

Ing. JAN ŠAVEL, CSc., Ing. MARIE PROKOPOVÁ, Pivovary Č. Budějovice, s. p.

Klíčová slova: *filtrace, křemelina, průtočnost, filtrační rovnice*

1. ÚVOD

Měření průtočnosti křemelin patří k důležitým rozborům v pivovarské laboratoři, neboť kvalita filtrace závisí na použití vhodně volené křemelino-vé směsi. Pro první orientační posouzení vlastností křemelin se volí měření filtrační rychlosti, nebo průtočnosti za konstantního tlaku při průtoku destilované vody vrstvou křemeliny v laboratorním filtru. Přes všeobecně uznávanou platnost filtrační rovnice je důležité stanovit vlivy, které ovlivňují výsledky měření průtočnosti a nalézt vzájemné souvislosti při měření různými metodami.

Teoretické základy měření filtrační rychlosti, filtračního odporu, průtočnosti a prostupnosti filtračních materiálů jsme zveřejnili v předchozím sdělení, na které odkazujeme pro podrobnější výklad vzorců, používaných pro výpočty v tomto článku [1].

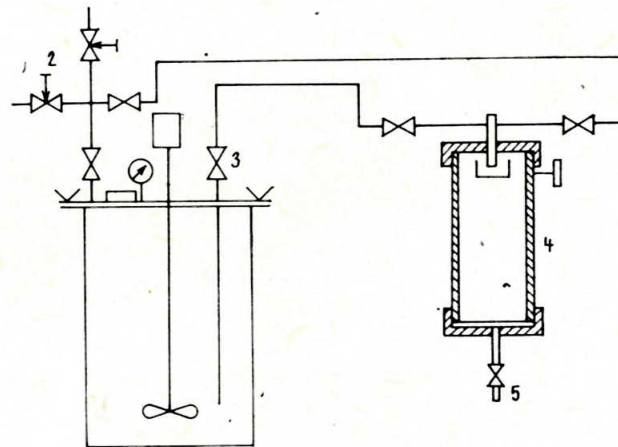
V ČSFR dosud chyběl univerzální přístroj pro měření vlastností filtračních materiálů i filtrovatelnosti piva. V současné době vyrábí Vývojové a prototypové středisko, Pivovary Č. Budějovice, pro tyto účely malý filtrační přístroj.

2. MALÝ LABORATORNÍ FILTR

Schematický výkres malého laboratorního filtru uvádí obr. 1. Nerezovou zásobní nádobu s míchadlem (objem 2,5 l) spojuje polyethylenová hadice s filtrační nádobkou s manometrem. K dispozici jsou filtrační nádobky na 50 a 200 ml.

Do nádobek se mohou vkládat různé filtrační podložky, včetně membránových filtrů pro tlakovou

mikrobiologickou filtraci. Na filtrační podložky se naplavuje křemelina, nebo se měří vlastní odpor podložek, což je výhodné pro měření prostupnosti



Obr. 1. Malý laboratorní filtr. 1 — zásobní nádoba, 2 — přívod vzduchu, 3 — výstupní ventil, 4 — filtrační nádobka s manometrem, 5 — výstup tekutiny.

filtračních vložek. Konstantní tlak zaručuje citlivý redukční ventil na vstupu zásobní nádoby. Při měření průtočnosti křemelin se křemelina může jednorázově naplavovat přímo z filtrační nádobky, nebo průběžně naplavovat ze zásobní nádoby.

Přístroj se používá pro měření vlastností filtračních materiálů včetně filtračních vložek, mikrobiologické účinnosti filtrace a pro preparační účely k přípravě většího množství čirých substrátů, např. živných půd.

