Stanovení specifického filtračního odporu křemelin

663.4 663.461

II. Porovnání s hodnotami filtrační průtočnosti

Ing. JAN VOBORSKÝ, Výzkumný ústav pivovarský a sladařský, Praha

Klíčová slova: *pivo, filtrace, křemelina, specifický filtrační odpor, filtrační průtočnost*

1. Úvod

Pro přejímku křemelin vyrobených podnikem Calofrig Borovany platí podniková norma [1] vymezující kvalitu jednotlivých druhů křemelin několika fyzikálními a chemickými parametry. Jedním z nejdůležitějších kritérií určujících křemeliny a zároveň podléhajících při výrobě určité variabilitě je filtrační průtočnost. Postup a podmínky stanovení jsou rovněž vymezeny schválenou podnikovou normou [2].

Navržená metoda stanovení specifického filtračního odporu (SFO) sypkých filtračních hmot, popsaná v předchozím sdělení, vychází ze stejného, resp. rozšířeného měření jako stanovení filtrační průtočnosti. Hlavní rozdíl spočívá v metodice výpočtu SFO, v níž jsou zahrnuty podmínky stanovení. Tím je teoreticky SFO nezávislý na podmínkách metody a jeho číselnou hodnotu lze použít popřípadě k dalším výpočtům filtračního procesu. Stejný princip stanovení obou metod (v našem případě i stejné podmínky) dává předpoklad k určení jednoduchého vztahu mezi číselnými hodnotami SFO a filtrační průtočností.

2. Obecný vztah mezi specifickým filtračním odporem a filtrační průtočností

Vztah mezi SFO a filtrační průtočností se může odvodit opět z Ruthovy filtrační rovnice

$$\frac{dV}{d\tau\, S_f} = q = \frac{\Delta p}{\eta R} \tag{1}$$

kde $\frac{dV}{d\tau\, S_f}$ je okamžitá průtoková rychlost q vyjádřená objemem filtrátu dV, který proteče filtrační plochou S_f za dobu dτ,

Δp je tlakový rozdíl před a za filtrační přepážkou,

R celkový filtrační odpor,

η viskozita kapaliny.

Z této rovnice plyne, že průtoková rychlost q je v obráceném poměru k filtračnímu odporu

$$q = k_1 \frac{1}{R} \tag{2}$$

Analogicky musí platit obdobný vztah mezi filtrační průtočností P a specifickým filtračním odporem α_f

$$P = k_2 \frac{1}{\alpha_f} \tag{3}$$

Z definice SFO odvozené v předchozím sdělení vyplývá, že toto kritérium se vztahuje k výšce filtrační vrstvy, která se ve výpočtové rovnici nahrazuje objemem za mokra V_M

$$\alpha_f = 0{,}06098 \frac{a}{V_M} 10^{11}\ \mathrm{m}^{-2} \tag{4}$$

S objemem za mokra V_M se při stanovení P nepočítá, a proto je nutno rovněž u α_f objem za mokra eliminovat vynásobením ($\alpha_f \cdot V_M$). Pak lze vyjádřit vztah $P \rightarrow \alpha_f$ rovnicí přímky

$$P = k_3 + k_4 \frac{1}{\alpha_f V_M} \tag{5}$$

kde koeficient $k_3 \neq 0$, jestliže přímka neprochází počátkem,
koeficient k_4 je směrnicí přímky,
$(\alpha_f V_M)^{-1}$ představuje nezávisle proměnnou x,
P představuje závisle proměnnou y.

3. Regresní lineární závislost

Ve sloupcích 3 a 4 *tab. 1* jsou uvedeny naměřené hodnoty nezávisle proměnné x odpovídající výrazu $(\alpha_f V_M)^{-1}$ a závisle proměnné y odpovídající průtočnosti P. Z těchto hodnot se vypočítaly koeficienty k_3 a k_4 pro lineární závislost (5), korelační koeficient r a rozptyl r^2. Tyto hodnoty jsou uvedeny v *tabulce 2* jak pro jednotlivé rozsahy odpovídající hrubým, středním a jemným křemelinám, tak i pro celý rozsah měřených dvojic.

