

TECHNISCHE UNIVERSITÄT MÜNCHEN

Lehrstuhl für Technologie der Brau- und Getränkeindustrie

# Auswirkungen des Einsatzes von Zellulose als Filterhilfsmittel in der Bierfiltration

Frank Hermann Braun

Vollständiger Abdruck der von der Fakultät Wissenschaftszentrum Weihenstephan für Ernährung, Landnutzung und Umwelt der Technischen Universität München zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktor-Ingenieurs

genehmigten Dissertation.

Vorsitzender: Univ.-Prof. Dr. H.-Chr. Langowski

Prüfer der Dissertation:

1. Univ.-Prof. Dr. Th. Becker
2. Univ.-Prof. Dr. W. Back (i.R.)
3. Priv.-Doz. Dr. H. Evers  
(Technische Universität Berlin)

Die Dissertation wurde am 14.5.2012 bei der Technischen Universität München eingereicht und durch die Fakultät Wissenschaftszentrum Weihenstephan für Ernährung, Landnutzung und Umwelt am 27.8.2012 angenommen.

# Danksagung

Meinem Doktorvater, Herrn Univ.-Prof. Dr.-Ing. habil. Thomas Becker, und seinem Vorgänger, Herrn Univ.-Prof. Dr.-Ing. habil. Werner Back, danke ich für die freundliche Aufnahme als Doktorand, die Überlassung des interessanten Themas, die gewährte Freiheit bei der Gestaltung des Projektes und die wertvollen Anregungen.

Mein besonderer Dank gilt Prof. Dr.-Ing. habil. Martin Krottenthaler für die Betreuung des Projektes, die hilfreichen Diskussionen und Anregungen, seine vielfältige und geduldige Unterstützung und die freundschaftliche Zusammenarbeit.

Priv.-Doz. Dr.-Ing. habil. Hartmut Evers, Dr.-Ing. Andreas Zeller, Dr.-Ing. Gerrit Blümelhuber und BSc Stephen Wilkinson danke ich herzlich für die zahlreichen und anregenden Gespräche zur Gestaltung und Auswertung der Versuche.

Den Diplomanden Daniel Demetrowitsch, Markus Hirthammer, Johanna Pöllinger, Arne Sperl, Leslie Sutherland und ganz besonders Nicole Hildebrand gilt mein Dank. Sie haben im Rahmen ihres Ingenieurstudiums einen engagierten Beitrag zur Entstehung dieser Arbeit geleistet.

Ferner danke ich herzlich allen Mitarbeitern des Lehrstuhls für Brau- und Getränketechnologie, der Aktienbrauerei Kaufbeuren AG, der KHS AG und der Zulieferbetriebe, die zum Erfolg dieser Arbeit beigetragen haben.

Für die bereitwillig gewährte Unterstützung bei der Formulierung der englischsprachigen Veröffentlichungen danke ich Dipl.-Braumeister Eric Toft und BSc Stephen Wilkinson.

Für die großzügige finanzielle Unterstützung des Projektes sei der Deutschen Bundesstiftung Umwelt herzlich gedankt.

Herrn Univ.-Prof. Dr. rer. nat. Horst-Christian Langowski danke ich für die Übernahme des Vorsitzes in meiner Prüfungskommission.

Meiner Frau, meinen Kindern und meinen Eltern, die mit Unterstützung, Verständnis und Verzicht diese Arbeit ermöglichten, bin ich zutiefst dankbar.

# Publikationsliste

Bisher sind im Rahmen dieser Dissertation folgende Veröffentlichungen entstanden:

## Wissenschaftliche Veröffentlichungen

Braun, F.; Back, W.; Krottenthaler, M.: Beer Filtration using Cellulose Fibres - a Review. *BrewingScience* 62 (2009), S. 33-43.

Braun, F.; Becker, T.; Back, W.; Krottenthaler, M.: Investigation of Beer Filtration Using Cellulose Fibers in a Pilot-Scale Filter Plant. *Journal of the American Society of Brewing Chemists* 68 (2010), S. 139-147.

Braun, F.; Hirthammer, M.; Krottenthaler, M.; Back, W.; Becker, T.: Vorschlag eines Labortests zur Minimierung des Versuchsaufwandes bei Pilotfiltrationen. *Chemie-Ingenieur-Technik* 83 (2011), S. 822-829.

Braun, F.; Hildebrand, N.; Wilkinson, S.; Back, W.; Krottenthaler, M.; Becker, T.: Large-Scale Study on Beer Filtration with Combined Filter Aid Additions to Cellulose Fibres. *Journal of the Institute of Brewing* 117 (2011), S. 314-328.

Braun, F.; Back, W.; Krottenthaler, M.; Becker, T.: Pilot-scale investigation on beer quality and ingredients using regenerable cellulose fibres filtration compared to kieselguhr. *BrewingScience*. Eingereicht am 11.4.2011.

## Mitteilungen

Braun, F.: Positive Fasern - Stand der Anschwemmfiltration mit Zellulosefasern. *Brauindustrie* 95 (2010), Nr. 4, S. 34-37.

Braun, F.; Becker, T.; Back, W.; Krottenthaler, M.: Bierfiltration mit Zellulosefasern im Überblick. *Brauwelt* 150 (2010), S. 392-395.

Braun, F.; Becker, T.; Back, W.; Krottenthaler, M.: An overview of beer filtration using cellulose. *Brauwelt International* 28 (2010), S. 134-137.

Braun, F.; Becker, T.; Back, W.; Krottenthaler, M.: Repaso de la Filtración de Cerveza con Fibras de Celulosa. *Brauwelt en Español* (2010/IV), S. 156-159.

Braun, F.; Pöllinger, J.; Krottenthaler, M.; Back, W.; Becker, T.: Die Filtration mit regenerierbaren Zellulosefasern - eine normative und ökologische Standortbestimmung. *Brauwelt* 151 (2011), S. 68-72.

Braun, F.; Pöllinger, J.; Krottenthaler, M.; Back, W.; Becker, T.: Filtration with regenerative cellulose fibres - a normative and ecological status review. *Brauwelt International* 29 (2011), S. 80-84.

# Inhaltsverzeichnis

Danksagung .....	II
Publikationsliste.....	III
Inhaltsverzeichnis .....	IV
Verzeichnis der verwendeten Abkürzungen.....	VII
Verzeichnis der Formelzeichen.....	VIII
1 Einleitung.....	1
2 Ausgangssituation.....	2
2.1 Filterhilfsmittel in der Bierfiltration - Stand der Filtrationssysteme .....	2
2.2 Voraussetzungen für die Anschwemmfiltration .....	4
2.3 Durchlässigkeit von Kuchenfiltern .....	6
2.4 Herkunft der Zellulosefasern .....	8
2.5 Bekannte bzw. bereits erforschte Filtrationseigenschaften von Zellulosefasern .....	10
2.6 Potentielle zusätzliche Hilfsmittel bei der Zellulosefiltration .....	12
2.7 Grundlagen der optischen Untersuchungen .....	16
2.8 Laborverfahren zur Vorhersage der Filtrationseigenschaften .....	16
2.8.1 Literaturrecherche zu geeigneten Filterhilfsmittel- bzw. Filtrierbarkeitstests .....	16
2.8.2 Untersuchung des Adsorptionsvermögens von Filtermasse nach VAN ROEY.....	18
2.8.3 Modifizierter Filtrierbarkeitstest nach RAIBLE und KREISZ.....	18
3 Material und Methoden .....	20
3.1 Bier.....	20
3.2 Filterhilfsmittel .....	20
3.3 Pilotfilteranlagen .....	21
3.4 Angepaßtes Verfahren zur Bestimmung der Trubaufnahmekapazität .....	26
3.5 Raiblefilter .....	28
3.6 Analysengeräte und -methoden.....	28
3.7 Aktivierungs- und Regenerationsprozeß für Laborversuche .....	32
4 Ergebnisse und Diskussion.....	33
4.1 Filterhilfsmittelbeschreibung und -untersuchung .....	33
4.1.1 Zusammensetzung der verwendeten Zellulosemischungen .....	33
4.1.2 Trockensubstanzgehalt der Filterhilfsmittel .....	33
4.1.3 Photographien der Filterhilfsmittel im Hellfeld.....	33
4.1.4 Partikelgrößenverteilung und spezifische Partikeloberfläche .....	36
4.1.5 Permeabilitäts- und Wasserwerte .....	38
4.1.6 Weitere Voruntersuchungen an RHA .....	38

4.2	Entwicklung von Laborverfahren zur Vorhersage der Filterhilfsmittleigenschaften .....	42
4.2.1	Bestimmung der Trubaufnahmekapazität der Filterhilfsmittel .....	42
4.2.2	Anpassung des Modifizierten Raible-Tests als Laborverfahren zur Vorhersage der Filtrationseigenschaften von Zellulosefasern .....	44
4.2.3	Beschreibung des Angepaßten Raible-Tests für Zellulose .....	56
4.2.4	Evaluierungsversuche mit dem Angepaßten Raible-Test für Zellulose.....	57
4.2.5	Vergleich mit den Ergebnissen der Pilothorizontalfilteranlage .....	62
4.2.6	Einordnung des Angepaßten Raible-Tests .....	63
4.3	Erarbeitetes Filtrierverfahren für die Pilotfilteranlagen .....	64
4.4	Pilotfiltrationen ohne Parametervariation .....	68
4.4.1	Pilotfiltrationen am Horizontalfilter .....	68
4.4.2	Pilotfiltrationen am Kerzenfilter .....	70
4.4.3	Verwendung eines nachgeschalteten Trapfilters.....	71
4.5	Variation von Filtrationsparametern bei Pilotfiltrationen .....	73
4.5.1	Vorgaben für die Versuche .....	73
4.5.2	Auswirkungen variiertes Filtrationsgeschwindigkeit .....	73
4.5.3	Filtration mit gleichbleibender Druckdifferenz .....	74
4.5.4	Variation der laufenden Dosage innerhalb einer Filtration .....	76
4.5.5	Verhalten bei Kreislaufbetrieb.....	76
4.6	Variation der Filterhilfsmittel bei Pilotfiltrationen .....	77
4.6.1	Filtrationsverlauf bei unterschiedlichen Fasermischungen.....	77
4.6.2	Spezifischer Filterkuchenwiderstand bei unterschiedlichen Mischungen .....	81
4.6.3	Einsatz mehrfach regenerierter Fasern .....	84
4.6.4	Einsatz von Kieselsol in der Bierherstellung .....	85
4.6.5	Einsatz von Kieselsol und PVPP als zusätzliche Filterhilfsmittel .....	87
4.7	Weitere Erkenntnisse über die Zellulosefiltration .....	91
4.7.1	Druckdifferenzverhalten der Zellulosefiltration .....	91
4.7.2	Verhalten bei Druckschlägen.....	94
4.7.3	Auswirkung unterschiedlicher Unfiltrattrübung auf Filtrattrübung und Standzeit .....	97
4.8	Chemische und sensorische Vergleichsuntersuchungen .....	97
4.9	Ansätze für weitere Untersuchungen .....	103
4.10	Ökonomische, ökologische und rechtliche Einordnung der Verfahren .....	104
4.10.1	Ökonomische Bilanz unter besonderer Berücksichtigung kleiner und mittelständischer Betriebe .....	104
4.10.2	Ökologische Bewertung der Verfahren .....	108
4.10.3	Rechtliche Einordnung: Reinheitsgebot .....	109
4.10.4	Vereinbarkeit mit der Herstellung von Ökobier.....	109
5	Zusammenfassung und Ausblick.....	112

Anhang .....	114
Anhang A: Aufbau der Pilothorizontalfilteranlage .....	114
Anhang B: Aufbau der Pilotkerzenfilteranlage .....	116
Anhang C: Arbeitsablauf am Pilothorizontalfilter .....	117
Anhang D: Arbeitsablauf am Pilotkerzenfilter .....	120
Anhang E: Photographien der Laborfilter .....	123
Anhang F: Standardanalysenmethoden .....	125
Anhang G: Einzelergebnisse der Mineralstoffbestimmung .....	126
Abbildungsverzeichnis .....	127
Tabellenverzeichnis .....	131
Quellenverzeichnis .....	133

# Verzeichnis der verwendeten Abkürzungen

<b>akt</b>	aktiviert
<b>al.</b>	alii
<b>CIP</b>	cleaning in place
<b>C-P-Zelle</b>	Compression-Permeability-Zelle
<b>DBU</b>	Deutsche Bundesstiftung Umwelt
<b>DIN</b>	Deutsches Institut für Normung
<b>DN</b>	diameter nominal
<b>EBC</b>	European Brewery Convention bzw. EBC-Einheit(en)
<b>EG</b>	Europäische Gemeinschaft
<b>EN</b>	Europäische Norm
<b>FAO</b>	Food and Agriculture Organization of the United Nations
<b>FHM</b>	Filterhilfsmittel
<b>GG %</b>	Gewichtsprozent
<b>Hrsg.</b>	Herausgeber
<b>IARC</b>	International Agency for Research on Cancer
<b>ISO</b>	International Organization for Standardization
<b>k.A.</b>	keine Angabe
<b>konz.</b>	konzentriert
<b>max.</b>	maximal
<b>MEBAK</b>	Mitteleuropäische Brautechnische Analysekommission
<b>PVP</b>	Polyvinylpyrrolidon
<b>PVPP</b>	Polyvinylpolypyrrolidon
<b>Ref.</b>	Referenz
<b>reg</b>	regeneriert
<b>RHA</b>	Reishülsenasche
<b>s.</b>	siehe
<b>S.</b>	Seite(n)
<b>s.o.</b>	siehe oben
<b>s.u.</b>	siehe unten
<b>spez.</b>	spezifisch

<b>SPS</b>	speicherprogrammierbare Steuerung
<b>TH</b>	Technische Hochschule
<b>TrS</b>	Trockensubstanz
<b>TU</b>	Technische Universität
<b>u.a.</b>	unter anderem
<b>URL</b>	Uniform Resource Locator
<b>UV</b>	Ultraviolett
<b>VA</b>	Voranschwemmung
<b>vgl.</b>	vergleiche
<b>Vol.</b>	volume
<b>Vol %</b>	Volumenprozent
<b>vzw</b>	Vereiniging zonder winstoogmerk (entspricht dem deutschen e.V.)
<b>WBC</b>	World Brewing Congress
<b>ZKL</b>	zylindrisch-konischer Lagertank

# Verzeichnis der Formelzeichen

Zeichen	Einheit	Erläuterung
<b>a</b>	s mL <sup>-2</sup>	Filterkuchenfaktor
<b>A</b>	m <sup>2</sup>	(Filter)fläche
<b>α, α<sub>m</sub></b>	m kg <sup>-1</sup>	Filter: Filterkonstante (spez. Filterkuchenwiderstand)
<b>α</b>		Statistik: Negativwahrscheinlichkeit
<b>b<sub>1</sub></b>	bar h <sup>-1</sup>	Steigung der Filtergeraden bei konstantem Volumenstrom
<b>B</b>	Darcy; m <sup>2</sup>	Durchlässigkeit
<b>β</b>	m <sup>-1</sup>	Filtermittelwiderstand
<b>d</b>	mm	Durchmesser
<b>Δp</b>	Pa; bar	Druckdifferenz
<b>ε</b>		Porosität
<b>F</b>		Statistischer Faktor
<b>F<sub>spez</sub></b>	hL m <sup>-2</sup> h <sup>-1</sup>	Beim Raible-Test ermittelte Vergleichszahl für das spez. Filtratvolumen von Praxisfiltern
<b>h</b>	m	Höhenunterschied
<b>H</b>	m; cm	(Filterkuchen)höhe
<b>k</b>		Umrechnungsfaktor bei der Permeabilitätsmessung
<b>k<sub>f</sub></b>	m s <sup>-1</sup>	Durchlässigkeitsbeiwert
<b>k(ε)</b>		Kozeny-Konstante
<b>κ, κ<sub>m</sub></b>	kg m <sup>-3</sup>	Filterkonstante (Verhältnis Kuchenmasse zu Filtratvolumen)
<b>m<sub>c</sub></b>	kg	Filterkuchenmasse
<b>μ</b>		Arithmetischer Mittelwert
<b>n</b>		Probenzahl
<b>η</b>	Pa s	Dynamische Viskosität
<b>p</b>	bar	Druck
<b>r</b>		Signifikanzniveau
<b>S<sub>v</sub></b>	m <sup>2</sup> m <sup>-3</sup>	spez. Oberfläche (volumenbezogen)
<b>σ</b>		Standardabweichung
<b>t</b>	s; h	Zeit
<b>T</b>	°C; K	Temperatur
<b>V</b>	m <sup>3</sup> ; hL; L; cm <sup>3</sup> ; mL	Volumen
<b>VA</b>	kg m <sup>-2</sup>	Mächtigkeit der Voranschwemmung
<b>V<sub>F</sub></b>	m <sup>3</sup>	Filtratgesamtvolumen
<b>Ṽ</b>	m <sup>3</sup> s <sup>-1</sup>	Volumenstrom



# 1 Einleitung

Den Hauptanteil des Biermarkts stellen national und international glanzfeine Biere, auch wenn bei unfiltrierten Keller-, Zwickel-, Hefeweizen- und anderen Spezialbieren die Nachfrage zunimmt. Der Großteil der Verbraucher bevorzugt ein klares Bier und assoziiert Trübungen mit Produktmängeln. Von Herstellerseite wird eine lange Mindesthaltbarkeit angestrebt, während der das Bier glanzfein bleiben muß. Die Filtration ist deswegen ein notwendiger und fundamentaler Prozeß bei der Herstellung. Sämtliche Trübungskomponenten wie Hefezellen, Bakterien, Oxalat-Kristalle, Protein-Gerbstoff-Verbindungen,  $\beta$ -Glucane und Hopfenharze müssen dabei aus dem Bier entfernt werden. Die Filtration von Bier mit Kieselgur ist heute weltweit Stand der Technik. Wegen der zunehmenden Probleme mit dieser Technologie sind indessen Alternativen gefragt. Gerade der Mittelstand braucht Lösungen, möglichst für die bereits vorhandene Anlagentechnik.

In der Literatur ist die Möglichkeit belegt, Bier anhand regenerierbarer Zellulosefasern zu filtrieren. In den letzten Jahrzehnten sind immer wieder Arbeiten über die Anschwemmfiltration mittels Zellulosefasern veröffentlicht worden. Das Verhalten von ausschließlich aus solchen Fasern bestehenden Filterhilfsmitteln wurde ebenso untersucht, wie dasjenige von Zellulosen in Mischungen mit anderen Produkten. Glanzfeines Filtrat ist dabei bisher nur mit vorgeschaltetem Separator oder durch mehrfache Zellulosefiltration realisiert worden. Mehrstufige Prozesse sind an dieser Stelle verglichen mit Kieselgur aber unwirtschaftlich.

Ziel ist daher die Entwicklung einer mit der Kieselgur-Anschwemmfiltration vergleichbaren Technologie zur einstufigen Klarfiltration von Bier unter Verwendung eines umweltfreundlichen regenerierbaren Filterhilfsmittels auf Zellulosebasis. Die Entwicklung einer Labormethode zur Einsparung von Zeit und Aufwand bei Versuchen ist ein weiteres wichtiges Ziel. Daneben steht die ökonomische, ökologische und rechtliche Bewertung des Verfahrens im Fokus.

Die Zusammenstellung einer sorgfältig getroffenen Auswahl der am Markt gebotenen Zelluloseprodukte zu einer geeigneten Mischung fand bereits im Rahmen eines vorangegangenen Projektes statt. Die dabei erarbeitete Zellulosemischung ist als Basis für die Untersuchungen im Labor- und im Pilotmaßstab beizubehalten und gegebenenfalls zu variieren bzw. mit anderen Filterhilfsmitteln zu ergänzen.

Die vorliegende Arbeit enthält zunächst die Ergebnisse der Untersuchungen zur Charakterisierung der zur Verfügung stehenden Einzelfilterhilfsmittel und der Mischungen, u.a. Trockensubstanz, äußeres Erscheinungsbild, Partikelgrößenverteilung und -oberflächen sowie Permeabilität.

Darauffolgend werden die Arbeiten über die Entwicklung und Erprobung von Laborverfahren zur Untersuchung zellulosebasierter Filterhilfsmittel dargestellt. Eine Methode dient der Ermittlung des Adsorptionsvermögens der Fasern, die andere der Vorhersage von Auswirkungen der Variation der Filterhilfsmittelzusammensetzungen oder auch anderer Filtrationsparameter auf die Filtrattrübung.

Ein komplettes Verfahren zur Zellulose-Anschwemmfiltration inklusive Filterhilfsmittelregeneration und Anlagenreinigung für die zur Verfügung stehenden Pilotfilteranlagen - ein Horizontal- und ein Kerzenfilter - wird vorgestellt, sowie die damit erzielten Ergebnisse. Diese umfassen Zellulosefiltrationen inklusive der Variation einzelner Filtrationsparameter und der Filterhilfsmittelzusammensetzung. Dabei sind auch die zusätzlichen Hilfsstoffe Kieselöl, PVPP und RHA Gegenstand von Untersuchungen. Schlüsse und Möglichkeiten für weiterführende Untersuchungen werden aufgezeigt. Am Ende steht eine ökonomische, ökologische und rechtliche Einordnung der erarbeiteten bzw. untersuchten Verfahren.

## 2 Ausgangssituation

### 2.1 Filterhilfsmittel in der Bierfiltration - Stand der Filtrationssysteme

Die Aufgabe der Filtration ist es, dem Bier die gewünschte Haltbarkeit und Glanzfeinheit zu geben bzw. unerwünschte Trübungen oder Trübungsteilchen zu entfernen. Dazu zählen auch Mikroorganismen und andere Bierinhaltsstoffe, die erst im abgefüllten Bier zu Trübungen führen würden. Es handelt sich um Proteine, Gerbstoffe, Hopfenharze, Hefen und Bakterien [137, 150, 213]. Bier gilt als glanzfein, wenn folgende Trübungswerte eingehalten werden: bei der Vorwärtsstreuung (meist im 25°-Meßwinkel erfaßt) < 0,2 EBC und seitlich gestreut (90°-Meßwinkel) < 1,0 EBC [20]. Der gesamte Brauprozess ist durchsetzt mit einer Folge von Fest/Flüssigtrennungen: Abläutern, Heißtrubentfernung, Kühltrubentfernung, Hefefernte, Gelägerabtrennung, Filtration, Stabilisierung. Bei jedem der vorgelagerten Trennschritte ist es denkbar, die eigentliche Bierfiltration zu entlasten [32].

Die Bierfiltration wird ein- oder mehrstufig durchgeführt. Meist unterscheidet man zweckmäßigerweise in Vorfiltration und Nachfiltration. Der Vorfiltration fällt dabei die Aufgabe zu, Hefezellen und andere Trübungspartikel weitestgehend abzutrennen. Vor der Nachfiltration muß das Bier bereits auf einen Feststoffgehalt von weniger als 0,1 %, berechnet als Trockensubstanz, vorgeklärt sein [18, 161]. Die Nachfiltration ist eine Feinfiltration mit dem Ziel der Glanzfeinheit. Ihr kann noch ein Stabilisierungsschritt vor- oder nachgeschaltet werden. Ein weiterer Schritt kann eine Entkeimung sein, entweder als Filtration oder als thermisches Verfahren. Dies kann auch nach dem Drucktank erfolgen. Es ist möglich, zwei oder alle drei der genannten Schritte in einem Verfahren zu vollziehen. In manchen Fällen wird eine zusätzliche Filterstufe als Sicherheit gegen Feststoffdurchbrüche installiert [76, 77]. Damit die kolloidale Stabilität des Bieres sichergestellt werden kann, muß die Filtration kalt durchgeführt werden. Bei Temperaturen oberhalb von 0 °C sind Teile der abzufiltrierenden Stoffgruppen löslich [54]. Die Effizienz der Bierfiltration wird neben der Resttrübung auch anhand der Abtrennungsrates hierfür zugegebener Mikroorganismen bestimmter Teststämme ermittelt [18].

Gegenstand der vorliegenden Arbeit ist die Vor- oder Klarfiltration des Bieres. Grundsätzlich stünde für die Bierklärung die ganze Palette der verfahrenstechnischen Möglichkeiten zur Fest/Flüssigtrennung zur Verfügung. Wie für viele Trennungsprozesse überlappen die Anwendungsgebiete der Verfahren [193]. Die mechanischen Wege (vor allem Dichtentrennung, Filtration) sind in der Regel produktschonend und energiesparend im Vergleich zu thermischen (z.B. Destillation, Trocknung) und daher vorzuziehen, soweit möglich. Bei weitgehenden Abtrennungen von Mikroorganismen und Trubstoffen aus einer flüssigen Phase vergleichbarer Dichte - wie beim Bier - sind die Filtrationsmethoden den Dichtentrennungen ebenso wie den klassischen thermischen oder chemischen Entkeimungsmethoden überlegen [12, 131, 168]. Die eigentliche Filtration kann grundsätzlich durch unmittelbar vorgelagerte Schritte wie Vorkonzentrierung, Partikelagglomeration oder spezielle Anströmung unterstützt werden [12, 36, 82]. Hierfür kommen auch Neigung [124], Überlagerung mit Mikrowellen, Ultraschall, vertikalen Schwingungen [100, 168, 243, 253], elektrischen [116, 128] oder Magnetfeldern [62, 64] in Frage, bisher allerdings überwiegend nur im Labormaßstab oder in speziellen Anwendungen außerhalb der Lebensmittelproduktion [12, 63, 115].

Im Verlauf nichtkontinuierlicher Filtrationen nimmt die Druckdifferenz zu, oder die Filtrationsgeschwindigkeit ab, oder beides findet statt [37]. Das Abfiltrieren von Mikroorganismen aus Suspensionen führt ohne geeignete Verfahren zur Bildung von nahezu undurchlässigen Deckschichten auf dem Filtermittel [121].

Bei der Klärung von Bier kommen daher vor allem die Anschwemmfiltration und die Querstromfiltration zum Einsatz [12]. Bei der Anschwemmfiltration werden die abfiltrierten Partikel durch Einlagerung in einen flüssigkeitsdurchlässigen Kuchen an der Bildung undurchlässiger Deckschichten gehindert und bei der Querstromfiltration durch die Strömung entlang der Oberfläche des Filtermittels [228]. Die Querstromfiltration gewinnt an Bedeutung und ist Gegenstand zahlreicher Forschungsarbeiten [143, 174, 192], beispielsweise zur Vermeidung von Fluxgefällen entlang der Membranen [131, 141, 142, 181], von nachlassender Permeabilität (Fouling) [140, 238] oder von permeabilitätsmindernden Deckschichten [164, 204, 256]. Mit letzteren kann man Filtrationen auch regulieren [127], z.B. anhand der Überströmgeschwindigkeit [196]. Die herkömmliche Membranfiltration, aus der die Querstromfiltration entwickelt wurde, ist für die Klarfiltration von Bier wegen der schnellen Verblockung ungeeignet [195, 259].

Bier wird mit Hilfe von Zellulosefasern bereits seit dem Beginn der industriellen Filtration filtriert, als die Klärung mit Spänen, Filtriersäcken oder leimartigen Substanzen nicht mehr ausreichte [182]. Bereits Enzinger setzte in seinem ersten Filterapparat Zellulosematten ein. Die jahrzehntelang dominierende Massefiltration setzte die Verwendung von Zellulose in der Bierfiltration lange und erfolgreich fort. Mit diesen Systemen waren bereits regenerierbare Filtermittel auf Zellulosebasis im Einsatz. Die heutige Rolle der Zellulose in der Bierfiltration ist verglichen damit eher beschränkt. Zellulose ist Hauptbestandteil der Filterschichten für die Polier- bzw. Sterilfiltration und moderner Schichtenersatzfiltermittel [110, 154]. In Kieselgurfiltern wird sie seit Jahrzehnten als ergänzendes Filterhilfsmittel eingesetzt. Sie dient dabei der besseren Bindung der Voranschwemmung an das Filtermittel, der mechanischen Stabilisierung des Filterkuchens gegen Druckstöße und, durch die Vernetzung innerhalb des Filterkuchens, einem vereinfachten Ablösen des Filterkuchens vom Filtermittel [74].

Zur Filtration von Wein, Saft und Most wird hochreine Alpha-Zellulose ( $\alpha$ -Zellulose) bereits seit den 1980er Jahren verwendet. Daneben bewährt sie sich bei Filtrationen in der Zucker-, Dextrose- und Pektinherstellung, in der chemischen Industrie, bei der Abwasseraufbereitung und bei anderweitigen Filtrationsprozessen [13, 211, 222].

Seit Jahrzehnten wird Bier auf der ganzen Welt überwiegend in Anschwemmfiltern mit Kieselgur als Filterhilfsmittel geklärt. Dabei kommen hauptsächlich Kerzen- und Horizontalfilter, aber auch noch Stüttschichtenfilter zum Einsatz, deren prinzipielle Konstruktion aus dem England der 1850er Jahre stammt. Die Diatomeenerde besitzt hervorragende Eigenschaften für die Bierfiltration, die Technologie ist ausgereift und bewährt. Bei Vorhandensein der Anlagen fallen die wesentlichen Kosten der Kieselgurfiltration für Kieselgurbeschaffung und -entsorgung an [5, 21].

Kalzinierte Kieselguren enthalten Siliziumdioxid mit einem Anteil von 20-25 % als Quarz und bis zu 30 % als Cristobalit. Flußkalzinierte Guren enthalten bis zu 45 % Cristobalit. Quarz und Cristobalit liegen in der Kieselgur in lungengängiger Partikelgröße vor. Von der International Agency for Research on Cancer (IARC) werden sie als krebserregend bei Menschen (Krebsrisikoklasse 1) eingestuft, wenn sie in die Lunge eindringen [123, 200]. Auch wenn Cristobalit nur eingeatmet in der Lunge gefährlich ist, gibt es wegen des Cristobalitgehalts und dessen Einstufung als kanzerogen seit einigen Jahren immer mehr Umstände, die gegen die Verwendung von Kieselgur sprechen. Solche Faktoren sind die Kosten der Kieselgurentsorgung, die wachsenden Anforderungen an den Arbeitsschutz und das Risiko negativer öffentlicher Wahrnehmung [30]. All dies gibt Anlaß zur Forschung nach alternativen Filtertechnologien, die in der Lage sind, die Kieselguranschwemmfiltration hinsichtlich Qualität und Wirtschaftlichkeit gleichwertig zu ersetzen [55]. Die meisten in Frage kommenden Filterhilfsmittel sind im Einkauf teurer als Kieselgur. Dieser Kostennachteil wäre durch mehrfache Verwendung kompensierbar. Daher ist Regenerierbarkeit eine wichtige Eigenschaft potentieller Alternativen.

Es gibt Veröffentlichungen über die Verringerung des Cristobalidgehalts kalzinierter und flußkalzinierter Kieselguren. Mittels Variation der Flußmittel, der Flußmittelkonzentrationen, der Temperaturen und der Kalzinierungszeit konnte die Cristobalitentstehung tatsächlich verringert werden, eine vollständige Vermeidung ist bisher jedoch ohne starke Einschränkung der Permeabilität nicht möglich [207, 208].

Die Verwertung von Gebrauchtkieselgur als Düngerezusatz ist in Deutschland gesetzlich eingeschränkt. Beispielsweise verlangt die Bioabfallverordnung [24] nach der Aufbringung kieselgurhaltiger Stoffe die sofortige Einarbeitung in den Boden. Die Düngeverordnung [60] stellt Qualitätsanforderungen (Cristobalitzwert, Nährstoffgehalt), deren Einhaltung eine Aufbereitung erfordert, und verbietet kieselgurhaltige Stoffe schon jetzt auf bestelltem Ackerland, Grünland, im Feldfutterbau sowie auf Flächen, die für den Gemüse- oder bodennahen Obstanbau vorgesehen sind. Ab 2014 gilt ein vollständiges Ausbringungsverbot. Die Lagerung der Kieselgurschlämme ist aufgrund der schnellen Zersetzung der organischen Fracht problematisch [176, 199], die Zugabe zu Trebern oder Maische scheitert an der Futtermittelverordnung [88], die Einleitung in das Abwasser an den meisten kommunalen Abwasservorschriften bezüglich der Feststoffbeladung [200]. In Deutschland ist nach der Verordnung über Deponien und Langzeitlager [52] eine Deponierung von unbehandeltem Kieselgurschlamm wegen des hohen Gehalts organischer Bestandteile nur auf Deponien der Klasse III - auch Sondermülldeponien genannt - möglich. Dies ist wegen der hohen Gebühren unwirtschaftlich [29].

Alle Versuche, Kieselgur wiederzuverwenden, sind bisher den Nachweis der Wirtschaftlichkeit schuldig geblieben [32]. Dies gilt für die nassen [173, 210] Verfahren ebenso wie für die thermischen [113, 155, 209].

Zwar gibt es in der Braubranche etablierte Alternativen zur Kieselgurfiltration, wie z.B. die Tangentialfluß- oder Querstromfiltration. Diese sind aber nicht in jeder Brauerei einsetzbar. Vor allem den Brauereien mit großer Sortenvielfalt und häufigen Produktwechseln bzw. schwankender Unfiltratqualität fehlen wirtschaftliche Alternativen [86, 216].

Sowohl den theoretischen Grundlagen der Filtration als auch der Anlagen- und Prozeßauslegung wird immer noch großes Entwicklungspotential zugeschrieben [11]. Ein vor diesem Hintergrund entwickelter neuartiger Horizontalspaltsiebfilter stand neben den regenerierbaren Zellulosefasern als Filterhilfsmittel im Fokus der vorliegenden Untersuchung.

## 2.2 Voraussetzungen für die Anschwemmfiltration

Bei der Kuchenfiltration in reiner Form lagern sich die Partikel an der jeweils aktuellen Kuchenoberfläche ab, die dadurch ständig erneuert wird. Es liegt eigentlich eine Oberflächenfiltration mit laufend veränderter Oberfläche vor [152, 228]. Die Anschwemmfiltration stellt hier einen Spezialfall dar, bei dem die kuchenbildenden Partikel - im Wesentlichen das Filterhilfsmittel - vor Eintritt in den Filterapparat zudosiert werden und gegebenenfalls vor Beginn der eigentlichen Filtration teilweise vorangeschwemmt werden [12]. Auf der anderen Seite kann diese Oberflächenfiltration in Tiefenfiltration übergehen. Dies ist abhängig von der Kuchenstruktur [106]. Bei der Anschwemmfiltration von Bier wandern, abhängig vom gewählten Filterhilfsmittel, Trubpartikel in den Kuchen, so daß in der Tiefe des Kuchens noch eine Abtrennung stattfindet, und damit neben einer Oberflächenfiltration mit laufend erneuerter Oberfläche auch eine Tiefenfiltration vorliegt [101, 120, 197].

Die Partikelabtrennung in der Tiefe ist vor allem für die Retention sehr kleiner Partikel (Durchmesser  $< 1 \mu\text{m}$ ) bei kleiner Feststoffbeladung vorteilhaft und beruht auf zwei unterschiedlichen Wirkungsprinzipien [12, 105, 107].

Durch Anziehung können Partikel zurückgehalten werden, deren Abmessungen viel kleiner sind als die Porendurchmesser - und die also von der Größe her den Filter leicht passieren könnten. Dieser adsorptive Mechanismus kann in Bezug auf Filtrationseffizienz, Durchflußrate und Abtrennungskapazität mehr leisten als die Raumsiebwirkung, die größere Partikel im Filter zurückhält [190]. Gerade bei tiefenwirksamen Filterhilfsmitteln ist jedoch darauf zu achten, daß das Bier nicht durch Adsorption wertvoller Inhaltsstoffe negativ verändert wird [130]. Kieselgurfiltration trennt Partikel vor allem an der jeweiligen Oberfläche ab. Daneben ist auch Tiefenwirkung gegeben [120, 201]. Bei Zellulose ist ein größerer Anteil der Tiefenwirkung anzunehmen.

Sowohl für die Einlagerung von Trubpartikeln an der Kuchenoberfläche als auch für deren Abtrennung in der Tiefe können Wechselwirkungen zwischen den Partikeln eine große Rolle spielen [134]. In der Tiefe festgehaltene Partikel können ab einem „kritischen“ Flux wieder mitgerissen werden. Diese Grenze sinkt und damit steigt die Wahrscheinlichkeit des Partikeldurchbruchs mit wachsender kinematischer Viskosität der Suspension und mit abnehmendem Porenradius im Kuchen [145]. Auf Filterkuchen abgelagerte verformbare Partikel müssen von weiterem Filterhilfsmittel umgeben werden, um die Durchlässigkeit aufrechtzuerhalten [121].

Je komplexer die Filterhilfsmittelmischung, desto mehr Aufwand kann für die Erzielung und Überwachung der erforderlichen Mischgüte nötig sein [46, 47]. Eine unvollständige Benetzung der Filterhilfsmittelpartikel erhöht die Druckdifferenz und muß vermieden werden [101].

Die Permeabilität eines Filterkuchens hängt von den Eigenschaften der beteiligten Partikel und daneben von der Kuchenstruktur ab, deren Ausbildung zwar einen stochastischen Vorgang darstellt, die unter ähnlichen Bedingungen jedoch stets ähnlich verläuft [220]. Das Sedimentationsverhalten der beteiligten Partikel ist von Bedeutung für die Eigenschaften der resultierenden Filterkuchen [70]. Dabei ist zu beachten, daß sich die Sedimentation sphärischer und nichtsphärischer Partikel qualitativ unterscheidet [39] und daß einzelne Stellen im Kuchen erheblich abweichen können von den jeweils aktuellen Durchschnittswerten für z.B. Partikelgrößenverteilung, lokale Strömung, Partikelkonzentration [194].

Bei der Anschwemmfiltration müssen Unfiltrat, Filtermittel und Filterhilfsmittel aufeinander abgestimmt sein [56, 257]. Sie ermöglicht dann eine flexible und auf die Unfiltratqualität abgestimmte Arbeitsweise [43].

An ein Filterhilfsmittel zur Anschwemmfiltration sind folgende Anforderungen zu stellen:

- Es muß lebensmittelecht sein.
- Es muß suspendierbar sein.
- Es muß anschwemmbar sein.
- Es muß homogenisierbar sein [173].

Die Qualität der Anströmung auf die Elemente von Horizontalfiltern spielt vor allem für die Standzeit eine Rolle [92]. Bei Kerzenfiltern ist die Anströmung noch bedeutender. Hier muß auch eine permanente Durchströmung des Filterkuchens gegeben sein, um dessen Abrutschen oder Ablösen zu vermeiden. Allen konventionellen Kerzenfiltern ist gemeinsam, daß die vertikale Strömungsgeschwindigkeit im Filterkessel abnimmt. Unter der Lochplatte erreicht sie den Wert Null. Der Einlaufverteiler soll hier einen Ausgleich schaffen. Er erzeugt sogenannte vagabundierende Strömungen im Kessel, die eine Filterhilfsmittelverteilung auch bis an das obere Kerzenende gewährleisten sollen. Eine Anpassung an unterschiedliche Sinkgeschwindigkeiten von Filterhilfsmitteln, vor allem alternativen, ist mit klassischen Kerzenfiltersystemen daher nur sehr schwierig zu erreichen [78, 80, 129]. Deshalb war die Anwendung der Anschwemmfiltration mittels Zellulose in einem herkömmlichen Kerzenfilter ein Gegenstand des Projekts.

## 2.3 Durchlässigkeit von Kuchenfiltern

### Durchlässigkeit, Filterwiderstand und Druckdifferenz

Neben der Rückhaltung von Partikeln muß ein Filterkuchen den Ablauf des Filtrates ermöglichen. Die Durchlässigkeit oder Permeabilität ist daher eine wichtige Eigenschaft der Filterhilfsmittel. Als Ergebnis seiner Betrachtungen zur Strömung von Grundwasser formulierte der französische Ingenieur HENRY DARCY als Erster eine Gesetzmäßigkeit zur Beschreibung der Durchströmung poröser Medien. Der Volumenstrom durch eine prismenförmige Probe durchlässigen Materials ist proportional zu deren Querschnittsfläche  $A$  und zum Höhenunterschied  $h$ . Er ist umgekehrt proportional zur Länge  $H$  der durchströmten Probe. Der Proportionalitätsfaktor  $k_f$  heißt auch Durchlässigkeitsbeiwert [45, 229]. Es ergibt sich Gl. (1).

Gl. (1)

$$\dot{V} = k_f \times \frac{h}{H} \times A$$

Auch für die Durchströmung von Filterkuchen besitzt dies Gültigkeit: im Falle laminarer Strömung - die beim Durchströmen der engen Poren eines Filterkuchens stets gegeben ist - zeigt sich der Druckverlust proportional zum spezifischen Durchsatz, zur durchströmten Kuchendicke und zur dynamischen Viskosität der Flüssigkeit sowie umgekehrt proportional zur Permeabilität des Filterkuchens. Zur Beschreibung der Kuchenfiltration ist die Gleichung nach DARCY daher in der Form von Gl. (2) geeignet.

Gl. (2)

$$\Delta p(t) = \frac{\eta}{A} \times \left( \frac{\alpha \times \kappa}{A} \times V(t) + \beta \right) \times \frac{dV}{dt}$$

Darin ist  $\Delta p(t)$  die Druckdifferenz zum Zeitpunkt  $t$ ,  $\eta$  die dynamische Viskosität der Flüssigkeit,  $A$  die Filterfläche,  $\alpha$  der spezifische Filterkuchenwiderstand,  $\kappa$  das Verhältnis von Kuchenmasse zu Filtratvolumen,  $V(t)$  das Filtratvolumen zum Zeitpunkt  $t$  und  $\beta$  der Filtermittelwiderstand.  $\alpha$  ist der Kehrwert des oben genannten Durchlässigkeitsbeiwerts  $k_f$  [152, 228].

Bei Ergebnissen aus Filterversuchen mit konstantem Volumenstrom gelten Gl. (3) und Gl. (4).

Gl. (3)

$$\alpha_m = \frac{\alpha \times \kappa}{\kappa_m} = \frac{V_F \times \alpha \times \kappa}{m_c}$$

Gl. (4)

$$\alpha \times \kappa = b_1 \times \frac{1}{\eta} \times \left( \frac{A}{V_F t^{-1}} \right)^2$$

Die Gleichungen (3) und (4) zeigen, daß der auf die Kuchenmasse bezogene spezifische Kuchenwiderstand  $\alpha_m$  (meist in  $\text{m kg}^{-1}$ ) von dem Filtratgesamtvolumen  $V_F$ , der Trockenmasse des Filterkuchens  $m_c$ , der Steigung  $b_1$  der Filtergeraden für konstanten Volumenstrom, der dynamischen Viskosität  $\eta$ , der Filterfläche  $A$  und der benötigten Zeit  $t$  abhängt [152, 228].

Die spezifische Durchströmbarkeit (Permeabilität) poröser Körper kann allgemein nach Gl. (5) berechnet werden. Nach HENRY DARCY ist eine Einheit zu ihrer Messung benannt, das Darcy. Fließt eine

Flüssigkeit der Viskosität 1 mPa s bei einer Druckdifferenz von 1 bar mit dem spezifischen Volumenstrom  $1 \text{ cm}^3 \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$  durch poröses Material, besitzt dieses eine spezifische Durchlässigkeit oder Permeabilität B von 1 Darcy.

Gl. (5)

$$B = \frac{\eta \times (\dot{V}/A) \times H}{\Delta p}$$

$\eta$  ist die dynamische Viskosität der Flüssigkeit,  $\dot{V}/A$  ist der spezifische Volumenstrom, H ist die Höhe des Filterkuchens in cm,  $\Delta p$  die Druckdifferenz. Aus den Einheiten ergibt sich Gl. (6).

Gl. (6)

$$1 \text{ Darcy} = \frac{1 \text{ mPa s} \times (1 \text{ cm}^3 \text{ s}^{-1} / 1 \text{ cm}^2) \times 1 \text{ cm}}{1 \text{ bar}} = 10^{-8} \text{ cm}^2 = 10^{-12} \text{ m}^2$$

Feine Kieselgur besitzt eine Permeabilität von ca. 0,1 Darcy, grobe Gur ca. 1 Darcy, Zellulosefasern unfibrilliert 1-2 Darcy, fibrilliert > 10 Darcy [90, 152, 171].

Bei einer Druckdifferenz von 1 bar bestimmte Wasserwerte nach Schenk können gemäß Gl. (7) näherungsweise in Milli-Darcy (mDarcy) umgerechnet werden,

Gl. (7)

$$B = \text{Wasserwert} \times H \times 0,2014$$

mit der Schichtdicke bzw. Filterkuchenhöhe H in cm [171].

Den Einfluß von Porosität und Partikeloberfläche berücksichtigt darüberhinaus Gl. (8), die CARMAN-KOZENY-Gleichung,

Gl. (8)

$$dV/dt = \frac{\varepsilon^3 \times \Delta p \times A}{S_V^2 \times (1 - \varepsilon)^2 \times k(\varepsilon) \times \eta \times H}$$

mit  $\varepsilon$  als Porosität,  $S_V$  als volumenbezogene spezifische Partikeloberfläche und  $k(\varepsilon)$  als Kozeny-Konstante. Letztere ist prinzipiell von der Porosität abhängig, im für die Anschwemmfiltration relevanten Bereich ( $0,3 \leq \varepsilon \leq 0,65$ ) gilt jedoch  $k(\varepsilon) = \text{const.} \approx 4$ . Mit zunehmender Porosität und mit kleinerer spezifischer Partikeloberfläche wird der Volumenstrom durch den Filterkuchen demnach größer [228].

In der Praxis ist vor allem bei schwer filtrierbarem Bier das Phänomen des plötzlichen Druckanstiegs bekannt. Das Fließverhalten von Bier in einem porösen Filter scheint neben der Scherviskosität auch von der Dehnviskosität beeinflusst zu werden. Entsprechende Dehnkräfte können beim Durchströmen von Poren mit unterschiedlichem Durchmesser auch bei laminarer Strömung auftreten und die Druckdifferenz sprunghaft ansteigen lassen. Diesen Effekt löst vermutlich die strömungsverursachte Veränderung makromolekularer und partikulärer Strukturen aus, wie z.B. die Deformation bzw. Auffaltung von kolloidal gelösten Bierbestandteilen [58].

Filtermittel neigen im Lauf der Nutzung zum teilweisen Verblocken, was den Filterwiderstand erhöht. Sie müssen deswegen einer laufenden Kontrolle und gegebenenfalls grundlegenden Reinigungen unterzogen werden [235, 258].

### **Besonderheiten kompressibler Filterkuchen**

Kompressible Filterkuchen sind inhomogen [163]. Sie weisen entlang der Kuchenhöhe einen Gradienten in ihrer Porosität auf, dessen Bedeutung stark vom Verhalten der Komponenten und ihrer Wechselwirkungen abhängt [11, 79, 237]. Bei der Vorhersage der zu erwartenden Filtrationsgeschwindigkeit kommt der Abschätzung des mittleren spezifischen Filterwiderstandes zentrale Bedeutung zu [232, 236]. Vor allem bezogen auf den tatsächlichen Verlauf fällt dies auch mit Computersimulationen immer noch schwer [59]. Der Filterwiderstand bei Kuchenfiltrationen setzt sich zusammen aus dem Widerstand des Filtermittels und dem des Kuchens. Er ist damit immer abhängig vom abzutrennenden Partikelsystem und muß jeweils für dieses bestimmt werden [7, 108, 225]. Dabei können Aggregationsvorgänge gegebenenfalls die Permeabilität erhöhen, indem Partikel mit größerem hydrodynamischem Durchmesser entstehen und gleichzeitig die effektive Partikelanzahl abnimmt [96]. Die innere Porosität der Filterhilfsmittel senkt den Fließwiderstand und verfeinert die Siebwirkung [67]. Unter vergleichbaren Bedingungen hängen Filterkuchenwiderstand und Porosität linear zusammen [268]. Die Vergleichbarkeit ist jedoch eingeschränkt, wenn Unterschiede auftreten in Partikelgröße, Strömung, Partikelform, -oberflächenstruktur, -oberflächenladung, -verformbarkeit, -abrasivität und -wechselwirkung, betreffend sowohl die abzufiltrierenden Partikel als auch die Partikel des Filterhilfsmittels [14, 43, 206].

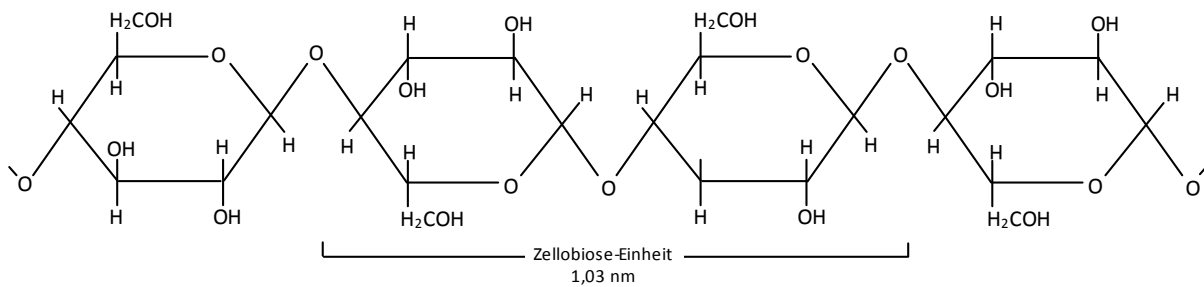
Kompressibilität von Haufwerken setzt nicht zwangsläufig Kompressibilität der beteiligten Partikel voraus. Als Ursachen kommen Umlagerung, Deformation und Bruch der Partikel und auch Wechselwirkungen zwischen feinen Partikeln in Frage [4]. Kompressible Filterkuchen verringern mit zunehmender Druckdifferenz ihre Porosität, während sich die volumenbezogene spezifische Oberfläche erhöht [41]. Bei einem unter Praxisdruck inkompressiblen Kuchen (z.B. aus Kieselgur oder Perlit als Filterhilfsmittel) verhält sich der Filtratstrom bei gleicher Kuchenhöhe proportional zur Druckdifferenz, im Verlauf einer Anschwemmfiltration ist dadurch der Verlauf von  $\Delta p(t)$  nahezu linear [3]. Im kompressiblen Fall ist die Fluxzunahme bei gleicher Kuchenhöhe und größerer Druckdifferenz infolge der eintretenden Porositätsminderung jedoch unterproportional, eine optimale Druckdifferenz gibt es möglicherweise nicht [3, 4]. Stark kompressible Kuchen weisen einen Grenzdruck auf, oberhalb dessen eine weitere Druckdifferenzerhöhung zu keiner Zunahme der Fließgeschwindigkeit führt [3, 218]. Kuchenfiltrationen werden wegen der einfacheren Handhabung meist mit konstantem Flux geführt, indessen kann auch eine konstante Druckdifferenz eine günstige Strategie sein [28].

Der von LEICKIS [145] gefundene lineare Zusammenhang zwischen kleinerem Porendurchmesser im Kuchen und der Wahrscheinlichkeit, daß zuvor in der Tiefe des Kuchens zurückgehaltene Partikel wieder mitgerissen werden, läßt für kompressible Kuchen eine Zunahme der Trübung mit zunehmender Druckdifferenz erwarten, sofern hier der „kritische“ Flux erreicht wird.

## **2.4 Herkunft der Zellulosefasern**

Das Polysaccharid Zellulose ist das isotaktische  $\beta$ -1,4-Polyacetal der Zellobiose  $(C_6H_{10}O_5)_n$  und besteht aus unverzweigten, wasserunlöslichen Ketten (s. Abb. 2.1). Kein organischer Stoff kommt in pflanzlichem Gewebe häufiger vor als Zellulose, die meist im Verbund mit Hemizellulosen und Lignin auftritt. Zellulose hat eine mikrokristalline Faserstruktur, ist unlöslich in Wasser und organischen Lösungsmitteln, jedoch hygroskopisch und quillt im Unterschied zu Kieselgur oder Perliten in Wasser. In alkalischer Lösung quillt Zellulose stark auf und kurzkettige Anteile mit einem durchschnittlichen Polymerisationsgrad (d.h. Glucoseeinheiten)  $< 200$  gehen in Lösung [81, 95, 109, 118].





**Abb. 2.1:** Ausschnitt aus der Strukturformel von Zellulose [81]

Zellulose wächst in sehr großen Mengen nach. Laut Schätzung der FAO gab es auf der Erde 2010 ca.  $650 \times 10^9$  t lebendes Waldholz. Dieses besteht zu 40-50 % aus Zellulose, also  $260-325 \times 10^9$  t. Jährlich wachsen ca.  $1,3 \times 10^{10}$  t Zellulose nach [81, 84, 203].

Zellulose als Hilfsstoff für die Filtration von Lebensmitteln muß geschmacklich neutral sein, damit sie das Filtrat sensorisch nicht verändern kann [222]. Daher wird auf hochreine  $\alpha$ -Zellulose zurückgegriffen.  $\alpha$ -Zellulose ist definiert als diejenige Faserfraktion, welche einen Polymerisationsgrad  $> 200$  besitzt sowie in 17,5-prozentiger NaOH und in 24-prozentiger KOH unlöslich ist [81].

Der Herstellungsprozeß besteht aus Entrindung der Hölzer, Zerkleinerung zu Schnitzeln (Länge ca. 1-4 cm), Faser-trennung (z.B. mechanisch oder chemisch durch Kochung unter Druck), Abtrennung von Lignin und Hemizellulosen (saure Sulfitverfahren, alkalische Veredelung) sowie Aufhellen der Fasern durch Waschen und Bleichen [81, 94, 262]. Ein Teil der Produkte wird zusätzlich fibrilliert. Dabei wird der Gewebeverbund mechanisch belastet und dadurch Einzelfasern herausgelöst. Alternativ kann auch enzymatisch fibrilliert werden. Für die Eignung der Faserprodukte bei der Bierfiltration sind die Feinheit der Vermahlung, die resultierende Länge der Fasern und ggf. deren Grad der Fibrillierung wichtig [33, 226].

Zellulose besitzt im für die Bierfiltration relevanten Bereich um pH 4,5 ein ausgeprägt negatives Zeta-Potential. Je feiner der Mahlgrad desto größer ist dabei die Leitfähigkeit, d.h. die spezifische elektrische Leitfähigkeit, und damit auch das Zeta-Potential [266]. Als Zeta-Potential wird das elektrokinetische Spannungsgefälle an der Phasengrenze zwischen fest und flüssig bezeichnet [90, 230]. Es entsteht durch das Abscheren des diffusen Teils der elektrischen Doppelschicht, die einen geladenen Körper in einer polaren Flüssigkeit umgibt und die an sich die Ladungen kompensiert. Dabei wird Nettoladung transportiert und in der Scherebene ist ein Potential vorhanden, das Zeta-Potential [23, 157]. Mit zunehmendem pH nimmt das Zeta-Potential ab [171]. Zellulose wirkt durch ihr negatives Zeta-Potential wie ein schwacher Kationenaustauscher [136]. Ebenso wie die Zellulose sind die wesentlichen trübenden Bierinhaltsstoffe, also Mikroorganismen und andere organische Partikel, in wäßrigen Medien negativ geladen. Dies läßt eigentlich keine Adsorption erwarten. Stoffe mit positiver Oberflächenladung begünstigen durch elektrostatische Anziehung sowohl den Transport der Partikel an die Oberfläche des Adsorbens als auch das Festhalten. Man spricht von polarer Adsorption [157]. Ohne die Siebwirkung zu ändern, nimmt das Zeta-Potential über die Adsorption wesentlichen Einfluß auf die Kuchenfiltration [147, 205].

Am Filterhilfsmittelmarkt ist aus oben genannten Gründen ein Trend weg von mineralischen Stoffen festzustellen, was zur laufenden Verbesserung des Angebots von Zellulosefasern führt [6].

## 2.5 Bekannte bzw. bereits erforschte Filtrationseigenschaften von Zellulosefasern

Die wesentlichen einschlägigen Ergebnisse folgender Autoren wurden ausgewertet: EVERS [76], DONHAUSER ET AL. [54, 55], WACKERBAUER ET AL. [250, 252] und LIU [151], die sich mit der Anschwemmfiltration mittels Zellulose und PVPP befaßten. Daneben wurden weitere Arbeiten über ähnliche Filtertechnologien ausgewertet [30, 40, 67, 99, 129, 170, 172, 173, 260, 264]. Die bisher veröffentlichten Erkenntnisse zum Anschwemmverhalten von Zellulosefilterhilfsmitteln lassen sich folgendermaßen zusammenfassen:

Filterhilfsmittel aus Zellulose sind aus sensorischer Sicht der Kieselgur ebenbürtig. Dies wurde an Bier ebenso bestätigt, wie an Wein [76, 89].

Zellulose neigt nicht zur Agglomeration, läßt sich gut anschwemmen und bildet als Voranschwemmung eine feinfaserige, papierartige Schicht, die für eine gute Haftung auf dem Filtermittel bei freibleibenden Poren sorgt. Dabei ist sie in der Lage, Schadstellen zu überbrücken. Sie bildet elastische, anpassungsfähige Filterkuchen, die sich leicht und sauber vom Stützgewebe lösen lassen. Das Sedimentationsverhalten der Zellulose unterscheidet sich von dem der Kieselgur (s. Abb. 2.2). Während des Sedimentierens aus wäßrigen Suspensionen bildet Kieselgur von Beginn an einen kompakten Bodensatz unter einer fortschreitend ausklarenden Flüssigkeit, wobei die Höhe des Sediments wächst und der einmal abgesetzte Bodensatz sich nicht wesentlich verdichtet. In Wasser suspendierte Zellulose bildet schnell eine scharfe, nach unten wandernde Trennlinie. Die Flüssigkeit oberhalb dieser Linie ist klar, das Sediment darunter verdichtet sich zunehmend [40, 76].

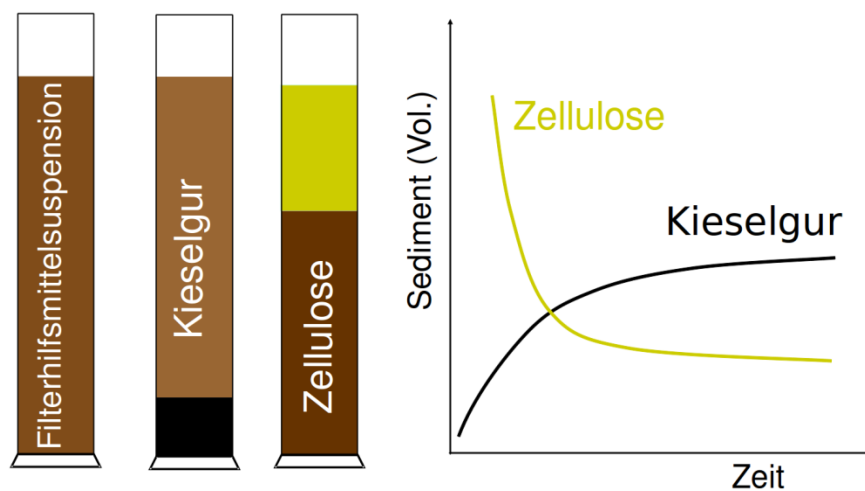


Abb. 2.2: Sedimentationsverhalten von Zellulose und Kieselgur im Vergleich [76]

Daher muß beim Anschwemmen und auch beim laufenden Dosieren jegliche Entmischung der angerührten Filterhilfsmittelsuspension sorgfältig vermieden werden [250]. Die Voranschwemmung in Horizontalfiltern ist im Sinne einer gleichmäßigen Verteilung auf den Sieben nicht mit einem Einlauf, sondern von oben und von unten und mit doppelter Filtrationsgeschwindigkeit durchzuführen. Bei der Voranschwemmung erwies sich eine Flächenbelastung von ca.  $1,75\text{-}2,0\text{ kg m}^{-2}$  als optimal. Deutlich knappere Voranschwemmung führt zum vorzeitigen Verblocken, entsprechend stärkere zum vorzeitigen Erschöpfen des Trubraums. Als laufende Dosage sind  $150\text{ g hL}^{-1}$  oder mehr nötig.

Auf Filtern mit 25 mm Siebabstand führt der begrenzte Trubraum zu frühzeitigem Abbruch der Filtration [76]. Die Trubkapazität üblicher, für Kieselgur ausgelegter Anschwemmfilter muß deswegen für die Filtration mit Zellulosefasern vergrößert werden.

Bezüglich der Zusammensetzung der Filterhilfsmittel wird in der Literatur Folgendes als relevant erachtet:

Vereinfacht dargestellt führen zunehmender Mahlgrad und zunehmender Fibrillierungsgrad zu einer Zunahme des Kuchenwiderstandes [151]. Dabei stehen die drei wesentlichen Fasertypen in Wechselwirkung. Lange Fasern bilden ein Stützgeflecht und lockern den Kuchen auf, erhöhen seine Kompressibilität und vermindern in hohen Anteilen und bei großen Trübungen die Leistung. Kurze Fasern bilden ein feines Netz, verringern dadurch die Kompressibilität und vermindern ihrerseits in hohen Anteilen und bei großen Trübungen die Leistung. Fibrillierte Fasern reduzieren bei entsprechendem Anteil die Trübung, allerdings erhöhen sie dann auch die Kompressibilität [76]. Ein Anteil fibrillierter Zellulose ist unabdingbar. Nicht die Feinheit der Zellulose, sondern der Grad des mechanischen Aufschlusses der Fibrillen ist für die Trübungsreduzierung und für die Glanzfeinheit ausschlaggebend [252]. Im Unterschied zu Kieselgur besitzt Zellulose keine innere Porosität [67].

Daneben sind weitere Eigenschaften der Zellulosefilterhilfsmittel zu beachten:

Der Druckanstieg verläuft anfangs nahezu linear. Filterkuchen aus Zellulosefasern sind jedoch inhomogen und kompressibel. Dadurch nimmt der Durchflußwiderstand bei steigender Druckdifferenz überproportional zu [3, 151, 252]. Bei Filtrationen ohne vorgeschalteten Separator führen insbesondere schlecht filtrierbare Biere zu vorzeitigem Filtrationsabbrüchen. Je dicker der Filterkuchen, desto anfälliger ist er gegen Trubdurchschlag infolge von Druckstößen [76, 264]. Zunächst höhere und nach 2 h verringerte Dosage bringt nicht die vermutete Verbesserung der Trübungswerte, verringert in dessen die Standzeit. Auch stärkere Voranschwemmungen kosten Standzeit [54, 55].

Bei Filtrationen mit PVPP-haltiger Mischung ist die Standzeit länger, daneben kann ein geringfügig niedrigerer Trübungswert des Filtrates erzielt werden [54, 55]. Ein statischer Mischer, der vor dem Filter angeordnet wird, verbessert die Verteilung - und damit die Einwirkung der adsorptiven Elemente dieser tiefenwirksamen Filterhilfsmittel aus der laufenden Dosage [119, 252].

Hochreine  $\alpha$ -Zellulosen enthalten noch einen mit Natronlauge auswaschbaren Anteil von 3-10 %. Deshalb werden sie vor der ersten Filtration mit Natronlauge „aktiviert“. Die Masseverluste betragen dabei 5-7 %. Danach bleiben die Teilchengrößen auch über 20 Filtrationen nahezu unverändert. Suspensierte Zellulose-Filterhilfsmittelmischungen können unter Lauge ohne Qualitätsverlust über ein Jahr gelagert werden. Bei kurzer Lagerung - bis 5 Tage - kann auf die Konservierung verzichtet werden. Anlagen gegenüber wirkt Zellulose nicht abrasiv. Sie kann umweltfreundlich verfüttert, kompostiert oder verbrannt werden [222].

Die Möglichkeiten der Regeneration werden folgendermaßen beschrieben:

Das am weitesten verbreitete Verfahren zur Waschung disperser Feststoffsysteme ist die Filterkuchenwaschung [114, 198]. In alkalischem Milieu können die abfiltrierten Trübungsbestandteile durch das Aufquellen der Zellulose ausgewaschen werden. Zellulose kann daher mit verdünnter Natronlauge regeneriert werden, analog dem bekannten Verfahren bei PVPP. Die besten Ergebnisse erzielte EVERS mit 2-prozentiger Lauge zwischen 40 und 50 °C bei einer halbstündigen Regeneration [76]. Die Regeneration kann direkt im Filter oder nach dem Austragen durchgeführt werden. Kalt sind die Filterkuchen für ein Abschleudern aus Horizontalfiltern teilweise zu stark verfestigt [54, 55]. In der Wärme geht die Regeneration schneller vonstatten [250].

Noch zu untersuchen ist, ob und wie mittels Zellulosefasern in einer einstufigen Anschwemmfiltration glanzfeines Bier (Trübung  $25^\circ < 0,2$  EBC; Trübung  $90^\circ < 1,0$  EBC) gewonnen werden kann. Daneben ist der Einfluß variierter Zellulosemischungen, möglicher Zusätze und der vielfachen Regeneration der eingesetzten Fasern ( $> 10$  Zyklen) auf die Filtrattrübung von Interesse.

## 2.6 Potentielle zusätzliche Hilfsmittel bei der Zellulosefiltration

### Literaturübersicht bezüglich zusätzlicher Filterhilfsmittel

Bei der Kieselgurfiltration kommen häufig zusätzliche Filterhilfsmittel zum Einsatz. Meist werden Perlit und Zellulose zugegeben, daneben Klärmittel wie Kieselgel und PVPP. Aufgabe dieser Zusätze ist die positive Einflußnahme auf das Filtrationsergebnis in Bezug auf Filtratqualität und Filterstandzeit [83].

Folgende weitere in Frage kommende Filterhilfsmittel sind in der Literatur beschrieben: Aktivkohle verbessert bei der Anschwemmfiltration mit Zellulosefasern die Trennschärfe wesentlich [87]. Durch die starke Adsorption positiver Bierinhaltsstoffe wird jedoch die Bierqualität beeinträchtigt. Asbest kommt wegen der Gesundheitsgefährdung für die Mitarbeiter trotz bester Eignung nicht mehr in Frage [234]. Bentonit ist nicht anschwemmbar und nicht chemikalienstabil. Fällungskieselsäure ist in Laugen und heißen Säuren löslich und damit nicht regenerierbar [87]. Über Filterkohle wird in der Literatur als nicht aktivierte Kohle für Filtrationszwecke berichtet. Sie besitzt keine adsorptiven Eigenschaften. Über eine Verwendung in der Brauindustrie ist nichts bekannt. Sie besitzt keine innere Porosität und ist hinsichtlich der Adsorption gegenüber aktivierter Kohle unterlegen. Daher scheint ihr Einsatz auch nicht erfolgversprechend [160].

Kieselgele werden in der Brauindustrie als Eiweißstabilisierungsmittel eingesetzt. Sie kommen als Zusätze bei der Anschwemmfiltration zum Einsatz [42, 146]. Grundsätzlich könnte man sie bei passender Korngrößenverteilung auch selbst als Filterhilfsmittel verwenden, vor allem, wenn ihre Form und Größe die Permeabilität des Filterkuchens nicht beeinträchtigt [42, 44]. Sie überstehen allerdings alkalische Regenerationen nur teilweise [68] und können leicht zerbrochen oder abgerieben werden [104].

Kieselgur ist nicht biologisch abbaubar und birgt Gesundheitsrisiken für die Mitarbeiter (s.o. 2.1).

Kieselöl kann bei der Anschwemmfiltration mit Kieselgur helfen [187, 212]. Kunstfasern wurden 2007 als Hauptbestandteil eines regenerierbaren Filterhilfsmittels auf Basis künstlicher Polymere (Polystyrol und PVPP) vorgestellt [177]. Hier liegen noch keine belastbaren Ergebnisse vor. Daneben beschrieben BROCHETON ET AL. [35] 1995 sowie BONACHELLI ET AL. [31] Ende der 90er Jahre solche Verfahren, ein großtechnischer Einsatz wurde jedoch nicht bekannt. Mineralische Fasern sind nicht biologisch abbaubar. Polyethylen schwimmt auf und ist kaum anschwemmbar. Mit Perlit und Zellulose werden zwar sehr gute Filtrationsergebnisse erzielt [93], Perlit kann jedoch nur schwer entkeimt werden, wird vor allem durch Pumpen mechanisch zerkleinert und kann deswegen kaum regeneriert werden. Polyamid (Nylon 66) hat auch stabilisierende Wirkung, ist jedoch nicht biologisch abbaubar. Die standzeitverlängernde und bierstabilisierende Wirkung von PVPP ist als Bestandteil des F&S-Systems in Mischungen mit Zellulosefasern gut untersucht [76].

RHA kann zur Bierfiltration angeschwemmt werden [248]. (Mais-)Stärke ist ab  $50^\circ\text{C}$  teilweise löslich und kann somit nicht heiß sterilisiert werden. Wegen ihrer kugelartigen unporösen Struktur verbessert sie die Filtrationseigenschaften nicht [34]. Sinterglas hält der unvermeidbaren mechanischen Belastung nicht stand [153].

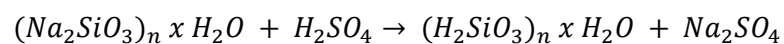
### Kieselzol als Hilfsmittel bei der Bierherstellung

Die Verwendung von Kieselgel und Kieselzol als Adsorptionsmittel zur Ausscheidung trübungsrelevanter Proteine ist in der Brauindustrie weit verbreitet. Vor allem Kieselzol kann Fest/Flüssigtrennungen sowohl während der vorgelagerten Bierherstellung als auch bei der Filtration unterstützen [165].

Das Einsatzspektrum der Kieselprodukte ist in den letzten Jahrzehnten stetig gewachsen. Seit 1940 ist die Klärung von Wein und Fruchtsaft mit Hilfe von Kieselzol anstatt Tannin bekannt. RAIBLE [185] führte Kieselzol Anfang der sechziger Jahre bei der Bierklärung zur Vorbereitung der Filtration ein, seit den siebziger Jahren wurden die Möglichkeiten seines Einsatzes bei anderen Absetzvorgängen im Rahmen der Bierherstellung entdeckt [188]. RAIBLE ET AL. [187] beschrieben 1990 die Zugabe von Kieselzol zur laufenden Dosage bei der Kieselgurfiltration, die nach einer Reaktionszeit von ca. 20 min die Poren „verdichtete“, die Filtrattrübung stark senkte, aber auch die Standzeit verkürzte. Die Verwendung von Kieselzol bei der Zellulosefiltration als Zusatz zur laufenden Dosage war bisher nicht beschrieben. Sie wurde im Rahmen dieser Arbeit erprobt (s.u. 4.6.5).

Als Kieselsäurehydrosol, Kieselsäuresol oder Kieselzol werden kolloide Dispersionen von hochreinem Siliziumdioxid,  $\text{SiO}_2$ , meist in Wasser, bezeichnet. Kieselzol wird aus Speziessand, Soda und Wasser hergestellt. Durch Druck und Wärme entsteht Natronwasserglas. Dieses wird unter pH-Kontrolle (leicht alkalisch) und unter thermischer Behandlung durch Ionenaustauscher nach Gl. (9) zu Kieselzol.

Gl. (9)



Die entstandenen Orthokieselsäuremoleküle vernetzen dreidimensional, dabei kondensieren die sehr reaktiven Silanolgruppen zu Si-O-Si-Bindungen in tetraederförmiger Anordnung um das zentrale Siliziumatom. Alternativ ist die Herstellung von Kieselzol durch Auflösung der Vernetzung bereits ausgefallenen Kieselgels möglich, im alkalischen Bereich unter Hitze und salzfreien Bedingungen [165, 188].

Kieselzol enthält sphärische, 5-150 nm große, unporöse, nicht untereinander vernetzte, an der Oberfläche hydroxilierte Partikel. Diese bestehen wie erwähnt aus zu Polykieselsäure kondensierter amorpher Orthokieselsäure,  $\text{Si}(\text{OH})_4$ . Deren negative Oberflächenladung bewahrt die Partikel trotz an der Oberfläche zahlreich vorhandener hochreaktiver Silanolgruppen vor Agglomerations- und Ausfällungserscheinungen, wodurch das Sol stabilisiert wird. Der Siliziumdioxidgehalt der Kieselzolpartikel variiert von 15-50 GG %  $\text{SiO}_2$ . Die auf die enthaltene  $\text{SiO}_2$ -Masse bezogene spezifische Oberfläche beträgt 50-500  $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$ . Kieselzol erscheint bläulich-opal bis milchig-trüb und ist unter geeigneten Bedingungen jahrelang lagerfähig. Sein pH-Wert liegt meist bei 9-10. In entsprechender Umgebung bilden Kieselsole Agglomerate und flocken aus. Solche Bedingungen sind beispielsweise schwach saurer pH-Wert oder elektrolythaltige Medien wie Bier, aber auch Verdunstung oder Frieren des Wassers. Dabei fällt die Kieselsäure aus und bildet irreversibel festes, wasserunlösliches Kieselgel. Indem die Partikel dreidimensional vernetzen, schließen sie die Proteine ein und adsorbieren oder denaturieren sie teilweise. Die Geschwindigkeit der Gelbildung hängt wiederum von den Umgebungsbedingungen, hier also vom Bier ab. Besonders instabil ist Kieselzol bei pH 5-6. Auch die Kolloide und Elektrolyte des Bieres können die Ausfällung mehr oder weniger beschleunigen. Die gebildeten Konglomerate sedimentieren mit einer Geschwindigkeit von 5-7  $\text{m d}^{-1}$ , dem Zehnfachen, verglichen mit kieselzolfreier Arbeitsweise [166, 188, 212].

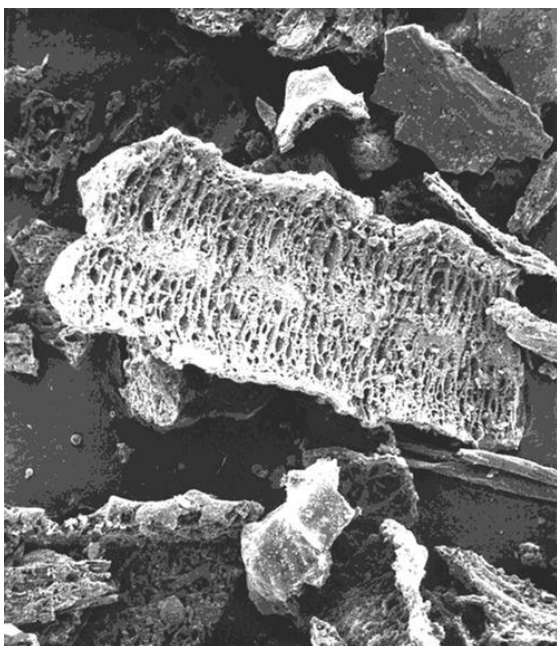
RAIBLE ET AL. bewiesen die Konformität der Kieselzolverwendung bei der Kieselgurfiltration mit dem in § 9 des Vorläufigen Biergesetzes [249] verankerten Deutschen Reinheitsgebot, indem sie zeigten, daß solche Verfahren den Kieselsäuregehalt des Endproduktes nicht verändern [188].

### **Polyvinylpyrrolidon (PVPP) als Bierklärmittel**

PVPP ist eine dreidimensionale Vernetzung des eiweißähnlichen Polyvinylpyrrolidons (PVP). Es zeigt sich als ein weißes Pulver, das in allen bekannten Lösungsmitteln unlöslich ist und in Wasser lediglich quillt. Die für die Bierbereitung wesentliche Eigenschaft dieses Stoffes ist die selektive Bindung an trübungsbildenden gerbstoffhaltigen (phenolischen) Verbindungen, die auf einer pH-abhängigen Ausbildung von Wasserstoffbrückenbindungen beruht: Im sauren Bereich werden Phenole gebunden, im alkalischen Bereich werden sie hingegen abgespalten. Dadurch kann PVPP bei im Bier üblichen pH-Werten von 4,2-4,5 dort vorliegende trübungsaktive Gerbstoffe binden und Konglomerate bilden, die abfiltriert werden können. Das Klärmittel wird entweder bei der Anschwemmfiltration der laufenden Filterhilfsmitteldosage beigemischt und danach mit dem Filterkuchen entsorgt, oder nach der eigentlichen Bierfiltration in den Flüssigkeitsstrom dosiert und in einem separaten Filterapparat wieder entfernt. Bei dieser Arbeitsweise wird es danach mit NaOH regeneriert und ist nahezu unbegrenzt wiederverwendbar, bis auf 0,5-1 % Substanzverlust pro Regenerationszyklus [144]. Der Einsatz zur Bierstabilisierung ist im In- und Ausland etabliert, dies gilt für Verfahren mit Regeneration des PVPP ebenso wie für den verlorenen Einsatz [239].

### **Reishülsenasche (RHA) als Filterhilfsmittel**

Bei der Trocknung von Reis fallen die Reishülsen als Abfallprodukt an. Sie werden heute zur Vermeidung früherer Entsorgungsprobleme größtenteils verbrannt. Primär wird dadurch Energie gewonnen. Teilweise werden die Verbrennungsprozesse so gesteuert, daß die entstehende Asche zu Filterhilfsmitteln verarbeitet werden kann. Dies geschieht in mehreren 2-300 s dauernden Schritten bei 540-1.370 °C. Nach Vermahlung, Siebung, Windsichtung und Oberflächenbehandlung stehen üblicherweise Filterhilfsmittel in unterschiedlichen Feinheitsgraden für unterschiedliche Anwendungen zur Verfügung [149]. RHA besteht aus vergleichsweise großen Partikeln. Ihre innere Porosität ist größer als diejenige anderer Filterhilfsmittel. Daneben ist die spezifische Oberfläche bei RHA groß, was bei Anschwemmfiltrationen zu weitgehender Partikelrückhaltung und geringem Filterwiderstand führt. Soweit bisher untersucht, ist RHA inert gegenüber sämtlichen Bierinhaltsstoffen [149]. Bezüglich ihrer porösen Struktur ist sie mit Kieselgur vergleichbar (s. Abb. 2.3).



**Abb. 2.3:** RHA-Partikel unter dem REM [2]

Beimischungen von RHA könnten der Anschwemmfiltration mit Zellulose möglicherweise nutzen, indem sie eine Verminderung der Kompressibilität der Filterkuchen unter Beibehaltung der Permeabilität ermöglichen. Die starren Partikel und die große Porosität der RHA wären dabei von Vorteil. Diese Eigenschaften teilt sie mit Kieselgur, die jedoch in Kritik geraten ist. Die Hauptursache dafür liegt in dem hohen Anteil gesundheitsschädlichen kristallinen Siliziumdioxids von bis zu 70 % in Kieselgur. Durch den Einsatz von RHA könnte dieses Problem vermieden werden, denn RHA enthält mit 0-1,5 % hier einen sehr geringen Anteil. Ein chemischer Vergleich zeigt bei beiden Filterhilfsmitteln wesentliche Anteile an Siliziumdioxid. Günstigerweise finden sich in RHA deutlich geringere Mengen einzelner Metalloxide, wie beispielsweise dreiwertiges Eisen (s. Tab. 2.1 und Tab. 2.2).

**Tab. 2.1:** Ausgewählte Eigenschaften der Filterhilfsmittel Kieselgur, RHA und Zellulose [1]

Eigenschaft	Einheit	Kieselgur	RHA	Zellulose
Mittlere Porengröße	µm	1,1-30	0,5-10	-
Permeabilität	Darcy	0,05-30	0,2-5	0,4-12
Kompressibilität		niedrig	niedrig	hoch
Gehalt an kristallinem Silizium	GG %	0-70	< 1	-
Gehalt an störenden Metall-Ionen		mäßig	niedrig	niedrig

Stoffe mit starren Partikeln unterliegen bei Rühr- und Pumpvorgängen unter Umständen erheblicher Abrasion. Dies gilt insbesondere, wenn sie in Gehalten > 1 % vorliegen, weil dann auch Partikelkollisionen abrasiv wirken. Im Falle der Regeneration von RHA ist dies möglicherweise zu berücksichtigen [202].

**Tab. 2.2:** Stoffliche Komponenten von Kieselgur und RHA [2, 209]

Stoff	Formel	Anteil in Kieselgur / GG %	Anteil in RHA / GG %
Siliziumdioxid	SiO <sub>2</sub>	80,0-99,0	(amorph) 93,0 ± 4,0 (kristallin) < 1,5
Kohlenstoff	C	k. A.	5,0 ± 1
Kaliumoxid	K <sub>2</sub> O	0,5-3,0	2,2 ± 0,1
Kalziumoxid	CaO	0,5-2,0	2,0 ± 0,1
Aluminiumoxid	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,1-6,0	1,1 ± 0,4
Eisen(III)-oxid	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	< 3,0	0,4 ± 0,1
Magnesiumoxid	MgO	0,5-3,0	0,2 ± 0,2
Natriumoxid	Na <sub>2</sub> O	0,5-3,0	0,14 ± 0,04
Titan(IV)-oxid	TiO <sub>2</sub>	0,5-3,0	k. A.

Bisher sind fast keine Veröffentlichungen über Ergebnisse bezüglich der Anschwemmfiltration von Bier mit RHA-haltigen Filterhilfsmitteln bekannt. Im Rahmen ihrer Untersuchungen zur Bierfiltration mit nicht vermahlener RHA und Perlit erzielten VILLAR ET AL. die vorteilhaftesten Ergebnisse mit einer Mischung aus 50 % RHA und 50 % Perlit. Andere Zusammensetzungen führten bei ähnlicher Filtrattrübung zu kürzerer Standzeit. Daher empfehlen die Autoren aufgrund des deutlich geringen Preises von RHA die Mischung beider Filterhilfsmittel und weitere Versuche mit 100 % vermahlener RHA [248].

## 2.7 Grundlagen der optischen Untersuchungen

### Trübungsmessung

Da sich Licht in optisch homogenen Medien geradlinig ausbreitet, sind zu seiner Ablenkung Hindernisse, also zum Beispiel Partikel erforderlich, die seine Bahn ändern. Diese sogenannte Streuung ist von der Wellenlänge des Lichtes, vom Medium und von der Partikelbeschaffenheit abhängig. In Bier suspendierte Partikel können abhängig von ihrer Anzahl, Größe und Form durchstrahlendes Licht streuen. Bei Wahrnehmung mit dem menschlichen Auge erscheint die Flüssigkeit dann trüb. Allerdings sind der visuellen Beurteilung des Phänomens enge Grenzen gesetzt - sowohl in Bezug auf die Intensität als auch in Bezug auf die Differenzierung. Daher sind heute Trübungsmeßgeräte im Brauereialltag fest etabliert, die entweder direkt im Produktstrom oder im Labor zum Einsatz kommen.

