

# Z výzkumu a praxe

## RYCHLÉ MĚŘENÍ PROSTUPNOSTI KŘEMELIN A FILTROVATELNOSTI PIVA

Doc. Ing. JAN ŠAVEL, CSc., Budějovický Budvar, n.p., České Budějovice

**Klíčová slova:** pivo, filtrovatelnost, křemelina, měření, prostupnost

### 1 ÚVOD

Měření prostupnosti křemelin a filtrovatelnosti piva náleží k důležitým rozborům v pivovarské laboratoři. Při měření prostupnosti křemelin se používají laboratorní filtry, většinou s naplavením vrstvy křemeliny na filtrační podložku a měřením odporu této vrstvy při průtoku destilované vody.

Tohoto postupu používá např. starší metoda podle firmy Filtrox [1] i novější metoda EBC [2]. Jinou možností je měření přírůstku odporu průběžně naplavené vrstvy, např. u metody podle firmy Dicalite [1].

Z metodického hlediska je možné metody měření průtočnosti křemelin rozdělit na metody, umožňující přímý výpočet filtračního odporu, průtočnosti nebo prostupnosti, a na metody, u nichž se tyto parametry stanoví porovnáním filtračních rychlostí měřeného a standardního vzorku filtračního materiálu.

Při měření filtrovatelnosti piva se většinou měří průběh zanášení definované standardní filtrační přepážky kalícími látkami piva. V klasickém testu podle Essera se jako přepážka používá membránový filtr [3]. Náročnější postupy měří zanášení předem naplavené křemelinové vrstvy, nebo se vrstva piva a křemeliny nanášejí na přepážku během filtrace.

Podle způsobu vyhodnocení výsledků lze metody měření filtrovatelnosti piva rozdělit na metody, využívající matematického modelu průběhu zanášení filtrační vrstvy, a na metody, využívající platnosti filtrační rovnice při dávkování suspenze křemeliny s pivem. Empiricky se může filtrovatelnost posuzovat podle množství piva, které proteče filtrační vrstvou za specifických podmínek filtrace.

Zkušenosti s měřením prostupnosti nebo průtočnosti křemelin a filtrovatelnosti piva uvádějí přehledné články [4-6]. Při měření filtrovatelnosti piva se v poslední době často využívá původní návrh Raibleho při měření množství filtrátu s narůstající vrstvou křemeliny a kalících látek piva [7-9].

V české literatuře Šrogl et al. modifikovali metodu podle firmy Dicalite k měření filtrovatelnosti piva [10]. Masák et al. filtrovali pivo přes předem naplavenou křemelinovou vrstvu [11].

### 2 MATERIÁL A METODY

#### 2.1 Přístroj pro měření filtrovatelnosti

Laboratorní filtr (1-CUBE, Havlíčkův Brod) se skládá z průhledné filtrační nádoby s víčkem, kterým prochází míchadlo s rychlým a pomalým režimem míchání.

Před filtrací piva syčeného oxidem uhličitým se pivo dekarbonizuje na třepače nebo přímo rychlým mícháním v kádince, umístěné vedle filtrační nádoby. Vlastní filtr tvoří průhledná filtrační trubice, uzavřená převlečnou maticí se sítkem, na něž se vkládá filtrační podložka, např. filtrační papír, textilní tkanina apod. Místo podpůrného sítko se také může jako vlastní filtrační podložka použít velmi jemné kovové sítko.

Kulový kohout odděluje filtrační nádobku od filtru. Víčko filtrační nádoby přitlačuje šroub. Jehlový ventil na víčku slouží k přesnému nastavení přetlaku. Užitečný objem filtrační nádoby pod úrovní vstupu manometru je 400 ml, vnitřní průměr filtrační trubice je 20 mm, účinná filtrační plocha je 2,548 cm<sup>2</sup>. Objem filtrační trubice je 45 ml.

Náročnější varianta filtračního zařízení zahrnuje filtrační nádobku s chladicím pláštěm, ultratermostatem, měřicí a výpočetní jednotkou pro vyhodnocení výsledku měření včetně jednotlivých charakteristik filtrační vrstvy.