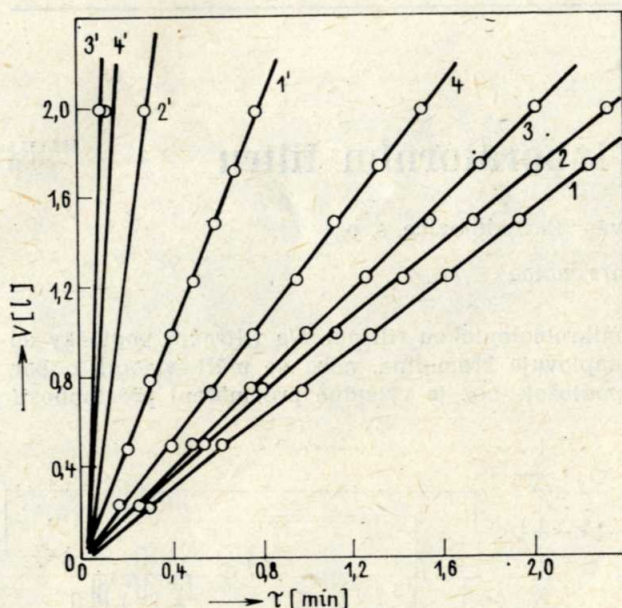
3. VÝSLEDKY A DISKUSE

3.1 Filtrace s konstantní vrstvou křemeliny

3.1.1 Vliv filtrační podložky

Do malé filtrační nádoby laboratorního filtru se nalila suspenze 1,26 g křemeliny rozmíchané v 50 ml vody, 22 °C teplé a po nastavení přetlaku 50 kPa a odtěžení 50 ml filtrátu se měřila závislost objemu filtrátu na čase při filtraci 2 l destilované vody. Jako filtrační podložky sloužily celulosová naplavovací vložka pro křemelinovou filtraci, laboratorní filtrační papír, jemné kovové sítko (průměr pórů < 100 μm) a textilní tkanina (látko laboratorního pláště). Odtok kapaliny obvodem filtrační podložky byl zanedbatelný.

Za stejných podmínek se měřil průtok vody filtrační podložkou bez křemeliny. Výsledky uvádějí obr. 2, 3. Z filtračních podložek mělo největší prů-



Obr. 2. Závislost objemu filtrátu V na čase τ při filtraci křemelinou Hyflo Super Cel a tlaku 50 kPa s různými filtračními podložkami. 1 — naplavovací vložka, 2 — filtrační papír, 3 — kovové sítko, 4 — textilní tkanina. 1' až 4' — filtrace přes podložky bez křemeliny.

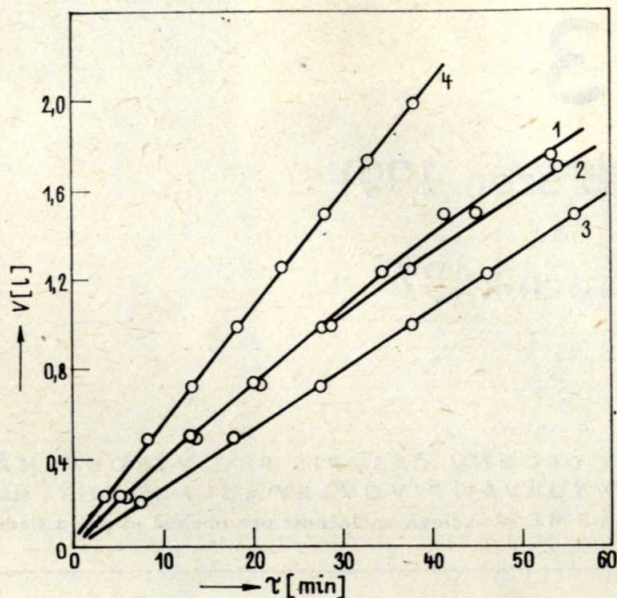
točnost kovové sítko, nejmenší průtočnost měla naplavovací vložka pro křemelinovou filtraci.

Při filtraci křemelinou Hyflo Super Cel i Filter Cel poskytlo pouze kovové sítko a textilní tkanina přímkovou závislost objemu filtrátu na čase, u ostatních podložek se projevila pokles průtočnosti v průběhu filtrace. Nejnížší celkový filtrační odpor měla křemelina, naplavená na látkovou tkaninu.

