



*Forschungsthema:*

## NIR-Inline-Prozessanalytik in der Mälzerei

*AiF-Vorhaben-Nr.:*

VF071018

*Name der Forschungsstelle(n):*

Forschungsinstitut für Rohstoffe (FIR)

*Kontakt:*

Henrike Vorwerk, vorwerk@vlb-berlin.org

*Bewilligungszeitraum:*

1.7.2007 – 31.12.2009



Forschungsnetzwerk  
Mittelstand

Gefördert durch:



Bundesministerium  
für Wirtschaft  
und Energie

aufgrund eines Beschlusses  
des Deutschen Bundestages

# SCHLUSSBERICHT



WISSEN  
SCHAFFT  
QUALITÄT



## **Impressum**

### **Herausgeber:**

Versuchs- und Lehranstalt für Brauerei in Berlin (VLB) e.V.  
Forschungskoordination - Gerhard Andreas Schreiber  
Seestraße 13, 13353 Berlin, Deutschland

Vereinsregister-Nr.: 24043 NZ, Amtsgericht Berlin-Charlottenburg

[www.vlb-berlin.org](http://www.vlb-berlin.org)

Gefördert durch das Bundesministerium für Wirtschaft und Energie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages.

Alle Rechte vorbehalten, sofern nicht im Text nicht anders angegeben.

Kein Teil des Berichts darf ohne schriftliche Genehmigung des Herausgebers in irgendeiner Form reproduziert werden.

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in diesem Werk berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, dass solche Namen in Sinne der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürfen.

All rights reserved (including those of translation into other languages).

No part of this book may be reproduced in any form.

# Sachbericht

zum Verwendungsnachweis

zu FuE Vorhaben

<b>Reg.-Nr.:</b>	<b>VF071018</b>
<b>FuE-Einrichtung:</b>	<b>Versuchs- und Lehranstalt für Brauerei in Berlin e.V. (VLB Berlin)</b>
<b>Titel:</b>	<b>NIR-Inline-Prozessanalytik in der Mälzerei</b>
<b>Projektlaufzeit:</b>	<b>01.07.2007 bis 31.12.2009</b>

Berlin, den 24.06.2010

Name und Telefonnummer des Projektleiters: Prof. Dr. Frank Rath (Tel.: 030 45080154)

Firmenstempel

Versuchs- und Lehranstalt  
für Brauerei in Berlin  
Forschungsbereich für Mälzerei  
Seestraße 1b • D-13359 Berlin

**VLB**

Prof. Dr. Frank Rath

Unterschrift des Projektleiters

### Technisch-technologische Zielstellung des Vorhabens

Ziel des Forschungsvorhabens war die Entwicklung einer Inline-Prozessanalytik auf der Basis eines NIR-Diodenarray-Spektrometers zur Charakterisierung der Qualitätseigenschaften von Grünmalzen während des industriellen Mälzungsprozesses. Durch die geeignete Positionierung eines NIR-Messkopfes an den Wende-einrichtungen eines Keimkastens sollte es ermöglicht werden, NIR-Spektren des Grünmalzes über die gesamte Kastenfläche aufzuzeichnen. Mit Hilfe multivariater statistischer Verfahren sollten die spektralen Informationen mit Qualitätsdaten des Grünmalzes aus Laboranalysen verknüpft und zur Entwicklung von Prognosemodellen für die NIR-Spektroskopie genutzt werden. Mit Hilfe dieser Modelle sollte die Veränderung wichtiger Qualitätseigenschaften des Grünmalzes während des Produktionsprozesses verfolgt und mit zuvor definierten Soll-Zuständen zu verglichen werden. Die NIR-Inline-Prozessanalytik schafft damit die Voraussetzungen für die Etablierung regelbasierter Verfahren der Prozessteuerung in der industriellen Malzproduktion.

Die grundlegenden physiologischen und technologischen Abläufe industrieller Mälzungsprozesse sind seit Jahrzehnten nahezu unverändert geblieben. Dagegen wurde die Größe der Verarbeitungschargen immer weiter erhöht. Ausgehend von Chargengrößen von 25 to bis max. 50 to in der Mitte des vorigen Jahrhunderts sind kostengünstige Produktionsverfahren mit Chargengrößen von bis zu mehreren Hundert Tonnen bereits heute Standard in vielen Unternehmen. Die Inbetriebnahme von Mälzereien mit Chargengrößen von bis zu 1.000 to – Neubau der Mälzerei-gruppe Holland Malt im niederländischen Eemshaven – zeigt, dass die Entwicklung zu immer größeren Produktionseinheiten auch in Zukunft weiter gehen wird.

Mit der Größe der Malzchargen steigt das Risiko von fehlerhaften Produktionen mit minderer Qualität entsprechend. Neben konventionellen Qualitätskriterien aus Standard-Spezifikationen sind dabei zunehmend auch Aspekte der Homogenität von Malzchargen zu berücksichtigen. Nur solche qualitativ hochwertigen und insbesondere homogenen Malze gewährleisten einen störungsfreien Prozessverlauf in den hochautomatisierten Sudhäusern moderner Brauereien. Die Tendenz zu rationellen, kostengünstigen Produktionsverfahren bei gleichbleibend hoher Produktqualität fordert den Einsatz von Rohstoffen, die nicht nur in ihren physikalisch-chemischen Analysedaten den Anforderungen entsprechen, sondern auch in großen einheitlichen Chargen zur Verfügung stehen. Der Einsatz minderwertiger Malze führt zu erheblichen Kostennachteilen u.a. durch verlängerte Sudzeiten, geringere Sudhausausbeuten, längere Gär- und Reifezeiten sowie verminderte Filterleistung mit erhöhtem Einsatz von Filterhilfsstoffen.

Um das Risiko rohstoffbedingter Verarbeitungsprobleme weitgehend auszu-

schließen, versuchen Brauereien, ihre jeweiligen Anforderungen an die Verarbeitungseigenschaften der Malze in einer Vielzahl von Analysen und Parametern zu beschreiben. Auch wenn die Einhaltung vereinbarter Spezifikationen auf der Basis dieser und anderer Parameter oftmals keine Gewähr für eine problemlose Verarbeitung der Malze im Sudhaus bietet, so sind sie für die zuliefernden Mälzereiunternehmen bindender Bestandteil vertraglicher Vereinbarungen. Die Einhaltung der darin vorgegebenen Grenzwerte wichtiger Parameter entscheidet im Einzelfall über die Akzeptanz oder Zurückweisung einer Malzcharge. In jedem Fall ist die Auslieferung qualitativ hochwertiger Malze und die Einhaltung der vertraglich vereinbarten Spezifikationen ein entscheidender Faktor für die Wirtschaftlichkeit der Malzproduktion in den betroffenen Unternehmen.

Bei der Herstellung von Malz ist die Überwachung und Steuerung des Produktionsprozesses von entscheidender Bedeutung. Mit der zunehmenden Größe der Produktionseinheiten wird es dabei immer wichtiger, Unregelmäßigkeiten in der Verarbeitung einer Charge rechtzeitig zu erkennen und diesen möglichst entgegen zu wirken. Zur Überwachung und Steuerung des Mälzungsprozesses stehen bislang nur wenige Informationen zur Verfügung. Erfasst werden vor allem die Temperatur und der Weichgrad des keimenden Grünmalzes. Informationen über die Qualität des Malzes sind während des Produktionsprozesses bisher nicht verfügbar. Notwendige Laboranalysen werden erst nach Beendigung des Prozesses am fertigen Darmmalz durchgeführt. Erst dann ist es möglich, die tatsächlich erreichte Malzqualität mit den durch die Spezifikationen der Kunden vorgegebenen Zielwerten zu vergleichen. Bei diesem rückwärtsgerichteten Verfahren werden auftretende Fehler erst im Nachhinein – ‚reactive‘ – korrigiert. Von den Sollwerten abweichende Malzqualitäten führen erst bei nachfolgenden Produktionen zu notwendigen Anpassungen des Weichgrades, der Temperatur oder der Prozessdauer. Solche ‚feed back‘ Strategien erweisen sich in der Praxis als wenig effizient, da die gewonnenen Erkenntnisse wegen der schwankenden Qualität des natürlichen Rohstoffs Braugerste nur begrenzt auf nachfolgende Malzproduktionen übertragbar sind. Mit zunehmender Chargengröße steigt zudem das Kostenrisiko durch fehlerhafte Malzproduktionen erheblich an.

In dem hier vorliegenden Forschungsprojekt sollten die Grundlagen für ein neues, vorwärtsgerichtetes Verfahren erarbeitet werden, beim dem korrigierende Eingriffe bereits während des laufenden Produktionsprozesses – ‚proactive‘ – erfolgen können, sobald kontinuierlich erfasste Istwerte von vorgegebenen Sollwerten abweichen. Für die notwendigen Korrekturen müssen Regeln erarbeitet werden, was im Falle einer vorgegebenen Abweichung zu tun ist. Ein solches regelbasiertes Verfahren erfordert komplexe Informationen über den Qualitätsstatus des Grünmalzes, die kontinuierlich über den gesamten Prozessverlauf zur Verfügung stehen müssen. Hierzu zählen insbesondere Parameter zur Charakterisierung der

fortschreitenden Zellwandlösung – beta-Glucangehalt, Friabilimeter, Viskosität – , zur Beschreibung des Eiweißabbaus – Eiweißgehalt, löslicher Stickstoff – sowie Kenngrößen für die Extrahierbarkeit des Malzes. Diese komplexen Informationen können über eine traditionelle Offline-Analytik mit Probenahme und anschließender Laboranalyse in der erforderlichen zeitlichen und räumlichen Auflösung nicht bereit gestellt werden.

Notwendig ist eine Inline-Prozessanalytik, die einen kontinuierlichen Abgleich ermöglicht zwischen den stofflichen Veränderungen des Grünmalzes hinsichtlich Zellwandlösung, Proteinabbau und Extrahierbarkeit einerseits sowie den Eigenschaften des Prozesses – z.B. Temperatur und Wassergehalt – andererseits.

Als geeignetes Werkzeug sollte dabei erstmals die NIR-Spektroskopie auf der Basis eines Diodenarray-Spektrometers für die Online-Prozessanalytik direkt im Keimkasten eingesetzt werden. Über die Integration beweglichen NIR-Messkopfes in die Wendereinrichtung eines Keimkastens sollten spektrale Daten des Grünmalzes in allen Stadien der Produktion und in allen Bereichen des Keimkastens erfasst werden. Die Messung kann dabei kontinuierlich oder intermittierend erfolgen. Mit Hilfe multivariater Verfahren sollten Modelle für die NIR-Prozessanalytik entwickelt werden, die Prognosewerte über die wichtigsten stofflichen Veränderungen des Grünmalzes während der Produktion liefern. Die NIR-gestützte Prozessanalytik stellt damit die notwendigen Informationen für eine regelbasierte Produktion bereit, die den Mälzer erstmals in die Lager versetzt, die Einhaltung definierter Spezifikationen für sein Produkt Malz bereits während des Herstellungsprozesses zu kontrollieren und den Prozess ggf. zu korrigieren.

### **Darstellung der erzielten Vorhabensergebnisse**

Die Mälzungsversuche in der ersten Projektphase zielten darauf ab, eine zuverlässige Datenbasis für die Berechnung von Kalibriermodellen für die NIR-Spektroskopie zu schaffen. Über die Variation der wichtigsten Mälzungsparameter sollten dabei Grünmalze hergestellt werden, die eine große Bandbreite möglicher physiologischer Zustände repräsentieren und sich in ihren wichtigen Lösungseigenschaften signifikant unterscheiden. Auf der Basis umfangreicher Vorversuche wurden folgende Mälzungsvarianten festgelegt:

Standorte:	Seligenstadt / Morgenrot
Sorten:	Pasadena / Henrike
Weichgrade:	42 % / 45 % / 48 %
Temperatur:	12° C / 14° C / 16° C / 18° C
Probenahme:	72 h / 96 h / 120 h / 144 h / 168 h.

Die Mälzungsversuche wurden als orthogonale Versuche durchgeführt, so dass

neben den Haupteffekten der genannten Parameter auch signifikante Wechselwirkungen sicher erfasst werden konnten. Alle Versuche wurden in zweifacher Wiederholung durchgeführt, um eine ausreichende statistische Absicherung der Ergebnisse zu gewährleisten.

Die enzymatischen Umwandlungsprozesse während der Vermälzung werden von der Qualität der eingesetzten Rohstoffe stark beeinflusst. Vor allem die Verarbeitungseigenschaften der Gerstensorte und der Eiweißgehalt der Gerste sind mitentscheidend für die enzymatischen Umwandlungsprozesse während der Vermälzung und die Qualität der hergestellten Malze. Für die Mälzungsversuche wurden deshalb Gerstensorten mit sehr unterschiedlichen Qualitätseigenschaften gesucht. Hierzu wurden zunächst aktuelle Ergebnisse verschiedener Versuchsprogramme – z.B. Wertprüfungen des Bundessortenamtes, Landessortenversuche, Versuche der European Brewery Convention – gesichtet, um eine Vorauswahl geeigneter Sorten zu treffen. Mit einem eingeschränkten Sortiment von Sorten wurden eigene Mälzungsversuche durchgeführt, um die Verarbeitungseigenschaften dieser Sorten genauer zu charakterisieren.

Für die weiteren Versuche wurden die Sorten Pasadena – als Vertreter eines ‚normal‘-lösenden Sortentypus – und Henrike als ‚intensiv‘ lösende Gerstensorte ausgewählt. Abbildung 1 und 2 zeigen beispielhaft für ausgewählte Parameter der Zellwandlösung und der proteolytischen Lösung, dass sich die beiden Sorten hinsichtlich ihrer Mälzungseigenschaften sehr deutlich voneinander unterscheiden. Unabhängig von der gewählten Mälzungstechnologie zeigte Pasadena signifikant höhere beta-Glucangehalte in der VZ-65°C-Würze als Henrike. Auch reagierte diese Sorte im Vergleich zu Henrike auf eine Verschlechterung der Mälzungsbedingungen mit einer deutlich stärkeren Zunahme des Glucangehaltes. Die Eiweißlösung der Sorte Henrike war mit etwa 900 mg lösl. Stickstoff /100 g Malztrockenmasse wesentlich intensiver als bei Pasadena, deren Werte zwischen 680 und knapp 750 mg schwanken.

Die Ergebnisse dieser Vorversuche haben gezeigt, dass die Sorten Pasadena und Henrike sich in ihren Verarbeitungs- und Lösungseigenschaften sehr deutlich voneinander unterscheiden. Damit erfüllten sie die Voraussetzungen, um in den weiteren Mälzungsversuchen eine möglichst große Variation qualitativer und spektraler Ergebnisse zu liefern, als Datenbasis für die Berechnung von NIR-Kalibriermodellen.

Das Gerstenmaterial für die weiteren Mälzungsversuche mit den Sorten Pasadena und Henrike wurde aus orthogonalen Feldversuchen der Standorte Seligenstadt und Morgenrot entnommen. Die Eiweißgehalte der beiden Standorte unterschieden sich deutlich. Hierdurch wurde eine zusätzliche Variabilität der Verarbeitungseigenschaften der Gersten und der Qualität der hergestellten Malze erreicht.

