Filtrační křemeliny domácího původu

JAROSLAV HUMMEL,
Výzkumná laboratoř Prazdroje, Plzeň

66.067.12

Drobnohledné filtrační skořápky pravěkých rozsi-
vek, vytvořené z hydratovaného kysličníku křemiči-
tého se nazývají křemelinou nebo též rozsivkovou
hlinkou (Kieselguhr). Křemelina se používá v bio-
chemických závodech nejčastěji k filtraci nebo v la-
boratořích pro chromatografii. Je žádána i v prů-
myslu tukovém, cukrovarství a v chemické výrobě.
V pivovarství může být křemeliny použito pro po-
mocnou filtraci k odstraňování balastních látek,
vylučujících se z mladiny nebo piva během výroby.

V poslední době jsem byl pověřen přezkoušením a
posouzením křemelin z tuzemské poloprovozní výro-
by, které byly pokusně upraveny pro filtraci v Boro-
vanech v Čechách a Modré na Slovensku. Tyto kře-
meliny se vyskytují jako zeminy v Čechách u Fran-

tiškových Lázní (Hájek) a na Slovensku u Zvoleně
(Dubravica) a Komárova (Tlmače).

Křemeliny jsem zkoušel jednak tak, jak byly do-
dány, jednak po vyprání v 10 % kyselině chlorovodí-
kové a po vyžhání při 800 °C. Pro srovnávací analy-
tické zkoušky jsem použil zahraniční rafinované kře-
meliny Kieselguhr č. 80, Celite 503, Speedplus Dica-
lite a Hyflo Super Cel. Bylo stanoveno: barva, spe-
cifická hmota, doba průtoku, látky rozpustné ve 4 %
alkoholu, železo rozpustné při pH 4,6/18 °C a pH
vodního výluhu s výsledkem uvedeným v *tabulce 1*.

Při srovnání křemelin tuzemských se zahraniční-
mi bylo možno konstatovat větší rozdíly jen v době
průtoku a v jednom případě ve zvýšeném obsahu že-
leza. Mezi křemelinami českými a slovenskými ne-

bylo zjištěno význačných rozdílů. Nebylo ani potvrzeno, že by zvýšený obsah kysličníku hlinitého (9,6 %) u hlínky Borovany byl na závadu jakosti do té míry, jak uvedl ve svém referátu soudruh Farkaš z Modré. Podle mého názoru bude proto třeba od pokusné tuzemské výroby žádat sdělení, za jakou cenu bude schopna vyrobit materiál ještě dokonaleji rafinovaný, neboť právě v pivovarství lze upotřebit

Tabulka 1

Druh křemeliny	Barva	Spec. hmota	Doba průtoku*)		Látky rozp. ve 4 % alkoholu %	Železo rozp. v 4 % roztoku při pH 4,6/18°C %	pH vodního výluhu
			A)	B)			
Modra I	světle hnědá	2,2	20	42	0,07	0,04	5,6
Modra II	růžově bílá	2,1	21	35	0,06	0,007	6,2
Borovany	růžově bílá	1,9	20	32	0,08	0,009	5,4
Kieselguhr č. 80	bílá	2,3	20	15	0,07	0,01	5,8
Celite 503	bílá	2,4	4	6	0,05	0,006	6,8
Speedplus	bílá	2,3	3	4	0,06	0,005	6,6
Dicalite	bílá	2,4	5	8	0,05	0,004	7,1
Hyflo Super Cel	sněhobílá	2,4	5	8	0,05	0,004	7,1

*) Doba průtoku byla zkoušena při filtraci piva s nižším a vyšším množstvím kašů.

křemeliny jen nejčistší a nejlevnější, pokud ovšem budou pro toto využití tuzemské suroviny k dispozici filtry na křemelinovou filtraci.

V úpravnictví křemelín jde o řadu zušlechťovacích procesů, při čemž zejména třídění materiálu podle jemnosti a průtokové rychlosti je celkem složitou záležitostí. Křemelina s větší průtokovou rychlostí musí mít na příklad toto složení:

25 % částecek nad	20 mikronů
30 % částecek nad	10—20 mikronů
30 % částecek nad	5—10 mikronů
15 % částecek nad	1—5 mikronů

V pivovarství používané křemelinové filtry se nej-

častěji skládají z pomocného bubnu s propelérem na rozmišení hlínky s pivem a z vlastního filtru z jemných kovových sít, na něž se pivem rozmíchaná hlínka nanáší a poté slouží jako filtrační prostředí. Průtoková rychlost hlínky musí být dostatečná, aby se na sítu vytvořila pevná filtrační vrstva, avšak aby přitom mnoho hlínky nezůstávalo na dně filtru, t. j. křemelina nesmí obsahovat vysoký podíl částecek rychle sedimentujících ani vysoký podíl částecek velejemných, procházejících jemným sítím.

Mikroskopický obraz neporušených skeletonů rožsivek

Po chemické a mechanické úpravě křemelín jsou na mikroskopickém obraze patrné jen úlomky těchto obrazců.

