

Ing. RUDOLF GRÉE, Výzkumný ústav potravinářského průmyslu, Praha

Izolace produktů fermentace mechanickou cestou je vesměs založena na fyzikálních principech sedimentace a filtrace tuhých částic suspendovaných v kapalině. Pro přesné stanovení potřebných vztahů popisujících tyto děje, a s tím související fundované navržené strojní zařízení, je potřebná především znalost hustot tuhé fáze (buněk), vlastností médií, vlastností filtračních koláčů, tvarové součinitele buněk, jejich rozměry a řada s tím souvisejících parametrů a fyzikálních veličin.

Při rušeném usazování v poli obecného zrychlení se vychází ze známých vztahů, tj. Stokesova zákonu odporu, Newtonova zákonu [1, 2]. Nutnou podmínkou pro jejich přesnou aplikaci je, že mikrobiální suspenze je zředěna tak, aby se zamezilo vzájemné interferenci sousedních tuhých částic. Tvar jednotlivých částic je předpokládán v geometricky definovaném tvaru (koule, válec, destička) a teprve posléze je korelován podle skutečnosti různými empirickými faktory [2]. Při zvýšené koncentraci tuhé fáze se částice usazují způsobem rušeného usazování. Za podmínek rušeného usazování probíhá separace biomasy (buněk) v poli obecného zrychlení.

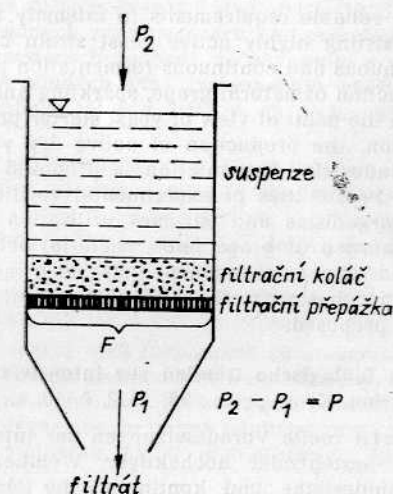
Filtrace suspenze buněk je schematicky znázorněna na obr. 1.

Hnací silou filtrace je gradient tlaku $P_2 - P_1 = P$. Filtrační koláč vytvořený zachycenými částicemi tuhé fáze vytvoří vlastní filtrační médium, jímž se získává čirý filtrát. Následkem postupného nanášení částic tuhé fáze tloušťka koláče roste, odpor koláče proti filtraci stoupá. Odpor koláče je přímo úměrný jeho tloušťce. Rychlost filtrace klesá, zůstává-li tlakový gradient konstantní. Tento způsob filtrace, tj. koláčová filtrace za konstantního tlaku, je v praxi nejobvyklejší.

Rozhodujícími parametry tohoto způsobu filtrace, které určují rychlost separace, jsou vlastnosti vzniklého filtračního koláče, tj. jeho hustota a porozita. Teorie koláčové filtrace je velmi širokým způsobem zpracována [3, 4, 5, 7]. Existují přesné kvantitativní vztahy mezi původní suspenzí, filtrátem (médiem), vlastnostmi filtračního koláče, tzn. vztahy určené jejich fyzikálními veličinami (hustota, viskozita, porozita, koncentrace aj.).

Hustota buněk biomasy

Hustota mikroorganismů je veličina, jejíž znalost je nezbytná pro dokonalé kvantitativní posouzení a navržení procesu separace. Hustota kvasinek, bakterií a plísní je veličina, která se určuje velmi obtížně. Její stano-



Obr. 1. Schéma tlakové filtrace suspenze
P — gradient tlaku, F — plocha filtru

vení je obtížné již pro charakter materiálu, který tvoří strukturu mikroorganismu. Buněčný materiál je snadno deformovatelný, váže na sebe určité množství vlhkosti a v médiu se chová jako shluk osobitě. Zpravidla se vlastnosti stanovují obtížně mikroskopicky, zkoumáním — filmováním samovolného pádu izolovaných částic v prostředí známe hustoty a pyknometrické stanovování nezbytných pomocných hodnot hustot suspenze a média.