Abb. 1: Beta-Glucangehalt VZ 65° C (mg/l) der Sorten Pasadena und Henrike unter dem Einfluss variierender Mälzungsverfahren

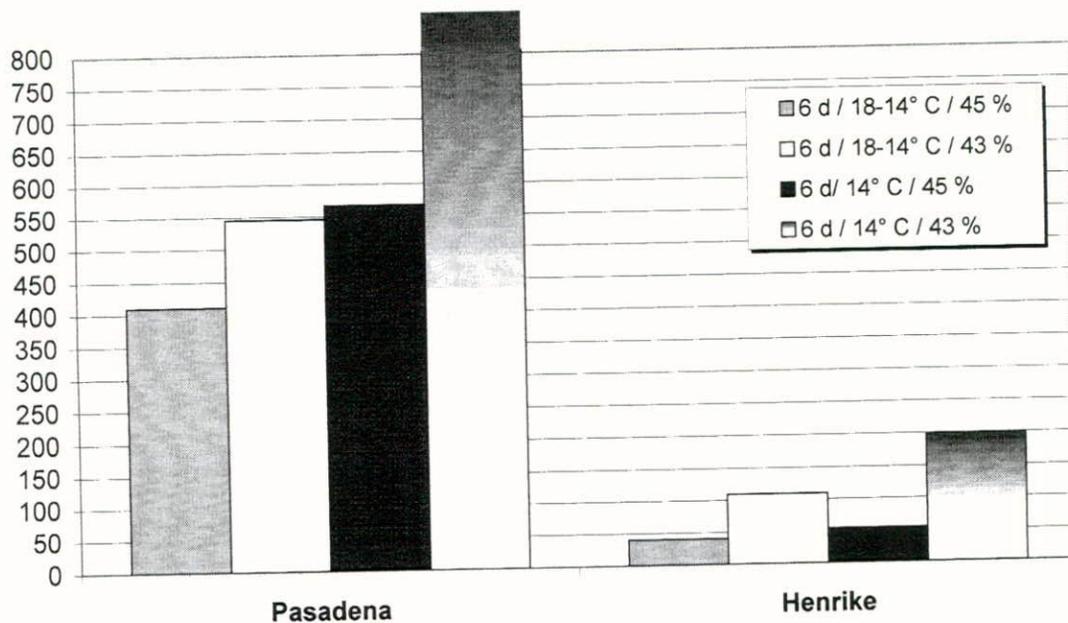
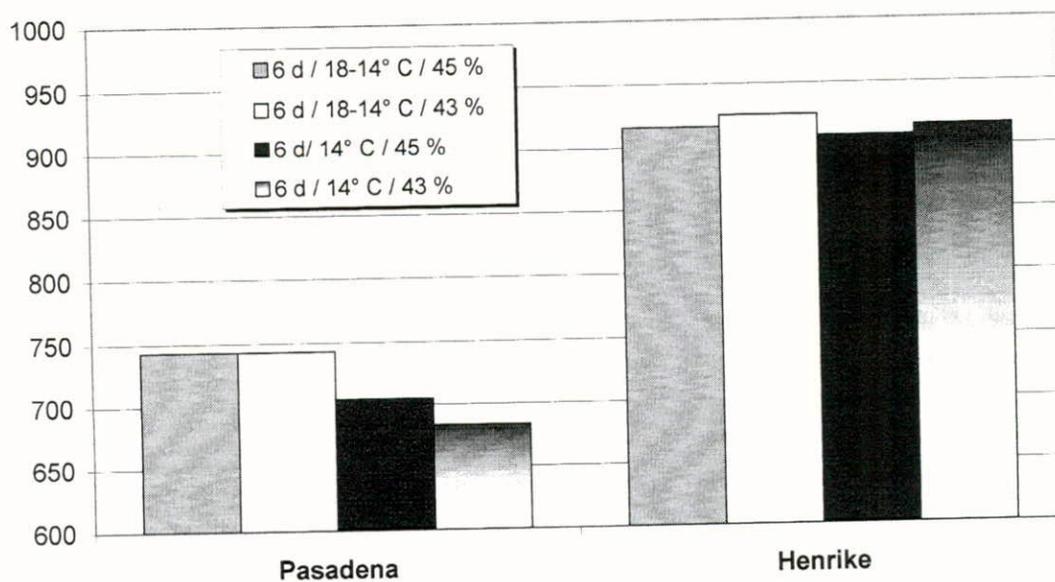


Abb. 2: Löslicher Stickstoff (mg/100 g TM) der Sorten Pasadena und Henrike unter dem Einfluss variierender Mälzungsverfahren



Die Mälzungsversuche im Labormaßstab verfolgten zwei wesentlich Ziele: Sie sollten zeigen, dass i. basierend auf NIR-Spektren von Grünmalzen eine verlässliche Prognose der wichtigsten Qualitätsparameter dieser Grünmalze in den verschiedenen Phasen des Mälzungsprozesses möglich ist und ii. den Nachweis erbringen, dass die bereits in frühen Stadien der Vermälzung gewonnenen spektralen Daten des Grünmalzes geeignet sind, die Malzqualität der fertigen Darrrmalze vorherzusagen.

Um diese Fragen zu beantworten, wurden umfangreiche, orthogonale Mälzungsversuche durchgeführt, in denen wichtige Kenngrößen zur Beeinflussung der Mälzung nach einem oben beschriebenen Versuchsschema variiert wurden. Diese Versuche wurden bereits 2007 begonnen und konnten im Berichtszeitraum 2008 abgeschlossen werden.

Die Vermälzung erfolgte in der Mälzungsanlage des Instituts im Edelstahltrommeln im 70-g-Maßstab. Jede Mälzungsvariante wurde dabei 5-fach wiederholt, um für jeden vorgesehenen Probenahmezeitpunkt eine Grünmalzprobe zur Verfügung zu haben.

Folgende Mälzungsvarianten wurden durchgeführt:

Weichgrade: 42% / 45 % / 48 %  
Temperatur: 12° C / 14° C / 16° C / 18° .

Die Versuche wurden mit verschiedenen Gerstensorten und unterschiedlichen regionalen Herkünften der Gersten durchgeführt. Bei der Wahl der Gerstensorten wurden sowohl Vertreter eines ‚normal‘-lösenden Typus wie auf besonders ‚intensiv‘-lösende Genotypen berücksichtigt. Die Auswahl des Gerstenmaterials wie auch die Wahl der verschiedenen Mälzungsverfahren zielte darauf ab, Malze mit möglichst unterschiedlichen Lösungseigenschaften herzustellen, die zu den gewählten Probenahmezeitpunkten jeweils ein breites Spektrum unterschiedlicher Entwicklungsstadien von Grünmalzen repräsentieren.

Die Grünmalzproben wurden den verschiedenen Versuchen jeweils nach 48 h, 72 h, 96 h, 120 h, 144 h und 168 h entnommen und mit Hilfe eines Diodenarray-Spektrophotometers MS 511 im Wellenlängenbereich von 900 bis 1700 nm mit einer Auflösung von 6 nm spektral vermessen. Die Grünmalze wurden anschließend tief gefroren und bis zur chemischen Analyse konserviert. Nach Abschluss einer Versuchsserie wurden die so gewonnenen Grünmalzproben aufgetaut und in einer Versuchsdarre getrocknet. Diese Darrrmalze wurden anschließend im Labor auf ihre wichtigsten Qualitätseigenschaften untersucht. Diese Qualitätsdaten bildeten zusammen mit den spektralen Informationen die Grundlage für die spätere statistische Verrechnung und die Erstellung von Prognosemodellen.

Abb. 3: Beta-Glucangehalt (mg/l) von Grünmalzen unterschiedlicher Entwicklungsstadien unter dem Einfluss variierender Mälzungsverfahren

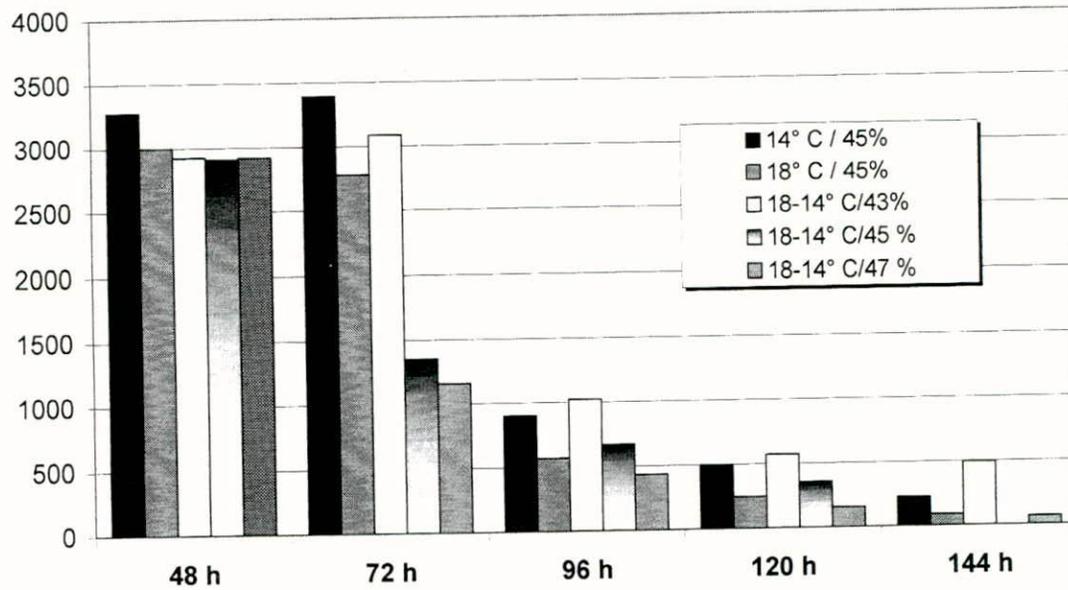


Abb. 4: Viskosität (mPa\*s) von Grünmalzen unterschiedlicher Entwicklungsstadien unter dem Einfluss variierender Mälzungsverfahren

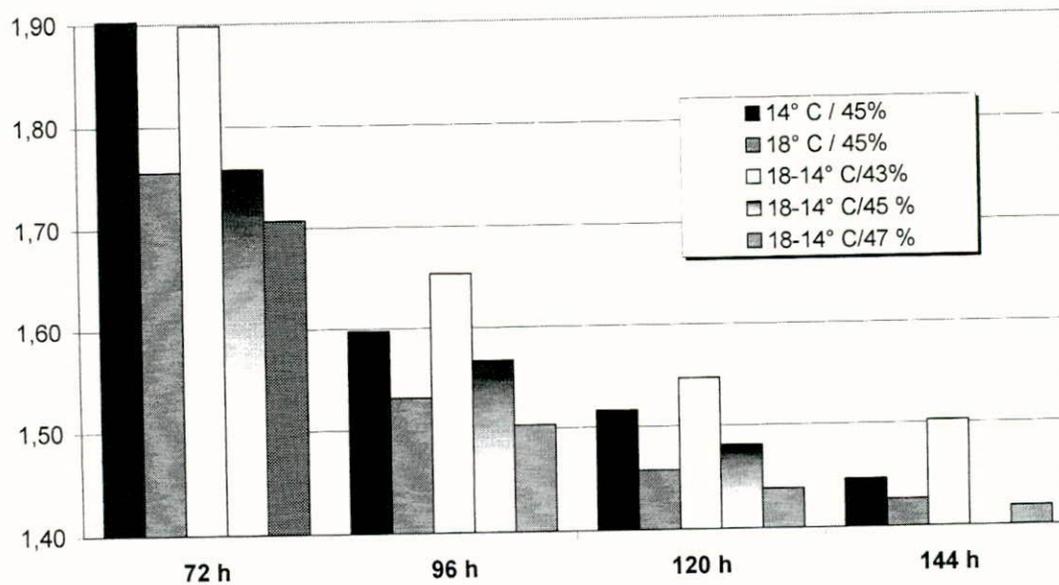
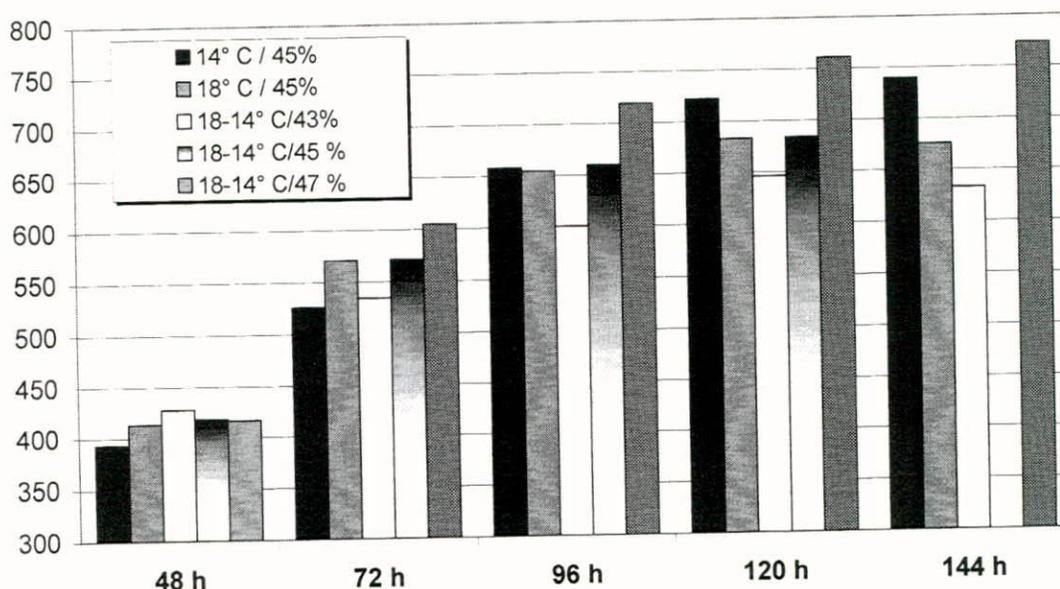


Abb. 5: Lösl. Stickstoff (mg/100 g) von Grünmalzen unterschiedlicher Entwicklungsstadien unter dem Einfluss variierender Mälzungsverfahren



Tatsächlich ist es durch die Verwendung qualitativ sehr unterschiedlicher Gerstensorten und ihrer Vermälzung unter stark variierenden Mälzungsbedingungen sehr gut gelungen, eine Vielzahl qualitativ sehr unterschiedlicher Grünmalze zu erzeugen (Abb. 3 – 5). Für die weiteren Messungen war dabei von besonderer Bedeutung, dass sehr ähnliche physiologische und qualitative Zustände des Grünmalzes durch unterschiedliche Kombinationen verschiedener Mälzungsparameter – Temperatur, Weichgrad, Zeit – erreicht werden konnten. Dies war vor allem für die NIR-Messungen von entscheidender Bedeutung, da über die spektralen Daten der jeweilige physiologische/ qualitative Zustand eines Grünmalzes beurteilt werden sollte, möglichst unabhängig von den äußeren Umständen der Vermälzung. Die hergestellten Grünmalze – insgesamt mehr als 500 Malze – zeigten für die wichtigsten Qualitätsparameter die gewünschte hohe Variabilität:

Extraktausbeute:	min. 77,2 / max. 89,4 %
Lösl. Stickstoff:	min. 453 / max. 1099 mg/100 g
Eiweißlösungsgrad:	min. 27,4 / max. 64,6 %
Endvergärung:	min. 66,2 / max. 86,9 %
Viskosität:	min. 1,41 / max. 2,50 mPa*s
Glucane:	min. 0 / max. 747 mg/l
Friabilimeter.	min. 17,9 / max. 99,9 %.

