

Lehrstuhl für Brauereianlagen und Lebensmittel-Verpackungstechnik der
Technischen Universität München

Dynamische Mikrofiltration von Feinstschrotmaische mit oszillierenden Membranen

Jan Schneider

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 (Dr.-Ing.)

genehmigten Dissertation.

Vorsitzender: Univ.-Prof. Dr.-Ing. R Meyer-Pittroff

Prüfer der Dissertation:

1. Univ.-Prof. Dr.-Ing. Horst Weisser
2. Univ.-Prof. Dr.-Ing. habil. Dr.-Ing. habil. Werner Back
3. Priv.-Doz. Dr.-Ing. habil. Annette Schwill-Miedaner

Die Dissertation wurde am 30.05.2001 bei der Technischen Universität München eingereicht und
durch die Fakultät Wissenschaftszentrum Weihenstephan für Ernährung, Landnutzung und Umwelt
am 12.07.2001 angenommen.

Danksagung

Meinem Doktorvater Herrn Univ.-Prof. Dr.-Ing. H. Weisser danke ich für die maßgeschneiderte Betreuung, die mir sowohl den mit großem Vertrauen ausgestatteten erforderlichen Freiraum gab, die zugleich aber auch meine Arbeit durch fachliche Impulse lenkte.

Herrn Univ.-Prof. Dr.-Ing. W. Back danke ich für die Übernahme des Koreferates und der Möglichkeit, an seinem Lehrstuhl das Gros der Versuche durchführen zu können. Bei Frau PD Dr.-Ing. habil. A. Schwill-Miedaner möchte ich mich ebenfalls für die Übernahme des Koereferates bedanken.

Der Fa. Pall Filtrationstechnik GmbH danke ich für die materielle Unterstützung dieser Arbeit und die freie Gestaltungsmöglichkeit beim Durchführen. Herrn Dr. H. Randhahn gilt mein besonderer Dank für das entgegengebrachte Vertrauen sowie die wertvolle Unterstützung in fachlichen Fragen.

Der Fa. Hosokawa-Alpine und insbesondere Herrn Dipl.-Ing. (FH) O. Degant danke ich für die Möglichkeit, technische Mahlversuche im firmeneigenen Technikum durchführen zu können.

Herr Dr. M. Krottenthaler vom Lehrstuhl für Technologie der Brauerei 1, Frau P Först vom Lehrstuhl für Fluidmechanik und Prozessautomation und mein Kollege Herr Dr. J. Götz sowie Herr Dr. M. Lotz der Fa. Pall GmbH standen für zahlreiche fachliche Diskussionen bereit. Für diese sehr nützlichen wie auch angenehmen Gespräche und für die darüber hinaus entstandenen gemeinsamen Arbeiten gilt mein besonderer Dank.

Den Mitarbeitern der Werkstätten des Lehrstuhls für Maschinen- und Apparatekunde, des Lehrstuhls für Fluidmechanik und Prozessautomation, des Lehrstuhls für Technologie der Brauerei 1 und Getränketechnologie, der Lehr- und Versuchsbrauerei Weihenstephan sowie des Lehrstuhls für Festkörper- und Grenzflächenverfahrenstechnik der Technischen Universität München gilt mein Dank für die unentbehrlichen Aufbau- und Reparaturarbeiten, die teilweise unter schwierigen Umständen durchgeführt werden mussten.

Bei den Diplomanden Herr M. Gerner, D. Hammerer, St. Hermann, A. Markusic, J. Nieroda, M. Peschl, J. Rohrbach, St. Steiner und F. Vogler, den Semesterarbeitern P. Pawel[†] und Chr. Schmitz sowie Frau BTA M. Junker bedanke ich mich für ihren großen Einsatz, der sehr zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen hat.

Meinen Kollegen am Lehrstuhl sowie auch den Kollegen anderer Institute in Weihenstephan gilt mein Dank für oftmaligen Rat und häufige Tat sowie ein heiteres und angenehmes Arbeitsumfeld.

Meinen Eltern danke ich für das jederzeitige Vertrauen und ihre Unterstützung in meiner Ausbildung auch in schwierigen Zeiten.

Mein ganz besonderer Dank gilt meiner Frau Dagmar, die mir nicht nur eine persönliche, sondern in vielen Fragen auch eine wertvolle fachliche Stütze war. Meinen Töchtern Nike und Hannah danke ich dafür, dass sie die Abwesenheit ihres Vaters in vielen Stunden erduldet haben.

Inhaltsverzeichnis

| | | |
|----------|---|-----------|
| 1 | Einleitung..... | 1 |
| 1.1 | Problemstellung | 1 |
| 1.2 | Konzeption der Arbeit..... | 2 |
| 1.3 | Ausgangssituation nach dem Stand der Technik | 4 |
| 2 | Verfahrenstechnische Grundlagen..... | 7 |
| 2.1 | Dynamische Mikrofiltration mit Membranen..... | 7 |
| 2.1.1 | Membranverfahren..... | 7 |
| 2.1.2 | Charakterisierung von Membranen und Membranprozessen | 9 |
| 2.1.3 | Statische und dynamische Filtration | 11 |
| 2.1.4 | Stofftransport durch Membranen..... | 12 |
| 2.1.5 | Stofftransport in Membrannähe | 14 |
| 2.1.6 | Übertragbarkeit der Mikrofiltrationsmodelle auf die Oszillationsfiltration..... | 18 |
| 2.2 | Fließverhalten von Suspensionen | 19 |
| 2.2.1 | Modelle zum Einfluss suspendierter Stoffe auf die Viskosität..... | 19 |
| 2.2.2 | Messmethoden für die Viskosität von Suspensionen..... | 20 |
| 2.2.3 | Ansätze zum Bestimmen der Viskosität von Biermaische | 20 |
| 3 | Grundlagen zum Einsatz von Feinstschrot beim Bierherstellen | 21 |
| 3.1 | Mühlentechnik | 21 |
| 3.2 | Bierherstellen mit Feinstschrot | 24 |
| 4 | Material und Methoden..... | 29 |
| 4.1 | Schrot-, Würze- und Bierherstellen | 29 |
| 4.1.1 | Rohstoffe für Brau- und Filtrationsversuche | 29 |
| 4.1.2 | Methoden | 29 |
| 4.1.2.1 | Zerkleinerung von Malz und Reis..... | 29 |
| 4.1.2.2 | Maischversuche..... | 30 |
| 4.1.2.3 | Bierherstellen im halbtechnischen Maßstab | 31 |
| 4.1.2.4 | Technologisches Untersuchungsraaster..... | 31 |
| 4.1.3 | Analysen | 32 |
| 4.1.3.1 | Malz-, Würze- und Bieranalysen | 32 |
| 4.1.3.2 | Bierfiltrierbarkeit | 33 |
| 4.1.3.3 | Sensorische Analysen | 33 |
| 4.1.3.4 | Feststoffkonzentration der Maische bzw. des Trebers..... | 34 |
| 4.1.3.5 | Extraktausbeute und Auswascheffizienz | 34 |
| 4.1.3.6 | Partikelmesstechnik | 36 |
| 4.2 | Filtration..... | 36 |
| 4.2.1 | Versuchsanlage zur Oszillationsmembranfiltration..... | 36 |
| 4.2.2 | Membranmaterial..... | 40 |
| 4.3 | Untersuchung der Membranablagerungen..... | 40 |
| 4.3.1 | Probenmaterial und Mittel für die Reinigungsversuche | 40 |
| 4.3.2 | Reinigungskontrolle..... | 41 |

| | | |
|----------|---|-----------|
| 4.4 | Rheologische Versuche..... | 41 |
| 4.4.1 | Rotationsrheometer..... | 41 |
| 4.4.2 | Auswertung stationärer Scherversuche..... | 41 |
| 4.4.3 | Auswertung oszillatorischer Scherversuche..... | 42 |
| 5 | Untersuchungen der verfahrenstechnischen und strömungsmechanischen Grundlagen zur Membranfiltration von Maische..... | 44 |
| 5.1 | Verfahren - Auswahl der Filtrationstechnik..... | 44 |
| 5.1.1 | Durchströmungssysteme..... | 44 |
| 5.1.2 | Scherspaltfilter..... | 45 |
| 5.1.3 | Oszillationsfiltration (OF): Filter mit oszillierenden Membranen..... | 45 |
| 5.2 | Membranen – spezifische Eigenschaften bei der Maischefiltration..... | 46 |
| 5.2.1 | Membranstabilität..... | 46 |
| 5.2.1.1 | PTFE-Membranen..... | 46 |
| 5.2.1.2 | Keramische Membran..... | 47 |
| 5.2.1.3 | PTFE-Membranen mit Schutzschicht..... | 47 |
| 5.2.2 | Eigenschaften der Ablagerungen auf der Membran..... | 47 |
| 5.2.2.1 | Untersuchung der Ablagerungen..... | 47 |
| 5.2.2.2 | Veränderung der Trenncharakteristik durch Maischeablagerungen..... | 48 |
| 5.2.2.3 | Veränderung der Permeabilität durch Ablagerungen..... | 50 |
| 5.2.2.4 | Entfernen der Ablagerungen – Membranreinigung..... | 52 |
| 5.3 | Filtrationsmedium - rheologische Eigenschaften der Maische..... | 56 |
| 5.3.1 | Eigenschaften der flüssigen Phase..... | 56 |
| 5.3.2 | Eigenschaften der festen Phase..... | 57 |
| 5.3.3 | Fließverhalten der Suspension (Maische)..... | 58 |
| 5.3.3.1 | Strukturviskosität bei stationärer Scherung..... | 58 |
| 5.3.3.2 | Strukturviskosität bei oszillatorischer Scherung..... | 60 |
| 5.3.3.3 | Einfluss der übrigen Parameter der Viskositätsfunktion..... | 61 |
| 5.4 | Bisheriger Kenntnisstand..... | 63 |
| 6 | Filtrationsverhalten der Oszillationsfiltration..... | 64 |
| 6.1 | Entwicklung eines kinetischen Filtrationsmodells..... | 64 |
| 6.1.1 | Grundgedanken des Modells..... | 64 |
| 6.1.2 | Porenverengung, Porenverstopfung und Deckschichtbildung..... | 67 |
| 6.1.3 | Gesamtwiderstand und seine Analyse..... | 71 |
| 6.1.4 | Experimentelle Prüfung..... | 73 |
| 6.2 | Einfluss der Prozessparameter..... | 76 |
| 6.2.1 | Transmembrandruck..... | 77 |
| 6.2.2 | Oszillation der Membran..... | 79 |
| 6.2.3 | Suspensionseigenschaften – viskositätsrelevante Größen..... | 81 |
| 6.2.4 | Umwälzvolumenstrom und geometrische Größen..... | 83 |
| 6.3 | Wechselwirkungen der Prozessparameter..... | 84 |
| 6.3.1 | Abschätzung der Wechselwirkungen – 2 ⁶ -Faktorplan..... | 84 |
| 6.3.2 | Wechselwirkungen zwischen Transmembrandruck und Suspensionsviskosität..... | 85 |
| 6.3.3 | Wechselwirkungen zwischen Oszillation und Suspensionsviskosität..... | 86 |

| | | |
|-----------|---|------------|
| 6.3.4 | Kenngrößen für den Stationär-Instationär-Umschlag..... | 87 |
| 6.4 | Zusammenfassung der filtrationstechnischen Untersuchungen..... | 91 |
| 7 | Eigenschaften von Maische, Würze und Bier..... | 92 |
| 7.1 | Feinstvermahlen der Cerealien | 92 |
| 7.2 | Einfluss der Schrotfeinheit auf das Maischen..... | 93 |
| 7.2.1 | Geschwindigkeit der Stoffumsetzung und –lösung | 93 |
| 7.2.2 | Zusammensetzung der Maischen und Einfluss des Gussverhältnisses..... | 94 |
| 7.2.3 | Rohfrucht-Malz-Maischen..... | 95 |
| 7.3 | Selektion suspendierter und gelöster Maischebestandteile..... | 96 |
| 7.4 | Würze- und Bierherstellung | 97 |
| 7.4.1 | Würzeigenschaften..... | 97 |
| 7.4.2 | Biereigenschaften..... | 100 |
| 7.4.3 | Sensorische Untersuchungen | 102 |
| 7.5 | Neue technologische Strategien..... | 104 |
| 7.5.1 | Einsatz von cytolytisch schlecht gelöstem Malz | 104 |
| 7.5.2 | Rohfruchtverarbeitung | 105 |
| 7.5.3 | Maischekochverfahren..... | 107 |
| 8 | Extraktauswaschen bei der dynamischen Filtration | 109 |
| 8.1 | Berechnung der zeitlichen Abnahme der Extraktkonzentration | 109 |
| 8.2 | Geschwindigkeit des Fest-Flüssig-Stoffdurchganges..... | 110 |
| 8.3 | Einfluss der Verfahrensparameter auf die Auswascheffizienz | 112 |
| 8.4 | Treberextraktverluste | 114 |
| 9 | Diskussion und Ausblick | 115 |
| 9.1 | Filtrationsverhalten der Oszillationsfiltration | 115 |
| 9.1.1 | Filtrationsmodell..... | 115 |
| 9.1.2 | Schlussfolgerungen für die Prozessführung..... | 116 |
| 9.1.3 | Scale up und Implementierung im Sudhaus..... | 118 |
| 9.2 | Produktqualität..... | 119 |
| 9.2.1 | Eignung der Oszillationsfiltration zur Filtration von Maische | 119 |
| 9.2.2 | Brauen mit feinstvermahlenem Malz..... | 119 |
| 9.2.3 | Bedeutung der Trenncharakteristik für die Würze und Bierqualität..... | 120 |
| 9.3 | Extraktauswaschen..... | 122 |
| 9.4 | Zusammenfassende Bewertung | 124 |
| 10 | Zusammenfassung..... | 125 |
| 11 | Quellennachweise..... | 128 |
| 11.1 | Literatur..... | 128 |
| 11.2 | Diplomarbeiten | 136 |

| | |
|---|------------|
| Anhänge | 137 |
| Anhang 1: Foto der Versuchsanlage zur Oszillationsfiltration | |
| Anhang 2: DLG – Verkostungsschema für Bier nach MEBAK | |
| Anhang 3 Membranfärbemethoden | |
| Anhang 4: Rabinowitsch-Weißenberg-Korrektur | |
| Anhang 5: Vollständige Darstellung der stationären Scherversuche von Feinstschrotmaische TE | |
| Anhang 6: Reduzierter 2 ⁶ -Versuchsplan: Einfluss der Prozessparameter auf die Permeabilität | |
| Anhang 7: Vollständige Verkostungsergebnisse der Biere aus normal gelöstem Malz | |
| Anhang 8: Formelzeichen | |
| Anhang 9: Griechische Formelzeichen | |
| Anhang 10: Abkürzungen | |
| Anhang 11: Begriffe, Wortschöpfungen und Spezialsemantik | |

1 Einleitung

1.1 Problemstellung

Hintergrund

Die Bierherstellung ist einer der ältesten biotechnologischen Prozesse, der noch heute in weitgehend traditionell geprägter Weise durchgeführt wird. Die hohe technische Entwicklung schon in vorindustrieller Zeit wurde gefördert durch die besondere Bedeutung des Produktes Bier, das neben Wein als mikrobiologisch unbedenkliches Getränk und Nahrungsmittel wesentlich zur Entwicklung der Gesellschaft im europäischen und vorderasiatischen Raum beigetragen hat [126]. Noch immer sind die Technik und die Abfolge der Verfahrensschritte im Sudhaus von der technischen Tradition geprägt. Anders als gegenwärtig stellte in der Zeit, in der viele der heute noch üblichen Sudwerkanlagen entwickelt wurden, ein Gefäßwechsel einen größeren Aufwand dar. Mit verhältnismäßig einfachen Mitteln sollten daher eine Vielzahl von verfahrenstechnischen Grundoperationen in einem Schritt durchgeführt werden, wie dies in Tabelle 1.1 anhand der Zuordnung der klassischen Prozessschritte zu den verfahrenstechnischen Grundoperationen verdeutlicht ist.

Tabelle 1.1. Klassische Prozessschritte im Sudhaus einer Brauerei

| Prozessschritt | Grundoperation / Funktion |
|------------------|--|
| Schroten | Zerkleinern, Sieben, Sichten, Mischen |
| Maischen | Suspendieren, Wärmeaustauschen, Stoffaustauschen, Lösen, Homogenisieren |
| Läutern | Fest-Flüssig-Trennung, Extrahieren (Auswaschen) |
| Würzekochen | Wärmeaustauschen, Verdampfen sowie andere thermische Trennvorgänge, Lösen, |
| Heißstrubtrennen | Fest-Flüssig-Trennen |
| Würzekühlen | Wärmeaustauschen |

Aus heutiger Sicht lösen sich daher viele alte Verfahrensweisen von ihrer ursprünglichen Sinngebung. Für jede bei der Bierherstellung bekannte Grundoperation stehen aus verfahrenstechnischer Sicht eine oder mehrere individuelle technische Lösungen bereit. Diese Lösungen sind apparatetechnisch oft aufwendiger, können aber zu qualitativen, wirtschaftlichen oder umwelttechnischen Vorteilen führen.

Treber als Filtermittel

Die vorliegende Arbeit befasst sich mit der Entwicklung einer neuen Läutertechnik. Zwei sehr unterschiedliche verfahrenstechnische Grundoperationen gehören zur Aufgabe des Läuterns. Zum Einen eine Fest-Flüssig-Separation, also das Trennen der Treber von der Vorderwürze, und zum Anderen das Auswaschen des Extraktes in den Trebern. Bisher werden in Brauereien praktisch ausschließlich Läuterverfahren eingesetzt, bei welchen beide Grundoperationen in einem Gerät und unter Nutzung von Treber als Filtermittel durchgeführt werden. Dies bringt jedoch nicht unerhebliche Einschränkungen bezüglich der Malzfeinheit mit sich. Eine positive technologische Einflussnahme durch die mahltechnischen Aufbereitung ist daher nur eingeschränkt möglich. Auch wenn mit dem Aufkommen der Dünnschichtmaischefilter diese Möglichkeiten erweitert wurden, bleibt ein noch großes Potenzial unangetastet [18, 55, 72, 91, 128]. Darüber hinaus erfordert der Umgang mit dem „natürlichen“ Filtermittel Treber eine äußerst sensibles Handhaben, um den Anforderungen bezüglich des Filtrationsverhaltens, der Rückhalteeigenschaften und der Auswaschausbeute nachkommen zu können.

Membranfiltration

Ein wichtiges Ziel bei der Suche nach Alternativen zu den konventionellen Läutergeräten ist die Option, fein- und feinstvermahlene Malz einsetzen zu können, da Feinschrotmaischen nicht in der

Lage sind, eine hinreichend poröse und permeable Filterschicht zu bilden. Es bieten sich hierzu zwei klassische Lösungen an: Erstens kann ein Tiefenfiltermittel eingesetzt werden. Das Auswaschen und Entsorgen der Treber, die sich im Innern des Filtermittels festsetzten, ist jedoch äußerst schwierig. Zweitens ist der Einsatz von Filterhilfsmitteln denkbar. Es muss dabei berücksichtigt werden, dass bei der Maischefiltration, im Gegensatz z. B. zur Bierklärung, bei der der Filterhilfsmittelsatz erfolgreich betrieben wird, der Feststoffanteil erheblich höher ist. Folglich ist der materielle Aufwand bedeutend größer und die Filterstandzeit zudem sehr klein. Neben diesen unbefriedigenden Alternativen bietet die dynamische Membranfiltration eine moderne Lösung des Problems an. Bereits in andere Bereiche der chemischen Verfahrenstechnik hat diese Technik erfolgreich Eingang gefunden [7, 113]. Auch hinsichtlich der Nutzung von Membranen als Hilfsmittel für die Maischefiltration sind verschiedene Techniken bekannt [13, 14, 16, 17, 71, 97, 98, 99]. Jedoch beziehen sich diese Quellen zumeist auf die Anwendung von Membranen als Stüttschicht oder nachgeschaltete Feinklärung. Soll die Membran hingegen als alleiniges Filtermittel eingesetzt werden, dann ist aufgrund des hohen Feststoffanteils ein dynamisches Verfahren erforderlich.

Apparative Trennung der verfahrenstechnischen Grundoperationen

Aus heutiger Sicht ist ein häufiger Gefäßwechsel, auch bei dickflüssigen Medien wie Maische und Treber möglich. Die zu bewerkstellenden Grundoperationen können also - anders als in herkömmlichen Brauverfahren angestrebt - getrennt werden, um für die individuellen verfahrenstechnischen Aufgaben besser geeignete Techniken einsetzen zu können. Die dynamische Membranfiltration ermöglicht eine solche Trennung von Filtration und Extraktauswaschen (Bild 1.1).

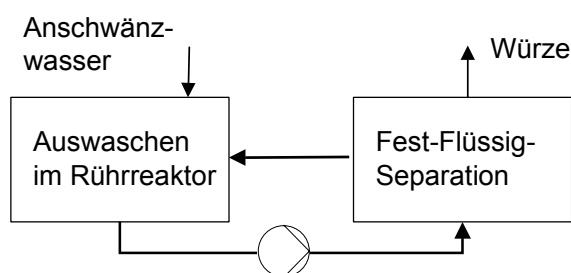


Bild 1.1. Trennung von Auswaschen der Treber und der Fest-Flüssig-Separation im Chargenbetrieb

Verbindung von Technik und Brautechnologie

Nur wenige technische Innovationen konnten sich im Brauereisektor gegenüber den bestehenden Verfahren erfolgreich durchsetzen. Grund dafür war oftmals die Skepsis in den produzierenden Betrieben, die sich einer von der verfahrenstechnischen Seite ausgereiften, jedoch brautechnologisch nur unzureichend untersuchten Technik gegenüber sahen. Technik und Technologie sind miteinander verwoben. So kann eine neue Technik ermöglichen, neue technologische Wege zu beschreiten. Andererseits ist die Technik vielfach zwingend an technologische Anpassungen gebunden. Im Fall des Läuterprozesses spielt vor allem die Verquickung der Feinstschrotverwendung mit der Filtration der Maische eine entscheidende Rolle. Einen Überblick über den derzeitigen Stand der Technik, der das Zusammenspiel von Schrotfeinheit und Läutertechnik beinhaltet, gibt Abschnitt 1.3 im Anschluss an die Vorstellung der Konzeption der Arbeit.

1.2 Konzeption der Arbeit

Diese Arbeit stellt sich die Aufgabe, eine dynamische Membrantrenntechnik, die den Einsatz von feinstvermahlenem Malz ermöglicht, als Alternative zu herkömmlichen Läuterverfahren zu entwickeln. Der Läutervorgang nimmt im Bierherstellungsprozess eine besondere Stellung ein, da von ihm sowohl die Produktqualität als auch die Rohstoffausbeute und die Kapazität des Sudhauses

(Chargengröße und -folge) beeinflusst werden. Folgerichtig müssen drei Untersuchungsgegenstände als Bewertungsmaßstäbe für das neu zu entwickelnde Verfahren erfasst werden:

1. Kapazität Untersuchungen des Filtrationsverhaltens mit dem übergeordneten Ziel eines hohen flächenspezifischen Filtratflusses
2. Qualität Kontrolle der technologischen Auswirkungen des neuen Verfahrens auf die Würze- und Bierqualität
3. Quantität Optimieren und Überprüfen der Malzextraktausbeute beim Auswaschen der Treber (Anschwänzen)

Die vollständige und umfassende Bearbeitung dieses Themas muss demnach auf zwei Stützen, einer verfahrenstechnischen und einer technologischen, aufbauen. Bildlich soll die Figur in Bild 1.2 den Aufbau der Arbeit veranschaulichen. Auf dem „Sockel“ der Problemstellung und der Situationsanalyse nach dem Stand der Technik (Kapitel 1) stehen die beiden „Beine“ der Grundlagen bezüglich der Verfahrenstechnik (Kapitel 2) und der Brautechnologie (Kapitel 3).

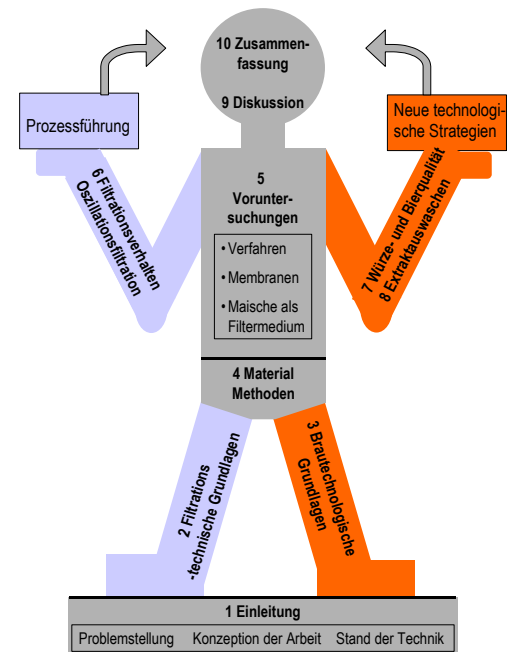


Bild 1.2. Bildliches Schema zur Konzeption der Arbeit

Bevor nach der Darlegung der Methoden und Versuchsaufbauten (Kapitel 4) die drei genannten Untersuchungsschwerpunkte behandelt werden, sind einige wesentliche verfahrenstechnische und strömungsmechanische Voruntersuchungen (Kapitel 5) notwendig. Sie beschäftigen sich mit der speziellen Kombination von Aufgabe und Mittel, also der Kombination Maischefiltration und Mikrofiltration. Drei Unterpunkte werden dabei behandelt:

- Die Auswahl des Verfahrens der Oszillationsmembranfiltration aus den möglichen technischen Varianten der dynamischen Filtration (5.1).
- Die spezifischen Eigenschaften von Membranen bei der Maischefiltration (5.2).
- Die Maische als Medium für die dynamische Mikrofiltration (5.3).

Darauf aufbauend folgen die Kapitel 6 bis 8, die sich mit folgenden Inhalten beschäftigen: Kapitel 6 befasst sich mit dem Filtrationsverhalten der Oszillationsfiltration:

- Zunächst werden die typischen Verhaltensmuster der Oszillationsfiltration (stationäre und instationäre) durch ein kinetisches Modell beschrieben und begründet (6.1).
- Im zweiten Schritt wird für den Fall des stationären Verhaltens dem Einfluss der Prozessparameter bei individueller Variation nachgegangen (6.2).
- Schließlich wird das Zusammenwirken der Prozessparameter beleuchtet und somit der „Wirkmechanismus“ der Oszillation ergründet sowie der Kreis zum kinetischen Modell wieder geschlossen, indem die Übergänge von stationärem zu instationärem Filtrationsverhalten erklärt werden (6.3).

In Kapitel 7 werden die technologischen Auswirkungen untersucht:

- Zunächst wird der Einfluss der Feinstvermahlung auf die Maischvorgänge (ohne Membranfiltration) betrachtet. Dadurch ist eine Trennung der Einflüsse Schrotfeinheit und Trenntechnik möglich (7.1 und 7.2).

- Darauf folgen Ergebnisse zum Einfluss der Membrantrennung (7.3).
- Im Vergleich mit einem Läuterbottichprozess werden schließlich der Einfluss von Feinstvermahlung und Membrantrenntechnik auf die Würze- und Bierqualität geprüft (7.4).
- Aus den gewonnenen Erkenntnissen ergeben sich verschiedene Ansätze zur Nutzung des neuen Verfahrens (7.5).

Im letzten Schwerpunkt wird das für die Rohstoffausnutzung wichtige Anschwänzen behandelt (Kapitel 8):

- Zunächst wird der Stoffdurchgang bei Feinstschrot vom Feststoff in die Matrixflüssigkeit untersucht, der ein Berechnen der Extraktabnahme ermöglicht (8.1 und 8.2).
- Im zweiten Schritt werden die Prozessparameter in die Überlegungen integriert und deren Einfluss experimentell überprüft (8.3).
- Die daraus resultierenden Erkenntnisse werden für Anweisungen an eine Prozessführung umgesetzt, wobei die Bewertung u. a. anhand der Treberextraktverluste vorgenommen wird (8.4).

In der abschließenden Diskussion und Zusammenfassung (Kapitel 9 und 10) werden die Erkenntnisse aus beiden „Armen“ zusammengeführt und analysiert.

1.3 Ausgangssituation nach dem Stand der Technik

Bei der Entwicklung einer Maischefiltrationstechnik ist es erforderlich, die technisch und technologisch miteinander korrespondierenden Prozessschritte Malzzerkleinerung, Maischen, Treberseparation und Extraktauswaschen der Treber einer übergreifenden Bewertung zu unterziehen. Allgemein können zwei in der Praxis anzutreffende Verfahren unterschieden werden. Zum Einen das Verarbeiten von grobem Schrot in einem *Läuterbottich* und zum Anderen das Feinvermahlen in Verbindung mit einem *Dünnschichtmaischefilter*. Tabelle 1.2 zeigt die Unterschiede in der Malzfeinheit beider Systeme. Feinere Schrote können nicht ohne zum Teil erhebliche Einbußen in der Filtriergeschwindigkeit eingesetzt werden.

Tabelle 1.2. Korngrößenmassenverteilung nach der Pflungstädter Plansichter-Methode für ein Läuterbottichschrot und ein Schrot eines Dünnschichtmaischefilters [82, 129]

| Fraktion | Korngröße in μm | Läuterbottich in % | Dünnschichtmaischefilter in % |
|--------------|-------------------------------|-----------------------|----------------------------------|
| Spelzen | >1270 | 18 | 0,6 |
| Grobgrieß | > 1010 | 8 | 0,9 |
| Feingrieß I | > 547 | 35 | 7,0 |
| Feingrieß II | > 253 | 21 | 14,3 |
| Mehl | >152 | 7 | 12,0 |
| Pudermehl | < 152 | 11 | 65,2 |

Neben den Läuterbottich- und Maischefilterverfahren sind eine Vielzahl von anderen Techniken bekannt, die im Pilotstadium oder auch großtechnisch zur Anwendung kommen bzw. gekommen sind. Die bekannteren sind der *Strainmaster*, das *British Mashtun* und *Maischefilter älterer Generation*. Daneben existiert eine Reihe von kontinuierlich arbeitenden und vielfach Sedimentationseffekte nutzende Techniken [100, 98, 116, 117].

Malzzerkleinerung

Für Läuterbottichschrote werden ausschließlich Walzenstühle, die mit ein bis drei Walzenpaaren ausgestattet sind, eingesetzt. Eine Feuchtkonditionierung des Mahlgutes ist möglich und zielt darauf ab, die für den Filtrationsprozess im Läuterbottich förderlichen Spelzen im Mahlprozess zu erhalten. Für das Feinschrot der Dünnschichtmaischefilter werden entweder Walzenstühle mit 3 Walzenpaaren, Hammermühlen oder auch Scheibenmühlen eingesetzt [56, 65, 127]. Die in der

Praxis vorzufindende Auswahl von Walzenstühlen ist in Tabelle 1.3 in Abhängigkeit von der Zerkleinerungsaufgabe für Läuterbottich und Maischefilter in einer Übersicht dargestellt.

Tabelle 1.3. Walzenmühlentypen für Läuterbottich- und Maischefilterschrote [125]

| Mühlenart | 1. Spalt in mm | 2. Spalt in mm | 3. Spalt in mm | Durchsatz in kg/(h mm) | Einsatz LB = Läuterbottich MF = Maischefilter |
|--------------------------|-------------------|-------------------|-------------------|---------------------------|---|
| 2 Walzen | 0,6-1,4 | | | 1,5-2,0 | LB, Kleinbrauereien |
| 3 Walzen | 1,3-1,6 | 0,4-0,7 | | 2,0-3,0 | LB, Kleinbrauereien, Malz und Reis |
| 4 Walzen ohne Sieb | 1,3-1,9 | 0,3-1,0 | | 2,0-6,0 | LB und MF, Malz |
| 4 Walzen mit Sieb | 1,3-1,7 | 0,6-1,0 | | | LB und MF, Malz, trocken und kond. |
| 5 Walzen | 1,6-2,0 | 0,7-1,1 | 0,2-0,4 | | LB, Malz und Rohfrucht |
| 5 Walzen Konditionierung | 1,4-1,9 | 0,5-1,0 | 0,2-0,4 | 2,0-6,0 | LB, Malz konditioniert |
| 5 Walzen Maischefilter | 1,0-1,4 | 0,4-0,6 | 0,1-0,3 | | MF, Malz trocken |
| 6 Walzen | 1,6-2,0 | 0,7-1,1 | 0,2-0,4 | 2,0-10,0 | LB, Malz und Rohfrucht |
| 6 Walzen Konditionierung | 1,4-1,9 | 0,5-1,0 | 0,2-0,4 | | LB, Malz konditioniert |
| 6 Walzen Maischefilter | 1,0-1,4 | 0,4-0,6 | 0,1-0,3 | 1,5-8,0 | MF, Malz trocken |
| 6 Walzen Rohfrucht | 1,3-1,8 | 0,6-1,0 | 0,3-0,5 | | LB und MF, Rohfrucht |

Läuterbottich

Ein Läuterbottich (Schnittzeichnung in Bild 1.3) besteht aus einem isolierten Behälter mit zylindrischer Zarge und leicht konischem Boden. Wenige Millimeter über dem Läuterbottichboden befindet sich der sog. Senkboden, der perforiert ist und als Stütze für den Treberkuchen dient. Durch die Schlitze, die sich von unten nach oben auf 0,7-1,0 mm verjüngen, wird, je nach Material und Ausführung, eine freie Durchgangsfläche zwischen 6 und 25 % erreicht.

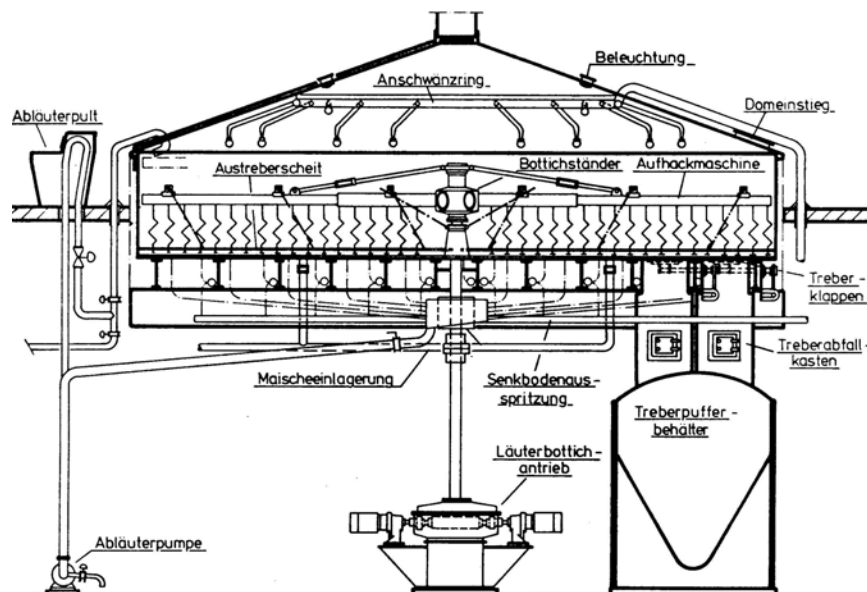


Bild 1.3. Läuterbottich Werkszeichnung Fa. Ziemann GmbH, Ludwigsburg aus Narziß [82]

Ein in Höhe und Drehzahl regelbares Hackwerk soll dem Verdichten des Filterkuchens entgegenwirken. Das Auswaschen der Treber, das sog. Anschwänzen, erfolgt über einen Ring von Sprühköpfen oder Pralltellern von oben. Das Abziehen der Würze wird über mehrere Quellgebiete (etwa 1 m²) realisiert, um dem unterschiedlichen Treberkuchenaufbau Rechnung zu tragen. Darüber hinaus zählen zur Läuterbottichausstattung die Maischeeinlagerungsvorrichtung im Senkboden, die Austreberklappe im Senkboden sowie eine Trübwürzepumpe und -leitung. Die Abmaße des Läuterbottichs ergeben sich aus der Gesamtbeladung und der flächenbezogenen Senkbodenbeladung, die je nach Schrot und angestrebter Läutergeschwindigkeit zu einer Schichthöhe von 30–50 cm Treberkuchen führt. Die hohen Anforderungen bezüglich Klärwirkung,

Ausbeute und Läutergeschwindigkeit verlangen eine aufwändige Regelungstechnik. Da das Entwicklungsniveau der mechanischen Konstruktion des Läuterbottichs einen sehr hohen Stand erreicht hat, ist eine Verbesserung der Hydrodynamik nur durch einer Verbesserung der Regelungstechnik möglich [111]. Neue Techniken, wie unscharfe Regelung (Fuzzy-Logic) bzw. das Trending, werden bereits erfolgreich angewendet.

Dünnschichtmaischefilter [66, 76, 129, 130]

Maischefilter sind vertikale Plattenrahmenfilter mit alternierender Anordnung von Trubraum und Klarraum. Bild 1.4 zeigt ein Segment eines Filter des Modells 2001 der Firma Meura, Leuven. Bei diesem System wird der Treberkuchen zur Entfeuchtung vor und nach dem Anschwätzen von flexiblen Membranen mittels Druckluft gepresst. Die neue Generation der Maischefilter sieht eine Kuchenhöhe von nur 4-8 cm vor, weshalb ein feineres Schrot und damit zusammenhängend ein größerer spezifischer Kuchenwiderstand ermöglicht wird.

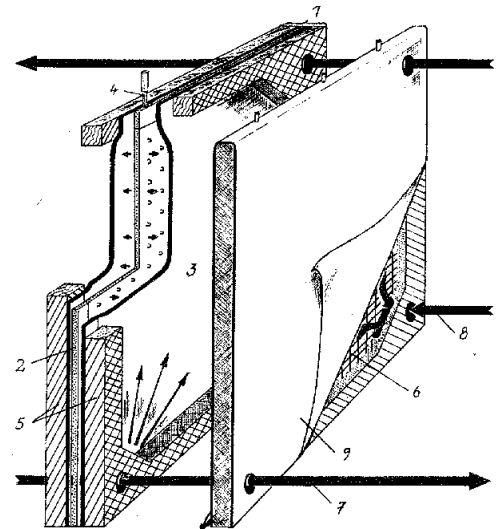


Bild 1.4. Aufbau des Kammersystems eines Dünnschichtmaischefilters des Typs Meura 2001 [66]

- | | |
|------------------------|-----------------------------|
| 1 - Modul | 2 - perforierte Kanalplatte |
| 6 - Gitterplatte | 7 - Maischeeinlass |
| 3 - Elastische Membran | 5 - Rahmen |
| 8 - Würzeabfluss | 9 - Filtertuch |

Wichtige technische Kriterien zum Unterscheiden von Läuterbottich und Maischefilter sind in Tabelle 1.4 zusammengefasst.

Tabelle 1.4. Technische Kriterien von Läuterbottich und Dünnschichtmaischefilter

| Läuterbottich | Dünnschichtmaischefilter |
|--|---|
| Schichthöhe 30 – 50 cm | Schichtdicke 4 – 8 cm |
| Spelzen und definierte Korngrößenverteilung erforderlich | Feineres Schrot als konventioneller Maischefilter, dennoch Grenzen in der Schrotfeinheit, Spelzen oder flockuliertes Protein erforderlich |
| Senkboden als Stüttschicht | Polypropylen-Tücher als Stützmittel |
| nur für Maischen bis etwa 20 % Vorderwürzekonzentration | Vorderwürzen bis 28 % möglich (high gravity) |
| keine Filtration während Maischetransfer; Trübwürzepumpen | Filterbett ist sehr schnell geformt, teilweise Trübwürzepumpen |
| Beladung bis über 30 t möglich | Beladung bis 21 t möglich |
| Belegungszeit von Beladung und Schrotung abhängig; < 120 min möglich | Belegungszeit < 120 min |
| Maischeeinlagerung von unten und oben (ältere Bauarten) | Maischeeinlagerung: Zulauf unten und oben mit Bogen |
| Treberfeuchtigkeit etwa 80 % | Treberfeuchtigkeit von 70 % möglich |

Es kann resümiert werden, dass nach dem heutigen Stand der Technik in Brauereien der Läuterprozess durch Kuchenfiltrationssysteme bewerkstelligt wird und somit auch bei modernen Dünnschichtmaischefiltern die Feinheit beim Malzzerkleinern grundsätzlich begrenzt ist.

2 Verfahrenstechnische Grundlagen

2.1 Dynamische Mikrofiltration mit Membranen

2.1.1 Membranverfahren

Seit Beginn der 70er Jahre finden Membrantrennverfahren Eingang in die Technik [96]. Membranen sind im weitesten Sinne Filtermittel, die mindestens eine Komponente des zu trennenden Gemisches ungehindert passieren lassen. Der Einsatzbereich reicht von niedermolekularen Mischungen bis hin zur Separation von suspendierten, makroskopisch sichtbaren Feststoffen. Unterschieden werden Membranverfahren unter anderem nach ihrer Trenncharakteristik, wie in Bild 2.1 dargestellt ist.

Bild 2.1. Einteilung der Membranverfahren nach Einsatzbereich und Trenngrenze [96, 105]

| Membranprozess | Phasen | Triebkraft | Trennbereich |
|-----------------|--------|---|--------------|
| Gaspermeation | g/g | Überdruck bis 80 bar feedseitig oder Vakuum permeatseitig | |
| Pervaporation | fl/g | Absenken des permeatseitigen Partialdruckes | |
| Elektrodialyse | fl/fl | elektrisches Feld orthogonal zur Membran | |
| Mikrofiltration | fl/fl | Druckdifferenz 1–2 bar | |
| Ultrafiltration | fl/fl | Druckdifferenz 1–10 bar | |
| Nanofiltration | fl/fl | Druckdifferenz 6–60 bar | |
| Umkehrosmose | fl/fl | Druckdifferenz 30–200 bar | |

Die zwei zentralen Bewertungskriterien eines Membrantrennverfahrens sind die Selektivität und der Permeatfluss. Der Permeatfluss kann unter Berücksichtigung des Transmembrandruckes auch als Permeabilität bzw. unter Berücksichtigung des Transmembrandruckes und der Permeatviskosität als Filterwiderstand zum Ausdruck kommen.

Permeatfluss und Selektivität werden durch den Transportvorgang von Permeat und der Menge zurückgehaltener Stoffe bestimmt. Die zwei grundlegend zu unterscheidenden Mechanismen des Stofftransportes sind der konvektive Porentransport und der Transport aufgrund von Diffusion. Im weiteren Umfeld außerhalb der eigentlichen Membran spielen Feldgrößen (z. B. Konzentrationen), die sich innerhalb des Membranmoduls ändern können, eine Rolle. Auch das Zusammenschalten mehrerer Module zu einer Gesamtanlage sowie vor und nachfolgende Prozessschritte sind im Hinblick auf eine umfassende Darlegung der Zusammenhänge bei Membranverfahren zu beachten.

Membranmaterialien

Für technische Belange steht eine Vielzahl unterschiedlicher, fast ausschließlich synthetischer Membranmaterialien zur Verfügung, die hinsichtlich Herkunft, Morphologie und Struktur unterschieden werden. Bild 2.2 gibt einen Überblick über die Klassifizierung von Membranen. Bei den synthetischen Materialien spielen neben den schon länger eingesetzten organischen Polymere Membranen zunehmend auch anorganische Werkstoffe eine Rolle.

Unter den *Polymermembranen* nehmen die asymmetrischen Membranen eine besondere Stellung ein. Um der Forderung nach hohen Permeatflüssen nachkommen zu können, sind kleine Transportwiderstände in der Membran, also besonders dünne Membranschichten, erforderlich. Dies wird bei asymmetrischen Membranen verwirklicht: sie bestehen aus einer dünnen aktiven Schicht und einer porösen Stützschrift, die die erforderliche mechanische Stabilität gewährleistet. Zu unterscheiden sind dabei Phaseninversionsmembranen und Kompositmembranen.

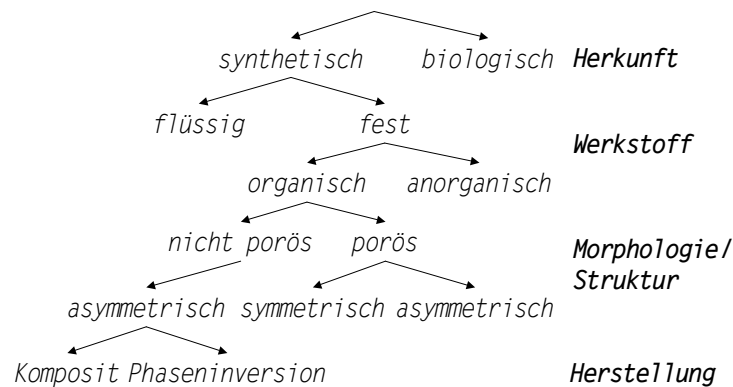


Bild 2.2. Klassifizierung von Membranen nach Rautenbach [96]

Bei Phaseninversionsmembranen bestehen die Stützschrift und die aktive Schicht aus demselben Material. Kompositmembranen hingegen zeichnen sich dadurch aus, dass unterschiedliche Werkstoffe miteinander verbunden werden und somit die Stützschrift und die aktive Schicht getrennt voneinander materialtechnisch optimiert werden können. Die Werkstoffwahl für einen konkreten Anwendungsfall berücksichtigt strukturelle Erfordernisse der Polymerverbindung, die sowohl auf makroskopische Eigenschaften als auch auf die thermische, chemische sowie mechanische Beständigkeit Einfluss nehmen. Ebenso können Anpassungen bezüglich der mikroskopischen Eigenschaften, wie beispielsweise der Permeabilität für bestimmte Komponenten, vorgenommen werden. Hinsichtlich der Struktureigenschaften des Polymers sind hierbei die Molmasse, der chemische Aufbau und die räumliche Anordnung der Makromoleküle sowie deren Wechselwirkungen von Bedeutung.

Keramische Materialien zeichnen sich durch eine höhere Beständigkeit, eine längere Standzeit, der Möglichkeit zur Rückspülung sowie einer guten Trennschärfe aus. Dem stehen die höheren Investitionskosten, spröde Materialstrukturen sowie kleinere Permeabilitäten bei gleicher Trenngrenze gegenüber. Poröse anorganische Membranen können allgemein in Edelstahlmembranen, Glasmembranen, Kohlenstoffmembranen und keramische Membranen unterteilt werden.

Mikro- und Ultrafiltrationsmembranen

Mikrofiltrationsmembranen weisen eine Porengröße im Bereich von 0,08-10 μm auf. Häufig eingesetzte Materialien sind Polytetrafluorethylen (PTFE), Polyethersulfon (PES), Polypropylen (PP), Polyamide (PA) und Celluloseacetate. Daneben stehen auch keramische Werkstoffe (ZrO_2 , Al_2O_3) und andere organische Materialien zur Verfügung. Typische Trenngrenzen der Ultrafiltration liegen in einem Molmassenbereich von 1.000-100.000 Da. Aufgrund ihrer kleineren Permeabilität werden bei der Ultrafiltration nur asymmetrische Membranen eingesetzt.

2.1.2 Charakterisierung von Membranen und Membranprozessen

Zum Beschreiben mikroporöser Membraneigenschaften werden unterschiedliche Größen herangezogen, die vielfach auch nationalen und internationalen Normen unterworfen sind:

- Geometrische Größen,
- Strukturdaten (Porosität, Porengrößenverteilung, Porenform),
- Trenngrenze,
- mechanische, chemische und thermische Beständigkeit,
- Oberflächeneigenschaften (Benetzungsverhalten, Zetapotenzial, Adsorption),
- Herstellungskosten und Verkaufspreis.

Die zur Membrancharakterisierung verwendeten Parameter geben jedoch in der Regel nicht die Eigenschaften wieder, die während des Filtrationsprozesses anzutreffen sind. Grund dafür sind die nicht von den Laboruntersuchungen in die Praxis übertragbaren Randbedingungen. Hierbei kommen den Ablagerungen während der Filtration eine wichtige Rolle zu. Daher sind zur Beschreibung insbesondere der Trenngrenze und des Permeatflusses zwischen den das „rohe“ Membranmaterial betreffenden Größen einerseits und den Filtrationsprozess beschreibende Größen andererseits zu unterscheiden.

Trenngrenze

Mikroporöse Membranen weisen in der Regel eine Verteilung der Porengröße auf, so dass eine mehr oder weniger steile Trenngradkurve vorliegt. Die Trenngrenze von Mikrofiltrationsmembranen werden als definierte Porenweiten, z. B. nominale Porendurchmesser, angegeben. Bei Ultrafiltrationsmembranen kommt üblicherweise das Molecular Weight Cut Off (MWCO) zur Anwendung, also die Molmasse, der zu einem Anteil von 90 % oder 95 % zurückgehaltenen Moleküle. Die Fähigkeit einer Membran, zwischen Komponenten einer Mischung zu unterscheiden, wird als *Selektivität* bezeichnet [134]. Dabei können diese Komponenten durch ihre Molmasse, ihre chemische Struktur oder durch ihre Partikelgröße definiert sein. Alternativ zur Selektivität wird auch der Begriff *Rückhaltevermögen* bzw. *Rückhalterate* verwendet, das nach folgender Gleichung definiert ist [105].

$$\varphi_i = 1 - \frac{c_{Pi}}{c_{zui}} \quad \text{Gleichung 2.1}$$

| | |
|-------------|---|
| φ_i | Rückhaltevermögen der Komponente i |
| c_{Pi} | Konzentration der Komponenten i im Permeat |
| c_{zui} | Konzentration der Komponenten i in der Suspension |

Die Rückhalterate für eine Komponente kann sich während der Membranfiltration, zum Beispiel aufgrund einer Porenverengung durch Ablagerungen, verändern.

Permeabilität

Die Durchströmbarkeit einer Membran für Gase und Flüssigkeiten wird als Permeabilität bezeichnet. Sie bezieht sich streng genommen auf das Durchströmen ohne Filtrationseffekte und kommt nach folgender Gleichung im Permeabilitätskoeffizienten K_P zum Ausdruck.

$$\dot{V}_P = A \cdot K_P \cdot \Delta p^n \quad \text{Gleichung 2.2}$$

| | |
|-------------|-------------------------------------|
| \dot{V}_P | Volumen der Flüssigkeit / des Gases |
| Δp | Druckdifferenz |
| A | Fläche der durchströmten Membran |
| K_P | Permeabilitätskoeffizient |
| n | Exponent |

Für kompressible Membranen ist der Exponent $n < 1$, ansonsten kann mit einem linearen Zusammenhang zwischen Volumenstrom und Druckgefälle, also einem konstanten Permeationskoeffizienten gerechnet werden.

Zum Beschreiben des Filtrationsverhaltens eines Membrantrennprozesses kann der Permeatfluss J_P (Permeatstromdichte in $l/(m^2 \text{ h})$) über der Filtrationszeit oder über dem Permeatvolumen aufgetragen werden.

$$J_P = \frac{\dot{V}_P}{A} \quad \text{Gleichung 2.3}$$

Wichtig ist in diesem Fall, dass Angaben über die Randbedingungen gemacht werden, z. B. über die Art der filtrierten Flüssigkeit, über die Temperatur und den Druck. Wenn der Druck gewissen unvermeidlichen Schwankungen oder auch technisch bedingten Änderungen unterliegt, ist es sinnvoll, einen Permeabilitätskoeffizienten K_P zu bilden.

$$K_P = \frac{J_P}{\Delta p^n} \quad \text{Gleichung 2.4}$$

Es ist zu beachten, dass sich der Koeffizient K_P auf bestimmte Komponenten in einer Lösung, auf das Lösungsmittel oder Lösungen beziehen kann. Es zeigt sich, dass K_P nicht nur eine Funktion der Art des Permeates ist, sondern weiterer Parameter, wie der Temperatur T , der Feststoffkonzentration c_F und der Extraktkonzentration ξ .

$$K_P = f(T, c, \xi, \dots)$$

Nach dem Filtrationsgesetz von DARCY kann ein Filterwiderstand R_M definiert werden, der umgekehrt proportional zur Permeabilität ist, der aber auch die dynamische Viskosität des permeierenden Fluids berücksichtigt. Der Membranwiderstand beinhaltet die hydrodynamischen Widerstände der aktiven Schicht und der Trägerschicht.

$$R_M = \frac{\Delta p}{\eta_P \cdot J_P} = \frac{K_P}{\eta_P} \quad \text{Gleichung 2.5}$$

Oberflächeneigenschaften

Die für die Filtration bedeutsamen Oberflächeneigenschaften von Membranen sind die Benetzbarkeit und das Adsorptionsvermögen. Verantwortlich für beide Phänomene sind neben Van-der-Waals-Kräften auch elektrostatische Wechselwirkungen. Ihre Ursprünge haben sie unter anderem in funktionellen Gruppen und Moleküldissoziationen.

Die Fähigkeit zur adsorptiven Retention einer Membran wird durch das ζ -Potenzial (elektrokinetisches Potenzial) beschrieben. Das ζ -Potenzial beschreibt die charakteristische Verteilung der elektrischen Ladungen an der Oberfläche eines Feststoffes und im umgebenden wässrigen Elektrolyt. Die Oberflächenladungen können positiv und negativ sein. Direkt an der Feststoffoberfläche bildet sich eine festhaftende Schicht von Gegenionen, die die Oberflächenladung aber nicht vollständig kompensiert. Daher entsteht eine über dem Feststoff bewegliche Ladungsverteilung, die als diffuse Doppelschicht bezeichnet wird. Der Ladungsunterschied zwischen festhaftender und diffuser Schicht, der nur in einer Strömung messbar ist, wird als das ζ -Potenzial bezeichnet. Es kann positiv oder negativ sein und ist abhängig vom pH-Wert. Beim Filtrieren hydrophiler Suspensionen mit hydrophoben Membranmaterial kommt der Adsorption eine nur untergeordnete Bedeutung zu. Wichtiger ist in diesem Fall die Benetzbarkeit.

Wird ein Festkörper mit einer Flüssigkeit benetzt, so vergrößert sich die Oberfläche der Flüssigkeit. Eine große Oberflächenspannung wirkt diesem Vorgang entgegen, so dass sich zwischen Oberfläche und Festkörper ein Randwinkel Φ einstellt. Der Winkel Φ ist ein quantitatives Maß für die Benetzbarkeit. Bei einem Winkel $\Phi < 90^\circ$ findet eine Benetzung statt, bei Winkeln $\Phi > 90^\circ$ hingegen keine. Bei einem Winkel von genau $\Phi = 90^\circ$ liegt keine Kapillarität vor. Bild 2.3 zeigt die Kapillaraszension im Falle einer Benetzung ($\Phi < 90^\circ$) und die Kapillardepresion ($\Phi > 90^\circ$). Letzteres Phänomen ist bei einer hydrophilen Flüssigkeit mit einer hydrophoben Membran (z. B. Würze mit PTFE) zu beobachten.

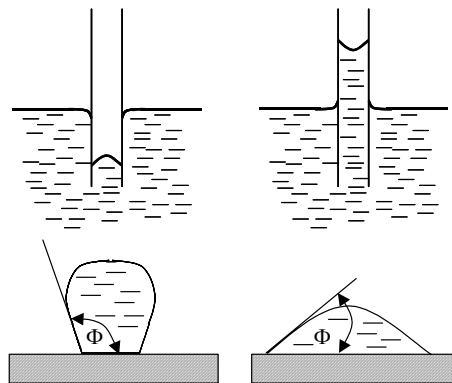


Bild 2.3. Kapillardepresion (links) und Kapillaraszension (rechts)

Es existiert eine kapillare Kraft, die gegen eine in die Kapillare einströmende Flüssigkeit gerichtet ist. Sie macht einen kapillaren Eintrittsdruck Δp_E notwendig, der zusätzlich zum hydrodynamischen Widerstand des Kapillarsystems angelegt werden muss, um eine Strömung zu erzwingen.

$$\Delta p_E = \frac{4 \cdot \sigma \cdot \cos \Phi}{d_K} \quad \text{Gleichung 2.6}$$

Nach der LAPLACE-Gleichung ist dieser Druck von der Oberflächenspannung σ , dem Randwinkel Φ und dem Durchmesser der Kapillare d_K abhängig.

Im Porengrößenbereich der Mikrofiltration ergibt sich für das Durchströmen von Wasser durch eine PTFE-Membran ein kapillaren Eintrittsdruck von etwa 2 bar. Dieser kann erheblich reduziert werden, indem die Benetzbarkeit der PTFE-Oberfläche durch Behandeln mit einem geeigneten Alkohol verbessert wird. Die hydrophoben Enden der Alkohole legen sich dabei auf die Oberfläche und richten die hydrophilen Enden in den Strömungskanal.