Při filtraci křemelinou Hyflo Super Cel byl celkový odpor podložky a křemeliny v relaci s odporem podložky s výjimkou kovového sítka, u jemné křemeliny již tato závislost neplatila. Za předpokladu platnosti vztahu pro sčítání odporů podložky a vrstvy křemeliny lze vypočítat průtočnost křemelinové vrstvy podle [1].

$$1/v_v = 1/v_c - 1/v_0 \quad (1)$$

kde v_v je průtočnost křemelinové vrstvy, v_c je cel-



Obr. 3. Závislost objemu filtrátu V na čase τ při filtraci křemelinou Filter Cel s různými filtračními podložkami a tlaku 50 kPa. 1 — naplavovací vložka, 2 — filtrační papír, 3 — kovové sítko, 4 — textilní tkanina.

ková filtrační rychlost podložkou a křemelinou, v_0 je filtrační rychlost podložkou (tab. 1, 2).

Tab. 1. Průtočnost křemeliny Hyflo Super Cel s různými podložkami

Druh podložky	Průtočnost ($l \cdot min^{-1} \cdot m^{-2}$)		
	podložka + křemelina	podložka	křemelina (výpočet)
naplavovací vložka	612	1 989	884
filtrační papír	682	5 305	782
kovové sítko	770	15 000	812
textilní tkanina	1 085	15 000	1 170

Tab. 2. Průtočnost křemeliny Filter Cel s různými podložkami

Druh podložky	Průtočnost ($l \cdot min^{-1} \cdot m^{-2}$)		
	podložka + křemelina	podložka	křemelina (výpočet)
naplavovací vložka	29	2 005	29
filtrační papír	27	4 500	27
kovové sítko	21	15 000	21
textilní tkanina	42	15 000	42

Vlastní odpor podložky významně ovlivňoval propustnost křemeliny Hyflo Super Cel, zatímco u jemné křemeliny se neprojevil. Při početní korekci se nepodařilo získat shodné výsledky pro průtočnost křemelinové vrstvy Hyflo Super Cel pro všechny podložky. Předpokládáme, že kromě vlastního odporu podložky se uplatňuje i přechodový odpor na rozhraní mezi podložkou a vrstvou křemeliny.

Pro testování vlivu podložky na výsledek měření průtočnosti je důležitá také reprodukovatelnost jednotlivých měření. Tabulka 3 uvádí průtočnosti podložek i křemelin, vypočtené z doby, potřebné pro filtraci 500 ml vody, po odtěžení 500 ml vody od zahájení filtrace.

Hodnoty průtočnosti filtračního papíru, kovového sítka a textilní tkaniny představují jen hrubé odhady, neboť při měření nebylo často možno nasta-

Tab. 3. Reprodukovatelnost měření průtočnosti křemeliny Hyflo Super Cel

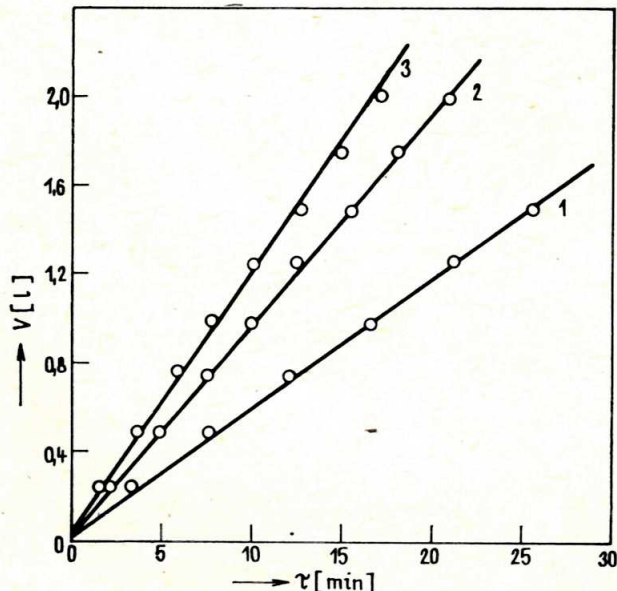
Druh podložky	Průtočnost ($l \cdot min^{-1} \cdot m^{-2}$)			
	podložka		podložka + křemelina	
	průměr	var. koef. (%)	průměr	var. koef. (%)
naplavovací vložka	1 798	10,2	623	13,8
filtrační papír	10^3-10^5	—	529	29,1
kovové sítko	10^3-10^5	—	462	56,1
textilní tkanina	10^4-10^5	—	1 068	5,0

vit požadovaný přetlak 50 kPa a doba toku byla velmi krátká, několik sekund. Zejména průtočnost kovového sítka silně kolísala v závislosti na stupni zanesení sítka (počtu filtrací). Pro obnovení původní průtočnosti se sítko vždy po třech filtracích muselo promýt 10% roztokem kyseliny fluorovodíkové.