Von besonderer Bedeutung für den weiteren Projektverlauf war die Frage nach der Vorhersagbarkeit der Qualitätseigenschaften fertiger Darrmalze aus den in frühen Stadien ermittelten Analysendaten von Grünmalzen. Um diese Zusammenhänge zu beurteilen, wurden umfangreiche statistische Verrechnungen durchgeführt und nach Korrelationen zwischen den Qualitätsdaten von Grünmalzen zu verschiedenen Zeitpunkten und den entsprechenden Werten der fertigen Darrmalze aus denselben Mälzungsvarianten gesucht:

z.B. Glucangehalt

Grünmalz 72 h vs. Darrmalz 168 h / r = 0,62	vs. Darrmalz 144 h / r = 0,70
Grünmalz 96 h vs. Darrmalz 168 h / r = 0,84	vs. Darrmalz 144 h / r = 0,84
Grünmalz 120 h vs. Darrmalz 168 h / r = 0,88	
Grünmalz 144 h vs. Darrmalz 168 h / r = 0,98	

z.B. Friabilimeterwert

Grünmalz 72 h vs. Darrmalz 168 h / r = 0,74	vs. Darrmalz 144 h / r = 0,81
Grünmalz 96 h vs. Darrmalz 168 h / r = 0,82	vs. Darrmalz 144 h / r = 0,89
Grünmalz 120 h vs. Darrmalz 168 h / r = 0,91	
Grünmalz 144 h vs. Darrmalz 168 h / r = 0,98	

z.B. Löslicher Stickstoff

Grünmalz 72 h vs. Darrmalz 168 h / r = 0,00	vs. Darrmalz 144 h / r = 0,35
Grünmalz 96 h vs. Darrmalz 168 h / r = 0,22	vs. Darrmalz 144 h / r = 0,62
Grünmalz 120 h vs. Darrmalz 168 h / r = 0,45	
Grünmalz 144 h vs. Darrmalz 168 h / r = 0,78	

Für die verschiedenen Parameter ergaben sich sehr unterschiedliche Einschätzungen. Vor allem für die cytolytische Lösung – z.B. Friabilimeter, Glucangehalt und Viskosität – besteht offenkundig ein sehr enger Zusammenhang zwischen den Eigenschaften der Grünmalze in frühen Entwicklungsstadien und dem Qualitätsdaten der fertigen Darrmalze. Die ermittelten Korrelationen lassen erwarten, dass in Regressionsmodellen ggf. unter Hinzuziehung weiterer Hilfsmerkmale bereits zu einem sehr frühen Zeitpunkt des Mälzungsprozesses zuverlässige Vorhersagen über die Qualität der fertigen Malze getroffen werden können. Deutlich unterschiedlich waren die Verhältnisse für den Bereich der proteolytischen Lösung. Hier waren die Beziehungen sehr schwach ausgeprägt und – wenn überhaupt – erst zu einem späten Zeitpunkt der Vermälzung erkennbar. Diese Beobachtung war nicht unerwartet, da im Gegensatz zum Abbau der Endospermzellwände der Eiweißabbau nicht als ‚Einbahnstraße‘ betrachtet werden kann. Vielmehr können hier gleichzeitig Abbauprozesse im Endosperm und Aufbauprozesse im Bereich der Keimlings-

entwicklung beobachtet werden, die dafür verantwortlich sind, dass der vorhandene Pool von Abbauprodukten (= Löslicher N) während des Mälzungsprozesses erheblichen Schwankungen unterliegt, die verlässliche Prognosen spürbar erschweren. Die bisher vorliegenden Daten eröffnen jedoch alternative Lösungsansätze für dieses Problem. Offenkundig besteht eine sehr enge Beziehung zwischen der Intensität der cytolytischen und der proteolytischen Lösung im fertigen Darmmalz:

z.B. Korrelation Glucangehalt vs. Eiweißlösungsgrad 168 h /  $r = 0,88$

z.B. Korrelation Friabilimeter vs. Eiweißlösungsgrad 168 h /  $r = 0,87$ .

Diese Beziehung eröffnet die Möglichkeit über entsprechende Regressionsmodelle aus Parametern der Zellwandlösung die entsprechende Intensität der Eiweißlösung rechnerisch zu ermitteln.

Von allen in den verschiedenen Versuchsserien hergestellten Grünmalzen wurden mit einem Diodenarray-Spektrometer MSC 511 NIR Absorptionsspektren im Spektralbereich 900 bis 1700 nm mit einer Auflösung von 6 nm aufgenommen. Die Messungen wurden 2fach wiederholt; die Spektraldaten der Wiederholungen wurden gemittelt. Die Abbildungen 6 und 7 zeigen deutlich, dass die NIR-Spektren von Grünmalzen stark variierten. Spektrale Veränderungen wurden sowohl über die fortschreitende Weich-Keim-Dauer (Abb. 6) wie auch im Vergleich der verschiedenen Mälzungsbedingungen (Abb. 7) beobachtet. Diese Variabilität der spektralen Information ist eine unabdingbare Voraussetzung für beabsichtigte Bildung von Prognosemodellen.

Die spektralen Daten wurden über spezielle mathematische Algorithmen – Partial Least Square Regression (PLS) – mit den chemometrischen Referenzwerten der Malzanalyse aus dem Labor verrechnet. Die Bearbeitung erfolgte mit der Spezialsoftware *Unscrambler* der Fa. Camo. Es wurden Kalibriermodelle für verschiedene Qualitätsparameter erstellt und über statistische Verfahren validiert. Vor allem für die cytolytischen Lösungseigenschaften der Malze – Glucangehalt, Viskosität und Friabilimeter – wurden sehr gute Regressionsmodelle mit einer hohen Vorhersagegenauigkeit erzielt. Abbildung 8 und 9 zeigen die Ergebnisse der Vorhersage des Glucangehaltes bzw. des Friabilimeterwertes von Malzen in verschiedenen Stadien des Mälzungsprozesses im Vergleich zu den im Labor ermittelten Referenzwerten. In beiden Fällen wurden sehr gute Übereinstimmungen mit Korrelationskoeffizienten größer  $r=0,90$  erzielt. Aussagekräftige Modelle wurden konnten auch für den Eiweißlösungsgrad (Abb. 10 u. 11), den Wassergehalt der Grünmalze und für die Intensität des Keim-wurzelwachstums berechnet werden. Damit wurde nachgewiesen, dass es grundsätzlich möglich ist, die spektralen Informationen aus der NIR-Messung von Grünmalzen zur Vorhersage der wesentlichen Qualitätsparameter dieser Grünmalze

Abb. 6: NIR-Spektren von Grünmalzen unterschiedlicher Entwicklungsstadien (Temperatur 18° C, Weichgrad 45%)

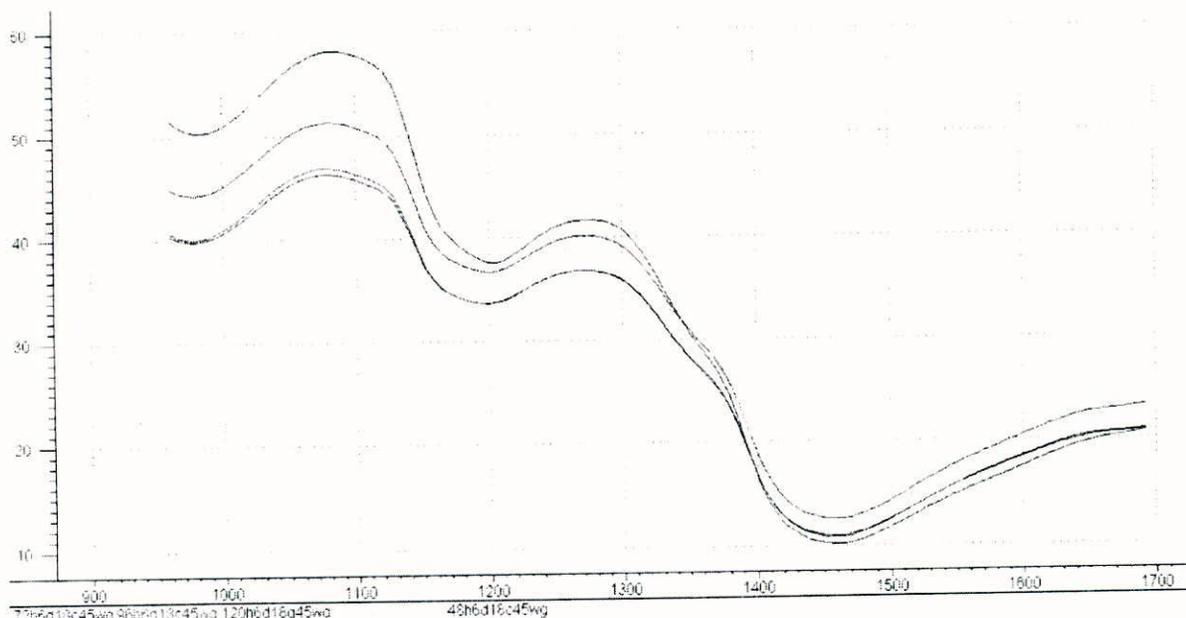
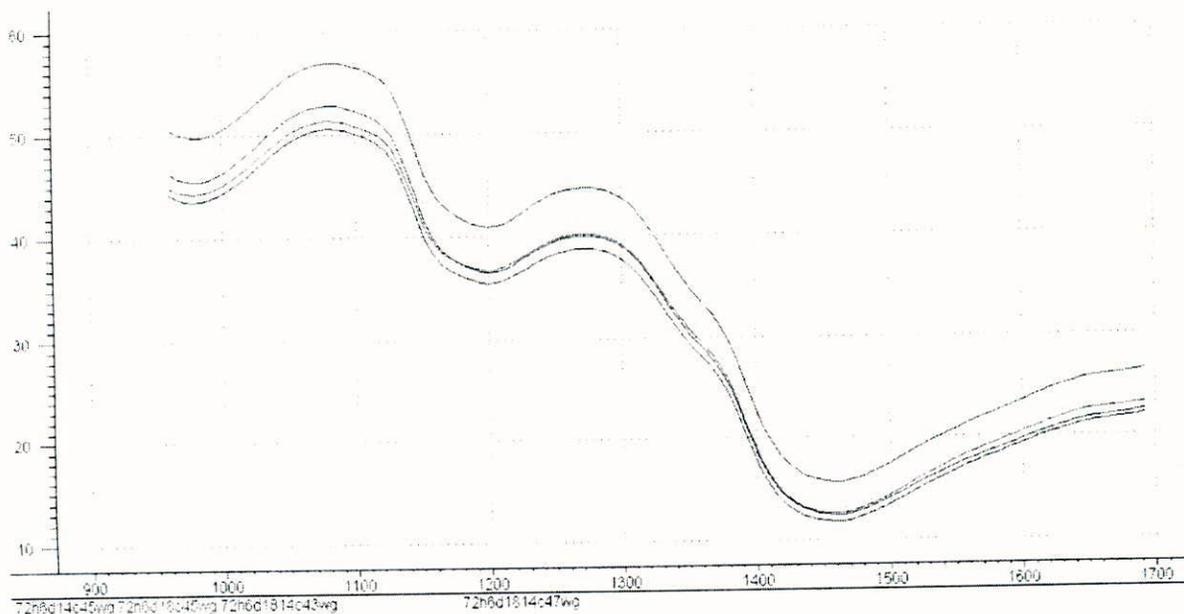


Abb. 7: NIR-Spektren von Grünmalzen unter dem Einfluss variierender Mälzungsparameter nach 72 h Weich-Keim-Zeit



Reg.-Nr.: VF071018  
 Kurztitel: NIR-Inline-Prozessanalytik in der Mälzerei  
 Laufzeit: 01.07.2007 bis 31.12.2009

Name und Anschrift des Zuwendungsempfängers

Versuchs- und Lehranstalt für Brauerei in Berlin e.V. (VLB Berlin)  
 Seestraße 13  
 13353 Berlin

Kurzfassung (Zielstellung, Ergebnisse)

Ziel des Forschungsvorhabens war die Entwicklung einer Inline-Prozessanalytik auf der Basis eines NIR-Diodenarray-Spektrometers zur Charakterisierung der Qualitätseigenschaften von Grünmalzen während des industriellen Mälzungsprozesses.

In Kleinmälzungsversuchen mit variierenden Mälzungsparametern wurden Grünmalze mit sehr unterschiedlichen Qualitäten hergestellt. Proben dieser Grünmalze wurden zu verschiedenen Zeitpunkten des Verarbeitungsprozesses entnommen und im Labor auf wichtige Inhaltsstoffe und ihre Veränderung während des Prozesses analysiert. Gleichzeitig wurden spektrale NIR-Daten dieser Grünmalzproben aufgezeichnet. Mit Hilfe multivariater statistischer Methoden konnten erfolgreich Kalibrationsmodelle berechnet werden, mit denen eine zuverlässige Vorhersage von Inhaltsstoffen und Entwicklungsstadien von Grünmalzen möglich ist, ohne dass aufwändige Laboranalyse der Malze durchgeführt werden müssen.

Die im Kleinmälzungs- und Labormaßstab entwickelte Technologie konnte erfolgreich an die Erfordernisse der industriellen Malzproduktion angepasst werden. Voraussetzung hierfür war die Entwicklung einer geeigneten Kapselung, um die im Keimkasten vorhandene Feuchtigkeit von den Messsystemen fernzuhalten. Ebenso notwendig war die Entwicklung einer Halterung, die eine definierte Führung der Messeinrichtung hinter den Wendereinrichtungen des Keimkastens ermöglicht und dabei reproduzierbare Messbedingungen gewährleistet. Beides ist im Rahmen des Projektes uneingeschränkt gelungen. Zusätzlich wurde erreicht, dass die spektralen Messungen ohne Qualitätsverlust mit einem technisch einfacheren, in größeren Stückzahlen hergestellten und damit preiswerteren Spektrometers durchgeführt werden konnten. Dies ist für die Kosten eines in der Praxis notwendigen Einsatzes mehrerer Spektrometer in einem Keimkasten von großer Bedeutung.

Die im Labormaßstab entwickelten Vorhersagemodelle für wichtige Inhaltsstoffe des Grünmalzes und ihre Veränderung während des Mälzungsprozesses konnten erfolgreich in den industriellen Maßstab übertragen werden. Auch unter industriellen Produktionsbedingungen war es mit Hilfe von Kalibriermodellen möglich, allein auf der Grundlage spektraler Analysen von Grünmalzen die Produktqualität noch während des laufenden Produktionsprozesses zutreffend zu beurteilen.

Ebenfalls erfolgreich war die Entwicklung sog. SIMCA-Modelle, mit deren Hilfe die verschiedenen Entwicklungs- und Qualitätsstadien der Grünmalze im industriellen Prozess einfachen Soll-/Ist-Vergleichen unterzogen werden können. Solche Abgleiche allein auf Basis spektraler Informationen sind eine wichtige Voraussetzung für die angestrebte Einbindung in die Prozesssteuerung einer Mälzerei.

Veröffentlichungen

Vorträge anlässlich nationaler und internationaler Fachtagungen:

1. 96. Oktobertagung der VLB Berlin, Berlin, Okt. 2009
2. 5. VLB-Seminar für die Brau- und Getränkeindustrie, Moskau, Nov. 2009
3. Seminario maltero Grupo Damm, Barcelona, März 2010
4. Simpósio Latino Americano de Cevada, Malte e Malteacao, Rio de Janeiro, June 2010
5. Brauerei-Seminars zur Messe China Brew, Beijing, Sep. 2010 (geplant)
6. EBC Kongress, Glasgow, Frühjahr 2011 (geplant)

Patentanmeldungen

Bis zum Ende des Forschungsprojektes wurden Schutzrechte weder erworben noch beantragt. Die Voraussetzungen für die Beantragung von Schutzrechten werden zurzeit geprüft.