2.1.3 Statische und dynamische Filtration

Die konventionellen Verfahren der Maischeseperation, Läuterbottich und Maischefilter, sind der statischen Filtration zuzuordnen. Hierbei überlagern sich die Mechanismen der Sieb-, Kuchen-, und Tiefenfiltration [13]. Die Filtermittel bei der statischen Filtration bieten eine Vielzahl technischer Varianten. Im einfachsten Fall übernimmt die Feststoffphase der Suspension die Funktion des Trennmittels [122]. Ebenso können Membranen, wie bei der Endfiltration von Bier, zum Einsatz kommen. Dynamische Filtrationsverfahren verwenden generell Membranen als Filtermittel. Ein typisches Unterscheidungsmerkmal beider Verfahrenstechniken ist die Fließrichtung von Filtrat und Suspension zueinander. Bild 2.4 skizziert, dass bei der statischen Filtration Filtrat und Suspension dieselbe Fließrichtung aufweisen, während sie bei der dynamischen Filtration orthogonal zueinander fließen. Da bei der statischen Filtration die Filterkuchenhöhe mit wachsendem Filtratvolumen zunimmt, steigt der hydrodynamische Widerstand stetig an. Im Gegensatz dazu werden bei der dynamischen Filtration Partikeln, die das Filtermittel nicht passieren, teilweise

wieder in die Kernströmung zurücktransportiert. Der dafür verantwortliche „Abstoßeffekt“ beruht auf einer durch ein Geschwindigkeitsgefälle induzierten Impulsstromdichte (Wandschubspannung).

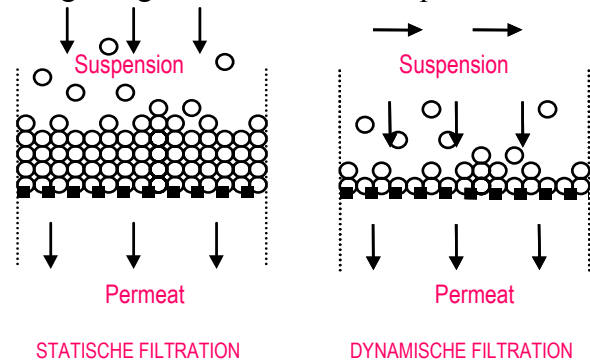


Bild 2.4. Strömungsführung bei statischer und dynamischer Filtration

2.1.4 Stofftransport durch Membranen

Der Stofftransport in Membranen ist aufgrund der Wechselwirkungen der beteiligten Komponenten von komplexer Natur. Prinzipiell lassen sich zwei grundsätzliche Phänomene unterscheiden: Bei *Porenmembranen* wird der Transport mit den Gesetzen des hydrodynamischen Widerstandes beschrieben, während bei *Lösungs-Diffusions-Membranen* die Diffusion die Grundlage zur Modellbeschreibung bildet. Im Bereich der Mikro- und Ultrafiltration kommen, abweichend von den idealisierten Modellen und in Abhängigkeit von der Partikel- bzw. Molekülgröße, beide Transportmechanismen (Konvektion und Diffusion) zum Tragen. Wie Bild 2.5 verdeutlicht, überwiegen im Bereich der Ultrafiltration die diffusiven Effekte, die mit abnehmender Partikelgröße zu einem größeren Permeatfluss führen. Bei einer Partikelgröße von größer als $0,1\ \mu\text{m}$ überwiegen die hydrodynamischen Effekte und der Permeatfluss steigt mit der Partikelgröße an [25, 114].

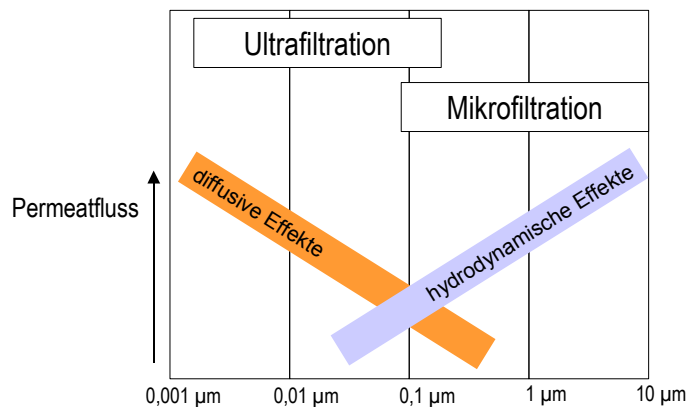


Bild 2.5. Einfluss diffusiver und hydrodynamischer Effekte auf den Permeatfluss nach Rautenbach 96]

Porenmodell (hydrodynamischer Ansatz zum Stofftransport im Innern von Membranen)

Die Beschreibung des Porenmodells gründet sich auf der Vorstellung von offenen Kanälen, die von starrer, undurchdringlicher Materie gebildet werden. Die Kanäle werden vom Lösungsmittel bzw. von der Suspension durchströmt. Hierbei erfährt die strömende Flüssigkeit hydrodynamischen Widerstand. Einflüsse durch Konzentrationsdifferenzen, also Diffusionsvorgänge, bleiben unberücksichtigt. Die Strömung durch die poröse Membran wird vereinfacht als Strömung durch ein Haufwerk, das aus parallel geschalteten Kapillaren besteht, betrachtet. Die Strömung in den Kapillaren wird durch das HAGEN-POISEULLESCHES-Gesetz beschrieben:

$$v_{KAP} = \frac{d_k^2 \cdot \Delta p}{32 \cdot \eta \cdot L} \quad \text{Gleichung 2.7}$$

| | | | |
|------------|---|--------|---------------------------------------|
| v_{KAP} | Strömungsgeschwindigkeit in der Kapillare | η | dynamische Viskosität der Flüssigkeit |
| Δp | Druckgefälle | L | Kapillarenlänge |
| d_k | Durchmesser der Kapillare | | |

Mit einem experimentell zu bestimmenden Wegverlängerungsfaktor μ (Umwegfaktor) kann der Zusammenhang zwischen der Schichthöhe H und der Kapillarenlänge L hergestellt werden.

$$L = \mu \cdot H \quad \text{Gleichung 2.8}$$

Der hydraulische Kapillardurchmesser d_h wird aus den Größen Porosität ε und spezifischen Oberfläche S_V , die der Haufwerkscharakterisierung dienen, bestimmt.

$$d_h = \frac{4\varepsilon}{(1-\varepsilon) \cdot S_V} \quad \text{Gleichung 2.9}$$

Die Strömungsgeschwindigkeit in einer Kapillare v_{KAP} kann zudem in die Permeatgeschwindigkeit des Haufwerkes bzw. der Membran v_P übertragen werden, indem die Porosität als Verhältnis der freien Anströmfläche zur Gesamtfläche verwendet wird.

$$v_{KAP} = \frac{v_P}{\varepsilon} \quad \text{Gleichung 2.10}$$

Aus den Gleichungen 2.5-2.9 folgt die Beziehung nach CARMAN-KONZENY.

$$v_P = \frac{\varepsilon^3 \cdot \Delta p}{2 \cdot (1-\varepsilon)^2 \cdot S_V^2 \cdot \eta \cdot \mu \cdot H} \quad \text{Gleichung 2.11}$$

Der Permeatfluss J_P als der flächenbezogene Permeatmassenstrom $J_P = \frac{\dot{m}_P}{A}$ lässt sich nun über die Permeatdichte ρ_P direkt in einen Zusammenhang mit der Triebkraft und dem Druckgefälle Δp bringen.

$$J_P = \frac{\rho \cdot \varepsilon^3 \cdot \Delta p}{2 \cdot (1-\varepsilon)^2 \cdot S_V^2 \cdot \eta \cdot \mu \cdot H} \quad \text{Gleichung 2.12}$$

Lösungs-Diffusions-Modell (Diffusion als Ansatz für den Stofftransport im Membraninneren)

Das Lösungs-Diffusions-Modell betrachtet die Membran als Kontinuum, in der keine bevorzugten freien Transportwege (Poren) vorliegen. Komponenten, die von der Unfiltratseite aus durch eine sog. Löslichkeitsmembran permeieren, lösen sich in der Membran und werden entlang des Gradienten ihrer treibenden Kraft folgender Gleichung gehorchend transportiert [96].

$$J_i = c_i \cdot b_i \cdot \frac{\delta \mu_i}{\delta z} \quad \text{Gleichung 2.13}$$

| | | | |
|-------|-----------------------------------|---------|---|
| J_i | Stoffstromdichte der Komponente i | μ_i | Triebkraft bzw. chemisches Potenzial der Komponente i |
| c_i | Konzentration der Komponente i | z | Längenkoordinate im membranorthogonaler Richtung |
| b_i | Beweglichkeit der Komponente i | | |

Den Zusammenhang zwischen der Beweglichkeit und dem *thermodynamischen Diffusionskoeffizienten* D_{i0} liefert die NERNST-EINSTEIN-Gleichung:

$$D_{i0} = R \cdot T \cdot b_i \quad \text{Gleichung 2.14}$$

| | | | |
|----------|--|-----|---------------------|
| D_{i0} | Thermodynamischer Diffusionskoeffizient der Komponente i | T | absolute Temperatur |
|----------|--|-----|---------------------|

R Allgemeine Gaskonstante

b_i Beweglichkeit der Komponente i

Aus diesen Zusammenhängen geht Folgendes hervor: wenn im chemischen Potenzial die druck- und konzentrationsabhängigen Terme berücksichtigt werden, existiert ein proportionales Verhältnis zwischen dem Permeatfluss und der wirksamen Druckdifferenz. Statt dieses allgemeinen Ansatzes kann prinzipiell auch das 1. Ficksche Gesetz mit dem Fickschen Diffusionskoeffizienten D_{iF} , der als Koeffizient eines binären Gemisches interpretiert werden kann, angewendet werden.

$$J_i = -D_{iF} \cdot \frac{\delta c_i}{\delta z} \quad \text{Gleichung 2.15}$$

Das Lösungs-Diffusionsmodell eignet sich zum Beschreiben des Transportes in sehr dichten Membranen, z. B. Nanofiltration oder Umkehrosmose, aber auch für den Transport in Deckschichten auf einer Membran, die als Sekundärmembran mit Löslichkeitscharakter betrachtet werden kann.

2.1.5 Stofftransport in Membrannähe

Sowohl das Lösungs-Diffusions-Modell als auch das Porenmodell berücksichtigt lediglich die Transportvorgänge im Innern der Membran. Die alleine daraus berechneten Permeatflüsse wären deutlich größer als die tatsächlich messbaren, da die Transportwiderstände im unmittelbaren Membranumfeld und im Membranmodul unberücksichtigt bleiben. Folgende lokalen Transportwiderstände können neben dem eigentlichen Widerstand der filteraktiven Schicht von Bedeutung sein [96]:

- Konzentrationspolarisation unfiltratseitig,
- Konzentrationsprofile und Druckverluste in der porösen Stützschrift,
- Konzentrationspolarisation permeatseitig,
- andere konstruktionsbedingten hydrodynamische Widerstände.

Im Folgenden soll nur die Konzentrationspolarisation näher betrachtet werden. Ein Konzentrationspolarisation tritt auf, wenn eine der Komponenten aus der anströmenden Lösung mit höherer Selektivität an der Membran vermehrt zurückgehalten wird. Das sich daher aufbauende Konzentrationsprofil bewirkt einen diffusiven Rücktransport dieser Komponente in die Kernströmung der Lösung. Bei dynamischen Filtrationstechniken wird dieser Rücktransport zusätzlich durch hydrodynamische Effekte (Schubspannung) unterstützt. Die Konzentrationspolarisation und ihre Folgen sind in Bild 2.6 schematisch dargestellt.

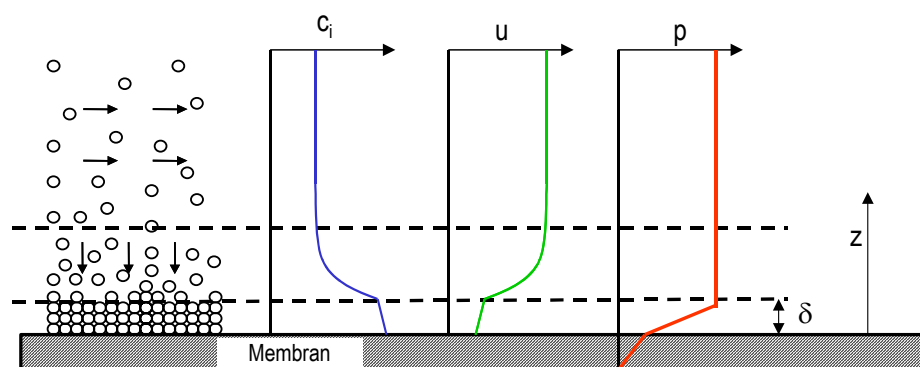


Bild 2.6. Konzentrationspolarisation bei der dynamischen Filtration modifiziert nach Rautenbach [96]; c_i = Konzentration der Komponente i , u = Überströmgeschwindigkeit, p = Druck, z = Längenkoordinate

Führt die Konzentrationspolarisation nicht dazu, dass gelöste Komponenten ausfallen, wird der Prozess als *membrankontrolliert* bezeichnet. Andernfalls bildet sich eine Deckschicht der Dicke δ ,

und der Prozess ist sowohl hinsichtlich des Permeatflusses als auch in Bezug auf die Selektivität *deckschichtkontrolliert*.

Membrankontrollierter Prozess

Für den einfacheren Fall der Membrankontrolle lassen sich die Transportvorgänge durch ein *Diffusionsmodell* beschreiben, das von dem Lösungs-Diffusionsmodell für Transportvorgänge in der Membran zu unterscheiden ist.

Die Stoffbilanz setzt sich dabei aus den drei Teilströmen, dem konvektiver Hintransport, dem Transport durch die Membran und dem diffusiven Rücktransport zusammen [95].

$$c_{zu,i} \cdot v_p + c_{P,i} \cdot v_p - D \frac{dc}{dz} = 0 \quad \text{Gleichung 2.16}$$

| | | | |
|------------|--|-------|------------------------------------|
| $c_{zu,i}$ | Konzentration einer Komponente i im Unfiltrat (Suspension) | v_p | Fließgeschwindigkeit des Permeates |
| $c_{P,i}$ | Konzentration einer Komponente i im Permeat | D | Diffusionskoeffizient |
| z | Längenkoordinate entsprechend Bild 2.6 | | |

Durch Integration mit den Integrationsgrenzen

| | | | |
|--------------|---------------------|----------------|--|
| $z = 0$ | (Membranoberfläche) | $c = c_{M,i}$ | (Konzentration an der Membranoberfläche) |
| $z = \delta$ | (Deckschichthöhe) | $c = c_{zu,i}$ | (Konzentration in der Kernströmung) |

ergibt sich der Zusammenhang zwischen der Konzentrationsüberhöhung und der Permeatgeschwindigkeit:

$$\frac{c_M - c_P}{c_{zu,i} - c_P} = e^{\frac{v_p \cdot \delta}{D}} \quad \text{Gleichung 2.17}$$

Der Diffusionskoeffizient und die Dicke der Deckschicht hängen vom Strömungszustand über der Membran und damit auch von der Modulgeometrie ab. Einfache Geometrien sind daher in Analogie zum Wärmeaustausch berechenbar. Dazu müssen Strömungs- und Stofftransportgesetze in dimensionsloser Form bekannt sein:

$$\text{Sh} = f(\text{Re}, \text{Sc})$$

| | |
|----|--------------|
| Sc | Schmidtzahl |
| Sh | Sherwoodzahl |
| Re | Reynoldszahl |

Für kugelförmige Partikeln ergibt sich nach der STOKES-EINSTEIN-Beziehung beispielsweise folgender Diffusionskoeffizient:

$$D = \frac{k_B \cdot T}{3 \cdot \pi \cdot \eta \cdot d_p} \quad \text{Gleichung 2.18}$$

| | | | |
|-------|-----------------------|--------|---|
| D | Diffusionskoeffizient | η | dynamische Viskosität der fluiden Phase |
| k_B | Boltzmann-Konstante | d_p | Partikeldurchmesser |
| T | absolute Temperatur | | |

Die so berechnete Diffusion legt zugrunde, dass eine durch die Brownsche Molekularbewegung verursachte, gerichtete Bewegung eines Partikels stattfindet. Die Vielzahl von Stößen, die ein Partikel erfährt, kompensieren sich in der Summe nicht, sondern bewirken einen Impuls. Die molekulare Impulsstromdichte ist definitionsgemäß eine Wandschubspannung [11]. Der molekulare Transportkoeffizient ist synonym mit der dynamischen Viskosität. Vor dem Hintergrund dieser Zusammenhänge ermöglicht sich die Übertragung der molekularen Diffusionsvorgänge auf die konvektiven Transportmechanismen. Dieser Gedanke findet sich im erweiterten Diffusionsmodell für die Stofftransportvorgänge in der Membranumgebung (hydrodynamische Modelle, Abschnitt 2.1.5) wieder.

Deckschichtkontrollierter Prozess

Für den Fall, dass die Konzentrationspolarisation zu Ablagerungen an der Membranoberfläche führt, also eine Deckschicht entsteht, wird in einer idealisierten Vorstellung nach einer anfänglichen Phase des Deckschichtaufbaues ein stationärer Zustand angenommen. In diesem stationären Zustand besteht ein Gleichgewicht zwischen den angeströmten und den zurückgeführten Partikeln [104]. Für diese Art der Deckschichtbildung existieren unterschiedliche Modelle, die in ihrem Ansatz und in ihren experimentellen Belegen meist von konkreten Anwendungsfällen ausgehen. Wie beim membran-kontrollierten Prozess gibt es für den Bereich der Ultrafiltration Ansätze zum Beschreiben des deckschichtkontrollierten Vorganges mittels Diffusionsmodellen. Für die Mikrofiltration liefert das Schrifttum verschiedene hydrodynamische Modelle [29, 30, 32, 96, 105, 114]. Bei allen hydrodynamischen Modellen wird eine membranparallele Kraft als zentrale Größe betrachtet. Diese Kraft, die durch eine Überströmung der Membran verursacht wird, ist für den Rücktransport von Feststoff bzw. Molekülen in die Kernströmung verantwortlich [96]. Je nach Ansatz werden vier Typen von hydrodynamischen Modellen unterschieden:

- erweiterte Diffusionsmodelle
- Ablagerungsmodelle
- Deckschichtmodelle
- erweiterte Deckschichtmodelle

Die *erweiterten Diffusionsmodelle* ergänzen den Ansatz der Diffusionsmodelle durch Einführen eines sog. effektiven Diffusionskoeffizienten, in welchem die durch die Brownsche Molekularbewegung hervorgerufene eigentliche Diffusion durch eine von der Wandschubspannung induzierte zusätzliche „Diffusion“ erweitert wird [104]. Der so geschaffene effektive Diffusionskoeffizient ist unter anderem von der Wandschubspannung und der Partikelgröße abhängig:

$$D_{\text{eff}} = \frac{K \cdot d_p^2 \cdot \tau_w}{\eta} \cdot f(c_{zu,i}) \quad \text{Gleichung 2.19}$$

| | | | |
|------------------|----------------------------------|------------|--------------------------------|
| D_{eff} | effektiver Diffusionskoeffizient | τ_w | Wandschubspannung |
| K | Membrankonstante | η | dynamische Viskosität |
| d_p | Partikeldurchmesser | $c_{zu,i}$ | Konzentration der Komponente i |

Die *Ablagerungsmodelle* setzen eine Kräftebilanz an einem Einzelpartikel an. Dabei stehen sich neben der durch die Permeatströmung hervorgerufenen Haftkraft F_N eine aus der Kernströmung resultierende membranparallele Schleppkraft F_S und eine ihr entgegengesetzte Reibungskraft F_R gegenüber (Bild 2.7) [114].

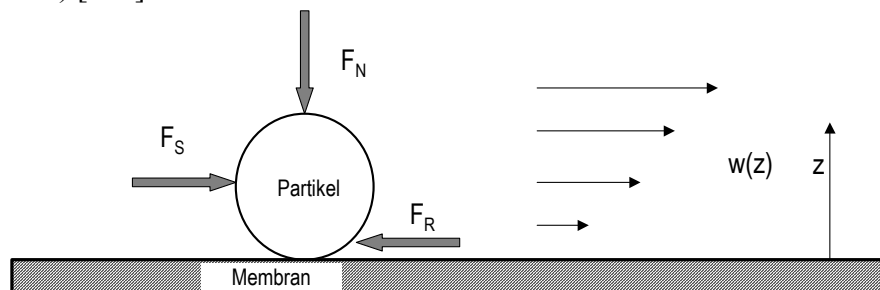


Bild 2.7. Kräfte an einem Einzelpartikel in einem Querstromfilter im laminaren Grenzschichtbereich nach Schock [114]

Ein Partikel wird sich demnach solange nicht ablagern, wie die Schleppkraft größer ist als die Reibungskraft. Unter Einführung eines Reibungskoeffizienten μ gilt dies für den Fall

$$F_S > \mu \cdot F_N.$$

Aufgrund des Profils der Überströmungsgeschwindigkeit ergeben sich für Partikeln verschiedener Größen unterschiedliche Kräfteverhältnisse. Der auf diese Weise von SCHOCK erklärte Klassierungseffekt, nach dem kleinere Partikeln bevorzugt abgeschieden werden, konnte später zusammen mit RAASCH nachgewiesen werden [104, 114]. Auch andere Varianten der Ablagerungsmodelle sind bekannt. So ersetzte FISCHER die Haftbedingung infolge von Reibung durch die Ablagerungsbedingungen von Partikeln in einem Maschengewebe [104]. Auch ein wahrscheinlichkeitstheoretischer Ansatz, der die potenziellen und kinetischen Energien bilanziert, ist bekannt [96].

Die Grundlage der *Deckschichtmodelle* ist die Filtergleichung nach DARCY. Sie beschreibt den proportionalen Zusammenhang des Permeatflusses J_P von dem angelegten Druckgefälle Δp_{TM} sowie die umgekehrt proportionale Abhängigkeit von der dynamischen Permeatviskosität η_P und den Widerständen der Membran R_M und der Deckschicht R_D .

$$J_P = \frac{\Delta p_{TM}}{\eta_P \cdot (R_M + R_D)} \quad \text{Gleichung 2.20}$$

Bei sehr kleinem Widerstand der Membran kommt der Ermittlung des Deckschichtwiderstandes die tragende Bedeutung des Modells zu. So fanden GERNEDEL und KESSLER für die Crossflow-Filtration von Milch und Molke einen empirischen Zusammenhang, den RIESMEIER um einen Exponenten erweiterte und ihn erfolgreich auf eigene Versuchsergebnisse mit Fermenterbrühen anwendete [32, 103].

$$R_D = \frac{\eta_K \cdot c_K}{\tau_W \cdot \rho_K} \cdot K(\Delta p) \quad \text{Gleichung 2.21}$$

| | | | |
|------------|-------------------|----------|--|
| K | Membrankonstante | ρ_K | Dichte des Konzentrates |
| Δp | Druckgefälle | η_K | dynamische Viskosität des Konzentrates |
| τ_W | Wandschubspannung | | |

In der Praxis zeigt sich, dass nach einer Anfangsphase der Filtration nicht, wie es die bisher besprochenen Modellansätze zugrundelegen, ein stationärer Zustand eintritt, sondern eine weitere Abnahme der Permeatdurchlässigkeit zu beobachten ist. Dieses Verhalten wird als Deckschichtalterung bzw. Fouling bezeichnet. Mögliche Ursachen für die Deckschichtalterung sind Ablagerungen von sehr feinen Partikeln auf der Membran, Adsorption von Makromolekülen, Adhäsion und Wachstum von Mikroorganismen sowie Ausfällungen und chemische Veränderungen der Deckschichtbestandteile. Um das Phänomen der Deckschichtalterung in den Deckschichtmodellen berücksichtigen zu können, kann zu Gleichung 2.20 ein zeitabhängiger Teil des Widerstandes hinzugefügt werden. Für die Filtration von Maische in einem Scherspaltfilter hat LOTZ diese Idee von FANE aufgegriffen und einen zeitabhängigen Deckschichtwiderstand bestehend aus vier verschiedenen Termen eingeführt [25, 71]. Dabei wurden für alle Terme folgender Ansatz zugrundegelegt:

$$R_D = R_{D,\infty} \cdot \left(1 - e^{-\frac{t}{k}} \right) \quad \text{Gleichung 2.22}$$

| | | | |
|----------------|--|-----|-----------|
| R_D | Deckschichtwiderstand | k | Konstante |
| $R_{D,\infty}$ | Deckschichtwiderstand bei $t = \infty$ | t | Zeit |

Diese vier Deckschichtwiderstände berücksichtigten die schnelle Ablagerung von Partikeln zu Filtrationsbeginn, den langsameren Aufbau einer Ablagerungsschicht auf der Membran und die Deckschichtalterung.

In *erweiterten Deckschichtmodellen* werden die zentralen Vorgänge der Querströmung und der Filtration miteinander verknüpft. Dabei stehen sich der konvektive Transport von abgetrennten Stoffen zur Membran und der Rücktransport in die Kernströmung infolge der Überströmung einander gegenüber. Der Hintransport ist gemäß nachfolgender Gleichung von der Filtriergeschwindigkeit abhängig [104, 105].

$$\dot{m}_{zu} = v_P \cdot \frac{\rho_P \cdot c_K}{\rho_P - c_K} \quad \text{Gleichung 2.23}$$

\dot{m}_{zu} spezifischer Massenstrom der abgetrennten Feststoffe in $\text{kg}/(\text{m}^2 \text{ s})$ c_K Feststoffkonzentration im Konzentrat in kg/m^3
 v_P Strömungsgeschwindigkeit des Permeates in m/s ρ_P Dichte des abgetrennten Feststoffes in kg/m^3

Im stationären Zustand bleibt die Dicke der ausgebildeten Deckschicht konstant. Dem Hintransport steht daher ein gleichgroßer Rücktransport von abgetrennten Stoffen in die Kernströmung gegenüber. Unter der Annahme, dass dieser in einem proportionalen Verhältnis zum Geschwindigkeitsgradienten steht, lässt sich der Rückstrom der Stoffe wie folgt beschreiben.

$$\dot{m}_{ab} = K \cdot \rho_P \cdot h \left| \frac{du}{dz} \right| \quad \text{Gleichung 2.24}$$

\dot{m}_{ab} spezifischer Massenstrom der abgetrennten Feststoffe in $\text{kg}/(\text{m}^2 \text{ s})$
 K Konstante h Deckschichthöhe
 u Überströmungsgeschwindigkeit z Koordinate senkrecht zur Membran (vgl. Bild 2.6)

Für newtonsche Fluide und für einfache geometrische Fälle, z. B. Rohrströmungen, in denen die Wandschubspannung in Abhängigkeit von den Strömungsbedingungen berechnet werden kann, lässt sich die Filtriergeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Triebkraft, also dem Transmembrandruck, ermitteln.

$$v_P = f(\Delta p_{TM})$$

Vielfach wurden für spezielle Anwendungsfälle theoretische Ansätze durch experimentelle Befunde erfolgreich verknüpft, um bei einzelnen Anwendungen Vorhersagen hinsichtlich des Filtrationsverhaltens treffen zu können [z. B. 32, 103, 104].

2.1.6 Übertragbarkeit der Mikrofiltrationsmodelle auf die Oszillationsfiltration

Die Stofftransportvorgänge im Innern der Membran sollten sich bei der Filtration mit oszillierenden Membranen nicht grundlegend von denen anderer dynamischer Mikrofiltrationsverfahren unterscheiden. Auch im Membranumfeld scheint eine grundlegende Gemeinsamkeit vorzuliegen, nämlich die, dass durch eine Scherbeanspruchung an der Membranoberfläche ein Abstoßeffekt von ablagerungswilligen Partikeln hervorgerufen wird. Der Unterschied liegt in der Art dieser Scherbeanspruchung. Während die Scherbeanspruchung bei herkömmlichen Verfahren aufgrund einer stationären, membranparallelen Geschwindigkeit hervorgerufen wird, ist bei der Oszillationsfiltration eine stetig (in Betrag und Richtung) beschleunigte Relativbewegung zwischen der Membran und der zur Membran ruhenden Suspension ursächlich verantwortlich. Über die Filtrationsmechanismen dieser noch jungen Technik der Oszillationsfiltration sind jedoch im Schrifttum bislang keine theoretischen Ansätze verfügbar. Bekannt ist, dass das Filtrationsverhalten deutlich von dem anderer dynamischer Filtrationstechniken abweicht [2, 112, 113]. Solange nicht die Unterschiede in der Qualität der Scherbeanspruchung berücksichtigt werden, können bekannte Ansätze zum Beschreiben der dynamischen Filtration nützlich sein. So wird später für die Entwicklung eines Modells für die Oszillationsfiltration auf der Grundlage der Deckschichtmodelle aufgebaut. Um schließlich auch die speziellen Wirkungsweise der oszillierenden Membranen einbinden und erklären zu können, ist jedoch eine grundlegend neue Betrachtung der Vorgänge an der Membran erforderlich.

2.2 Fließverhalten von Suspensionen

Wie oben erörtert wurde, lassen sich die Mechanismen bei Mikrofiltrationsprozessen gut durch konvektive Transportvorgänge, also durch Strömungen von Fluiden erklären. Daher sind die Fließeigenschaften, insbesondere der zu filtrierenden Suspension, von besonderem Interesse. Im Gegensatz zu einfachen Fluiden stellt sich jedoch die Rheologie von Suspensionen komplexer dar.

2.2.1 Modelle zum Einfluss suspendierter Stoffe auf die Viskosität

Die Suspensionsviskosität (Maischeviskosität) ist eine Funktion der viskositätsbeeinflussenden Komponenten der Matrixflüssigkeit und den Feststoffbestandteilen.

$$\eta_M = f(\kappa, c_F, \eta_P(T, \xi, Q_M))$$

Tabelle 2.1. Gleichungen zum Berechnen der relativen Viskosität η_R von Kugelsuspensionen ($c_{F,V}$ – Volumenkonzentration der Feststoffe)

| Autor / Quelle | Relative Viskosität | Bemerkungen |
|---------------------------------------|---|--|
| Einstein (1906) [24] | $\eta_R = 1 + A \cdot c_{F,V}$ | gültig nur für sehr kleine Konzentrationen A Einstein-Parameter = 2,5 |
| Eilers (1941) [21] | $\eta_R = \left(1 + \frac{2,5c_{F,V}}{2(1-b \cdot c_{F,V})}\right)^2$ | $b = \frac{1}{c_{F,V \max}}$ für monodisperse Kugeln ist $c_{V \max}$ gleich 0,6 |
| Mooney (1951) [79] | $\eta_R = \exp\left(\frac{A \cdot c_{F,V}}{1 - k \cdot c_{F,V}}\right)$ | A Einstein-Parameter: für hoch konzentrierte Suspensionen nicht 2,5 k Selbstverdrängungsfaktor |
| Brinkman (1952) [12] | $\eta_R = \eta_0 \frac{1}{(1 - c_{F,V})^{\frac{5}{2}}}$ | η_0 Viskosität der unendlich verdünnten Lösung gültig für höher konzentrierte Systeme |
| Maron, Pierce (1956) [73] | $\eta_R = \frac{1}{\left(1 - \frac{c_{F,V}}{c_0}\right)^2}$ | c_0 Packungsgeometrieparameter |
| Krieger, Dougherty (1959) [63] | $\eta_R = \frac{1}{\left(1 - \frac{c_{F,V}}{p}\right)^{p/[\eta]}}$ | P Maximalpackungsparameter [η] Grenzviskosität für $\tau = \text{konst.}$ |
| Saunders (1961) [108] | $\eta_R = \exp\left(\frac{A \cdot c_{F,V}}{1 - k \cdot c_{F,V}}\right)$ | A Einstein-Parameter $c_{F,V} \leq 25 \%$ |
| Sherman (1963) [121] | $\log \eta_R = \frac{0,036 \cdot D_m}{\sqrt{c_{F,V}} - 1} - 0,15$ | D_m mittlerer Partikeldurchmesser $c_{F, \max}$ maximale Feststoffkonzentration Einfluss der Partikelgröße wird berücksichtigt |
| Lewis, Nielsen (1968) [68] | $\ln \eta_R = \frac{k_E \cdot c_{F,V}}{1 - S \cdot c_{F,V}}$ | k_E Anpassungsparameter S Packungsparameter Viskosität von newtonschen Suspensionen mit Kugeln und mit permanenten Aggregaten an Kugeln |
| Chong, Christiansen, Baer (1971) [15] | $\eta_R = \left(1 + 0,75 \frac{c_{F,V}}{c_{\max}} \frac{1 - \frac{c_{F,V}}{c_{\max}}}{c_{\max}}\right)^2$ | Abhängigkeit der Viskosität hochkonzentrierter Suspensionen von der Feststoffkonzentration $c_{F,V} = 45 - 60 \%$ für $\tau = \text{konst.}$ |

| | | | |
|-------------------|------|---|---|
| Quemada (1976) | [93] | $\eta_R = \frac{1}{\left(1 - \frac{c_{F,V}}{c_{max}}\right)^2}$ | c_{max} maximale Feststoffkonzentration monodispers: $0,525 < c_M < 0,74$ polydispers: $0,74 < c_M < 1$ |
|-------------------|------|---|---|

Bei nicht-newtonischen Fluiden ist ferner die Ausrichtung faseriger Partikeln zu beachten, die von der Scherrate κ abhängig ist. Bisher ist es für Suspensionen nicht möglich, die Viskositätsfunktion aus den Eigenschaften der Komponenten zu berechnen. Das Fließverhalten wird häufig in der Form einer relativen Viskosität η_R angegeben. Diese beschreibt den Quotienten der Suspensionsviskosität zu der reinen Matrixflüssigkeit.

$$\eta_R = \frac{\eta_{Suspension}}{\eta_{Matrix}} \quad \text{Gleichung 2.25}$$

Zu der wichtigen Beziehung zwischen der relativen Viskosität η_R und Feststoff-(volumen-)konzentration $c_{F,V}$ sind im Schrifttum zahlreiche Ansätze zu finden. Diese Modelle sind teils theoretisch hergeleitet. In diesen Fällen sind sie aber auch nur sehr eingeschränkt gültig (z. B. EINSTEIN). Die meisten sind überwiegend empirischer Natur. Eine Zusammenstellung dieser Modelle, die teilweise auch die Partikelgröße und -form als Parameter berücksichtigen, ist in Tabelle 2.1 zu finden [46].

2.2.2 Messmethoden für die Viskosität von Suspensionen

Die Charakterisierung des Fließverhaltens von Suspensionen ist aus verschiedenen Gründen generell schwierig. Insbesondere sind hier die Probleme durch Entmischungserscheinungen und Skaleneffekte zu nennen [38, 46]. Je nach Art der Suspension wurden folgende rheologischen Methoden zum Messen der dynamischen Viskosität von Suspensionen vorgeschlagen (Tabelle 2.2):

Tabelle 2.2. Verfahren zum Messen von Suspensionsviskositäten

| Verfahren | Quellen |
|--|----------------------|
| Empirische Verfahren: z. B. nach Pfefferkorn, Haase, Rieke, Linseis und Cohn | 39, 40, 48, 70 |
| Torsionsschergeräte (Platte-Platte, Kegel-Platte, Couette) | 71 |
| Pastenbeurteilungsgesät | 26, 94 |
| On-line-Verfahren: Rheoswing | 5, 43, 44, 49, 50 |
| Rheomag (Endress und Hauser) | 41, eigene Versuche |
| Konische Schlitzdüse | 54 |
| Modifizierter Couette-Apparat | 119 |
| Kernspintomografie | 34, 36, 37, 74 |
| Kolbenextruder | 35 |
| Kernresonanzmessung ^1H -NMR | eigene Versuche [38] |

2.2.3 Ansätze zum Bestimmen der Viskosität von Biermaische

Versuche, die Viskosität von Biermaische zu messen, wurden in verschiedenen Quellen beschrieben [5, 44, 49, 50, 71, 120]. Da Läuterbottichmaische große und in Form und Größe sehr inhomogene Feststoffbestandteile aufweist, waren diese Methoden bisher nicht zufriedenstellend. Neue Ansätze, rheologische Eigenschaften über Drehmomentmessungen eines Rührflügels oder mittels Kernresonanzmessungen ^1H -NMR zu bestimmen, scheinen erfolgversprechend, sind aber noch in der Entwicklung [38, 43]. Bei Feinstschrotmaischen ist eine Viskositätsmessung generell einfacher als bei grobem Schrot, da hier durch die Partikelfinheit sowohl die Skaleneffekte als auch

Sedimentationserscheinungen minimiert werden. Erste Ergebnisse dazu wurden in Couette-Apparaturen gemacht [71]. Mit modernen Platte-Platte-Rheometern sind inzwischen sehr genaue Messungen auch bei hohen Temperaturen (Lösungsmittelfalle) und hohen Scherraten möglich [3]. Oszillatorische Messungen erlauben zudem eine exakte Messung der Viskosität ohne die Ruhestuktur des Fluides zu zerstören.

3 Grundlagen zum Einsatz von Feinstschrot beim Bierherstellen

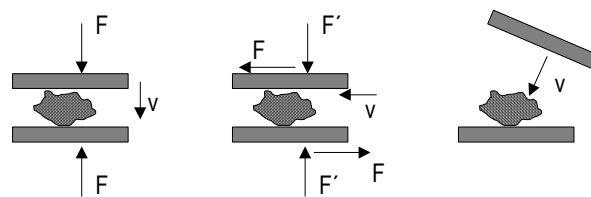
Die Zerkleinerung der substratspendenden, gemälzten und ungemälzten Cerealien wird dem Aufschluss der Stoffgruppen in wässriger Lösung, dem sog. Maischen, vorangestellt. Durch das Erhöhen des Dispersitätszustandes des Körnerkollektives wird deren Oberfläche vergrößert, die Weglänge der erforderlichen Stofftransportvorgänge verkleinert und das Substrat für den enzymatischen Angriff freigelegt.

3.1 Mühlentechnik

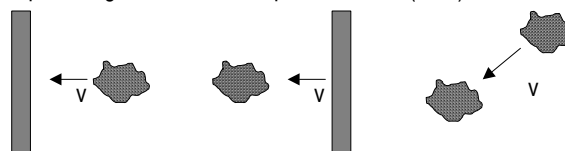
Mikroprozesse der Zerkleinerung

In der Technik wird unter dem Zerkleinern eines festen Stoffes das Erhöhen seines Dispersitätszustandes verstanden. Die Zerkleinerung kann als Sequenz von Teilungsvorgängen formuliert werden. Ein Teilungsvorgang ist der Bruch eines Teilchens durch Überwinden der Spannungs- und Bindungskräfte zwischen atomaren Partikeln. An den wirksamsten Stellen dieser inhomogenen Spannungsverteilung entsteht der Bruch durch eine Rissbildung infolge einer äußeren Beanspruchung. In der weiteren Bruchfolge werden weniger starke Spannungsspitzen des Materials als Rissansatz dienen. Dies ist ein Grund für die Zunahme der Festigkeit von Partikeln mit der Abnahme ihrer Größe im Verlauf einer Bruchkaskade [47, 118, 118, 123]. Je nach Mühlenbauart herrschen unterschiedliche Beanspruchungsarten bei der Rissbildung vor, die in Bild 3.1 schematisch dargestellt sind. Die für die Getreidezerkleinerung wichtigsten Mikroprozesse sind Beanspruchungen zwischen Festkörperoberflächen (Druck, Scherung und Schlag) sowie die Beanspruchung an einer Festkörperoberfläche (Prall). Die Geschwindigkeiten bei Druck, Schlag und Prall unterscheiden sich in der Größenordnung von jeweils einem Faktor 10. Bei Walzenstühlen treten vornehmlich Druck, Scherung und Schlag auf, während bei Hammer- und Prallmühlen die Prallbeanspruchung vorherrscht.

a) Beanspruchung zwischen Festkörperoberflächen (Druck, Scherung, Schlag)



b) Beanspruchung an einer Festkörperoberfläche (Prall)



c) Beanspruchung ohne Festkörperoberfläche

d) Beanspruchung durch nicht-mechanische Energieeinleitung

Bild 3.1. Schema zur Veranschaulichung der Mikroprozesse der Zerkleinerung nach RUMPF [107]

Zerkleinerungsmaschinen

Die Eignung einer Mühle für eine bestimmte Zerkleinerungsaufgabe ist abhängig von der Festigkeit und der Partikelgröße des Mahlgutes, der erforderlichen Durchsatzmenge und dem gewünschten Zerkleinerungsverhältnis. Das Schema in Bild 3.2 setzt die Festigkeitseigenschaft des Mahlgutes

und das Zerkleinerungsverhältnis, also die gewünschte Feinheit für verschiedene Mühlenarten in einen Bezug. Für Malz und ungemälztes Getreide, die mittelharte bis weiche Mahlgüter darstellen, lassen sich grundlegend geeignete Mühlen herauslesen. Ein Walzenstuhl mit nur einem Walzenpaar (= Walzenfeinbrecher) erreicht ein Zerkleinerungsverhältnis von maximal $n_0 < 4:1$. Ausgehend von einer Korngröße im Bereich von 1 cm sind daher Walzenstühle für ein Feinstvermahlen nur geeignet, wenn mehrere Walzenpaare in Reihe mit einem von etwa 1,5 mm bis auf 0,1–0,3 mm abnehmenden Spaltweite geschaltet werden (vgl. Tabelle 1.3). Im Unterschied dazu eignen sich Prallmühlen sehr gut für eine Feinstzerkleinerung von Malz in *einem* Zerkleinerungsvorgang [51, 71, 72, 64].

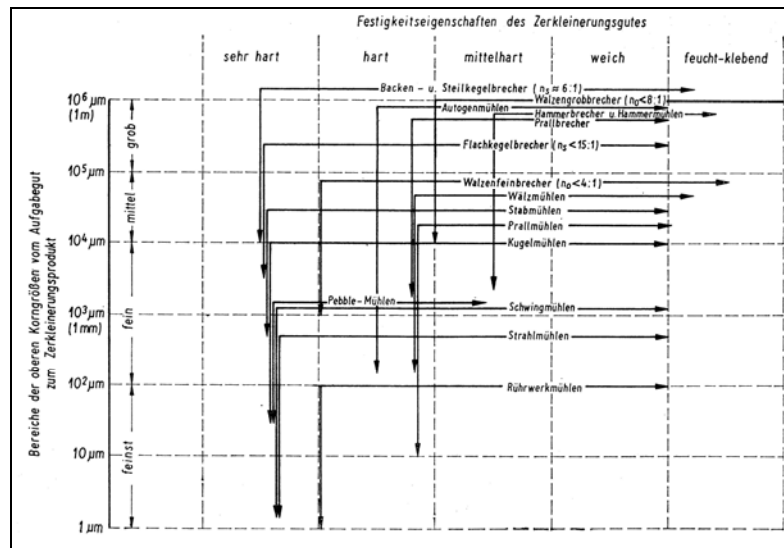


Bild 3.2. Einsatzbereiche von Zerkleinerungsmaschinen [118]

Die in der Literatur als von entscheidender Wichtigkeit für die Beschleunigung der Maischvorgänge erachtete Zerkleinerung der Malzstärkekörner (5–20 µm) erscheint jedoch nach dem Schema in Bild 3.2 auch mit einer Prallmühle schwierig [22, 23, 101, 102]. Hierzu sind Strahlmühlen oder Rührwerkmühlen in der Lage [101]. Aufgrund des schlechten energetischen Wirkungsgrades und eines vergleichsweise kleinen Mahlgutdurchsatzes sind diese Mühlenarten für die großtechnische Anwendung zur Bierherstellung derzeit uninteressant. Dies wird durch Richtwert für den energetischen Effektivität untermauert [118]: Walzenmühlen (2 Walzen) 70–100 %, Prallmühlen 25–40 %, Kugelmühlen 7–15 % und Strahlmühlen 1–2 %.

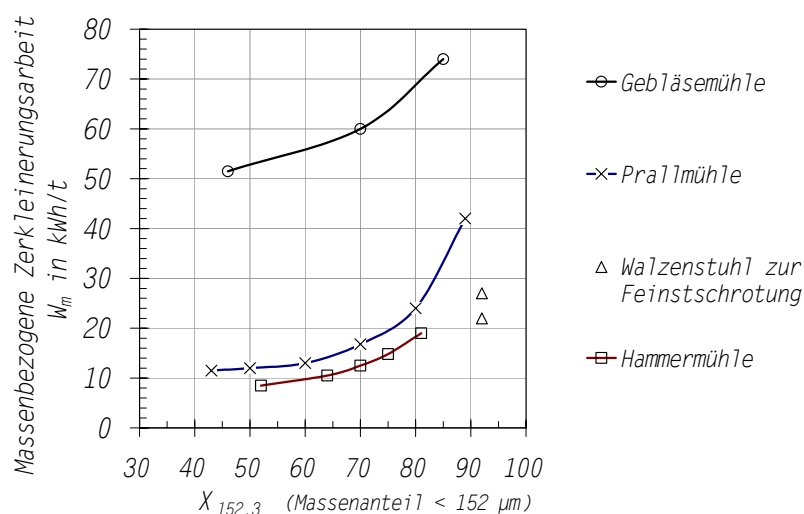


Bild 3.3. Spezifische Zerkleinerungsarbeit bei der Feinstvermahlung von Malz (5 % Feuchtigkeit) mittels verschiedener Mühlenbauarten nach Schöffel [115]

SCHÖFFEL berichtete 1972 über die Eignung verschiedener Mühlenbauarten zur Feinstzerkleinerung von Malz [115]. Unter Anderem konnte er die Unterschiede des erforderlichen Energieaufwandes herausstellen. Eine Auswahl dieser Ergebnisse zeigt Bild 3.3. Bereits eine nennenswerte Verbreitung in der großtechnischen Anwendung zur Herstellung von feinstzerkleinertem Schrot finden Walzenstühle mit 3 Walzenpaaren, Hammermühlen und Scheibenmühlen [65].

Der zur Feinstvermahlung fähige **Walzenstuhl** muss also drei Mahlpalte mit abnehmender Spaltweite und einer entsprechenden Siebführung aufweisen. Die Walzen werden fast ausschließlich aus Edelstahl und mit einem Durchmesser von 250–300 mm gefertigt. Die Drehzahlen liegen bei $250\text{--}600\text{ min}^{-1}$, wobei Durchsätze bis zu 40 t/h erreicht werden [53]. Die Beanspruchungsarten Druck, Scherung und Schlag finden eine unterschiedliche Gewichtung in Abhängigkeit von folgenden Einflussgrößen:

- Walzendurchmesser
- Walzenpaaranordnung
- Mahlpaltweiten
- Siebbespannung
- Gesamtdurchsatz und Walzenpaardurchsatz
- Art der Walzenoberfläche (glatte Walzen, Riffelwalzen, Ausrichtung)
- Laufrichtungsanordnung und Differenzdrehzahl

Die vorherrschenden Beanspruchungsarten zwischen Festkörperoberflächen erlauben, im Gegensatz zu den nachfolgend beschriebenen Prallmühlen in Abhängigkeit von der Elastizität des Mahlgutes eine Oberkornbegrenzung. Bild 3.4 zeigt dies im einfachsten Fall durch die Mahlpaltweite s umgesetzt werden kann.

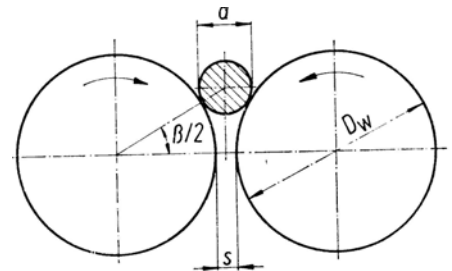


Bild 3.4 Formzwang bei der Mahlgutbeanspruchung zwischen Festkörperoberflächen

Für die Walzenpaaranordnung und Siebführung bestehen Variationsmöglichkeiten. Ebenso ist eine Feuchtkonditionierung und eine Nassschrotung (ohne Siebelement) möglich. Die nachfolgenden Abbildungen zeigen schematisch den Aufbau solcher Walzenmühlen.

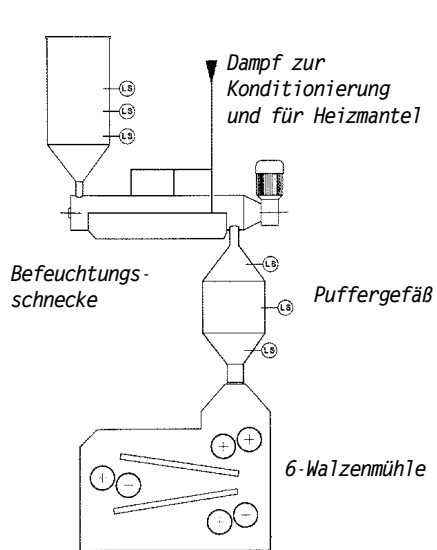


Bild 3.5. Maschine zur Feuchtkonditionierung [125]

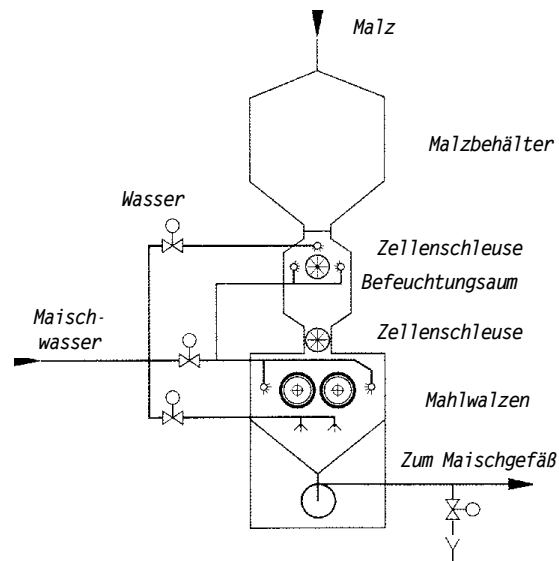


Bild 3.6. Nassschrotung mit Einmischvorrichtung [125]

Hammermühlen werden in Verbindung mit einem Dünnschichtmaischefilter in Brauereien bereits erfolgreich eingesetzt [62, 115, 129]. Ihr einfacher Aufbau besteht aus einer Prallfläche und pendelnd aufgehängten Hämmern (Schlägerwerk), die sich bei Rotation durch die Fliehkraft radial ausrichten (Bild 3.7). Das über eine Schleuse eintretende Mahlgut wird von den Schlägern erfasst beispielsweise gegen ein Sieb bzw. eine Mahlbahn beschleunigt. Die Rotationsgeschwindigkeit beträgt etwa 1500 min^{-1} [125].

Feinprallmühlen weisen im Gegensatz zu Hammermühlen ein starres Schlägerwerk, wie z. B. Stifte oder Platten, auf. Die erreichbaren Prallgeschwindigkeiten liegen deutlich höher, in einem Bereich von 60-300 m/s [125]. Die Geometrien von Schlägerwerk und Prallflächen sind vielfältig und haben ebenso Einfluss auf das Mahlergebnis wie die Prallgeschwindigkeit und der Abstand Rotor-Stator. Das in den Prozessraum zugeführte Mahlgut wird vom Schlagwerk erfasst und beschleunigt. Die Aufprallgeschwindigkeit auf der Mahlbahn wird bei einer langen Flugbahn größer als bei einer kurzen. Allerdings geht damit auch die Wahrscheinlichkeit von Partikel-Partikel-Stößen und folglich ein höherer Energieverlust durch plastische Verformung und Rotationsbewegungen einher. Aufgrund dieses konstruktiven Dilemmas stoßen Prallmühlen für angestrebte Partikelfeinheiten von kleiner $10 \mu\text{m}$ an ihre Grenzen und auch beim Aufschluss der Stärkekörnern von Gerste.

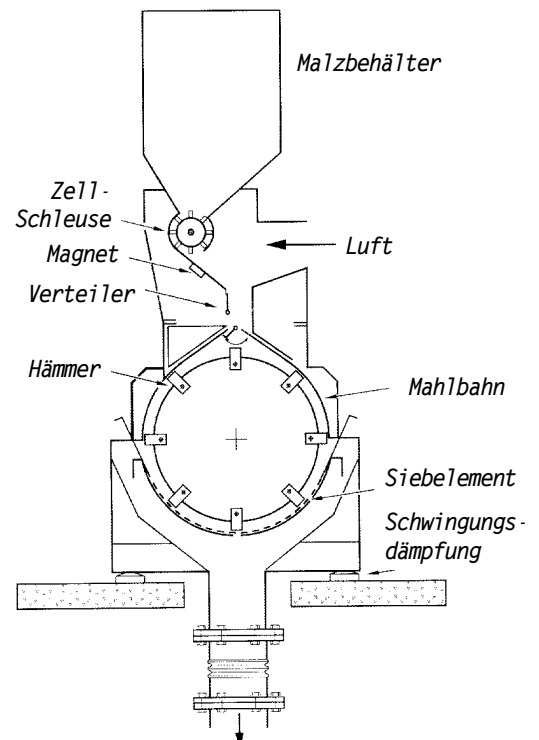


Bild 3.7. Hammermühle in Schnittansicht [125]

Feinprallmühlen eignen sich jedoch bis zu diesem Korngrößenbereich aufgrund eines großen Zerkleinerungsverhältnisses gut für die Feinstvermahlung von Malz. Die vorherrschende Prallbeanspruchung ermöglicht keinen Formzwang. Das Zerkleinerungsergebnis muss daher als die Summe einer Vielzahl von Zufallsereignissen betrachtet werden, weshalb eine Oberkornbegrenzung nur durch eine integrierte Sichtungsvorrichtung erreicht werden kann.

3.2 Bierherstellen mit Feinstschrot

Zerkleinerungsaufgabe Getreide und Malz

Neben Gerste werden zur Bierherstellung auch andere Cerealien oder vorbehandelte Getreideprodukte verwendet. Ein wichtiger Unterschied dieser Rohstoffe zu Gerste ist das Fehlen einer das Korn umgebenden Spelze. Diese Spelzen (Rückenspelz und Bauchspelz) sind die äußersten Hüllen eines Gerstenkorns und zeichnen sich durch ihre Elastizität und durch einen erhöhten Gehalt sog. „unedler“ Substanzen, wie Kieselsäure und Polyphenole, aus. Unterhalb der Spelzen (11) befindet sich die Fruchtschale (10) und die Samenschale (9) sowie das Aleuron (8), wie im Längsschnitt eines Gerstenkorns in Bild 3.8 zu erkennen ist. Im Aleuron finden neben der Epithelschicht (5), die den Keimling vom Mehlkörper (Endosperm) trennt, während der Keimung bzw. der Mälzung die Enzymsynthesen statt. Die Form der vierkantigen mehrreihigen Zellen des Aleurons sind auch in der rasterelektronenmikroskopischen Aufnahme am unteren Rand in Bild 3.9 zu erkennen.

Der weitaus größte Anteil eines Getreidekornes besteht aus dem Mehlkörper, der stärke-speichernde Zellen beinhaltet. Die chemisch assimilierte Energie dieses Endosperms erfüllt den biologischen Zweck der Versorgung der auskeimenden Pflanze, bis diese über ihre Blattkeime neue Energie fotosynthetisch bereitstellen kann. Im Laufe der Mälzung, also der kontrollierten Keimung, werden die Zellwände des Endosperms (Bild 3.8) enzymatisch abgebaut, um die Stärke freizulegen. Während dieser cytolytischen Lösung verliert das Korn - als Mahlgut betrachtet - an Festigkeit und wird mürbe.

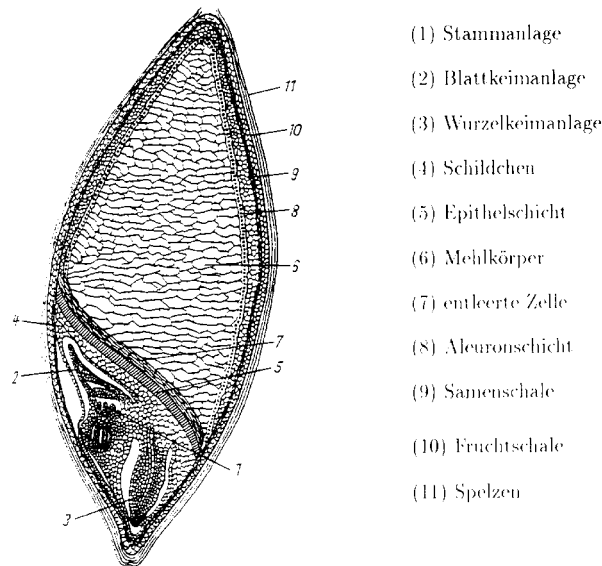


Bild 3.8. Längsschnitt durch ein ungemälztes Gerstenkorn [66]

Das Ziel konventioneller Schrotungstechnik ist das Aufbrechen der gelösten Endospermstrukturen sowie jener sog. glasigen Spitzen am Grannenende des Endosperms, die bis zum Abbruch der Mälzung nicht enzymatisch gelöst wurden. Zusätzlich ist die Unversehrtheit der elastischeren Spelzen sowie ein nicht zu hoher Mehllanteil im Schrot für eine ausreichende Permeabilität und ein gutes Rückhaltevermögen bei der konventionellen Maischefiltration wünschenswert. Die Zerkleinerungsaufgabe bei der Bierherstellung muss also die technologischen Ansprüche des Maischens sowie die filtrationstechnischen Erfordernisse des Läuterns berücksichtigen. Dies sind die Prämissen, unter welchen der Spielraum in der mechanischen Malzaufbereitung nach dem Stand der Technik eingeschränkt ist. In Verbindung mit neuen Filtrationstechniken wurde in der Vergangenheit jedoch immer wieder auf die Möglichkeiten einer feinen Vermahlung des Malzes aufmerksam gemacht. Zahlreiche Arbeiten in den 60er und 70er Jahren beschäftigten sich mit der Fein- und auch Feinstvermahlung von Gerstenmalz [Quellen in Tabelle 3.1 und Tabelle 3.2]. Seit der Entwicklung der Dünnschichtmaischefilter in den 90er Jahren ist das Feinvermahlen wieder Thema verschiedener Publikationen [22, 23, 101, 102, 129]. Gleichwohl bleibt weiteres Potenzial bezüglich der Feinheit des Malzes zu ergründen.