Aiba a spolupracovníci [7] vycházejí při stanovení hustoty buněk ze vztahu:

$$\rho_t^* = \frac{\rho_s - (1 - C^*) \rho_m}{C^*} \quad (1)$$

ρ_t^* je hustota buněk (pevná fáze) suspenze ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$) podle Aiba,

ρ_s — hustota buněčné suspenze ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$),

ρ_m — hustota média ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$),

C^* — objemový podíl (zlomek) buněk v suspenzi vztahený na objemovou jednotku suspenze (1).

Hodnoty ρ_s , ρ_m stanoveny pyknometricky. Hodnota objemového zlomku C^* je určována dohodnutým postupem takto: Zvolený objem 10 cm^3 původní suspenze se odstředí ve válcovité skleněné nádobce po dobu 10 minut asi při 700 g. A pak poměr objemu sedimentu k původnímu objemu vzorku určuje hodnotu objemového zlomku C^* . Tímto způsobem lze určovat hodnotu C^* u mikroorganismů typu kvasinky, bakterie. Pro plísň a aktivovaný kal (směs různých druhů mikroorganismů) byl k definici hodnoty C^* zvolen objem usazeniny zvoleného objemu původní suspenze za delší čas (72; 24 hodin), kdy již pokles rozhraní ustal.

V tabulce 1 jsou uvedeny příklady konstant suspenzí, vypočtených hodnot hustot buněk podle různých autorů pro vybrané typy mikroorganismu a způsob zjišťování hodnoty C^* .

Rozbor problému

Během sedimentačního procesu, při odstředování nebo filtraci suspenze se vytváří koláč, který vesměs není tvořen kompaktní tuhou fází. Skládá se z tuhých částic materiálu suspenze, které jsou vrstveny v koláči v těsném vzájemném styku, ale v každém případě těsnost styku není dokonalá. Tvarová různorodost pevných částic je příčinou vzniku volného prostoru ve vytvořeném koláči. Tento jev se charakterizuje mírou porozity ε a značí poměr volného prostoru koláče k jeho celému objemu. Stav, který nastane při procesu sedimentace, je zjednodušeně znázorněn na obr. 2.

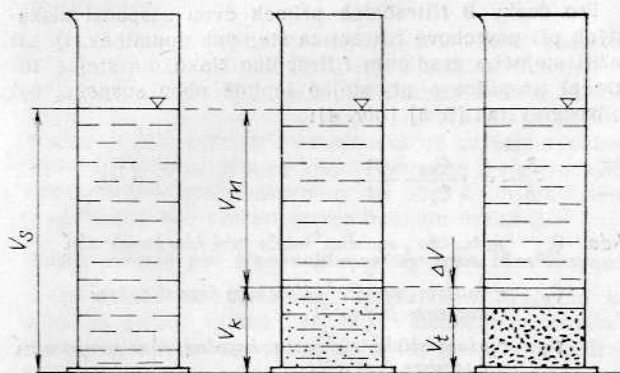
Tabulka 1. Přehled vypočtených hustot vybraných typů mikroorganismů

Mikroorganismus	Médium ρ_m ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$)	Tuhá fáze ρ_t^* ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$)	Určení C^* [1]		Jiná metoda	Autor
			odstředění	sedimentace		
Kvasinka <i>Saccharomyces cerevisiae</i>	1 000	1 090,0	10 minut 700 g	—	—	Aiba S.
Kvasinka kultura č. 13778	—	1 087,0	—	—	Vsazovací rychlost [Stokesova rovnice]	Haddad a kol.
Baktérie <i>Serratia marcescens</i>	1 000	1 030,0	15 minut 10 ⁴ g	—	—	Aiba S.
Plísň <i>Streptomyces Griseus</i>	1 002	1 003,0	—	72 minut	—	Aiba S.
Aktivovaný kal (směs mikroorganismů)	1 000	1 013,0	—	24 minut	—	Aiba S.

