

TERMOGRAVIMETRICKÉ STANOVENÍ VLHKOSTI V PIVOVARSKÝCH SUROVINÁCH

Část I. – Možnosti uplatnění termogravimetrické metody při stanovení vlhkosti ječmene a sladu

THERMOGRAVIMETRIC DETERMINATION OF MOISTURE IN BREWING RAW MATERIALS

Part I. – Possibilities of utilizing the thermogravimetric method to determine the moisture in barley and malt

JIRÍ ČULÍK, TOMÁŠ HORÁK, MARIE JURKOVÁ, PAVEL ČEJKA, VLADIMÍR KELLNER, Výzkumný ústav pивovarský a sladařský, a. s., Pivovarský ústav Praha, Lípová 15, 120 44 Praha 2 / *Research Institute for Brewing and Malting, Brewing Institute Prague, Lípová 15, CZ-120 44 Prague*; e-mail: culik@beerresearch.cz

Čulík, J. – Horák, T. – Jurková, M. – Čejka, P. – Kellner, V.: Termogravimetrické stanovení vlhkosti v pивovarských surovinách. Část I. – Možnosti uplatnění termogravimetrické metody při stanovení vlhkosti ječmene a sladu. *Kvasny Prum.* 54, 2008, č. 6, s. 174–180.

Termogravimetrické stanovení obsahu vlhkosti v přírodních vzorcích pomocí přístroje HR 83 (Mettler Toledo) je založeno na principu halogenového ohřevu a automatického sledování průběhu sušicí křivky. Na reálných vzorcích ječmene, zeleného sladu a sladu byla odzkoušena možnost nasazení tohoto přístroje v běžné praxi. Byla provedena validace metod pro stanovení sušiny v ječmeni, zeleném a finálním sladu. Na základě obdržených poznatků lze konstatovat, že lze tento přístroj plně doporučit pro potřeby sladařských a pивovarských laboratoří.

Čulík, J. – Horák, T. – Jurková, M. – Čejka, P. – Kellner, V.: Thermogravimetric determination of moisture in brewing raw materials. Part I. – Possibilities of utilizing the thermogravimetric method to determine the moisture in barley and malt. *Kvasny Prum.* 54, 2008, No. 6, p. 174–180.

Thermogravimetric determination of the moisture content in native samples with the aid of HR 83 (Mettler Toledo) analyser is based on the concept of halogen heating and an automated monitoring of the course of the kilning curve. The possibility of utilizing this instrument in the field was tested on real samples of barley, green malt and malt. Validation of the methods for determining dry matter in barley, green and finished malt was performed. Based on the obtained observations, it can be stated that this instrument can be recommended to malting and brewing laboratories.

Čulík, J. – Horák, T. – Jurková, M. – Čejka, P. – Kellner, V.: Thermogravimetrische Feuchtigkeitsfeststellung in den Braurohstoffen. Teil I. – Die Anwendungsmöglichkeiten der thermogravimetrischen Methode zur Feuchtigkeitsfeststellung von Malz und Gerste. *Kvasny Prum.* 54, 2008, Nr. 6, S. 174–180.

Die Anwendung des Apparates HR 83 (Mettler Toledo) zur thermogravimetrischen Feuchtigkeitsfeststellung in den Braurohstoffen wurde auf dem Prinzip des Halogenserwärmung des Musters und der automatischen Trocknungskurvenverfolgung gegründet. Der mögliche Einsatz dieses Gerätes in der Praxis wurde mit den Mustern Gerste, Grünmalz und Malz getestet. Es wurde die Gültigkeitsprüfung dieser Messmethode zur Trockenmassefeststellung in der Gerste, im Grünmalz und Malz durchgeführt. Auf Grund der gewonnenen Resultaten kann der Apparat HR 83 für das Brauerei- und Mälzereilabor empfohlen werden.

Чулик, Й. – Горак, Т. – Юркова, М. – Чейка, П. – Келлнер, В.: Термогравиметрические определение влагосодержания в пивоваренном сырье. Часть 1. – Возможности применения термогравиметрических методов при определении влагосодержания ячменя и солода. *Kvasny Prum.* 54, 2008, No. 6, стр. 174–180.

Термогравиметрические определение влагосодержания в натуральных пробах с помощью аппарата HR 83 (Mettler Toledo) основано на принципе галогенного нагрева и автоматической регистрации характеристики сушильной кривой. На реальных пробах ячменя, зеленого солода и солода была испытана возможность использования данного аппарата в практике. Были валидованы метода для определения сухого вещества в ячмене, зеленом и готовом солоде. На основании полученных знаний возможно отметить, что данный аппарат возможно вполне рекомендовать для нужд лабораторий солодовенных и пивоваренных заводов.

Klíčová slova: stanovení vlhkosti, termogravimetrická metoda, ječmen, slad

Keywords: moisture determination, thermogravimetric method, barley, malt

1 ÚVOD

Stále se zvyšující nároky na rychlost a kvalitu vstupní, procesní i výstupní kontroly s sebou přinesly i změnu požadavků kladených na metodu stanovení vlhkosti. Kromě zvýšených požadavků na správnost výsledků i automatický způsob jejich archivace je zde patrná zejména snaha o snížení pracnosti a maximální zkrácení času analýzy, což lze docílit zvýšením stupně automatizace. Za metodu, která by výše zmíněné požadavky mohla splnit, lze považovat metodu termogravimetrickou. Smyslem této práce, jak je to prezentováno v první části tohoto sdělení, bylo ověřit možnost jejího nasazení při stanovení vlhkosti v sladařských a pивovarských surovinách, tj. v ječmeni, zeleném a finálním sladu.

2 FYZIKÁLNÍ ZÁKLADY SUŠENÍ A POUŽÍVANÉ METODY

Porézní látky, kam lze zařadit většinu přírodních materiálů, přijímají vodu nejen celým svým povrchem, ale i vnitřním kapilárním systémem. Určitý podíl vody je sorpčně vázán na povrchu sušené matrice

1 INTRODUCTION

The constantly increasing demands on the speed and quality of raw material, process and finished product quality checks have brought with them a change in the requirements placed on the moisture determination method. Aside from higher demands on the result accuracy and automatic archiving, especially the attempt to decrease the labour and time per analysis is apparent. The latter could be achieved by increasing the degree of automation. The thermogravimetric method could be considered to fulfil all of the aforementioned requirements. The purpose of this investigation, as is presented in the first part of this statement, was to verify the possibility of implementing this method to determine moisture in malting and brewing raw materials; i.e. in barley, green and finished malt.