#### 2.2 Filtrační materiály

Vlastnosti a původ použitých filtračních materiálů uvádějí články [12,14]. Jako srovnávací křemelina byla použita Hyflo Super-Cel (HSC), Johns-Manville, USA.

#### 2.3 Rychlý postup měření filtračních charakteristik

Navážené množství filtračního materiálu se rozmíchá v 45 ml vody nebo piva a nalezne se nálevkou s dlouhým stonkem do filtrační trubice s převlečnou maticí, sítkem a textilní tkaninou jako filtrační podložkou. Výstupní otvor převlečné matice je přitom uzavřen pryžovou zátkou. Kulový ventil se uzavře.

Do filtrační nádoby se nalezne 400 ml vody a nádoba se uzavře víčkem. Doporučuje se předem připravit potřebnou zásobu vody filtrací křemelinou HSC. Ani destilovaná voda bez předfiltrace nezabrání vždy blokování filtrační vrstvy, neboť i demineralizovaná voda může obsahovat kalové částice.

Z výstupního otvoru převlečné matice se odstraní pryžová zátko a opatrným otevřením kulového ventilu se naplaví vrstva filtračního materiálu. Mezi suspenzí křemeliny a vodou se musí vytvořit ostré rozhraní. Kohout se opět uzavře. Tlak na filtru se nastaví na požadovanou hodnotu a otevřením kulového kohoutu se zahájí filtrace, přičemž se měří závislost množství filtrátu v čase. Při teplotách měření 20 až 25 °C se filtrační charakteristiky korigují na standardní teplotu

přepočtem podle teplotní závislosti viskozity vody.

#### 2.4 Výpočetní postupy

Při měření se předpokládá platnost filtrační rovnice v Ruthově (1) nebo Darcyho (2) tvaru:

$$(1) \frac{dV}{Sd\tau} = \frac{\Delta p}{\mu R}$$

$$(2) \frac{dV}{Sd\tau} = K_D \frac{\Delta p}{\mu l}$$

kde  $V$  je proteklý objem,  $S$  – filtrační plocha,  $\tau$  – čas,  $\Delta p$  – tlaková diference,  $\mu$  – viskozita,  $l$  – tloušťka filtrační vrstvy. Koeficient permeability  $K_D$ , vyjádřený v jednotkách Darcy, se značí  $\beta$  a nazývá permeabilita (prostupnost). Filtrační odpor  $R$  se obvykle vztahuje na jednotkové plošné zatížení filtru a vyjadřuje se hodnotou filtrační rychlosti. Podrobný výklad filtračních rovnic a jejich použití lze nalézt v literatuře [1,13].

Filtrační materiál má permeabilitu 1 Darcy, proteče-li krychlí filtračního materiálu o hráně 1 cm za 1 s 1 ml destilované vody při tlakovém rozdílu 100 kPa.

Analytika EBC rozlišuje mezi permeabilitou (prostupností) a filtrační rychlostí ( $FR$ ), která se udává v  $hl \cdot h^{-1} \cdot m^{-2}$  při hodnotě naplavení 10  $kg \cdot m^{-2}$  a tlakovém rozdílu 1 bar při 20 °C. Pro výpočet se udávají vztahy (3) a (4):

$$(3) \beta = \frac{1,01325 \cdot V \cdot l \cdot \mu}{S \cdot \Delta p \cdot \tau}$$

kde  $V$  se udává v ml,  $l$  v cm,  $\mu$  v mPa.s,  $\Delta p$  v barech,  $S$  v cm<sup>2</sup> a čas  $\tau$  v sekundách.

$$(4) FR = \frac{3,6 \cdot 10^5 \cdot V \cdot m}{S^2 \cdot \Delta p \cdot \tau}$$

kde  $V$  se udává v l, navážka filtračního materiálu  $m$  v g,  $S$  v cm<sup>2</sup>,  $\Delta p$  v barech a čas  $\tau$  v sekundách.