Pro hmotovou bilanci suspenze platí

$$\boxed{\text{hmota suspenze}} = \boxed{\text{hmota kapaln. fáze}} + \boxed{\text{hmota koláče}} + \boxed{\text{hmota kapal. fáze v koláči}}$$

$$(G_s = G_m + G_k + V_k \varepsilon \rho_m)$$



Obr. 2. Schéma sedimentace suspenze

V_s — objem suspenze, V_m — objem kapaln. fáze, V_k — objem sedimentačního koláče, V_t — objem tuhé fáze, ΔV — objem kapaln. fáze v sedimentačním koláči

Úpravou bilanční rovnice

$$\rho_k = \frac{\rho_s - [1 - (1 - \varepsilon) C_k] \cdot \rho_m}{C_k} \quad (2)$$

kde ρ_k je hustota koláče (suchého) ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$),
 ρ_s — hustota suspenze ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$),
 ρ_m — hustota média — kapaln. fáze ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$)
 ε — porozita koláče (1),
 C_k — je objemový podíl vzniklého koláče tuhé fáze na objemovou jednotku suspenze (1)

Veličina C_k nerozlišuje, zda se jedná o koláč suchý, tj. bez zachyceného podílu kapaln. fáze, či jde o koláč mokvý, tj. s póry vyplněnými kapalnou fází. Ovšem u hustot koláče nelze tuto skutečnost opomenout, a proto je nezbytné uvažovat hustotu koláče suchou a mokrou. Pro hustoty koláče platí:

$$\rho_{km} = \rho_k + \varepsilon \rho_m \quad (3)$$

kde ρ_{km} je hustota mokrého koláče ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$)

A pro skutečnou hustotu tuhé fáze:

$$\rho_t = \frac{\rho_k}{1 - \varepsilon} \quad (4)$$

Existence porozity se ve výpočtech musí uvažovat. Jen při malé porozitě (řádově zlomky procent), je výpočtově vhodné porozity zanedbat, pak vztah např. (2) lze považovat za hodnotu tuhé fáze. Velmi nízká hladina porozity byla pozorována u filtračních koláčů mikrobiálních suspenzí typu bakterie a kvasinky, různých kalů a podobně.

Jak již bylo řečeno, koláč tuhé fáze dané suspenze

lze realizovat při sedimentaci, odstředování a filtraci. Filtrační koláč se vytvoří na podložce transportem tuhých částic médii a lze tvrdit, že filtrační koláč je limitním případem koláče sedimentačního.

Pro další je třeba definovat a upřesnit některé další pojmy, které dovoluji exaktnější popis sledované suspenze. Jeví se účelné vyjadřovat podíl tuhé fáze u suspenzí hmotnostními zlomky, které jsou stejné jak pro koláč tuhé fáze, tak pro vlastní tuhou fázi. Pro představu lze určit i objemovou koncentraci C .

X_s je hmotový podíl tuhé fáze v suspenzi vztažený na hmotovou jednotku suspenze (1),

X — hmotový podíl tuhé fáze v suspenzi vztažený na hmotovou jednotku kapaln. fáze (filtrátu) (1),

C — objemový podíl tuhé fáze na objemovou jednotku suspenze (1).