Velmi těsná závislost obou proměnných je dokumentována korelačními koeficienty blížícími se hodnotě 1,00. Poměrně malé rozdíly v koeficientech k_4 pro jednotlivé rozsahy opravňují vypočítat lineární závislost pro celý rozsah měření. Výsledné koeficienty pro celý rozsah α_f ($5 \cdot 10^{11}$—$400 \cdot 10^{11}$) jsou uvedeny v posledním sloupci *tabulky 2*. Korelační koeficient vypočtený pro 75 dvojic vychází příznivější než pro jednotlivé rozsahy (25 dvojic). Výsledná lineární závislost je vyjádřena regresní rovnicí:

$$P = 0{,}306 + 17225 \frac{1}{\alpha_f V_M 10^{11}} \tag{6}$$

4. Zjednodušení regresní závislosti

Koeficient k_3 v rovnici (6) má hodnotu 0,306, tzn., že přímka neprochází počátkem. Koeficient k_3 je ovšem vypočten podle experimentálních dat s omezenou přesností. Je účelné zjistit, zda interval spolehlivosti tohoto koeficientu zahrnuje nulu. Pak by bylo možno s ohledem na přesnost metody položit $k_3 = 0$ a přepočet (6) zjednodušit.

Výpočet intervalu spolehlivosti zdůvodňuje podrobně *Eckschlager et al.* [3, s. 87]. Podle těchto autorů jsou aplikovány i další matematicko-statistické vztahy.

Interval spolehlivosti $L(k_3)$ koeficientu k_3 se počítá z odhadu směrodatné odchylky a s využitím kritických hodnot Studentova rozdělení

$$L(k_3) = k_3 \pm S(k_3)\, t_\alpha \tag{7}$$

kde $S(k_3)$ je odhad směrodatné odchylky koeficientu k_3,
t_α kritická hodnota Studentova rozdělení; pro $\alpha = 0{,}05$ a stupeň volnosti $\nu = n - 2 = 73$ je z tabulek [3, s. 34], $t_\alpha = 1{,}99$; n je počet stanovení.

Odhad směrodatné odchylky $S(k_3)$ se počítá ze vztahu

$$S(k_3) = S_{yx} \sqrt{\frac{\Sigma x^2}{n\, \Sigma x^2 - (\Sigma x)^2}} \tag{8}$$

kde S_{yx} je směrodatná odchylka charakterizující rozptýlení bodů kolem regresní přímky (6), tzv. zbytkový rozptyl (S_{yx}^2),
x jsou hodnoty $(\alpha_f V_M)^{-1}$ ze sloupců 4 *tab. 1.*

Zbytkový rozptyl lze počítat jednak z naměřených hodnot y a hodnot Y vypočtených z regresní rovnice (6) nebo pohodlněji podle následujícího vztahu [4, 5]:

$$S_{yx} = \sqrt{\frac{\Sigma (y_i - Y_i)^2}{n-2}} = \sqrt{\frac{\Sigma y^2 - k_3 \Sigma y - k_4 \Sigma xy}{n-2}} \tag{9}$$

Výrazy (8) a (9) byly vypočteny na programovatelném kalkulátoru HP 97 S. Číselné hodnoty jednotlivých členů z výrazů (8) a (9) (pro přehlednost se nepočítá s řádovými koeficienty pro x, uvedenými v záhlaví sloupce 4 *tab. 1*) a výsledné hodnoty:

$\Sigma y = 21174$, $\Sigma y^2 = 11354518$, $\Sigma xy = 658467$
$\Sigma x^2 = 38205$, $(\Sigma x)^2 = 1502708$
$k_3 = 0{,}3062$, $k_4 = 17{,}225$
$S_{yx} = 9{,}023$, $S(k_3) = 1{,}511$