Die Meßwerte werden für Bier, zumindest in Europa, in EBC-Einheiten, einem Vergleich mit einem Formazin-Trübungsstandard, angegeben. Die direkte Messung des Durchlichtes, oder genauer des nicht geradlinig durchgeleiteten Lichts, ist zugunsten der Streulichtmessung, also der Messung des an den Partikeln gestreuten Lichts, aufgegeben worden. Letztere kann hier differenzierte Informationen bieten. In der Regel wird die Biertrübung heute durch die Intensität des Streulichts in zwei Grundrichtungen ermittelt. Das Vorwärtsstreulicht wird häufig unter einem Winkel von 12-25°, das seitliche Streulicht unter 90° gemessen.

Anhand der Messungen unter diesen beiden unterschiedlichen Richtungen kann im Bereich von sichtbarem Licht (Wellenlänge 400-700 nm) durch Verhältnissbildung eine Aussage über die vorliegenden Partikelgrößen gemacht werden. Die sogenannte 90°-Trübung entsteht hauptsächlich durch Lichtstreuung an Protein-Gerbstoff-Kolloiden, die kleiner als 1 µm im Durchmesser sind. Hefezellen, Proteine und Filterhilfsmittel - ebenso wie die hier nicht bedeutenden mikrobiellen Kontaminanten und komplexe Teilchen aus Eiweiß-Gerbstoff-Verbindungen oder Glucanen - streuen wegen ihrer deutlich größeren Durchmesser von mehr als 1 µm wesentlich stärker vorwärts und werden deshalb im 25°-Winkel erfaßt [16, 117, 137, 156, 251].

### Partikelgrößenverteilung

Licht, das in Suspensionen auf Partikel trifft, wird unter anderem durch Beugung gestreut. Das Beugungs- oder genauer Intensitätsmuster des Laserlichts kann mit Hilfe eines Multielementphotodetektors bestimmt und anschließend anhand des Zusammenhangs zwischen Beugungswinkel und Partikelgröße auf letztere zurückgerechnet werden. Dabei können anhand von Beugungstheorie und Erfahrungsmustern auch nichtsphärische Partikel berechnet werden. Die Qualität der Ergebnisse hängt wesentlich von der Probenahme und -teilung ab [175, 231, 242].

## 2.8 Laborverfahren zur Vorhersage der Filtrationseigenschaften

### **2.8.1 Literaturrecherche zu geeigneten Filterhilfsmittel- bzw. Filtrierbarkeitstests**

Filtrationsprozesse sind sehr komplexe Vorgänge, für die es noch keine exakte mathematische Beschreibung gibt und deren rechnergestützter Simulation daher Grenzen gesetzt sind [255, 261].

Zur Vermeidung unnötigen Versuchsaufwandes im Pilot- oder gar im Praxismaßstab könnte ein Verfahren zur Voruntersuchung von einzelnen Filterhilfsmitteln bzw. von Filterhilfsmittelmischungen dienen. Die in der Literatur beschriebenen Filterhilfsmittel- bzw. Filtrierbarkeitstests wurden darauf untersucht, ob sie sich, ggf. modifiziert, dazu eignen.



Der eigentliche Gegenstand von Filtrierbarkeitstests ist die Untersuchung der Filtrierbarkeit von Bier mit dem Zweck, Filterstandzeit, Druckanstiegsverlauf und erreichbare Filtratqualität vorab zu bestimmen. Bei der Untersuchung von Zellulosen bzw. deren Mischungen müssen jedoch ganz andere Anforderungen gestellt werden. Folgende Kriterien muß ein in Frage kommender Test erfüllen:

- Ein aus der Probe bestehender Zellulosekuchen übernimmt die filtrierende Wirkung.
- Das Filtrat steht für weitere Untersuchungen wie Trübungsmessungen zur Verfügung.
- Der apparative Aufbau ist möglichst einfach.
- Die verwendete Apparatur ist möglichst weitverbreitet bzw. leicht zu beschaffen.
- Die Prozedur ist einfach handzuhaben und gut nachvollziehbar.
- Die Untersuchung ist möglichst kostengünstig durchzuführen.

Zwar soll die Filtrierbarkeit hier nicht untersucht werden, allerdings ist entweder eine standardisierte Suspension oder ein standardisierter Wert (Nullprobe) der jeweiligen Biersorte für den Vergleich mit anderen Ergebnissen erforderlich. Schlecht filtrierbares Bier kann nicht-newtonsches Fließverhalten zeigen und ist daher als Probeflüssigkeit ungeeignet [58].

Der einfache und weitverbreitete Esser-Test ist ebenso ungeeignet, wie der Small-Scale-Wort-Filtrationstest (Spritzentest), da über Membranen und nicht über Anschwemmungen filtriert wird [71, 85, 159, 227]. Dies gilt auch für Modifikationen, wie zum Beispiel die von SIEBERT ET AL. [217] vorgeschlagenen Varianten des Esser-Tests. Auch die wesentlich älteren, für die Massefiltration entwickelten Methoden wie der Durchlässigkeitstest nach VAN GASTEL UND VAN VELDHUIZEN [48, 244] sehen keine Anschwemmung vor und kommen daher nicht in Frage.

Die ebenfalls sehr aufwendige Untersuchung des Adsorptionsvermögens von Filtermasse nach VAN ROEY [48] könnte mit Standardbier und vereinfachter Durchführung die Anforderungen erfüllen.

Die Methode zur Bestimmung der Adsorptionskapazität nach VAN STRIEN [245] sieht eine definierte Einwirkung des Adsorbens, Faltenfiltrieren und photometrische Bestimmung bei 280 nm, aber ohne Klarfiltration vor. Sie ist ungeeignet, da sie nur die Entnahme bestimmter Makromoleküle mißt.

Weite Verbreitung hat der Zürcher-Test gefunden. Der Zürcher-Filter besteht aus einem Stützschiichtenapparat, einer Drillingskolbendosierpumpe, einem Behälter mit Magnetrührer für die Kieselguranschwemmung und einer Kohlensäuredruckversorgung. Die Pumpenkolben sind stufenlos regelbar. Zwei fördern das Unfiltrat, der dritte die Filterhilfsmittelsuspension. Filtriert wird mit  $5,0 \text{ L h}^{-1}$ , das sind  $4,2 \text{ hL m}^{-2} \text{ h}^{-1}$  [267]. Dieser Test ist praxisnah, aber auch sehr aufwendig.

Der Walton-Apparat dient der Ermittlung des zu erwartenden Druckanstiegs bei Anschwemmfiltrationen. Gemessen wird das Zeitintervall für einen Anstieg der Druckdifferenz um 3 bar bei einem Durchfluß von konstant  $10 \text{ hL m}^{-2} \text{ h}^{-1}$  [227, 254]. Bei der Zelluloseuntersuchung steht jedoch die Filtrattrübung im Vordergrund. Auch wegen der hohen Kosten und des Arbeitsaufwandes entspricht der Walton-Apparat nicht den Anforderungen.

C-P-Zellen arbeiten mit vorgefertigten gepreßten Kuchen und eignen sich dadurch nicht zum Abbilden der Anschwemmfiltration [232, 233].

Der Raible-Test mit seiner unkompliziert aufgebauten Apparatur und dem Filterhilfsmittel als filtrierende Schicht ist in verschiedenen Varianten beschrieben. Die ursprüngliche Methode von 1968 sieht eine „Grundanschwemmung“ und die Errechnung eines Filterkuchenfaktors als Kennzahl vor [186]. In dieser Form ist der Test aufwendig und zeitraubend.

Die 1990 veröffentlichte einfachere Methode verzichtete auf die Grundanschwemmung und führte zum besseren Verständnis des Anwenders die Angabe des Testergebnisses in Form einer neuen Kennzahl ein, die das in der betrieblichen Praxis häufig verwendete spezifische Filtratvolumen annäherte.

Dieses Kunstprodukt ohne nachvollziehbare Einheit wurde daher  $F_{\text{spez}}$  genannt und in der entsprechenden, den Praktikern geläufigen Einheit  $\text{hL m}^{-2} \text{h}^{-1}$  angegeben. Es korreliert sehr gut mit dem Durchsatz von Praxisfiltern und ist daher als Vorhersagewert - auch für den Anstieg der Druckdifferenz - gut geeignet, vor allem wenn sowohl Unfiltrat als auch Filterhilfsmittel aus der Praxis eingesetzt werden [167, 187]. Die Methode wurde durch die MEBAK als Filtrierbarkeitstest in deren Analysenmethodensammlung aufgenommen [159], allerdings mit der Angabe des Filterkuchenfaktors anstelle des  $F_{\text{spez}}$ .

Ein geeigneter Ausgangspunkt für die weitere Untersuchung ist die von KREISZ [138] beschriebene Weiterentwicklung des Raible-Tests gemäß MEBAK, im Folgenden Modifizierter Raible-Test genannt. Bei diesem wird wieder eine Voranschwemmung eingeführt. Die Apparatur ist übersichtlich aufgebaut aus einem Filtrationszylinder, Behältern, Schlauchverbindungen, Ventilen, einem Kühlmittelkreislauf und einer  $\text{CO}_2$ -Versorgung. Das Filterhilfsmittel bildet die filtrierende Schicht. Die Prozedur dauert nur 5-10 min, sie ist in ähnlicher Form Bestandteil der Methodensammlung der MEBAK, dadurch allgemein bekannt und sehr verbreitet. Am Ende steht das Bierfiltrat zu Trübungsmessungen und ggf. weiteren Analysen zur Verfügung. Die Kosten sind gering [159, 187]. Der grundsätzliche Versuchsaufbau und das Prinzip der durch Gasdruck getriebenen Filtration sind bei der Charakterisierung kompressibler Filterkuchen erfolgreich erprobt [69, 111, 135].

Wesentliche Hinweise zum Aufbau geeigneter Testapparaturen, zur Testdurchführung und insbesondere zu vermeidbaren Fehlern gibt ANLAUF [8, 9, 10].

### **2.8.2 Untersuchung des Adsorptionsvermögens von Filtermasse nach VAN ROEY**

In den Vierzigerjahren beschrieb VAN ROEY [48] folgendes Verfahren. Zunächst wird eine Standardtrübe frisch hergestellt, indem man 100 mL 1-prozentige Gerbsäurelösung, 100 mL 1-prozentiges Pepton und 100 mL 1-prozentiges Dextrin kräftig verschüttelt und unter Schütteln auf 1 L auffüllt.

Für den Massekuchen werden 20 g trockene Masse in 1 L Wasser von 80 °C aufgeschlämmt und auf eine Nutsche mit einem Durchmesser von 9 cm gegossen. Das Wasser wird abgesaugt, ohne die Masse zu pressen. Dabei muß diese am Rand mit dem Finger etwas zusammengedrückt werden. Nach dem Ablauf des Wassers wird noch 5 min gesaugt.

Auf diesen Kuchen werden 300 mL der Standardtrübe gegossen und durchgesaugt. Dann wird die Saugflasche geleert und es werden weitere 200 mL der Standardtrübe durchgesaugt. Dieses Filtrat und die Standardtrübe werden auf Trübung im Nephelometer gemessen. Das Ergebnis wird in Prozent der Ausgangstrübung angegeben. Die Ergebnisse sind bis auf 5 % reproduzierbar. Die Reproduzierbarkeit ist bei kürzeren Fasern wegen der gleichmäßigeren Kuchen besser. Asbestfreie Massen zeigen 20-50 % Trübungsreduktion, solche mit 1 % Asbest mindestens 40 % und mit 3 % Asbest 90 %.

DE CLERCK empfahl diesen Test 1952 auch für Kieselgur [48].

Dieser Adsorptionstest ist sehr aufwendig, möglicherweise wäre er mit standardisiertem Bier (mit Nullprobe) und ohne Kuchenpressen für andere Filterhilfsmittel geeignet. Vor allem im Falle einer überwiegend adsorptiven Klärung könnten mit einer solchen Methode und moderner Trübungsmessung Hinweise auf die Klärungseigenschaften erzielt werden.

### **2.8.3 Modifizierter Filtrierbarkeitstest nach RAIBLE und KREISZ**

Der verwendete Apparat besteht aus einem Anschwemm-, einem Probebehälter und einem Filtrationszylinder. In letzterem liegt ein Stahldrahtgewebe mit einer Porenweite von 15  $\mu\text{m}$  und einer Filterfläche von 13,85  $\text{cm}^2$ . Die Temperatur des Systems wird auf konstant 0 °C gehalten. Abb. 3.8 (s.u.) zeigt den Aufbau.

Bei der Anwendung werden 1.700 mL Wasser ( $T = 0\text{ °C}$ ) und 0,98 g grobe Kieselgur homogenisiert und in den Anschwemmbehälter gegeben, dann 500 mL Probebier ( $T = 0\text{ °C}$ ) und 0,4 g feine Gur in den Probebehälter. Bier und Filterhilfsmittel für den Test stammen üblicherweise aus der Praxis der anwendenden Brauerei. Die Gefäße werden verschlossen und der von außen angelegte  $\text{CO}_2$ -Überdruck wird auf 1,0 bar eingestellt. Am Dreiwegehahn wird die Verbindung vom Anschwemmbehälter zum Filtrationszylinder geöffnet. Der angelegte Überdruck fördert die Voranschwemmung in den Filtrationszylinder. Ist die Suspension vollständig überführt, wird der Dreiwegehahn auf die Verbindung vom Probebehälter zum Filtrationszylinder umgelegt. 50 mL Vorlauf werden abgewartet bevor die Messung beginnt. Gemessen wird die Zeitspanne bis zum Austritt von 100 mL Filtratvolumen ( $= V_1$ , Zeitpunkt  $t_1$ ) bzw. 180 mL ( $= V_2$ , Zeitpunkt  $t_2$ ). Anhand der Differenz  $t_2 - t_1$  in s (Zeitspanne für den Austritt von  $V_2 - V_1 = 80$  mL) wird das in der Praxis zu erwartende spezifische Filtratvolumen „ $F_{\text{spez}}$ “ als künstliche Kennzahl nach Gl. (10) berechnet und in der Einheit der Praktiker ( $\text{hL m}^{-2} \text{h}^{-1}$ ) angegeben [138, 187].

Gl. (10)

$$F_{\text{spez}} = 0,433 \times (V_2 - V_1) \times \sqrt{\frac{1}{(t_2 - t_1)}}$$

Mit  $V_2 - V_1 = V$  und  $t_2 - t_1 = t$  erhält man Gl. (11).

Gl. (11)

$$F_{\text{spez}} = 0,433 \times V \times \sqrt{\frac{1}{t}}$$

Alternativ können die Ergebnisse gemäß der Methodensammlung der MEBAK [159] als Filterkuchenfaktor  $a$  in  $\text{s mL}^{-2}$  berechnet werden, nach Gl. (12).

Gl. (12)

$$a = \frac{\left(\frac{t_2}{V_2} - \frac{t_1}{V_1}\right)}{V_2 - V_1}$$

## 3 Material und Methoden

### 3.1 Bier

Alle beschriebenen Pilotversuche wurden mit Unfiltrat der Sorte Hell der Aktienbrauerei Kaufbeuren durchgeführt. Dabei handelte es sich um ein bayerisches Helles mit 11,7 °Plato, 5,0-5,1 Vol % Alkohol, 22 EBC-Bittereinheiten und einer Farbe von 6,5 EBC. Das Bier wurde konventionell hergestellt, mit einer kalten Lagerung von mindestens 3 Wochen.

Die Filtriererversuche in den Laboratorien wurden mit derselben Biersorte durchgeführt, in diesem Fall allerdings mit dem unbehandelt in Flaschen abgefüllt vertriebenen Produkt. Als Vergleichsprobe Filtrat wurde dasselbe, jedoch kieselgur- und schichtenfiltrierte, in Flaschen abgefüllte Bier herangezogen.

Die begleitend durchgeführten Stichproben bezüglich der Filtrierbarkeit der Biere ergaben bei Unfiltrat wie bei Filtrat durchweg „sehr gut filtrierbar“.

### 3.2 Filterhilfsmittel

#### Zellulosefasern

Für die Zellulosemischungen standen sieben Zelluloseprodukte zur Verfügung. Die Fasern lagen dabei folgendermaßen vor (s. Tab. 3.1): FHM3 und FHM4 in Form von fibrillierten Fasern; FHM5, FHM6 und FHM7 als kurze Fasern sowie die anderen Zellulosen als lange Fasern. Optisch sind Kurz- und Langfasern Pulver, fibrillierte Fasern sehen aus wie ein dreidimensionales Geflecht. FHM3 war laut Hersteller oberflächenbehandelt im Sinne besserer Adsorptionseigenschaften. FHM6 und FHM7 waren weder optisch noch mikroskopisch noch analytisch zu unterscheiden und werden deshalb im Folgenden als dasselbe Produkt beschrieben.

Tab. 3.1: Herstellerangaben zu den Fasern

Faserprodukt	Fasertyp	näherungsweise durchschnittliche Faserlänge / $\mu\text{m}$	näherungsweise durchschnittliche Faserdicke / $\mu\text{m}$	Glührückstand / %
FHM1	lang	200	20	ca. 0,2
FHM2	lang	100	20	k. A.
FHM3	fibrilliert	600	30	ca. 0,3
FHM4	fibrilliert	600	30	k. A.
FHM5	kurz	20	20	k. A.
FHM6	kurz	30	20	k. A.
FHM7	kurz	30	20	k. A.

Alle Produkte waren hochreine  $\alpha$ -Zellulosen aus Buchenholz. Sie wurden als frei von Hemizellulosen, Lignin und anderen Verunreinigungen angeboten.

**Kieselzol**

Zwei unterschiedliche Kieselzolprodukte standen für die Versuche zur Verfügung, mit dem Zweck, durch adsorptive Reduktion der Trubfracht die Filtration zu entlasten.

Das 30-prozentige Kieselzolprodukt Spindasol SB1 war laut Hersteller zur Verwendung bei der Würzeklärung im Heißbereich vorgesehen. Die anbieterseitige Gabeempfehlung lautete ca. 20 g hL<sup>-1</sup> einige Minuten vor Kochende in die Würzepfanne. Als wichtige Eigenschaft nannte der Hersteller mit Blick auf die Verwendung im Heißbereich das chemisch inerte Verhalten von Spindasol SB1.

Spindasol SB3 wurde als Spezialprodukt für den Kaltbereich zur Jungbierklärung und Hefesedimentation angeboten. Der Hersteller empfahl hier eine Gabe von 30-40 g hL<sup>-1</sup> bezogen auf das Jungbiervolumen bereits beim Schlauchen. Damit sei eine lange Einwirkung gegeben, während der das Jungbier vorgeklärt und als Kellerbier besser filtrierbar werden soll.

**PVPP**

Divergan F war laut Hersteller ein für die sogenannte verlorene, also einmalige Verwendung bestimmtes PVPP. Es wurde versuchsweise als ergänzendes Filterhilfsmittel zur laufenden Filterhilfsmitteldosage beigemischt. Der Hersteller machte folgende Angaben zum Produkt: Dichte 1,2 g cm<sup>-3</sup>, Schüttdichte (20 °C) 200 g L<sup>-1</sup> und Quellvolumen 6,0 L kg<sup>-1</sup>.

**RHA**

MaxFlo wurde im Rahmen dieses Projektes im Labor untersucht. Der Hersteller vertrieb das Produkt mit diesen Spezifikationen: Wassergehalt 1,0-2,0 %, Schüttdichte 256-320 g L<sup>-1</sup>, Partikelgröße: minimal 1 µm, durchschnittlich 200 µm, maximal 2,8 mm.

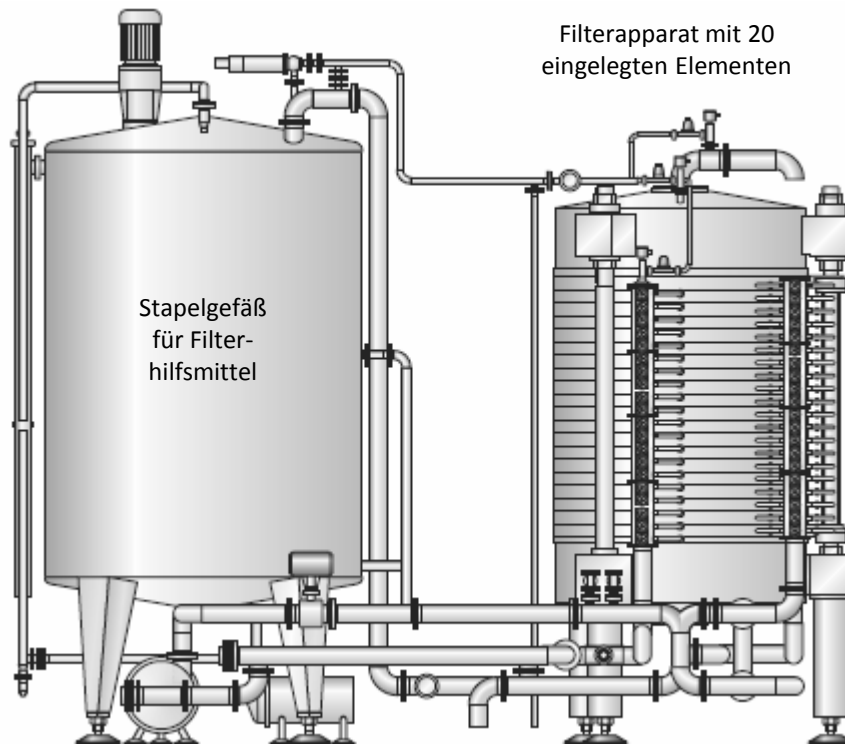
**Kieselgur**

Der Hersteller nannte folgende Permeabilitätswerte für die am Kerzenfilter der Versuchsbrauerei und bei den Laborversuchen verwendeten Kieselgur-Produkte: feine Kieselgur: 100 mDarcy, mittelfeine Kieselgur 300 mDarcy, grobe Kieselgur 1.000 mDarcy.

**3.3 Pilotfilteranlagen****Pilothorizontalfilter**

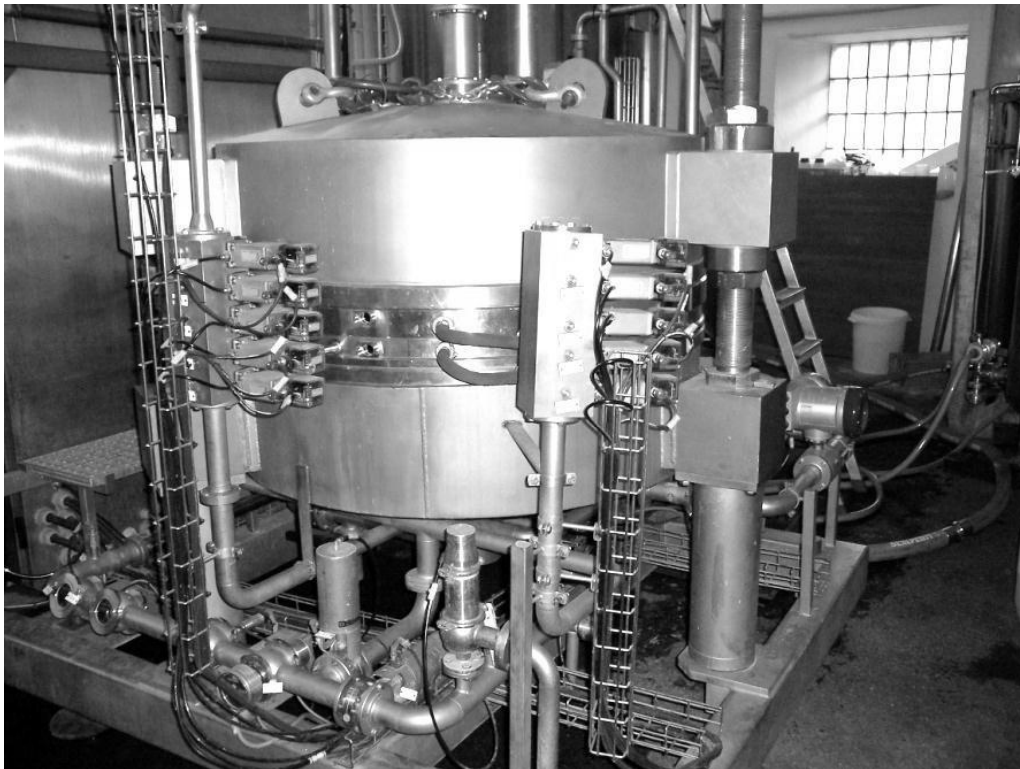
Der Horizontal-Kesselfilter konnte anhand einer integrierten SPS vollautomatisch betrieben werden. Als Filtermedien dienten Spaltböden mit einer Spaltweite von ca. 70 µm und keilförmigem Aufbau. Das System war modular aufgebaut, es konnten je nach Bedarf unterschiedlich viele Spaltbodenelemente eingesetzt werden, die durch je zwei eigene Auslaufventile auch einzeln ansteuerbar waren. Eine Besonderheit war die Abwesenheit mechanisch beweglicher Teile.

Abb. 3.1 stellt einen Aufstellvorschlag des Herstellers mit 20 Filterelementen dar. Die Anordnung enthält links oben das Stapelgefäß für das Filterhilfsmittel, darunter die Pumpen für Unfiltrat (Produktpumpe) und Voranschwemmung (Anschwemmpumpe) und rechts den Filterapparat. Zum System gehörten daneben ein Schaltschrank mit berührungssensitivem Bedienfeld, ein Dosagegefäß mit zugehöriger Pumpe für die Dosage der Filterhilfsmittelsuspension (Dosagepumpe) und diverse Meßtechnik.



**Abb. 3.1:** Aufstellvorschlag des Herstellers für den Pilothorizontalfilter [132]

Während des Projekts waren zunächst ein, später zwei Filterelemente installiert. Abb. 3.2 zeigt den Pilothorizontalfilter in der Versuchsbrauerei mit zwei eingebauten Elementen.



**Abb. 3.2:** Photographie des Pilothorizontalfilters mit zwei Filterelementen

Das Unfiltrat kam von einem manuell zu bedienenden Verschneidbock mit drei Laternen zur Anlage und dann von unten durch die Mittelsäule des Filters auf die Filterelemente. Durch den jeweiligen Filterkuchen und Spaltsiebboden gelangte das Bier auf der Trennplatte zu den sich gegenüberliegenden beiden Ventilen der Ausläufe des betreffenden Elements (s. Abb. 3.3 bis Abb. 3.5).

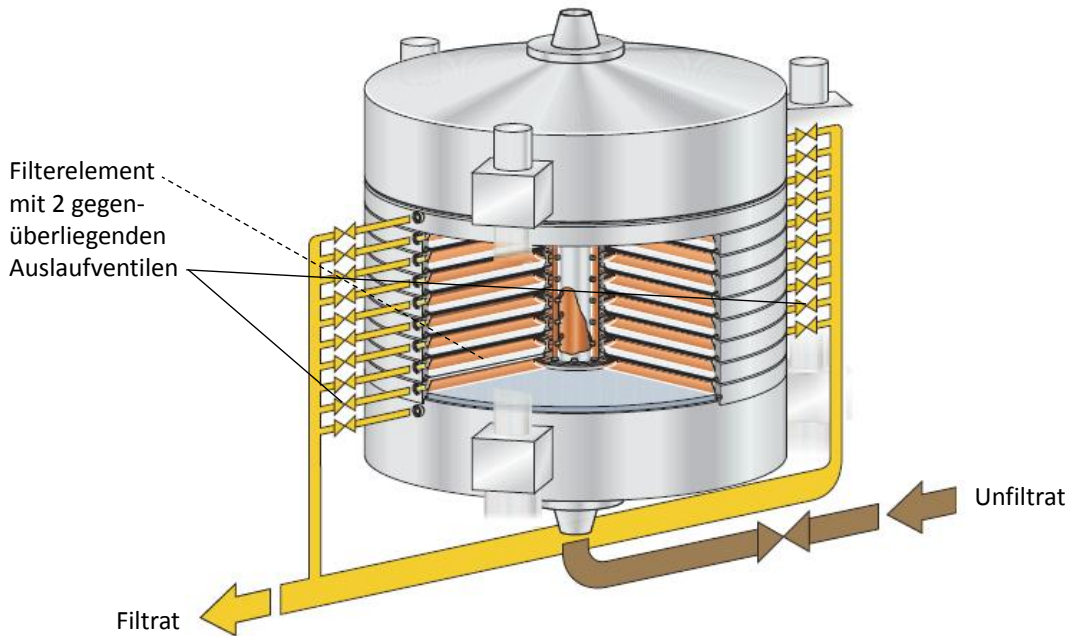


Abb. 3.3: Produktströme im Pilotheorizontalfilter [132]

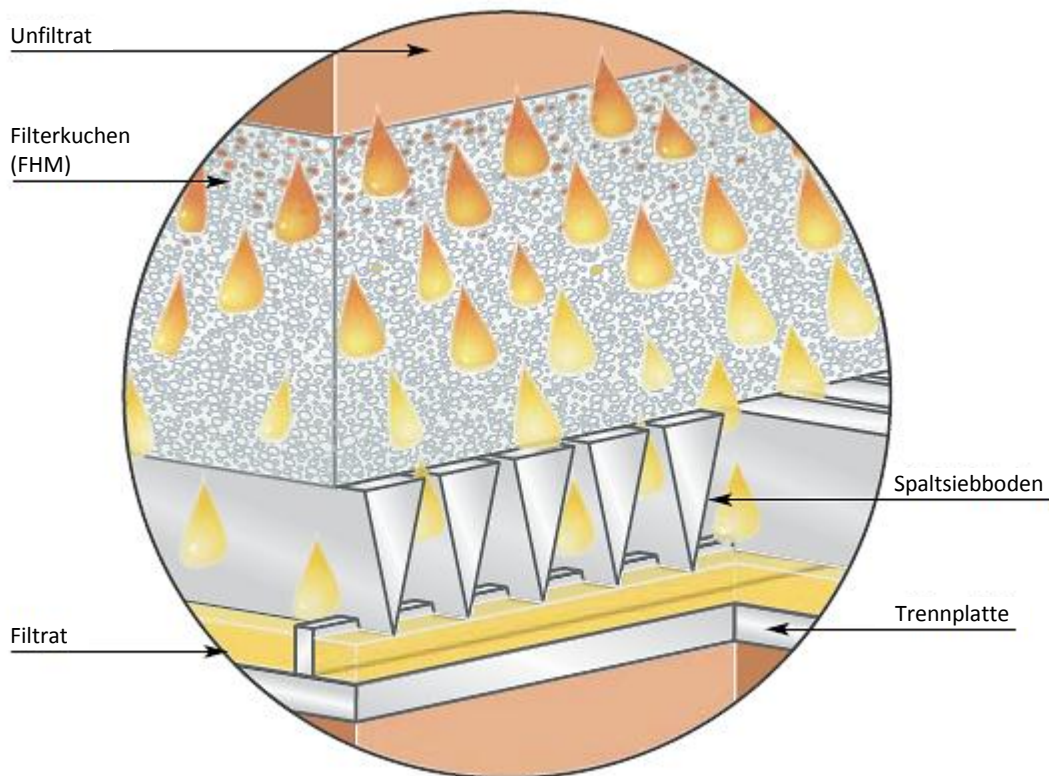


Abb. 3.4: Funktionsweise des Spaltsiebbodens mit Filterkuchen im Pilotheorizontalfilter [132]

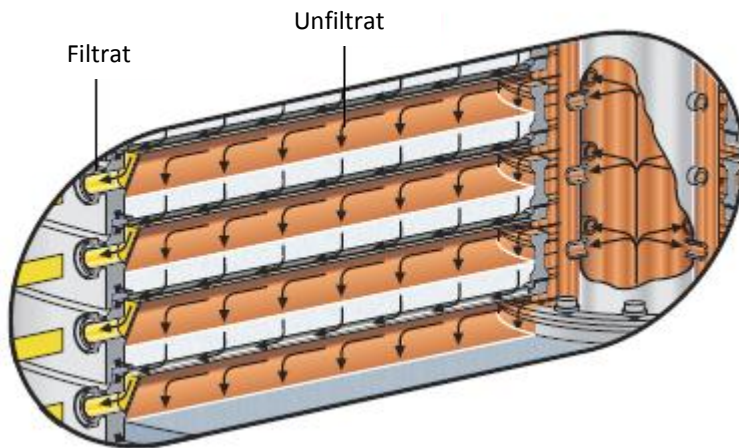


Abb. 3.5: Strömung durch die Filterelemente des Pilothorizontalfilters [132]

Tab. 3.2 enthält die wesentlichen technischen Daten des Versuchsfilters, Tab. 3.3 die zugehörigen Meßgeräte und Anhang C eine stichwortartige Beschreibung des gesamten Arbeitsablaufs.

Tab. 3.2: Technische Daten des Pilothorizontalfilters

Bezeichnung	Innopro KOMETRONIC
Hersteller	Fa. KHS AG (Dortmund)
Maschinen-Nr.	500215/000110
Filterelementdurchmesser / mm	1.200
Spaltbreite (Spaltsieb-boden) / m	70
Anzahl der Filterelemente	1-5
Filterfläche pro Element / m <sup>2</sup>	1,0
Filterfläche gesamt / m <sup>2</sup>	1-5
Volumen druckloses Stapelgefäß / L	1.200
Maximaler Betriebsdruck Filter / bar	8,0
Nennweite der Produktleitungen	DN 50, reduziert auf DN 40 Schläuche und -zubehör DN 40
Max. Leistung der frequenzgeregelten Produktpumpe gegen 8 bar / m <sup>3</sup> h <sup>-1</sup>	10
Max. elektrische Leistungsaufnahme der Produktpumpe / kW	7,5
Max. Leistung der frequenzgeregelten Anschwemmpumpe gegen 8 bar / m <sup>3</sup> h <sup>-1</sup>	2,5
Max. elektrische Leistungsaufnahme der Anschwemmpumpe / kW	1,5
Leistung der Dosagepumpe (Kolbenpumpe) gegen 8 bar / L h <sup>-1</sup>	350
Max. elektrische Leistungsaufnahme der Kolbendosierpumpe / kW	0,55
Max. Drehzahl des frequenzgesteuerten Rührwerks im Stapelgefäß / min <sup>-1</sup>	36



Tab. 3.3: Im Pilohorizontalfilter eingebaute Meßgeräte

Meßgerät	Bezeichnung	Hersteller
Stammwürzemeßgeräte (jeweils an Ein- und Auslauf)	LiquiSonic Plato	Fa. SensoTech GmbH (Magdeburg-Barleben)
Trübungsmeßgerät (Einlauf)	ITM-4	Fa. Negele GmbH (Egg an der Günz)
Trübungsmeßgerät (Auslauf)	DualScat mit Bedien- gerät Sirel 2	Fa. Sigrist AG (Ennetbürgen, Schweiz)
Temperaturmeßsonden (jeweils an Ein- und Auslauf)	TFP-162/02/03	Fa. Negele GmbH (Egg an der Günz)
Druckmeßsonden (jeweils an Ein- und Auslauf)	k. A.	Fa. KHS AG (Dortmund)
Durchflußmeßgeräte (jeweils an Kalt- und Heißwasser- zulauf, Filterauslauf)	Optiflux 6.300 C	Fa. Krohne GmbH (Duisburg)
Durchflußmeßgeräte (jeweils nach Anschwemm- und Produktpumpe)	IFC 090	Fa. Krohne GmbH (Duisburg)
Füllstandskontrolle (Stapeltank)	Deltapilot S	Fa. Endress und Hauser GmbH & Co. KG (Maulburg)

Das System verfügte während sämtlicher Versuche über ein berührungssensitives Bedienfeld, das alle wesentlichen Einstellungen und Zustände anzeigte. Daneben ermöglichte es direkte Eingriffe in die Stellung der pneumatisch angetriebenen Ventile und in die Regelung der Pumpen. In Anhang A befinden sich schematische Darstellungen von Aufbau und Betrieb der Anlage.

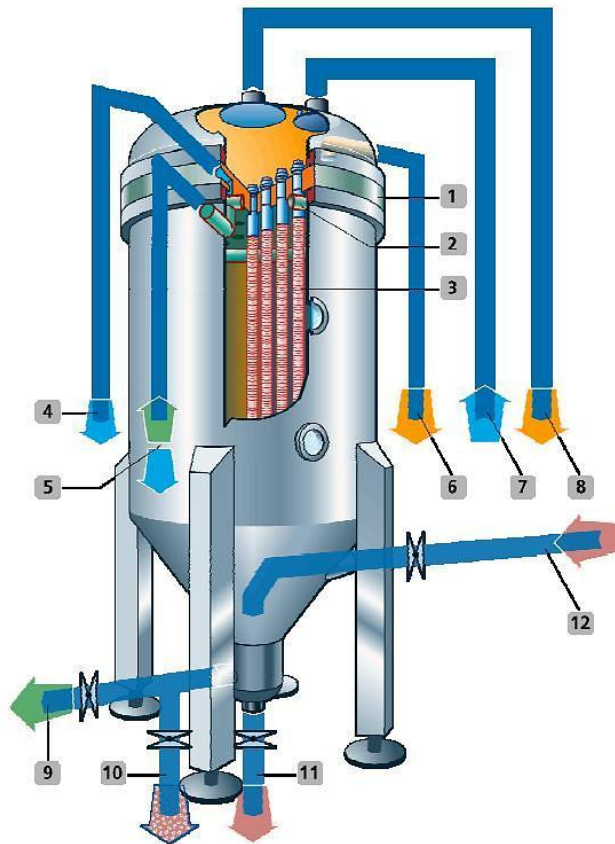
### Pilotkerzenfilter

Der VersuchsfILTER vom Typ Innopro Getra Eco, ein konventioneller Kerzenspaltfilter mit hängenden Kerzen, ist durch die in Tab. 3.4 genannten Daten gekennzeichnet.

Tab. 3.4: Technische Daten des Pilotkerzenfilters

Hersteller	Fa. KHS AG (Dortmund)
Baujahr	1999
zulässiger Betriebsdruck / bar	10
zulässige Betriebstemperatur / °C	80
Behälterinhalt / L	231,5
Anzahl der Kerzen	16
Länge der Kerzen / mm	800
Durchmesser der Kerzen / mm	34
Fläche pro Kerze / m <sup>2</sup>	0,0845
Fläche gesamt / m <sup>2</sup>	1,367
Filterfläche gesamt, nominal / m <sup>2</sup>	1,82

In Abb. 3.6 werden die wichtigsten Komponenten des Versuchsfilters benannt. Anhang B zeigt den Aufbau der Anlage. Der Arbeitsablauf am Pilotkerzenfilter ist beispielhaft in Anhang D beschrieben.



**Abb. 3.6: Aufbau des Pilotkerzenfilters**

Legende: Zwischenplatte (1), Ringleitung, Entlüftung (2), Filterkerzen (3), Behälterentlüftung (4), Wasserzulauf für Ringleitung (5), Entlüftungsleitung (6), Luftzufuhr für Kerzenabreinigung (7), Filtratauslauf (8), Filterhilfsmittelaustrag (9), Spülwasserabfluß (10), Behälterabfluß (11), Unfiltratzulauf (12) [133]

### **Tiefenfilterkerze (Trapfilter)**

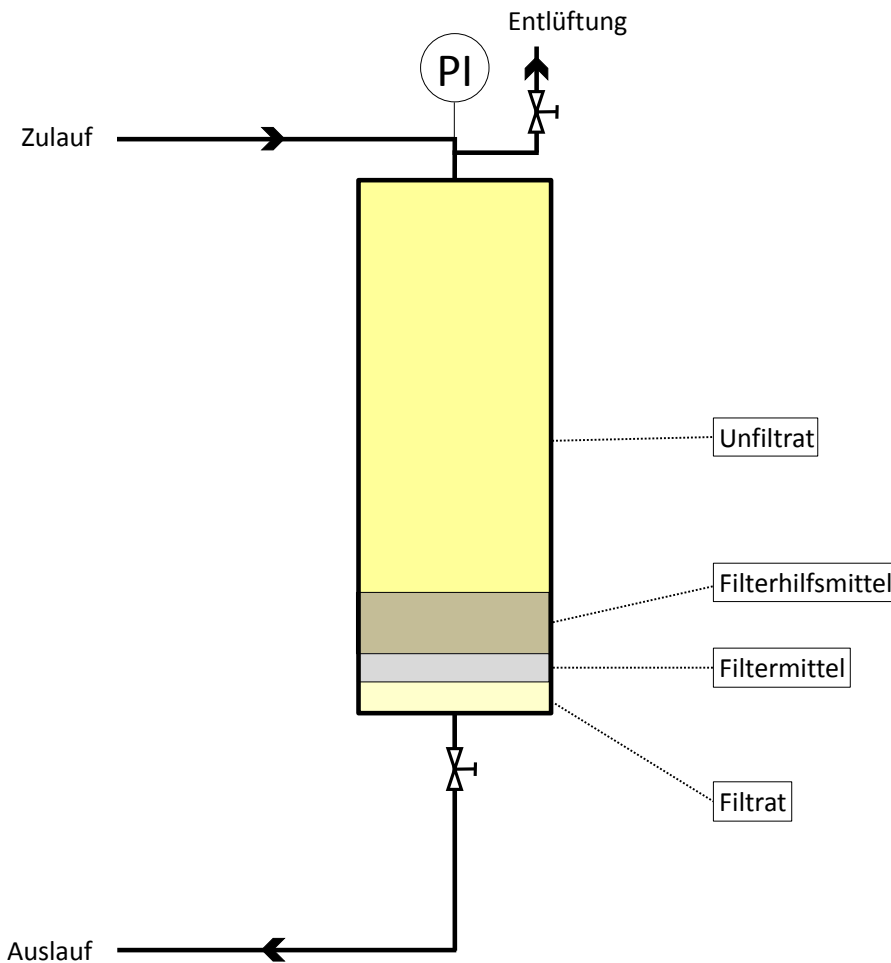
Zeitweise war am Auslauf des Pilothonzontalfilters ein Trapfilter eingebaut. Er bestand aus einem für Filterkerzeneinsätze vorgesehenen Gehäuse Innopro CORVUS, Fa. KHS AG (Dortmund), und einer Filterkerze Profilestar, Fa. Pall GmbH (Dreieich), mit folgenden Spezifikationen: Länge 254 mm, Einstufung der absoluten Entfernung 10 µm, Einbauart O-Ring mit Bajonettverschluß und geripptem Ende, Durchmesser 70 mm, Dichtungsringvariante Ethylen-Propylen.

## **3.4 Angepaßtes Verfahren zur Bestimmung der Trubaufnahmekapazität**

Ausgangspunkt dieses Verfahrens war die Methode nach VAN ROEY (s.o. 2.8.2). In folgenden Punkten wurde das Verfahren an die Untersuchung von Zellulosefasern zur Anschwemmfiltration angepaßt:

- Verzicht auf das Kuchenbilden mit der Nutsche, da die Anschwemmfiltration im Unterschied zur Massefiltration keine vorgefertigten Kuchen benötigt
- Einführung einer Anschwemmung mit Wasser im Filterstand
- Verzicht auf einen laborübergreifenden Standard, stattdessen Verwendung eines Kellerbieres als „Trübe“.

Der eingesetzte Filterteststand, eine Drucknutsche vom Typ MINOfiltertube MFT-01 (im Folgenden „Filtertube“ genannt) der Fa. Mino Engineering AG (Muttens, Schweiz), ist schematisch in Abb. 3.7 dargestellt.



**Abb. 3.7:** Aufbauschema des Filtertubes

Die Anschwemmung wurde analog zu den Pilotversuchen auf  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$  festgelegt, also  $5,22 \text{ g TrS}$  für die  $34,82 \text{ cm}^2$  des Filtertubes. Das Filterhilfsmittel wurde abgewogen, sorgfältig in Wasser suspendiert und in den Filterapparat gegeben. Dieser wurde verschlossen, mit Wasser randvoll aufgefüllt und entlüftet. Nach einer Sedimentationsrast von  $15 \text{ min}$  wurde bei offenem Wasserzulauf (Überdruck: ca.  $1,5 \text{ bar}$ ) mehrfach für je  $2 \text{ s}$  der Auslauf geöffnet. Dieser Schritt ersetzte den beim Filtertube nicht möglichen Kreislaufbetrieb mit dem Ziel, den Filterkuchen zu stabilisieren. Damit war der Filterkuchen aufgebracht.

Das Wasser wurde mit dem Versuchsbier (Unfiltrat, Sorte Hell, Trübung ( $90^\circ$ )  $35 \text{ EBC}$ , Hefezellzahl ca.  $4 \times 10^6 \text{ mL}^{-1}$ ) verdrängt. Weiteres Filterhilfsmittel konnte wegen der Neigung zum Sedimentieren in der sehr langsam durchströmten Zuleitung nicht zudosiert werden. Während des eigentlichen Versuchslaufs wurde die ausgetretene Filtratmenge durch eine elektronische Waage protokolliert und die Trübung im  $90^\circ$ -Winkel anhand jeweils im Abstand von  $15 \text{ min}$  gezogener Proben im Labor mit dem Turbidimeter 2100AN IS bestimmt. Anhand der fortlaufenden Wägung wurde der Durchfluß auf den bereits bei den Pilotfiltrationen vorgegebenen spezifischen Volumenstrom  $1,5 \text{ hL m}^{-2} \text{ h}^{-1}$  eingestellt.

### 3.5 Raiblefilter

Der gesamte Aufbau war zusammengesetzt aus einem Anschwemm-, einem Probebehälter und einem Filtrationszylinder, wie in Abb. 3.8 dargestellt. Abb. E.1 in Anhang E zeigt eine Photographie des Zylinders. In ihm lag ein Stahldrahtgewebe mit  $15\ \mu\text{m}$  Porenweite und  $13,85\ \text{cm}^2$  Filterfläche. Die drei Gefäße besaßen Kühlmäntel mit Anschluß an einen regelbaren Kühlmittelkreislauf.

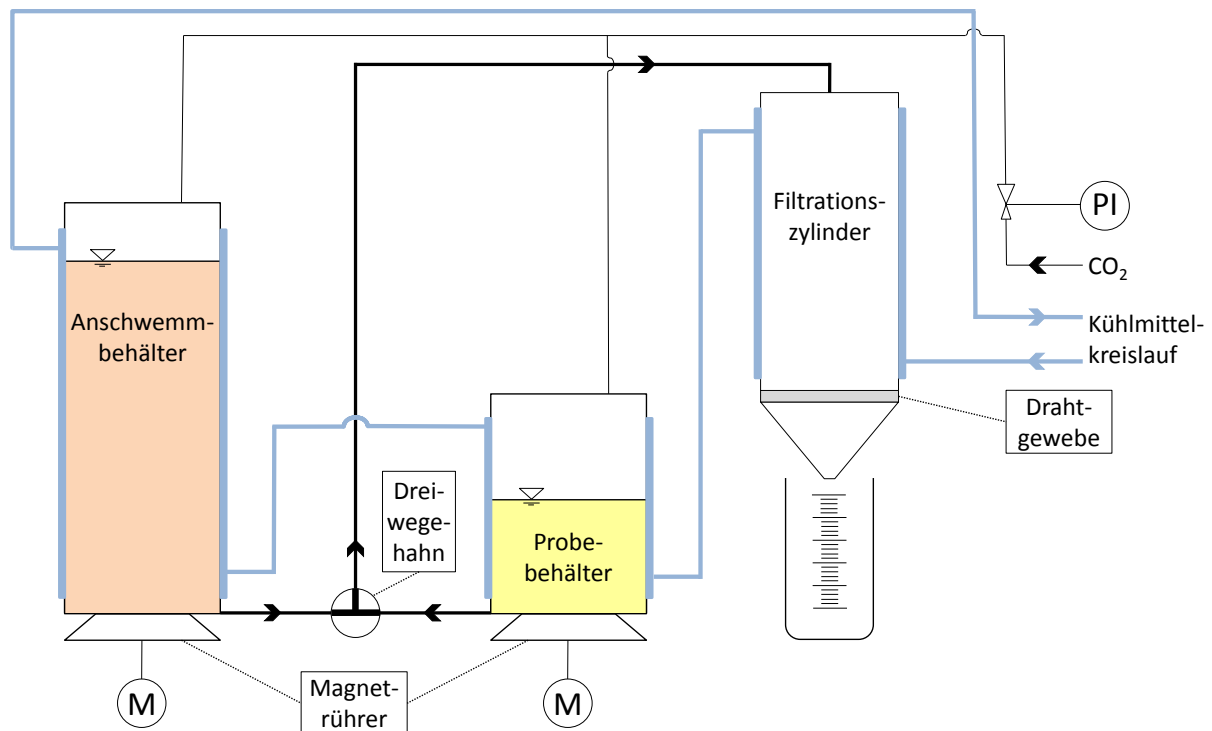


Abb. 3.8: Versuchsaufbau des Modifizierten Raible-Tests

Die Methode „Modifizierter Raible-Test“ ist im Rahmen der Literaturrecherche zu diesem Thema beschrieben (s.o. 2.8.3). Die neue Methode „Angepaßter Raible-Test“ für Zellulose ist mit ihrer Entwicklung als Ergebnis der vorliegenden Arbeit in 4.2.3 (s.u.) beschrieben.

### 3.6 Analysengeräte und -methoden

#### Labor-Analysengeräte

Durchlicht-Mikroskop CX41, Fa. Olympus Deutschland GmbH (Hamburg)

- Okular WH10x/22
- Objektive Plan N 10x/0.25, Plan N 40x/0.65, Plan C 100x/1.25 oil
- Digitale Kamera C-5060, Fa. Olympus Deutschland GmbH (Hamburg)
- Software analysis docu 5.0, Fa. Olympus Soft Imaging Solutions GmbH (Hamburg).

EBC-Filter, Fa. KHS AG (Dortmund), Stützsichtdurchmesser 50 mm, Filterfläche  $19,63\ \text{cm}^2$ , Spaltweite  $70\ \mu\text{m}$  (s. Abb. E.2 in Anhang E).

Feuchtebestimmer MA 150, Fa. Sartorius AG (Göttingen).

Feuchtebestimmer MA 45, Fa. Sartorius AG (Göttingen).

Labor-Trübungsmeßgerät Turbidimeter 2100AN IS, Fa. Hach Lange GmbH (Düsseldorf).

Labor-Trübungsmeßgerät LabScat, Fa. Sigris-Photometer AG (Ennetbürgen, Schweiz).

Laserbeugungssensor HELOS, Fa. Sympatec GmbH (Clausthal-Zellerfeld).

Laserdiffraktometer Rodos T4.1, Fa. Sympatec GmbH (Clausthal-Zellerfeld), Meßbereich 0,5/9,0-1.750  $\mu\text{m}$ .

Laborfilter, Fa. Schenk Filterbau GmbH (Waldstetten), Stützschildtdurchmesser 48,6 mm, Filterfläche 18,55  $\text{cm}^2$  (s. Abb. E.3 in Anhang E).

Spektralphotometer Cadas 200, LPG 392, Fa. Hach Lange GmbH (Düsseldorf).

### Trockensubstanz

Die Messung mit den Feuchtemeßgeräten bestand aus den Schritten:

- Einwiegen von 8-10 g
- Einstellen der Trocknungstemperatur (130 °C bei frischer, also noch nicht suspendierter Zellulose und 180 °C bei aktivierter bzw. regenerierter Zellulose)
- Starten der Messung, die bis zur Massenkonstanz dauerte
- Ablesen des Trockensubstanzanteils in %R.

### Permeabilität (Darcy-Wert)

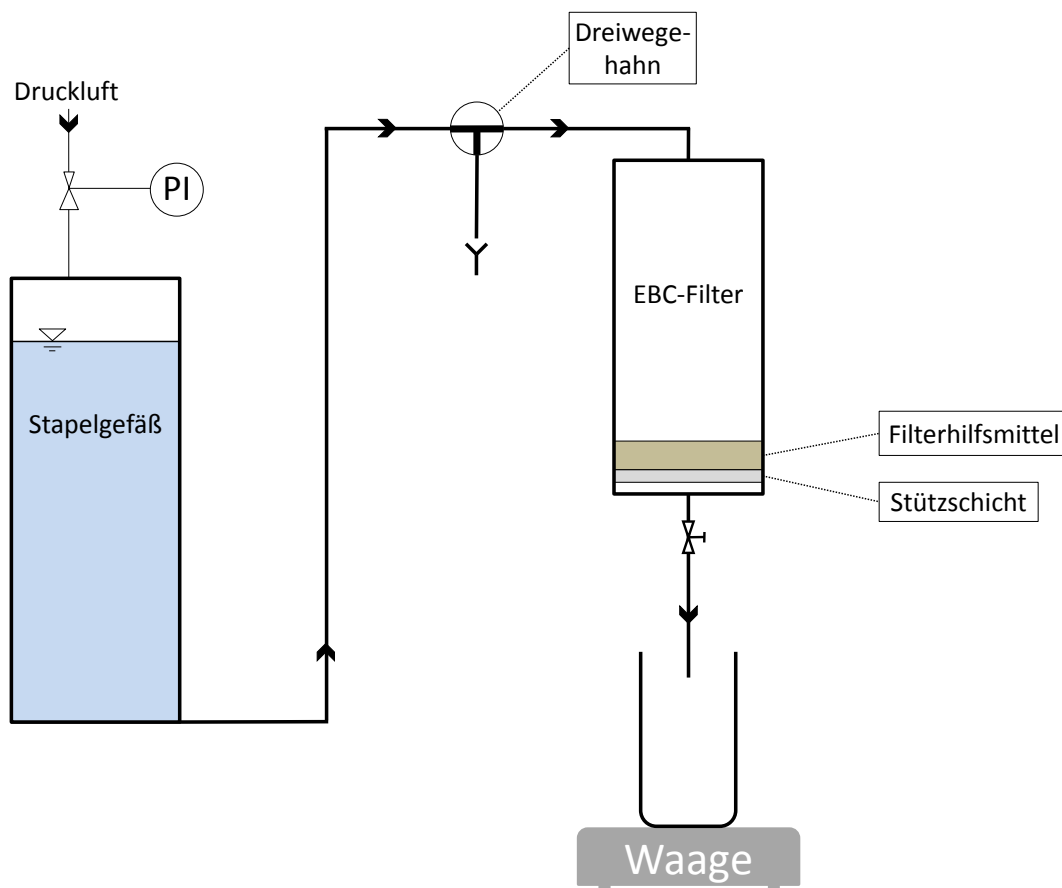


Abb. 3.9: Versuchsaufbau zur Permeabilitätsbestimmung nach DARCY

Die Untersuchung der Permeabilität bzw. Durchlässigkeit der Filterhilfsmittel wurde nach MEBAK [75, 180] durchgeführt, jedoch nicht in einem Permeameter, sondern in einem EBC-Filter (s. Abb. E.2 in

Anhang E). Abb. 3.9 zeigt schematisch den Aufbau. Jede Messung wurde dreifach durchgeführt. Bei Zellulosefasern muß besonders auf gleichmäßiges und gleichartiges Aufrühren geachtet werden, um trotz der leichten Thixotropie der Zellose Suspensionen reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten. Die Wasser-Zellulosesuspensionen wurden unmittelbar nach dem Aufrühren in den Filter überführt, wo sie wegen ihres im Vergleich zu Kieselgur langsameren Absetzens 15 min sedimentierten, bevor die Messung begann.

### Wasserwert nach Schenk

Die Bestimmung des Wasserwertes erfolgte nach MEBAK [178] auf dem Schenk-Laborfilter mit  $18,55 \text{ cm}^2$  Filterfläche (Aufbau s. Abb. 3.10, Photographie des Filters s. Abb. E.3 in Anhang E). Der Wasserwert nach SCHENK ist definiert als das Wasservolumen (L), das pro Zeiteinheit (h)  $1.600 \text{ cm}^2$  einer Anschwemmung aus  $12,5 \text{ kg m}^{-2}$  des untersuchten Filterhilfsmittels bei einer Druckdifferenz von 0,2 bar passiert.

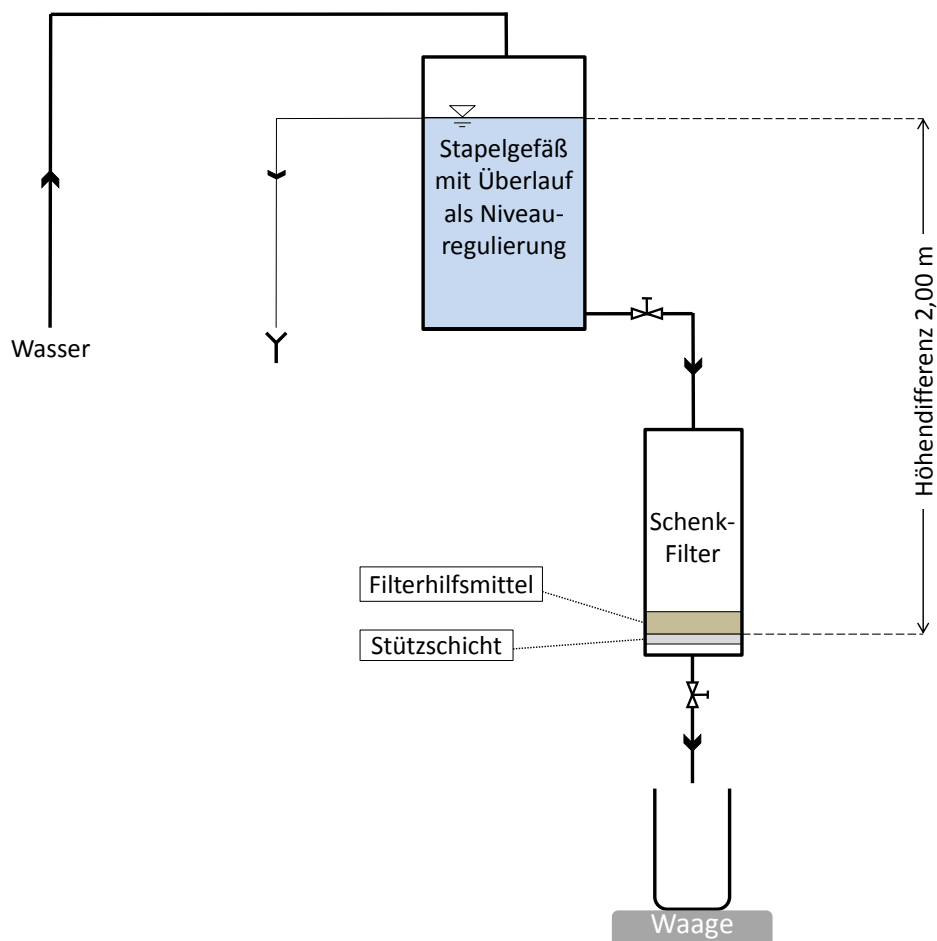


Abb. 3.10: Versuchsaufbau zur Bestimmung des Wasserwertes

### Mikroskopie

Nicht suspendierte Filterhilfsmittelproben wurden zunächst mit wenig destilliertem Wasser homogenisiert. Bei allen Proben war am Mikroskop CX41 Helligkeitsstufe „6“ (max.) und Aperturblende „Ph1“ einzustellen. Mit der eingebauten Digitalkamera C 5060 wurden die mikroskopischen Photos angefertigt.

### **Partikelgrößenverteilung**

Für die automatisierte Messung der Partikelgrößenverteilung von Filterhilfsmitteln im Laserbeugungssensor wurden die Proben der Praxishöhe halber in destilliertem Wasser suspendiert.

### **Biertrübung**

Bei den Pilotfiltrationen wurde die Trübung in der Leitung am Auslauf des jeweiligen Versuchsfilters unter beiden Meßwinkeln (25° und 90°) gemessen. Für Laboruntersuchungen wurden Probeflaschen (0,5 L) randvoll gefüllt und im Labor-Trübungsmeßgerät ebenfalls unter beiden Meßwinkeln gemäß der in Anhang F genannten Vorschrift untersucht.

Am Filtereinlauf des Pilothorizontalfilters wurde die Trübung im 90°-Meßwinkel zur Erkennung von Hefestößen gemessen.

### **Bierfarbe**

Alle Werte für Bierfarben wurden nach der EBC-Methode bestimmt. Diese besteht aus dem photometrischen Vergleich der Extinktionen von Probe und Wasser, welche in 10-mm-Küvetten in das Photometer gesetzt wurden. Die einzustellende Wellenlänge betrug 430 nm. Bei Extinktionen > 0,8 mußte die Probe verdünnt und das Ergebnis später durch den Verdünnungsfaktor geteilt werden. Proben mit Trübungswerten > 1,0 EBC mußten anhand eines Membranfilters mit 0,45 µm filtriert werden [159].

### **Viskositätsmessung**

Beim Rotationsviskosimeter Rheomat R 180 (Fa. ProRheo GmbH, Althengstett) wurde die Schergeschwindigkeit  $D$  in  $s^{-1}$  manuell vorgegeben. Das Gerät maß die Temperatur  $T$  der Probe, daneben das Drehmoment  $M$ , und die Schubspannung  $\tau$ . Hierzu wurde die zu untersuchende Flüssigkeit in einen fixierten Meßbecher gegeben, in dem ein Meßkörper rotierte. Nach dem sogenannten SEARLE-Prinzip ergibt sich aus dem gemessenen Moment die Schubspannung. Aus ihr und der von der Drehzahl abhängigen Schergeschwindigkeit kann die Viskosität errechnet werden [184]. Das Rotationsviskosimeter zeigte die dynamische Viskosität  $\eta$  in Pa s an.

### **Hefezellzahlbestimmung**

Die Hefezellzahl in unfiltriertem Bier wurde anhand einer Thomazählkammer (Typ Profundeur, Fa. Optik Labor GmbH, Friedrichsdorf) gemäß MEBAK [179] ermittelt. Bei Filtratproben wurde die Membranfiltermethode angewandt, bei der man die Probe über einen Membranfilter (ME 25/21, 0,45 µm, Fa. Whatman GmbH, Dassel) filtriert, diesen in einer Petrischale auf Würzeagar (Fa. Mieth & Co. GmbH, Mannheim) anaerob bei 27 °C bebrütet und nach 5 Tagen die Hefekolonien auszählt.

### **Filterkuchenwiderstand**

Der Filterkuchenwiderstand ist ein geeignetes Kriterium zur Beurteilung der Eigenschaften von Filterhilfsmitteln, sofern diese keine hochkompressiblen Kuchen bilden [219]. Er wurde bei einem Teil der Versuche bestimmt. Zu diesem Zweck mußte der spezifische Widerstand des Filterkuchens der Pilotfiltration anhand der Filterkuchenmasse bestimmt werden, weil die Höhe der Kuchen im Pilotfilter nicht gemessen werden konnte. Dies geschah gemäß STIEB [228] und LIU [151], unter der Annahme konstanten Volumenstroms unter Verwendung von Gl. (3) und Gl. (4).

Gl. (3)

$$\alpha_m = \frac{\alpha \times \kappa}{\kappa_m} = \frac{V_F \times \alpha \times \kappa}{m_c}$$

Gl. (4)

$$\alpha \times \kappa = b_1 \times \frac{1}{\eta} \times \left( \frac{A}{V_F t^{-1}} \right)^2$$

Die Kuchenmasse wurde aus den Massen von Voranschwemmung, gesamtter Dosage und zurückgehaltener Hefezellen errechnet. Dabei wurde eine Masse von 0,1 ng pro Hefezelle angenommen [264]. Zur Erleichterung der Arbeit wurden gemäß der Empfehlung von GÖSELE [152] die Gleichungen für inkompressible Filterkuchen verwendet, die im vorliegenden Druckdifferenzbereich einsetzbar sind. Der Widerstand ist dadurch als Durchschnittswert über die Filterkuchenhöhe zu interpretieren. Die exponentiell ansteigenden Druckdifferenzgraphen wurden in Abschnitte zu je 30 min unterteilt und die Steigung der jeweiligen Ausgleichsgeraden als  $b_1$  für den betreffenden Abschnitt ermittelt.

### **Alterungsverkostung nach Eichhorn**

Die sensorischen Auswirkungen der Bieralterung wurden nach EICHORN [65] bestimmt. Diese Untersuchung beinhaltete die Bewertung von Geruch, Trunk und Bittere anhand einer vierstufigen Skala:

- 1 frisch
- 2 leicht gealtert
- 3 stark gealtert
- 4 extrem gealtert.

Jeder Verkoster konnte angeben, ob er die Probe bezüglich der Alterung zu 0 %, 20 %, 40 %, 60 %, 80 % oder 100 % akzeptierte. Der gewichtete Durchschnitt ergab die Akzeptanz in %. Dabei wurden Geruch und Trunk doppelt, Bittere einfach gewertet.

### **Standardanalysen**

Die weiteren, im Rahmen des Projekts verwendeten Standardanalysenmethoden enthält Anhang F.

### **Konfidenzintervall**

Für gemessene Werte wurde, soweit sinnvoll, das Konfidenzintervall um das arithmetische Mittel der Einzelwerte gemäß Gl. (13) errechnet.

Gl. (13)

$$\mu \pm \text{Konfidenzintervall} = \mu \pm F \times \frac{\sqrt{(\sum_{i=1}^n (x_i - \mu)^2)/n}}{\sqrt{n}}$$

$x_i$  sind die Ergebnisse der Einzelmessungen  $i$ ,  $\mu$  ist deren arithmetisches Mittel und  $n$  ihre Anzahl. Der Faktor  $F$  hängt von der Negativwahrscheinlichkeit  $\alpha$  ab. Für  $\alpha = 5 \%$  gilt  $F = 1,96$  [148, 183].

## **3.7 Aktivierungs- und Regenerationsprozeß für Laborversuche**

Für den Aktivierungs- und den Regenerationsprozeß bei den Laborversuchen galt folgendes Standardverfahren. Die auf einem Sieb mit Kaltwasser bis zur Schaumfreiheit gespülte und abgetropfte Zellose wurde in 1,5-prozentige NaOH mit einer Temperatur von  $80 \text{ °C} \pm 5 \text{ K}$  gegeben und 60 min lang bei dieser Temperatur mittels beheiztem Magnetprüher gerührt. Unmittelbar nach Ablauf dieser Rührzeit wurde die gesamte Suspension mit  $\text{H}_3\text{PO}_4$  neutralisiert, dann noch einige Tropfen weitere  $\text{H}_3\text{PO}_4$  zugegeben und erneut mit Kaltwasser bis zur Neutralität gespült.



## 4 Ergebnisse und Diskussion

### 4.1 Filterhilfsmittelbeschreibung und -untersuchung

#### 4.1.1 Zusammensetzung der verwendeten Zellulosemischungen

Die Zellulosemischung ZMIX1 war im Rahmen eines vorangegangenen Projektes erarbeitet worden und hatte sich bereits in der ersten Klärstufe zweistufiger Filtrationen bewährt [264]. Auf dieser Basis wurden drei weitere Mischungen erprobt, bei deren Zusammensetzung in erster Linie der Anteil fibrillierter Fasern variiert wurde (s. Tab. 4.1).

**Tab. 4.1:** Zusammensetzung der erprobten Zellulosemischungen  
Angaben bezogen auf TrS

Mischung	Anteil FHM1 / GG %	Anteil FHM2 / GG %	Anteil FHM3 / GG %	Anteil FHM4 / GG %	Anteil FHM5 / GG %	Anteil FHM6 bzw. FHM7 / GG %	Mittlere Faserlänge nach TrS-Anteilen / $\mu\text{m}$
ZMIX1	25	54	-	5	15	1	ca. 150
ZMIX2	25	45	10	5	15	-	ca. 200
ZMIX3	15	50	15	5	15	-	ca. 210
ZMIX4	15	45	20	5	15	-	ca. 230

#### 4.1.2 Trockensubstanzgehalt der Filterhilfsmittel

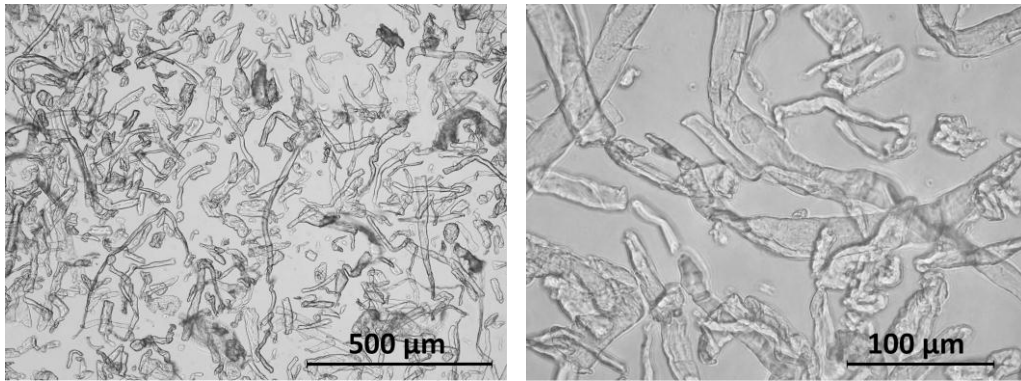
Die Trockensubstanz der Filterhilfsmittel wurde für das Errechnen korrekter Mischungszusammensetzungen, Voranschwemmungsmengen und Dosageeinstellungen bestimmt. Die Mittelwerte der Ergebnisse der Einzelbestimmungen sind in Tab. 4.2 zusammengestellt.

**Tab. 4.2:** Trockensubstanzanteil der eingesetzten Filterhilfsmittel

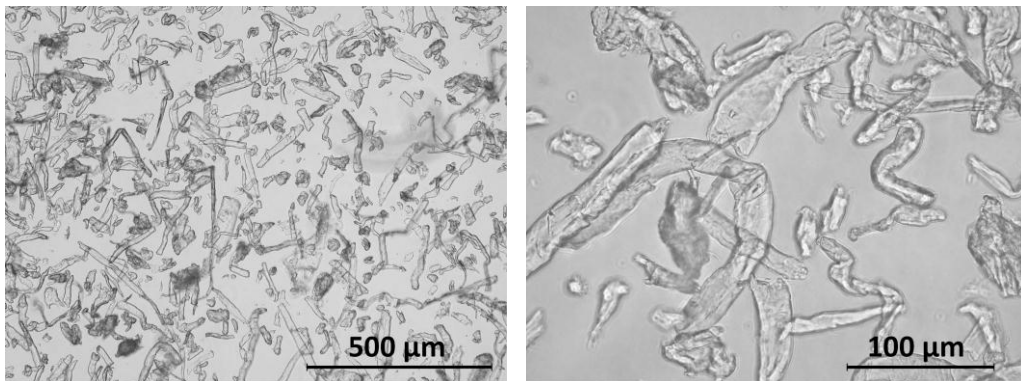
Produkt	TrS / %R	Wassergehalt / %L
FHM1	93,32	6,68
FHM2	92,82	7,18
FHM3	93,50	6,50
FHM4	29,79	70,21
FHM5	90,92	9,08
FHM6 bzw. FHM7	91,52	8,48
Divergan F	92,67	7,33
MaxFlo	92,84	7,16

#### 4.1.3 Photographien der Filterhilfsmittel im Hellfeld

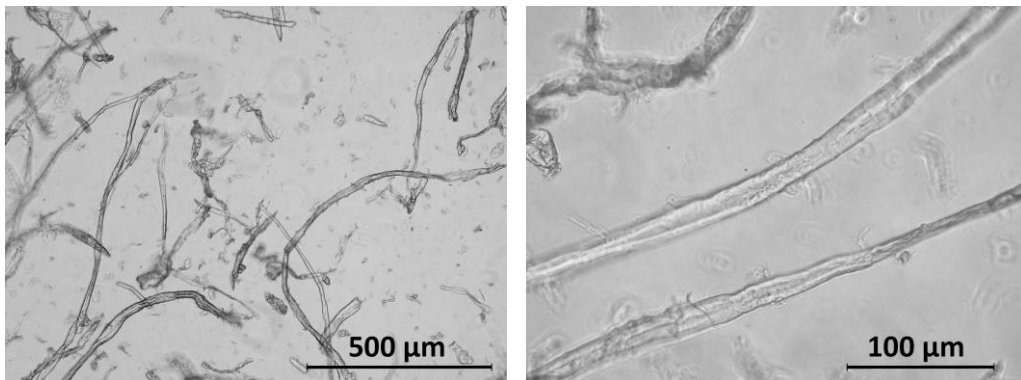
Zum Zweck der optischen Beurteilung und des optischen Vergleichs der Filterhilfsmittel wurde deren Erscheinungsbild im mikroskopischen Hellfeld in zwei unterschiedlichen Vergrößerungen fotografiert, s. Abb. 4.1 bis Abb. 4.10.



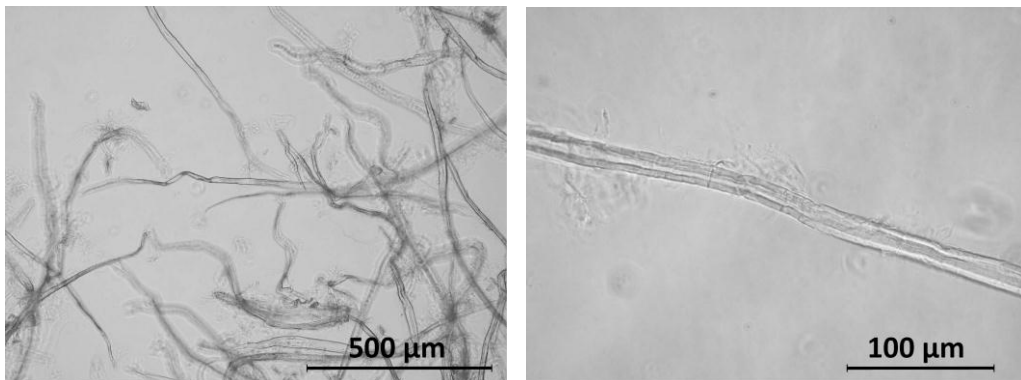
**Abb. 4.1:** Photographien von FHM1 im Hellfeld



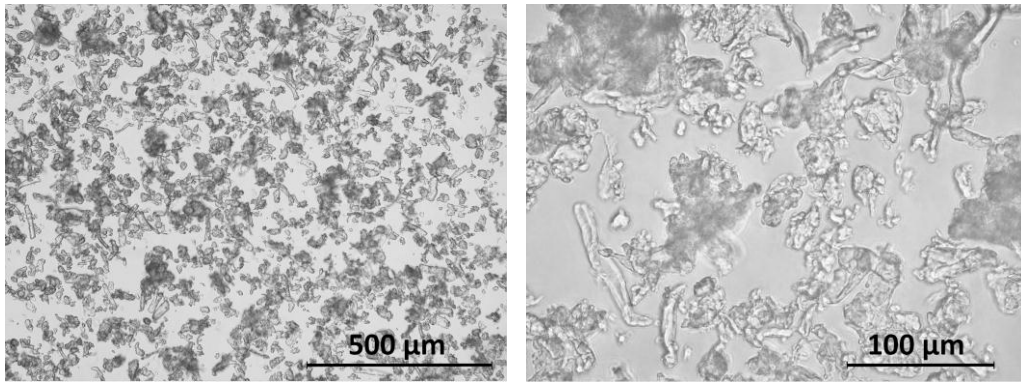
**Abb. 4.2:** Photographien von FHM2 im Hellfeld



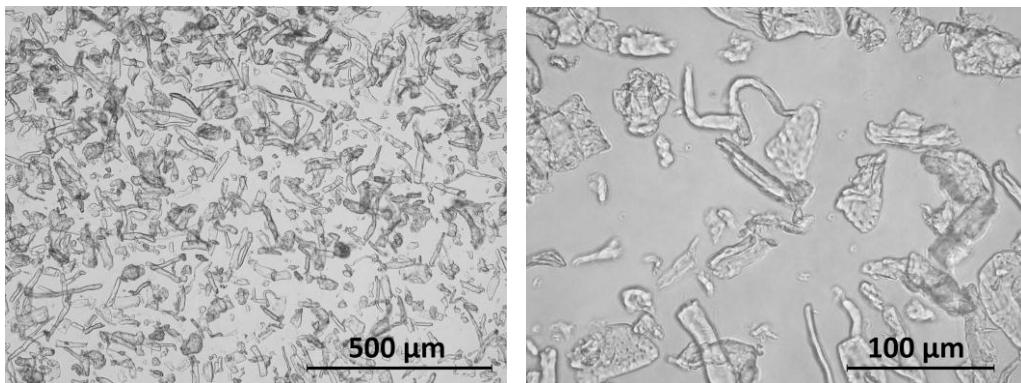
**Abb. 4.3:** Photographien von FHM3 im Hellfeld



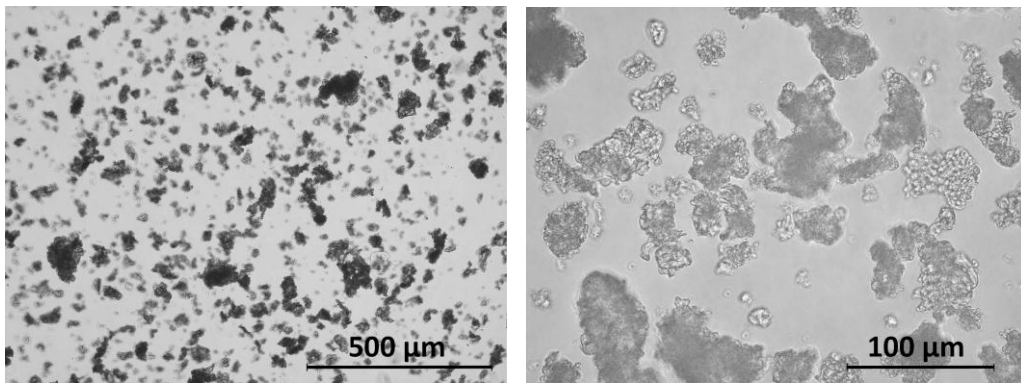
**Abb. 4.4:** Photographien von FHM4 im Hellfeld



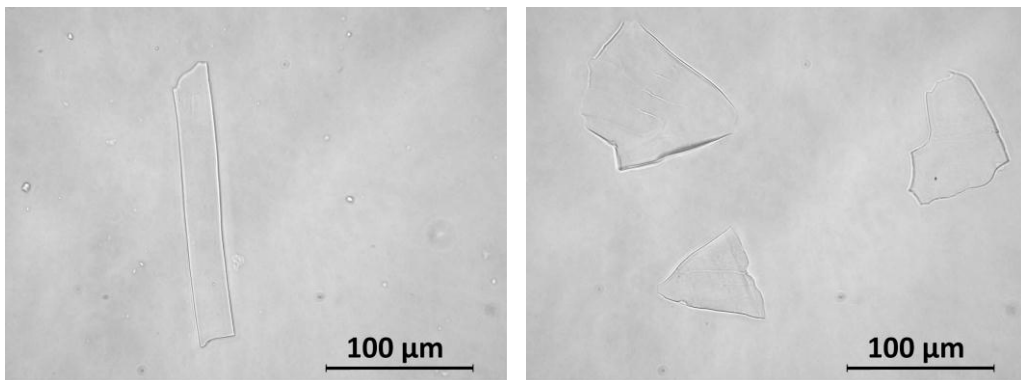
**Abb. 4.5:** Photographien von FHM5 im Hellfeld



**Abb. 4.6:** Photographien von FHM6 im Hellfeld



**Abb. 4.7:** Photographien von PVPP (Divergan F) im Hellfeld



**Abb. 4.8:** Photographien von Kieselsol (Spindasol SB3) im Hellfeld

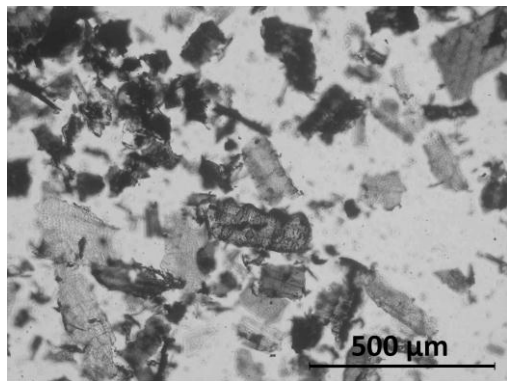


Abb. 4.9: Photographie von RHA (MaxFlo) im Hellfeld

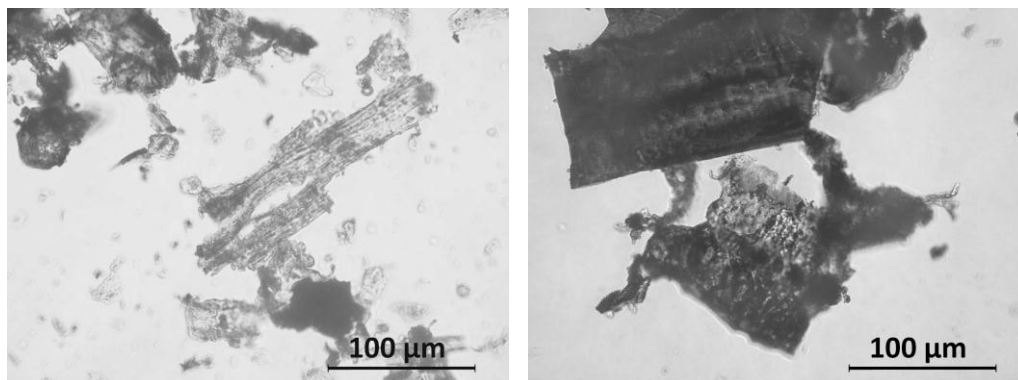


Abb. 4.10: Photographien von RHA (MaxFlo) im Hellfeld

#### 4.1.4 Partikelgrößenverteilung und spezifische Partikeloberfläche

Die Herstellerangaben zu den Partikelgrößen beschränkten sich meist auf Durchschnittswerte. Daher wurden die Partikelgrößenverteilungen, jeweils als Summenverteilung  $Q_3(x)$  und Dichteverteilung  $q_3(x)$ , für die in den erprobten Mischungen enthaltenen Zellulosen und für die weiteren untersuchten Filterhilfsmittel Kieselsol, PVPP und RHA ermittelt. Die wesentlichen Ergebnisse sind in Tab. 4.3 und Tab. 4.4 dargestellt. Bei den erhaltenen Werten ist zu beachten, daß die Größenmessung mit Hilfe der Laserbeugung sich vor allem für sphärische Partikel eignet. Je stärker die Form der Teilchen von der Kugel abweicht, desto ungenauer ist diese Methode [221]

Tab. 4.3: Partikelgrößenverteilung der untersuchten Filterhilfsmittel

Produkt	$x_{10} / \mu\text{m}$	$x_{50} / \mu\text{m}$	$x_{84} / \mu\text{m}$	$x_{90} / \mu\text{m}$	$x_{99} / \mu\text{m}$	$\phi / \mu\text{m}$
FHM1	15	56	146	187	427	81
FHM2	12	49	116	143	296	67
FHM3	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.
FHM4	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.
FHM5	4	18	36	43	89	23
FHM6 bzw. FHM7	10	32	64	76	133	37
Divergan F	14	48	96	k.A.	k.A.	54
Spindasol SB3	5	20	43	49	103	24
MaxFlo	8	48	78	94	244	60

Tab. 4.4: Oberflächenkennzahlen der untersuchten Filterhilfsmittel

Produkt	$S_v / \text{m}^2 \text{cm}^{-3}$	$S_m / \text{cm}^2 \text{g}^{-1}$
FHM1	0,195	$1,95 \times 10^3$
FHM2	0,228	$2,28 \times 10^3$
FHM3	k. A.	k. A.
FHM4	0,213	$2,13 \times 10^3$
FHM5	0,534	$5,34 \times 10^3$
FHM6 bzw. FHM7	0,302	$3,02 \times 10^3$
Divergan F	0,213	$2,13 \times 10^3$
Spindasol SB3	0,474	$4,74 \times 10^3$
MaxFlo	0,283	$2,83 \times 10^3$

Bei den fibrilierten Zellulosefasern wurde der Meßbereich des Laserdiffraktometers überschritten. In Anbetracht der sehr langen Partikel wäre hier kein belastbares Meßergebnis möglich gewesen.