Relace objemových koncentrací C , C_k vyjadřuje skutečnost, že koncentrace C značí skutečný objem tuhé fáze v koláči a je

$$C = (1 - \varepsilon) C_k \quad (5)$$

Relace mezi hmotovými koncentracemi je

$$X = \frac{X_s}{1 - X_s} \quad (6)$$

Vzájemná vazba mezi hmotovými a objemovými koncentracemi je

$$X_s = \frac{\rho_k}{\rho_s} C_k = \frac{\rho_t}{\rho_s} C \quad (7)$$

Vyjádřením vztahu (2) pomocí (5) a (4) lze obdržet exaktní výraz pro stanovení hustoty tuhé fáze

$$\rho_t = \frac{\rho_s - (1 - C) \rho_m}{C} \quad (8)$$

Diskuse Aibovy metody

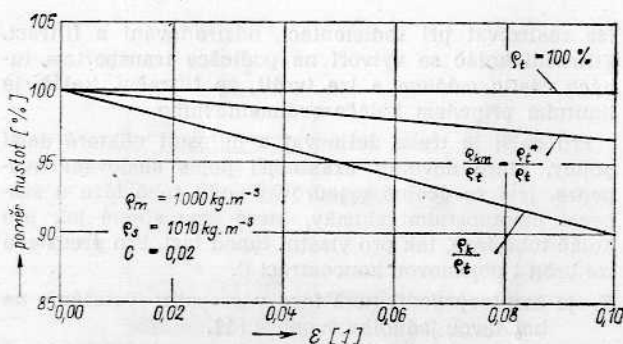
Metoda určuje objemový podíl tuhé fáze C^* ve vlastním smyslu jako hodnotu C_k (objem sedimentu). Dosažením tohoto činitele do (2) při respektování vztahu (3) dostaneme

$$\rho_k = \frac{\rho_s - (1 - C_k) \rho_m}{C_k} - \varepsilon \rho_m \quad (9)$$

$$\rho_k + \varepsilon \rho_m = \frac{\rho_s - (1 - C_k) \rho_m}{C_k} = \rho_{km}$$

kde výraz na pravé straně je shodný s výrazem (1), podle kterého je určována hustota ρ_t^* . Pravá strana však určuje pouze hodnotu hustoty mokrého koláče tuhé fáze. Aiba nahradil hustotu tuhé fáze velmi přibližnou hodnotou hustoty mokrého sedimentačního koláče se zanedbáním jeho porozity. Průběh hustoty ρ_t je v relaci s hodnotou stanovenou podle Aibovy metody ρ_t^* na obr. 3. Pro názornost je vynesena i poměrná hustota koláče (suchého) ρ_k . Vliv porozity na průběhy těchto veličin je značný. Graf byl vypracován pro jednotkovou hustotu média, zvolenou hustotu suspenze a činitele C a má pouze informativní charakter.

Pro názornost je možné určit diferenci



Obr. 3. Poměrné hustoty tuhé fáze ρ_t , mokrého koláče ρ_{km} a suchého koláče ρ_k v závislosti na porozitě ε

$$\Delta \rho = \rho_t - \rho_t^*$$

$$\Delta \rho = \rho_t - \rho_{km} \quad (10)$$

$$\text{kteřá je } \Delta \rho = \frac{\varepsilon}{1-\varepsilon} \cdot \frac{1}{C_k} (\rho_s - \rho_m)$$

V rozsáhlé experimentální práci [2, 7] se dovozuje, že metoda určování hustot tuhé fáze mikrobiálních suspenzí pomocí objemového činitele C_k dává srovnatelné výsledky získané jinými metodami (tabulka 1). Rozdíl daný vztahem (10) může skutečně být velmi malý (zanedbatelný) ve dvou případech. V prvním případě jde o velmi malou porozitu koláče, která zejména u některých typů mikroorganismů způsobuje značné problémy při filtraci v důsledku nízké propustnosti filtračního koláče. V druhém případě, je-li malý rozdíl hustoty tuhé fáze a hustoty kapalně fáze. Důsledek z toho plynoucí je ještě nižší rozdíl hustot ve vztahu (10). A tento posledně jmenovaný případ může být zárukou, že hustota mokrého koláče je velmi blízká hustotě tuhé fáze i při existující velikosti porozity.