Interval spolehlivosti koeficientu k_3 je pak

$$L(k_3) = 0{,}306 \pm 1{,}511 \cdot 1{,}99 = 0{,}412 \pm 3{,}007$$

Jak je zřejmé, může se koeficient k_3 pohybovat v mezích (—2,7) až (+3,3) a hodnota 0,306 leží v intervalu spolehlivosti stejně jako hodnota nula. Je tedy zcela oprávněné počítat P podle zjednodušeného vztahu

$$P = c\, (\alpha_f V_M)^{-1} \tag{10}$$

Nejpravděpodobnější hodnota koeficientu c je pak

$$c = \Sigma xy / \Sigma x^2 = 17{,}235$$

Výsledná rovnice po doplnění řádů má konečný tvar

$$P = 17235 \frac{1}{\alpha_f V_M 10^{11}}\ [\mathrm{l\,min^{-1}\,m^{-2}}] \tag{11}$$

5. Porovnání naměřených a vypočtených hodnot

Obdobně jako v předchozím odstavci, vypočítá se interval spolehlivosti koeficientu c. Odhad směrodatné odchylky, charakterizující rozptýlení výsledků kolem regresní přímky procházející počátkem, je

$$S'_{yx} = \sqrt{\frac{\Sigma (y_i - Y_i')^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{\Sigma y^2 - c\, \Sigma xy}{n-1}} = 8{,}88 \tag{12}$$

Odhad směrodatné odchylky koeficientu c

$$S_c = S'_{yx} \sqrt{\frac{n}{n\, \Sigma x^2 - (\Sigma x)^2}} = 0{,}0659$$

Interval spolehlivosti koeficientu c je analogický s výrazem (7)

$$L(c) = c \pm S_c\, t_\alpha = 17{,}235 \pm 0{,}131$$

Tabulka 1. Filtrační průtočnost P a specifický filtrační odpor α_f — relativní variační rozpětí (R_{rel}) měřených hodnot a hodnot vypočtených z regresní rovnice