24.06.2010

Datum

Prof. Dr. Frank Rath

Projektleiter

Rechtsverbindliche Unterschrift

Abb. 8: Vorhersagegenauigkeit des Glucangehaltes von Grünmalzen mit einem Regressionsmodell auf der Basis von NIR-Spektren

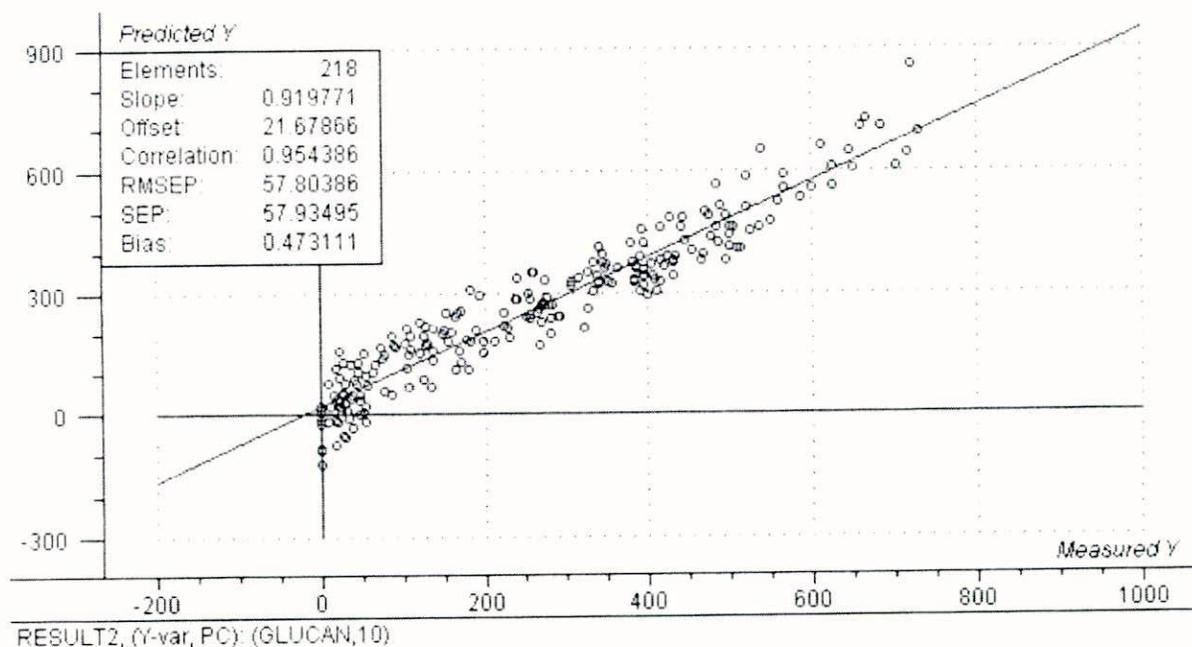


Abb. 9: Vorhersagegenauigkeit des Friabilimeterwertes von Grünmalzen mit einem Regressionsmodell auf der Basis von NIR-Spektren

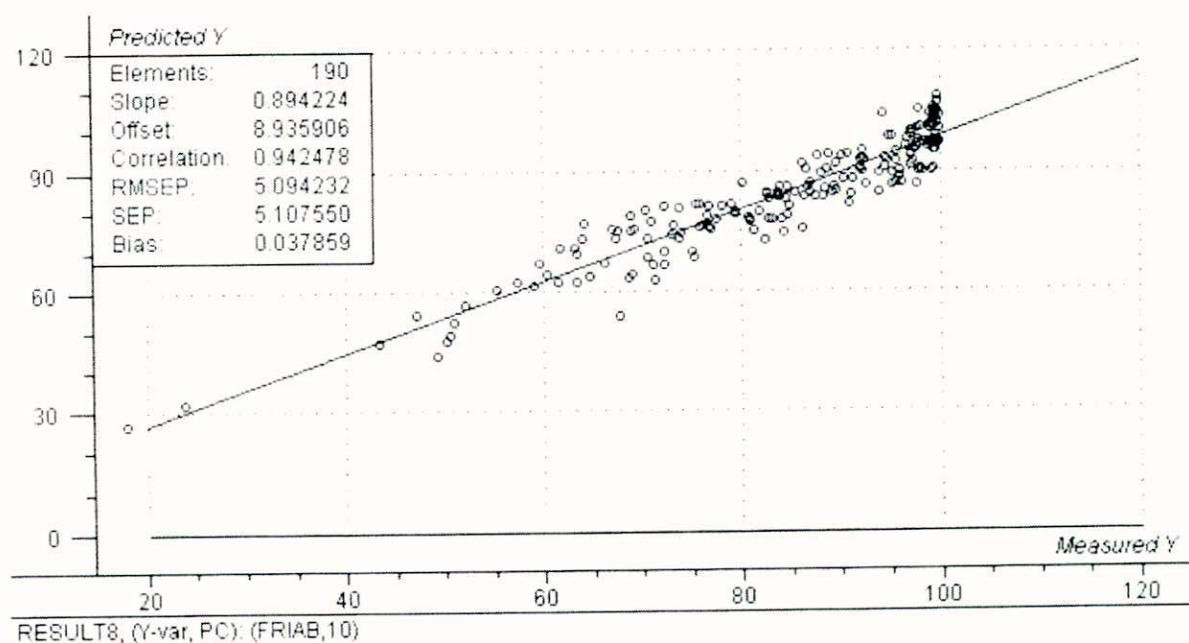


Abb. 10: Vorhersagegenauigkeit des Löslichen Stickstoffs von Grünmalzen mit einem Regressionsmodell auf der Basis von NIR-Spektren

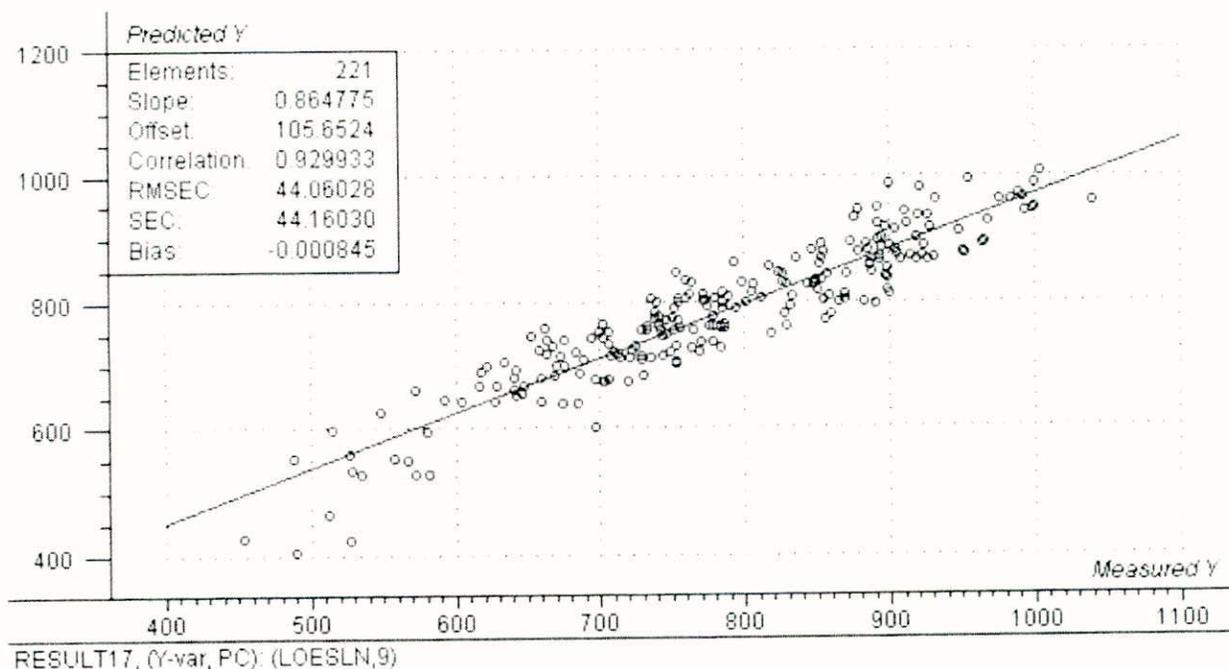


Abb. 11: Vorhersagegenauigkeit des Löslichen Stickstoffs von Grünmalzproben mit einer Weich-Keim-Zeit von 120 h mit einem Regressionsmodell auf der Basis von NIR-Spektren

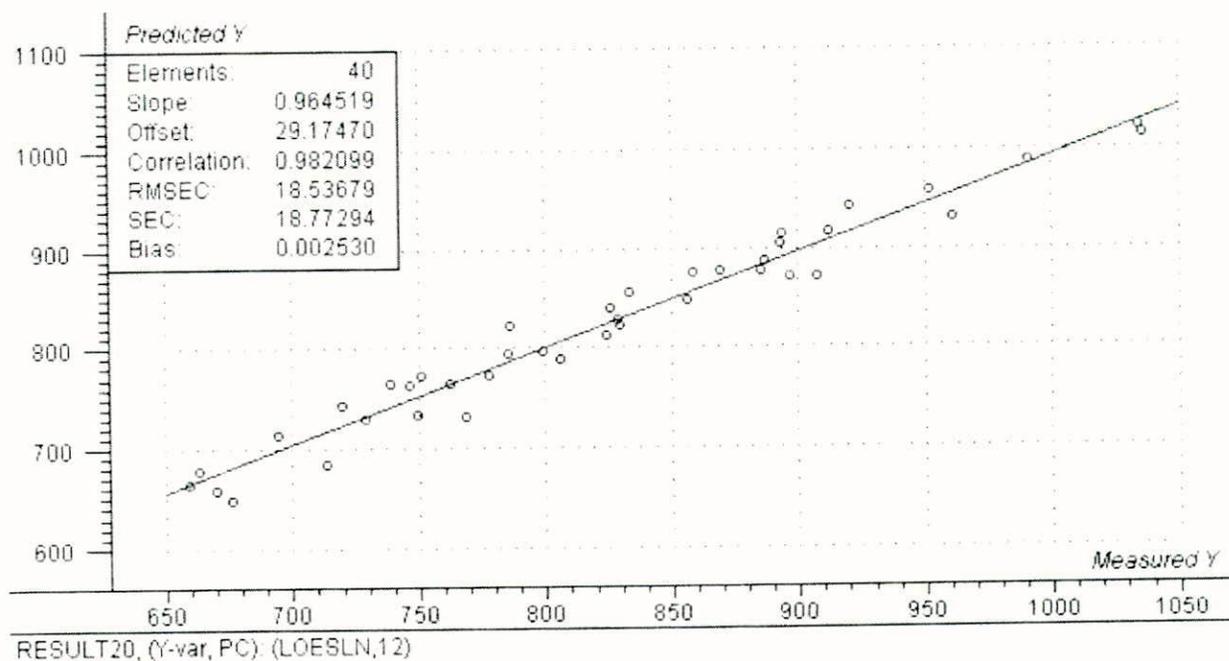
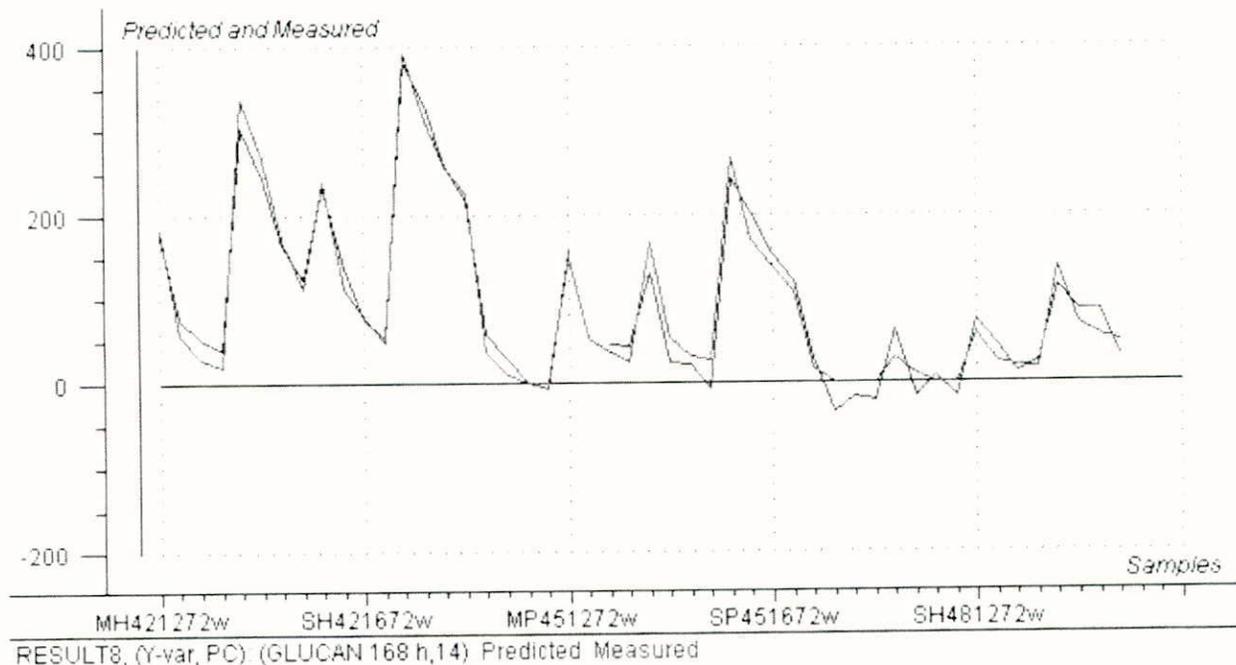


Abb. 12: Vorhersage des Glucangehaltes von Grünmalzen nach 168 h Weich-Keim-Zeit mit Hilfe eines Regressionsmodells auf der Basis von NIR-Spektren von Grünmalzen nach 72 h Weich-Keim-Zeit

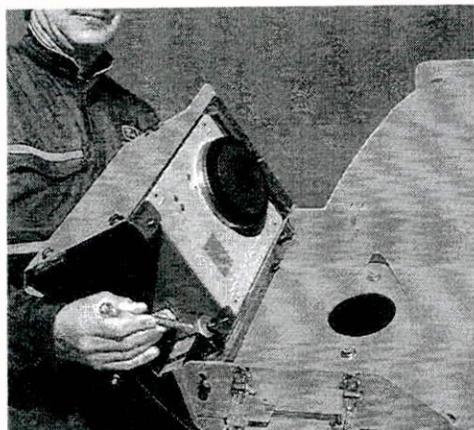


zu nutzen. Eine wesentliche Voraussetzung für den erfolgreichen Abschluss des Forschungsprojektes kann damit als erfüllt angesehen werden. Besonders erfreulich ist die Tatsache, dass die Vorhersagequalität der berechneten Modelle unabhängig ist von den jeweiligen Stadien des Mälzungsprozesses und den Variationen der Mälzungsparameter Temperatur und Weichgrad. Eine Beeinflussung durch die verwendete Gerstensorte oder die Provenienz der Rohstoffe konnte ebenfalls nicht beobachtet werden. Damit können weitere Arbeiten jeweils auf ein einzelnes Kalibriermodell beschränkt werden.

Vor allem im Bereich der Vorhersage cytolytischer Qualitätsparameter wie Glucangehalt oder Friabilimeterwert eröffneten die Untersuchungsergebnisse neue, vorher nicht erwartete Möglichkeiten. So war es aus spektralen Informationen, die zu sehr frühen Zeitpunkten des Mälzungsprozesses gewonnen wurden, Kalibriermodelle zu entwickeln, die mit hoher Genauigkeit Rückschlüsse auf die Qualität der fertigen Malze zuließen. Abbildung 12 zeigt dies beispielhaft für die Vorhersage des Glucangehaltes von Malzen nach 168 h Weich-Keim-Zeit, der mit guter Genauigkeit bereits aus Spektraldaten derselben Malze nach nur 72 h Weich-Keim-Zeit – also zu einem sehr frühen Zeitpunkt der Vermälzung – vorhergesagt werden konnte.

Alle Modelle wurden neben einer internen, softwareseitigen Validierung auch einer zusätzlichen Validierung mit externen, speziell für diesen Zweck hergestellten Grünmalzproben unterzogen. Dabei wurde die erhoffte hohe Vorhersagegenauigkeit für die wichtigen cytolytischen und proteolytischen Parameter uneingeschränkt bestätigt.

Abb. 13: Kenndaten des gekapselten Spektralphotometers MSC 611 – 1.5



- Dioden-Array-Technologie
- Zeiss 'harvest lab'
- NIR spectral range: **950 – 1530 nm**
- Auflösung: **2,0 nm/Diode [291 Pixel]**
- Methode: Reflektion
- Temperaturstabilität: [+5° C to +80° C]
- integrationszeit: variabel

Für den weiteren Projektverlauf war der Übergang von Kleinmälzungsmalzen und Laborsimulationen zu Messungen im industriellen Maßstab vorgesehen. Für diesen Schritt ist eine aufwändige Kapselung der NIR-Hardware unerlässlich, um die empfindliche Messtechnik unter den schwierigen Bedingungen des industriellen Mälzungsprozesses optimal zu schützen. Vor diesem Umbau wurden deshalb vergleichende Untersuchungen mit verschiedenen NIR-Spektrometern durchgeführt, die sich durch ihre Bauart und die verwendeten Diodenzeilen unterscheiden. Neben dem bereits im Labormaßstab verwendeten MSC 511 wurden drei unterschiedliche Spektrometer einer aktuellen 600er Baureihe der Fa. Carl Zeiss, Jena, getestet:

MSC 611 – 1.7	Spektralbereich 900-1700 nm	Auflösung 3 nm
MSC 611 – 2.2	Spektralbereich 900-2200 nm	Auflösung 6 nm
MSC 611 – 1.5	Spektralbereich 900-1500 nm	Auflösung 2 nm.