Die in Tab. 4.4 zusammengefaßten Ergebnisse für die Partikeloberfläche ( $S_v$  bezogen auf das Volumen beziehungsweise  $S_m$  auf die Masse) und in Tab. 4.3 für die Partikelgröße (Mittelwert) zeigen deutliche Unterschiede zwischen den einzelnen Zelluloseprodukten. FHM5 hatte mit durchschnittlich 23  $\mu\text{m}$  die geringste Partikelgröße und auch die größte spezifische Partikeloberfläche, sowohl in Bezug auf das Volumen als auch in Bezug auf die Masse. Die größten Partikel besaßen FHM3 und FHM4 (hier wurde der Meßbereich überschritten). Die geringste spezifische Oberfläche lag beim im Unterschied zu FHM3 und FHM4 nicht fibrillierten FHM1 vor. Mit einer für FHM3 angenommenen spezifischen massenbezogenen Oberfläche auf dem Niveau des mikroskopisch sehr ähnlich aussehenden Produktes FHM4 von  $2,13 \times 10^3 \text{ cm}^2 \text{ g}^{-1}$  ergeben sich für die vier untersuchten Mischungen (s.o., Tab. 4.1) fast identische Werte zwischen  $2,63 \times 10^3$  und  $2,66 \times 10^3 \text{ cm}^2 \text{ g}^{-1}$ . Vergleiche auf dieser Basis erscheinen daher nicht sinnvoll.

Das PVPP-Produkt Divergan F hatte eine mit FHM2 und FHM4 vergleichbare Partikeloberfläche, allerdings bei kleineren Partikeln.

MaxFlo (Reishülsenasche) lag sowohl bei der spezifischen Partikeloberfläche als auch bei der durchschnittlichen Partikelgröße etwas höher als das PVPP-Produkt. Bezüglich beider Werte war es ungefähr auf dem Niveau von FHM2. Dieses machte in der verwendeten Mischung ZMIX1 den größten Massenanteil aus. Durch einen (teilweisen) Ersatz von FHM2 mit RHA würde die Zusammensetzung der gesamten Filterhilfsmittelmischung in Bezug auf Partikelgröße und spezifische Oberfläche also kaum verändert. Die Permeabilität der Reishülsenasche lag mit 2,50 Darcy über derjenigen der verwendeten Zellulosemischung ZMIX1 (1,26 Darcy, s.u. 4.1.5). Eine Verwendung von RHA sollte die Durchlässigkeit des Filterkuchens demnach vergrößern, was im untersuchten Labormaßstab auch der Fall war (s.u. 4.1.6).

Ein Vergleich der anhand des Laserdiffraktometers gemessenen Partikelgrößen mit den Angaben der jeweiligen Hersteller der Filterhilfsmittelprodukte ist nicht direkt möglich. Die Hersteller gaben in ihren Produktdatenblättern Werte für die durchschnittliche Faserlänge und Faserdicke an, gemessen wurde im Rahmen dieser Untersuchung jedoch die durchschnittliche Partikelgröße. Daher stimmten diese Angaben bei den näher an sphärischen Formen liegenden kurzen Zellulosefasern besser überein als bei den längeren Fasern. Bei FHM5 waren laut Hersteller Faserlänge und Faserdicke jeweils 20  $\mu\text{m}$ , was gleichzeitig einer mittleren Partikelgröße entsprechen müßte. Der mit dem Laserdiffraktometer ermittelte Wert von 23  $\mu\text{m}$  bestätigte die Herstellerangaben.

#### 4.1.5 Permeabilitäts- und Wasserwerte

Die Darcy- und Wasserwerte der untersuchten Filterhilfsmittel sind in Tab. 4.5 wiedergegeben. Die Permeabilität der im Versuchsbetrieb eingesetzten feinen Kieselgur lag laut Hersteller bei ca. 100 mDarcy, der mittelfeinen Kieselgur bei ca. 300 mDarcy und der flußkalzinierten, also groben Kieselgur bei ca. 1.000 mDarcy. Das untersuchte PVPP entspricht in dieser Beziehung kalzinierten Guren, die RHA flußkalzinierten Guren. Unterstellt man bei RHA denselben Zusammenhang zwischen Permeabilität und Klärschärfe wie bei Kieselgur, ist beim Einsatz von RHA eine größere Filtrationsgeschwindigkeit bei geringerer Klärschärfe zu erwarten, und bei PVPP trifft jeweils das Gegenteil zu. Die Versuche im Labormaßstab bestätigen dies (s.u. 4.1.6 bzw. 4.2.4).

Tab. 4.5: Permeabilitäts- und Wasserwerte der untersuchten Filterhilfsmittel

Filterhilfsmittel	Permeabilität / Darcy	Wasserwert / L h <sup>-1</sup>
Divergan F	0,16	55
MaxFlo	2,50	350
FHM3	12,1	
ZMIX1	1,26	
ZMIX2	1,84	
ZMIX3	1,49	
ZMIX4	1,77	

Mit der stark fibrillierten, in ihren adsorptiven Eigenschaften optimierten Zellulose FHM3 wurde im Rahmen der Untersuchungen der Filterhilfsmittelmischungen auch eine Einzelkomponente beobachtet, deren alleiniger Einsatz zwischenzeitlich erwogen worden war.

FHM3 bildete sehr durchlässige Kuchen und zeigte mit 12,1 Darcy den höchsten Wert. Nach der Untersuchung jedoch zeigten sich diese Kuchen eher als fest verwoben und erschwert auszutragen. FHM3 als alleiniges Filterhilfsmittel ließ sich nach einem Vorversuch auch aus dem Pilothorizontalfilter nicht austragen, der gebildete Kuchen besaß zuviel Zusammenhalt. Daher wurde es im Folgenden nicht weiter alleine betrachtet, sondern nur als Bestandteil von Mischungen.

Der Filterkuchen der Mischung ZMIX1 war kompakt, die Permeabilität mit 1,26 Darcy die kleinste unter den untersuchten Mischungen. Dies lag wahrscheinlich an dem hohen Anteil kurzer Fasern. Die drei anderen betrachteten Mischungen ZMIX2, ZMIX3 und ZMIX4 beinhalteten verglichen mit ZMIX1 deutlich mehr fibrillierte Fasern. Dadurch waren ihre Fasern durchschnittlich länger und die Permeabilität höher.

#### 4.1.6 Weitere Voruntersuchungen an RHA

##### Adsorption farbgebender Bierinhaltsstoffe durch RHA

Zur Einordnung möglicher Auswirkungen des RHA-Einsatzes auf die Bierqualität wurde RHA in variiert Konzentration, bezogen auf Praxisfiltrationen bis hin zum großen Überschuß, in Bier suspendiert. Nach einer gegenüber der gängigen Filtrationspraxis versechsfachten Kontaktzeit von 30 min unter Rühren im Becherglas wurde das Filterhilfsmittel per Faltenfilter (MicroScience 595 ½, Fa. Whatman GmbH, Dassel) und dann per Membranfilter (ME 25/21, 0,45 µm, Fa. Whatman GmbH, Dassel) abfiltriert und das Filtrat analysiert.

Die Bierfarbe wurde photometrisch bestimmt. Tab. 4.6 zeigt die Abnahme der Farbe bei höheren Gaben. Allerdings weicht die Bierfarbe erst bei  $10 \text{ g L}^{-1}$  deutlich von der Nullprobe (6,4 EBC) ab. Diese Konzentration entspricht dem Zehnfachen des bei der Anschwemmfiltration von Bier üblichen Filterhilfsmiteinsatzes. Deshalb kann man von einer unbedenklich kleinen Adsorptionsaktivität gegenüber den färbenden Bierinhaltsstoffen ausgehen. Die mit  $0 \text{ g L}^{-1}$  (Nullprobe) und die mit  $5 \text{ g L}^{-1}$  behandelten Proben wurden zusätzlich wieder aufkarbonisiert und sensorisch verglichen. Der Vergleich ergab im Triangel-Test bei sieben Verkostern mit drei richtigen Ergebnissen keinen signifikanten sensorischen Unterschied.

**Tab. 4.6: Zusammenhang von RHA-Konzentration (Überschuß), Extinktion und Bierfarbe**

Konzentration / $\text{g L}^{-1}$	Konzentration / $\text{g hL}^{-1}$	Extinktion (430nm)	Bierfarbe / EBC
0	0	0,256	6,40
5	500	0,256	6,40
10	1.000	0,242	6,00
15	1.500	0,240	6,05
20	2.000	0,239	5,98
25	2.500	0,233	5,83
30	3.000	0,231	5,78
35	3.500	0,223	5,58

Die erzielten Ergebnisse legen den Schluß nahe, daß ein Filterhilfsmittel mit oder aus RHA die Bierqualität gegenüber der Kieselgurfiltration nicht beeinträchtigen wird, wenn vergleichbare Trübungswerte erzielt werden.

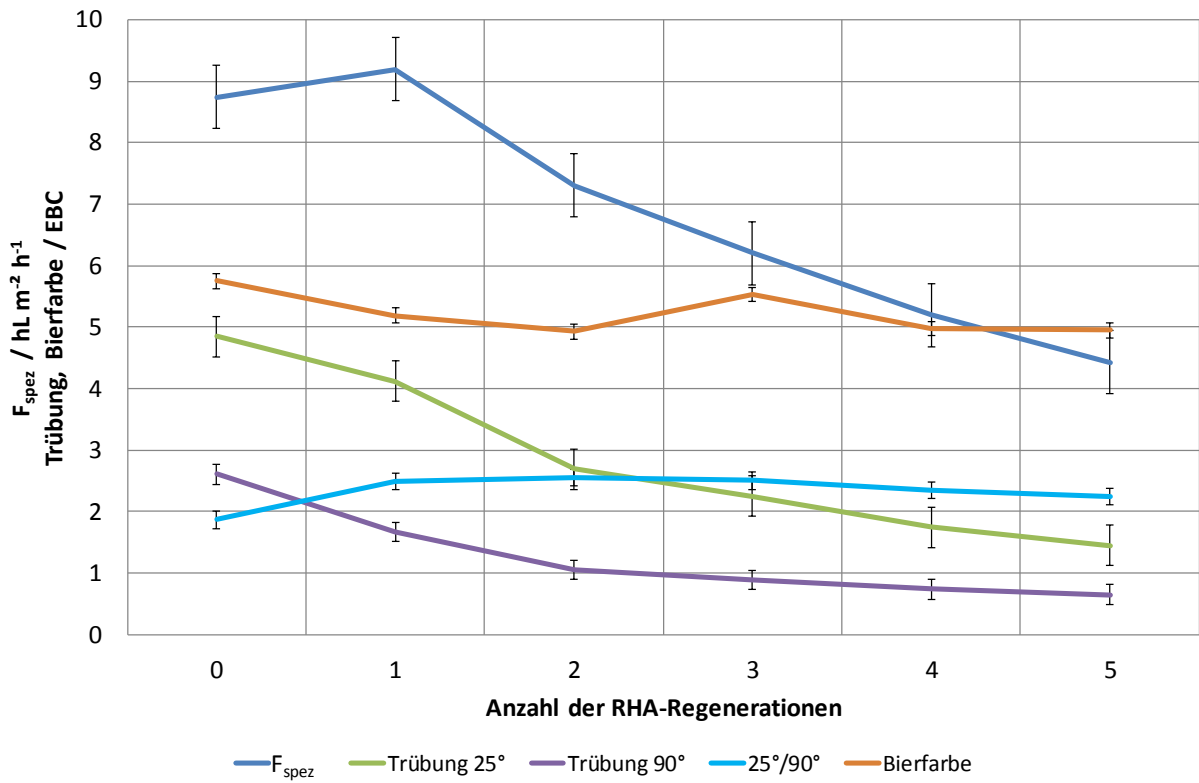
#### **Regeneration von RHA und Zusatz zum Zellulosefilterhilfsmittel**

Voraussetzung für einen wirtschaftlichen Einsatz von Mischungen aus Zellulosefasern und RHA als Filterhilfsmittel in der Anschwemmfiltration wäre deren Regenerierbarkeit und damit auch die der zugesetzten RHA. Zu deren Beurteilung wurde 100 % RHA wiederholt dem Angepaßten Raible-Test und jeweils anschließend dem Aktivierungs- und Regenerationsprozeß bei den Laborversuchen unterzogen.

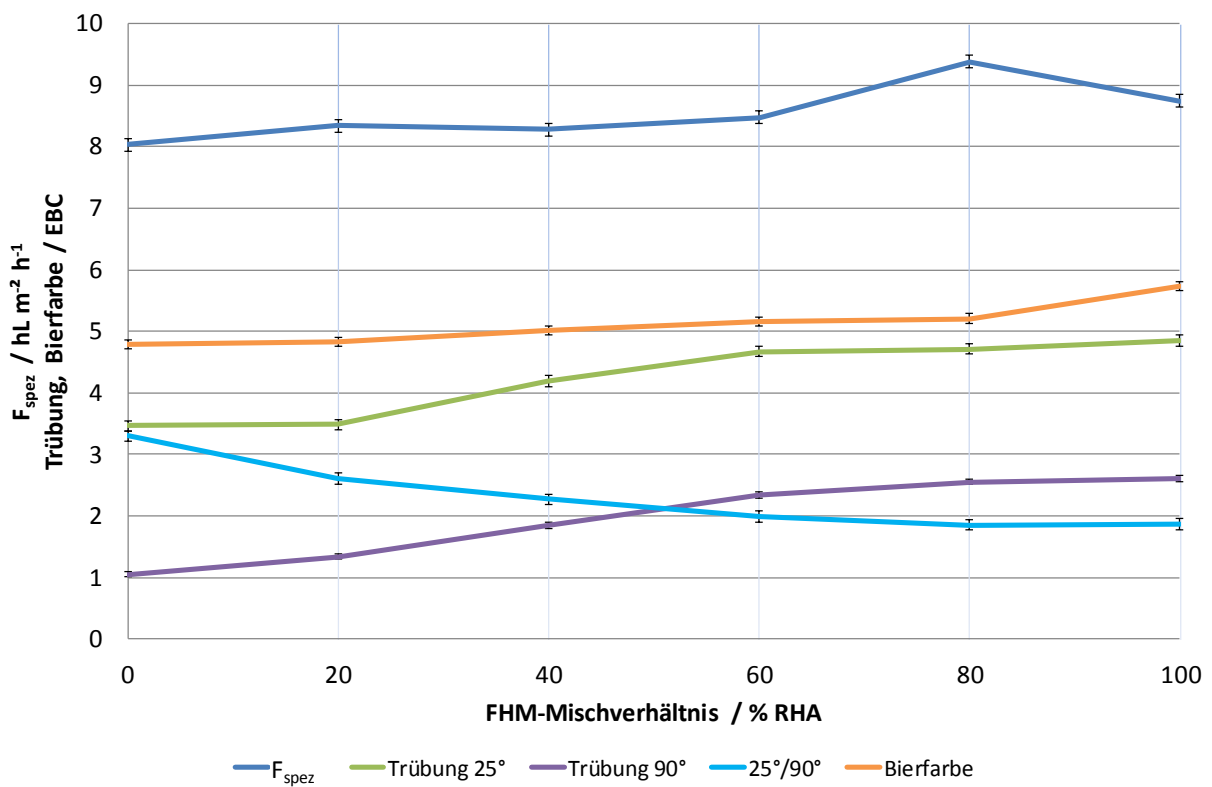
Die Trübungswerte nahmen mit zunehmender Anzahl durchgeführter Regenerationen ab (s. Abb. 4.11). Auch das  $F_{\text{spez}}$  nahm deutlich ab. Der Verlauf des Graphen läßt den Schluß zu, daß das  $F_{\text{spez}}$  bei weiteren Regenerationen noch weiter abgenommen hätte.

Auffällig war die leichte Schwarzfärbung des auf knapp unter pH 7 gesäuerten Spülwassers nach der Regeneration von RHA. Offensichtlich wurden Partikel suspendiert und ausgespült.

Die mikroskopische Bestimmung der Partikelzahl im Filtrat anhand einer Thomakammer ergab nach der ersten Filtration ca. 5-20 große RHA-Partikel (Durchmesser ca. 5-100  $\mu\text{m}$ ) pro Zählfeld. Nach einer Regeneration waren es 0-1 und nach zwei Regenerationen keine mehr. Dementsprechend nahm das Verhältnis  $25^\circ/90^\circ$  zu und erreichte nach zwei Regenerationen sein Maximum. Der Hauptbestandteil von RHA, Siliziumdioxid, ist chemisch inert gegenüber NaOH. Daraus kann geschlossen werden, daß die hier pur verwendete RHA mechanisch zerkleinert wurde, was ihre Regenerierbarkeit erheblich in Frage stellt.



**Abb. 4.11: Einfluß der Regeneration von RHA auf Trübung, Bierfarbe und  $F_{spez}$**   
 Angepaßter Raible-Test,  $n = 3$ ,  $\alpha = 0,05$



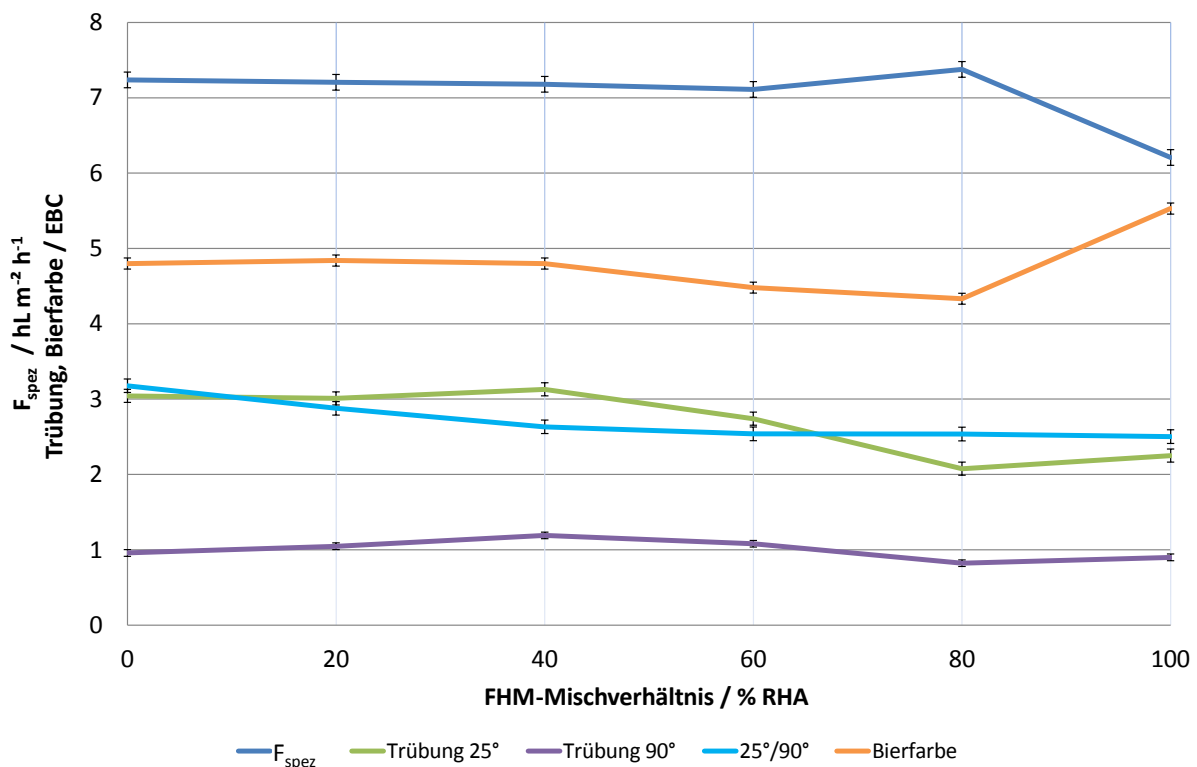
**Abb. 4.12: Auswirkungen variierten RHA-Anteils am Filterhilfsmittel**  
 Angepaßter Raible-Test, ZMIX1 (akt),  $n = 3$ ,  $\alpha = 0,05$



Die Möglichkeiten und Auswirkungen des Einsatzes von RHA, vor allem hinsichtlich höherer adsorptiver Aktivität gegenüber Trübungsbildnern und bierfärbenden Komponenten wurden anhand des Angepaßten Raible-Tests mit stufenweise von 0-100 % variiertem Mischungsverhältnis der Filterhilfsmittel RHA und ZMIX1 untersucht. Die Einwaagen betragen auch hier  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$  TrS in den Anschwemmbehälter und  $100 \text{ g hL}^{-1}$  in den Probebehälter. Neben den Mischungen kam damit je einmal pure RHA und einmal pure Zellulose zum Einsatz. Diese Mischungen wurden nach Gebrauch dreimal regeneriert und erneut untersucht, um Auswirkungen der Regeneration von RHA in diesen Mischungen zu ermitteln.

Abb. 4.12 zeigt, daß sämtliche Trübungswerte mit zunehmendem RHA-Anteil anstiegen. Bierfarbe und  $25^\circ/90^\circ$ -Trübungsverhältnis wiesen dabei zunächst auf eine schlechtere Adsorptionsfähigkeit hin. Die Steigerung der Trübung ist wahrscheinlich auf die vergleichsweise großen Partikel und die hohe Permeabilität der eingesetzten RHA zurückzuführen.

Nach dreimaligem Regenerationsprozeß wurde mit diesen Filterhilfsmitteln zwischen 40 % und 80 % RHA-Anteil eine deutliche Verringerung der Trübungswerte erzielt. Ursache ist wahrscheinlich die Verkleinerung der Filterkuchenporen infolge der mechanischen Zerkleinerung der RHA-Partikel beim Regenerieren.



**Abb. 4.13: Auswirkungen variierten RHA-Anteils am Filterhilfsmittel nach dreimaliger Regeneration**

Angepaßter Raible-Test, ZMIX1 (akt),  $n = 3$ ,  $\alpha = 0,05$

In erster Linie zeigen auch diese Ergebnisse, daß die vorliegende RHA nicht mit der verwendeten Methode regenerierbar war, unter anderem zu sehen an der leichten Schwarzfärbung der Waschlauge nach dem Regenerieren. Hier waren RHA-Verluste nicht zu vermeiden, da auch nach Abfiltrieren dieser feinen Partikel anhand eines Membranfilters diese nicht in die Probe zurückgeführt werden konnten. Gerade bei erstmals regenerierter RHA zeigte sich während der Versuche, daß diese auf Oberflächen am Arbeitsgerät Ablagerungen bildete, die sich allein durch Strömung nicht entfernen ließen.

Abb. 4.14 zeigt als Beispiel rechts zwei neue und links zwei Rührfischchen nach dem Regenerieren. Die dunkle Schicht ließ sich auch durch mechanische Einwirkung nicht entfernen.



**Abb. 4.14:** Photographie der Ablagerung auf Rührfischchen nach der Regeneration von RHA

Abb. 4.15 zeigt zwei 0,45- $\mu\text{m}$ -Membranfiltereinlagen. Die linke war zum Klären einer Filtratprobe aus einem Versuch mit 80 % RHA nach drei Regenerationszyklen verwendet worden, die rechte mit 100 % Zellulose, dient hier dem Farbvergleich. Die Verfärbung links zeigt die im Filtrat vorhandenen RHA-Reste.



**Abb. 4.15:** Vergleich der Einlagen nach Membranfiltration von Filtraten des Angepaßten Raible-Tests mit bzw. ohne RHA

Die eingesetzte RHA ist der Belastung durch das hier angewandte Regenerationsverfahren nicht gewachsen. Dies gilt auch für Mischungen mit Zellulosefasern. Eine Verwendung im größeren Maßstab scheint deswegen auf diesem Stand nicht sinnvoll.

## **4.2 Entwicklung von Laborverfahren zur Vorhersage der Filterhilfsmittleigenschaften**

### **4.2.1 Bestimmung der Trubaufnahmekapazität der Filterhilfsmittel**

Diese Untersuchung wurde zur Klassifizierung der Filterhilfsmittel erprobt. Die Apparatur erlaubte keinen Kreislaufbetrieb zur Verbesserung der Voranschwemmung vor Beginn der Messung. Das Verdrängen der Wasser-Bier-Mischphase vor Beginn der eigentlichen Messung führte zu anfänglich erhöhtem Trübungswert. Dennoch war der Filterhilfsmittelverlust vernachlässigbar. Der Trübungswert am Auslauf blieb nach Ablauf der ersten 15 min zunächst auf niedrigem Niveau. Infolge der fehlenden laufenden Filterhilfsmitteldosage stieg er danach an, wenn die Trubaufnahmekapazität erschöpft war.

Jedes untersuchte Filterhilfsmittel wurde zunächst aktiviert, gemessen, regeneriert und nochmals gemessen. FHM3, ZMIX3 und ZMIX4 ergaben im aktivierten Zustand etwas höhere Trübungswerte als nach der Regeneration. Bei ZMIX1 und ZMIX2 lagen die Trübungswerte mit regenerierten Proben deutlich höher als bei den aktivierten. Die Untersuchung der regenerierten Proben dieser beiden Fasermischungen war offensichtlich nicht erfolgreich.

Gute Filtrationseigenschaften der Filterhilfsmittel wurden im Fall niedrigen Trübungswertes und langer Standzeit vor dem Trübungsanstieg erwartet. In dieser Hinsicht ließen ZMIX1 (akt), ZMIX2 (akt) und ZMIX3 positive Eigenschaften erwarten. Durch den frühen Trübungsanstieg schien ZMIX4 weniger geeignet. Diese Ergebnisse stimmen nicht mit denen der Pilotfiltrationen am Horizontalfilter überein, bei denen mit ZMIX3 die besten und ZMIX4 die zweitbesten Ergebnisse erzielt wurden (vgl. unten Tab. 4.13, aktivierte FHM).

Die Untersuchung regenerierter Zellulosen mit dem Filtertube konnte nicht erfolgreich durchgeführt werden. Dies könnte an mechanischen Veränderungen der Fasern mit der Folge durchbrechender feiner Zellulosepartikel und an Sedimentationserscheinungen am Auslauf gelegen haben. Konstruktionsbedingt befand sich im Filtertube verglichen mit einem Pilot- oder Praxisfilter eine sehr viel größere Menge Fest-Flüssig-Suspension über dem Filterkuchen. Daneben konnte keine laufende Dosage zugegeben werden. Die Raumsiebwirkung entfaltete sich anders als am Pilotfilter. Offensichtlich ist ihr Einfluß wichtiger als die hier untersuchte Adsorption. Im Ergebnis erscheint diese Methode nicht gut geeignet zur Vorhersage der Filtrationseigenschaften von Fasermischungen.

Größerer Anteil langer Fasern führt bei dieser Konfiguration tendentiell zu höherem Trübungswert. Ein nur aus FHM3 aufgebauter Filterkuchen ist hier zu durchlässig für eine nennenswerte Partikelretention, wie die schnell ansteigende Trübung zeigt (s. Abb. 4.16). Laut Hersteller besaß dieses Produkt optimierte Adsorptionseigenschaften. Ein hinsichtlich der Trübung besseres Filtrationsergebnis bei der Praxisfiltration wäre demnach nicht durch Adhäsion bzw. Zeta-Potential zu erreichen, sondern über schärfere Raumsiebwirkung.

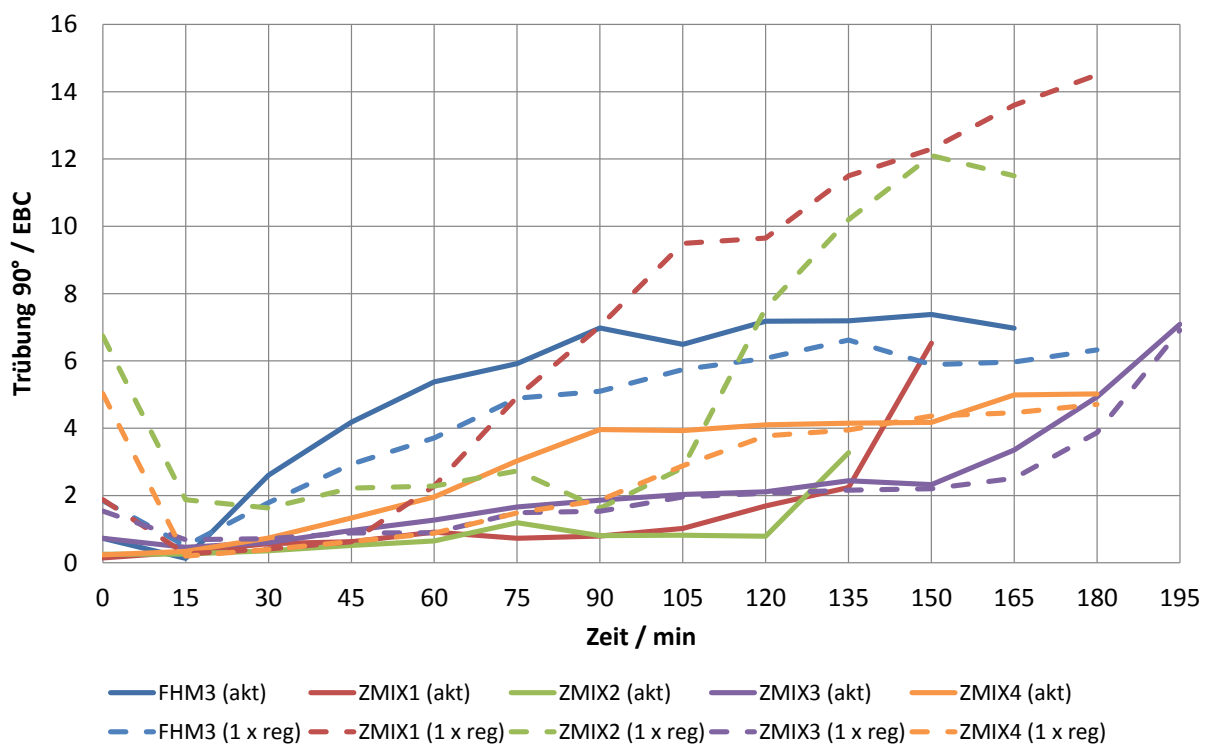


Abb. 4.16: Zeitlicher Verlauf der Trübung am Auslauf des Adsorptionskapazitätstests

#### 4.2.2 Anpassung des Modifizierten Raible-Tests als Laborverfahren zur Vorhersage der Filtrationseigenschaften von Zellulosefasern

##### Ziele der Anpassung

Zweck der beschriebenen Untersuchungen war, mit der Methode Auswirkungen von Filterhilfsmittelvariationen für den größeren Maßstab vorhersagen zu können. Hierbei lag das Hauptaugenmerk auf den bei der Zellulosefiltration kritischen Trübungswerten im Unterschied zur Orientierung am Durchsatz beim Modifizierten Raible-Test. Die Methode sollte Anschwemmungen ermöglichen, die mit den unterschiedlichen Zelluloseprodukten jeweils reproduzierbare Trübungswerte und als Voraussetzung dafür auch reproduzierbare Werte für das  $F_{\text{spez}}$  liefern. Zunächst war die operative Verwendbarkeit der Apparatur mit reinen Zellulosefaser-suspensionen sicherzustellen.

##### Verbesserung der Strömung in den Leitungswegen

Als Ergebnis von Eignungsversuchen neigten die für Kieselgur ausgelegten Innendurchmesser der Anschlüsse und Ventile des Filterstandes für den Modifizierten Raible-Test beim Durchströmen mit Zello-suspensionen zum Verstopfen. Daher wurden die vorhandenen Leitungen und Anschlüsse sowie das Dreiwegeventil durch Bauteile mit größerem Durchmesser ersetzt (s. Tab. 4.7).

Tab. 4.7: Abmessungen der originalen und neuen Bauteile des Raiblefilters

Bauteil	Maß	vor dem Umbau	nach dem Umbau
Schlauchverbindungen	Innendurchmesser	6 mm	9 mm
	Wandstärke	3 mm	3 mm
Schlauchtüllen	Innendurchmesser	1/8 Zoll	1/4 Zoll
Dreiwegehahn	Innendurchmesser	1/8 Zoll	1/4 Zoll

Die Verwendbarkeit auch der umgebauten Apparatur für den Modifizierten Raible-Test mit Kieselgur konnte anhand folgender Untersuchung nachgewiesen werden. Jeweils vor und nach dem Umbau wurde die Methode mit den in 3.2 (s.o.) genannten Kieselguren und drei unterschiedlichen unfiltrierten Bieren bzw. Wasser durchgeführt. Als zulässige Abweichung wurden maximal 5 % definiert.

Tab. 4.8: Auswirkungen des Umbaus auf den Modifizierten Raible-Test

$n=5$

Probe		$F_{\text{spez}} / \text{hL m}^{-2} \text{h}^{-1}$	Trübung 90° / EBC	Trübung 25° / EBC
Hacker-Pschorr, Kellerbier ANNO 1417		4,70	1,34	2,06
		4,56	1,32	2,07
	Abweichung	- 3,0 %	- 1,5 %	0,5 %
Bischofshof, Kellerbier Zoigl		4,53	0,69	0,90
		4,56	0,71	0,91
	Abweichung	0,7 %	2,9 %	1,1 %
Mittenwalder, Berg-Gold, Zwickelbier		7,02	0,65	1,70
		6,94	0,66	1,59
	Abweichung	- 1,1 %	1,5 %	-6,5 %
Wasser		14,34		
		14,87		
	Abweichung	3,7 %		

Nach dem Umbau ging die Entleerung des Anschwemmbehälters bis ca. zum halben Füllstand erkennbar schneller, danach zeigte sich eine Angleichung. Daraus wurde gefolgert, daß ab dem ungefähr halben Anschwemmvolume nicht mehr die Strömung in der Zuleitung, sondern der Filterkuchen die Strömungsgeschwindigkeit bestimmte. Tab. 4.8 stellt dem  $F_{\text{spez}}$  und der Trübung vor dem Umbau die Werte danach gegenüber.

In neun von zehn Fällen wurde die vorher festgelegte Maximalabweichung eingehalten, meist sogar deutlich unterschritten. Die einzige Überschreitung ist eine Trübungsmessung. Beim Modifizierten Raible-Test wird indessen das  $F_{\text{spez}}$  als Ergebnis ermittelt, sodaß der Raiblefilter mit vergrößerten Leitungsdurchmessern auch dafür weiterhin eingesetzt werden kann.

### **Verbesserung der Kuchenbildung: Anpassungsversuche mit Wasser**

#### **Vollfüllen des Zylinders**

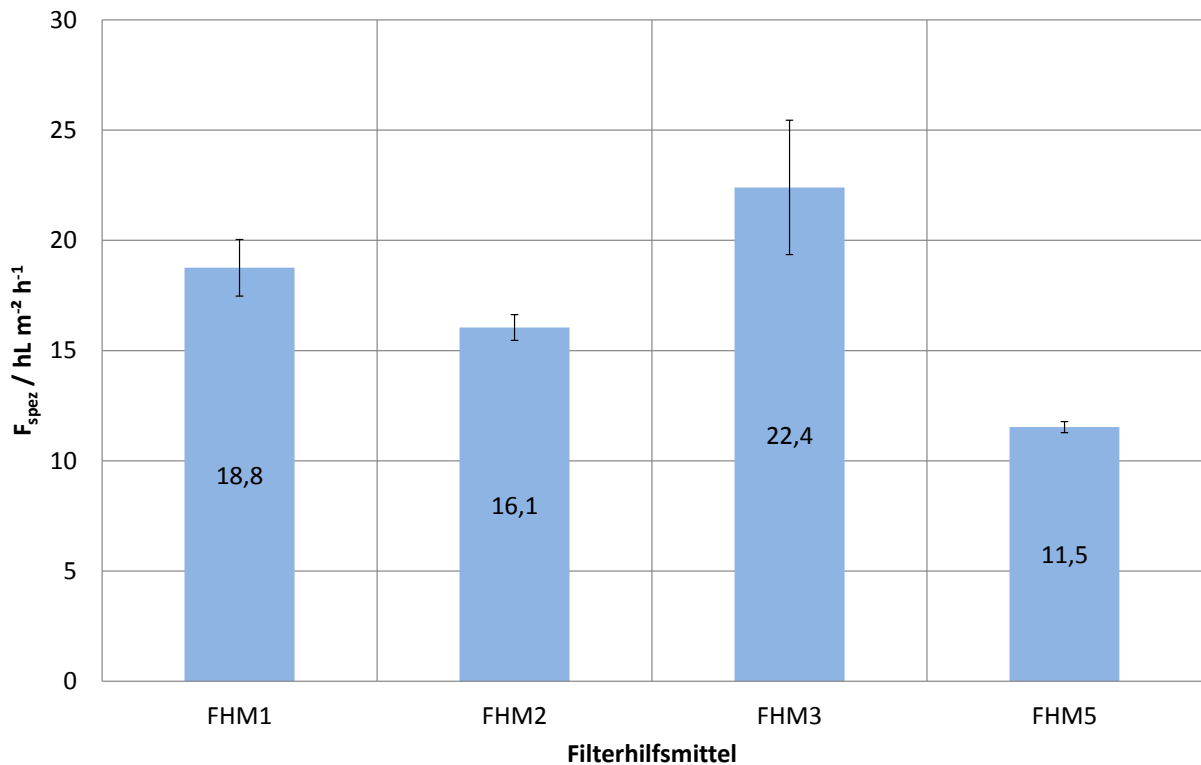
Bereits bei den Eignungsversuchen hatten die Zellulosefilterkuchen im Raibleapparat „Löcher“ (s. Abb. 4.17), das aus fibrillierten Fasern bestehende FHM4 bildete keine Kuchen. Dies schien durch die auftreffende Flüssigkeit verursacht und dadurch begünstigt, daß die Kuchen aus Zellulose weniger kompakt waren als Kieselgurkuchen. Ohne entsprechende Korrektur schien das Erzielen aussagefähiger Ergebnisse unmöglich.



**Abb. 4.17:** Photographie eines Raiblefilterkuchens aus Zellulosefasern mit „Loch“

Die Variation des anliegenden Überdrucks brachte keine Verbesserung, weder die Anhebung auf 1,3 bar noch die variierte Absenkung auf 0,7 bar, 0,5 bar und 0,3 bar.

Der Versuch, den Filtrationszylinder vor dem Öffnen des Filterauslaufs mit der Suspension aus dem Anschwemmbehälter vollzufüllen (ca. 230 mL) blieb erfolglos, obwohl die einströmende Flüssigkeit den Kuchen nicht mehr ungebremst treffen konnte. Auch diese höhere Wassersäule über dem Kuchen konnte die ungünstige Einwirkung der Strömung nicht im erforderlichen Umfang einschränken. Abb. 4.18 zeigt das jeweils erzielte  $F_{\text{spez}}$ . Die Meßergebnisse wiesen eine breite Streuung auf, wie an den großen Konfidenzintervallen zu sehen ist. Die Oberflächen der resultierenden Filterkuchen waren dementsprechend uneben (s. Abb. 4.19). Bei FHM4 war es nicht möglich, einen richtigen Kuchen anzuschwemmen.



**Abb. 4.18:**  $F_{spez}$  einzelner FHM bei Vollfüllen des Filtrationszylinders

Anschwemmbehälter: 0,98 g, Probebehälter: 0,40 g,  $p = 1,0 \text{ bar}$ ,  $T = 0 \text{ °C}$ ,  $n = 3$ ,  $\alpha = 0,05$



**Abb. 4.19:** Vollfüllen des Zylinders: Photographie eines Raiblefilterkuchens aus Zellulosefasern

### Einbau von Dralleinsätzen

Eine weitere Möglichkeit der kuchenschonenden Anschwemmung liegt in der Entschärfung der eintretenden Strömung durch geeignete Einbauten. Mit dem Ziel, den Strahl vor dem Auftreffen auf die Kuchenoberfläche abzubremsen und zu zerteilen, wurden je drei Zapfen angeschweißt (s. Abb. 4.20). Darauf konnten entsprechende Einsätze gelegt werden. Diese Einsätze waren herausnehmbar, um den Testaufbau auch für den Modifizierten Raible-Test verwenden zu können. Abb. 4.21 zeigt den Aufbau des Filtrationszylinders mit diesen Zapfen.

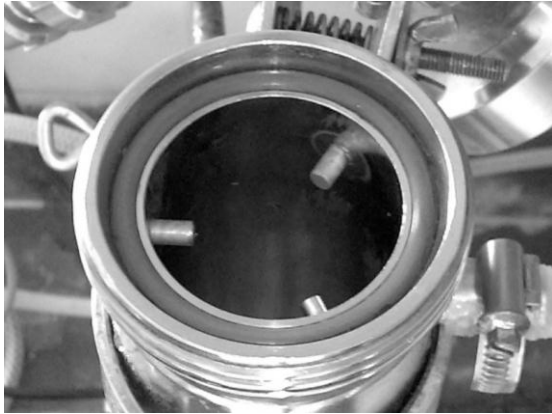


Abb. 4.20: Photographie der oben in den Raiblefilter eingebauten Zapfen

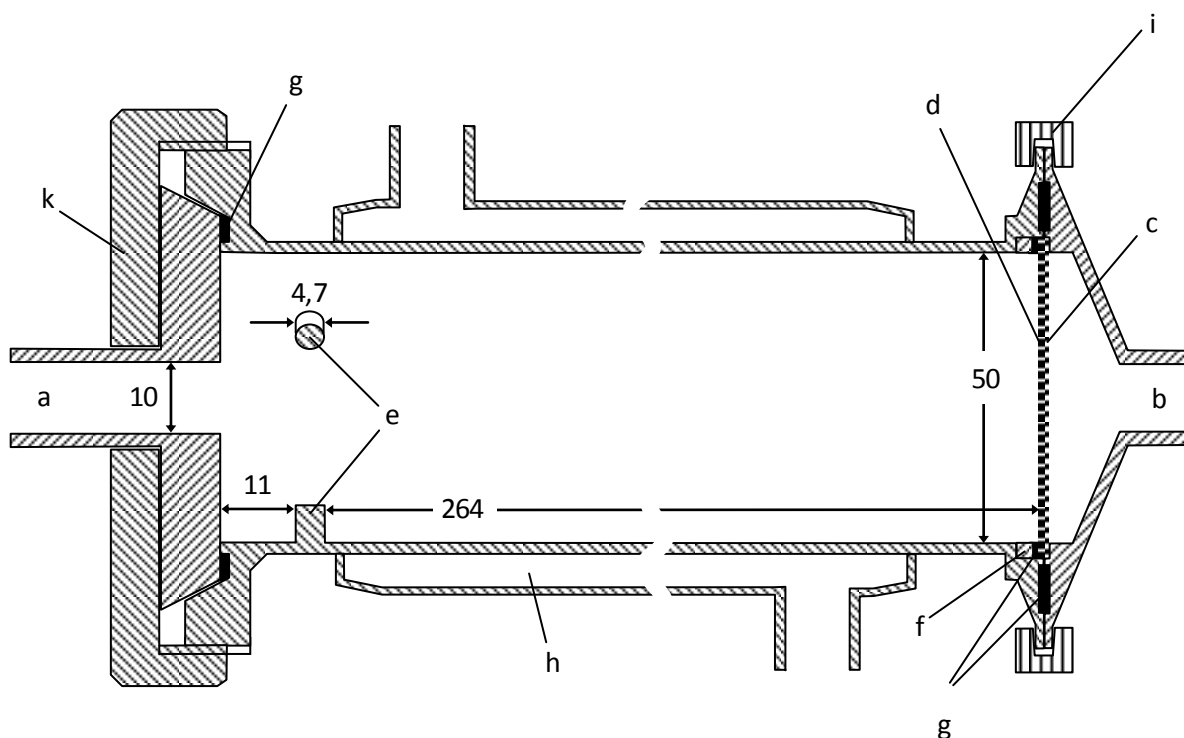


Abb. 4.21: Längsschnitt durch den Filtrationszylinder des Raible-Testaufbaus (liegend dargestellt)

Abmessungen in mm; Legende: Filtereinlauf (a), Filterauslauf (b), Stützschrift (c), Stahldrahtgewebe (d), eingebaute Zapfen als Stütze für Dralleinsätze (e), Kunststoffring zum Befestigen des aus Stützschrift und Stahldrahtgewebe bestehenden Filtermittels (f), Dichtungen (g), Kühlmantel (h), Spannreifen zum Befestigen des Filtermittels (i), Rohrschelle (k)

Zunächst wurden Zapfen oben unter dem Einlauf und unten über der Stützmembran angebracht (s. Abb. 4.21 und Abb. E.1 in Anhang E). Weil der Kühlmantel des Zylinders die Montage dort deutlich erschwert hätte, wurde die zunächst angedachte dritte Versuchsposition in der Mitte zurückgestellt. In der unteren Position ermöglichten die Einsätze kein gleichmäßiges Absetzen der Zellulosefasern. Mit keinem der erprobten Dralleinsätze konnten regelmäßig aufgebaute Filterkuchen angeschwemmt werden. Die obere Position indes ließ eine Tendenz zur Verbesserung erkennen und wurde im Folgenden verwendet.

Sechs unterschiedliche Dralleinsätze wurden erprobt. Diese bestanden aus einem Aluminiumgitter mit unterschiedlichen aufgelöteten Aufsätzen. In Tab. 4.9 sind die Abmessungen dieser Aufsätze und die verwendeten Bezeichnungen zusammengestellt. Abb. 4.22 zeigt den Querschnitt durch einen solchen Dralleinsatz und die Maßbezeichnungen, Abb. 4.23 Photographien aller erprobter Einsätze.

Tab. 4.9: Abmessungen der untersuchten Dralleinsätze gemäß Abb. 4.22

Bezeichnung	Nr. in Abb. 4.23	Beschreibung	a / mm	b / mm
Scheibe klein	1	konvexe Metallscheibe	3,6	18,4
Scheibe mittel	2	konvexe Metallscheibe	4,3	22,3
Scheibe groß	3	konvexe Metallscheibe	5,4	28,4
Beilagscheibe klein	4	flache Beilagscheibe (mit Loch)	1,0	34,5
Beilagscheibe groß	5	flache Beilagscheibe plus Scheibe klein zum Verschließen des Lochs.	1,0	40,0
Gitter doppelt	6	Gitter mit aufgesetztem zweitem, um 90° gedrehtem Gitter (im Photo nur eine Gitterlage)	entfällt	entfällt

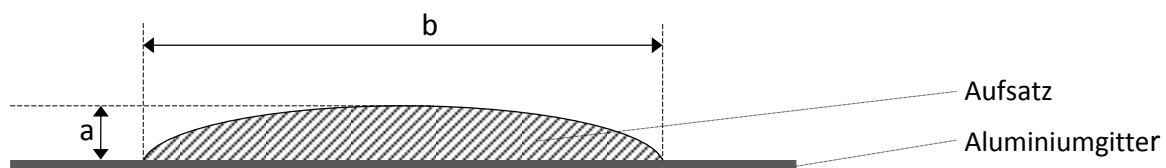


Abb. 4.22: Querschnitt durch einen Dralleinsatz mit konvexer Form

Alle Zellulose-Filterhilfsmittel wurden je dreimal angeschwemmt und die Kuchen visuell begutachtet. Ihr Aufbau zeigte sich regelmäßig, die eingelegten Einsätze verstopften nicht. Abb. 4.24 definiert das Dralleinsatz-Gitter (Abmessungen in mm).

Die Anpassungsversuche wurden mit Wasser durchgeführt. Damit wurde eine geeignete Verfahrensweise zur Erzielung regelmäßig geformter Filterkuchen gesucht. Der Vergleichbarkeit halber wurde hier stets FHM2 als Filterhilfsmittel eingesetzt.



Abb. 4.23: Photographien der untersuchten Dralleinsätze



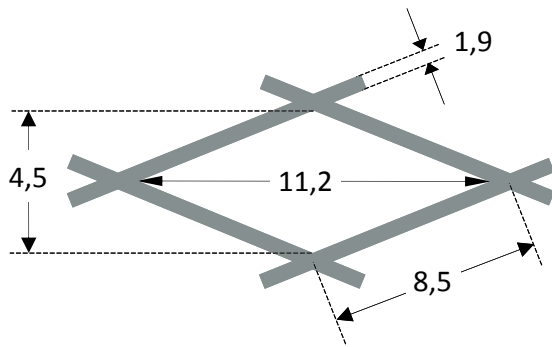


Abb. 4.24: Aufbau des Dralleinsatz-Gitters



Abb. 4.25: Photographie eines über Dralleinsatz angeschwemmten Raiblefilterkuchens als Beispiel  
Scheibe mittel, normale Einwaage 0,98 g / 0,40 g, Überdruck 1,0 bar

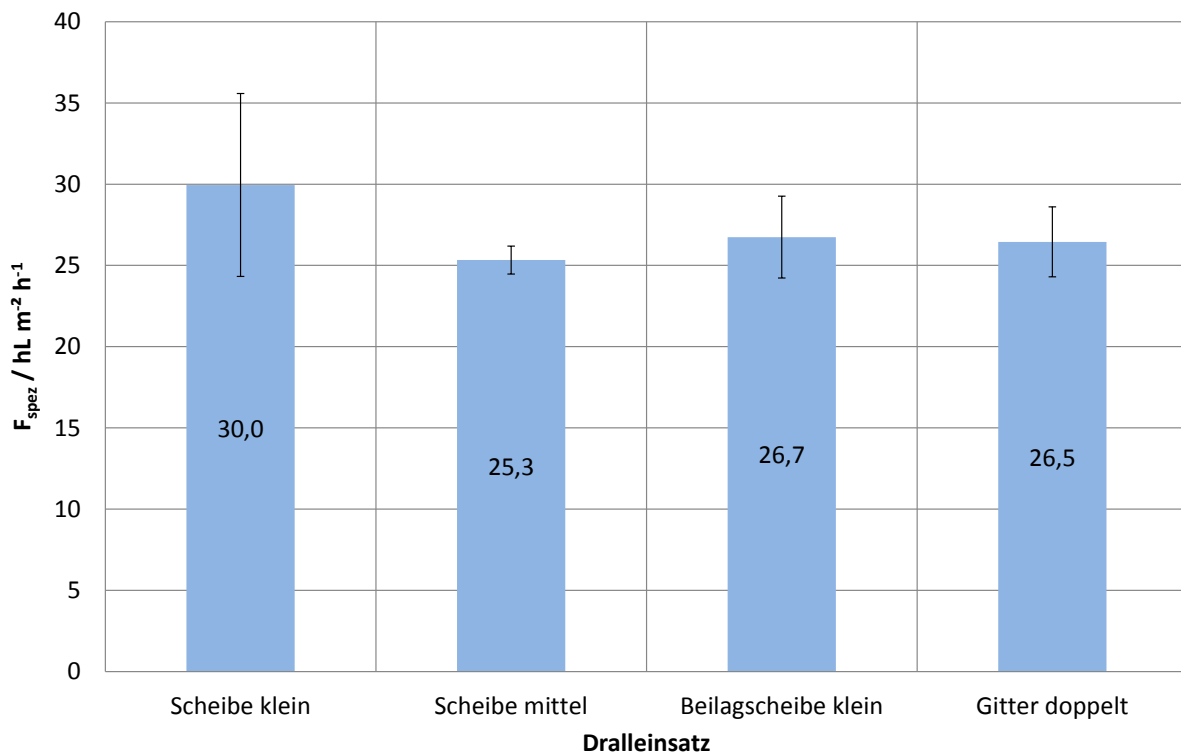


Abb. 4.26: 1,0 bar: Vergleich des Wasser- $F_{spez}$  bei unterschiedlichen Dralleinsätzen  
Anschwemmbehälter: 0,98 g, Probebehälter: 0,40 g, ZMIX1 (akt),  $T = 0\text{ }^{\circ}C$ ,  $n = 3$ ,  $\alpha = 0,05$

Zunächst wurden die Anpassungsversuche mit den Parametern des Modifizierten Raible-Tests gemäß KREISZ und MEBAK [138, 159] durchgeführt (Überdruck 1,0 bar, 0,98 g FHM in 1.700 mL Wasser in den Anschwemmbehälter, 0,40 g FHM in 500 mL Bier in den Probebehälter, Messung nach 100 mL bzw. 180 mL). Dabei waren die Dralleinsätze Gitter doppelt, Scheibe klein, Scheibe mittel sowie Beilagscheibe klein nacheinander eingelegt. Die erhaltenen Filterkuchen waren akzeptabel (s. Abb. 4.25). Abb. 4.26 zeigt die Ergebnisse.

Die Versuche mit den Einsätzen Scheibe klein, Beilagscheibe klein und Gitter doppelt zeigten breite Streuungen in den Ergebnissen, zu sehen an den Konfidenzintervallen. Sie erwiesen sich somit als ungeeignet und wurden bei den weiteren Anpassungsversuchen nicht mehr berücksichtigt.

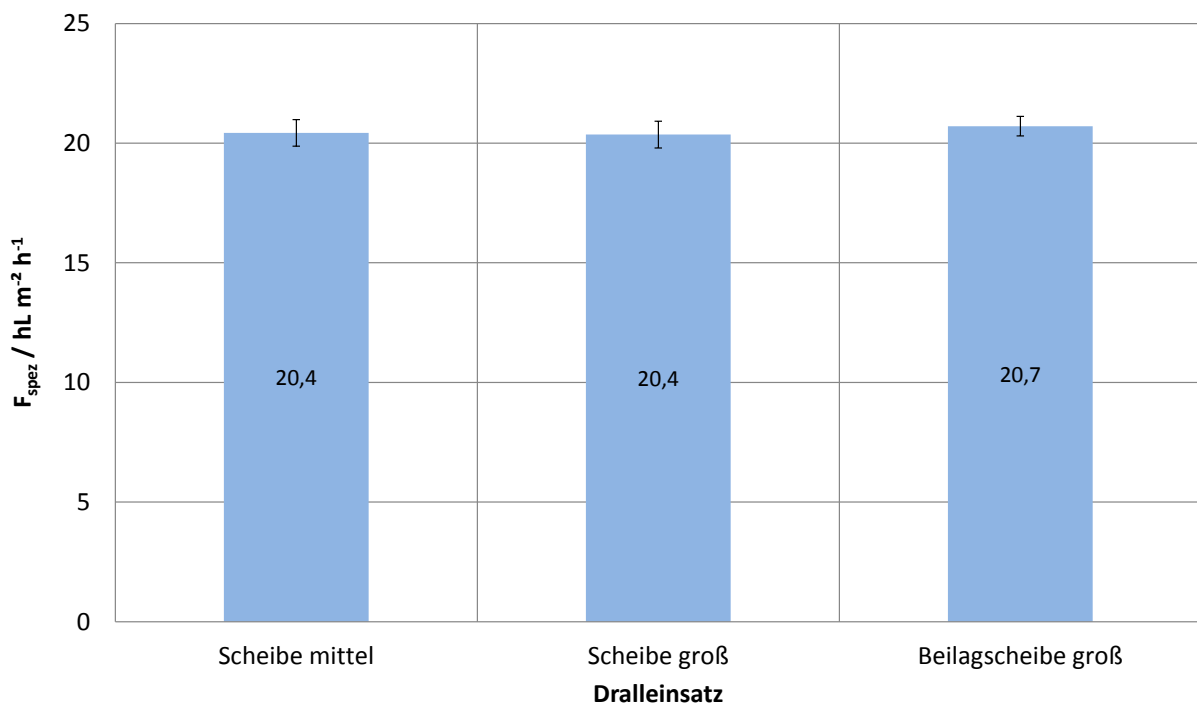
### Variation von Einsatz, Druck und Dosage am Modifizierten Raible-Test

Bei Versuchen mit den Originalparametern des Modifizierten Raible-Tests dauerte der Durchlauf der notwendigen 80 mL Probenflüssigkeit nur 0,9-2,0 s. Dadurch war der bei der Messung per Stoppuhr zu erwartende Meßfehler im Verhältnis zu den absoluten Werten sehr groß. Dieser wurde auf einen Betrag von durchschnittlich ca. 0,1 s geschätzt. Er sollte nicht mehr als 5 % des Ergebnisses ausmachen, deshalb sollte die Laufzeit mindestens 2 s, durchschnittlich 3 s betragen.

Daher wurden weitere Anpassungsversuche angestellt mit dem Ziel, die Durchlaufgeschwindigkeit auf einfache Weise, durch Reduktion des CO<sub>2</sub>-Überdrucks bzw. durch Erhöhung der Zelluloseeinwaage, zu reduzieren.

### Ergebnisse mit Dralleinsätzen bei 0,7 bar mit normaler Einwaage (0,98 g / 0,40 g)

Anhand der Einsätze Scheibe mittel, Scheibe groß und Beilagscheibe groß (mit verschlossenem Loch) (s.o. Abb. 4.23) wurden je fünf Versuche durchgeführt. Die Zeitspanne für den Ablauf der vorgegebenen 80 mL Wasser lag bei 2,6-3,0 s (s. Abb. 4.27).



**Abb. 4.27: 0,7 bar: Vergleich des Wasser- $F_{\text{spez}}$  bei unterschiedlichen Dralleinsätzen**

Anschwemmbehälter: 0,98 g, Probebehälter: 0,40 g, ZMIX1 (akt),  $T = 0 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $n = 5$ ,  $\alpha = 0,05$

Das  $F_{\text{spez}}$  wäre damit für Bier immer noch sehr hoch gewesen. Die Verlangsamung durch die zusätzlichen Trubpartikel erlaubte hier indessen die Erwartung annehmbarer Werte im Fall der Verwendung unfiltrierten Bieres.

#### Ergebnisse mit Dralleinsätzen bei 0,5 bar mit normaler Einwaage (0,98 g / 0,40 g)

Zwar ergaben sich für das  $F_{\text{spez}}$  Werte im Sollbereich, die Filterkuchen waren jedoch ungleichmäßig (s. Abb. 4.28) und ihre mangelnde Reproduzierbarkeit war nicht akzeptabel (s. Abb. 4.29). Der Überdruck von 0,5 bar wurde daher als zu niedrig angesehen.



Abb. 4.28: 0,5 bar: Photographie eines ungleichmäßigen Raibleiterkuchens

Scheibe groß, normale Einwaage 0,98 g / 0,40 g

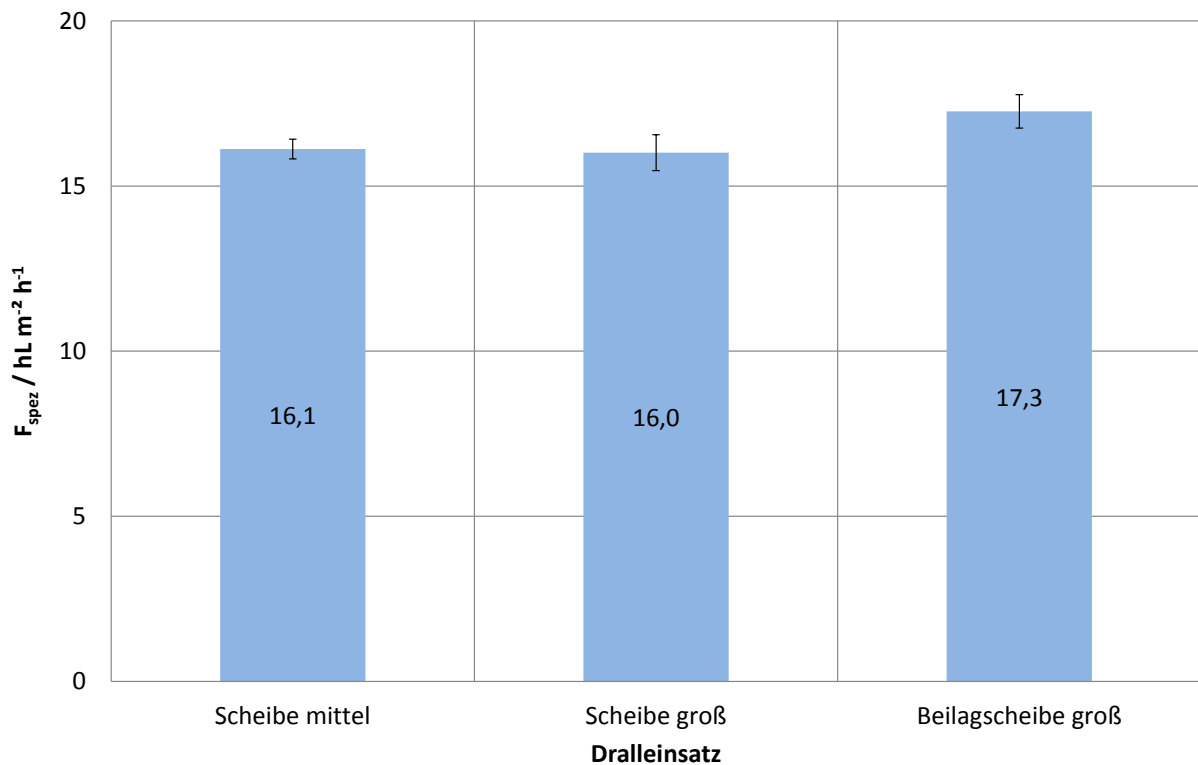


Abb. 4.29: 0,5 bar: Vergleich des Wasser- $F_{\text{spez}}$  bei unterschiedlichen Dralleinsätzen

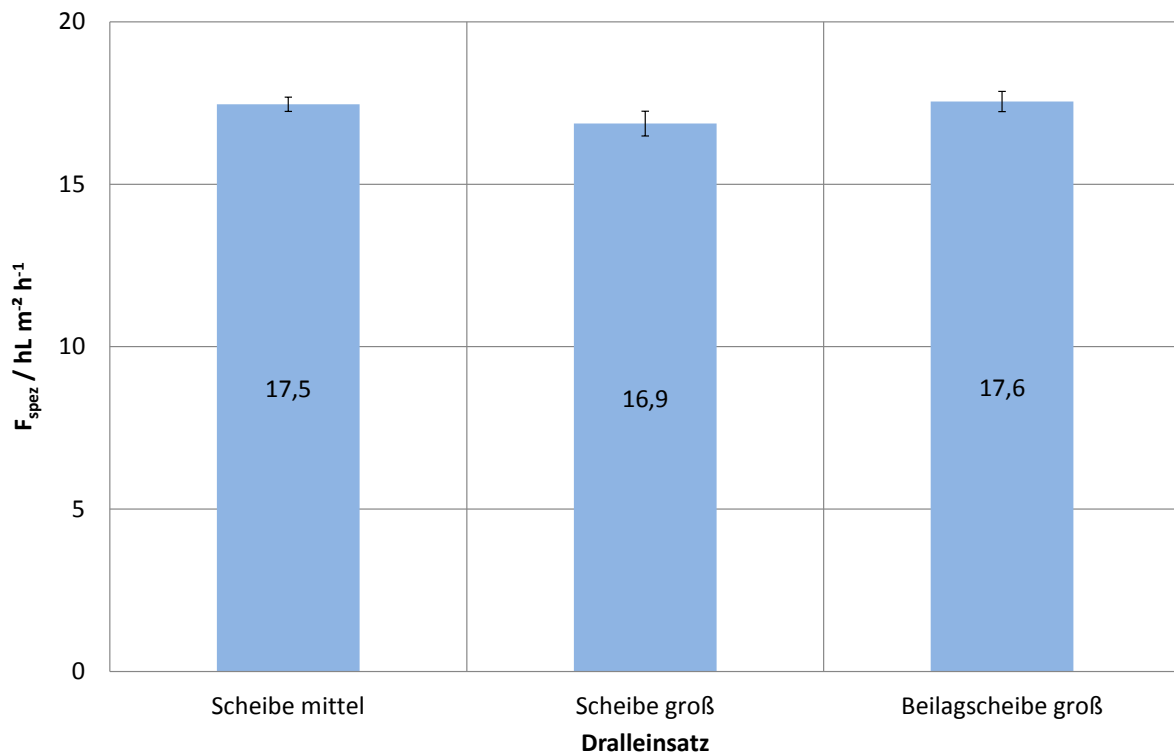
normale Einwaage, Anschwemmbehälter: 0,98 g, Probebehälter: 0,40 g, ZMIX1 (akt),  $T = 0 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $n = 5$ ,  $\alpha = 0,05$

**Ergebnisse mit Dralleinsätzen bei 0,7 bar und erhöhter Einwaage (1,48 g / 0,90 g)**

Die Zelluloseeinwaage wurde bei dieser Versuchsreihe um jeweils 0,5 g erhöht. Damit enthielt der Anschwemmbehälter 1,48 g und der Probebehälter 0,90 g Trockensubstanz. Die erhaltenen Filterkuchen waren demgemäß höher (s. Abb. 4.30) und das  $F_{spez}$  geringer. Beides mußte so erwartet werden. Die Ergebnisse sind in Abb. 4.31 dargestellt.



**Abb. 4.30: 0,7 bar: Photographie eines Raible-Filterkuchens**  
Scheibe mittel, erhöhte Einwaage 1,48 g / 0,90 g



**Abb. 4.31: Erhöhte Einwaage: Vergleich des Wasser- $F_{spez}$  bei unterschiedlichen Dralleinsätzen**  
Anschwemmbehälter: 1,48 g, Probebehälter: 0,90 g, ZMIX1 (akt),  $p = 0,7 \text{ bar}$ ,  $T = 0 \text{ °C}$ ,  $n = 5$ ,  $\alpha = 0,05$

### Zusammenfassung der Anpassungsversuche mit Wasser

Tab. 4.10 zeigt, daß mit dem Dralleinsatz Scheibe mittel fast durchweg die geringsten Wertestreuungen auftraten. Im Folgenden wurde deswegen stets dieser Einsatz verwendet. Die dargestellten Konfidenzintervalle lassen kein eindeutiges Optimum bezüglich des anzulegenden CO<sub>2</sub>-Überdrucks erkennen. Für die weiteren Versuche wurde ein Überdruck von 0,7 bar als Standard definiert, da bei einem Überdruck von 0,5 bar häufig unregelmäßig aufgebaute Filterkuchen beobachtet worden waren. Die Optimierung der Einwaage wurde mit Bier als Probeflüssigkeit vorgenommen (s.u.).

Tab. 4.10:  $F_{spez}$ -Konfidenzintervalle für die unterschiedlichen Dralleinsätze

Dralleinsatz	Konfidenzintervall (einfach)			
	1,0 bar normale Einwaage (0,98g; 0,40 g)	0,7 bar normale Einwaage (0,98g; 0,40 g)	0,5 bar normale Einwaage (0,98g; 0,40 g)	0,7 bar erhöhte Einwaage (1,48g; 0,90 g)
Scheibe klein	5,6291	k.A.	k.A.	k.A.
Scheibe mittel	0,8624	0,5570	0,3013	0,2195
Scheibe groß	k.A.	0,5603	0,5445	0,3806
Beilagscheibe klein	2,5164	k.A.	k.A.	k.A.
Beilagscheibe groß	k.A.	0,4080	0,5067	0,3119
Gitter doppelt	2,1478	k.A.	k.A.	k.A.

### Ermittlung geeigneter Testparameter: Anpassungsversuche mit Bier

Probeflüssigkeit war das unfiltrierte „Naturtrübe Kellerbier Anno 1308“. Dessen Trübungswerte und die des filtrierten Vergleichsbieres „Aktien Hell“ sind in Tab. 4.11 dargestellt. Im Sinne eines praxisnahen Tests wurden diese Werte als Zielvorgabe angesetzt:  $F_{spez}$  ca. 5 hL m<sup>-2</sup> h<sup>-1</sup> und Trübung 90° < 0,8 EBC.

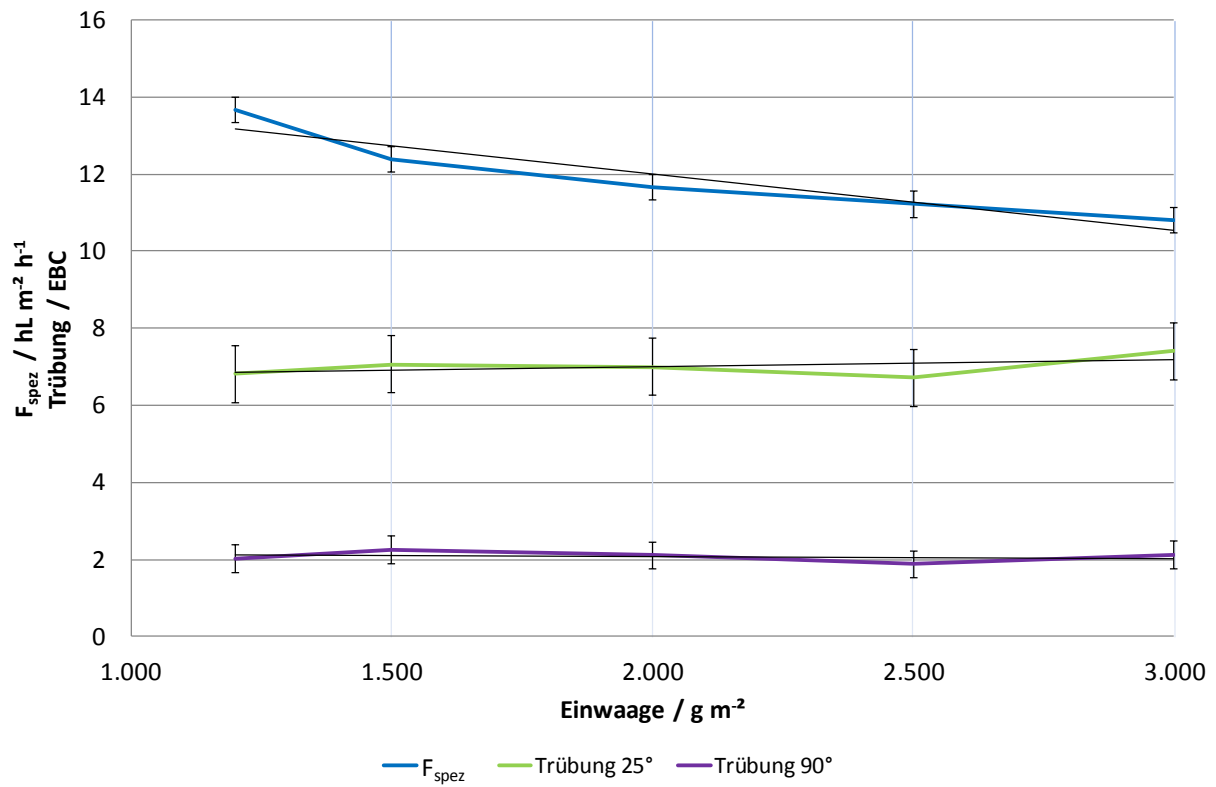
Tab. 4.11: Trübung der Versuchsbiere bei den Anpassungsversuchen

Probe	Trübung 90° / EBC	Trübung 25° / EBC
filtriertes Vergleichsbier	0,56	0,10
Unfiltrat	25	45

Zur Ermittlung einer geeigneten Einwaage wurden fünf Voranschwemmungsvarianten (Anschwemmbehältereinwaagen) erprobt: 1.200, 1.500, 2.000, 2.500, 3.000 g m<sup>-2</sup>. Die weitere Einwaage von 0,4 g in den Probebehälter wurde nicht verändert. Als Standardparameter dienten dabei:

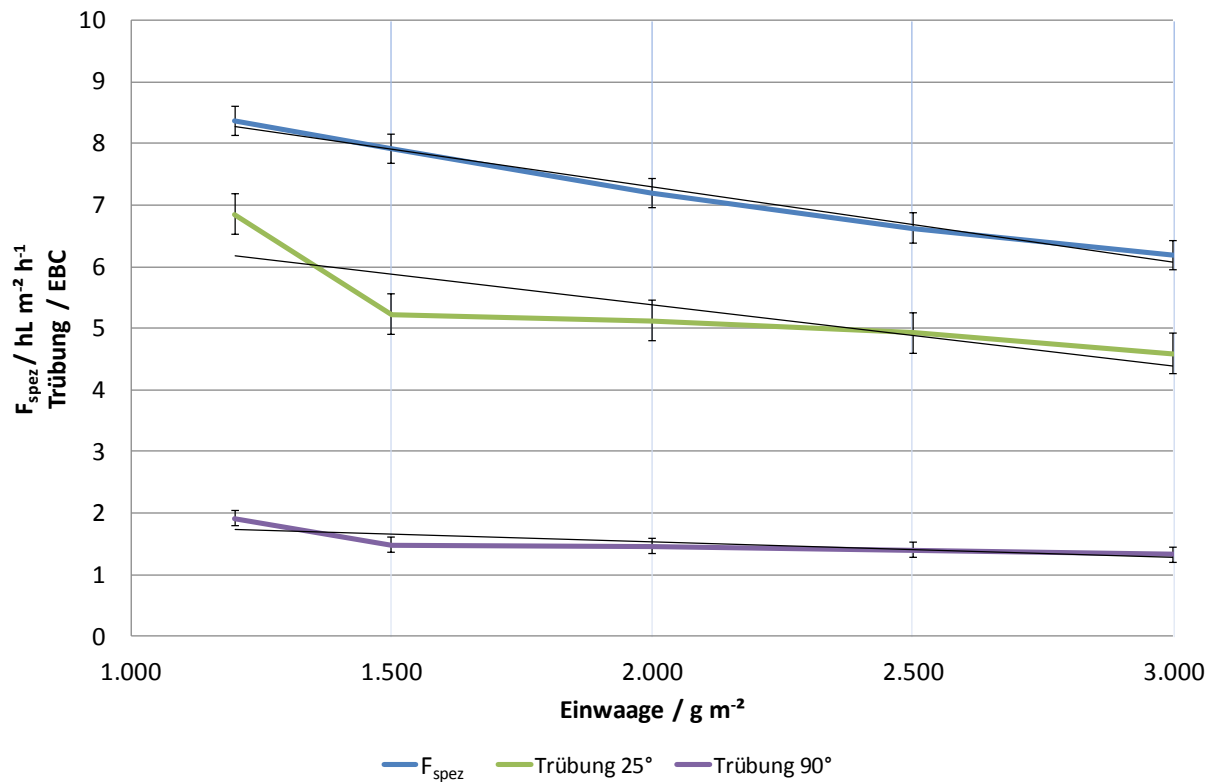
- 0 °C Temperatur der Suspensionen in Anschwemm- und Probebehälter
- 0,7 bar CO<sub>2</sub>-Überdruck
- Dralleinsatz Scheibe mittel.

Die Untersuchung des Langfaserproduktes FHM2 zeigte bei zunehmender Einwaage zwar abnehmendes  $F_{spez}$ , aber im Trend ganz leicht ansteigende Trübungswerte (s. Abb. 4.32). Beim Kurzfaserprodukt FHM5 fiel die Trübung in diesem Bereich leicht (s. Abb. 4.33).



**Abb. 4.32: Auswirkung der schrittweisen Erhöhung der Anschwemmbehälter-Einwaage bei FHM2 (akt)**

Probebehälter: 0,40 g, Dralleinsatz: Scheibe mittel,  $p = 0,7$  bar,  $T = 0$  °C,  $n = 3$ ,  $\alpha = 0,05$



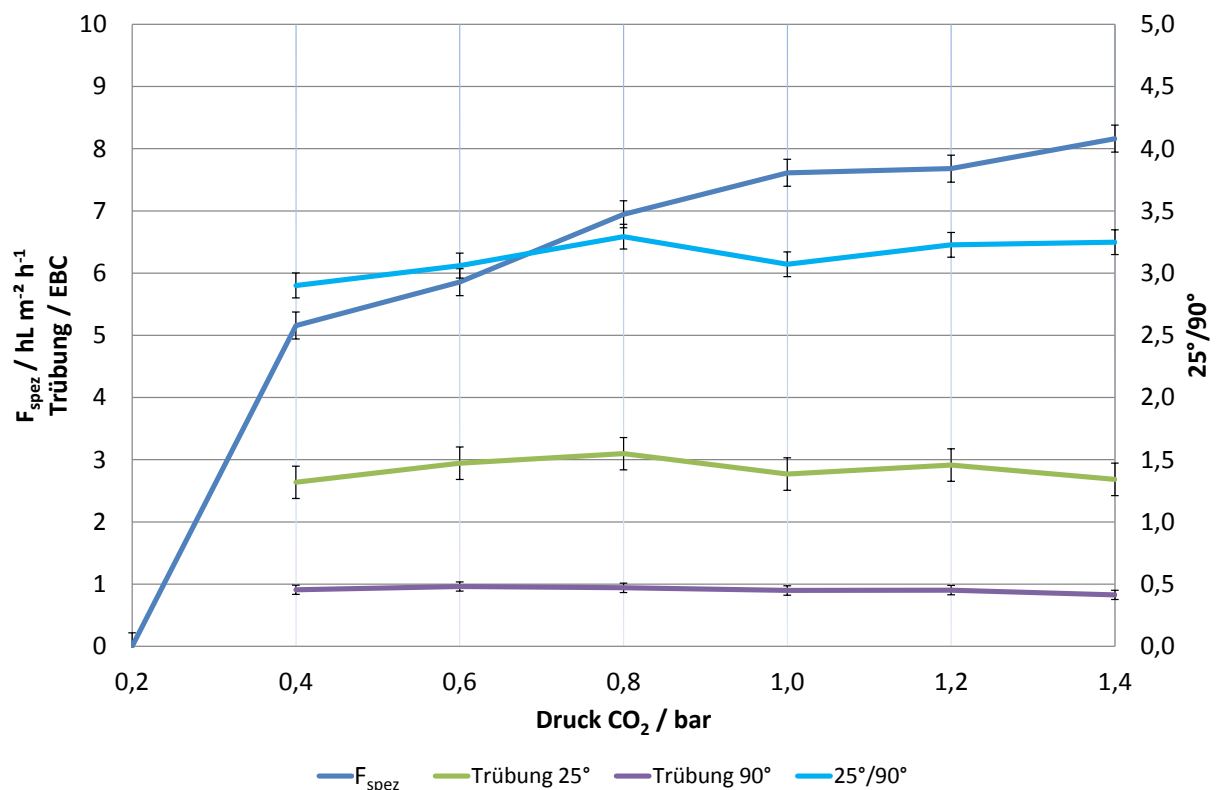
**Abb. 4.33: Auswirkung der schrittweisen Erhöhung der Anschwemmbehälter-Einwaage bei FHM5 (akt)**

Probebehälter: 0,40 g, Dralleinsatz: Scheibe mittel,  $p = 0,7$  bar,  $T = 0$  °C,  $n = 3$ ,  $\alpha = 0,05$

Zwischen  $1.500 \text{ g m}^{-2}$  und  $2.500 \text{ g m}^{-2}$  bilden die Trübungswerte in beiden Meßwinkeln unabhängig vom gewählten Filterhilfsmittel nahezu waagerechte Geraden. Die Poren der Kuchen werden demnach im Raiblefilter mit der gleichbleibenden Druckdifferenz bei mächtigeren Kuchen nicht zusätzlich verengt. Damit konnte die Anschwemmung für den Angepaßten Raible-Test analog zu den Pilotfiltrationen auf  $1.500 \text{ g m}^{-2}$  und damit die Einwaage des Anschwemmbehälters auf  $2,078 \text{ g TrS}$  festgelegt werden. Die Ergebnisse der Überprüfung des gewählten Betriebsüberdrucks mit zwei unterschiedlichen Zellulosemischungen zeigen Abb. 4.34 und Abb. 4.35. Dabei wurde auch die Anpassung der Vorlage in den Probebehälter auf  $0,5 \text{ g}$  erfolgreich erprobt, entsprechend der laufenden Dosage von  $100 \text{ g hL}^{-1}$  bei den Pilotfiltrationen.