Detailnější rozbor mechanismu výpočtu ukázal, že hlavní potíž při přesném určování hustoty padá na vrub neznalosti porozity sedimentu a malému rozdílu hustot tuhé fáze a kapalně fáze. V souladu s autorem metody lze konstatovat, že je více či méně nepřesná, ale lze oponovat jeho názoru, že je empirická. Pokud je hodnota porozity koláče skutečně malá a hustota tuhé fáze se blíží hustotě média, pak difference $\Delta \rho$ leží v toleranci chyb měření.

Metoda pro určení hustot koláčů ρ_k

Při filtraci dané suspenze za konstantního tlaku (obr. 1) se na filtrační přepážce vytvoří filtrační koláč, který je charakterizován veličinami vystupujícími ve vztahu (4). Bylo dovozeno, že filtrační koláč lze pokládat za limitní případ koláče sedimentačního. Průběh filtrace suspenze (tok narůstajícím koláčem na konstantní přepážce) lze popsat filtrační přímkou, což je závislost reciproké hodnoty filtrační rychlosti na jednotkovém množství filtrátu ve tvaru:

$$\frac{d\tau}{dq} = A \cdot q + B \quad (11)$$

kde τ je doba filtrace (s),
 q - jednotkový tok filtrátu (m),
 A - směrnice filtrační přímky ($s \cdot m^{-2}$),
 B - úsek na ose recipročných fiktivních rychlostí filtrace ($s \cdot m^{-1}$)

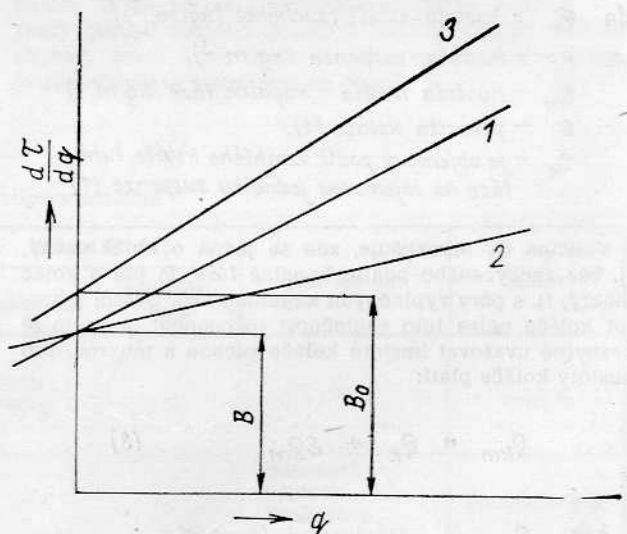
Pro úseky B filtračních přímek dvou suspenzí získaných při povrchové filtraci za stejných podmínek, tj. při užití stejného gradientu filtračního tlaku, na stejné filtrační přepážce a při stejné teplotě obou suspenzí byl odvozen vztah [5, 8] (obr. 4):

$$\frac{B_0}{B} = \frac{\rho_{k0}}{\rho_k} \cdot \frac{\nu_0}{\nu} \quad (12)$$

kde ρ_{k0} je hustota „suchého“ koláče tuhé fáze komparační suspenze ($kg \cdot m^{-3}$)
 ρ_k - hustota „suchého“ koláče tuhé fáze sledované suspenze ($kg \cdot m^{-3}$)
 ν_0 - kinematická viskozita kapalně fáze komparační suspenze ($m^2 \cdot s^{-1}$)
 ν - kinematická viskozita kapalně fáze sledované suspenze ($m^2 \cdot s^{-1}$)

Filtrační přímkou lze získat zpracováním dat filtračních testů [3, 4] např. metodou lineární regrese. Při použití komparační suspenze se stejnou kinematickou viskozitou jakou má sledovaná suspenze, se vztah (12) zjednoduší na tvar

$$\rho_k = \frac{B}{B_0} \cdot \rho_{k0} \quad (12a)$$



Obr. 4. Filtrační přímký suspenze
 1 - suspenze, 2 - ředěná suspenze, 3 - komparační suspenze