Für die Untersuchungen wurde eine Serie von Grünmalzen sehr unterschiedlicher Entwicklungsstadien gezielt hergestellt, um das gesamte Spektrum möglicher Qualitäten abzudecken. Dabei wurden nach bewährtem Schema die Faktoren Weichgrad, Weich-Keim-Zeit und Weich-Keim-Temperatur variiert. Grünmalzproben wurden zu verschiedenen Zeitpunkten dem Mälzungsprozess entnommen und bis zur Analyse tief gefroren gelagert. Eine Teilprobe dieser Malze wurde jeweils nach standardisiertem Verfahren gedarrt und als fertiges Darrmalz im Labor analysiert. Eine weitere Teilprobe wurde für die Spektralanalysen benutzt. Diese Teilproben wurden vor der Analyse unter kontrollierten Bedingungen aufgetaut und auf Raumtemperatur erwärmt. Die Grünmalze wurden anschließend mit den verschiedenen NIR-Spektrometern analysiert, wobei von jeder Probe auf jedem Gerät zwei unabhängige Messungen durchgeführt wurden. Für den Gerätevergleich wurden aus den Spektraldaten jedes einzelnen Spektrometers für ausgewählte Parameter

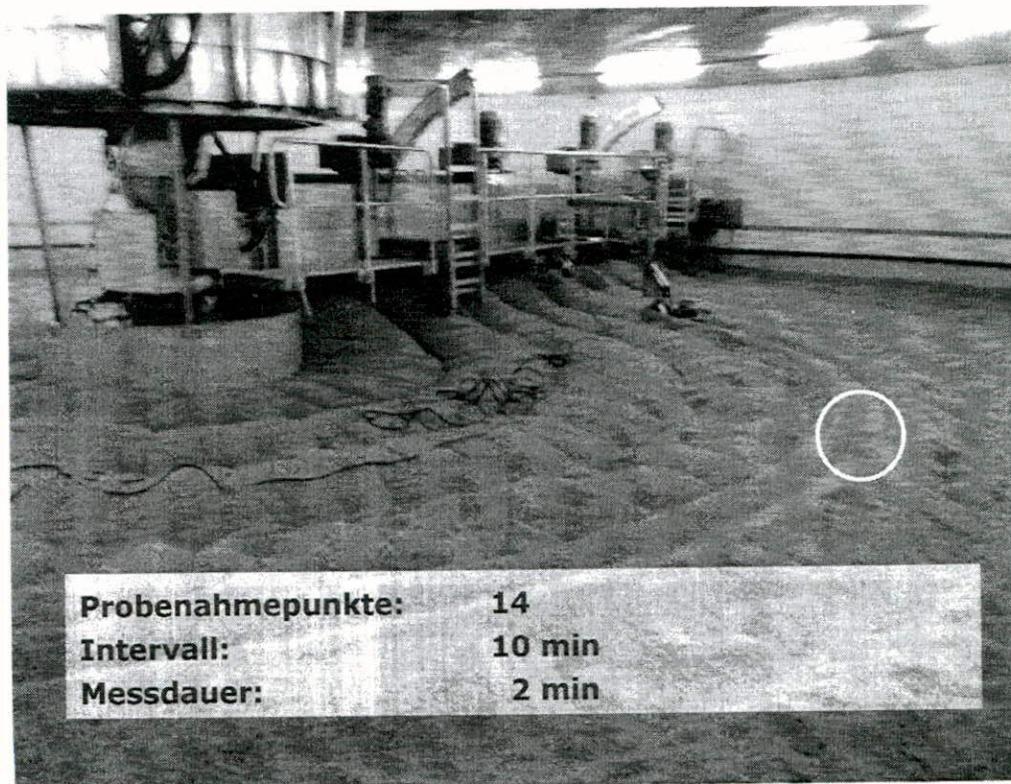


Abb. 14: Einsatz eines gekapselten Spektrometers MSC 611 - 1.5 in einem industriellen Keimkasten

Regressionsmodelle berechnet und miteinander verglichen. Die Qualität der Vorhersagemodelle war für alle Spektrometer vergleichbar. Bauartbedingte Unterschiede konnten nicht festgestellt werden. Dies gilt vor allem auch für das MSC 611 - 1.5, das trotz einer deutlichen Einschränkung des Spektralbereichs auf 900 bis 1500 nm vergleichbar gute Modelle lieferte. Dies ist u.a. auch auf die wesentlich bessere Auflösung von 2,0 nm je Diode (= 291 Messpunkte) dieses Spektrometers zurückzuführen, was eine signifikante Verbesserung gegenüber den im Labor verwendeten Modellen der Baureihe MSC 511 (= 128 Messpunkte) darstellt. Modelle der Bauart MSC 611 werden vielfältig eingesetzt und sind wegen entsprechend größerer Stückzahlen wesentlich preiswerter zu produzieren als die Vergleichssysteme. Das MSC 611 - 1.5 wurde deshalb für die weiteren Versuche im industriellen Maßstab ausgewählt.

Nach der Entscheidung für das NIR-Spektrometer MSC 611-1.5 für die weiteren industriellen Versuche wurde mit der Entwicklung einer geeigneter Kapselung des Systems begonnen. Das System wurde dazu in ein Metallgehäuse eingebaut, das neben der Spektrometereinheit auch die notwendige Computer-Hardware enthält und damit weitgehend autonom arbeiten kann. Die Stromversorgung erfolgt über Kabel extern. Das Spektrometer verfügt über entsprechende Schnittstellen und kann die NIR-Daten über Kabelverbindungen oder ein W-LAN übertragen. Auf diesen Wegen

Abb. 15: Aufnahme spektraler Daten und Ziehung von Grünmalz-Referenzproben im industriellen Prozess



ist das System ebenfalls von außen steuerbar. Die eigentliche Messung erfolgt durch ein Messfenster aus kratzfestem Saphirglas. Die Arbeiten zur Vorbereitung des Messkopfes wurden durch die Fa. Carl Zeiss maßgeblich unterstützt. Dabei konnte auf Erfahrungen des Einsatzes von NIR-Spektrometern auf Maishäckslern aufgebaut werden (Abb. 13), die als vergleichbar schwierig anzusehen sind.

Für NIR-Inline-Messungen in verschiedenen Keimkästen einer industriellen Mälzerei wurde der Messkopf der Wendeeinrichtung des Keimkastens nachgeführt (Abb. 14 u. 15). Damit wurde sichergestellt, dass die NIR-Messungen an frisch gewendetem, möglichst homogenem Grünmalz durchgeführt werden konnten und für die gesamte Produktionseinheit repräsentative Spektraldaten aufgezeichnet werden konnten.

Für die Messungen wurde das NIR-Spektrometer auf eine schlittenähnliche Konstruktion montiert, in deren planer Unterseite das eigentliche Messfenster eingelassen wurde. Der Schlitten hatte dabei die Aufgabe, die Oberfläche des frisch gewendeten Grünmalzes einzuebnen und gleichmäßig zu verdichten, um auf diese Weise reproduzierbare Messbedingungen für die NIR-Messungen herzustellen.

Um repräsentative Daten zu gewinnen, wurde der gesamte Keimkasten auf einer 360° Kreisbahn in einem festgelegten Radius vermessen (Abb. 15). Dabei wurde in Intervallen von 10 min. für jeweils 2 min. Spektraldaten aufgezeichnet. Die dabei überstrichenen Bereiche des Grünmalzes wurden mit Markierungen genau gekenn-

Abb. 16: Glucangehalte von Grünmalzen im industriellen Mälzungsprozess in Abhängigkeit von der Weich-Keim-Zeit an verschiedenen Probenahmepunkten innerhalb des Keimkastens

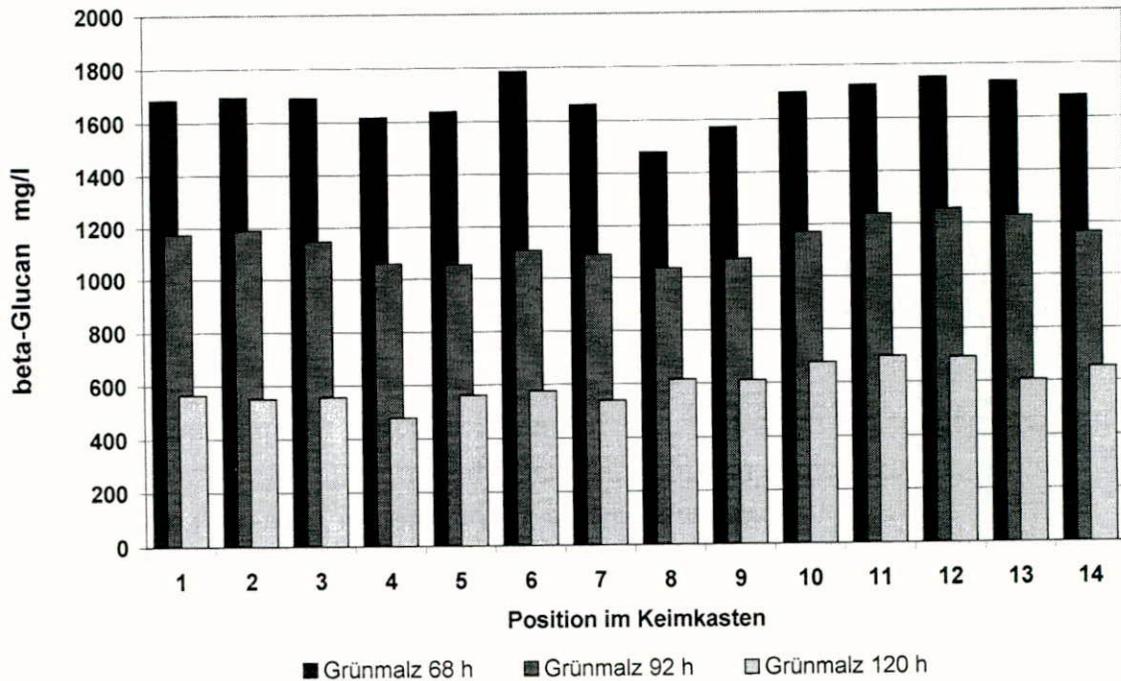


Abb. 17: Viskosität von Grünmalzen im industriellen Mälzungsprozess in Abhängigkeit von der Weich-Keim-Zeit an verschiedenen Probenahmepunkten innerhalb des Keimkastens

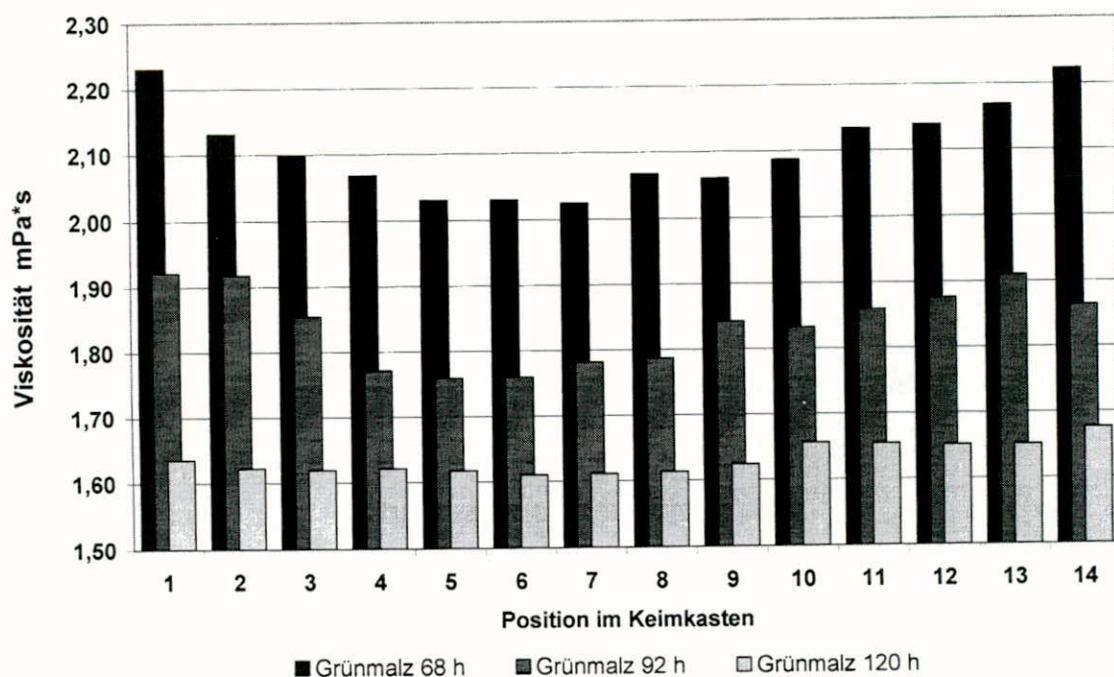
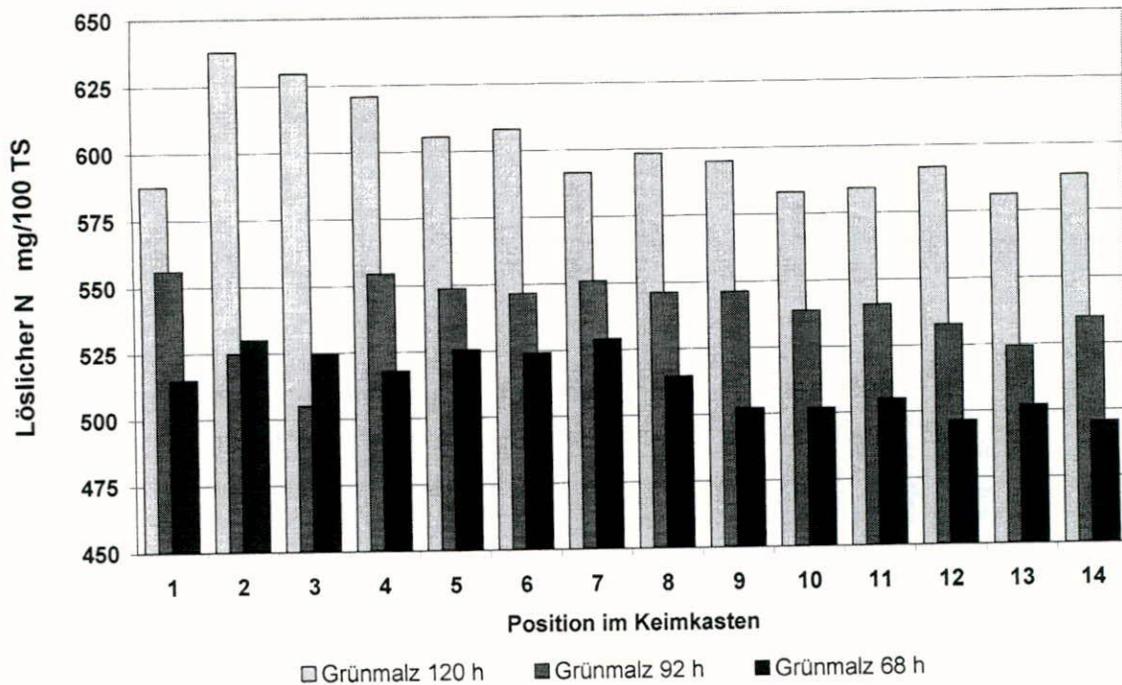


Abb. 18: Löslicher Stickstoff von Grünmalzen im industriellen Mälzungsprozess in Abhängigkeit von der Weich-Keim-Zeit an verschiedenen Probenahmezeitpunkten innerhalb des Keimkastens