Kontroverse über den Nutzen der Feinstvermahlung für den Stärkeabbau beim Maischen

Ob eine weitere Steigerung der Feinheit über das heute bereits einsetzbare Maß hinaus auch zusätzliche technologische Vorteile mit sich bringt, ist eine zentrale Frage bei der Entwicklung der Mikrofiltration zum Würzegewinnen. Im Schrifttum wird diese Problematik kontrovers diskutiert. So sei nach RICHTER das Malzkorn vereinfacht eine Matrix aus Gerüstsubstanzen, in die Stärkekörner der nach PALMER ermittelten Größengruppen von 5 µm und von 25 µm eingebettet sind [86, 102]. Bei einer Feinstvermahlung mittels Prall-, Hammer-, oder Walzenmühlen würde

zwar die Matrixstruktur intensiver angegriffen, die Stärkekörner selbst blieben aber unversehrt. Daher würde auch keine neue reaktive Oberfläche für den enzymatischen Angriff geschaffen. RICHTER ermittelte nach der Methode von BRUNAUER, EMMIT und TELLER, dass diese Oberfläche bei grobem und bei feinem Schrot mit $0,6 \text{ m}^2/\text{g}$ gleich groß ist. RICHTER zeigte ferner, dass mit Hilfe einer Kugelmühlmahlung Stärkekörner einer Stärkelösung aufgeschlossen werden können und ein deutlich schnellerer Extraktzuwachs beim Maischen erreicht werden kann [100]. Bild 3.10 zeigt das Ergebnis dieses Versuches anhand der Partikelgrößenverteilungen. Zu erkennen ist, dass die Peaks, die die unversehrten Stärkekörner repräsentieren, nach Kugelmahlung verschwinden.

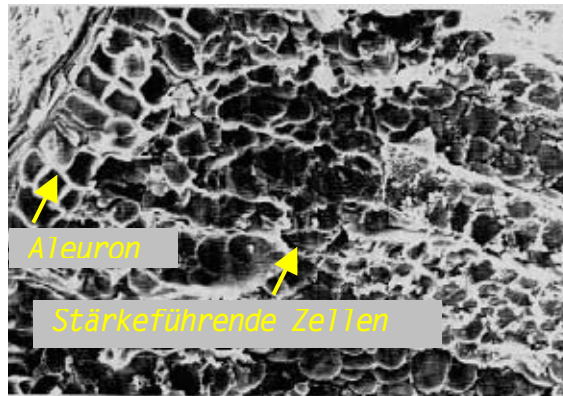


Bild 3.9. Stärkekörner im Gerstenendosperm und Aleuron umgeben von Zellwand und Gerüststrukturen [8]

Auch EINSIEDLER kommt bei seinen reaktionskinetischen Betrachtungen des Maischvorganges zu der Auffassung, dass die Schrotfeinheit keinen Einfluss auf den Stärkeabbau hat [22]. Demgegenüber fanden ältere Arbeiten von SCHÖFFEL bzw. KIENNIGER eine Beschleunigung des Lösungsvorganges der Stärke beim Maischen [58, 59, 115]. MEDDINGS und POTTER zeigten, dass bei kleinen Maischeteilchen die physikalischen Vorgänge schneller stattfinden und die chemischen Reaktionen zum zeitlimitierenden Faktor werden. Bei großen Teilchen hingegen stellen die Diffusionsvorgänge den Engpass dar [75]. Dies wird auch durch eine neuere Publikation von LOTZ bestätigt: LOTZ führt dabei eine insgesamt höhere Extraktausbeute beim Maischen mit Feinstschrot auf die bessere Angreifbarkeit der Stärke zurück [71].

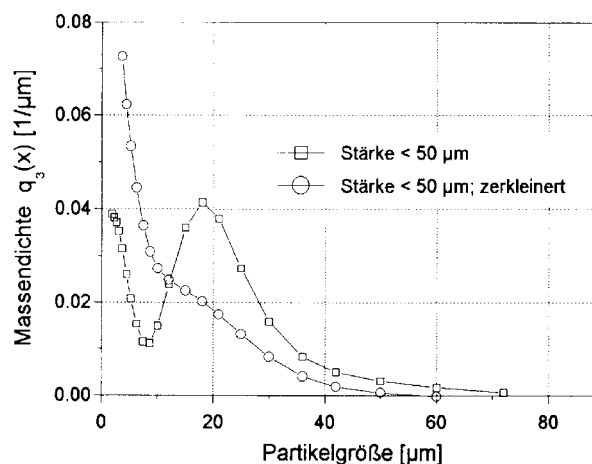


Bild 3.10. Partikelgrößendichteverteilung einer Stärke sowie einer mit einer Kugelmühle zerkleinerten Stärke nach RICHTER [100]

Weitere technologischen Auswirkungen von Feinstschrot

Neben diesen widersprüchlichen Aussagen des Schrifttums, die letztendlich die Frage nach der Geschwindigkeit und der Effizienz des Stärkeabbaues verfolgen, bestehen weitere Erkenntnisse

über die Würzebereitung mit feinstvermahlenem Malz. Sie stützen sich auf die in Tabelle 3.1 aufgelisteten Quellen. Die Erkenntnisse der dort angeführten Autoren lassen sich wie folgt zusammenfassen. Das Verwenden von feinem Schrot führt im Vergleich zu gröberem Schrot:

- zu kleineren Ansprüchen bei der Malzqualität (kürzere Weich- und Keimzeit),
- zu einem höheren Gehalt an löslichem Stickstoff in der Würze,
- zu geringen Abweichungen beim Eiweißlösungsgrad,
- zu keiner Erhöhung des Gehaltes an freien Aminosäuren (FAN),
- zu keiner Verbesserung der diastatischen Kraft,
- zu einer Verbesserung der proteolytischen Enzymaktivität (VZ 45),
- zu einem verbesserten Lösen der bereits im Malz vorkommenden löslichen Bestandteile (VZ 20),
- zu einer kleineren Würzetrübung,
- zu einer höheren Würzeviskosität,
- kaum zu Abweichungen des DMS-P-Gehaltes,
- kaum zu Abweichungen der Polyphenolzusammensetzung,
- kaum zu Abweichungen der Schaumwerte,
- zu einer geringfügig schlechteren Stabilität der Biere,
- zu keinen geschmacklichen Abweichungen der Biere.

Nachteilige Auswirkungen, wie beispielsweise die Befürchtung, dass beim Einsatz von Pulverschrot im Vergleich zu herkömmlichen Verfahren Probleme durch eine verstärkte Anreicherung unedler Substanzen auftreten könnten, konnten nicht bestätigt werden. Hier wirkt insbesondere die mögliche Verkürzung der Maischedauer einem stärkeren Auslaugen feinvermahlener Spelzen entgegen [58, 59, 115, 129].

Tabelle 3.1. Wichtiges Schrifttum zum Verarbeiten von feinvermahlenem Schrot bei der Bierherstellung

| | | |
|------|--|--|
| 1962 | REITER [97, 98, 99] | Kontinuierliches Würzegewinnen mit einem Vakuumtrommelfilter, Malzfeinvermahlung |
| 1968 | POLLOCK und POOL [91] | Feinstvermahlung in Verbindung mit Mälzungsparametern |
| 1971 | MEDDINGS und POTTER [75] | Maischen mit unterschiedlichen Schrotfeinheiten |
| 1972 | SCHÖFFEL [115] | Pulverisieren von Malz, technologische Zusammenhänge von Mälzen und Maischen |
| 1972 | KIENINGER [58, 59] | Pulverisieren von Malz und Fraktionieren sowie Beziehung zur Malzqualität |
| 1991 | ISOE [55] | Brauen mit entspelztem Malz |
| 1993 | ZUFALL und WACKERBAUER [129] | Hammermühlenvermahlen zur Anwendung des Maischefilters 2001 |
| 1994 | RICHTER [100, 101, 102] | Prallmühlenvermahlung und Dekanterseparation, Kugelmühlenvermahlung |
| 1997 | EINSIEDLER [23] | Reaktionskinetik beim Maischen |
| 1998 | LOTZ [71, 72] | Prallmühlenvermahlung und Scherspaltfiltration, Proteinanreicherung |
| 1999 | MENGER [77] | Dispergiermaischverfahren |
| 1999 | KROTTENTHALER, ZÜRCHER und SCHNEIDER, BACK, WEISSER [64] | Prallmühlenvermahlung, Fraktionieren, Maischen unter Einsatz der Fraktionen |

Schrotkonditionieren und Spelzentrennung

Die Möglichkeiten der Schrotkonditionierung in Verbindung mit der Läuterbottichtechnik sind begrenzt und beschränken sich auf das Befeuchten des Mahlgutes und die Spelzentrennung [42, 67, 45, 82, 133]. Die Befeuchtung hat das Ziel, die Elastizität der Spelzen zu erhöhen, um den Mehlkörper intensiver mahlen zu können ohne die Spelzen zu verletzen. Die Unversehrtheit der Spelzen ist zum Einen von Bedeutung für die Ausbildung einer geeigneten Filterschicht für den Läutervorgang. Zum Anderen sollen unedle Inhaltsstoffe der Spelzen nicht verstärkt in Lösung gebracht werden. Diese Ziele verfolgt auch die Spelzentrennung.

Eine weitergehende Nutzung des Schrot- und Mehlkonditionierens ist in der Müllereitechnologie durch das Nutzen von An- und Abreicherungen bestimmter Inhaltsstoffe schon lange Stand der Technik. Unabhängig von jahrgangsbedingten Schwankungen können maßgeschneiderte Mehle hergestellt werden, beispielsweise mit gewünschten Schalenanteilen, Eiweiß- oder Stärkegehalten [18].

Tabelle 3.2. Ergänzende Literatur zur Feinstzerkleinerung von Malz in Verbindung mit einer Schrotfraktionierung

| | | |
|------|------------------|--|
| 1976 | POMMERANZ [92] | Sieben und Windsichten von Malzmehl |
| 1979 | VAN GHELUWE [33] | Brauen mit windgesichtetem Malzmehl |
| 1979 | VOSE [128] | Windsichten von Malzmehl zur Fraktionierung |
| 1984 | STUBITS [124] | Chemische Charakterisierung von Malzschrotfraktionen |
| 1991 | ISOE [55] | Brauen mit entspelztem Malz |

Die Möglichkeit der Trennung von Kornpartien bzw. Partikeln unterschiedlicher Zusammensetzung wird ermöglicht durch Unterschiede in der Festigkeit verschiedener Kornfraktionen sowie durch die Abhängigkeit der chemischen Zusammensetzung von der Teilchengröße. Wie auch Bild 3.10 zeigt, verteilen sich die Durchmesser der Stärkekörner eng in zwei Größengruppen um 5 und um 25 μm . Das Trennen solcher Fraktionen mittels Sieben oder Sichten erfordert jedoch das vollständige Freilegen der Stärkekörner durch eine Feinstzerkleinerung. Neben der Partikelgröße lassen sich aber auch Festigkeitsunterschiede nutzen, um nach einer Zerkleinerung ohne Formzwang, also beispielsweise mittels einer Prallmühle, Trennvorgänge vorzunehmen [64]. Nach dem FRANZKY-MIAG-Verfahren wurden von SCHÖFFEL und auch von KIENNINGER schon 1972 mittels Sieben drei Fraktionen, ein extraktreiches Endospermmehl, ein eiweißreiches Randzonenmehl und eine extraktarme und gerbstoffreiche Spelzenfraktion getrennt und untersucht [58, 59, 115]. Andere Autoren berichten über Windsichtungen von Malzmehl [71, 92, 33, 128, 136]. Auch über erfolgreiche Ansätze für eine technologische Nutzung der Schrotfraktionierung wurde bereits berichtet. So zeigte sich, dass ein proteinangereichertes Mehl als Additiv beim Maischen die Schaumstabilität verbessert [72]. Auch eine Unterstützung des β -Glucanabbaus war erfolgreich [64]. Eine großtechnische Umsetzung solcher technologischen Maßnahmen ist jedoch mit herkömmlichen Maischefiltrationsverfahren nicht möglich.

Als Fazit der Literatursichtung kann festgehalten werden, dass keine Einigkeit über den tatsächlichen Nutzen eines feinen Schrotes für die Effizienz und die Geschwindigkeit der Abbauvorgänge beim Maischen besteht. Daneben wird über zahlreiche positive Folgen einer Feinstzerkleinerung für die Würzezusammensetzung berichtet. Die bekannten Ergebnisse lassen jedoch nur tendenzielle Schlüsse zu, so dass eine neuerliche Untersuchung eines individuellen Schrotes nicht umgangen werden kann. Die Vorteile der Feinstzerkleinerung und die durch sie mögliche weitere Schrotaufbereitung ist von einer geeigneten Technik zum Treberabtrennen abhängig. Eine Umsetzung der Möglichkeiten konnte sich daher bisher nicht über die Verwendung von Feinstschrot bei dem Einsatz eines Dünnschichtmaischefilters hinausentwickeln.

4 Material und Methoden

4.1 Schrot-, Würze- und Bierherstellen

4.1.1 Rohstoffe für Brau- und Filtrationsversuche

Für das Bereiten der Maischen wurden Malze dreier unterschiedlicher Qualitäten, Reis als ungemälzter Rohstoff sowie Brauwasser verwendet. Die Malze unterschieden sich vornehmlich hinsichtlich ihrer cytolytischen Lösung. Sie ist eine Eigenschaft, die in der Praxis der Bierherstellung zu Problemen führen kann, da bisher die Mittel zu ihrer Beeinflussung fast ausschließlich der Mälzung vorbehalten sind. Neben einem im Handel erworbenen „schlecht gelösten Malz“ wurde ein in Zusammenarbeit mit der Versuchsmälzerei Weihenstephan eigens hergestelltes, sehr schlecht gelöstes Malz („4-Tage-Malz“) hergestellt. Die Malzanalysedaten sind in Tabelle 4.1 hinterlegt.

Tabelle 4.1. Analysenmerkmale der verwendeten Malze

| Helle Malze | | normal gelöstes Malz | schlecht gelöstes Malz | 4-Tage Malz |
|-----------------------------------|---------------|--|--|--|
| Verwendung | | <ul style="list-style-type: none"> • Maischversuche • Bierherstellung • Filtrationsversuche | <ul style="list-style-type: none"> • Maischversuche | <ul style="list-style-type: none"> • Bierherstellung • Filtrationsversuche |
| Hersteller | | Fa. Ireks | Fa. Ireks | eigene Herstellung |
| Wassergehalt Malz | % | 4,1 | 4,5 | 5,2 |
| Extrakt wfr. | % | 81,3 | 81,1 | 81,9 |
| Mehl-Schrot-Differenz EBC | % | 1,7 | 2,8 | 5,0 |
| Viskosität (bez. auf 8,6 %) | mPa s | 1,491 | 1,721 | 1,769 |
| Verzuckerungszeit | min | 10-15 | 20 | < 10 |
| Ablauf | | klar | klar | klar |
| Geruch der Maische | | normal | normal | normal |
| Geschmack der Würze | | normal | normal | normal |
| Ablaufzeit 300 ml Grobschrotwürze | min | 50 | 50 | 50 |
| Farbe (fotometrisch) | EBC | 2,2 | 2,3 | 2,4 |
| pH-Wert | | 5,84 | 5,85 | 5,89 |
| Eiweiß wfr. | % | 10,4 | 11,1 | 10,0 |
| Löslicher Stickstoff | mg/100 g MTrS | 628 | 630 | 596 |
| Eiweißlösungsgrad | % | 37,6 | 36,1 | 37,2 |
| VZ 45 °C | % | 34,8 | | |
| Modifikation | % | 96 | | |
| Homogenität | % | 76 | | |
| Endvergärungsgrad | % | 82,5 | 75,1 | |
| VZ 45 °C | % | | | 28,7 |
| Viskosität 65 °C-Maische | mPa s | | | 2,403 |
| Friabilimeterwert | % | | | 61,1 |
| Friabilimeter ganz glasig | % | | | 1,8 |
| Friabilimeter teilglasig | % | | | 37,1 |

4.1.2 Methoden

4.1.2.1 Zerkleinerung von Malz und Reis

Läuterbottichschrot

Für das Bereiten von konventionellem Läuterbottichschrot wird eine 2-Walzenmühle im halbtechnischen Maßstab mit einem Spaltweite von 1,4 mm und 0,4 mm in zwei Mahlgängen verwendet.

Maischfilterschrot

Ein Maischfilterschrot konnte bei entsprechender Drehzahl- und Dosiereinstellung mit einer Feinprallmühle vom Typ Alpine UPZ 160, die mit einem Fächerschlägerwerk und einer Prallflächenmahlbahn ausgestattet ist, gemahlen werden. Das Mahlergebnis stimmt mit dem Feinschrot für einen Maischfilter 2001 der Fa. Meura überein [129].¹

Feinstschrot

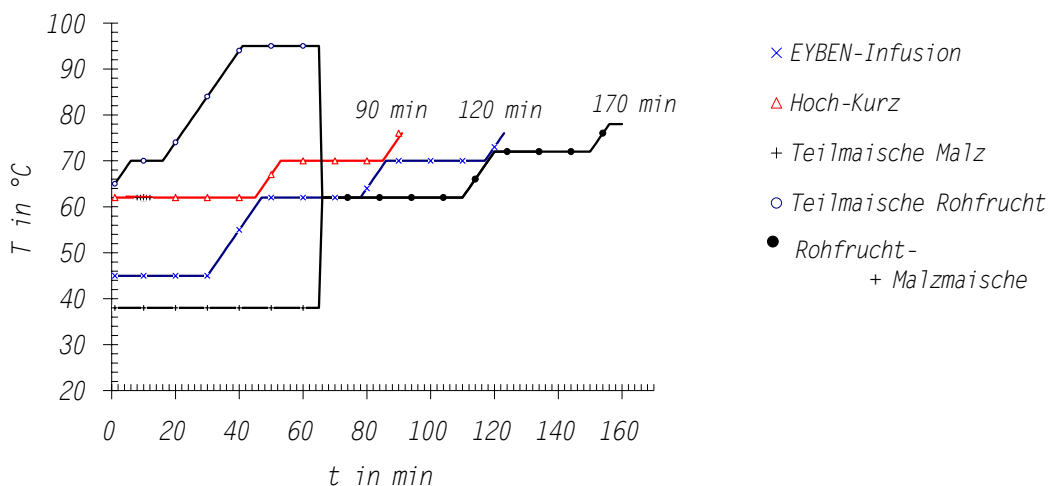
Mit der oben genannten Feinprallmühle, jedoch mit anderen Einstellungen, wurde für die Maischversuche ein noch feineres Schrot hergestellt, das im Folgenden als „Feinstschrot“ bezeichnet wird.¹

Feinstschrot TE (teilentspelzt)

Ein Mehl, dessen Feinheit noch deutlich über die des Feinstschrotes hinausgeht, wird großtechnisch bei der Hosokawa-Alpine AG, in Augsburg, auf einer Zirkoplexlichtermühle, ZPS 200 gemahlen und anschließend einem 90 µm-Siebschnitt auf einem technischen Luftstrahlsieb, LS 500, unterzogen.¹ Ziel dieser Prozedur war im Hinblick auf die Membranstabilität das Herstellen eines von Spelzensplittern freien Feinstschrotes.

4.1.2.2 Maischversuche

Die Auswirkungen unterschiedlich feiner Schrote wurde im technischen Maßstab gleichzeitig mit dem Einfluss unterschiedlicher Trenntechniken (Membranfiltration, Läuterbottich) untersucht. Um den alleinigen Einfluss des Maischens und den zeitlichen Verlauf der Stoffumwandlungen prüfen zu können, wurden Laborversuche in Wasserbad-Maischapparaturen vom Typ BENDER und HOHBEIN durchgeführt. Die Schüttung der Labormaischen beträgt 50 g. Nach dem Maischen wurde das verdampfte Wasser aufgewogen und mittels Faltenfiltration eine Vorderwürze gewonnen. Diese wurde nasschemischen Analysen unterzogen.



| Maischverfahren | Verwendung |
|---|--|
| Eyben-Infusion | Labor-Maischversuche |
| Hoch-Kurz-Infusion | Bierherstellung Vollmalzsude Bierherstellung Rohfruchtsude Feinstschrot TE Filtrationsversuche |
| Rohfruchtkochung (Teilmaischverfahren) mit Amylasezugabe ² in beide Teilmaischen | Bierherstellung Rohfruchtsude Läuterbottichschrot |

Bild 4.1. Temperatur-Zeit-Profile verwendeter Maischverfahren

¹ Die Partikelgrößenverteilungen der Schrote sind in Bild 7.1 auf Seite 92 dargestellt

² Beerzym Amyl, Fa. Erbslöh Geisenheim

Die Temperatur-Zeit-Profile der Maischverfahren für die Laborversuche sowie für die Filtrations- und Bierherstellungsversuche im halbtechnischen Maßstab sind in Bild 4.1 dargestellt. Das Gussverhältnis variierte je nach Versuch zwischen $h = 2,5$ und $4,0$ l/kg.

4.1.2.3 Bierherstellen im halbtechnischen Maßstab

Die Würzen bzw. Biere wurden in einem halbtechnischen Pilotsudwerk der Lehr- und Versuchsbrauerei Weihenstephan bereitet. Die Schüttungen betragen zwischen 10 und 15 kg. Für die Rohfruchtsude werden bis zu 60 % des Malzes durch Reis ersetzt. Es wurden helle, schwach gehopfte ($65 \text{ mg}/\alpha\text{-Säure/l}$) Biere mit einer Stammwürze von 12 % GG hergestellt. Die Würzeklärung erfolgte in einem Whirlpool. Zur Gärung wurde die geklärte und auf 7°C gekühlte Würze mit untergäriger Hefe *Saccharomyces carlsbergensis* (Stamm 34 Hefebank Weihenstephan) angestellt. Die Hauptgärung verlief isotherm bei 8°C ab bis ein scheinbarer Vergärungsgrad von 75 % erreicht wurde. Nach dem Schlauchen erfolgte eine 2-wöchige Reifung bei 6°C bzw. bei 4°C . Vor der sich anschließenden 3-wöchigen Kaltlagerung bei 1°C wird von dem Bier die restliche abgesetzte Hefe entfernt. Abschließend wurde das Bier bei 1°C über eine Cellulose-Schicht bzw. mit Kieselgur filtriert und von Hand in 0,5 l-NRW-Flaschen abgefüllt.

4.1.2.4 Technologisches Untersuchungs raster

Zur technologischen Kontrolle und Bewertung der Würzegewinnung aus Feinstschrotmaischen mittels des Oszillationsmembranfilters (kurz: OF) wurden Biere im halbtechnischen Maßstab wie oben beschrieben hergestellt.

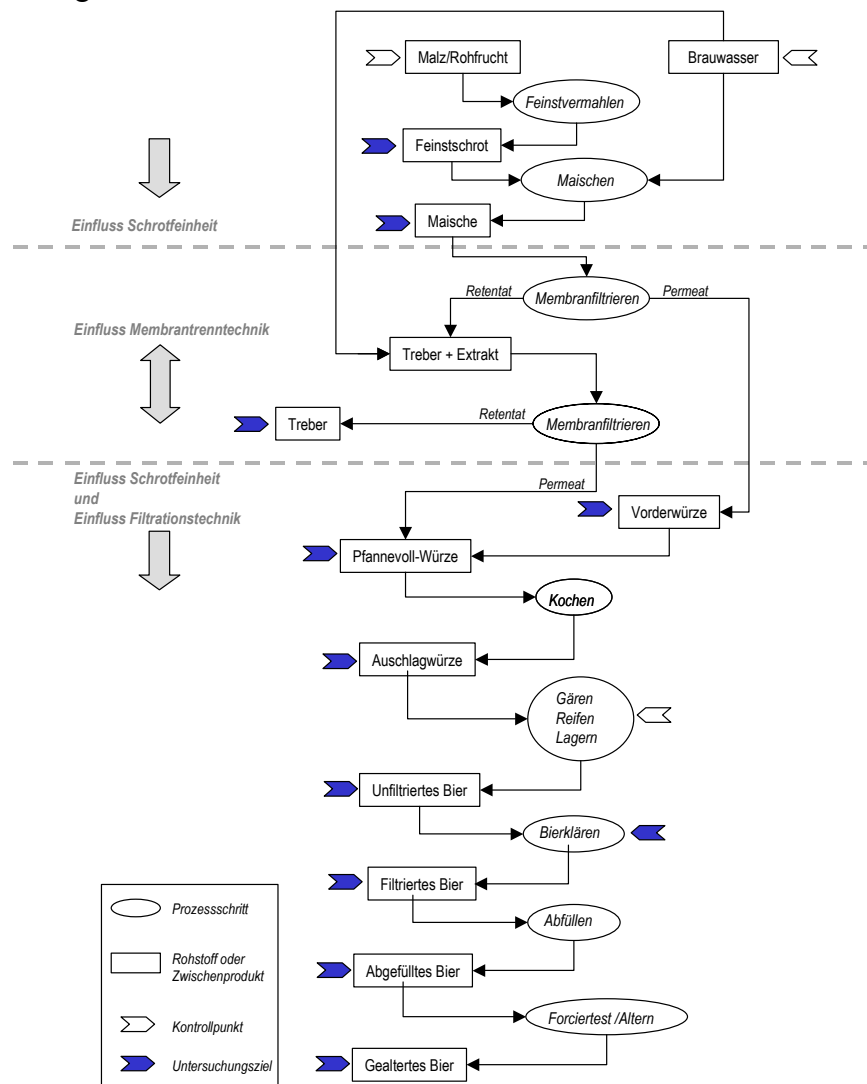


Bild 4.2. Raster für die technologischen Untersuchungen

Zum Vergleich werden Biere im Läuterbottichverfahren, also mit Läuterbottich und Läuterbottichschrot (kurz: LB), ansonsten aber mit denselben Rohstoffen und Verfahren bereitet. Das Untersuchungsraster in Bild 4.2 zeigt, dass sowohl die technologischen Auswirkungen der Schrotfeinheit allein als auch der Einfluss der Schrotfeinheit und der Filtrationstechnik zusammen erfasst werden. Für die Biere werden Versuchsreihen mit 5 Suden (LB) bzw. 9 Suden (OF) sowie zusätzliche Versuchsreihen für Biere aus schlecht gelöstem Malz und Biere mit unterschiedlichen Rohfruchtanteilen durchgeführt.

4.1.3 Analysen

4.1.3.1 Malz-, Würze- und Bieranalysen

Die chemischen und physikalischen Untersuchungen der Malz-, Würze-, und Bierproben wurden in den Laboratorien der Lehrstühle für Technologie 1, für Brauereianlagen und Lebensmittel-Verpackungstechnik, für Phytopathologie sowie in der brautechnischen Prüf- und Versuchsanstalt in Weihenstephan durchgeführt. Auskunft über die Methodenquelle, die Genauigkeit der Analysen, sofern bekannt, und die wichtigsten Gerätschaften gibt Tabelle 4.2.

Tabelle 4.2. Analysenmethoden (r = Wiederholbarkeit, R = Vergleichbarkeit)

| Analyse | Methode/Geräte | Analysenfehler (r/R) | Dimension von r/R | Methode Quelle |
|---|--|----------------------|-------------------|----------------|
| Wassergehalt | Trockenschrank gravimetrisch | 0,15/0,44 | % | 89 |
| Malz | Kongressanalyse | | GG % lfr. | 20 |
| Extrakt | Kongress/Scaba Beer Analyzer Scaba, Automatischer Beer Analyzer, Fa Servo Chemie | 0,54/1,11 | GG % TrS. | 89 |
| Mehl-Schrot-Differenz | Berechnung | 0,47/1,19 | % | 20 |
| Endvergärungsgrad, scheinbar | Gärrohrmethode | | | 89 |
| pH-Wert | Kongress/Scaba Beer Analyzer | 0,07/0,19 | | 89 |
| Freier Amino-Stickstoff | Kongress/Spectralfotometer | - | | 89 |
| Löslicher Stickstoff | Kongress/Kjeldahl | 0,031/0,094 | % TrS. | 89 |
| MgSO ₄ -fällbarer Stickstoff | Kjeldahl | | | 89 |
| Eiweißlösungsgrad | Berechnung | 1,5/6,3 | % | 20 |
| Protein | Bradford-Test | | | 10 |
| Viskosität | Kongress/Mikroviskosimeter AMV-200, Fa. Anton Paar | 0,04/0,14 | mPa s | 89 |
| Schaum | Nibem-Apparatur | | | 89 |
| Jodfärbung der Dextrine | Färbung/Fotometrie | Vk _r 0,03 | | 89 |
| Polyphenole | Färbung/Spektralfotometrie | 9/- | mg/l | 89 |
| Anthocyanogene | Adsorption/Lösung/ Färbung/Spektralfotometrie | 9/- | mg/l | 89 |
| Gelöster Sauerstoff in der Masiche | Elektrometrie | | | 89 |
| Farbe Würze/Bier | Visueller Farbvergleich | | | 89 |
| Trübung | Vorwärtsstreuung 90° | | | 89 |
| Feststoffgehalt | Schwarzbandvakuumfiltration | | | 19 |
| Zink | Massenspektroskopie | | | 90 |
| Mono-, Di-, Trisaccharide | HPLC | | | 90 |
| Alterungskomponenten | GC/MS-GC | | | 90 |
| β-Glucan | Automatische Fluoreszenzmessung | 1,7-5,9 % | mg/l | 89 |
| Treberextrakt ,auswaschbar | Nachmaischen des Trockentreibers nach MEBAK bzw. des Nasstreibers nach Schild | | | 89 110 |

4.1.3.2 Bierfiltrierbarkeit

Die Bierfiltrierbarkeit wird nach der von KREISZ modifizierten RAIBLE-Methode bestimmt, bei welcher eine Gleichdruckfiltration unter standardisierten Bedingungen durchgeführt wird [61]. Es handelt sich um eine Simulation der Kieselgur-Anschwemmfiltration mit einer Grundanschwemmung (Bild 4.3). Die Ergebnisse dieser Methode sind sehr gut reproduzierbar und korrelieren ebenfalls sehr gut mit der Filtrierbarkeit an großtechnischen Anlagen [61]. Die Messergebnisse können als spezifischer Filterwiderstand α oder als spezifischer Filterwert F_{spez} angegeben werden, der im Bereich des Brauwesens gebräuchlicher ist. Unterhalb eines F_{spez} von 5 sind Filtrationsschwierigkeiten zu erwarten. Die Berechnung des spezifischen Filterwertes resultiert aus einer Zeitdifferenz Δt für die Filtration eines Biervolumens von $\Delta V = 80$ ml. Genauere Angaben zum Test finden sich in [61].

$$F_{spez.} = 0,433 \cdot \Delta V \cdot \sqrt{\frac{1}{\Delta t}}$$

Gleichung 4.1

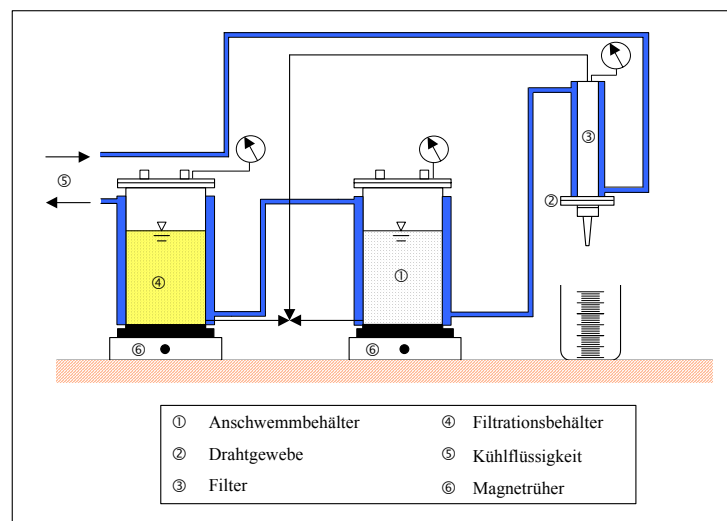


Bild 4.3. Versuchsaufbau des modifizierten Raible-Tests nach KREISZ [61]

4.1.3.3 Sensorische Analysen

Die Blindverkostung zur sensorischen Bewertung der Biere wird von zwei geschulten Degustatorengruppen des Lehrstuhls für Technologie der Brauerei 1 der TU München nach dem DLG³-Schema sowie von einem gemischten Panel, bestehend aus 63 Personen, nach der Dreiecksmethode durchgeführt. Die Bewertungsskala nach dem DLG-Schema reicht von 0 bis 5 Notenpunkten (Tabelle 4.3). Das detaillierte DLG-Prüfschema findet sich in Anhang 2 [89].

Tabelle 4.3. Notenschema für die Bierverkostung nach der DLG-Methode

| DLG-Note | allgemeine Merkmalsausprägung |
|----------|---|
| 5 | vollkommen, volle Erfüllung der Erwartung |
| 4 | geringfügige Abweichungen |
| 3 | merkliche Abweichungen, leichte Fehler (unerhebliche Wertminderung) |
| 2 | deutliche Fehler |
| 1 | starke Fehler |
| 0 | völlig verändert, nicht bewertbar |

Die Dreiecksprüfung dient zum Feststellen kleiner Unterschiede zwischen zwei Prüfproben. Zur Verkostung stehen drei Proben zur Auswahl, von denen jeweils zwei gleich sind. Die statistische Auswertung erfolgt nach den Vorgaben der MEBAK [89].

³ DLG – Deutsche Lebensmittelgesellschaft

4.1.3.4 Feststoffkonzentration der Maische bzw. des Trebers

Der Feststoffgehalt der Maische kann analytisch oder rechnerisch aus den Messdaten der Filtration ermittelt werden. Bei der analytischen Methode wird zunächst nach Trocknung bei 110 °C die Feuchtigkeit ermittelt. Der so bestimmte Feststoffgehalt stimmt für Treber, also für Maischen mit sehr kleinem Extraktgehalt mit dem tatsächlichen Feststoffgehalt hinreichend genau überein (MEBAK-Methode). Für die filtrationstechnische Untersuchungen sind aber auch Messungen hoch extrakthaltiger Maischen (teilweise > 20 % Extrakt) erforderlich. Daher muss zusätzlich der Extraktanteil im gravimetrisch bestimmten, nicht verdampften Maischerückstand ermittelt werden. Die Feststoffkonzentration lässt sich dann wie folgt errechnen.

$$c_F = \frac{1}{\left(1 + \left(\frac{(1-\xi) \cdot w}{(1-\xi-w)}\right) \cdot \left(1 + \frac{\xi}{(1-\xi)}\right)\right)} \quad \text{Gleichung 4.2}$$

w Feuchtigkeit nach Trockenschrankmethode
 ξ Extraktkonzentration der Würze

Die analytische Methode dient zur Überprüfung der einfacheren rechnerischen Methode, da für letztere das Wissen über die Maischausbeute a , also den Anteil des Malzes, der beim Maischen in Lösung geht, notwendig ist:

$$c_F = \frac{m_S \cdot (1-a)}{m_S \cdot (h+1) - \rho_P \cdot V_P} \quad \text{Gleichung 4.3}$$

m_S Masse der Schüttung (trocken) a Maischausbeute
 ρ_P Dichte des Permeates V_P Permeatvolumen
 h Gussverhältnis (Hauptguss) c_F Feststoffkonzentration

4.1.3.5 Extraktausbeute und Auswascheffizienz

Maischausbeute

Hinsichtlich der Extraktausbeute als ein Maß für die Ausnutzung der extraktspendenden Rohstoffe müssen das *Auflösen* der Stoffgruppen während des Maischens und das *Auswaschen* der in den Trebern zurückgehaltenen Stoffe unterschieden werden. Die explizite Betrachtung des Maischvorganges (Auflösen) ist in der Braupraxis ungebräuchlich. Für die entsprechende Kenngröße wird hier der Begriff der *Maischausbeute* eingeführt; damit soll dem im Englischen üblichen Begriff der *conversion yield* entsprochen werden. Die Maischausbeute berechnet sich aus der Menge der eingesetzten Rohstoffe und der nach dem Maischen (und nach Aufwiegen des verdampften Wassers) erzielten Extraktkonzentration (der Vorderwürze):

$$a = \frac{\xi_{VW} \cdot (1 - w_M + h)}{(1 - w_M)} \quad \text{Gleichung 4.4}$$

a Maischausbeute ξ_{VW} Extraktkonzentration der Vorderwürze
 h Gussverhältnis (Hauptguss) w_M Feuchtigkeit des Malzes

Auswaschausbeute

In der Vergangenheit wurden die Maischausbeute zusammen mit der Auswaschausbeute in der sehr anschaulichen Größe der *Sudhausausbeute* erfasst. Wegen hinlänglich bekannter Nachteile dieser Größe greift die DIN 8777 für Sudwerkabnahmen auf zwei Analysen der EBC-Analytica Analysenvorschrift zurück [19]. Danach soll ein *Aufschließbarer Treberextrakt* (Maß für die Maischausbeute) und ein *Auswaschbarer Treberextrakt* (Maß für die Auswascheffizienz) von

jeweils 0,8 % nicht überschritten werden. Diese Angaben beziehen sich auf eine Treberfeuchtigkeit von 80 % [20, 89]. Aus verschiedenen Gründen sind die DIN-Forderungen, insbesondere für die Betrachtung eines mit Pulverschrot arbeitenden Verfahrens, ungeeignet:

1. Die Feuchtigkeit der Treber bleibt unberücksichtigt. Mit einer höheren Feuchtigkeit steigt die Masse des (feuchten) Trebers. Bei einer prozentualen Angabe des Treberextraktes steigt folglich auch die absolute Masse des Treberextraktes.
2. Die Extraktmenge wird nicht in Bezug zur Schüttung gesetzt. Bei feinem Schrot löst sich von der Malzmasse der Schüttung ein größerer Anteil auf (höhere Maischausbeute) als bei grobem Schrot. Daher ist die Masse des Trebers im Verhältnis zur eingesetzten Malzmenge wiederum kleiner. Folglich ist bei der prozentualen Angabe des Treberextraktes die Masse des Treberextraktes ebenfalls kleiner.

Aufgrund der angeführten Mängel wird an dieser Stelle ein neuer Vorschlag zur Ermittlung der Auswaschausbeute gemacht. Dazu wird der pro eingesetzter Malzmenge „verlorengelende“, jedoch durch das Maischen löslich gewordene Malzanteil bestimmt. Er wird im folgenden *Verlustextrakt* m_e genannt und wird auf die Masse der Schüttung m_s bezogen.

$$\frac{m_e}{m_s} = (1-a) \cdot \left(\frac{\xi_T}{(1-\xi_T)} + \frac{\xi_T \cdot w_T}{(1-\xi_T - w_T)} \cdot \left(1 + \frac{\xi_T}{(1-\xi_T)} \right) \right) \quad \text{Gleichung 4.5}$$

| | | | |
|-------|---------------------|---------|----------------------------------|
| m_s | Malzschüttung in kg | ξ_T | Extraktkonzentration des Trebers |
| a | Maischausbeute | w_T | Feuchtigkeit des Trebers |

Wenn eine Maischausbeute von $a = 78\%$ bei Läuterbottichschrot zugrunde gelegt wird, lässt sich die DIN-Angabe für den Auswaschbaren Treberextrakt in den Verlustextrakt m_e transformieren. Es ergibt sich dann ein Grenzwert von $m_e / m_s = 0,92$ kg pro 100 kg Malzschüttung.

Auswascheffizienz

Der Auswaschvorgang beim Läutern kann als erfolgreich bewertet werden, wenn die vorliegende Vorderwürzekonzentration, vor allem mit möglichst wenig Anschwänzwasser auf einen möglichst kleinen Wert reduziert werden kann. Der Bezug auf die Anschwänzwassermenge ist wichtig, da sich dahinter die Gegenüberstellung der Malzkosten und der Energiekosten für die Wasserverdampfung verbirgt. Bei jeder seriösen Aussage zum Auswascherfolg eines Läutersystems muss daher eine entsprechende Angabe gemacht werden. Eine mögliche Angabe ist die Menge der Pfannevollwürze $m_{pf.v}$ im Verhältnis zur Malzschüttung m_s ; sie liegt bei allen in dieser Arbeit gemachten Auswaschversuchen bei

$$g = \frac{m_{pf.v}}{m_s} = 7,2.$$

Dies liegt auf dem Niveau moderner Läutersysteme. Zum Optimieren des Anschwänzverfahrens, also für die Untersuchung der verschiedenen Einflussgrößen, wird außerdem eine Messgröße für die Auswascheffizienz definiert. Wie im Ergebnisteil gezeigt wird, sind bei feinstvermahlenem Malz die Konzentrationsunterschiede zwischen Treberfeststoff und Matrixflüssigkeit vernachlässigbar klein. Daher wird der Quotient der Vorderwürzekonzentration zur Würzekonzentration am Ende des Auswaschvorganges herangezogen.

$$\frac{\xi_{GW}}{\xi_{VW}}$$

ξ_{GW} Extraktkonzentration des Gattwassers (Würze am Ende des Auswaschvorganges)

ξ_{VW} Extraktkonzentration der Vorderwürze (Würze am Beginn des Auswaschvorganges)

4.1.3.6 Partikelmesstechnik

Die Partikelgrößenanalysen werden in Weihenstephan am Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde und am Lehrstuhl für Lebensmittelverfahrenstechnik und Molkereitechnologie sowie in Augsburg bei der Fa. HOSOKAWA-ALPINE durchgeführt. Zur repräsentativen Probennahme wird die Kreuzblechmethode und automatische Probenteiler verwendet. Für das Ermitteln der Partikelgrößenverteilung Q_3 werden in dieser Arbeit zwei Verfahren eingesetzt, das Prüfsiebverfahren und der Laserbeugungszähler.

Prüfsiebung

Für den Messbereich $> 32 \mu\text{m}$ ist die Prüfsiebung mit einem Laborluftstrahlsieb des Typs Alpine LS 200 zum Einsatz gekommen. Siebe mit kleiner werdender Maschenweite werden eingesetzt und nach einer definierten Siebzeit der jeweilige Rückstand gewogen.

Laserbeugungszähler

Bei sehr kleinen Korngrößen bis in den Bereich von Mikrometern gibt der Laserbeugungszähler der Fa. SYMPATEC System Helos eine genauere Auskunft als eine Prüfsiebung. Es handelt sich um ein unmittelbares Zählverfahren, bei dem dispergierte Teilchen aufgrund von Absorption und Streuung eine Intensitätsschwächung eines Lichtstrahls verursachen. Die Erfassung der Partikelgröße basiert dabei auf der Analyse von FRAUNHOFERSCHEN Beugungsbildern, die den Beugungsanteil in Vorwärtsrichtung abgeben. Kleine Partikeln erzeugen aufgrund ihrer stärker gekrümmten Oberfläche breitere Spektren mit kleinerer Intensität; das erste Maximum ist weit vom Zentrum entfernt. Große Partikeln führen hingegen zu dünnen Spektren größerer Intensität mit einem ersten Maximum in Zentrumsnähe. Aus den mittels Multielement-Fotodetektor erfassten Intensitäten der Beugungsringe kann die Q_3 -Verteilung errechnet werden. Schrote und Treber werden zur Messung in Wasser dispergiert.

4.2 Filtration

4.2.1 Versuchsanlage zur Oszillationsmembranfiltration

Versuchsaufbau und Filtrationsablauf

Das Fließschema des Versuchsaufbaus für die Oszillationsfiltrationsversuche zeigt Bild 4.4. Eine fotografische Abbildung findet sich in Anhang 1. Das doppelwandige Maischevorlaufgefäß wird mittels eines Wasserbades mit 2-Punkt-Temperaturregelung beheizt, so dass es auch als Maischgefäß dienen kann. Das 115 l fassende Gefäß ist schlank gebaut (Höhe/Durchmesser = 3,2) und mit einem mehrflügligen Rührwerk versehen, damit auch die konzentrierte Suspension, bei der sich das Maischvolumen auf 60–40 % des Ausgangsvolumens reduziert hat, ausreichend rührfähig ist und ein ausreichendes Verhältnis von Volumen zu Heizfläche gewährleisten werden kann. In einem Kreislauf über die Oszillationsfiltereinheit Pall SepTM der Fa. PALL, Dreieich, wird die Suspension mit Hilfe einer Exzentrerschneckenpumpe vom Typ Nemo 20 A der Fa. NETSCH, Waldkraiburg gefördert bis die angestrebte Feststoffkonzentration erreicht ist. Der Konzentrationsphase schließt sich ein Auswaschvorgang (Anschwänzen) der Treber mit Brauwasser an. Das Wasser wird in die zum Maischgefäß zurückführende Leitung dosiert. Der Volumenstrom des Anschwänzwassers und der permeatseitig abgeführten Würze wird jeweils von einem magnetisch-induktiven Durchflussmesser registriert. Mit Hilfe manuell bedienter Membranventilen kann das Verhältnis beider Volumenströme zueinander und damit die Feststoffkonzentration der Suspension in der Anschwänzphase eingestellt werden. Neben den Volumenströmen von Anschwänzwasser und Würze werden die Drücke am suspensionsseitigen

Filtereingang (p_{zu}) und Filterausgang (p_{ab}) sowie permeatseitig (p_p) gemessen. Aus ihnen errechnet sich die mittlere transmembrane Druckdifferenz:

$$\Delta p_{TMP} = \frac{(p_{zu} - p_{ab})}{2} - p_p \quad \text{Gleichung 4.6}$$

Weitere Messdaten, die zusammen mit den oben genannten von einer zentralen Leitstelle alle 5 s automatisch aufgenommen werden, sind die Temperaturen im Maischgefäß und Wasserbad sowie die Drehzahlen der mittels Frequenzumrichter geregelten Einheiten Rührwerk und Maischepumpe. Die Steuerung dieser und weiterer Nebenaggregate wird ebenfalls von der rechnergestützten Leitstelle aus vorgenommen. Der Antrieb des Oszillationsfilters wird hingegen dezentral am Display des Frequenzumrichters gesteuert.

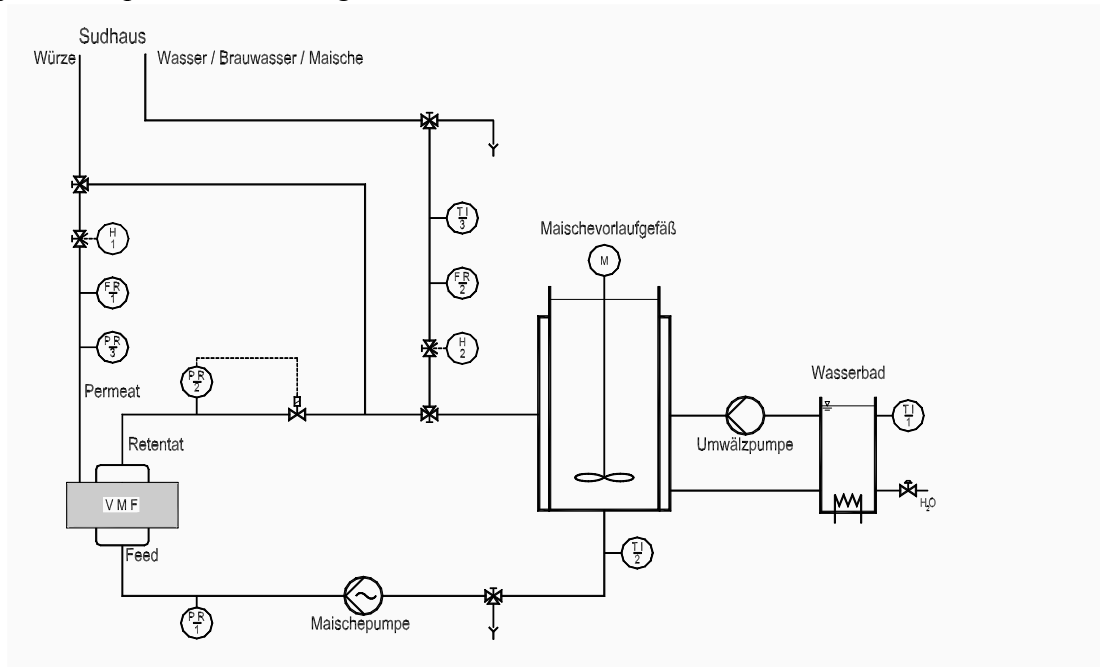


Bild 4.4. Fließschema zum Versuchsaufbau der Oszillationsfiltration (VMF) von Maische

Oszillationsfilter

Das Filtermodul des Oszillationsfilters besteht aus einer vertikal gestapelten Anordnung von horizontalen, kreisrunden Filterscheiben. Die Edelstahlscheiben ($\varnothing = 610 \text{ mm}$) sind beidseitig mit Membranen und darunter liegenden, dünnen Drainagegeweben bestückt.

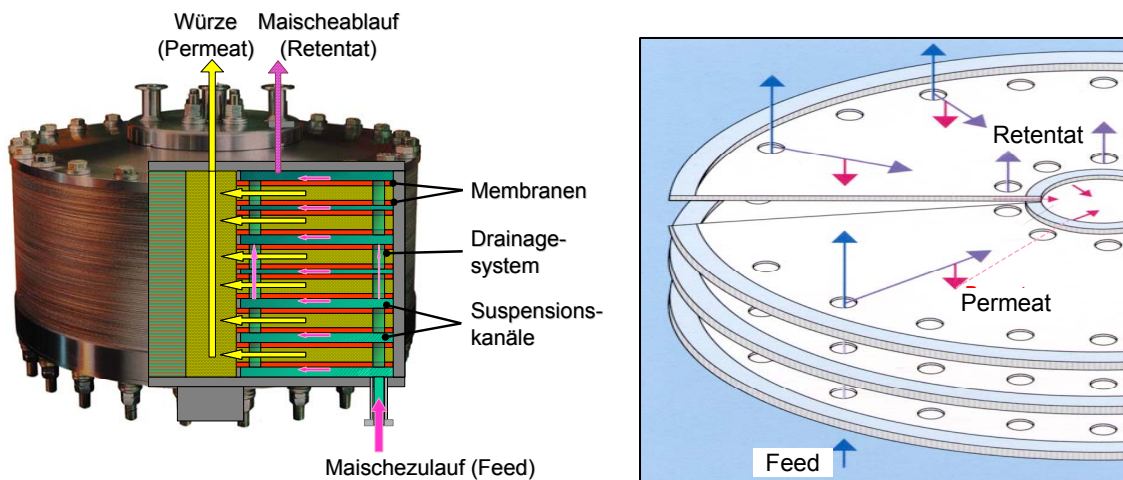


Bild 4.5. Aufbau und Medienführung im Filtermodul

Bis zu 100 dieser Scheiben mit einer aktiven Filterfläche von je $0,4 \text{ m}^2$ können in einem Filtermodul übereinander geschichtet werden. Schmale Ringe am äußeren ($R_a = 265 \text{ mm}$) und inneren Radius ($R_i = 85 \text{ mm}$) bilden zwischen jeder Scheibe einen Spalt (Trubraum) mit einer Spaltweite von 1,6 oder 3,8 mm (Bild 4.5). Die Suspension fließt über flexible Schläuche an zwei Zulaufstutzen am äußeren Radius von unten in das Gehäuse und verteilt sich über konzentrisch angeordnete Bohrungen der Scheiben in die Spalten (Bild 4.5). Die Membranen werden radial überströmt und das Retentat über die am inneren Radius befindliche Bohrungen nach oben aus dem Gehäuse abgeführt. Die Würze permeiert durch die Membran in das Drainagesystem und wird im Innern des Gehäuse gesammelt und über einen zentralen Stutzen abgeführt.

Wie die Versuche zeigen werden, hat die radiale Überströmung keine Bedeutung für den Abstoßeffekt, also für den Eintrag kinetischer Energie zum Zwecke des Rücktransportes ablagerungswilliger Stoffe von der Membran in die Suspension. Dieser Abstoßeffekt ist die Folge einer Oszillationsbewegung des gesamten Filterpaketes gegenüber einer relativ zur Membran trägen Suspension. Die Oszillationsbewegung wird unter Ausnutzung einer gekoppelten Drehschwingung erzeugt. Wie Bild 4.6 schematisch zeigt, sind dazu zwei Massen, von welchen die obere das Filterpaket darstellt, über eine Torsionswelle miteinander verbunden. Auf der unteren Masse m_2 ist eine weitere kleinere Masse m_3 drehbar lagernd befestigt. Diese Masse weist eine definierte Exzentrizität hinsichtlich ihrer Dichte auf und wird über eine flexible Kupplung von einem Motor angetrieben. Die Drehbewegung der exzentrischen Masse induziert eine Oszillation der mit ihr verbundenen Masse m_2 . Phasenverschoben wird diese Drehschwingung über die Torsionswelle zur Masse m_1 , dem Filterpaket, transformiert. Die so aufgebaute Schwingung wird im weiteren Verlauf im System von einer Masse zur anderen übertragen und so unter nur geringer weiterer Energiezufuhr aufrechterhalten.

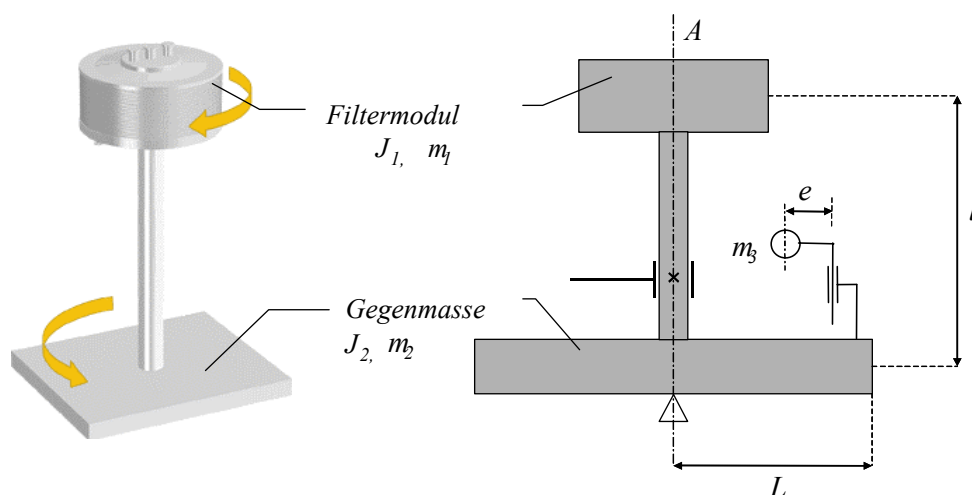
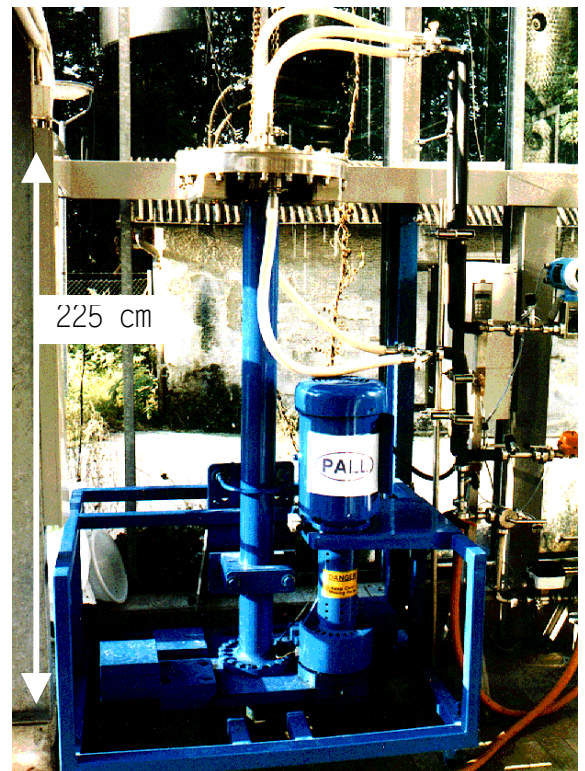


Bild 4.6. Foto und schematische Darstellung der gekoppelten Drehschwingung am Filterapparat

Die für den Abstoßeffect wichtige Auslenkung des Filterpaketes steht in einem funktionalen Zusammenhang mit den geometrischen Größen des Systems. Zum Herleiten der Schwingungsfunktion wird ein Momentengleichgewicht um die Hochachse A aufgestellt.

$$I_{red} \cdot \ddot{\varphi} + D \cdot \varphi = m_3 \cdot \ddot{e} \cdot L \quad \text{Gleichung 4.7}$$

Dabei ist I_{red} das reduzierte Massenträgheitsmoment des Systems zweier gekoppelter Massen

$$I_{red} = \frac{I_1 \cdot I_2}{I_1 + I_2} \quad \text{Gleichung 4.8}$$

Für die Winkelbeschleunigungen der Auslenkung der exzentrischen Masse sowie für das Filterpaket lassen sich aus den Bewegungsgleichungen erstellen:

Winkelauslenkung von m_3

$$e = \bar{e} \cdot \sin \omega t$$

$$\dot{e} = \bar{e} \omega \cdot \cos \omega t$$

$$\ddot{e} = -\bar{e} \omega^2 \cdot \sin \omega t$$

Winkelauslenkung von m_1

$$\varphi = \bar{\varphi} \cdot \sin \omega t$$

$$\dot{\varphi} = \bar{\varphi} \omega \cdot \cos \omega t$$

$$\ddot{\varphi} = -\bar{\varphi} \omega^2 \cdot \sin \omega t$$

Dabei ist ω die Kreisfrequenz der Erregermasse, die durch den Antriebsmotor vorgegeben wird. Mit der Eigenfrequenz $\omega_e = \sqrt{\frac{D}{I_{red}}}$ folgt die Winkelauslenkung in Abhängigkeit von der Erregerfrequenz aus dem Momentengleichgewicht:

$$\bar{\varphi} = \frac{m_3 \cdot L \cdot \bar{e}}{I_{red}} \cdot \frac{1}{\left(1 - \frac{\omega_e}{\omega}\right)^2} \quad \text{Gleichung 4.9}$$

Bild 4.7 zeigt links die allgemeine Gleichung der Winkelamplitude des Filterkopfes in Abhängigkeit von der Frequenz und rechts die Auslenkungsamplitude Y^* am äußeren Radius ($R_a = 265$ mm) bei unterschiedlicher Filterkopfbestückung.