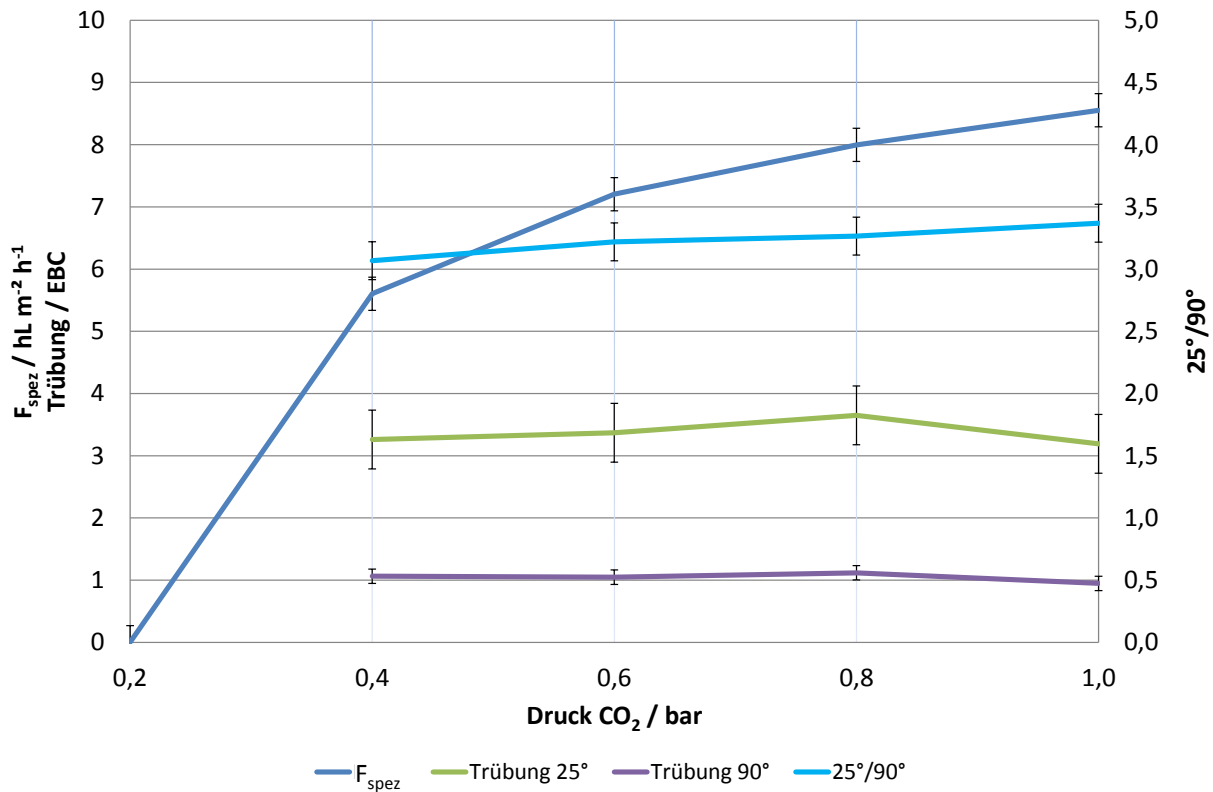
In beiden Fällen läßt die Steigerung des Druckes das  $F_{\text{spez}}$  ansteigen. Die Trübung ändert sich dabei nicht nennenswert. Der Überdruck von  $0,2 \text{ bar}$  erwies sich wegen der zum Erliegen kommenden Filtration als zu gering. Diese Versuche mit Bier als Versuchsflüssigkeit zeigten somit kein eindeutiges Optimum bezüglich des einzustellenden  $\text{CO}_2$ -Überdruckes. Daher konnte der bisher präferierte Überdruck von  $0,7 \text{ bar}$  als Standard festgelegt werden. Die hier mit den Zellulosemischungen ZMIX1 und ZMIX4 gemessenen Trübungswerte unterscheiden sich nicht wesentlich von denen der in Abb. 4.57 und Abb. 4.60 (s.u.) dargestellten Pilotfiltrationen.

Die gezeigten Ergebnisse weisen die umgebaute Apparatur und auch die erarbeitete Methode als geeignet aus, mit Zellulosefasern reproduzierbare Kuchen anzuschwemmen. Die Möglichkeit zu Rückschlüssen auf das Verhalten der Filterhilfsmittel im größeren Maßstab wird in 4.2.5 und 4.2.6 (s.u.) diskutiert.



**Abb. 4.34: Überprüfung des Überdrucks im Raiblefilter mit ZMIX1 (akt)**

Einwaage  $2,078 \text{ g}$  und  $0,5 \text{ g}$ ,  $T = 0 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $n = 3$ ,  $\alpha = 0,05$



**Abb. 4.35: Überprüfung des Überdrucks im Raiblefilter mit ZMIX4 (akt)**

Einwaage 2,078 g und 0,5 g,  $T = 0 \text{ } ^\circ\text{C}$ ,  $n = 3$ ,  $\alpha = 0,05$

### 4.2.3 Beschreibung des Angepaßten Raible-Tests für Zellulose

Die wesentlichen Bauteile des Labor-Anschwemmfilters sind (s.o. Abb. 3.8, Abb. 4.22, Abb. 4.23, Abb. 4.24, Abb. E.1, und Tab. 4.9):

- ein Filterzylinder mit einem oben, unter der Öffnung eingelegten Dralleinsatz (Gitter mit konvexer Scheibe,  $d_{\text{Scheibe}} = 22,3 \text{ mm}$ ) und einem unten, über dem Auslauf eingebauten Stahldrahtgewebe mit  $15 \text{ }\mu\text{m}$  Porenweite und  $13,85 \text{ cm}^2$  Filterfläche
- je ein Behälter für die Anschwemmungs- und für die Probesuspension
- ein Kühlsystem für Leitungen und Behälter.

Die Suspension für die Voranschwemmung aus 1.700 mL Wasser ( $T = 0 \text{ } ^\circ\text{C}$ ) und 2,078 g TrS Filterhilfsmittel wird im Anschwemmbehälter vorgelegt, diejenige für die eigentliche Filtration aus 500 mL unfiltriertem Bier ( $T = 0 \text{ } ^\circ\text{C}$ ) und 0,500 g TrS Filterhilfsmittel im Probebehälter. Ein CO<sub>2</sub>-Überdruck von 0,70 bar wird angelegt. Über den Dreiwegehahn gelangen zunächst die Voranschwemmung und nach deren Ablauf die Probe in den Filtrationszylinder. Während des Laufes der Probe wird manuell die Zeitspanne  $t$  ermittelt, die nach Auslauf von 100,0 mL beginnt und nach 180,0 mL endet. Daraus wird die Vergleichszahl  $F_{\text{spez}}$  unter Verwendung von Gl. (11) berechnet und in  $\text{hL m}^{-2} \text{ h}^{-1}$  angegeben.

Gl. (11)

$$F_{\text{spez}} = 0,433 \times V \times \sqrt{\frac{1}{t}}$$

Dabei ist  $V = 80 \text{ mL}$  und  $t$  in s zu verwenden (s.o. 2.8.3).



Im Anschluß an den Filtrationsversuch werden die Trübungswerte des Filtrats bestimmt, um neben dem zeitlichen Verlauf der Filtration auch ihre Qualität beurteilen zu können. Wichtigster Untersuchungsgegenstand ist der Verlauf der erhaltenen Trübungswerte z.B. über Parametervariationen. Diese sollen deutlich unter 1 EBC bleiben, sowohl im 90°- als auch im 25°-Meßwinkel, entsprechend einer Kieselgurfiltration. Das Verhältnis von 25°- zu 90°-Trübung ist ein weiterer möglicher Untersuchungsgegenstand. Im Falle eindeutiger Veränderung dieses Verhältnisses im Rahmen von Parametervariationen können entsprechende Rückschlüsse gezogen werden. Fiele z.B. die 90°-Trübung ab, die 25°-Trübung aber nicht, wäre dies ein Hinweis auf eine erhöhte Adsorption vor allem kleiner Trübungspartikel, während die Siebwirkung gegenüber größeren Partikeln wie Hefezellen gleich geblieben wäre. Eine steigende Verhältniszahl zeigt allgemein eine relativ zunehmende Bedeutung der Adsorption an, eine fallende Kennzahl spricht für eine relativ zunehmende Bedeutung der Siebwirkung.

Der absolute Wert für die Vergleichszahl  $F_{\text{spez}}$  wird im Gegensatz zum ursprünglichen Filtrierbarkeits-Raible-Test nicht bewertet. In der Regel liegt er mit  $7\text{-}10 \text{ hL m}^{-2} \text{ h}^{-1}$  in einem Bereich, den man im Zusammenhang mit der Filtrierbarkeit von Bier als „sehr gut“ bezeichnen würde. Die relative Veränderung des  $F_{\text{spez}}$  im Rahmen von Parametervariationen liefert indessen wichtige Hinweise auf deren Auswirkungen, wie z.B. einen zu erwartenden steileren Anstieg der Druckdifferenz im Falle geringeren  $F_{\text{spez}}$ .

Die Ermittlung der Hefezellzahl kann zur Klärung der Trübungsursache bei hoher 25°-Trübung sinnvoll sein. Auch Zellulosefasern wären unter dem Mikroskop erkennbar. Die Bierfarbe wird zur Kontrolle der - vor allem adsorptiven - Veränderung der Bierzusammensetzung herangezogen.

#### **4.2.4 Evaluierungsversuche mit dem Angepaßten Raible-Test für Zellulose**

##### **Gegenstand der Versuche**

Die nachfolgend beschriebenen Untersuchungen hatten den Zweck, die Tauglichkeit der erarbeiteten Labormethode über die bei der Entwicklung verglichenen unterschiedlichen Zellulosemischungen hinaus zu ermitteln. Soweit nicht anders angegeben, kam dabei das in 4.2.3 (s.o.) beschriebene Verfahren zur Anwendung.

##### **Zugabe von Kieselgur**

Gegenstand dieser Untersuchung war der Vergleich des Verhaltens von Mischungen aus Kieselgur und Zellulose im Raiblefilter mit demjenigen der pur eingesetzten Filterhilfsmittel. Beim ersten Teil wurde einer unveränderten Kieselgurgabe eine variierte Zellulosemenge zugegeben. Die Testbedingungen entsprachen dem Modifizierten Raible-Test (1,0 bar  $\text{CO}_2$ -Überdruck, 0,98 g grobe Gur in den Anschwemmbehälter und 0,40 g feine Gur in den Probebehälter). Dazu wurden je einmal 10 %, 20 %, und 30 %, bezogen auf die Kieselgur-TrS, der Zellulosemischung ZMIX1 zusätzlich eingewogen, in Anschwemm- und Probebehälter. Keiner der untersuchten Werte änderte sich signifikant (s. Abb. 4.36).

Im zweiten Teil der Untersuchung wurden die Auswirkungen variierten Kieselguranteils bei fester Zellulosegabe untersucht. Hier galten die Vorgaben des für Zellulose Angepaßten Raible-Tests (0,7 bar). Eine Einwaage an Filterhilfsmittel-TrS in Höhe von  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$  und  $100 \text{ g hL}^{-1}$  aus zunächst 100 % Zellulose (ZMIX1) wurde schrittweise ersetzt, durch Grobgur im Anschwemmbehälter und durch Feingur im Probebehälter, bis das Filterhilfsmittel keine Zellulose mehr enthielt.

Mit zunehmendem Anteil von Kieselgur an der Filterhilfsmittelmischung nahmen alle untersuchten Werte ab, am steilsten das  $F_{\text{spez}}$  und die Trübung im 25°-Meßwinkel, offenbar durch kompaktere Kuchen mit kleineren Poren. Letztere erreichte bei keiner Messung Werte  $< 0,5 \text{ EBC}$  (s. Abb. 4.37).

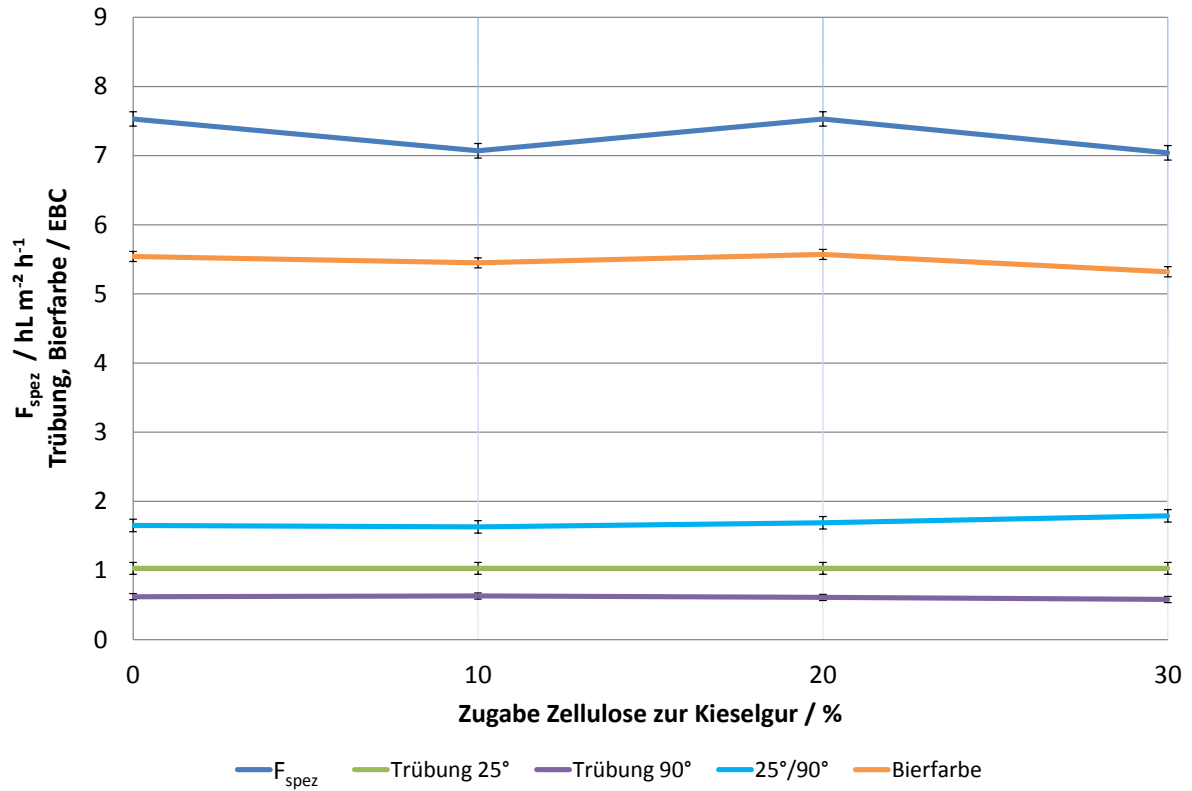


Abb. 4.36: Auswirkungen variierten Zelluloseanteils in Kieselgur

Modifizierter Raible-Test, ZMIX1 (akt),  $n = 3$ ,  $\alpha = 0,05$

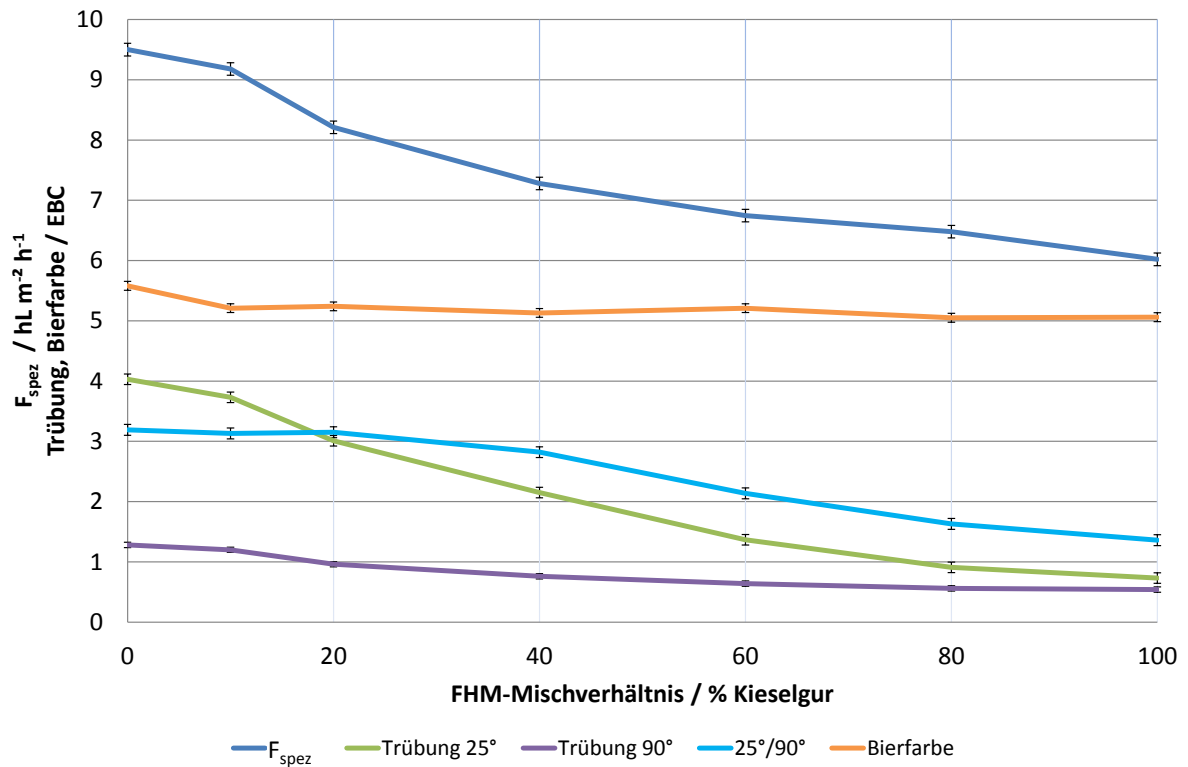
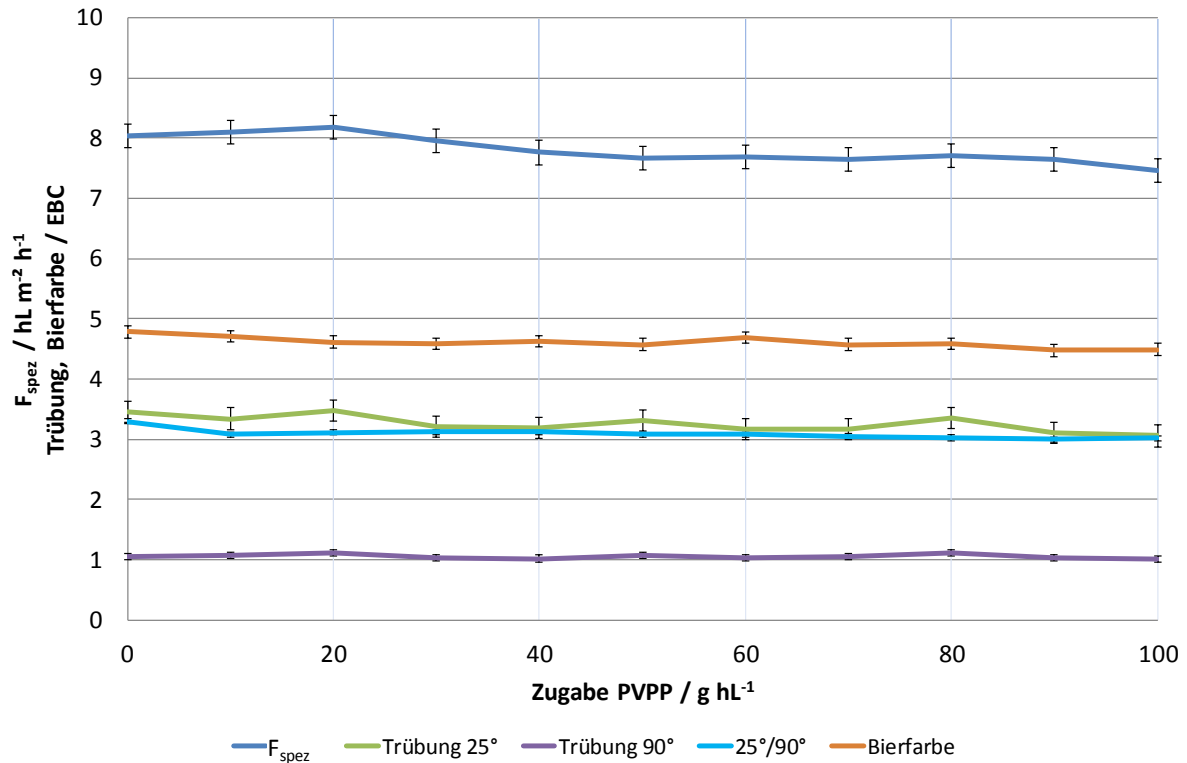


Abb. 4.37: Auswirkungen schrittweisen Austausches der Zellulosemischung mit Kieselgur

Angepaßter Raible-Test, ZMIX1 (akt),  $n = 3$ ,  $\alpha = 0,05$

### Untersuchung des Zusatzes von PVPP

In diesen Versuchen wurde der Probedosage des Angepaßten Raible-Tests ein von 10-100 g (hL TrS)<sup>-1</sup> variiertes PVPP-Anteil zugesetzt. Zum Einsatz kam das für einmalige Anwendung vermarktete Produkt Divergan F. Der Hersteller empfahl für die Zugabe bei der Kieselgurfiltration 20-40 g hL<sup>-1</sup>. Die Kontaktzeit vor Filtrationsbeginn dauerte 5 min. Die Ergebnisse zeigt Abb. 4.38.



**Abb. 4.38:** Einfluß variiertes PVPP-Zugabe auf die Ergebnisse des Angepaßten Raible-Tests

ZMIX1 (akt),  $n = 3$ ,  $\alpha = 0,05$

Mit höherer PVPP-Zugabe nahm das  $F_{spez}$  ein wenig ab, wahrscheinlich aufgrund des insgesamt höheren Filterkuchens. Ein Einfluß auf die Trübungswerte ist hingegen nicht erkennbar. Eine zusätzliche Adsorption sofort trübungsrelevanter Bierbestandteile kann demnach ausgeschlossen werden. Divergan F besteht aus Partikeln der Größe langer Zellulosefasern und konnte daher auch keine Porenverengung bewirken. Dies ist ein Hinweis, daß die Partikelabtrennung hier in erster Linie durch Siebwirkung erreicht wurde.

### Verwendung von Kieselol als zusätzliches Filterhilfsmittel

Die Zellulosefiltration mit Kieselol als zusätzlichem Filterhilfsmittel wurde anhand unterschiedlicher Soleinwaagen (Kieselol für den Kaltbereich Spindasol SB3) untersucht. Unter sonst gleichen Bedingungen wurde dem Unfiltrat Kieselol zugesetzt, eine Kontaktzeit von 5 min abgewartet und dann der Angepaßte Raible-Test begonnen. Die Ergebnisse zeigt Abb. 4.39.

Mit zunehmender Kieselolgabe wurden unter beiden Meßwinkeln höhere Trübungswerte erhalten. Bierfarbe und  $F_{spez}$  wurden indessen kaum beeinflusst. Möglicherweise wurden Trübungsbildner durch Kieselol gebunden und diese Konglomerate nicht zurückgehalten. Darauf deutet auch das abnehmende Verhältnis 25°/90° hin.

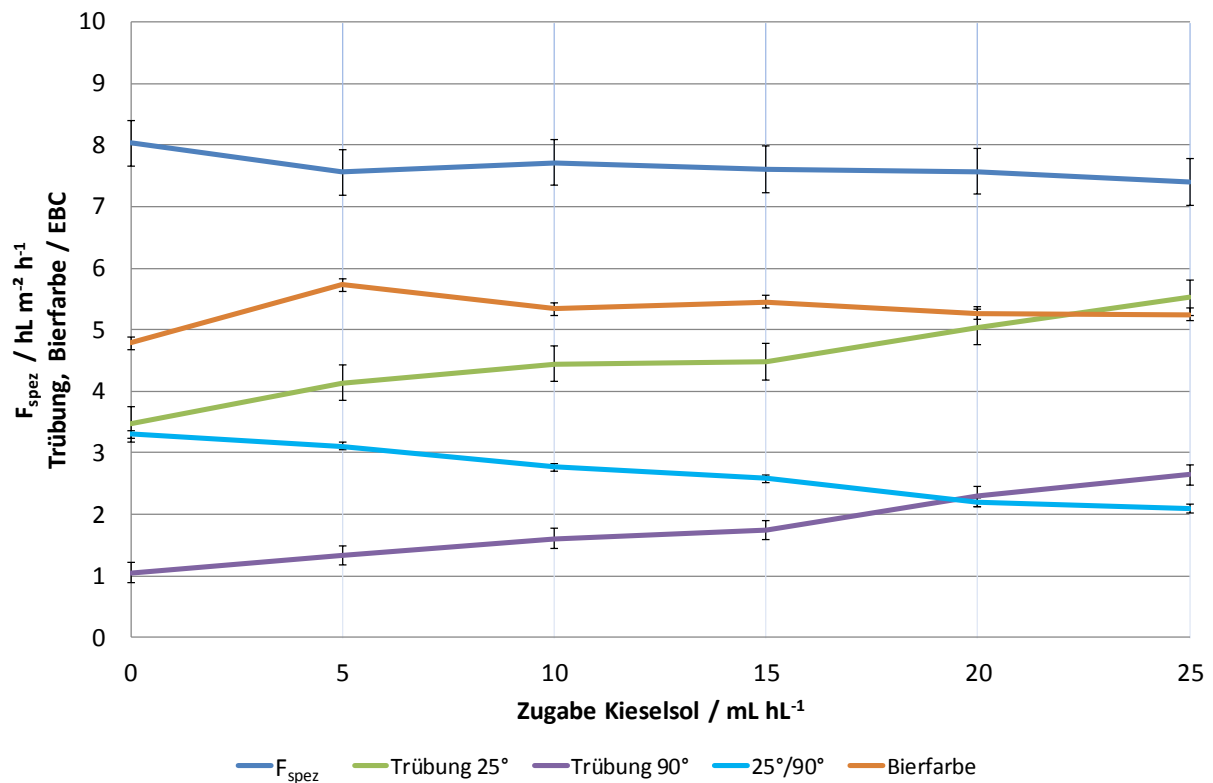


Abb. 4.39: Einfluß variierter Kieselzolzugabe auf die Ergebnisse des Angepaßten Raible-Tests  
ZMIX1 (akt),  $n = 3$ ,  $\alpha = 0,05$

### Multiple Regeneration der Zellulose

Dieser Versuch umfaßte insgesamt 20 Zyklen aus je drei parallelen Angepaßten Raible-Tests und einer Regeneration. Es mußte darauf geachtet werden, das nach jedem Test im Filterapparat befindliche Filterhilfsmittel annähernd quantitativ auszuspülen. Konstruktionsbedingt verblieb einerseits nicht das gesamte eingesetzte Filterhilfsmittel im Filterkuchen. Andererseits ging auch beim Regenerieren ein kleiner Teil verloren. Die Apparatur wurde nach jedem Testlauf mit Wasser gespült. Aus Spülwasser, Regenerationsabwasser und Filtraten wurde anhand eines Faltenfilters zunächst verlorenes Filterhilfsmittel zurückgewonnen und bei der nächsten Regeneration wieder zugegeben. Für je drei parallele Angepaßte Raible-Tests wurde die TrS für deren vier eingewogen, hier also 10,312 g TrS, und jeweils mitregeneriert, um das Einwiegen zu erleichtern und Verluste zu kompensieren. Die Massenbilanz aller Regenerationsversuche zeigt geringe Verluste: Pro Versuchszyklus (drei Angepaßte Raible-Tests und eine Regeneration) trat ein durchschnittlicher Verlust von 30,4 mg auf. Im Sinne einer guten Vergleichbarkeit zwischen den einzelnen Versuchen, wurden alle mit derselben Zellulosemischung ZMIX1 durchgeführt.

Abb. 4.40 zeigt, daß Bierfarbe und Trübungsverhältnis sich im Verlauf von 20 Zyklen nicht oder kaum veränderten. Das  $F_{spez}$  und die Filtrattrübung nahmen jedoch während der ersten Zyklen erkennbar ab, um dann nahezu konstant zu bleiben. Abb. 4.41 zeigt, daß es einen linearen Zusammenhang gibt zwischen der errechneten Kennzahl  $F_{spez}$  und den Trübungswerten ( $r_{(F_{spez}; \text{Trübung } 90^\circ)} = 0,890^{***}$ ;  $r_{(F_{spez}; \text{Trübung } 25^\circ)} = 0,909^{***}$ ). Daraus läßt sich ableiten, daß die Beanspruchung der Fasern bei der Regeneration zu einer schärferen Siebwirkung führte, während die Werte von Farbe und Trübungsverhältnis 25°/90° auf ein unverändertes Adsorptionsverhalten hindeuten.

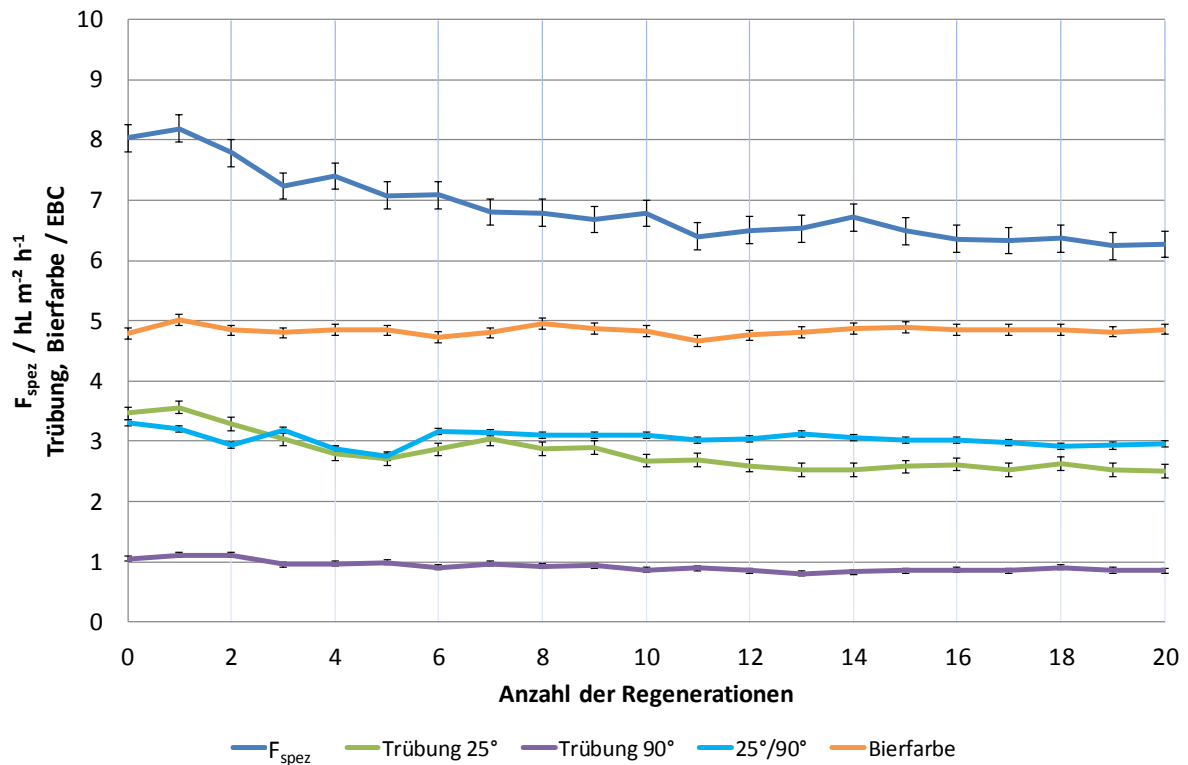


Abb. 4.40: Auswirkungen multipler Regeneration des Zellulosefilterhilfsmittels

Angepaßter Raible-Test, ZMIX1,  $n = 3$ ,  $\alpha = 0,05$

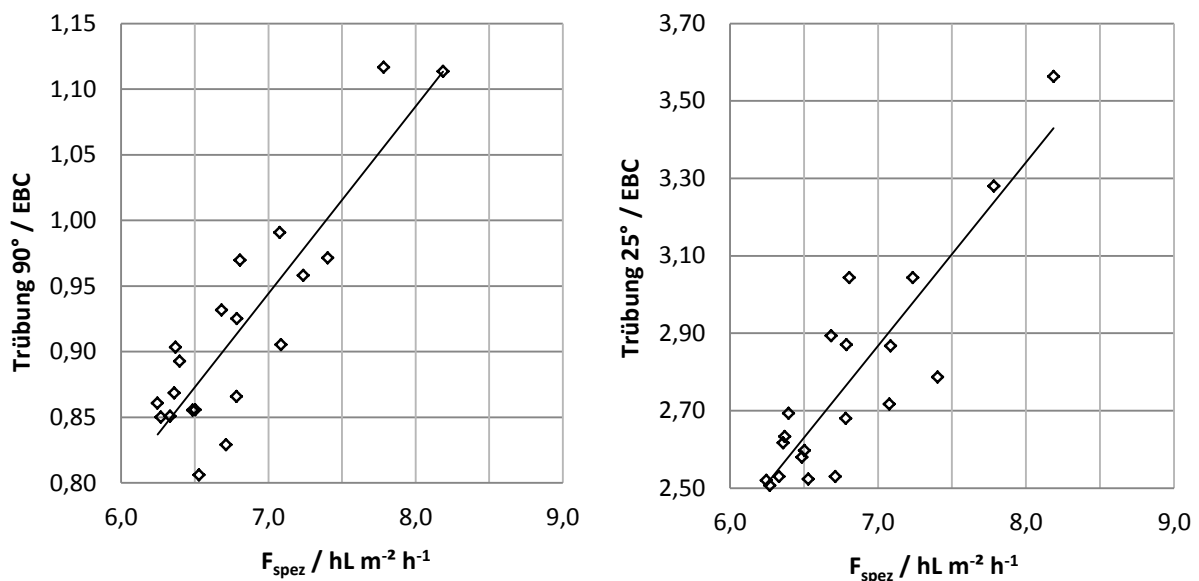


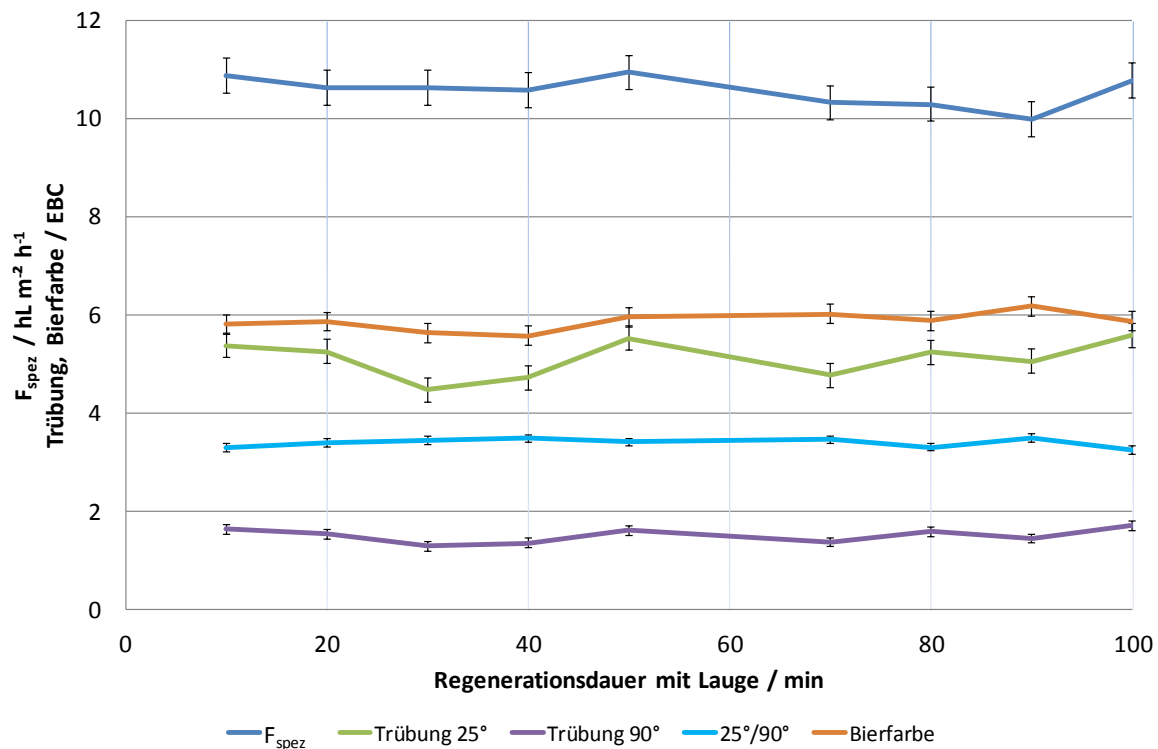
Abb. 4.41: Zusammenhang von Trübung 90° bzw. 25° und  $F_{spez}$  beim Angepaßten Raible-Test nach multipler Regeneration

ZMIX1,  $n = 3$

### Regeneration mit Variation der Laugeneinwirkung

Gegenstand dieser Untersuchung war der Einfluß der Laugenwäschedauer auf die Testergebnisse. Dafür wurde jede Zelluloseprobe gemäß Aktivierungs- und Regenerationsprozeß bei den Laborversuchen aktiviert und dann wurde mit ihr am Raiblefilter (Angepaßter Raible-Test) filtriert. Die so gewonnenen „benutzten“ Filterkuchen wurden anschließend abermals nach derselben Methode regeneriert, wobei die Laugenwäsche davon abweichend 10-100 min dauerte.

Abb. 4.42 zeigt, daß die unterschiedliche Dauer der Laugenwäsche über den gesamten Verlauf des Versuchs zu keinen signifikanten Änderungen der Ergebnisse führte.



**Abb. 4.42: Einfluß der Regenerationsdauer auf die Ergebnisse des Angepaßten Raible-Tests**  
ZMIX1 (akt),  $n = 3$ ,  $\alpha = 0,05$

Hier kann einerseits festgehalten werden, daß die Ergebnisse bezüglich multipler Regeneration in ihrer Gültigkeit wahrscheinlich nicht durch eine möglicherweise vom Praxismaßstab abweichende Beanspruchung der Fasern beim Regenerationsprozeß eingeschränkt werden. Andererseits läßt das Ergebnis den Schluß zu, daß Abnutzungserscheinungen bei den Fasern kein Kriterium bei der Optimierung der Dauer der Laugenwäsche für den größeren Maßstab sein müssen.

#### 4.2.5 Vergleich mit den Ergebnissen der Pilothonzontalfilteranlage

Die Ergebnisse des Angepaßten Raible-Tests und der Filtrationsversuche am Pilothonzontalfilter mit vergleichbaren Vorgaben wurden verglichen. Am Pilothonzontalfilter erreichten die Trübungswerte bei allen Versuchen früh ein Maximum und fielen im weiteren Verlauf stetig (z.B. s.u. Abb. 4.47). Am Raiblefilter kann kein Verlauf ermittelt werden. Daher wurde ein Zeitpunkt gesucht, an dem die Trübungswerte übereinstimmten. Analog zu den in Abb. 4.57 und Abb. 4.60 (s.u.) wiedergegebenen Versuchen am Pilothonzontalfilter wurden daher die Zellulosemischungen ZMIX1 und ZMIX4 je einmal aktiviert und einmal regeneriert mit dem Angepaßten Raible-Test untersucht. Tab. 4.13 enthält die Ergebnisse und eine Auswertung bezüglich der Zeitspannen  $t_{25}$  und  $t_{90}$ , nach denen die Pilotfiltrationen den Laborergebnissen entsprechende 25°- bzw. 90°-Trübungswerte lieferten.

Nach 50-60 min Filtrationszeit am Pilothonzontalfilter waren die Werte vergleichbar mit denen des Angepaßten Raible-Tests. Bei diesen Pilotversuchen war auf ein konstantes spezifisches Filtratvolumen von  $5,0 \text{ hL m}^{-2} \text{ h}^{-1}$  geregelt, so daß dieser Vorschlag einem Vergleich nach  $4,6\text{-}5,0 \text{ hL m}^{-2}$  gleichkommt. Das Verfahren konnte hier also zum Vergleich unterschiedlicher Filterhilfsmittelmischungen eingesetzt werden.

Tab. 4.12: Ergebnisvergleich von Labortest und Pilotfiltration

FHM	Beschreibung	Angepaßter Raible-Test			Zeitspanne auf der Pilotfilteranlage	
		$F_{\text{spez}} / \text{hL m}^{-2} \text{h}^{-1}$	Trübung 90° / EBC	Trübung 25° / EBC	$t_{25} / \text{min}$	$t_{90} / \text{min}$
ZMIX1	aktiviert	6,72	1,1	3,4	65	50
ZMIX1	1 x regeneriert	6,83	0,9	2,8	55	60
ZMIX4	aktiviert	6,47	1,1	3,3	40	50
ZMIX4	1 x regeneriert	5,75	0,9	2,7	60	55

Die mit Kieselgur erhaltenen Resultate geben die aus der Praxis bekannten, gegenüber der Zellulosefiltration deutlich niedrigeren Trübungswerte wieder. Daneben zeigt der Angepaßte Raible-Test diesen Trend im Unterschied zum Modifizierten Raible-Test bereits bei 20 % Zelluloseanteil am Filterhilfsmittel.

Bezüglich des Zusatzes von PVPP zur Zellulosefilterhilfsmittelmischung ergaben Angepaßter Raible-Test und Pilotmaßstab im Wesentlichen dasselbe: keine signifikante Auswirkung auf die Filtrattrübung.

Auch bei der multiplen Regeneration wäre eine Vorhersage anhand des Angepaßten Raible-Tests zielführend gewesen. Der 25°-Trübungswert von aktivierter Zellulose am Pilotfilter lag nach einer Stunde bei ca. 6,1 EBC, beim Angepaßten Raible-Test lag er bei 3,5 EBC. Nach vier Regenerationen waren es 4,4 EBC bzw. 2,8 EBC, nach acht Regenerationen 2,3 EBC bzw. 2,9 EBC. Somit zeigte der Angepaßte Raible-Test auch ohne die konkreten Trübungswerte vorwegzunehmen die im Pilotmaßstab beobachtete Tendenz, mit zunehmender Anzahl der Regenerationszyklen schärfer zu filtrieren. Daneben nahm er mit dem abnehmenden  $F_{\text{spez}}$  die schnellere Zunahme der Druckdifferenz vorweg.

Bei der Verwendung einer Zellulosemischung mit Kieselsolzusatz steht das Ergebnis des Angepaßten Raible-Tests (s.o. Abb. 4.39) in deutlichem Kontrast zu dem am Pilothorizontalfilter. Dabei wurde die ausschließliche Verwendung von Zellulosefasern verglichen mit einer Filtration, bei der unter sonst gleichen Bedingungen zusätzlich  $6 \text{ g hL}^{-1}$  bzw.  $8 \text{ g hL}^{-1}$  Kieselsol dosiert wurden (s.u. Abb. 4.77 und Abb. 4.78). Die Kieselsolgabe senkte die Trübungswerte deutlich, das Niveau der Trübungsgraphen unterscheidet sich um ca. 1,4 EBC (25°) bzw. ca. 0,5 EBC (90°). Die höhere Solgabe senkte dieses Niveau weiter um ca. 0,5 EBC (25°) bzw. ca. 0,1 EBC (90°). Die verbesserte Klärwirkung am Pilotfilter ging indessen mit einer deutlich verkürzten Standzeit einher. Das negative Ergebnis am Raiblefilter könnte damit auch als Indiz für diesen Nachteil interpretiert werden. Hier ist anzumerken, daß am Raiblefilter eine tatsächlich laufende Dosage nicht nachgestellt werden kann. Unterscheiden sich Vorschwemmung und laufende Dosage grundsätzlich, beispielsweise durch andersartige Filterhilfsmittel, müssen die Ergebnisse des Angepaßten Raible-Tests mit praxisnahen Versuchen abgeglichen werden.

#### 4.2.6 Einordnung des Angepaßten Raible-Tests

Das Laborverfahren im kleinen Maßstab gibt einen Überblick über zu erwartende Ergebnisse mit neuen Filterhilfsmittelmischungen auf Zellulosefaserbasis. Dabei liegt das Augenmerk vor allem auf der Trübung des Filtrats. Anhand der beschriebenen Filterhilfsmitteluntersuchungen erwies sich der Angepaßte Raible-Test als aussagefähige, günstige und einfache Alternative zu kostenträchtigen Pilotversuchen.

Werden in Voranschwemmung und laufender Dosage dieselben Filterhilfsmittel eingesetzt, bildet der Angepaßte Raible-Test die im größeren Maßstab zu erwartende Veränderung der Trübungsverhältnisse bei Variationen der Filterhilfsmittel sehr gut ab und erlaubt damit die erhebliche Reduktion des Aufwandes.

Auch bei grundsätzlichen Unterschieden zwischen den Filterhilfsmitteln in Voranschwemmung und laufender Dosage können die Ergebnisse anhand weniger vorliegender praxisnaher Ergebnisse nutzbringend interpretiert werden. Dafür steht neben den Trübungsverhältnissen auch das  $F_{\text{spez}}$  zur Verfügung.

Raiblefilter sind sehr verbreitet und daher günstig zu beschaffen. Der für den Angepaßten Raible-Test beschriebene Umbau ist weder aufwendig noch kostenintensiv. In der umgebauten Form kann der Laborfilterstand auch zu seinem ursprünglichen Einsatzzweck, zur Untersuchung der Filtrierbarkeit des Bieres eingesetzt werden.

### 4.3 Erarbeitetes Filtrierverfahren für die Pilotfilteranlagen

#### Anlagentest und Verfahrensabgrenzung

Beide Pilotfilteranlagen wurden vor Beginn der ersten Versuche mit Zellulose anhand einer Filtration mit Kieselgur als Filterhilfsmittel auf einwandfreie Funktion geprüft. Die erzielten Ergebnisse stimmten bezüglich Filtratqualität und Standzeit mit denen des Kieselgurkerzenfilters der Versuchsbrauerei überein. Die Filter arbeiteten einwandfrei.

Wie oben dargestellt, weist das eigentliche Filtrationsverfahren keine grundsätzlichen Unterschiede zur weit verbreiteten Anschwemmfiltration mit Kieselgur auf. Im Folgenden wird das erarbeitete Gesamtverfahren auf der Pilothonzontalfilteranlage in seinen wesentlichen Einzelheiten beschrieben. Anhang C enthält eine stichwortartige Darstellung dieses Gesamtverfahrens am Horizontalfilter, Anhang D für den Pilotkerzenfilter. Aus diesen gehen die abweichenden Details hervor zwischen den auf beiden Anlagen verwendeten Verfahren.

#### Aktivierverfahren

Beim Aktivieren waren Hemizellulosen, Lignin und andere Fremdstoffe aus der Zellulose zu entfernen. Folgendes Verfahren wurde erarbeitet und erfolgreich angewandt. Die Fasern wurden als bereits anhand der TrS definierte Mischung in NaOH gerührt, im Filter mit Kaltwasser gespült und ausgelesen. Danach wurde der Überstand abgezogen. Dabei galten diese Parameter:

- Konzentration der NaOH: 1 % (hier ca. 500 mL 50-prozentige NaOH pro kg Zellulose-TrS)
- Dauer des Rührvorganges: 1 h bei Raumtemperatur
- Spülvorgang: Anschwemmen, dann Kaltwasserspülung bis pH-neutral
- Sedimentationsrast im Stapelgefäß vor dem Abdekantieren: 2 h.

#### Voranschwemmung und laufende Dosage

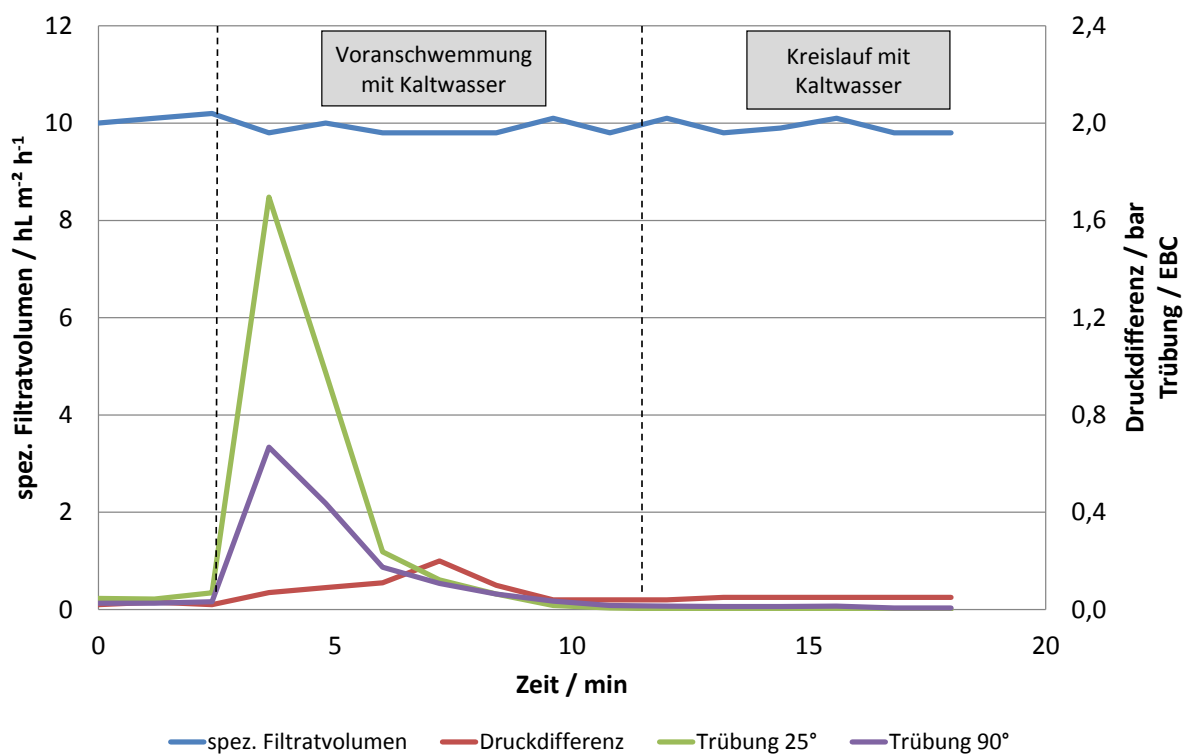
Das für die vorgegebene Voranschwemmung benötigte Suspensionsvolumen wurde ebenso anhand der TrS der verbleibenden Suspension errechnet wie der für die laufende Dosage erforderliche Suspensionsvolumenstrom. Aufgrund der Verwendung der Filterhilfsmittelsuspension sowohl für die Voranschwemmung als auch die laufende Dosage konnte maximal so lange filtriert werden, bis sie aufgebraucht war bzw. bis das Rührwerk im Dosagegefäß nicht mehr in die Suspension eintauchte und diese daher Entmischungserscheinungen zeigte.



Vor der Anschwemmung war der Filter zu reinigen und dann zu entlüften. Die Reinigung konnte am Vortag erfolgen. Zur Detektion möglicher Rest- oder Störstoffe erfolgte ein automatischer Druckdifferenz-Test zunächst für den ganzen Filter und anschließend einzeln für die eingebauten Elemente, sofern mehr als eines installiert war.

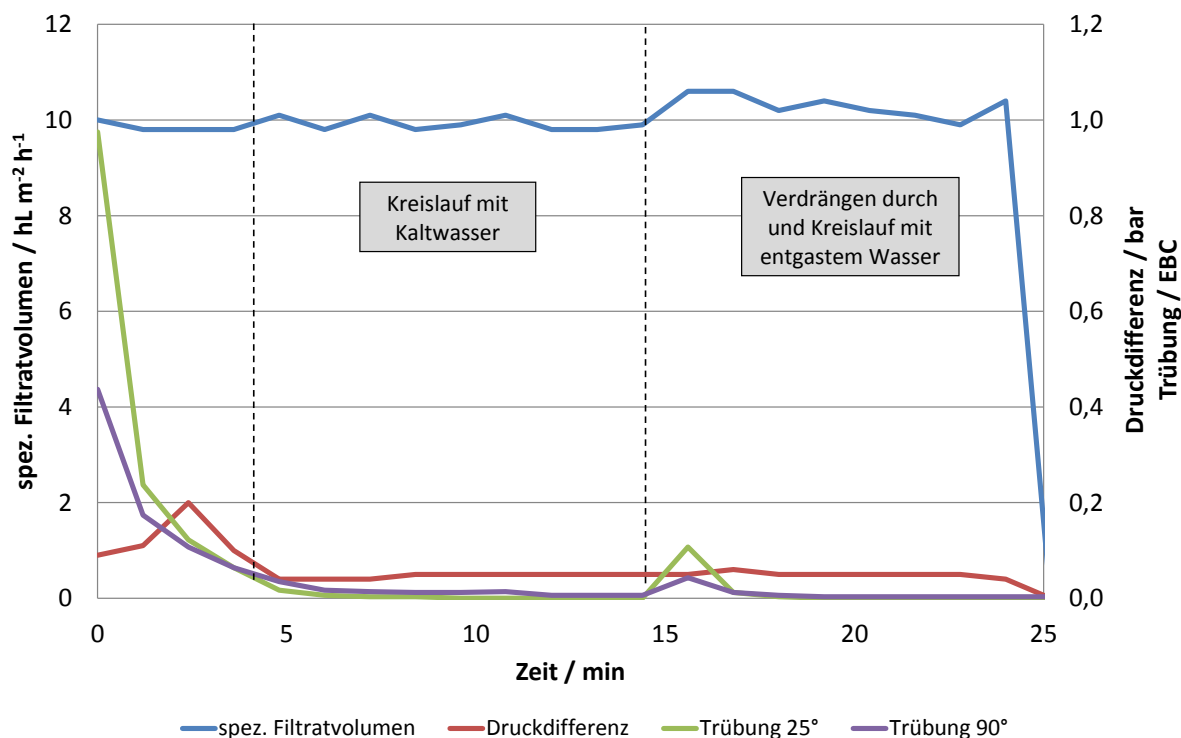
Wie bei Anschwemmfiltrationen üblich, erfolgte die Voranschwemmung im Kreislaufbetrieb und im Sinne eines gleichmäßig aufgebauten Kuchens mit dem gegenüber der Filtration verdoppelten Volumenstrom. Die Überwachung der Voranschwemmung konnte anhand der Volumenerfassung am Abwasserablauf erfolgen, weil die zufließende Suspension zwangsläufig ein Volumenäquivalent Wasser verdrängte.

Abb. 4.43 zeigt den spezifischen Volumenstrom von  $10 \text{ hL m}^{-2} \text{ h}^{-1}$  bei der Voranschwemmung. Einzelne Fasern gelangten zu Beginn der Anschwemmung noch vor Ausbildung eines richtigen Kuchens auf die Filtratseite. Die  $25^\circ$ -Trübung zeigt, daß bereits am Anfang des anschließenden insgesamt 20-minütigen Kreislaufbetriebs ohne weitere Dosage fast keine Fasern mehr den Kuchen passierten. Dieser Kreislauf mit dem Zweck der Stabilisierung des Filterkuchens und der Vermeidung von Filterhilfsmittelverlusten war ebenfalls auf den erhöhten Volumenstrom von  $10 \text{ hL m}^{-2} \text{ h}^{-1}$  festgelegt. Während der ersten 10 min wurde dabei das von der Voranschwemmung her im Filter befindliche Kaltwasser im Kreis gepumpt und gleichzeitig das Kaltwasser in der Zuleitung vom Verschneidbock her durch entgastes Wasser verdrängt. Anschließend wurde auch das Kaltwasser im Filter mit entgastem Wasser verdrängt und danach der Kreislaufbetrieb noch weiter fortgesetzt. Das Umstellen des Kreislaufbetriebs auf entgastes Wasser verursachte hier eine kurze Spitze bei der  $25^\circ$ -Trübung (s. Abb. 4.44). Die Trübungs- und Druckverhältnisse während einer beispielhaften Voranschwemmung sind in Abb. 4.43 dargestellt, die des anschließenden Kreislaufbetriebes in Abb. 4.44.



**Abb. 4.43:** Verlaufsbeispiel einer Voranschwemmung auf dem Pilothorizontalfilter

Kaltwasser, ZMIX3 (akt), VA:  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$ , Dosage:  $100 \text{ g hL}^{-1}$ ,  $A = 1 \text{ m}^2$



**Abb. 4.44: Trübungs- und Druckverhältnisse am Ende der Voranschwemmung und beim nachfolgenden Kreislaufbetrieb ZMIX3 (akt), VA: 1,5 kg m<sup>-2</sup>, Dosage: 100 g hL<sup>-1</sup>, A = 1 m<sup>2</sup>**

### Filtration

Das entgaste Wasser wurde mit unfiltriertem Bier verdrängt. Zunächst am Filtereinlauf und dann am Filtrattankeinlauf wurde die Mischphase solange verworfen, bis 8 °Plato erreicht waren. Mit Beginn der Verdrängung des entgastem Wassers im Filter startete die laufende Filterhilfsmitteldosage. Das spezifische Filtratvolumen war, soweit nicht Gegenstand von Variationen, auf 5 hL m<sup>-2</sup> h<sup>-1</sup> geregelt. Ein weiterer zu regelnder Parameter war der Überdruck p im Filterauslauf, der mit einer Handklappe im Bereich 1,5 bar ≤ p ≤ 2,0 bar gehalten wurde.

Die Filtration wurde meist durch Erreichen der maximal zulässigen Druckdifferenz von 1,2 bar oder durch vollständigen Verbrauch der vorgelegten Filterhilfsmittelsuspension beendet. Am Ende der Filtration wurde das Bier mit entgastem Wasser verdrängt, die laufende Dosage endete bei Stammwürze < 8° Plato am Filtereinlauf. Bei sämtlichen Umstellvorgängen war auf das Vermeiden von Druckstößen zu achten. Einzelne Versuche wurden bei Erreichen der maximalen Druckdifferenz durch schrittweises Absenken des spezifischen Filtratvolumens zur Beobachtung des Verhaltens in dieser Konstellation verlängert.

Wichtigstes Ziel der Versuche war, eine Technologie zu entwickeln, die ein glanzfeines Filtrat mit spezifikationskonformen Trübungswerten ermöglicht (gemäß BACK [20]: Trübung 25° < 0,2 EBC; Trübung 90° < 1,0 EBC). Mit einer zweiten Zellulosefiltrationsstufe wäre dies zu erwarten gewesen, eine zweite Stufe aber bedeutet zusätzliche Scherkräfte, Sauerstoffeintrag und Verbrauch von Zeit, Medien und Energie. Sie war technologisch und wirtschaftlich unerwünscht. Aus diesem Grund wurden im Rahmen dieser Arbeit ausschließlich einstufige Pilotfiltrationen betrachtet, auch wenn die Filtrat-trübungswerte keine Praxistauglichkeit erreichten.

### Regenerierverfahren

Nach der Filtration wurde das Filterhilfsmittel mit Kaltwasser gespült. Der Spülvorgang war beendet, wenn am Filterauslauf  $< 1$  °Plato gemessen wurde. Das Filterhilfsmittel wurde mit Hilfe von Kaltwasser in das Stapelgefäß ausgetragen. Durch Zugabe von 50-prozentiger NaOH (15 L  $\text{kg}^{-1}$  bezogen auf die FHM-TrS) wurde die Suspension auf ca. 1 % NaOH eingestellt, für 1 h gerührt, 2 h sedimentiert und mit 75-prozentiger  $\text{H}_3\text{PO}_4$  neutralisiert. Nach erneutem Anschwemmen erfolgte eine weitere Kaltwasserspülung. Nochmaliges Austragen in das Stapelgefäß beendete die Regeneration.

Sensorische Auswirkungen des Regenerationsprozesses waren wegen der Gleichartigkeit von Aktivierung und Regeneration nicht erwartet worden und waren auch nach 20 Filtrier- und Regenerierzyklen nicht erkennbar.

In sämtlichen untersuchten Richtlinien von Ökoverbänden wurde die Verwendung technischer Enzyme ausgeschlossen. Die Abschätzung aufgrund eines Preisspiegels ergab zudem keine wettbewerbsfähige Kostenprognose. Daher wurde auf die Untersuchung enzymatischer Regenerationsverfahren verzichtet.

### Reinigung

Zur Reinigung der VersuchsfILTER stand seitens der Versuchsbrauerei eine CIP-Anlage zur Verfügung, deren Einzelschritte von Hand weiterzuschalten waren. Der für alle Versuche geltende Reinigungsvorgang bestand aus diesen Schritten: Spülen mit Kaltwasser, Heißlaugekreislauf 25 min, Ausschub mit Heißwasser, Spülen mit Kaltwasser, Säurekreislauf 15 min, Spülung mit Kaltwasser. Ein kompletter Verlauf ist in Abb. 4.45 als Beispiel dargestellt.

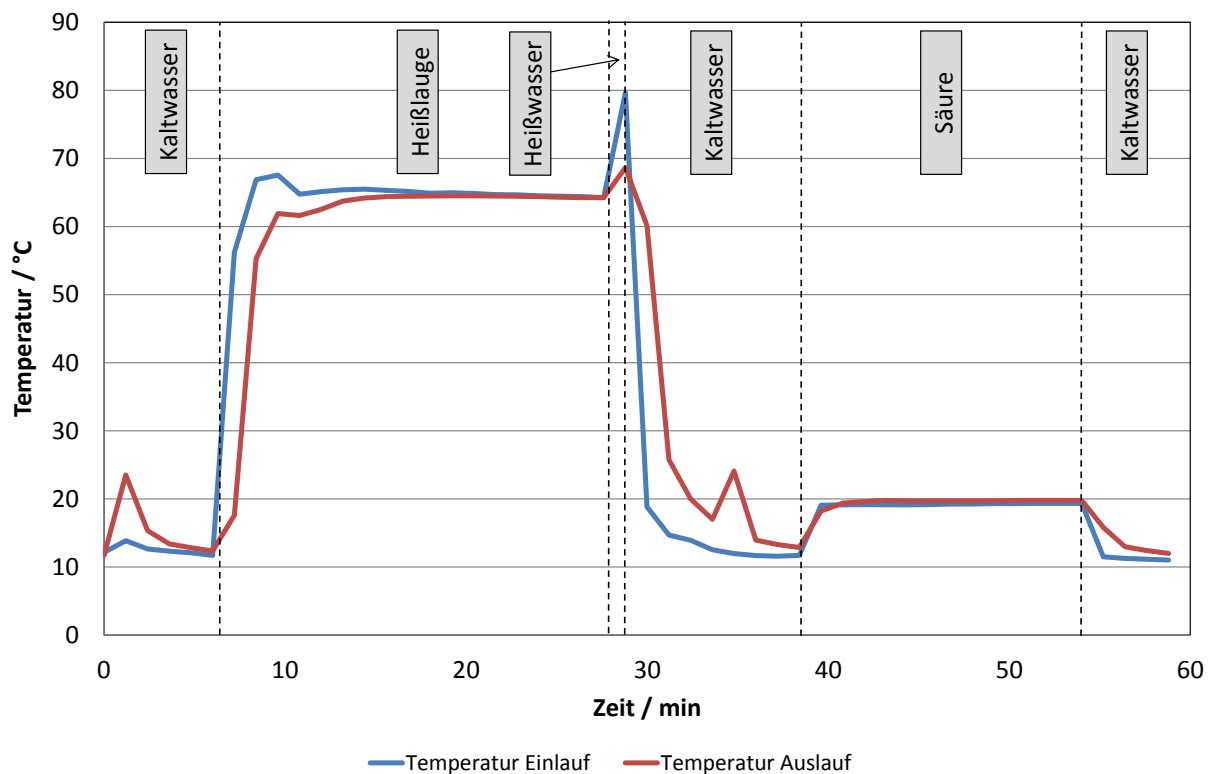


Abb. 4.45: Schrittfolge und Temperaturverlauf einer Reinigung des Pilothorizontalfilters

## 4.4 Pilotfiltrationen ohne Parametervariation

### 4.4.1 Pilotfiltrationen am Horizontalfilter

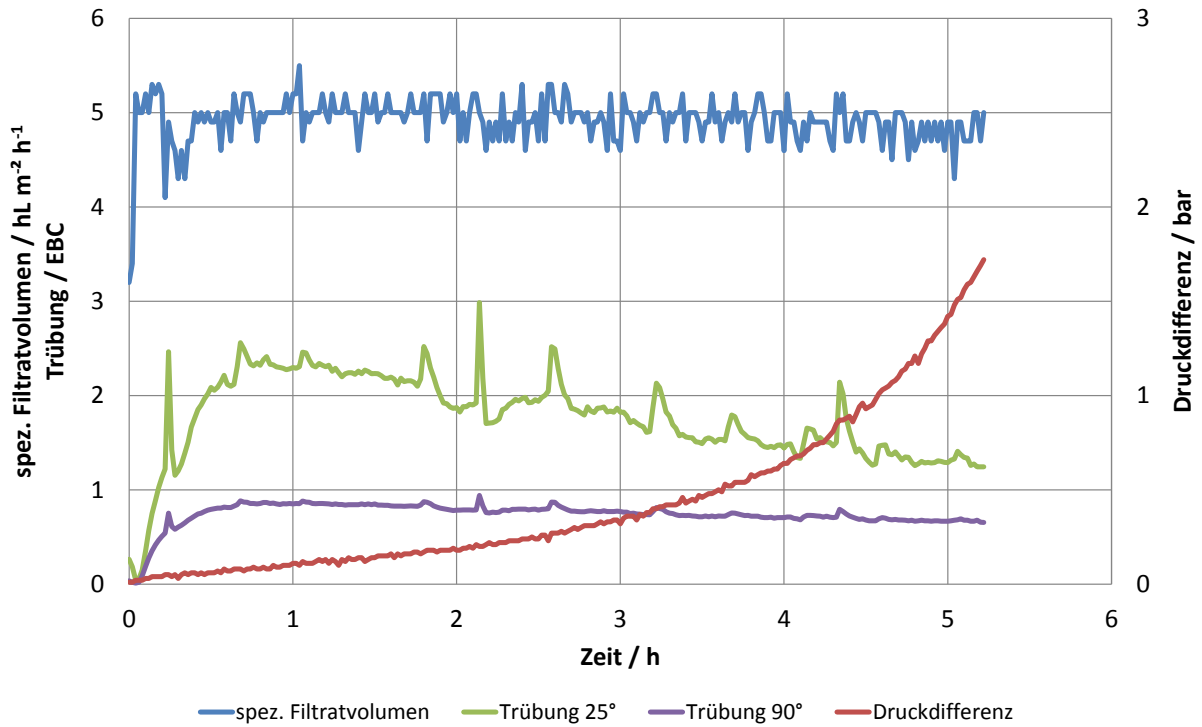


Abb. 4.46: Verlauf einer Filtration mit reiner Zellulosemischung und mit einem Filterelement, Beispiel 1  
 Einlauftrübung 90°: 30 EBC, ZMIX3 (1 x reg), VA: 1,5 kg m<sup>-2</sup>, Dosage: 100 g hL<sup>-1</sup>, A = 1 m<sup>2</sup>

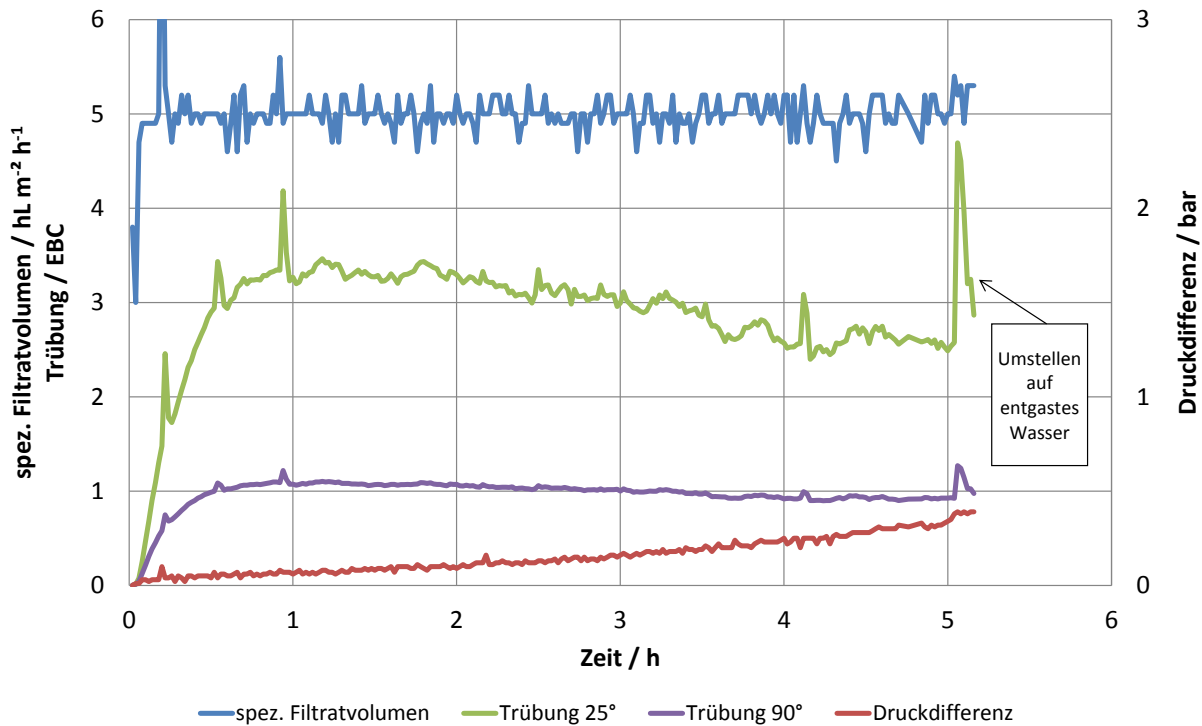
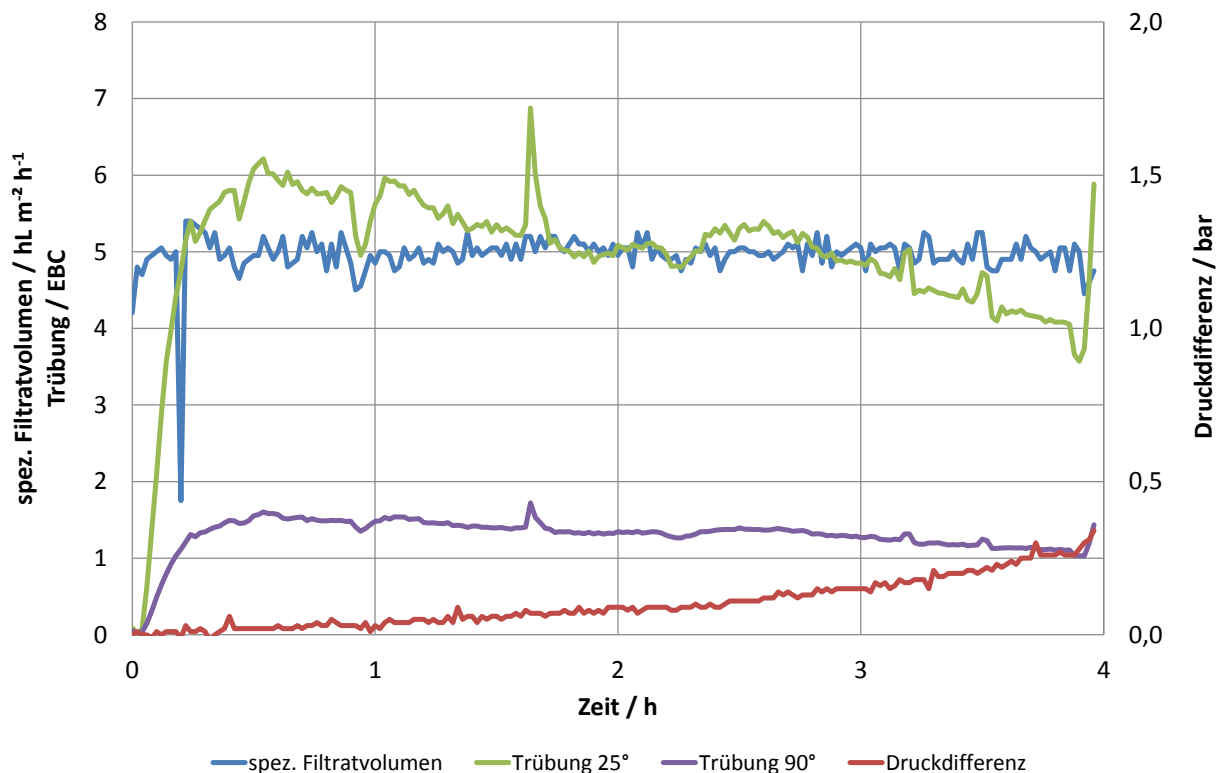


Abb. 4.47: Verlauf einer Filtration mit reiner Zellulosemischung und mit einem Filterelement, Beispiel 2  
 Einlauftrübung 90°: 29-19 EBC, ZMIX3 (akt), VA: 1,5 kg m<sup>-2</sup>, Dosage: 100 g hL<sup>-1</sup>, A = 1 m<sup>2</sup>

Soweit nicht anders angegeben bzw. bei den einzelnen Versuchen gezielt variiert, waren folgende Parameter vorgegeben: Voranschwemmung  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$ , laufende Dosage  $100 \text{ g hL}^{-1}$  und spezifisches Filtratvolumen  $5 \text{ hL m}^{-2} \text{ h}^{-1}$ . Bei Versuchen mit einem eingelegten Filterelement betrug die Filterleistung also  $5 \text{ hL h}^{-1}$ , bei zwei Elementen  $10 \text{ hL h}^{-1}$ . Im Fall von Unfiltrattrübungswerten  $> 100 \text{ EBC}$  ( $90^\circ$ ) wurde die Dosage auf bis zu  $140 \text{ g hL}^{-1}$  erhöht. In Abb. 4.46 und Abb. 4.47 sind Beispielverläufe von Filtrationen mit einer reinen Zellulosemischung und mit einem Filterelement dargestellt. Abb. 4.48 zeigt den Verlauf einer Zellulosefiltration über zwei Filterelemente als Beispiel für diese Konstellation.

Am Anfang der Filtrationsläufe erreichten die Trübungswerte nach steilem Anstieg rasch ihr Maximum, um danach stetig und im Trend linear abzunehmen. Die Druckdifferenz wies eine exponentielle Steigung mit meist flachem Beginn auf. Beide Verläufe belegen die zunehmende Verblockung der kompressiblen Kuchen. Die Verlegung der Poren mit Trubpartikeln, dadurch steigende Druckdifferenz und dadurch infolge komprimierten Kuchens wiederum verengte Poren scheinen Ursache dieser Verläufe zu sein. Eine Neigung zu flacherem Druckdifferenzanstieg war bei hohen Filtrattrübungen zu beobachten, ein steilerer bei besonders scharfer Filtration. Auf allen dargestellten Filtrationsdiagrammen markiert der Beginn des Einströmens des Unfiltrats in den Filter den Zeitpunkt 0.

Die Trübung der mit reinen Mischungen aus aktivierter oder einmal regenerierter Zellulose erhaltenen Filtrate blieben mit beiden erprobten Filterflächen stets  $> 1,5 \text{ EBC}$  ( $25^\circ$ ) bzw.  $> 0,6 \text{ EBC}$  ( $90^\circ$ ). Dies zeigt auch Tab. 4.13 anhand eines Wertevergleichs nach  $19 \text{ hL m}^{-2}$ . Die Filtrationen vor und nach dem Einlegen eines weiteren Filterelements sind demnach bezüglich des Verlaufs ebenso vergleichbar wie bezüglich der absoluten Werte. Daraus kann geschlossen werden, daß anhand zusätzlicher Elemente weiter vergrößerte Filterfläche nicht zu anderen Ergebnissen geführt hätte.



**Abb. 4.48: Verlaufsbeispiel für Filtrationen mit einer reinen Zellulosemischung und mit zwei Filterelementen**

Einlauftrübung  $90^\circ$ : 176-41 EBC, ZMIX1 (akt), VA:  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$ , Dosage:  $100\text{-}120 \text{ g hL}^{-1}$ ,  $A = 2 \text{ m}^2$

**Tab. 4.13: Vergleichswerte der Pilotfiltrationen nach jeweils 19 filtrierten  $\text{hL m}^{-2}$** 

Voranschwemmung  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$ , laufende Dosage  $100 \text{ g hL}^{-1}$ , spezifisches Filtratvolumen  $5 \text{ hL m}^{-2} \text{ h}^{-1}$ ,  $n=1$   
 H= Pilothonzontalfilter; K=Pilotkerzenfilter

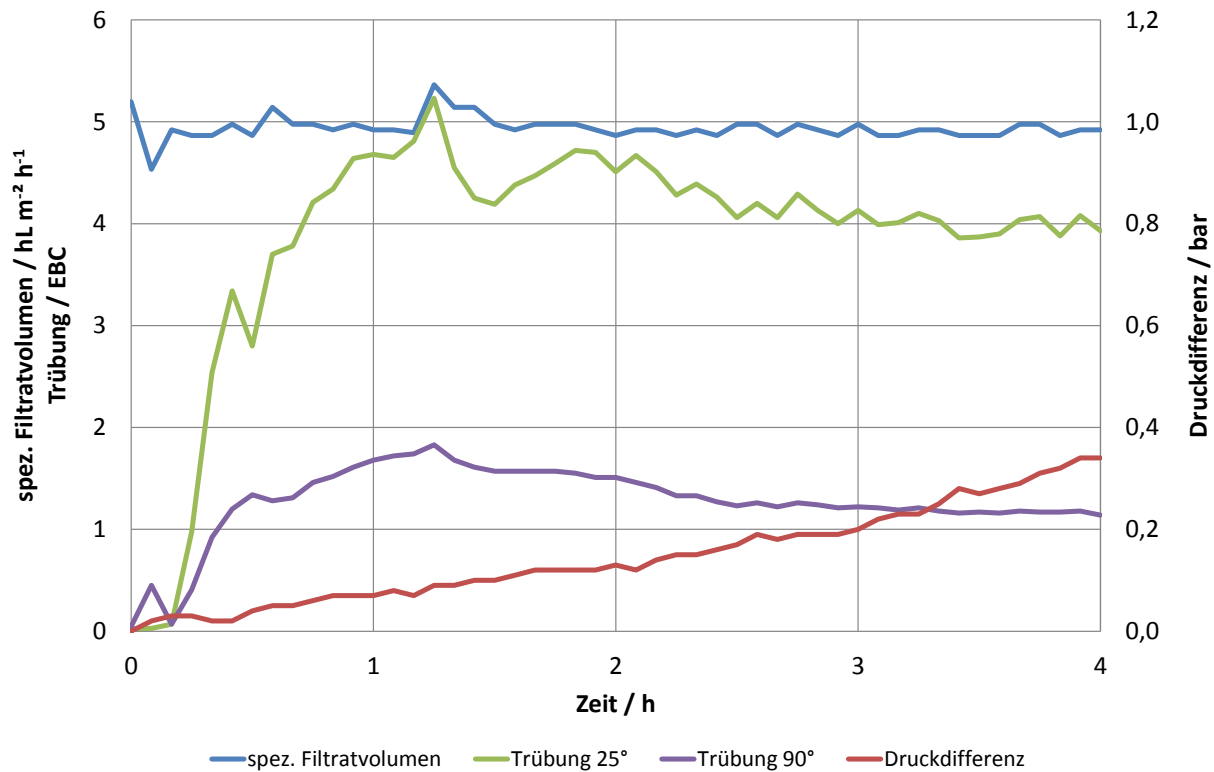
FHM	Filterbauart und -fläche / $\text{m}^2$	Gesamtstandzeit / h:min	gesamtes Filtratvolumen / hL	Druckdifferenz nach $19 \text{ hL m}^{-2}$ / bar	Trübung Filtrat $25^\circ$ nach $19 \text{ hL m}^{-2}$ / EBC	Trübung Filtrat $90^\circ$ nach $19 \text{ hL m}^{-2}$ / EBC	Trübung Unfiltrat $90^\circ$ / EBC
ZMIX1 (akt)	H 1	4:00	19,7	0,23	2,5	0,9	40
ZMIX1 (1 x reg)	H 1	5:40	26,9	0,40	2,2	0,8	30
ZMIX2 (akt)	H 1	6:30	31,1	0,22	2,9	0,9	40
ZMIX2 (1 x reg)	H 1	6:10	25,8	0,50	2,1	0,8	25
ZMIX3 (akt)	H 1	5:00	25,1	0,20	2,8	0,9	<30
ZMIX3 (1 x reg)	H 1	5:15	24,3	0,57	1,5	0,7	40
ZMIX4 (akt)	H 1	5:50	28,4	0,29	2,5	0,9	<58
ZMIX4 (1 x reg)	H 1	5:30	26,2	0,48	1,9	0,8	<45
ZMIX1 (akt) (n = 12)	H 2	4:58	49,8	0,32	2,9	1,0	$\emptyset 70$
ZMIX1 (4 x reg)	H 2	4:19	44,0	0,63	1,4	0,8	$\emptyset 58$
ZMIX1 (akt)	K 1,82	4:00	35,7	0,32	3,9	1,2	40

#### 4.4.2 Pilotfiltrationen am Kerzenfilter

Auch am Pilotkerzenfilter waren die oben genannten Parameter Standard. Diese waren spezifisches Filtratvolumen  $5 \text{ hL m}^{-2} \text{ h}^{-1}$ , bei installierten  $1,82 \text{ m}^2$  Filterfläche also  $8,8 \text{ hL h}^{-1}$  Filterleistung, Voranschwemmung  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$  und laufende Dosage  $100 \text{ g hL}^{-1}$ . Wegen der in Anpassungsversuchen sehr ungleichmäßigen Filterkuchen, die am unteren Ende fast zusammenwuchsen, wurde der Durchfluß in Schritten à  $10 \text{ hL h}^{-1}$  gesteigert. Ab  $40 \text{ hL h}^{-1}$  war die Voranschwemmung bei visueller Beurteilung als gleichmäßig erschienen. Für die weiteren Versuche wurde daher mit  $40 \text{ hL h}^{-1}$ , also mit mehr als vierfacher Filtrationsgeschwindigkeit vorangeschwemmt.

Die ersten Versuche dienten zum Vergleich der Ergebnisse mit denen des Pilothonzontalfilters. Zu diesem Zweck waren beide Filter derartig angeschlossen, daß sie parallel oder auch einzeln betrieben werden konnten. Dadurch war es möglich, mit Unfiltrat aus einer Leitung auf beiden Filtern gleichzeitig zu filtrieren und so die Unfiltratqualität als Ursache für unterschiedliche Verläufe auszuschließen. Am Kerzenfilter sah der typische Verlauf gleichartig aus, wie beim Horizontalfilter. Eine exponentielle Steigerung der Druckdifferenz begann zunächst flach und wurde im Verlauf der Filtrationen immer steiler, was die potentielle Standzeit limitierte. Bis zum Erreichen eines Abbruchkriteriums konnte die Filterleistung durch die automatische Leistungsregelung der Produktpumpe auf dem Sollwert gehalten werden.