Tab. 1: Streuung der Qualitätsparameter von Grünmalzproben eines Keimkastens zu verschiedenen Zeitpunkten des Mälzungsprozesses (22.09.09 = 72 h / 24.09.2009 = 120 h)

22.09.09	Extrakt	Lösl. N	ELG	Visko	Friab	Glucan
<b>Min</b>	80,0	496	28,1	2,02	48,0	1479
<b>Mean</b>	<b>80,5</b>	<b>517</b>	<b>29,8</b>	<b>2,11</b>	<b>52,9</b>	<b>1672</b>
<b>Max</b>	80,8	543	31,4	2,23	56,3	1785
<b>StD rel.</b>	<b>0,3 %</b>	<b>2,8 %</b>	<b>2,8 %</b>	<b>3,5 %</b>	<b>5,5 %</b>	<b>4,7 %</b>

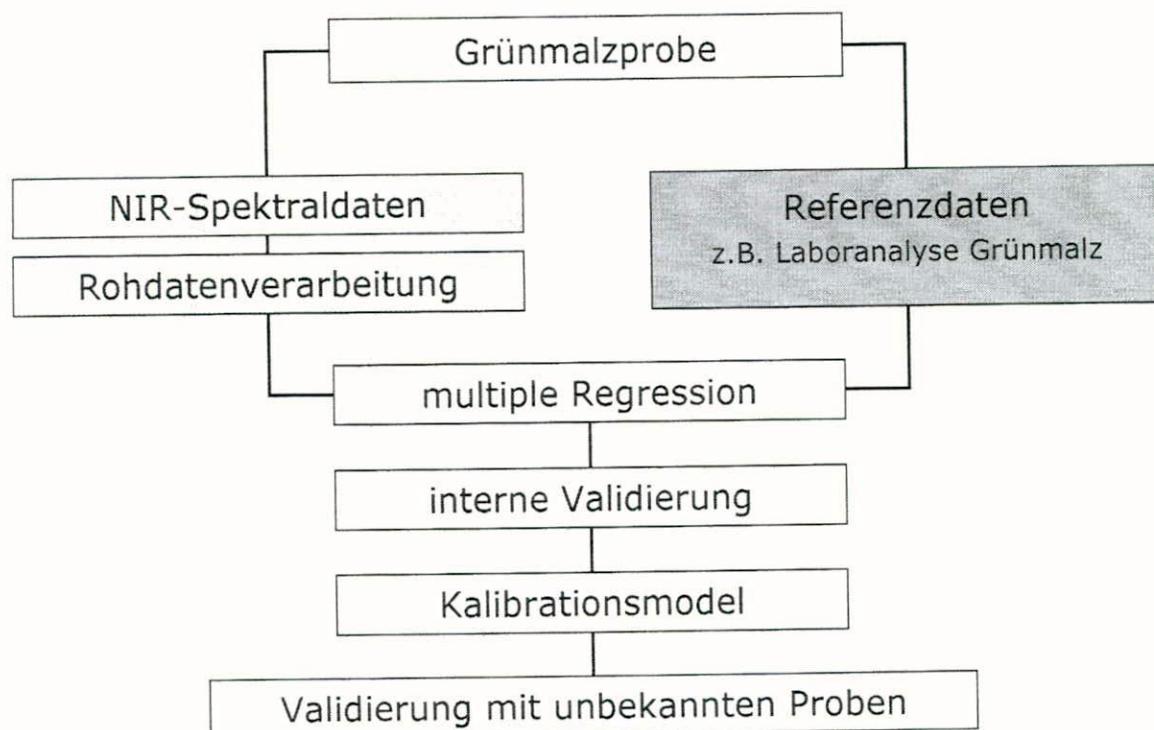
24.09.09	Extrakt	Lösl. N	ELG	Visko	Friab	Glucan
<b>Min</b>	81,0	581	32,7	1,61	77,9	479
<b>Mean</b>	<b>81,5</b>	<b>600</b>	<b>34,1</b>	<b>1,63</b>	<b>81,7</b>	<b>598</b>
<b>Max</b>	81,9	638	36,2	1,68	85,9	696
<b>StD rel.</b>	<b>0,3 %</b>	<b>3,0 %</b>	<b>3,6 %</b>	<b>1,3 %</b>	<b>2,9 %</b>	<b>10,6 %</b>

zeichnet. Innerhalb der gekennzeichneten Bereiche – insgesamt 14 repräsentative Messbereiche jeden Keimkasten und Probenahmezeitraum (Abb. 15) – wurden die zugehörigen Grünmalzproben aus der Messspur des Spektrometers gezogen. Durch diese Vorgehensweise wurde erreicht, dass die Referenzdaten im Labor an denselben Grünmalzproben erzielt wurden wie die Spektraldaten der Inline-Messungen im Keimkasten.

Die Grünmalzproben wurden unmittelbar nach der Probenahme bei  $-30^{\circ}\text{C}$  tiefgefroren und bis zur Laboranalyse zwischengelagert. Die Probenahme im Keimkasten erfolgte dabei jeweils unmittelbar nach der Aufnahme der Spektraldaten. Alle Grünmalzproben – Probenumfang jeweils ca. 500 g – wurden vor der Laboranalyse auf der Kleinmälzungsdarre des Instituts getrocknet, um das Material für eine Standard-Malzanalyse vorzubereiten. Im Labor wurden die fertigen Malze analysiert, um vor allem ihre cytolytischen und proteolytischen Eigenschaften zu charakterisieren. Die Abbildungen 16 und 17 zeigen beispielhaft anhand der Parameter beta-Glucangehalt und Viskosität die Entwicklung der Zellwandlösung der Malze über drei aufeinander folgende Tage innerhalb eines Keimkastens. Die Daten zeigen sehr deutlich, dass innerhalb eines kurzen Zeitraums von nur 50 h entscheidende Veränderungen der Malzqualität stattfinden. So sank der mittlere beta-Glucangehalt der Malze von mehr als 1600 mg/l auf 600 mg/l, die Viskosität der Würze veränderte sich im gleichen Zeitraum von 2,11 auf 1,63 mPa\*s. Abbildung 18 verdeutlicht, dass der zeitliche Verlauf der proteolytischen Lösung sich von dem der Zellwandlösung deutlich unterscheidet. Vor allem in den früheren Phasen des Mälzungsprozesses sind die beobachteten Veränderungen zunächst eher moderat, um sich dann ab dem ca. 96 h Weich-Keim-Zeit stark zu beschleunigen. Diese abweichende Entwicklung ist eine mögliche Ursache für die schlechtere Vorhersagbarkeit proteolytischer Parameter in frühen Phasen des Prozesses (s.o.).

Im Vergleich zu den sehr deutlichen Veränderungen über die Mälzungszeit waren die Qualitätsunterschiede zwischen den Malzproben innerhalb des Keimkastens zu einem festgelegten Probenahmezeitpunkt vergleichsweise gering. Dies gilt für cytolytische und proteolytische Parameter gleichermaßen, wie die Daten in Tabelle 1 zeigen. Die Minimum- und Maximumwerte der einzelnen Parameter sowie vor allem die niedrigen Werte der relativen Standardabweichung (in Prozent des Mittelwertes) zeigen eine recht homogene Qualität innerhalb eines Keimkastens. Die zwischen den Probenahmepunkten beobachteten Unterschiede (Abb. 16 – 18) können ihre Ursache haben in bereits bei der Beladung der Kästen vorhandenen Inhomogenitäten der Gerste oder in unterschiedlichen Füllhöhen in verschiedenen Bereichen des Kastens. Diese Qualitätsunterschiede waren relativ stabil und konnten über den gesamten Produktionsprozess reproduzierbar nachgewiesen werden.

Abb. 19: Schematische Darstellung der Entwicklung und Validierung eines Kalibrationsmodells zur Beurteilung der Qualität von Grünmalzen



Die im industriellen Prozess in verschiedenen Keimkästen an Malzen in unterschiedlichen Entwicklungsstadien aufgezeichneten NIR-Spektren und die entsprechenden Ergebnisse der Laboranalysen dieser Malze wurden in Regressionsmodellen verrechnet, analog zu der für die vorbereitenden Untersuchungen im Labormaßstab bereits beschriebenen Vorgehensweise (s.o.). Eine Übersicht über die einzelnen Schritte der Entwicklung eines Vorhersagemodells bietet Abbildung 19.

Die Ergebnisse dieser Versuche im industriellen Maßstab bestätigen in allen wesentlichen Punkten die zuvor in Mälzungsversuchen im Labormaßstab gewonnenen Erkenntnisse. Obwohl die NIR-Messungen im laufenden industriellen Verarbeitungsprozess unter ungleich schwierigeren Bedingungen vorgenommen wurden – z.B. NIR-Spektrometer in Bewegung, schwierige, nicht konstante Umgebungstemperatur und –feuchte – konnten für alle zur Beschreibung der Lösungseigenschaften des Grünmalzes wichtigen Parameter aussagekräftige Vorhersagemodelle berechnet werden. Die Abbildungen 20 bis 22 zeigen Beispiele für Kalibrationsmodelle zur Vorhersage des Eiweißlösungsgrades, des beta-Glucangehaltes und des Friabilimeterwertes der Malze. Die Modelle liefern Vorhersagewerte mit einer sehr engen Korrelation zu den tatsächlich im Labor bestimmten Analysewerten. Einschränkend ist jedoch anzumerken, dass die sehr guten Korrelationskoeffizienten nach  $r = 1,0$  teilweise auch darauf zurückzuführen ist, dass die

Abb. 20: NIR-Kalibrationsmodell für die Vorhersage des Eiweißlösungsgrades in industriellen Grünmalzen auf der Basis von NIR-Inline-Messungen

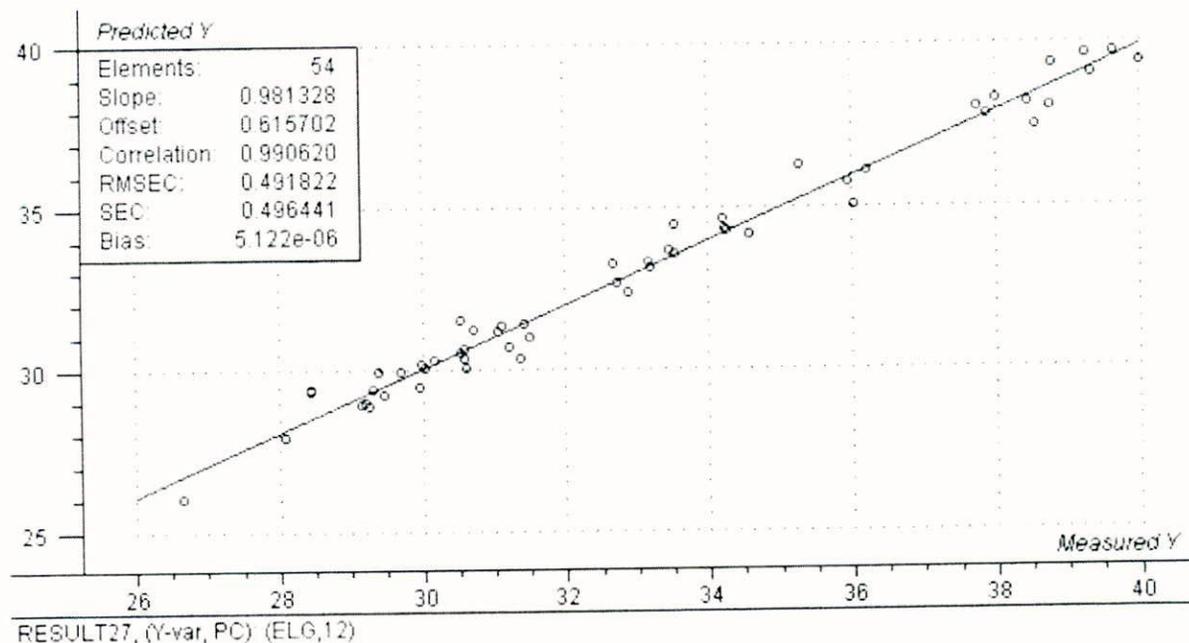


Abb. 21: NIR-Kalibrationsmodell für die Vorhersage des Glucangehaltes in industriellen Grünmalzen auf der Basis von NIR-Inline-Messung

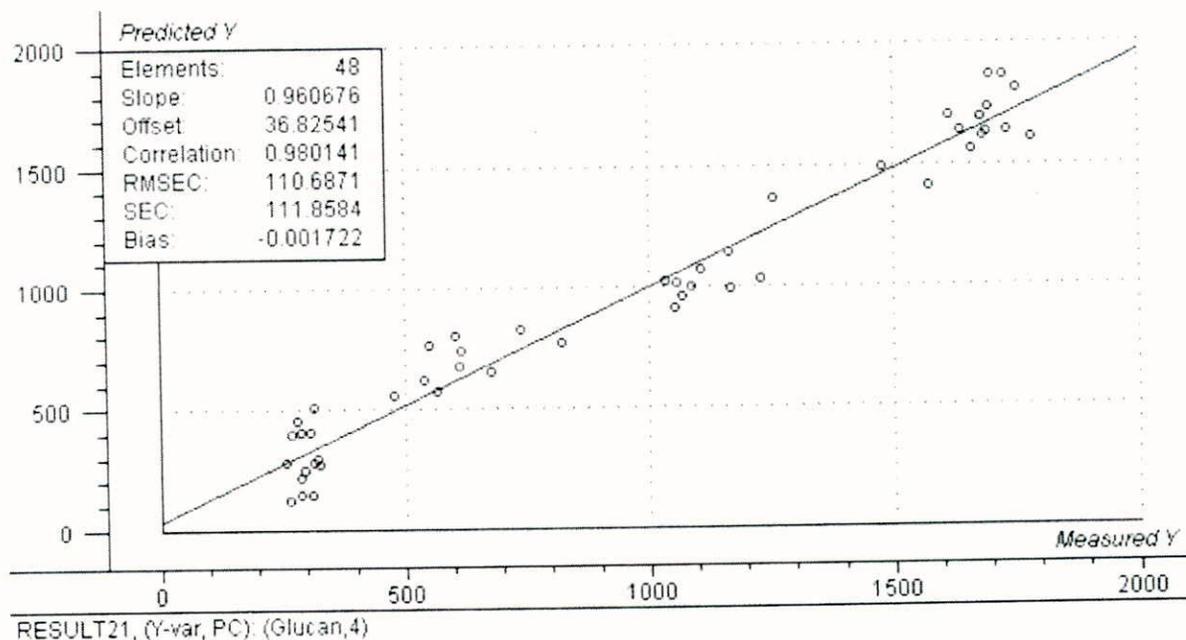
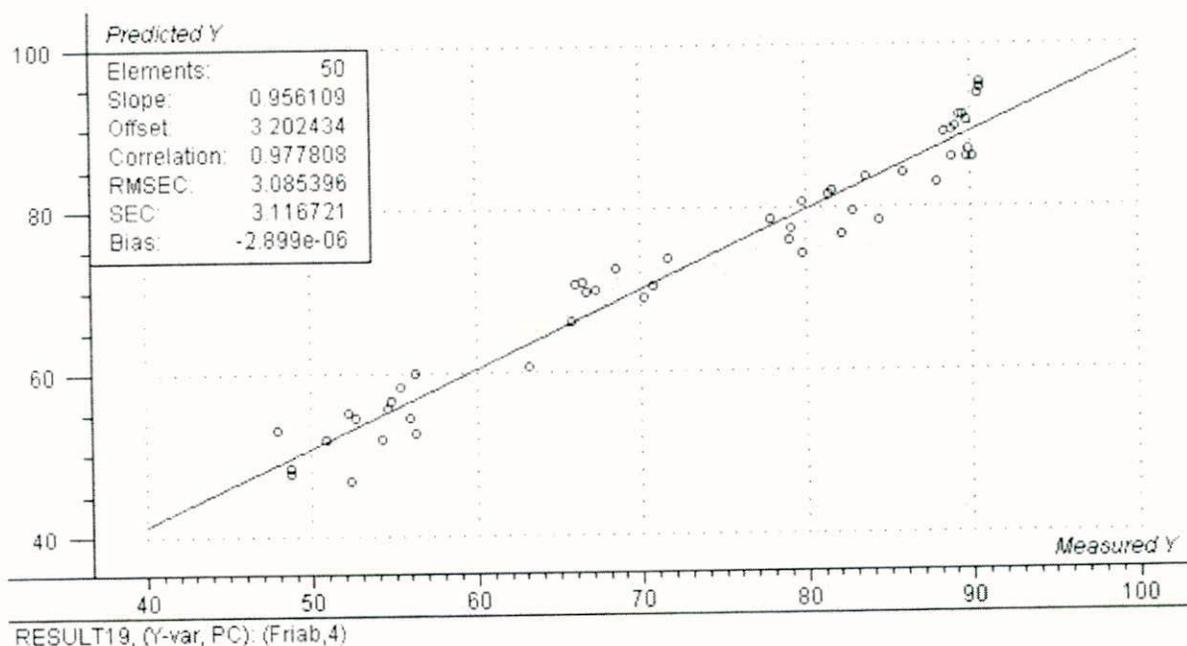
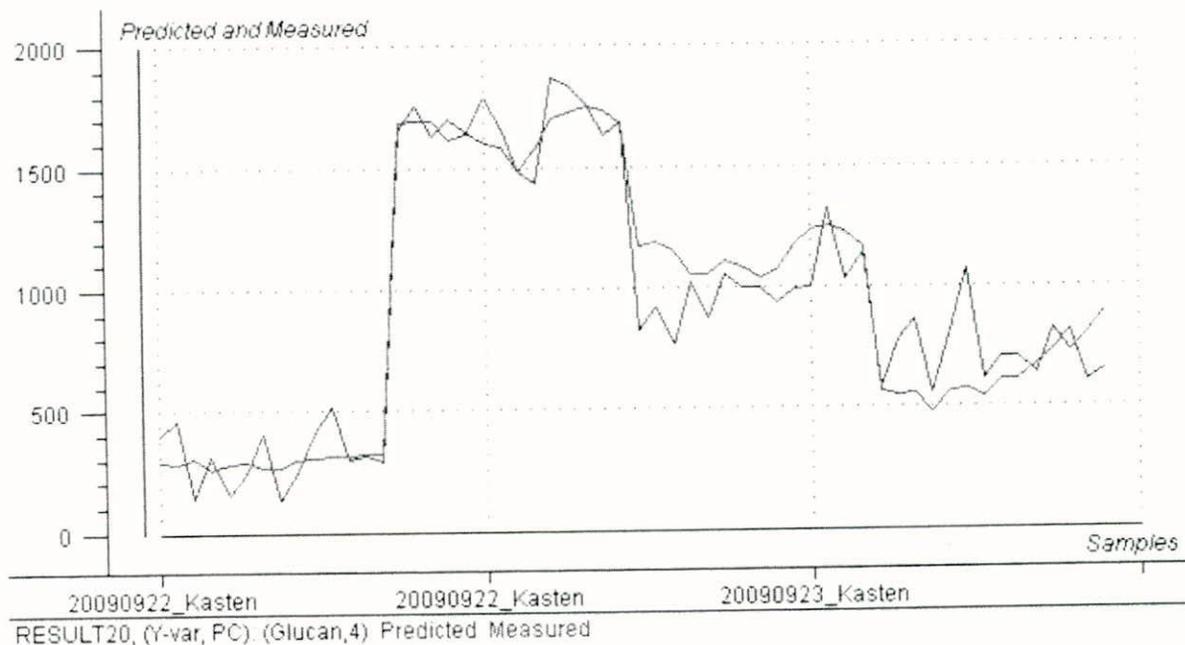


