

K. Husemann, F. Hebmüller und M. Eßlinger

# Bedeutung der Tiefenfiltration bei der Kieselgurfiltration von Bier (Teil 2)

Der vorliegende zweite Teil einer Arbeit zur Bedeutung der Tiefenfiltration bei der Kieselgurfiltration von Bier beschäftigt sich mit dem Einfluss der granulometrischen Eigenschaften verschiedener Kieselgursorten auf die Partikelabtrennung in Filterkuchen. Zu diesem Zweck wird eine Bierprobe mit bimodaler Partikelgrößenverteilung unter Verwendung verschiedener Kieselgursorten filtriert. Außerdem werden Kieselgurmuster mit Hilfe einer Aufstromklassierung granulometrisch verändert und ebenfalls für die Filtrationsuntersuchung eingesetzt. Die Untersuchungen ergaben, dass sich Bierproben in der Korngrößenverteilung stark unterscheiden. Das schlecht filtrierbare Bier weist eine bimodale Verteilung der Partikeln mit zwei Maxima in den Bereichen um 0,8 µm und etwa 6 µm auf. Das gut filtrierbare Bier hat ein Maximum bei etwa 6 µm (charakteristische Korngröße von Hefezellen). Man kann zeigen, dass Partikeln unterschiedlicher Korngröße mit Hilfe verschiedener Mechanismen bei der Kieselgurfiltration von Bier abgetrennt werden: durch Oberflächen- und durch Tiefenfiltration. Korngrößenverteilung und Oberflächenbeschaffenheit der Kieselgur nehmen Einfluss auf die Abtrennungsvorgänge. – Bei dieser Arbeit handelt es sich um die Fortführung eines Projektes der TU Bergakademie Freiberg gemeinsam mit der Freiberger Brauhaus AG.

BC 25 Bier

(Deskriptoren: Tiefenfiltration, Oberflächenfiltration, Kuchenfiltration, Granulometrie, Abtrennungsmechanismen.)

Descriptors: Deep filtration, surface filtration, cake filtration, granulometry, separation process)

## 1 Einleitung

Im ersten Teil der Veröffentlichung werden Abtrennungsmechanismen, die der Tiefenfiltration zuzuordnen sind, bei der praxisnahen Anschwemmfiltration von Bier nachgewiesen. Mit Hilfe einer Versuchsanlage werden zwei in ihrer Zusammensetzung unterschiedliche Biere unter Verwendung verschiedener Kieselgursorten bei variierenden Versuchsbedingungen filtriert. Zur Bewertung der Filtrationsergebnisse dient der spezifische Filterkuchenwiderstand  $\alpha$ , der nach Gleichung 1 aus dem gemessenen Druckverlust  $\Delta p$  und den verschiedenen Versuchsbedingungen berechnet wird. Die genaue Herleitung von  $\alpha$  ist in (1) dargestellt.

$$\Delta p = \dot{V}_{FA} \cdot \eta_l \cdot (\beta_0 + a \cdot \varphi_{FHM} \cdot V_{FA}) \quad (1)$$

Mit Hilfe der Versuche wird zunächst der Einfluss der Filterhilfsmittelkonzentration, bzw. des Feststoffgehaltes des Filterhilfsmittels  $c_{FHM}$  in der Trübe nachgewiesen. Unterschiedliche Einflüsse auf die Abtrennung in Primär- und Sekundärschicht werden dabei festgestellt. Nicht nachgewiesen wird der Einfluss der Strömungsgeschwindigkeit unter der Voraussetzung laminarer Verhältnisse im Kucheninneren. Ebenso wenig wirkt die Strömungsgeschwindigkeit auf Abtrennungsvorgänge an der Filterkuchenoberfläche (1).

Für die Versuche werden Bierproben verwendet, die in der Praxis als „sehr gut“, bzw. „sehr schlecht filtrierbar“ aufgefallen sind (1). Die granulometrische Untersuchung dieser Suspensionen zeigt,

dass sich die Proben in der Korngrößenverteilung stark unterscheiden. Das schlecht filtrierbare Bier weist eine bimodale Verteilung der Partikeln mit zwei Maxima in den Bereichen um 0,8 µm und etwa 6 µm auf. Das gut filtrierbare Bier hat ein Maximum bei etwa 6 µm (charakteristische Korngröße von Hefezellen).

Man kann zeigen, dass Partikeln unterschiedlicher Korngröße mit Hilfe verschiedener Mechanismen bei der Kieselgurfiltration von Bier abgetrennt werden: Durch Oberflächen- und durch Tiefenfiltration. Korngrößenverteilung und Oberflächenbeschaffenheit der Kieselgur nehmen Einfluss auf die Abtrennungsvorgänge. Filtrationsvorgänge unter Variation dieser granulometrischen Eigenschaften werden im vorliegenden Teil der Veröffentlichung untersucht.

## 2 Material und Methoden

Die Durchführung und Auswertung der Versuche erfolgt analog zu den Experimenten in Teil 1 dieses Artikels, auf theoretische Grundlagen und Methoden der Versuche wird verwiesen (1). Ergänzend dazu werden verschiedene Kieselgursorten verwendet, die teilweise im Rahmen der Versuchsvorbereitung in ihrer Korngrößenzusammensetzung verändert werden.

### 2.1 Aufbereitung von Kieselgur

Die industrielle Aufbereitung von Kieselgur erfolgt zu getrockneten, kalzinierten und fluxkalzinierten Produkten. Man kombiniert mechanische und thermische Verfahren. Der natürliche Feuchtigkeitsgehalt von bergmännisch abgebauter Gur muss zunächst durch Trocknung verringert werden. Die angewandten mechanischen Verfahren sind zu Beginn der Aufbereitung die Mahlung, in einem späteren Schritt die Sichtung der Kieselgur. Die Mahlung geschieht in Mühlen mit peripherer Mahlbank und bezweckt weniger die Zerkleinerung und damit Zerstörung der Primärteilchen (Diatomeenkörper), vielmehr sollen diese aufgelockert und voneinander getrennt werden, damit die Oberfläche freigelegt wird. Die Primärfeinheit der Gurteilchen ist durch ihre Entstehungsgeschichte festgelegt (2). Die Sichtung dient der Abscheidung von Verunreinigungen. Korngrößenanalysen und mikroskopische Untersuchungen nach optimaler Dispergierung haben

gezeigt, dass alle in der Rohgur enthaltenen Mineralarten sehr feinkörnig (< 30 µm) sind. Ihre Abtrennung erfordert einen weitgehenden und schonenden Aufschluss, um durch Sichtprozesse Produkte mit niedrigem Fremdstoffgehalt zu erlangen. Die Sichtung erfolgt in trennscharfen Aggregaten, z.B. Gegenstrom-Zentrifugalsichtern mit freier oder erzwungener Wirbelströmung oder in Querstromumlenkungssichtern. Allerdings verbleiben im Grobgut auch nicht dispergierte Agglomerate aus feiner Kieselgur, ein Anteil, der als Wertstoffverlust zu betrachten ist (2).