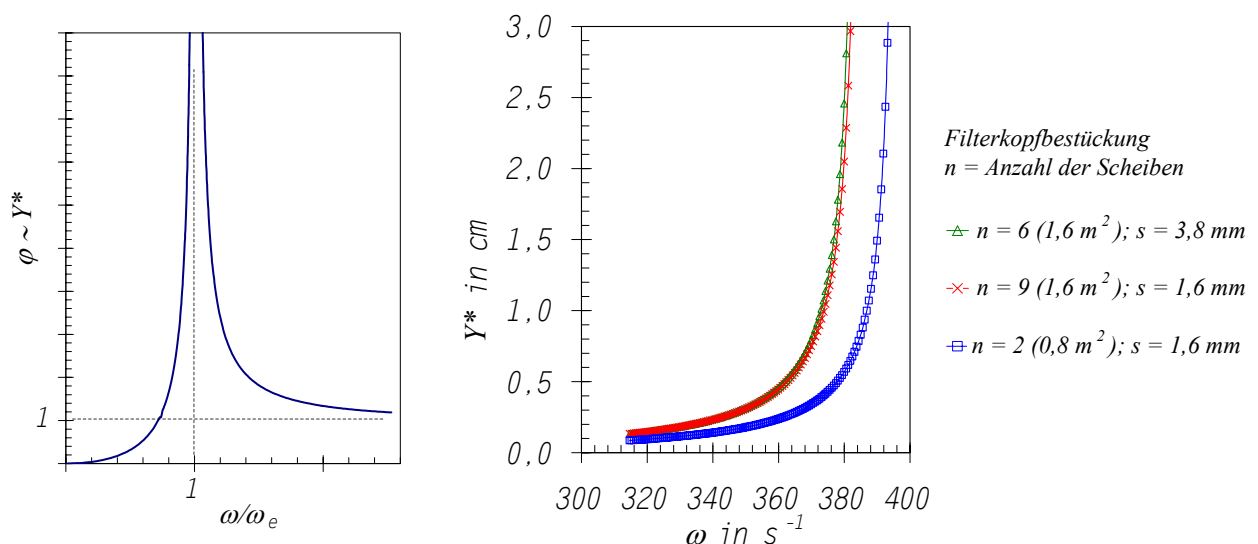


Bild 4.7. Winkelamplitude $\bar{\varphi}$ als Funktion der Erregerfrequenz ω (links); rechts die Abhängigkeit der Auslenkungsamplitude am äußeren Radius Y^* ($R_a = 265$ mm) bei Variation der Bestückungen des Filterkopfes (wassergefüllt) von der Frequenz

4.2.2 Membranmaterial

Anhaltspunkte über bestimmte Eignungskriterien von Mikrofiltrationsmembranen aus PTFE und PA 66 gibt LOTZ für die Scherspaltfiltration von Maische [71]. Auf diesen Erkenntnissen aufbauend kommen drei Membranmaterialien zum Einsatz:

- Polytetrafluorethylen (PTFE), nominalen Porenweite von 0,45 μm (PALL GmbH, Dreieich),
- Polytetrafluorethylen (PTFE), nominalen Porenweite von 0,45 μm und einem zusätzlichen Schutzgewebe über der aktiven Schicht zum Schutze vor abrasiven Verletzungen (Pall GmbH, Dreieich),
- Keramisches Material nicht näher benennbarer Spezifikation (TRUMEM int. LLC, Küsnacht).

Untersuchungen zur Eignung (Permeabilität und Stabilität) dieser Materialien sind Gegenstand des Abschnittes 5.2. Für alle darüber hinaus gehenden Versuche wurde die Membran 1 ausgewählt. Es handelt sich um eine asymmetrische, hydrophobe Polymermembran, die jeweils zum Zwecke der Hydrophilisierung vor ihrem Einsatz zur Filtration für eine Zeit von 24 h mit Isopropyl-Alkohol getränkt wird.

4.3 Untersuchung der Membranablagerungen

4.3.1 Probenmaterial und Mittel für die Reinigungsversuche

Als Probenmaterial für die Untersuchung der Deckschicht sowie für die Reinigungsversuche wurden Zuschnitte aus folgenden Membranen herangezogen:

- Membran 1 ohne Drainagegewebe, unbenutzt,
- Membran 1 ohne Drainagegewebe nach Maischefiltration; Vorbelastung 1900 l/m² Permeat, teilweise mit hohen β -Glucangehalten (4-Tage-Malz).

Als chemische Reinigungsmittel kamen zum Einsatz:

- Natronlauge (NaOH),
- Hypochlorit (HOCL),
- Wasserstoffperoxid (H₂O₂).

Ferner wurden die in Tabelle 4.4 aufgeführten enzymatischen Reinigungsmittel verwendet:

Tabelle 4.4. Enzympräparate ⁴

| Enzympräparat | Wirkungsweise | pH-Wert-Optimum | Temperatur-Optimum |
|-----------------|--|-----------------|--------------------|
| „Pall Clean“ | Spezialenzym (Cellulasen) zum Kolloidabbau im Zuge der Reinigung von Membranfilterpatronen | 4,5 | 45 °C |
| „Amyl“ | Bakterien- α -Amylase zur Stärkeverflüssigung | 5 | 70 °C |
| „Penta“ | Fungal-Pentosanase und β -Glucanase für den Abbau filtrationshemmender Kolloide | 5 | 60 °C |
| „BG Super“ | Thermotolerante Fungal- β -Glucanase für den β -Glucanabbau | 5 | 60 °C |
| „Spirizym P7“ | neutrale Bakterien-Proteinase | >7 | 70 °C |
| „Versuchsenzym“ | Fungal-Cellulase und -Pektinase | 4,5 | 50 °C |

⁴ Quellen: Firmenschriften der Fa. ERBSLÖH sowie mündliche Informationen von Herrn HABELBECK (Mitarbeiter der Fa. ERBSLÖH), Geisenheim, 1999

4.3.2 Reinigungskontrolle

Für die Laborreinigung wird das Probenmaterial zugeschnitten, in Isopropyl-Alkohol getränkt und in der jeweiligen Reinigungslösung (Enzyme in entsprechendem Puffer) in ein geschütteltes, temperiertes Wasserbad gestellt. Variiert werden die Art des Reinigungsmittels (auch in Kombinationen), die Reinigungsmittelkonzentration, die Behandlungstemperatur und die Behandlungsdauer. Die Zielgrößen sind:

- die gravimetrisch bestimmte Abnahme der Ablagerungsmasse,
- die visuelle Erfassung der Reduktion von Proteinen und β -Glucanen mittels Färbemethoden (Beschreibung in Anhang 3) und
- die Veränderung der Ablagerungen in der Membranstruktur mittels REM-Analyse.

4.4 Rheologische Versuche

4.4.1 Rotationsrheometer

Die Messungen zum Fließverhalten der Maische wurden mit einem Rotationsrheometer des Typs RHEOMETRIC Stress Rheometer SR 5000 der Fa. RHEOMETRIC SCIENTIFIC, das am Lehrstuhl für Fluidmechanik und Prozessautomation in Weihenstephan zugänglich war, durchgeführt. Im Vorfeld der eigentlichen Messungen wurden verschiedene Messgeometrien sowie der Einfluss unerwünschter Nebeneffekte untersucht. Damit konnte die Beeinträchtigung des Messergebnisses durch:

- Verdunstung während der Messung,
- Luftblasen in der Probe,
- Inhomogenität der Probe und
- Sedimentation

minimiert werden [Diplomarbeit MARKUSIC].

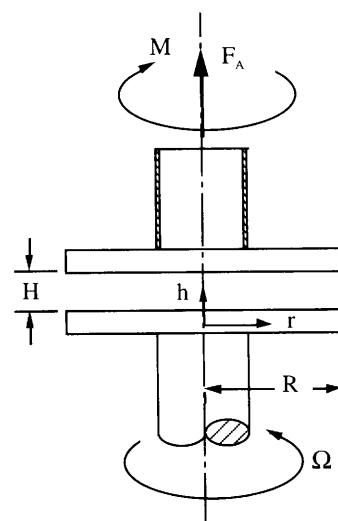


Bild 4.8. Geometrische Anordnungen eines Platte-Platte-Rotationsrheometers

Es wurde eine Platte-Platte-Anordnung ($R = 20 \text{ mm}$, $H = 1 \text{ mm}$) gewählt (Bild 4.8). Die Messtemperatur wurde mit einem Peltierelement auf $20 \text{ }^\circ\text{C}$ bzw. $70 \text{ }^\circ\text{C}$ eingestellt. Bei hohen Temperaturen verhinderte eine Lösungsmittelfalle das Verdampfen von Matrixflüssigkeit. Jeder Messpunkt entstand in einer Doppelbestimmung.

4.4.2 Auswertung stationärer Scherversuche

Als Messgröße dient das im Scherspalt des Rheometers entstehende Geschwindigkeitsgefälle infolge der stationären Rotationsbewegung einer Platte, während die Schubspannung konstant gehalten wird (*controlled stress rheometer*). Bei der Platte-Platte-Geometrie ist zu beachten, dass die Schergeschwindigkeit κ vom Radius abhängig ist. Das Drehmoment, das für die Viskositätsberechnung erforderlich ist, muss bei nicht-newtonschen Fluiden zudem über die Schergeschwindigkeit κ integriert werden:

$$M = \frac{2\pi \cdot R^3}{\kappa_R^3} \int_0^{\kappa_R} \kappa^2 \cdot \tau(\kappa) \cdot d\kappa$$

Gleichung 4.10

- τ Schubspannung
- R Radius der Platte
- κ Schergefälle

Über diese Beziehung, die allerdings nur für newtonsche Fluide oder nicht-newtonsche Fluide mit bekannter Fließfunktion $\tau = f(\kappa)$ integriert werden kann, wird die Schubspannung τ erhalten, mit der die dynamische Viskosität berechenbar ist. Wenn die exakte Fließfunktion nicht bekannt ist, kann diese mit der Korrektur nach RABINOWITSCH und WEISSENBERG ermittelt werden. Diese Korrektur wurde bei verschiedenen Maischeprouben vorgenommen (Darstellung in Anhang 4). Es zeigte sich, dass mit nur äußerst kleinen Abweichungen von den Messungen ohne Korrektur zu rechnen ist. Zur Anpassung der Fließfunktionen stehen verschiedene Ansätze zur Verfügung, die insbesondere bei der Extrapolation der Nullviskosität (η_0) und der Unendlichviskosität (η_∞) herangezogen werden. Das Modell von CARREAU, das den gesamten Scherratenbereich abdeckt, lieferte dabei gute Ergebnisse:

$$\eta = \frac{\eta_0 - \eta_\infty}{\left[1 + \left(\frac{\kappa}{\kappa_1}\right)^a\right]^{\frac{1}{2}}} + \eta_\infty \quad \text{Gleichung 4.11}$$

Genauere Erläuterungen dazu finden sich in Abschnitt 5.3.3, auf Seite 58 sowie in [46].

4.4.3 Auswertung oszillatorischer Scherversuche

Die oszillatorische Scherung bietet gegenüber der stationären Scherung den Vorteil, dass die Lage von Makromolekülen in eventuell vorhandenen Ruhestrukturen des untersuchten Stoffes bei kleiner Amplitude kaum verändert werden.

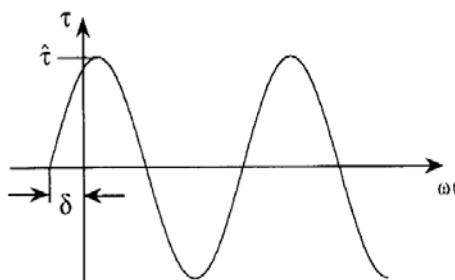


Bild 4.9. Schubspannungsverlauf eines viskoelastischen Stoffes beim Schwingversuch [46]

Das Medium wird durch eine sinusförmige Deformation $\gamma(t)$ mit der Amplitude $\hat{\gamma}$ und der Kreisfrequenz $\omega = 2\pi f$ belastet. Die Schergeschwindigkeit $\kappa = \dot{\gamma}(t)$, die zeitliche Ableitung der Deformation, ist um den Winkel $+\pi/2$ phasenverschoben:

$$\kappa = \dot{\gamma}(t) = \frac{d\gamma}{dt} = \omega \cdot \hat{\gamma} \cdot \cos(\omega \cdot t) \quad \text{Gleichung 4.12}$$

Als messbare Antwort auf eine oszillatorische Scherbeanspruchung wird ein sinusförmiger Schubspannungsverlauf $\tau(t)$ erhalten. Dieser ist jedoch um den Phasenverschiebungswinkel δ gegenüber der Deformation verschoben [46]. Bild 4.9 stellt dies grafisch dar.

$$\tau(t) = \hat{\tau} \cdot \sin(\omega \cdot t + \delta) \quad \text{Gleichung 4.13}$$

Die Schubspannung kann gemäß nachfolgender Gleichung in zwei Anteile zerlegt werden. Der elastische Anteil schwingt in Phase mit der Deformation und wird durch den Speichermodul G' beschrieben. Dieser Anteil entspricht der in der Probe gespeicherten und zurückgewinnbaren Energie. Der Verlustmodul G'' charakterisiert den viskosen Anteil und ist ein Maß für die in der Probe dissipierte Energie. Der Verlustmodul ist um $+\pi/2$ phasenverschoben.

$$\tau(t) = \hat{\gamma} \cdot [G'(\omega) \cdot \sin(\omega \cdot t) + G''(\omega) \cdot \cos(\omega \cdot t)] \quad \text{Gleichung 4.14}$$

Die beiden Moduli können aus der Deformationsamplitude $\hat{\gamma}$, der Schubspannungsamplitude $\hat{\tau}$ und dem Phasenverschiebungswinkel δ berechnet werden:

$$G'(\omega) = \frac{\hat{\tau}}{\hat{\gamma}} \cdot \cos \delta \quad \text{Gleichung 4.15}$$

$$G''(\omega) = \frac{\hat{\tau}}{\hat{\gamma}} \cdot \sin \delta \quad \text{Gleichung 4.16}$$

Das Maß für das Verhältnis von viskosem zu elastischem Anteil im Materialverhalten ist der Quotient aus Verlust- und Speichermodul und wird Verlustfaktor $\tan \delta$ genannt.

$$\tan \delta(\omega) = \frac{G''(\omega)}{G'(\omega)} \quad \text{Gleichung 4.17}$$

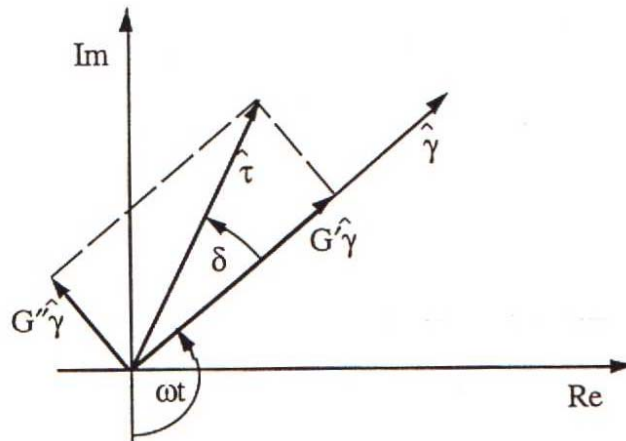


Bild 4.10. Komplexe Darstellung rheologischer Größen aus dem Schwingversuch [46]

Die Gleichungen 4.13 und 4.14 setzen sich zum komplexen Schubmodul $G^*(\omega)$ zusammen. Dessen Betrag ist definiert durch:

$$G^*(\omega) = G'(\omega) + i \cdot G''(\omega) \quad \text{Gleichung 4.18}$$

$$|G^*(\omega)| = \sqrt{G'(\omega)^2 + G''(\omega)^2} \quad \text{Gleichung 4.19}$$

Durch das komplexe Modul G^* lässt sich eine komplexe Viskosität $\eta^*(\omega)$ beschreiben. Sie charakterisiert den Gesamtwiderstand gegen die dynamische Scherung. Analog zum komplexen Schubmodul G^* gliedert sie sich in einen elastischen und einen viskosen Anteil: die „Speicherviskosität“ η' und die „dynamische Viskosität“ η'' .

$$\eta^*(\omega) = \eta'(\omega) - i \cdot \eta''(\omega) = \frac{G^*(\omega)}{i \cdot \omega} \quad \text{Gleichung 4.20}$$

Für $\eta'(\omega)$ und $\eta''(\omega)$ gilt:

$$\eta'(\omega) = \frac{G''(\omega)}{\omega} \quad \text{Gleichung 4.21}$$

$$\eta''(\omega) = \frac{G'(\omega)}{\omega} \quad \text{Gleichung 4.22}$$

5 Untersuchungen der verfahrenstechnischen und strömungsmechanischen Grundlagen zur Membranfiltration von Maische

5.1 Verfahren - Auswahl der Filtrationstechnik

Unter den Vorgaben der Problemstellung stehen verschiedene dynamische Mikrofiltrationssysteme zur Auswahl, mit welchen die Filtration von Feinstschrotmaischen ohne Tiefenfiltermittel und ohne Malzbestandteile als Filtermittel erreicht werden können. Aufgrund des hohen Feststoffanteiles der Maische sind Dead-End-Membranfilter ungeeignet. Zu den Varianten der dynamischen Mikrofiltration (Durchströmungssysteme, Scherspaltfilter, Filter mit oszillierenden Membranen), die folglich in Betracht kommen, zeigt Bild 5.1 wichtige technische Merkmale in einer Gegenüberstellung:

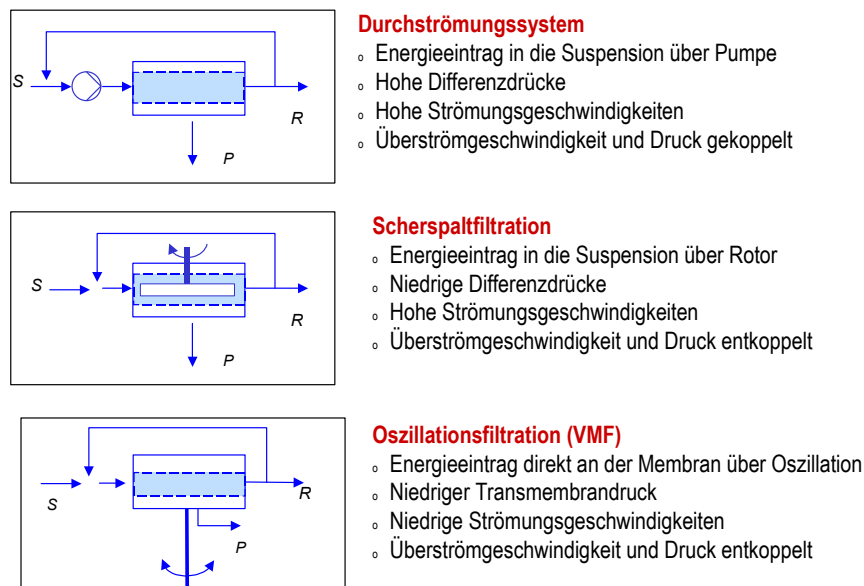


Bild 5.1. Technische Varianten der dynamischen Filtration (S = Suspension, R = Retentat, P = Permeat)

5.1.1 Durchströmungssysteme

Eine auch in Brauereien bekannte dynamische Filtrationstechnik ist das Durchströmungssystem, auch als Tangentialflussfiltration oder Cross-Flow-Filtration bezeichnet. Hierbei wird die Bewegungsenergie über eine Pumpe in die Suspension eingetragen, die mit hoher Geschwindigkeit, beispielsweise in Röhren- oder Plattenmodulen, an der Membran vorbeiströmt. Der Permeatfluss nimmt bei Filtrationsbeginn exponentiell ab. Entgegen der idealen Vorstellung, dass im Anschluss daran ein stationärer Zustand folgt, in der die Deckschicht unverändert bleibt, findet sich in der Realität eine Phase mit abnehmenden Permeatfluss. Ursache hierfür ist das sog. Deckschicht-Fouling [60]. Der Vorteil dieser Technik ist die einfache Bauweise ohne intensiv dynamisch beanspruchte Bauteile [7]. Ein Nachteil ist der hohe Energieeintrag, der überproportional zur Überströmungsgeschwindigkeit ansteigt. Zugleich ist eine Erhöhung des Schergefalles nicht ohne gleichzeitiges Erhöhen des Druckes möglich. Durchströmungssysteme eignen sich daher gut für Suspensionen mit kleinem Feststoffgehalt und guten hydrodynamischen Eigenschaften. Für die Filtration von Maische, die nicht-newtonisches, viskoelastisches Verhalten aufweist (Abschnitt 5.3.3), ist diese Technik daher weniger gut geeignet. Pilotversuche in England zur Maischefiltration mit einem Durchströmungssystem haben gezeigt, dass gute Filtrationsergebnisse nur unter Zuhilfenahme einer Vorklärstufe (Dekanter) erreicht werden können [13, 14, 16, 17]. Auf die

Berücksichtigung der Durchströmungssysteme bei der Auswahl der Filtrationstechnik wird daher ohne eigene Versuche verzichtet.

5.1.2 Scherspaltfilter

Wie bei dem Durchströmungssystem erfolgt bei den Scherspaltfiltern der Eintrag der Energie in der Regel über die in Bewegung versetzte Suspension. Der konstruktive Unterschied besteht jedoch darin, dass hierzu keine Pumpenleistung, sondern rotierende Scheiben oder Zylinder verwendet werden. Diese Rotoren sind in einem kleinen Abstand (Spalt) zur Membran montiert. Dabei entsteht eine Drehströmung über der festen Membran (z. B. DYNOFAG-Filter) oder eine COUETTE-Strömung (z. B. ESCHER-WYSS-Biodruck-Filter) [7]. Im Hinblick auf die Verfahrensweise und die Einsatzgebiete dieses Filters ist ein weiterer Unterschied zu dem Durchströmungssystem von Bedeutung: das Schergefälle und der Transmembrandruck können unabhängig voneinander erzeugt und geregelt werden. Eine passende Abstimmung beider ist daher möglich [71]. In der Regel sind demzufolge höhere Schergefälle an der Membran erreichbar [7, 72]. Auch bei Suspensionen, die besonders weit eingedickt werden sollen und ein ungünstiges Fließverhalten aufweisen, ist ein zufriedenstellendes Filtrationsverhalten mit hohem Permeatfluss möglich [72]. Versuche mit dieser Technik wurden von LOTZ vorgenommen [71, 72].

5.1.3 Oszillationsfiltration (OF): Filter mit oszillierenden Membranen

Beim Oszillationsfiltrationsverfahren wird die Energie über die Membranen an deren Oberfläche in das System eingetragen. Die Membranen selbst werden über eine vertikale Achse in eine oszillierende Bewegung versetzt. Aufbau und Funktionsweise sind in Abschnitt 4.2 näher beschrieben. Im Schrifttum finden sich nur wenige Erkenntnisse über das Filtrationsverhalten, die jedoch einen wesentlichen Unterschied zu herkömmlichen dynamischen Filtrationsverfahren aufzeigen [2, 112]: so wird von einem Filtrationsverhalten mit einem zeitlich konstanten Permeatvolumenstrom bzw. Transmembrandruck berichtet. Die Voruntersuchungen zur Maischefiltration mit einem Scherspalt- und einem Oszillationsfilter bestätigen dies und zeigen, dass, im Unterschied zu einem Oszillationsfilter, bei einem Scherspaltfilter eine stetige Abnahme des Permeatflusses vorliegt (Bild.5.2).

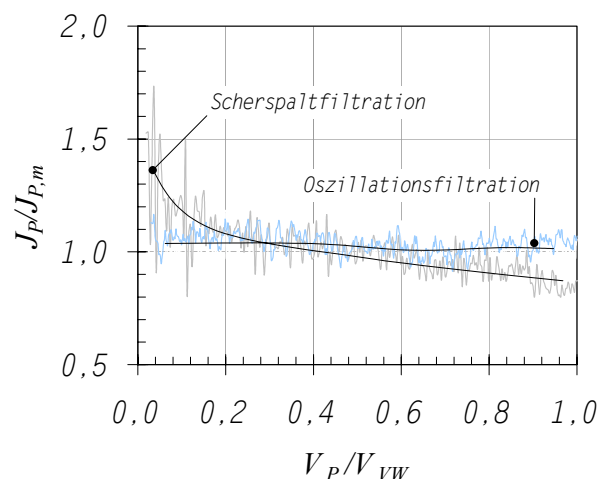


Bild.5.2. Vorversuche zum Filtrationsverhalten der Scherspaltfiltration und der Oszillationsfiltration während des Konzentrierens der Vorderwürze. $\Delta p_{TM} = \text{konstant.}$, $V_p = \text{Permeatvolumen}$; $V_{vw} = (\text{gesamtes}) \text{ Vorderwürzevolumen}$; $J_p = \text{Permeatfluss}$; $J_{p,m} = \text{arithmetisch gemittelter Permeatfluss}$.

Nach dieser ersten experimentellen Prüfung und Literatursichtung eröffnen sich potenzielle Vorteile der Oszillationsfiltration gegenüber den übrigen Varianten der Membranfiltration. Alle weiteren Untersuchungen beziehen sich daher auf Versuche mit der Oszillationsfiltrationstechnik.

5.2 Membranen – spezifische Eigenschaften bei der Maischefiltration

Versuche von LOTZ haben gezeigt, dass bei der Maischefiltration hydrophobe Membranen aus Polytetrafluorethylen (PTFE) gegenüber hydrophilen Polyamidmembranen Vorteile hinsichtlich der Permeabilität aufweisen [71]. Daher und aufgrund der thermischen und chemischen Stabilität sowie aufgrund der Verfügbarkeit werden PTFE-Membranen für die durchgeführten Versuche ausgewählt. Daneben wird auch die Einsatzmöglichkeit eines keramischen Membranmaterials überprüft.

5.2.1 Membranstabilität

Die Anforderungen an die Stabilität des Membranmaterials beziehen sich auf Materialbeanspruchungen durch Maischebestandteilen verursachte Abrasion, durch die oszillatorische Bewegung und durch Reinigungsmaßnahmen. Aus diesen Kriterien geht die Forderung nach einer langen Standzeit der Membran zwischen den Reinigungsschritten sowie nach einer hohen Gesamtbetriebszeit bis zu einem Membranaustausch hervor.

5.2.1.1 PTFE-Membranen

Bezüglich der Reinigungsmaßnahmen ist PTFE sowohl für sehr hohe Temperaturen als auch hohe Konzentrationen an Chemikalien (alkalisch, sauer und oxidativ) geeignet. Gegenüber hohen Beschleunigungen infolge der oszillatorischen Bewegung ist PTFE ebenfalls unempfindlich. Die Befestigungsringe an den Maischeeintrittsöffnungen können jedoch die Membran abscheren. Dies lässt sich durch beidseitiges Einklemmen mittels einer verbreiterten Dichtung beheben. Problematischer ist die Abrasion durch Maischebestandteile. Bild 5.3 zeigt beide Membranverletzungen exemplarisch an einer der Maischeeintrittsöffnungen.



Bild 5.3. Abscheren der Membran infolge der Oszillationsbewegung (links) und Abrieb der Membran durch Spelzensplitter in der Maische (rechts)

Membranbelastungstests mit unterschiedlichen Schrotten zeigen, dass die Splitter aus der faserigen Spelzenfraktion des Kornes, die beim Feinstvermahlen des Gerstenmalzes entstehen, die Verletzungen des oben beschriebenen Membranabriebs verursachen [Diplomarbeit HAMMERER, Semesterarbeit VOGLER]. Nach Entfernen der Spelzensplitter können in einem 30-stündigen Belastungstest weder makroskopische noch mikroskopisch (bei 32-facher Vergrößerung) sichtbare Verletzungen erkannt werden, während mit vollem Spelzenanteil schon nach wenigen Minuten Verletzungen zu beobachten sind. Die sich daraus ergebende Forderung ist, entweder ein geeignetes abrasionsresistentes Membranmaterial zu entwickeln oder die Entfernung der technologisch ohnehin wertgemindernten Spelzensplitter vorzunehmen.

5.2.1.2 Keramische Membran

Hinsichtlich des keramischen Werkstoffes wird eine Unempfindlichkeit gegenüber harten Bestandteilen der Maische, aber auch gegenüber Chemikalien erwartet. Diese Eigenschaften konnten jedoch nicht geprüft werden, da das verfügbare keramische Material der oszillatorischen Beanspruchung nicht standhält.

5.2.1.3 PTFE-Membranen mit Schutzschicht

Ein weiterer Ansatz zur Lösung des Stabilitätsproblems ist die Anwendung einer elastischen PTFE-Membran, deren Oberfläche durch ein robustes siebartiges Gewebe geschützt ist (Bild 5.4). Der entscheidende Nachteil dieser Spezialanfertigung ist ihr hoher hydrodynamischer Widerstand. Bei Maischefiltrationsversuchen stellt sich ein um den Faktor 10 kleinerer Permeatfluss ein (Bild 5.12 auf Seite 52).

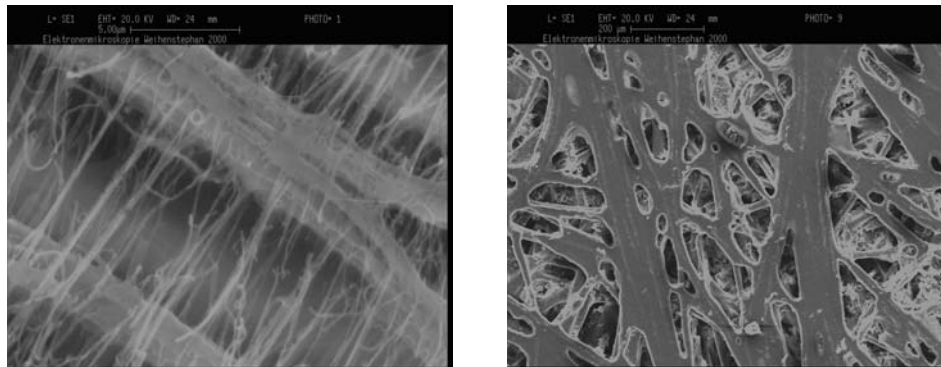


Bild 5.4. REM-Aufnahme einer PTFE-Membran (links) und einer beschichteten PTFE-Membran (rechts), Aufsicht: 6000-fach vergrößert

Die Voruntersuchungen zur Membranstabilität lassen für die geplanten Versuche sinnvoller Weise nur den Einsatz der PTFE-Membranen (ohne Schutzschicht) zu. Daher werden Schrote hergestellt, die frei von Spelzensplittern sind. Durch einen Siebschnitt bei 90 μm werden 1,3 % der Masse des Aufgabegutes entfernt. Die Fotos im Anhang 5 dokumentieren den Erfolg der Spelzenentfernung.

5.2.2 Eigenschaften der Ablagerungen auf der Membran

Trotz eines für die dynamische Filtration typischen Rücktransportes anströmender Partikeln kommt es dennoch zur Bildung von Ablagerungen in und auf der Membran. Diese Ablagerungen sind in der Lage, das Filtrationsverhalten, also den Permeatfluss und die Trenncharakteristik zu beeinflussen und sogar zu kontrollieren. In den hier dargelegten Untersuchungen sollen zunächst grundsätzliche, prozessspezifische Eigenschaften dieser Ablagerungen bei der Maischefiltration erörtert werden.

5.2.2.1 Untersuchung der Ablagerungen

Wägungen ergaben, dass der Massenanteil der Ablagerungen, bezogen auf die Membranmasse im Vergleich zu neuem Membranmaterial, bis zu 8,79 % beträgt.

| Membran Neu | Membran 1900 l/m ² Permeat | Masse der Ablagerungen | Massenanteil Ablagerungen |
|-----------------------|--|---------------------------|------------------------------|
| 98,1 g/m ² | 106,8 g/m ² | 8,7 g/m ² | 8,1 % |

Die Membran mit dieser höchsten Ablagerungsmasse zeichnete sich durch ein Belastung von 1900 l/m² Permeat aus. Sie wurde teilweise mit hohen β -Glucanmengen (4-Tage-Malz), hohen Drücken und hohen Feststoffkonzentrationen belastet. Versuche ergaben, dass bei der Maschefiltration Proteine, β -Glucane und in schwächerem Ausmaß auch α -Glucane an der Membran zurückgehalten werden. Es liegt daher nahe, dass diese Substanzen am Aufbau der Ablagerungen beteiligt sind. Ein

Beweis für das flächendeckende Vorkommen von Proteinen in den Ablagerungen liefert die *Coomassie-Blaufärbung*⁵. Ein Nachweis von β -Glucanen mittels Anfärbung wurde zunächst erfolglos mittels einer Fluoreszenzfärbung mit Calcoflour und Fastgreen versucht. Erfolgreich konnten Färbereaktionen mit dem Farbstoff *Kongo-Rot* durchgeführt werden, dessen Reaktionsspezifität für β -Glucan jedoch nur auf mündlichen Äußerungen beruht [135]. Bild 5.5 zeigt eine neue Membran im Vergleich zu einer Membran nach einem Maischefiltrationseinsatz. Beide wurden den Färbereaktionen und den dazugehörigen Entfärbungen ausgesetzt.

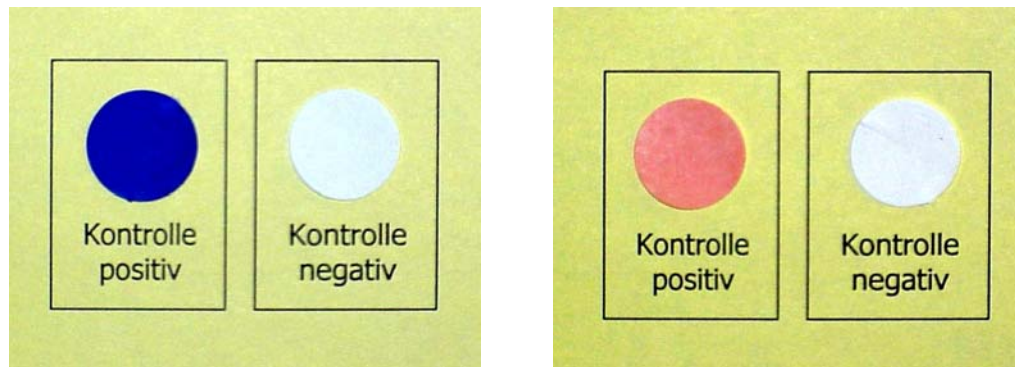


Bild 5.5. Anfärbung der Proteine (links) und des β -Glucans (rechts) einer Membran nach Maischefiltration (Kontrolle positiv) im Vergleich mit einer neuen Membran (Kontrolle negativ)

Raster-Elektronen-Mikroskopie-Analyse

Die Raster-Elektronen-Mikroskopie (REM) vermittelt einen Eindruck, wie die ursprüngliche netzartige Struktur der durch Verstrecken hergestellten PTFE-Membran von Maischeablagerungen belegt wird. Kleine runde Öffnungen in der Ablagerungsschicht deuten an, wie sich die Rückhalterate und die Permeabilität durch Poren in den Ablagerungen verändern. Bild 5.6 zeigt die beiden - auch zur Färbung (Bild 5.5) verwendeten - Membranproben in einer etwa 6000-fachen Vergrößerung.

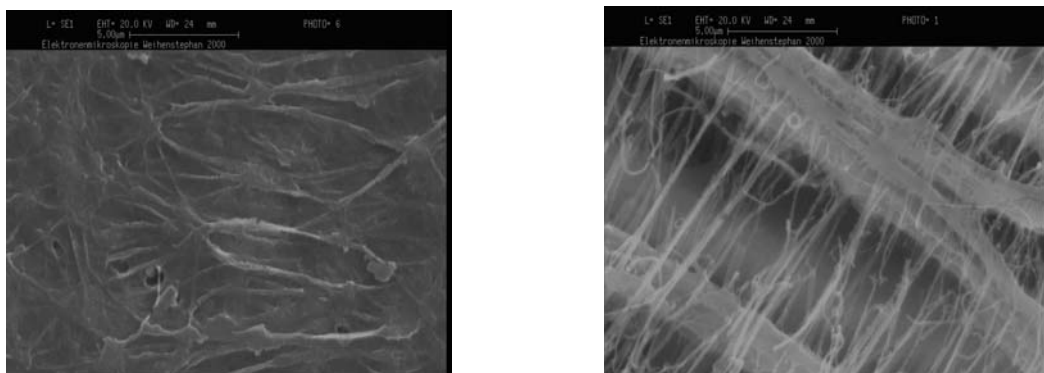


Bild 5.6. REM-Aufnahmen einer Membran nach Maischefiltration (links) und einer unbenutzten Membran (rechts), Aufsicht: 6000-fach vergrößert

5.2.2.2 Veränderung der Trenncharakteristik durch Maischeablagerungen

Eine Selektion gelöster, molekularer Bestandteile der Maische ist bei Filtrationsbeginn mit neuem Membranmaterial analytisch nicht nachweisbar. Dies konnte in Laborfiltrationsversuchen mit sehr kleinen Probevolumina gezeigt werden. Bei diesen Versuchen diente eine Würze aus faltenfiltrierter Maische als Unfiltrat. Die Säule außen rechts in Bild 5.7 gibt die β -Glucankonzentration nach der Laborfiltration eines Stanzlings aus einer Membran, die zuvor bereits zur Maischefiltration

⁵ Beschreibung der Färbemethoden in Anhang 3

eingesetzt wurde, wieder. Im Falle dieser mit Ablagerungen versehenen Probe ist im Gegensatz zu den anderen (neuen) Membranproben unterschiedlicher Porenweite, eine signifikant größere Rückhalterate im Vergleich zum Unfiltrat (Säule links) nachweisbar. Daraus folgt, dass sich erst nach dem Ablagern von Maischepartikeln auf der Membran die Trenngrenze verringert und dadurch Makromoleküle der Maische selektiert werden können.

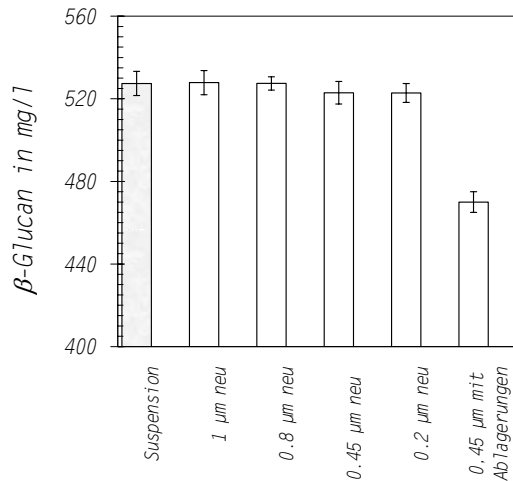


Bild 5.7. Rückhalteversuche mit verschiedenen Membranen; Suspension: Würze aus faltenfiltrierter Maische

Auch bei den Oszillations-Filtrationsversuchen zeigte sich, dass sich das Rückhaltevermögen erst im Laufe der Filtration ausbildet. Für die hochmolekulare Maischekomponente β -Glucan verdeutlicht dies Bild 5.8 anhand der zweiten bis fünften Filtration (nur Konzentrationsphase) einer Versuchsreihe. Deutlich geprägt wird das Rückhaltevermögen durch den Einsatz schlecht gelösten Malzes in der vierten Filtration. Bei intensiveren Filtrationsbedingungen hinsichtlich des Druckes und der Konzentrierung kann $\varphi_{\beta\text{-Glucan}}$ sogar bis zu über 90 % (vgl. Bild 5.9) ansteigen. Während der in Bild 5.8 zu erkennende spätere flache Anstieg der Rückhalterate durch die Konzentrierung des β -Glucans in der Suspension zu begründen ist, hängt der frühe steile Anstieg mit Porenverengungen durch Maischeablagerungen zusammen.

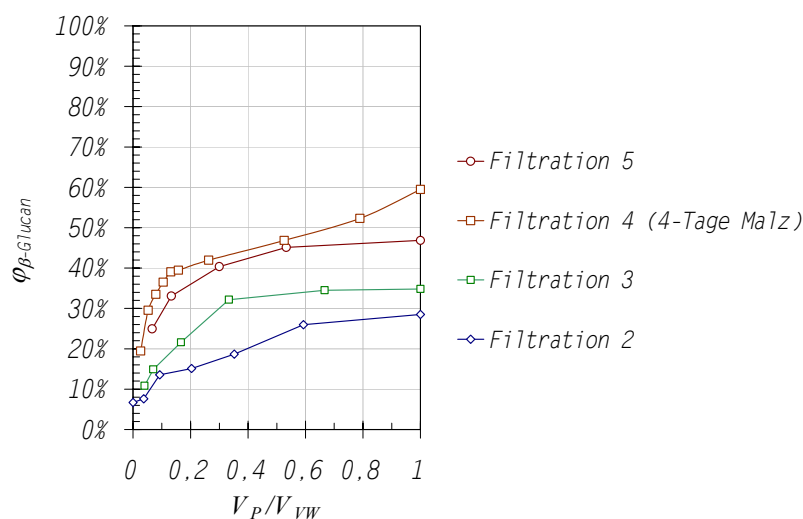


Bild 5.8. Entwicklung des Rückhaltevermögens in der Konzentrationsphase der Maischefiltration (Vorderwürzelauf) am Beispiel der zweiten bis fünften Filtrationen einer Versuchsreihe; V_P = Permeatvolumen; V_{VW} = (gesamtes) Vorderwürzevolumen

Die Porenverengung führt auch zu einem Anstieg des hydrodynamischen Filterwiderstandes und ist Gegenstand einer späteren Betrachtung. Dass ein grundlegender Zusammenhang zwischen der Rückhalterate und dem Filterwiderstand besteht, ist in Bild 5.9 am Beispiel der β -Glucanrückhalterate und dem über 60 min gemittelten Filterwiderstand von Filtrationsversuchen dargestellt.

Es kann zusammenfassend festgehalten werden, dass während der Maischefiltration Ablagerungen zu Porenverengungen führen, die für die Trenncharakteristik verantwortlich sind und sich negativ auf die Permeabilität auswirken. Das Ausmaß der Ablagerungen variiert in Abhängigkeit von den Betriebsbedingungen (Maischezusammensetzung, Druck, Reinigung).

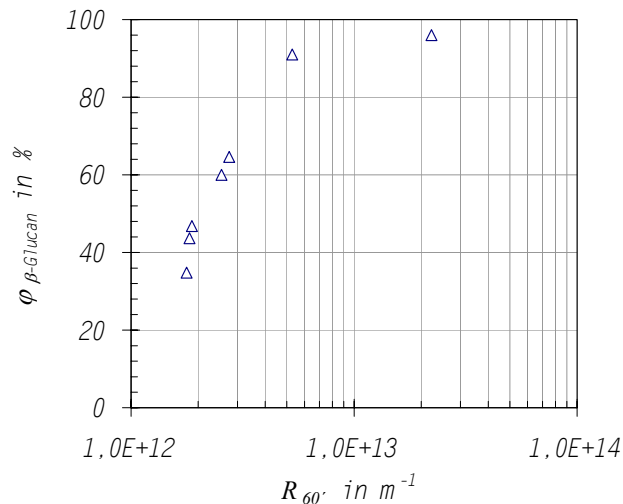


Bild 5.9. Zusammenhang von β -Glucanrückhalterate mit dem über 60 min gemittelten Filterwiderstand bei Filtrationsversuchen unterschiedlicher Prozessbedingungen

5.2.2.3 Veränderung der Permeabilität durch Ablagerungen

Wasserpermeabilität

Die Permeabilität von Wasser bei einer definierten Temperatur und einem definierten Druck dient als Maß für die Durchlässigkeit der Membran.

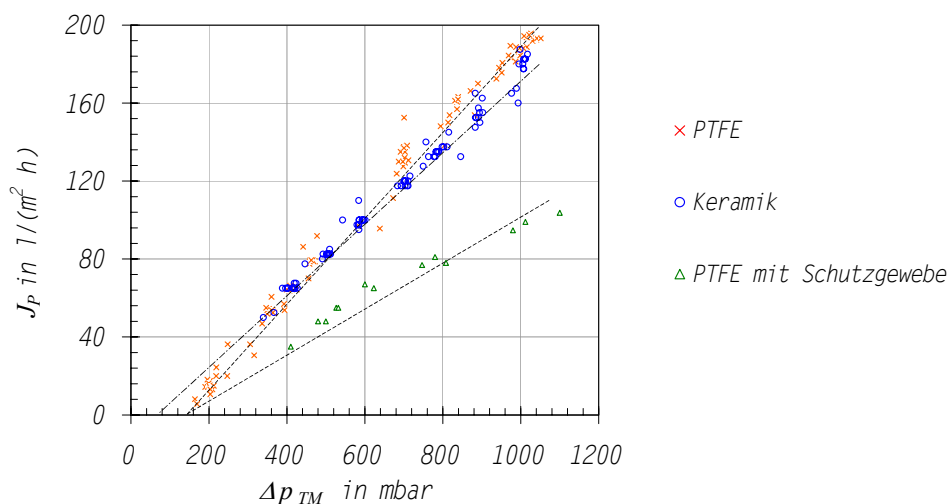


Bild 5.10. Ermittlung der Wasserpermeabilitäten unterschiedlicher Membranen bei 30 °C; angegebenen nominale Porenweite je 0,45 μm

Wird der Permeatfluss über dem Transmembrandruck aufgetragen, ergibt sich nach dem Gesetz von DARCY aus der Steigung der Geraden die Permeabilität (Gleichung 2.2 und 2.3).

$$K_P = \frac{J_P}{\Delta p} = \frac{1}{R \cdot \eta_p} \quad \text{bzw.} \quad R = \frac{\Delta p}{J_P \cdot \eta_p}$$

Wie in Bild 5.10 für die Wasserpermeation ermittelt, zeigt sich, dass bei den hydrophoben PTFE Membranen trotz einer durchgeführten Hydrophilisierung mit Iso-Propyl-Alkohol ein kapillarer Eintrittsdruck von $\Delta p_E = 170$ mbar vorliegt. Auch für die hydrophilere Keramikmembran ist ein solcher Eintrittsdruck festzustellen. Offensichtlich existieren neben dem Widerstand durch Kapillarkräfte nicht unerhebliche Strömungswiderstände hinter der Membran (Drainagesystem). Im folgenden werden diese nachgelagerten Widerstände vereinfachend zu dem Membranwiderstand R_M zusammengefasst bzw. im kapillaren Eintrittsdruck Δp_E berücksichtigt. In Abweichung zum DARCY-Gesetz ist folgender Zusammenhang gültig:

$$J_P = m \cdot \Delta p - m \cdot \Delta p_E \quad \text{Gleichung 5.1}$$

Dabei ist die Steigung m der Kehrwert des Produktes aus der Viskosität des Wassers und dem Widerstand für große Drücke ($\Delta p \rightarrow \infty$).

$$R_{\Delta p \rightarrow \infty} = \frac{1}{m}$$

Aus nachfolgender Umformung von Gleichung 5.1 ergibt sich der Membranwiderstand:

$$R_M = \frac{1}{m \cdot \left(1 - \frac{\Delta p_E}{\Delta p}\right)} \quad \text{Gleichung 5.2}$$

Bei kleinen Prozessdrücken von nur 300-1000 mbar kann der Einfluss von Δp_E nicht vernachlässigt werden. Hinsichtlich der untersuchten Membranmaterialien gehen aus Bild 5.10 die Unterschiede in der Permeabilität hervor. Die keramische Membran weist eine ähnliche Permeabilität auf wie die PTFE-Membran, obwohl von keramischem Material bei gleicher Porenweite eine schlechtere Permeabilität erwartet wird. Die tatsächliche Porenweite dieses keramischen Materials konnte jedoch nicht geprüft werden. Die Schutzbeschichtung der PTFE-Membran bringt einen um etwa 50 % größeren Widerstand und damit eine deutliche Verschlechterung mit sich.

Würzepermeabilität (Filtration)

Im erweiterten Sinne des Begriffes Permeabilität sei unter Würzepermeabilität die Durchlässigkeit der Würze während der Filtration verstanden.

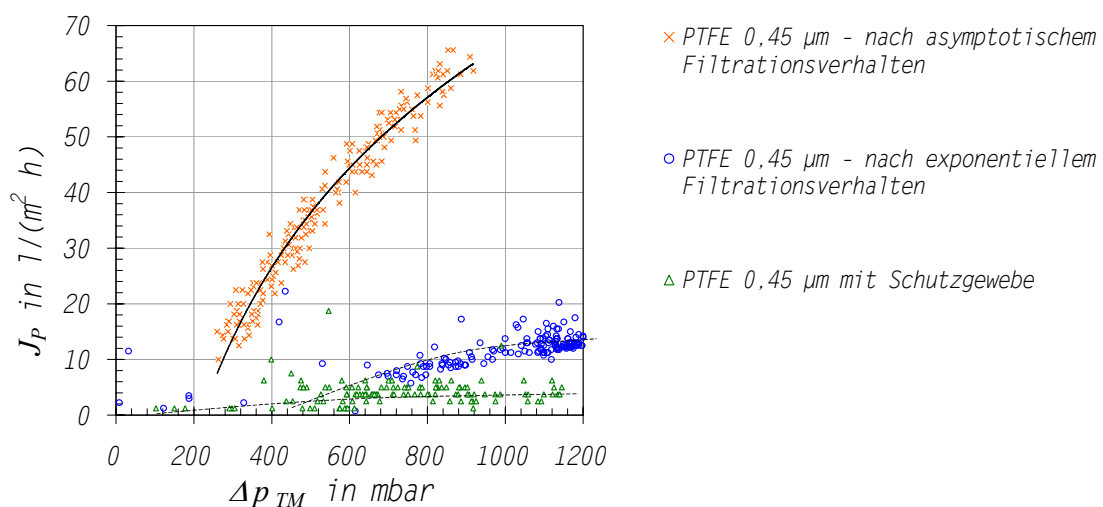


Bild 5.11. Würzepermeabilitäten während der Maischefiltration ($\xi = 19\%$, $T = 70^\circ\text{C}$, $c_F = 8\%$); nominale Porenweite je $0,45\ \mu\text{m}$

Aufgrund von Filtrationseffekten ist eine lineare Abhängigkeit von Permeatfluss und Transmembran-druck bei hohen Drücken nicht gegeben. Bild 5.11 zeigt die Unterschiede zwischen beschichteter und unbeschichteter PTFE-Membran sowie Unterschiede zwischen unterschiedlichen voraus-gegangenen Filtrationsbedingungen. Wie in Abschnitt 6 gezeigt wird, können bestimmte Umstände (z. B. eine hohe Feststoffkonzentration) zu einem exponentiellen Anstieg des Filterwiderstandes führen und folglich zu der hier gezeigten, erheblich schlechteren Permeabilität. Bei angepasster Verfahrensweise und Reinigung hingegen sind sehr viel höhere Permeatflüsse möglich. Der Vergleich der verwendeten Membranen (Wasserpermeabilität und Würzepemeabilität) führt zu dem Schluss, dass sich die Unterschiede zwischen den Membranmaterialien hinsichtlich der Permeabilität bzw. des hydrodynamischen Widerstandes erst bei der Filtration entscheidend ausprägen. Bei Beachtung des logarithmischen Auftrags der Ordinate in Bild 5.12 weist insbesondere die PTFE-Membran mit Schutzgewebe einen erheblich höheren Filterwiderstand auf.

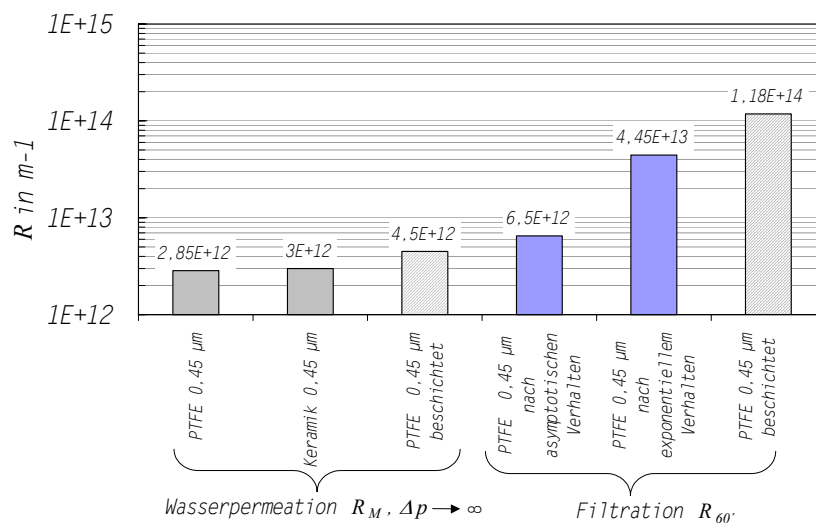


Bild 5.12. Hydrodynamische Membranwiderstände für die Wasserpermeation sowie die über je 60 min gemittelten Filterwiderstände $R_{60'}$ einer Vorderwürzefiltration

5.2.2.4 Entfernen der Ablagerungen – Membranreinigung

Untersuchungen zur Reinigbarkeit wurden mit der PTFE-Membran 0,45 μm ohne Schutzschicht (Membran 1) vorgenommen. Dabei wurden Proben für die Reinigung im Labor entnommen. Untersucht wurde die Wirkung verschiedener chemischer und enzymatischer Reinigungsmittel auf die Entfernung der Ablagerungen.

Saure, neutrale und alkalische Reinigung

Reinigungsexperimente im sauren, neutralen und alkalischen Bereich zeigen, dass eine hohe Wirksamkeit auf die Entfernung der Ablagerungen durch eine alkalische Behandlung zu erreichen ist. Saure und neutrale Lösungen haben eine vergleichsweise kleine Wirkung, wie aus Bild 5.13 (links) hervorgeht. Das Ergebnis dieser Versuche untermauert die Feststellung, dass sich die Ablagerungen zu einem nicht unerheblichen Anteil aus Proteinen zusammensetzen, da sich diese im alkalischen Milieu gut aufschließen lassen. Weitere Experimente fokussieren daher die alkalische Reinigung. Dazu werden verschiedenen NaOH-Konzentrationen, Temperaturen und Reinigungszeiten kombiniert. Die erhaltenen Befunde korrespondieren erwartungsgemäß mit der Lehre vom Sinner'schen Kreis, wie die Grafen in Bild 5.13 und Bild 5.14 bestätigen. Darüber hinaus sind die Erkenntnisse über den Wert der einzelnen Parameter bei einer gegenseitigen Kompensation in diesem speziellen Anwendungsfall von zusätzlichem Nutzen.

Nach der Massenreduktion zu urteilen, ist der wichtigste Parameter der alkalischen Reinigung die Temperatur. Aber auch eine Steigerung der Konzentration bis zu zwei Prozent NaOH, zeigt eine merkliche Wirkungszunahme.

