Nové analytické metody na kontrolu sladu z hlediska pivovarské výroby

663.439.1
543.8

Ing. MARIE NENTWICHOVÁ, Dr. ALICE DOLEŽALOVÁ, Výzkumný ústav pivovarský a sladařský, pracoviště Brno

Předneseno na XX. pivovarsko-sladařském semináři v Plzni 13. a 14. listopadu 1980

Dobrý sladovnický ječmen se má při sladování dobře a rychle rozlušťovat, vykazovat vysokou enzymatickou mohutnost a poskytovat slad lehce zpracovatelný v pivovaru, obsahující mnoho extraktu a dávající také dobré pivo. Bohužel při posuzování ječmenů vystupují do popředí určité problémy. Běžná analýza ječmene nedává sladaři podklady pro předpověď vlastností ječmene, důležitých pro rozlušťování a pivovarník nemá žádnou garanci, že se slad bude dobře zpracovávat. V ČSSR je do jisté míry výhoda v tom, že se pěstují výhradně sladovnické odrůdy ječmene, které poskytují záruku možnosti výběru i v horších ročnících sklizně. I přes tuto nespornou výhodu nemůžeme se spokojit s analytickými metodami, které jsou nám k dispozici při nákupu. V této fázi je v nejlepším případě možné nechat si garantovat provenienci a odrůdu, a to pouze z přímého výkupu. V poslední době se začíná používat k diferenciaci odrůd metody elektroforézy, která by umožnila s jistotou říci, že určitá partie je odrůdově jednotná. Při znalosti odrůdy je také reálná předpověď extraktu sladu z kvality ječmene.

Obdobně je tomu u analýzy sladu, i když zde je spektrum analytických metod mnohem bohatší a existuje více způsobů, jak zjistit kvalitu této pivovarské suroviny. Ještě asi před 20 lety jsme se spokojili s tzv. běžnou analýzou sladu, což představovalo mechanický rozbor spolu se základními znaky chemického rozboru: extraktem, vláhou, zcukřením, stékáním a barvou. V současné době je takový rozbor přikládán pouze k zásilkám nejméně náročných zákazníků, zatímco většina odběratelů, počítaje v to i naše pivovary, sleduje u sladu mnoho jiných speciálních kritérií. Vedle dnes prakticky všude žádaného stanovení obsahu bílkovin, které je samo o sobě předběžným ukazatelem kvality sladu, přistupují další kritéria jako rozdíl extraktů moučka—šrot, množství rozpustného dusíku, relativní Hartongovy extrakty, viskozita, pH, diastatická mohutnost, konečný stupeň prokvašení a některé další údaje podle požadavků toho kterého odběratele. Z množství analytických ukazatelů, které nyní charakterizují slad, je patrna snaha pivovarníků zjistit vnitřní obsah hlavní pivovarské suroviny, její struktury a vzájemných látkových poměrů, z nichž se pak snaží usuzovat, jak se bude chovat surovina při zpracování na pivo, event. jaký technologický proces je nutno zvolit, aby výsledný výrobek měl požadovanou kvalitu. Vzhledem k tomu, že v moderních pivovarech se přechází na automatizovanou a programovanou výrobu, jsou pivovarští pracovníci stále méně ochotni i schopni měnit technologii podle suroviny, naopak žádají slad o přesně vymezených parametrech, který jim dobře zapadne do předem připravené šablony.

Od analýzy sladu se očekávají údaje o jeho výtěžnosti ve varně, zpracovatelnosti v pivovaru, o množství nežádoucích cizích látek a také o kvalitě hotového piva. Zatímco cizí látky je možno díky moderní analytice dnes specificky určit, vyskytují se stále problémy při posuzování zpracovatelnosti sladu a při posuzování výsledné kvality piva. Nejsou výjimkou případy, kdy slady s lepšími analytickými hodnotami se v pivovaře hůře zpracovávají a konečné výsledky nejsou také podle očekávání lepší oproti sladům s horšími parametry.