2 PHYSICAL FUNDAMENTALS OF DRYING AND THE METHOD USED

Porous substances – that includes most natural materials – accept water not only by the entire surface but also by the interior capillary sys-

(povrchová vrstva vody) a sušením se snadno odstraňuje, neboť má totožný parciální tlak vodní páry jako čistá voda v tomto prostředí. Tento podíl je běžně nazýván **nevázaná vlhkost**.

Naproti tomu ve vnitřním systému matrice se nachází určitý podíl vody, který je zde kromě kapilárních sil vázán i chemickou a fyzikální adsorpcí [1]. Tento podíl je nazýván **vlhkostí vázanou**. Její parciální tlak vodní páry je proto nižší než parciální tlak čisté vody. Obsah této vlhkosti lze snížit pouze po její difuzi směrem k povrchu látky. Toho můžeme docílit například snížením parciálního tlaku vodní páry vzduchu prostředí nebo snížením jeho relativní vlhkosti. Vlhkost sušené matrice odpovídající bodu, kdy je přítomna pouze vlhkost vázaná, je často nazývána **vlhkost kritická**. V literatuře se též setkáváme s termínem **vlhkost volná**, což je vlhkost tvořená vlhkostí nevázanou a částečným příspěvkem vlhkosti vázané.

Z výše uvedeného je zřejmé, že při volbě vhodné metody stanovení vlhkosti respektive vhodného sušicího postupu je nutné respektovat charakter matrice, tj. její texturu i chemické složení. Zejména je nutné zabránit během sušení možným změnám chemického složení matrice (vytékání silic, tepelný rozklad termolabilních látek) a dále změnám její textury, neboť tyto by mohly negativně ovlivnit transport vody kapilárním systémem k povrchu sušeného materiálu (tvorba krusty).

2.1 Metody stanovení vlhkosti

Běžně užívané metody gravimetrického stanovení vlhkosti v pivovarské analytice lze považovat za metody uzanční. Liší se druhem sušené matrice.

2.1.1 Klasické vázkové stanovení vlhkosti ječmene a sladu

V případě ječmene a sladu se od sebe tudíž liší jak postupy úpravy vzorku, tak i požadované teploty sušení, neboť je zde potřebné respektovat zejména vliv rozluštění na texturu i chemické složení matrice.

Metody EBC 3.2 [2], MEBAK 2.5.1.1. [3] i IOB 1.2 [4] pro stanovení vlhkosti v ječmeni jsou prakticky totožné. 20 g vzorku je rozemleto na DLFU mlynku seřízeném na velikost částic 0,2 mm. Do misky navážíme 5 g homogenizovaného vzorku a sušíme v předehřáté sušárně v otevřené sušicí misce po dobu 2 hodin. Teplota sušení je předepsána v rozmezí 130 až 133 °C (dle MEBAK 132 ± 2 °C). Po uplynutí předepsané doby misku vyjmeme ze sušárny, uzavřeme víčky a ponecháme vychladnout v exsikátoru. Obsah vody ve vzorku stanovíme vázkově na základě zjištěné váhové difference před a po sušení a vyjádříme v procentech.

Opakovatelnost (r_{95}) zde činí pro obsah vody ve vzorku 11 až 13 % hodnotu 0,14, reprodukovatelnost (R_{95}) je zde 0,75. Pro vyšší obsah vody 21,7 % byly stanoveny poněkud vyšší hodnoty, a to 0,27 resp. 2,6.

V případě hotového sladu je postup obdobný. Metody EBC 4.2, MEBAK 4.1.4.1 i IOB 2.2 zde předepisují totožný postup. Z 20 g rozemletého vzorku na mlynku DLFU navážíme 5 g do sušicí misky a sušíme při 105 až 106 °C po dobu 3 h \pm 5 min. Po vychladnutí v exsikátoru misku zvážíme a obsah vody vypočteme obdobně jako v případě ječmene.

Opakovatelnost (r_{95}) zde činí pro obsah vody ve vzorku 3,8 – 7,3 % hodnotu 0,13, reprodukovatelnost (R_{95}) je zde 0,60.

V sladovnické praxi se však setkáváme ještě s nutností stanovit obsah vody v máčeném ječmeni a v zeleném sladu.

Množství vody v máčeném ječmeni během máčení a její obsah na konci máčení (stupeň domočení ječmene) je v běžné praxi stanoven vázkově (metoda 3.2.1) [5]. Ječmen je namáčen ve speciální nádobce spolu s provozním ječmenem v náduvníku. Během namáčky a po jejím ukončení je ječmen zvážen a stanoven přírůstek vody. K výpočtu stupně domočení slouží příslušná tabulka, kde lze nalézt na základě znalosti obsahu vody v původním ječmeni a přírůstku hmotnosti odpovídající stupně domočení.

Při sladování je však také nutné sledovat obsah vody i v zeleném sladu v různých stádiích klíčení, a získat tak informace nutné k správnému vedení zeleného sladu (nutnost dokrápění klíčící hromady). V tomto případě je postup, s ohledem na nehomogenost vzorku, poměrně pracný a zdoluhavý (metoda 3.2.2) [5]. Odvážený slad (100 g) musí být nejdříve předsušen v sušárně v drátěném košíčku při 60 °C po dobu přibližně 12 hodin na obsah vody nižší než 10 %. Po vychladnutí slad pomeleme a 10 g navážíme do sušicí misky. Otevřenou misku sušíme při 105 °C po dobu 3 hodin. Po uzavření a vychladnutí v exsikátoru misku zvážíme a vypočteme obsah vody v zeleném sladu.

S ohledem na značnou pracnost a časovou náročnost byla navržena rychlometa 3.2.2.2 [5], kdy jsou celá zrna sladu sušena při 175 °C po dobu 40 minut a z hmotnostního úbytku je následně vypočten obsah vody.

A certain portion of the water is bound by sorption on the surface of the dried matrix (the surface layer of water) and is removed easily by drying, because it has the same vapour pressure like clean water in that environment. This portion is usually called **unbound moisture**.

On the other hand, there is a certain portion of water in the interior system of the matrix, which is bound there not only by capillary forces but also by chemical and physical adsorption [1]. This portion is called **bound moisture**. Its vapour pressure is thus lower than the partial pressure of clean water. The content of this moisture can be lowered only after its diffusion towards the surface of the substance. That can be achieved by, for example, lowering the vapour pressure of the surrounding air or by lowering its relative humidity. Moisture of the dried matrix corresponding with the point when only bound moisture is present is often called **critical moisture**. In the literature, the term **free moisture** also appears; it is the moisture formed by unbound moisture with a partial addition of bound moisture.