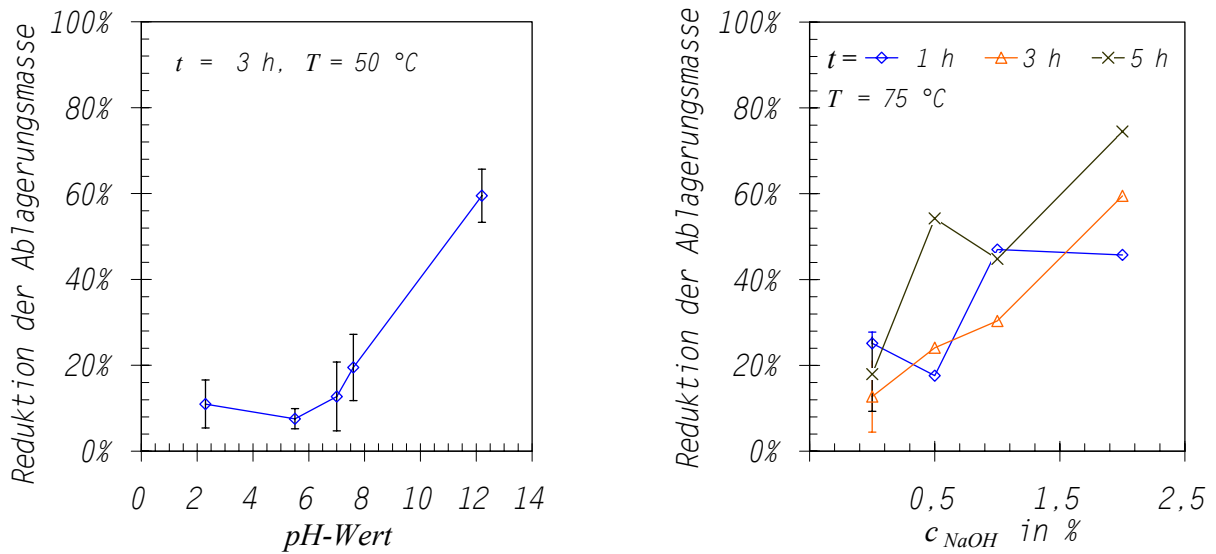


Bild 5.13. Einfluss des pH-Wertes bzw. der NaOH-Konzentration auf die Reduktion der Ablagerungsmasse⁶

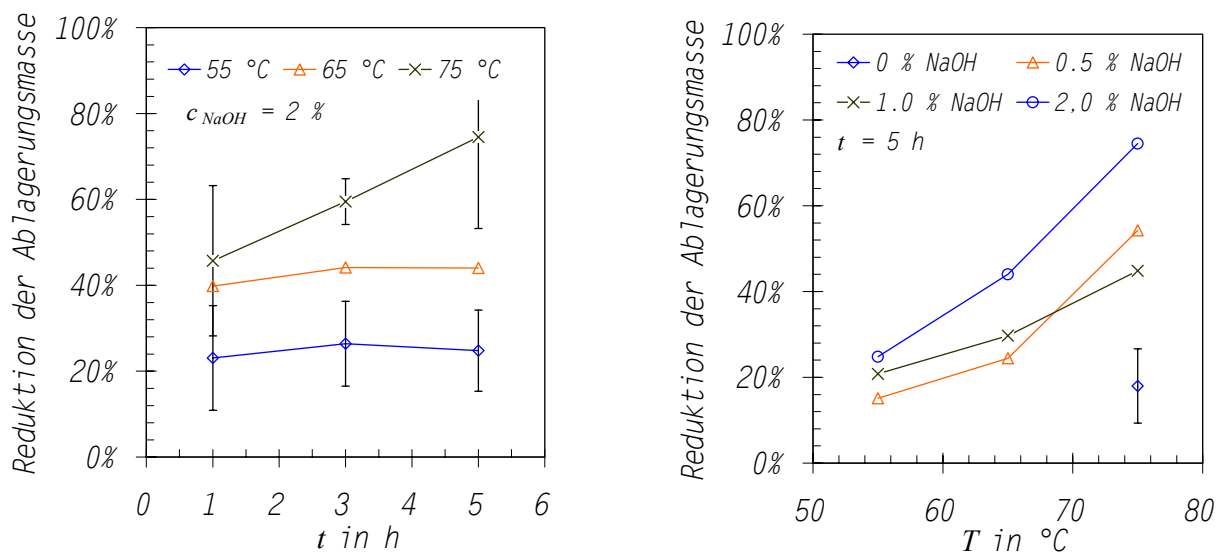


Bild 5.14. Reduktion der Ablagerungsmasse bei Reinigungsversuchen mit NaOH-Lösung und Variation von Temperatur, Behandlungszeit und Anwendungskonzentration⁶

Bei intensiven Reinigungsbedingungen (75 °C, 5 h, 2 % NaOH) kann eine Ablagerungsmassenreduktion bis zu 80 % erreicht werden. Ein Wiederherstellen des Neuzustandes ist durch die hier

⁶ Wird davon ausgegangen, dass bei der Reinigung ausschließlich Verunreinigungen, also kein Membranmaterial, entfernt werden, dann zeigen die Diagramme die mittlere Reduktion der Ablagerungsmasse ausgehend von ihrer mittleren flächenspezifischen Masse von 8,6 g/m² an. In Folge dessen, dass sich die Deckschicht auf der Membran ungleichmäßig verteilt, ist die Streuung der jeweils 5-8 Proben vergleichsweise hoch und wird der Übersichtlichkeit wegen nicht bei allen dargestellten Messwerten gezeigt. Alle Laugereinigungsverfahren betrachend liegt der Variationskoeffizient (er gibt das Verhältnis der Standardabweichung zum entsprechenden Mittelwert an) gemittelt für jeden Reinigungsparameter zwischen 0,33 und 0,42.

vorgenommenen Reinigungsversuche nicht möglich. Der Erfolg der alkalische Behandlung lässt sich in Abhängigkeit von den Reinigungsparametern durch Visualisierung mittels Färbemethoden und rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen veranschaulichen.

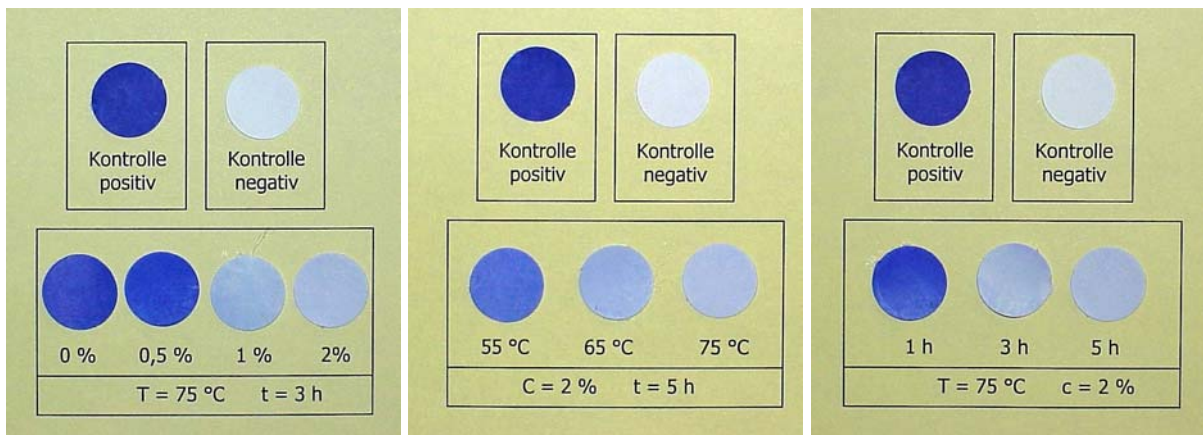


Bild 5.15. Coomassie-Blau-Färbungen von Proteinen nach alkalischer Reinigung (NaOH) im Labor; Kontrolle positiv: verschmutzte, ungereinigte Membran; Kontrolle negativ: neue Membran

Die Färbung der Proteine sind in Bild 5.15 dargestellt. Abgelichtet sind runde Stanzlinge aus dem Färbeprozess im Vergleich zu einer verschmutzten, ungereinigten Membran sowie zu einer neuen Membran. Eine besondere Zunahme der Reinigungswirkung zeigt sich zwischen 55 und 65 °C, zwischen 0,5 und 1,0 % NaOH-Konzentration und einer Behandlungsdauer zwischen 1 und 3 h. Die REM-Aufnahmen zeigen einen guten Reinigungserfolg bei einer gemäßigten Laugenreinigung (1 %, >1 h, 65 °C), wie auch die nachfolgende Bildersequenz (Aufsichten auf die Membran) verdeutlicht. Die Aufnahmen zeigen Ausschnitte der untersuchten Membranproben.

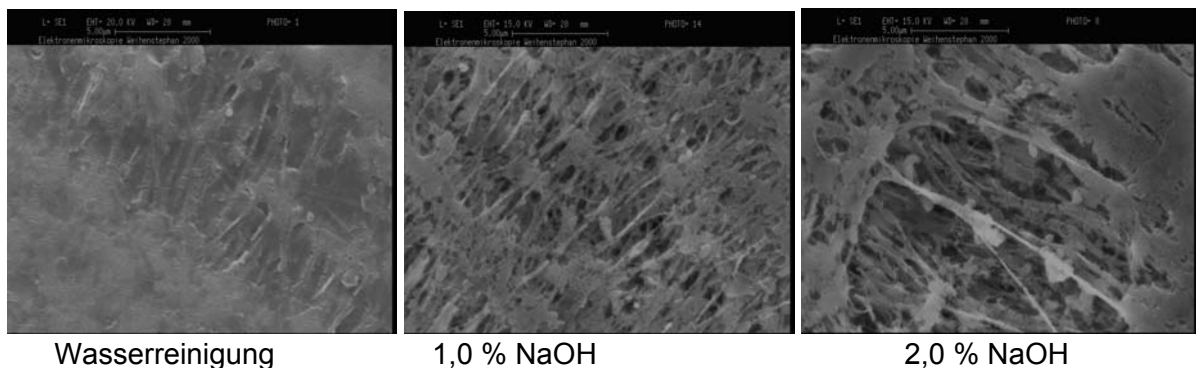


Bild 5.16. REM-Aufnahmen der mit Wasser bzw. NaOH ($t = 3$ h, $T = 75$ °C) gereinigten Membran bei jeweils gleicher Vergrößerung (6000-fach); NaOH-Konzentrationen: 0 % (links), 1 % (Mitte), 2 % (rechts)

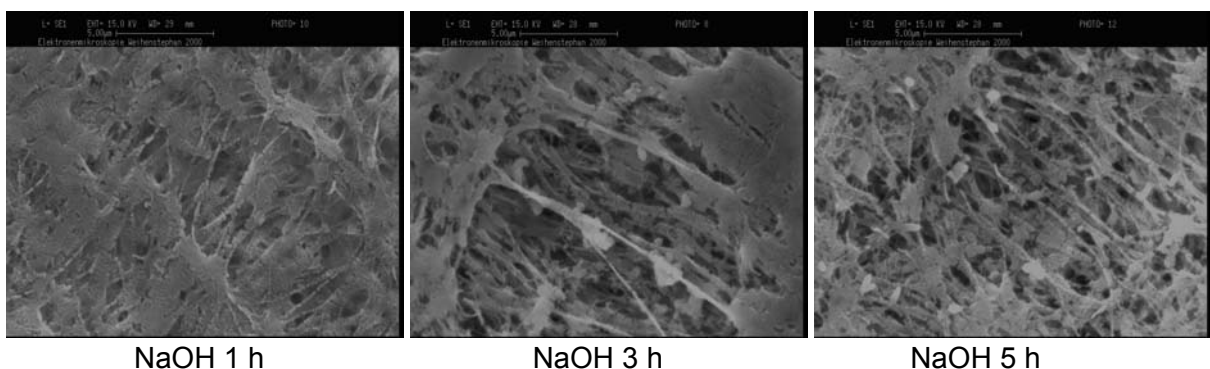


Bild 5.17. REM-Aufnahmen der mit NaOH ($c = 2$ %, $T = 75$ °C) gereinigten Membran bei jeweils gleicher Vergrößerung (6000-fach); Behandlungsdauer: 1 h (links), 3 h (Mitte), 5 h (rechts)

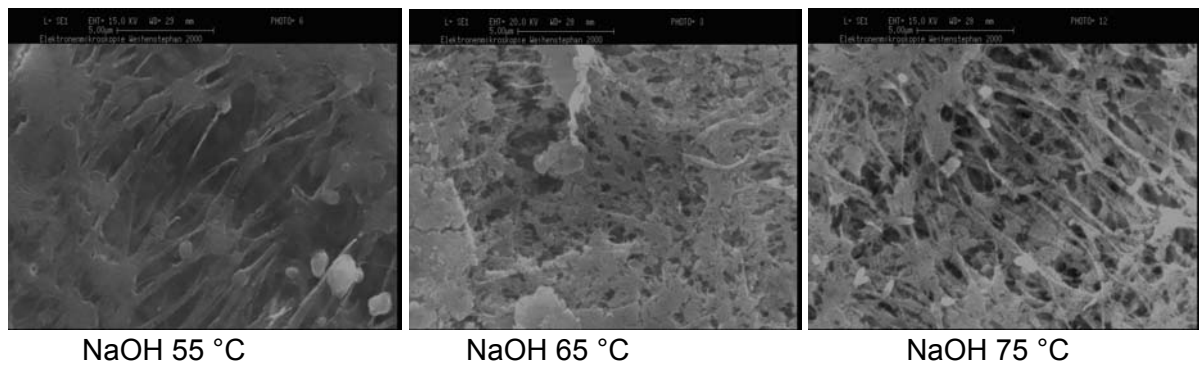


Bild 5.18. REM-Aufnahmen der NaOH ($t = 5 \text{ h}$, $c = 2 \%$) gereinigten Membran bei jeweils gleicher Vergrößerung (6000-fach); Behandlungstemperatur 55 °C (links), 65 °C (Mitte), 75 °C (rechts)

Oxidative Reinigung

Oxidativ wirkende Mittel, wie H_2O_2 und HOCl , haben eine desinfizierende Wirkung. Eine Reinigungswirkung von H_2O_2 ist hingegen kaum nachweisbar. Hypochlorit wirkt deutlich intensiver oxidativ und führt zu einem Reinigungseffekt, der dem von Natronlauge entspricht, wenn die Art der Anwendung (Konzentration, Dauer) gleichartig gewählt wird. Bild 5.19 zeigt die Wasserpermeabilitäten in Abhängigkeit vom Transmembrandruck vor und nach einer Reinigung mit Lauge bzw. mit Hypochlorit im Vergleich mit der Wasserpermeabilität einer neuen Membran.

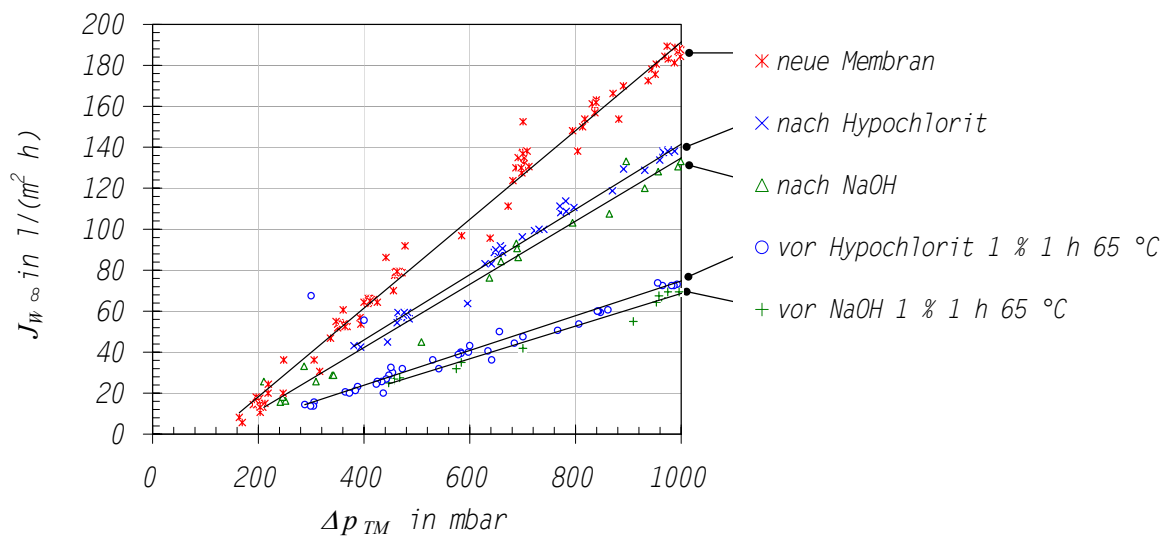


Bild 5.19. Wasserpermeabilität vor und nach einer alkalischen Reinigung (NaOH 1 %, 1 h, 60 °C) bzw. einer oxidativen Reinigung (Hypochlorit 1 %, 1 h, 55 °C) im Vergleich mit neuem Membranmaterial

Enzymatische Reinigung

Enzyme sind in der Lage, Makromoleküle zu kleinen Molekülen abzubauen, die dann die Membran passieren können. In dieser Funktion können Enzympräparate zur Reinigung herangezogen werden. In Tabelle 4.4 auf Seite 40 ist das für die Experimente eingesetzte Präparatesortiment aufgeführt. Dieses Sortiment deckt in seiner Abbauaktivität das Spektrum der in Maische vorhandenen Makromoleküle ab. Die Enzymreinigungsversuche ergeben jedoch sowohl bei Laborversuchen als auch im halbertechnischen Maßstab keinen nennenswerten Erfolg. Der Abtrag der Ablagerungsmasse beträgt maximal 10 %.

5.3 Filtrationsmedium - rheologische Eigenschaften der Maische

Da sich Filtrationsphänomene im Bereich der Mikrofiltration gut durch strömungsmechanische Vorgänge beschreiben lassen, sind insbesondere Kenntnisse über das Fließverhalten für das Verständnis des Filtrationsvorganges erforderlich. Das Filtrationsmedium Maische bietet hinsichtlich seiner chemisch-physikalischen Eigenschaften eine hohe Komplexität. Aus filtrationstechnischer Sicht liegt das vor allem darin begründet, dass Maische aus mehreren Phasen besteht:

- Gelöste Stoffe (Extraktkonzentration in der Matrixflüssigkeit)
- Matrixflüssigkeit (Wasser + gelöste Stoffe)
- Suspendierte Stoffe (Feststoffkonzentration)

Die Suspension (Maische, Treber) setzt sich aus der Summe dieser Komponenten zusammen. Es interessieren alle jene Eigenschaften, die auf das Rückhaltevermögen, auf die Reinigungsanforderungen und auf das Filtrationsverhalten Einfluss nehmen.

5.3.1 Eigenschaften der flüssigen Phase

Die Viskosität der Matrixflüssigkeit (Würze) η_W ist eine maßgebende Einflussgrößen für die Viskosität der Suspension (Maische). Die Würzeviskosität ist dabei ihrerseits eine Funktion der Temperatur T , der Extraktkonzentration ξ und der Extraktzusammensetzung Q_M .

$$\eta_W = f(Q_M, \xi, T)$$

Konzentration und Zusammensetzung des Extraktes

Die Matrixflüssigkeit setzt sich aus Wasser und den im Wasser gelösten Malzbestandteile zusammen. Die gelösten Stoffe bestehen aus einer Vielzahl von Molekülen im nieder-, mittel- und hochmolekularen Bereich. Alle wichtigen Naturstoffgruppen sind vertreten. Detailliertere Angaben zur chemischen Zusammensetzung der Würze werden in Abschnitt 7.4.1 gemacht. Die hochmolekularen Bestandteile, insbesondere hochmolekulare β -Glucane, haben einen besonderen Einfluss auf die Viskosität [82].

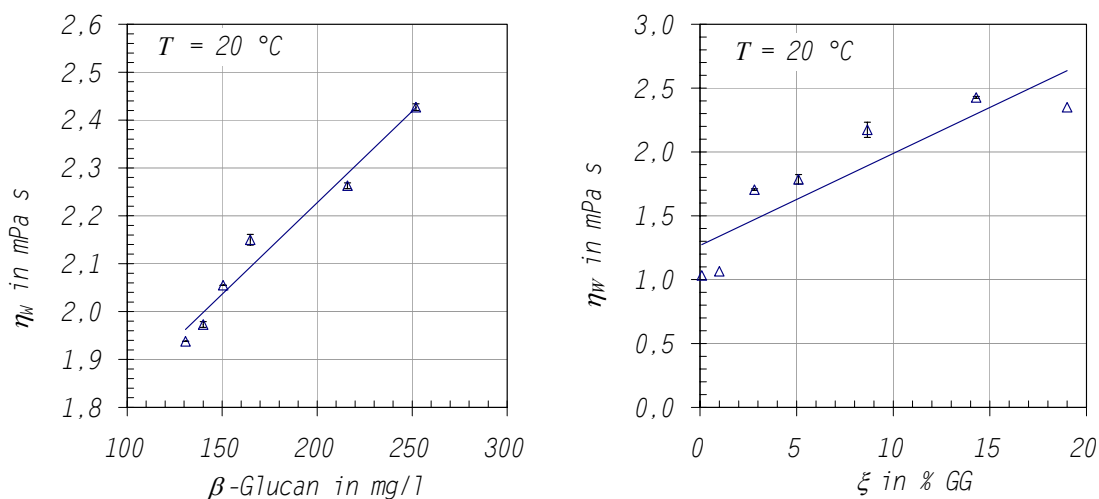


Bild 5.20. Viskosität der Matrixflüssigkeit (Würze) in Abhängigkeit vom β -Glucangehalt (links, $\xi = 19 \text{ \% GG}$) und der Extraktkonzentration (rechts; $c_{\beta\text{-Glucan}} \approx 280 \text{ mg/l}$); Balken Spanne aus 4 Messungen; $T = 20 \text{ °C}$

Bei dem schlecht gelöstem 4-Tage-Malz⁷ können β -Glucankonzentrationen bis zu 3000 mg/l entstehen, während Maischen aus normal gelöstem Malz nur etwa 100-300 mg/l enthalten. Die

⁷ Spezifikation in Tabelle 4.1 auf Seite 29

Auswirkungen des β -Glucangehaltes auf die Viskosität der Matrixflüssigkeit (Würze) zeigt das Diagramm links in Bild 5.20. Während des Auswaschvorganges sinkt die Würzeviskosität. Grund dafür ist die abnehmende Konzentration der gelösten Stoffe insgesamt. Dies zeigt Bild 5.20 (rechts) für Würzen aus Feinstschrot.

Temperatur

Die Abhängigkeit der Würzeviskosität von der Temperatur ist von ASSELMAYER und ISSING ausführlich dargelegt worden und kann nach folgendem Zusammenhang für Würzen berechnet werden [6]:

$$\operatorname{Arsinh}\left(\frac{\eta_w}{\eta_{w0}}\right) = m \cdot \ln T + b \quad \text{Gleichung 5.3}$$

- η_w dynamische Viskosität der Würze
- η_{w0} dynamische Viskosität der Würze bei $T = 0$ K
- T Temperatur in K
- m, b Konstanten (abhängig von Extraktkonzentration und -zusammensetzung)

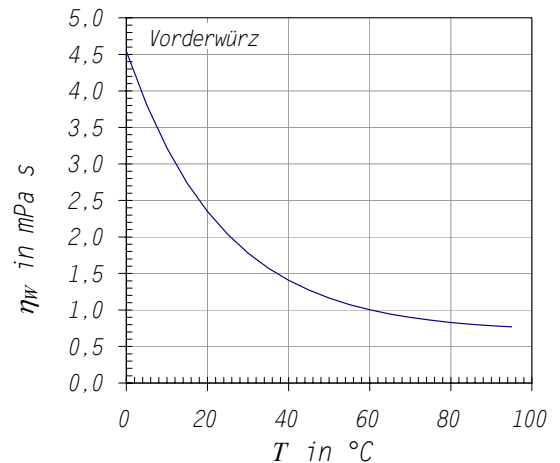


Bild 5.21. Abhängigkeit der dynamischen Viskosität einer beispielhaften Vorderwürze von der Temperatur nach ASSELMAYER [6]

5.3.2 Eigenschaften der festen Phase

Die Feststoffe der Maische setzen sich aus den Bestandteilen des Malzes bzw. des Rohfruchtanteiles zusammen, die während des Maischprozesses nicht in Lösung gegangen sind. Ihr Anteil bei normal gelöstem Feinstschrot (TE) beträgt 15 % GG der wasserfreien Schüttung. Die Partikelgrößenverteilung dieser Maische- bzw. Trebersuspension ist in Bild 5.22 als Dichtefunktion aufgeführt. Sie weist eine ähnliche Form wie die des ursprünglichen Schrottes (Bild 7.2 auf Seite 93) auf.

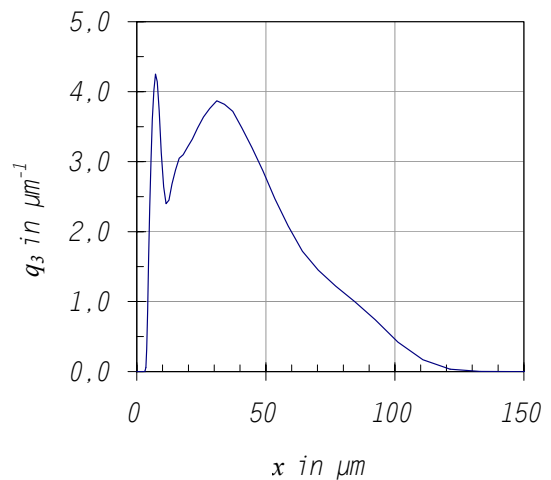


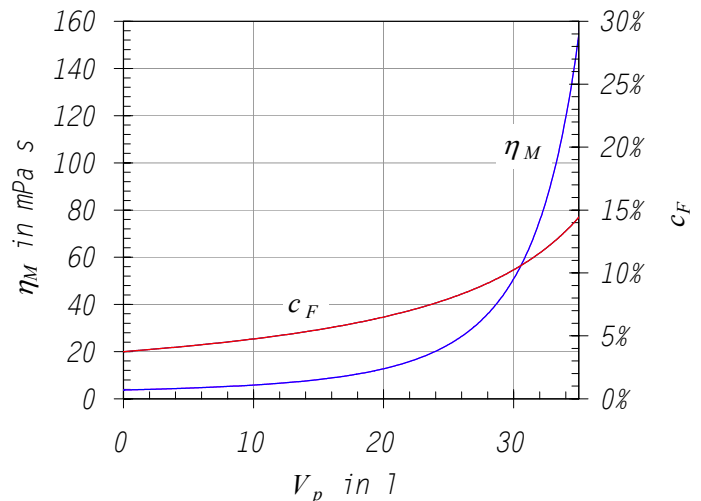
Bild 5.22. Partikelgrößenverteilung der feuchten (gequollenen) Maische- bzw. Trebersuspension aus normal gelöstem Malz (Feinstschrot TE)

Offensichtlich führt das Quellen der Partikeln zu deren Vergrößerung, die den Materialverlust durch das Maischen kompensiert. Dieses Quellen erhöht die rheologisch relevante Feststoffvolumenkonzentration, nicht jedoch die Feststoffmassenkonzentration. Allein letztere ist aber bisher direkt messtechnisch erfassbar. Die Volumenkonzentration kann wie unten gezeigt über rheologische Messungen abgeschätzt werden. Die Bedeutung der Feststoffkonzentration ergibt sich aus der Filtrationsaufgabe: während des Vorderwürzelaufes muss zum Zwecke einer guten Extraktausbeute eine hohe Feststoffkonzentration erreicht werden. Die Feststoffkonzentration steigt in dieser Konzentrationsphase gemäß nachfolgender Gleichung 5.4 überproportional an, während die Viskosität der Matrixflüssigkeit zunächst konstant bleibt.

$$c_F = \frac{m_S \cdot (1-a)}{m_S \cdot (h+1) - \rho_W \cdot V_P} \quad \text{Gleichung 5.4}$$

| | |
|----------|-------------------------------|
| m_S | Masse der Schüttung (trocken) |
| ρ_W | Dichte des Permeates (Würze) |
| h | Hauptgussverhältnis |
| a | Maischausbeute |
| V_P | Permeatvolumen (Würze) |

Bild 5.23. Anstieg der Feststoffkonzentration und der Maischeviskosität (20 °C) im Verlaufe der Filtration (Konzentrationsphase) aufgetragen über dem Permeatvolumen V_P ($m_S = 12,5 \text{ kg}$, $h = 3 \text{ kg/kg}$)



In der sich an die Konzentrationsphase anschließenden Auswaschphase bleibt dann aufgrund des zugeführten Waschwassers in der Regel die Feststoffkonzentration konstant, während die Viskosität der Würze sinkt. Daraus folgt, dass die maximale Maischeviskosität am Ende der Vorderwürzelfiltration erreicht wird. Bild 5.23 zeigt den Anstieg der Feststoffkonzentration während einer beispielhaften Vorderwürzelfiltration ($m_S = 12,5 \text{ kg}$, $h = 3 \text{ kg/kg}$). Vorweggenommen wird in dieser Darstellung bereits ein späteres Ergebnis, nämlich die ebenfalls überproportionale Abhängigkeit der Maischeviskosität der Feinstschrotmaische (TE) von der Feststoffkonzentration. Die Folgen für das Filtrationsverhalten, durch das sich im Laufe der Filtration zeitlich schnell verändernde Fließverhalten, soll hiermit verdeutlicht werden.

5.3.3 Fließverhalten der Suspension (Maische)

Die Suspensionsviskosität (Maischeviskosität) ist eine Funktion der Feststoffbestandteile sowie der viskositätsbeeinflussenden Komponenten der Matrixflüssigkeit. Bei nicht-newtonischen Fluiden ist ferner die Ausrichtung der Partikeln zu beachten, die von der Scherrate κ abhängig ist.

$$\eta_M = f(\kappa, c, \eta_P(T, \xi, Q_M), T) \quad \text{Gleichung 5.5}$$

Bei der Scherbeanspruchung in einem Rotationsrheometer können durch die stationäre Drehströmung Molekülstrukturen zerstört werden, die bei einer Oszillationsbewegung (z. B. Oszillationsfiltration) unter Umständen unverändert bleiben. Daher werden neben stationären Scherversuchen auch oszillatorische Messungen durchgeführt. Die Würzeviskosität als Funktion der Temperatur T , der Extraktkonzentration ξ und der Extraktzusammensetzung Q_M wurde oben behandelt und kann daher als Sammelgröße betrachtet werden. Sie wird durch die Extraktkonzentration (bzw. die Temperatur) variabel eingestellt. Ob die Temperatur über den indirekten Einfluss durch die Würzeviskosität ein direkter Parameter der Matrixviskosität ist, wird ebenfalls untersucht.

5.3.3.1 Strukturviskosität bei stationärer Scherung

Maische erweist sich, insbesondere bei hohen Feststoffkonzentrationen, für einen begrenzten Scherbereich als ein nicht-newtonisches, strukturviskoses Fluid. Bei sehr kleinen Scherraten werden die Feststoffpartikeln offensichtlich noch nicht viskositätswirksam ausgerichtet. Es existiert ein erster newtonscher Bereich η_0 (Nullviskosität). Aufgrund der nur ungenauen Extrapolation ist allerdings der exakte Verlauf der Viskositätsfunktion in diesem Bereich kleiner Scherraten nur schwierig zu ermitteln. Mit zunehmender Scherrate ist eine potenzielle Abnahme der Viskosität mit der Scherrate festzustellen (strukturviskoser Bereich). Wenn sich alle Partikeln der Scherung

folgend ausgerichtet haben, bewirkt ein weiteres Erhöhen der Scherrate keine weiteren Viskositätsveränderungen. Es ist ein (zweiter) newtonscher Bereich zu beobachten, bei dem sich die Unendlichviskosität η_∞ einstellt. Für die Auswertung wurde auf das alle Bereiche gut beschreibende Modell von CARREAU zurückgegriffen (Bild 5.24).

$$\eta = \frac{\eta_0 - \eta_\infty}{\left[1 + \left(\frac{\kappa}{\kappa_1}\right)^a\right]^{\frac{1}{2}}} + \eta_\infty$$

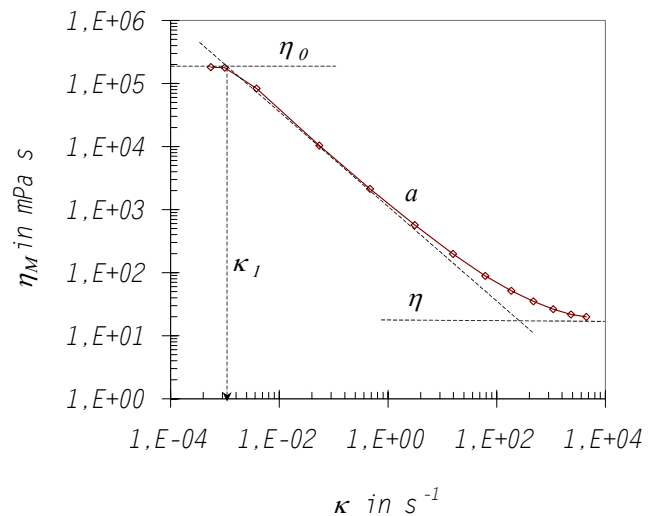


Bild 5.24. Exemplarische Anpassung des strukturviskosen Verhaltens von Feinstschrotmais mit dem Modell von CARREAU

Wie steil die Viskositätsfunktion im strukturviskosen Bereich verläuft, hängt von den oben erwähnten Viskositätsparametern ab. Beispielhaft werden in den zwei folgenden Abbildungen Scharen von Viskositätsfunktionen für verschiedene Feststoff- und Extraktkonzentrationen dargestellt. Über diese Auswahl hinaus ist die vollständige Darstellung der Ergebnisse (auch Temperaturvariation) dieser Versuchsreihe dem Anhang 6 zu entnehmen.

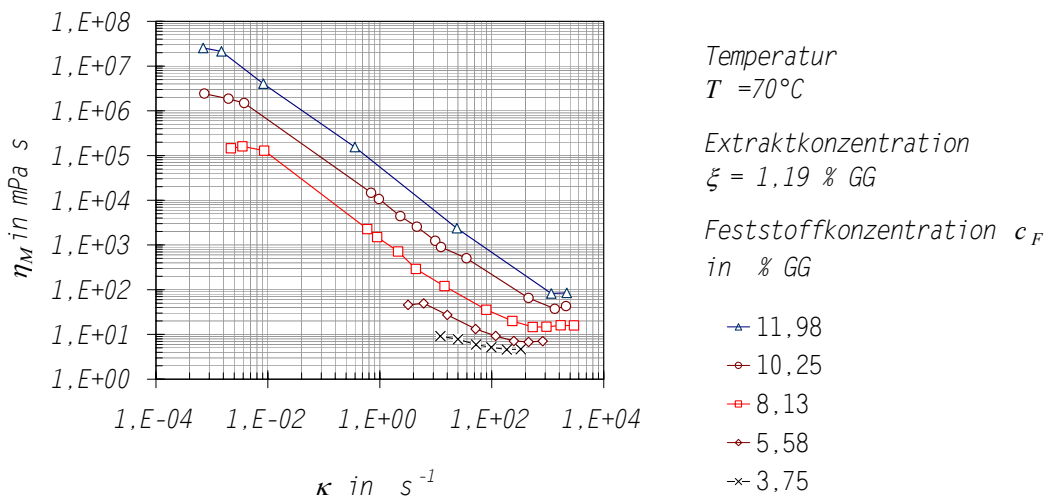


Bild 5.25. Stationäre Viskositätsmessungen bei Feinstschrotmais TE mit einer Matrixviskosität von $\eta_p = 1,066 \text{ mPa s}$ ($20 \text{ }^\circ\text{C}$) ($\xi = 1,19 \text{ } \%$ GG); Messtemperatur $70 \text{ }^\circ\text{C}$ mit Lösungsmittelfalle

Dabei wird deutlich, dass mit kleiner werdender Feststoff- und Extraktkonzentration (Matrixviskosität) die Strukturviskosität schwächer ausgeprägt ist (Bild 5.25). Zu beachten ist jedoch der doppelt-logarithmische Auftrag. Bei größerer Würzeviskosität ist selbst bei einer kleinen Feststoffkonzentration eine deutliche Strukturviskosität feststellbar (Bild 5.26). Offensichtlich tragen die gelösten Stoffe nicht unerheblich zum Fließverhalten bei. Für Aussagen hinsichtlich der Gültigkeit der stationären Messungen für die Oszillationsfiltration muss die Übereinstimmung mit oszillatorischen Messungen geprüft werden (Abschnitt 5.3.3.2).

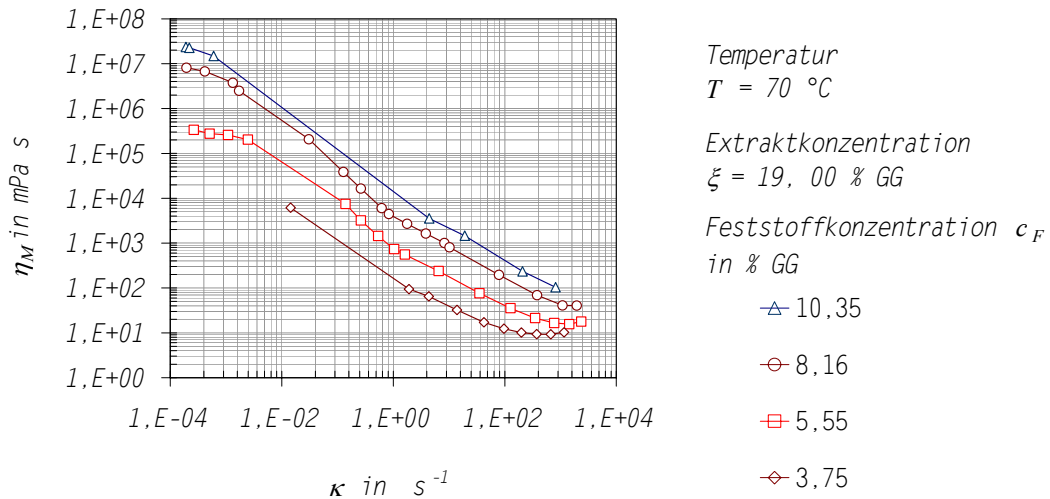


Bild 5.26. Stationäre Viskositätsmessungen bei Feinstschrotmaische TE mit einer Viskosität der Matrixflüssigkeit von $\eta_p = 2,345 \text{ mPa s}$ ($20 \text{ } ^\circ\text{C}$) ($\xi = 19,0 \text{ } \% \text{ GG}$); Messtemperatur $70 \text{ } ^\circ\text{C}$ mit Lösungsmittelfalle

5.3.3.2 Strukturviskosität bei oszillatorischer Scherung

Um die Einflüsse der Strukturzerstörung durch die Drehströmung zu erfassen sowie um Informationen über ein viskoelastisches Verhalten der Maische erkennen zu können, wurden oszillatorische Scherversuche durchgeführt. Wird eine oszillatorisch ermittelte Funktion der komplexen Viskosität η^* über der Kreisfrequenz ($\omega = 2 \pi f$) aufgetragen, dann kann für rheologisch einfache Fluide nach der -Relation eine Übereinstimmung mit der stationären Viskosität η als Funktion der Scherrate gefunden werden [46].

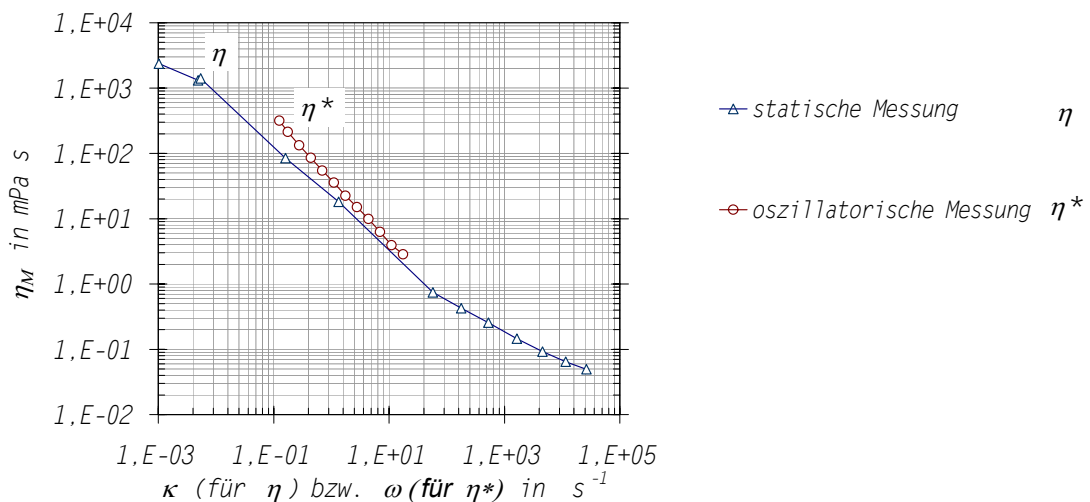


Bild 5.27. Exemplarischer Vergleich der stationären Viskositätsmessung und der oszillatorischen Messung der komplexen Viskosität η^* gemäß der COX-MERZ-Relation

Die Überprüfung dieser Beziehung zeigt, dass bei Feinstschrotmaischen die komplexe Viskosität etwas über der stationären liegt, wie in Bild 5.27 exemplarisch aufgezeigt ist. Dies ist für viele strukturviskose Suspensionen typisch [46]. Die Unterschiede sind aber klein, so dass die stationäre Viskosität, die über einen größeren Scherbereich messbar ist, für Aussagen herangezogen werden kann. Für die Untersuchungen des Filtrationsverhaltens ist damit folgende wichtige Feststellung aus den stationären Scherversuchen möglich: selbst bei der kleinsten Frequenz, die bei der Oszillationsfiltration einstellbar ist ($\omega = 320 \text{ Hz}$), wird der zweite newtonsche Bereich sicher erreicht. Die

Beachtung der Abhängigkeit der Suspensionsviskosität von der Frequenz ist daher nicht erforderlich. Es kann somit von $\eta = \eta_\infty$ ausgegangen werden.

Durch die oszillatorischen Messungen werden über diese Grundlage hinaus Informationen über viskoelastische Eigenschaften erhalten. Viskoelastische Fluide können durch die Schubspannung eingetragene Energie von der Suspension gleichsam einem Festkörper speichern und in einer phasenverschobenen, entgegengesetzten Antwort wieder abgeben (Speichermodul). Der nicht gespeicherte Anteil der Energie wird dissipiert und entspricht dem viskosen Anteil (Verlustmodul). Bild 5.28 (links) zeigt an einem Beispiel, wie beide Moduli mit steigender Frequenz zunächst zunehmen, später aber auch wieder sinken können. Von Interesse ist, ob sich der Verlustfaktor $\tan \delta$, also der Verschiebungswinkel, bei steigender Feststoffkonzentration verändert. Ein Anstieg von $\tan \delta$ bedeutet, dass mit dem Konzentrieren der Suspension der elastische Anteil auf Kosten des viskosen zunimmt

$$\tan \delta(\omega) = \frac{G''(\omega)}{G'(\omega)} \quad \text{Gleichung 5.6}$$

Bild 5.28 (rechts) verdeutlicht, dass mit zunehmender Gesamtviskosität eine Verlagerung vom viskosen Verhalten hin zu einem elastischen Verhalten zu beobachten ist. Dies ist für das Filtrationsverhalten von Bedeutung, da, wie später gezeigt wird, dadurch die Wirkung der Oszillation auf den suspensionsseitigen Feststoffrücktransport (Abstoßeffekt) beeinträchtigt wird.

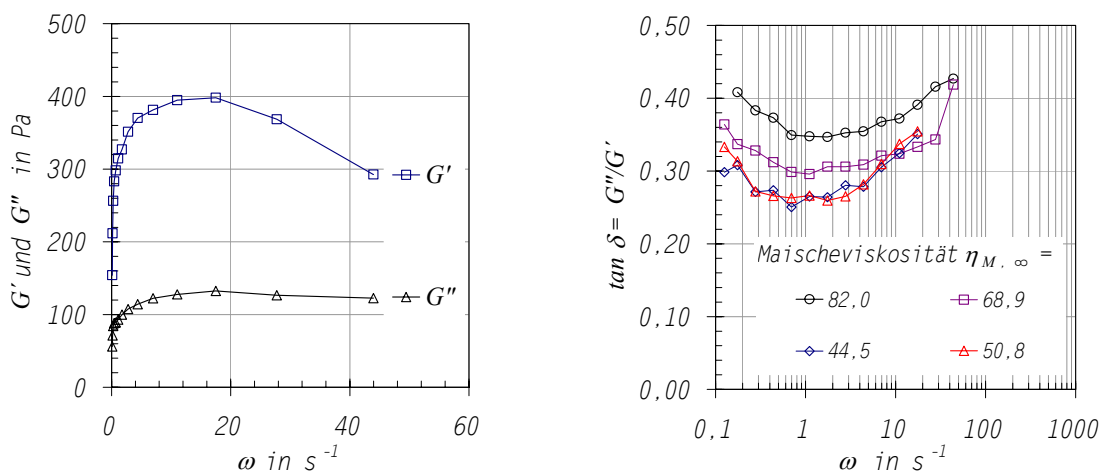


Bild 5.28. Oszillatorische Scherversuche mit Feinstschrotmaische TE: Exemplarischer Verlauf von Speichermodul G' und Verlustmodul G'' mit der Oszillationsfrequenz (links); Verlustfaktor bei unterschiedlich konzentrierten Maischen unterschiedlicher Viskosität (rechts)

5.3.3.3 Einfluss der übrigen Parameter der Viskositätsfunktion

Für das Filtrationsverhalten ist von herausragender Bedeutung, wie sich das Fließverhalten der Maische im Laufe der Filtration verändert. Daher ist das Augenmerk auf die Feststoffkonzentration, ebenso wie auf die Extraktkonzentration zu richten, die sich während der Vorderwürzelfiltration bzw. der sich anschließenden Auswaschphase zwangsläufig ändern. Mit Einstellungen, die sich an der Realität der Filtration orientieren, zeigt Bild 5.29, dass sich ein überproportionaler Anstieg der Viskosität mit der Feststoffkonzentration, aber auch eine Abnahme mit sinkender Extraktkonzentration der Matrixflüssigkeit ergibt.

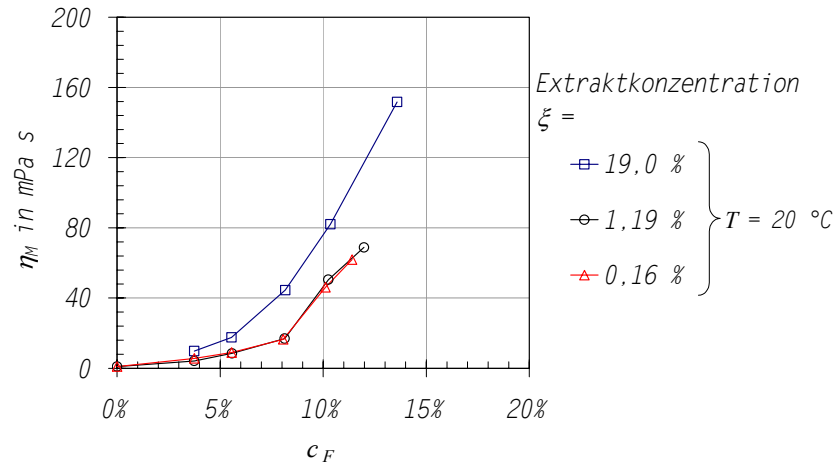


Bild 5.29. Viskosität der Feinstschrotmaische TE in Abhängigkeit von der Feststoff- und Extraktkonzentration; $\eta_w = 2,345 \text{ mPa s}$ (19,0 %) / $1,066 \text{ mPa s}$ (1,19 %) / $1,031 \text{ mPa s}$ (0,16 %), $T = 20 \text{ °C}$

Der Einfluss der Temperatur beschränkt sich auf die indirekte Wirkung über die Matrixviskosität, wie aus Bild 5.30 hervorgeht.

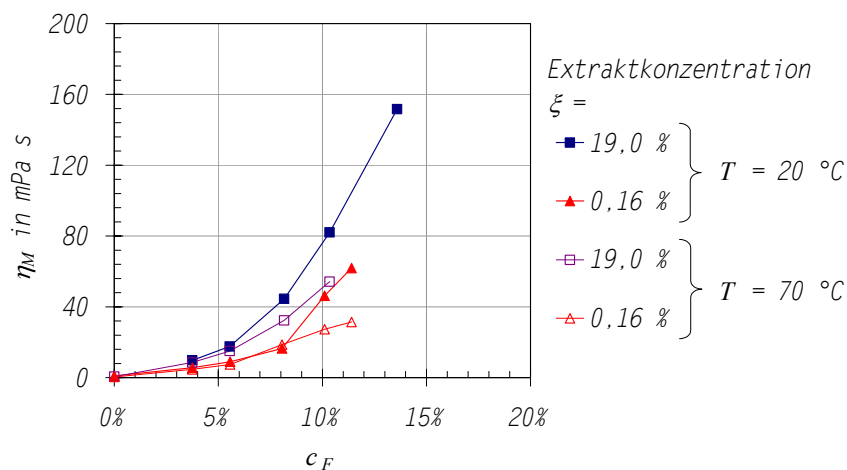


Bild 5.30. Viskosität der Feinstschrotmaische in Abhängigkeit von der Feststoff- und Extraktkonzentration bei verschiedenen Temperaturen (20°C / 70 °C); $\eta_w = 2,345 \text{ mPa s}$ (19,0 %) / $1,066 \text{ mPa s}$ (1,19 %) / $1,031 \text{ mPa s}$ (0,16 %),

Wird die relative Viskosität

$$\eta_R = \frac{\eta_{\text{Suspension}}}{\eta_{\text{Matrix}}} = \frac{\eta_M}{\eta_P}$$

aufgetragen, dann ergibt sich bei potenzieller Anpassung folgender Zusammenhang mit einem Bestimmtheitsmaß von $r^2 > 0,93$.

$$\eta_R = 1 + 8403 \cdot c_F^{2,31} \quad \text{Gleichung 5.7}$$

Diese rein empirische Anpassung ist grafisch auf das halbempirische Modell von EILERS übertragbar [21]. Wie Bild 5.31 zeigt, kann damit die rheologisch relevante Volumenkonzentration der Feststoffe abgeschätzt werden. Sie liegt weit über der direkt bestimmbar Massenkonzentration.

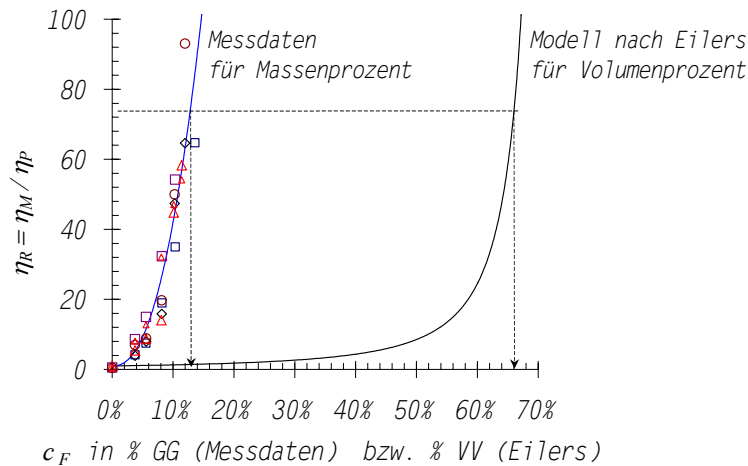


Bild 5.31. Relative Viskosität bei verschiedenen Temperaturen und Extraktkonzentrationen aufgetragen über der Feststoffmassenkonzentration neben dem Modell nach EILERS für die Feststoffvolumenkonzentration

5.4 Bisheriger Kenntnisstand

Auf der Basis einer eingehenden Literaturrecherche sowie vorbereitender Versuche mit dem Ziel, zu entscheiden, welches das gegenwärtig vielversprechendste Fests-Flüssig-Trennverfahren für Biermaische darstellt, wurde die Mikrofiltration mit oszillierenden Membranen als Gegenstand für weitere Untersuchungen gewählt.

Hinsichtlich der prozessspezifischen Eigenschaften der Membranen bei der Maischefiltration sind die Stabilität der Membran gegenüber Spelzensplittern und Oszillationsbewegungen sowie die Veränderungen der Trenncharakteristik und der Permeabilität durch Maischeablagerungen untersucht worden. Infolgedessen wurde für alle weiteren Versuche eine PTFE-Membran mit einem nominalen Porendurchmesser von 0,45 μm ausgewählt. Darüber hinaus wurde im zweiten Teil Erkenntnisse zum Reinigen von Ablagerungen auf der Membran gewonnen.

Der dritte Teil der Voruntersuchungen befasst sich mit der Eignung von Feinstschrotmaische als Filtermedium für die dynamische Filtration. Da, wie in Abschnitt 2.1 erörtert wurde, strömungsmechanische Beschreibungen für das Verständnis von Mikrofiltrationsprozessen geeignet sind, standen die Fließeigenschaften der Maische im Vordergrund. Für Feinstschrotmaische wurde das Fließverhalten als strukturviskos und viskoelastisch charakterisiert. Von weiterführender Bedeutung sind vor allem die Ermittlung der dynamischen Maischewiskosität als Funktion der Feststoffkonzentration, aber auch als Funktion der Temperatur, der Scherrate und Extraktkonzentration (Matrixviskosität). So kann später für alle Filtrationsbedingungen die Viskosität der Maische als eine übergeordnete Einflussgröße bestimmt werden.

6 Filtrationsverhalten der Oszillationsfiltration

Nach den Voruntersuchungen zur Auswahl des Filtrationsverfahrens sowie zu den prozessspezifischen Eigenschaften der Filtermittel und des Filtermediums wird nachfolgend das Filtrationsverhalten der noch weitgehend unbekanntem Oszillationsfiltration untersucht:

- Zunächst werden typische Verhaltensmuster der Oszillationsfiltration durch ein kinetisches Modell beschrieben (6.1).
- Im zweiten Schritt wird für den Fall stationären Verhaltens dem Einfluss der Prozessparameter bei individueller Variation nachgegangen (6.2).
- Schließlich wird das Zusammenwirken der Prozessparameter beleuchtet und somit der „Wirkmechanismus“ der Oszillation ergründet sowie der Kreis zum kinetischen Modell wieder geschlossen, indem die Übergängen vom stationären zum instationären Filtrationsverhalten analysiert werden (6.3).

Die Untersuchung des Filtrationsverhaltens hat das Ziel, das Zusammenwirken der Einflussgrößen auf die relevanten Zielgrößen zu verstehen und zu beschreiben. Je nach Gewichtung der Zielgrößen sollen aus den Ergebnissen exakte Anweisungen für die Prozessführung abgeleitet werden. Die Einflussgrößen⁸ werden nachfolgend als Prozessparameter bezeichnet, da sie generell, wenn auch teilweise in engen Grenzen, einstellbar sind. Die Zielgrößen bei der Maischefiltration sind entweder selbst Prozessparameter oder eine Funktion der Prozessparameter. Dabei handelt es sich um:

1. flächenspezifischer Filtratvolumenstrom (Permeatfluss) J_P ,
2. Feststoffkonzentration c_F ,
3. elektrische Leistungsaufnahme P (bzw. Oszillationsfrequenz ω) und
4. Standzeit t bzw. Reinigungserfordernisse.

Da die Zielgrößen 2-4 ohnehin als Prozessparameter in die Untersuchungen einbezogen sind, können Schlussfolgerungen für die Prozessführung gefunden werden, auch ohne dass sie explizit als Zielfunktionen verfolgt werden. Es bleibt der flächenspezifische Permeatvolumenstrom, der in der Form eines hydrodynamischen Filterwiderstandes als Leitgröße dienen soll.

$$R = \frac{\Delta p}{\eta_p \cdot J_P}$$

Dies hat den Vorteil, dass Druckschwankungen durch die Oszillation und die Pumpe sowie durch unterschiedliche Extraktkonzentrationen berücksichtigt werden.

6.1 Entwicklung eines kinetischen Filtrationsmodells

6.1.1 Grundgedanken des Modells

Ziele

Unter Filtrationsverhalten ist der funktionale Zusammenhang zwischen dem hydrodynamischen Filterwiderstand R und der Zeit t sowie den Prozessparametern zu verstehen. Die sich daraus ergebende Funktion ist das Ziel der folgenden Modellentwicklung.

$$R = f(t, \text{Prozessparameter})$$

Der zu findende Zusammenhang soll alle in der Praxis zu beobachtenden Verhalten beschreiben können. Bei der Oszillationsfiltration sind diesbezüglich drei qualitativ grundsätzlich verschiedene Verhaltensmuster festzustellen. Bild 6.1 demonstriert dies an Beispielen. So findet sich unter bestimmten - später genau festzulegenden - Betriebsbedingungen ein von der Zeit unabhängiger

⁸ Eine Übersicht über die Einflussgrößen gibt Tabelle 6.1 auf Seite 77

Widerstand oder aber auch ein mit der Zeit entweder langsam asymptotisch bzw. ein rasch exponentiell steigender Filterwiderstand. Auch alle Übergänge der Verhalten ineinander sind bei entsprechender Änderung der Prozessparameter möglich. In Bild 6.1 ist der wichtigste Fall des Übergangs von stationärem zu exponentiellem Verhalten wiedergegeben. Es ist daher erforderlich, nicht alleine die Kurvenverläufe qualitativ zu erklären, sondern auch zu untersuchen, unter welchen Umständen, d. h. bei welcher Kombination von Prozessparametern die verschiedenen Verhaltensformen auftreten.

Die zunächst abgeleitete Gleichung für $R = f(t, \text{Prozessparameter})$ wird bereits einige Prozessparameter explizit enthalten, aber auch drei Kenngrößen, in welchen mehreren Prozessparameter zusammengefasst werden. Die inhaltliche Bedeutung dieser Größen wird sich aus der Entwicklung der Modellbeschreibung ergeben, soll aber der Übersichtlichkeit wegen hier vorweggenommen werden.