Číslo vzorku	HRUBÁ KŘEMELINA						STŘEDNÍ KŘEMELINA						JEMNÁ KŘEMELINA							
	α_f 10^{11} m^{-2}	V_M l . kg^{-1}	$(\alpha_f V_M)^{-1}$ 10^{-11} 10^{-3} (x) m^2 kg l^{-1}	P měřené (y) l . min^{-1} . m^{-2}	P vypočtené (Y_{75}) l . min^{-1} . m^{-2}	R_{rel} %	α_f 10^{11} m^{-2}	V_M l kg^{-1}	$(\alpha_f V_M)^{-1}$ 10^{-11} 10^{-3} (x) m^2 kg l^{-1}	P měřené (y) l . min^{-1} . m^{-2}	P vypočtené (Y_{75}) l . min^{-1} . m^{-2}	R_{rel} %	α_f 10^{11} m^{-2}	V_M l kg^{-1}	$(\alpha_f V_M)^{-1}$ 10^{-11} 10^{-3} (x) m^2 kg l^{-1}	P měřené (y) l . min^{-1} . m^{-2}	P vypočtené (Y_{75}) l . min^{-1} . m^{-2}	P R_{rel} %	vypočtené (Y_{75})	R_{rel} %
1	2	3	4	5	6	7	2	3	4	5	6	7	2	3	4	5	6	7	8	9
1	11,0	2,32	39,2	689	676	1,94	43,3	2,88	8,02	138	138	0,16	142	3,80	1,85	29,9	31,9	6,64	31,0	3,81
2	10,8	2,32	39,9	689	688	0,19	35,8	2,76	10,1	172	174	1,21	157	3,80	1,68	26,8	29,0	8,04	28,2	5,18
3	14,8	2,36	28,6	501	493	1,61	33,9	2,72	10,8	190	186	2,03	268	2,60	1,43	23,7	24,6	3,99	24,0	1,23
4	10,9	2,20	41,7	744	719	3,40	35,3	2,60	10,9	189	188	0,60	173	3,80	1,52	24,1	26,2	8,70	25,5	5,82
5	9,3	3,08	34,9	597	602	0,75	52,8	2,24	8,56	147	147	0,36	164	4,12	1,45	24,3	25,0	2,84	24,3	0,12
6	10,8	2,44	37,9	630	653	3,68	37,6	2,92	9,11	157	157	0,01	53,3	3,93	4,77	78,5	82,2	4,73	80,0	1,95
7	8,1	3,64	33,9	568	584	2,86	41,4	2,96	8,16	141	141	0,26	181	3,60	1,53	26,0	26,4	1,42	25,7	1,27
8	12,2	2,16	37,9	672	653	2,80	51,1	2,52	7,77	137	134	2,25	299	2,40	1,39	23,9	24,0	0,24	23,3	2,42
9	11,0	2,28	39,9	667	688	3,10	38,3	2,88	9,74	169	168	0,67	172	3,88	1,50	23,9	26,9	8,17	25,2	5,30
10	11,6	2,30	37,5	630	646	2,59	23,8	3,16	13,3	231	229	0,77	177	3,76	1,50	25,3	26,9	2,18	25,2	0,53
11	12,1	2,28	36,2	625	624	0,17	43,9	2,68	8,50	146	147	0,34	150	4,04	1,65	26,9	28,4	5,72	27,7	2,91
12	9,6	2,56	40,7	707	702	0,78	48,9	2,42	8,45	150	146	2,91	171	4,00	1,46	23,1	25,2	8,93	24,5	6,04
13	10,2	2,52	38,9	650	670	3,14	19,4	2,88	9,23	326	331	1,51	324	2,68	1,15	19,5	19,8	1,64	19,3	1,05
14	6,2	3,80	42,4	720	731	1,50	43,5	2,48	9,27	159	160	0,48	185	3,80	1,42	23,5	24,5	4,14	23,8	1,38
15	6,0	3,80	43,9	747	757	1,29	21,2	3,28	14,4	249	248	0,33	201	3,76	1,32	22,3	22,8	2,02	22,1	0,69
16	7,3	3,72	36,8	625	634	1,48	42,2	2,40	9,87	173	170	1,67	205	3,76	1,30	22,8	22,4	1,73	21,8	4,34
17	10,8	2,36	39,2	688	676	1,80	45,0	2,50	8,89	160	153	4,24	225	3,46	1,18	21,1	20,3	3,61	19,8	6,17
18	6,9	3,72	39,0	671	672	0,17	39,5	2,46	10,3	181	178	1,92	103	3,00	3,24	57,6	55,8	3,05	54,4	5,62
19	8,2	3,56	34,3	576	591	2,63	44,2	2,58	8,77	154	151	1,85	192	2,68	1,94	33,8	33,4	1,08	32,5	3,70
20	10,3	2,50	38,8	686	669	2,52	47,8	2,52	8,30	145	143	1,34	332	2,58	1,17	21,1	20,2	4,43	19,6	6,97
21	12,0	2,28	36,5	659	629	4,54	51,1	2,58	7,58	132	131	1,03	169	4,10	1,44	23,2	24,8	6,98	24,2	4,14
22	13,4	2,36	31,6	549	545	0,80	43,8	2,68	8,52	146	147	0,58	162	4,32	1,43	24,5	24,6	0,60	24,0	2,07
23	7,2	3,34	41,6	729	717	1,65	53,3	2,30	8,16	142	141	0,96	155	4,30	1,50	26,1	25,9	0,95	25,2	3,57
24	12,4	2,42	33,3	556	574	3,22	35,0	2,74	10,4	185	179	3,11	146	3,84	1,78	29,6	30,7	3,64	29,9	0,89
25	11,8	2,56	33,4	580	576	0,75	39,0	2,74	9,36	161	162	0,63	181	4,00	1,38	23,5	23,8	1,21	23,2	1,47
Ø						1,97	Ø					1,25	Ø					3,87		3,15

a po doplnění řádů

$$L(c) = 17235 \pm 131 \qquad (14)$$

Pro porovnání vypočítáme ještě interval spolehlivosti koeficientu k_4 z původní rovnice (5), resp. (6)

$$S(k_4) = S_{yx} \sqrt{\frac{n}{n \Sigma x^2 - (\Sigma x)^2}} = 0{,}0669$$

kde $S_{yx} = 9{,}023$.

$$L(k_4) = 17225 \pm 133 \qquad (15)$$

Jak je zřejmé z rovnice (14 a 15), interval spolehlivosti obou koeficientů se liší jen nepatrně, což plně zdůvodňuje rovnici (11). Interval spolehlivosti koeficientu c se podle rovnice (14) pohybuje v mezích 17104 až 17366, tj. 17235 $\pm$ 0,76 %. Vypočítají-li se hodnoty P z rovnice (11), může se skutečná hodnota lišit od hodnoty vypočtené o $\pm$0,76 %. Úzký interval spolehlivosti vyplývá z toho, že regresní závislost se určila z velkého počtu vzorků, takže náhodné chyby jsou výpočtem eliminovány.