From the above-mentioned, it is clear that when selecting a suitable method of determining moisture or a suitable drying method, it is necessary to respect the character of the matrix, i.e. its texture and chemical composition. It is especially necessary during the drying to prevent possible changes of the chemical composition of the matrix (oil volatilization, thermal decay of thermolabile substances) and changes in its texture as well. These changes could negatively impact the transport of water through the capillary system to the surface of the dried material (crust formation).

2.1 Methods of determining moisture

The commonly used methods of gravimetric determination of moisture in brewing analytics can be considered conventional methods. They vary in the type of dried matrix.

2.1.1 Traditional gravimetric determination of moisture in barley and malt

In the case of barley and malt, the procedure of modifying the sample and the required drying temperatures differ, as it is necessary to respect especially the influence of modification on the texture and chemical composition of the matrix.

The methods of EBC 3.2 [2], MEBAK 2.5.1.1. [3] and IOB 1.2 [4] for the determination of moisture in barley are practically identical. 20 g of the sample are ground on a DLFU mill set for the particle size of 0,2 mm. We weigh 5 g of homogenized sample into a bowl and dry it in a preheated oven in an open drying bowl for duration of 2 hours. The drying temperature is specified to the range of 130 to 133 °C (according to MEBAK 132 ± 2 °C). After the elapse of the indicated duration, we remove the bowls from the oven, enclose them with a lid and leave to cool down in a desiccator. We determine the water content in the sample gravimetrically based on the weight difference before and after drying and represent it as a percent.

Repeatability (r_{95}) for a sample with 11 to 13% water content is 0,14, reproducibility (R_{95}) here is 0,75. For higher water contents of 21,7%, higher values, 0,27 and 2,6 respectively, were determined.

The procedure is similar for finished malt. Methods EBC 4.3, MEBAK 4.1.4.1 and IOB 2.2 describe an identical procedure. From a 20 g sample ground on a DLFU mill, we weigh 5 g into a drying bowl and dry at 105 to 106 °C for 3 h \pm 5 min. After cooling in a desiccator, we take the bowl's weight and calculate the water content as with barley.

Repeatability (r_{95}) for a sample with 3,8–7,3 % water content is 0,13, reproducibility (R_{95}) here is 0,60.

However, in malting practice, we encounter the necessity to determine water content in steeped barley and green malt.

The amount of water in steeped barley during steeping and its content at the end of steeping is ordinarily determined gravimetrically (method 3.2.1) [5]. The barley sample is steeped in a special sampler in a steeping tank along with barley used for production. The barley is weighed during and after the steeping and the increase in water content is determined. Based on the water content in the original barley and the increase in weight a particular table can be used to calculate the degree of steeping.

Again, it is also important in malting to monitor the water content in green malt at various stages of germination and thus gain information necessary for the proper sprouting control of malt (need for additional sprinkling of the germinating heap). In this case, the procedure is quite labour-intensive and time consuming, given the inhomogeneity of the sample (method 3.2.2) [5]. Measured malt (100 g) must be first pre-dried in a wire basket in an oven at 60 °C for approximately 12 hours to reach water content lower than 10%. Once cooled, we grind the malt and weigh 10 g into a drying bowl. We dry the open bowl at

Kromě výše zmíněných metod existují však ještě některé další, speciální metody, které zatím nenašly širší uplatnění v pivovarské a sladařské praxi. Patří sem například metody založené na reflektanční a transmisní spektroskopii v blízké infračervené oblasti (metody MEBAK 2.5.1.2.1 a 2.5.1.2.3) [3] a dále sušení pod infračerveným světlem (MEBAK 2.5.1.2.1) [3] a v této práci již zmíněná termogravimetrická metoda s halogenovým ohřevem.

2.1.2 Princip termogravimetrické metody stanovení vlhkosti

Základním principem termogravimetrického stanovení vlhkosti vzorku je sledování váhového úbytku vlhkosti v závislosti na čase při přesně definovaných podmínkách sušení. K tomuto účelu jsou používány analyzátoři vlhkosti, jejichž hlavní součástí je váha a mikroprocesorem řízený ohřev pomocí halogenové výbojky. Námi použitý analyzátor vlhkosti HR 83 firmy Mettler Toledo (obr. 1) je vybaven elektronickou vahou umožňující navážku vzorku v rozmezí 0,1 g až 71 g s možností odečtu s přesností na 0,001 g. Tepelný zdroj je tvořen halogenovou výbojkou, zaručující dokonalou regulaci a distribuci tepelného toku. Teplotní rozsah je volitelný v rozmezí 50 až 200 °C. Kromě podstatného snížení doby analýzy a minimální manipulace se vzorkem umožňuje analyzátor i možnost automatického výpočtu vlhkosti v předem nastavených jednotkách, interpretaci výsledků ve vazbě na dobrou laboratorní a výrobní praxi (GLP resp. GMP). Tisk parametrů a dosažených výsledků je možný buď pomocí vlastní zabudované tiskárny, nebo je lze exportovat po připojení analyzátoru přes externí rozhraní například do počítače. Oproti klasickému sušení pracuje analyzátor vlhkosti s různými teplotními programy, a to od klasického (skokového), kdy dojde k okamžitému dosažení požadované teploty sušení, přes pozvolný až po stupňový nárůst teplot. Kromě toho přístroj umožňuje volbu kritéria vypnutí (sušicího kritéria), a to buď v závislosti na úbytku hmotnosti za jednotku času (5 stupňů nastavení), na času měření a dále manuálního a volného kritéria vypnutí, zakládajícího se na principu střední hodnoty úbytku hmotnosti za jednotku času. Výše zmíněných schopností přístroje jsme využili při návrhu a validaci metod pro stanovení obsahu vlhkosti ječmene, zeleného a finálního sladu.

3 VÝSLEDKY A DISKUSE

S ohledem na rozdílný charakter textury matrice, která se v případě výroby sladu z ječmene v průběhu technologického procesu značně mění, jsme provedli optimalizaci sušicího procesu pro jednotlivé technologické stupně odděleně. Konkrétně se jednalo o stanovení vlhkosti v ječmeni, dále v máčeném ječmeni, v zeleném naklíčeném sladu a konečně ve sladu finálním. V každém případě bylo nutné nalézt vhodnou navážku vzorku, průběh a teplotu sušení a sušicí kritérium (nastavení přístroje, kdy dojde v závislosti na úbytku hmotnosti v daném časovém intervalu k automatickému vypnutí přístroje a odečtu konečné sušiny vzorku).