Vyšší průtoková rychlost vyžaduje ovšem malý odpor síťovité vrstvy. Toho dosáhneme, použijeme-li síť s vhodnou velikostí ok. Na začátku filtrace je proto třeba, aby těmito sítí procházela i křemelina. Protože s pivem rozmíchaná hlínka na začátku práce cirkuluje a přechází z bubnu do vlastního filtru a zpět, nanáší se během tohoto procesu na síta nejprve částice hrubší a poté částice jemnější, až vznikne účinná filtrační vrstva. Teprve potom se pivo začne čerit a nastává filtrační účinek. Během vlastní filtrace se na síta bubnu stále připouští určité malé množství křemeliny.

Mechanický účinek filtrace vysvětlujeme relativně velkým objemem pórů. Podle Krezila si můžeme částičky křemeliny představit v těchto rozměrech: 93—156 mikronů dlouhé a 1,5—4,8 mikronů široké. Ve filtru jsou částičky naneseny tak, že jejich pórovitost je tvořena jemnými kapilárami a při filtraci se shluky vyvločkových koloidů z piva usazují na povrchových pórech. Během filtrace se stále jemně navrstvuje nová hlínka, objem pórů se tím zvětšuje, takže filtrační účinek zůstává po delší dobu téměř

Stockholmská dohoda o rozborech ječmene a sladu

Před druhou světovou válkou se provádělo sjednocování analytických metod na kongresech, ke kterým byli zváni významní evropští pracovníci v pivovarské a sladařské analytice. Účelem kongresů bylo vypracování metod, na podkladě nejnovějších vědeckých poznatků a požadavků průmyslu, s přihlédnutím k obchodním zvyklostem. Výsledky jednání kongresů byly soustředěny ve zprávách a uveřejňovány v odborných časopisech. Čelné laboratoře zaváděly na svých pracovištích nové kongresní metody a pro zpřesnění práce se srovnávaly výsledky mezi jednotlivými laboratorami. Na př. VÚPS v Praze a v Brně rozesílal pravidelně vzorky sladu k porovnávacím analysám do Vídně, Berlína, Mnichova a Curychu. V této tradici se pokračuje i po druhé světové válce, kdy stouply značně požadavky na jakost pivovarských surovin. Bylo proto nutno prohloubit a rozšířit analytickou metodiku a revidovat dosavadní postupy.

Poslední kongres EBC (Evropské pivovarské dohody) se konal v r. 1953 v Brightonu (Anglie). Kongres schválil výsledky rady EBC, konané 19. 5. 1953 ve Stockholmu, t. zv. Stockholmskou dohodu o rozborech ječmene a sladu. Tato dohoda se v mnohých směrech liší od předešlé dohody mnichovské z r. 1934.

Stockholmská dohoda je dnes uznávána téměř všemi evropskými státy a je závazná pro mezinárodní analyzy. Jelikož u nás nebyla zmíněná dohoda dosud uveřejněna, pokládáme za nutné seznámit pracovníky pivovarských a sladařských laboratorů s jejím přesným zněním.

I. Braní vzorků

Předpisy pro braní vzorků

Vzorek musí být odebrán smluvním způsobem tak, aby odpovídal průměru celé dodávky. Odběr vzorků provádí sám analytik nebo dobře poučená a spolehlivá osoba.

Vzorky z hromad a pytlů se odebírají vzorkovačem, nejlépe typu Barth-Eckhardtova; tento vzorkovač je rozdělen na několik komor. Při odběru vzorku se zasunuje uzavřený, potom se otevře a před vyjmutím se znovu zavře.

Pytle

Vzorky musí být odebrány nejméně z 10 % pytlů. Těchto 10 % má být odebráno z různých míst skladovacího prostoru.

Hromady: (půdy, síla, lodní zásilky).

Vzorkovačem vhodné délky se odbere nejméně 6 vzorků tak, aby se získal průměrný vzorek z různých hloubek a míst hromady.

stejný a účinnost filtru se prakticky nemění. Tato filtrace však nejde do nekonečna, a po určité filtrační době se křemelinové póry utěsní. Je třeba filtraci ukončit, filtr vyprázdnit a operaci s nanášením čerstvé křemeliny opakovat.

Při výrobě exportního piva je třeba vyloučené kaly při dokvašování odstraňovat. K tomu byl i v našem závodě vyzkoušen křemelinový filtr, který je v provozu již po několik let. Dosud používáme zahraniční křemeliny, která stojí asi 2 Kčs za 1 kg, takže k filtraci 100 hl piva spotřebujeme 60 kg tohoto filtračního materiálu, což činí 120 Kčs. Použití křemeliny s nízkou průtokovou rychlostí nebo špatně rafinované by však výrobu značně zdrazilo nebo i ohrozilo jakost výrobku.