Organische Substanzen werden schließlich durch Glühen eliminiert. Tone werden in bestimmtem Umfang geduldet, ihre Quellfähigkeit ist aber durch Dehydroxilation zu beseitigen. Quarze, Feldspate und Calcite werden durch technologische Verfahrensstufen entfernt. Weitere unerwünschte Beimengungen, insbesondere Metallionen wie Kalzium, Aluminium und Eisen, sind so zu verändern, dass lösliche Bestandteile in unlösliche überführt werden. Diese Verfahren werden in der Kalzination zusammengefasst (3). Zur Herstellung von Grobguren mit hoher Permeabilität (> 1.000 mDarcy) wird in einer zweiten Prozessstufe fluxkalziniert.

Den Abschluss der Kieselguraufbereitung bildet in der Regel die Klassierung der Kieselgur. Es entstehen Haufwerke unterschiedlicher Korngrößenverteilung, die innerhalb einer Herstellungssorte (getrocknet, kalziniert und fluxkalziniert) verschiedene Permeabilitäten und Trennverhalten ermöglichen. Industrielle Kieselguren weisen trotz Klassierung eine recht breite Verteilung ihrer Korngrößen auf. Dabei ist es unabhängig, ob es sich um feine, mittlere oder grobe Kieselgur handelt.

**2.2 Klassierung im Labormaßstab**

Die Korngrößenverteilung einer kommerziell angebotenen Kieselgur lässt sich nachträglich verändern. Dadurch wird es z.B. möglich, den Einfluss einzelner Korngrößen(-klassen) auf den Filtrationsprozess zu ermitteln. In unseren Versuchen werden Kieselgurmuster mittels Aufstromklassierung in einer Schlammapparat nach Schulze-Harkort behandelt. Es handelt sich hierbei um einen Metallkegel als Klassierbehälter, einen Wasservorratsbehälter, einen Metalltrichter mit Überlaufvorrichtung und ein am Ablauf fest verbundenes Rohr, an dessen Ende Düsen mit definierten Durchmessern zur Einstellung der Fließgeschwindigkeit angebracht werden. Am oberen Rand des Kegels ist eine Überlaufrinne, am unteren Ende befindet sich ein Ablasshahn.

Die Suspension mit dem zu trennenden Material wird in den Kegel gegeben. Durch das Rohr wird ein gleichbleibender Wasserstrom aus dem Vorratsbehälter über den Trichter in den Kegel geleitet. Bei gefülltem Kegel läuft ein konstanter Fluidstrom am oberen Rand über und trägt Feingut aus. Kegeldurchmesser am Überlauf und Volumenstrom legen die Fließgeschwindigkeit am Überlauf fest. Mit Hilfe der Gleichung nach Stokes (Gleichung 2,3) wird unter (gegebenen) laminaren Strömungsbedingungen die Korngröße  $x_T$  der Partikeln bestimmt, die mit dem Fluid am Überlauf abgetrennt werden. Umgekehrt wird bei geforderter Trennkorngröße  $x_T$  die stationäre Sinkgeschwindigkeit  $v_m$  und damit der Düsendurchmesser ermittelt. Mit dem Schulze-Harkort-Apparat kann eine niedrige Fluidgeschwindigkeit  $u$  am Überlauf erzeugt werden, daraus resultieren geringe Trennkorngrößen. Für  $x = x_T$  gilt  $v_m = u = \dot{v}_m / A$ .

$$x_T = \sqrt{\frac{1}{k_\phi \cdot k_\psi} \frac{18\eta_w}{(\rho_{FHM} - \rho_w)} \frac{v_m}{g}} \quad (2)$$

$$v_m = k_\phi \cdot k_\psi \frac{x_T^2 \cdot g \cdot (\rho_{FHM} - \rho_w)}{18 \cdot \eta_w} \quad (3)$$

A ist die Überlaufläche,  $k_\phi$  ein Koeffizient, der die Schwarmbehinderung kennzeichnet und  $k_\psi$  wird durch die Kornform der Partikeln bestimmt. Die Ermittlung beider Faktoren stellt gewisse Probleme dar: Ausgehend von länglichen Zylindern als Kornform der Kieselgur wird ihr Wert mit  $k_\psi = 0,93$  der Literatur entnommen (4). Für die verwendeten Feststoffvolumenanteile  $\phi_{FHM}$  ergibt sich ein Schwarmbehinderungsfaktor  $k_\phi = 0,8$ .

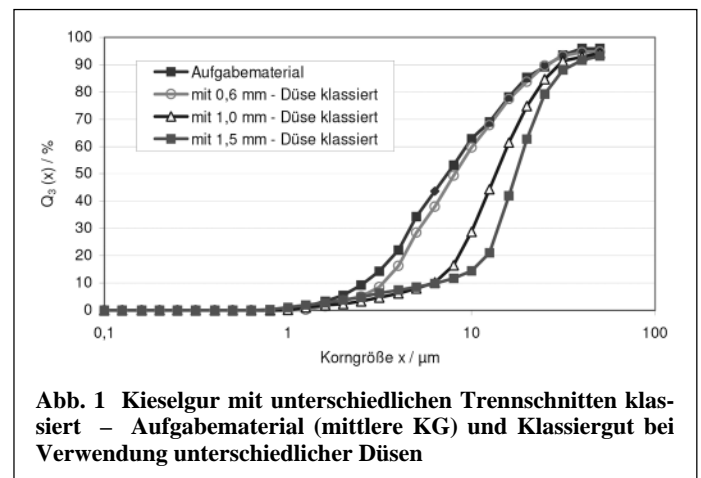
Für nachfolgende Filtrationsversuche werden Proben von mittlerer und feiner Kieselgur klassiert. Aufgrund der verwendeten Düsendurchmesser ergeben sich theoretische Trennkorngrößen, die in Tabelle 1 zusammengefasst sind.