Zde je nutné si uvědomit, že se vždy jedná o kompromisní řešení, neboť například větší navážka vzorku sice znamená zvýšení přesnosti měření, ale současně s sebou přináší prodloužení času analýzy. Volba příliš přísného sušicího kritéria může sice přinést zpřesnění výsledků, na druhé straně však může prodloužit neúměrně dobu analýzy.

Tam, kde existovala rozhodčí metoda stanovení vlhkosti (EBC, MEBAK apod.), jsme provedli porovnání docílených výsledků s touto rozhodčí metodou.

3.1 Stanovení vlhkosti v ječmeni

S ohledem na morfologii zrna je zřejmé, že nelze celá zrna ječmene z hlediska dokonalého průběhu sušení považovat za vhodnou matici. Proto byly všechny vzorky ječmene před vlastním stanovením vlhkosti pomlety totožným způsobem, jakým je postupováno v případě referenční metody EBC resp. MEBAK.

3.1.1 Optimalizace sušicích podmínek (mletý ječmen)

Navážka mletého vzorku ječmene byla zvolena tak, aby byla dostatečně reprezentativní a aby současně nedocházelo k neúměrnému prodloužování doby sušení.

Výsledky jsou uvedeny v tab. 1.

105 °C for three hours. After enclosing and cooling in the desiccator, we weigh the bowl and calculate the water content in the green malt.

Due to the considerable labour and time consumption, a high-speed method was suggested 3.2.2.2 [5]. Whole kernels of malt are dried at 175 °C for 40 minutes and the water content is then calculated from the weight decrease.

In addition to the aforementioned methods, there exist other special methods, which have not yet been utilized in brewing and malting practice. These include methods based on near-infrared reflectance and transmission spectroscopy (methods MEBAK 2.5.1.2.1 and 2.5.1.2.3) [3], drying under infrared light (MEBAK 2.5.1.2.1) [3] and the mentioned thermogravimetric method with halogen heating.

2.1.2 The concept of thermogravimetric method of determining moisture

The basic concept of thermogravimetric determination of moisture in a sample is monitoring the moisture weight decrease in relation to time under precisely defined drying conditions. Moisture analysers, whose main component is a scale and a heating halogen lamp controlled by a microprocessor, are used for this purpose. The moisture analyser that we used – HR 83 by Mettler Toledo (Fig. 1) – is equipped with an electronic balance, which allows sample weighing in the range of 0,1 g to 71 g with the readability of 0,001 g. The source of heat is a halogen lamp, which guarantees perfect regulation and distribution of the heat flow. The temperature is selectable in the range of 50 to 200 °C. Aside from a substantial shortening of the analysis duration and minimal manipulation with the sample, the analyser offers the possibility of automatic moisture calculation in preset units, interpretation of results in accordance with Good Laboratory Practice and Good Manufacturing Practice. Print out of the parameters and the attained results can either be done with the built-in printer or it can be exported by a connection through an external interface to, for instance, a computer. As opposed to standard drying, the moisture analyser works with various drying programs: from the standard (leap), when

the desired drying temperature is reached immediately, through a gradual one to multi-step temperature growth. Moreover, the instrument allows for selecting a switch-off criterion (drying criterion), either in relation to the mass decrease per unit time (5 setting levels), to time of measuring and further manual and free switch-off criteria, based on the concept of the median of the mass decrease per unit time. We used the instrument's features mentioned above when designing and validating the methods for the determination of moisture in barley and green and finished malt.



Obr. 1 / Fig. 1 Analyzátor vlhkosti HR 83 firmy Mettler Toledo / Moisture analyser HR 83 by Mettler Toledo

3 RESULTS AND DISCUSSION

Due to the different character of the matrix texture, which substantially changes over the course of the technological process when producing malt from barley, we performed optimization of the drying process for each technological stage separately. Specifically, it was moisture determination in barley, steeped barley, green malt and finally in finished malt. In each case, it was necessary to find the suitable sample size, the process and temperature of drying and the drying criterion (the instrument setting, when depending on the mass decrease in a given time interval the instrument switches off and reads the final dry-matter of the sample).

It is important to be aware that it is always a compromise solution, since, for instance, a greater sample size means higher precision but also lengthened analysis duration. Although selecting a strict drying criterion can bring more precise results, it can prolong the analysis duration excessively.

Wherever a reference method of moisture determination (EBC, MEBAK, etc.) existed, we performed a comparison of the attained results with the reference method.

3.1 Moisture determination in barley

Due to the morphology of the grain, it is clear that whole barley grains cannot be considered a suitable matrix for perfect drying. For that reason, prior to the moisture determination, all the barley samples were ground in the same way as in the reference method of EBC and MEBAK.

Tab. 1 Vliv zvolené navážky na přesnost měření / Influence of sample weight chosen on measurement precision

	Navážka (g) / Sample weight (g)			
	5	3	5	10
Teplota (°C) / Temperature (°C)	105	110	110	110
	Metoda / Method			
Výsledek č. / Result no.	EBC/MEBAK	klas./stan./3	klas./stan./3	klas./stan./3
1	13,05	13,1	13,38	13,39
2	13,1	13,36	13,36	13,37
3		13,5	13,38	13,35
4		13,4	13,59	13,52
5		13,6	13,5	13,36
6		13,38	13,53	13,34
Průměr/Average	13,08	13,39	13,46	13,39
s_x	0,04	0,17	0,10	0,07

kde je s_x = směrodatná odchylka / where s_x = standard deviation
klas./3 = klasický způsob sušení při použití sušicího kritéria č. 3 / stan./3 = standard drying method using drying criterion no. 3

Je zřejmé, že zvýšení navážky sice způsobilo zpřesnění výsledků, avšak současně došlo k nárůstu doby sušení z 5 na 15 minut. Proto jsme v dalších krocích pracovali s navážkou 5 g mletého vzorku. Průběh sušení byl klasický, kritérium vypnutí bylo s ohledem na typ matrice a doporučení výrobce nastaveno na hodnotu 3, což by měla být kompromisní hodnota zajišťující dostatečnou přesnost měření při úměrné době sušicího procesu.

V tab. 2 jsou uvedeny výsledky optimalizace sušicího procesu. Byl sledován vliv zvolené sušicí teploty na dosažený výsledek.

Vyšší teplota sušení sice znamenala zkrácení sušicí doby z přibližně z 11,5 na 9 minut, avšak lepší shody bylo docíleno při teplotách 110 resp. 115 °C. Proto bylo při vzájemném porovnání termogravimetrické metody s metodou EBC/MEBAK pracováno s těmito teplotami.