Ze získaných výsledků je patrné, že nejvyšší reprodukovatelnost a nejnižší filtrační odpor se získaly při naplavení křemeliny na textilní tkaninu. Proto se pro další měření používala tato filtrační podložka.

3.1.2 Vliv tlaku

Stejným způsobem, jako v odstavci 3.1.1 se měřil průtok destilované vody křemelinou Filter Cel, při tlacích 50, 100 a 150 kPa a dávce 1,26 g křemeliny. Pro každé měření se naplavovala nová vrstva křemeliny (obr. 4). Kromě toho se přes stejnou vrstvu



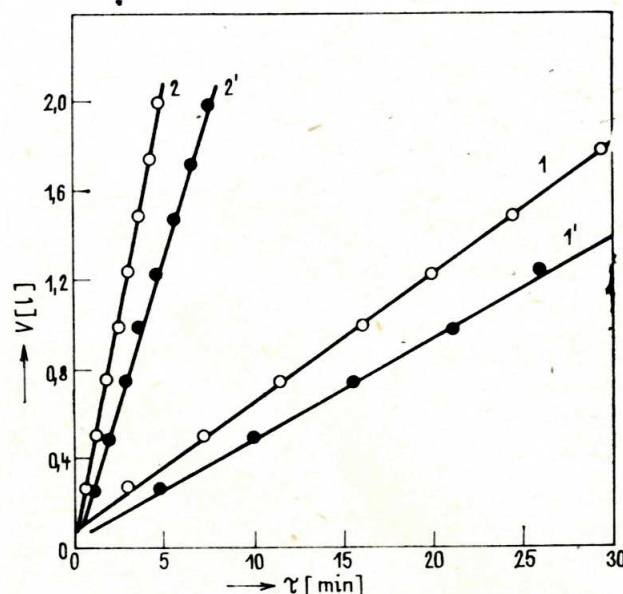
Obr. 4. Závislost objemu filtrátu na čase při filtraci křemelinou Filter Cel při různých tlacích. 1 — 50 kPa, 2 — 100 kPa, 3 — 150 kPa.

křemeliny Hyflo Super Cel (HSC), nebo Filter Cel filtrovala destilovaná voda při 50 kPa, pak při 150 kPa a pak znovu při 50 kPa (obr. 5).

Měření závislosti průtočnosti na tlaku potvrdilo nelineární závislost, uváděnou v literatuře [2], s koeficientem $s = 0,361$.

$$\alpha = k_a \cdot \Delta p^s \quad (2)$$

kde α je měrný odpor, k_a je konstanta úměrnosti a s určuje řád mocninné závislosti.



Obr. 5. Závislost objemu filtrátu V na čase τ při filtraci křemelinou a tlaku 50 kPa. 1 Filter Cel, 2 Hyflo Super Cel. Plné body označují průtok vody vstřou, vystavenou přechodně tlaku 150 kPa.

Při jednorázovém vystavení vrstvy vyššímu tlaku se vrstva deformuje a její odpor je vyšší i po návratu na původní tlakový rozdíl. Proto nesmí při měření průtočnosti křemelin kolísat nastavený konstantní tlakový rozdíl (obr. 5).