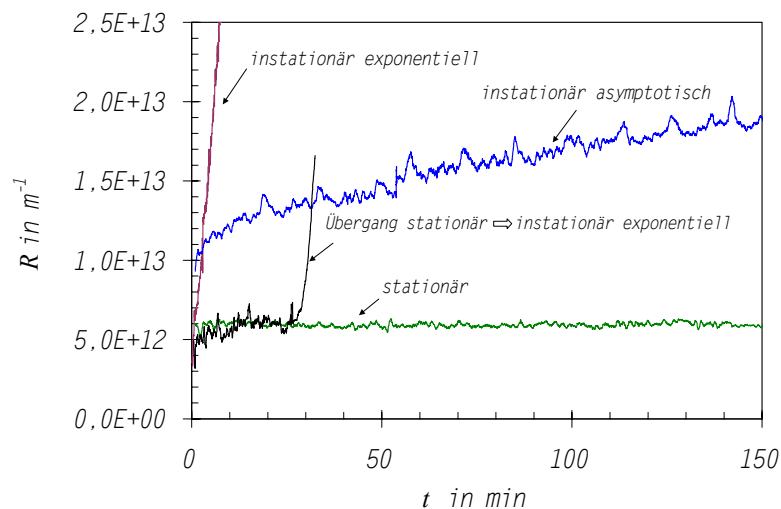


Bild 6.1. Charakteristische Formen des Filtrationsverhaltens bei der Oszillationsfiltration

Modellidee

Aufgrund der Komplexität der realen physikalischen Vorgänge bei der Oszillationsmembranfiltration sind zum Verständnis der Beobachtungen einige Vereinfachungen erforderlich. In dieser Modellvorstellung werden zwei Gedanken zugrunde gelegt: erstens wird beim Gesamtwiderstand zwischen drei unterschiedlich von der Zeit abhängigen Widerständen unterschieden. Zweitens wird davon ausgegangen, dass ein Zusammenhang zwischen dem Filterwiderstand und der Masse der Partikelablagerungen vorliegt. Damit kann das Problem des hydrodynamischen Widerstandes auf einen mit Massenbilanzen zu beschreibenden Zusammenhang zurückgeführt werden. Der Begriff „Partikel“ bzw. „Feststoffpartikel“ wird im Folgenden für die Gesamtheit aller suspendierten Bestandteile und für alle zum Extrakt zählenden Stoffe (gelöst und mit niedrigerem Siedepunkt als Wasser) verwendet.

Teilung der Filterwiderstände

Bild 6.2 zeigt schematisch die drei zu unterscheidenden Abscheidemechanismen und die damit zusammenhängenden Filterwiderstände. Folglich lässt sich eine Dreiteilung der Filterwiderstände vornehmen.

a) Es existiert ein Membranwiderstand R_M , der von Ablagerungen aus der Suspension unabhängig ist, also auch von der Zeit, mit der die Ablagerungen angeströmt werden. Der Begriff Membranwiderstand ist hier so zu verstehen, dass auch die der Membran nachgeschaltete Strömungswiderstände (Drainagesystem) berücksichtigt sind.

b) Im Laufe einer Filtration kommt es in der Membran zu Porenverstopfungen und Porenverengungen, die einen erhöhten Kapillarwiderstand R_K verursachen.

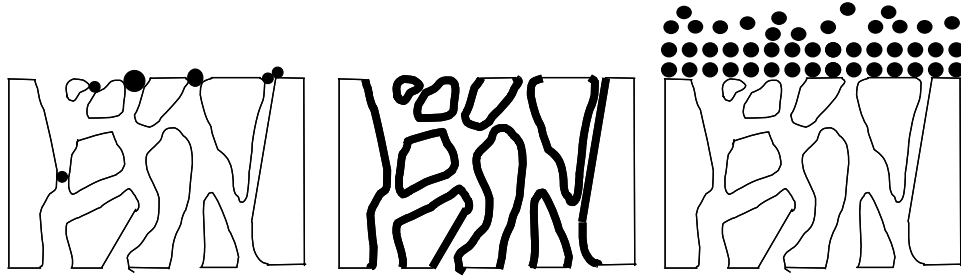


Bild 6.2. Abscheidemechanismen bei der dynamischen Filtration: Porenverstopfung, Porenverengung und Deckschichtbildung

c) Zusätzlich zu den Ablagerungen *in* der Membran kann sich eine Deckschicht *auf* der Membran bilden, die ähnliche Eigenschaften wie ein Filterkuchen bei der Kuchenfiltration aufweist (R_D).

$$R = R_M + R_K(t) + R_D(t) \quad \text{Gleichung 6.1}$$

| | |
|-------|---|
| R_M | Membranwiderstand |
| R_K | Kapillarwiderstand durch Porenverengung und Porenverstopfung in der Membran |
| R_D | Deckschichtwiderstand durch Ablagerungen auf der Membran |

Zugrundeliegende Annahmen

a) Transformation zu Massenbilanzen: Zur Modellierung des Filtrationsverhaltens wird vorausgesetzt, dass zwischen den Widerständen R_K und R_D und den Partikelkonzentrationen auf der Membran bzw. in der darüber liegenden Deckschicht ein proportionaler Zusammenhang besteht.

$$\begin{aligned} R_K &\sim c_K & [c_K] &= \text{kg/m}^2 \\ R_D &\sim c_D & [c_D] &= \text{kg/m}^3 \end{aligned}$$

b) Zwischen der Konzentration im Permeat c_P und der Konzentration im Kapillarsystem der Membran liegt ein linearer Zusammenhang mit negativer Steigung vor (Begründung in 6.1.2).

c) Zwischen dem durch den Abstoßeffekt induzierten Abstrom von Feststoffen zurück in die Kernströmung der Suspension i_{ab} und der Konzentration der Konzentration im Kapillarsystem der Membran bzw. der Konzentration der Deckschicht liegt ein linearer Zusammenhang vor (Begründung in 6.1.2).

Vereinfachte Modellvorstellung vom Partikeltransport um die Membran

Wird eine Massenbilanz um die Membran bzw. um die Deckschicht erstellt, kann die zeitliche Entwicklung der Partikelkonzentrationen c_K und c_D und damit auch der Filterwiderstände R_K und R_D berechnet werden.

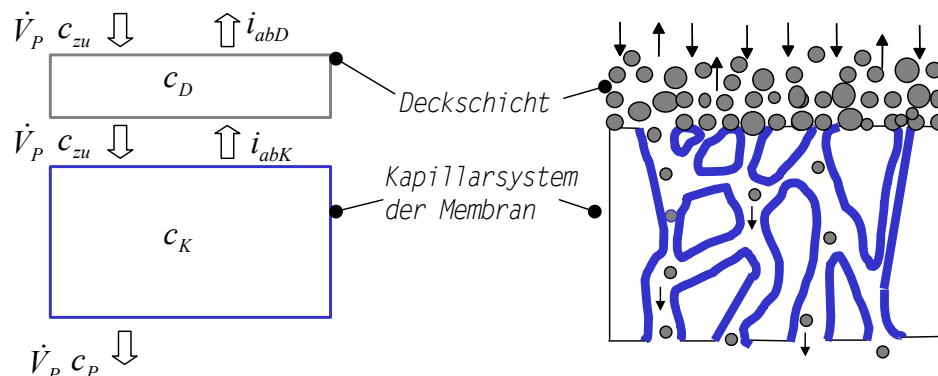


Bild 6.3. Modellvorstellung der Stofftransportströme bei der Membranfiltration unter Deckschichtbildung

Gemäß Bild 6.3 wird dabei davon ausgegangen, dass aufgrund des Selektionsvermögens Partikeln an der Membran teilweise zurückgehalten werden und teilweise passieren können. Die Deckschicht über der Membran wird folglich von zurückgewiesenen Partikeln gespeist. Die detaillierte Erörterung der Stoffströme wird im folgenden Abschnitt für c_K und darauf für c_D einzeln vorgenommen.

6.1.2 Porenverengung, Porenverstopfung und Deckschichtbildung

Kapillarwiderstand durch Porenverengung und Porenverstopfung, R_K/c_K

Zur Berechnung der Partikelkonzentration wird um die Membran eine Massenbilanz für die Partikeln erstellt (Gleichung 6.2). Das Zuführen von Partikeln zur Membran ergibt sich aus der Partikelkonzentration im Zustrom c_{zu} und dem Volumenstrom der „tragenden“ Matrixvolumenstrom, dem Permeatvolumenstrom \dot{V}_p . Auf der Permeatseite werden Partikeln mit einer kleineren Konzentration c_p von der Membran weg, aber mit demselben Matrixvolumenstrom \dot{V}_p abtransportiert ($c_p \leq c_{zu}$). Aus der Massenbilanz der Matrixflüssigkeit ergibt sich, dass der Abtransport von Feststoffpartikeln zurück in die Kernströmung nicht durch das konvektive Mitströmen in einem Trägermedium erfolgt. Stattdessen liegt eine Bewegung als Folge kinetischer eingetragener Energie vor, die durch die Oszillation der Membranen provoziert wird (Abstoßeffekt). Die Bewegungsrichtung ist der Strömungsrichtung des Fluides entgegengesetzt. Dieser Rücktransport wird mit $i_{ab,K}$ bezeichnet.

$$A \cdot \dot{c}_K = \dot{V}_p \cdot c_{zu} - \dot{V}_p \cdot c_p - i_{ab,K} \quad \text{Gleichung 6.2}$$

| | | | |
|-------------|--|------------|--|
| c_K | Konzentration im Porensystem der Membran | c_{zu} | Konzentration der zuströmenden Suspension ⁹ |
| A | Filterfläche der Membran | c_p | Konzentration des Permeates |
| \dot{V}_p | Permeatvolumenstrom | $i_{ab,K}$ | Partikelmassenstrom zurück in die Suspension |

Während der Zustrom unabhängig von der Feststoffkonzentration der Membran c_K ist, muss die Abhängigkeit der abführenden Massenströme von c_K erörtert werden. Einerseits sinkt der Feststoffabstrom im Permeat mit zunehmender Porenverstopfung. Andererseits steigt der suspensionsseitige Abtransport (Abstoßeffekt), weil die Ablagerungswahrscheinlichkeit mit zunehmender Anzahl verstopfter Poren sinkt.

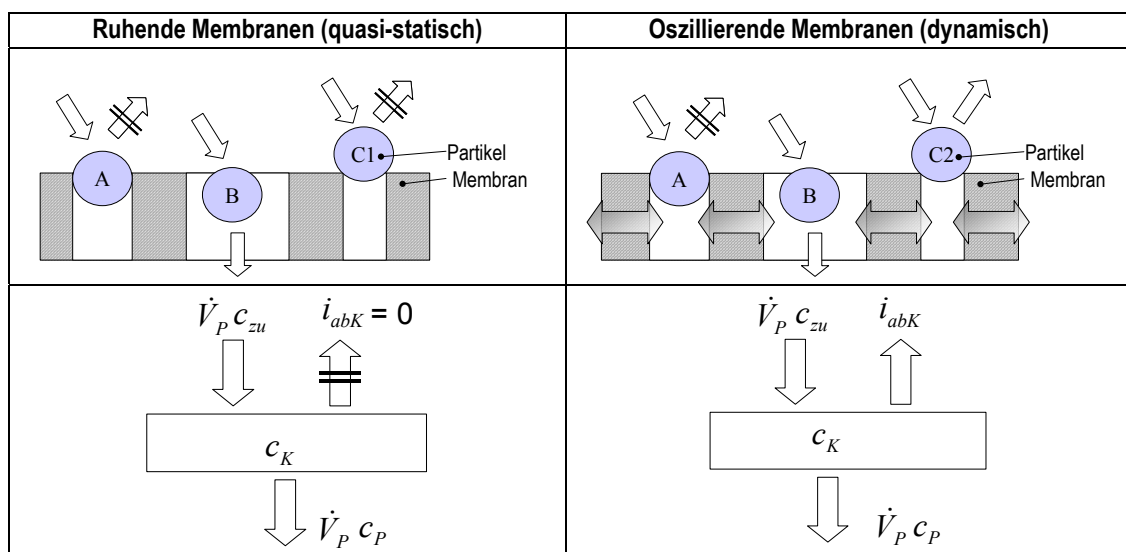


Bild 6.4. Stofftransport an ruhenden und an oszillierenden Membranen

⁹ Es wird hier vorausgesetzt, dass sich die Suspension innerhalb des Filtermoduls örtlich nicht verändert. Unter welchen Umständen diese Annahme zulässig ist, wird in 6.2.4 untersucht.

In Bild 6.4 sind die möglichen Fälle des Zurückhaltens bzw. Passierens eines Partikels beim Auftreffen auf eine Pore schematisch dargestellt. Sind Pore und Partikel gleich groß, lagert sich das Partikel in jedem Fall ab (A). Im Fall, dass das Partikel kleiner ist als die Pore wird es passieren (B). Ist das Partikel allerdings größer, so wird es bei ruhender Membran (quasistatische Filtration) abgelagert (C1). Im Fall der dynamischen Filtration besteht hingegen die Möglichkeit, dass es aufgrund der durch den Abstoßeffekt eingetragenen kinetischen Energie in die Kernströmung zurückgeführt wird (C2).

Permeatseitiger Abtransport

Je weiter Porenverstopfung und Porenverengung vorangeschritten sind, desto mehr angeströmte Partikeln werden zurückgehalten. Mit zunehmender Feststoffablagerung sinkt daher die Konzentration im Permeatstrom. Ein einfacher Zusammenhang, wie er in Bild 6.5 dargestellt ist, soll dieses Phänomen beschreiben. Von einer anfänglichen Konzentration im Permeat von $c_p^* \leq c_{zu}$ ist eine Reduktion bis zum vollständigen Zurückhalten aller Partikeln auf $c_p = 0$ möglich.

$$c_p = c_p^* - \lambda_p \cdot c_K \quad \text{Gleichung 6.3}$$

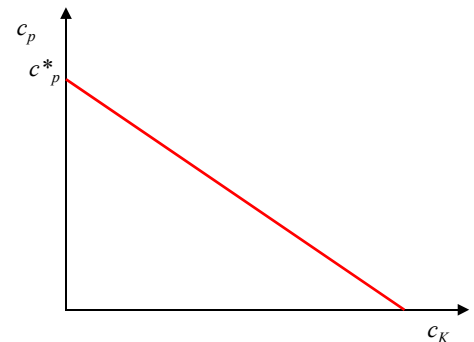


Bild 6.5 Qualitative Veränderung der Permeatkonzentration bei zunehmender Porenverengung infolge der Zunahme der Porenverstopfung und Porenverengung

Hier taucht die erste der drei Kenngrößen auf: λ_p . λ_p ist ein Koeffizient, der offensichtlich beschreibt, in welchem Ausmaß suspendierte oder gelöste Stoffe zurückgehalten werden.

Suspensionsseitiger Abtransport

Während der Feststoffabtransport im Permeat aufgrund der Porenverengung mit zunehmender Deckschicht sinkt, kann für den Rücktransport in die Kernströmung $i_{ab,K}$ von einem linearen Anstieg mit der Deckschicht ausgegangen werden. Zur Begründung werde beispielhaft das Schicksal eines zufälligen Partikels der Größe d^* betrachtet.

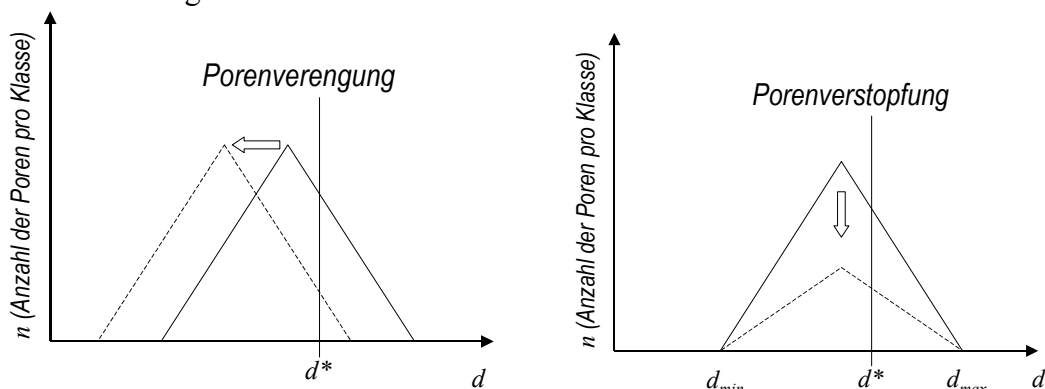


Bild 6.6. Verschiebung der Porenverteilung infolge einer Porenverengung (links) bzw. einer Porenverstopfung (rechts)

Die Wahrscheinlichkeit, dass dieses Partikel auf eine Pore trifft, die kleiner als d^* ist und damit gemäß den Prämissen aus Bild 6.4 in die Suspension zurückgeführt wird, steigt mit zunehmender Masse der Ablagerungen. Bild 6.6 zeigt, dass unter der vereinfachten Annahme der gezeigten

linearen Poren- und Partikelgrößenverteilungen davon ausgegangen werden kann, dass für dieses Phänomen die Porenverengung und weniger die Porenverstopfung verantwortlich ist. Dies gilt nicht für den Fall ruhender Membranen, auf denen sich die Partikel auch dann ablagern, wenn sie auf eine kleinere Pore treffen. Bei der dynamischen Filtration kann also aufgrund der oben gemachten Überlegungen eine linear ansteigende Zunahme der suspensionsseitigen Feststoffabstoßung mit der Konzentration im Porensystem c_K zugrunde gelegt werden. Der auf die Filterfläche A bezogene Feststoffrücktransport lässt sich dann wie folgt formulieren:

$$\frac{i_{abK}}{A} = \lambda_\omega \cdot c_K \quad \text{Gleichung 6.4}$$

Die durch λ_ω gekennzeichnete Kenngröße ist ein Maß für den Abstoßeffekt. In λ_ω werden verschiedene Einflussparameter zusammengefasst.

$$\lambda_\omega = f(\omega, s, r, \eta_M(c_f, \xi, T), \rho_M) \quad \text{Gleichung 6.5}$$

| | | | |
|----------|------------------------------------|----------|------------------------------------|
| ω | Oszillationfrequenz | η_M | Viskosität der Maische |
| r | Radius | c_F | Feststoffkonzentration der Maische |
| s | Spaltbreite zwischen den Membranen | ξ | Extraktkonzentration der Maische |
| ρ_M | Dichte der Maische | T | Temperatur |

Massenbilanz um die Membran

Ausgehend von den in Bild 6.4 skizzierten Massenströmen kann eine Massenbilanz der Partikeln um die Membran erstellt werden.

$$A \cdot \dot{c}_K = \dot{V}_p \cdot c_{zu} - \dot{V}_p \cdot c_p - i_{abK} \quad \text{Gleichung 6.6}$$

Wird die gesamte Gleichung auf die Filterfläche A bezogen, entsteht aus dem Permeatvolumenstrom der flächenspezifische Permeatfluss J_p . Ferner werden mit Hilfe der Gleichungen 6.3 und 6.4 c_p und $i_{ab,K}$ ersetzt:

$$\dot{c}_K = J_p \cdot (c_{zu} - c_p^*) + J_p \cdot \lambda_p \cdot c_K - \lambda_\omega \cdot c_K \quad \text{Gleichung 6.7}$$

Es ergibt sich eine gewöhnliche, lineare, inhomogene Differentialgleichung 1. Ordnung:

$$\frac{dc_K(t)}{dt} + (\lambda_\omega - J_p \cdot \lambda_p) \cdot c_K(t) = J_p \cdot (c_{zu} - c_p^*) \quad \text{Gleichung 6.8}$$

Unter der Randbedingung, dass zu Beginn der Filtration die Membran frei von Ablagerungen ist, $c_K(t=0) = 0$, lässt sich folgende Lösung ermitteln:

$$c_K = \frac{J_p \cdot (c_{zu} - c_p^*)}{\lambda_\omega - J_p \cdot \lambda_p} \left(1 - e^{-(\lambda_\omega - \lambda_p \cdot J_p)t}\right) \quad \text{Gleichung 6.9}$$

Diese als Sättigungsfunktion interpretierbare Gleichung wird zur leichteren Handhabung mit folgenden Begriffen verkürzt dargestellt:

$$c_K = c_K^* \left(1 - e^{-\Delta_K t}\right) \quad \text{Gleichung 6.10}$$

$$\text{Zeitkoeffizient für Porenverstopfung und -verengung} \quad \Delta_K = \lambda_\omega - \lambda_p \cdot J_p \quad \text{Gleichung 6.11}$$

$$\text{Für } \Delta_K > 0: \text{ Grenzkonzentration für } t \rightarrow \infty \quad c_K^* = \frac{J_p \cdot (c_{zu} - c_p^*)}{\Delta_K} \quad \text{Gleichung 6.12}$$

Deckschichtwiderstand über der Membran, R_D/c_D

Bisher wurde der Begriff „Deckschicht“ konsequent vermieden und durch den Begriff „Ablagerungen“ bzw. der Begriff „Partikel“ verwendet. Der Grund dafür liegt in der Differenzierung zwischen jenen Ablagerungen, die sich in der Membran befinden und zum Kapillarwiderstand durch Verstopfung und Verengung der Poren R_K beitragen und jenen Ablagerungen, die sich ablagern und eine tatsächliche Deckschicht bilden. Ein Schema zu dieser Vorstellung zeigt Bild 6.3 auf Seite 66. Analog zu der Herleitung der Konzentration im Porensystem der Membran c_K lässt sich gemäß Bild 6.7 (Ausschnitt aus dem Schema in Bild 6.3) eine Massenbilanz um die Deckschicht über der Membran erstellen.

$$A \cdot \delta \cdot \dot{c}_D = \dot{V}_p \cdot c_{zu} - \dot{V}_p \cdot c_{zu} - i_{ab,D} + i_{ab,K} \quad \text{Gleichung 6.13}$$

| Ruhende Membranen (quasi-statisch) | Oszillierende Membranen (dynamisch) |
|---|---|
| <p style="text-align: center;">c_D Deckschicht</p> | <p style="text-align: center;">c_D Deckschicht</p> |

Bild 6.7. Stofftransport an der Deckschicht

Aus denselben Gründen wie für $i_{ab,K}$ oben beschrieben ist, kann für $i_{ab,D}$ ein linearer Zusammenhang mit der Feststoffkonzentration zugrundegelegt werden. Je dichter gepackt die Deckschicht ist, desto schwieriger findet ein Partikel in der Deckschicht einen Platz.

$$\frac{i_{abD}}{A} = \lambda_D \cdot c_D \quad \text{Gleichung 6.14}$$

Der entsprechende Proportionalitätskoeffizient wird λ_D genannt. λ_D ist offensichtlich ein Maß für die Flüchtigkeit der Partikeln in der Deckschicht und sollte daher vom Transmembrandruck abhängig sein. Mit Gleichung 6.15 folgt aus 6.14

$$\delta \cdot \dot{c}_D(t) = \lambda_\omega \cdot c_K(t) - \lambda_D \cdot c_D(t) \quad \text{mit } \delta = \text{Deckschichthöhe} \quad \text{Gleichung 6.15}$$

Das Störglied dieser Gleichung ist hierbei gemäß der Gleichung 6.9 eine Funktion der Zeit. Unter der Randbedingung, dass die Deckschicht zum Zeitpunkt $t = 0$ partikelfrei ist, $c_D(t = 0) = 0$, ergibt sich eine Lösung:

$$c_D = \frac{\lambda_\omega \cdot c_K^*}{\lambda_D} - \frac{\lambda_\omega \cdot c_K^*}{\delta \cdot \left(\frac{\lambda_D}{\delta} - \Delta_K \right)} \cdot e^{-\Delta_K t} - \left(\frac{\lambda_\omega \cdot c_K^*}{\delta \cdot \left(\frac{\lambda_D}{\delta} - \Delta_K \right)} + \frac{\lambda_\omega \cdot c_K^*}{\lambda_D} \right) \cdot e^{-\frac{\lambda_D}{\delta} t} \quad \text{Gleichung 6.16}$$

Schon in der zugrundeliegenden Idee des Modells wurden die Ablagerungen, die zu Porenverengungen führen, und jene, die einen Beitrag zu einer Deckschicht leisten, in ihrer zeitlichen Abhängigkeit unterschieden. Die Porenverstopfung findet im Vergleich zur Deckschichtbildung sehr rasch statt. Ab dem Zeitpunkt, zu dem die Deckschichtkonzentration c_D relevante Werte annimmt, ist im Kapillarsystem der Membran bereits die Grenzkonzentration c_K^* erreicht. Das heißt, dass der Zeitkoeffizient für die Deckschichtbildung λ_D/δ im Vergleich zum Zeitkoeffizient für die Porenverengung Δ_K sehr groß ist. Wird der Grenzwert der Gleichung 6.16 für λ_D/δ gegen ∞ gebildet, ergibt sich eine Vereinfachung. Dieselbe Lösung wird erhalten, wenn in Gleichung 6.15 nicht mit der zeitabhängigen Konzentration $c_K(t)$, sondern mit dem (konstanten) Grenzwert c_K^* gerechnet wird:

$$c_D = \frac{\lambda_\omega \cdot c_K^*}{\lambda_D} \cdot \left(1 - e^{-\frac{\lambda_D \cdot t}{\delta}} \right) \quad \text{Gleichung 6.17}$$

Es zeigt sich nun für die Deckschichtkonzentration wieder dieselbe Gleichungsform wie für die Konzentration im Kapillarsystem der Membran c_K . Auch hier sollen für eine übersichtliche Gestaltung folgende Abkürzungen eingeführt werden:

$$\text{Zeitkoeffizient der Deckschichtbildung} \quad \Delta_D = \frac{\lambda_D}{\delta} \quad \text{Gleichung 6.18}$$

$$\text{Grenzkonzentration der Deckschicht für } t \rightarrow \infty \quad c_D^* = \frac{\lambda_\omega \cdot c_K^*}{\lambda_D} \quad \text{Gleichung 6.19}$$

6.1.3 Gesamtwiderstand und seine Analyse

Um den gesamten Filterwiderstand formulieren zu können, muss auf den zugrunde gelegten Zusammenhang von Filterwiderstand und Konzentration der Ablagerungen zurückgegriffen werden. Es können hier also zwei Proportionalitätskoeffizienten (K_K und K_D) eingeführt werden, die allerdings nicht weiter verfolgt werden, da sie keinen Beitrag zum rein qualitativen Verlauf der Funktion leisten.

$$\text{Grenzwiderstand der Deckschicht für } t \rightarrow \infty \quad R_D^* = K_D \cdot c_D^*$$

$$\text{Widerstand den Kapillarwiderstand des Porensystems für } t \rightarrow \infty \text{ (bei } \Delta_K > 0) \quad R_K^* = K_K \cdot c_K^*$$

Mit diesen Widerständen kann aus Gleichung 6.1 der Gesamtwiderstand nun wie folgt gebildet werden:

$$R = R_M + R_K^* \cdot (1 - e^{-\Delta_K \cdot t}) + R_D^* \cdot (1 - e^{-\Delta_D \cdot t}) \quad \text{Gleichung 6.20}$$

Dabei sind die Zeitkoeffizienten und die Widerstände für $t \rightarrow \infty$ der Membran und Deckschicht abgekürzt:

| | Kapillarwiderstand R_K (Porenverstopfung / -verengung) | Deckschichtwiderstand R_D (Deckschichtbildung / -verdichtung) |
|--|---|--|
| Zeitkoeffizient | $\Delta_K = \lambda_\omega - \lambda_p \cdot J_p$ | $\Delta_D = \frac{\lambda_D}{\delta}$ |
| Grenzwiderstand ($t \rightarrow \infty$) | $R_K^* = K_K \frac{J_p \cdot (c_{zu} - c_p^*)}{\Delta_K}$ | $R_D^* = K_D \frac{\lambda_\omega \cdot c_K^* \cdot \delta}{\Delta_D}$ |

Analyse der Modellgleichung

Die in Gleichung 6.20 noch als Anpassgrößen vorhandenen Terme $R_{K,D}^*$ und $\Delta_{K,D}$ können experimentell bestimmt werden. Sie beinhalten Informationen darüber, wie verschiedene Prozessparameter zusammenwirken und damit Einfluss auf den Filtrationsverlauf nehmen. Manche Größen finden sich explizit in diesen Termen, wie z. B. der Permeatfluss J_p oder die Konzentration c_{zu} . Andere Einflussgrößen werden zunächst noch in den Kenngrößen λ_p , λ_ω und λ_D zusammengefasst. Die inhaltliche Bedeutung dieser Kenngrößen geht aus der Herleitung der Modellgleichung hervor und kann wie folgt formuliert werden.

- λ_p Kenngröße für den permeatseitigen Partikelabtransport bzw. für das Ausmaß, in dem Stoffe an der Membran zurückgehalten werden. Beispiel: λ_p ist groß, wenn die Suspension eine hohe β -Glucankonzentration aufweist.
- λ_ω Kenngröße für den membranseitigen Partikelabtransport (Abstoßeffect), dessen Ursache im Falle der Oszillationsfiltration die oszillatorische Bewegung der Membranen ist.
- λ_D Kenngröße, die die Flüchtigkeit von Partikeln in einer sich auf der Membran bildenden Deckschicht charakterisiert. Beispiel: bei hohem Transmembrandruck ist λ_D klein, da die Partikeln besser in der Deckschicht festgehalten werden.

Dominanz des Kapillarwiderstandes R_K

Mit diesen Informationen kann nun die Modellgleichung genauer analysiert werden. So ist Δ_K nicht nur ein „Zeitkoeffizient“, der bestimmt, wie schnell der Filterwiderstand steigt, sondern er ist auch ein Maß, das die „Rivalität“ des Abstoßeffektes λ_ω mit dem Abscheiden von Partikeln an der Membran $\lambda_p \cdot J_p$ ausdrückt.

$$\Delta_K = \lambda_\omega - \lambda_p \cdot J_p$$

Δ_K wird negativ, wenn der Abstoßeffekt die Dominanz gegenüber dem Abscheiden verliert. Wie noch zu ergründen ist, kann dies die Folge bestimmter Veränderungen der Prozessparameter sein: beispielsweise die Folge einer zu kleinen Oszillationsfrequenz, einer zu hohen Feststoffkonzentration oder einer sehr hohen β -Glucankonzentration. Das negative Vorzeichen von Δ_K hat zur Folge, dass sich der Widerstand des Porensystems R_K in der Modellgleichung 6.20 von einer asymptotischen Funktion zu einer Exponentialfunktion wandelt und den Gesamtwiderstand R dominiert.

Nach dieser Analyse lassen sich bei einer Dominanz des Gesamtwiderstandes durch den Kapillarwiderstand drei Filtrationsverhaltensmuster skizzieren.

Fall I Zu Beginn einer Filtration mit neuen oder mit gut gereinigten
schnell Membranen steigt der Widerstand an und nähert sich rasch einem
asymptotisch maximalen Wert R_K^*

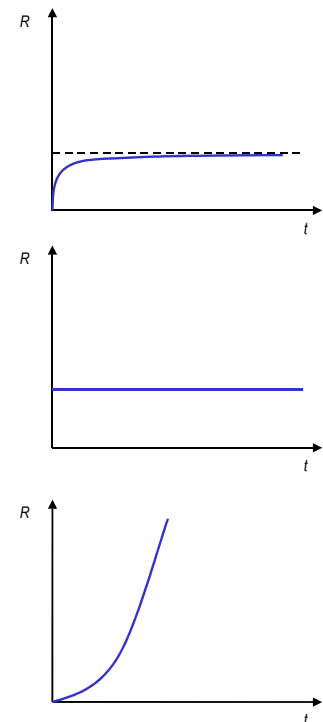
$$\Delta_K > 0$$

Fall II Fortsetzung von Fall I: für große Zeiten ($t \rightarrow \infty$), bleibt der
stationär Widerstand konstant. Dies gilt auch für Folgechargen, wenn die
Membran nicht (intensiv) gereinigt wurde.

$$\Delta_K > 0$$

Fall III Wird der Effekt der dynamischen Filtration entfernt (keine
instationär Oszillation bzw. quasi-statische Filtration), dann ist der
exponentiell Rücktransportkoeffizient null ($\lambda_\omega = 0$). Dadurch kehrt sich das
Vorzeichen von Δ_K um. Dies geschieht auch, wenn der
Abstoßeffekt zu klein ist, so dass $\lambda_\omega < J_p \cdot \lambda_p$ ist. Die Folge ist

$\Delta_K < 0$ jeweils der exponentielle Anstieg des Filterwiderstandes.



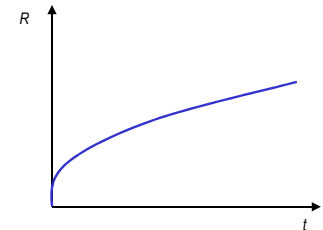
Aber nicht nur der zeitliche Verlauf der Filtration wird durch den Wert, den der Abstoßkoeffizient λ_ω annimmt, bestimmt, sondern zudem auch das Niveau des Filterwiderstandes. Eine experimentelle und theoretisch begründete Analyse des Einflusses der Prozessparameter auf λ_ω wird im Zusammenhang mit dem Einfluss der Prozessparameter vorgenommen.

Dominanz des Deckschichtwiderstandes R_D (überkritischer Transmembrandruck)

Die oben gezeigten Filtrationsverhalten beziehen sich auf die Dominanz des Kapillarwiderstandes R_K . Dies gilt für den Fall kleiner Transmembrandrücke. Wie später durch experimentelle Befunde gezeigt wird, hat der Deckschichtwiderstand R_D bei kleinen Drücken keine Relevanz für den Gesamtwiderstand. Dies stimmt mit den Ansätzen des Modells überein, indem die Deckschicht wie ein komprimierbarer Filterkuchen betrachtet wird. Bei einem hohen Druck werden die Partikeln

besser in der Deckschicht festgehalten und dichter gepackt. Bei kleinem Transmembrandruck ist die Deckschicht locker gepackt, so dass ein nur kleiner Konzentrationsunterschied zwischen Suspension und Deckschicht besteht. In diesem Fall bietet die Deckschicht keinen zusätzlichen Widerstand R_D . Wie R_K kann $R_D = f(t)$ als Sättigungsfunktion betrachtet werden. Im Unterschied zum Kapillarwiderstand ist es jedoch nicht möglich, dass sich der Deckschichtwiderstand zu einer Exponentialfunktion entwickelt. Dies ergibt sich aus der Modellgleichung, da der Zeitkoeffizient keine Summe (bzw. Differenz) ist und daher nicht negativ werden kann. Wird ein exponentieller Anstieg des Gesamtwiderstandes beobachtet, so kann dies nur die Folge des Verengens und Verstopfens des Porensystems der Membran, nicht aber der Widerstand einer wachsenden Deckschicht sein.

Fall IV Es liegt ein ausgeprägter Abstoßeffekt vor, aber aufgrund des
langsam hohen Transmembrandruckes verdichten sich die abgestoßenen
asymptotisch Partikeln in einer über der Membran befindlichen Deckschicht.



6.1.4 Experimentelle Prüfung

Für den hergeleiteten Zusammenhang zwischen dem Gesamtfilterwiderstand und der Zeit als reduziertes Abbild der realen Vorgänge wird unter allen Betriebsbedingungen eine sehr gute Übereinstimmung mit den experimentellen Beobachtungen gefunden. Exemplarisch werden nachfolgend die grundlegend unterschiedlichen Fälle möglichen Filtrationsverhaltens dargestellt, die sich alle mit der erörterten Gleichung 6.20 beschreiben lassen.

Zunächst sei der Fall ruhender Membranen, also die quasi-statische Filtration betrachtet. Es ergibt sich, wie erwartet, ein exponentieller Anstieg des Filterwiderstandes. Die Anpassung der Messdaten an das Modell mit den Variablen R_K^* und Δ_K ergibt einen negativen Koeffizient ($\Delta_K = -419 \text{ s}^{-1}$). Da kein Abstoßeffekt vorliegt, wird das Verhalten vom Abscheiden der Partikel dominiert. Ein rechtzeitiges Einschalten der Oszillation kann diesen Anstieg stoppen (nicht dargestellt). Die Übereinstimmung der Messdaten mit dem Modell ist bei einem Bestimmtheitsmaß von $r^2 > 0,99$ sehr gut.

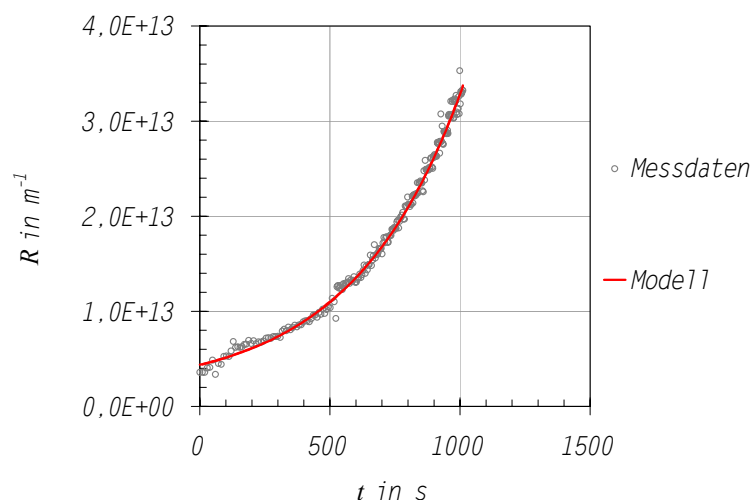


Bild 6.8. Experimentelle Prüfung des Modells hinsichtlich des zeitlichen Verlaufes des hydrodynamischen Gesamtwiderstandes im Fall von ruhenden Membranen (quasistatische Filtration von Maische); $T = 70 \text{ }^\circ\text{C}$, $r^2 > 0,99$

Bild 6.9 zeigt, dass bei einer Filtration mit neuen oder gut gereinigten Membranen der Kapillarwiderstand ausgehend vom Membranwiderstand (exakt: Widerstand der Membran und des Drainagesystems $R_M = 2,7 \cdot 10^6 \text{ m}^{-1}$)¹⁰ rasch auf etwa $R = 6,5 \cdot 10^6 \text{ m}^{-1}$ ansteigt und dann konstant bleibt.¹¹ Bei einem niedrigen Transmembrandruck (hier 406 mbar) hat offensichtlich der Widerstand der Deckschicht R_D keine Bedeutung. Daraus folgt, dass der Deckschichtwiderstand gegenüber dem Kapillarwiderstand vernachlässigt werden kann: $R_D \approx 0$. Der Gesamtwiderstand verkürzt sich auf $R = R_M + R_K$. Schließen sich an eine Filtration mit neuem oder gut gereinigtem Membranmaterial, wie sie in Bild 6.9 gezeigt ist, weitere Filtrationschargen ohne Reinigungsmaßnahmen an, dann beginnen sie gleichsam mit der Fortsetzung der vorherigen Filtration, also bei „ $t \rightarrow \infty$ “. So zeigt die untere Kurve in Bild 6.10, dass in diesem Fall tatsächlich ein konstanter Filtrationswiderstand zu beobachten ist, also ein stationäres Verhalten vorliegt. Bei höheren Transmembrandrücken hingegen – die Größenordnung wird später erörtert – kann der Deckschichtwiderstand nicht vernachlässigt werden, da die Verdichtung der Packung einen über Stunden dauernden Anstieg des Widerstandes zur Folge hat. Diesen *drucküberkritischen* Fall mit einem Anstieg auf das 10-fache des Membranwiderstandes innerhalb mehrerer Stunden zeigt die obere Kurve in Bild 6.10. Es gilt:

$$R = R_M + R_K + R_D$$

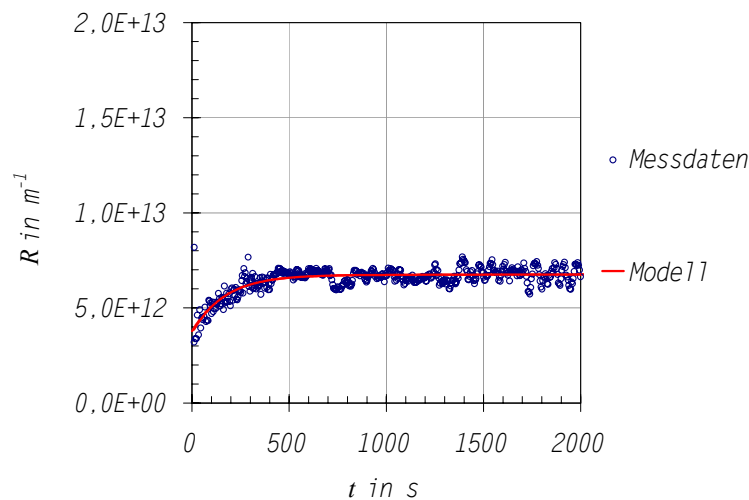


Bild 6.9. Experimentelle Prüfung des Modells hinsichtlich des zeitlichen Verlaufes des hydrodynamischen Gesamtwiderstandes bei der Oszillationsfiltration mit neuen Membranen (dynamische Filtration von Maische); $\Delta p_{TM} = 406 \text{ mbar}$, $\omega = 378 \text{ s}^{-1}$, $T = 70 \text{ }^\circ\text{C}$, $\Delta_K = 167 \text{ m}^{-1}$

Der Zeitkoeffizient für R_D ist in diesem Fall um etwa das 10-fache höher als der des Kapillarwiderstandes R_K ($\Delta_K = 116 \text{ s}^{-1}$, $\Delta_D = 9875 \text{ s}^{-1}$). Das bedeutet, dass der Grenzwiderstand R_K^* bereits nach wenigen Minuten erreicht ist, während der weitere, über Stunden dauernde Anstieg des Gesamtwiderstandes R auf die Deckschichtbildung infolge hohen Transmembrandruckes zurückzuführen ist. Ein Wechsel von stationärem Verhalten zu deckschichtdominierten, asymptotischen Verhalten und umgekehrt ist durch Änderung des Transmembrandruckes möglich.

In Bild 6.11 ist neben einer durchgehend drucküberkritischen Filtration (asymptotischer Verlauf) dargestellt, dass ein Wechsel von zunächst ebenfalls asymptotischen Verhalten zu einem stationären Verhalten möglich ist, wenn der Druck auf ein unterkritisches Maß gesenkt wird. Gleichzeitig ergibt sich durch das Druckabsenken ein Anstieg des Widerstandes auf ein höheres Niveau. Um dieses

¹⁰ Bestimmung von R_M mittels Wasserpermeationsversuche.

¹¹ Die größere Streuung der Messpunkte um die berechnete Kurve im Vergleich zur quasi-statischen Filtration (Bild 6.8) liegt in stärkeren Druckschwankungen durch die Oszillation im Vergleich zu ruhenden Membranen begründet.

Phänomen richtig zu deuten, bedarf es weiterer Informationen, die Gegenstand des nachfolgenden Abschnitts 6.2.1 über den Einfluss des Transmembrandruckes sind; denn auch der Membranwiderstand R_M ist - bei sehr kleinen Transmembrandrücken - vom Druck abhängig (Unterschreiten des kapillaren Eintrittsdruckes kleiner Poren). Daher wird zwar nach Absenken des Druckes ein stationärer Zustand herbeigeführt, gleichzeitig steigt der Widerstand aber auf ein höheres Niveau.

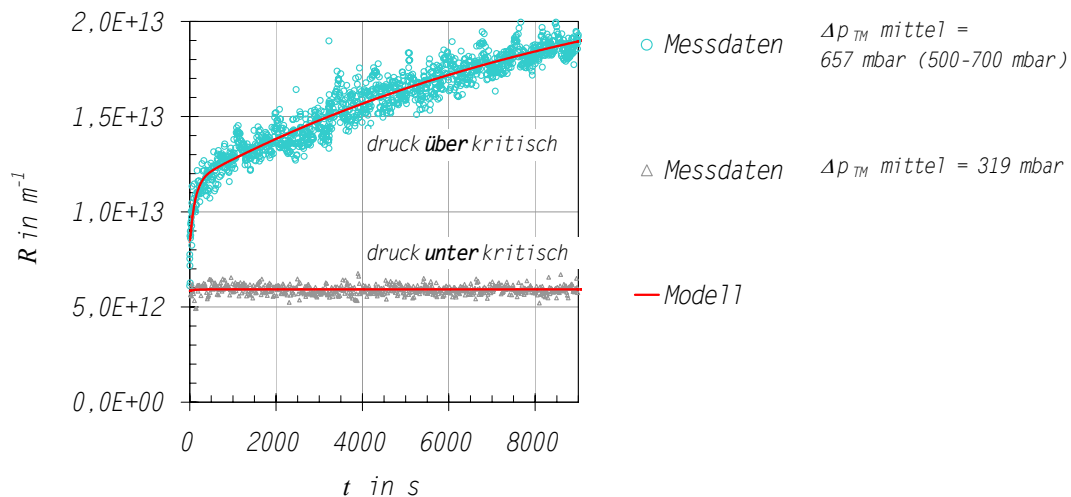


Bild 6.10 Experimentelle Prüfung des Modells hinsichtlich des zeitlichen Verlaufes des hydrodynamischen Gesamtwiderstandes bei oszillierenden Membranen (dynamische Filtration von Maische) mit über- und unterkritischen Transmembrandruck; $T = 70\text{ °C}$, $\omega = 378\text{ s}^{-1}$

Auch ein Wechsel zu exponentiellem Verhalten kann belegt werden. Bild 6.12 zeigt dazu ein Beispiel, bei welchem durch Erhöhen der Feststoffkonzentration ab einem kritischen Wert der Wechsel zum exponentiellen Verhalten vollzogen wird.

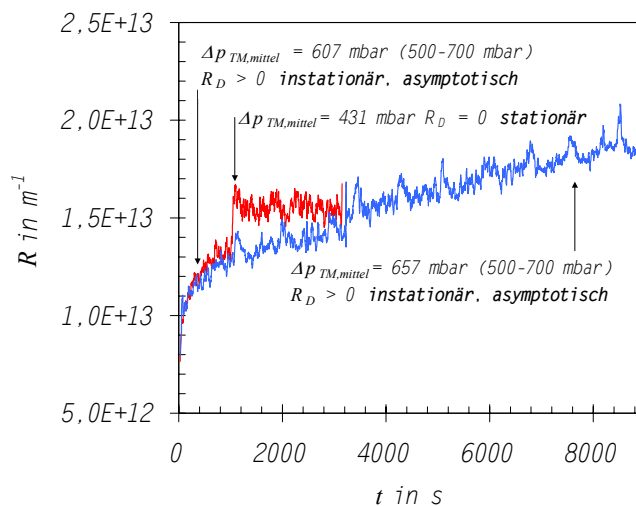


Bild 6.11. Überführen des deckschichtdominierten Filtrationsverhaltens in ein stationäres Verhalten durch Absenken des Transmembrandruckes (bei gleichzeitigem Anstieg des Filterwiderstandes infolge des Unterschreitens des kapillaren Eintrittsdruckes kleiner Poren); $T = 70\text{ °C}$, $\omega = 378\text{ s}^{-1}$

An diesen Übergängen im Filtrationsverhalten zeigt sich, dass das kinetische Filtrationsmodell zwar den qualitativen Verlauf für alle realen Fälle des Filtrationsverhaltens wiedergeben kann, jedoch liegen in den Anpassgrößen ($\Delta_{K/D}$ und $R_{K/D\infty}$) weitere wichtige Informationen hinsichtlich des Einflusses der Prozessparameter. Sie betreffen vor allem die Frage, wann ein Übergang von

stationärem Verhalten zu instationärem Verhalten stattfindet. Die nachfolgenden Abschnitte befassen sich daher mit den Einflüssen der Prozessparameter und ihren Wechselwirkungen.

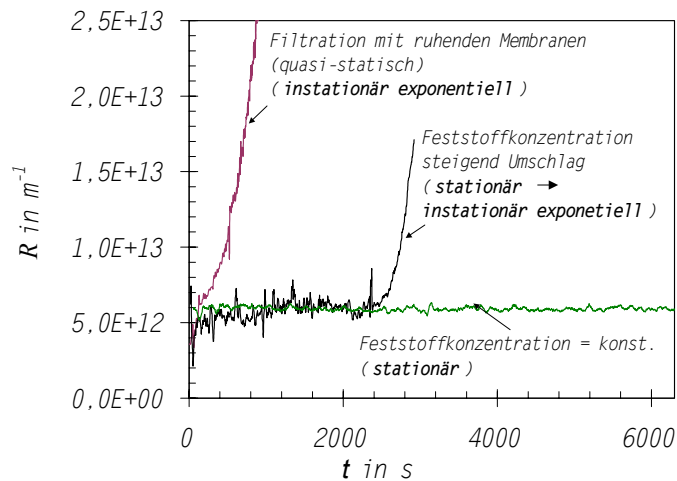


Bild 6.12. Umschlag von stationärem zu exponentiellem Filtrationsverhalten durch Erhöhen der Feststoffkonzentration der Suspension (Reduktion von λ_ω bis $\Delta_K < 0$); zum Vergleich stationäres Verhalten $\Delta_K > 0$ mit konstanter Feststoffkonzentration und quasi-statische Filtration (keine Oszillation $\lambda_\omega = 0$)

Ein Rückblick auf Bild 6.1, Seite 65, zeigt die Relation der drei wichtigsten Verlaufsformen an einer einheitlichen Achsenskalierung. Die sich daraus ergebenden möglichen Filtrationsverläufe sind in Bild 6.13 organisiert.

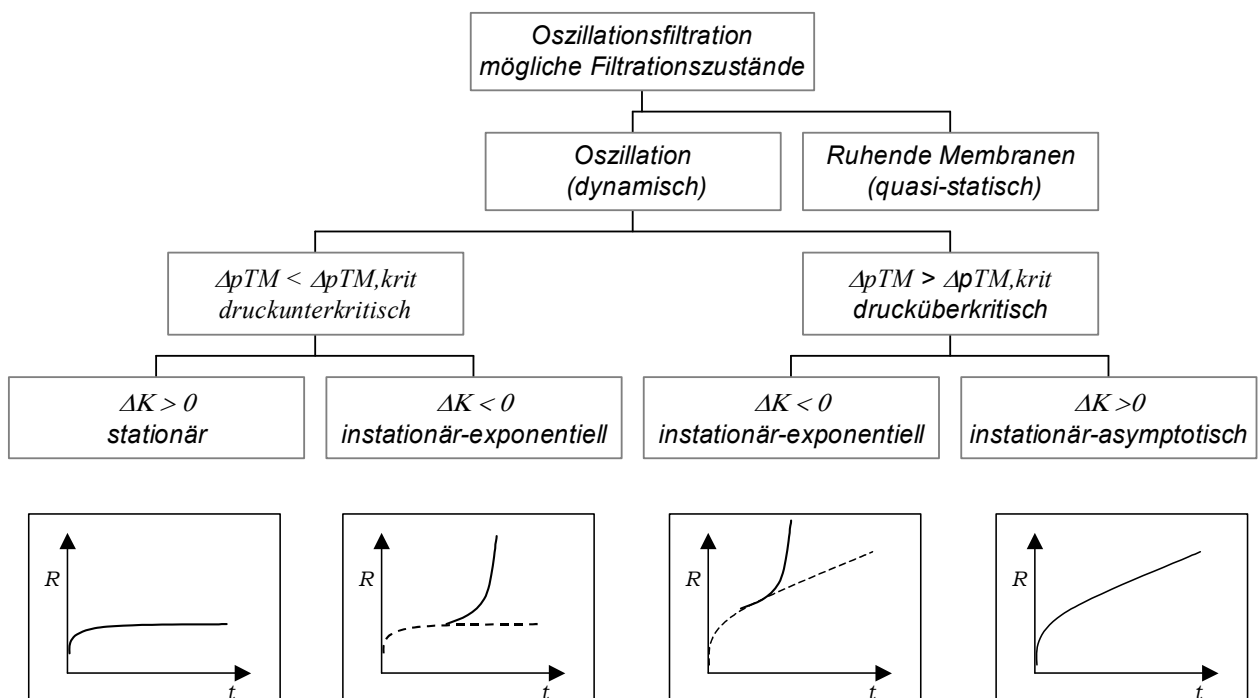


Bild 6.13. Mögliche Filtrationszustände der dynamischen Filtration mit oszillierenden Membranen

6.2 Einfluss der Prozessparameter

Dieser Abschnitt befasst sich mit den Effekten der einzelnen Prozessparameter im praxisrelevanten Bereich. Dabei werden in einem ersten Schritt jeweils einzelne Parameter variiert, während die übrigen konstant bleiben („Standardeinstellungen“).

Im anschließenden Abschnitt wird dann gezielt das Zusammenspiel der Parameter untersucht. Die variablen Größen des Prozesses, die als Prozessparametern verstanden werden, sind in Tabelle 6.1 gegliedert. Ferner gibt die Tabelle die Standardbedingungen wieder, die, sofern nicht anders benannt, die Einstellung der jeweils konstanten Größen eines Versuches darstellen.

Neben der reinen Darstellung der Einflüsse der Prozessparameter und ihren Wechselwirkungen wird in drei Annäherungen schrittweise eine Erklärung für die Wirkungsweise des Abstoßeffektes gefunden. In jedem Schritt wird unter Beibehalten der zuvor getroffenen Feststellungen eine Erweiterung vorgenommen:

1. Schritt: Bedeutung der Oszillationsfrequenz und –amplitude (6.2.2)
2. Schritt: Einbinden der viskositätsrelevanten Größen (6.2.3)
3. Schritt: Einbinden der Spaltweite und Zusammenführen aller Einflussgrößen (6.3.4)

Tabelle 6.1. Technische Einflussgrößen bei der Maischefiltration mittels der Oszillationsfiltration

| übergeordnete Einflussgröße | untergeordnete Einflussgröße | Standardeinstellung |
|--|---|---|
| 1 Transmembrandruck | | $\Delta p_{TM} < 500$ mbar |
| 2 Suspensionseigenschaften–viskositätsrelevante Größen | | $\eta_M = 8,9$ mPa s ; $\eta_W = 2,035$ mPa s |
| | 2.1 Konzentration der suspendierten Stoffen | $c_F = 3,75$ % |
| | 2.2 Konzentration der gelösten Stoffen | $\xi = 19$ % GG |
| | 2.3 Prozesstemperatur | $T = 70$ °C |
| | 2.4 Extraktzusammensetzung | $Q_M =$ normal gelöstes Malz* |
| 3 Oszillation | 3.1 Oszillationsfrequenz | $f = 60,33$ s ⁻¹ |
| | 3.2 Oszillationsamplitude | $Y^* = 1,9$ cm (bei 60,33 Hz **) |
| 4 Modulgeometrie und Überströmung | 4.1 Maße der Filterfläche | $R_a = 0,265$ m, $R_i = 0,085$ m |
| | 4.2 Spaltweite | $s = 3,8$ mm |
| | 4.3 Umwälzvolumenstrom | $\dot{V}_u = 460$ l/h |
| | 4.4 Strömungsrichtung im Modul | von außen nach innen |

* bei Feinstvermahlung, EYBEN-Maischverfahren mit $h = 3$ kg/kg, β -Glucangehalt ≈ 100 mg/l

** bei $r = 0,33$ m, 6 Membranscheiben, Spaltweite $s = 3,8$ mm und wassergefülltem Modul

6.2.1 Transmembrandruck

Die Analyse und Prüfung der Modellgleichung 6.20 stellt bereits heraus, dass von den drei Einzelwiderständen der Deckschichtwiderstand R_D nur bei hohen (überkritischen) Drücken einen relevanten Beitrag zum Gesamtwiderstand leistet. Dies bestätigt sich auch in weiteren Versuchen zum Einfluss des Transmembrandruckes. Aber auch eine Abhängigkeit des Membranwiderstandes und des Kapillarwiderstandes sind zu berücksichtigen.

$$R = R_M + R_K + R_D$$

R_M Membranwiderstand

R_K Kapillarwiderstand durch Porenverengung und Porenverstopfung in der Membran

R_D Deckschichtwiderstand durch Ablagerungen auf der Membran

Die obere Messreihe in Bild 6.14 zeigt den Gesamtfilterwiderstand bei einer Maischefiltration, aufgenommen in einer rasch durchschrittenen Druckrampe. Der Verlauf dieser Kurve ist wie folgt zu erklären: Im Bereich großer Drücke gewinnt die Bildung und Verdichtung einer Deckschicht an Bedeutung. Der Anstieg des Widerstandes oberhalb von 600 mbar ist darauf zurückzuführen. Das Minimum stellt folglich den kritischen Transmembrandruck $\Delta p_{TM,krit}$ dar. Unterhalb von $\Delta p_{TM,krit}$ kann

der Deckschichtwiderstand vernachlässigt werden. Hier setzt sich der Gesamtwiderstand alleine aus dem Membranwiderstand R_M und dem zusätzlichen Kapillarwiderstand durch Verengung und Verstopfung von Poren R_K zusammen. Deshalb kann in diesem Bereich der Widerstand R_K aus der Differenz von Gesamtwiderstand und Membranwiderstand berechnet werden (siehe Bild 6.14). Dass die Teilwiderstände R_M und R_K mit zunehmenden Druck deutlich abnehmen, überrascht zunächst.

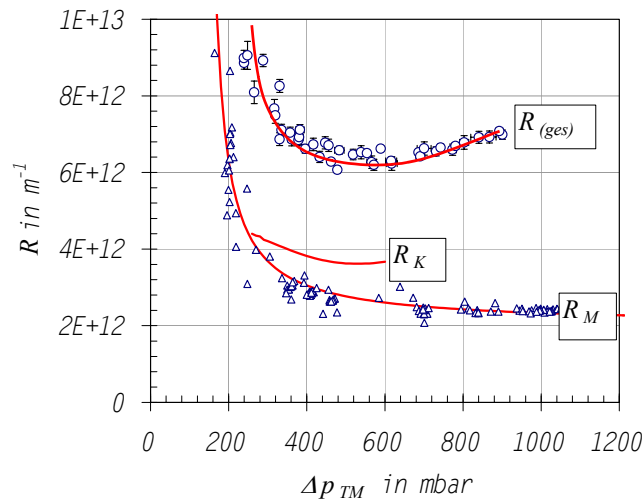


Bild 6.14. Gesamtwiderstand R bei der Maischefiltration ($c_F = 8,85\%$) und Membranwiderstand R_M in Abhängigkeit vom Transmembrandruck gemessen in einer Druckrampe

Die Erklärung dafür ist in Oberflächeneffekten zu finden, die sich bei der Mikrofiltration mit höheren Drücken gewöhnlich nicht bemerkbar machen. Trotz einer Hydrophilisierung der hydrophoben PTFE-Membranen mit Alkohol existieren Kapillarkräfte, die einen zusätzlichen Strömungswiderstand darstellen. Diese Kapillarkräfte sind nach der LAPLACE-Gleichung (Gleichung 2.6) umgekehrt proportional zum Kapillardurchmesser. Bei einem kapillaren Eintrittsdruck von $\Delta p_E = 170$ mbar werden die größten Poren durchströmt, während kleinere Poren erst bei höheren Drücken überwunden werden.