**Tab. 1 Mögliche Trennkorngrößen bei Klassierung mittels Schulze-Harkort-Apparat**

Düsendurchmesser (mm)	Durchflussgeschw. (ml/s)	Strömungsgeschw. (mm/s)	Trennkorngröße (µm)
0,6	0,046	2,9200E-03	~ 2,2
1,0	0,606	3,8430E-02	~ 8,0
1,5	1,770	1,1224E-01	~ 13,5
2,0	3,846	2,4388E-01	~ 20
2,5	6,410	4,0647E-01	~ 26

Die Partikelgrößenverteilung der mittleren Kieselgur als Aufgabegut und im klassierten Zustand nach Abtrennung der Feinanteile zeigt Abbildung 1. Der Klassiererfolg lässt sich mit Hilfe der Trennfunktionen (Abb. 2) darstellen. Deren Berechnung ist der Literatur zu entnehmen (4,5). Mit Hilfe einer Trennfunktion lässt sich die tatsächliche Trennkorngröße bestimmen, die definiert ist als der Merkmalwert jener differentiellen Korngrößenklasse, deren Masse sich in gleichen Anteilen auf beide Trennprodukte verteilt ( $T = 0,5$ ).

Die tatsächlichen Trennkorngrößen im Vergleich zu den berechneten sind in Tabelle 2 zusammengefasst. Abweichungen ergeben sich aus nicht eindeutig bestimmbar Formfaktoren, bedingt durch die große Formenvielfalt und die porösen Oberflächen von Kieselgur. Mit den Düsendurchmessern 1,0 mm und 1,5 mm erzielt man genaue Trennschnitte, so dass diese Versuchsanordnung für den weiteren Gebrauch verwendet wird.



**Abb. 1 Kieselgur mit unterschiedlichen Trennschnitten klassiert – Aufgabematerial (mittlere KG) und Klassiergut bei Verwendung unterschiedlicher Düsen**

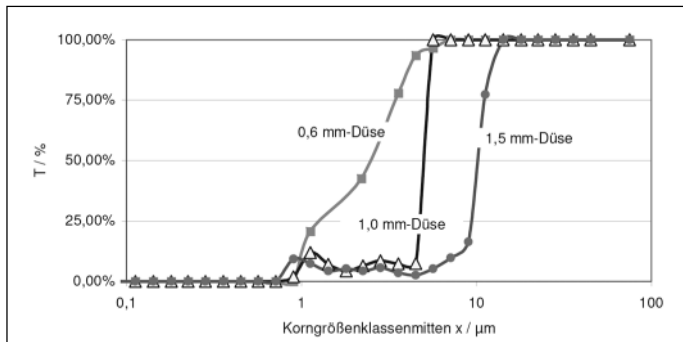


Abb. 2 Trennfunktionen von Kieselgur mit unterschiedlichen Trennkorngrößen (Klassierung mit verschiedenen Trennschritten)

Tab. 2 Vergleich der tatsächlichen mit der berechneten Trennkorngröße für mittlere Kieselgur BECO 1500

Düsendurchmesser	berechnete Trennkorngröße	tatsächliche Trennkorngröße
0,6 mm	~2,2 µm	2,5 µm
1,0 mm	~8,0 µm	4,0 µm
1,5 mm	~13,5 µm	10,2 µm

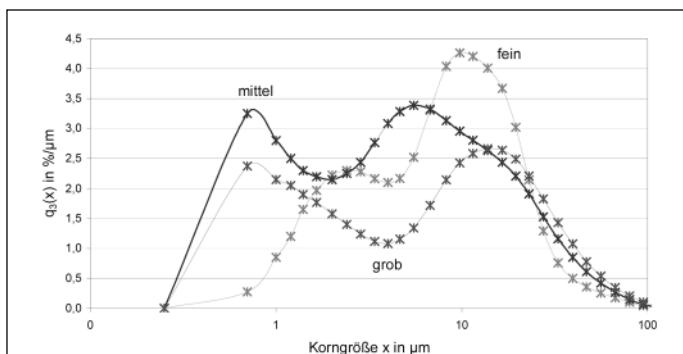


Abb. 3 Korngrößenverteilung unterschiedlicher Kieselguren. Feine Kieselgur hat wenig Partikeln im feinsten Bereich, dominiert aber den Bereich um 10 µm

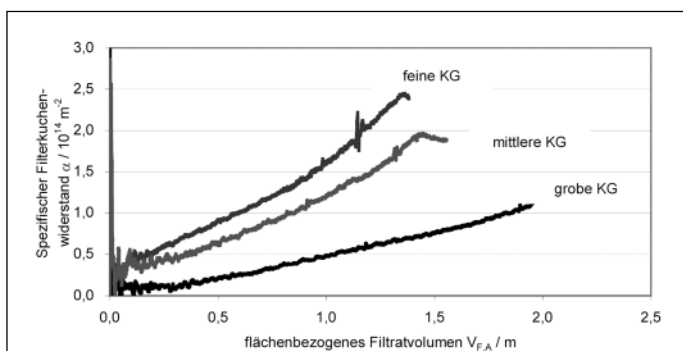


Abb. 4 Spezifischer Filterkuchenwiderstand bei unterschiedlichen Voranschwemmungen im Verlauf einer Filtration mit „schwer“ filtrierbarem Bier

### 3 Ergebnisse und Diskussion

In Versuchen werden drei Kieselgursorten verwendet, die im ersten Teil dieser Veröffentlichung bereits beschrieben wurden. Sie unterscheiden sich in Korngrößenverteilung, Kornformverteilung und in der Oberflächenbeschaffenheit. Die Dichtefunktion ihrer Korngrößenanalyse ist in Abbildung 3 noch einmal dargestellt. Daraus resultieren variierende Porengrößen- und Porenformverteilungen in den entstehenden Filterkuchen. Das gilt aufgrund unterschiedlicher Kornoberflächen für die innere Porosität und für die äußere Porosität.

Zusätzlich werden Kieselgurproben durch Klassierung granulometrisch verändert, so dass der Einfluss bestimmter Korngrößenklassen untersucht werden kann. Außerdem werden Proben mit ähnlicher Korngrößenverteilung, aber unterschiedlichen Kornformen und Kornoberflächen hergestellt. Deren Einfluss auf die Bierfiltration wird untersucht. Die Auswertung erfolgt getrennt für Primär- und Sekundärschicht.

#### 3.1 Unterschiedliche Kieselgursorten in der Primärschicht

Der Primärschicht werden bei der Anschwemmfiltration zwei Aufgaben zugeordnet:

- Sie dient als Trägermaterial für die folgende Sekundärschicht und sie überdeckt die Poren des Filtermittels;
- sie übernimmt teilweise filtrierende Eigenschaften, wenn Trubstoffe in der Sekundärschicht nicht ausreichend abgetrennt werden.