Z těchto důvodů se stále vyvíjí tlak na laboratoře a jejich pracovníky se žádostí o metodiky s vyššími informačními schopnostmi, které by se více přiblížily podmínkám praxe a tím i výsledky by měly lepší sdělovací schopnost pro pivovarský provoz. *Greif* [1] v Tagesztg.

f. Brauerei hodnotí dosavadní metodiky analýzy sladu a jejich nevyhovující ukazatele vzhledem k chování sladu v pivovarství. Koncem letošního roku se bude konat zasedání analytické komise EBC, kde se bude tato problematika řešit. Analytická skupina při EBC již pracuje na nových metodách, které by uvedené požadavky splňovaly. Byl navržen nový způsob rmutování pro stanovení extraktu v laboratoři (TEPRAL) místo dosavadní kongresní metody. Změnou koncentrace rmutu, teplotních prodlev a dalších úprav v postupu se snaží přiblížit poměrům v praxi a dosahuje se lepší reprodukovatelnosti výsledků. Stejně tak standardní metoda stanovení konečného stupně prokvašení vykazuje vyšší výsledky, než lze v praxi dosáhnout, nehledě k tomu, že má velký rozptyl hodnot a reprodukovatelnost je malá. Obdobně je tomu s barvou sladiny, která se stanovuje vizuálně buď podle Brandovy škály, nebo barevnými sklíčky stupnice EBC. Vzhledem k tomu, že z vlastní barvy sladiny nelze stoprocentně určit barvu piva, rozšířil se v některých zemích požadavek stanovovat barvu po povaření, která vystihuje mnohem lépe situaci v praxi. V odborných kruzích se také projevují snahy po vyjádření stupně rozluštění sladu určitým kritériem. Tak byl uveden na veřejnost přístroj zvaný friabilimetr, který stanovuje křehkost sladu a tím i jeho stupeň rozluštění. Friabilita sladu je již jako jedno z analytických kritérií požadována zahraničními odběrateli.

V našem sdělení se zabýváme vybranými analytickými metodami sladu, které jsou z hlediska pivovarské výroby účelné a mají určitou schopnost sdělit pivovarníkovi dopad kvality sladu na kvalitu piva. Některé z těchto metod jsme na našem pracovišti prověřovali a upravovali pro potřeby praktického použití jak pro laboratoře sladoven, tak i pivovarů.

V prvé řadě je to stanovení konečného stupně prokvašení. Toto stanovení se provádí mnoha způsoby a s mnoha různými úpravami. Ověřovali jsme několik metod a stanovovali jejich reprodukovatelnost, avšak žádná metodika po této stránce neuspokojila. Závislost výsledků na podmínkách kvašení, teplotě, intenzitě protřepávání, použitých kvasnicích apod. je velmi vysoká, takže lze těžko dosáhnout shodných výsledků. Kromě toho všechny metody dávají výsledky vyšší, než lze v praxi dosáhnout.

Přiblížení podmínek stanovení poměrům v provozu dosáhli nejvíce Japonci, kteří stanovují konečný stupeň prokvašení v mladině, tedy po povaření s chmelem. Další průběh kvašení však zůstává stejný jako u běžné metodiky, to znamená, že chyby stanovení nejsou odstraněny.

VLB zkonstruovala přístroj na zrychlené stanovení konečného stupně prokvašení [2], ve kterém je v nejvyšší míře zajištěna standardnost podmínek stanovení, což by samo o sobě bylo základním předpokladem pro vyhovující reprodukovatelnost výsledků. Základem přístroje je vodní lázeň s teplotní regulací, která umožňuje po celou dobu kvašení udržovat kvasící médium při zvolené teplotě. Do jedné lázně lze umístit čtyři kvasné baňky. Obsah kvasných baněk se promíchává probubláváním vzduchových bublin, jejichž počet lze libovolně regulovat. Doba kvašení se pohybuje mezi 12 až 14 hodinami, což prakticky vylučuje rušivé účinky autolýzy. Další úspora času je také v tom, že po skončení kvašení není nutno prokvašovanou sladinu či pivo zbavovat vytřepáváním CO_2.