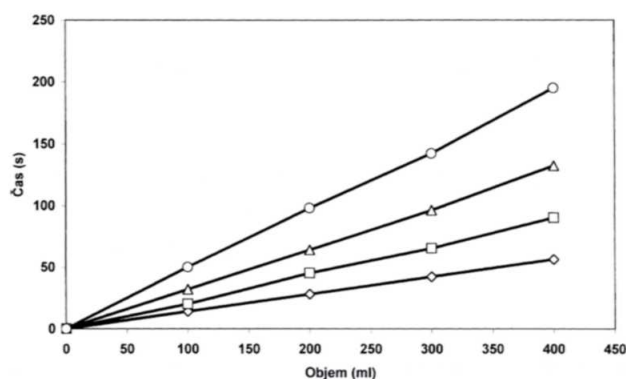
V české pivovarské praxi se uvádějí ještě hodnoty průtočnosti ( $P$ ) v  $l \cdot m^{-2} \cdot min^{-1}$  podle metody Filtrox při hodnotě naplavení 1  $kg \cdot m^{-2}$ , tlakovém rozdílu 50 kPa a teplotě 20 °C.

### 3 VÝSLEDKY A DISKUSE

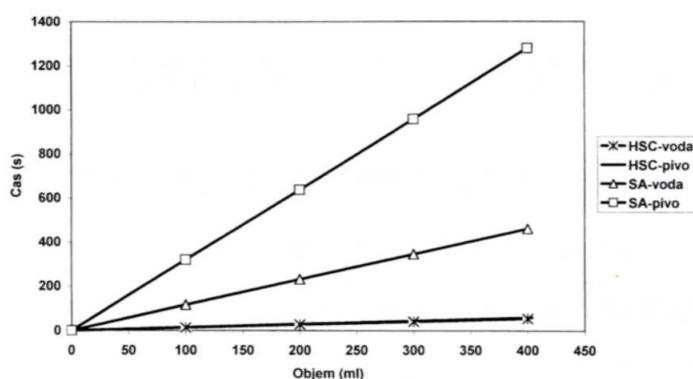
#### 3.1 Ověření platnosti filtrační rovnice

Platnost filtrační rovnice se ověřovala měřením závislosti objemu proteklé vody v čase a stanovením závislosti převrácené





Obr. 1 Doba průtoku vody křemelinou HSC



Obr. 3 Doba průtoku vody směsí křemeliny HSC a Superaid (SA) s vodou nebo 12% pivem (0,1 g/45 ml)

hodnoty průtoku destilované vody na množství filtračního materiálu (obr.1, obr.2). Obr.1 potvrzuje linearitu pro všechny použité navážky křemeliny, což vylučuje časové změny kritických přechodových odporů mezi křemelinou a podložkou i mezi horní plochou filtrační vrstvy a kapalinou. Proto případná nelinearita většinou souvisí s nečistou vodou a blokováním filtrační vrstvy. Zejména při pokusech s vodovodní vodou se musí voda předem předfiltrat (odst. 2.3).

Závislost převrácené hodnoty průtoku vody filtrační vrstvou (obr. 2) dokazuje za-

lou orientační metodu pro měření charakteristik filtračních materiálů. Při vyjadřování tloušťky filtrační vrstvy je pro přesnější měření nutné změřit tloušťku filtračního koláče, vytvořeného z větší navážky filtračního materiálu, a přepočítat ji na použitou navážku. Při dalších pokusech se měřil průtok destilované vody vrstvou křemeliny.

Porovnání výsledků rychlometody měření v tab.1 dokládá dobrou shodu s údaji získanými podle literatury s klasickými přístroji [12,14]. Tyto přístroje se používají pouze pro měření permeability nebo průtoč-

nosti křemeliny a navzájem se konstrukčně liší.

Metoda měření permeability vyžaduje vysokou filtrační vrstvou, což vede k větším plochám filtru a velkým navážkám materiálu, k měření odporu průběžně nanášené vrstvy postačují menší průměry filtračního koláče. Dosavadní přístroje pro

vrstvy (Dicalite) neumožňují přímý výpočet filtračních charakteristik, ale pouze porovnání se standardní křemelinou. S novým filtrem lze pracovat stejným způsobem, ale průtočnost je možné přímo vyjadřovat v hodnotách filtrační rychlosti.