Um beide Aufgaben zu erfüllen, wird meist eine zweiteilige Primärschicht aufgebracht, deren grobe Unterseite das Filtermittel überdeckt und deren feinere Oberseite die filtrierenden Aufgaben als Sicherheitsschicht wahrnimmt. Die Aufgabe als Trennschicht wird in Großverfahren wenig beachtet, weil sich die abgetrennten Trubstoffvolumina nicht einschätzen lassen.

Abbildung 4 zeigt die Auswertung von Filtrationsversuchen mit variierender Kieselgursorte in der Voranschwemmung bei ansonsten konstanten Versuchsbedingungen (laufende Dosage, Bierprobe, äußere Filtrationsbedingungen). Bei Verwendung von „schwer filtrierbarem“ Bier, also jener Probe mit bimodaler Korngrößenverteilung und ausgeprägtem Feinanteil < 2 µm, werden Unterschiede der Kieselgursorten deutlich. In deren Abhängigkeit verläuft der spezifische Kuchenwiderstand α. Feine Trubstoffe dringen in den Kuchen ein und werden in der Sekundär-, vor allem aber in der Primärschicht abgelagert.

Die beste Abtrennung hierbei wird mit feiner Kieselgur erreicht, es folgen mittlere und grobe Produkte (stärkere Abtrennung drückt sich durch einen erhöhten spezifischen Filterkuchenwiderstand der Gesamtschicht aus). Diese Reihenfolge wird durch filtratseitige Trübungsmessungen, Feststoffkonzentrationen und Partikelgrößenuntersuchungen im Filtrat bestätigt. Die Ergebnisse lassen sich einordnen, wenn man neben der Korngrößenverteilung die weiteren granulometrischen Eigenschaften der Kieselguren betrachtet. Feine Kieselgur unterscheidet sich von beiden anderen Mustern durch meist nadelförmige Strukturen, außerdem sind viele Bruchstücke im Haufwerk vorhanden. Es resultieren engere Strömungskanäle und eine Reduzierung der Porosität. Meist tonnen- oder schiffchenförmige Partikeln der mittleren Sorte bilden leichter einen permeablen Filterkuchen. Innere Porosität und strukturierte Oberfläche begünstigen dabei die Abtrennung feinsten Trubteilchen. Die höhere Permeabilität bleibt im Filtrationsverlauf erhalten. Grobe Kieselgur ist in ihrer Korngrößenverteilung und Kornformverteilung vergleichbar der middle-

ren Gur, der Unterschied liegt in der Beschaffenheit der Kornoberfläche. Fluxkalzinierte Kieselgur weist verödete und glatte Oberflächen auf. Die geringere Abtrennungsfähigkeit für feine Trubpartikeln wird auch in der Trübungs- und Partikelmessung des Filtrates deutlich. Die Abtrennung von Trubteilchen in der Primärschicht ist mit grober Kieselgur nur unzureichend möglich.

Die Abtrennung feiner Trubpartikeln in Primärschichten lässt sich zusammenfassen:

- Feinkörnige Kieselguren trennen besser, als gröbere Sorten. Die geringere Anfangsporosität wird dadurch weiter reduziert, es kommt zu rascherem Ansteigen der Filterkuchenwiderstände.
- Haufwerke aus nadelförmigen Kieselguren haben bei gleicher Korngrößenverteilung eine geringere Porosität als solche aus vorwiegend tonnenförmigen Partikeln. Es kommt zu einer besseren Abtrennung feinsten Trubteilchen, dadurch zu einer Verengung der Strömungskanäle, weiterer Absenkung der Porosität und zur Erhöhung des spezifischen Schichtwiderstandes.
- Glatte Oberflächen an den Kieselgurpartikeln, die durch Fluxkalzination entstanden sind, behindern die Abtrennung feiner Trübungsstoffe.

### 3.2 Unterschiedliche Kieselgursorten in der Sekundärschicht

In der Sekundärschicht sollen alle Trubstoffe sicher abgetrennt werden, unabhängig von ihrer Korngröße, Kornform oder sonstigen physikalischen Eigenschaften. Vorzugsweise findet diese Abtrennung an der Eintrittsseite des Filterkuchens statt, somit entfallen Tiefenfiltrationseffekte und der spezifische Filterkuchenwiderstand bleibt konstant. Es ist problematisch, diesen Prozessablauf zu gewährleisten, wenn Trubstoffteilchen in einer breiten Korngrößenverteilung vorliegen, denn verschiedene Kieselguren trennen aufgrund äußerer und innerer Eigenschaften die verschiedenen Trubstoffe mit unterschiedlichem Erfolg ab.

Feine Kieselguren sind für eine Verwendung in der laufenden Dosage in den meisten Fällen ungeeignet. Aufgrund ihrer Partikelgrößenverteilung und ihrer charakteristischen Form (vorwiegend Nadelform und Bruchstücke) bieten sie nicht genügend Porosität, um Hefezellen und grobes Trubmaterial in der erforderlichen Menge aufzunehmen. Die Trubstoffe (Größe 5 – 10 µm) stören den regelmäßigen Aufbau des Filterkuchens. Es kann weder eine ausreichende Filtratqualität, noch ein genügend durchlässiger Filterkuchen erzielt werden. Die Verwendung feiner Guren in der Sekundärschicht ist nur dann effektiv, wenn das Volumen der Trubstoffe überwiegend aus feinen Partikeln kleiner ca. 2 µm gebildet wird.

Mittlere und grobe Kieselgursorten eignen sich für das Abtrennen der größeren Partikeln. Um ihr Vermögen einer Abtrennung von feinen Trubstoffen zu untersuchen, wird in einer Versuchsreihe eine feine Primärschicht als Sperrschicht aufgebracht, wodurch das gesamte in der Sekundärschicht nicht abgetrennte Material aufgefangen wird. Porositätsänderungen in der Primärschicht und damit verbundene Widerstandserhöhungen detektieren die feinen Trubstoffe, die in der vorgeschalteten Sekundärschicht nicht abgetrennt werden.