Tabulka 2. Koeficienty regresní lineární závislosti (5), korelační koeficient r a rozptyl r^2

Koeficient	Rozsah hodnot α_f [10^{11} m^{-2}], typ křemeliny			
	5—15	15—60	50—400	5—400
k_3	—12,44	5,03	0,14	0,306
k_4	17554	16897	16707	17225
r	0,9726	0,9982	0,9959	0,9995
r^2	0,9460	0,9964	0,9918	0,9990
c	17226	17374	16778	17235

V *tabulce 1* jsou porovnány naměřené a vypočtené hodnoty podle rovnice (11). Rozdíly vyjádřené v % vypočtené hodnoty ($|R_{rel}|$) uvedené ve sloupci 7 dosahují maximálně 4,5 % u hrubých a středních křemelin a u jemných křemelin 9 %. Nejnižší průměrná odchylka od naměřených hodnot byla zjištěna u středních křemelin. Vyšší rozdíl u jemných křemelin lze snížit, počítají-li se hodnoty z regresní závislosti určené jen pro jemnou křemelinu (c = 16778). Rozdíly mezi takto vypočítanými hodnotami (sloupec 8 *tab. 1*) a naměřenými hodnotami se sice poněkud sníží (sloupec 9), avšak toto zpřesnění není významné. Je tedy oprávněné použít vztah (11) pro celý rozsah měření.

6. Stanovení filtrační průtočnosti P aplikací metody SFO

Stanovení SFO, jak bylo uvedeno dříve, není závislé na podmínkách metody a hodnoty α_f se počítají ze 3 měřených bodů a čtvrtého pevného bodu. Tyto hodnoty lze také využít k přesnějšímu stanovení filtrační průtočnosti. Proti dosavadnímu postupu to znamená rozšířit měření při témže stanovení pouze o další dvě hodnoty. Pokud jde jen o určení P, není nutno stanovovat objem za mokra. Nejprve se vypočítá stejným postupem jako při výpočtu SFO směrnice a (předchozí sdělení I) a z ní hodnota α_f'

$$\alpha_f' = 0{,}06098\, a$$

Pro výpočet P se pak využije regresní závislosti plynoucí z rovnice (11)

$$P = \frac{17235}{\alpha_f'} \quad [\mathrm{l\,min^{-1}\,m^{-2}}]$$

Pro jemné křemeliny tj. pro $\alpha_f' > 200$ lze počítat P podle poněkud přesnějšího vztahu

$$P = \frac{16778}{\alpha_f'} \quad [\mathrm{l\,min^{-1}\,m^{-2}}]$$

Výpočet P podle regresní závislosti z hodnot α_f' je přesnější, než přímé stanovení, neboť regrese vyrovnává náhodné chyby.

Z rovnice (11) lze vypočítat také opačnou závislost, tj. vypočítat α_f, je-li známa průtočnost P. Vzniká sice určitá chyba, avšak vzhledem k vysoké korelaci obou proměnných je zanedbatelná. K výpočtu α_f je ovšem nutno stanovit objem za mokra V_M.

$$\alpha_f = \frac{17235}{P\, V_M} \quad [10^{11}\,\mathrm{m^{-2}}]$$

Literatura

[1] Křemelinové a perlitové filtrační hmoty. Podniková norma PNK 727119, Calofrig Borovany 1981.
[2] Stanovení filtrační průtočnosti křemelinových a perlitových filtračních hmot. Podniková norma PNK 727024, Calofrig Borovany 1981.
[3] ECKSCHLAGER, K., HORSÁK, I., KODEJŠ, Z.: Vyhodnocování analytických výsledků a metod. SNTL, Praha 1980.
[4] PECHOČ, V.: Vyhodnocování měření a početní metody v chemickém inženýrství. SNTL, Praha 1981.
[5] ANDĚL, J.: Matematická statistika. SNTL, Praha 1978.