Abb. 22: NIR-Kalibrationsmodell für die Vorhersage des Friabilimeterwertes in industriellen Malze auf der Basis von NIR-Inline-Messung



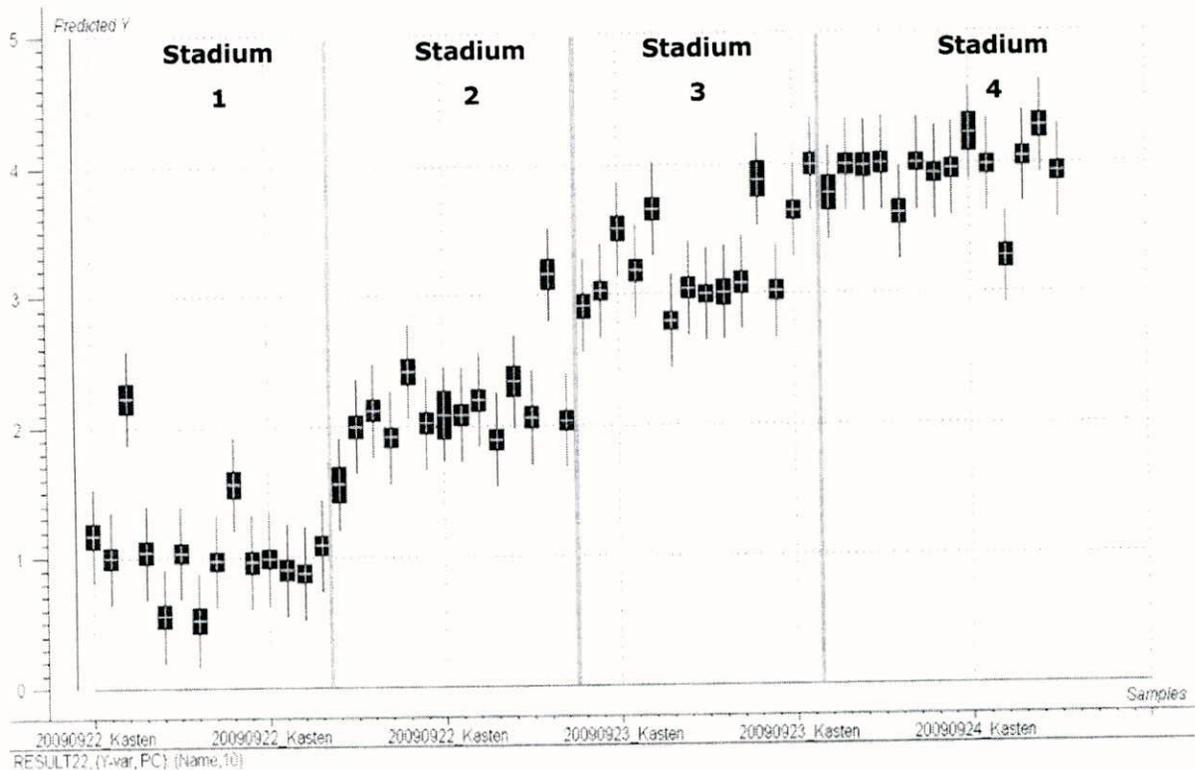
Qualität der betrachteten Malze sehr große Unterschiede auswies und die Ergebnisse der Laboranalysen dieser Malze damit eine ungewöhnlich große Spannweite abdecken. Die genauere Betrachtung der Modelle zeigt außerdem, dass innerhalb des verwendeten Proben-Sets eine mehr oder weniger ausgeprägte Gruppierung erkennbar wird, welche die unterschiedlichen Probenahmezeitpunkte der Malze – 72 h, 96 h, 120 h Weichkeimzeit – widerspiegelt. Hier sind die Modelle noch nicht hinreichend genau, was vor allem an der unzureichenden Anzahl von Proben aus den jeweiligen Stadien liegt. Einsatzbereite, praxistaugliche Modelle müssen auf der Grundlage einer wesentlich größeren Gesamtprobenzahl repräsentative Muster für verschiedenen Gerstensorten und -herkünfte, variierende Mälzungstechnologien und aufeinander folgende Entwicklungsstadien des Grünmalzes umfassen. Neben solchen umfassenden Modellen sind auch Spezialmodelle denkbar, die auf definierte Anwendungen beschränkt sind, dafür aber mit höherer Genauigkeit arbeiten können.

Abb. 23: Gegenüberstellung von vorhergesagten (NIR-Kalibrationsmodell) und gemessenen (Laboranalyse) Glucangehalten von Grünmalzen in verschiedenen Stadien des Mälzungsprozesses



Alle bisherigen Versuche im Labormaßstab und im industriellen Maßstab verfolgten das Ziel, auf der Grundlage von NIR-Spektren von Grünmalzen den Gehalt bestimmter Inhaltsstoffe dieser Malze und den Grad ihrer Veränderung während des Verarbeitungsprozesses möglichst genau vorherzusagen. Für die Überwachung des ordnungsgemäßen Verlaufs des Verarbeitungsprozesses in der Mälzerei und die Entscheidung über möglicherweise notwendige korrigierende Eingriffe in den Prozess kann es jedoch sinnvoller sein, an Stelle der Vorhersage einzelner Qualitätsparameter eine Gesamtbeurteilung des Entwicklungszustandes des Produktes heranzuziehen. Die Grundlage hierfür liefert ein SIMCA – Soft Independent Modelling Class Analogy – genanntes Verfahren, das eine grobe Klassifizierung der analysierten Grünmalze in vordefinierte Entwicklungsstufen bzw. Qualitätskategorien ermöglicht. Abbildung 23 zeigt eine Gegenüberstellung der beta-Glucangehalte von Grünmalzen zu verschiedenen Zeitpunkten des Mälzungsprozesses. Deutlich erkennbar zeigen Laboranalysen und NIR-Vorhersagewerte gleichermaßen eine schrittweise signifikante Abnahme des Glucangehaltes mit zunehmender Mälzungsdauer. Innerhalb einer Stufe – d.h. bei Grünmalzen in einem vergleichbaren Entwicklungszustand – weisen die Malze sehr ähnliche Glucangehalte auf. Die SIMCA-Analyse kommt ohne eine solche Vorhersage von Analysedaten aus. Vielmehr wird versucht, die einzelnen Entwicklungsstadien des Grünmalzes – z.B. auf der Grundlage der Weich-Keim-Zeit der Malze – spektral zu charakterisieren und die untersuchten Malze auf der Basis ihrer NIR-Spektren zu klassifizieren. Jede

Abb. 24: Vorhersage des Entwicklungszustandes von Grünmalzen auf der Grundlage einer SIMCA-Analyse



Kategorie von Malzen – z.B. nach 72 h, 96 h, 120 h und 144 h Weich-Keim-Zeit – wird dabei durch ein eigenes SIMCA-Modell möglichst genau charakterisiert. In einem zweiten Schritt werden Spektren unbekannter Grünmalze mit den vorhandenen SIMCA-Modellen verglichen und nach ihrer größten Ähnlichkeit einem Modell – und damit einem vorher definierten Entwicklungsstadium – zugeordnet. Abbildung 24 zeigt das Ergebnis einer solchen SIMCA-Analyse für eine größere Anzahl industrieller Grünmalze in vier verschiedenen Entwicklungsstadien von 72 h Weich-Keim-Zeit (Stadium 1) bis 144 h Weich-Keim-Zeit (Stadium 4). Es ist klar zu erkennen, dass die überwiegende Zahl von Malzen entsprechend ihres nominellen Entwicklungsstadiums einer der vier Kategorien richtig zugeordnet wurde. Einige Malze wurden jedoch abweichend klassifiziert und in die nächst niedrige oder höhere Kategorie eingeordnet. Die spektrale Charakteristik dieser Malze und damit ihr tatsächliches Verarbeitungsstadium weichen also von den Erwartungswerten ab. Die Lösungseigenschaften dieser Malze eilen also dem Sollzustand voraus oder bleiben dahinter zurück. Die SIMCA-Analyse bietet damit die Möglichkeit eines Soll-/Ist-Abgleiches während der Verarbeitung der Malzes und ggf. der gezielten Veränderung von technologischen Parametern mit dem Ziel einer weitgehenden Annäherung an den gewünschten Soll-Zustand. Die SIMCA-Analyse bietet damit interessante Ansätze für die Prozesssteuerung in der Mälzerei.

### **Bewertung der erzielten Ergebnisse in Gegenüberstellung mit den Zielsetzungen des Antrages...**

Alle wesentlichen Zielsetzungen des Forschungsprojektes wurden erreicht:

- i. In Kleinmälzungsversuchen mit variierenden Mälzungsparametern wurden Grünmalze mit sehr unterschiedlichen Qualitäten hergestellt. Proben dieser Grünmalze wurden zu verschiedenen Zeitpunkten des Verarbeitungsprozesses entnommen und im Labor auf wichtige Inhaltsstoffe und ihre Veränderung während des Prozesses analysiert. Gleichzeitig wurden spektrale NIR-Daten dieser Grünmalzproben aufgezeichnet. Mit Hilfe multivariater statistischer Methoden konnten erfolgreich Kalibrationsmodelle berechnet werden, mit denen eine zuverlässige Vorhersage von Inhaltsstoffen und Entwicklungsstadien von Grünmalzen möglich ist, ohne dass aufwändige Laboranalyse der Malze durchgeführt werden müssen.
- ii. Die im Kleinmälzungs- und Labormaßstab entwickelte Technologie konnte erfolgreich an die Erfordernisse der industriellen Malzproduktion angepasst werden. Voraussetzung hierfür war die Entwicklung einer geeigneten Kapselung, um die im Keimkasten vorhandene Feuchtigkeit von den Messsystemen fernzuhalten. Ebenso notwendig war die Entwicklung einer Halterung, die eine definierte Führung der Messeinrichtung hinter den Wendereinrichtungen des Keimkastens ermöglicht und dabei reproduzierbare Messbedingungen gewährleistet. Beides ist im Rahmen des Projektes uneingeschränkt gelungen. Zusätzlich wurde erreicht, dass die spektralen Messungen ohne Qualitätsverlust mit einem technisch einfacheren, in größeren Stückzahlen hergestellten und damit preiswerteren Spektrometers durchgeführt werden konnten. Dies ist für die Kosten eines in der Praxis notwendigen Einsatzes mehrerer Spektrometer in einem Keimkasten von großer Bedeutung.
- iii. Die im Labormaßstab entwickelten Vorhersagemodelle für wichtige Inhaltsstoffe des Grünmalzes und ihre Veränderung während des Mälzungsprozesses konnten erfolgreich in den industriellen Maßstab übertragen werden. Auch unter industriellen Produktionsbedingungen war es mit Hilfe von Kalibriermodellen möglich, allein auf der Grundlage spektraler Analysen von Grünmalzen die Produktqualität noch während des laufenden Produktionsprozesses zutreffend zu beurteilen.
- iv. Ebenfalls erfolgreich war die Entwicklung sog. SIMCA-Modelle, mit deren Hilfe die verschiedenen Entwicklungs- und Qualitätsstadien der Grünmalze im industriellen Prozess einfachen Soll-/Ist-Vergleichen unterzogen werden

können. Solche Abgleiche allein auf Basis spektraler Informationen sind eine wichtige Voraussetzung für die angestrebte Einbindung in die Prozesssteuerung einer Mälzerei.

Alle im Projektantrag vorgesehenen Arbeiten wurden planmäßig und entsprechend der in den Arbeitspaketen beschriebenen Vorgehensweise bearbeitet und abgeschlossen. Die im Antrag vorgesehenen Aufwendungen – insbesondere die Ansätze für Forschungsarbeiten in den verschiedenen Arbeitspaketen – entsprachen mit nur geringen Abweichungen den ursprünglichen Ansätzen. Wie erwartet war vor allem die Herstellung von Malzen im Pilotmaßstab und ihre anschließende Laboranalyse sehr arbeitsaufwändig. Die Herstellung von mehreren Hundert Grünmalzen war jedoch eine notwendige Voraussetzung für eine ausreichende statistische Absicherung der entwickelten Modelle. Einen vergleichbar intensiven Personaleinsatz erforderte die Entnahme und Analyse von Malzproben im industriellen Prozess und die Aufzeichnung spektraler Daten während der Verarbeitung im Keimkasten. Auch in diesen industriellen Versuchen waren qualitativ hochwertige Modelle jedoch nur durch eine hohe Anzahl von Proben zu gewährleisten.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass die in der Projektplanung vorgesehenen und beantragten Ressourcen auf sehr realistischen Abschätzungen beruhten, die in der Durchführung des Projektes dann auch weitestgehend eingehalten werden konnten.