Ke stanovení se bere 200 ml filtrované sladiny, zakvasí se 16 g čerstvých odsátých pivovarských kvasnic. Kvasná nádobka se pak ponoří do lázně předehřáté na 24 až 25 °C a napojí se čistou hadičkou větrání. Proud vzduchu se reguluje asi na 1 až 2 bublinky za sekundu. Za 12 až 14 hodin je kvašení skončeno, sladina se filtruje a stanovuje se měrná hmotnost.

Při zkouškách uvedené metodiky jsme zjistili nedostatečnou regulovatelnost teploty vodních lázní. Výkyvy v teplotě se pohybovaly až do 10 °C, což znemožňovalo vyhodnotit metodiku. Proto jsme vyměnili nevyhovující regulační systém za jiný typ, který splňuje požadavky na tuto analýzu. Při zkouškách na upravených lázních, kde se teplota udržovala na konstantní výšce s výkyvem ± 0,5 °C, jsme stanovovali reprodukovatelnost metody, která se ukázala být velmi dobrou. Míra přesnosti metody při stanovení ve třech kádích byla ± 1 %. Poněvadž jsme stále dostávali hodnoty nižší než při standardní metodě, zkoušeli jsme různé faktory, které by výsledné hodnoty mohly ovlivnit. Měnili jsme postupně intenzitu probublávání, délku stanovování, navážku kvasnic a teplotu kvašení.

Zvýšená rychlost proudění vzduchu ovlivnila negativně konečný výsledek, proto jsme zůstali u údaje z původní metody.

Růstová křivka kvasnic ukázala, že doba udávaná metodou je příliš krátká a nejvyšších hodnot bylo dosaženo za 21 hodin po nasazení.

Rozdíly v navážce mezi 16 g a 8 g kvasnic se neprojevily ve výsledku stanovení, navážka 4 g však již dávala výsledky podstatně nižší.

Rozdílná teplota kvašení 20 °C a 24 °C neměla vliv na konečné hodnoty stupně prokvašení.

I při výběru optimálních parametrů metody jsme dostávali výsledky, které byly asi o 3 % nižší než u metody standardní, která se u nás dosud používá. Analytika EBC, *Krüger* [3] a kol. z NSR a jiné zahraniční analytiky upustily již od této metody a většinou používají rychlometod obdobných principů, jejichž výsledky jsou rovněž nižší, avšak odpovídají více praxi.

Další stanovení, které je v poslední době žádáno zahraničními zákazníky a vychází rovněž z požadavků přiblížení praxi, je stanovení barvy po povaření. Barva sladu sama o sobě nedává předpoklad pro předpověď barvy piva, poněvadž vařením vstupuje v činnost celý komplex oxidoredukčních látek, které vytvářejí spolu s cukry, polyfenoly a jinými složkami barevné produkty, které tvoří podklad pro barvu piva.

Jak uvádějí *Kolbach* a *Zastrow* [4], stoupá barva průběžně od sladování přes vaření až po kvašení. Nejsilnější přibarvení nastává nepochybně při vaření mladiny. Proto byla snaha zvolit metodu k předpovědi barvy piva, která pokud možno co nejpřesněji napodobuje přibarvení při vaření mladiny. Praxi poměrně vyhovuje vaření kongresní sladiny 2 h pod zpětným chladičem, i když není zanedbatelné přibarvení chmelem. Přibarvovací metoda má však měřit vliv sladu na barvu piva a má být tedy doplněním sladové analýzy, proto se přídavek chmele vypouští. Toto doplnění je důležité již proto, jak již bylo řečeno, že barva kongresní sladiny nemá přímou spojitost s barvou piva.

Mezi barvou povařené sladiny a barvou piva byl zjištěn vysoce průkazný vztah ($r = +0{,}85+++$), což znamená, že určení barvy po povaření umožňuje přibližně předpověď barvy piva. Proto byla vypracována metoda stanovení tohoto kritéria. Metodu navrhuje stanice VLB, která pro toto stanovení dodává glycerinové lázně [5].

