,012	1,208 ± 0,043	1,289 ± 0,082
Beginn 62°C – Rast	0,917 ± 0,078	0,995 ± 0,052	1,142 ± 0,009	1,127 ± 0,046
Ende 62°C – Rast	1,168 ± 0,053	1,356 ± 0,037	1,645 ± 0,000	1,786 ± 0,019
72°C – Rast	1,017 ± 0,047	1,179 ± 0,039	1,470 ± 0,048	1,561 ± 0,031
78°C – Rast	0,891 ± 0,029	0,994 ± 0,041	1,248 ± 0,025	1,295 ± 0,043

### 11.6. Berechnung der Volumenkonzentration $\phi_t$ bei 50°C für Grobschrotmaische

Beispiel: 800 g Grobschrot auf 2220 ml Wasser ( 1 : 2,80 )

Mengenanteil Stärke: 0,53 aus Nasssiebung bei 50°C (s. Bild 4.9)

Masse Stärke:  $0,53 \cdot 800 \text{ g} = 424 \text{ g}$

Volumen d. Stärke:  $0,424 \text{ kg} / 1250 \text{ kg/m}^3 = 0,00034 \text{ m}^3$

Volumen d. Gesamtsuspension:  $0,0027 \text{ m}^3$

Volumenkonzentration: 0,12

### 11.7. Suspensionsviskosität von Feinschrotmaische

Tabelle 11.11: Suspensionsviskosität von normal gelöster Feinschrotmaische

n = 60 U / min. normal gelöst Schüttung 1 : 2,8	Drehmoment [Ncm]	Ne – Zahl	Leistung [W]	Dichte [kg / m <sup>3</sup> ]	Re - Zahl	Viskosität [mPas]
Ende Einmischen bei 40°C	1,48 ± 0,08	1,59	0,09 ± 0,01	1088	610 ± 62	35 ± 4
Beginn 50°C –Rast	1,35 ± 0,07	1,45	0,08 ± 0,01	1088	726 ± 74	29 ± 3
Ende 50°C – Rast	1,33 ± 0,14	1,42	0,08 ± 0,01	1088	753 ± 130	28 ± 6
Beginn Verkleisterung	1,27 ± 0,08	1,37	0,08 ± 0,00	1088	814 ± 100	26 ± 3
Maximum Verkleisterung	1,51 ± 0,13	1,62	0,10 ± 0,01	1091	585 ± 86	37 ± 6
Ende 62°C – Rast	1,25 ± 0,10	1,34	0,08 ± 0,01	1091	842 ± 140	25 ± 4
Minimum vor Verzuckerung	1,21 ± 0,13	1,30	0,08 ± 0,01	1085	890 ± 154	24 ± 5
Maximum Verzuckerung	1,30 ± 0,13	1,40	0,08 ± 0,01	1085	776 ± 168	27 ± 5
Ende Maischen	1,07 ± 0,14	1,15	0,07 ± 0,01	1085	1130 ± 240	19 ± 5

Tabelle 11.12: Suspensionsviskosität von schlecht gelöster Feinschrotmaische

n = 60 U / min. normal gelöst Schüttung 1 : 2,8	Drehmoment [Ncm]	Ne – Zahl	Leistung [W]	Dichte [kg / m <sup>3</sup> ]	Re - Zahl	Viskosität [mPas]
Ende Einmischen bei 40°C	2,22 ± 0,22	2,36	0,14 ± 0,01	1099	294 ± 62	73 ± 11
Beginn 50°C –Rast	1,93 ± 0,13	2,05	0,12 ± 0,01	1098	363 ± 54	59 ± 6
Ende 50°C – Rast	1,71 ± 0,10	1,82	0,11 ± 0,01	1098	468 ± 50	46 ± 5
Beginn Verkleisterung	1,62 ± 0,16	1,72	0,10 ± 0,01	1098	520 ± 90	41 ± 9
Maximum Verkleisterung	2,52 ± 0,23	2,67	0,16 ± 0,015	1101	243 ± 30	89 ± 10
Ende 62°C – Rast	1,63 ± 0,20	1,73	0,10 ± 0,01	1101	517 ± 148	42 ± 10
Minimum vor Verzuckerung	1,44 ± 0,18	1,53	0,09 ± 0,01	1101	652 ± 190	33 ± 8
Maximum Verzuckerung	1,60 ± 0,07	1,71	0,10 ± 0,00	1088	525 ± 85	40 ± 4
Ende Maischen	1,15 ± 0,11	1,23	0,07 ± 0,01	1088	994 ± 100	21 ± 4

Tabelle 11.13: Würzeviskosität von Infusionsmaische (normal gelöstes Feinschrot) für unterschiedliche Schüttungen