### 3.3 Měření filtračních charakteristik komplexu křemeliny a piva

Popsané rychlé měření filtračních charakteristik je možné použít i pro měření odporu komplexu látek nefiltrovaného piva a křemeliny. Postupuje se stejně jako v odstavci 2.3 a po naplavení vrstvy křemeliny s pivem se měří odpor vrstvy při průchodu vody.

Výsledky měření s navážkou křemeliny 0,1 g (asi 200 g.h<sup>-1</sup>) uvádějí tab.2 a obr.3. Měření odporu vrstvy na množství proteklé vody neprokázalo během měření (400 ml) jeho změny, takže látky blokující vrstvu se nestačily znatelně rozpouštět. Koncentraci křemeliny v suspenzi lze dále snížit nanášením vrstvy z celého objemu nádoby až na 20 g.h<sup>-1</sup>, což dostatečně přesahuje množství, dávkovaná v provozní praxi.

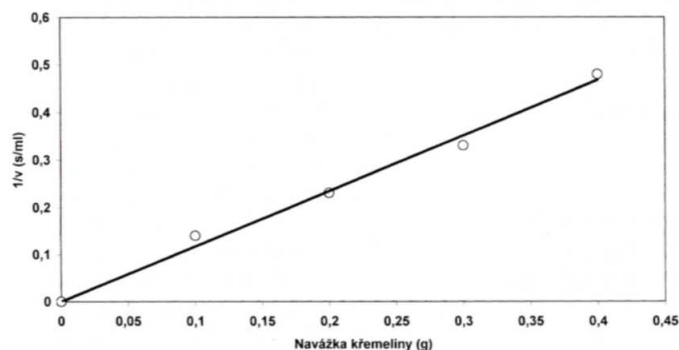
### 3.4 Měření filtrovatelnosti piva

Za měření filtrovatelnosti piva je možné považovat již postup podle odstavce 3.3. Kromě toho je možné s přístrojem napodobit všechny dosavadní metody měření filtrovatelnosti piva s použitím sypkých filtračních materiálů.

Při měření filtrovatelnosti piva podle Raibleho umožňuje malá filtrační plocha nového přístroje maximálně snížit koncentraci křemeliny v pivu a přiblížit se tím provozním poměrům, přičemž se potlačí extrémně vysoké hodnoty filtrační rychlosti při zahájení filtrace. Také výška filtrační vrstvy je proto větší.

Původní metoda podle Raibleho vyžaduje filtraci studeného piva (okolo 0 °C) ve filtrační nádobce s chlazeným pláštěm, aby se posoudil i vliv precipitátů, vyloučených chladem. Gelovité látky, blokující filtrační vrstvu, lze však často prokazovat i za laboratorních teplot.

Metoda podle Raibleho charakterizuje filtrovatelnost piva tzv. faktorem filtračního koláče  $\alpha$  nebo hodnotou specifického objemu filtrátu  $F_{\text{spec}}$  [7]. Obě tyto hodnoty lze



Obr. 2 Závislost převrácené hodnoty průtoku vody (v) filtrační vrstvou na dávce křemeliny HSC

nedbatelný přechodový odpor mezi vrstvou křemeliny a filtrační podložkou. Také závislost proteklého množství na tlakovém rozdílu byla lineární v rozmezí 20 až 100 kPa. Naproti tomu měřitelný a navíc časově proměnný odpor často vykazují např. podložky z filtračního papíru.

### 3.2 Měření filtračních charakteristik křemeliny a perlitu

Uvedený měřicí postup představuje rych-

lé měření charakteristik filtračních materiálů používají filtrační plochy 4,5 až 20 cm<sup>2</sup>, s výškou vrstvy 1 až 5 cm, množstvím filtrátu asi 250 ml a tlakovým rozdílem 0,5 až 2,0 bar.