Abbildung 5 zeigt den Vergleich der untersuchten mittleren und groben Proben. Die Kurve der mittleren Kieselgur verläuft deutlich flacher, sie zeigt eine bessere Abtrennung in der Sekundärschicht, somit gelangt weniger Material zur Sperrschicht. Unge-nügend ist hingegen die Filtrationswirkung der groben Kieselgur. Die Trubstofffraktion < 2 µm wird nur unzureichend abgetrennt,

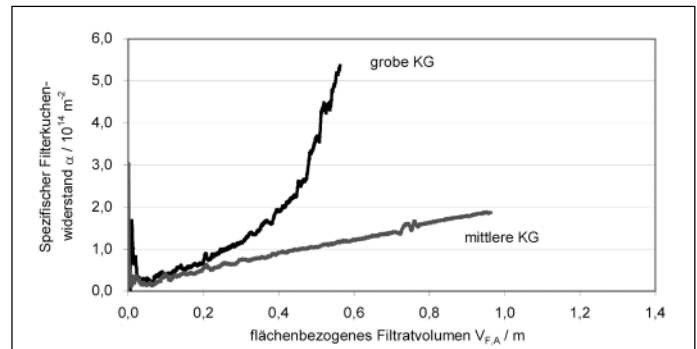


Abb. 5 Einsatz unterschiedlicher Kieselgursorten in der Sekundärschicht bei Anwendung einer Sperrschicht

dadurch kommt es zu einer raschen Verstopfung der Sperrschicht, verbunden mit dem Anstieg des Filterkuchenwiderstandes des gesamten Filterkuchens. Die Trennkraft dieser Sorte wird durch Fluxkalzination und die daraus resultierende glatte Oberfläche deutlich eingeschränkt. Auf die Bewertung der Filtrattrübung wird bei diesen Versuchen aufgrund der Verwendung einer Sperrschicht verzichtet.

Die Unterschiede in den Abtrennungseigenschaften von kalzinierten (mittleren) und fluxkalzinierten (grogen) Kieselguren lassen sich anhand rasterelektronenmikroskopischer Aufnahmen gut erklären. Abb. 6 zeigt eine frische mittlere Kieselgur in tausendfacher Vergrößerung, mit trommelförmigen Partikeln in verschiedenen Größen, die einen porösen Filterkuchen bilden. Das Lückenvolumen wird nur wenig durch kleinere Kieselgurpartikeln, nadelförmige Teilchen oder Bruchstücke ausgefüllt. Dadurch ist genügend Platz vorhanden, um Partikeln der Größe von 5 bis 10 µm einzulagern. Von ähnlicher Qualität in Bezug auf das Lückenvolumen ist die fluxkalzinierte grobe Kieselgur (Abb. 7). Auch hier bilden trommelförmige Kieselgurpartikeln einen vergleichbar porösen Filterkuchen.

Unterschiedlich sind aber die Oberflächen der Kieselgurpartikeln gestaltet. Die kalzinierte (mittlere) Sorte (Abb. 6) besitzt an ihren Zylindern fein strukturierte Poren, die teilweise auch im Innern der Zylinder zu erkennen sind. Diese Poren haben Durchmesser von ca. 0,3 bis 0,5 µm und sind regelmäßig angeordnet. Bei fluxkalziniertem grober Kieselgur (Abb. 7) sind solche feinen Poren nicht oder nur stark reduziert ausgebildet. Beide Abbildungen wurden bereits im ersten Teil dieser Arbeit veröffentlicht. Die Abtrennung feiner Trubpartikeln findet teilweise an diesen Poren statt.

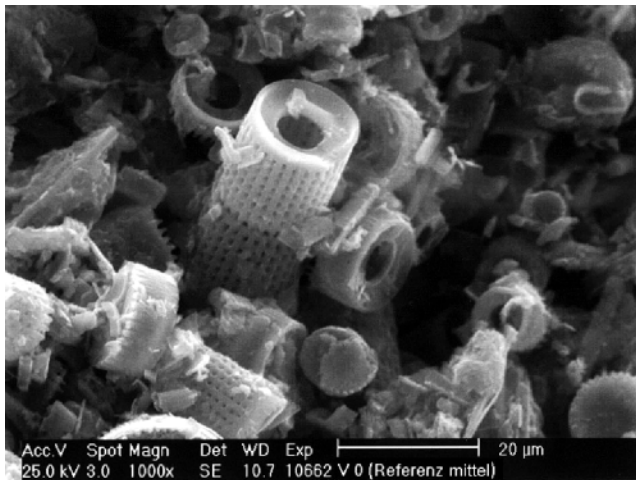


Abb. 6 Unbeladene mittlere Kieselgur. Man erkennt die tonnenförmigen Partikeln mit feinen Poren an der Oberfläche (ca. 1000fache Vergrößerung)

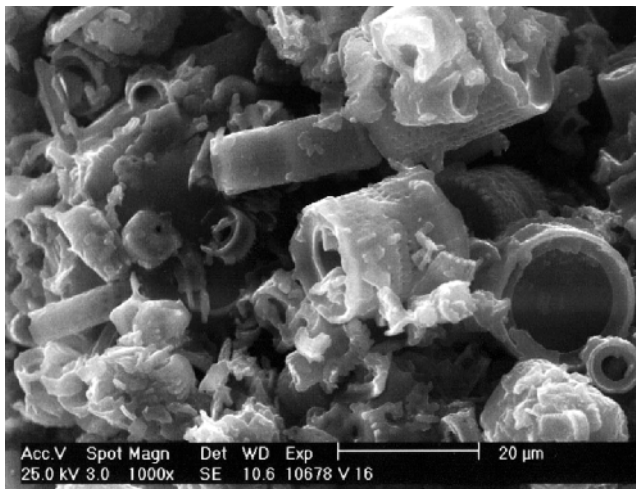


Abb. 7 Unbeladene grobe Kieselgur – man erkennt die tonnenförmigen Partikeln, die Poren an der Oberfläche sind verödet (ca. 1000fache Vergrößerung)

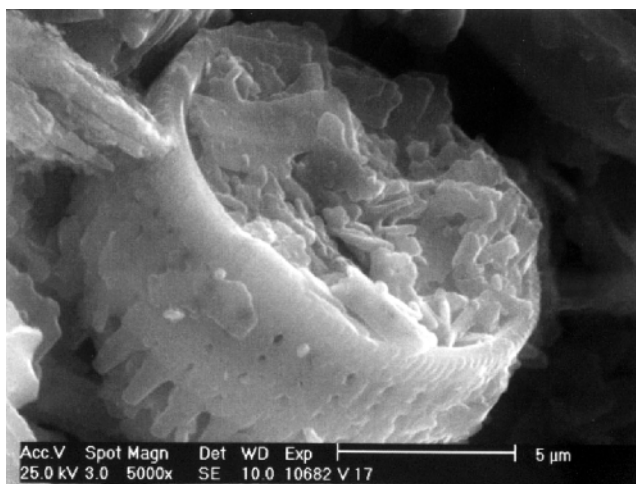


Abb. 8 Beladene mittlere Kieselgur, Trubteilchen sind an der Partikeloberfläche abgetrennt (ca. 5000fache Vergrößerung)

Abb. 8 zeigt die REM-Aufnahmen eines Kieselgurteilchens aus der Filterschicht der laufenden Dosage, die nach Ende eines Prozesses entnommen wurden. Man erkennt deutlich, dass die

freien Poren mit Trubstoffen belegt sind, die Oberfläche gleicht optisch einer fluxkalzinierten Gur. Das Abtrennungsvermögen dieser verbrauchten (beladenen) mittleren Kieselgur gleicht dem einer frischen groben Kieselgur. Die spezifischen Filtrationswiderstände sinken aufgrund der reduzierten Porosität deutlich ab.