3.1.2 Vzájemné porovnání metody EBC/MEBAK a termogravimetrické metody (mletý ječmen)

Porovnání metod bylo provedeno na komerčních vzorcích ječmene za optimalizovaných podmínek. Výsledky získané ze čtyř měření u každého vzorku jsou uvedeny v tab. 3.

Obdržené výsledky byly podrobeny statistickému vyhodnocení (Studentův párový t-test) s následujícím výsledkem. U obou variant termogravimetrické metody nebyl zjištěn na hladině pravděpodobnosti 95 % ($\alpha = 0,05$) významný statistický rozdíl o metody referenční (EBC/MEBAK). V případě sušení při 110 °C činila t_{vyp} 0,6624, při 115 °C byla rovna 0,9025. V obou případech tedy byla t_{vyp} nižší než příslušná $t_{\text{krit.}}$, která zde činila 2,086.

3.1.3 Optimalizace sušicích podmínek (nemletý ječmen)

Při přejímce ječmene na sladovně je často rozhodujícím faktorem rychlost analýzy, a proto jsme se ještě pokusili o vypracování termogravimetrické rychlo-metody pro stanovení vlhkosti přímo v nemletém ječmeni. Zkoumán byl vliv navážky, teploty sušení a v některých případech i vliv změny průběhu sušení na docílené výsledky a čas analýzy. Kromě klasického průběhu sušení, kdy je sušicí teplota docílena

Tab. 2 Vliv teploty sušení na dosažený výsledek (mletý ječmen) / Influence of drying temperature on the attained result (ground barley)

	Navážka (g) / Sample weight (g)				
	5				
Teplota (°C) / Temperature (°C)	132	105	110	115	130
	Metoda / Method				
Výsledek č. / Result no.	EBC/MEBAK	klas./stan./3	klas./stan./3	klas./stan./3	klas./stan./3
1	13,59	13,09	13,38	13,35	13,64
2	13,43	13,12	13,36	13,44	13,71
3	13,48	13,28	13,38	13,42	13,54
4	13,44	13,05	13,59	13,70	13,70
5	13,46	13,13	13,50	13,50	13,72
6	13,57	13,01	13,53	13,69	13,65
Průměr/Average	13,50	13,11	13,46	13,52	13,66
s_x	0,07	0,09	0,10	0,15	0,07

3.1.1 Optimization of drying conditions (ground barley)

The sample size of the barley grist was chosen so that it would be sufficiently representative and yet the drying duration would not be prolonged excessively.

It is clear that increasing the sample weight brought more precise measurements; however, the drying duration grew from 5 to 15 minutes. Thus, we worked with the weight of 5 g of the ground sample in the next steps. The drying process was standard, the switch-off criterion was – due to the matrix type and manufacturer's recommendation – set to 3, which should be the compromise value guaranteeing sufficient precision and an adequate drying duration.

Tab. 2 lists the results from the optimization of the drying process. The influence of the drying temperature on the attained result was observed.

A higher drying temperature meant shortening the drying duration approximately from 11,5 to 9 minutes, but a better conformity was reached with temperatures 110 and 115 °C, respectively. Thus, these temperatures were used when comparing the thermogravimetric method to the EBC/MEBAK method.

3.1.2 Comparison of the EBC/MEBAK method to the thermogravimetric method (ground barley)

The method comparison was performed on commercial samples under optimized conditions. The results attained from four measurements of each sample are listed in tab. 3.

The obtained results were statistically evaluated (paired Student's t-test) with the following results. For both of the variations of the thermogravimetric method, no significant statistical difference was found with the significance level of 95% ($\alpha = 0,05$) in comparison with the reference method (EBC/MEBAK). In the case of drying at 110 °C, the value of t was 0,6624, at 115 °C it was 0,9025. Therefore, in both cases the value of t was lower than the corresponding critical t value, which was 2,086.

3.1.3 Optimization of drying conditions (whole barley kernels)

When inspecting delivered malting barley, the quickness of the analysis is often the deciding factor and so we attempted to de-

Tab. 3 Vzájemné porovnání metody EBC/MEBAK a metody termogravimetrické (mletý ječmen) / Comparison of the EBC/MEBAK method to the thermogravimetric method (ground barley)

	Metoda / Method					
	EBC/MEBAK			Termogravimetrická / Thermogravimetric		
Teplota (°C) / Temperature (°C)	132			110		115
Vzorek č. / Sample no.	% vlhkosti / % moisture	s_x	% vlhkosti / % moisture	s_x	% vlhkosti / % moisture	s_x
1	12,45	0,05	12,41	0,06	12,43	0,07
2	12,61	0,04	12,72	0,1	12,68	0,09
3	12,54	0,03	12,63	0,15	12,7	0,04
4	12,72	0,09	12,72	0,05	12,8	0,08
5	12,02	0,07	11,88	0,03	11,97	0,04
6	12,33	0,06	12,08	0,06	12,08	0,06
7	11,97	0,08	11,78	0,04	11,53	0,09
8	11,52	0,16	11,24	0,02	11,31	0,05
9	11,76	0,1	11,69	0,05	11,86	0,15
10	12,32	0,08	12,15	0,08	12,39	0,04
11	12,59	0,09	12,79	0,06	12,79	0,06
12	12,31	0,04	12,14	0,17	12,38	0,06
13	12,42	0,11	12,33	0,01	12,33	0,08
14	12,17	0,02	12,21	0,04	12,43	0,05
15	12,03	0,07	12,39	0,06	12,33	0,09
16	11,81	0,13	11,69	0,03	11,76	0,12
17	11,8	0,03	11,7	0,03	11,86	0,09
18	11,89	0,06	12,16	0,12	12,16	0,04
19	12,15	0,05	12,3	0,05	12,51	0,04
20	11,67	0,02	11,66	0,04	11,68	0,04
21	11,97	0,08	11,62	0,13	11,69	0,08

Tab. 4 Vliv teploty a průběhu sušení na dosažený výsledek (nemletý ječmen) / Influence of the drying temperature and process on the attained result (whole barley kernels)