Jako komparační lze použít takovou suspenzi, u níž jsou známy fyzikální veličiny její tuhé a kapalně fáze, a to především hustota filtračního koláče. Vhodnější je použití komparační suspenze vytvořené z kapalně fáze suspenze sledované (filtrát) vmícháním zvoleného množství inaktivního pomocného filtračního prostředku (vhodná frakce křemelin, perlitů aj.). Použitelnou frakci je možné získat vytrháním prostředku v kapalněm prostře-

dí. Podmínkou je vytvoření komparační suspenze s podílem vzájemných se tuhých částic pomocného prostředku. Pak pro inaktivní tuhé částice se dají veličiny filtračního koláče (porozita, hustota, hustota koláče) stanovit běžnými fyzikálními postupy [3]. Porozitu kompaktního koláče lze určovat vytěšňováním pórů kapalinou a vážením, hustotu tuhé fáze pyknometricky nebo z rozměrů a hmotnosti koláčů.

Při filtraci obtížně filtrovatelné mikrobiální suspenze lze použít suspenze zředěné její kapalnou fází (filtrátem). Do určité míry není rozhodující stupeň zředění. Vlastnosti tuhé fáze i vlastnosti koláče zůstávají konstantní. Rozhodující je vliv zředění na zvýšení rychlosti filtrace. Filtrační přímky stejné suspenze s různým stupněm zředění jsou znázorněny na obr. 4. Přímky tvoří svazek, kdy bod svazku určuje hodnotu úseku B.

Návrh metody pro stanovení hustoty tuhé fáze suspenze

Pro určení závislosti mezi veličinami filtračního koláče lze použít vztahů (2), (4). Vyloučením porozity ε z obou a vzájemným porovnáním lze po úpravě obdržet vztah

$$\rho_t = \frac{C_k \cdot \rho_k \cdot \rho_m}{C_k \cdot \rho_k + \rho_m - \rho_s} \quad (14)$$

Využitím výrazu (9) a (4) je možné určit další modifikaci vztahu pro určení tuhé fáze

$$\rho_t = \frac{\rho_k \cdot \rho_m}{\rho_k + \rho_m - \rho_{km}} \quad (15)$$

Není bez zajímavosti připomenout možnost určit porozitu filtračního koláče výrazem

$$\varepsilon = \frac{\rho_{km} - \rho_k}{\rho_m} \quad (16)$$

Pro navrhovaný postup je vhodnější výraz (14).

Postup:

1. Sledovaná suspenze, nebo její zředěná verze, se přefiltruje za stejných filtračních podmínek (gradient filtračního tlaku, filtrační přepážka). Vyhodnocením filtrační přímky se získá konstanta B.

2. Stanoví se hodnota objemového podílu C_k jako poměr objemu filtračního koláče a filtrovaného objemu suspenze.

3. Pyknometricky se stanoví hustota kapalně fáze ρ_m a ρ_s suspenze (popřípadě její zředěné verze).

4. Za stejných podmínek se provede filtrace komparační suspenze. Vyhodnocením filtrační přímky se získá konstanta B_0 . V případě komparační suspenze s rozdílnou kinematickou viskozitou nutno tuto určit, rovněž tak pro kapalnou fázi sledované suspenze.

5. Dosazením příslušných hodnot do (12), resp. (12a) a (14) se určí hustota tuhé fáze.

Postup sub 1. až 4. lze několikrát opakovat a do vztahu (14) dosazovat průměrné hodnoty. Je vhodné vypracovat standardní filtrační přímku komparační suspenze. Zrychlení filtračních testů suspenze je zdůvodněno použitím její zředěné verze.