Co možná nejdříve po filtraci se vaří 200 ml kongresní sladiny 2 h v 500 ml baňce pod zpětným chladičem. Baňky se zahřívají tak, aby sladina o teplotě místnosti přišla do varu nejdéle za 15 až 20 minut. Elektrická topná zařízení a lázně musí být předehřáta. Dbá se na to, aby se sladina na stěnách baňky nepřipalovala nebo nekaramelizovala. Teplota glycerinové lázně má být 120

až 125 °C a intenzita varu se odhaduje podle počtu kapek padajících ze zpětného chladiče. Za jednu minutu se má utvořit nejméně 25 kapek. Po povaření se baňky rychle ochladí tekoucí vodou na teplotu místnosti. Sladina se přefiltruje nejlépe tlakovým filtračním zařízením a měří se v Helligově komparátoru barevnými kotoučky EBC nebo fotometrem při vlnových délkách 430 a 700 nm.

Metoda pro stanovení barvy po povaření není dosud zakotvena v metodice EBC, existují i jiné metody, které se liší v podstatě jen v přípravě měřených sladin, všechny však mají společný nedostatek ve vizuálním stanovení barvy, které je značně ovlivněno subjektivními chybami. *Kunz* uveřejnil rozsáhlou práci, která se týká stanovení barvy sladiny vůbec a speciálně u jednotlivých typů sladů včetně barvy po povaření. Princip stanovení je měření spektrofotometrické extinkce sladiny při dvou vlnových délkách, a to 430 a 700 nm, přičemž poslední jmenovaná hodnota se bere jako korekce v případě zákalu sladiny. Je to metodika uvedená v ASBC.

Konečně bychom se chtěli zmínit o nové metodě stanovení friability. Přístroj zkonstruoval prof. *Chapon* [6] a představil jej odborníkům poprvé v roce 1978. Tímto přístrojem je možno stanovit jednoduše, rychle a spolehlivě křehkost sladu, tzn. stupeň rozluštění. Za současného stavu se posuzuje stupeň rozluštění rozdílem extraktů moučka—šrot, hl—hmotností, měrnou hmotností, podélným a příčným řezem, mürbimetrem a viskozitou kongresní sladiny. Jednotlivá stanovení sama o sobě neumožňují odvozovat jednoznačné závěry pro praxi, poněvadž není vyhodnocena homogenita sladu. Nebývá tedy překvapující, že přes dobré hodnoty rozdílu moučka—šrot vznikají v praxi potíže při filtraci.

Friabilimetr se skládá z bubnu, jehož povrch je tvořen pletivem z nerezavějícího drátu odpovídající hustoty. Osa bubnu je vodorovná. Do bubnu se dá 50 g sladu, zrna se tlačí válcem potaženým pryží proti drátěnému pletivu. Buben se otáčí rychlostí 50 ot/min. Křehká zrna se při tom rozdrtí a protlačí sítem, zatímco tvrdé části zůstanou v bubnu. Po osmi minutách je proces ukončen. Zbytek je složen z nevyklíčených zrn zbavených pluchy a z tvrdých částí zrn rozličné velikosti. Tento zbytek se zváží a popřípadě rozdělí na celosklovitý a polosklovitý podíl. Zbylý křehký podíl, který padá do misky, násobený dvěma, udává pro praxi důležitou hodnotu — friabilitu.

Hodnocení stupně rozluštění sladu friabilimetrem:

Křehkost	Celosklovitost	Hodnocení	Body
nad 80 %	do 1 %	velmi dobrý +++	3
71—80 %	do 2 %	dobrý ++	2
65—70 %	do 4 %	uspokojivý +	1
pod 65 %	nad 4 %	nedostatečný −	0

U obchodních sladů kolísají hodnoty křehkosti mezi 60 až 90 %. Hodnoty kolem 90 % dávají pro praxi předpoklady pro postup krátkého rmutování, rychlého scezování a velmi dobrý varní výtěžek a rovněž příznivý průběh kvašení. Reprodukovatelnost metody je dobrá, normálně se pohybuje pod 2 %, a oproti stanovení křehkosti řezem je nutno zdůraznit její vyšší objektivnost. Rychlým stanovením hodnot friability je možno zařadit slad podle kvality do sil a zajistit si tak evidenci pro potřeby provozu. Dále je možno také dobře namíchat ve sladovnách i pivovarech potřebnou kvalitu sladu. Cena přístroje je asi 2 500 DM.