Metoda / Method	EBC/MEBAK	Termogravimetrická / Thermogravimetric							
Čas analýzy / Analysis duration (min)	120	34	54	49	34	52	46	48	33
Teplota (°C) navážka Temperature (°C) weight	132 (5 g)	110 (5 g)	115 (10 g)		130 (5 g)	130 (10 g)		150 (10 g)	175 (10 g)
Průběh sušení/suš. krit. Drying process/dry. crit.		klas./3 stan./3	klas./3 stan./3	klas./3 stan./3	klas./3 stan./3	klas./3 stan./3	klas./3 stan./3	klas./3 stan./3	klas./3 stan./3
Měření č. / Measurement no.									
1	13,59	8,13	10,28	9,88	10,02	11,56	11,39	13,27	15,15
2	13,43	8,26	10,12	10,21	9,95	11,43	11,7	13,11	15,25
3	13,48	8,04	10,19	10,04	9,38	11,51	11,5	13,07	15,08
Průměr (% vlhkosti) / Average (% moisture)	13,50	8,14	10,20	10,04	9,78	11,50	11,53	13,15	15,16
s_x	0,08	0,11	0,08	0,17	0,35	0,07	0,16	0,11	0,09

v intervalu cca 40 s, byl zvolen i průběh zrychleného sušení, kdy dojde v prvních minutách ke skokovému nárůstu teploty na hodnotu o 40 % vyšší, než je hodnota nastavená. Po uplynutí 3 min dojde k poklesu teploty na nastavenou hodnotu. Tento způsob sušení je někdy využíván u matric s vyšším obsahem volné vlhkosti. Získané výsledky jsou uvedeny v tab. 4.

Z prezentovaných výsledků lze vyvodit několik závěrů:

- vyšší navážka podstatně zlepšila správnost výsledků,
- zrychlené sušení s sebou sice přineslo nepatrné zrychlení analýzy, ovšem na úkor její přesnosti,
- sušicí teplota nad 150 °C již vyvolávala výrazné barevné změny zrna a při teplotě 175 °C již docházelo ke změnám ve složení sušené metrice.

velop a thermogravimetric high-speed method for determining moisture directly in whole barley. The influence of the sample weight, the drying temperature and, in some cases, also the influence of changing the drying process on the attained results and the analysis duration were observed. Aside from the standard drying process, in which the drying temperature is reached in the interval of approx. 40 seconds, the accelerated drying process was also selected. In that process, the temperature leaps to 40% higher than the set value in the first minutes. After 3 minutes, the temperature decreases to the set value. This drying process is sometimes used for matrices with a higher content of free moisture. The attained results are listed in tab. 4.

A few conclusions can be made from the presented results:

Tab. 5 Vliv teploty a průběhu sušení na dosažený výsledek (nemletý ječmen, 1. namáčka) / Influence of drying temperature and process on the attained result (whole barley kernels, first steeping)

Metoda / Method	EBC/MEBAK	Termogravimetrická / Thermogravimetric			
Čas analýzy / Analysis duration (min)		34	54	34	52
Teplota (°C) (navážka)/ Temperature (°C) (weight)	60/105 °C	115 (10 g)	130 (10 g)	150 (10 g)	115 (10 g)
Průběh sušení/suš. krit. Drying process/dry. crit.		klas./3 stan./3	klas./3 stan./3	klas./3 stan./3	klas./5 stan./5
Měření č. / Measurement no.					
1	35,2	32,89	33,69	34,36	33,56
2	35,2	33,05	33,5	34,44	34,25
3	35,22	33,99	33,55	34,39	34,2
Průměr (%) / Average	35,21	33,31	33,58	34,40	34,00
s_x	0,01	0,59	0,10	0,04	0,38

Metoda / Method	EBC/MEBAK	Termogravimetrická / Thermogravimetric			
Čas analýzy / Analysis duration (min)		34	54	34	52
Teplota (°C) (navážka)/ Temperature (°C) (weight)	60/105 °C	115 (10 g)	130 (10 g)	150 (10 g)	115 (10 g)
Průběh sušení/suš. krit. / Drying process/dry. crit.		klas./3 stan./3	klas./3 stan./3	klas./3 stan./3	klas./5 stan./5
Měření č. / Measurement no.					
1	30,91	29,01	29,28	30,63	29,65
2	30,96	29,6	29,13	31,09	29,57
3	30,94	29,24	29,68	31,02	29,94
Průměr (%) / Average	30,94	29,24	29,36	30,91	29,72
s_x	0,03	0,31	0,28	0,25	0,19

Tab. 6 Vliv teploty a průběhu sušení na dosažený výsledek (nemletý ječmen, 2. namáčka) / Influence of drying temperature and process on the attained result (whole barley kernels, second steeping)

Metoda / Method	EBC/MEBAK	Termogravimetrická / Thermogravimetric			
Čas analýzy / Analysis duration (min)		58	54	38	110
Teplota (°C) (navážka)/ Temperature (°C) (weight)	60/105 °C	115 (10 g)	130 (10 g)	150 (10 g)	115 (10 g)
Průběh sušení/suš. krit. / Drying process/dry. crit.		klas./3 stan./3	klas./3 stan./3	klas./3 stan./3	klas./5 stan./5
Měření č. / Measurement no.					
1	41,1	41,1	41,71	42,16	41,56
2	41,3	40,47	41,21	42,76	41,59
3	41,2	40,85	41,57	42,82	41,65
Průměr (%) / Average	41,20	40,81	41,50	42,58	41,60
s_x	0,10	0,32	0,26	0,36	0,05

Metoda / Method	EBC/MEBAK	Termogravimetrická / Thermogravimetric			
Čas analýzy / Analysis duration (min)		58	54	38	110
Teplota (°C) (navážka)/ Temperature (°C) (weight)	60/105 °C	115 (10 g)	130 (10 g)	150 (10 g)	115 (10 g)
Průběh sušení/suš. krit. / Drying process/dry. crit.		klas./3 stan./3	klas./3 stan./3	klas./3 stan./3	klas./5 stan./5
Měření č. / Measurement no.					
1	38,66	38,11	37,7	38,74	38,56
2	38,66	38,22	37,8	38,55	38,49
3	38,67	38,01	37,69	36,88	38,62
Průměr (%) / Average	38,66	38,11	37,73	38,72	38,56
s_x	0,01	0,11	0,06	0,17	0,07

d) Za optimální lze pro účel rychlometody považovat klasický průběh sušení při 150 °C, 10 g navážce a sušícím kritériu č. 3.

Porovnáme-li však v tomto případě potřebnou dobu analýzy s dobou analýzy mletého ječmene, je zřejmé, že tento postup nepřináší očekávaný efekt. Navíc nebylo dosaženo optimální shody mezi výsledky metody referenční a termogravimetrické s halogenovým ohřevem. Pro orientační měření bez vyšších nároků na pravdivost a přesnost metody, tj. na její správnost, lze však tento postup považovat za akceptovatelný.