3.1.3 Měření průtočnosti křemelin

Pro měření průtočnosti křemelin se standardní křemelinovou vrstvou se modifikovala metoda Filtrox. Do 50 ml filtrační nádoby s podložkou z textilní tkaniny se nalezle suspenze 1,26 g křemeliny v 50 ml vody, 22 °C teplé. Po uzavření nádoby se nastaví tlak 50 kPa a po otevření výpustního kohoutu se znovu upraví tlak. Po odečtení 500 ml vody se měří doba, potřebná k natečení dalších 500 ml. Pro filtr s průměrem 40 mm se průtočnost křemeliny vypočte podle vzorce:

$$P = 75\,000 / (\pi \cdot \tau) \quad (3)$$

kde P je průtočnost křemeliny ($l \cdot min^{-1} \cdot m^{-2}$), τ je doba toku 500 ml v s. Odpor textilní tkaniny se zanedbává. Výsledky měření čtyř druhů křemelin uvádí tab. 4.

Tab. 4. Měření průtočnosti křemelin s konstantní vrstvou

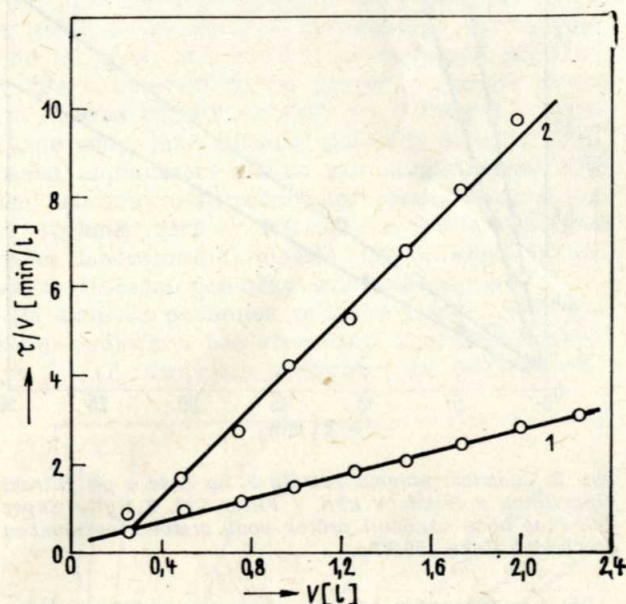
Druh křemeliny	Počet měření	Průtočnost ($l \cdot min^{-1} \cdot m^{-2}$)	
		průměr	var. koeficient (%)
Hyflo Super Cel	5	1 138	4,8
Borovany 75	5	1 492	5,5
Filter Cel	5	46	4,0
Borovany 40	5	46	2,9

3.2 Filtrace s proměnnou vrstvou křemeliny

3.2.1 Naplávání ze zásobní nádoby

V zásobní nádobě filtru se míchala suspenze křemeliny Hyflo Super Cel ($5 g \cdot l^{-1}$), nebo Filter Cel

[0,75 g.l⁻¹] v destilované vodě. Po odvzdušnění 50 ml filtrační nádoby se při tlaku 50 kPa filtrovala suspenze křemeliny přes podložku z textilní tkaniny. Obrázek 6 uvádí závislost podílu doby fil-



Obr. 6. Závislost podílu doby filtrace a objemu filtrátu V na objemu filtrátu V . 1 — Hyflo Super Cel, 5 g.l⁻¹, 2 — Filter Cel, 0,75 g.l⁻¹.

trace a objemu filtrátu V na objemu filtrátu podle [1]:

$$\tau/V = k \cdot V + q \quad (4)$$

kde τ je čas, V je objem a k , q jsou konstanty lineární závislosti. Z hodnot konstant se počítaly hodnoty průtočnosti podle [1]:

$$P = c / (2k \cdot S^2 \cdot \bar{m}_s) \quad (5)$$

kde c je koncentrace křemeliny, S je plocha filtru a \bar{m}_s je standardní plošná hmotnost křemeliny (tab. 5).