Tento přístroj jsme prozatím neměli možnost vyzkoušet prakticky, údaje, které zde uvádíme, jsou vzaty z literárních pramenů, popřípadě z prospektové literatury. Z dalších údajů autorů *Chapona* a kol. [7], kteří přístroj v praxi vyzkoušeli, vyplývá pro posuzování sladu friabilimetrem poznatek, že je nutno při výborných hodnotách friability posuzovat i hodnoty RE při 45 °C, které mají být nad standardem, nejlépe kolem a nad 38, jinak nastávají potíže při zkvašování. Podle názoru autorů je pro pivovarskou praxi důležité u sladu sledování extraktu, barvy, pH, zcukření, jiskrnosti, RE při 45 °C a friability.

Paleta analytických metod se stále více rozšiřuje, neboť to vyžaduje snaha po zefektivnění a zkvalitnění výroby piva, která nutí pracovníky pivovarů poznat co nejlépe vlastnosti zpracovávané suroviny a umožňuje jim její vhodný výběr.

Literatura

[1] GREIF, P.: Tagesztg. f. Brauerei, **76**, 1979, č. 96, s. 381
[2] Prospektová literatura VLB
[3] KRÜGER, E,. BIELIG, H. J.: Betriebs- und Qualitätskontrolle in Brauerei und alkoholfreier Getränkeindustrie, Paul Parey, Berlin und Hamburg 1976
[4] KOLBACH, P., ZASTROW, K.: Monatsschr. f. Brauerei, **16**, 1963, s. 44
[5] Prospektová literatura VLB
[6] CHAPON, L. a kol.: Monatsschr. f. Brauerei, **32**, 1979 s. 160—165
[7] CHAPON, L., ERBER, H. L., KRETSCHMER, K. F. a kol.: Brauwissenschaft, **33**, 1980, č. 1, s. 1—11

Nentwichová, M. - Doležalová, A.: Nové analytické metody na kontrolu sladu z hlediska pivovarské výroby. Kvas. prům., **27**, 1981, č. 3, s. 49—52.

Dosavadní analytické metody na kontrolu sladu neposkytují dosti spolehlivý obraz o kvalitě, hlavně z hlediska zpracovatelnosti v pivovaru. Analytická komise EBC pracuje na nových metodách, např. nový způsob rmutování TEPRAL místo dosavadní kongresní metody, které by se více přibližovaly poměrům v provoze.

V tomto sdělení jsou hodnoceny metody na stanovení konečného stupně prokvašení a probrána metoda navržená VLB včetně zařízení k provádění tohoto stanovení.

Dále je popsána metoda na stanovení barvy po povaření, která je dalším analytickým znakem sladu, důležitým pro předpověď kvality hotového piva. Mezi barvou povařené sladiny a barvou piva byl zjištěn vysoce průkazný vztah. Nedostatkem všech metodik na stanovení, ať již barvy po povaření či barvy sladiny, je subjektivní hodnocení (Brand, škála EBC apod.). Doporučuje se stanovovat barvu spektrofotometricky, což je metoda zakotvená v ASBC.

Nakonec je popsána nová metoda na stanovení křehkosti sladu přístrojem zv. friabilimetr, který udává spolehlivě a rychle stupeň rozluštění sladu. Je uveden popis přístroje, princip metody a způsob hodnocení sladu touto metodikou. Pro posouzení sladu je nutno vedle hodnot friability uvažovat i hodnoty RE při 45 °C.

Нентвихова, М., Долежалова, А.: Новые аналитические методы для контроля солода с точки зрения пивоваренного производства. Квас. прум., **27**, 1981, № 3, стр. 49—52.

До сих пор применяемые анлитические методы для контроля солода не предоставляют надежную картину качества солода, особенно с точки зрения его обрабатываемости на пивоваренном заводе. Аналитическая комиссия ЕВС работает надоснове новыми методами (напр. новый способ затирания солода ТЕПРАЛ в замен применяемого конгресного метода), которые больше приближались бы условиям производства.