### **Darstellung der Innovationspotenziale und Applikationsmöglichkeiten**

Ziel des Forschungsvorhabens war die Entwicklung einer Inline-Prozessanalytik zur Charakterisierung der Qualitätseigenschaften von Grünmalzen während des laufenden industriellen Mälzungsprozesses. Mit Hilfe von Kleinmälzungsversuchen und Mälzungsversuchen im industriellen Maßstab konnte gezeigt werden, dass auf der Grundlage von NIR-Spektren des Grünmalzes mit Hilfe geeigneter Kalibriermodelle eine Vorhersage des Gehaltes wichtiger Inhaltsstoffe und deren Veränderung während der Verarbeitung möglich ist. Ebenso konnten mit einer SIMCA-Analyse die enzymatischen Umwandlungsprozesse während des Produktionsprozesses beobachtet und in jedem Entwicklungsstadium mit zuvor definierten Soll-Zuständen verglichen werden. Die Ergebnisse des Forschungsvorhabens eröffnen damit in der industriellen Herstellung von Malzen neue Perspektiven für die zukünftige Gestaltung der Qualitätssicherung und die Entwicklung einer wissensbasierten Prozesssteuerung.

Das bisher übliche Verfahren einer nachgelagerten Qualitätsanalytik an fertigen Darr-

malzen ist mit erheblichen Risiken verbunden. Von vorgegebenen Qualitätsstandards abweichende Malzchargen werden erst mit erheblicher Verzögerung nach einer aufwändigen Laboranalyse erkannt. Betroffene minderwertige Chargen können nicht an Kunden ausgeliefert werden, sondern müssen getrennt gelagert und in sehr kleinen Mengenteilen anderen Malzen zugemischt werden. Erhebliche Qualitätsmängel können im Einzelfall das vollständige Verwerfen einer Charge erzwingen. Bei üblichen Chargengrößen von 200 bis 300 to sind damit große wirtschaftliche Risiken für das betroffene Unternehmen verbunden, die mit zunehmender Chargengröße in neuen Anlagen weiter zunehmen.

Für die Prozesssteuerung nachfolgender Malzproduktionen kommen die Ergebnisse aus einer nachgelagerten Laboranalyse häufig zu spät, um noch entscheidende Anpassungen wichtiger Prozessparameter vornehmen zu können. Wegen der schwankenden Qualität des natürlichen Rohstoffs Braugerste sind solche Erkenntnisse ohnehin nur begrenzt auf nachfolgende Malzproduktionen übertragbar.

Ein weiterer entscheidender Nachteil der nachgelagerten Laboranalytik ist die Notwendigkeit der Entnahme einer repräsentativen Stichprobe. Bei einem üblichen Stichprobenumfang von 500 g bis 1000 g für eine Laboruntersuchung des Darrmalzes ist es selbst mit ausgefeilten Probenahmetechniken kaum möglich, die rohstoff- und prozessbedingte Inhomogenität einer mehrere Hundert Tonnen großen Malzcharge ausreichend abzubilden.

Die Möglichkeit einer NIR-Inline-Prozessanalytik wie sie in dem vorliegenden Projekt nachgewiesen wurde, schafft erstmals die Voraussetzungen für eine zeitnahe Erfassung und Auswertung der wichtigsten Qualitätsparameter des Grünmalzes während des laufenden Produktionsprozesses in der Mälzerei. Durch die Positionierung eines NIR-Messkopfes an den Wendeeinrichtungen des Keimkastens und die Führung des Messkopfes durch das keimende Grünmalz werden Qualitätsdaten über die gesamte Fläche eines Keimkastens bereitgestellt, ohne dass Stichproben des Grünmalzes entnommen werden müssen. Die Inline-Prozessanalytik stellt für die gesamte Grünmalzcharge repräsentative Daten bereit, die neben der Qualitätsbeurteilung des Malzes auch eine Abschätzung der Homogenität der Charge erlauben.

Durch Wiederholungsmessungen in definierten Abständen kann erstmals die Entwicklung enzymatischer Umwandlungsprozesse und ihre Auswirkungen auf wichtige Stoffgruppen des Grünmalzes während des Mälzungsprozesses unmittelbar beobachtet werden. Durch den Abgleich der aktuellen Messwerte mit vordefinierten Sollwerten in verschiedenen Prozessstadien ist es möglich, den Prozessverlauf kontinuierlich zu überwachen und mögliche Abweichungen von der angestrebten Malzqualität frühzeitig zu erkennen.

Neben der Erfassung von Qualitätsdaten des Grünmalzes können die NIR-Spektren auch zur Bestimmung des Weichgrades des Grünmalzes verwendet werden.

Gegenüber konventionellen stichprobenbasierten Verfahren erlaubt die Inline-Analytik des Wassergehaltes vor allem auch eine Beurteilung der Homogenität der Wasseraufnahme über die gesamte Charge, die für den Prozessverlauf und die Qualität der hergestellten Malze von großer Bedeutung ist.

Über die Qualitätskontrolle hinaus eröffnet die NIR-Inline-Prozessanalytik völlig neue Optionen für die Prozesssteuerung in der industriellen Malzproduktion. Die während des Prozesses zeitnah verfügbaren Qualitätsinformationen des Grünmalzes und die komplexen Informationen der NIR-Spektren ergänzen die bisher ausschließlich verfügbaren, eindimensionalen Messgrößen wie Temperatur und Weichgrad. Sie bilden die Grundlage für eine permanente Prozessüberwachung im Sinne sowohl einer Feed-back-Kontrolle als vor allem auch einer Feed-forward-Kontrolle.

Basierend auf den aktuell ermittelten Qualitätsdaten der Grünmalze und einem Abgleich mit definierten Soll-Werten können die Prozesseigenschaften noch während der laufenden Produktion so angepasst werden, dass definierte Spezifikationen für ein fertiges Darrmalz trotz temporärer Abweichungen der Grünmalzqualität während des Herstellungsprozesses dennoch eingehalten werden können. Wiederholungsmessungen zu späteren Zeitpunkten erlauben eine Erfolgskontrolle der eingeleiteten Korrekturen. Die Inline-Prozessanalytik ist dabei gleichzeitig auch ein Instrument der Prozessdiagnose, indem sie mögliche Störungen des Produktionsprozesses über die Analyse des Produktes frühzeitig aufdeckt.

Für die notwendigen Anpassungen der Prozesseigenschaften ist es unerlässlich, Regeln zu definieren, was bei einer festgestellten Abweichung zu tun ist. Voraussetzung für ein solches regelbasiertes Verfahren sind profunde Kenntnisse über die Auswirkungen von Veränderungen der Haupt-Prozessparameter Temperatur und Weichgrad auf die Qualitätseigenschaften der Grünmalze. Hierzu liefert das vorliegende Forschungsprojekt erste wichtige Erkenntnisse auf der Basis von Mälzungs-experimenten im Pilotmaßstab.

Perspektivisch kann die NIR-Inline-Prozessanalytik auch genutzt werden, um über ein Produkt-Eigenschafts-Design die Prozessparameter so zu verändern, dass die Qualität eines fertigen Darrmalzes den individuellen Anforderungen des Mälzers genau entspricht. Angesicht der hohen Variabilität des Rohstoffs Braugerste ist es für den Mälzer von besonderem Interesse, mit Hilfe einer angepassten Prozessführung aus unterschiedlichen Gerstenqualitäten ähnliche oder sogar gleiche Malzqualitäten zu erzeugen.

Für die Malzindustrie bietet der Einsatz der NIR-Inline-Prozessanalytik damit folgende Vorteile:

- Zeitnahe und kontinuierliche Produkt- und Prozesskontrolle

- Verminderung von Qualitätsrisiken
- Zielgenaue Produktion nach definierten Produktspezifikationen
- Kosteneffizientere Produktion durch optimierten Einsatz von Ressourcen.

Der zuletzt genannte Aspekt ist für die zukünftige Entwicklung von besonderer Bedeutung. Die industrielle Malzproduktion ist ein sehr kostenintensiver Prozess. Vor allem der Energieaufwand für den Darrprozess – in dessen Verlauf der Wassergehalt des Grünmalzes von etwa 45 % auf nur noch ca. 4 % im fertigen Darrmalz herunter getrocknet wird – verursacht hohe Kosten, die sich mit steigenden Energiepreisen in Zukunft weiter erhöhen werden.

Aktuelle Forschungsarbeiten des Antragstellers zeigen, dass mit neu gezüchteten, enzymstarken Braugerstensorten Mälzungsverfahren mit signifikant niedrigeren Wassergehalten des Grünmalzes möglich sind. In Kleinmälzungsexperimenten konnte der Weichgrad des Grünmalzes auf deutlich unter 40 % gesenkt werden, ohne dass damit Qualitätseinbußen des fertigen Darrmalzes verbunden waren. Eine derartige Prozessführung ermöglicht eine deutliche Einsparung von Energie während des Darrprozesses, da der notwendige Wasserentzug stark vermindert ist. Energieeinsparungen sind dabei nicht nur unter Kostengesichtspunkten interessant sondern sind darüber hinaus die Grundlage für eine signifikante Verminderung des ‚carbon footprint‘ für das Produkt Malz.

Neben dieser Senkung der Energiekosten beim Darren führt die Senkung des Weichgrades des Grünmalzes indirekt zu weiteren erheblichen Einsparungen: Der deutlich geringere Wassergehalt des Grünmalzes beeinflusst den Ablauf und die Intensität der physiologischen Prozesse während der Vermälzung. Insbesondere kommt es zu einer Abschwächung der Stoffwechselprozesse und zu einem Rückgang des Keimwurzelwachstums. Durch diese Effekte vermindert sich die sog. Mälzungsschwand – als Summe aller Atmungs- und Keimwurzelverluste – von ca. 10 % auf unter 5 %. Eine Schwandminderung in der genannten Größenordnung ist für eine 100.000-to-Mälzerei gleichbedeutend mit einer Mehrproduktion von 5.000 to Malz jährlich aus der gleichen Ausgangsmenge an Gerste. Nach aktuellen Marktpreisen bewertet entspricht diese Malzmenge einem Wert von 1,00 bis 1,50 Mio. €/jährlich.

Allerdings führt eine solche Prozessführung in die Grenzbereiche des physiologisch Vertretbaren. Bereits geringfügige Abweichungen der Qualität der eingesetzten Gersten oder der Mälzungsparameter haben unter diesen Bedingungen sehr starke Auswirkungen auf den Prozessverlauf und die Qualität der erzeugten Malze. Eine solche Vorgehensweise ist in der industriellen Malzproduktion nach dem heutigen Stand der Technik mit zu großen Risiken behaftet. Mit der Einführung einer NIR-Inline-Prozessanalytik und einer darauf aufbauenden Prozesssteuerung könnten diese Risiken in Zukunft jedoch beherrscht und die aufgezeigten Potenziale zur Kosteneinsparung genutzt werden.

Von der hier vorgestellten NIR-Inline-Prozessanalytik sind deshalb wichtige Impulse zu erwarten für weitergehende Forschungsarbeiten u.a. zur Entwicklung neuer Mälzungstechnologien, zur Einbindung der Ergebnisse der Prozessanalytik in die Prozesssteuerung, zur Weiterentwicklung von Mälzereianlagen – insbesondere im Hinblick auf eine gezielte Anpassung der Prozessbedingungen in definierten Teilbereichen eines Weich-Keimkastens – und nicht zuletzt im Rahmen der Züchtungsforschung zur Entwicklung neuer Braugerstensorten, die optimal an die Anforderungen eines veränderten Mälzungsprozesses angepasst sind.

Die Forschungsergebnisse haben eine Anwendungsperspektive vor allem in der Malzindustrie. Das im Rahmen des Forschungsvorhabens gewonnene Know-how steht in Form von Prognosemodellen für die Kalibrierung einer NIR-Inline-Prozessanalytik zur Verfügung. Die gewonnenen Erkenntnisse zum Einfluss verschiedener Prozessparameter auf die Qualität der Grün- und Darmmalze können als Grundlage für eine regel- (wissens-)basierte Prozesssteuerung dienen. Der Transfer dieser grundlegenden Erkenntnisse in die industrielle Praxis erfordert allerdings weitere Forschungsarbeit in enger Kooperation mit Mälzereiunternehmen, die an der Entwicklung einer Prozessanalytik interessiert sind. In der Praxis einsetzbare Kalibriermodelle müssen an die spezifischen Produktionsbedingungen und die Besonderheiten der verwendeten Rohstoffe individuell angepasst werden. Hierzu wird es im Einzelfall notwendig sein, über längere Zeiträume Produktionsdaten zu sammeln und in spezifische Kalibriermodelle für einzelne Produktionsstätten umzusetzen. Eine darüber hinaus gehende Anwendung in der Prozesssteuerung erfordert zusätzlich die Einbindung von Anlagenbauern, die über entsprechende Schnittstellen Daten der Inline-Analyse und definierte Regeln in die Prozesssteuerung integrieren.

Die im Rahmen des Forschungsprojektes erzielten Ergebnisse wurden von Mitarbeitern des Antragstellers auf verschiedenen nationalen und internationalen Fachtagungen vorgestellt und diskutiert (s.u.) Weitere Vorträge und Veröffentlichungen sind geplant. Eine Umsetzung der viel versprechenden Ergebnisse in der industriellen Praxis erfordert eine weitere Optimierung der Spektrometer-Messtechnik und vor allem der Einbindung in die Technik und Technologie industrieller Produktionseinrichtungen. Die hierzu notwendigen Arbeiten können nur in Zusammenarbeit und enger Abstimmung mit Anlagenbauern für Mälzereianlagen und Herstellern von NIR-Spektrometern zum Erfolg geführt werden. Hierzu sind Gespräche mit möglichen Partnerunternehmen vorgesehen

### **Angaben zu erworbenen bzw. angemeldeten Schutzrechten für Vorhabensergebnisse**

Bis zum Ende des Forschungsprojektes wurden Schutzrechte weder erworben noch beantragt. Die Voraussetzungen für die Beantragung von Schutzrechten werden zur Zeit geprüft.

### **Zusammenstellung aller erfolgten bzw. geplanten Veröffentlichungen**

Die Ergebnisse des Forschungsprojektes wurden im Rahmen verschiedener Vorträge einem nationalen und internationalen Fachpublikum vorgestellt:

1. 96. Oktobertagung der VLB Berlin, Berlin, Okt. 2009
2. 5. VLB-Seminar für die Brau- und Getränkeindustrie, Moskau, Nov. 2009
3. Seminario maltero Grupo Damm, Barcelona, März 2010
4. Simpósio Latino Americano de Cevada, Malte e Malteacao, Rio de Janeiro, June 2010

Geplant ist darüber hinaus ein Fachvortrag anlässlich eines Brauerei-Seminars zur Messe China Brew in Beijing im Sep. 2010 sowie eine Präsentation zum EBC-Kongress 2011, der größten und bedeutendsten internationale Fachtagung für die Malz- und Brauindustrie weltweit.

Eine Vorstellung der Forschungsergebnisse ist im Herbst 2010 vorgesehen im Technisch-Wissenschaftlichen Ausschuss der VERSUCHS- UND LEHRANSTALT FÜR BRAUEREI. In diesem Forum treffen sich führende Technologen und Wissenschaftler aus Unternehmen der Brau- und Malzindustrie sowie der Zulieferindustrie zweimal jährlich in verschiedenen Fachausschüssen zu einem intensiven Meinungsaustausch. Die etwa 140 Mitglieder der Technisch-Wissenschaftlichen Ausschüsse der VLB wirken als Meinungsführer und Multiplikatoren in ihr Unternehmen und in die verschiedenen Branchen.

Der Ergebnistransfer wird ergänzt durch eine geplante Veröffentlichungen in der Fachpresse, die zurzeit vorbereitet wird.