Při měření odporu předem naplavené vrstvy těmito přístroji jsou nutné přidavné operace, např. zrušení tlakového rozdílu po naplavení vrstvy, doplňování vody apod., což u uvedené rychlometody odpadá.

Metoda s průběžným napláváním

Tab. 1 Charakteristiky filtračních materiálů

Vzorek	Naměřené hodnoty			Literatura	
	Filtrační rychlost FR [h.l.h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> ]	Průtočnost [l.min <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> ]	Permeabilita $\beta$ [mDarcy]	[12]	[14]
Hyflo Super Cel	70,5	588	758	—	1012
Speed Flow	24,1	201	259	300	200
Speed Plus	123,4	1028	1150	1150	1115
Superaid	8,5	71	73	50	80
Perlit 428	30,8	257	398	370	—
Perlit 438	35,2	294	404	390	—
Perlit 4108	70,5	588	708	570	—



Tab. 2 Charakteristiky komplexů filtračních materiálů s pivem

Vzorek	Voda, pivo	Filtrační charakteristika		
		Filtrační rychlost FR [hl.h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> ]	Průtočnost [l.min <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> ]	Permeabilita β [mDarcy]
Hyflo Super Cel	Voda	70,5	588	758
Hyflo Super Cel	10% nefiltrované	44,3	370	477
Hyflo Super Cel	12% nefiltrované	37,0	308	398
Hyflo Super Cel	10% filtrované	69,3	578	746
Hyflo Super Cel	12% filtrované	65,8	548	708
Superaid	Voda	8,5	71	73
Superaid	12% filtrované	6,9	57	75
Superaid	12% filtrované	3,5	28	33

přepočítat na ostatní charakteristiky podle vzorce v práci [13]. Při rozdílných tlakových rozdílech v obou metodách je nutné do výpočtu zahrnout ještě podíl tlakových diferencí.

Nová metoda měření filtrovatelnosti piva využívá měření odporu předem naplavené vrstvy, čímž se nahrazuje méně výhodná kvadratická závislost objemu filtrátu na čase lineární závislostí. Podle výsledků v tab. 2 obsahuje i filtrované pivo gelovité látky, které zejména s jemnou křemelinou vytvářejí komplex, výrazně zvyšující odpor filtrační vrstvy.

S originální konstrukcí přístroje lze měřit filtrovatelnost piva ještě dalšími postupy, např. podle stupně blokování předem naplavené křemelinové vrstvy, což je postup obdobný postupu podle Essera, ale s využitím filtrační vrstvy, používané při provozní filtraci místo membránového filtru.

S filtračním přístrojem lze měřit charakteristiky směsí křemelin s pivem používaných při provozních zkouškách a optimalizovat je. Výsledný efekt dávky křemelinové směsi je sám o sobě závislý na odporu komplexu křemelinové vrstvy, kvasnic a sloučenin piva. Kromě toho se uplatňuje kvadratická závislost času a objemu filtrátu související s postupným narůstáním filtrační vrstvy.

Je možné rovněž laboratorně studovat faktory ovlivňující filtrovatelnost piva i meziproduktů a hodnotit účinek opatření, navržených k zlepšení filtrovatelnosti. Důležitá je i možnost měření změn prostupnosti stabilizačních prostředků, např. PVP v závislosti na počtu regenerací a době používání.

Zcela nové možnosti otevírá měření filtrovatelnosti laboratorních sladin a tím i hodnocení surovin. Po získání prvních zkušeností v letech 1997–9 [15,16] je tato možnost zcela reálná, což dokládá i sdělení z EBC kongresu v Cannes z roku 1999 [9]. Těchto postupů je možné použít i pro rychlou kalibraci spektroskopů v infračervené spektroskopii a následně pro okamžitou kontrolu dodávaných surovin.

#### 4 ZÁVĚR

Konstrukce nového laboratorního filtru umožňuje současně měřit permeabilitu i průtočnost sypkých materiálů prakticky všemi dosud publikovanými způsoby. Může se měřit průtok vody přes předem naplavenou filtrační vrstvu i množství vody, proteklé při průběžném nanášení filtračních materiálů.