В сообьении проводится оценка методов для установления окончательной степени брожения и рассмотрен метод, предложенный VLB включая установку для проведения этого определения.

Далее описываетеся метод установления окраски после кратковременной варки, которая является следующим аналитическим знаком солода. важным для предварительного определения качества готового пива. Между цветом варенного сусла и цветом пива было установлено высоко доказательное соотношение. Недостатком установления цвета после варки и цвета сусла является субъективность оценки (Бранд, шкала EBC итп.). Рекомендуется установливать цвет путем спектроготометрии, что является методом, включенным в ACBC.

В конце описан новый метод установления хрупхости солода при помощи прибора наз. Фриабилиметр, предоставляющий надежно и быстро степень растворения солода. Приводится описание прибора, принцип метода и способ оценки солода путем этой методики. Для обсуждения качества солода кроме величин фриабильности надо учитывать и величины RE при 45 °C.

Nentwichová, M. - Doležalová, A.: New Analytical Methods in Malt Checking for the Brewery Production. Kvas. prům. **27**, 1981, Nr. 3, pp. 49—52.

Present analytical methods of malt checking do not allow to judge sufficiently quality of the malt from point of wiew of its suitability for the use in brewery. EBC Analytical Committee works out the new methods, e. g. new TEPRAL method of mashing instead of recent congress method, which should imitate better the situation in a plant.

In this communication the methods determinating final attenuation degree are evaluated and the method suggested by LVB, including the laboratory equipment, is described.

Further the method of boiling colour determination is explained, which is another analytical value important for prediction of the final product quality. Highly significant relation was between wort colour and beeer colour. The disadvantage of all these techniques used for colour determination is the subjective evaluation (Brand, EBC-units etc.). According to the ASBC, it is recommended to determine colour spectrophotometrically.

Finally a new method of malt friability determination is described that gives quickly and reliably data. This method uses the equipment called friabilimeter. Description of the friabilimeter, principle of the technique and the way of malt evaluation using this method are given. When malt is evaluated it is necessary to determine the values of RE (45 °C) too.

Nentwichová, M. - Doležalová, A.: Neue analytische Methoden zur Kontrolle des Malzes von Standpunkt der Biererzeugung. Kvas. prům. **27**, 1981, No. 3, S. 49—52.

Die üblichen analytischen Methoden zur Malzkontrolle bieten eine ungenügend verläßliche Information über die Malzqualität vom Standpunkt der Verarbeitung des Malzes in der Brauerei. Der Analytische Ausschuß der EBC arbeitet deshalb an neuen Methoden, deren Ergebnisse eine größere Übereinstimmung mit den Betriebsverhältnissen sichern werden, wie z. B. an dem Maischverfahren TEPRAL, das die bisherige Kongressmethode ersetzen soll.

In dieser Veröffentlichung werden die Methoden zur Bestimmung des Endvergärungsgrades bewertet und die von LVB vorgeschlagene Methode und Apparatur zur Durchführung dieser Bestimmung beschrieben.

Weiter wird die Methode zur Bestimmung der Farbe nach dem Kochen beschrieben, die ein weiteres, für die Voraussage der Qualität des Fertigbieres wichtiges Merkmal des Malzes darstellt. Zwischen der Farbe der gekochten Süßwürze und der Farbe des Bieres wurde eine sehr beweiskräftige Beziehung festgestellt. Als Nachteil aller Methoden zur Bestimmung der Farbe nach dem Kochen sowie auch der Farbe der Süßwürze kann die subjektive Beurteilung angeführt werden (Brand, EBC-Skala a ä.) Es wird empfohlen, die Farbe spektrophotometrisch zu bestimmen, wie es bereits in der ASBC eingeführt wurde.

Zum Schluß wird eine neue Methode zur Bestimmung der Mürbigkeit des Malzes mittels Friabilimeter beschrieben, die eine verläßliche und schnelle Ermittlung der Malzauflösung ermöglicht. Es wird die Apparatur, das Prinzip der Methode und das Bewertungsverfahren beschrieben. Bei der Beurteilung des Malzes müssen neben den Friabilitätswerten auch die Werte des RE bei 45 °C in Betracht genommen werden.