Bei diesen Versuchen war wegen der Vergleichbarkeit stets das Filterhilfsmittel ZMIX1, jeweils aktiviert im Einsatz. Während die Druckdifferenz im Kerzenfilter eine mit dem Pilothonzontalfilter vollkommen vergleichbare Entwicklung zeigte, lagen die Trübungswerte erkennbar höher. Im  $90^\circ$ -Meßwinkel war der Unterschied mit 1,2 EBC am Kerzenfilter gegenüber Werten von knapp unter 1 EBC am Horizontalfilter nicht groß. Die  $25^\circ$ -Trübung lag mit ca. 4,0 EBC hier allerdings deutlich über den vorher erzielten Werten. Abb. 4.49 zeigt einen Verlauf als Beispiel.



**Abb. 4.49: Filtrationsverlaufsbeispiel am Pilotkerzenfilter mit einer reinen Zellulosemischung**

Einlauftrübung 90°: ca. 40 EBC, ZMIX1 (akt), VA: 1,5 kg m<sup>-2</sup>, Dosage: 100 g hL<sup>-1</sup>, A = 1,82 m<sup>2</sup>

Der Wertevergleich in Tab. 4.13 (s.o.) nach jeweils 19 filtrierten hL m<sup>-2</sup> enthält auch auf dem Pilotkerzenfilter erzielte Ergebnisse.

Die höheren Trübungswerte am Kerzenfilter sind wahrscheinlich auf den für das Filterhilfsmittel nicht geeigneten Einlaufverteiler zurückzuführen. Anhand des gegenüber dem Pilothorizontalfilter verdoppelten spezifischen Volumenstroms konnte die Voranschwemmung gleichmäßiger aufgebracht werden. Der Einlauf in den Pilotkerzenfilter könnte ggf. anhand der Erkenntnisse von EVERS [76] angepaßt werden.

#### 4.4.3 Verwendung eines nachgeschalteten Trapfilters

Im Rahmen der Pilotversuche wurde zeitweise ein klassischer Trapfilter erprobt, wie er in Brauereien zur Vermeidung von Kieselgurdurchbrüchen verwendet wird. Am Auslauf des Pilotfilters angeordnet, konnte seiner Spezifikation entsprechend die Retention aller Partikel mit Durchmessern  $D \geq 10 \mu\text{m}$  erwartet werden, kleinere Partikel in mit deren Durchmesser abnehmendem Maße. Die Tiefenfilterkerze sollte also die eingesetzten Zellulosefasern (bei allen verwendeten Produkten  $D \geq 20 \mu\text{m}$ ) quantitativ, Hefezellen (Länge 8-10  $\mu\text{m}$ , Breite 5-7  $\mu\text{m}$ ) größtenteils und kolloid gelöste Partikel ( $D < 1 \mu\text{m}$ ) nicht zurückhalten können.

Abb. 4.50 und Abb. 4.51 zeigen die Auswirkung des Tiefenfilterkerzeneinsatzes. Tatsächlich trat eine Reduktion der Trübung im 25°-Meßwinkel ein, allerdings bei Weitem nicht im für glanzfeines Filtrat erforderlichen Umfang. Daneben ist zu beobachten, daß diese Wirkung bei dem Versuch mit höherer Einlauftrübung (s. Abb. 4.50) fast vernachlässigbar war. Hier war das Pilotfiltrat - vermutlich durch früh verlegte Poren, wie auch die kurze Standzeit belegt - bereits weiter geklärt und so konnte der Trapfilter nur wenig weitere grobe Partikel zurückhalten.

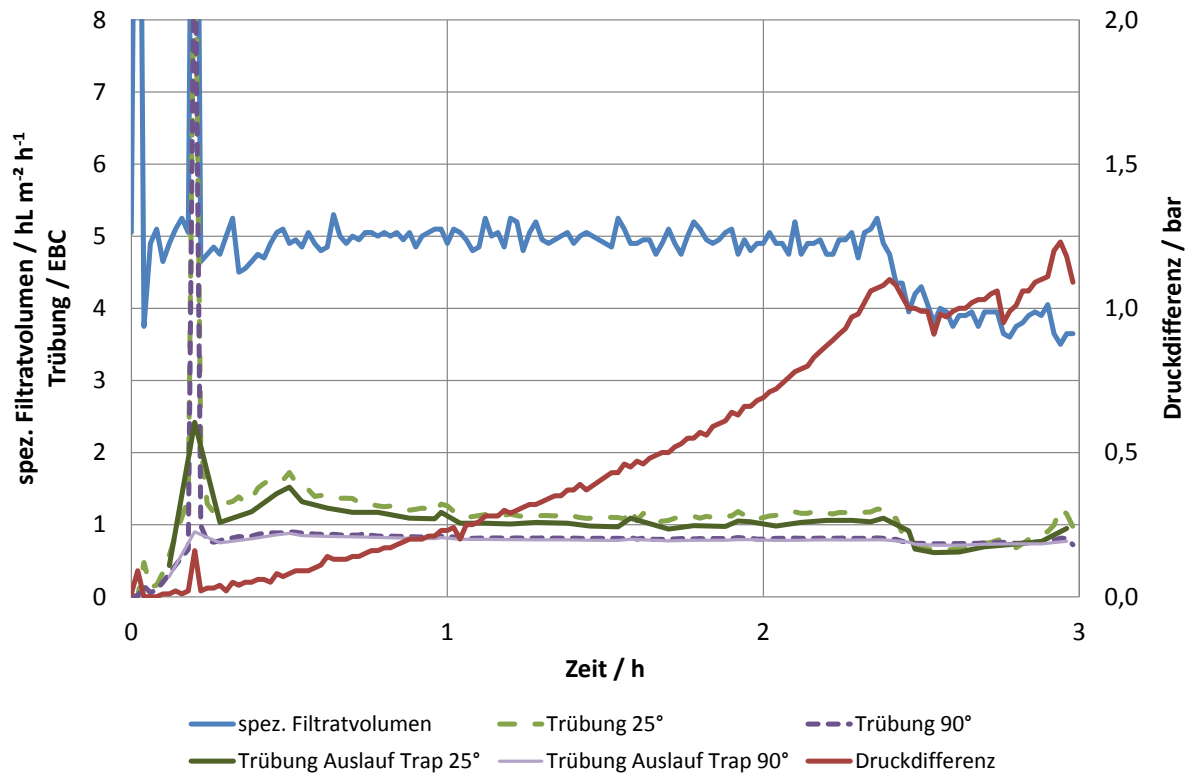


Abb. 4.50: Trübungsverlauf bei nachgeschaltetem Trapfilter, Beispiel 1

Einlauftrübung 90°: 248-43 EBC, ZMIX1 (akt), VA: 1,5 kg m<sup>-2</sup>, Dosage: 100 g hL<sup>-1</sup>, A = 2 m<sup>2</sup>

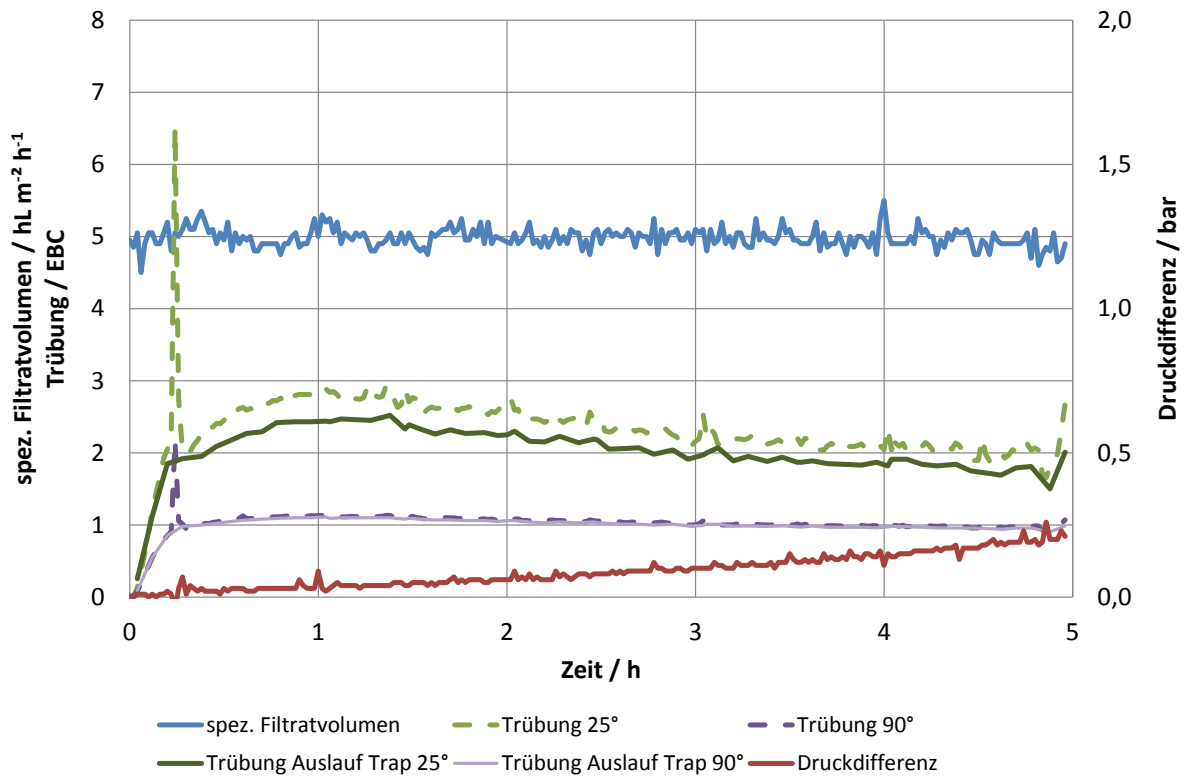


Abb. 4.51: Trübungsverlauf bei nachgeschaltetem Trapfilter, Beispiel 2

Einlauftrübung 90°: 102-27 EBC, ZMIX1 (akt), VA: 1,5 kg m<sup>-2</sup>, Dosage: 100 g hL<sup>-1</sup>, A = 2 m<sup>2</sup>



Bezüglich der 90°-Trübung, also der Retention vorrangig relativ kleiner Partikel brachte der Einsatz der Tiefenfilterkerze erwartungsgemäß keine nennenswerte Änderung. Das Resttrübungsniveau am Auslauf des Zellulosefilters führte nicht zum Verblocken der Tiefenfilterkerze. Der großtechnische Einsatz derartiger Trapfilter in ähnlicher Konstellation wäre demnach möglich, um wie bei der Kieselgurfiltration Filterhilfsmitteldurchbrüche abzufangen.

## 4.5 Variation von Filtrationsparametern bei Pilotfiltrationen

### 4.5.1 Vorgaben für die Versuche

Im Sinne der Vergleichbarkeit waren folgende Parameter - soweit nicht selbst Gegenstand der Variation - vorgegeben: Voranschwemmung  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$ , laufende Dosage  $100 \text{ g hL}^{-1}$ , spezifisches Filtratvolumen  $5 \text{ hL m}^{-2} \text{ h}^{-1}$ . Das hefetrübe Unfiltrat war stets die Biersorte „Helles“ der Versuchsbrauerei.

### 4.5.2 Auswirkungen variiertes Filtrationsgeschwindigkeit

Bei einer Versuchsfiltration wurde die Filterleistung gezielt variiert. Abb. 4.52 zeigt, daß mit jeder Durchflußerhöhung offenbar ein Druckstoß einherging, der vor allem grobe Partikel (im 25°-Meßwinkel erfaßt) durchschlagen ließ. Mit jeder Erhöhung stieg auch das nach den Druckschlägen verbleibende Trübungsniveau höher und sank nicht wie sonst über die Zeit. Auch die Druckdifferenz stieg erwartungsgemäß mit jeder Erhöhung an. Trotz der komprimierenden und damit porositätsvermindernden Wirkung des höheren spezifischen Filtratvolumens passierten demnach mehr Partikel den Filterkuchen. Die Erhöhung der Filtrationsgeschwindigkeit kommt somit nicht in Betracht als Maßnahme zur Verringerung der Filtrattrübung.

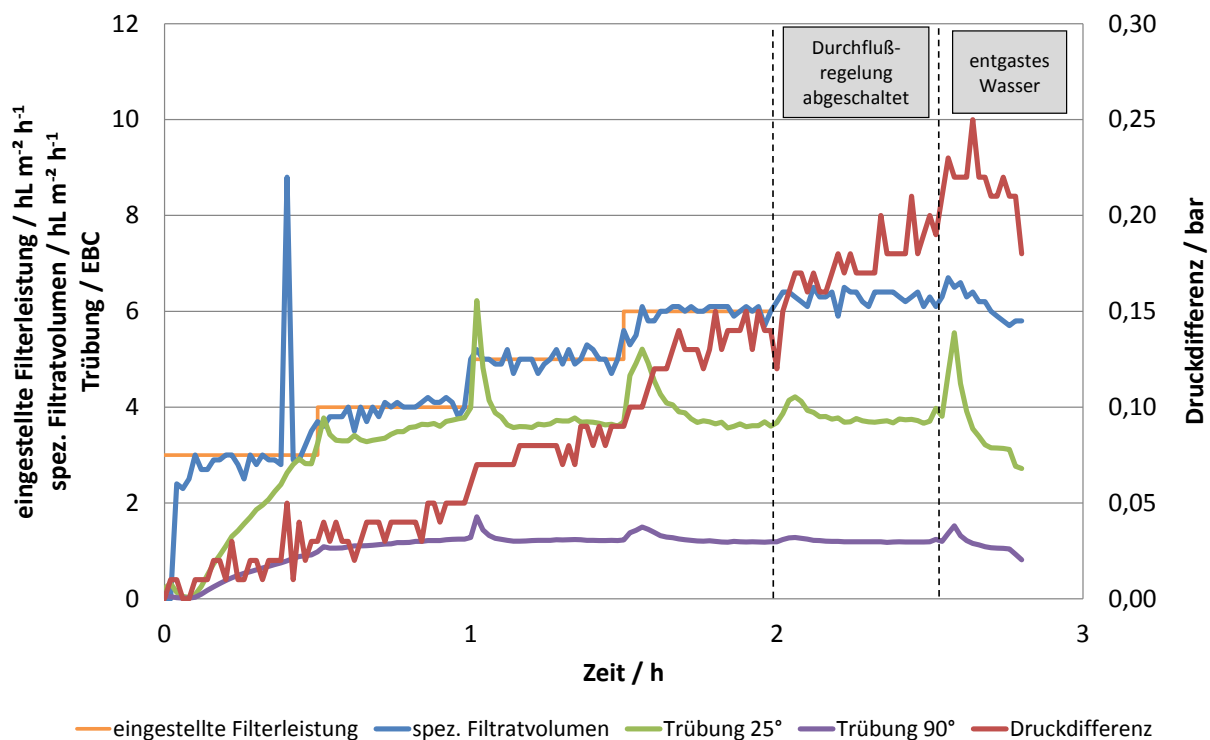


Abb. 4.52: Filtrationsverlauf bei variiertem Volumenstrom

Einlauftrübung 90°: 36-6 EBC, ZMIX3 (2 x reg), VA:  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$ , Dosage:  $100 \text{ g hL}^{-1}$ ,  $A = 1 \text{ m}^2$

### 4.5.3 Filtration mit gleichbleibender Druckdifferenz

Ausgehend von der Annahme, bei der Kuchenfiltration mit Zellulosemischungen handle es sich zumindest teilweise um Tiefenfiltration, stellte sich die Frage nach dem Verhalten des Filterkuchens ohne steigende Druckdifferenz. Die Absicht, die ungeklärten Folgen der Kompressibilität des Zellosekuchens zu vermeiden, gab Anlaß zu Versuchen mit gleichbleibender Druckdifferenz. Dadurch sollte eine gleichbleibende Kapillarstruktur erreicht werden.

Gleichbleibende Druckdifferenz wurde daher am Pilothorizontalfilter erprobt. Hierfür wurde die Frequenzregelung der Produktpumpe so programmiert, daß sie anstelle des sonst verwendeten konstanten Durchflusses die Druckdifferenz konstant hielt. Dabei wurde ein Teil des Filtrates über ein Regelventil im Kreislauf geführt. Unfiltratzu- und Filtratablauf waren wie bei den Standardbedingungen auf  $5 \text{ hL m}^{-2} \text{ h}^{-1}$  festgelegt und wurden über ein Regelventil am Auslauf aufrechterhalten. Installiert waren zwei Filterelemente, also  $2 \text{ m}^2$  Filterfläche. Abb. 4.53 zeigt das Versuchsprinzip, der Aufbau ist in Abb. A.2 (Anhang A) dargestellt. Der Vergleichbarkeit halber wurde bei sonst gleichen Parametern und mit der Filterhilfsmittelmischung ZMIX1 filtriert, nur das „interne“ spezifische Filtratvolumen unterschied sich also von den Standardbedingungen.

Der Arbeitsablauf am Filter mußte dafür leicht modifiziert werden. Nach Voranschwemmung und Kreislaufbetrieb mit Wasser begann die Filtration wie bei der Regelung auf konstanten Volumenstrom. In diesem Fall geschah dies zur vollständigen Verdrängung des entgasten Wassers aus dem Filter. Danach begannen der Kreislauf mit Bier und die Druckregelung auf die vorgewählte Druckdifferenz. Dieser Modus galt bis zur Stabilisierung der Trübung. Dann konnten Dosage und Auslauf geöffnet werden, so daß im weiteren Verlauf  $5 \text{ hL m}^{-2} \text{ h}^{-1}$  Filtrat ab- und Unfiltrat zuflossen.

Die angelegte Druckdifferenz wurde zwischen 0,5 und 2,0 bar filtrationsweise in Schritten von 0,5 bar variiert. Durch die konstant gehaltene Druckdifferenz nahm das spezifische Filtratvolumen im Kreislauf („intern“) während der Filtration kontinuierlich ab. Abb. 4.54 zeigt ein Verlaufdiagramm als Beispiel. Die Trübungswerte waren durchweg hoch. Sie stiegen während der ersten Filtrationsstunden, um ungefähr beim Unterschreiten eines „internen“ spezifischen Filtratvolumens von  $10 \text{ hL m}^{-2} \text{ h}^{-1}$  ein Maximum zu erreichen und danach auf hohem Niveau langsam abzunehmen. Die Filtration könnte auf diese Weise maximal so lange fortgeführt werden, bis der Durchfluß im Filter das festgelegte spezifische Filtratvolumen von  $5 \text{ hL m}^{-2} \text{ h}^{-1}$  unterschreitet.

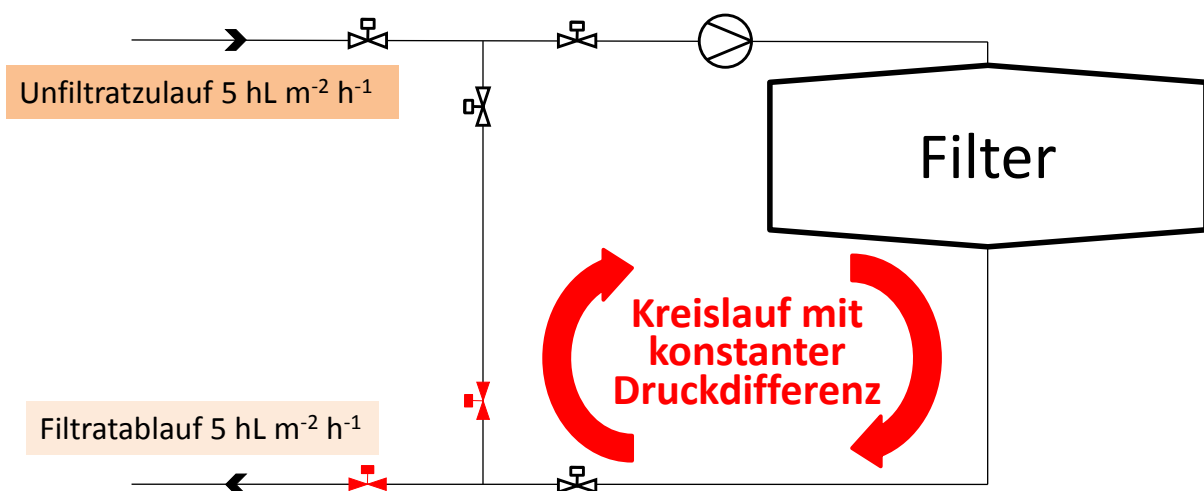
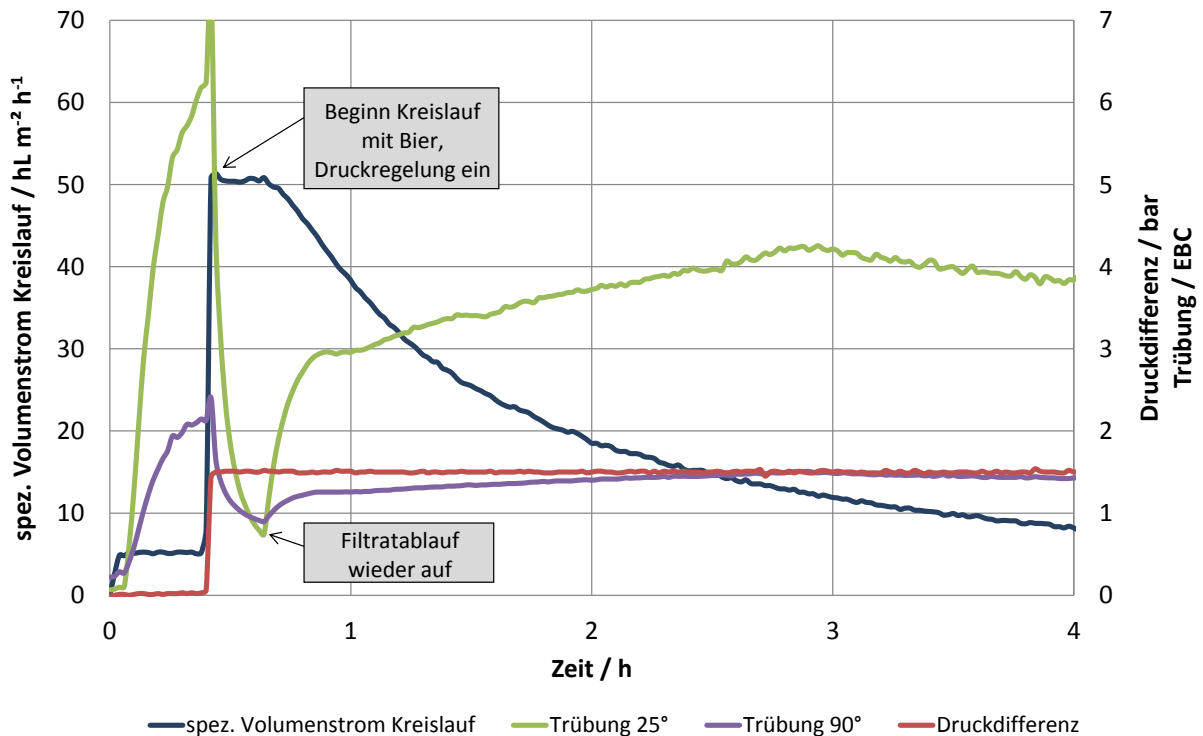


Abb. 4.53: Prinzip der Filtration mit konstanter Druckdifferenz



**Abb. 4.54:** Verlauf einer Filtration mit konstanter Druckdifferenz

Einlauftrübung 90°: 80-40 EBC, ZMIX1 (akt), VA:  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$ , Dosage:  $100 \text{ g hL}^{-1}$ ,  $A = 2 \text{ m}^2$

Zum Vergleich sind in Tab. 4.14 die Zustände nach 2 h Filtrationsdauer zusammengestellt. In dieser Phase waren die Trübungswerte in der Nähe ihrer Maxima. Der Vergleich mit den Filtrationsverläufen mit konstantem spezifischem Filtratvolumen - einmal über ein Filterelement und einmal über zwei - zeigt, daß die zusätzliche Verdichtung des Filterkuchens durch den erhöhten Volumenstrom die Trübungswerte nicht verringern konnte. Eher scheinen im Gegenteil mehr Trübungspartikel durch den Filterkuchen „gedrückt“ worden zu sein. Insofern paßt dieses Ergebnis zu den Versuchen mit erhöhter Filtrationsgeschwindigkeit. Hier kann wie dort gefolgert werden, daß die isobare Filtration per se kein Potential zur Senkung der Filtrattrübung besitzt. Ein Vergleich der isobaren Versuche zeigt ein Optimum bezüglich der Trübung bei 1,0 bar.

**Tab. 4.14:** Vergleich der isobaren Filtrationsversuche nach 2 h Filtrationsdauer

Druckdifferenz / bar	Trübung 25° / EBC	Trübung 90° / EBC	„internes“ spez. Filtratvolumen / $\text{hL m}^{-2} \text{ h}^{-1}$
0,5	4,1	1,6	9,1
1,0	3,2	1,3	7,1
1,5	4,0	1,5	15,2
2,0	4,1	1,5	17,9
(variabel, mit 1 Filterelement)	3,1	1,0	(5,0)
(variabel, mit 2 Filterelementen)	3,8	1,2	(5,0)

#### 4.5.4 Variation der laufenden Dosage innerhalb einer Filtration

Die Auswirkung höherer laufender Dosage wurde anhand stufenweiser Erhöhung ermittelt. Die Versuchsfiltration begann mit der Standarddosage von  $100 \text{ g hL}^{-1}$ , danach wurde im Halbstundentakt erhöht: nach 1 h auf  $200 \text{ g hL}^{-1}$ , nach 1,5 h auf  $300 \text{ g hL}^{-1}$ , nach 2 h auf  $400 \text{ g hL}^{-1}$ . Nach 2,5 h wurde sie wieder auf die Standarddosage von  $100 \text{ g hL}^{-1}$  reduziert und nach 3 h vollständig eingestellt. Die ersten beiden Erhöhungen blieben ohne Auswirkung auf die Trübung. In der Folge der Dosageerhöhung auf  $400 \text{ g hL}^{-1}$  sanken die Trübungswerte und blieben auch nach Beendigung der Dosage niedrig (s. Abb. 4.55). Die Druckdifferenz stieg stetig. Die Trübungswerte anderer Versuche mit der Standarddosage  $100 \text{ g hL}^{-1}$  wurden nicht unterschritten. Daher kann eine höhere laufende Dosage nicht als erfolgversprechend bewertet werden. Daneben ist zu beachten, daß sie aufgrund des eher erschöpften Trubraumes und des mit dem mächtigeren Kuchen verbundenen schnelleren Verblockens die Standzeit eng begrenzt.

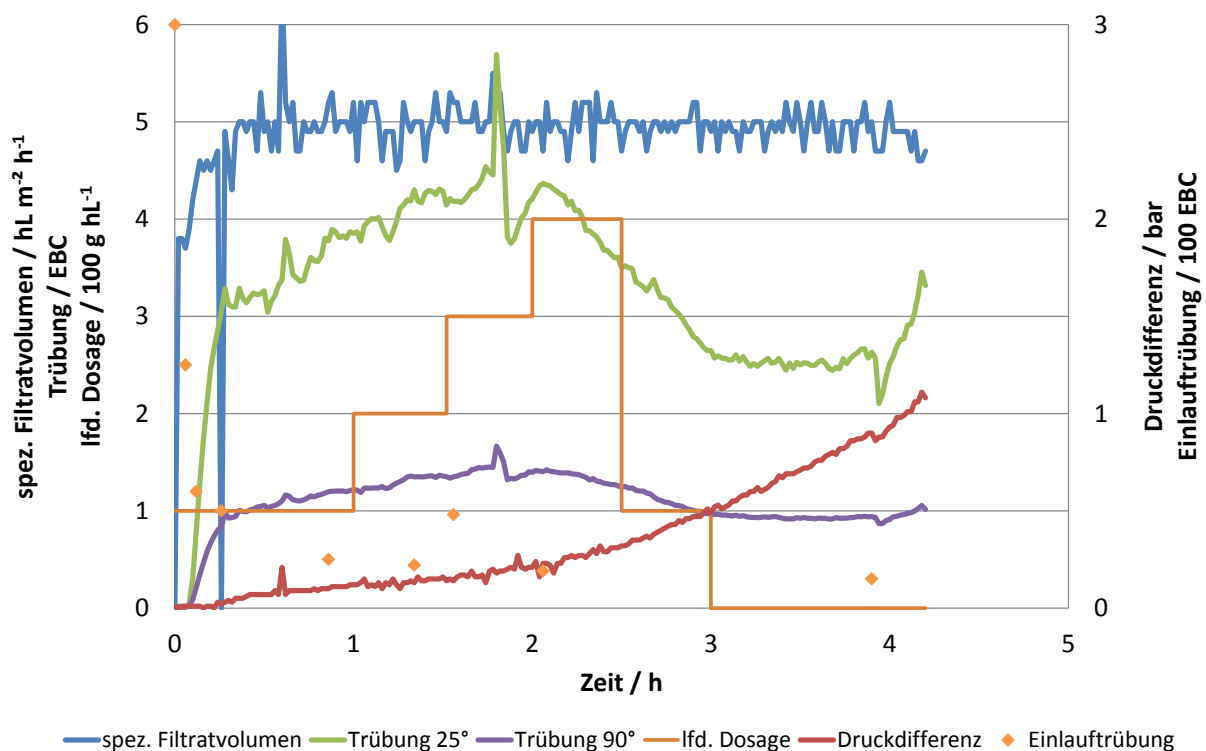


Abb. 4.55: Filtrationsverlauf bei Variation der laufenden Dosage

Einlauftrübung  $90^\circ$ : 300-15 EBC, ZMIX3 (akt), VA:  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$ , Dosage: 0-400  $\text{g hL}^{-1}$ ,  $A = 1 \text{ m}^2$

#### 4.5.5 Verhalten bei Kreislaufbetrieb

Die Auswirkungen einer einstündigen Unterbrechung der Filtration infolge einer Störung im Lagerkeller, überbrückt durch langen Kreislaufbetrieb, zeigt Abb. 4.56. Der Volumenstrom der Filtration,  $5 \text{ hL m}^{-2} \text{ h}^{-1}$ , wurde während dessen beibehalten, jedoch ohne laufende Dosage. Dabei ging die Filtrattrübung zwar merklich zurück, erreichte jedoch bald nach Wiederaufnahme der Filtration das vorige Niveau. Demnach vermag auch lange Zirkulation die Filterschärfe der Kuchen nicht zu erhöhen, dies zeigt aber, daß die Technologie nicht anfällig gegenüber Fremdstörungen ist.

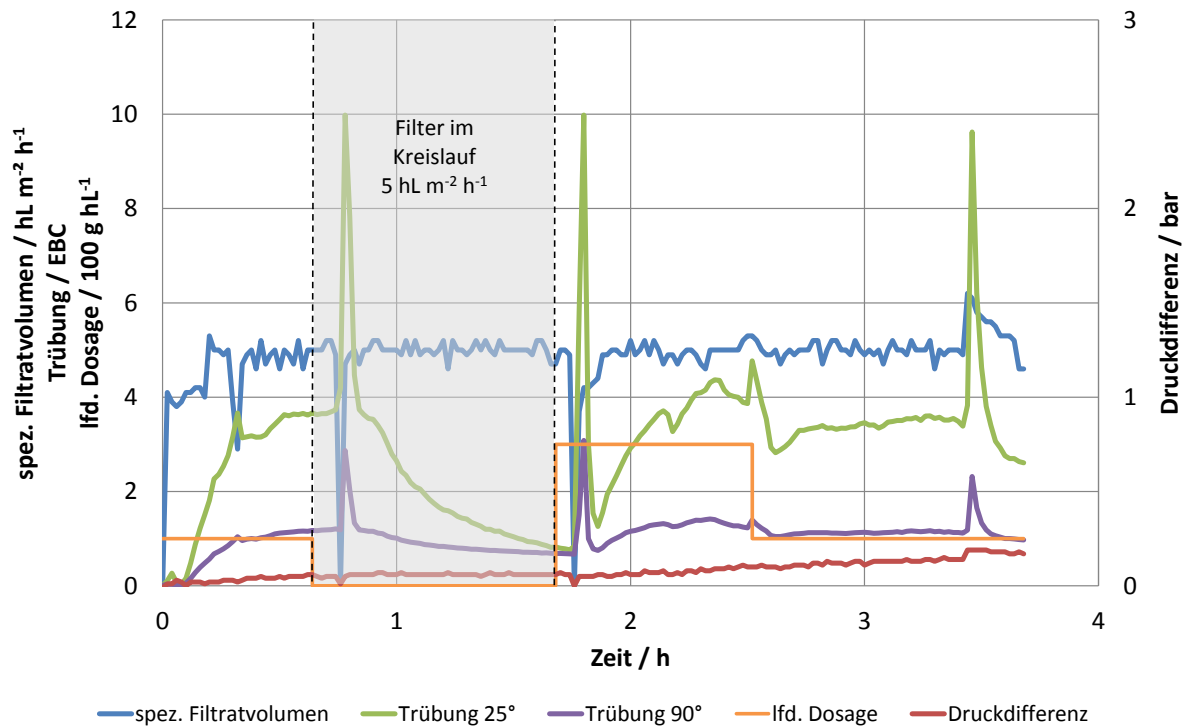


Abb. 4.56: Filtrationsverlauf bei Kreislaufbetrieb während der Filtration

Einlauftrübung 90°: 93-10 EBC, ZMIX3 (1 x reg), VA: 1,5 kg m<sup>-2</sup>, Dosage: 100-300 g hL<sup>-1</sup>, A = 1 m<sup>2</sup>

## 4.6 Variation der Filterhilfsmittel bei Pilotfiltrationen

### 4.6.1 Filtrationsverlauf bei unterschiedlichen Fasermischungen

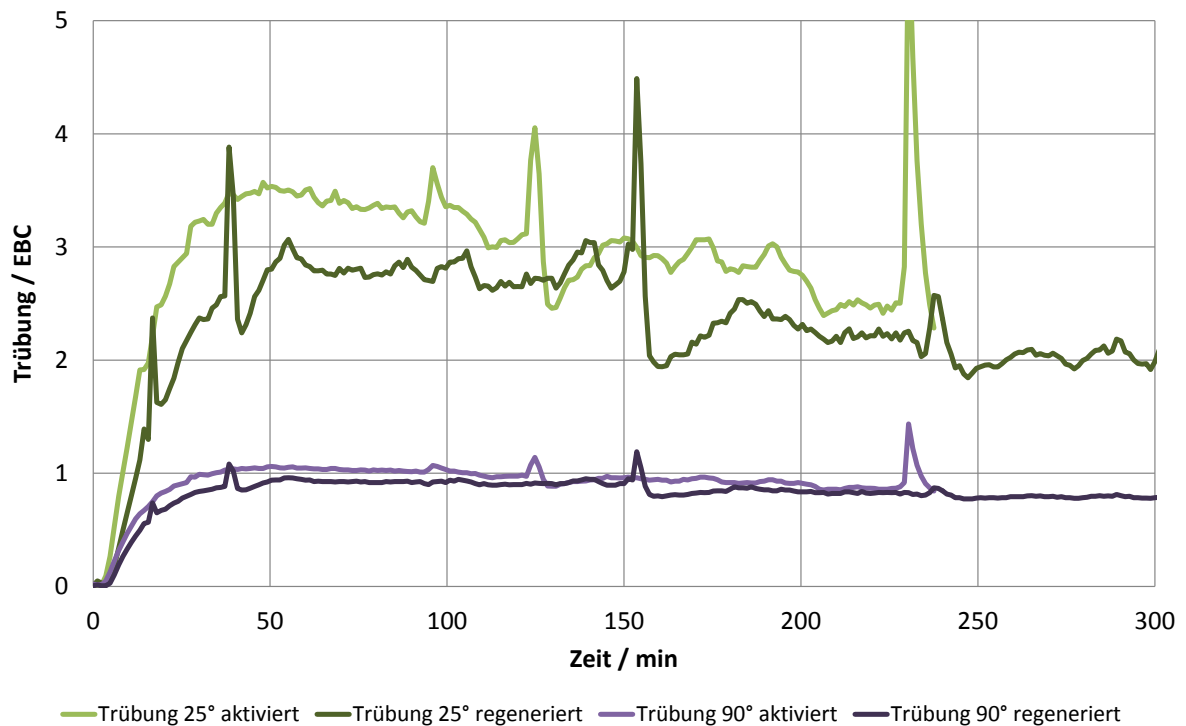
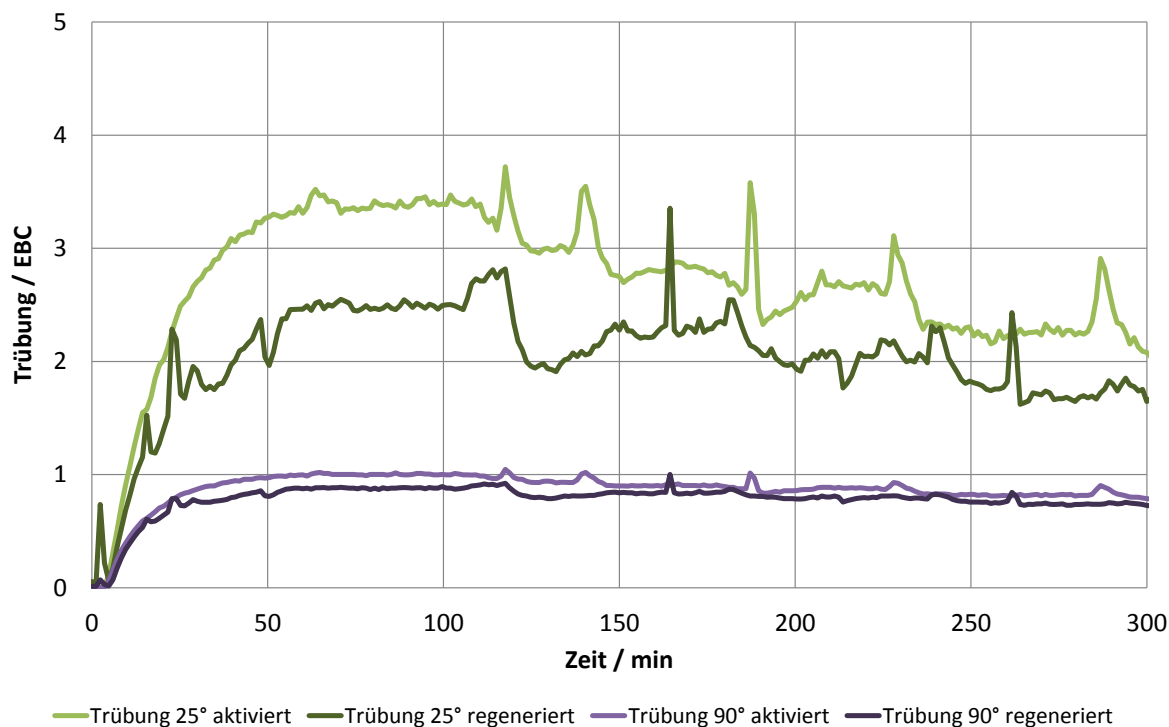


Abb. 4.57: Trübungsverlauf am Pilothorizontalfilter mit ZMIX1 (akt und 1 x reg)

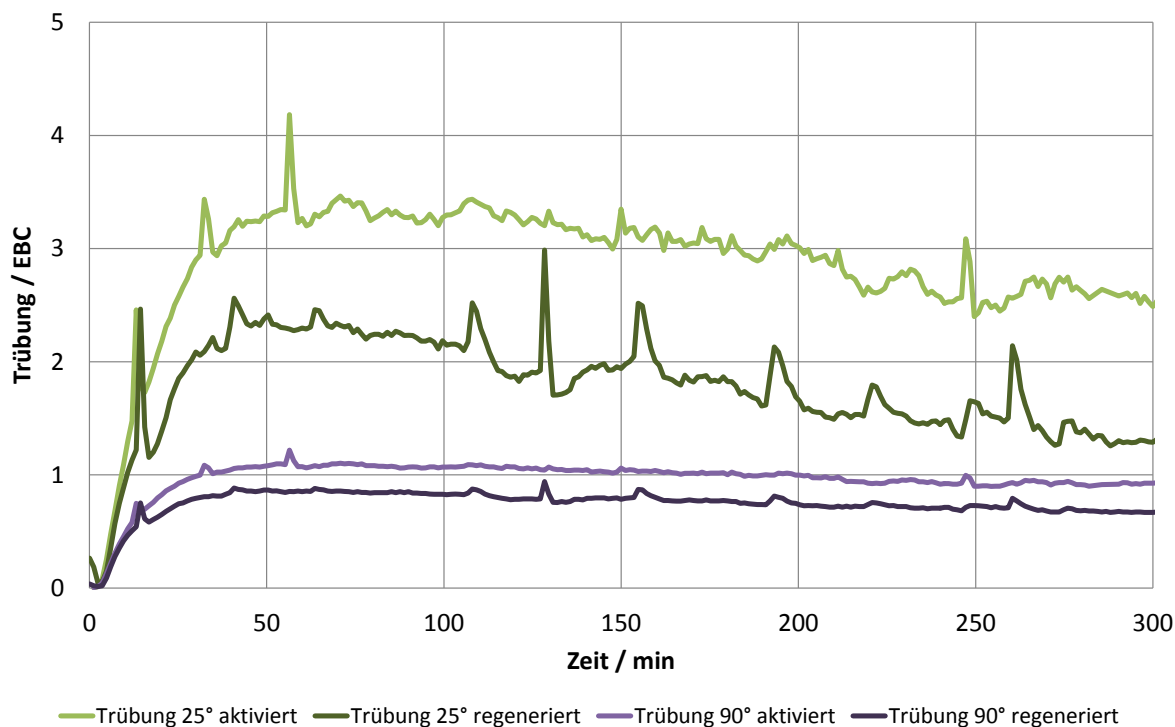
VA: 1,5 kg m<sup>-2</sup>, Dosage: 100 g hL<sup>-1</sup>, A = 1 m<sup>2</sup>

Jede der in Tab. 4.1 (s.o.) beschriebenen Fasermischungen wurde jeweils aktiviert und nach einmaliger Regeneration erprobt. Alle Filtrationen verliefen nach dem oben beschriebenen Muster (s. Abb. 4.57 bis Abb. 4.60).



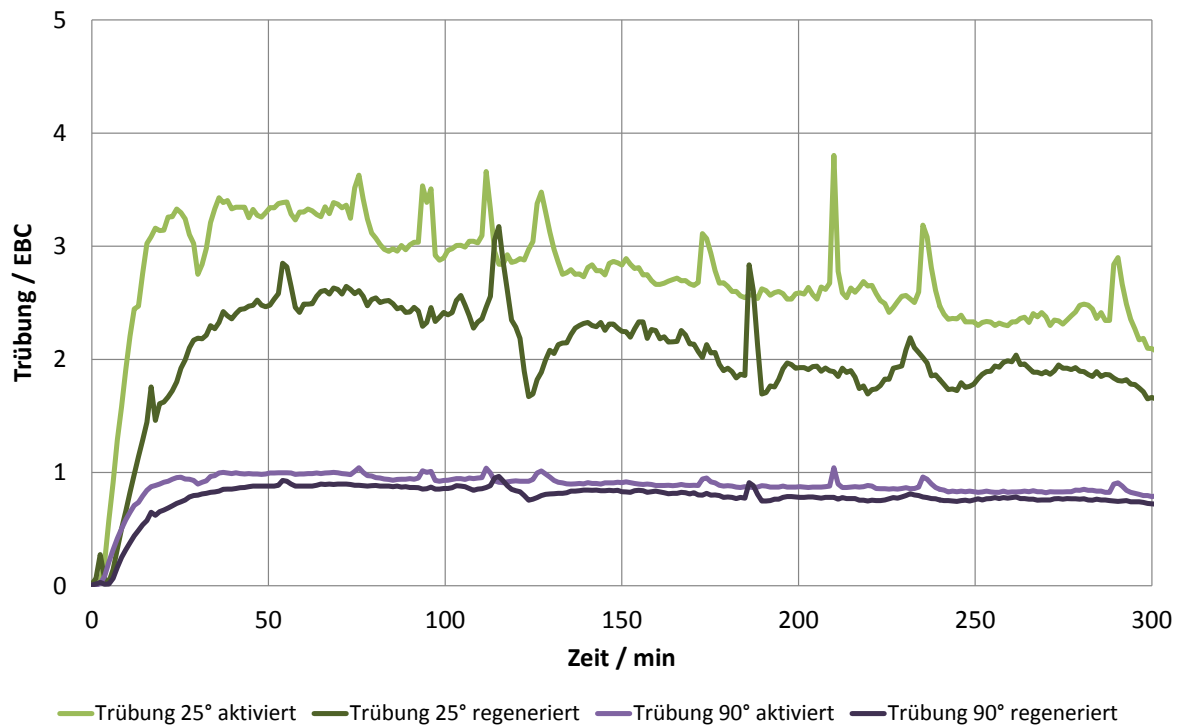
**Abb. 4.58: Trübungsverlauf am Pilothorizontalfilter mit ZMIX2 (akt und 1 x reg)**

VA:  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$ , Dosage:  $100 \text{ g hL}^{-1}$ ,  $A = 1 \text{ m}^2$



**Abb. 4.59: Trübungsverlauf am Pilothorizontalfilter mit ZMIX3 (akt und 1 x reg)**

VA:  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$ , Dosage:  $100 \text{ g hL}^{-1}$ ,  $A = 1 \text{ m}^2$



**Abb. 4.60:** Trübungsverlauf am Pilothorizontalfilter mit ZMIX4 (akt und 1 x reg)

VA:  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$ , Dosage:  $100 \text{ g hL}^{-1}$ ,  $A = 1 \text{ m}^2$

Zwar ist auf diese Weise offensichtlich mit keiner der Zellulosemischungen Bier in nur einer Klärstufe glanzfein zu filtrieren, jedoch lassen die Graphen Unterschiede erkennen. Die Auswertung nach einem Filtratvolumen von  $19 \text{ hL m}^{-2}$  zeigt das Potential der neuen Mischungen, vor allem von ZMIX3 und ZMIX4 (s.o. Tab. 4.1 und Tab. 4.13). Damit ist erwiesen, daß auch die Filterhilfsmittelmischung weitere Optimierungsmöglichkeiten bietet. Alle 25°-Trübungswerte blieben  $< 5 \text{ EBC}$ . Die Biere wären also mit einer zweiten Zellulose-Filtrationsstufe gemäß ZELLER ET AL. [264] glanzfein zu filtrieren.

Der Versuch einer Bestimmung der Hefezellzahl im Filtrat konnte den Vergleich der Mischungen nicht präzisieren. Immerhin zeigt diese Auswertung, daß die Filtrate nicht hefefrei waren, was wenigstens teilweise die hohe vorwärtsgestrene Trübung erklärt (s. Tab. 4.15). Die Ermittlung der Filtrationseffizienz mit Mikroorganismen-Teststämmen nach BACK [18] wurde angesichts dieser Ergebnisse als noch nicht sinnvoll erachtet.

**Tab. 4.15:** Vergleich der Heferückhaltung bei unterschiedlichen Mischungen

$A = 1 \text{ m}^2$

Filterhilfsmittel	ZMIX1 akt	ZMIX1 1 x reg	ZMIX2 akt	ZMIX2 1 x reg	ZMIX3 akt	ZMIX3 1 x reg	ZMIX4 akt	ZMIX4 1 x reg
Zellzahl im Unfiltrat / $10^6 \text{ mL}^{-1}$	2,17	2,63	2,21	2,25	2,13	3,13	2,21	2,21
Zellzahl im Filtrat / $1 \text{ mL}^{-1}$	1,7	3,3	5,0	1,0	k.A.	3,7	k.A.	7,7
Retentionsrate / %	99,9999	99,9999	99,9998	100,0000	k.A.	99,9999	k.A.	99,9997

Die regenerierten Filterhilfsmittel filterten stets schärfer als die aktivierten (s. Abb. 4.61). Dies kann auf ein Verkürzen und Aufrauen der Fasern bei der Regeneration zurückzuführen sein. Dadurch wäre der mittlere Porendurchmesser geringer und damit auch die Raumsieb Wirkung besser geworden.

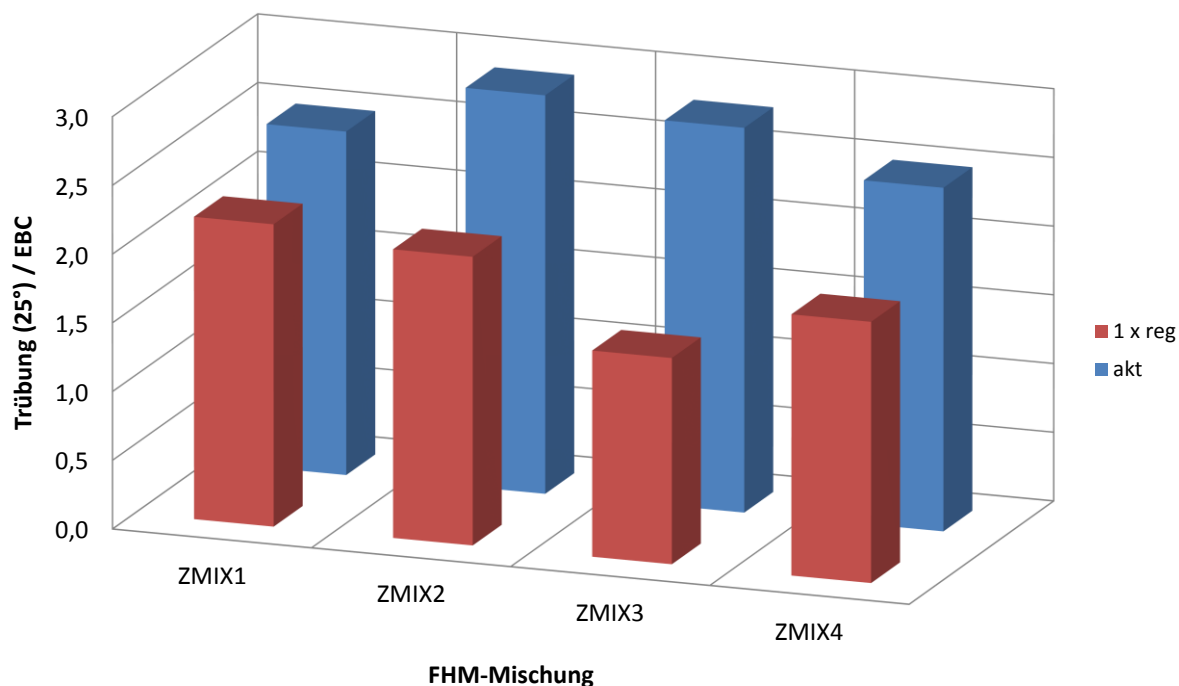


Abb. 4.61: Verbesserung der Klärwirkung nach einmaliger Regeneration unterschiedlicher Filterhilfsmittelmischungen nach 19 hL m<sup>-2</sup>; VA: 1,5 kg m<sup>-2</sup>, Dosage: 100 g hL<sup>-1</sup>, A = 1 m<sup>2</sup>

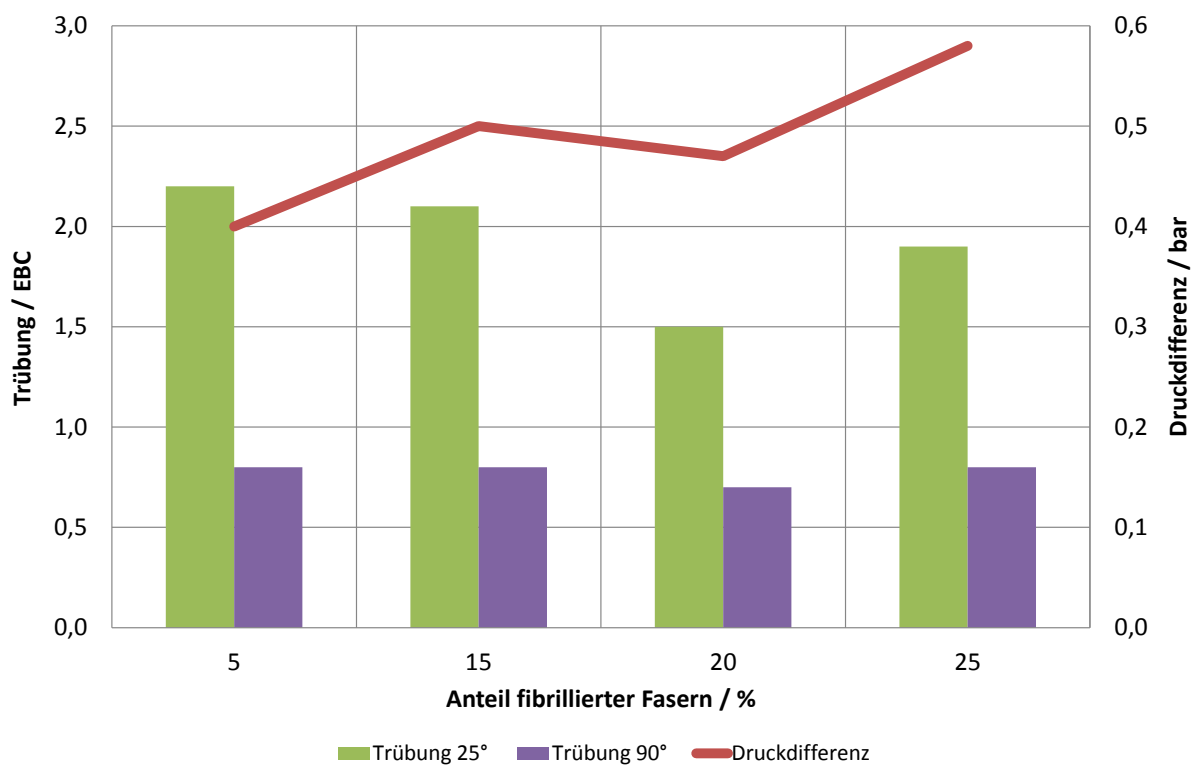


Abb. 4.62: Klärwirkung bei unterschiedlichen Anteilen fibrillierter Fasern  
1 x regenerierte Fasern, nach 19 hL m<sup>-2</sup>; VA: 1,5 kg m<sup>-2</sup>, Dosage: 100 g hL<sup>-1</sup>, A = 1 m<sup>2</sup>



Im Rahmen der Versuche kamen Fasermischungen mit unterschiedlichen Anteilen fibrillierter Fasern zum Einsatz. Der Anteil fibrillierter Fasern an der gesamten Mischung war dabei zusammengesetzt aus 0-20 % FHM3 und jeweils 5 % FHM4, beide mit ca. 600  $\mu\text{m}$  durchschnittlicher Faserlänge. Bei der Auswertung der Ergebnisse unter diesem Aspekt zeigt sich ein Optimum, vor allem bezüglich der problematischen 25°-Trübung, bei einem Gesamtanteil von 20 % fibrillierter Fasern an der Zellulosemischung (s. Abb. 4.62).

#### 4.6.2 Spezifischer Filterkuchenwiderstand bei unterschiedlichen Mischungen

Die  $\Delta p(t)$ -Graphen der Pilotfiltrationen stiegen wie gesehen infolge der abnehmenden Porosität der kompressiblen Kuchen exponentiell an. Für die erprobten Mischungen wurde der spezifische Filterkuchenwiderstand  $\alpha_m$  betrachtet, um das Verhalten der Kuchen zu analysieren. Bei der Verwendung von Kieselgur lässt sich  $\alpha_m$  in der Regel als Zahlenwert für die gesamte Filtration ermitteln. Dies setzt allerdings im Anwendungsbereich inkompressible Filterkuchen voraus [228]. Diese Voraussetzung ist bei der Zellulosefiltration nicht erfüllt. Daher ist der spezifische Filterkuchenwiderstand hier jeweils im Filtrationsverlauf dargestellt. Der höchste gefundene Wert betrug  $5,82 \times 10^{11} \text{ m kg}^{-1}$ . Verglichen mit der Filtrierbarkeitskala für Unfiltrate nach STIEB [228] wäre dies als „sehr gut bis gut filtrierbar“ einzuordnen.

Bei aktivierten wie regenerierten Filterhilfsmitteln zeigen die Widerstandsgraphen ein immer wiederkehrendes Bild: einem anfänglichen leichten Rückgang folgte eine Phase quasi-linearen Anstiegs, der in einen exponentiellen Anstieg mündete. Abb. 4.63 verdeutlicht diesen Sachverhalt anhand der Darstellung von  $\alpha_m$  und seines Kehrwerts, der Permeabilität des Filterkuchens  $B$ . Auf den ersten Blick überrascht der anfängliche Rückgang. Die Ursache ist möglicherweise in der Flexibilität vor allem der langen und fibrillierten Fasern zu suchen, die dadurch auch im angeschwemmten Kuchen ihre Lage noch ändern und der Strömung anpassen können.

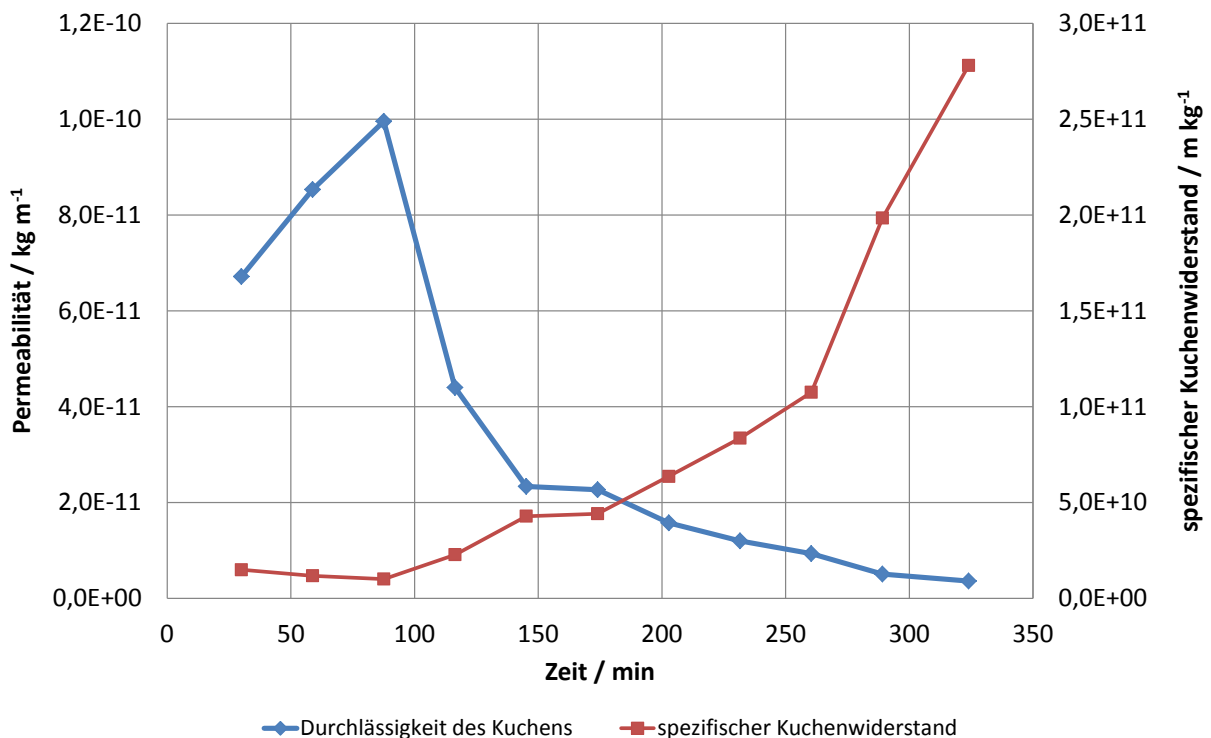
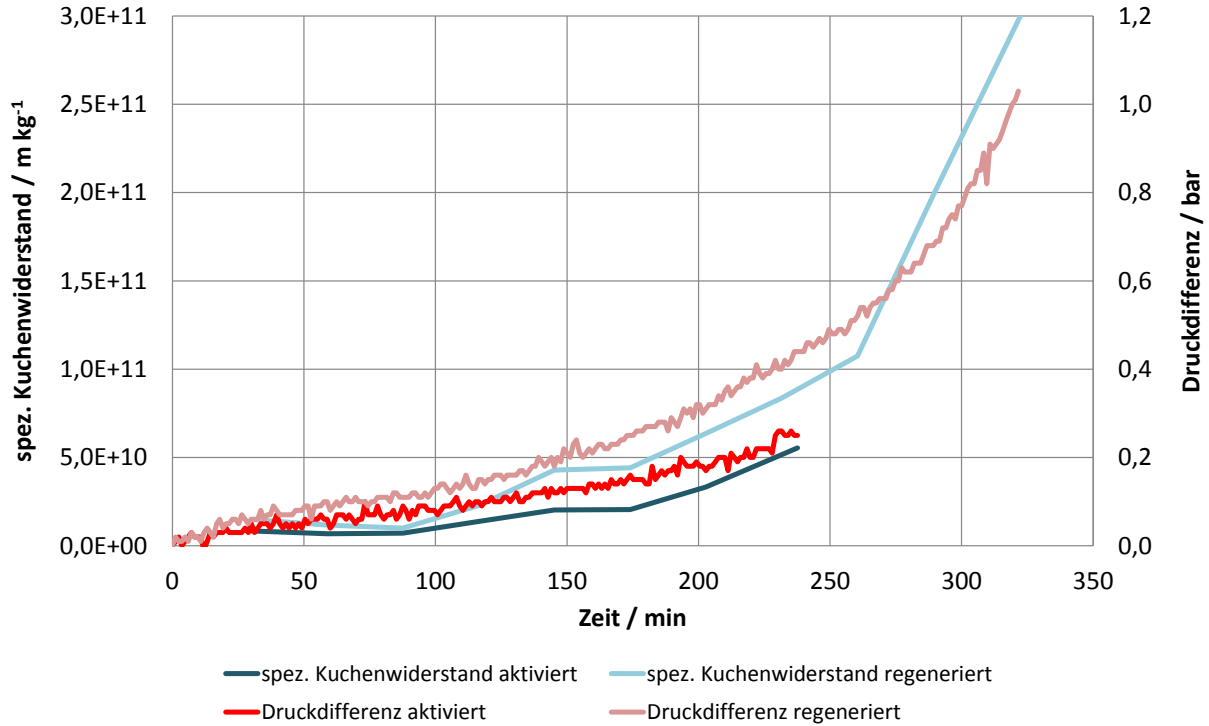


Abb. 4.63: Gegenüberstellung von Permeabilität und spezifischem Filterkuchenwiderstand

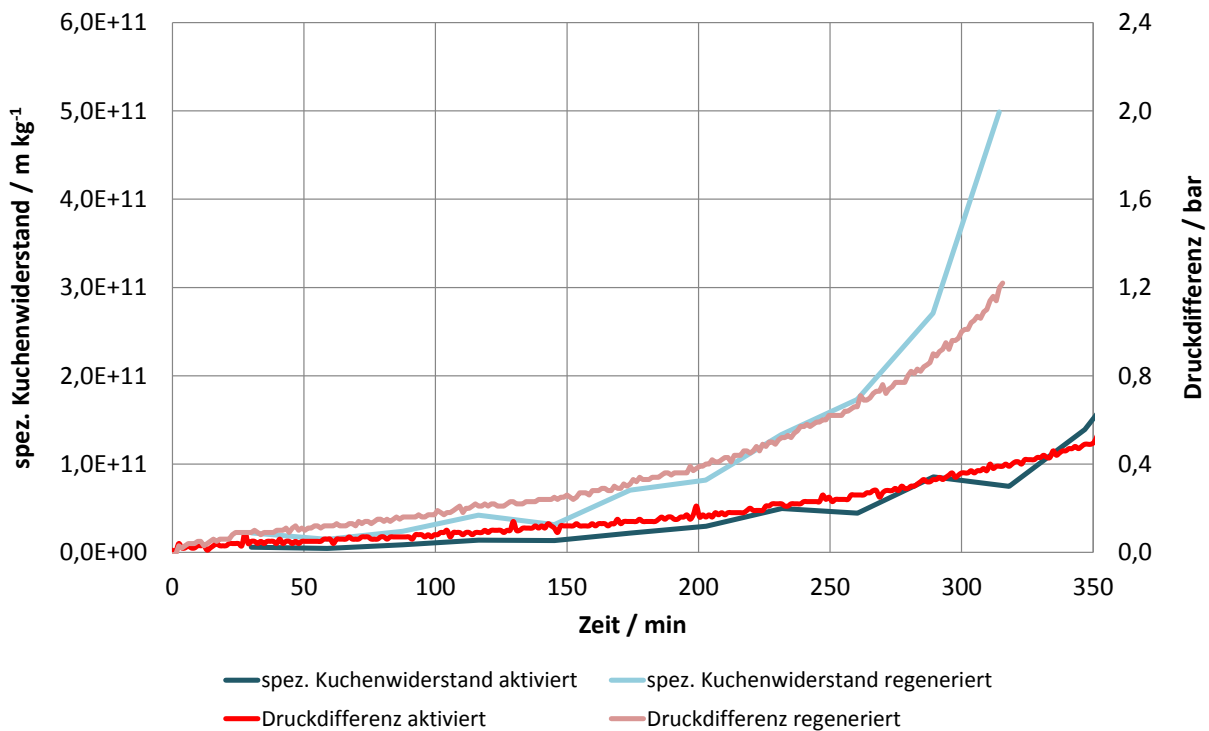
ZMIX1 (1 x reg), VA:  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$ , Dosage:  $100 \text{ g hL}^{-1}$ ,  $A = 1 \text{ m}^2$ , gemäß Gl. (3) und Gl. (5) (s.o. 2.3)

Der Widerstand der regenerierten Zellulosemischung ZMIX1 verläuft über die Zeit erheblich steiler als dies bei aktivierten Fasern der Fall ist (s. Abb. 4.64). ZMIX2 zeigte bei nahezu identischer Hefezellzahl des Unfiltrates dasselbe Verhalten (s. Abb. 4.65). Auch bei ZMIX3 und ZMIX4 sehen die Graphen ähnlich aus (s. Abb. 4.66 und Abb. 4.67).



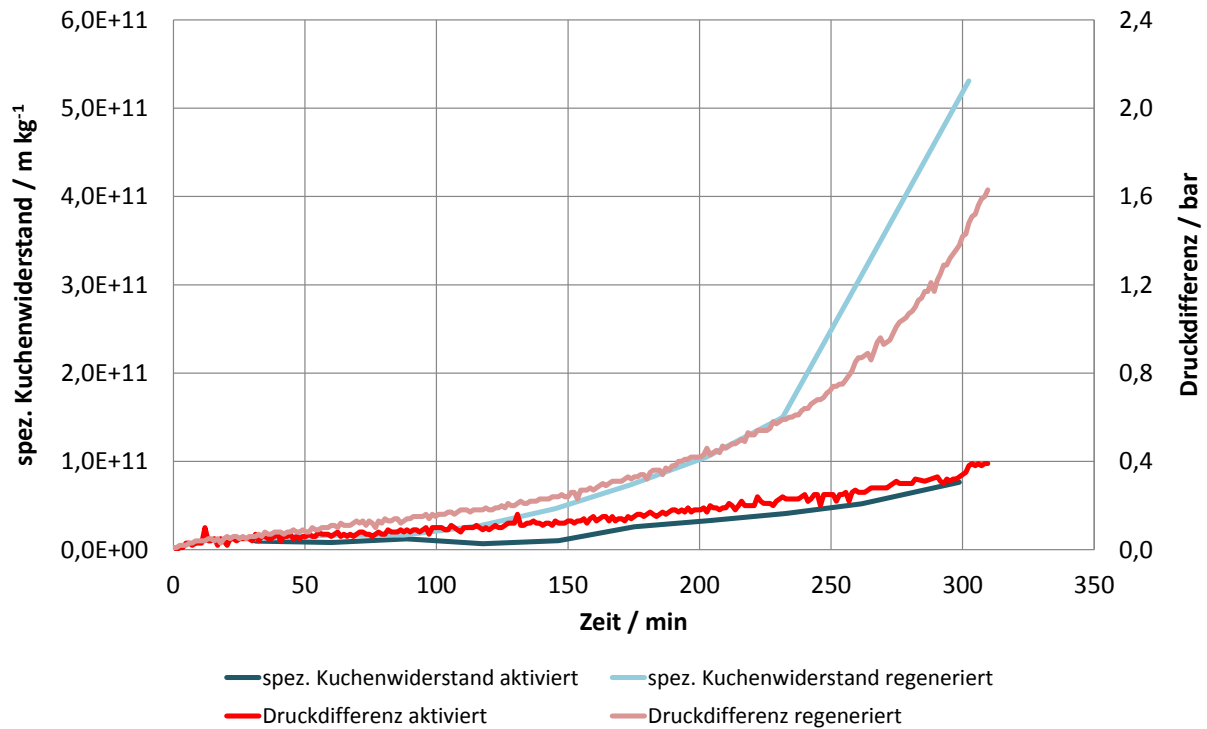
**Abb. 4.64: Spezifischer Filterkuchenwiderstand bei ZMIX1 (akt und 1 x reg)**

VA:  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$ , Dosage:  $100 \text{ g hL}^{-1}$ ,  $A = 1 \text{ m}^2$



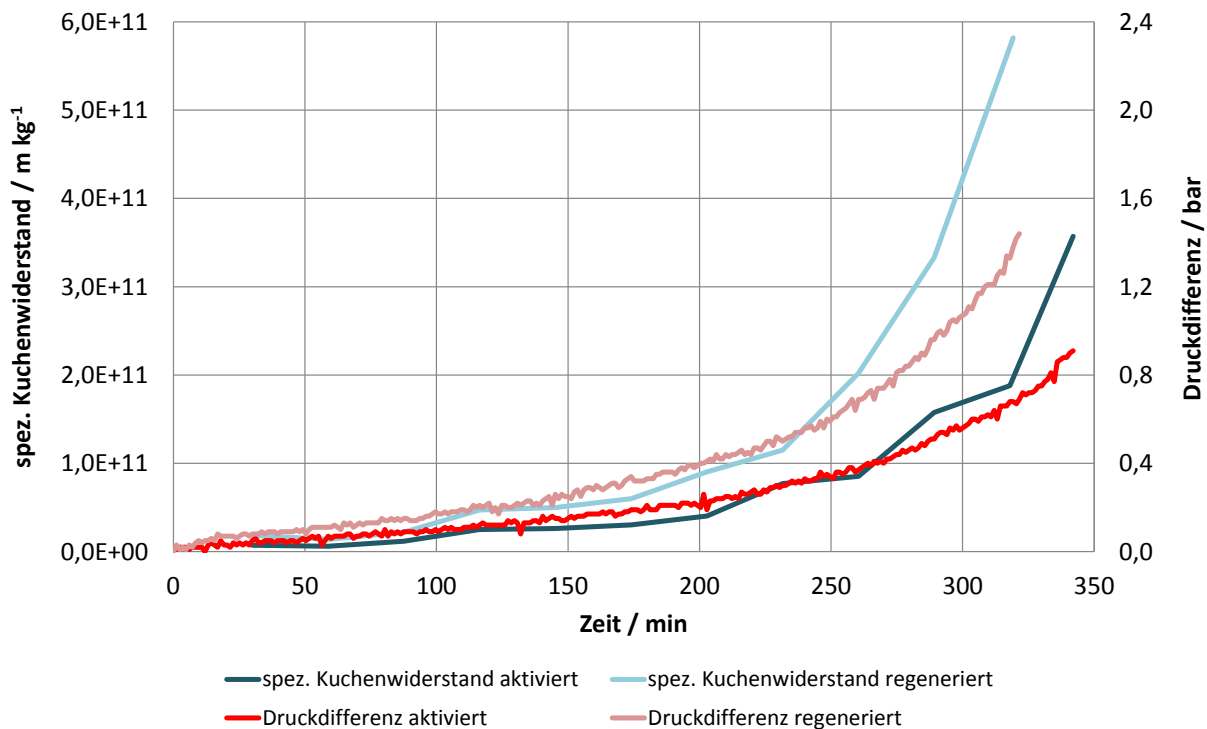
**Abb. 4.65: Spezifischer Filterkuchenwiderstand bei ZMIX2 (akt und 1 x reg)**

VA:  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$ , Dosage:  $100 \text{ g hL}^{-1}$ ,  $A = 1 \text{ m}^2$



**Abb. 4.66: Spezifischer Filterkuchenwiderstand bei ZMIX3 (akt und 1 x reg)**

VA:  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$ , Dosage:  $100 \text{ g hL}^{-1}$ ,  $A = 1 \text{ m}^2$



**Abb. 4.67: Spezifischer Filterkuchenwiderstand bei ZMIX4 (akt und 1 x reg)**

VA:  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$ , Dosage:  $100 \text{ g hL}^{-1}$ ,  $A = 1 \text{ m}^2$

Eine mögliche Ursache des höheren Filterkuchenwiderstandes und der schärferen Filtration mit den jeweils regenerierten Fasern ist deren mechanische Belastung beim Regenerationsprozeß. Das Aufrauen, Verkürzen und Ausfransen beim Rühren und Pumpen führt mit großer Wahrscheinlichkeit zu verkleinerten Poren der Kuchen.

### 4.6.3 Einsatz mehrfach regenerierter Fasern

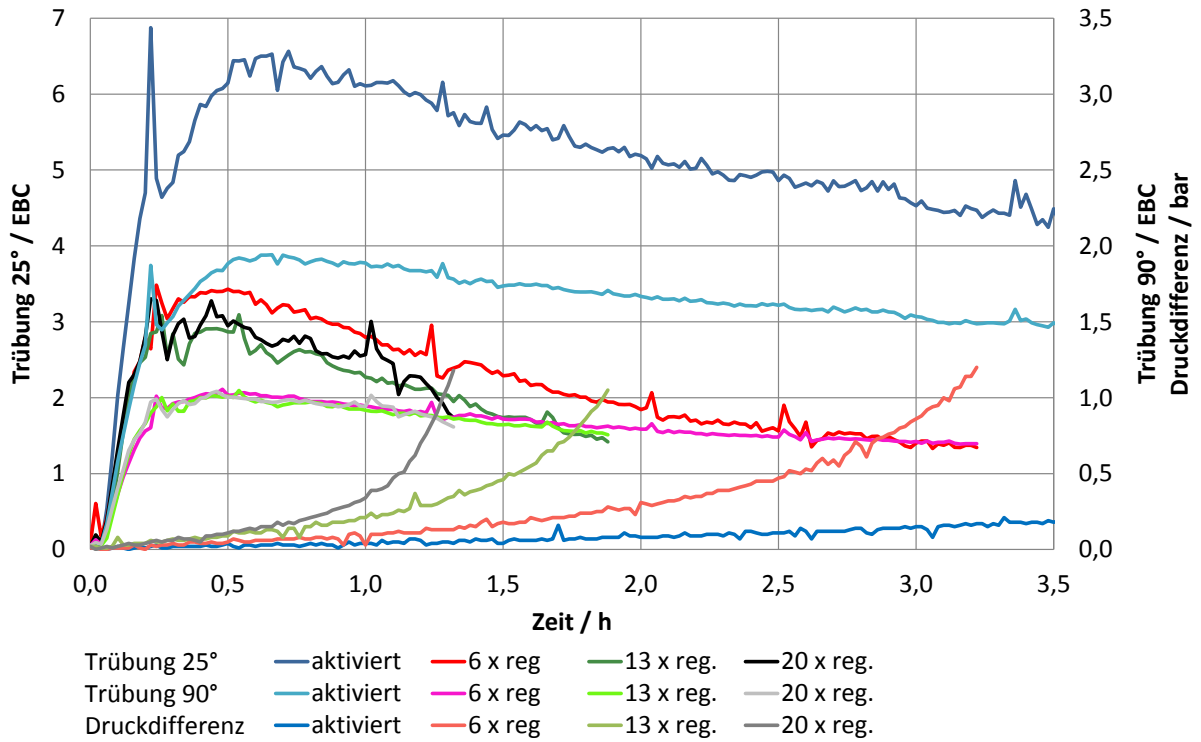


Abb. 4.68: Einfluß der Anzahl absolvierter Regenerationszyklen auf Filtrattrübung und Druckdifferenz

ZMIX1, VA: 1,5 kg m<sup>-2</sup>, Dosage: 100 g hL<sup>-1</sup>, A = 2 m<sup>2</sup>

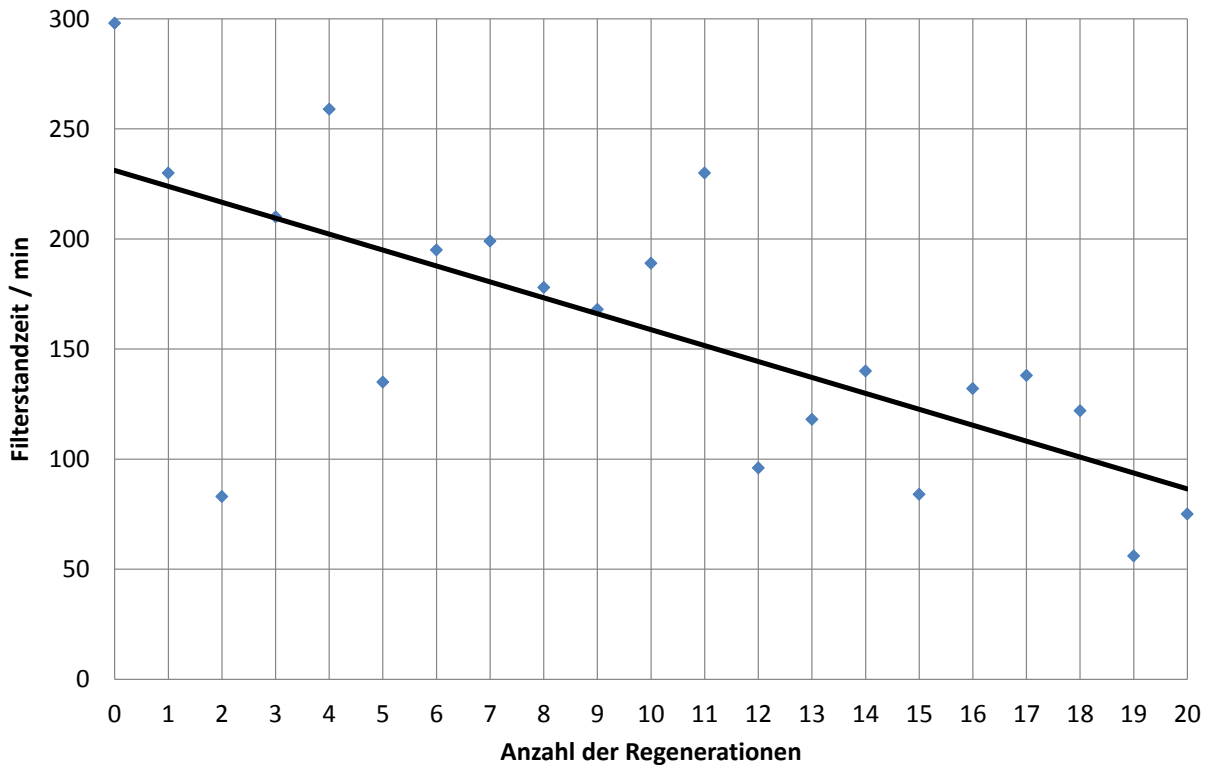


Abb. 4.69: Einfluß der Anzahl absolvierter Regenerationszyklen auf die Filterstandzeit

ZMIX1, VA: 1,5 kg m<sup>-2</sup>, Dosage: 100 g hL<sup>-1</sup>, A = 2 m<sup>2</sup>

Bei fast allen Versuchen an den Pilotfiltern wurden der Vergleichbarkeit halber aktivierte Fasern verwendet. Der hohe Einstandspreis des Filterhilfsmittels erfordert in der Praxis jedoch seinen mehrmaligen Einsatz, also seine Regeneration. Zur Bestimmung des Einflusses der Anzahl der durchlaufenen Filtrations-Regenerationszyklen wurde beginnend mit aktivierter Zellulosemischung diese nach je einer Filtration am Pilothorizontalfilter regeneriert und dann wurde erneut filtriert. Der unvermeidbare TrS-Verlust wurde dabei jeweils vor der Regeneration mit 5 % unbehandelter Zellulosemischung ersetzt, bezogen auf die Ausgangs-TrS. Die Höhe des notwendigen Ersatzes wurde mit Blick auf die Gegebenheiten geschätzt. In eingeführter Praxis mit entsprechender Größenordnung und im Besonderen bei automatisierter Betriebsweise wären deutlich geringere Verluste zu erwarten.

Abb. 4.68 zeigt, daß mit den absolvierten Zyklen die Druckdifferenz zunahm und zwar bei fortschreitender Filtration stärker. Die Trübung nahm indessen in beiden Streurichtungen ab. Eine solche Entwicklung hatte sich auch in vorherigen Versuchen angedeutet (s.o. Abb. 4.61). Auch die Standzeit nahm ab (s. Abb. 4.69).

#### 4.6.4 Einsatz von Kieselsool in der Bierherstellung

Die Vorklärung des Unfiltrates könnte ein geeignetes Mittel sein, die Filtration von groben Partikeln zu entlasten und damit die Standzeit zu verlängern und möglicherweise auch die Filtrattrübung zu verringern. Daher wurde der Einfluß der Vorklärung von Würze- und Jungbier mittels Kieselsool erprobt. Diese Versuche fanden im Praxismaßstab statt mit einem Umfang von zwei Gärtankchargen à 600 hL. Bei einer wurden noch im Wirbelbottich (Whirlpool) 20 g hL<sup>-1</sup> Kieselsool (Spindasol SB1) zur Würze gegeben. Jeweils die Hälfte des erhaltenen Jungbieres jedes Tanks wurde mit 30 g hL<sup>-1</sup> eines Kieselsoolprodukts zur kalten Anwendung (Spindasol SB3) behandelt, so daß vier unterschiedliche Versuchsbiere entstanden, ein unbehandeltes, ein nur würzebehandeltes, ein nur jungbierbehandeltes und eines mit beiden Behandlungen. Systematik und zeitliche Abfolge des sechs Sude umfassenden Versuchs zeigt Abb. 4.70. Der Vergleichbarkeit halber wurden die sechs Sude direkt nacheinander aus den gleichen Rohstoffchargen mit einheitlicher Technologie hergestellt und zu je drei Suden in zwei Gärtanks vergoren.