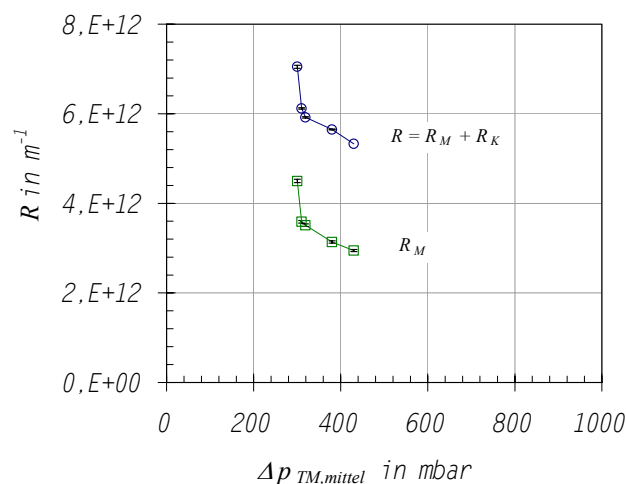


Bild 6.15. Messung des mittleren Gesamtwiderstandes R bei 5 2-stündigen Maischefiltrationsversuchen aufgetragen über den mittleren Transmembrandrücken sowie des Membranwiderstandes R_M aus Wasserpermeationsversuchen ($T = 30\text{ °C}$)

Dem Diagramm ist zu entnehmen, dass bei größer werdendem Transmembrandruck mehr und mehr Poren und schließlich auch die kleinsten Poren durchströmbar sind. Von diesem Phänomen, das in Bild 6.11 bereits aufgetreten ist, ist auch der sog. Kapillarwiderstand R_K betroffen, der durch

Ablagerungen zu einer Verengung des Membranporensystems führt. Dieser Widerstand R_K hat etwa denselben Betrag wie der Membranwiderstand ($2,5\text{-}3 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-1}$). Es sei daran erinnert, dass bei dem Membranwiderstand hier zur einfachen Handhabung auch nachgeschaltete Strömungswiderstände, insbesondere das Permeatdrainagesystem, mitberücksichtigt werden. Der Widerstand durch die Deckschichtbildung bei hohen Drücken kann deutlich höhere Werte annehmen, wie aus der experimentellen Prüfung des kinetischen Modells im vorherigen Abschnitt bereits hervorging. In der Darstellung in Bild 6.14 lassen sich diese hohen Widerstände nicht zeigen, da die Druckrampe rasch durchschritten wurde und daher die Zeitabhängigkeit, die in diesem überkritischen Bereich vorliegt, nicht zum Tragen kommt.

Bei der Beobachtung mehrstündiger Filtrationsversuche im druckunterkritischen Bereich ergibt sich dasselbe Bild wie bei den Druckrampeversuchen. In Bild 6.15 sind 5 Filtrationen mit unterschiedlichen mittleren Transmembrandrücken dargestellt. Auch hier sind den Gesamtwiderständen die Membranwiderstände bei den entsprechenden Drücken, die in Wasserpermeationsexperimenten ermittelt wurden, gegenübergestellt.

Das Resümee der Untersuchung der Druckabhängigkeit ist, dass in einem unterkritischen Druckbereich ($\Delta p_{TM} < \Delta p_{TM,krit}$) ein stationäres Filtrationsverhalten vorliegen kann. Der Übergang vom stationären Zustand zum instationären ist in beide Richtungen möglich. Es besteht ein Optimum für den Transmembrandruck, bei dem ein minimaler Filterwiderstand erreicht wird. Dieses Optimum stellt zugleich den kritischen Transmembrandruck dar. Oberhalb dieses kritischen Wertes beginnt der zeitabhängige Widerstand, der durch die Bildung und Verdichtung einer Deckschicht entsteht, Einfluss zu nehmen. Wie in Abschnitt 6.3 erörtert wird, ist bezüglich dieses kritischen Transmembrandruckes eine Wechselwirkung mit der Suspensionsviskosität zu beachten.

6.2.2 Oszillation der Membran

Funktionsweise des Abstoßeffektes bei der Oszillationsfiltration (erste Annäherung)

Es wird davon ausgegangen, dass wie bei konventionellen dynamischen Trenntechniken eine Scherbeanspruchung an der Membran für den sog. Abstoßeffekt ursächlich verantwortlich ist. Auf diese Weise wird kinetische Energie in das System eingetragen, die das Abstoßen ablagerungswilliger Partikeln zurück in die Suspension bewirkt.

Die radiale Überströmung infolge der Umwälzbewegung leistet bei der Oszillationsfiltration keinen nennenswerten Beitrag für die Scherbeanspruchung, wie die Versuche mit ruhenden Membranen zeigen. Die Relativbewegung der Membran zur Suspension in tangentialer Richtung ist folglich der Ursprung des Abstoßeffektes bei der Oszillationsfiltration. Anders als bei herkömmlichen dynamischen Filtrationstechniken ist das Geschwindigkeitsgefälle allerdings nicht stationär, sondern entwickelt sich sinusförmig mit der Zeit. Dadurch entstehen massive Beschleunigungen, die den Betrag und die Richtung des Geschwindigkeitsvektors stetig ändern.

Frequenz und Auslenkung sind gemäß Gleichung 4.9 $Y = f(\omega)$ voneinander abhängig. Das Produkt beider Größen ist ein Maß für die Relativgeschwindigkeit der Membran zur Suspension.

$$w = 2 \cdot \pi \cdot f \cdot Y = \omega \cdot Y \quad \text{Gleichung 6.21}$$

Da die Auslenkung Y vom Radius abhängt, ist auch die Scherbeanspruchung ortsabhängig. Aufgrund der messtechnischen Möglichkeiten kann aber keine experimentelle Differenzierung diesbezüglich vorgenommen werden¹². Bei der nachfolgenden Darstellung von Ergebnissen bezieht sich daher die

¹² Die Bedeutung der Ortsabhängigkeit für das Filtrationsverhalten wird im Abschnitt 6.2.4 anhand von Berechnungen diskutiert.

Sternkennzeichnung (Y^* und w^*) auf die Amplituden bei einem Radius von $r = 0,33$ m. Bild 6.16 zeigt schematisch, wie sich eine unterschiedlich ausgebildete Oszillationsbewegung auf das für den Abstoßeffekt verantwortliche Schergefälle κ auswirken. Bei ruhenden Membranen (D) liegt kein Schergefälle, also auch keine Partikelabstoßung vor. Im Falle von oszillierenden Membranen und einer Haftung der Suspension an der Membranoberfläche wird Bewegungsenergie durch die innere Reibung der Suspension in das Innere des Spaltes weitergeleitet. Das resultierende Geschwindigkeitsprofil, dessen Form nicht exakt bekannt ist, sei vereinfacht als lineares Gefälle dargestellt. In jedem Fall führt eine größere Amplitude der Membranauslenkung auch zu einem größeren Schergefälle (Fälle C und B im Bild 6.16). In einem von der inneren Reibung der Suspension abhängigen Abstand fällt die übertragende Bewegungsenergie auf Null ab. In diesem Abstand von der Membran ist die Suspension unbeeinflusst von der Membranbewegung.

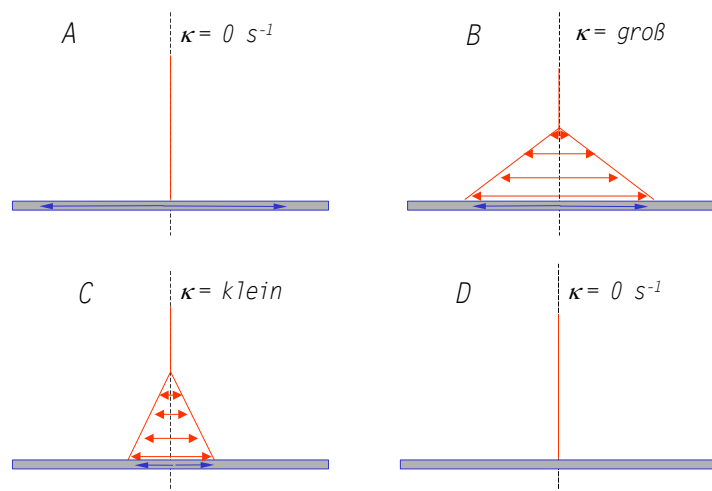


Bild 6.16. Einfluss der Oszillationsfrequenz auf das Schergefälle: vereinfachte Darstellung der Relativgeschwindigkeitsprofile über der Membran in tangentialer Richtung; A – extrem hohe Frequenz, keine Haftung der Maische an der Membran; B – großes Schergefälle infolge hoher Frequenz; C – kleines Schergefälle infolge kleiner Frequenz; D – ruhende Membranen, kein Schergefälle

Da bei Suspensionen nicht in allen Fällen Wandhaften unterstellt werden kann, muss mit steigender Frequenz mit einem Gleiten der Suspension über der Membran gerechnet werden. Die Scherbeanspruchung würde dadurch reduziert werden, so dass im Extremfall die Suspension über der gesamten Spaltweite in Ruhe verhardt (A). Die Schlussfolgerung dieser ersten Erörterung zum Abstoßeffekt ist, dass eine optimale Frequenz existieren muss, bei der die Scherbeanspruchung und folglich der Abstoßeffekt am größten sind.

Experimentelle Prüfung des Einflusses der Oszillationsfrequenz auf das Filtrationsverhalten

Zum Verständnis der Auswirkungen der Oszillationsbewegung der Membranen ist es hilfreich, das oben hergeleitete Modell heranzuziehen. Bei sinkender Oszillationsfrequenz verschlechtert sich der Abstoßeffekt, der im Modell durch die Größe λ_ω repräsentiert wird. Der Koeffizient Δ_K kann daher negativ werden.

$$\Delta_K = \lambda_\omega - \lambda_p \cdot J_p$$

Die Folge einer zu kleinen Oszillationsfrequenz ist das Umschlagen von stationärem in instationär-exponentielles Verhalten. In Bild 6.17 sind links und rechts dieselben Messergebnisse einer mäßig viskosen Maischesuspension mit unterschiedlicher Achsenskalierung der Ordinate für den Filterwiderstand über der Oszillationsfrequenz aufgetragen. Die rechte Ordinate gibt Auskunft über die zur Frequenz korrespondierende Auslenkungsamplitude Y^* . Das Diagramm links zeigt bei einer in dem gezeigten Fall ($\eta_M = 46,5 \text{ mPa s}$) durch die kritische Frequenz von $\omega_{krit} = 340 \text{ Hz}$

bezeichneten Scherbeanspruchung einen erheblichen Anstieg des Filterwiderstandes. Es handelt sich, was dieser Darstellung nicht zu entnehmen ist, um einen Wechsel zu exponentiellem Verhalten. Die Zeitabhängigkeit, die bei dieser Frequenz eintritt, ist auch die Erklärung für die große Streuung der Messdaten an dieser Stelle. Auch für den unterkritischen Fall des stationären Verhaltens zeigt sich ein Einfluss der Frequenz auf den Filterwiderstand. Das Modell liefert wie für den Wechsel zu instationärem Verhalten, wieder eine Erklärung:

$$R_{K,\infty} = K_K \frac{J_P \cdot (c_{zu} - c_p^*)}{\lambda_\omega - \lambda_P \cdot J_P}$$

Offensichtlich wird auch das Widerstandsniveau durch den Abstoßeffekt λ_ω , also durch die Oszillation beeinflusst. Je größer die Scherbeanspruchung ist, um so kleiner ist folglich der Widerstand. In geeigneter Achsenskalierung wird der stationäre Bereich im Diagramm rechts in Bild 6.17 fokussiert. Oberhalb eines Minimums, das einer optimalen Frequenz entspricht, reduziert eine Zunahme des Wandgleitens den Abstoßeffekt, unterhalb davon ist es das kleiner werdende Geschwindigkeitsgefälle.

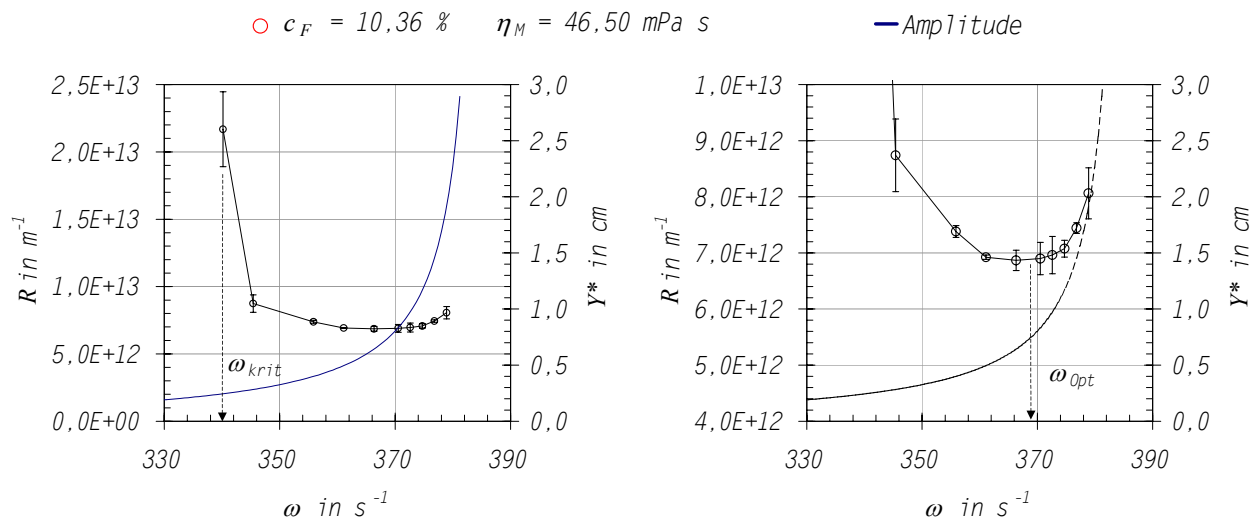


Bild 6.17. Filterwiderstand in Abhängigkeit von der Oszillationsfrequenz bei einer mäßig viskosen Maische, dargestellt in zwei unterschiedlichen Achsenskalierungen

6.2.3 Suspensionseigenschaften – viskositätsrelevante Größen

Zweite Annäherung zur Funktionsweise des Abstoßeffektes bei der Oszillationsfiltration

In einer ersten Annäherung wurde die Bedeutung einer Scherbeanspruchung, verursacht durch eine Relativbewegung infolge der Oszillation, für den Rücktransport der Partikeln in die Suspension verantwortlich gemacht. Dabei wurde vereinfachend ein lineares Geschwindigkeitsgefälle zugrunde gelegt. Eine weiterführende Vorstellung des Geschwindigkeitsprofils und somit der Intensität des Abstoßeffektes bringt die Einführung einer Schichtdicke, innerhalb der die Schergeschwindigkeit auf Null abfällt (völlige Trägheit der Maische im Spaltinneren). Mit dieser Überlegung kann ohne die Notwendigkeit, die sonstige Qualität des Profils genau zu ergründen, der Einfluss der Suspensionsviskosität in den Mechanismus des Abstoßeffektes eingebunden werden. Nach den Voruntersuchungen zur Rheologie der Maische ist folglich auch die Berücksichtigung der Prozessparameter Temperatur, Feststoffkonzentration und Extraktkonzentration möglich. Bei einer hohen dynamischen Viskosität der Suspension werden die Impulse durch die beschleunigte Membran besser in weiter entfernte Schichten im Innern des Oszillationsspalt übertragen. Diesen Umstand versucht Bild 6.18 schematisch zu verdeutlichen. Bei einer kleinen Viskosität (η_l) liegt der Kernbereich, in dem die Suspension nicht von der Oszillation tangiert wird, näher an der

Membran. Die Geschwindigkeit fällt also in einer kürzeren Distanz auf Null ab. Das Geschwindigkeitsgefälle (κ) und damit der Abstoßeffekt (λ_ω) sind groß.

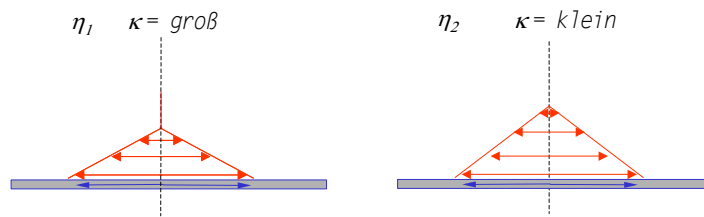


Bild 6.18. Vereinfachte Darstellung der Relativgeschwindigkeitsprofile über der Membran in tangentialer Richtung bei unterschiedlicher dynamischer Viskosität der Suspension ($\eta_1 < \eta_2$)

Experimentelle Prüfung des Einflusses der Suspensionsviskosität auf das Filtrationsverhalten

Nach der obigen Überlegung ist die Auswirkung der Suspensionsviskosität auf den Abstoßeffekt, also auf λ_ω , evident. Folglich kann nicht nur eine zu kleine oszillatorische Bewegung, sondern auch eine zu hohe Viskosität zu einem Wechsel im Filtrationsverhalten hin zu einem exponentiellen Anstieg des Filterwiderstandes führen.

$$\Delta_K = \lambda_\omega - \lambda_p \cdot J_p < 0$$

Eine der Ursachen für eine steigende Viskosität ist die Zunahme der Feststoffkonzentration während des Konzentrierens (Vorderwürzelfiltration). Auch wenn sich die Feststoffkonzentration c_F daher als Kriterium anbietet, den Wechsel zu exponentiellem Verhalten zu beschreiben, müssen Änderungen in der Extraktkonzentration ξ , die beispielsweise während des Anschwänzens auftreten, berücksichtigt werden. Bild 6.19 zeigt dazu Versuchsergebnisse, bei welchen Maischen mit konstantem Permeatfluss und konstanter Oszillationsfrequenz konzentriert wurden.

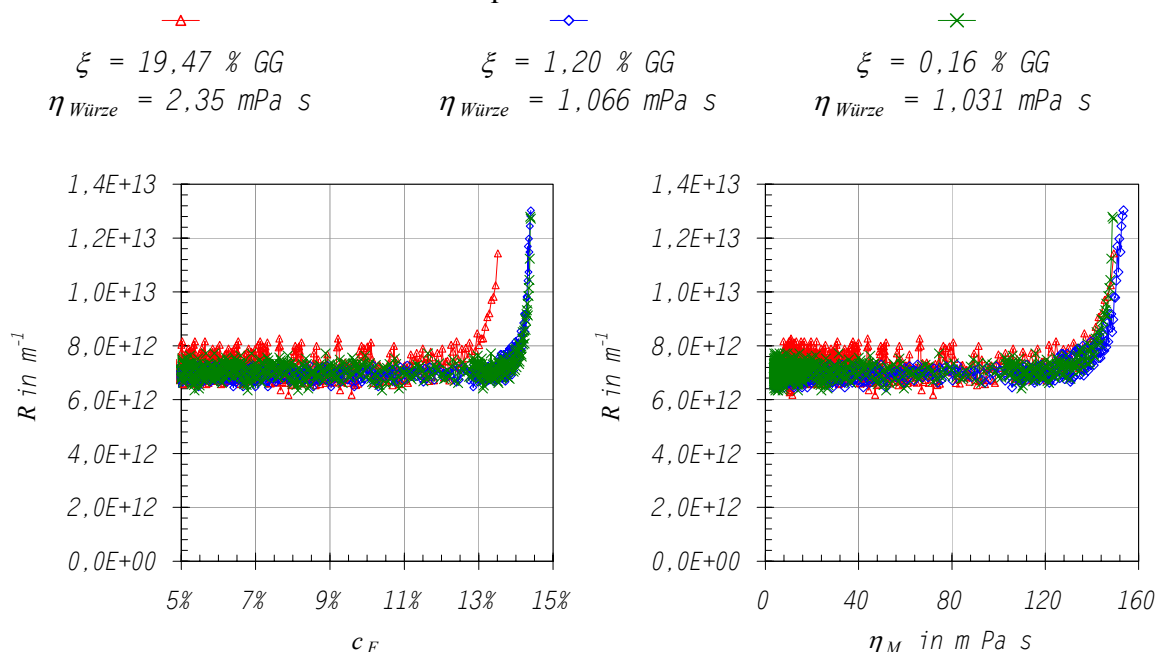


Bild 6.19. Filterwiderstand aufgetragen über der Feststoffkonzentration (links) und über der Suspensionsviskosität (rechts) bei Konzentrierungsversuchen mit Maischen unterschiedlichen Würzeviskositäten; übrige Parameter: Standardbedingungen

Im Diagramm links ist zu erkennen, dass ein Umschlag je nach Extraktkonzentration bei unterschiedlichen Feststoffkonzentrationen stattfindet. Bei einer weitgehend ausgewaschenen Maische- bzw. Trebersuspension kann etwa eine um 2 %-Punkte höhere Feststoffkonzentration

erreicht werden als bei einer Vorderwürze als Matrixflüssigkeit. Es ist daher möglich, während des Anschwängens die Feststoffkonzentration weiter zu erhöhen. Im Diagramm rechts ist zu erkennen, dass der Wechsel zu exponentiellem Verhalten sehr gut von der Suspensionsviskosität charakterisiert wird. Wie diese Suspensionsviskosität zustande kommt, also ob durch Variation der Temperatur, der Extrakt- und der Feststoffkonzentration, spielt dabei keine Rolle. Die entsprechenden Zusammenhänge sind in 5.3.3.3 erarbeitet worden.

6.2.4 Umwälzvolumenstrom und geometrische Größen

Bei allen bisherigen Betrachtungen wurde davon ausgegangen, dass eine Ortsabhängigkeit des Filtrationsverhaltens (längs zur Membran) nicht vorliegt. Tatsächlich aber ändern sich sowohl die tangentiale Relativgeschwindigkeit w als auch die Umwälzgeschwindigkeit u sowie die Feststoffkonzentration bzw. Viskosität der Suspension entlang des Radius r .

Ortsabhängigkeit der Umwälzgeschwindigkeit

Die Umwälzgeschwindigkeit ist eine Funktion des Umwälzvolumenstroms (Förderleistung der Umwälzpumpe), des flächenspezifischen Filtratflusses J_p und der geometrischen Größen Innenradius R_i und Außenradius R_a sowie der Spaltweite s . Ferner ist zu berücksichtigen, in welcher Richtung die Membran radial überströmt wird: von außen nach innen oder von innen nach außen. Wird die Ortsvariable r vom Kreismittelpunkt radial nach außen definiert, dann errechnet sich die Umwälzgeschwindigkeit u wie folgt:

$$u = \frac{\dot{V}_u - J_p \cdot \pi \cdot A(r) \cdot n_M}{2 \cdot \pi \cdot r \cdot s \cdot (n_M + 1)} \quad \text{Gleichung 6.22}$$

mit $A(r) = R_a^2 - r^2$ für die Strömung von außen nach innen

mit $A(r) = r^2 - R_i^2$ für die Strömung von innen nach außen

| | | | |
|-------------|----------------------------------|-------|------------------------------------|
| \dot{V}_u | Umwälzvolumenstrom | R_a | äußerer Durchmesser der Anströmung |
| J_p | flächenspezifischer Permeatfluss | R_i | innerer Durchmesser der Anströmung |
| n_M | Anzahl der Membranscheiben | r | Ortsvariable (Radius) |
| s | Spaltweite | | |

Exemplarische Berechnungen haben ergeben, dass unter praxisnahen Bedingungen der radialen Strömungsgeschwindigkeit u keine Bedeutung beizumessen ist. Sie ist um einen Faktor 5-10 kleiner als die Amplitude der tangentialen Relativgeschwindigkeit w^* der Membranen unter Standardbedingungen. Die Beschleunigung ist sogar um einen Faktor 400 kleiner. Versuche mit ruhenden Membranen zeigten, dass die radiale Überströmung keine relevante Einflussgröße auf den Abstoßeffekt darstellt. Eine zusätzliche experimentelle Bestätigung wird dafür in Abschnitt 6.3.1 (2^6 -Faktorplan) geliefert.

Ortsabhängigkeit der Feststoffkonzentration und der Maischeviskosität

Interessanter als die Geschwindigkeit u ist die Veränderung der Maischeeigenschaften entlang des Radius aufgrund des Konzentriervorganges. Die Abhängigkeit der Feststoffkonzentration vom Radius steht in folgendem funktionalen Zusammenhang mit der Modulgeometrie:

$$c_{ab} = \frac{c_{zu}}{1 - \frac{J_p \cdot A(r)}{\dot{V}_u}} \quad \text{Gleichung 6.23}$$

mit $A(r) = R_a^2 - r^2$ für die Strömung von außen nach innen

mit $A(r) = r^2 - R_i^2$ für die Strömung von innen nach außen

c_{zu} Feststoffkonzentration am Zulauf

c_{ab} Feststoffkonzentration am Ablauf

Bei ausreichend großem Verhältnis von Umwälzvolumenstrom zu Permeatvolumenstrom ergeben sich keine relevanten Veränderungen innerhalb des Filtermoduls. Bei einer merklichen Reduktion des Umwälzvolumenstroms jedoch ist bei sehr hohen Feststoffkonzentrationen ein lokales Überschreiten der kritischen Viskosität möglich. In diesen Fällen kann der Umwälzvolumenstrom zur entscheidenden Größe für das Filtrationsverhalten werden. Ein Senken des Zirkulationsverhältnisses Umwälzvolumenstrom zu Permeatvolumenstrom $\dot{V}_U / (J_P \cdot A)$, beispielsweise von 10 auf etwa 2,2, führt zum lokalen Überschreiten der kritischen Suspensionsviskosität. Dies konnte in Experimenten bestätigt werden. Bild 6.20 zeigt dazu eine beispielhafte Konstellation, bei der die Suspension mit einer bereits hohen Viskosität zuströmt und entlang der Membran die kritische Viskosität überschreitet. Der Unterschied zwischen den beiden möglichen Strömungsrichtungen liegt darin, dass die Suspension entweder am inneren oder am äußeren Radius höher konzentriert ist. Bei der Anströmung von innen ist die Suspension am Ablauf, dann, wenn sie am viskosesten ist, einer höheren Scherbeanspruchung ausgesetzt. Bei der Anströmung von außen ist es umgekehrt, solange der Umwälzvolumenstrom groß gegenüber dem Permeatvolumenstrom ist.

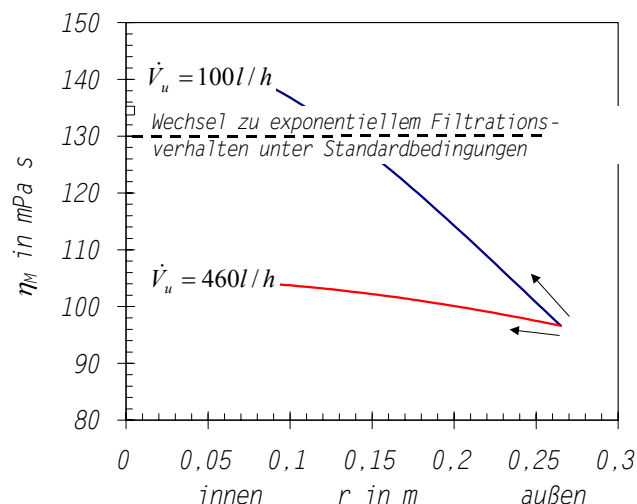


Bild 6.20. Zunahme der Suspensionsviskosität entlang des Radius bei unterschiedlichen Umwälzvolumenströmen und einer hohen Viskosität von 104 mPa s im Zulauf; $R_a = 26,5 \text{ cm}$, $R_i = 8,5 \text{ cm}$, $s = 3,8 \text{ mm}$ (Berechnung der Viskosität nach Gleichung 5.7)

6.3 Wechselwirkungen der Prozessparameter

6.3.1 Abschätzung der Wechselwirkungen – 2^6 -Faktorplan

Um für die Untersuchung der Wechselwirkungen der Einflussgrößen untereinander die Zahl der notwendigen Versuche begrenzen zu können, wurden mittels eines 2^6 -Faktorplans die Effekte und Wechselwirkungen der sechs Prozessparameter abgeschätzt [109]. Den Parametern wurden jeweils zwei Einstellungen (-/+) zugeordnet, die in Tabelle 6.2 aufgelistet sind. Der Parameter Transmembrandruck ist gleichwertig mit dem zu ihm im beobachteten Bereich proportionalen Permeatfluss.

Tabelle 6.2. Verzeichnis der Einflussgrößen des 2^6 -Faktorplans mit Stufentransformation (-/+)

| | | - | + |
|--|----------|------|-------|
| Extraktkonzentration in % | ξ | 10 | 20 |
| Feststoffkonzentration in % | c_F | 3,75 | 8,75 |
| Temperatur in °C | T | 50 | 70 |
| Oszillationsamplitude in cm [$Y^* = Y(R_w)$] | Y^* | 0,65 | 1,90 |
| Umwälzvolumenstrom in l/h | dVu/dt | 230 | 460 |
| Permeatfluss in l/(m ² h) bei 1, 6 m ² | J_p | 25 | 37,50 |

Als Zielfunktion wurde hier nicht der Filterwiderstand, sondern die Permeabilität, gewählt, damit auch der Einfluss der Extraktkonzentration (Matrixviskosität) erfasst werden kann. Um während der längeren Versuchsreihe den Einfluss unterschiedlicher Verschmutzungsvoraussetzungen ausgleichen zu können, wird die Permeabilität auf einen Referenzwert des Versuchstages unter Standardbedingungen bezogen. Der so berechnete Permeabilitätsindex ist die Zielfunktion. Die Planmatrix, die Matrix der unabhängigen Variablen, die Antwort- sowie die Effektematrix sind in Anhang 7 hinterlegt. Die Effektematrix alleine ist in Tabelle 6.3 wiedergegeben. Demnach weist die Feststoffkonzentration den größten Haupteffekt auf, der erwartungsgemäß negativ ist. Das heißt, dass eine Zunahme der Feststoffkonzentration eine Abnahme der Permeabilität zur Folge hat. Mit wachsender Feststoffkonzentration sinkt die Permeabilität. Auch die anderen Haupteffekte unterstreichen die oben erörterte Bedeutung von Druck, Viskosität und Oszillation. Keine Bedeutung ist hier dem Umwälzvolumenstrom beizumessen.

Tabelle 6.3. Effekte und Wechselwirkungseffekte verschiedener Prozessparameter auf die Permeabilität

| | | | | | | | | | | | |
|--------------|--------------|------------|--------------|-------|-----------|-----------|---------|-----------|--------------|---------|----------|
| Effekte | 0,12 | -1,46 | 0,73 | 0,30 | 0,20 | 0,10 | 0,07 | 0,10 | 0,14 | -0,13 | -0,01 |
| Faktor | ξ | c_F | c_w/ξ | T | c_w/T | ξ/T | Y^* | c_w/Y^* | ξ/Y^* | T/Y^* | dVu/dt |
| Nr. | 1 | 2 | 1/2 | 3 | 1/3 | 2/3 | 4 | 1/4 | 2/4 | 3/4 | 5 |
| | -0,03 | -0,06 | -0,05 | -0,04 | -0,05 | 0,00 | -0,06 | -0,03 | -0,02 | -0,01 | |
| $c_F/dVu/dt$ | $\xi/dVu/dt$ | $T/dVu/dt$ | $Y^*/dVu/dt$ | J_p | c_w/J_p | ξ/J_p | T/J_p | Y^*/J_p | $dVu/dt/J_p$ | | |
| | 1/5 | 2/5 | 3/5 | 4/5 | 6 | 1/6 | 2/6 | 3/6 | 4/6 | 5/6 | |

Neue Erkenntnisse sind den Wechselwirkungseffekten zu entnehmen. Allgemein sind diese kleiner als die Haupteffekte. Die 3-Kombination-Wechselwirkungen und höhere sind daher wegen ihrer irrelevant kleinen Beträge nicht aufgeführt. Die 2-Kombination-Wechselwirkungen lassen erkennen, dass in der Kombination von viskositätsrelevanten Größen und der Oszillation deutliche Wechselwirkungen vorliegen. Kombinationen mit dem Umwälzvolumenstrom sind hingegen im gewählten Variationsbereich vernachlässigbar. Aufgrund dessen sowie aufgrund der Berechnungen in Abschnitt 6.2.4 bleibt die Einflussgröße Umwälzvolumenstrom bzw. auch die radiale Strömungsgeschwindigkeit im Folgenden bei der Suche nach einem konkreten Zusammenhang der Parameter unberücksichtigt.

6.3.2 Wechselwirkungen zwischen Transmembrandruck und Suspensionsviskosität

Die Druckabhängigkeit des Filtergesamtwiderstandes ändert sich durch das Eindicken der Suspension. Die Kurven in Bild 6.21 zeigen Messungen für einen realistischen Bereich der Feststoffkonzentration.

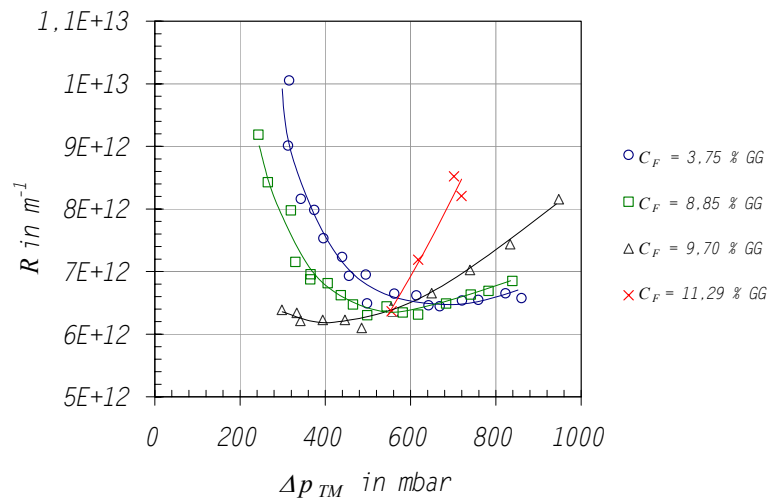


Bild 6.21. Druckabhängigkeit des Gesamtfilterwiderstandes bei verschiedenen Feststoffkonzentrationen c_F

Je höher die Konzentration der Suspension, desto flacher fällt die Abnahme im Bereich kleinen Druckes aus und desto steiler ist der Anstieg bei hohem Druck. Aus dem Diagramm können wie in Bild 6.14 (Seite 78) die kritischen Transmembrandrücke ermittelt werden. So sinkt $\Delta p_{TM,krit}$ von 700 mbar bei kleiner Konzentration (Filtrationsbeginn) auf etwa 500 mbar bei hoher Feststoffkonzentration (Ende Vorderwürzelfiltration).

6.3.3 Wechselwirkungen zwischen Oszillation und Suspensionsviskosität

Der Zusammenhang zwischen Oszillation und Viskosität ist für eine weitere Annäherung an die Funktionsweise des Abstoßeffektes von Bedeutung. Dazu wurden Versuchsreihen durchgeführt, bei denen zum Einen bei konstanten Oszillationsfrequenzen die Suspensionsviskosität stetig erhöht wurde und zum Anderen bei konstanten Viskositäten die Oszillationsfrequenz stetig reduziert wurde.

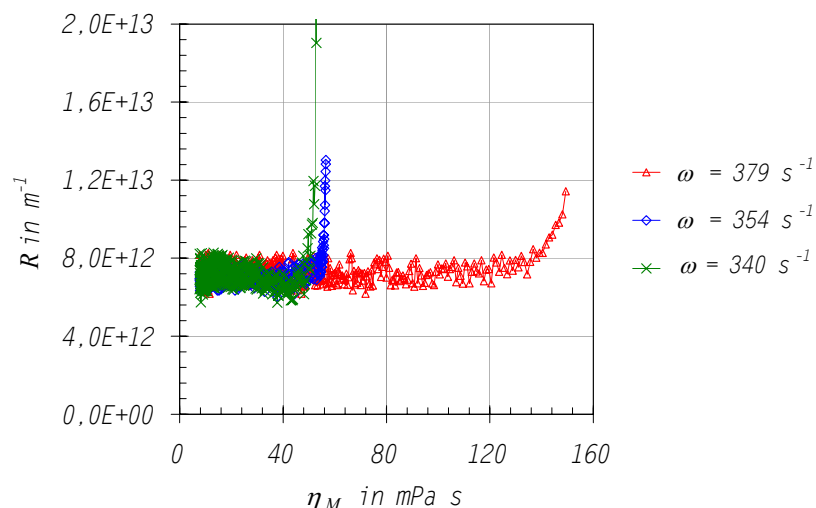


Bild 6.22. Umschlag zu exponentiellem Verhalten bei steigender Maischeviskosität (Feststoffkonzentration) in Abhängigkeit von der Oszillationsfrequenz; übrige Parameter: Standardbedingungen

Beobachtet wurden der Umschlag von stationärem zu exponentiellem Verhalten sowie das Niveau des Filterwiderstandes im stationären Bereich. Bild 6.22 zeigt zunächst, wie sich mit steigender Viskosität bei unterschiedlichen Oszillationsfrequenzen verschieden rasch der exponentielle Anstieg des Widerstandes einstellt.

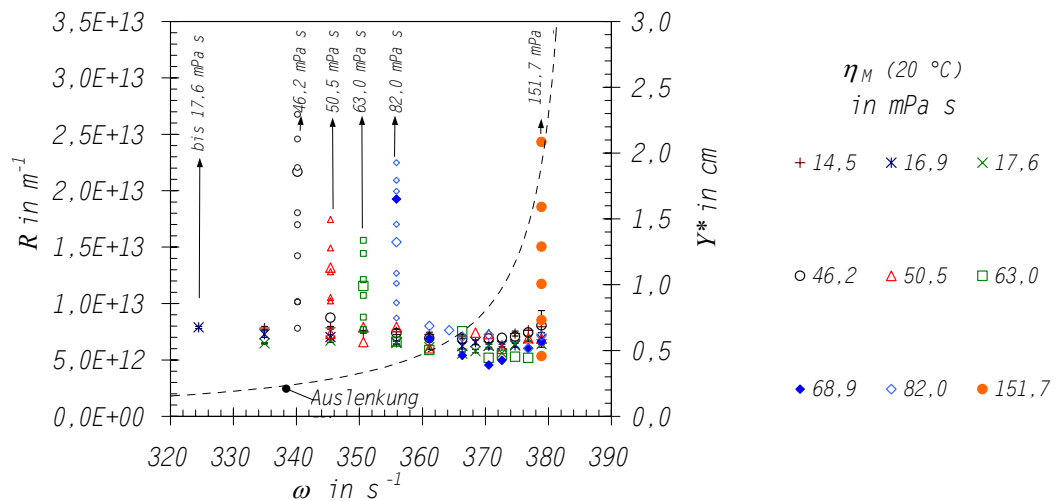


Bild 6.23. Übergänge von stationärem zu instationär exponentiellem Verhalten bei sinkender Oszillationsfrequenz ω ; übrige Parameter: Standardbedingungen

Bild 6.23 zeigt, dass mit steigender Maischeviskosität der Übergang zu exponentiellem Verhalten bei einer zunehmend höheren Oszillationsfrequenz erfolgt. Bei kleinen Suspensionsviskositäten bis höchstens 20 mPa s kann jedoch auch bei der versuchstechnisch kleinstmöglichen Oszillationsfrequenz von $\omega = 325 \text{ Hz}$ kein instationäres Verhalten induziert werden. Hinsichtlich des stationären Bereiches kann weiterhin festgestellt werden, dass sich auch die optimale Oszillationsfrequenz mit steigender Viskosität hin zu höheren Frequenzen verschiebt (Bild 6.24). Dies fügt sich in die Vorstellung von der Wirkungsweise des Abstoßeffectes. Zum Zwecke der Übersichtlichkeit sind die Streuungen der Messdaten in dieser Abbildung nicht dargestellt.

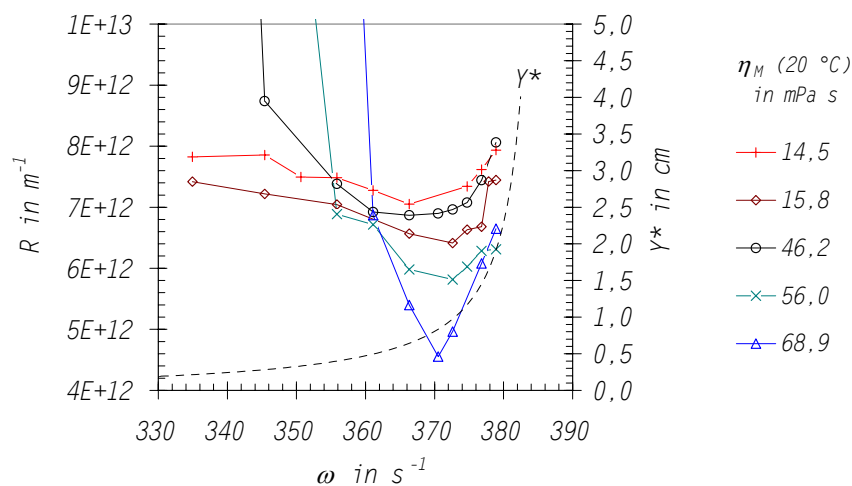


Bild 6.24. Ausbildung von Minima des Filterwiderstandes in Abhängigkeit von der Oszillationsfrequenz ω in Abhängigkeit von der Suspensionsviskosität; übrige Parameter: Standardbedingungen

6.3.4 Kenngrößen für den Stationär-Instationär-Umschlag

Die Wechselwirkung von Oszillation bzw. Transmembrandruck und Suspensionseigenschaften zeigt, dass eine Kennzahl wünschenswert ist, die den Wechsel zu instationärem Filtrationsverhalten beschreibt, indem sie die relevanten Einflussgrößen im Zusammenwirken gewichtet. Ein erster Schritt zu einem solchen Zusammenhang ist die Zusammenfassung der Suspensionseigenschaften in der dynamischen Viskosität der Suspension. Nun sollen weitere Schritte hinzukommen, um somit exakte

Prozessanweisungen zu ermöglichen. Dabei werden folgende Übergänge im Filtrationsverhalten betrachtet:

1. *Asymptotisch steigender Filterwiderstand* infolge eines „*überkritischen Transmembrandruckes*“ (Dominanz der Deckschichtbildung),
2. *exponentiell steigender Filterwiderstand* infolge eines *zu kleinen dynamischen Abstoßeffektes* (Dominanz der Porenverengung und Porenverstopfung in der Membran).

zu 1. *Asymptotisch steigender Widerstand – Dominanz des Deckschichtwiderstandes*

Zunächst wird der Fall der Deckschichtdominanz (drucküberkritisch, vgl. Bild 6.10, Seite 75) behandelt. Aus der Herleitung der Modellgleichung (6.20) und aus den dargestellten Ergebnissen zum Einfluss des Transmembrandruckes geht bereits hervor, dass eine Deckschichtbildung erst oberhalb eines kritischen Druckes Auswirkungen auf R hat. Der Betrag dieses kritischen Druckes hängt von einer weiteren Einflussgröße, nämlich der Suspensionsviskosität, maßgeblich ab.

Bild 6.25 zeigt, dass der kritische Transmembrandruck bei konzentrierten Maischen bis auf 500 mbar sinkt. Solange der Prozess unterhalb der abgebildeten Kurve geführt wird, kann die Filtration stationär, das heißt ohne einen Anstieg des Filterwiderstandes, aufrecht erhalten werden.

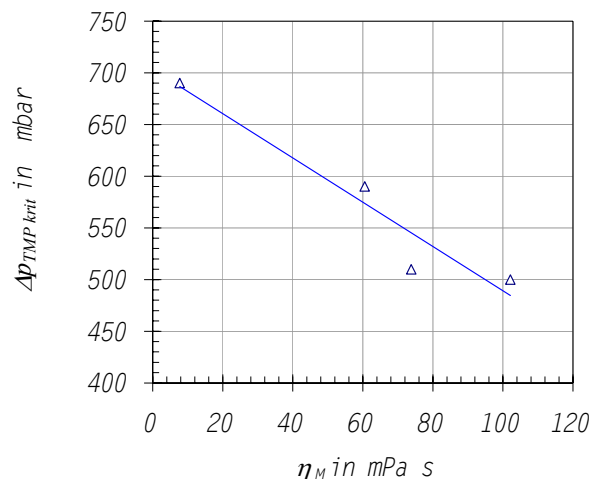


Bild 6.25. Kritischer Transmembrandruck für den Wechsel zu instationär asymptotischem Filtrationsverhalten in Abhängigkeit von der Maischeviskosität

zu 2. *Exponentiell steigender Widerstand*

Dritte Annäherung zur Funktionsweise des Abstoßeffektes bei der Oszillationsfiltration

Ursache für den exponentiellen Anstieg des Filterwiderstandes ist das Übergewicht des Rückhaltevermögens λ_p gegenüber dem suspensionsseitigen Abtransport, dem Abstoßeffekt λ_ω . Dies kommt in einem negativen Vorzeichen des Koeffizienten Δ_K zum Ausdruck.

$$\Delta_K = \lambda_\omega - \lambda_p \cdot J_p < 0$$

Durch Änderungen im Rückhaltevermögen λ_p alleine, z. B. durch hohe Konzentrationen hochmolekularer Inhaltstoffe, konnte in Experimenten ein exponentieller Anstieg nicht herbeigeführt werden. Eine geeignete Kenngröße ist daher im Abstoßeffekt λ_ω zu suchen. In einer ersten und zweiten Annäherung wurde festgestellt, dass eine oszillatorische Scherbeanspruchung, also ein sich zeitlich änderndes Geschwindigkeitsgefälle, an der Membranoberfläche den Feststoffrücktransport und damit den Abstoßeffekt verursacht. Dieses Geschwindigkeitsgefälle ist abhängig der Frequenz bzw. der Amplitude der Oszillation und der inneren Reibung, also von der Viskosität der Suspension. In einem weiteren Schritt muss nun noch eine geometrische Größe berücksichtigt werden, die Spaltweite s .

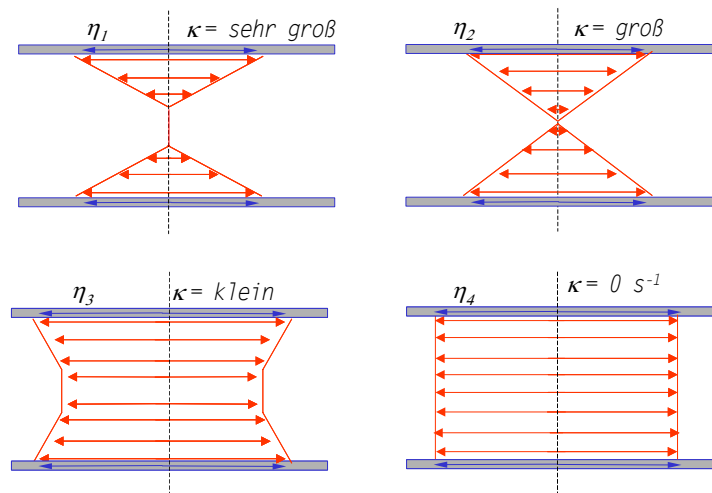


Bild 6.26. Vereinfachte Darstellung der Relativgeschwindigkeitsprofile im Oszillationsspalt in tangentialer Richtung bei unterschiedlicher Suspensionsviskosität ($\eta_1 < \eta_2 < \eta_3 < \eta_4$); $\kappa \sim \lambda_\omega$

Wie Bild 6.26 verdeutlicht, muss bei einer kleinen Viskosität, bzw. einer großen Spaltweite, ein Kernbereich im Oszillationsspalt vorliegen, in dem die Suspension nicht von der Oszillation beeinflusst wird. Dies bedeutet, dass sich der obere und untere Scherbereich nicht aufeinander auswirken, sie sind gleichsam unendlich weit voneinander entfernt (η_1 und η_2). Die Spaltweite ist in diesem Fall keine Einflussgröße. Bei großer Viskosität und kleiner Spaltweite ist es möglich, dass ein solcher träger Kernbereich nicht existiert (η_3). In diesem Fall unterstützt eine kleine Spaltweite die innere Reibung. Wäre die Reibung unendlich groß, so dass sich die Suspension wie ein starrer Körper verhält, dann oszilliert sie synchron mit der Membran (η_4). Die Tendenz zu solchem Verhalten steigt mit wachsender Feststoffkonzentration, wie die oszillatorischen Scherversuche zur Maischerheologie ergeben (Abschnitt 5.3.3.2: Verlustfaktor $\tan \delta$).

Sollen die Überlegungen zum Abstoßeffekt zusammengefasst werden, dann kann dies mit Hilfe eines Verhältnisses von Trägheitskräften zu Reibungskräften formuliert werden:

$$\lambda_\omega = f\left(\frac{\text{Trägheitskräfte}}{\text{Reibungskräfte}}\right)$$

Alle trägheitsfördernden Einflussgrößen erhöhen die Scherbeanspruchung. Das Produkt aus Frequenz und Auslenkung ist daher proportional zu λ_ω .

$$\lambda_\omega \sim \omega \cdot Y$$

Ebenso fördert eine große Masse der Suspension ihre Trägheit. Die Dichte ist ebenfalls proportional zu λ_ω .

$$\lambda_\omega \sim \rho_M$$

Da sich die Dichte der Maische in nur äußerst kleinem Ausmaß verändert, kann sie mit hinreichender Genauigkeit als konstant betrachtet werden. Die sehr kleinen Änderungen stehen zudem in einem konstanten Verhältnis zur Extrakt- und Feststoffkonzentration, weshalb die Dichte keinen neuen Parameter darstellt. Der Trägheit entgegen wirkt die innere Reibung des Fluides, die durch die dynamische Viskosität η_M ausgedrückt wird. Sie ist umgekehrt proportional zu λ_ω . Sofern die Membranen nicht weit voneinander entfernt sind, ist die Spaltweite s eine zusätzliche Einflussgröße, die gleichsam wie in einer Rohrströmung mit entsprechendem Durchmesser, die inneren Reibung unterstützt. Eine kleine Spaltweite erhöht die Reibung, weshalb sich folgende Abhängigkeit ergibt:

$$\lambda_{\omega} \sim \frac{\omega \cdot Y^* \cdot \rho_M \cdot s}{2 \cdot \pi \cdot \eta_M(c_F, \xi, T)} = \text{Re}_{\omega} \quad (\text{oszillatorische Reynoldszahl}) \quad \text{Gleichung 6.24}$$

Die so hergeleitete Größe ist dimensionslos und kann als Pendant der oszillatorischen Strömung zur Reynoldszahl stationärer Strömungen verstanden werden. Die zeitunabhängige Strömungsgeschwindigkeit wird dabei durch das Produkt $\omega \cdot Y^*/(2 \pi)$ ersetzt. Die Sinnfälligkeit dieser Größe als Maß für die Effektivität des Partikelabtransportes wird nach obigen Erläuterungen durch folgende mögliche Deutung der (stationären) Reynoldszahl klar: Wenn die Trägheits- und Zähigkeitsglieder der NAVIER-STOKES-Gleichung durch prozesscharakteristische Größen abgeschätzt werden und diese zueinander ins Verhältnis gesetzt werden, ergibt sich die bekannte Reynoldszahl als Quotient des Trägheitsgliedes zum Zähigkeitsglied:

$$\underbrace{v_j \frac{\partial v_i}{\partial x_j}}_{\text{links eingerahmt: Trägheitsglied: } v^2/s} = -\frac{1}{\rho} \cdot \frac{\partial p}{\partial x_i} + \underbrace{\frac{\eta}{\rho} \cdot \frac{\partial^2 v_i}{\partial x_j \partial x_j}}_{\text{rechts eingerahmt: Zähigkeitsglied: } \eta v/s^2}$$

Werden beide ins Verhältnis zueinander gesetzt, bilden sie die Reynoldszahl der stationären Strömung:

$$\text{Re} = \frac{\text{Trägheitsglied}}{\text{Zähigkeitsglied}} = \frac{\rho \cdot s^2 \cdot v^2}{\eta \cdot v \cdot s} = \frac{\rho \cdot s \cdot v}{\eta} \quad \text{Gleichung 6.25}$$

Es kann nun die kritische, oszillatorische Reynoldszahl für alle jene Kombinationen von Prozessparametern ermittelt werden, bei denen der Wechsel von stationärem zu exponentiellem Filtrationsverhalten erfolgt. Die in Bild 6.27 (links) dargestellten $\text{Re}_{\omega, \text{krit}}$ -Werte sind durch jeweils unterschiedliche Variation der Prozessparameter ω , T , ξ , c_F und s zustande gekommen.

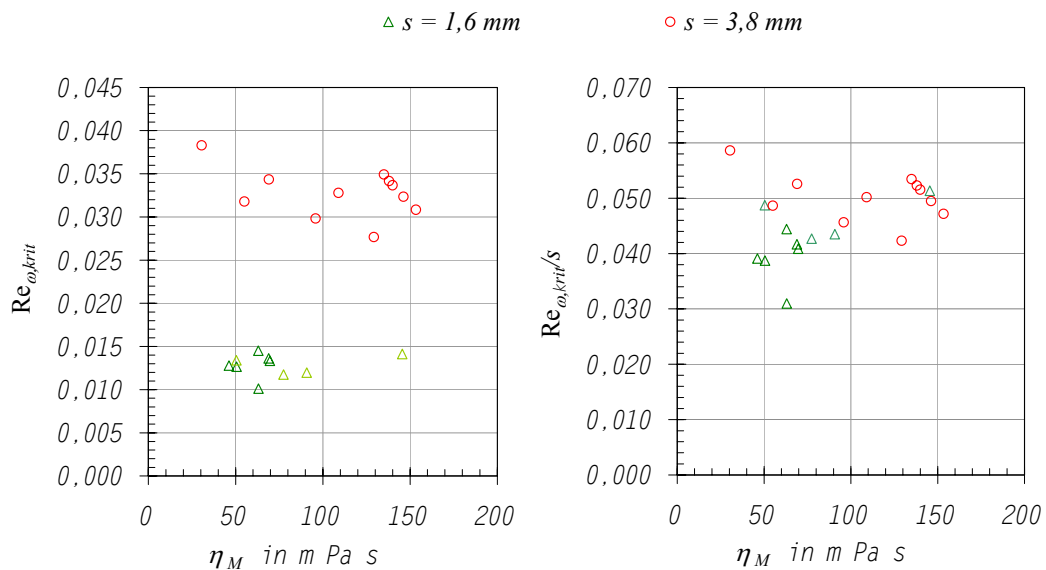


Bild 6.27. Kritische oszillatorische Reynoldszahl (links) und kritische oszillatorische Reynoldszahl unter Eliminierung der Spaltweite (rechts) aufgetragen über der Suspensionsviskosität

In den Abbildungen sind mit Absicht die unterschiedlichen Spaltweiten und die Suspensionsviskosität herausgestellt. Offensichtlich sind beide gewählten Spaltweiten von 1,6 und 3,8 mm zu groß, als dass sich der obere und untere Scherbereich auch bei hoher Viskosität überschneiden würden. Wird die Spaltweite aus der Reynoldszahl eliminiert (Bild rechts), dann ergibt sich eine dimensionsbehaftete Kenngröße, die einen vergleichsweise engen Bereich für die gesuchte Kenngröße bietet.

$$\frac{\text{Re}_{\omega, \text{krit}}}{s} = \frac{\omega \cdot Y^* \cdot \rho_M}{2 \cdot \pi \cdot \eta_M(c_F, \xi, T)}$$

Gleichung 6.26

Das Eliminieren der Spaltweite beeinträchtigt nicht den Sinn der oszillatorischen Reynoldszahl an sich, sondern besagt nur, dass in dem untersuchten Bereich diese Kennzahl vereinfacht werden kann, da die Membranen zu weit voneinander entfernt sind.

6.4 Zusammenfassung der filtrationstechnischen Untersuchungen

Es konnten drei unterschiedliche Filtrationsverhalten bei der Oszillationsfiltration festgestellt werden. Durch ein kinetisches Modell ist es möglich, alle drei Zustände zu beschreiben und zu erklären. Welcher Zustand eingenommen wird, hängt von den Prozessparametern ab. Mit Hilfe von Experimenten konnten die Einflüsse der Prozessparameter sowie ihr Zusammenwirken und somit die Funktionsweise des Abstoßeffektes der Oszillationsfiltration beleuchtet werden.

Ein entscheidender Unterschied im Filtrationsverhalten zu anderen dynamischen Mikrofiltrationstechniken ist die Möglichkeit, nicht nur Druck und Scherbeanspruchung (Abstoßeffekt) getrennt voneinander einstellen zu können, sondern auch bei sehr kleinen Transmembrandrücken filtrieren zu können. Dadurch gelingt es, den Aufbau eines langsam, aber stetig, asymptotisch und hoch steigenden Filterwiderstandes als Folge einer Deckschichtbildung und -verdichtung zu verhindern. Jedoch kann ein starkes Konzentrieren der Suspension ebenfalls zu einem instationären und sogar exponentiell steigenden Filterwiderstand führen. Für die Prozessführung muss dies auch unter Berücksichtigung anderer Zielgrößen als des Permeatflusses, also etwa der Extraktausbeute beim Anschwänzen, berücksichtigt werden.