Schüttung Prozess	1 : 3,11	1 : 2,89	1 : 2,69
Volumenkonzentration der Stärkekörner $\phi_t$ für 50°C	0,065	0,115	0,14
Beginn 50°C –Rast	0,816 ± 0,070	1,018 ± 0,088	1,085 ± 0,045
Ende 50°C – Rast	0,892 ± 0,023	1,129 ± 0,067	1,133 ± 0,046
Beginn 62°C –Rast	0,783 ± 0,040	0,937 ± 0,032	0,987 ± 0,007
Ende 62°C – Rast	1,040 ± 0,070	1,178 ± 0,091	1,239 ± 0,03
72°C – Rast	0,878 ± 0,092	1,032 ± 0,018	1,112 ± 0,055
78°C – Rast	0,913 ± 0,077	1,015 ± 0,008	1,071 ± 0,033

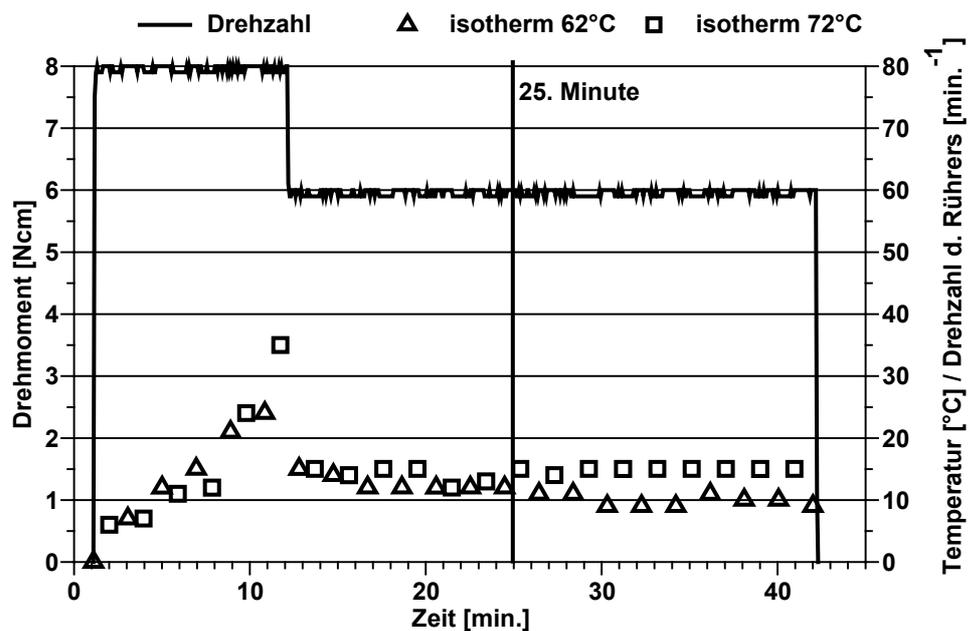


Bild 11.6: Drehmomentsverlauf von isothermen Feinschrotmaischen (1 : 2,8) in Abhängigkeit von der Zeit