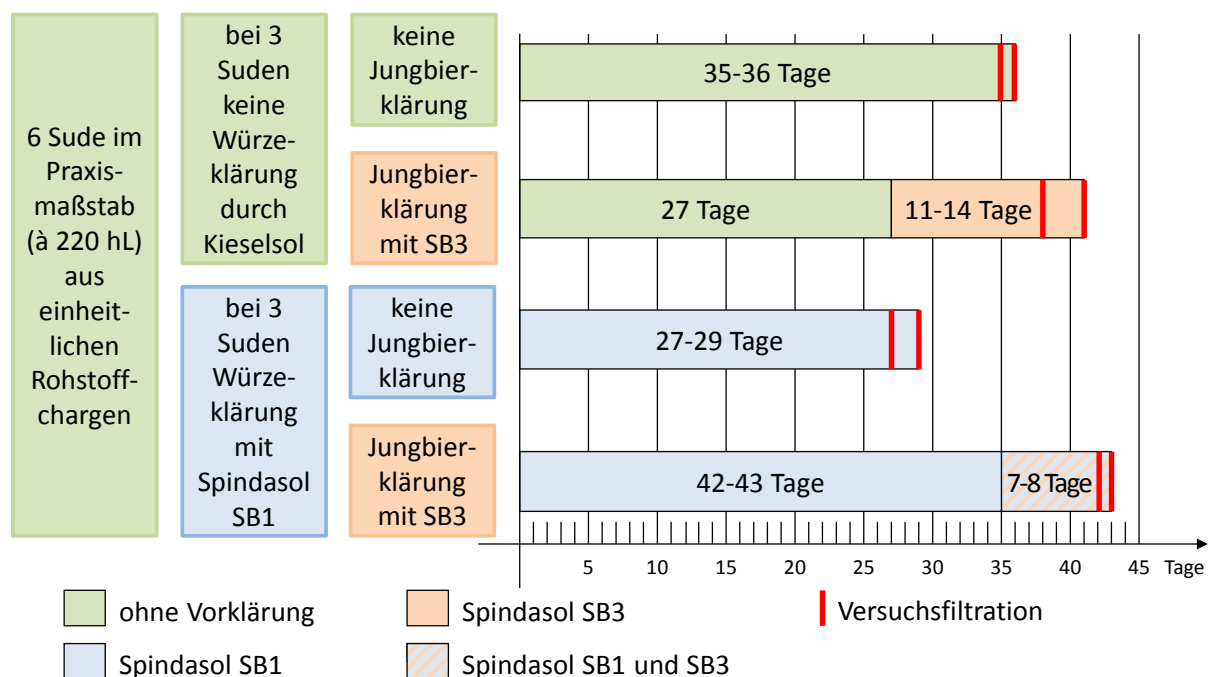
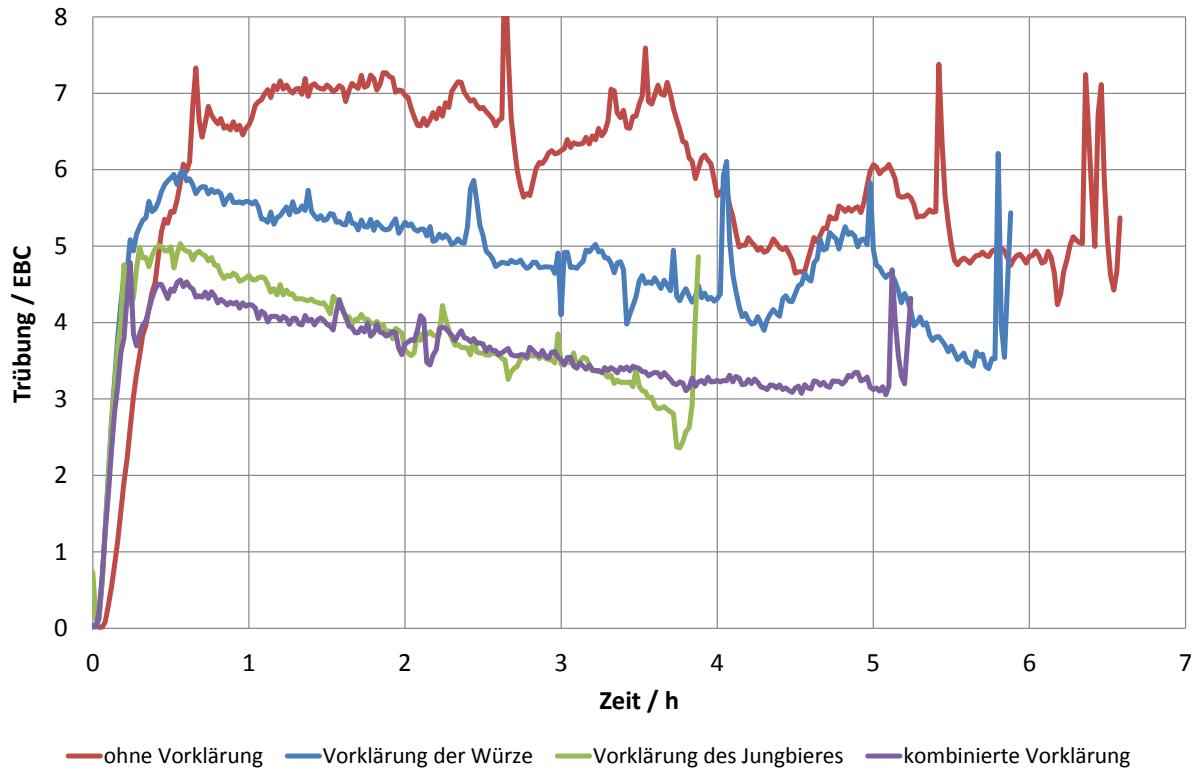
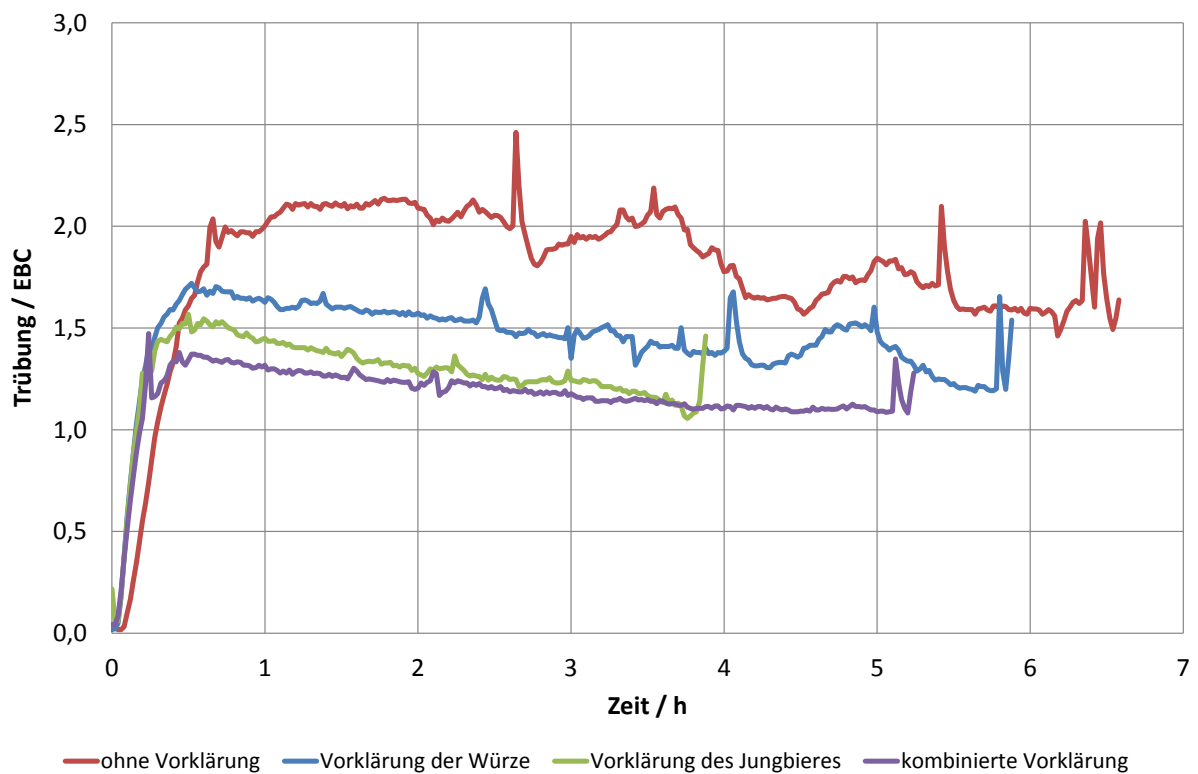


Abb. 4.70: Übersicht und zeitlicher Verlauf der Versuche mit Vorklärung durch Kieselsool



**Abb. 4.71: Verlauf der Trübung (25°) bei Vorbehandlung mit Kieselsol**

ZMIX1 (akt), VA:  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$ , Dosage:  $100 \text{ g hL}^{-1}$ ,  $A = 2 \text{ m}^2$



**Abb. 4.72: Verlauf der Trübung (90°) bei Vorbehandlung mit Kieselsol**

ZMIX1 (akt), VA:  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$ , Dosage:  $100 \text{ g hL}^{-1}$ ,  $A = 2 \text{ m}^2$

Beide Behandlungsvarianten verringerten die Filtrattrübung (s. Abb. 4.71 und Abb. 4.72). Dabei reichte dieser Effekt beim Jungbier deutlich weiter als bei der Heißwürze und bei der Kombination beider Methoden noch etwas weiter. Daher wurde für die weiteren Versuche der Kieselsoleinsatz im Sudhaus im Zusammenhang mit der Zellulosefiltration nicht weiter erprobt. Die geringen zusätzlichen Vorteile legen den Schluß nahe, daß durch das Kieselolprodukt für den Heißbereich (Spindasol SB1) im Sudhaus überwiegend nur solche Trübungsbestandteile entfernt werden konnten, die auch durch das Kieselolprodukt für den Kaltbereich (Spindasol SB3) im Lagerkeller erfaßt wurden. Damit sind Aufwand und Kosten der zusätzlichen Würzeklärung mit Kieselol nicht gerechtfertigt.

Ein Vergleich der Jungbierklärung mit höherer Solgabe ( $35 \text{ g hL}^{-1}$ ) bei weiteren Versuchen (s. 4.6.5) zeigte gegenüber den vorher untersuchten  $30 \text{ g hL}^{-1}$  eine deutlich weitergehende Klärung in beiden untersuchten Meßwinkeln (s. Tab. 4.16, Filtratonsverlauf s.u. Abb. 4.75 und Abb. 4.76).

**Tab. 4.16:** Vergleich der Filtrattrübung infolge Jungbierklärung mit unterschiedlichen Kieselolgaben

Zugabe Spindasol SB3 / $\text{g hL}^{-1}$	Filtrattrübung 25° / EBC	Filtrattrübung 90° / EBC
30	5,0-2,4	1,5-1,1
35	3,7-1,8	1,4-0,7

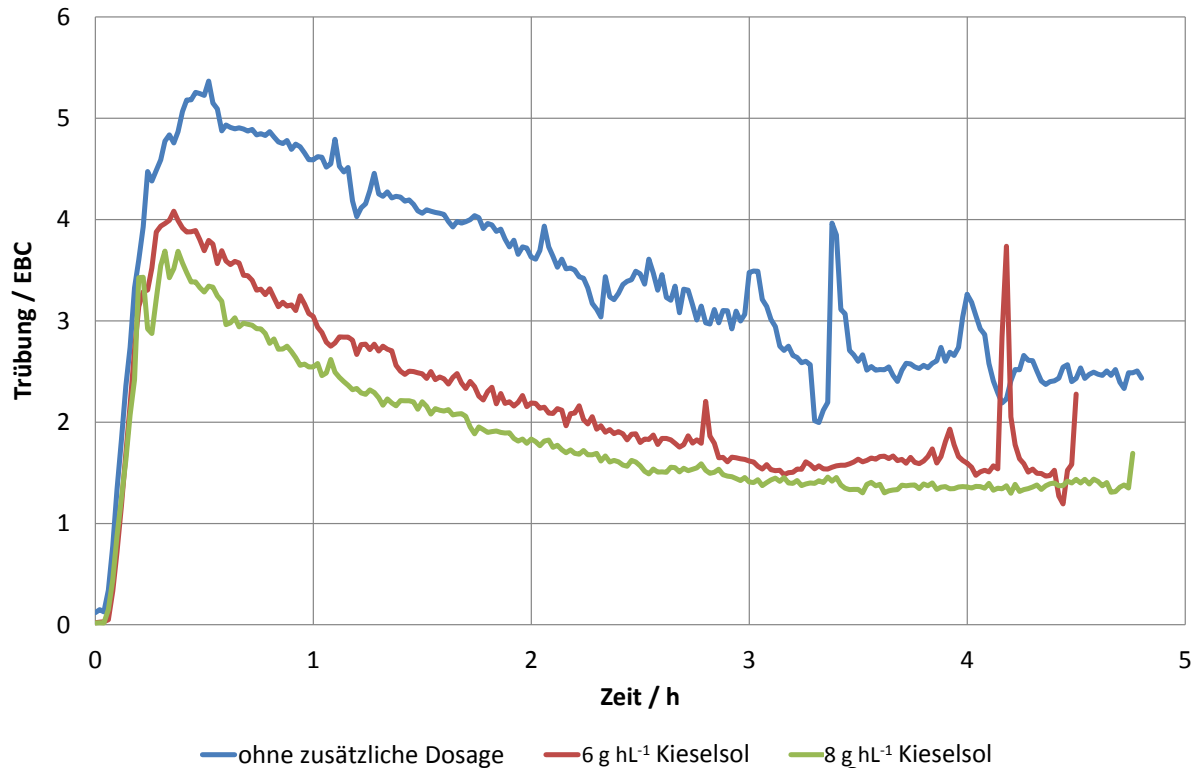
#### 4.6.5 Einsatz von Kieselol und PVPP als zusätzliche Filterhilfsmittel

Zwei Versuchsreihen dienten der Ermittlung der Möglichkeiten des Einsatzes der Klärmittel Kieselol und PVPP bei der laufenden Filterhilfsmitteldosage. In erster Linie war zu ermitteln, ob Kieselol dabei seine Adsorptionswirkung entfalten kann und ob dies auch nach einer Jungbierklärung weitere Vorteile zu bringen vermag. Zunächst wurde der Zusatz von Kieselol anhand eines konventionell hergestellten Bieres und einer als Jungbier mit Kieselol vorgeklärten Charge untersucht. Beide Biere wurden je einmal mit der Zellulosemischung ZMIX1 (akt) allein, einmal mit zusätzlich  $6 \text{ g hL}^{-1}$  und einmal mit zusätzlich  $8 \text{ g hL}^{-1}$  des für den Kaltbereich bestimmten Kieselolprodukts Spindasol SB3 filtriert.

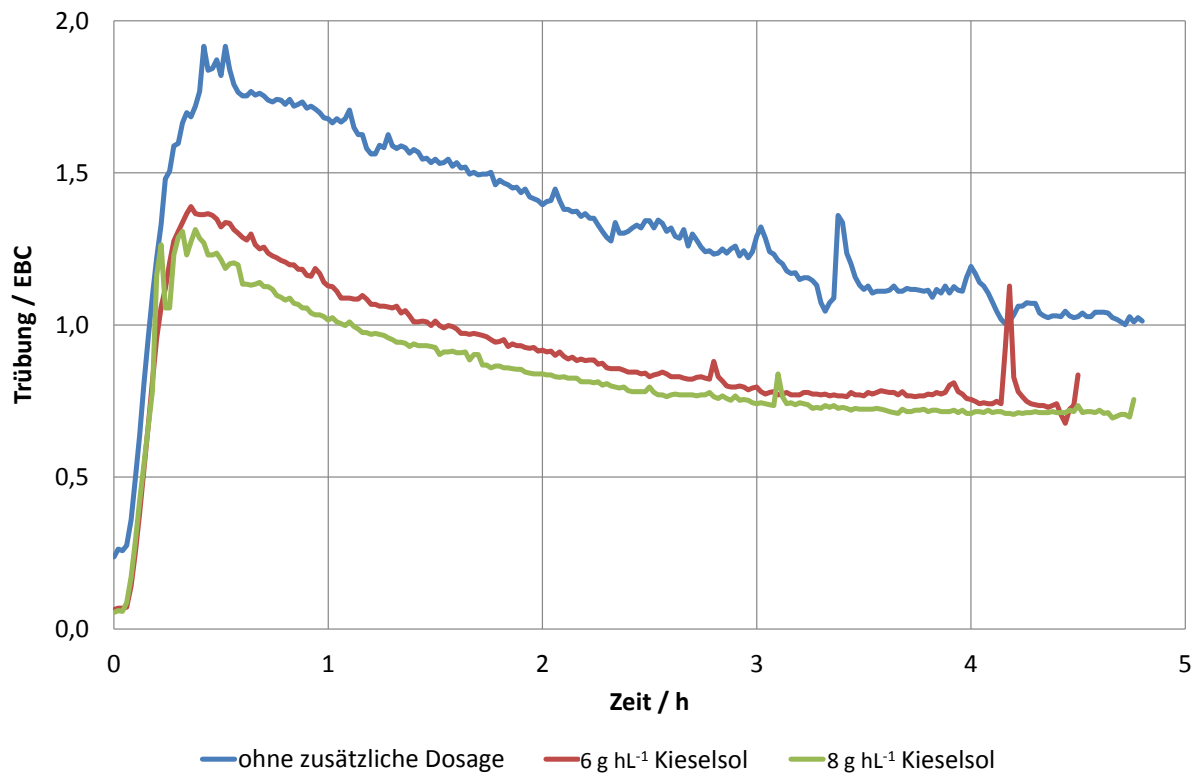
Die Trübungsgraphen beim konventionell hergestellten Bier zeigen zunächst die Auswirkung der Dosage von Kieselol am Filter. Hier ist die Vorwärtsstreuung um ca. 1,4 EBC ( $6 \text{ g hL}^{-1}$ ) bzw. ca. 1,9 EBC ( $8 \text{ g hL}^{-1}$ ) und die seitliche Streuung um ca. 0,5 EBC ( $6 \text{ g hL}^{-1}$ ) bzw. ca. 0,6 EBC ( $8 \text{ g hL}^{-1}$ ) gegenüber der reinen Zellulosefilterhilfsmittelmischung verringert (s. Abb. 4.73 und Abb. 4.74). Die Zugabe von Kieselol führte also zu einer deutlichen Reduktion der im 25°-Meßwinkel erfaßten Trübung. Die höhere Dosage brachte einen nahezu mengenproportionalen weiteren Vorteil.

Durch die vorhergehende Behandlung im Lagertank (Jungbierklärung im ZKL) mit  $35 \text{ g hL}^{-1}$  Spindasol SB3 konnte die Filtrattrübung nochmals gesenkt werden. Abb. 4.75 und Abb. 4.76 zeigen die Ergebnisse. Der Filtrationsversuch „ohne zusätzliche Dosage 1“ erhielt infolge eines Bedienfehlers im Lagerkeller früh einen großen Hefestoß und wurde als „ohne zusätzliche Dosage 2“ wiederholt.

Bei den weiteren Versuchen wurde zum Vergleich mit oben stehenden Ergebnissen nochmals die reine Zellulosefiltration, zusätzlich mit  $6 \text{ g hL}^{-1}$  bzw.  $8 \text{ g hL}^{-1}$  Kieselol (Spindasol SB3) und daneben mit  $6 \text{ g hL}^{-1}$  PVPP (Divergan F) untersucht. In beiden gemessenen Trübungswinkeln erscheinen die mit zusätzlicher Kieseloldosage erzielten Ergebnisse einander nahezu gleichwertig, während die Filtration mit pur eingesetzter und die mit PVPP ergänzter Zellulose deutlich höhere, einander ebenfalls ähnliche Trübungswerte lieferten (s. Abb. 4.77 und Abb. 4.78). Der absolute Nutzen der Kieseloldosage lag im Rahmen der o.g. Ergebnisse (s.o. Abb. 4.73 und Abb. 4.74), allerdings konnte der oben beobachtete mengenproportionale Vorteil der höheren Gabe ( $8 \text{ g hL}^{-1}$ ) nicht bestätigt werden.

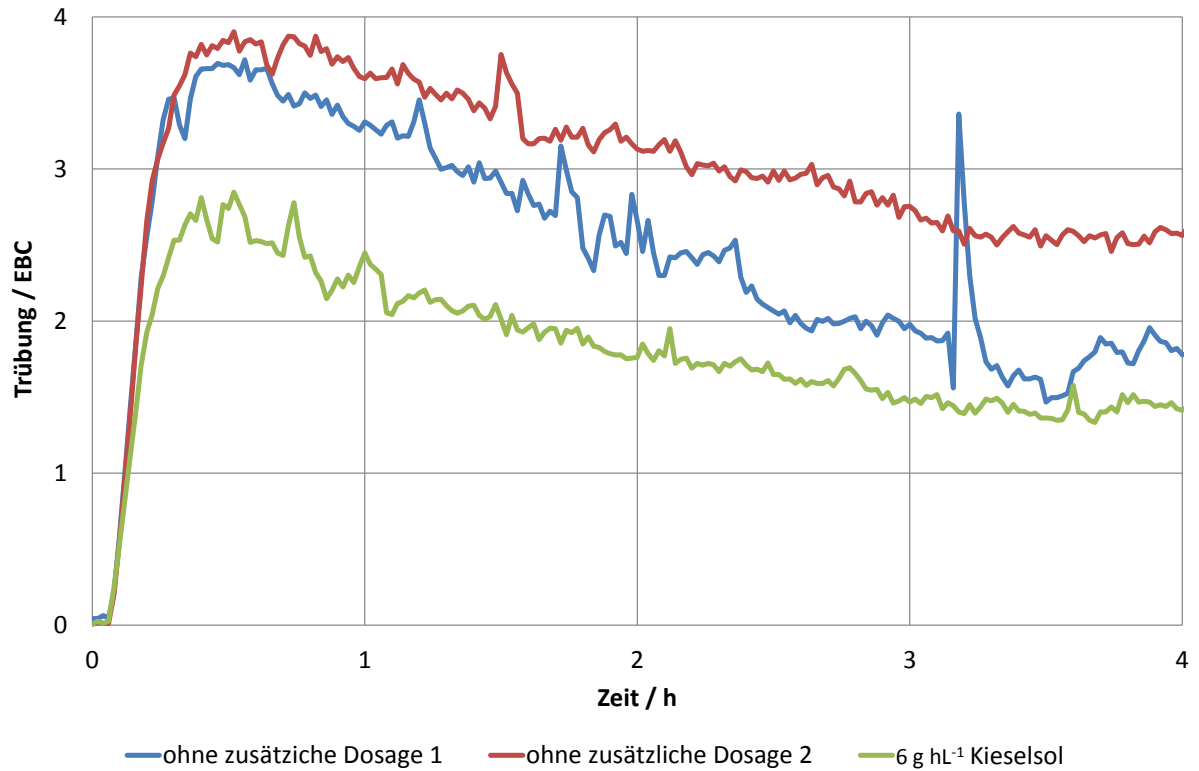


**Abb. 4.73:** Einsatz von Kieselsol in der laufenden Dosage, Trübung (25°) des konventionell hergestellten Bieres  
 ZMIX1 (akt), VA: 1,5 kg m<sup>-2</sup>, Dosage: 100 g hL<sup>-1</sup>, A = 2 m<sup>2</sup>

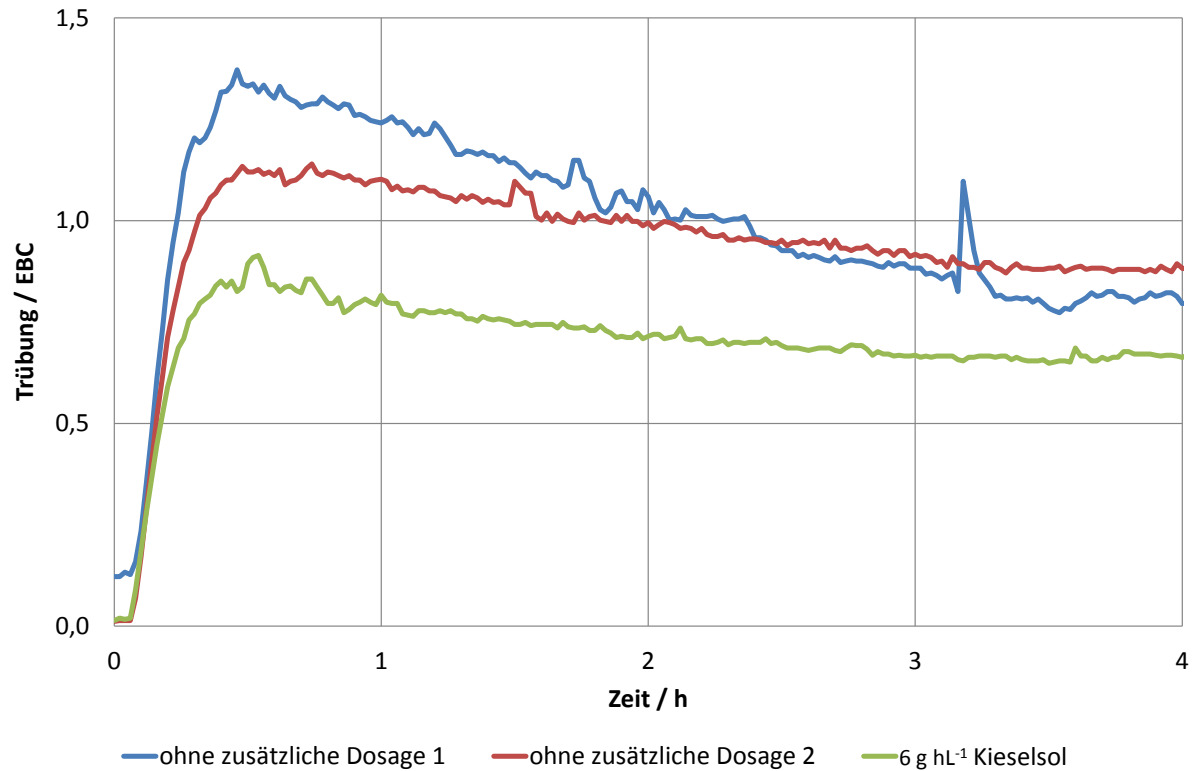


**Abb. 4.74:** Einsatz von Kieselsol in der laufenden Dosage, Trübung (90°) des konventionell hergestellten Bieres  
 ZMIX1 (akt), VA: 1,5 kg m<sup>-2</sup>, Dosage: 100 g hL<sup>-1</sup>, A = 2 m<sup>2</sup>

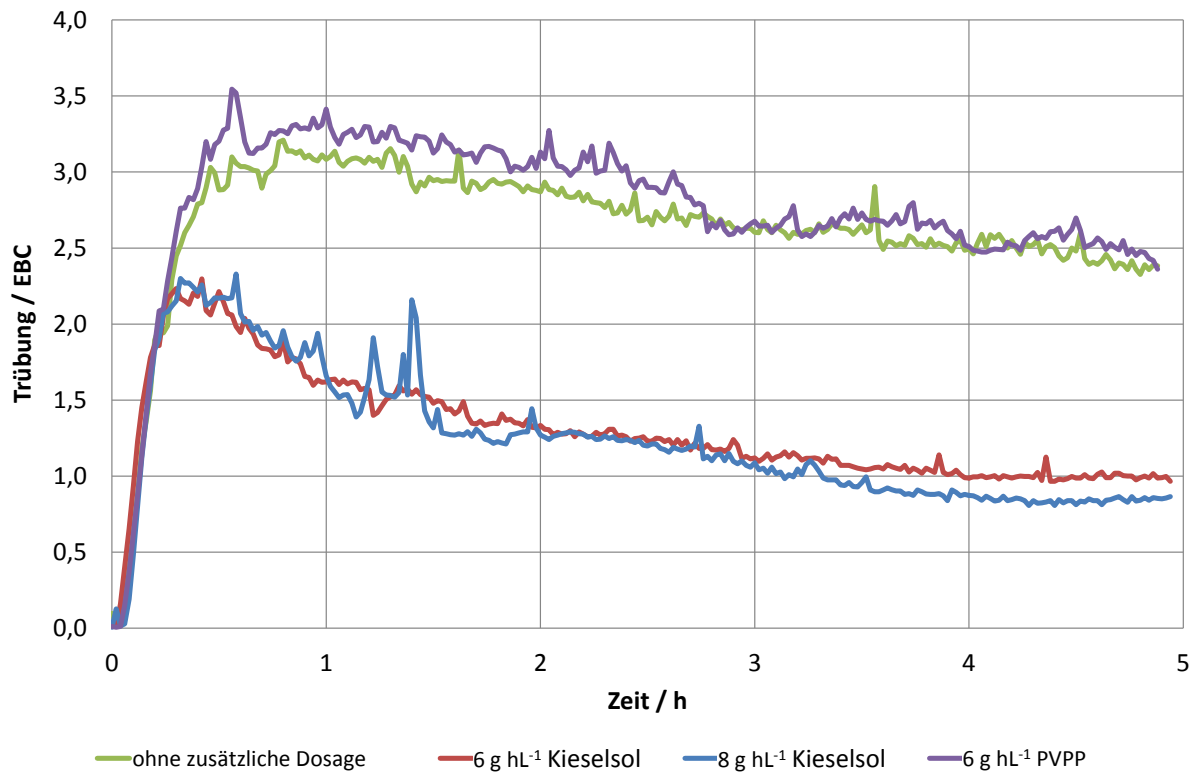




**Abb. 4.75:** Einsatz von Kieselsol in der laufenden Dosage, Trübung (25°) des als Jungbier vorgeklärten Bieres  
 ZMIX1 (akt), VA: 1,5 kg m<sup>-2</sup>, Dosage: 100 g hL<sup>-1</sup>, A = 2 m<sup>2</sup>

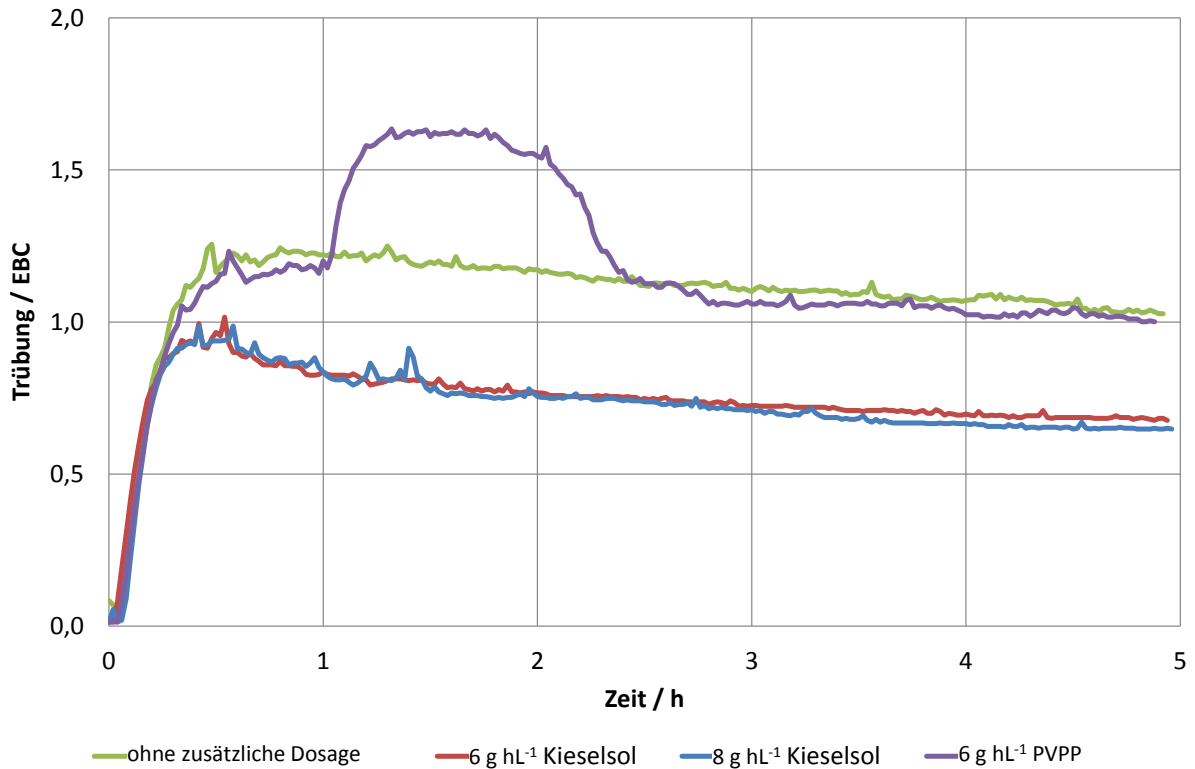


**Abb. 4.76:** Einsatz von Kieselsol in der laufenden Dosage, Trübung (90°) des als Jungbier vorgeklärten Bieres  
 ZMIX1 (akt), VA: 1,5 kg m<sup>-2</sup>, Dosage: 100 g hL<sup>-1</sup>, A = 2 m<sup>2</sup>



**Abb. 4.77: Einsatz von Kieselsol oder PVPP in der laufenden Dosage, Trübung (25°)**

konventionell hergestelltes Bier, ZMIX1 (akt), VA:  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$ , Dosage:  $100 \text{ g hL}^{-1}$ ,  $A = 2 \text{ m}^2$



**Abb. 4.78: Einsatz von Kieselsol oder PVPP in der laufenden Dosage, Trübung (90°)**

konventionell hergestelltes Bier, ZMIX1 (akt), VA:  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$ , Dosage:  $100 \text{ g hL}^{-1}$ ,  $A = 2 \text{ m}^2$

PVPP nahm in diesem Versuch keinen Einfluß auf die 25°-Trübung, konnte aber durch seine adsorbierende Wirkung die 90°-Trübung leicht reduzieren. Frühere Ergebnisse aus der Literatur, z.B. DONHAUSER ET AL. [54, 55], passen dazu: der Zusatz von PVPP diente vor allem der Verlängerung der Standzeit und konnte möglicherweise durch den Wegfall eines zusätzlichen Stabilisierungsschrittes die Wirtschaftlichkeit der Verfahren verbessern. Signifikant niedrigere Filtrattrübung brachte er nicht. Auf weitere Versuche mit PVPP wurde wegen der Fokussierung auf die für die Zellulosefiltration wesentliche 25°-Trübung bei den weiteren Untersuchungen verzichtet.

Die Zellulosefiltration mit zusätzlicher Kieselsoldosage erzielte Minimalwerte der Filtrattrübungen von 0,8 EBC (25°) bzw. 0,7 EBC (90°). Letzteres entspricht der Definition von glanzfeinem Bier (Trübung  $90^\circ < 1,0$  EBC). Bei der Vorwärtsstreuung genügt die mit Kieselsol erzielte Retention dieser Anforderung (Trübung  $25^\circ < 0,2$  EBC) noch nicht. Werte  $< 1,0$  EBC stellen indessen einen beachtlichen Fortschritt dar.

## 4.7 Weitere Erkenntnisse über die Zellulosefiltration

### 4.7.1 Druckdifferenzverhalten der Zellulosefiltration

Der exponentielle Anstieg der Druckdifferenz führte bei der Mehrzahl der über 100 Pilotfiltrationen zum Abbruch bevor Trubraum oder Filterhilfsmittelvorrat erschöpft waren, wodurch sich die Druckdifferenz erneut als Indikator für die Standzeit erwies. Dies trifft auch auf die Filtrationen mit zusätzlicher Kieselsoldosage (s.o. Abb. 4.77 und Abb. 4.78) zu. Abb. 4.79 zeigt den Verlauf der Druckdifferenz bei diesen Versuchen.

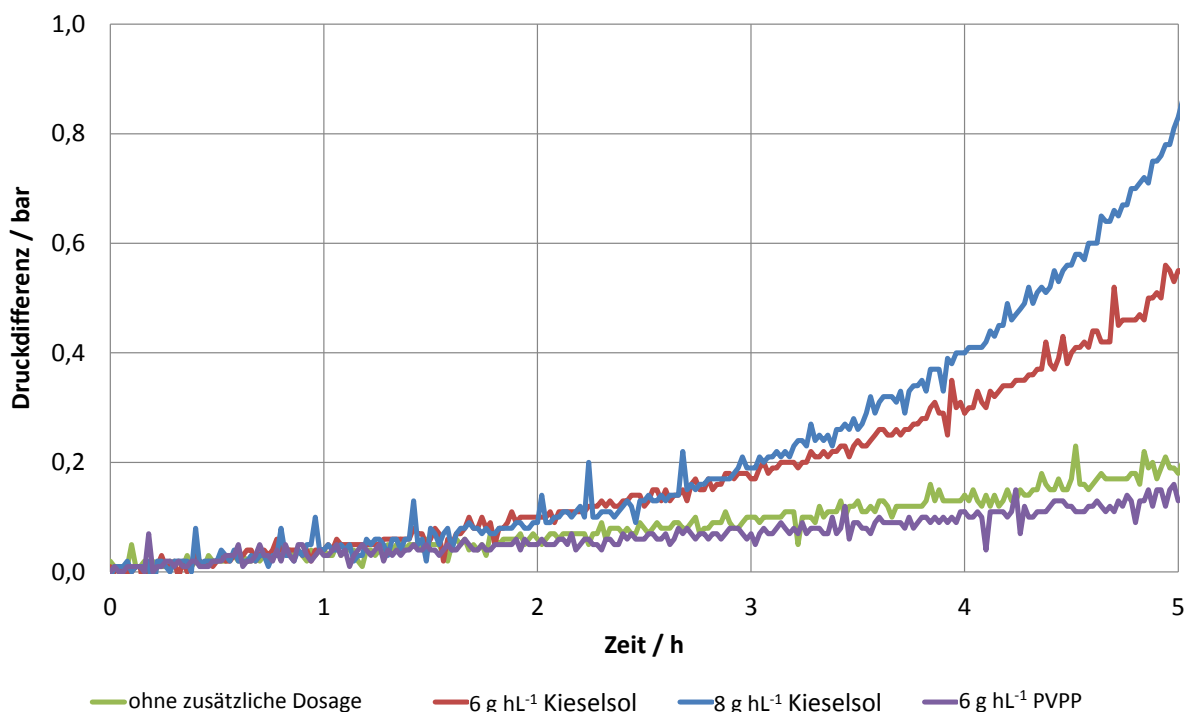


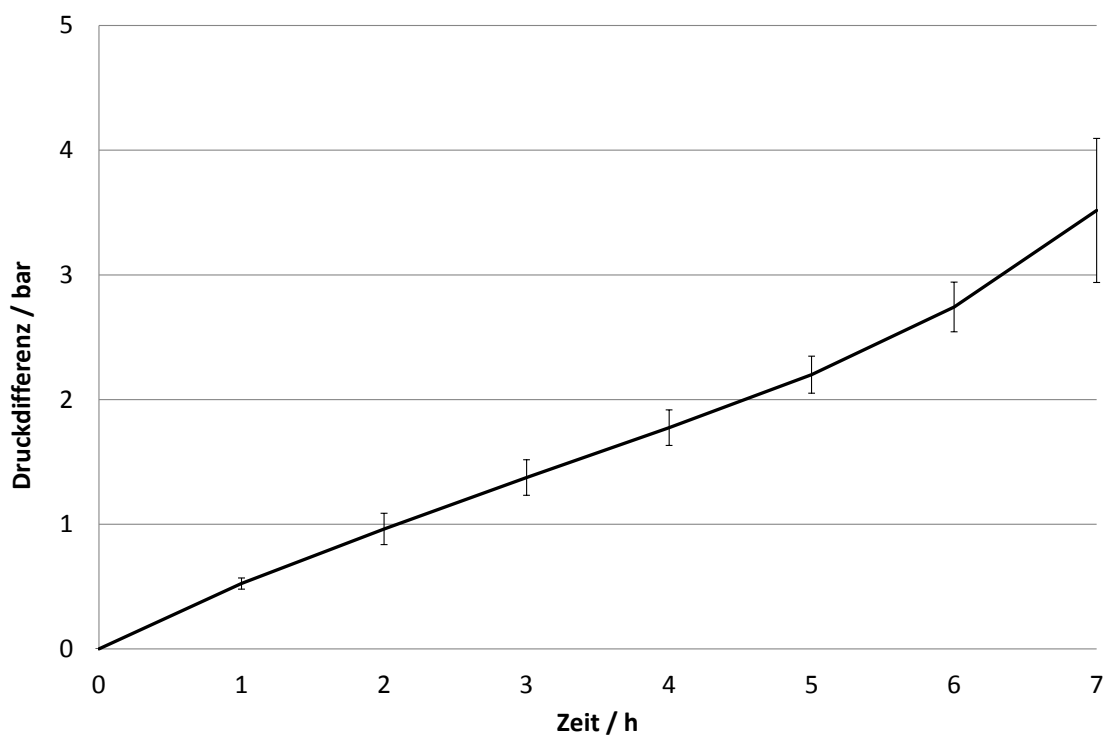
Abb. 4.79: Verlauf der Druckdifferenz bei unterschiedlicher laufender Dosage am Pilohorizontalfilter

ZMIX1 (akt), VA:  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$ , Dosage:  $100 \text{ g hL}^{-1}$ ,  $A = 2 \text{ m}^2$

Hier ist der Versuch mit zusätzlicher PVPP- Dosage von Interesse. In diesem Fall war der Druckanstieg flacher und die Standzeit länger, ohne daß die Trübung deutlich negativ beeinflusst gewesen wäre. Bei einer mit reiner Zellulosefiltration vergleichbaren Trübungsretention blieb der Filterkuchen länger permeabel. Ein Ansatz für künftige Entwicklungen könnte also sein, die Kuchen mit PVPP zu stabilisieren. Dadurch könnte auch dem Verlust an Standzeit bei multipler Regeneration des Filterhilfsmittels entgegengewirkt werden.

Bei der zusätzlichen Dosage des Kieselolprodukts Spindasol SB3 hingegen zeigt sich deutlich, daß die Standzeit mit höherer Kieselolgabe ab- bzw. die Druckdifferenz schneller zunahm. Indessen könnte auch die Kombination der längeren Standzeit mit PVPP und der weitergehenden Klärung mit Kieselol ein sinnvoller Gegenstand für weitere Untersuchungen sein.

Bei allen Zellulosefiltrationen mündete der Verlauf der Druckdifferenz in einen mehr oder weniger steilen exponentiellen Anstieg. In deutlichem Kontrast dazu steht die lineare Entwicklung bei der Kieselguranschwemmfiltration. Zur Bestätigung wurden im Versuchszeitraum acht Filtrationsläufe derselben Biersorte am Kieselgur-Kerzenfilter der Versuchsbrauerei untersucht. Abb. 4.80 gibt deren Druckanstieg wieder. Wegen der je nach Lagerkellerabteilung unterschiedlichen Filtrationsgeschwindigkeit ( $100\text{-}170\text{ hL h}^{-1}$ ) bei diesen Beispielen aus der Praxis variierte die Zunahme der Druckdifferenz ( $0,37\text{-}0,53\text{ bar h}^{-1}$  bzw.  $0,26\text{-}0,45\text{ bar }100^{-1}\text{ hL}^{-1}$ ). Der Verlauf ist quasi linear und bestätigt diesen grundsätzlichen Unterschied zwischen der inkompressiblen Kieselgur und der kompressiblen Zellulose.



**Abb. 4.80:** Verlauf der Druckdifferenz bei der Kieselgurfiltration am Kerzenfilter der Versuchsbrauerei  
*n=8*

Abb. 4.81 zeigt dieses unterschiedliche Muster beim Ansteigen der Druckdifferenz während je einer beispielhaften Kieselgur- und Zellulosefiltration. Bei der Kieselgurfiltration werden die Trubpartikel in den Kuchen aus starren porösen Filterhilfsmittelpartikeln eingelagert, auch der Kuchen bleibt dabei starr. Im Unterschied dazu werden die Poren des Zellulosekuchens mit fortschreitender Filtration

infolge seiner Kompressibilität immer kleiner. Dies legt den Versuch nahe, das Verhalten des Zellulosefilterhilfsmittels durch weitere Zusätze hin zu weniger kompressiblem Verhalten zu verbessern.

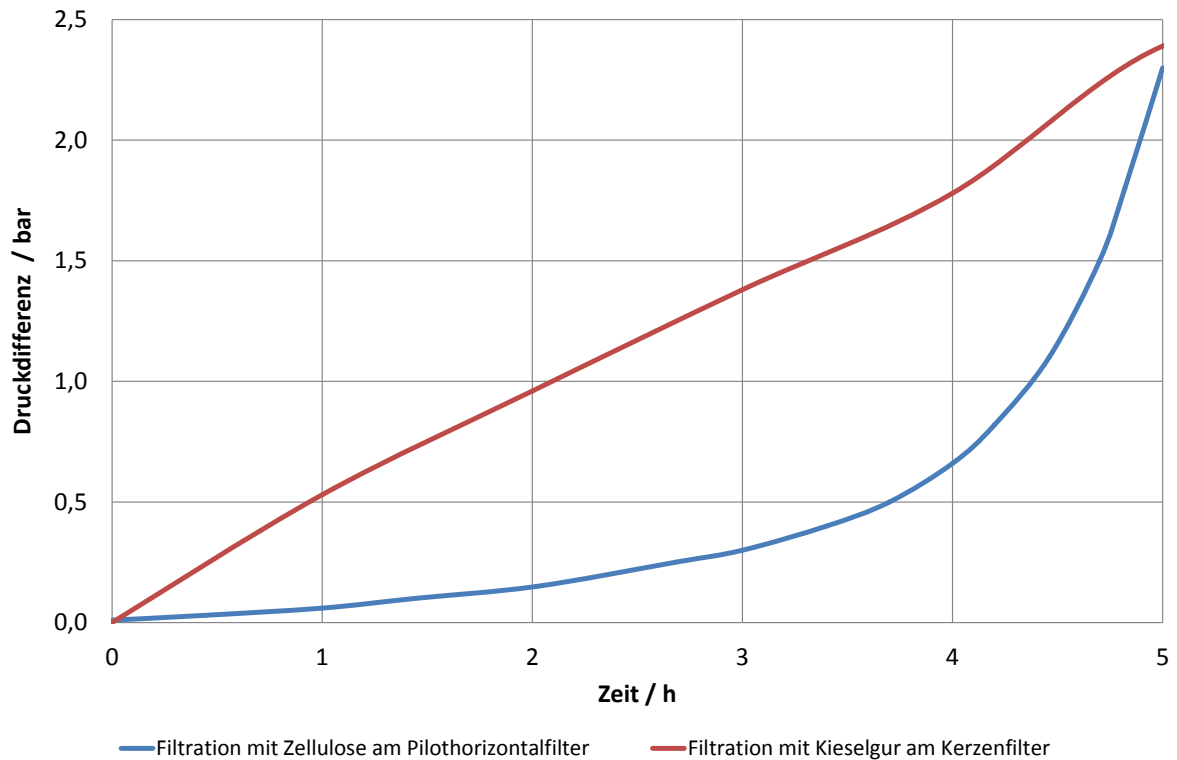


Abb. 4.81: Vergleich beispielhafter Verläufe der Druckdifferenz von Kieselgur- und Zellulosefiltration

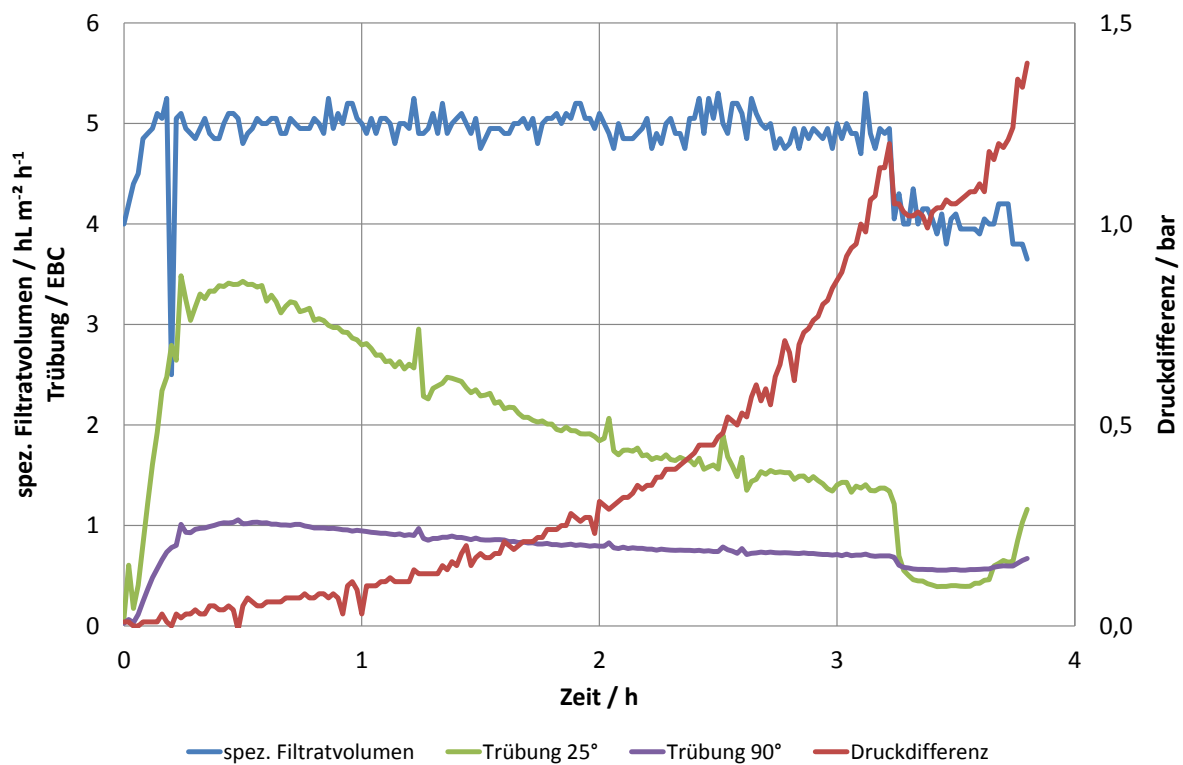
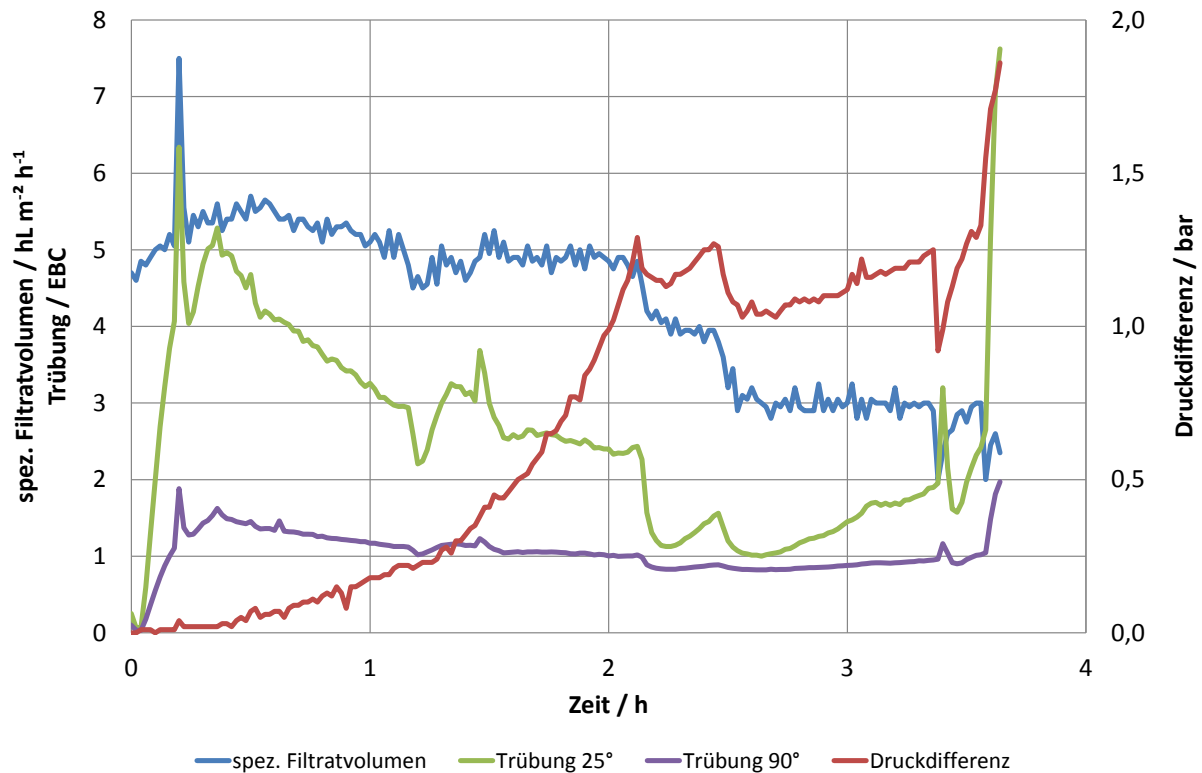


Abb. 4.82: Verlaufsbeispiel einer Filtration mit druckdifferenzbedingter Reduktion des spez. Filtratvolumens  
Einlauftrübung 90°: 140-100 EBC, ZMIX1 (6 x reg), VA: 1,5 kg m<sup>-2</sup>, Dosage: 120 g hL<sup>-1</sup>, A = 2 m<sup>2</sup>

Die Zellulosefilterkuchen zeigten weitere Besonderheiten bezüglich des Druckanstiegs im Verlauf der Filtration. Bei Erreichen der maximal zulässigen Druckdifferenz von 1,2 bar wurde bei manchen Versuchen die Vorgabe für das spezifische Filtratvolumen von der Standardeinstellung  $5 \text{ hL h}^{-1} \text{ m}^{-2}$  zunächst auf  $4 \text{ hL h}^{-1} \text{ m}^{-2}$  und teilweise weiter auf  $3 \text{ hL h}^{-1} \text{ m}^{-2}$  zurückgenommen. Beispiele dafür zeigen Abb. 4.82 und Abb. 4.83.



**Abb. 4.83:** Verlaufsbeispiel einer Filtration mit zweimaliger druckdifferenzbedingter Reduktion des spez. Filtratvolumens  
Einlauftrübung 90°: 140-100 EBC, ZMIX1 (akt), VA:  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$ , Dosage:  $100 \text{ g hL}^{-1}$ ,  $A = 2 \text{ m}^2$

Jede Drosselung führte kurzfristig, aber vorübergehend, zu geringerer Druckdifferenz. Danach setzte jeweils ein erneuter Anstieg ein. Daneben gingen auch die Trübungswerte, vor allem im 25°-Meßwinkel vorübergehend zurück. Offensichtlich war bei geringerem Durchsatz der Filterkuchen in der Lage, trotz der infolge seiner Entspannung größeren Poren die größeren Partikel besser zurückzuhalten.

Dies läßt darauf schließen, daß deren Retention wenigstens teilweise auf adsorptive Effekte zurückzuführen war, und daß die Raumsiebwirkung hier ungenügend war. Die wesentlich kleineren, im 90°-Meßwinkel erfaßten Partikel wurden zwar überwiegend durch Adsorption zurückgehalten. Dennoch konnte dieser Effekt bei ihnen nicht im gleichen Maße greifen, da ihr wesentlich kleinerer Querschnitt den Einfluß der strömungsbedingten Scherkräfte stark einschränkte.

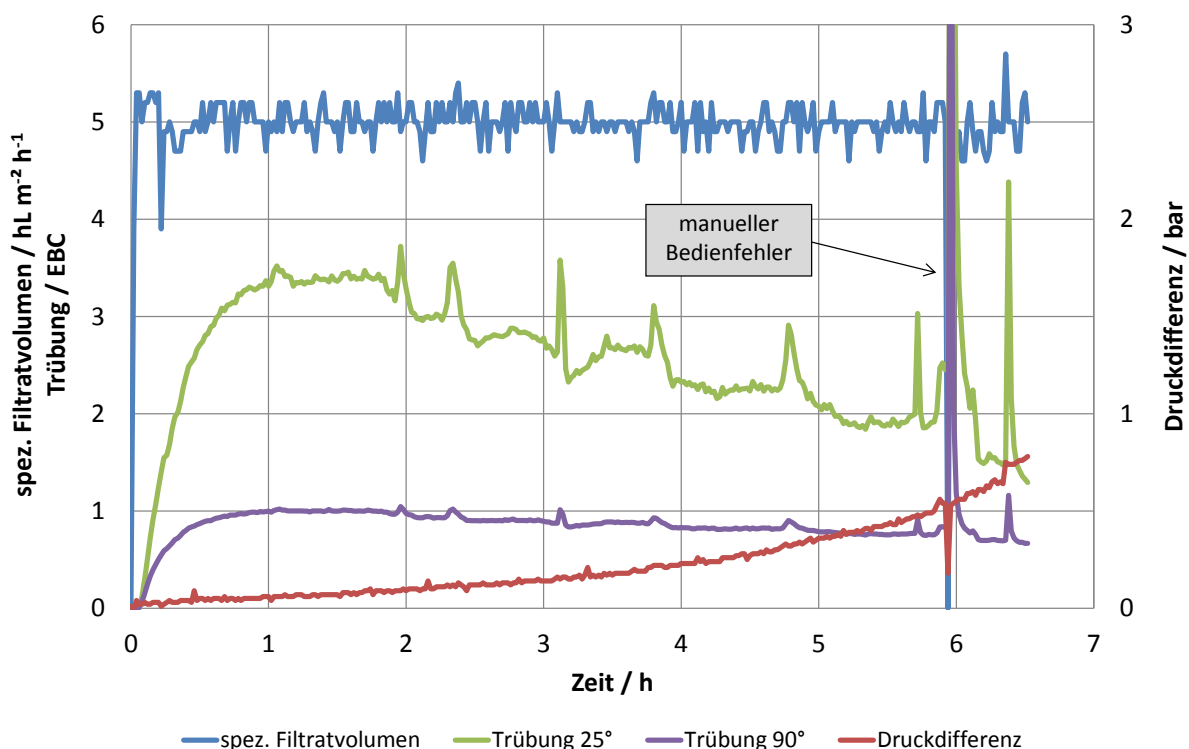
#### 4.7.2 Verhalten bei Druckschlägen

Das Verhalten der Zellulosekuchen läßt sich an den Druckschwankungen durch die Umstellungen am Anfang und am Ende der Filtrationen ebenso beobachten wie an denen nach besonderen Vorkommnissen. Ein Beispiel mit Druckschwankungen infolge solcher Anfangs- und Endumstellungen zeigt Abb. 4.83 (s.o.). Die Schwankung am Ende wurde durch das automatische Umstellen auf entgastes Wasser ausgelöst und erhöhte die 25°-Trübung um mehr als 50 %.

In Abb. 4.44 (s.o.) ist der kurzzeitige Trübungsanstieg ( $25^\circ$ ) zu sehen, den das Umstellen von Kreislaufbetrieb nach der Voranschwemmung auf Durchfluß mit entgastem Wasser mit sich brachte. Hier zeigt sich die Empfindlichkeit der Kuchen gegenüber Druckstößen sehr deutlich. Der Ausschlag der  $25^\circ$ -Trübung nach der vergleichsweise kleinen und langsamen Druckschwankung läßt aber dennoch nur den Schluß zu, daß der Kuchen Zellulosefasern verlor.

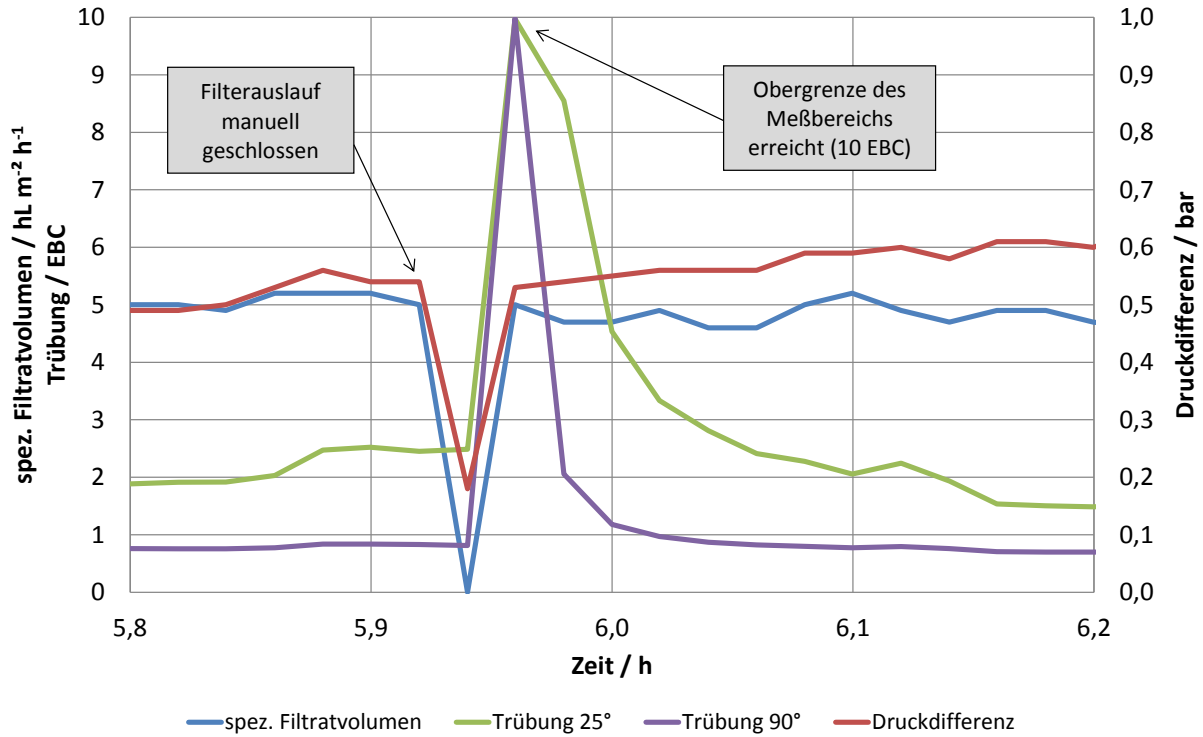
Diese Neigung zum Trübungsdurchschlag bei Druckstößen zeigt sich auch am Ende des in Abb. 4.47 (s.o.) dargestellten Versuchs, auch in diesem Fall durch automatisches Umstellen auf entgastes Wasser ausgelöst. Ein durch Bedienfehler verursachter Druckschlag während der Filtration ist in Abb. 4.84 und Abb. 4.85 dargestellt. Bei diesem Druckschlag wurde die Obergrenze des Meßbereichs des Trübungsmessers ( $10 \text{ EBC}$ ) erreicht und aller Wahrscheinlichkeit nach auch überstiegen. Die Druckdifferenz stieg hier bereits steil an, daher hätten sich keine Nachteile auf die verbleibende Filtration ergeben können.

Auch die durch zeitweisen Ausfall der Produktpumpe ausgelöste, in Abb. 4.86 im Detail dargestellte Druckschwankung hatte deutliche Trübungsschwankungen zur Folge. Allerdings ist an den genannten Graphen auch zu erkennen, daß die Druckschläge die Höhe der Druckdifferenz, deren weiteren Verlauf und die Trübungswerte nicht nachhaltig beeinflussten. Die Filterkuchen waren empfindlich in Bezug auf Trübungsdurchbruch, nahmen aber keinen weiteren Schaden. Sie bewahrten ihre Durchlässigkeit und ihr Retentionsvermögen, so daß die Filtration jeweils fortgesetzt werden konnte, als ob es keinen Druckschlag gegeben hätte. Die Fähigkeit, Druckschläge unbeschadet zu überstehen, ist ein großer Vorteil dieser Filterhilfsmittel.



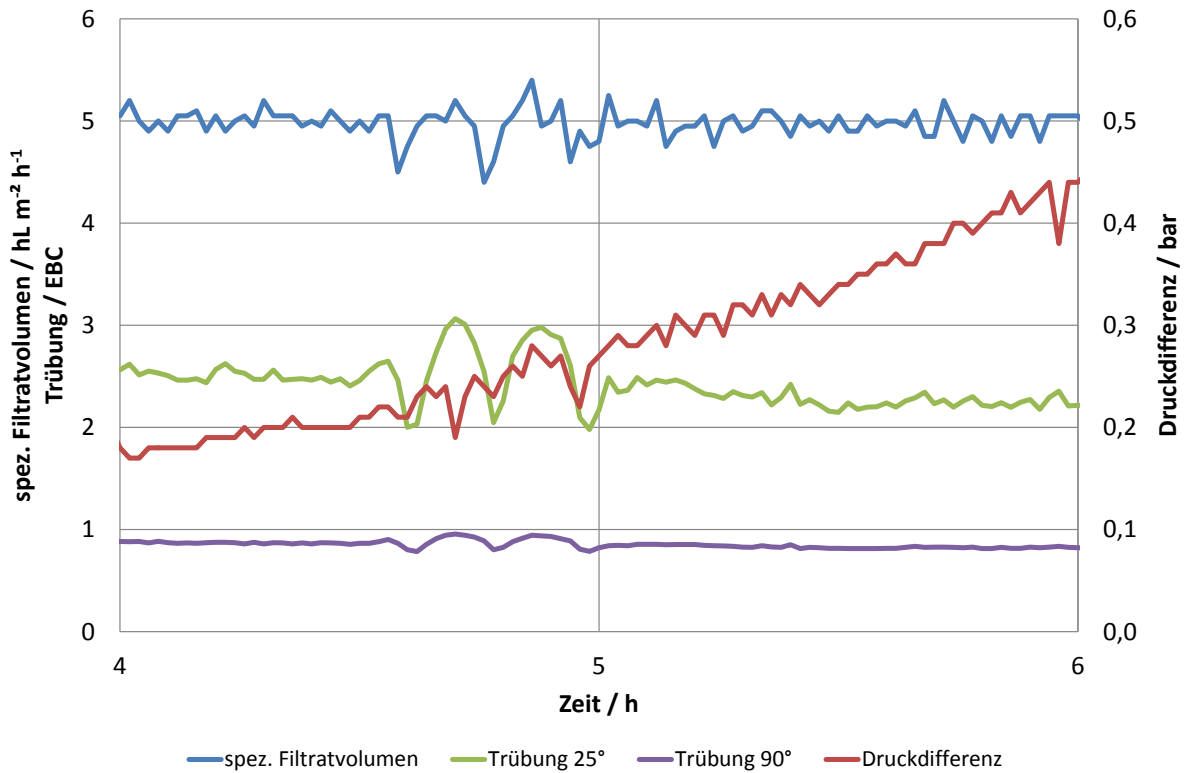
**Abb. 4.84:** Auswirkungen eines Druckschlages infolge Bedienfehler

Einlauftrübung  $90^\circ$ :  $40 \text{ EBC}$ , ZMIX2 (akt), VA:  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$ , Dosage:  $100 \text{ g hL}^{-1}$ ,  $A = 1 \text{ m}^2$



**Abb. 4.85: Auswirkungen eines Druckschlages infolge Bedienfehler - Detailansicht**

ZMIX2 (akt), VA:  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$ , Dosage:  $100 \text{ g hL}^{-1}$ ,  $A = 1 \text{ m}^2$



**Abb. 4.86: Auswirkungen eines technisch verursachten Druckschlages - Detailansicht**

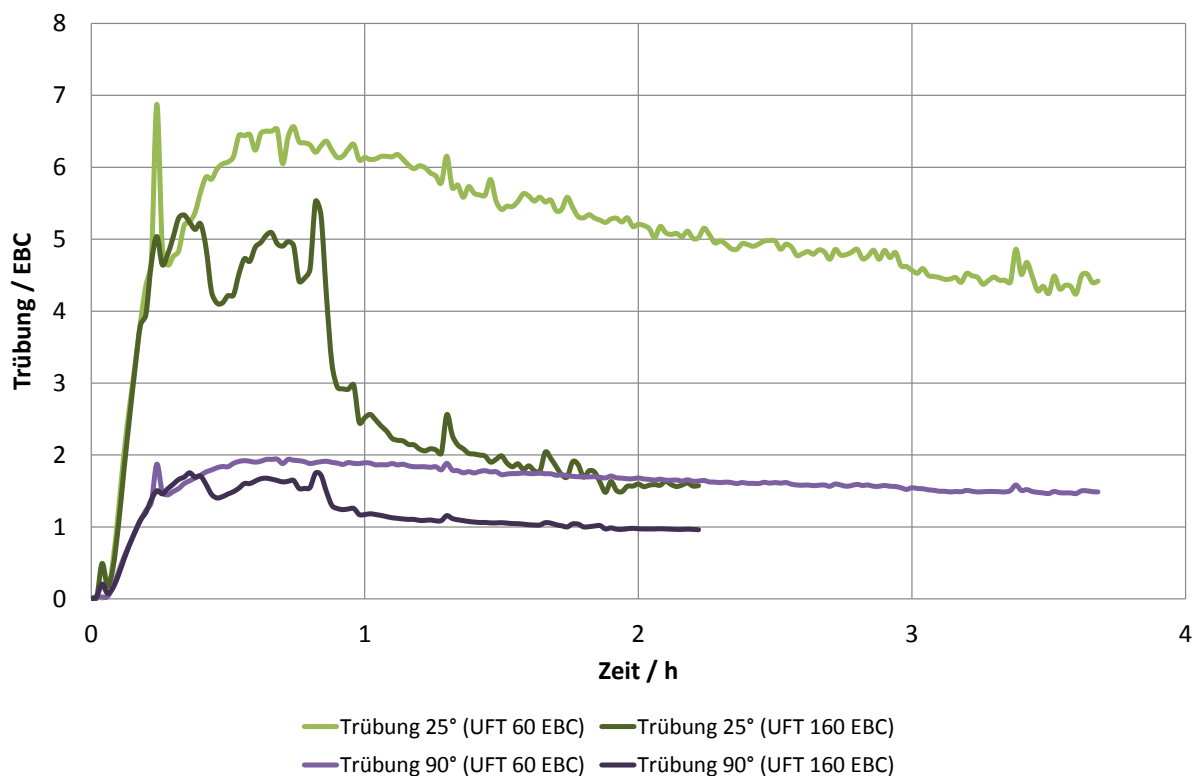
Jungbierklärung  $35 \text{ g hL}^{-1}$ , ZMIX1 (akt), VA:  $1,5 \text{ kg m}^{-2}$ , Dosage:  $100 \text{ g hL}^{-1}$ ,  $A = 2 \text{ m}^2$



### 4.7.3 Auswirkung unterschiedlicher Unfiltrattrübung auf Filtrattrübung und Standzeit

Die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Pilotfiltrationen konnten nicht ohne Einflüsse der normalen Betriebstätigkeit der Versuchsbrauerei bleiben. Einer dieser Einflüsse war die uneinheitliche Trübung des Unfiltrates. Abb. 4.87 vergleicht je eine Filtration mit sehr hoher (ca. 160 EBC) und mit niedriger Unfiltrattrübung (ca. 60 EBC). Die Zellulosekuchen zeigten stets die Tendenz, bei hoher Unfiltrattrübung nach kurzer Anlaufzeit schärfer zu filtrieren und schneller zu verblocken. Dabei war der Einfluß auf die 25°-Trübung größer als auf die 90°-Trübung. Offensichtlich führte das zeitige Verlegen der Poren bei den kompressiblen Kuchen schnell zu einer solchen Verdichtung, sodaß die Partikelretention zwar erheblich verbessert wurde, jedoch auf Kosten eines sehr frühen steilen Druckanstiegs mit der Konsequenz vorzeitigem Filtrationsendes wegen Erreichens der maximalen Druckdifferenz.

Versuche, bei denen die Unfiltrattrübung oder andere Einflüsse des Betriebs der Versuchsbrauerei erkennbare Auswirkungen hatten, wie der in Abb. 4.87 dargestellte Versuch mit vorzeitigem Abbruch, mußten wiederholt werden.



**Abb. 4.87:** Auswirkungen unterschiedlicher Unfiltrattrübung 90° (UFT) auf die Filtrattrübung  
 ZMIX1 (akt), VA: 1,5 kg m<sup>-2</sup>, Dosage: 100 g hL<sup>-1</sup>, A = 2 m<sup>2</sup>

## 4.8 Chemische und sensorische Vergleichsuntersuchungen

Während der laufenden Produktion wurden in der Versuchsbrauerei parallel zur dortigen Filtration Versuchsfiltrationen mit dem jeweils selben Unfiltrat durchgeführt. Die dabei entstandenen Filtrate sind durch die in Tab. 4.17 zusammengestellten Bieranalysen gekennzeichnet. Die mit „Kieselgurfiltrat“ bezeichneten Proben stammten aus der laufenden Kieselgurfiltration der Versuchsbrauerei.

Daneben stehen die Ergebnisse der Versuchsbiere. Im ersten Fall (Charge 1) handelt es sich um das Resultat einer Zellulosefiltration (ZMIX1, aktiviert), im zweiten Fall (Charge 2) einer Zellulosefiltration (ZMIX1, aktiviert) mit einer zusätzlichen Gabe von  $6 \text{ g hL}^{-1}$  Kieselöl (Spindasol SB3) zur laufenden Filterhilfsmitteldosage.

Im Rahmen dieser klassischen Bieranalyse unterschieden sich die Proben nur hinsichtlich der Farbe und der Trübung deutlich. Bei allen Pilotfiltrationen lag die gemessene Stammwürze am Filterauslauf wie bei der Kieselgurfiltration um einige Zehntel °Plato unter dem jeweiligen Wert am Einlauf. Dies war so zu erwarten, da die Filterhilfsmittel als vergleichsweise dünne Suspension zudosiert werden mußten.

Tab. 4.17: Klassische Bieranalysen bei Versuchs- und Vergleichsfiltrationen

Analysenbezeichnung	Einheit	Charge 1			Charge 2		
		Unfiltrat	Kieselgurfiltrat	Zellulosefiltrat	Unfiltrat	Kieselgurfiltrat	Zellulose-Kieselölfiltrat
Laborquotient		1,007	1,007	1,007	1,008	1,008	1,008
Stammwürze	GG %	11,95	11,79	11,76	11,85	11,47	11,66
Alkohol	Vol %	5,37	5,29	5,28	5,19	5,12	5,09
Scheinbarer Extrakt	GG %	1,83	1,81	1,81	2,08	2,09	2,06
Wirklicher Extrakt	GG %	3,77	3,73	3,72	3,96	3,95	3,91
Vergärungsgrad wirklich	%	69,8	69,7	69,7	68,0	67,7	67,9
Vergärungsgrad scheinbar	%	84,7	84,7	84,6	82,5	82,2	82,3
pH		4,47	4,45	4,49	4,44	4,45	4,43
Farbe	EBC	7,3	6,0	7,0	6,8	6,4	6,5
Trübung 90°	EBC	16	0,39	0,70	-	0,46	0,68
Trübung 25°	EBC	20	0,05	1,54	-	0,07	1,43
Schaum	s	267	239	277	-	-	-
β-Glucane	mg L <sup>-1</sup>	279	261	253	324	315	310
Eisen	mg L <sup>-1</sup>	< 0,02	0,10	< 0,02	<0,02	0,07	< 0,02
Gesamt-Stickstoffverbindungen	mg L <sup>-1</sup>	871	818	856	857	834	834
Anteil hochmolekulare Stickstoffverbindungen	%	12,2	8,8	17,9	12,6	13,8	15,3
Anteil mittelmolekulare Stickstoffverbindungen	%	33,9	34,7	26,4	33,4	30,3	29,6
Anteil niedermolekulare Stickstoffverbindungen	%	54,0	56,5	55,7	54,0	55,9	55,0
α-Aminostickstoff (FAN)	mg L <sup>-1</sup>	178	173	172	145	146	142

Zu den Trübungsverhältnissen paßt die Auswertung der Stickstoffuntersuchungen: bei der hochmolekularen Fraktion war der Gehalt insbesondere nach einer reinen Zellulosefiltration deutlich höher, die Schaumhaltbarkeit besser. Dies galt auch im Fall der kieselölunterstützten Zellulosefiltration.

An den hochmolekularen Verbindungen zeigte sich die filtrationsverschärfende Wirkung des Sols. Die anderen Werte unterschieden sich nicht nennenswert. Hier ist auch der Einsatz eines Eiweißsta-

bilisierungsmittels bei der Kieselgurfiltration zu beachten. Für die Abweichung bei der Bierfarbe gibt es keine Erklärung. Weil bei den anderen Filtrationsversuchen im Rahmen des Projekts keine signifikanten Abweichungen der Bierfarbe auftraten, wurde dies nicht weiter untersucht.

Abb. 4.88 bis Abb. 4.90 zeigen die Auswirkungen des Einsatzes von Kieselgur, Zellulose und Kieselzol auf den Mineralstoff-Gehalt des Bieres. Abb. 4.88 vergleicht die Gehalte an Mengenelementen, Abb. 4.89 an Spuren- und Abb. 4.90 an Ultrapurenelementen. Die Zahlenwerte sind in Anhang G zusammengestellt.

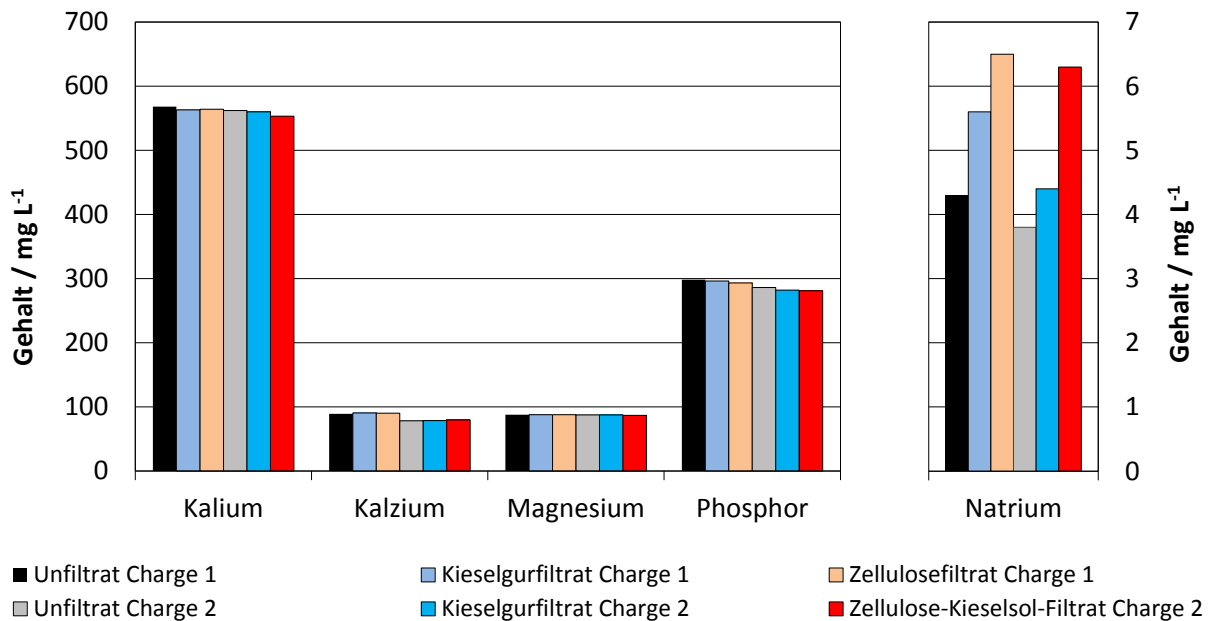


Abb. 4.88: Mengenelementgehalt bei Versuchs- und Vergleichsfiltrationen

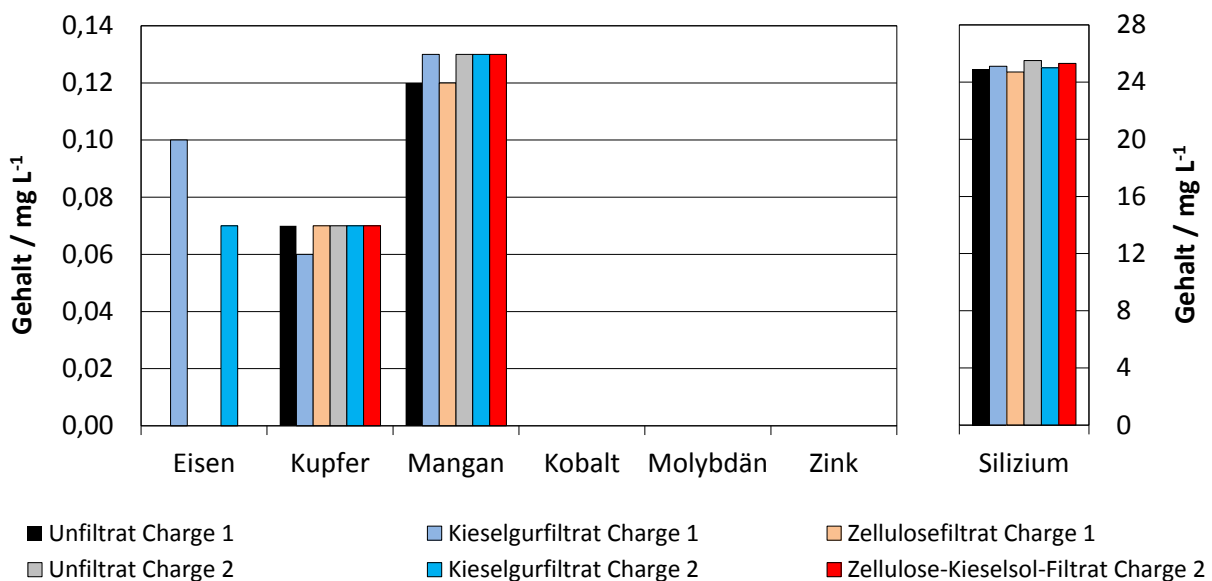


Abb. 4.89: Spurenelementgehalt bei Versuchs- und Vergleichsfiltrationen

Die Filtration mit Zellulose führte offensichtlich zu einem geringfügigen Natriumeintrag. In den Zellulosefiltraten lagen hier mit 6,3 mg L<sup>-1</sup> bzw. 6,5 mg L<sup>-1</sup> um ca. 50 % gegenüber den Unfiltraten erhöhte

Gehalte vor. Ursache ist möglicherweise der Aktivierungsprozeß (mit NaOH) vor der Zellulosefiltration. Wegen der Übereinstimmung der pH-Werte von Filtraten (4,43 bzw. 4,49), Unfiltraten (4,47 bzw. 4,44) und Kieselgurfiltraten (4,45) wurde dies als nicht problematisch eingestuft. Es stellt aber einen Hinweis dar, daß für ein Praxisverfahren die Spülung nach Aktivierung bzw. Regenerierung des Zellulosefilterhilfsmittels optimiert und laufend überprüft werden muß.