Die Abtrennung von Trubstoffen in Sekundärschichten lässt sich zusammenfassen:

- Die Abtrennung von größeren Trubstoffen wie Hefezellen oder Eiweißagglomeraten setzt Porosität voraus, die in feinen Kieselguren strukturell nicht gegeben ist. Mittlere und grobe Kieselguren bieten aufgrund ihrer Korngrößen-, vor allem aber der Kornformverteilung die Möglichkeit zur Einlagerung von Hefezellen in das Kieselgurgerüst. Bei ausreichender Dosagemenge bleibt ein durchlässiger Kuchen erhalten.
- Die Abtrennung feiner Trubstoffe erfolgt aufgrund enger hydraulischer Durchmesser in feinen Kuchen, oder aber an feinen Poren der Oberfläche von mittleren Kieselguren. Hierzu muss ein feinstrukturiertes Gefüge der Oberflächen und große innere Porosität der Kieselgur erhalten bleiben. Die abgetrennte Menge ist aufgrund der Anzahl freier Poren in einem Filterkuchen begrenzt.

### 3.3 Einfluss klassierter Kieselgur

#### 3.3.1 Klassierte Kieselgur in Voranschwemmung und laufender Dosage

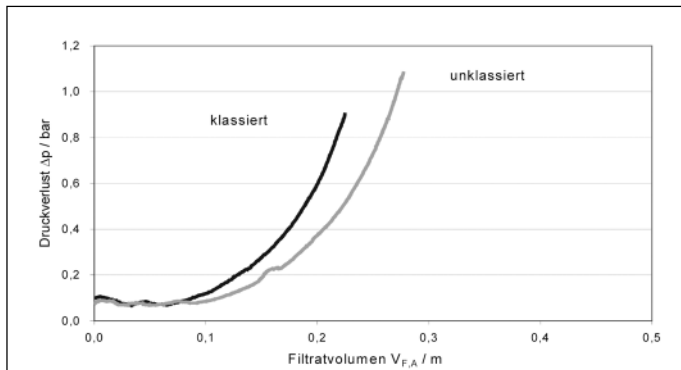
Betrachtet werden die Untersuchungsergebnisse von Filtrationen mit klassierter feiner und klassierter mittlerer Kieselgur. Bei einer errechneten Trennkorngröße von 8,0 µm wurde der Feinanteil entfernt. Ziel des Klassiervorganges war es, nicht-originaire Anteile der Kieselgur (Bruchstücke) zu entfernen, die im Aufbereitungsprozess entstehen.

Mittlere Kieselgur ist gekennzeichnet durch eine mittlere Kuchenporosität, die von feinen Bestandteilen gestört wird. Überraschenderweise ergeben die Filtrationsversuche, dass das Abtrennungsvermögen gegenüber feinen Trubpartikeln (< 2 µm) deutlich reduziert wird, wenn feine Gurpartikeln durch Klassierung fehlen. Größere Trubteilchen werden dagegen gut abgetrennt, wie Partikelgrößenanalysen des Filtrates gezeigt haben. Die Trübungswerte am Filterauslauf (> 7 EBC) sind allerdings nicht akzeptabel. Man kann folgern, dass mittlere Kieselgur durch Abtrennung der feinen Anteile die Trennwirkung für feine Trubpartikeln verliert. Sie behält aber die Trennwirkung für größere Trubteilchen. Für den praktischen Filtrationsprozess bringt die Reduzierung feiner Kieselgurpartikeln in beiden Schichten zunächst keine Vorteile.

Entfernt man mit gleicher Trennkorngröße (8,0 µm) aus einer Probe feiner Kieselgur ebenfalls Feinanteile und setzt das Grobgut für Filtrationsversuche in Primär- und Sekundärschicht ein, so werden auch hier feine Trubstoffe nur noch unzureichend abgetrennt. Die Abtrennung grober Trubpartikeln ist befriedigend. Der Vergleich mit einer unklassierten Probe zeigt, dass diese groben Teilchen besser in den Filterkuchen integriert werden. Die entstandene freie Porosität im Filterkuchen ist allerdings nicht ausreichend, um das Trubvolumen vollständig aufzunehmen.

#### 3.3.2 Klassierte Kieselgur in laufender Dosage

In weiteren Versuchen wird zur Voranschwemmung nichtklassierte feine Kieselgur als Sperrschicht verwendet (s.o.). Zur laufenden Dosage wird klassierte mittlere Kieselgur (Trennkorngrö-



**Abb 9** Voranschwemmung als Sperrschicht, laufende Dosage mit klassierter und unklassierter mittlerer Kieselgur

ße 8,0  $\mu\text{m}$ ) eingesetzt. Auch hierbei wurde zuvor der Feinanteil der Kieselgur abgetrennt. Die Ergebnisse werden mit dem Einsatz unklassierter Kieselgur verglichen.

Man erkennt die gleich gute Abtrennung von Hefezellen und anderen Partikeln durch klassierte und unklassierte mittlere Kieselgur. Die bessere Abtrennung der Feinstpartikeln durch die unklassierte Kieselgur wird in Abb. 9 verdeutlicht. Der Druckanstieg setzt bei Verwendung der unklassierten Probe später ein, als Ausdruck, dass feine Trubstoffe verzögert zur Voranschwemmung gelangen und verstopfend wirken. Die Abtrennung feiner Teilchen in der laufenden Dosage bei unklassierter Kieselgur geht stärker vonstatten, als bei der klassierten Probe im Vergleich.