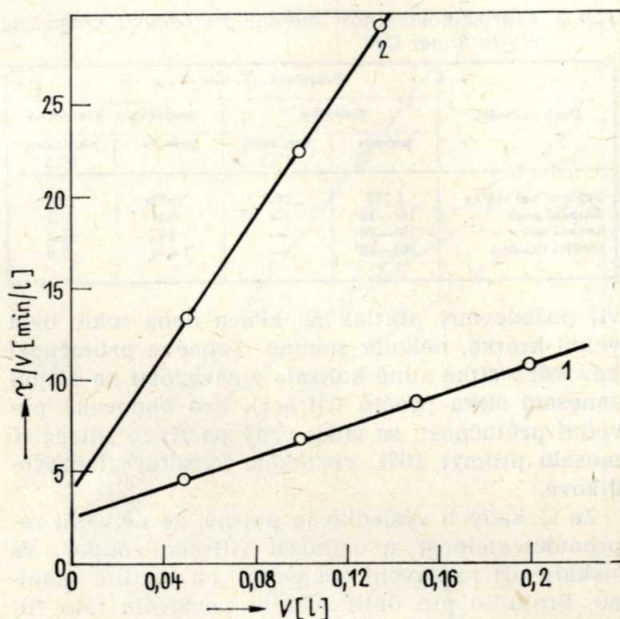
Tab. 5. Průtočnosti křemelin Hyflo Super Cel a Filter Cel s proměnnou vrstvou

Druh křemeliny	Počet měření	Průtočnost (l.min ⁻¹ .m ⁻²)	
		průměr	var. koeficient (%)
Hyflo Super Cel ($c = 5 \text{ g.l}^{-1}$)	5	1 281	6,1
Filter Cel (0,75 g.l ⁻¹)	5	46	5,5

Hodnota průtočnosti křemeliny Hyflo Super Cel, získaná touto metodou je o něco vyšší, než hodnota, změřená podle odstavce 3.1.3, což lze pravděpodobně vysvětlit existencí přechodového odporu na hraniční vrstvě mezi křemelinou a tkaninou při měření s konstantní vrstvou křemeliny.

3.2.2 Naplavování z filtrační nádoby

V 200 ml filtrační nádobce se rozmíchaly 2 g křemeliny Hyflo Super Cel, nebo 5 g křemeliny Filter Cel v 200 ml vody 22 °C teplé. Po nastavení tlakového rozdílu na 50 kPa se měřil objem filtrátu v závislosti na čase při vytlačování kapaliny tlakem vzduchu. Pro filtraci s křemelinou Hyflo Super Cel se použila filtrační podložka s průměrem



Obr. 7. Závislost podílu doby filtrace a objemu filtrátu V na objemu filtrátu V . 1 — Hyflo Super Cel, 2 g/200 ml, $d = 2$ cm, 2 — Filter Cel, 5 g/200 ml, $d = 4$ cm.

2 cm, pro křemelinu Filter Cel byl průměr podložky 4 cm. Obr. 7 uvádí závislost podílu doby filtrace a objemu filtrátu na objemu filtrátu podle vzorce [4].

Průtočnosti křemelin, vypočtené podle vzorce [5], měly hodnoty 1200 l.min⁻¹.m⁻² pro Hyflo Super Cel a 44 l.min⁻¹ pro Filter Cel, což odpovídá hodnotám stanoveným v odstavci 3.2.1.

4. ZÁVĚR

Měření průtočnosti, prostupnosti a filtračního odporu náleží mezi důležité rozborů v pivovarské laboratoři. Do nedávna se tyto hodnoty mohly měřit pouze s bombou Dicalite, která je jednoúčelovým zařízením pro měření křemelin a podobných materiálů.

Nové zařízení, vyvinuté ve Vývojovém a prototypovém středisku umožňuje měření charakteristik za různých podmínek. Základním činitelem, ovlivňujícím výsledek stanovení, jsou vlastnosti filtrační podložky. Z provedených měření je zřejmé značné kolísání průtočností dosud používaných a doporučených filtračních podložek, popř. i kolísání přechodových odporů mezi podložkami a vrstvou filtračního materiálu.

Nejllepší reprodukovatelnost měření i nejnižší odpor poskytla textilní tkanina, která je snadno dostupná a může se lehce měnit. V současnosti zkoumáme vlastnosti kovových sítí s různou hustotou i strukturou úpletu.

Hodnoty průtočnosti křemelin, získané s textilní tkaninou byly vyšší, než dosud uváděla literatura (600 l.min⁻¹.m⁻² pro Hyflo Super Cel), i s přihlédnutím k rozdílné teplotě měření (20 °C/22 °C).