Ve stejném přístroji lze měřit i filtrovatelnost piva podle známých způsobů, tj. se zanášením předem naplavené filtrační vrstvy i při měření průtoku piva průběžně naplaveným materiálem podle Raibleho metody. Výsledky jednotlivých metod lze vzájemně přepočítávat.

Nově navržená rychlometa metoda využívá naplavení komplexu piva, kalických látek a křemelin na prostupnou filtrační přepážku a měření filtrační rychlosti vody touto vrstvou. Tím je možné měřit i malé objemy vzorků, což umožňuje např. průběžně hodnotit i laboratorní sladiny.

Popsaná metoda umožňuje zpracovat velké množství vzorků v relativně krátkém čase a analyzovat vlivy působící na filtrovatelnost piva i účinek technologických opatření pro její zlepšení. Tímto způsobem je

možné optimalizovat také složení filtračních směsí.

#### LITERATURA

- [1] KAHLER, M., VOBORSKÝ, J.: Filtrace piva. 1. vyd., SNTL Praha 1981
- [2] ANALYTICA-EBC. Verlag Hans Carl Gertrank-Fachverlag, Nürnberg. 1998
- [3] ESSER, K.D.: Versuch einer kritischen Auswertung der Vorhersagemethoden für die Filtrierbarkeit des Bieres. Brauwelt **134**, 1994, s. 2508
- [4] PENOT, J.: Qualitätssicherung für Kieselgur in der Praxis. Brauwelt **128**, 1988, s. 122
- [5] EISENRING, R.: Filtrierbarkeit und kolloidale Stabilität von Bier und anderen Getränken. Brau. Rdsch. **107**, 1996, s. 1
- [6] SCHNICK, T., et al.: Untersuchungen zur Einschätzung der Klär- und Filtrationswirkung unterschiedlicher Kieselguren. Teil II. Brauwelt **138**, 1998, s. 1638
- [7] RAIBLE, K., HEINRICH, T., NIEMSCH, K.: Eine einfache neue Methode zur Bewertung der Filtrationseigenschaften von Bier. Mschr. Brauwiss. **43**, 1990, s. 60
- [8] NIEMSCH, K., HEINRICH, T., ZIEHL, J.: Der Raible-Test zur Bewertung der Filtrationseigenschaften. Brauwelt **139**, 1999, s. 788
- [9] KREISZ, S., BACK, W.: New aspects of filterability of beer. Proc. EBC Congr. Cannes, 1999, s. 779.
- [10] ŠROGL, J., et al.: Příspěvek k problematice filtrovatelnosti piva. Kvasny Prum. **42**, 1996, s. 272
- [11] MASÁK, J., BASAŘOVÁ, G., ŠAVEL, J.: Über die Bedeutung suspendierter Partikel und β-Glucan für die Filtrierbarkeit des Bieres. Mschr. Brauwiss. **41**, 1988, s. 435
- [12] VOBORSKÝ, J.: Možnosti aplikace perlitu při filtraci piva. Kvasny Prum. **44**, 1998, s. 347
- [13] ŠAVEL, J.: Filtrační odpor a průtočnost. Kvasny Prum. **37**, 1991, s. 4
- [14] ULLMANN, F., SCHLIENGER, E., PFENNINGER, H.: Bestimmung der Durchlässigkeit sowie der Filtrationsleistung von Kieselgur mit der EBC-Routine-Methode. Brauerei Rund. **101**, 1990, s. 77
- [15] ČÍZEK, V.: Průzkum vlivů na filtrovatelnost piva. Diplomová práce VŠCHT, ÚKCHB, Praha 1998
- [16] BROŽ, A.: Ověření metody pro předpověď filtrovatelnosti mladiny a rychlosti hlavního kvašení. Diplomová práce VŠCHT, ÚKCHB, Praha 1999

Lektoroval Ing. Vladimír Kellner, CSc.  
Do redakce došlo 21. 9. 1999