### 11.8. Charakterisierung der Spelzenfraktion bei Feinschrot

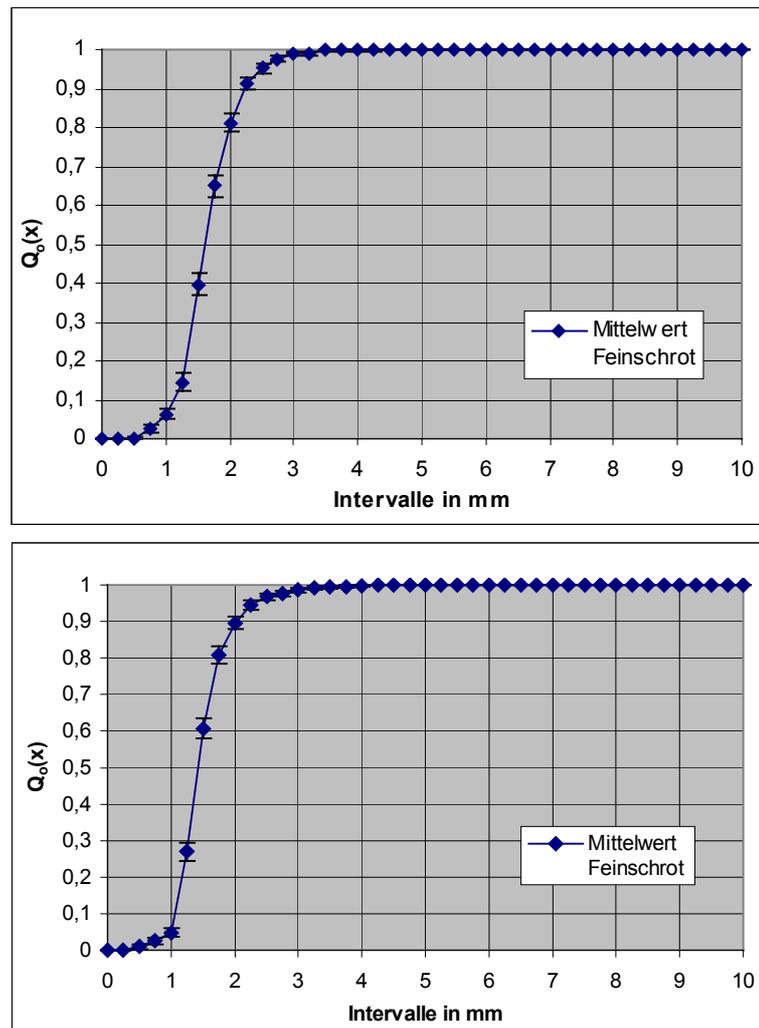


Bild 11.7: Gegenüberstellung der Anzahlsummenverteilung  $Feret_{min}$  im trockenen und nassen Zustand der Feinschrotspelzen

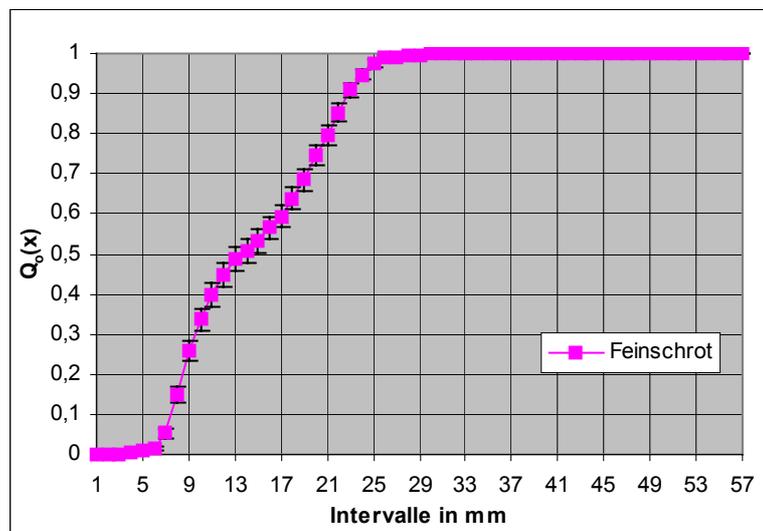


Bild 11.8: Anzahlsummenverteilung  $Feret_{max}$  im trockenen und nassen Zustand der Feinschrotspelzen

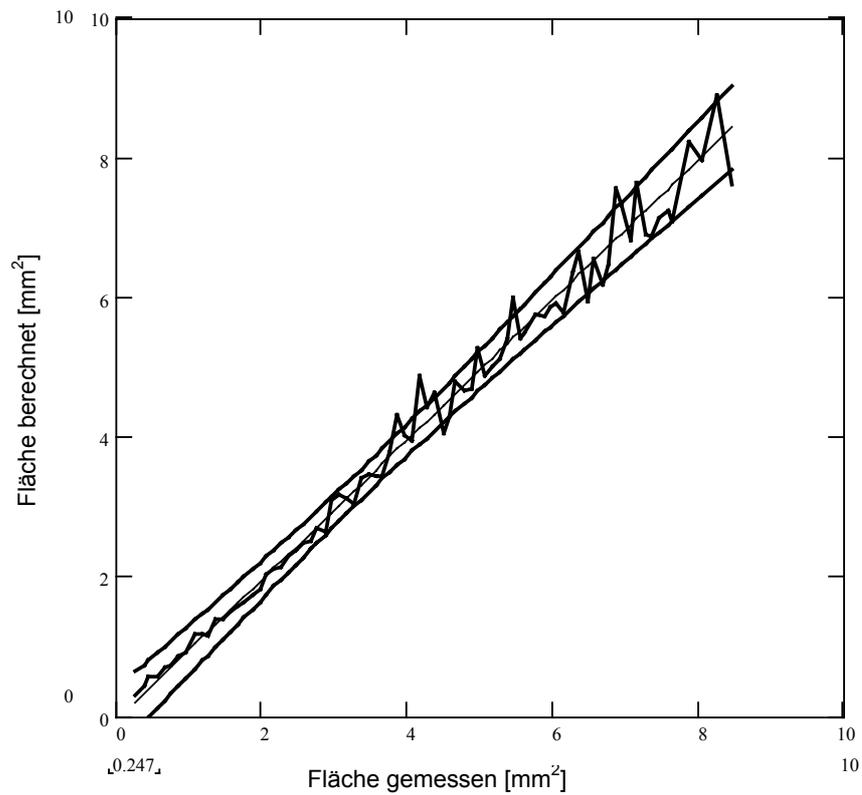


Bild 11.9: Korrelation bei Feinschrotspelzen zwischen gemessener Fläche und berechneter Fläche ( $b_m = 1,000$  für  $f = 0,585$ , Konfidenzzahl 95 %)