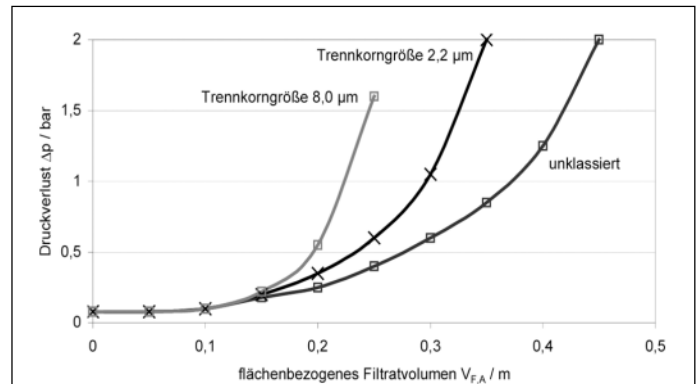
### 3.3.3 Variation der Trennkorngrößen

Variiert man bei der Klassierung einer Kieselgursorte der laufenden Dosage die Trennkorngröße, so bestätigen sich die zuvor beschriebenen Beobachtungen. Die Abtrennungsergebnisse für feine Trubstoffe verschlechtern sich, je mehr feine Anteile aus dem Haufwerk der mittleren Gur entfernt werden. Es erfolgt ein schnellerer Anstieg der Druckdifferenz beim Vorhandensein einer provozierten Sperrschicht in der Voranschwemmung (Abb. 10). Die Feinanteile durchwandern die Sekundärschicht, werden in der dichten Primärschicht abgetrennt und bewirken eine Erhöhung des Widerstandes.

Man kann zeigen, dass die Feinanteile der Kieselgur für die Abtrennung feiner Trubteilchen von Bedeutung sind. Fehlen diese Anteile im Haufwerk des Filterhilfsmittels, können Trubteilchen der Partikelgröße  $< 2 \mu\text{m}$  nicht vollständig abgetrennt werden. Fehlen die abklassierten Kieselgurteilchen im Filterkuchen, so erhöht sich theoretisch die wirksame Porosität für die Aufnahme der größeren Trubpartikeln. Ein Vorteil für den Filtrationsprozess kann daraus allerdings nicht abgeleitet werden.

### 3.3.4 Entfernung grober Kieselgurteilchen

Neben der Auswirkung feiner Kieselgurteilchen auf Kuchen Aufbau und Abtrennung wird der Einfluss grober Kieselgurpartikeln untersucht. Man kann zeigen, dass sie den Aufbau eines homogenen Filterkuchens behindern. Trennt man durch Klassierung bei einer Trennkorngröße von 26  $\mu\text{m}$  alle größeren Partikeln von einer mittleren Kieselgur ab, so ergeben sich bei deren Einsatz in der Sekundärschicht gute bis sehr gute Filtrationsergebnisse, die jene beim Einsatz unklassierter Kieselgur übertreffen. Genauere Ergebnisse bleiben weiterführenden Untersuchungen überlassen.



**Abb. 10** Schlechtere Abtrennung feiner Trubteilchen mit Kieselguren, bei denen der Feinanteil entfernt wurde

Der Einsatz klassierter Kieselgur lässt sich zusammenfassen:

- Feine Kieselgurpartikeln (Trennkorngröße 8  $\mu\text{m}$ ) sind für die Abtrennung feiner Trubteilchen in einem Filterkuchen notwendig.
- Die Abtrennung feiner Trubstoffe ( $< 2 \mu\text{m}$ ) an den äußeren und inneren Poren von Kieselgurteilchen ist eingeschränkt. Sie findet bevorzugt an verengten Strömungskanälen statt, aufgrund geringer hydraulischer Durchmesser in einer Kornschicht.
- Grobe Kieselgurpartikeln (Trennkorngröße 26  $\mu\text{m}$ ) behindern den Aufbau homogener Filterkuchen, ihre Abtrennung wirkt sich günstig auf das Filtrationsergebnis aus.

## 4 Zusammenfassung

Der vorliegende zweite Teil einer Arbeit zur Bedeutung der Tiefenfiltration bei der Kieselgurfiltration von Bier beschäftigt sich mit dem Einfluss der granulometrischen Eigenschaften verschiedener Kieselgursorten auf die Partikelabtrennung in Filterkuchen. Zu diesem Zweck wird eine Bierprobe mit bimodaler Partikelgrößenverteilung unter Verwendung verschiedener Kieselgursorten filtriert. Außerdem werden Kieselgurmuster mit Hilfe einer Aufstromklassierung granulometrisch verändert und ebenfalls für die Filtrationsuntersuchung eingesetzt.

In Primärschichten (Voranschwemmung) werden feine Trubstoffpartikeln bei Verwendung größerer Kieselgursorten ungenügend abgetrennt. Parallel dazu bleibt die Kuchenporosität weitgehend erhalten. Feinere Kieselgursorten trennen aufgrund ihrer granulometrischen Eigenschaften auch feine Trubteilchen besser, je nach Schichtdicke vollständig ab. Allerdings verstopft der Kuchen rasch. Diese Sorten bestehen meist aus Partikeln mit Nadelform, damit ist eine deutlich geringere Kuchenporosität gegeben.

In der Sekundärschicht (laufende Dosage), die vielfach als alleinige filtrierende Schicht gesehen wird, unterscheidet man die Abtrennung feiner Trubstoffe ( $< 2 \mu\text{m}$ ) von groben Trubstoffen ( $> 2 \mu\text{m}$ ) wie auch Hefezellen. Für größere Teilchen benötigt man im Filterkuchen eine ausreichende Porosität, die durch mittlere und grobe Kieselgursorten, nicht aber durch feine Guren, gegeben ist. Feine Trubstoffe werden in Filterkuchen durch verengte Strombahnen ähnlich einer Siebwirkung abgetrennt. Solche Sperrereffekte entstehen in einem Haufwerk durch feine Gurpartikeln, die den hydraulischen Durchmesser der Strombahnen des Fluids reduzieren.

Außerdem erfolgt die Abtrennung an feinen Poren, die an der Oberfläche kalzinierter (mittlerer) Kieselguren vorhanden sind. Aufgrund von Versuchen mit klassierter mittlerer Kieselgur, bei denen der Anteil feiner Partikeln entfernt wurde, lässt sich zeigen, dass diesem Abtrennungsmechanismus nur geringe Bedeutung zufällt. Fluxkalzierte (grobe) Kieselgursorten mit verödeter Oberflächenstruktur besitzen diese Trennmöglichkeit nicht.