Voborský, J.: Stanovení specifického filtračního odporu křemelin. II. Porovnání s hodnotami filtrační průtočnosti. Kvas. prům. **32**, 1986, č. 6, s. 124—128.

Hodnoty specifického filtračního odporu α_f jsou porovnány s hodnotami filtrační průtočnosti P, které dosud platí pro přejímku křemelin. Podle výsledků analýz 75 vzorků křemelin se vypočítala regresní lineární závislost obou veličin, která po zdůvodněném zjednodušení má tvar $P = 17\,235\,[(\alpha_f V_M)^{-1}\,10^{11}]\ \mathrm{l\,min^{-1}\,m^{-2}}$, kde V_M je objem za mokra. Skutečné hodnoty se mohou lišit od vypočtených o $\pm$0,76 % (95% pravděpodobnost). Aplikací metody specifického filtračního odporu lze přesněji určit filtrační průtočnost, aniž by se podstatně zvýšila pracnost metody.

Воборски, Я.: Определение удельного сопротивления фильтрации инфузорных земель II. Сопоставление с величинами пропускной способности фильтра. Квас. прум. 32, 1986, № 6, стр. 124—128.

Величины удельного сопротивления филтрации α_f сопоставляются с величинами пропускной способности, которые до сих пор имеют силу при приемке инфузорных земель. По результатам анализов 75 образцов инфузорных земель была расчитана обратная линейная зависимость оебих величин, которая после обоснованного упрощения имеет форму $P = 17\,235\ [\alpha_f V_M)^{-1} . 10^{11}]$ l мин.$^{-1}$. м$^{-2}$, где V_M — это объем при мокром состоянии. Действительные величины могут отличается от расчитанных на $\pm$ 0,76 % (95 %-ная вероятность). Применением метода удельного сопротивления фильтрации можно более точно определить пропускную споцобность фильтра без того, чтобы существенно повысить трудоемкость метода.

Voborský, J.: Determination of Specific Filtration Resistence of Kieselguhr II. Comparison with the Filtrate Rate Values. Kvas. prům. **32**, 1986, No. 6, pp. 124—128.

Values of the specific filtration resistence α_f are compared with those of filtrate rate P that are still valid for a description of the kieselguhr quality. On a base of analyses of 75 kieselguhr samples the linear plot between both the parameters was obtained in the following form $P = 17\,235\,[(\alpha_f V_M)^{-1} . 10^{11}]\ \mathrm{l . min^{-1} . m^{-2}}$, where V_M is the moist volume.

The actual values can differ from the calculated ones by $\pm$ 0.76 % (95 % probability). The method of specific filtration resistance parmits to determine the filtrate rate more accurately without further complications.

Voborský, J.: Bestimmung des spezifischen Filtrationswiderstandes der Kieselguren. II. Vergleich mit den Werten der Filtrations-Durchflußstärke. Kvas. prům. **32**, 1986, Nr. 6 s. 124—128.

Die Werte des spezifischen Filtrationswiderstandes α_f werden mit den Werten der Filtrationsdurchflußstärke P, die bisher bei der Übernahme der Kieselguren angewandt werden, verglichen. Nach der Ergebnissen der Analysen von 75 Gurenproben wurde die lineare Regressionsabhängigkeit der beiden Grössen errechnet, die nach begründeter Vereinfachung die folgende Form aufweist:

$P = 17\,235\ [(\alpha_f V_M)^{-1} 10^{11}]\ l\ min^{-1}\ m^{-2}$; wo V_M dem Volumen in nassem Zustand entspricht. Die tatsächlichen Werte können von den errechneten um ± 0,76 % differieren (95 % Wahrscheinlichkeit). Durch die Applikation der Methode des spezifischen Filtrations-Widerstandes kann die Filtrationsdurchflußstärke mit grösserer Präzision bestimmt werden, und zwar ohne wesentliche Erhöhung des Arbeitsaufwandes der Methode.