Na druhé straně se vyšší hodnoty prostupnosti křemelin potvrdily měření s proměnnou tloušťkou filtrační vrstvy. Tato metoda do výpočtu nezahrnuje odpor filtrační podložky.

Z praktického hlediska je metoda s konstantní

vrstvou vhodnější pro snadnost a rychlost, pro přesné měření lze doporučit metodu s postupným nanášením křemeliny. Orientační metoda s rozmícháním křemeliny ve filtrační nádobce a vytlačováním suspenze tlakem vzduchu je omezena dobou sedimentace křemeliny. Tato metoda se může použít pouze ve speciálních případech, větší význam lze očekávat při měření filtrovatelnosti piva.

Literatura

- [1] ŠAVEL, J.: Kvas. prům., **37**, 1991, s. 4.
[2] KAHLER, M. - VOBORSKÝ, J.: Filtrace piva. 1. vyd., Praha 1981.

Lektoroval Ing. Jan Voborský

Poznámka lektora k článku Měření průtočnosti křemelin v laboratorním filtru

Autoři využili nového filtračního přístroje k zjištění vlivu filtrační podložky na hodnotu průtočnosti podle metody Filtrox, pomocí níž se u nás hodnotí křemeliny. Při této metodě se používá jako filtrační podložka k naplavení křemeliny celulosová naplavovací vložka pro deskové naplavovací filtry. Autoři zjistili, že použije-li se pro naplavení křemeliny textilní podložka z laboratorního pláště, získá se hodnota průtočnosti u křemeliny HSC přibližně dvakrát vyšší oproti celulosové podložce. Tento rozdíl vysvětlují autoři přechodovým odporem mezi celulosovou podložkou a vrstvou křemeliny, který se projevuje zejména u křemeliny s vyšší průtočností a který je u textilní podložky zanedbatelný.

Je třeba poznamenat, že metoda Filtrox je metodou uzanční, platnou podle ČSN pro přejímku křemelin v ČSFR a nelze ji změnit bez poměrně náročného normalizačního řízení.

Metoda Filtrox předpokládá, že celulosová podložka má standardní vlastnosti, a že tedy výsledné hodnoty jsou zatíženy reprodukovatelnou odchylkou, což nemusí vždy přesně platit. Abychom odstranili tuto nepřesnost, vypracovali jsme metodu pro stanovení specifického filtračního odporu (SFO) s pomocí bomby Dicalite a experimentálně jsme určili vztah s přepočítávacím koeficientem mezi SFO a průtočností [Kvasný průmysl, č. 6, 1986]. Při analýze křemeliny se stanoví přesnější metodou SFO a průtočnost se z této hodnoty vypočítá. Tím se eliminují případné rozdíly v průtočnosti podložek. Pro laboratoře, které stanovují průtočnost na bombě Dicalite porovnáním průtočnosti se známou průtočností zvolené referenční křemeliny [nejčastěji Hyflo Super Cel], se stanoví ve VÚPS přesná hodnota této srovnávací křemeliny, čímž je zajištěna reprodukovatelnost metody Filtrox mezi jednotlivými laboratořemi. V německé odborné literatuře se v současné době hodnotí průtočnost křemelin metodou Schenk a vyjadřuje se v hodnotách „Ww“ (Wasserwert), která je podobná metodě Filtrox. V prospektových materiálech se průtočnost hodnotí v jednotkách Darcy, resp. mili-Darcy a označuje se termínem „permeabilita“. Je definována takto: Filtrační materiál má

permeabilitu 1 Darcy, proteče-li krychlí filtračního materiálu o hraně 1 cm za 1 sekundu 1 ml destilované vody o viskozitě 1 mPas při tlakovém rozdílu 100 kPa.

I když se permeabilitou hodnotí hlavně průtočnost filtračních vložek, lze tímto parametrem hodnotit také průtočnost křemelin. Permeabilitu D je možné přepočítat z hodnot SFO (uváděné vedle průtočnosti v certifikátech VÚPS) podle vztahu:

$$D = 1/\alpha_f \cdot 10^{12} \text{ (Darcy)}$$

kde α_f je specifický filtrační odpor (m^{-2}).