3.2 Stanovení vlhkosti v namáčeném ječmeni

V běžné sladařské praxi bývá obsah vody stanoven vážkově, tak jak bylo uvedeno v úvodu. Nicméně v rámci řešení tohoto úkolu jsme se pokusili vypracovat i postup založený na termogravimetrické metodě. Na rozdíl od ječmene, kdy je zrno ještě uzavřeno, dochází během máčení k částečnému puknutí zrna, a tím je umožněna lepší difuze vody k povrchu zrna při sušení. Pro běžnou praxi připadala v tomto případě pouze varianta rychlometody pracující s nemletým máčeným ječmenem.

Výsledky získané různými variantami sušení jsou uvedeny v tab. 5 a 6.

Za kompromisní řešení lze, s ohledem na získané výsledky a potřebný čas analýzy, považovat při 10 g navážce vzorku a standardním průběhu sušení teplotu sušení 150 °C. Takto získané výsledky však lze považovat, s ohledem na jejich nižší správnost, pouze za výsledky orientační.

3.3 Stanovení vlhkosti v zeleném sladu

Je známo, že stanovení vlhkosti v zeleném naklíčeném sladu je nesmírně pracné a časově náročné. Proto jsme se pokusili o návrh rychlometody nevyžadující předsušování naklíčeného sladu a jeho následné pomletí a dosušení. S ohledem na značnou nehomogenitu vzorku jsme zde zvolili vyšší navážku vzorku. Průběh i teplota sušení byly zvoleny tak, aby nedocházelo k tepelné destrukci sušené matrice, tj. zejména kořínků.

Výsledky získané různými variantami sušení jsou uvedeny v tab. 7.

V případě naklíčeného sladu lze tedy, s ohledem na získané vý-

- a) a larger sample weight substantially improved the accuracy of the results
- b) accelerated drying brought a negligible acceleration of the analysis, but at the expense of its precision
- c) drying temperature above 150 °C was already causing significant colour changes of the grain and at 175 °C, changes in the dried matrix were occurring
- d) an optimal combination for a high-speed method could be standard drying process, at 150 °C, 10 g of the sample and drying criterion no. 3.

However, if we compare in this case the necessary analysis duration to the analysis duration of ground barley, it is evident that this procedure does not yield the desired effect. In addition, the optimal conformity between the results from the reference method and the thermogravimetric method with halogen heating was not reached. Though this procedure can be considered acceptable for an approximate measurement without high demands for accuracy and precision.

3.2 Moisture determination in steeped barley

In regular malting practice, the water content is determined gravimetrically as was described in the introduction. Nevertheless, in terms of this project, we attempted to develop a procedure based on the thermogravimetric method. Unlike in barley, where the grain is still closed, water can diffuse better to the surface of a steeped grain during drying due to the partial cracking of the grain that had occurred during the steeping. For regular practice, the only option in this case was the high-speed method with whole steeped barley kernels.

The results attained by various combinations of drying are listed in tab. 5 and 6.

With regard to the attained results and the necessary analysis duration, a 10 g sample weight dried by standard process at 150 °C could be considered a compromise solution. Results attained this way, however, serve only as approximate results due to their low accuracy.

3.3 Moisture determination in green malt

It is known, that moisture determination in green germinated malt

Tab. 7 Vliv teploty a průběhu sušení na dosažený výsledek (naklíčený slad) / Influence of drying temperature and process on the attained result (green germinated malt)

Metoda / Method	EBC/MEBAK	Gravimetrická / Gravimetric		
Čas analýzy / Analysis duration (min)		96	98	74
Teplota (°C) (navážka) / Temperature (°C) (weight)	60/105 °C	115 (15 g)		130 (15 g)
Průběh sušení/suš. krit. / Drying process/dry. crit.		klas./3 stan./3	klas./3 stan./3	klas./3 stan./3
Měření č. / Measurement no.				
1	50,3	48,4	49,29	49,93
2	50,3	48,56	48,8	50,17
3	50,2	49,06	48,26	50,57
Průměr (%) / Average	50,27	48,67	48,78	50,22
s_x	0,06	0,34	0,52	0,32

Metoda / Method	EBC/MEBAK	Gravimetrická / Gravimetric		
Čas analýzy / Analysis duration (min)		80	85	74
Teplota (°C) (navážka) / Temperature (°C) (weight)	60/105 °C	115 (15 g)		130 (15 g)
Průběh sušení/suš. krit. / Drying process/dry. crit.		klas./3 stan./3	klas./3 stan./3	klas./3 stan./3
Měření č. / Measurement no.				
1	47,4	47,06	47,55	48,02
2	47,4	47,21	47,76	48,45
3	47,2	47,55	47,85	48,4
Průměr (%) / Average	47,33	47,27	47,72	48,29
s_x	0,12	0,25	0,15	0,24

sledky a potřebný čas analýzy, považovat při 15 g navážce a standardním průběhu sušení za optimální teplotu sušení 130 °C.

3.4 Stanovení vlhkosti ve finálním sladu

Vzhledem k tomu, že je v případě finálního sladu kladen zvýšený důraz na pravdivé a přesné stanovení vlhkosti, zaměřili jsme naši pozornost zejména na optimalizaci podmínek sušení mletého sladu. Nicméně jsme se pokusili nalézt i vhodné podmínky rychlometody, umožňující stanovit vlhkost i v nemletém sladu. Ve

Metoda / Method	EBC/MEBAK	Gravimetrická / Gravimetric		
Čas analýzy / Analysis duration (min)		96	98	74
Teplota (°C) (navážka) / Temperature (°C) (weight)	60/105 °C	115 (15 g)		130 (15 g)
Průběh sušení/suš. krit. / Drying process/dry. crit.		klas./3 stan./3	klas./3 stan./3	klas./3 stan./3
Měření č. / Measurement no.				
1	46,45	44,49	44,62	45,8
2	46,34	44,53	44,63	45,37
3	46,35	44,72	44,92	45,58
Průměr (%) / Average	46,38	44,58	44,72	45,58
s_x	0,06	0,12	0,17	0,22

is extremely labour and time consuming. For that reason, we attempted to develop a high-speed method that would not require pre-drying, grinding and drying the germinated malt. Due to the considerable inhomogeneity of the sample, we chose a larger sample weight. The process and temperature of drying was selected in order to prevent thermal destruction of the dried matrix, i.e. especially the sprout.

The results attained by various combinations of drying are listed in tab. 7.