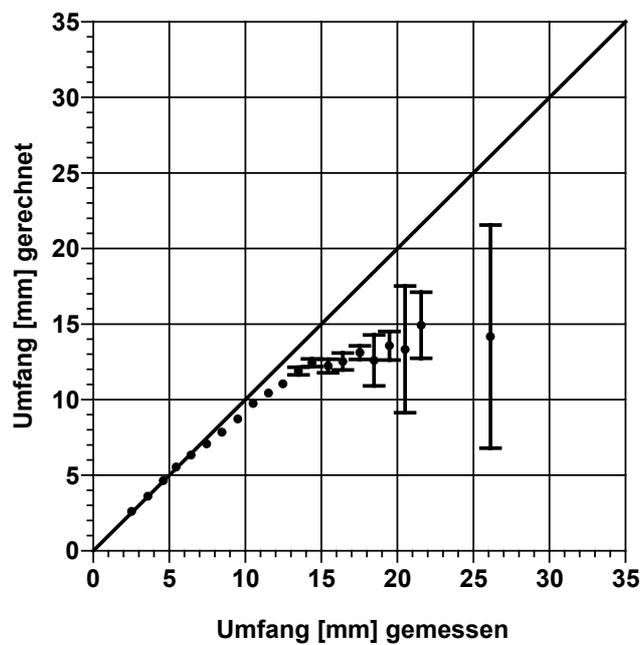


Bild 11.10: Überprüfung der Korrelation bei Feinschrotspelzen zwischen gemessenem Umfang und berechnetem Umfang ( $f_{\text{Umfang}} = 1,7$ )

### 11.9. Bestimmung der maximalen Packungsdichte $\phi_{\max}$ und des Feststoffvolumens $V_{\text{fest}}$

#### Maischen:

15 g Probe (Grob – und Feinschrot) mit 40 ml destilliertem Wasser vermischen und 25 Minuten bei 72°C im Maischbad rühren. Mit 20 ml destilliertem Wasser in Zentrifugenglas überführen.

#### Zentrifugieren:

1 h bei 3500 U / min. in der Zentrifuge (Hettich)

#### Messen:

Volumen der Maischesuspension mit Schieberlehre	$V_{\text{sus}}$
Höhe des Feststoffes messen	$H_{\text{fest}}$ (ab Zarge)
Höhe des Flüssigkeitsspiegels	$H_{\text{füll}}$
Masse des eingemaischten Schrotes	$m_{\text{sch}}$

#### Auswertung:

Geometrie des Zentrifugenglases:	$V_{\text{Boden}} = 10 \text{ ml}$
	$d_{\text{Zylinder}} = 0,033 \text{ m}$

#### Gesamtvolumen (Feststoffvolumen und Hohlraumvolumen):

$$V_{\text{gesamt}} = V_{\text{Boden}} + (\pi \cdot d_{\text{Zylinder}}^2 / 4) \cdot H_{\text{fest}}$$

#### Hohlraumvolumen:

$$V_{\text{hohl}} = 60 \text{ ml} - (H_{\text{füll}} - H_{\text{fest}}) \cdot (\pi \cdot d_{\text{Zylinder}}^2 / 4)$$

#### Feststoffvolumen:

$$V_{\text{gesamt}} - V_{\text{hohl}} = V_{\text{fest}}$$

#### maximale Packungsdichte:

$$\phi_{\max} = V_{\text{fest}} / V_{\text{gesamt}}$$

#### Volumenkonzentration:

$$\phi_t = V_{\text{fest}} / V_{\text{sus}}$$

---

Lebenslauf

Name: Jan Christian Herrmann

Geburtsdatum: 27. Februar 1972

Geburtsort: Essen

Schulbildung: 1977 – 1980: Städt. Grundschule in Mettmann  
1980 – 1991: Städt. Gymnasium in Mettmann

Schulabschluss: Allgemeine Hochschulreife im Frühjahr 1991

Weiterer Werdegang: November 1991 bis September 1997:  
Studium der Fachrichtung Brauwesen und Getränke-  
technologie an der TU München-Weihenstephan

Abschluss: Diplom-Vorprüfung im November 1994  
Diplom-Hauptprüfung im September 1997

Tätigkeit: November 1997 bis Dezember 2002  
Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für  
Maschinen- und Apparatekunde, TU München-  
Weihenstephan