Protože α_f se stanoví při tlaku 100 kPa [Kvasný průmysl č. 1, 1986], je nutno nejprve přepočítat SFO pro tlak 100 kPa pomocí koeficientu stlačitelnosti s , který podle našich měření má hodnotu $s = 0,18$;

$$\begin{aligned} \log \alpha_{f(100)} &= \log \alpha_{f(150)} - s(\log 150 - \log 100) = \\ &= \log \alpha_{f(150)} - 0,0859 \end{aligned}$$

Hodnocení průtočnosti filtračních prostředků pomocí permeability by bylo účelné zavést také u nás z těchto důvodů:

1. Permeabilita vyjádřená v jednotkách Darcy je názornou a přesně definovanou veličinou.

2. Zavedením permeability se sjednotí hodnocení všech filtračních prostředků (křemeliny, filtrační vložky apod.).

3. Permeabilita se používá k charakterizaci filtračních materiálů v prospektech zahraničních firem, což umožňuje vzájemné srovnání.

4. Řádově jsou hodnoty permeability shodné s hodnotami průtočnosti metodou Filtrox.

5. Hodnoty permeability lze vypočítat ze specifického filtračního odporu uváděného v certifikátech VÚPS. Tím lze zajistit porovnání předchozích výsledků s hodnotami permeability.

Šavel, J. - Prokopová, M.: Měření průtočnosti křemelin v laboratorním filtru. Kvas. prům., **37**, 1991, č. 3, s. 65—70.

Článek se zabývá měřením průtočnosti křemelin v malém laboratorním filtru a ověřováním podmínek platnosti filtrační rovnice. Výsledky měření závisely především na vlastnostech filtrační podložky. Nejvyšší průtočnost a reprodukovatelnost z měření se čtyřmi různými podložkami poskytla textilní tkanina. Průtočnost křemelin se měřila metodou s předem naplavenou vrstvou a dvěma metodami s postupným napláváním křemeliny za konstantního tlakového rozdílu.

Шавел, Я. - Прокопова, М.: Измерение проходной способности инфузорных земель в лабораторном фильтре. Квас. прум., **37**, 1991, № 3, стр. 65—70.

Статья занимается измерением проходной способности инфузорных земель в малом лабораторном фильтре и исследованием условий справедливости уравнения фильтрования. Результаты измерения находились в зависимости прежде всего от свойств фильтровальной прокладки. Наиболее высокую проходную способность и воспроизводимость из измерения с четырьмя разными прокладками предоставляла текстильная ткань. Проходная способность инфузорных земель измерялась методом с заранее намытым слоем и двумя методами с постепенным намыванием инфузорной земли при константной разнице давления.

Šavel, J. - Prokopová, M.: Measurement of Kieselgur Discharge in a Laboratory Filter. Kvas. prům., 37, 1991, No. 3, pp 65—70.

The article is focused on a measurement of kieselgur discharge in a small laboratory filter and on a verification of the filtration equation. The results were dependent on properties of the filtration bed. The highest discharge and reproducibility from the measurement with four different beds was obtained with textile tissue. The discharge of kieselgur was measured by the method with the ashored layer and by two methods with the gradual washing on of kieselgur under the constant pressure difference.

Šavel, J. - Prokopová, M.: Messung der Durchflußfähigkeit der Kieselguren im Laborfilter. Kvas. prům., 37, 1991, Nr. 3, S. 65—70.

Der Artikel befaßt sich mit der Messung der Durchflußfähigkeit der Kieselguren in einem kleinen Laborfilter und mit der Prüfung der Gültigkeitsbedingungen der Filtrationsgleichung. Die Messungs-Ergebnisse waren vor allem von den Eigenschaften der Filtrationsunterlage abhängig. Die höchsten Werte der Durchflußfähigkeit und Reproduzierbarkeit wurden im Rahmen der Prüfungen vier verschiedener Unterlagen bei dem Textilgewebe verzeichnet. Die Durchflußfähigkeit der Guren wurde mittels einer Methode mit vorangeschwemmter Schicht und zwei Methoden mit fortschreitender Guran-schwemmung bei konstantem Druckdifferenz gemessen.