Literatura

- [1] PERRY, J. H.: Chemical Engineers' Mc Graw-Hill, N. York 1963
- [2] AIBA, S.: Density of yeast cell and viscosity of its suspension. J. Gen. Appl. Microbiol., 8, 1962, s. 99—103

- [3] DOHNAL, J.: Základní pochody chemické a potravinářské výroby, ČVUT, Praha 1966
- [4] KASATKIN, A. G.: Základní pochody a zařízení chemické technologie, SNTL, Praha 1957
- [5] GRÉE, R.: Pravidlo simplexu korespondujících veličin povrchové filtrace (PO 21-82)
- [6] ŠTĚRBÁČEK, Z.: Chemicko-inženýrské výpočty na základě teorie korespondujících stavů SNTL, Praha 1981
- [7] AIBA, S.: Bioinženýrství, Academia Praha 1972
- [8] CHLÁDEK, L., GRÉE, R.: Intenzifikace separačních pochodů v potravinářském průmyslu, VÚPP Praha 1981
- [9] EGGERMAYER, F.: Grafická korelační analýza, SNTL, Praha 1968
- [10] JAKOVLEV, K. P.: Matematické zpracování výsledků, SNTL Praha 1958
- [11] HADDAD, S. A.: A method for determining the weight of individual yeast cell, Appl. Microbiol., 1, 1953, s. 153
- [12] RUTH, B. F.: Studies in filtration I, Ing. Eng. Chem., 25, 1933, s. 76—153

Grée, R.: Hustota tuhé fáze mikrobiálních suspenzí. Kvas. prům., 28, 1982, č. 10, s. 229—233.

Určování hustot tuhých fází mikrobiálních suspenzí je nepříznivě ovlivněno nízkou porozitou jejich koláčů a poměrně malým rozdílem hustot kapalně a tuhé fáze. Navržená metoda vychází z poznatku o závislosti absolutních členů filtračních přímek sledované a komparační suspenze na hustotách jejich filtračních koláčů. Na základě hustoty filtračního koláče, jeho objemového podílu a pyknometricky stanovených hustot kapalně fáze a suspenze lze určit hustotu tuhé fáze suspenze.

Грез, Р.: Плотность твердой фазы микробных суспензий. Квас. прум., 28, 1982, № 10, стр. 229—233.

На определение плотности твердой фазы микробных суспензий оказывает неблагоприятное влияние низкая пористость их лепешки и относительно малая разность плотностей жидкой и твердой фаз. Предложенный метод исходит из сведения о зависимости абсолютных членов фильтрационных прямых исследуемой и сравнительной взвесей от плотности их лепешек фильтрования. На основе плотности лепешки фильтрования, ее объемной доли и пикнометрически установленной плотности жидкой фазы и суспензии можно определить плотность твердой фазы всесви.

Grée, R.: Solid Phase Density of Microbial Suspensions. Kvas. prům., 28, 1982, No. 10, p. 229—233.

The estimation of density of solid phase in microbial suspensions is unfavourably affected by a low porosity of their filter cake and due to a relatively low difference of densities between liquid and solid phases. The method described is based on a fact that absolute terms of filtration straight lines of the suspension investigated and that to be compared are dependent on densities of their filter cakes. Using the density of filter cake, its volume, the density of a liquid phase and of a suspension, the density of solid phase presented in the suspension can be evaluated.

Grée, R.: Die Dichte der festen Phase mikrobieller Suspensionen. Kvas. prům., 28, 1982, Nr. 10, S. 229—233.

Die Bestimmung der Dichte der festen Phasen bei mikrobiellen Suspensionen wird negativ beeinflusst durch die niedrige Porosität der Filterkuchen und den relativ geringen Unterschied der Dichten, der flüssigen und festen Phasen. Die vorgeschlagene Methode besteht auf den Erkenntnissen über die Abhängigkeit der absoluten Glieder der Filtrationskurven der verfolgten und der Komparationssuspension von den Dichten ihrer Filterkuchen. Die Dichte der festen Suspensionsphase kann ermittelt werden aufgrund der Dichte des Filterkuchens, seines Volumenanteils und der pyknometrisch bestimmten Dichten der flüssigen Phase und Suspension.