In the case of germinated malt,

Tab. 8 Vliv teploty a průběhu sušení na dosažený výsledek (finální slad) / Influence of drying temperature and process on the attained result (finished malt)

Metoda / Method	EBC/MEBAK		Termogravimetrická / Thermogravimetric							
Čas analýzy / Analysis duration (min)	180		13		11		11		40	
Teplota (°C) (navážka) / Temperature (°C) (weight)	105		105		110		115		125 (10 g, nemletý slad) (10 g, whole malt)	
Vzorek č. / Sample no.	% vlhkosti / % moisture	s_x	% vlhkosti / % moisture	s_x	% vlhkosti / % moisture	s_x	% vlhkosti / % moisture	s_x	% vlhkosti / % moisture	s_x
1	7,9	0,07	7,79	0,01	7,92	0,01	7,99	0,04	7,86	0,06
2	4,66	0,04	4,59	0,03	4,75	0,03	4,8	0,03	5,02	0,06
3	6,19	0,01	6,12	0,02	6,2	0,04	6,33	0,02	5,77	0,02
4	8,05	0,03	7,89	0,01	7,97	0,05	8,07	0,03	7,88	0,11
5	5,98	0,03	5,84	0,03	5,99	0,06	6,07	0,01	6,03	0,14
6	6,62	0,03	6,48	0,01	6,63	0,03	6,72	0,03	6,39	0,02
7	6,65	0,03	6,49	0,03	6,71	0,02	6,73	0,04	6,27	0,09
8	6,59	0,05	6,42	0,02	6,55	0,09	6,64	0,02	6,18	0,17
9	8,61	0,02	8,38	0,02	8,52	0,03	8,59	0,02	8,15	0,11
10	5,77	0,02	5,62	0,02	5,72	0,02	5,85	0,02	5,35	0,19

všech případech bylo pracováno s 5 g navážkou mletého vzorku (10 g u vzorku nemletého) a standardním průběhem sušení (sušicí kritérium č. 3).

Výsledky optimalizace jsou uvedeny v tab. 8.

Obdržené hodnoty byly podrobeny statistickému vyhodnocení (Studentův párový t-test, znaménkový test):

Nejlepší výsledky byly docíleny u varianty sušení při 110 °C, kdy nebyla vyvrácena nulová hypotéza na hladině pravděpodobnosti 95 % ($\alpha = 0,05$). Velmi příznivé byly i výsledky dosažené při 115 °C, i když zde již byl prokázán statisticky významný rozdíl. V obou případech se průměrný čas sušení při 5 g navážce vzorku pohyboval okolo 11 minut.

Zajímavé je, že i výsledky rychlometody pracující s nemletým sladem při 125 °C lze považovat, s ohledem na dosaženou pravdivost i přesnost, za poměrně uspokojivé. Čas sušení se zde pohyboval okolo 45 minut.

4 ZÁVĚR

Přístroj HR 83 firmy Mettler Toledo pracující na principu halogenového ohřevu splňuje předpoklady pro úspěšné nasazení v oblasti pivovarské a sladařské analytiky.

Jeho obsluha je snadná, nevyžaduje speciální údržbu a lze jej použít ke stanovení vlhkosti u širokého spektra pivovarských surovin.

Výsledky dosažené při porovnávání stanovení vlhkosti v ječmeni i finálním sladu naznačují, že by tato metoda mohla nahradit i dosud používané oficiální metody EBC, MEBAK, resp. IOB.

Za přínosný poznatek lze považovat i fakt, že lze pomocí tohoto přístroje stanovit velmi rychle obsah vody v klíčícím a zeleném ječmeni. Potřebný čas u nově navržené metody byl, v porovnání s dosud používanou a velmi časově náročnou metodou, zkrácen ze dvou pracovních dní na přibližně 90 minut.

Kromě výše zmíněných předností snižuje použití přístroje HR 83 potřebu vybavovat laboratoř rozměrnou a energeticky náročnou skříňovou sušárnou, což může vést k prostorovým i finančním úsporám.

Poděkování

Tato práce byla podpořena Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy ČR (Výzkumný záměr MSM6019369701).

Lektoroval Doc. Ing. Pavel Dostálék, CSc.
Do redakce došlo 27. 11. 2007

Literatura / Literature

- Moštek, J.: v knize Sladařství – Biochemie a technologie sladu, s. 325, SNTL Praha, 1975.
- Analytica EBC, European Brewery Convention, 5. vydání, Fachverlag Hans Carl, Nürnberg, 1998.
- Brautechnische Analysenmethoden, Band. I., MEBAK, Freising, 1997.
- IOB Methods of Analysis, Institut of Brewing, Vol. 1 – Analytical, IOB, London, 1997.
- Pivovarsko-sladařská analytika, sv. 1, Merkanta, Praha, 1992.

with regard to the attained results and the necessary analysis duration, 130 °C could be considered the optimal drying temperature for a 15 g sample weight dried by standard process.

3.4 Moisture determination in finished malt

Due to the increased emphasis on accurate and precise moisture determination in the case of finished malt, we focused our attention particularly on the optimization of the drying conditions of ground malt. Nevertheless, we also attempted to find suitable conditions for a high-speed method, which would allow moisture determination in whole malt. The sample weight was 5 g of ground sample (10 g of whole sample) and the standard drying process was used (drying criterion no. 3) in all cases.

The results of the optimization are listed in tab. 8.

The obtained results were statistically evaluated (paired Student's t-test, sign test) and the attained results are the following.

The best results were achieved when drying at 110 °C, where the null hypothesis was not rejected at the significance level 95% ($\alpha = 0,05$). The results achieved with 115 °C were very promising as well; although, a statistically significant difference was proven here. In both cases, the average drying time was near 11 minutes for a 5 g sample weight.

It is interesting that even results from the high-speed method with whole malt at 125 °C can be considered quite satisfactory in terms of the accuracy and precision achieved. The drying time here was near 45 minutes.

4 CONCLUSION

The instrument HR 83 by Mettler Toledo working on the concept of halogen heating meets the demands for a successful utilization in the field of brewing and malting analytics.

Its operation is simple, it does not require special maintenance and it can be used to determine the moisture in a wide spectrum of brewing raw materials.

The results attained when comparing moisture determination in barley and finished malt suggest that this method could replace the presently used official methods of EBC, MEBAK or IOB.

The fact that the water content in germinating and green malt can be determined very quickly with the aid of this instrument could also be considered a beneficial finding. The necessary duration of the newly proposed method was shortened from two work days to approximately 90 minutes when compared to the presently used and very time consuming method.

Aside from the aforementioned advantages, the use of HR 83 reduces the need to equip a laboratory with a bulky and energy-demanding oven, which can lead to space and financial savings.

Acknowledgments

This study was supported by the Ministry of Education, Youths and Sports of the Czech Republic (Research Project MSM6019369701).

Translated by Marek Mikunda