Im Zusammenhang mit der Verwendung von Kieselsol stellt sich die Frage nach deren Übereinstimmung mit dem Deutschen Reinheitsgebot. Dies ist dann der Fall, wenn keine Kieselsäure im Produkt verbleibt. Wie aus Abb. 4.89 hervorgeht, enthielt das Filtrat der mit Zellulose und Kieselsol filtrierten Charge 2 tendentiell weniger Silizium als das Unfiltrat. Damit kann ein Verbleiben der Kieselsol im Produkt und damit auch eine Verletzung der Vorschrift ausgeschlossen werden, das Verfahren ist im Gültigkeitsbereich des Deutschen Reinheitsgebots anwendbar.

Ein Vergleich des Gehaltes an Metall-Ionen zeigt, daß die Filtration mit Zellulose und ggf. mit Kieselsol einen bekannten Nachteil der Kieselgur umgeht. Die Zellulosefiltrate von Charge 1 und Charge 2 wiesen wie die Unfiltrate keinen meßbaren Eisengehalt ( $< 0,02 \text{ mg L}^{-1}$ ) auf. Die Kieselgurfiltrate enthielten dagegen  $0,07 \text{ mg L}^{-1}$  bzw.  $0,10 \text{ mg L}^{-1}$ . Auch beim Aluminiumgehalt entsprachen die Zellulosefiltrate den Unfiltraten ( $0,6\text{-}0,9 \text{ mg L}^{-1}$ ), während er bei der Kieselgurfiltration verdoppelt wurde ( $0,2 \text{ mg L}^{-1}$  bzw.  $0,14 \text{ mg L}^{-1}$ ). Offensichtlich enthielten die Zellulose-Filterhilfsmittel im Unterschied zu Kieselgur weder biöslöliches Eisen noch Aluminium. Diese Ionen beeinträchtigen die Geschmacksstabilität des fertigen Bieres.

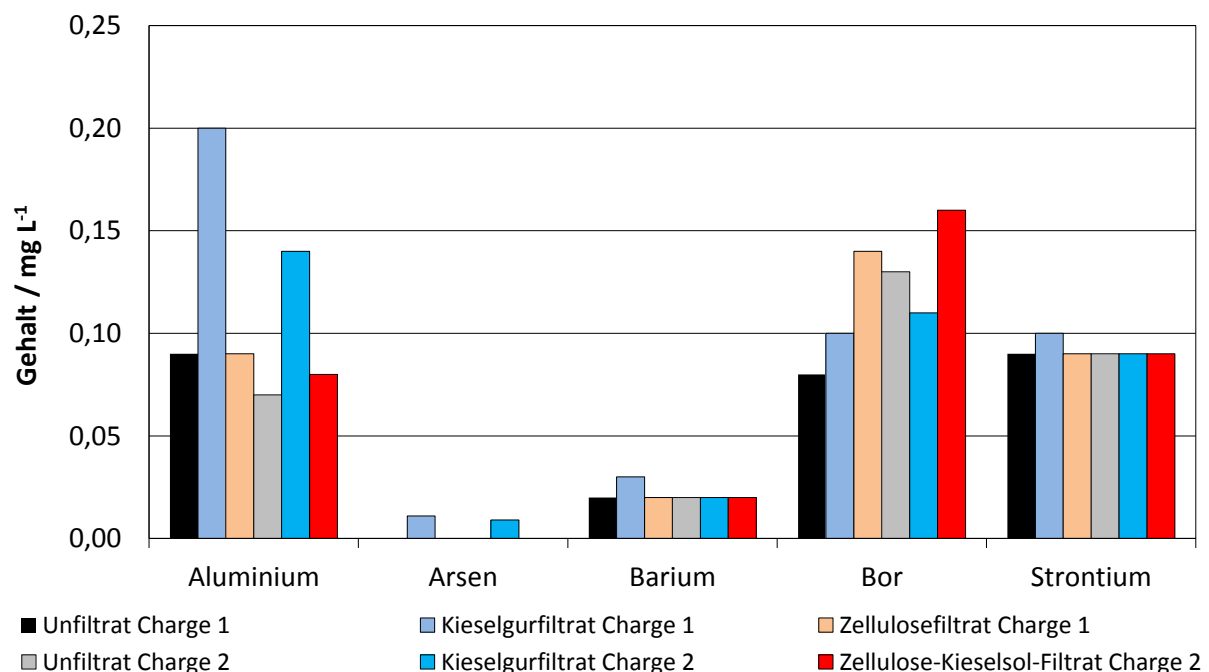


Abb. 4.90: Ultrapureelementgehalt bei Versuchs- und Vergleichsfiltrationen

Die Unterschiede in den verglichenen Mineralstoffgehalten können stoffliche Auswirkungen der Zellulosefiltration aufzeigen, die hier dargestellten Vorteile der Zellulose müssen jedoch im Licht der unterschiedlichen Klärwirkung der Filtrationssysteme gesehen werden.

Das zellulosefaserbasierte Filterhilfsmittel besaß keinen signifikanten Einfluß auf den Gehalt an Bitterstoffen (s. Abb. 4.91).

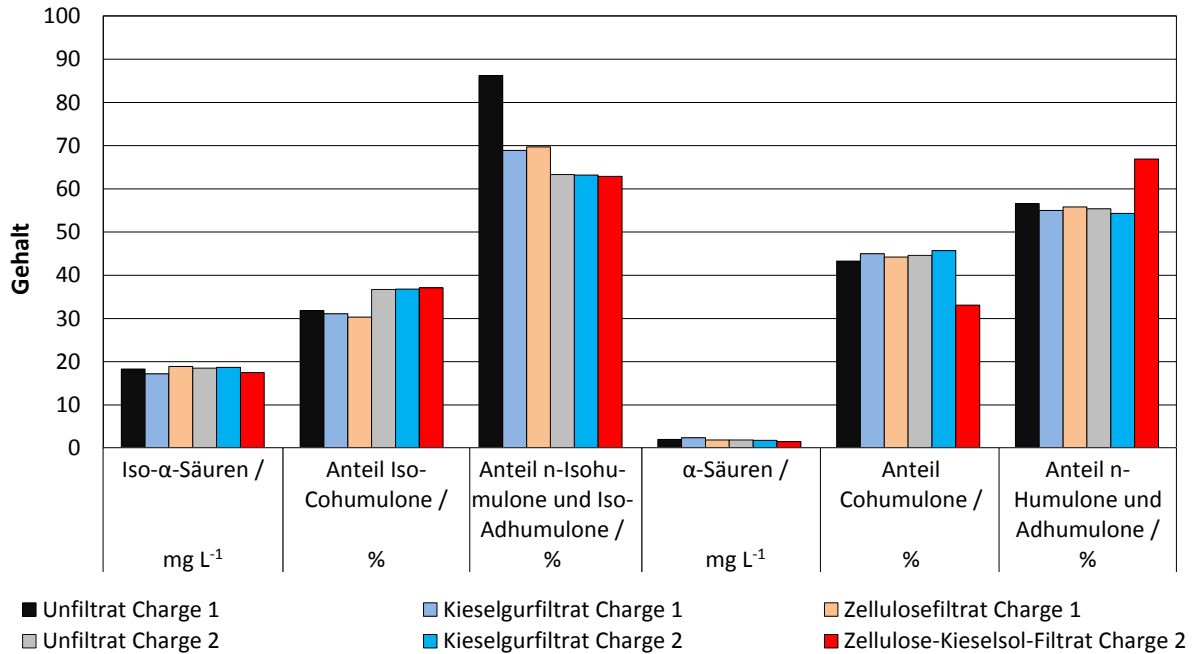


Abb. 4.91: Bitterstoffgehalt bei Versuchs- und Vergleichsfiltrationen

Die Verkostungen nach dem DLG-Schema und die Alterungsverkostungen nach EICHORN ergaben jeweils eine Präferenz zugunsten des Zellulosefiltrats. Die Ergebnisse sind in Tab. 4.18 und Tab. 4.19 dargestellt.

Tab. 4.18: Verkostungsergebnisse nach DLG (Charge 1)

Prüfmerkmal	Kieselgurfiltrat frisch	Kieselgurfiltrat forciert	Zellulosefiltrat frisch	Zellulosefiltrat forciert
Geruch	4,0	3,3	4,5	4,0
Geschmack	3,8	3,2	4,5	4,0
Vollmundigkeit, Trunk	4,3	4,2	4,7	4,3
Rezenz	4,5	4,5	4,5	4,3
Bittere	4,3	3,8	4,3	4,0
gewichtete Punktzahl nach DLG	4,1	3,7	4,5	4,1

Tab. 4.19: Ergebnisse der Alterungsverkostungen nach EICHORN (Charge 1)

Prüfmerkmal	Kieselgurfiltrat frisch	Kieselgurfiltrat forciert	Zellulosefiltrat frisch	Zellulosefiltrat forciert
Geruch	1,5	2,0	1,2	1,2
Trunk	1,5	1,8	1,0	1,2
Bittere	1,0	1,3	1,0	1,2
Akzeptanz / %	82	70	100	92

Die Gerbstoffe wurden einerseits als Gesamtpolyphenole und andererseits unterteilt in Anthozyanogene und Tannine bestimmt. Tab. 4.20 zeigt, daß die Zellulosefiltrate höhere Anteile enthielten. Dies

läßt sich auf die weniger scharfe Filtration zurückführen. Daher scheint eine Bewertung nicht angezeigt. Bei den Tannoiden war dieser Unterschied gegenüber dem Kieselgurfiltrat deutlicher ausgeprägt als bei den Anthozyanogenen. Der gegenüber dem Unfiltrat leicht höhere Wert des Gesamtpolyphenolgehalts der Zellulosefiltrate ist möglicherweise auf die Probenvorbereitung des Unfiltrates zurückzuführen.

Tab. 4.20: Gerbstoffgehalt der Filtratproben

Analysenbezeichnung	Einheit	Charge 1			Charge 2		
		Unfiltrat	Kieselgurfiltrat	Zellulosefiltrat	Unfiltrat	Kieselgurfiltrat	Zellulose-Kieselsofiltrat
Gesamtpolyphenole	mg L <sup>-1</sup>	209	161	220	203	183	207
Anthozyanogene	mg L <sup>-1</sup>	94	78	84	97	88	95
Tannoiden	mg PVP L <sup>-1</sup>	64	37	59	63	31	45

Die Osmolalität schien durch die verwendeten Filterhilfsmittel nicht beeinflusst (s. Abb. 4.92).

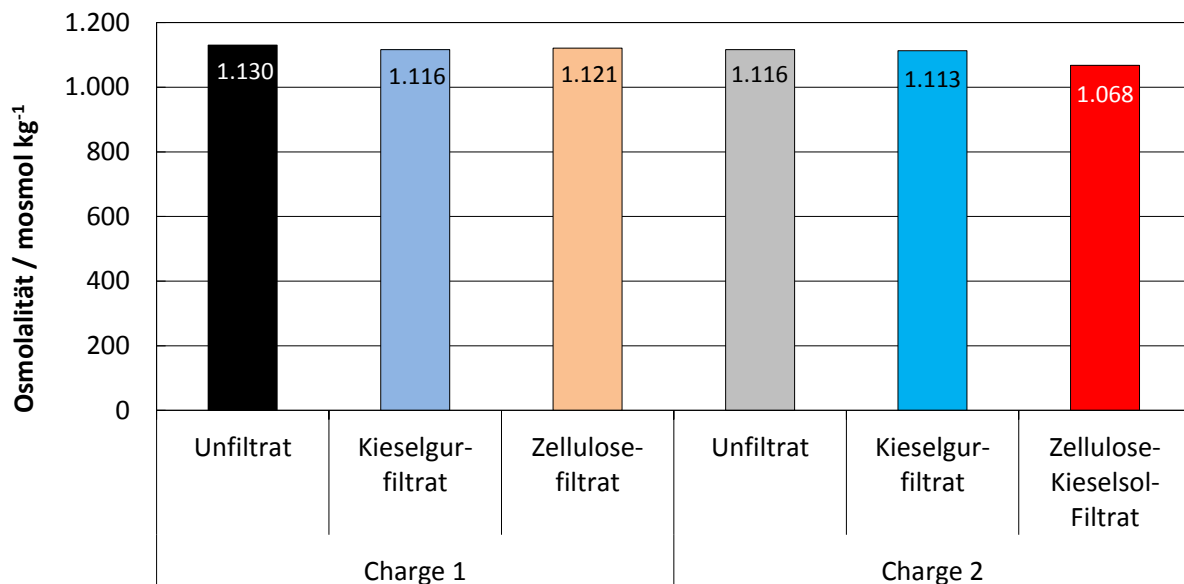


Abb. 4.92: Osmolalität der untersuchten Proben

Die untersuchten Filterhilfsmittel zeigen sich insgesamt hinsichtlich sensorischer und analytischer Bierqualität der Kieselgur ebenbürtig. Wesentliche Unterschiede der erhaltenen Filtrate zu kieselgurfiltriertem Bier sind:

- Die höhere Resttrübung ist bisher nicht vermeidbar.
- Der Gehalt an Natriumionen ist als Folge des Aktivierungs- bzw. Regenerationsprozesses im kleinen Maßstab um ca. 2 mg L<sup>-1</sup> erhöht. Dies wird für den Praxismaßstab als nicht relevant eingeschätzt.
- Der Gehalt an Eisen und Aluminium ist niedriger. Dies ist ein bedeutender Vorteil bezüglich der Geschmacksstabilität des filtrierten Bieres.

## 4.9 Ansätze für weitere Untersuchungen

### Weiterführende Untersuchungen

Der Einsatz von Kieselgel in der laufenden Dosage hatte eine schärfere Klärung bei kürzerer Standzeit zur Folge. Bei PVPP war es umgekehrt. Hier wurde eine etwas weniger scharfe Klärung bei verlängerter Standzeit beobachtet. Die Untersuchung von Kombinationen aller drei Filterhilfsmittel kann möglicherweise weitere Fortschritte bringen. Zunächst wären in jedem Fall die Auswirkungen der Regeneration auf Kieselgel zu ermitteln.

RHA ist nicht kompressibel aber sehr porös. Daher erscheint die Untersuchung von Mischungen aus Zellulose und RHA sinnvoll. Zuvor wären Methoden zu finden, RHA so aufzubereiten, daß sie nach dem vorhandenen Verfahren mit der Zellulose regeneriert werden kann. Möglicherweise wäre auch ein alternatives Gesamt-Regenerationsverfahren zu erarbeiten.

### Bierbereitung

Die Aufgabe der Filtration ist es, dem Bier die gewünschte Haltbarkeit und Glanzfeinheit zu geben bzw. unerwünschte Trübungen oder Trübungsteilchen zu entfernen. Der gesamte Herstellungsprozeß kann hier auf Verbesserungspotentiale untersucht werden. Schließlich hängen die zum Filter gelangende Partikelfracht und die Filtrierbarkeit des Bieres von der gesamten Technologie [72, 137, 213, 214] und von der Technik [57, 73] ab, beginnend auf dem Gerstenfeld [66]. Besonderen Einfluß haben Sudhaus [213] und Bierlagerung [61]. Nach wenigstens einwöchiger Kaltlagerung sind Hefen und andere Partikel mit einem Durchmesser von 6 µm und darüber kaum mehr vertreten. Der Hauptteil der abzufiltrierenden Teilchen ist zwischen 0,4 und 4 µm groß. Es sind überwiegend Proteine. Die im Rahmen der Stabilisierung entfernten Kolloide sind noch kleiner, werden jedoch nicht abfiltriert, sondern adsorptiv abgetrennt [191].

Der gesamte Brauprozeß ist durchsetzt mit einer Folge von Fest/Flüssigtrennungen: Abläutern, Heißtrubentfernung, Kühltrubentfernung, Hefeente, Gelägerabtrennung, Filtration und Stabilisierung. Bei jedem der vorgelagerten Trennschritte ist es denkbar, die eigentliche Bierfiltration zu entlasten. Jeder Schritt der Bierbereitung kann als Vorbereitung einer erfolgreichen Filtration gesehen werden, sowohl im Zusammenhang mit der Vermeidung ungünstiger Inhaltsstoffe, die zu Filtrationsschwierigkeiten führen können, als auch mit der frühzeitigen Ausscheidung von Trübungspartikeln [15, 173].

Für Brauereien ist es wirtschaftlich meist nicht interessant, für eine neue Filtertechnologie ihre gesamte Herstellung umzustellen bzw. in Frage zu stellen. Hier geht es also um einfache, wirtschaftlich durchzuführende Maßnahmen. Technologische Eingriffe im Sinne der Begünstigung einer erfolgreichen Bierfiltration mittels Zellulosefasern, die über die im Rahmen dieser Arbeit erprobte Vorklärung mit Kieselgel hinausgehen, sind daher vor allem bei der Bierlagerung erfolgversprechend.

### Modifizierte Zellulosen

Nicht modifizierte Zellulose, wie sie im Rahmen der vorliegenden Arbeit eingesetzt wurde, besitzt ein für die Adsorption von Partikeln aus Bier ungünstiges negatives Zeta-Potential. Es gibt Verfahren, die elektrokinetische Ladung der Zellulose von negativ nach positiv zu verändern. Man bedient sich beispielsweise der direkten Kationisierung, der Kationisierung durch radikalische Pfropfung oder man behandelt mechanisch bearbeitete Zellulose mit auskondensierten, lebensmittelechten kationischen Kunstharzen wie Polyamin/Epichlorhydrin- oder Melamin/Formaldehyd-Harzen [97, 98]. MATZMORR und WERNER zeigten anhand von Strömungsstrommessungen, daß dadurch das Adsorptionsvermögen der Zellulose gegenüber negativ geladenen Substanzen vervielfacht wird [157]. Die Adsorption ist bei

modifizierten Zellulosen allerdings scher- und leitwertabhängig [91]. In den achtziger Jahren wurden solche Produkte - auch im Verbund mit Kieselgur und Perlit - als Asbestersatz entwickelt. Eine Regeneration war nicht vorgesehen [234].

Für Filterschichten stehen fibrillierte Produkte mit positivem Zeta-Potential und somit günstigen Adsorptionseigenschaften seit über 25 Jahren zur Verfügung [189]. Bei der Membranfiltration wird bereits mit dem Zeta-Potential gearbeitet [139]. Im Rahmen dieses Projekts stand zwar mit FHM3 ein oberflächenbehandeltes Produkt zur Verfügung, anschwemm- und regenerierbare Fasern mit positivem Zeta-Potential bot der Markt jedoch nicht. Ähnliches kann aber möglicherweise für die Anschwemmfiltration mittels Zellulose erarbeitet werden.

Eine weitere Möglichkeit könnte die Variation des hydrodynamischen Durchmessers und des Zeta-Potentials der Trubpartikel durch elektrische Felder bieten. Allerdings stehen dem bisher sehr hohe Kosten entgegen [116, 128].

### Untersuchung der Kuchenstruktur

Wegen ihrer Kompressibilität könnte die Struktur der Zellulosefilterkuchen während der Filtration in situ untersucht werden, um weitere Erkenntnisse über mögliche Fortschritte durch zusätzliche Hilfsmittel zu erzielen. Hierfür kommen Filterzellen in Kernspintomographen in Frage. Auch dabei wären hohe Kosten in Kauf zu nehmen [69].

## 4.10 Ökonomische, ökologische und rechtliche Einordnung der Verfahren

### 4.10.1 Ökonomische Bilanz unter besonderer Berücksichtigung kleiner und mittelständischer Betriebe

#### Filtrationskosten der Zellulose- und der Kieselgurfiltration

Tab. 4.21: Einzelpreise bzw. -kosten

Kostenträger	Bezugsgröße	Preis / €
Zellulosefasern (Hilfsstoff bei der Kieselgur-VA)	kg	1,94
Kieselgur (grob und fein)	kg	0,73
Eiweißstabilisierungsmittel	kg	2,75
Filterschichten	Stück	12,73
Kieselgur- bzw. Schichtenentsorgung	t	62,00
NaOH (50 %)	L	0,22
H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> (75 %)	L	0,77
Zellulosemischung ZMIX1	kg	2,71
Arbeitslohn	h	20,00
Strom	kWh	0,05
Wärme	kWh	0,02
Heißwasser	m <sup>3</sup>	1,78
Kaltwasser	m <sup>3</sup>	0,20
entgastes Wasser	m <sup>3</sup>	1,30
Abwasser	m <sup>3</sup>	1,30



Ausgehend von den oben beschriebenen Pilotversuchen wurden deren Kosten ermittelt. Auf dieser Basis wurden anhand realistischer Annahmen die Kosten einer Zellulosefiltration im Maßstab der Versuchsbrauerei errechnet und mit den Istkosten der dortigen Kieselgurfiltration verglichen.

Tab. 4.21 enthält die Preise aller relevanten Kostenträger in der zum Zeitpunkt der Versuche in der Versuchsbrauerei gültigen Höhe. Die betriebseigenen Brunnen machen bei der Übertragung auf andere Betriebe die besondere Berücksichtigung des möglicherweise deutlich höheren Wasserpreises erforderlich.

### Spezifische Filterhilfsmittelkosten

Bei der Kieselgurfiltration wurden die gesamten Filterhilfsmittelkosten eines Jahres bezogen auf das in diesem Zeitraum filtrierte Biervolumen (64.569 hL). Gemäß der Aufstellung in Tab. 4.22 betragen die spezifischen Filterhilfsmittelkosten der Kieselgurfiltration der Versuchsbrauerei mit bzw. ohne Eiweißstabilisierung 0,37 € hL<sup>-1</sup> bzw. 0,20 € hL<sup>-1</sup>.

Der Einkauf der Zellulosefilterhilfsmittelmischung ZMIX1 kostete 2,71 € kg<sup>-1</sup> (s. Tab. 4.23). Bei 7 kg Zellulosemischung pro Ansatz und 51,2 hL Filtrat pro Filtration ergäben sich bei einmaliger Verwendung der Zellulose spezifische Filterhilfsmittelkosten von 0,37 € hL<sup>-1</sup>. Hier ist berücksichtigt, daß zwar 10 kg angesetzt, für ca. 50 hL aber nur 7 kg verbraucht wurden. Bei dieser Berechnung ist jedoch zu beachten, daß eine konkurrenzfähige Technologie eine der Kieselgurfiltration vergleichbare Standzeit von 10 h anstatt der realisierten 5 h und damit ein Filtratvolumen von ca. 100 hL ermöglichen müßte. Damit und bei durchgehender laufender Dosage von 100 g hL<sup>-1</sup> betrügen die spezifischen Filterhilfsmittelkosten ohne Wiederverwendung 0,33 € hL<sup>-1</sup>. Dies läge 65 % über der Kieselgurfiltration.

Tab. 4.22: Filterhilfsmittelkosten der Kieselgurfiltration der Versuchsbrauerei

Produkt	Verbrauch / kg	Einkaufspreis / € kg <sup>-1</sup>	Kosten / €	spez. FHM-Kosten / € hL <sup>-1</sup>
Zellulosefasern (Hilfsstoff bei der Kieselgur-VA)	2.340	1,94	4.539,60	0,07
Kieselgur grob	8.738	0,73	6.335,05	0,10
Kieselgur fein	2.652	0,73	1.922,70	0,03
Eiweißstabilisierungsmittel	3.958	2,75	10.884,50	0,17
Summe mit Eiweißstabilisierung				0,37
Summe ohne Eiweißstabilisierung				0,20

Tab. 4.23: Einstandspreis der Zellulosemischung ZMIX1

Produkt	Anteil / %	Trockensubstanz / %	Einzelpreis / € (kg TrS) <sup>-1</sup>	Preisanteil an ZMIX1 / € (kg TrS) <sup>-1</sup>
FHM1	25	93,3	2,98	0,75
FHM2	54	92,8	2,25	1,22
FHM4	5	29,8	3,76	0,19
FHM5	15	90,9	3,50	0,53
FHM6 bzw. FHM7	1	91,5	2,30	0,02
Summe	100			2,71

Für einen sinnvollen Vergleich der Zellulosefiltration mit der vorhandenen Kieselgurfiltration der Versuchsbrauerei mußte einerseits die Regenerierbarkeit des Filterhilfsmittels und andererseits der entsprechende Maßstab einbezogen werden. Zur Vermeidung einer möglicherweise ungerechtfertigt günstigen Darstellung der Zellulosefiltration wurde die o.g. notwendige längere Standzeit nicht eingerechnet, sondern der bei den Versuchen ermittelte Filterhilfsmittelseinsatz verwendet. Dies beinhaltet die Annahme, daß die Mehrkosten infolge erzielten Fortschritts bei der Klärung durch die Einsparungen einer längeren Standzeit kompensiert würden. Die Kalkulation enthält die 51,2 hL Filtrat, die im Mittel bei den Pilotfiltrationen filtriert wurden, den Einsatz von 10 kg Filterhilfsmittel bei der ersten Filtration und für jede weitere Filtration einen für den Praxismaßstab angenommenen Verlustausgleich in Höhe von 1,5 %.

Die Kosten der Regeneration wurden ausgehend von 7 kg Zellulose-TrS bei der Pilotfiltration errechnet. Zu Vergleichszwecken erschien es angebracht, anhand realistischer Annahmen Verbräuche einer Regeneration im Maßstab des Praxisfilters der Versuchsbrauerei ( $170 \text{ hL h}^{-1}$  und ca. 900 hL pro Filtration) zu kalkulieren (s. Tab. 4.24). Dafür wurde eine Gesamt-TrS von 180 kg angenommen.

Tab. 4.24: Kosten für eine Regeneration bei einer angenommenen Zellulosefilterhilfsmittelmasse von 180 kg

bezogen auf		7 kg		180 kg		180 kg, optimiert	
Kostenträger	Einheit	Bedarf	Kosten / € kg <sup>-1</sup>	Bedarf	Kosten / € kg <sup>-1</sup>	Bedarf	Kosten / € kg <sup>-1</sup>
Zelluloseersatz	%	1,5	0,04	1,5	0,04	1,5	0,04
NaOH (50 %)	L	11,7	0,37	270	0,33	165	0,20
H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> (75 %)	L	2,4	0,26	55	0,24	50	0,22
Heißwasser	m <sup>3</sup>	0,67	0,17	12,5	0,12	10	0,10
Kaltwasser	m <sup>3</sup>	2,8	0,08	50	0,06	35	0,04
Abwasser	m <sup>3</sup>	3,5	0,64	62,5	0,45	42	0,30
Strom	kWh	15	0,10	100	0,03	100	0,03
Arbeitszeit	h	1	2,86	1,5	0,17	1	0,11
Summe	€ kg <sup>-1</sup>		4,52		1,44		1,04

Es ergaben sich Kosten für die Regeneration der Zellulosemischung in Höhe von  $1,44 \text{ € kg}^{-1}$ . Den geschätzten niedrigeren Verbräuchen bei der optimierten Variante liegen diese Annahmen zugrunde: Die von EVERS [76] vorgeschlagene einmalige Laugewiederverwendung (Stapeltank) sollte den Verbrauch von NaOH um ca. 40 % und den Abwasseranfall um ca. 30 % reduzieren. Die anderen Medien und Energien könnten bei einer um den Faktor 17 leistungsfähigeren Anlage in unterschiedlichem Umfang eingespart werden. Bei einem Verfahren mit permanenter Regeneration bedeutete dies einen Filterhilfsmittelpreis von  $1,04 \text{ € kg}^{-1}$ . Bei 180 kg Gesamtfilterhilfsmittelmasse und 900 hL Durchsatz ergeben sich  $0,21 \text{ € hL}^{-1}$ . Bei der Kieselgurfiltration fielen  $0,20 \text{ € hL}^{-1}$  und  $0,05 \text{ € hL}^{-1}$  für die Kieselgurensorgung an.

#### Gegenüberstellung der gesamten Filtrationskosten beider Verfahren

Bei diesem optimierten Szenario schneidet die Zellulosefiltration günstiger ab, wenn man die sonstigen Kosten der Verfahren als vergleichbar annimmt (s. Tab. 4.25). Bei der Zellulosefiltration wären darüberhinaus höhere Abschreibungen einzurechnen für einen größeren Siebabstand im Filter sowie je einen Stapeltank für Filterhilfsmittel und Lauge. Dem steht für die Filtration mit Kieselgur nur eine

etwas höhere Abschreibung für die notwendige Kieselgurhandhabungsanlage gegenüber. Zellulose besitzt durch ihr nicht abrasives Verhalten Kostenvorteile bei der Anlagenerhaltung. Diese Tatbestände sind schwer zu quantifizieren und wurden wegen ihrer geringen Bedeutung im Vergleich zu den aufgeführten Kosten ignoriert.

Tab. 4.25: Spezifische Kosten der Filtration mit Kieselgur und Schichten im Vergleich zur Zellulose

Kostenträger	spezifische Kosten Kieselgurfiltration / € hL <sup>-1</sup>	spezifische Kosten Zellulosefiltration / € hL <sup>-1</sup>
FHM-Kosten ohne Stabilisierungsmittel	0,20	
FHM-Entsorgung	0,05	
Regeneration Zellulosemischung		0,21
Lohnkosten	0,23	0,23
Abwasser	0,06	0,06
Wasserarten	0,05	0,05
Strom	0,01	0,01
Summe	0,60	0,56

Die angenommene Zellulosefiltration mit Laugewiederverwendung und dauerhafter Regenerierung wäre um 0,04 € hL<sup>-1</sup> günstiger. Wegen der bislang unzureichenden Klärwirkung der Zellulosefiltration wäre allerdings hier ein leistungsfähigeres Nachfiltrationssystem erforderlich. Außer der vorhandenen Kieselgurfiltration der Versuchsbrauerei und der aus den Versuchen abgeleiteten Kosten für die Zellulosefiltration standen keine Daten zur Verfügung. Daher enthält Tab. 4.26 aus der Literatur entnommene Kostenannahmen für ausgewählte Verfahren, die mit der Zellulosefiltration kombiniert werden könnten, und einen Vergleich zur Kieselgur- und Schichtenfiltration. Bei der Variante Zellulose mit Schichten zur Nachfiltration ist die ungünstigere Kostenannahme angesetzt, da die Synergien des vorhandenen Versuchsbetriebs nicht in jedem Fall zu realisieren wären und auch die höhere Resttrübung hier Mehrkosten verursachen würde.

Tab. 4.26: Spezifische Kosten der Verfahren inklusive Nachfiltrationsvarianten (teilweise aus [103])

Verfahren	Einzelkosten / € hL <sup>-1</sup>	Gesamtkosten / € hL <sup>-1</sup>
Zellulosefiltration - Membranfiltration	0,56 + 0,72	1,28
Zellulosefiltration - Schichtenfiltration	0,56 + 0,14	0,70
Separator - Zellulosefiltration	0,12 + 0,56	0,68
Kieselgurfiltration - Schichtenfiltration	0,60 + 0,08	0,68

Von ihrem Abtrennverhalten gesehen, könnten sich Membran- und Zellulosefiltration ergänzen. Membranen verblocken wegen der feinen Partikel, grobe können sie hervorragend abtrennen. Die Zellulosefiltration trennt im feinen Bereich gut, läßt aber zuviel Grobes passieren. Die Kombination mit der Membranfiltration scheint aber aufgrund der um 88 % höheren Kosten nicht attraktiv.

Neben der noch nicht auf dem erforderlichen Stand befindlichen Zellulose-Technologie ist bei den Kostenvergleichen zu beachten, daß die Kosten für die einzelnen Verfahren von Betrieb zu Betrieb stark variieren können. Die Literatur nennt beispielsweise 0,12-0,98 € hL<sup>-1</sup> als Kosten der Kieselgurfiltration, je nach Brauerei- und Anlagengröße sowie Verwendungssituation [103, 112].

Die vorhandene Kieselgur- und Schichtenfiltration der untersuchten Brauerei kostete  $0,68 \text{ € hL}^{-1}$ , die Kombination Zellulose-Schichten  $0,70 \text{ € hL}^{-1}$  und die Kombination Zentrifuge-Zellulose  $0,68 \text{ € hL}^{-1}$ . Unter den vorgenannten Bedingungen wäre die Zellulosefiltration wirtschaftlich gleichwertig mit der Kieselgurfiltration.

#### **4.10.2 Ökologische Bewertung der Verfahren**

Die Untersuchung der umweltbezogenen Auswirkungen einer Einführung der dargestellten Technologie kann auf die Abweichungen des Verfahrens vom Stand der Technik beschränkt werden, da auch die derzeit vorherrschende Praxis Bier im Anschwemmverfahren klärt. In erster Linie sind hier die Filterhilfsmittel Zellulose und Kieselgur miteinander zu vergleichen. Zellulose wächst auf natürliche Weise nach, Kieselgur ist ein fossiler Rohstoff. Nachhaltige Systeme zeichnen sich vor allem dadurch aus, daß sie in ihren wesentlichen Eigenschaften fortbestehen. [53]. Die Verwendung von Zellulose ist daher nachhaltig und der endlichen Ressource Kieselgur unter diesem Gesichtspunkt vorzuziehen. Kieselgur wird in der Regel nur einmalig verwendet, Zellulose ist regenerierbar. Nur wenn aufgrund von Störungen oder Ähnlichem eine Regeneration der Zellulosefasern unmöglich oder unerwünscht ist, liegt das verbrauchte Filterhilfsmittel als Zelloseschlamm vor.

Die BioAbfV [24] schränkt die Verwendung von Zelloseschlamm nicht wie bei Kieselgur ein. Sie läßt das Kompostieren von Zelloseschlamm als Bioabfall zu. Dadurch kann die Humusbilanz von Böden verbessert und Mineraldünger eingespart werden. Beim Kompostieren von Zellulose entsteht kein Methan [122, 169]. Ähnlich wie bei der Kieselgurentsorgung muß vor der Verwertung des Zelloseschlammes auf Kompostdeponien dessen Wassergehalt reduziert werden. Oberhalb 80 % sind Schlämme nicht mit Förderbändern zu transportieren. Eine thermische Trocknung scheidet aus ökonomischen wie aus ökologischen Erwägungen aus, so daß mit kombinierten Absetz- und Siebschritten zu entwässern wäre. Den Deponien fallen bei Annahme förderbandgängigen Zelloseschlammes Kosten von ca.  $76 \text{ € t}^{-1}$  an [17]. Diese Kosten sind höher, als die für Kieselgur ermittelten  $62 \text{ € t}^{-1}$ , entstehen wegen der Regenerierbarkeit der Zellulose aber nur im Ausnahmefall.

Eine Alternative könnte die Verfütterung sein. Die Zulassung von Futtermitteln erfolgt in Deutschland durch die Normenkommission für Einzelfuttermittel im Zentralausschuß der Deutschen Landwirtschaft. Die Zulässigkeit der Verfütterung setzt einen entsprechenden Eintrag in der Positivliste der Normenkommission voraus. Bisher enthält diese Liste keinen Zelloseschlamm oder Ähnliches. Im Rahmen der Antragstellung zur „Aufnahme eines Einzelfuttermittels in die Positivliste“ sind Futterwert, erkennbare Marktbedeutung und rechtliche Zulässigkeit der Verwendung als Einzelfuttermittel nachzuweisen [265]. Die Futtermittelverordnung läßt im Gegensatz dazu das Verfüttern von Kieselgur nicht zu [137].

Die Verwertung in der Energieerzeugung ist nach Auskunft aus der Biogaswirtschaft (u. a. Mabagas GmbH & Co. KG, Hamburg, Innovas GmbH, Hamburg und Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe e.V., Gülzow) auf heutigem Stand wirtschaftlich nicht möglich. Die übliche Mikroflora der Biogasanlagen kann  $\alpha$ -Zellulose nicht ohne aufwendige Vorbehandlung spalten. Biogasanlagen können daher nur Substrate mit geringem  $\alpha$ -Zellulose-Anteil verarbeiten. Bei Kieselgur stellt sich diese Frage nicht, da sie keine Energie liefern kann.

Die genannten Entsorgungswege sind mit Blick auf die Umwelt vorteilhaft. Das regenerierbare Filterhilfsmittel läßt indes nur geringen Entsorgungsbedarf für Zelloseschlämme erwarten. Aus diesem Grund würden die Kosten der beschriebenen Filtrierverfahren nicht wesentlich erhöht, auch wenn die massenbezogenen Entsorgungskosten höher sind als bei Kieselgur. Bei entsprechendem Bedarf könnte dieser Aufwand durch einen Antrag an die Normenkommission erheblich gesenkt werden.

Eine umweltbezogene Bilanz der Zellulosefiltration im Vergleich mit Kieselgur umfaßt damit folgende Vorteile gegenüber Kieselgur:

- Nachhaltigkeit durch einen unerschöpflich nachwachsenden Rohstoff
- Regenerierbarkeit des Filterhilfsmittels
- kaum Entsorgungsbedarf
- grundsätzlich kompostierbare Abfälle
- keine Gefährdung der menschlichen Gesundheit
- weniger Abnutzung von Anlagen, da keine Abrasion.

Da nur die Aufwendungen an Energie und Wasser für die Regeneration auf der Nachteileite stehen, fällt die umweltbezogene Bilanz des Verfahrens überaus günstig aus.

#### **4.10.3 Rechtliche Einordnung: Reinheitsgebot**

Das bayerische Reinheitsgebot, in seiner ursprünglichen Fassung im Jahre 1516 vom bayerischen Herzog Wilhelm IV. erlassen, wurde 1906 mit der Änderung des Biersteuergesetzes in ganz Deutschland eingeführt. Es gilt auch heute noch und läßt als Zutaten zur Herstellung von Bier ausschließlich Malz, Hopfen, Wasser und die später ergänzte Hefe zu [102, 263].

Seit 1993 ist das Reinheitsgebot im Vorläufigen Biergesetz geregelt. Auch nach dessen weitgehendem Außerkrafttreten 2005 regelt die Bierverordnung das Fortgelten seiner Bestimmungen bezüglich der Verwendung von Roh- und Hilfsstoffen [22]. Die für die Filtration maßgebliche Vorschrift steht in § 9 Abs. 6 des Vorläufigen Biergesetzes und bestimmt, daß für Würze und Bier nur mechanisch oder adsorbierend wirkende Stoffe als Klärmittel verwendet werden dürfen und diese wieder entfernt werden müssen, bis auf technisch unvermeidbare Anteile, die gesundheitlich, geruchlich und geschmacklich unbedenklich sind [249].

Anschwemmfiltrationen von Bier erfüllen diese Anforderungen geradezu zwangsläufig. Ist die Biertrübung nach der Filtration spezifikationskonform, können nur Spuren der Filterhilfsmittel enthalten sein. Daß diese tatsächlich im Endprodukt enthalten sein können, ist von der Kieselgurfiltration her bekannt [19, 215], aber eben auch akzeptiert. Häufig wird dies jedoch durch geeignete Nachfilter unterbunden. Hochreine  $\alpha$ -Zellulose aus Buchenholz ist gesundheitlich vollkommen unbedenklich und verhält sich gegen Bier geruchlich wie geschmacklich neutral. Die hier untersuchte Technologie erfüllt diese Kriterien also auch dann, wenn Spuren von Zellulosefasern in das fertige Bier gelangen. Die zusätzliche Verwendung von Kieselsol führte weder bei der Bierbereitung noch bei der laufenden Filterhilfsmitteldosage zu Veränderungen des Siliziumgehalts im Filtrat. Somit konnte gezeigt werden, daß auch diese Technologie mit dem deutschen Reinheitsgebot konform ist.

#### **4.10.4 Vereinbarkeit mit der Herstellung von Ökobier**

##### **Vereinbarkeit mit staatlichen und privaten Biosiegeln in Deutschland**

Die Verwendung des seit 2001 existierenden deutschen staatlichen Biosiegels ist an folgende Voraussetzungen geknüpft: Produktion gemäß den Rechtsvorschriften bezüglich ökologischen Landbaus unter Verwendung von mindestens 95 % Zutaten aus ökologischem Landbau, Verzicht auf Gentechnik in allen Produktionsstufen, Verzicht auf zahlreiche in der konventionellen Produktion zugelassene Zusatzstoffe, erfolgreiche Kontrollen durch eine zugelassene Öko-Kontrollstelle, räumlich oder zeitlich von der nichtökologischen bzw. nichtbiologischen Produktion getrennte Aufbereitung [38].

Die EG-Öko-Basisverordnung (EG) Nr. 834/2007 [246], auch EG-Öko-Verordnung genannt, und die EG-Öko-Durchführungsvorschriften (EG) Nr. 889/2008 [247] geben den Rahmen für die Biosiegel der

Mitgliedsstaaten. Wesentliche Aspekte dieser Normen sind einheitliche Bedingungen im Binnenmarkt, nachhaltiger Fortschritt der ökologischen und biologischen Lebensmittelherstellung und Wahrung der Interessen der Konsumenten. Die EG-Öko-Verordnung regelt Einschränkungen bei der Verwendung von Zusatzstoffen. In Artikel 16 sind Verwendungszwecke aufgeführt, für die sogenannte Positivlisten vorgesehen sind. Die nicht in diesen Listen genannten Stoffe sind bei der Ökoproduktion zum jeweiligen Zweck nicht zugelassen. Für nicht aufgeführte Zwecke gibt es keine Positivlisten [158]. Die Positivliste in Anhang VIII Abschnitt B der Durchführungsvorschriften [247] führt nahezu sämtliche für die Bierklärung bedeutenden Stoffe auf: Bentonit, Kieselgur, Perlit, Siliziumdioxid als Gel oder kolloidale Lösung und Zellulose werden ausdrücklich zugelassen. Nicht erlaubt ist hier lediglich PVPP. Die Mitgliedsstaaten können zwar Ausnahmen bezüglich des Einsatzes konventioneller Produkte zulassen. Die entsprechende Liste des Bundesministeriums für Ernährung und Landwirtschaft enthält jedoch derzeit keinen Eintrag in der Bierklärung eingesetzter Stoffe [241].

Die Bierfiltration mit Zellulosefasern kollidiert also nicht mit den genannten Vorgaben. Die Anschwemmfiltration mit anderen - häufig zellulosehaltigen - Filterhilfsmittelmischungen stellte auch bisher kein Hindernis bei der Verwendung des staatlichen Biosiegels dar und dies gilt auch für die Verwendung reiner Zellulose. Auf Kieselprodukte muß bei der Bioproduktion ebenfalls nicht verzichtet werden. Die beschriebenen Verfahren lassen die Kennzeichnung mit dem staatlichen Biosiegel zu, ausgenommen bei einer Verwendung von PVPP.

Verpackte Bio-Lebensmittel müssen ab Mitte 2011 neben den ggf. verwendeten anderen Kennzeichen - oder auch ausschließlich - das neue EU-Gemeinschaftslogo tragen [246].

Neben den staatlichen bzw. europäischen Biosiegeln gibt es auch private Kennzeichen (meist von Verbänden vergeben), deren Verwendung u. a. zur Einhaltung der in diesem Fall privaten Richtlinien verpflichtet. Da auch diese Öko- bzw. Biolebensmittel den europäischen bzw. nationalen Vorschriften unterliegen, sind die privaten Richtlinien in keinem Fall großzügiger, häufig indessen strenger [158]. Die im Folgenden beispielhaft untersuchten Verbände erlauben ihren Mitgliedern die entsprechende Kennzeichnung nach den Verbandsrichtlinien hergestellter Lebensmittel. Im Einzelnen sind dies die Richtlinien von Biokreis e.V. in Passau [240], Bioland e.V. in Mainz [26], Demeter e.V. in Darmstadt [49] und Naturland e.V. in Gräfelfing [162].

Die Richtlinien dieser Verbände sind sich sehr ähnlich und unterscheiden sich von der EG-Bio-Verordnung vor allem hinsichtlich der hier eingeschränkten landwirtschaftlichen Düngung, der Toleranz gegenüber konventionell hergestellten Zutaten und Einschränkungen bei der Verarbeitung (Verfahren und Hilfsstoffe). Bezogen auf die Bierklärung und -entkeimung sind dies Verbote von:

- Stabilisierung mit Bentonit oder Kieselpräparaten
- Entkeimung mit ionisierenden oder UV-Strahlen (ausgenommen Naturland e.V.)
- Einsatz von Klärhilfsmitteln wie Holzspänen, Aluminiumfolien, pech imprägnierten „Bio-Spänen“.

Bis auf Naturland e.V. nennen die Verbände die Klärung mit Zellulose, textilen Filtern und Membranfiltern, jedoch ohne PVC, PVPP, Asbest oder Bentonit, sowie mit Kieselgur als zulässige Verfahren. Naturland e.V. schränkt allerdings die Zelluloseverwendung auf Baumwolle ein und schließt damit hochreine  $\alpha$ -Zellulose aus. Außer bei nachgewiesenem Mangel entsprechenden Angebots verlangen die Verbände im Unterschied zur EG-Bio-Verordnung 100 % Zutaten aus ökologischer Herstellung, die den Verbandsrichtlinien genügt. Ionisierende Strahlen, Mikrowellen und Mikrobizide sind in allen Erzeugungstufen verboten.

Die beschriebene Filtration mit Zellulosefasern ist bei den untersuchten Bioverbänden mit Ausnahme von Naturland e.V. zulässig, nicht aber die zusätzliche Verwendung von Kieselöl oder PVPP.

### **Vereinbarkeit mit internationalen Ökorichtlinien für Bier**

In der Schweiz gelten mit der Schweizer Bio-Verordnung (910.18) [223] und der Verordnung des Eidgenössischen Volkswirtschaftsdepartements über die biologische Landwirtschaft (910.181) [224] den o.g. EU-Regelwerken sehr ähnliche staatliche Bestimmungen. Es existieren zwei Bioverbände: Bio Suisse in Basel und Demeter in Arlesheim. Bio-Suisse nennt in seinen Weisungen [27] als zulässige Filtrationshilfsmittel Zellulosefilter, textile Filter, Membranen: asbest- und chlorfrei, Kieselgur, Perlite und für alkoholfreies Bier auch Aktivkohle. Die Vorgaben des Demeter-Verbandes erfüllen nach seinen Angaben alle Anforderungen von Bio Suisse. Die Richtlinien dieses Verbandes [51] nennen keine weitergehenden Regelungen für Bier.

In der Schweiz gelten damit dieselben Vorgaben wie in Deutschland: Mit Zellulose und ggf. auch mit Kieselöl filtriertes Bier kann als Biobier gekennzeichnet werden, sofern kein PVPP verwendet wird. Die Zulassung für die privaten Kennzeichen „Knospe“ (Bio Suisse) und „Markenbild“ (Demeter) ist bei Verwendung von Zellulose ebenfalls möglich, nicht aber bei Kieselöl oder Kieselgel.

Die EU-Regelungen gelten auch in den beispielhaft untersuchten weiteren Mitgliedstaaten Belgien, Großbritannien, Niederlande und Österreich. In Österreich und Großbritannien geben nur die nationalen Demeter-Verbände private Regeln für die Ökobierherstellung vor. Wie der deutsche und der schweizerische Verband, sind auch sie Mitglieder bei Demeter-International, setzen dessen Richtlinie [50] um und nennen für Bier dieselben Vorgaben. Auch in den Niederlanden existiert ein nationaler Demeter-Verband mit den o.g. Regeln. Daneben besitzt auch Skal (NL-Zwolle) ein eigenes Bio-Logo, führt jedoch keine eigenen Vorschriften für Bier.

In Belgien ist das eingetragene Warenzeichen des Verbandes „Biogarantie vzw“ (B-Sint-Agatha-Rode) das einzige derartige Logo für Bio-Produkte. Biogarantie besitzt aber keine spezielle Vorschrift für Bier [25]. Manche belgische Unternehmen schließen sich Demeter und Bioland in Deutschland an, manche verwenden mit dem AB-Logo das französische Pendant zum staatlichen deutschen Biosiegel.

Für die Zellulosefiltration gelten in allen untersuchten Ländern also dieselben Bedingungen wie in Deutschland: Zellulose ist für alle Hersteller von Biobieren erlaubt, mit Ausnahme der Mitglieder des Verbandes Naturland e.V. Die zusätzliche Verwendung von Kieselöl ist im Rahmen der staatlichen Regelungen erlaubt, nicht aber bei den privaten Verbänden. Die Klärung von Biobier mit PVPP ist in keinem Fall möglich.

## 5 Zusammenfassung und Ausblick

Hauptziel des Projekts war, die Entwicklung einer kieselgurfreien Filtertechnologie für kleine und mittlere Brauereien voranzubringen. Die durch Gesundheitsrisiko und Entsorgungskosten in Mißkredit geratene Kieselgur soll durch ein regenerierbares Filterhilfsmittel auf Zellulosebasis ersetzt werden. Der Ablauf soll vergleichbar sein zur weitverbreiteten Anschwemmfiltration mit Kieselgur. In diesem Fall können vorhandene Anlagen weitergenutzt und die gewohnte unkomplizierte Handhabung auch bei häufigen Sortenwechseln beibehalten werden, so daß auch der Mittelstand mit großem Sortenspektrum eine wirtschaftliche und nachhaltige Alternative zur Kieselgur- bzw. Querstrommembranfiltration erhält.

Zellulose ist ein nachwachsender, nahezu unerschöpflicher Rohstoff. Die für die Getränkeindustrie relevanten Zellulosefasern werden aus Buchenholz gewonnen. Sie sind in hochreiner und aufbereiteter Form geschmacksneutral und eignen sich zur Anschwemmung.

Im Sinne der Vereinfachung von Forschung und Entwicklung zu diesem Thema wurde eine neue Labormethode zur systematischen Filterhilfsmittelbewertung benötigt. Nach einer Analyse der Verwendbarkeit der in der Literatur beschriebenen Methoden zur Untersuchung der Filtrierbarkeit des Bieres bzw. von Filterhilfsmitteln zeigte der Filtrierbarkeitstest nach RAIBLE günstige Voraussetzungen. Nach Eignungs- und Anpassungsversuchen wurde die Apparatur entsprechend umgebaut. Als Ergebnis zahlreicher Versuche wurde eine Testmethode entwickelt. Der neu beschriebene Filterhilfsmitteltest wurde anhand zahlreicher Untersuchungen erprobt. Er eignet sich als günstige und einfache Alternative zu Pilotversuchen, vor allem bei der Untersuchung von Variationen der Filterhilfsmittelzusammensetzung oder auch anderer Filtrationsparameter.

Das Wissen über die Anschwemmfiltration mit Zellulosefasern konnte deutlich erweitert werden. Für Versuchsfiltrationen im Pilotmaßstab standen zwei Anlagen zur Verfügung: ein Horizontalfilter ohne bewegte Einbauten und ein Kerzenfilter. Ein Filtrierverfahren für beide Filteranlagen, mit Zellulosefasern als Filterhilfsmittel, einschließlich Filterreinigung und Filterhilfsmittelregeneration wurde erarbeitet bzw. adaptiert, beschrieben sowie in über 100 Filtrierversuchen angewendet und untersucht. Das Verfahren an sich ist auf jedem gängigen Anschwemmfilter einsetzbar, der über genügend Raum zur Kuchenbildung und die zur Aufbewahrung und Aufbereitung der Filterhilfsmittelsuspension erforderlichen Gefäße verfügt.

Die Retention der bei dieser Technologie kritischen vorwärtsstreuenden Partikel wurde anhand der Variation der Zusammensetzung des Zellulosefilterhilfsmittels optimiert. Fasermischungen mit einem Anteil von 20 % fibrillierten Fasern an der Trockensubstanz zeigten hier die besten Ergebnisse.

Die Vorwärtsstreuung (25°) reinen Zellulosefiltrats konnte gegenüber früheren Arbeiten erheblich verbessert werden, blieb aber stets > 1,5 EBC. Für glanzfeines Zellulosefiltrat wäre ein weiterer Filtrationsschritt bzw. die schon früher beschriebene zweistufige Zellulosefiltration notwendig. Die erzielbare Trübung des Filtrats entsprach seitlich (90°) gemessen mit < 1,0 EBC der Definition für glanzfeines Bier. Das Filterhilfsmittel ist vollständig regenerierbar. Die mehrfache Regeneration der Zellulosefilterhilfsmittel führt zu einer schärferen Filtration, die mit einer schneller ansteigenden Druckdifferenz einhergeht. Dadurch wird die Standzeit verkürzt.

Druckstöße lassen zwar Trübungsspitzen in das Filtrat gelangen, führen aber nicht zu vorzeitigen Filtrationsabbrüchen und verkürzen die Standzeit nicht. Diese Toleranz ist ein wesentlicher Vorteil der zellulosebasierten Filterhilfsmittel.



Die Filtration kann durch Einsatz von Kieselöl in der Bierbereitung, vor allem bei der Lagerung, entlastet werden. Die mit Kieselöl als zusätzliches Filterhilfsmittel unterstützte Zellulosefiltration wurde erstmals erprobt. Die Ergebnisse sind positiv: Eine Zugabe von  $6 \text{ g hL}^{-1}$  Kieselöl zur laufenden Dosage erhöht zwar die Druckdifferenz, führt aber zu deutlich schärferer Filtration, d.h. erheblich reduzierter Filtrattrübung.

Die filtrierten Biere sind sensorisch kieselgurfiltrierten Vergleichsbieren ebenbürtig. Die Bieranalysen und -verkostungen zeigen nur wenige Unterschiede. Ein bedeutender Vorteil der zellulosebasierten Filterhilfsmittel ist die weitgehende Abwesenheit von Eisen und Aluminium. Im Zellulosefiltrat sind anders als bei Kieselgur keine erhöhten Metallionenkonzentrationen zu finden, deren Vorhandensein vor allem die Geschmacksstabilität beeinträchtigt. Auch die zusätzliche Dosage von Kieselöl führt zu keiner meßbaren Änderung.

Auf dem beschriebenen Stand ist das Verfahren der Zellulosefiltration auch im Maßstab des Mittelstands kostendeckend. Die ökologische Bewertung fällt angesichts des nachwachsenden Rohstoffs, dessen Wiederverwendung und umweltfreundlicher Entsorgungsmöglichkeiten sehr positiv aus. Die Technologie ist konform mit dem Deutschen Reinheitsgebot und mit nationalen, internationalen und den meisten verbandsinternen Richtlinien zur Biobierherstellung. Abgesehen von den Richtlinien der Bioverbände gilt dies auch für den Einsatz von Kieselöl.

Zur weiteren Verbesserung der Technologie ist eine schärfere Raumsiebwirkung erforderlich. Dabei ist die Neigung der kompressiblen Kuchen zur Verblockung eine wesentliche Herausforderung. Eine Möglichkeit wäre, ein weiteres gemeinsam mit Zellulose regenerierbares Hilfsmittel zu finden, das die Kuchen mechanisch stabilisiert, ohne die Permeabilität deutlich zu senken. Ein anderer Weg könnte in der Ausnutzung der weitgehenden Adsorption kleiner Partikel durch die Zellulosefiltration liegen. In diesem Fall müßten die hier verblockend wirkenden größeren Trubteile in einem vorgelagerten Schritt abgetrennt werden.

# Anhang

## Anhang A: Aufbau der Pilothonzontalfilteranlage

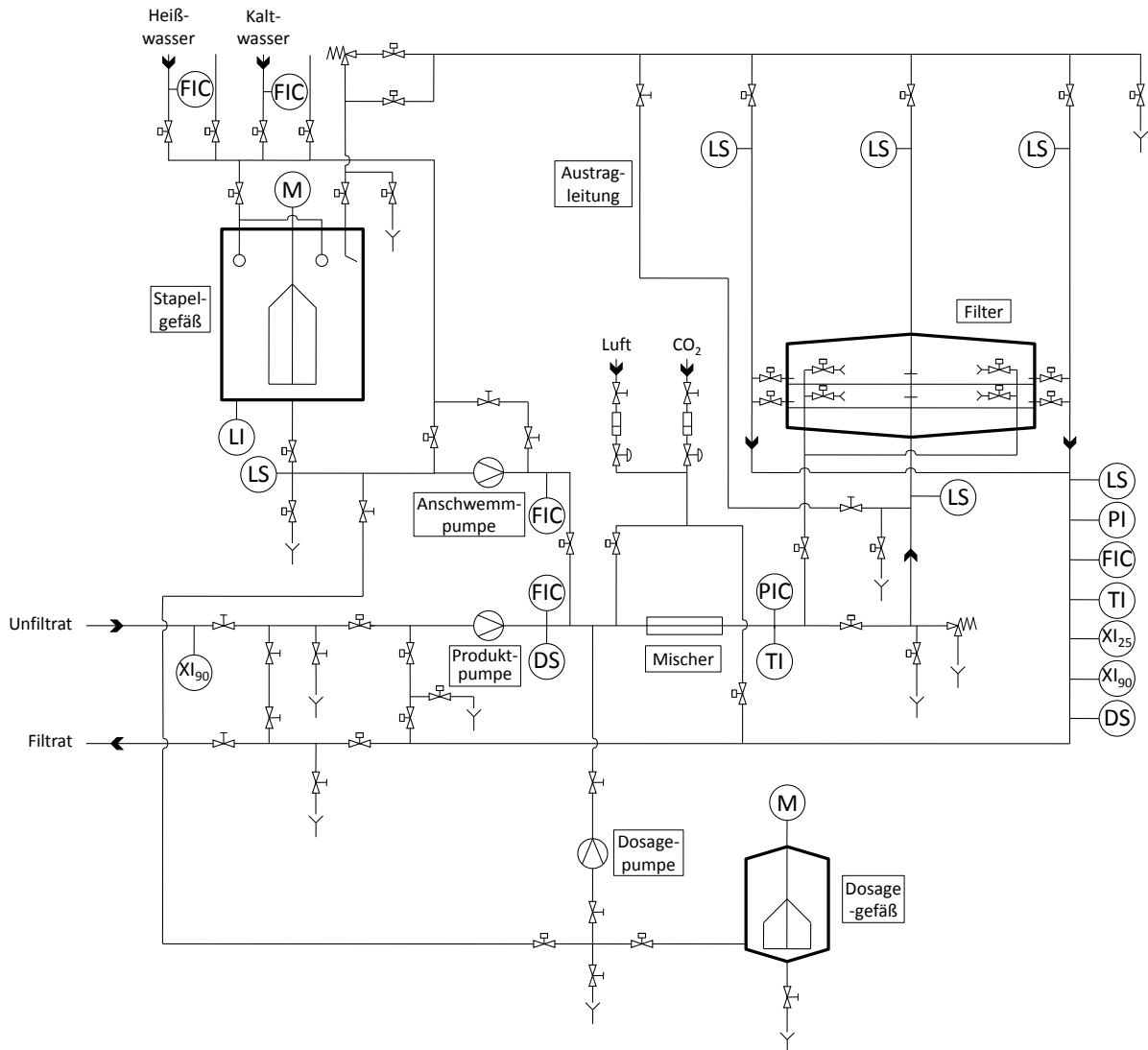
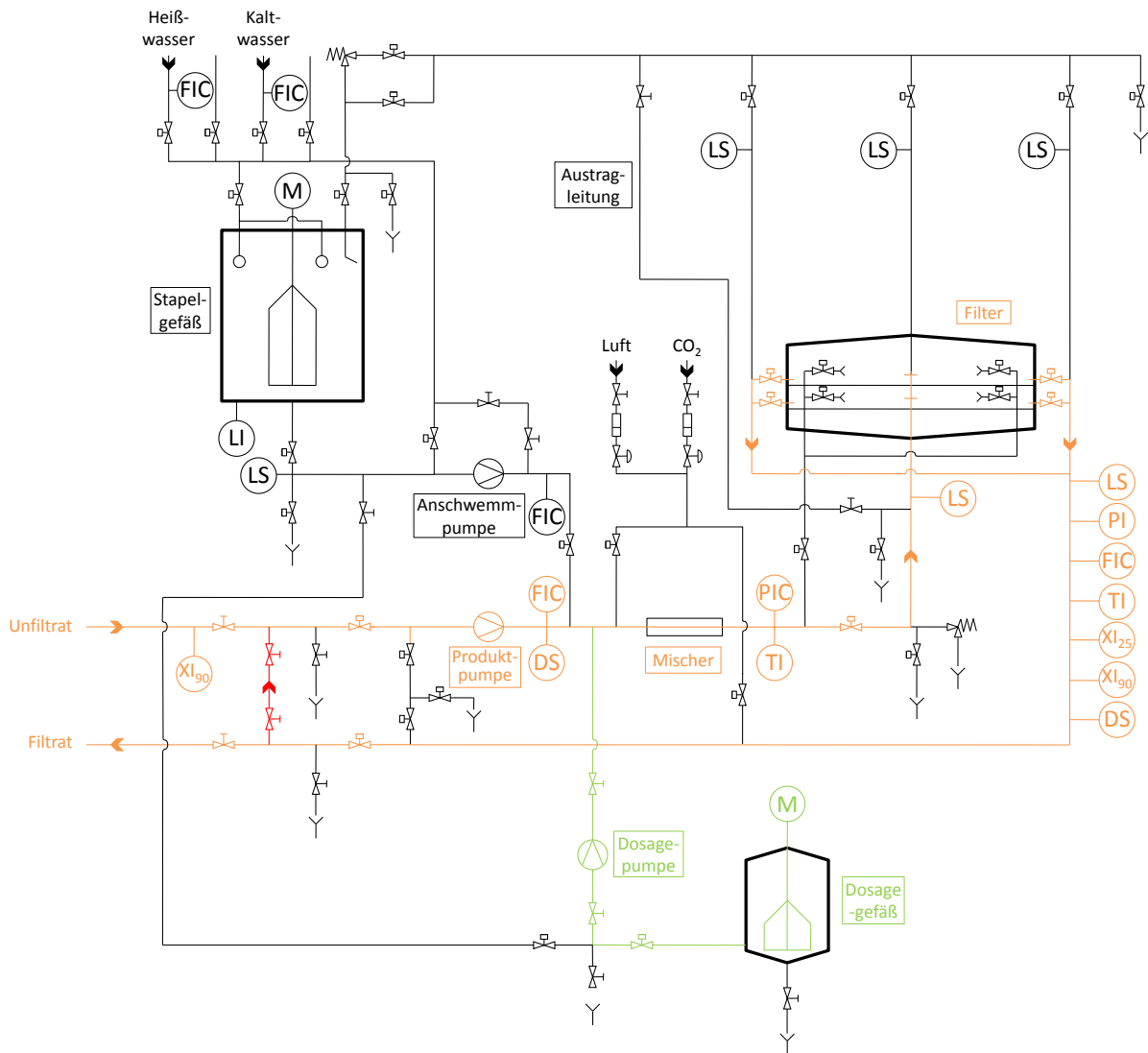


Abb. A.1: Schematische Darstellung der gesamten Pilothonzontalfilteranlage



**Abb. A.2:** Schematische Darstellung der gesamten Pilothorizontalfilteranlage bei laufender isobarer Filtration

## Anhang B: Aufbau der Pilotkerzenfilteranlage

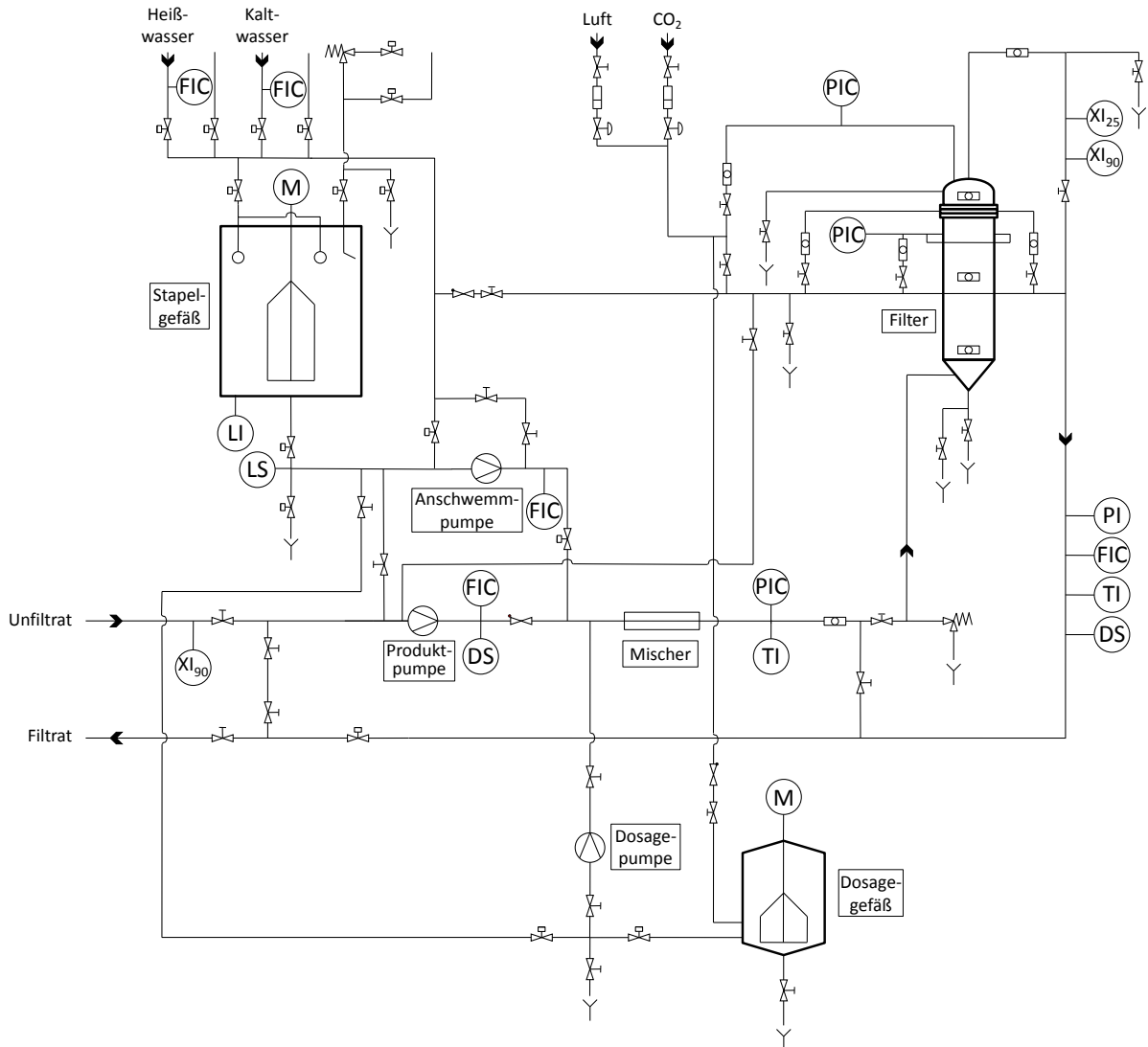


Abb. B.1: Schematische Darstellung der gesamten Pilotkerzenfilteranlage

## Anhang C: Arbeitsablauf am Pilothorizontalfilter (A = 2 m<sup>2</sup>)

### Reinigung (CIP)

- Brauerei-CIP-Kreislauf aufbauen
- Filterventile wie bei Filtration schalten, Vorlauf ist Unfiltrateinlauf, Rücklauf ist Filtratauslauf
- CIP-Programm starten
- sämtliche Filterleitungen mit allen Medien spülen
- Stapel- und Dosagegefäß mit jeweiligem Medium etwas befüllen und wieder entleeren
- ganzes System gut mit Wasser spülen
- Filter unter Wasser und unter Druck stehen lassen

### Filtrat-/Unfiltrat-Schläuche reinigen/dämpfen

#### FHM aktivieren

- Stapelgefäß mit Kaltwasser füllen
- Sprühköpfe im Stapelgefäß abschrauben, Rührwerk anschalten
- Natronlauge und FHM zugeben
- Kreislauf zum Suspendieren und Homogenisieren der FHM fahren
- nach 30 min Rührwerk und Innenwand des Stapelgefäßes mit Kaltwasser abspülen
- nach 60 min vollständige Homogenisierung der FHM-Suspension überprüfen
- Kreislauf beenden
- Leitungen spülen
- Sprühköpfe im Stapelgefäß anschrauben
- Innenwand des Stapelgefäßes spülen

#### aktiviertes FHM auf den Filter anschwemmen

- Filter über die Produktpumpe (3 % Leistung) im Kreislauf fahren
- Anschwemmung über die Anschwemmpumpe (70-80 %) starten
- gesamte Menge FHM anschwemmen
- Anschwemmung beenden
- Leitungen spülen
- Stapelgefäß spülen
- Zählerstände des Durchfluß-Meßgerätes am Filter auf Null setzen
- FHM mit Kaltwasser laugefrei spülen

#### aktiviertes und angeschwemmtes FHM in das Stapelgefäß austragen

- Wasserdruck von ca. 1,5-2,0 bar sicherstellen
- Rührwerk im Stapelgefäß anschalten
- Wasser mit hohem Volumenstrom über die Düsen in den Filter bringen
- Wasser aus Filter mit Luft verdrängen
- überprüfen, daß keine groben FHM-Reste mehr im Filter sind, ansonsten Vorgang wiederholen
- Filter mit Kaltwasser füllen und dieses mit Luft verdrängen
- Vorgang so lange wiederholen, bis Filter faserfrei
- Leitungen spülen
- FHM-Probe am Stapelgefäß nehmen, Trockensubstanz bestimmen
- Rührwerk am Stapelgefäß ausschalten, Füllstand protokollieren

## **FHM sedimentieren lassen**

### **Wasser über dem FHM abziehen**

#### **FHM in das Dosagegefäß umpumpen**

- FHM komplett über die Anschwemmpumpe (60-70 % Leistung) mittels Schlauch in das Dosagegefäß umpumpen
- Leitungen spülen
- Rührwerk am Stapelgefäß aus- und am Dosagegefäß einschalten
- Stapelgefäß spülen
- Füllstand des Dosagegefäßes protokollieren
- aus der Trockensubstanz und dem Füllstand das benötigte Volumen für die Voranschwemmung und die Einstellung der Dosagepumpe für die laufende Dosage berechnen

#### **Filter entlüften**

- Filter mit Kaltwasser füllen
- Filtratleitung entlüften
- Filter über die Produktpumpe (60 % Leistung) im Kreislauf fahren
- Filter entlüften

#### **Druckdifferenz-Test durchführen**

- Filter muß mit Kaltwasser gefüllt sein
- Filter über die Produktpumpe ( $60 \text{ hL h}^{-1}$ ) im Kreislauf fahren
- Auslauf-Druck auf 1,5 bis 2,0 bar einregeln
- Druckdifferenz protokollieren
- Produktpumpe auf  $30 \text{ hL h}^{-1}$  absenken und Ventilreihe von Element 2 schließen
- Druckdifferenz von Element 1 protokollieren
- Ventilreihe von Element 2 öffnen und Ventilreihe von Element 1 schließen
- Druckdifferenz von Element 2 protokollieren

#### **Voranschwemmung**

- FHM befindet sich aktiviert, laugefrei und homogen im Dosagegefäß
- Filter über die Produktpumpe ( $20 \text{ hL h}^{-1}$ ) im Kreislauf fahren
- Voranschwemmung über die Anschwemmpumpe (70-80 %) starten
- benötigtes Volumen durch Auffangen der verdrängten Wassermenge am Gully auslitern
- Voranschwemmung beenden
- Filter weiter über die Produktpumpe ( $20 \text{ hL h}^{-1}$ ) für mindestens 10 min im Kreislauf fahren
- Leitungen spülen

#### **Filtrieren**

- Filtrattank mit  $\text{CO}_2$  auf 0,6-0,8 bar vorspannen
- entgastes Wasser vor dem Filter vorschießen lassen
- Kreislauf am Filter beenden
- Zählerstände des Durchfluß-Meßgerätes am Filter auf Null setzen
- Kaltwasser mit entgastem Wasser verdrängen (ca. 300 L)
- anschließend Filter wieder über die Produktpumpe ( $10 \text{ hL h}^{-1}$ ) im Kreislauf fahren
- Bier am Verschneidbock und dann vor dem Filter vorschießen lassen
- Unfiltrattrübung ( $90^\circ$ ) sollte kleiner als 100 EBC sein
- Bier auf Filter bringen, wenn Stammwürze am Einlauf  $> 8^\circ\text{Plato}$  ist
- Kreislauf beenden, Zählerstände des Durchfluß-Meßgerätes am Filter auf Null setzen

- Produktpumpe anschalten ( $10 \text{ hL h}^{-1}$ ) und zunächst Gully am Auslauf öffnen
- Dosagepumpe anschalten und einstellen
- Druck und Durchfluß beobachten und ggf. über manuelle Auslaufklappe nachregeln
- Bier auf den Filtrattank bringen, wenn Stammwürze am Auslauf  $> 8 \text{ }^\circ\text{Plato}$
- entgastes Wasser auf den Filter bringen, wenn Filtration beendet werden soll
- Dosagepumpe ausschalten, wenn Stammwürze am Einlauf  $< 8 \text{ }^\circ\text{Plato}$
- Filtration beenden, wenn Stammwürze am Auslauf  $< 8 \text{ }^\circ\text{Plato}$

**FHM regenerieren**

- FHM auf dem Filter mit Kaltwasser spülen, bis Stammwürze am Auslauf  $< 1 \text{ }^\circ\text{Plato}$
- FHM mit Warmwasser (ca.  $50 \text{ }^\circ\text{C}$ ) bis zur Schaumfreiheit spülen
- FHM in das Stapelgefäß austragen (s.o.)
- Rührwerk im Stapelgefäß anschalten
- Natronlauge zugeben und für mindestens 60 min rühren und dann Rührwerk abschalten
- FHM sedimentieren lassen
- Lauge über dem FHM abziehen
- Rührwerk im Stapelgefäß anschalten
- FHM mit Phosphorsäure neutralisieren
- FHM auf den Filter anschwemmen (s.o.) und dann Rührwerk abschalten
- FHM mit  $30 \text{ hL h}^{-1}$  mit 6 hL Kaltwasser spülen (s.o.)
- FHM in das Stapelgefäß austragen
- Rührwerk im Stapelgefäß anschalten
- FHM-Probe am Stapelgefäß nehmen, Trockensubstanz bestimmen
- Rührwerk am Stapelgefäß ausschalten, Füllstand protokollieren
- FHM sedimentieren lassen

**Trenddatei verarbeiten**

## Anhang D: Arbeitsablauf am Pilotkerzenfilter [133]

### Reinigung (CIP)

- Brauerei-CIP-Kreislauf aufbauen
- Filterventile wie bei Filtration schalten, Vorlauf ist Unfiltrateinlauf, Rücklauf ist Filtratauslauf
- CIP-Programm starten
- sämtliche Filterleitungen mit allen Medien spülen
- Dosagegefäß mit jeweiligen Medien etwas befüllen, Dosagepumpe anschalten, darauf achten, daß das Dosagegefäß nicht leergefahren wird
- ganzes System gut mit Wasser spülen
- Filter unter Wasser stehen lassen

### Wasser mit CO<sub>2</sub> verdrängen

- CO<sub>2</sub> und Auslaufdruck-Meßgerät an Filter anschließen und diesen über Leitung unter Druck setzen
- unteres oder seitliches Konusventil öffnen
- Wasser komplett aus dem Filter verdrängen, Druck ablassen

### Entlüften mit entgastem Wasser

- Unfiltrateinlauf am Filter ist geschlossen
- im Drucktankeller entgastes Wasser anschließen und Ventile öffnen
- Unfiltratventil öffnen, Filter mit entgastem Wasser befüllen, dabei alle Entlüftungsventile öffnen
- alle Entlüftungsleitungen blasenfrei spülen
- Produktpumpe einschalten (35 % Leistung)
- erneut alle Leitungen entlüften
- Auslaufventil der Anschwemmpumpe öffnen, entgastes Wasser in Dosagegefäß drücken bis Leitung luftfrei, Dosagegefäß bei Bedarf mit entgastem Wasser befüllen
- Filtratschlauch zum Drucktank entlüften

### Dosage anrühren

- FHM abwiegen
- Dosagebehälter mit entgastem Wasser befüllen, Rührwerk einschalten, FHM möglichst klumpenfrei einrühren
- Dosagegefäß bis auf gewünschte Höhe auffüllen
- prüfen ob Ein- und Auslauf der Dosagepumpe geöffnet
- wenn möglich Anschwemmleitung mit entgastem Wasser entlüften

### Anschwemmen

- Filter auf Kreislauf schalten
- Unfiltratventil (Filtereinlauf) schließen
- Produktpumpe ist eingeschaltet
- Anschwemmpumpe einschalten, dann Ventil an deren Druckseite voll öffnen
- Entlüftungsventil leicht öffnen (Sollzeit der Anschwemmung: ca. 5 min)
- zur Anschwemmung gewünschte Menge in den Filter fahren (Kontrolle über Niveau im Dosagegefäß oder mit Hilfe von Meßbechern am Entlüftungsventil; letzteres ist genauer und erlaubt ein schnelles Schließen des Entlüftungsventils, wenn die Menge im Filter ist)
- Entlüftungsventil schließen
- Auslaufventil Anschwemmpumpe schließen, Anschwemmpumpe abschalten



**Kreislaufbetrieb zum Kuchenaufbau**

- Filter so lange im Kreislauf fahren, bis 25°-Trübung niedrig ist (im Bereich von 0,3 EBC)
- je nach FHM(-mischung) kann dies 10-30 min dauern
- sobald der FHM-Kuchen aufgebaut und die Trübung akzeptabel ist, Produktpumpe stufenweise nach unten regeln (in 2 %-Schritten) und Durchfluß auf ca. 10 hL h<sup>-1</sup> einstellen
- Bier am Verschneidbock vorschießen lassen

**Entgastes Wasser mit Bier verdrängen**

- am Verschneidbock ist Bierventil geöffnet, Filtereinlauf ist geschlossen
- vor dem Filter über T-Stück Bier vorschießen lassen
- Filtereinlauf öffnen
- Entlüftungsventil öffnen und entgastes Wasser mit Bier in den Gully verdrängen; dazu Kreislaufventil schließen, Filtratauslauf schließen, Ventil an horizontaler Leitung langsam und nur wenig öffnen (auf Durchfluß und Auslaufdruck achten und etwa konstant halten) und über Gullyventil in Gully fahren

**Filtration**

- sobald Bier am Filtratauslauf > 8 °Plato, kann unter Beachtung des Durchflusses und des Auslaufdruckes (> Sättigungsdruck des Bieres) auf den Tank umgestellt werden
- nach Umstellung sofort Dosagepumpe einschalten, Spülung der Dosagepumpe einschalten
- alle Parameter kontrollieren und regelmäßig aufschreiben
- Filtratauslauf verkosten
- eventuell biologische Probe nehmen
- Gär- und Lager- bzw. Drucktankkeller regelmäßig überprüfen
- wenn Filtration beendet werden soll, Bier mit entgastem Wasser verdrängen
- Wasserventil im Drucktankkeller öffnen
- Bierventil bzw. Verschneidbock schließen
- eventuell entgastes Wasser vorschießen lassen
- Bier mit Wasser aus dem System verdrängen (Dauer: ca. 15 min)
- sobald Wasser-/Biergemisch am Auslauf ankommt, umstellen auf Gully, Filtratleitung schließen, FHM-Kuchen spülen und regenerieren
- von entgastem Wasser auf normales Wasser umstellen
- in Gully spülen bis Trübung sinkt bzw. Trübung im Schauglas weg ist (ca. 10-15 min)

**Regeneration**

- mit Warmwasser spülen (ca. 50 °C, 10 min),
- mit Heißwasser spülen (> 70 °C mindestens 10 min, Pumpe auf > 20 hL h<sup>-1</sup>)
- eventuelle Reste aus Dosagegefäß in den Filter fahren
- Dosagegefäß säubern, dann mit ca. 20 L Heißwasser füllen
- ca. 6 L Lauge ins Dosagegefäß geben
- Filter auf Kreislauf schalten, Filtereinlauf schließen, Lauge über Anschwemmpumpe in den Filter drücken, Gully öffnen bis Lauge im Filter (dabei keine Luft einbringen)
- Lauge im Kreislauf fahren (ca. 30 min)
- Lauge mit Heißwasser aus Filter verdrängen, Filtereinlauf öffnen, Gully langsam öffnen
- Dosagebehälter erneut mit Heißwasser befüllen, 6 L Lauge dazugeben
- zweiter Laugekreislauf (s.o.)
- Lauge mit Heißwasser aus Filter in Gully verdrängen (ca. 10-15 min)

- Kaltwasser fahren, Filter abkühlen, dabei Entlüftungsleitungen der Filtratseite spülen (ca. 10-15 min)
- auf pH-Neutralität prüfen

#### **FHM-Kuchen austragen**

- Filter befindet sich im Kreislauf
- Gullyventil schließen, Filter mit voll geöffnetem CO<sub>2</sub>-Ventil über Wandspülung unter Druck setzen
- über links angebrachte Entlüftungsleitung Wasser aus Filter verdrängen
- Produktpumpe abschalten, sobald Wasser aus der Entlüftungsleitung austritt
- sobald Wasserspiegel am unteren Schauglas ankommt, unteres Konusventil öffnen
- Ventil solange geöffnet halten, bis Wasser vollständig aus dem Filter entfernt ist; fällt FHM von den Kerzen ab, muß das Ventil sofort geschlossen werden
- wenn Wasser aus dem Filter entfernt ist, Druck über ein Entlüftungsventil ablassen
- Kerzen mit Wasser über Filtratleitung rückwärts spülen, damit FHM-Kuchen abfällt, ganz kurz CO<sub>2</sub> öffnen
- über Austragventil am Konus das FHM in einen Behälter austragen
- Austragventil schließen, Wandung kurz spülen, erneut austragen

#### **Filter spülen**

- Druck vollständig entweichen lassen
- unteres Konusventil öffnen
- Filtratleitung öffnen und Kerzen rückwärts spülen, CO<sub>2</sub> öffnen (für ca. 5 s), um Reste des FHM in den Kerzenspalten zu entfernen; diesen Vorgang 10-12 mal wiederholen
- Kerzen auf Sauberkeit überprüfen
- sämtliche Leitungen abwechselnd mit Wasser spülen
- nach Spülungen Filter mit Wasser befüllen