V technické domácí i zahraniční praxi se pro technologickou výrobu piva používají křemelinové filtrace jen jako způsoby pomocné a zkušenosti nás vedou k tomu, abychom nedoporučovali všeobecné zavádění této filtrace do praxe, nýbrž abychom tento způsob doporučili jen jako vhodnou kombinaci filtračních způsobů pro zrychlení výroby a do jisté míry i zlepšení koloidní stability.

Všeobecně můžeme říci, že je filtrační účinek křemelin závislý na jejich jakosti a koncentraci. Účinek je mechanický a adsorpce, pokud koncentrace křemeliny jsou nízké (na příklad 50 g/hl), mají podřadnou roli. Hlinky velmi čisté a žíhané za vysoké teploty mají zpravidla nízkou adsorpční účinnost. Hlinky méně čisté obsahující silikáty a větší množství železa mají vyšší adsorpční schopnost.

Provozní filtrace křemelinou nemění prakticky barvu a chuť piva. Rovněž prodloužená doba styku křemelin s pivem, pokud jde o provozní koncentrace (60–80 g/hl), neprojevuje se změnou barvy.

U filtračních křemelin se posunuje jakost (kromě hodnot v rozbořech výše uvedených), ještě podle vlhkosti, ztráty žíháním a sedimentační rychlosti. Mikroskopický obraz pravých křemelin je velmi charakteristický. Typické jsou součásti skeletonů, zvané Arachnoidiscus tvaru disku, vějířovitě rozčleněné a kyjovité části Rouxia diatom. Při zkoušení různých druhů křemelin vidíme, že množství hrubozrnných

částiček velmi značně kolísá a dělení za sucha se nedaří. Rozplavovací analýza dává přehled o jakosti v tomto směru uspokojivější.

V některých příručkách se poukazuje na to, že účinek rozsivkového filtru je adsorpční a v pivech jím filtrovaných vzniká dříve bílkovinný zákal. (Technologie sladu a piva 1954, str. 191). S tímto tvrzením nemohu doslovně souhlasit, neboť adsorpční účinnost závisí na jakosti a především na koncentraci křeme-

Křemelinový filtr

Vlevo buben s propelérem a elektromotorem na rozměsí křemeliny. Vpravo vlastní filtr se svislými sítí z nerez.

liny a provozní koncentraci. Na příklad 500 g na m², působí na pivo jen zcela nepatrně ve smyslu adsorpčním, což lze prokázat analyticky. Rovněž nelze všeobecně uvádět, že v pivech filtrovaných rozsivkovým filtrem vzniká dříve bílkovinný zákal. Je třeba k tomu podotknout, že mnoho záleží na tom, v které výrobní fázi je pivo křemelinou filtrováno, neboť současně s křemelinou se do piva vnáší vzduch, což může jen v některých případech urychlit vznik bílkovinného zákalu.

Z velkých hromad není možné získat správný průměrný vzorek a výsledek analýzy takového vzorku je nutno považovat za předběžný.

Braní vzorků z dopravních zařízení

Při odběru vzorků z materiálu pohybujícího se na dopravních pásích atp. se používá k mechanickému brání pfungstadtského vzorkovače nebo automatického vzorkovače podle Wlokého. (Woch. f. Br. 1908, 696) nebo se může vzorek odebrat rukou tak, že se odebere nejméně 20 dílčích vzorků. Je třeba dbát na to, že v pohybujícím se materiálu může dojít k třídění zrn podle velikosti.

Další úprava a expedice vzorků

Odebrané dílčí vzorky se ihned důkladně promíchají v suché nádobě a z celkového vzorku se odebere vzorkovačem přiměřené množství k analýze. Pro běžnou celkovou analýzu je zapotřebí asi 500 g. Tento vzorek se musí ihned naplnit do čistého, suchého, neprodyšného obalu, na př. láhve nebo

nádoby se šroubovacím uzávěrem nebo plechovky s těsným víkem, které je zajištěno isolační tkanicí.

Obr. 1.

Krabice, sáčky, dřevěné bedničky a podobné obaly nejsou přípustné. Přesné označení vzorku se uvede na štítku na vnější straně obalu a mimo to na listku uvnitř obalu.

Ve zvlášť důležitých případech se odeberou nezávisle dvěma osobami dva oddělené vzorky, které se posuzují jako dva různé vzorky. Zbytek vzorku se uchovává po 2 měsíce ve vhodném vzduchotěsném obalu. Vyskytnou-li se proti analýze námítky, rozdělí se zbytek vzorku na dvě části:

- vzorek pro opakování analýsy,
- vzorek k odeslání departážímu analytikovi.

Braní vzorku v laboratoři

Vzorek dodaný do laboratoře se nechá před otevřením stát tak dlouho, až se jeho teplota vyrovná s teplotou místnosti. Jinak by přijímal rychle vlhkost ze vzduchu. Hrubé nečistoty (kaménky, provazy, atd.) se musí odstranit; jejich přítomnost se zaznamená. Vzorky pro každý rozbor se odebírají vzorkovačem, který je zobrazen na obr. 1. (Pokračování)