Für die Anschwemmfiltration gilt es nach wie vor, den Mechanismen der Kuchenfiltration möglichst nahe zu kommen, indem das Filterhilfsmittel (Kieselgur) gemeinsam mit den Trubstoffen an der Kuchenoberfläche abgetrennt wird und sich ein neues, homogenes und durchlässiges Schichtelement bildet. In diesem idealen Falle bleibt der mittlere spezifische Filterkuchenwiderstand  $\alpha$  gleich, bei Filtrationsvorgängen mit konstantem Volumenstrom steigt der Druckverlust  $\Delta p$  nur mit der Filtrationsdauer an. Alle an der Oberfläche nicht abgetrennten Teilchen werden bei der Passage des Filterkuchens durch Tiefenfiltration, am Übergang zur Primärschicht oder in der Primärschicht abgetrennt. Die dabei zum Tragen kommenden Abtrennungsmechanismen können aufgrund der durchgeführten Untersuchungen qualitativ bewertet werden. Das geschieht im dritten und abschließenden Teil dieser Arbeit. Außerdem wird ein Modell vorgestellt, dass die Berechnung der optimalen Kieselgurkonzentration für die Abtrennung der als kritisch befundenen Trubstoffe  $< 2 \mu\text{m}$  in der Sekundärschicht ermöglicht.

**Symbolverzeichnis**

<i>A</i>	Fläche
<i>K</i>	Durchflusskoeffizient
<i>T</i>	Trennfunktion
<i>V<sub>F,A</sub></i>	flächenbezogenes Volumen
<i>V̇<sub>F,A</sub></i>	flächenbezogener Volumenstrom
<i>k<sub>φ</sub></i>	Schwarmbehinderungsfaktor
<i>k<sub>ψ</sub></i>	Kornformkoeffizient
<i>p</i>	Druck
<i>u</i>	Fluidgeschwindigkeit
<i>v<sub>m</sub></i>	stationäre Sinkgeschwindigkeit
<i>x</i>	Korngröße
<i>x<sub>FHM</sub></i>	Beladung des Filterhilfsmittels
$\Delta p$	Druckverlust / Druckdifferenz
$\alpha$	spezifischer Filterkuchenwiderstand
$\beta_0$	Filterkuchenwiderstand der Primärschicht
$\eta$	dynamische Viskosität
$\varphi$	Feststoffvolumenanteil
$\rho$	Dichte

Indizes:

<i>FHM</i>	Filterhilfsmittel
<i>l</i>	liquid
<i>s</i>	solid
<i>T</i>	Trennung
<i>W</i>	Wasser

**Dank**

Für die exakte Durchführung seiner studentischen Arbeit bedanken sich die Autoren bei Herrn Dipl.-Ing. Ilja Regel.

**5 Summary / Résumé**

**Husemann, K., Hebmüller, F. and Esslinger, M.: Importance of deep bed filtration during kieselgur filtration (Part 2)** — Monatsschrift für Brauwissenschaft 56, No. 9/10, 152 – 160, 2003.

**BC 25 Beer**

The now available second part of a report related to the importance of deep bed filtration during kieselgur filtration deals with the impact of particle size distribution properties of different kieselguhr varieties on particle separation in the filter cake. For these purposes a beer sample with bimodal particle size distribution is filtered using different kieselguhr varieties. Furthermore, kieselguhr samples are being modified regarding their particle size distribution by using upcurrent classifying and are also used in the filtration study. The analysis resulted in a high differentiation of particle size distribution of the samples. The poorly filterable beer shows a bimodal particle size distribution with two peaks in the range of 0.8  $\mu\text{m}$  and approx. 6  $\mu\text{m}$ . The well filterable beer shows a peak in the range of 6  $\mu\text{m}$  (characteristic particle size of yeast cells). It can be shown that particles of different particle size can be separated from beer using different mechanisms of kieselguhr filtration: via surface filtration and via deep bed filtration. Particle size distribution and surface condition of kieselguhr impact the separation process. This study is a continuation of a joint project of the TU Bergakademie Freiberg with the Freiburger Brauhaus AG.

**Husemann, K., Hebmüller, F. et Esslinger, M.: Influence de la filtration en profondeur de la filtration sur kieselguhr de la bière (2<sup>ème</sup> partie)** — Monatsschrift für Brauwissenschaft 56, No. 9/10, 152 – 160, 2003.

**BC 25 Bière**

La deuxième partie de ce travail sur l'influence de la filtration en profondeur de la filtration sur kieselguhr de la bière, concerne de l'influence des propriétés granulométriques de différentes qualités de kieselguhr sur la séparation des particules dans les gâteaux de filtration. A cet effet, on a filtré sur différentes qualités de kieselguhr, un échantillon de bière contenant des particules d'une distribution de tailles bi-modales. On a de plus modifié la granulométrie des échantillons de kieselguhr à l'aide d'un classement par courant ascendant. Ces kieselguhrs ont été utilisés pour des tests de filtration. Les essais montrent que les échantillons présentaient une grande variation suivant la distribution de la taille des particules. La bière d'une mauvaise filtrabilité présentait une distribution bi-modale des particules avec deux maxima vers environ 6mm (taille caractéristique des cellules de levures). On peut montrer qu'il est possible de séparer de la bière des particules avec une différence de taille à l'aide de différents mécanismes de la filtration sur kieselguhr: par filtration de surface ou par filtration en profondeur. La distribution de la taille des particules et la propriété de la surface des kieselguhrs prennent une influence sur les procédures de séparation. – Ce travail est une suite d'un projet effectué en commun entre la TU Bergakademie Freiberg et le Freiburger Brauhaus SA.

**6 Literatur**

1. Husemann, K., Hebmüller, F. und Eßlinger, M.: Bedeutung der Tiefenfiltration bei der Kieselgurfiltration von Bier (1). Monatsschrift für Brauwissenschaft **55** (2002) 3/4, S. 44-50.
2. Göll, G., Schulze, H., Ludwig, G., Dülsen, R.: Möglichkeiten der trockenen Aufbereitung minderwertiger Kieselgurrohstoffe. Aufbereitungstechnik (1989) 3, S. 144-151.
3. Schnick, T., Fischer, W., und Annemüller, R.: Untersuchung zur Einschätzung der Klär- und Filtrationswirkung unterschiedlicher Kieselguren. Brauwelt **138** (1998), S. 1436-1438, 1638-1640, 1839-1842.
4. Schubert, H. et al.: Mechanische Verfahrenstechnik, 3. erw. Aufl., Leipzig: Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1990.
5. Zogg, M.: Einführung in die Mechanische Verfahrenstechnik. 3. überarb. Aufl., Stuttgart: Teubner-Verlag, 1993.
6. Regel, I.: Klassierung und Anschwemmfiltration von Kieselgur. Ingenieurbeleg, TU Bergakademie Freiberg, 2001.