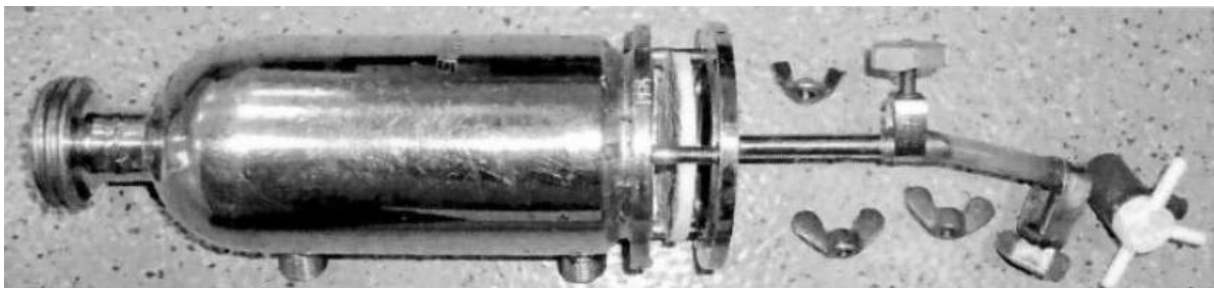
## Anhang E: Photographien der Laborfilter



Abb. E.1: Photographie des Raible-Filtrationszylinders mit Kennzeichnung der erprobten Zapfenpositionen



**Abb. E.2:** Photographie des EBC-Filters zur Permeabilitätsbestimmung nach DARCY



**Abb. E.3:** Photographie des zur Bestimmung des Wasserwertes verwendeten Laborfilters

## Anhang F: Standardanalysenmethoden

Tab. F.1: Liste der angewandten Standardanalysenmethoden

Methodenname	Vorschrift
Silizium	DIN EN ISO 11885 E22 [125]
Phosphor	DIN EN ISO 11885 E22
Bor	DIN EN ISO 11885 E22
Barium	DIN EN ISO 11885 E22
Kobalt	DIN EN ISO 11885 E22
Molybdän	DIN EN ISO 11885 E22
Strontium	DIN EN ISO 11885 E22
Arsen	DIN EN ISO 11969 D18 [126]
Kalzium	DIN EN ISO 11885 E22
Magnesium	DIN EN ISO 11885 E22
Kalium	DIN EN ISO 11885 E22
Natrium	DIN EN ISO 11885 E22
Eisen	DIN EN ISO 11885 E22
Kupfer	DIN EN ISO 11885 E22
Mangan	DIN EN ISO 11885 E22
Zink	DIN EN ISO 11885 E22
Aluminium	DIN EN ISO 11885 E22
Osmolalität	Bestimmung mittels CryoStar, Fa. Funke - Dr. N. Gerber Labortechnik (Berlin)
Laborquotient	MEBAK II 2.10.2 [159]
Stammwürze	MEBAK II 2.10.6.3
Alkohol	MEBAK II 2.10.6.3
scheinbarer Extrakt	MEBAK II 2.10.6.3
wirklicher Extrakt	MEBAK II 2.10.6.3
Vergärungsgrad	MEBAK II 2.10.6.3
pH	MEBAK II 2.14
Gesamt-Stickstoff	MEBAK II 2.8.1.1
hochmolekularer Stickstoff	MEBAK II 2.8.3.1
niedermolekularer Stickstoff	MEBAK II 2.8.3.2
mittelmolekularer Stickstoff	MEBAK II 2.8.3.2
FAN (leicht assimilierbarer Stickstoff)	MEBAK II 2.8.4.1.1
Gesamtpolyphenole	MEBAK II 2.17.1
Anthozyanogene	MEBAK II 2.17.2
Tannoide	MEBAK II 2.17.3
β-Glucane	MEBAK II 2.5.2
Filtrierbarkeit	MEBAK II 2.21.1
DLG-Verkostung / Triangel-Test	MEBAK II 2.34.3
Bitterstoffe	MEBAK III 3.1.1 [179]

## Anhang G: Einzelergebnisse der Mineralstoffbestimmung

Tab. G.1: Mineralstoffgehalt bei einer Zellulose- und einer Vergleichsfiltration (Charge 1)

Element	Einheit	Unfiltrat	Zellulosefiltrat	Kieselgurfiltrat
Aluminium	mg L <sup>-1</sup>	0,09	0,09	0,20
Arsen	mg L <sup>-1</sup>	< 0,004	< 0,004	0,011
Barium	mg L <sup>-1</sup>	0,02	0,02	0,03
Bor	mg L <sup>-1</sup>	0,08	0,14	0,10
Eisen	mg L <sup>-1</sup>	< 0,02	< 0,02	0,10
Kalium	mg L <sup>-1</sup>	568	564	560
Kalzium	mg L <sup>-1</sup>	88,9	89,9	89,2
Kobalt	mg L <sup>-1</sup>	< 0,010	< 0,010	< 0,010
Kupfer	mg L <sup>-1</sup>	0,07	0,07	0,06
Magnesium	mg L <sup>-1</sup>	87,6	87,8	86,8
Mangan	mg L <sup>-1</sup>	0,12	0,12	0,13
Molybdän	mg L <sup>-1</sup>	< 0,010	< 0,010	< 0,010
Natrium	mg L <sup>-1</sup>	4,3	6,5	5,0
Phosphor	mg L <sup>-1</sup>	298,0	293,0	292,0
Silizium	mg L <sup>-1</sup>	24,9	24,7	24,8
Strontium	mg L <sup>-1</sup>	0,090	0,090	0,093
Zink	mg L <sup>-1</sup>	< 0,01	< 0,01	< 0,01

Tab. G.2: Mineralstoffgehalt bei einer Zellulosefiltration mit einer zusätzlichen Kieseloldosage von 8 g hL<sup>-1</sup> und einer Vergleichsfiltration (Charge 2)

Element	Einheit	Unfiltrat	Zellulose- Kieselolfiltrat	Kieselgurfiltrat
Aluminium	mg L <sup>-1</sup>	0,07	0,08	0,14
Arsen	mg L <sup>-1</sup>	< 0,004	< 0,004	0,009
Barium	mg L <sup>-1</sup>	0,02	0,02	0,02
Bor	mg L <sup>-1</sup>	0,13	0,16	0,11
Eisen	mg L <sup>-1</sup>	< 0,02	< 0,02	0,07
Kalium	mg L <sup>-1</sup>	562	553	560
Kalzium	mg L <sup>-1</sup>	78,2	79,5	78,6
Kobalt	mg L <sup>-1</sup>	< 0,010	< 0,010	< 0,010
Kupfer	mg L <sup>-1</sup>	0,07	0,07	0,07
Magnesium	mg L <sup>-1</sup>	87,2	86,5	87,4
Mangan	mg L <sup>-1</sup>	0,13	0,13	0,14
Molybdän	mg L <sup>-1</sup>	< 0,010	< 0,010	< 0,010
Natrium	mg L <sup>-1</sup>	3,8	6,3	4,4
Phosphor	mg L <sup>-1</sup>	286,0	281,0	282,0
Silizium	mg L <sup>-1</sup>	25,5	25,3	25,0
Strontium	mg L <sup>-1</sup>	0,090	0,090	0,090
Zink	mg L <sup>-1</sup>	< 0,01	< 0,01	< 0,01

# Abbildungsverzeichnis

Abb. 2.1:	Ausschnitt aus der Strukturformel von Zellulose.....	9
Abb. 2.2:	Sedimentationsverhalten von Zellulose und Kieselgur im Vergleich .....	10
Abb. 2.3:	RHA-Partikel unter dem REM.....	14
Abb. 3.1:	Aufstellvorschlag des Herstellers für den Pilothorizontalfilter .....	22
Abb. 3.2:	Photographie des Pilothorizontalfilters mit zwei Filterelementen .....	22
Abb. 3.3:	Produktströme im Pilothorizontalfilter.....	23
Abb. 3.4:	Funktionsweise des Spaltsiebbodens mit Filterkuchen im Pilothorizontalfilter.....	23
Abb. 3.5:	Strömung durch die Filterelemente des Pilothorizontalfilters.....	24
Abb. 3.6:	Aufbau des Pilotkerzenfilters .....	26
Abb. 3.7:	Aufbauschema des Filtertubes .....	27
Abb. 3.8:	Versuchsaufbau des Modifizierten Raible-Tests .....	28
Abb. 3.9:	Versuchsaufbau zur Permeabilitätsbestimmung nach DARCY .....	29
Abb. 3.10:	Versuchsaufbau zur Bestimmung des Wasserwertes .....	30
Abb. 4.1:	Photographien von FHM1 im Hellfeld.....	34
Abb. 4.2:	Photographien von FHM2 im Hellfeld.....	34
Abb. 4.3:	Photographien von FHM3 im Hellfeld.....	34
Abb. 4.4:	Photographien von FHM4 im Hellfeld.....	34
Abb. 4.5:	Photographien von FHM5 im Hellfeld.....	35
Abb. 4.6:	Photographien von FHM6 im Hellfeld.....	35
Abb. 4.7:	Photographien von PVPP (Divergan F) im Hellfeld.....	35
Abb. 4.8:	Photographien von Kieselsol (Spindasol SB3) im Hellfeld.....	35
Abb. 4.9:	Photographie von RHA (MaxFlo) im Hellfeld .....	36
Abb. 4.10:	Photographien von RHA (MaxFlo) im Hellfeld .....	36
Abb. 4.11:	Einfluß der Regeneration von RHA auf Trübung, Bierfarbe und $F_{spez}$ .....	40
Abb. 4.12:	Auswirkungen variierten RHA-Anteils am Filterhilfsmittel .....	40
Abb. 4.13:	Auswirkungen variierten RHA-Anteils am Filterhilfsmittel nach dreimaliger Regeneration.....	41
Abb. 4.14:	Photographie der Ablagerung auf Rührfischchen nach der Regeneration von RHA .....	42
Abb. 4.15:	Vergleich der Einlagen nach Membranfiltration von Filtraten des Angepaßten Raible- Tests mit bzw. ohne RHA.....	42
Abb. 4.16:	Zeitlicher Verlauf der Trübung am Auslauf des Adsorptionskapazitätstests .....	43
Abb. 4.17:	Photographie eines Raiblefilterkuchens aus Zellulosefasern mit „Loch“ .....	45
Abb. 4.18:	$F_{spez}$ einzelner FHM bei Vollfüllen des Filtrationszylinders.....	46
Abb. 4.19:	Vollfüllen des Zylinders: Photographie eines Raiblefilterkuchens aus Zellulosefasern ....	46

Abb. 4.20:	Photographie der oben in den Raiblefilter eingebauten Zapfen .....	47
Abb. 4.21:	Längsschnitt durch den Filtrationszylinder des Raible-Testaufbaus .....	47
Abb. 4.22:	Querschnitt durch einen Dralleinsatz mit konvexer Form .....	48
Abb. 4.23:	Photographien der untersuchten Dralleinsätze .....	48
Abb. 4.24:	Aufbau des Dralleinsatz-Gitters .....	49
Abb. 4.25:	Photographie eines über Dralleinsatz angeschwemmten Raiblefilterkuchens als Beispiel.....	49
Abb. 4.26:	1,0 bar: Vergleich des Wasser- $F_{spez}$ bei unterschiedlichen Dralleinsätzen .....	49
Abb. 4.27:	0,7 bar: Vergleich des Wasser- $F_{spez}$ bei unterschiedlichen Dralleinsätzen .....	50
Abb. 4.28:	0,5 bar: Photographie eines ungleichmäßigen Raiblefilterkuchens .....	51
Abb. 4.29:	0,5 bar: Vergleich des Wasser- $F_{spez}$ bei unterschiedlichen Dralleinsätzen .....	51
Abb. 4.30:	0,7 bar: Photographie eines Raible-Filterkuchens .....	52
Abb. 4.31:	Erhöhte Einwaage: Vergleich des Wasser- $F_{spez}$ bei unterschiedlichen Dralleinsätzen .....	52
Abb. 4.32:	Auswirkung der schrittweisen Erhöhung der Anschwemmbehälter-Einwaage bei FHM2 (akt) .....	54
Abb. 4.33:	Auswirkung der schrittweisen Erhöhung der Anschwemmbehälter-Einwaage bei FHM5 (akt) .....	54
Abb. 4.34:	Überprüfung des Überdrucks im Raiblefilter mit ZMIX1 (akt).....	55
Abb. 4.35:	Überprüfung des Überdrucks im Raiblefilter mit ZMIX4 (akt).....	56
Abb. 4.36:	Auswirkungen variierten Zelluloseanteils in Kieselgur .....	58
Abb. 4.37:	Auswirkungen schrittweisen Austausches der Zellulosemischung mit Kieselgur.....	58
Abb. 4.38:	Einfluß variiertes PVPP-Zugabe auf die Ergebnisse des Angepaßten Raible-Tests.....	59
Abb. 4.39:	Einfluß variiertes Kieselzolzugabe auf die Ergebnisse des Angepaßten Raible-Tests.....	60
Abb. 4.40:	Auswirkungen multipler Regeneration des Zellulosefilterhilfsmittels .....	61
Abb. 4.41:	Zusammenhang von Trübung 90° bzw. 25° und $F_{spez}$ beim Angepaßten Raible-Test nach multipler Regeneration .....	61
Abb. 4.42:	Einfluß der Regenerationsdauer auf die Ergebnisse des Angepaßten Raible-Tests.....	62
Abb. 4.43:	Verlaufsbeispiel einer Voranschwemmung auf dem Pilothorizontalfilter .....	65
Abb. 4.44:	Trübungs- und Druckverhältnisse am Ende der Voranschwemmung und beim nachfolgenden Kreislaufbetrieb.....	66
Abb. 4.45:	Schrittfolge und Temperaturverlauf einer beispielhaften Reinigung des Pilothorizontalfilters.....	67
Abb. 4.46:	Verlauf einer Filtration mit reiner Zellulosemischung und mit einem Filterelement, Beispiel 1 .....	68
Abb. 4.47:	Verlauf einer Filtration mit reiner Zellulosemischung und mit einem Filterelement, Beispiel 2 .....	68
Abb. 4.48:	Verlaufsbeispiel für Filtrationen mit einer reinen Zellulosemischung und mit zwei Filterelementen.....	69



---

Abb. 4.49:	Filtrationsverlaufsbeispiel am Pilotkerzenfilter mit einer reinen Zellulosemischung .....	71
Abb. 4.50:	Trübungsverlauf bei nachgeschaltetem Trapfilter, Beispiel 1 .....	72
Abb. 4.51:	Trübungsverlauf bei nachgeschaltetem Trapfilter, Beispiel 2 .....	72
Abb. 4.52:	Filtrationsverlauf bei variiertem Volumenstrom.....	73
Abb. 4.53:	Prinzip der Filtration mit konstanter Druckdifferenz .....	74
Abb. 4.54:	Verlauf einer Filtration mit konstanter Druckdifferenz.....	75
Abb. 4.55:	Filtrationsverlauf bei Variation der laufenden Dosage .....	76
Abb. 4.56:	Filtrationsverlauf bei Kreislaufbetrieb während der Filtration .....	77
Abb. 4.57:	Trübungsverlauf am Pilothonzontalfilter mit ZMIX1 (akt und 1 x reg) .....	77
Abb. 4.58:	Trübungsverlauf am Pilothonzontalfilter mit ZMIX2 (akt und 1 x reg) .....	78
Abb. 4.59:	Trübungsverlauf am Pilothonzontalfilter mit ZMIX3 (akt und 1 x reg) .....	78
Abb. 4.60:	Trübungsverlauf am Pilothonzontalfilter mit ZMIX4 (akt und 1 x reg) .....	79
Abb. 4.61:	Verbesserung der Klärwirkung nach einmaliger Regeneration unterschiedlicher Filterhilfsmittelmischungen .....	80
Abb. 4.62:	Klärwirkung bei unterschiedlichen Anteilen fibrillierter Fasern .....	80
Abb. 4.63:	Gegenüberstellung von Permeabilität und spezifischem Filterkuchenwiderstand .....	81
Abb. 4.64:	Spezifischer Filterkuchenwiderstand bei ZMIX1 (akt und 1 x reg).....	82
Abb. 4.65:	Spezifischer Filterkuchenwiderstand bei ZMIX2 (akt und 1 x reg).....	82
Abb. 4.66:	Spezifischer Filterkuchenwiderstand bei ZMIX3 (akt und 1 x reg).....	83
Abb. 4.67:	Spezifischer Filterkuchenwiderstand bei ZMIX4 (akt und 1 x reg).....	83
Abb. 4.68:	Einfluß der Anzahl absolvierter Regenerationszyklen auf Filtrattrübung und Druckdifferenz.....	84
Abb. 4.69:	Einfluß der Anzahl absolvierter Regenerationszyklen auf die Filterstandzeit.....	84
Abb. 4.70:	Übersicht und zeitlicher Verlauf der Versuche mit Vorklärung durch Kieselsol .....	85
Abb. 4.71:	Verlauf der Trübung (25°) bei Vorbehandlung mit Kieselsol.....	86
Abb. 4.72:	Verlauf der Trübung (90°) bei Vorbehandlung mit Kieselsol.....	86
Abb. 4.73:	Einsatz von Kieselsol in der laufenden Dosage, Trübung (25°) des konventionell hergestellten Bieres .....	88
Abb. 4.74:	Einsatz von Kieselsol in der laufenden Dosage, Trübung (90°) des konventionell hergestellten Bieres .....	88
Abb. 4.75:	Einsatz von Kieselsol in der laufenden Dosage, Trübung (25°) des als Jungbier vorgeklärten Bieres .....	89
Abb. 4.76:	Einsatz von Kieselsol in der laufenden Dosage, Trübung (90°) des als Jungbier vorgeklärten Bieres .....	89
Abb. 4.77:	Einsatz von Kieselsol oder PVPP in der laufenden Dosage, Trübung (25°) .....	90
Abb. 4.78:	Einsatz von Kieselsol oder PVPP in der laufenden Dosage, Trübung (90°) .....	90

Abb. 4.79:	Verlauf der Druckdifferenz bei unterschiedlicher laufender Dosage am Pilothonzontalfilter .....	91
Abb. 4.80:	Verlauf der Druckdifferenz bei der Kieselgurfiltration am Kerzenfilter der Versuchsbrauerei .....	92
Abb. 4.81:	Vergleich beispielhafter Verläufe der Druckdifferenz von Kieselgur- und Zellulosefiltration .....	93
Abb. 4.82:	Verlaufsbeispiel einer Filtration mit druckdifferenzbedingter Reduktion des spez. Filtratvolumens .....	93
Abb. 4.83:	Verlaufsbeispiel einer Filtration mit zweimaliger druckdifferenzbedingter Reduktion des spez. Filtratvolumens .....	94
Abb. 4.84:	Auswirkungen eines Druckschlages infolge Bedienfehler.....	95
Abb. 4.85:	Auswirkungen eines Druckschlages infolge Bedienfehler - Detailansicht.....	96
Abb. 4.86:	Auswirkungen eines technisch verursachten Druckschlages - Detailansicht.....	96
Abb. 4.87:	Auswirkungen unterschiedlicher Unfiltrattrübung 90° (UFT) auf die Filtrattrübung.....	97
Abb. 4.88:	Mengenelementgehalt bei Versuchs- und Vergleichsfiltrationen .....	99
Abb. 4.89:	Spurenelementgehalt bei Versuchs- und Vergleichsfiltrationen .....	99
Abb. 4.90:	Ultraspurenelementgehalt bei Versuchs- und Vergleichsfiltrationen.....	100
Abb. 4.91:	Bitterstoffgehalt bei Versuchs- und Vergleichsfiltrationen .....	101
Abb. 4.92:	Osmolalität der untersuchten Proben .....	102
Abb. A.1:	Schematische Darstellung der gesamten Pilothonzontalfilteranlage .....	114
Abb. A.2:	Schematische Darstellung der gesamten Pilothonzontalfilteranlage bei laufender isobarer Filtration .....	115
Abb. B.1:	Schematische Darstellung der gesamten Pilotkerzenfilteranlage.....	116
Abb. E.1:	Photographie des Raible-Filtrationszylinders mit Kennzeichnung der erprobten Zapfenpositionen .....	123
Abb. E.2:	Photographie des EBC-Filters zur Permeabilitätsbestimmung nach DARCY .....	124
Abb. E.3:	Photographie des zur Bestimmung des Wasserwertes verwendeten Laborfilters.....	124

# Tabellenverzeichnis

Tab. 2.1:	Ausgewählte Eigenschaften der Filterhilfsmittel Kieselgur, RHA und Zellulose.....	15
Tab. 2.2:	Stoffliche Komponenten von Kieselgur und RHA.....	15
Tab. 3.1:	Herstellerangaben zu den Fasern.....	20
Tab. 3.2:	Technische Daten des Pilothorizontalfilters.....	24
Tab. 3.3:	Im Pilothorizontalfilter eingebaute Meßgeräte .....	25
Tab. 3.4:	Technische Daten des Pilotkerzenfilters .....	25
Tab. 4.1:	Zusammensetzung der erprobten Zellulosemischungen.....	33
Tab. 4.2:	Trockensubstanzanteil der eingesetzten Filterhilfsmittel .....	33
Tab. 4.3:	Partikelgrößenverteilung der untersuchten Filterhilfsmittel .....	36
Tab. 4.4:	Oberflächenkennzahlen der untersuchten Filterhilfsmittel.....	37
Tab. 4.5:	Permeabilitäts- und Wasserwerte der untersuchten Filterhilfsmittel .....	38
Tab. 4.6:	Zusammenhang von RHA-Konzentration (Überschuß), Extinktion und Bierfarbe.....	39
Tab. 4.7:	Abmessungen der originalen und neuen Bauteile des Raiblefilters .....	44
Tab. 4.8:	Auswirkungen des Umbaus auf den Modifizierten Raible-Test .....	44
Tab. 4.9:	Abmessungen der untersuchten Dralleinsätze gemäß Abb. 4.22.....	48
Tab. 4.10:	$F_{\text{spez}}$ -Konfidenzintervalle für die unterschiedlichen Dralleinsätze.....	53
Tab. 4.11:	Trübung der Versuchsbiere bei den Anpassungsversuchen.....	53
Tab. 4.12:	Ergebnisvergleich von Labortest und Pilotfiltration.....	63
Tab. 4.13:	Vergleichswerte der Pilotfiltrationen nach jeweils 19 filtrierte hL m <sup>-2</sup> .....	70
Tab. 4.14:	Vergleich der isobaren Filtrationsversuche nach 2 h Filtrationsdauer.....	75
Tab. 4.15:	Vergleich der Heferückhaltung bei unterschiedlichen Mischungen .....	79
Tab. 4.16:	Vergleich der Filtrattrübung infolge Jungbierklärung mit unterschiedlichen Kieselolgaben .....	87
Tab. 4.17:	Klassische Bieranalysen bei Versuchs- und Vergleichsfiltrationen.....	98
Tab. 4.18:	Verkostungsergebnisse nach DLG .....	101
Tab. 4.19:	Ergebnisse der Alterungsverkostungen nach EICHORN .....	101
Tab. 4.20:	Gerbstoffgehalt der Filtratproben.....	102
Tab. 4.21:	Einzelpreise bzw. -kosten .....	104
Tab. 4.22:	Filterhilfsmittelkosten der Kieselgurfiltration der Versuchsbrauerei.....	105
Tab. 4.23:	Einstandspreis der Zellulosemischung ZMIX1.....	105
Tab. 4.24:	Kosten für eine Regeneration bei einer angenommenen Zellulosefilterhilfsmittel- masse von 180 kg.....	106
Tab. 4.25:	Spezifische Kosten der Filtration mit Kieselgur und Schichten im Vergleich zur Zellulose .....	107

Tab. 4.26:	Spezifische Kosten der Verfahren inklusive Nachfiltrationsvarianten .....	107
Tab. F.1:	Liste der angewandten Standardanalysenmethoden .....	125
Tab. G.1:	Mineralstoffgehalt bei einer Zellulose- und einer Vergleichsfiltration .....	126
Tab. G.2:	Mineralstoffgehalt bei einer Zellulosefiltration mit einer zusätzlichen Kieselol- dosage von $8 \text{ g hL}^{-1}$ und einer Vergleichsfiltration.....	126

# Quellenverzeichnis

- 1 Agrilectric Research Company, Lake Charles, Louisiana, USA [Hrsg.]: Education Corner - Filter Aids. Filter Aids News 1, 2006, S. 2.
- 2 Agrilectric Research Company, Lake Charles, Louisiana, USA: Produktinformationen, 2009.
- 3 Alles, C.M.: Prozeßstrategien für die Filtration mit kompressiblen Kuchen. Dissertation, Universität Fridericiana Karlsruhe (TH), 2000.
- 4 Alles, C.M.; Anlauf, H.: Filtration mit kompressiblen Kuchen: Effiziente Konzepte für eine anspruchsvolle Trennaufgabe. Chemie-Ingenieur-Technik 75 (2003), S. 1221-1230.
- 5 Anlauf, H.: Mechanische Fest/Flüssig-Trennung im Wandel der Zeit. Chemie-Ingenieur-Technik 75 (2003), S. 1460-1463.
- 6 Anlauf, H.: Fest/Flüssigtrennung. Chemie-Ingenieur-Technik 78 (2006), S. 1492-1499.
- 7 Anlauf, H. Filtermedien zur Kuchenfiltration - Schnittstelle zwischen Suspension und Apparat. Chemie-Ingenieur-Technik 79 (2007), S. 1821-1831.
- 8 Anlauf, H.: Standardfiltertests zur Bestimmung des Kuchen- und Filtermediumwiderstandes bei der Feststoffabtrennung aus Suspensionen (Teil 1). F&S Filtrieren und Separieren 8 (1994), S. 63-70.
- 9 Anlauf, H.: Standardfiltertests zur Bestimmung des Kuchen- und Filtermediumwiderstandes bei der Feststoffabtrennung aus Suspensionen (Teil 2). F&S Filtrieren und Separieren 8 (1994), S. 116-126.
- 10 Anlauf, H.: Standardfiltertests zur Bestimmung des Kuchen- und Filtermediumwiderstandes bei der Feststoffabtrennung aus Suspensionen. Chemie-Ingenieur-Technik 66 (1994), S. 1069-1071.
- 11 Anlauf, H.; Nirschl, H.: Solid-Liquid Separation by Cake Filtration - State of the Art and Future Expectations. Proceedings of the 10<sup>th</sup> World Filtration Congress (Leipzig, 14.-18.4.2008), Filtech Exhibitions Germany, Meerbusch, 2008.
- 12 Anlauf, H.; Nirschl, H.: Mechanische Flüssigkeitsabtrennung in der Lebensmittelverfeinerungstechnik. Chemie-Ingenieur-Technik 80 (2008), S. 1035-1044.
- 13 Anlauf, H.; Romaní-Fernández, X.: Klärung sehr gering konzentrierter Suspensionen mit expandierbaren Papier-Spaltfilterkerzen. F&S Filtrieren und Separieren 24 (2010), S. 110-116.
- 14 Anlauf, H.; Sorrentino, J.A.: Einfluss des Partikelkollektives auf die Filterkuchenbildung und -entfeuchtung. Chemie-Ingenieur-Technik 75 (2003), S. 1254-1258.
- 15 Annemüller, G.: Über die Filtrierbarkeit des Bieres - Beurteilung und Einfluß der Inhaltsstoffe. Monatsschrift für Brauwissenschaft 44 (1991), S. 64-72.
- 16 Annemüller, G.; Schnick, T.: Ein Vorschlag für einen Filtrierbarkeits- und Stabilitäts-Check im unfiltrierten Lagerbier. Brauwelt 138 (1998), S. 2128-2135.
- 17 AVA Abfallverwertung Augsburg GmbH: mündliche Mitteilung am 12.11.2009.
- 18 Back, W.: Colour Atlas and Handbook of Beverage Biology. Hans Carl, Nürnberg, 2005

- 19 Back, W.: mündliche Mitteilung auf dem 38. Technologischen Seminar, Weihenstephan, 2005.
- 20 Back, W. [Hrsg.]: Ausgewählte Kapitel der Brauereitechnologie. 2., aktualisierte Auflage, Hans Carl, Nürnberg, 2008.
- 21 Baur, G.: Quantitative und qualitative Evaluierung und Optimierung der Medienströme bei Praxis-Systemen und -Verfahren zur Bierfiltration und kolloidalen Stabilisierung. Dissertation, TU München, 2000.
- 22 BierV: Bierverordnung vom 2. Juli 1990 (BGBl. I S. 1332), zuletzt geändert durch Artikel 5 der Verordnung vom 8. Mai 2008 (BGBl. I S. 797).
- 23 Bijsterbosch, B.H.: Zur Stabilität von Kolloiden in wäßrigen Systemen. Die Rolle des Zetapotentials und der Einfluß adsorbierter Polymere. Zeitschrift für Wasser- und Abwasser-Forschung 16 (1983), S. 125-131.
- 24 BioAbfV: Bioabfallverordnung vom 21. September 1998 (BGBl. I S. 2955), zuletzt geändert durch Artikel 5 der Verordnung vom 9. November 2010 (BGBl. I S. 1504).
- 25 Biogarantie vzw [Hrsg.]: Biogarantie Standards. Biogarantie vzw, Sint-Agatha-Roche, Belgien, 2002.
- 26 Bioland e.V. [Hrsg.]: Richtlinien für die Verarbeitung - Bier in der Fassung vom 24.11.2009. Bioland e.V., Mainz, 2009.
- 27 Bio Suisse [Hrsg.]: Weisungen zu den Richtlinien in der Fassung vom 1.1.2011. Bio Suisse, Basel, Schweiz, 2011.
- 28 Blankert, B.; Kattenbelt, C.; Betlem, B.H.L.; Roffel, B.: Dynamic optimization of a dead-end filtration trajectory: Non-ideal cake filtration. Journal of Membrane Science 290 (2007), S. 114-124.
- 29 Blümelhuber, G.: Kieselgurfilter-Schlämme? Entsorgungsprobleme? Brauwelt 147 (2007), S. 757-760.
- 30 Blümelhuber, G.; Bleier, B.; Meyer-Pittroff, R.: Untersuchungen an einem alternativen Filterhilfsmittel auf Zellulosefaserbasis. Brauwelt 143 (2003), S. 244-246.
- 31 Bonacchelli, B.; Harmegnies, F.; Tigel, R.: Bierfiltration mit regenerierbaren Filterhilfsmitteln: halbindustrielle Ergebnisse. Proceedings of the 27<sup>th</sup> EBC Congress (1999), S. 807-814, Hans Carl, Nürnberg, 1999.
- 32 Boulton, C.; Quain, D.: Making Choices. Brewer's Guardian 137 (2008), Nr. 5, S. 24-28.
- 33 Braun, M.; Teichert, O.; Zweck, A.: Übersichtsstudie Biokatalyse in der industriellen Produktion. Fakten zur weißen Biotechnologie. VDI, Düsseldorf, 2006.
- 34 Brenner, F.; Oechsle, D.: Tendenzen in der Bierfiltration. Brauwelt 127 (1987), S. 118-125.
- 35 Brocheton, S.; Hermia, J.; Rahier, G.; van den Eynde, E.: Principes d'un nouveau procédé de filtration de la bière. Proceedings of the 25<sup>th</sup> EBC Congress (1995), S. 427-436, Hans Carl, Nürnberg, 1995.
- 36 Bubolz, M.; Wille, M.; Langer, G.; Werner, U.: The Use of Dean Vortices for Crossflow Microfiltration: Basic Principles and Further Investigation. Höflinger, W. [Hrsg.]: Proceedings of the International Symposium Filtration and Separation of Fine Particle Suspensions (Wien, 10.-12.11.1999), S. 129-138, Ges. Öst. Chemiker, Wien, Österreich, 1999.

- 37 Buetehorn, S.; Carstensen, F.; Wintgens, T.; Melin, T.; Volmering, D.; Vossenkaul, K.: Permeate flux decline in cross-flow microfiltration at constant pressure. *Desalination* 250 (2010), S. 985-990.
- 38 Bundesanstalt für Ernährung und Landwirtschaft (BLE) [Hrsg.]: Auf einen Blick: Informationen zum Bio-Siegel. BLE, Bonn, 2010.
- 39 Butler, J.E.; Shaqfeh, E.S.G.: Dynamic simulations of the inhomogeneous sedimentation of rigid fibres. *Journal of Fluid Mechanics* (2002), S. 205-237.
- 40 Chase, G.G.; Steffen, J.; Ott, D.: Microscopic observation of filter cake formation. *Separations Technology* 4 (1994), S. 118-122.
- 41 Chase, G.G.; Willis, M.S.: Compressive cake filtration. *Chemical Engineering Science* 47 (1992), S. 1373-1381.
- 42 Clark, B.E.; Crabb, D.; Lovell, A.L.; Smith, C.: The use of silica hydrogels for combined filtration and stabilisation. *The Brewer* 66 (1980), S. 168-171.
- 43 Coote, N.: Turning the Art of Filter-aid Filtration into a Science. Höflinger, W. [Hrsg.]: Proceedings of the International Symposium Filtration and Separation of Fine Particle Suspensions (Wien, 10.-12.11.1999), S. 317-328, Ges. Öst. Chemiker, Wien, Österreich, 1999.
- 44 Coote, N.: Neue Filterhilfsmittel mit Kieselgeleigenschaften reduzieren Kosten. *Brauwelt* 150 (2010), S. 405-407.
- 45 Darcy, H.: Les fontaines publiques de la ville de Dijon - exposition et application des principes à suivre et des formules à employer dans les questions de distribution d'eau. Dalmont, Paris, 1856.
- 46 Daumann, B.; Nirschl, H.: Bestimmung des Mischgüteverlaufes mit Hilfe der Bildauswertung beim diskontinuierlichen Feststoffmischen. Teipel, U. [Hrsg.]: Produktgestaltung in der Partikeltechnologie - 4. Symposium Partikeltechnologie (Pfinztal, 12.-13.6.2008), Fraunhofer IRB, Stuttgart, 2008.
- 47 Daumann, B.; Nirschl, H.: Optische Ermittlung der Mischgüte - Feststoffmischen im diskontinuierlichen Mischbetrieb. *Schüttgut* 14 (2008), S. 172-181.
- 48 De Clerck, J.: Lehrbuch der Brauerei, Band 2. VLB, Berlin, 1952.
- 49 Demeter e.V. [Hrsg.]: Richtlinie für die Anerkennung von Demeter-Bier in der Fassung vom 7.12.2009. Demeter e.V., Darmstadt, 2009.
- 50 Demeter-International e.V. [Hrsg.]: Richtlinien (Standards) Verarbeitung in der Fassung vom Juni 2010. Demeter-International e.V., Sabaudia, Italien, 2010.
- 51 Demeter-Verband [Hrsg.]: Demeter-Konvention in der Fassung vom 24.1.2000. Demeter-Verband, Arleshain, Schweiz, 2000.
- 52 DepV: Verordnung über Deponien und Langzeitlager vom 27. April 2009 (BGBl. I S. 900).
- 53 Deutscher Bundestag, 14. Wahlperiode, 2002: Schlussbericht der Enquete-Kommission Globalisierung der Weltwirtschaft - Herausforderungen und Antworten. Drucksache 14/9200, 12. Juni 2002.
- 54 Donhauser, S.; Wagner, D.; Walla, G.: Praktische Erfahrungen mit modernen Filtersystemen. *Brauwelt* 128 (1988), S. 108-116.

- 55 Donhauser, S.; Wagner, D.; Waubke, C.: Bierfiltration ohne Kieselgur. *Brauwelt* 128 (1988), S. 1838-1846.
- 56 Dreier, W.: Beitrag zur Kenntnis der Filtrationsvorgänge. Dissertation, ETH Zürich, 1957.
- 57 Drost, M.A.: Methoden zur Untersuchung der Auswirkungen mechanischer Belastung auf kolloidale Struktur, Rheologie und Filtrationsverhalten von Bier. Dissertation, ETH Zürich, Schweiz, 1999.
- 58 Drost, M.A.; Windhab, E.J.: Non-Newtonian behaviour of beer in laminar flow through porous media - a possible explanation for a sudden increase of pressure difference during beer filtration. Proceedings of the 28<sup>th</sup> EBC Congress (2001), elektronische Ressource, Nr. 25, Hans Carl, Nürnberg, 2001.
- 59 Dueck, J.; Djatschenko, E.; Neesse, T.: Computersimulation von Filterkuchenstrukturen. *Chemie-Ingenieur-Technik* 79 (2007), S. 1913-1919.
- 60 DüV: Düngeverordnung vom 16. Dezember 2008 (BGBl. I S. 2524).
- 61 Eberhard, M.: Optimisation of Filtration by Application of Data Mining Methods. Dissertation, TU München, 2006.
- 62 Eichholz, C.; Stolarski, M.; Fuchs, B.; Nirschl, H.: Magnetfeldüberlagerte Pressfiltration. *Chemie-Ingenieur-Technik* 79 (2007), S. 416-420.
- 63 Eichholz, C.; Stolarski, M.; Nirschl, H.: A new Filter Apparatus for Selective Bio Separation. Proceedings of the AFS 2008 Annual Conference (Valley Forge, 19.-22.5.2008), Verlag Valley Forge, Valley Forge, Pennsylvania, USA, 2008.
- 64 Eichholz, C.; Stolarski, M.; Nirschl, H.: Selektive Filtration - Eine Sortierung im Magnetfeld. *Chemie-Ingenieur-Technik* 80 (2008), S. 1551-1555.
- 65 Eichhorn, P.: Untersuchungen zur Geschmacksstabilität des Bieres. Dissertation, TU München, 1991.
- 66 Eiselt, G.: Untersuchungen über hochmolekulares  $\beta$ -Glucan. Dissertation, TU Berlin, 1995.
- 67 Eiselt, G.; Back, W.; Gerdes, E.: Anschwemmfiltration mit organischen Filterhilfsmitteln: Erfahrungen im Technikumsmassstab und im grosstechnischen Einsatz. Proceedings of the 27<sup>th</sup> EBC Congress (1999), S. 797-806, Hans Carl, Nürnberg, 1999.
- 68 Eisenring, R.: Untersuchung der Filtrierbarkeit und kolloidalen Stabilität von Bier und anderen Getränken. Dissertation, ETH Zürich, Schweiz, 1995.
- 69 Erk, A.; Hardy, E.H.; Althaus, T.; Stahl, W.: Filtration of Colloidal Suspensions - MRI Investigation and Numerical Simulation. *Chemical Engineering & Technology* 29 (2006), S. 828-831.
- 70 Erk, A.; Stahl, W.; Anlauf, H.: Describing the shear and compressive behavior of fine particulate filter cakes using characteristic solids volume fractions. Proceedings of the 10<sup>th</sup> World Filtration Congress (Leipzig, 14.-18.4.2008), Filtech Exhibitions Germany, Meerbusch, 2008.
- 71 Esser, K.D.: Zur Messung der Filtrierbarkeit. *Monatsschrift für Brauerei* 25 (1972), S. 145-151.
- 72 Esser, K.D.; Schildbach, R.: Untersuchungen zur Vorhersage der Filtrierbarkeit des Bieres. *Monatsschrift für Brauerei* 25 (1972), S. 280-285.



- 
- 73 Eßlinger, H.M.: Einflußfaktoren auf die Filtrierbarkeit des Bieres. Dissertation, TU München, 1985.
- 74 Eßlinger, H.M.: Filtrationstechnik in der Brauerei. Brauwelt 132 (1992), S. 611-613.
- 75 European Brewery Convention [Hrsg.]: Analytica - E.B.C. Section 10 Process Aids. 8., veränd. Auflage, Hans Carl, Nürnberg, 2009.
- 76 Evers, H.: Ersatz der Kieselgur bei der Bierfiltration durch ein regenerierbares Filterhilfsmittel. Dissertation, TU Berlin, 1996.
- 77 Evers, H.: Die Entwicklung der kieselgurfreien Bierfiltration. F&S Filtrieren und Separieren 19 (2005), S. 63-68.
- 78 Feist, M.; Hirsch, G.; Nirschl, H.: Sedimentationsuntersuchungen zum Trennverhalten von Faser-Partikel-Suspensionen. Chemie-Ingenieur-Technik 81 (2009), S. 811-815.
- 79 Feist, M.; Keller, F.; Dörfler, W.; Nirschl, H.: The Stokesian Dynamics Method and the Settling Behaviour of Particle-Fibre-Mixtures. PAMM 10 (2010), S. 463-464.
- 80 Feist, M.; Nirschl, H.; Wagner, J.; Hirsch, G.; Schabel, S.: Experimental Results for the Settling Behaviour of Particle-Fiber Mixtures. Physical Separation in Science and Engineering Vol. 2007, Article ID 91740 doi: 10.1155/2007.91740.
- 81 Fengel, D.; Wegener, G.: Wood - Chemistry, Ultrastructure, Reactions. Walter de Gruyter, Berlin, 1989.
- 82 Fillaudeau, L.; Boissier, B.; Moreau, A.; Blanpain-Avet, P.; Ermolaev, S.; Jitariouk, N.; Gourdon, A.: Investigation of rotating and vibrating filtration for clarification of rough beer. Journal of food engineering 80 (2007), S. 206-217.
- 83 Fischer, W.; Dülsen, R.; Schnick, T.; Plank, A.: Die Kieselgur - wichtigstes Filterhilfsmittel der Anschwemmfiltration in Kombination mit anderen Filterhilfs- und Klärmitteln. Brauwelt 137 (1997), S. 2056-2059.
- 84 Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO) [Hrsg.]: Global Forest Resources Assessment 2010, FAO, Rom, Italien, 2010.
- 85 Ford, C.M.; Stewart, D.; Barski, M.; Evans, E.: Entwicklung und Validierung eines schnellen Tests zur Überprüfung der Filtrierbarkeit von Würze und Bier. Monatsschrift für Brauwissenschaft 54 (2001), S. 87.
- 86 Freeman, G.: The move to crossflow. Brewer's Guardian 136 (2007), Nr. 9, S. 46-50.
- 87 Fütterer, R.: Filterhilfsmittel - Wirkungsweise, spezifische Eigenschaften und Möglichkeiten zur Qualitätskontrolle, Teil II. Chemische Technik 29 (1977), S. 18-24.
- 88 FuttmV: Futtermittelverordnung in der Fassung der Bekanntmachung vom 24. Mai 2007 (BGBl. I S. 770), zuletzt geändert durch die Verordnung vom 3. Dezember 2009 (BGBl. I S. 3842).
- 89 Galli, J.; Bernath, K.; Diesler, E.; Bader, U.; Gerdes, E.; Kalchschmidt, E.; Beck, H.; Pölloth, G.W.; Hühn, T.: Analytisch-sensorischer Vergleich verschiedener Filtrationsverfahren bei Württemberger Rotweinen. F&S Filtrieren und Separieren 20 (2006), S. 230-235.
- 90 Gasper, H. [Hrsg.]; Oechsle, D. [Hrsg.]; Pongratz, E. [Hrsg.]: Handbuch der industriellen Fest/ Flüssig-Filtration. 2., vollständig überarbeitete und stark erweiterte Auflage, Wiley-VCH, Weinheim, 2000.

- 91 Gattermayer, J.: Darstellung von kationischen Zellstoffen und Untersuchung der Wirkungsmechanismen bei ihrem Einsatz in der Papierherstellung. Dissertation, TU Darmstadt, 2001.
- 92 Gehring, B.; Oechsle, D.; Kottke, V.: Parameterisation of Horizontal Leaf Filters and Optimisation for the Filtration of Beer. *Filtration & Separation* 34 (1997), S. 67-72.
- 93 Geiger, E.; Wagner, D.; Lipps, M.: Perlite als Alternative zur Kieselgur bei der Bierfiltration. *Der Weihenstephaner* 69 (2001), S. 159-161.
- 94 Gerdes, E.: Precoat Filtration with Organic Filter Aids. *Filtration & Separation* 34 (1997), S. 1040-1043.
- 95 Gerhartz, W. [Hrsg.]: *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. 5<sup>th</sup> edition, Vol. A 5, VCH, Weinheim, 1986.
- 96 Gmachowski, L.: Hydrodynamic Size in Modelling of Filtration and Separation of Aggregated Systems. Höflinger, W. [Hrsg.]: *Proceedings of the International Symposium Filtration and Separation of Fine Particle Suspensions* (Wien, 10.-12.11.1999), S. 258-268, Ges. Öst. Chemiker, Wien, Österreich, 1999.
- 97 Gruber E.; Schempp, W.; Granzow, C.; Ott, T.: Untersuchung der Synthesebedingungen und der Eigenschaften von kationisierten Zellstoffen und ihrer Einsatzmöglichkeiten als umweltfreundliche Papierhilfsmittel. Abschlussbericht über das AiF-Projekt Nr. 10210, TU Darmstadt, 1998.
- 98 Gruber, E.; Pätzold, R.; Gattermayer, J.: Entwicklung von modifizierten Zellstoffen und Stärken zur Entfernung von Störstoffen aus Papier- Fabrikationswässern bzw. zur Fixierung im Papier. Abschlussbericht über das AiF-Projekt Nr. 11421N, TU Darmstadt, 2000.
- 99 Grund, H.; Neukirchner, G.; Becker, H.: Entkeimungsfiltration mit regenerierbarem Filterhilfsmittel. *Brauwelt* 130 (1990), S. 2164-2168.
- 100 Gundogdu, O.; Koenders, M.A.; Wakeman, R.J.; Wu, P.: Vibration-Assisted Dead-End Filtration - Experiments and Theoretical Concepts. *Chemical Engineering Research & Design* 81 (2003) Part A 9, S. 916-923.
- 101 Gupte, A.R.: Experimentelle Untersuchung der Einflüsse von Porosität und Korngrößenverteilung im Widerstandsgesetz der Porenströmung. Dissertation, Universität Karlsruhe, 1970.
- 102 Hackel-Stehr, K.: Das Brauwesen in Bayern vom 14. bis 16. Jahrhundert, insbesondere die Entstehung und Entwicklung des Reinheitsgebotes (1516). Dissertation, TU Berlin, 1987.
- 103 Hahn, A.F.: Die kieselgurfreie Bierfiltration auf dem Prüfstand. *Brauindustrie* 93 (2008), Nr. 11, S. 34-35.
- 104 Hartmann, K.: Bedeutung rohstoffbedingter Inhaltsstoffe und produktionstechnologischer Einflüsse auf die Trübungsproblematik im Bier. Dissertation, TU München, 2006.
- 105 Hebmüller, F.: Einflussfaktoren auf die Kieselgurfiltration von Bier. Dissertation, TU Bergakademie Freiberg, 2003.
- 106 Heertjes, P.M.; Zuideveld, P.L.: Clarification of Liquids Using Filter Aids - Part I. Mechanisms of Filtration. *Powder Technology* 19 (1978), S. 17-30.
- 107 Heertjes, P.M.; Zuideveld, P.L.: Clarification of Liquids Using Filter Aids - Part II. Depth Filtration. *Powder Technology* 19 (1978), S. 31-43.

- 
- 108 Heertjes, P.M.; Zuideveld, P.L.: Clarification of Liquids Using Filter Aids - Part III. Cake Resistance in Surface Filtration. *Powder Technology* 19 (1978), S. 45-64.
- 109 Heldt, H.-W.; Piechulla, B.: *Pflanzenbiochemie*. 4. Auflage, Spektrum, Heidelberg, 2008.
- 110 Hertel, M.: *Abfallarme Klärfiltration in Brauereien*. BfA-Texte Nr. 12. BfA, Augsburg, 1999.
- 111 Hieke, M.; Ruland, J.; Anlauf, H.; Nirschl, H.: Analysis of the Porosity of Filter Cakes Obtained by Filtration of Colloidal Suspensions. *Chemical Engineering & Technology* 32 (2009), S. 1095-1101.
- 112 Höflinger, W.; Graf, J.: Wirtschaftlichkeit der kieselgurfreien Bierfiltration. *Brauwelt* 145 (2005), S. 466-471.
- 113 Höhn, G.: Neue Wege im Recycling von Kieselgur. *Brauwelt* 139 (1999), S. 992.
- 114 Hoffner, B.; Fuchs, B.; Heuser, J.: Waschverfahren partikulär-disperser Systeme - Verfahrensspektrum und Aspekte der Verfahrensauswahl. *Chemie-Ingenieur-Technik* 75 (2003), S. 1197-1204.
- 115 Hofmann, R.; Käßler, T.; Posten, C.: Pilot-scale presseelectrofiltration of biopolymers. *Separation and Purification Technology* 51 (2006), S. 303-309.
- 116 Hofmann, R.; Posten, C.: Improvement of dead-end filtration of biopolymers with pressure electrofiltration. *Chemical Engineering Science* 58 (2003), S. 3847-3858.
- 117 Huber, E.: Die Trübungsmessung: Grundlagen, Anwendung und Grenzen. *Proceedings of the 22<sup>nd</sup> EBC Congress (1989)*, S. 697-708, Oxford University Press, Oxford, Großbritannien, 1989.
- 118 Hums, N.: Allgemeine Grundlagen der Filtration mit Filterhilfsmitteln. *Brauerei Journal* 98 (1981), S. 343-348.
- 119 Hums, N.: Wissenschaftliche Grundlagen und Stand der Technik des Bierstabilisierungsverfahrens mit PVPP im Recycling. *Monatsschrift für Brauerei* 34 (1981), S. 83-85.
- 120 Husemann, K.; Hebmüller, F.; Eßlinger, M.: Bedeutung der Tiefenfiltration bei der Kieselgurfiltration von Bier (1). *Monatsschrift für Brauwissenschaft* 55 (2002), S. 44-50.
- 121 Hwang, K.-J.; Perng, J.-C.; Lu, W.-M.: Microfiltration of deformable submicron particles. *Journal of chemical engineering of Japan* 34 (2001), S. 1017-1025.
- 122 Insam, H. [Hrsg.]; Riddech, N. [Hrsg.]; Klammer, S. [Hrsg.]: *Microbiology of Composting*. Springer, Berlin, 2002.
- 123 International Agency for Research on Cancer (IARC) [Hrsg.]: *IARC monographs on the evaluation of carcinogenic risks to humans*. Vol. 68: Silica, Some Silicates, Coal Dust and para-Aramid Fibrils. IARC, Lyon, Frankreich, 1997.
- 124 Iritani, E.; Mukai, Y.; Hagihara, E.: Measurements and evaluation of concentration distributions in filter cake formed in dead-end ultrafiltration of protein solutions. *Chemical Engineering Science* 57 (2002), S. 53-62.
- 125 ISO 11885:2007: Water quality - Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES). International Organization for Standardization, Genf, Schweiz, 2007.

- 126 ISO 11969:1996: Water quality - Determination of arsenic - Atomic absorption spectrometric method (hydride technique). International Organization for Standardization, Genf, Schweiz, 1996.
- 127 Ji, Y.; Li, X.-M.; Yin, Y.; Zhang, Y.-Y.; Wang, Z.-W.; He, T.: Morphological control and cross-flow filtration of microfiltration membranes prepared via a sacrificial-layer approach. *Journal of Membrane Science* 353 (2010), S. 159-168.
- 128 Käppler, T.; Hofmann, R.; Posten, C.: Elektrofiltration - Einsatzgebiet Enzymproduktion. *Chemie-Ingenieur-Technik* 78 (2006), S. 261-266.
- 129 Kain, J.: Entwicklung und Verfahrenstechnik eines Kerzenfiltersystems (Twin-Flow-System) als Anschwemmfilter. Dissertation, TU München, 2005.
- 130 Kaltner, D.: Untersuchungen zur Ausbildung des Hopfenaromas und technologische Maßnahmen zur Erzeugung hopfenaromatischer Biere. Dissertation, TU München, 2000.
- 131 Kaufmann, V.; Kulozik, U.: Kombination von Mikrofiltration und thermischen Verfahren zur Haltbarkeitsverlängerung von Lebensmitteln. *Chemie-Ingenieur-Technik* 78 (2006), S. 1647-1654.
- 132 KHS Maschinen- und Anlagenbau AG: Produktinformationen, Dortmund, 2006.
- 133 KHS Maschinen- und Anlagenbau AG: Produktinformationen, Dortmund, 2010.
- 134 Koenders, M.A.; Reymann, S.; Wakeman, R.J.: The intermediate stage of the dead-end filtration process. *Chemical Engineering Science* 55 (2000), S. 3715-3728.
- 135 Kovalsky, P.; Gedrat, M.; Bushell, G.; Waite, T.D.: Compressible Cake Characterization from Steady-State Filtration Analysis. *American Institute of Chemical Engineers (AIChE) Journal* 53 (2007), S. 1483-1495.
- 136 Kräuter, A.: Sorption organischer Wasserschadstoffe an abgestorbene pflanzliche Biomasse. Dissertation, Universität Fridericiana Karlsruhe, 2001.
- 137 Kreis, S.: Der Einfluß von Polysacchariden aus Malz, Hefe und Bakterien auf die Filtrierbarkeit von Würze und Bier. Dissertation, TU München, 2003.
- 138 Kreis, S.; Back, W.: Neue Aspekte der Filtrierbarkeit von Bier. *Proceedings of the 27<sup>th</sup> EBC-Congress* (1999), S. 779-786, Hans Carl, Nürnberg, 1999.
- 139 Krottenthaler, M.; Zanker, G.; Gaub, R.; Back, W.: Sterilfiltration von Bier mit Hilfe von Membranen - ökonomische und physiologische Perspektiven. *Proceedings of the 29<sup>th</sup> EBC Congress* (2003), elektronische Ressource, Nr. 28, Hans Carl, Nürnberg, 2003.
- 140 Kühnl, W.; Piry, A.; Kaufmann, V.; Grein, T.; Ripperger, S.; Kulozik, U.: Impact of colloidal interactions on the flux in cross-flow microfiltration of milk at different pH values: A surface energy approach. *Journal of Membrane Science* 352 (2010), S. 107-115.
- 141 Kühnl, W.; Piry, A.; Kulozik, U.: Einfluss des Membranwiderstands auf die Filtrationsleistung bei der Proteinfractionierung entlang von Mikrofiltrationsmodulen. *Chemie-Ingenieur-Technik* 80 (2008), S. 1199-1205.
- 142 Kulozik, U.; Kersten, M.: Membrane Fractionation of Dairy Proteins by Means of Microfiltration. *Engineering in Life Sciences* 2 (2002), S. 275-278.

- 
- 143 Kulozik, U.; Ripperger, S.: Innovative Einsätze der Membrantrenntechnik in der Lebensmitteltechnologie. *Chemie-Ingenieur-Technik* 80 (2008), S. 1045-1058.
- 144 Kunze, W.: *Technologie Brauer und Mälzer*. 9., überarbeitete Auflage, VLB, Berlin, 2007.
- 145 Leichkis, I.M.: Breakdown of particles into flow during filtration on precoat filters. *Chemical Engineering & Processing* 32 (1993), S. 209-216.
- 146 Leiper, K.A.; Stewart, G.G.; McKeown, I.P.: Beer Polypeptides and Silica Gel Part I. Polypeptides Involved in Haze Formation. *Journal of the Institute of Brewing* 109 (2003), S. 57-72.
- 147 Leitschkis, I.; Rammensee, W.: Influence of zeta-potential on the filtration efficiency of aqueous suspension on precoat filters. *Colloids and Surfaces A* 159 (1999), S. 405-412.
- 148 Leonhart, R. [Hrsg.]: *Lehrbuch Statistik*. 2., überarbeitete und erweiterte Auflage, Huber, Bern, Schweiz, 2009.
- 149 Li, W.; Kiser, C.; Richard, Q.: Quality Test of Rice Hull Ash Filter Aids. Paper presented at the American Filtration & Separations Society 2005 International Topical Conferences & Exposition, Ann Arbor, Michigan, USA, 2005.
- 150 Lindemann, B.: *Bewertung der Kieselgurfiltration von Bier*. Dissertation, TU Berlin, 1992.
- 151 Liu, Z.: *Untersuchungen über das Verhalten zellulosehaltiger Filterhilfsmittel für den Einsatz bei der Bierfiltration*. Dissertation, TU Berlin, 1997.
- 152 Luckert, K. [Hrsg.]: *Handbuch der mechanischen Fest-Flüssig-Trennung*. Vulkan, Essen, 2004.
- 153 Ludwig, A.: *Zur Verbesserung der Langzeitstabilität von Verfahren mit immobilisierter Hefe bei der Hauptgärung*. Dissertation, TU Berlin, 2003.
- 154 Lyko, H.: Filter und Filtermittel zur Tiefenfiltration von Bier. *F&S Filtrieren und Separieren* 22 (2008), S. 196-198.
- 155 Maiwald, R.; Hebmüller, F.; Böhme, K.; Jürgens, F.: Neues Verfahren zur thermischen Regenerierung von Kieselgur. *Brauwelt* 139 (1999), S. 2044-2051.
- 156 Manger, H.-J.: Fortschritte in der Trübungsmessung - Teil 1. *Brauerei Forum* 25 (2010), Nr. 2, S. 8-11.
- 157 Matzmorr, W.; Werner, U.: Verbesserung des Filtrationsvermögens von Filterschichten durch Modifizierung der Oberflächenladung. *Chemie-Ingenieur-Technik* 58 (1986), S. 230-231.
- 158 Mikkelsen, C. [Hrsg.]; Schlüter, M. [Hrsg.]: *Die neue EU-Öko-Verordnung (EG) Nr. 834/2007 - Hintergrundberichte, Einschätzungen, Interpretationen*. IFOAM EU-Gruppe, Brüssel, Belgien, 2009.
- 159 Miedaner, H. [Hrsg.]: *Methodensammlung der Mitteleuropäischen Brautechnischen Analysekommision (MEBAK), Brautechnische Analysemethoden, Band II*. 4. Auflage, Selbstverlag der MEBAK, Freising-Weihenstephan, 2002.
- 160 Moll, M.; Rouquie, A.M.; Flayeux, R.: Les adjuvants et supports de filtration de la bière. *Bios* 5 (1974), Nr. 3, S. 101-110.
- 161 Narziß, L.; Eßlinger, H.M.: Einflußfaktoren auf die Filtrierbarkeit des Bieres, Teil 1: Filtrationstheorie. *Monatsschrift für Brauwissenschaft* 39 (1986), S. 424-427.

- 162 Naturland Verband für ökologischen Landbau e.V. [Hrsg.]: Naturland Richtlinien Verarbeitung. Naturland e.V., Gräfelfing, 2010.
- 163 Neesse, T.; Dueck, J.; Djatchenko, E.: Simulation of filter cake porosity in solid/liquid separation. *Powder Technology* 193 (2009), S. 332-336.
- 164 Nguyen, M.-T.; Ripperger, S.: Investigation on the effect of flocculants on the filtration behavior in microfiltration of fine particles. *Desalination* 147 (2002), S. 37-42.
- 165 Niemsch, K.: Kieselol und Kieselgel, Qualitätsaspekte. *Brauwelt* 144 (2004), S. 523-525.
- 166 Niemsch, K.; Heinrich, T.: Vorklärung, Filtrierbarkeit, Klarheit des Bieres. *Brauindustrie* 78 (1993), Nr. 2, S. 108-112.
- 167 Niemsch, K.; Heinrich, T.; Ziehl, J.: Der Raible-Test zur Bewertung der Filtrationseigenschaften. *Brauwelt* 139 (1999), S. 788-793.
- 168 Nirschl, H.; Bott, R.: Wechselwirkungen - Herausforderungen und Visionen für die Filtration in den nächsten 10 Jahren. *CITplus* 10 (2007), S. 28-29.
- 169 Odum, E.P.; Overbeck, J. [Hrsg.]: *Ökologie - Grundlagen - Standorte - Anwendungen*. 3., völlig neubearbeitete Auflage, Georg Thieme, Stuttgart, 1998.
- 170 Oechsle, D.; Gottkehaskamp, L.; Bauer, W.; Schlenker, R. W.: Automatisierte Sterilfiltration mit regenerierbaren Filterhilfsmitteln. *Brauindustrie* 78 (1993), Nr. 2, S. 102-106.
- 171 Oechsle, D.; Brenner, F.: Die Schichtenfiltration. *Getränketechnik* 4 (1988), S. 232-247.
- 172 Oechsle, D.; Gottkehaskamp, L.; Baur, W.: Advances in Automated Sterile Sheet Filtration with Regenerable Filter Aids. *Brewer's Guardian* 122 (1993), Nr. 4, S. 20-23.
- 173 Oechsle, D.; Gottkehaskamp, L.; Baur, W.: New Procedure for Fine-Sterile Filtration by Means of Regenerable Filter Agents in the Primus-Filter (RFM-Process). *MBAA Technical Quarterly* 29 (1992), S. 101-105.
- 174 Palacios, V.M.; Caro, I.; Pérez, L.: Comparative study of crossflow microfiltration with conventional filtration of sherry wines. *Journal of Food Engineering* 54 (2002), S. 95-102.
- 175 Peinert, J.-C.: Partikelgröße - Indikator für die Trübungsstabilität von Bier. *Brauwelt* 146 (2006), S. 478-481.
- 176 Penschke, A.: Konservierung von Trebern und Kieselgurschlamm für einen Einsatz in Ziegeln und Kalksandsteinen. Dissertation, TU München, 1998.
- 177 Pfaller, B.: Innovationen in der Filtrations- und Abfülltechnik. Vortrag auf dem 15. Deutschen Brauertag in: 15. Deutscher Brauertag - Branche diskutierte Trends. *Brauerei Forum* 23 (2008), Nr. 6, S. 6-9.
- 178 Pfenninger, H. [Hrsg.]: Methodensammlung der Mitteleuropäischen Brautechnischen Analy senkommission (MEBAK), Brautechnische Analysenmethoden, Band III. 1. Auflage, Selbstverlag der MEBAK, Freising-Weihenstephan, 1982.
- 179 Pfenninger, H. [Hrsg.]: Methodensammlung der Mitteleuropäischen Brautechnischen Analy senkommission (MEBAK), Brautechnische Analysenmethoden, Band III. 3. Auflage, Selbstverlag der MEBAK, Freising-Weihenstephan, 1993.

- 180 Pfenninger, H. [Hrsg.]: Methodensammlung der Mitteleuropäischen Brautechnischen Analy senkommission (MEBAK), Brautechnische Analysemethoden, Band IV. 2. Auflage, Selbstverlag der MEBAK, Freising-Weihenstephan, 1998.
- 181 Piry, A.; Kühnl, W.; Grein, T.; Tolkach, A.; Ripperger, S.; Kulozik, U.: Length dependency of flux and protein permeation in crossflow microfiltration of skimmed milk. *Journal of Membrane Science* 325 (2008), S. 887-894.
- 182 Pöschl, M.; Zimmermann, U.; Geiger, E.: Historischer Überblick über die Bierfiltration und Bierstabilisierung. *Der Weihenstephaner* 75 (2007), S. 117-121.
- 183 Precht, M. [Hrsg.]; Kraft, R. [Hrsg.]; Bachmaier, M. [Hrsg.]: *Angewandte Statistik 1. 7., durchgesehene Auflage*, Oldenbourg, München, 2005.
- 184 PRORHEO GmbH: Produktinformationen, Althengstett, 2009.
- 185 Raible, K.: Zur Kenntnis der Adsorptionswirkung von Kieselgelen auf Proteine des Bieres. *Monatsschrift für Brauerei* 14 (1961), S. 80-84.
- 186 Raible, K.; Bantleon, H.: Über die Filtrationseigenschaften von Bier. *Monatsschrift für Brauerei* 21 (1968), S. 277-285.
- 187 Raible, K.; Heinrich, T.; Niemsch, K.: Eine einfache, neue Methode zur Bewertung der Filtrationseigenschaften von Bier. *Monatsschrift für Brauwissenschaft* 43 (1990), S. 60-65.
- 188 Raible, K.; Mohr, U.-H.; Bantleon, H.; Heinrich, T.: Kieselsäuresol - ein Bierstabilisierungsmittel zur Verbesserung der Filtrationseigenschaften von Bier. *Monatsschrift für Brauwissenschaft* 36 (1983), S. 76-82.
- 189 Raistrick, J.H.: The Relevance of Zeta Potential to the Filtration of Small Particles from Potable Liquids. *Filtration & Separation* 20 (1983), S. 124-126.
- 190 Raistrick, J.H.: Advantages of Adsorptive Filtration. *Filtration & Separation* 23 (1986), S. 354-357.
- 191 Reed, R.J.R.: Centenary Review Article - Beer Filtration. *Journal of the Institute of Brewing* 92 (1986), S. 413-419.
- 192 Ripperger, S.: Berechnungsansätze zur Crossflow-Filtration. *Chemie-Ingenieur-Technik* 65 (1993), S. 533-540.
- 193 Ripperger, S.: Membranfilter, Tiefenfilter oder Zentrifuge? - Gesichtspunkte zur Verfahrensauswahl zur Flüssigkeitsklärung. *F&S Filtrieren und Separieren* 16 (2002), S. 290-294.
- 194 Ripperger, S.: Die Barrierewirkung von Geweben. Teil 6: Einfluss des Filtermittels auf die Kuchenfiltration. *F&S Filtrieren und Separieren* 22 (2008), S. 6-9.
- 195 Ripperger, S.; Altmann, J.: Crossflow microfiltration - state of the art. *Separation and Purification Technology* 26 (2002), S. 19-31.
- 196 Ripperger, S.; Grein, T.: Filtrationsverfahren mit Membranen und ihre Modellierung. *Chemie-Ingenieur-Technik* 79 (2007), S. 1765-1776.
- 197 Ruslim, F.; Nirschl, H.; Stahl, W.; Carvin, P.: Filterkuchenwaschung im Zentrifugalfeld zur Aufreinigung von partikulären Produkten mit strukturierter Oberfläche. *Chemie-Ingenieur-Technik* 79 (2007), S. 1402-1403.

- 198 Ruslim, F.; Nirschl, H.; Stahl, W.; Carvin, P.: Optimization of the wash liquor flow rate to improve washing of pre-deliquored filter cakes. *Chemical Engineering Science* 62 (2007), S. 3951-3961.
- 199 Ruß, W.: Möglichkeiten zur Verwertung der Reststoffe Treber, Kieselgurschlamm und Altetiketten bei der Herstellung von Asphaltbeton und Ziegeln. Dissertation, TU München, 1995.
- 200 Ruß, W.; Meyer-Pittroff, R.: Rechtliche Vorschriften für Kieselgur. *Brauwelt* 141 (2001), S. 343-346.
- 201 Ruß, W.; Schmid, N.; Meyer-Pittroff, R.: Thermische Behandlung von Kieselguren zur Verbesserung der filtrationstechnischen Eigenschaften und zum Recycling von Kieselgurschlamm. *Monatsschrift für Brauwissenschaft* 56 (2003), S. 134-140.
- 202 Salas Cazón, M.A.: Untersuchungen zur abrasiven Beanspruchung von Feststoffpartikeln in einem Rührreaktor. Dissertation, TU Berlin, 2002.
- 203 Sandermann, W.: Die „wahren“ Dimensionen im makromolekularen Bereich. *Holz als Roh- und Werkstoff* 31 (1973), S. 11.
- 204 Sarkar, B.; DasGupta, S.; De, S.: Flux decline during electric field-assisted cross-flow ultrafiltration of mosambi (*Citrus sinensis* (L.) Osbeck) juice. *Journal of Membrane Science* 331 (2009), S. 75-83.
- 205 Sartor, M.: Untersuchungen zum Einfluss elektrokinetischer Repulsationseffekte auf die Tiefenfiltration mit partikulären Schüttbetten. Dissertation, Universität des Saarlandes Saarbrücken, 2006.
- 206 Schäfer, B.; Hecht, M.; Harting, J.; Nirschl, H.: Agglomeration and filtration of colloidal suspensions with DVLO interactions in simulation and experiment. *Journal of Colloid and Interface Science* 349 (2010), S. 186-195.
- 207 Schleicher, T.: Flußkalzinierung von Kieselgur. Vortrag auf dem WBC 2008. Fundstelle: *Brauin-dustrie* 93 (2008), Nr. 11, S. 88.
- 208 Schleicher, T.; Smejkal, Q.; Martin, A.; Russ, W.; Faulstich, M.: Influences of the Type of Fluxing Agent during Fluxcalcination of Kieselguhr on Formation of Crystalline Phases, Permeability and Colour. *BrewingScience* 62 (2009), S. 67-82.
- 209 Schmid, N.: Verbesserung der filtrationstechnischen Eigenschaften von Filterhilfsmitteln durch ein thermisches Verfahren. Dissertation, TU München, 2002.
- 210 Schmid, N.; Gottkehaskamp, L.; Zeiler, M.; Ziehl, J.; Haase, P.; Dathe, A.; Austel, S.; Roth, U.; Rommel, W.; Schopp, S.; Fischer, L.: Praxisergebnisse mit der BeFis-Technologie. *Brauwelt* 145 (2005), S. 747-754.
- 211 Schmidt, O.: Mit Kieselgur oder Zellulose? *Das Deutsche Weinmagazin* 59 (2004), Nr. 13, S. 29-35.
- 212 Schnick, A.T.: Untersuchungen zur Klärwirkung modifizierter Kieselsole und Kieselolgemische am Beispiel einer Modelltrübungssuspension. Dissertation, TU Berlin, 2002.
- 213 Schur, F.: Bierfiltration und Einflüsse auf die Bierfiltrierbarkeit. *Proceedings of the 22<sup>nd</sup> EBC Congress* (1989), S. 371-383, Oxford University Press, Oxford, Großbritannien, 1989.



- 214 Schütz, M.; Hartmann, K.; Herrmann, M.; Keßler, M.; Kreis, S.; Krottenthaler, M.; Schneeberger, M.; Thiele, F.; Zarnkow, M.; Back, W.; Mezger, R.: Analytische Kontrollmöglichkeiten zur Optimierung technologischer Prozesse, Teil 2. Brauwelt 146 (2006), S. 312-316.
- 215 Schütz, M.; Hartmann, K.; Herrmann, M.; Keßler, M.; Kreis, S.; Krottenthaler, M.; Schneeberger, M.; Thiele, F.; Zarnkow, M.; Back, W.; Mezger, R.: Analytische Kontrollmöglichkeiten zur Optimierung technologischer Prozesse, Teil 3. Brauwelt 146 (2006), S. 396-401.
- 216 Selig, R.: Quer zum Strom. Brauindustrie 93 (2008), Nr. 4, S. 36-37.
- 217 Siebert, K.J.; Reid, D.S.; Blum, P.H.; Grabowski, D.W.: Assessment of Filterability of Beer and Wort. MBAA Technical Quarterly 21 (1984), S. 112-123.
- 218 Sørensen, B.L.; Sørensen, P.B.: Structure compression in cake filtration. Journal of environmental engineering 123 (1997), S. 345-353.
- 219 Sorensen, P.B.; Agerbaek, M.L.; Sørensen, B.L.: Predicting cake filtration using specific filtration flow rate. Water Environment Research 68 (1996), S. 1151-1155.
- 220 Sorrentino, J.A.: Advances in correlating filter cake properties with particle collective characteristics. Dissertation Universität Fridericiana Karlsruhe (TH), Shaker, Aachen, 2002.
- 221 Sorrentino, J.A.; Anlauf, H.: Influence of Particle Size Distribution on Cake Permeability. Proceedings of the 8<sup>th</sup> World Filtration Congress (Brighton, Großbritannien, 3.-7.4.2000) Vol. 1, Nr. 4, S. 45-49.
- 222 Speckner, J.; Kieninger, H.: Cellulose als Filterhilfsmittel. Brauwelt 124 (1984), S. 2058-2066.
- 223 SR 910.18 (Verordnung vom 22. September 1997 über die biologische Landwirtschaft und die Kennzeichnung biologisch produzierter Erzeugnisse und Lebensmittel (Bio-Verordnung, AS 1997 2498) in der Fassung der Änderung vom 18. November 2009 (AS 2009 6317)).
- 224 SR 910.181 (Verordnung des Eidgenössischen Volksdepartements vom 22. September 1997 über die biologische Landwirtschaft (AS 1997 2519) in der Fassung der Änderung vom 18. November 2009 (AS 2009 6337)).
- 225 Starov, V.; Lloyd, D.; Filippov, A.; Glaser, S.: Sieve Mechanism of Microfiltration Separation. Höflinger, W. [Hrsg.]: Proceedings of the International Symposium Filtration and Separation of Fine Particle Suspensions (Wien, 10.-12.11.1999), S. 105-116, Ges. Öst. Chemiker, Wien, Österreich, 1999.
- 226 Steffens, V.: Aus Holz wird Papier. Elektronische Ressource, coTec, Rosenheim, 2002.
- 227 Stewart, D.; Freeman, G.; Evans, E.: Development and Assessment of a Small-Scale Wort Filtration Test for the Prediction of Beer Filtration Efficiency. Journal of the Institute of Brewing 106 (2000), S. 361-366.
- 228 Stieß, M.: Mechanische Verfahrenstechnik 2. 3. Auflage, Springer, Berlin, 1997.
- 229 Svarovsky, L. [Hrsg.]: Solid-Liquid Separation. 4<sup>th</sup> edition, Oxford, Großbritannien, Butterworth-Heinemann, 2000.
- 230 Takagi, R.; Hori, M.; Gotoh, K.; Tagawa, M.; Nakagaki, M.: Donnan potential and  $\zeta$ -potential of cellulose acetate membrane in aqueous sodium chloride solutions. Journal of Membrane Science 170 (2000), S. 19-25.

- 231 Teipel, U.; Winter, H.: Zur Relevanz der Probenteilung für die Partikelgrößenanalyse. *Chemie-Ingenieur-Technik* 79 (2007), S. 1403.
- 232 Teoh, S.K.: *Studies in Filter Cake Characterisation and Modelling*. Dissertation, National University of Singapore, Singapur, 2003.
- 233 Teoh, S.K.; Tan, R.B.H.; Tien, C.: Correlation of C-P-cell and filtration test data using a new test cell. *Separation and Purification Technology* 29 (2002), S. 131-139.
- 234 Tesch, H.: Asbestersatz - Filterflocken mit positivem elektro-kinetischem (Zeta)-Filtrationspotential. *Brauindustrie* 73 (1988), S. 540-542.
- 235 Tichy, J.W.: *Zum Einfluss des Filtermittels und der auftretenden Interferenzen zwischen Filterkuchen und Filtermittel bei der Kuchenfiltration*. Dissertation, TU Kaiserslautern, 2007, erschienen als VDI-Fortschritt-Bericht Nr. 877, Reihe 3, VDI, Düsseldorf, 2007.
- 236 Tien, C.; Bai, R.: An assessment of the conventional cake filtration theory. *Chemical Engineering Science* 58 (2003), S. 1323-1336.
- 237 Tien, C.; Teoh, S.K.; Tan, R.B.H.: Cake filtration analysis - the effect of the relationship between the pore liquid pressure and the cake compressive stress. *Chemical Engineering Science* 56 (2001), S. 5361-5369.
- 238 Thomassen, J.K.; Faraday, D.B.F.; Underwood, B.O.; Cleaver, J.A.S.: The effect of varying transmembrane pressure and crossflow velocity on the microfiltration of a model beer. *Separation and Purification Technology* 41 (2005), S. 91-100.
- 239 URL: [http://www.basf-chemtrade.de/images/stories/broschueren/Nutrition/ansicht\\_divergan\\_bro\\_d\\_72dpi.pdf](http://www.basf-chemtrade.de/images/stories/broschueren/Nutrition/ansicht_divergan_bro_d_72dpi.pdf)  
Wir schaffen Klarheit, Zugriff am 23.04.2009.
- 240 URL: <http://www.biokreis.de/images/richtlinien/bier.pdf>  
Richtlinien Verarbeitung des Biokreis e.V. - Bier, Zugriff am 21.11.2010.
- 241 URL: [http://www.ble.de/cln\\_099/nn\\_470548/sid\\_9AB939F55905D0761D6A6F91A35BD49F/SharedDocs/Downloads/05\\_\\_Programme/01\\_\\_BundesprogrammOekolandbau/Zutatenliste.html](http://www.ble.de/cln_099/nn_470548/sid_9AB939F55905D0761D6A6F91A35BD49F/SharedDocs/Downloads/05__Programme/01__BundesprogrammOekolandbau/Zutatenliste.html)  
Liste zugelassener konventioneller Zutaten, Zugriff am 21.11.2010.
- 242 URL: <http://www.sympatec.com/DE/LaserDiffraction/LaserDiffraction.html>  
Laserbeugung, Zugriff am 16.7.2010.
- 243 Valdes, J.R.; Liang, S.-H.: Stress-Controlled Filtration with Compressible Particles. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering* 132 (2006), S. 861-868.
- 244 Van Gastel, L.A.; van Veldhuizen, H.: Examen de la masse filtrante et de la filtration de la bière. *Revue Internationale de Brasserie et de Malterie* (1947), Nr. 3-4, S. 33-45.
- 245 Van Strien, J.: A Method for the Determination of Adsorptive Capacity of Polyvinylpyrrolidone (PVPP). *Monatsschrift für Brauwissenschaft* 41 (1988), S. 316-318.
- 246 Verordnung (EG) Nr. 834/2007 des Rates vom 28. Juni 2007 über die ökologische/biologische Produktion und die Kennzeichnung von ökologischen/biologischen Erzeugnissen und zur Aufhebung der Verordnung (EWG) Nr. 2092/91 (ABl. S. L 189/1).
- 247 Verordnung (EG) Nr. 889/2008 der Kommission vom 5. September 2008 mit Durchführungsvorschriften zur Verordnung (EG) Nr. 834/2007 des Rates über die ökologische/biologische

- Produktion und die Kennzeichnung von ökologischen/biologischen Erzeugnissen hinsichtlich der ökologischen/biologischen Produktion, Kennzeichnung und Kontrolle (ABl. S. L 250/1).
- 248 Villar, J.C.; Cañete, R.E.; Manganelly, E.A.: Why adding rice hull ash can benefit beer clarification. *Filtration & Separation* 41 (2004), Nr. 7/8, S. 32-33.
- 249 VorlBierG: Vorläufiges Biergesetz in der Fassung der Bekanntmachung vom 29. Juli 1993 (BGBl. I S. 1399-1401), zuletzt geändert durch Art. 7 Nr. 1 G zur Neuordnung d. Lebensmittel- u. FuttermittelR vom 1. September 2005 (BGBl. I S. 2618).
- 250 Wackerbauer, K.; Evers, H.: Kieselguhr-free filtration by means of the F & S system. *Brauwelt International* 11 (1993), S. 128-132.
- 251 Wackerbauer, K.; Evers, H.; Kaufmann, B.: Improvement of Measurement of Haze during Final Beer Filtration. *MBAA Technical Quarterly* 29 (1992), S. 73-77.
- 252 Wackerbauer, K.; Gaub, R.: F&S Filtration in der praktischen Erprobung. *Brauwelt* 129 (1989), S. 1680-1689.
- 253 Wakeman, R.J.: Additional Techniques to Improve Microfiltration. Höflinger, W. [Hrsg.]: Proceedings of the International Symposium Filtration and Separation of Fine Particle Suspensions (Wien, 10.-12.11.1999), S. 83-104, Ges. Öst. Chemiker, Wien, 1999.
- 254 Walton, H.G.: Laboratory Procedure and Filter for Diatomite Filtration Tests. *Filtration & Separation* 15 (1978), Nr. 1/2, S. 9-14.
- 255 Warth, T.; Piesche, M.: Simulation of fluid flow and particle deposition in three dimensional nonwoven structures. Proceedings Int. Conference & Exhibition for Filtration and Separation (Wiesbaden, 13.-15.10.2009), Filtech Exhibitions Germany, Meerbusch, 2009.
- 256 Weigert, T.; Altmann, J.; Ripperger, S.: Crossflow electrofiltration in pilot scale. *Journal of membrane Science* 159 (1999), S. 253-262.
- 257 Weigert, T.; Ripperger, S.: Versuchsstand zur Untersuchung von Filtermitteln für die Kuchenfiltration. *Chemie-Ingenieur-Technik* 68 (1996), S. 1473-1476.
- 258 Weigert, T.; Ripperger, S.: Effect of Filter Fabric Blinding on Cake Filtration. *Filtration & Separation* 34 (1997), S. 507-510.
- 259 Williams, C.: State of the Art of Dead End Microfiltration. Höflinger, W. [Hrsg.]: Proceedings of the International Symposium Filtration and Separation of Fine Particle Suspensions (Wien 10.-12.11.1999), S. 59-70, Ges. Öst. Chemiker, Wien, Österreich, 1999.
- 260 Willmar, H.: Einsatz von Stärke und Zellstoff. *Brauwelt* 125 (1985), S. 126-129.
- 261 Xu, T.; Zhu, Q.; Chen, X.; Li, W.: Equivalent Cake Filtration Model. *Chinese Journal of Chemical Engineering* 16 (2008), S. 214-217.
- 262 Yasar, S.: Beurteilung der technologischen Qualität von Cellulose, Hemicellulosen und Lignin bei *Miscanthus 'Giganteus'* und *Cannabis sativa* L. Dissertation, Universität Wien, Österreich, 1999.
- 263 Zapf, H.: Biersteuergesetz. H. W. Müller, Berlin, 1918.
- 264 Zeller, A.; Schwarz, A.; Forte, C.; Evers, H.: New Filter System for Kieselguhr-Free Filtration of Beer - Concept and Practical Results. Proceedings of the 10<sup>th</sup> World Filtration Congress (Leipzig, 14.-18.4.2008), Filtech Exhibitions Germany, Meerbusch, 2008.

- 265 Zentrallausschuss der Deutschen Landwirtschaft (ZDL), Normenkommission für Einzelfuttermittel [Hrsg.]: Positivliste für Einzelfuttermittel (Futtermittel-Ausgangserzeugnisse). 8. Auflage, ZDL, Berlin, 2010.
- 266 Zhukov, A.N.; Baturenko, D.Y.; Chernoberezhskii, Y.M.; Lorentsson, A.V.: Conductivity and Electrokinetic Potential of Microcrystalline Cellulose Particles in Aqueous HCl and NaOH Solutions. *Colloid Journal* 65 (2003), S. 310-313.
- 267 Zürcher, C.; Krauß, G.; Eifler, K.-J.; Kursawe, R.: Vorhersage der Filtrierbarkeit von Bier. *Monatsschrift für Brauerei* 25 (1972), S. 178-186.
- 268 Zvetanov, E.; Dueck, J.; Neesse, T.: Cake Filtration of Fine-Grained Solids. Höflinger, W. [Hrsg.]: *Proceedings of the International Symposium Filtration and Separation of Fine Particle Suspensions* (Wien, 10.-12.11.1999), S. 220-228, Ges. Öst. Chemiker, Wien, Österreich, 1999.