7 Eigenschaften von Maische, Würze und Bier

Nach den Untersuchungen zur Filtrationstechnik folgt die Prüfung der technologischen Auswirkungen der Feinstvermahlung und der Membrantrenntechnik:

- Zunächst wird der Einfluss der Feinstvermahlung auf die Maischvorgänge (ohne Membranfiltration) betrachtet, die eine Trennung der Einflüsse Schrotfeinheit und Trenntechnik ermöglichen (7.1 und 7.2).
- Darauf folgen Ergebnisse zum Einfluss der Membrantrennung, also zum Rückhaltevermögen für Maischeinhaltsstoffe (7.3).
- Im Vergleich mit einem Läuterbottichprozess wird schließlich der Einfluss von Feinstvermahlung und der Membrantrenntechnik auf die Würze- und Bierqualität geprüft (7.4).
- Aus den gewonnenen Erkenntnissen gehen verschiedene Ansätze zur Nutzung des neuen Verfahrens für neue technologische Strategien hervor (7.5).

7.1 Feinstvermahlen der Cerealien

Mittels der in Abschnitt 4.1.2.1 (Seite 29) beschriebenen Zerkleinerungstechnik konnten unterschiedlich feine Schrote hergestellt werden. Um praxisnahe Vergleiche zu ermöglichen, wurden auch ein Läuterbottichschrot und ein feines Maischefilterschrot hergestellt. Letzteres entspricht dem derzeit in der Praxis feinstmöglichen Schrot, das bei Dünnschichtmaischefiltern zum Einsatz kommt. Da die Mikrofiltration der Maische noch größere Feinheiten zulässt, wurden zwei weitere, noch feinere Schrote, das „Feinstschrot“ und das teilentspelzte „Feinstschrot TE“ hergestellt. Die Partikelgrößenverteilungen für die Schrote aus gut gelöstem Malz zeigt Bild 7.1.

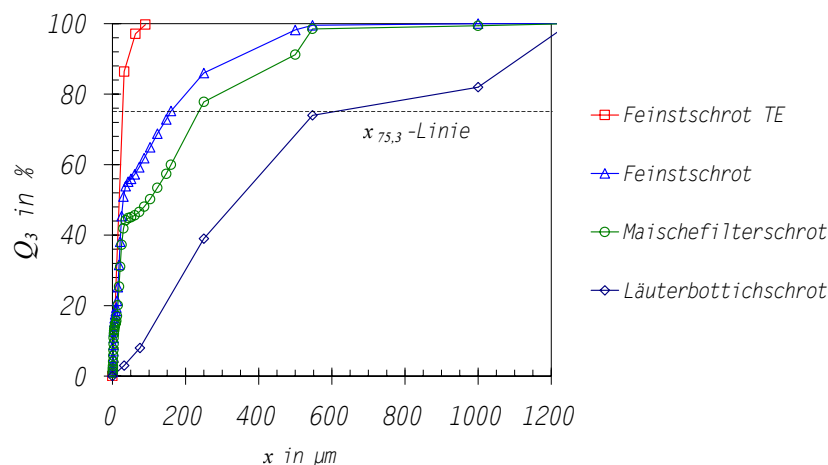


Bild 7.1. Summenhäufigkeitsverteilungen Q_3 für die Partikel der Schrote aus gut gelöstem Malz

Das Feinstschrot TE wurde durch einen Siebschnitt bei 90 µm von Spelzensplittern befreit. Bei Versuchen im technischen Maßstab gelang es, die für das Entfernen der membranschädigenden Splitter abzutrennende Spelzenfraktion auf 1,3 % der Aufgabegutmasse zu reduzieren. Maischanalysen bescheinigten dieser Fraktion einen nur kleinen Extraktanteil, so dass der Extraktverlust durch die Teilentspelzung etwa 0,35 % der Malzmasse bzw. 0,40 % der Masse des löslichen Extraktes ausmacht.¹³

Durch eine entsprechend feine Vermahlung lassen sich auch bei einem sehr inhomogen und cytolytisch knapp gelösten Mehlkörper (schlecht gelöstes Malz) die Stärkekörner gut freilegen. Dies zeigen die Laserbeugungsanalysen der Feinstschrote aus gut und aus schlecht gelöstem Malz

¹³ Für die Extraktermittlung wurde das Kongressmaisverfahren verwendet [20].

in Bild 7.2. In beiden Fällen liegen in den Bereichen der Stärkekorngrößenklassen markante Peaks vor.

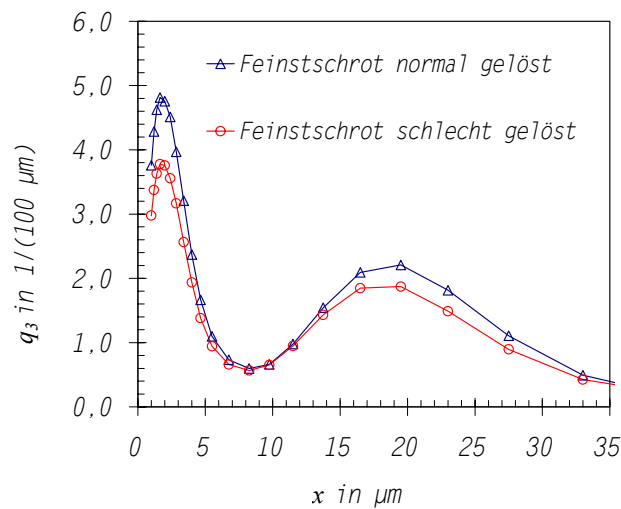


Bild 7.2. Dichteverteilungen für die Partikeln im Stärkekorngrößenbereich ausgewählter Schrote

7.2 Einfluss der Schrotfeinheit auf das Maischen

7.2.1 Geschwindigkeit der Stoffumsetzung und -lösung

Eine größere Oberfläche infolge einer feinen Vermahlung macht sich in der Reaktionsgeschwindigkeit beim Abbau höhermolekularer Stoffe bemerkbar. Besonders deutlich tritt dies beim Proteinabbau auf, wie das Diagramm links in Bild 7.3 anhand der Konzentration niedermolekularer Aminverbindungen (FAN) im Laufe eines Standardmaischesprozesses (EYBEN) zeigt. Dabei weist das Feinstschrot bereits zu Maischbeginn eine FAN-Konzentration auf, die für grobes Läuterbottichschrot erst am Ende der Eiweißrast erreicht wird.

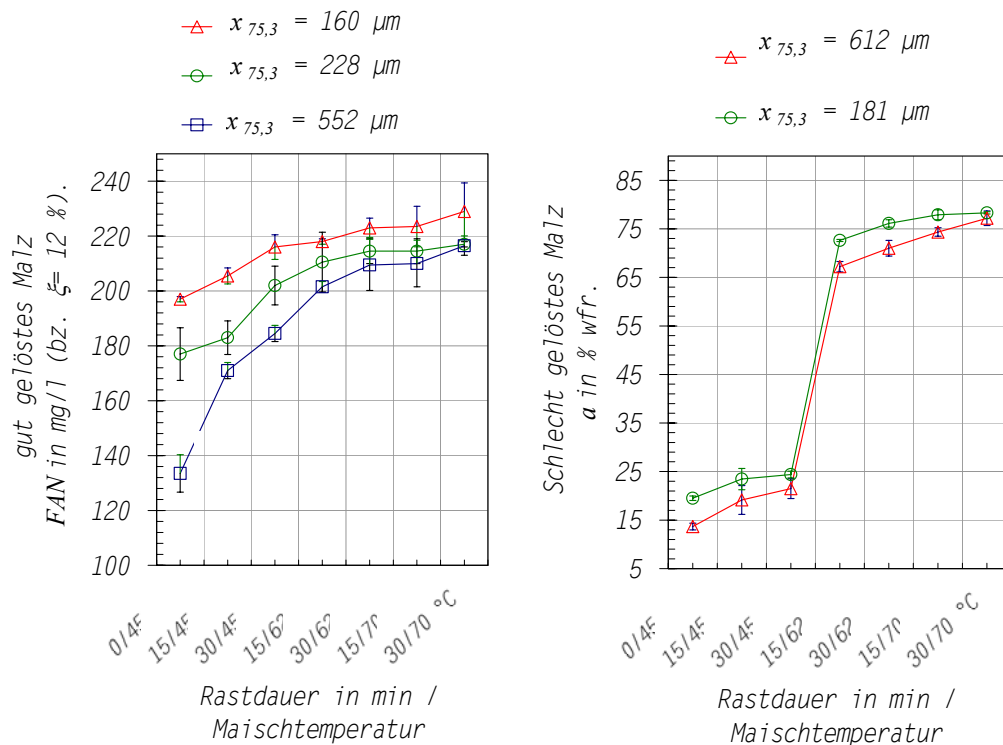


Bild 7.3. Zeitliche Zunahme der FAN-Konzentration und des (gesamten) Extraktes während des Maischvorganges mit unterschiedlichen Schrotfeinheiten; Konfidenzbereich für 6 Versuche, $\alpha = 0,05$

Auch der Gesamtextrakt ist bei feinerem Schrot von Beginn an höher. Allerdings kompensiert das gröbere Schrot mit der Zeit die Defizite, so dass ein Extraktgewinn um so höher ausfällt, je kürzer die Maischzeit ist. Feinere Schrote erlauben also erstrangig eine Verkürzung des Maischverfahrens und nur zweitrangig eine Verbesserung der Rohstoffausbeute.

7.2.2 Zusammensetzung der Maischen und Einfluss des Gussverhältnisses

Neben der Forderung nach einer Verkürzung der Maischzeit wird im Zusammenhang mit der Feinstschrotverwendung der Anspruch nach einer höheren Extraktausbeute beim Maischen (Maischausbeute a) gestellt. Dem Schrifttum sind diesbezüglich kontroverse Stellungnahmen zu entnehmen, wie in Abschnitt 3.2 dargelegt wurde.

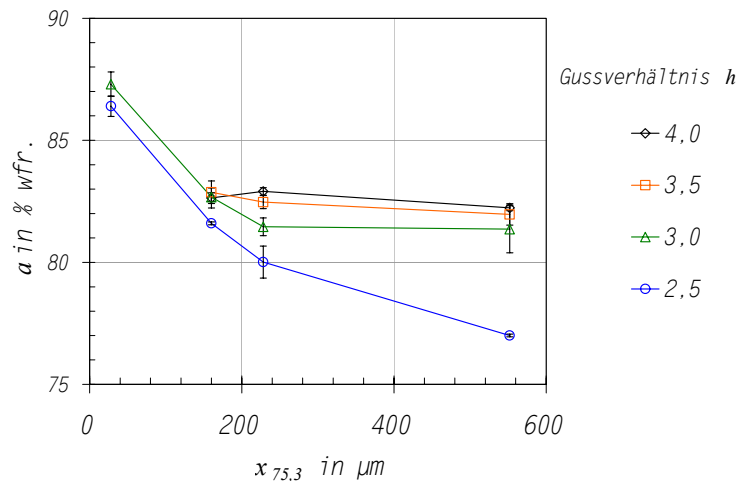


Bild 7.4. Maischausbeute in Abhängigkeit von der Schrotfeinheit und dem Gussverhältnis (Feinheit repräsentiert auf der Abszisse durch $x_{75,3}$), Konfidenzbereich für 6 Versuche, $\alpha = 0,05$

Bisher vorliegende Experimente haben nicht den Einfluss des Gussverhältnisses und damit die Maischefeststoffkonzentration berücksichtigt. Gerade aber bei der Feinstvermahlung kann die Hauptgussmenge reduziert werden. Dies bietet nicht nur erhebliche Vorteile für das spätere Extraktawaschen, wie noch gezeigt wird, sondern auch für den β -Glucan Gehalt und für die Würzeviskosität.

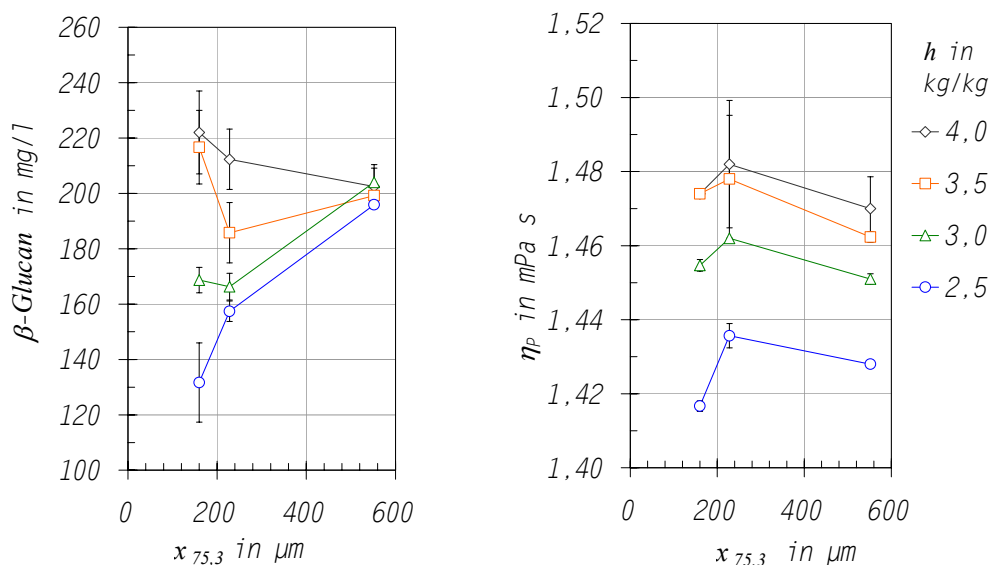


Bild 7.5. Einfluss des Gussverhältnisses auf cytolytische Vorgänge in Abhängigkeit von der Schrotfeinheit, Konfidenzbereich für 6 Versuche, $\alpha = 0,05$

Aus technologischer Sicht wird die Reduktion der Hauptgussmenge durch die Beeinträchtigung der α -Amylase-Aktivität (Verzuckerung) begrenzt. Wie Bild 7.4 verdeutlicht, ist eine Produkthemmung der α -Amylase-Enzyme durch verbesserte Stofftransport- und Stoffaustauschvorgänge bei feineren Partikeln selbst bei einem Gussverhältnis von 2,5 kg/kg kaum feststellbar. Ferner wird bei dem sehr feinen teilentspelzten Schrot eine merklich höhere Extraktausbeute erzielt. Hier sind jedoch 0,35 %-Punkte für die entfernte Spelzenfraktion in Abzug zu bringen. Aus den Diagrammen in Bild 7.5 geht deutlich hervor, dass Fehlschlüsse gezogen werden könnten, wenn der Einfluss der Schrotfeinheit ohne Berücksichtigung des Gussverhältnisses betrachtet würde. So bestehen kaum Unterschiede im Gehalt an hochmolekularem β -Glucan bei einem für Läuterbottichverfahren üblichen Gussverhältnis von 3,5-4,0 kg/kg. Bei höher konzentrierten Maischen (3,0-2,5 kg/kg) werden mit feineren Schrotten kleinere β -Glucangehalte und somit auch niedrigere Würzeviskositäten erhalten. Für die Würzeviskosität kann sogar generell festgestellt werden, dass ein kleines Gussverhältnis zu bevorzugen ist. Die Wahl eines kleinen Gussverhältnisses ist jedoch aufgrund der α -Amylasenschwächung (Extraktausbeute, Verzuckerungszeit) nur den Feinstschrotten vorbehalten.

7.2.3 Rohfrucht-Malz-Maischen

Hinsichtlich des Rohfruchteinsatzes in Verbindung mit einer sehr feinen Vermahlung versprechen die Maischexperimente Vorteile. So genügt ein 120-minütiges Infusionsmaisverfahren, um mit feinstvermahlenem Malz und Reis bis zu einem Anteil von 50 % dasselbe Extraktausbeuteniveau zu erreichen, das bei Läuterbottichschrot nur mit Hilfe eines aufwändigen Rohfruchtkochverfahren zu erreichen ist (Bild 7.6). Die bessere Verzuckerung ist sogar noch deutlicher ausgeprägt (Diagramm rechts).

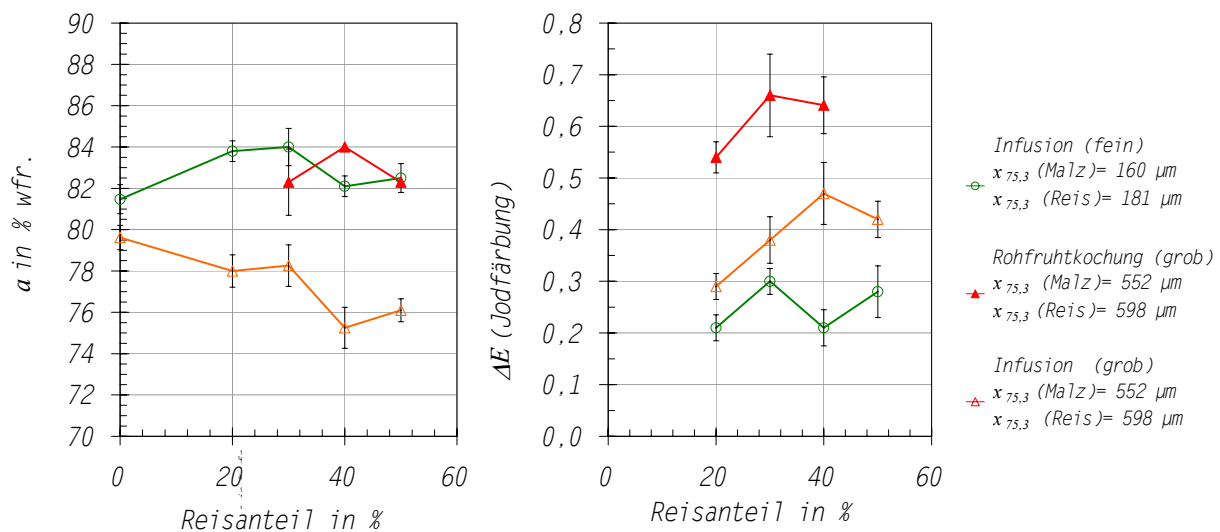


Bild 7.6. Ausgewählte Ergebnisse zum Herstellen von Rohfrucht-Malz-Maischen bei verschiedenen Schrotfeinheiten und Maischverfahren; Maischverfahren siehe Bild 4.1 auf Seite 30

Das **Fazit der Maischversuche** insgesamt ist, dass durch Feinstvermahlen und Teilentspelzung sowie einem angepassten Gussverhältnis ein Extraktzugewinn von bis zu 4 %-Punkten möglich ist. Dieser Vorsprung ist um so kleiner, je intensiver das Maischverfahren ist. Ein feineres Schrot führt dazu, dass bereits lösliche Verbindungen deutlich schneller in Lösung gehen. So ist allerdings eine Korrektur nach unten, beispielsweise des Eiweißabbaus (FAN-Konzentration), durch einen Verzicht auf eine Eiweißrast nur bedingt erfolgreich. Rohfruchtmaischen weisen, wenn sie aus feinstvermahlenem Schrot hergestellt sind, im Hinblick auf den erforderlichen Behandlungsaufwand technologische Vorteile auf.

7.3 Selektion suspendierter und gelöster Maischebestandteile

Neben der höheren Schrotfeinheit nimmt die Veränderung in der Trenngrenze, Einfluss auf die Produktqualität bei der neuen Verfahrensweise mit der Oszillationsfiltration.

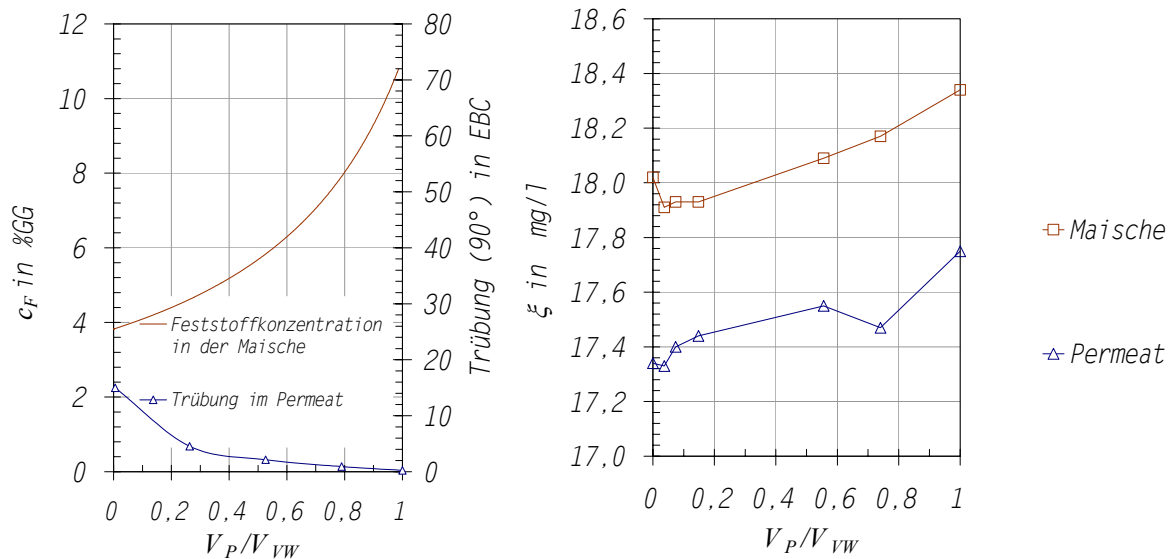


Bild 7.7. Selektion von suspendierten Feststoffen bzw. Trubstoffen (links) und gelösten Extraktbestandteilen (rechts) an der PTFE-Membran $0,45 \mu\text{m}$ während der Vorderwürzefiltration (Konzentrationsphase); V_P = Permeatvolumen V_{VW} = Vorderwürzevolumen gesamt

Das Abtrennen von Feststoffen, einschließlich kolloidaler Trubstoffe, ist nicht nur eine der Hauptaufgaben des Läuterprozesses, sondern auch ein wichtiges Bewertungskriterium für die Qualität der Läuterarbeit.

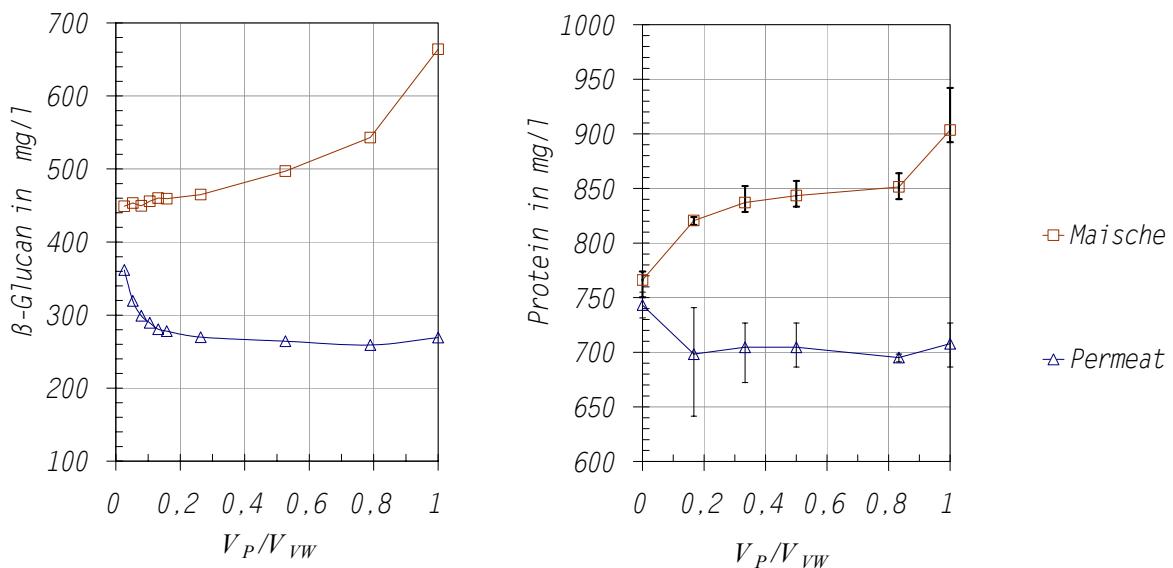


Bild 7.8. Selektion von Makromolekülen an der PTFE-Membran $0,45 \mu\text{m}$ während der Vorderwürzefiltration (Konzentrationsphase); V_P = Permeatvolumen V_{VW} = Vorderwürzevolumen gesamt

Welche Trenngrenze erforderlich oder wünschenswert ist, wurde bisher nicht exakt festgelegt. Auskunft darüber geben lediglich Norm- und Sollwerte zu zwei Analysenmethoden: zum Einen die optische Trübungsmessung (MEBAK [89]), zum Anderen die Feststoffbestimmung nach HEINEKEN in der Pfannevollwürze (DIN 8777 [19]). Beide wurden zur Prüfung der Oszillationsfiltration eingesetzt, wobei eine modifizierte MEBAK-Methode zur Anwendung kam: anstelle eines 12° -Winkels wurde das Streulicht in einem 90° -Winkel gemessen, um besonders kleine Trubstoffe

besser erfassen zu können. Aus dem Diagramm links in Bild 7.7 geht hervor, dass nur zu Beginn der Filtration, während sich durch Ablagerungen Porenverengungen ergeben, eine kleine Menge der Trubstoffe die Membran passieren können. Danach werden alle messbaren Bestandteile vollständig zurückgehalten, so dass sie sich im Suspensionskreislauf während der Konzentrationsphase gemäß Gleichung 5.4 anreichern.

Neben dem Zurückhalten suspendierter Bestandteile ist aber auch mit einer Selektion von Makromolekülen zu rechnen. Die Voruntersuchungen führten zuvor schon zu der Erkenntnis, dass dafür nicht die Porengröße der Mikrofiltrationsmembran verantwortlich ist, sondern die durch Ablagerungen hervorgerufene Verengung des Porensystems. Wie das Diagramm rechts in Bild 7.7 verdeutlicht, werden bis zu 10 % des gesamten Extraktes zurückgehalten. Auch hier erfolgt eine suspensionsseitige Anreicherung im Laufe der Konzentrationsphase. Ein ebensolches Bild geben auch die Untersuchungen der wichtigen Makromolekülgruppen der Proteine und der β -Glucane in Bild 7.8 wieder. Auch hier ist in der Anfangsphase eine Abnahme der Rückhalterate festzustellen, die mit dem Filtrationsmodell und den experimentellen Befunden zum Filtrationsverhalten (Porenverengung und Porenverstopfung) gut übereinstimmt. Die Selektivität für Makromoleküle hängt offensichtlich vom Ausmaß der Ablagerungen und somit von den Prozessbedingungen ab. Für β -Glucan konnten Rückhalteraten zwischen 20 % bei sehr gut gereinigten oder neuem Membranmaterial und 96 % nach Anwendung hoher Transmembrandrücke, hoher Feststoffkonzentrationen und Einsatz schlecht gelösten Malzes gemessen werden.

7.4 Würze- und Bierherstellung

Nachdem die individuellen Auswirkungen der Schrotfeinheit und der Membrantrenntechnik darlegt wurden, beziehen sich die nachfolgenden Ergebnisse auf beide Einflussgrößen. Nach dem in Bild 4.2 (Seite 31) beschriebenen Raster wurden die Würzen, Zwischenprodukte und Biere in einem Vergleich von Oszillationsfiltration (OF) und Läuterbottichverfahren (LB) analytisch verfolgt. Die in diesem Abschnitt angegebenen Konfidenzintervalle berücksichtigten sowohl die Streuung der Analysen als auch die Schwankungen bei der Bierbereitung aus einer angegebenen Anzahl von Versuchssuden im halbertechnischen Maßstab. Alle in diesem Abschnitt dargestellten Ergebnisse beziehen sich auf den Einsatz von normal gelöstem Malz (Spezifikation in Tabelle 4.1 auf Seite 29).

7.4.1 Würzeigenschaften

Stickstofffraktionen

Der gesamt lösliche Stickstoffgehalt der Würzen weist keine wesentlichen Unterschiede zwischen den beiden Verfahren auf. Auch im Vergleich mit Normwerten für Würzen heller Vollbiere liegen keine nennenswerten Abweichungen vor.

| | | Oszillationsfiltration / KONF | Läuterbottich / KONF | Normwerte |
|----------------------|------|-------------------------------|----------------------|-----------|
| löslicher Stickstoff | mg/l | 1211 / \pm 153 | 1256 / \pm 29 | 900-1200 |

Anders verhält es sich sowohl bei der Fraktion der niedermolekularen als auch der hochmolekularen Stickstoffverbindungen, die hier durch den freien Aminostickstoff (FAN) und den $MgSO_4$ -fällbaren Stickstoffs vertreten werden, wie Bild 7.9 zeigt. Während die Reduktion des $MgSO_4$ -fällbaren Stickstoff durch Koagulationen im Kochprozess normal ist, liegen die Absolutwerte der hochmolekularen $MgSO_4$ -fällbaren Fraktion aller beobachteten Würzen unterhalb eines technologisch wünschenswerten Normwertebereiches. Da dies gleichermaßen bei beiden Verfahren beobachtet wird, kann das Zurückhalten hochmolekularer Stickstoffverbindungen an der Membran nicht für die niedrigen Konzentrationen in der Würze verantwortlich gemacht werden.

Der Gehalt an freiem Aminostickstoff (FAN), insbesondere im Verhältnis zum Gesamtstickstoff, liegt beim Läuterbottichverfahren unter dem Normwertebereich für helle Vollbierwürzen. Die deutlichen Unterschiede der Verfahren sind mit Hilfe der Ergebnisse der Maischeversuche (Bild 7.3) zu verstehen. Für das grobe Läuterbottichschrot ist offenbar eine Eiweißbrast erforderlich, die in dem „ehrgeizigen“ Hochkurz-Maischverfahren dieser Bierherstellungsversuche (Bild 4.1, Seite 30) jedoch nicht vorgesehen war.

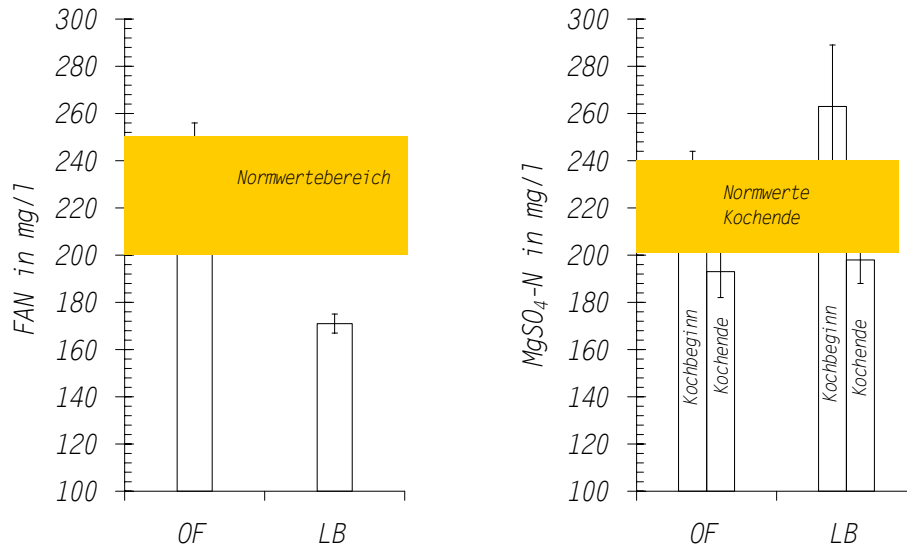


Bild 7.9. Konzentrationen nieder- und hochmolekularer Stickstofffraktionen in der Würze; OF – Oszillationsfiltration, LB – Läuterbottich; Konfidenzbereich für 8 (OF) bzw. 5 (LB) Sude, $\alpha = 0,05$

Vergärbare Zucker und Gärungsvoraussetzung

Die Maischversuche (Abschnitt 7.2.1 aus Seite 93) zeigten, dass aufgrund der Feinstvermahlung beim Maischen mehr Extrakt in Lösung geht. Es stellt sich jedoch die Frage nach dem Wert dieses Extraktes bzw. nach seiner chemischen Zusammensetzung. Den größten Anteil des Extraktes nehmen Saccharide ein.

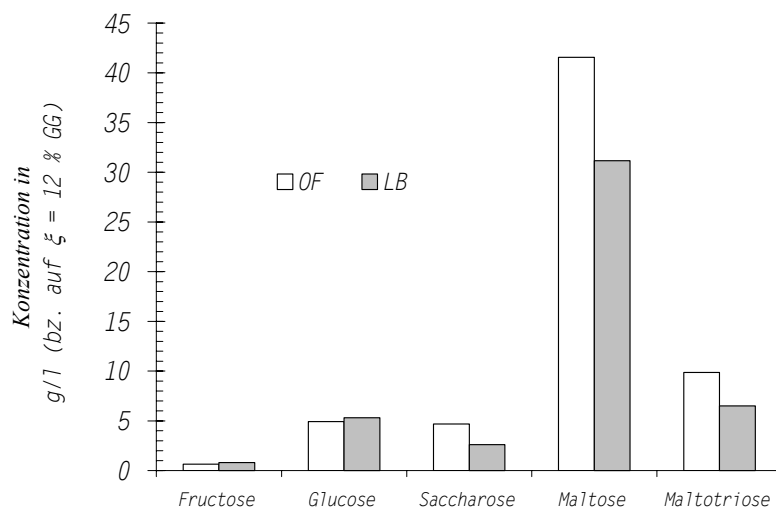


Bild 7.10. Zuckerspektrum der Ausschlagwürzen; OF – Oszillationsfiltration, LB – Läuterbottich

Von Bedeutung sind dabei vor allem die Angärzucker, Glucose, Fructose und Saccharose sowie die Hauptgärzucker Maltose und Maltotriose. Es konnte gezeigt werden, dass in den Würzen aus dem Feinstschrotverfahren (OF) tatsächlich auch höhere Konzentrationen der Hauptgärzucker vorliegen (Bild 7.10). Als Maß für die Gärungstauglichkeit insgesamt fasst der Endvergärungsgrad die

chemisch-analytischen Eigenschaften der Würze zusammen. Die Endvergärungsgrade liegen bei allen Versuchen sehr hoch und weisen kein bemerkenswerten Unterschiede zwischen den Verfahren auf (Bild 7.11 rechts). Auch die in Bild 7.11 links angeführten Zinkkonzentrationen, die bei einem Mangel Gärungsanomalien zur Folge haben können, sind ausreichend. Mithin ist trotz der größeren Treberoberfläche bei Feinstschrot und der damit verbundenen größeren Adsorptionsoberfläche für Mineralien und Spurenelemente eine Abreicherung der Würze diesbezüglich nicht zu erwarten.

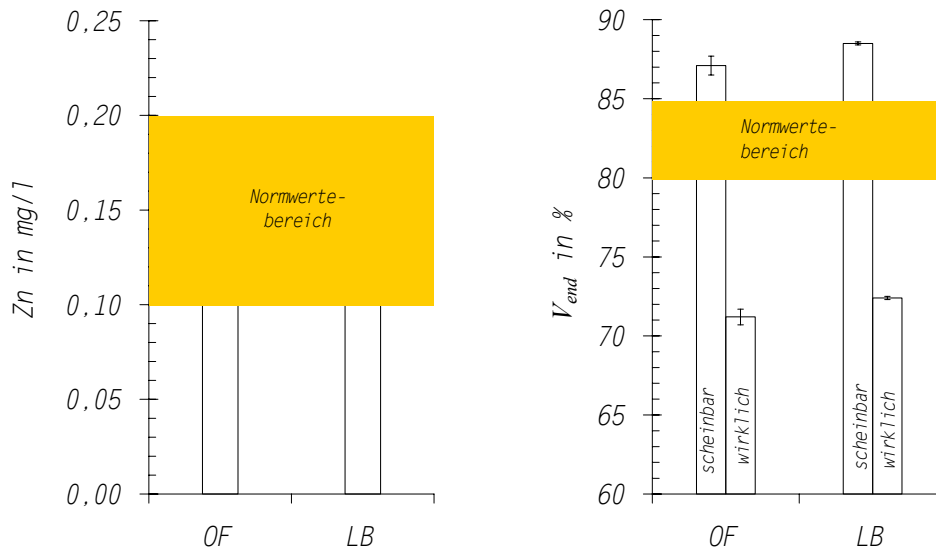


Bild 7.11. Zinkkonzentrationen und Endvergärungsgrade in der Ausschlagwürze; OF – Oszillationsfiltration, LB – Läuterbottich; Konfidenzbereich für 8 (OF) bzw. 5 (LB) Sude, $\alpha = 0,05$

Cytolytische Merkmale

Die Cytolyse, die Auflösung der stärkeführenden Zellen, ist nach der Mälzung nur noch begrenzt beeinflussbar [82]. Die Maischversuche zeigten zuvor schon, dass cytolytisch schlecht gelöstes Malz durch eine Malzfeinstvermahlung mit angepasster Gussführung auch im Brauprozess noch eine Steuerbarkeit zulässt.

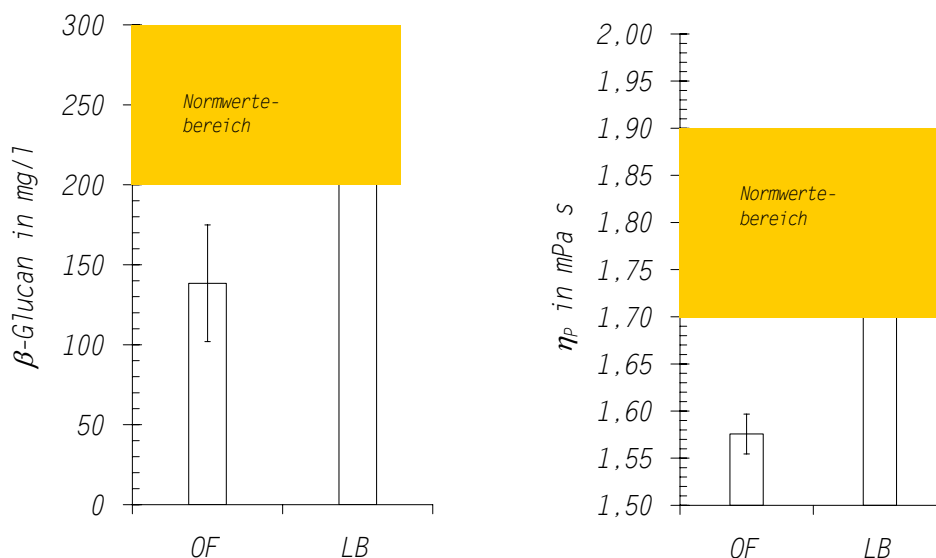


Bild 7.12. β -Glucankonzentrationen und Würzeviskosität (20 °C) der Pfannevollwürzen; OF – Oszillationsfiltration, LB – Läuterbottich; Konfidenzbereich für 8 (OF) bzw. 5 (LB) Sude, $\alpha = 0,05$

Neben der schlechteren Zugänglichkeit der Stärkekörner ist vor allem der hohe β -Glucangehalt aus nicht ausreichend abgebauten Zellwänden nachteilig für die Verarbeitbarkeit der Würze und des Bieres. Der Grund dafür ist eine Viskositätssteigerung und bei Temperaturen unterhalb von 36 °C

eine Gel-Bildung [69]. Dadurch werden Trennvorgänge, wie die Heiß- und Kühltrubseparation, die Klärung während der Lagerung und insbesondere die Bierfiltration teilweise erheblich beeinträchtigt. Mehr noch als der Einfluss des Feinstvermahls kann bei der Oszillationsfiltration durch das Rückhaltevermögen der Membran die β -Glucankonzentration bereits in einem frühen Stadium der Bierherstellung merklich reduziert werden. Noch deutlicher als die Auswirkungen der Oszillationsfiltration bei Verwenden von gut gelöstem Malz (Bild 7.12) erweisen sich die Unterschiede zu den konventionellen Läuterverfahren beim Einsatz von schlecht gelöstem Malz (Abschnitt 7.5.1).

Farbe und pH-Wert

Die Farben der Würzen aus Feinstschrot sind dunkler als beim Läuterbottichverfahren. Neben der Schrotfeinheit selbst kann als eine weitere Ursache hierfür der anlagenspezifisch höhere Sauerstoffeintrag bei der Oszillationsfiltration angesehen werden, der allerdings bei einer großtechnischen Umsetzung vermeidbar ist. Unter Versuchsbedingungen wurden folgenden Sauerstoffkonzentrationen in der Maische gemessen.

| | | Oszillationsfiltration / KONF | Läuterbottich / KONF |
|---------------------------------|------|-------------------------------|----------------------|
| O ₂ nach Einmaischen | mg/l | 2,5 / ± 0,3 | 1,2 / ± 0,1 |

Die pH-Werte liegen bei allen Würzen offensichtlich bedingt durch die hohe Ca- und Mg-Härte des Hauptgusses vergleichsweise hoch, wie Bild 7.13 zu entnehmen ist.

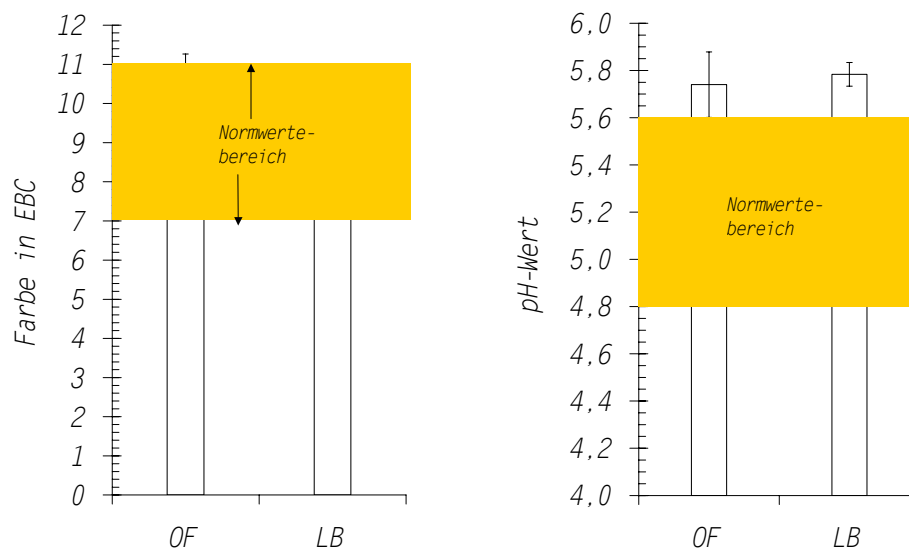


Bild 7.13. Farbe und pH-Wert in den Ausschlagwürzen; OF – Oszillationsfiltration, LB – Läuterbottich; Konfidenzbereich für 8 (OF) bzw. 5 (LB) Sude, $\alpha = 0,05$

Feststoffgehalt und hochmolekulare Saccharide

Bereits Bild 7.7 zeigte, dass bei der Mikrofiltration keine technologisch relevanten Mengen an Trubstoffen die Membran passieren können. Dementsprechend fallen auch die Feststoffgehalte in der Pfannevollwürze nach der HEINEKEN-Methode deutlich niedriger aus als beim Läuterbottichverfahren (Bild 7.14, Seite 101). Keine prägnanten Unterschiede wurden bei der fotometrischen Jodprüfung von Dextrinen festgestellt. Diese stellen sich erst bei Verwendung größerer Mengen an Rohfrucht bzw. beim Einsatz schlecht gelösten Malzes ein (7.5.1 und 7.5.2).

7.4.2 Biereigenschaften

Die Gärungen verliefen bei allen Suden im Bereich der praxisüblichen Schwankungen normal. Der wichtigste analytisch feststellbare Unterschied hängt mit den unterschiedlichen Rückhaltevermögen der beiden untersuchten Verfahren von β -Glucan zusammen. Die positiven

Auswirkungen auf die Filtrierbarkeit sind evident (Bild 7.15), wenn auch bei normal gelöstem Malz deutlich weniger ausgeprägt als bei der Verwendung von schlecht gelöstem Malz (Tabelle 7.4, Seite 105).

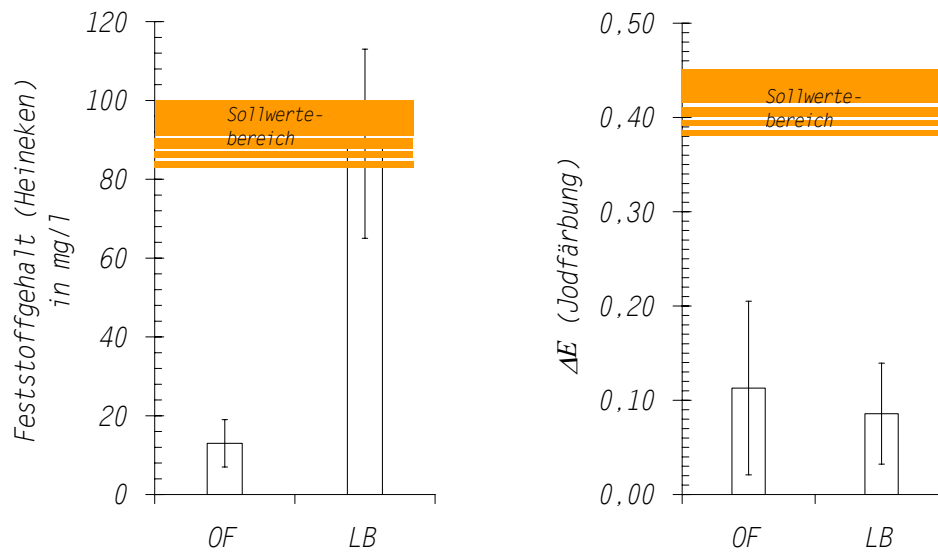


Bild 7.14. Feststoffgehalt und fotometrische Jodreaktion in den Ausschlagwürzen; OF – Oszillationsfiltration, LB – Läuterbottich; Konfidenzbereich für 8 (OF) bzw. 5 (LB) Sude, $\alpha = 0,05$

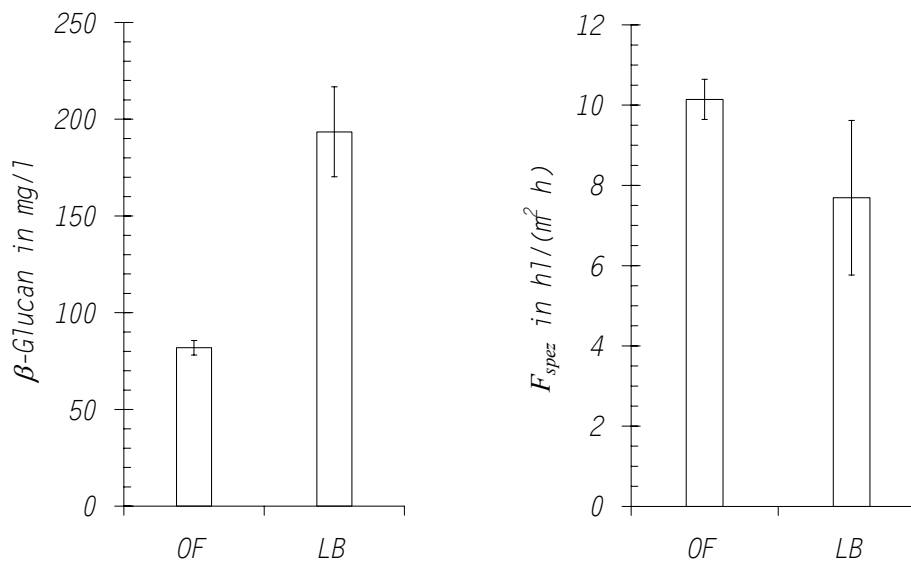


Bild 7.15. β-Glucankonzentration und Filtrierbarkeit¹⁴ der unfiltrierten Biere; OF – Oszillationsfiltration, LB – Läuterbottich; Konfidenzbereich für 8 (OF) bzw. 5 (LB) Sude, $\alpha = 0,05$

Die zweite bemerkenswerte Feststellung ist die schlechtere Schaumstabilität der Biere aus dem Oszillationsfiltrationsverfahren. Eine mögliche Ursache für das in Bild 7.16 gezeigte Ergebnis ist das Zurückhalten hochmolekularer Verbindungen. Der $MgSO_4$ -fällbare Stickstoff kommt nach den Ergebnissen der Würzeanalysen hierfür nicht in Betracht. Ein anderer Grund könnte die Zerstörung der schaubildenden Blasenmembran durch Aminosäuren sein. Bei Suden mit ausgeprägter Eiweißlast und folglich hohen FAN-Gehalten wurde *auch beim Läuterbottichverfahren* schlechte Schaumwerte gemessen. Sonstige Bieranalysen, wie beispielsweise die in Bild 7.16 aufgeführten Polyphenolkonzentrationen, lieferten keine weiteren Hinweise auf deutliche Unterschiede der beiden Systeme.

¹⁴ Filtrierbarkeit nach modifiziertem RAIBLE Test [61], beschrieben in Abschnitt 4.1.3.2 (Seite 33)

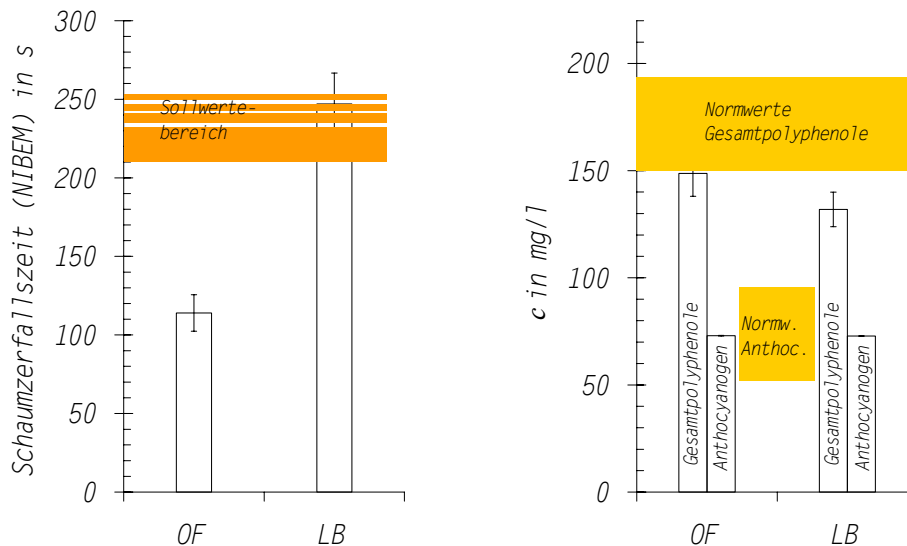


Bild 7.16. Schaumstabilität und Polyphenolgehalte der filtrierten Biere; OF – Oszillationsfiltration, LB – Läuterbottich; Konfidenzbereich für 8 (OF) bzw. 5 (LB) Sude, $\alpha = 0,05$

7.4.3 Sensorische Untersuchungen

Für die sensorischen Untersuchungen standen 3 Verkosterpanels zur Verfügung:

- Panel 1: geschultes Personal des Lehrstuhls für Technologie der Brauerei 1, TUM
- Panel 2: für Alterungsverkostung geschultes Personal desselben Lehrstuhls
- Panel 3: 63 geschulte und ungeschulte Verkoster

Frische Biere

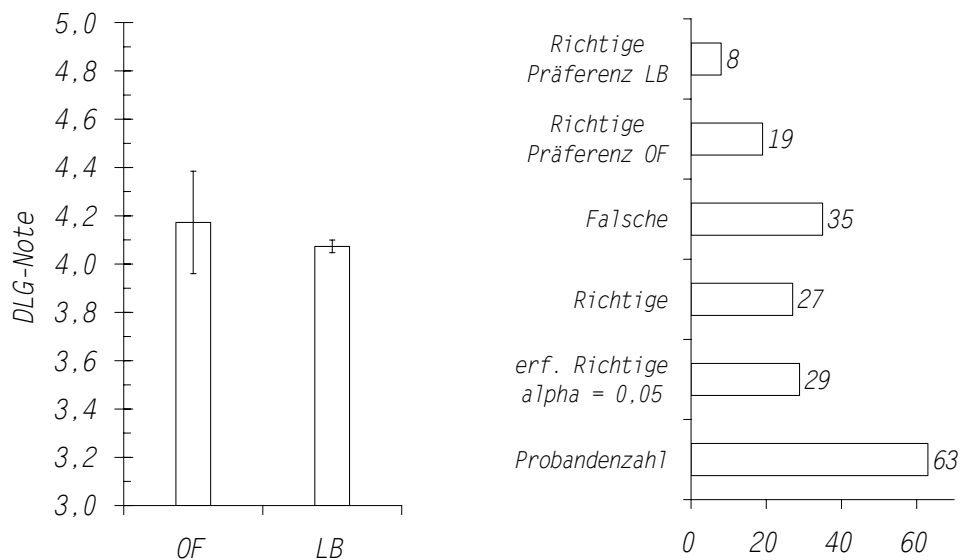


Bild 7.17. Verkostungsergebnisse der frischen Biere; OF – Oszillationsfiltration, LB – Läuterbottich; Konfidenzbereich für 7 (OF) bzw. 3 (LB) Sude, $\alpha = 0,05$

Die ausführlichen Ergebnisse der Verkostung der frischen Biere durch Panel 1 sind in Anhang 8 festgehalten. Bild 7.17 zeigt zusammenfassend die Bewertung nach dem DLG-Notenschema. Die Absolutwerte aller Bier sind als gut zu bezeichnen. Biere, die nach dem Oszillationsfiltrationsverfahren hergestellt wurden, weisen allgemein einen vollen, weichen Trunk, normale Rezenz und eine normale Bittere auf. Geruch und Geschmack werden als rein, zuweilen als „noch rein“ mit Spuren von Ester oder spelzig-trockenem Aroma beurteilt, wie dies für Kleinsudbiere dieser Herstellungsart häufig nicht vermeidbar ist. Es kann insgesamt festgehalten werden, dass keine

signifikanten Unterschiede zwischen den Bieren aus der Oszillationsfiltration und dem Läuterbottichverfahren bestehen. Dies bestätigt auch die statistisch ausgewertete Dreiecksprüfung durch Panel 3. Unter den richtigen Antworten dieser Prüfung ergab sich eine Präferenz für das Bier aus der Oszillationsfiltration.

Gealterte Biere

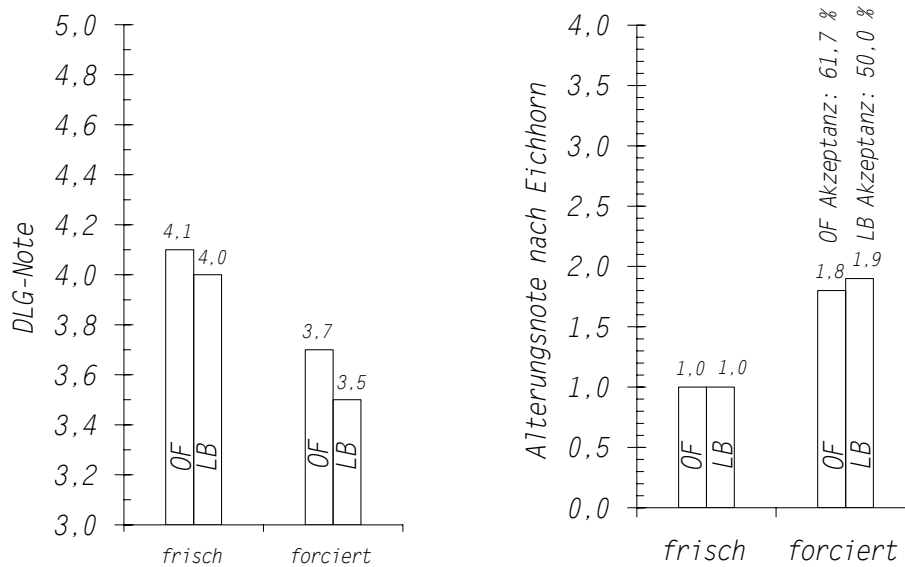


Bild 7.18. Verkostungsergebnisse des frischen und des forciert gealterten Bieres; OF – Oszillationsfiltration, LB – Läuterbottich

Die in einem standardisierten Verfahren forciert gealterten Biere weisen sowohl nach dem Verkostungsschema der DLG als auch nach der EICHHORN-Alterungsverkostung nur kleine Unterschiede auf, wobei die Biere des Oszillationsfiltrationsverfahrens bessere Bewertungen erhielten. Eine Bestätigung dieser sensorischen Prüfung durch die gaschromatografischen Analysen der Alterungskomponenten kann nicht festgestellt werden. In Tabelle 7.1 sind die Wärme-, Alterungs- und Sauerstoffindikatoren aufgeführt. Die Werte sind moderat und weisen keine nennenswerten Unterschiede zwischen den Verfahren auf.

Tabelle 7.1. Alterungskomponenten der 5 Monate gelagerten Biere; Indikatoren: S – Sauerstoff, A – Alterung, W – Wärme

| Alterungsindikatoren in µg/l | | Oszillationsfiltration (OF) | Läuterbottich (LB) |
|-------------------------------------|-----|-----------------------------|--------------------|
| 3-Methyl-Butanal | S,A | 6,6 | 7,5 |
| 2-Furfural | W,A | 33 | 22 |
| 5-Methyl-Furfural | A | 6,9 | 6,5 |
| Benzaldehyd | S,A | 0,6 | 0,5 |
| 2-Phenyl-Ethanal | S,A | 7,4 | 4,9 |
| Bernsteinsäure-Diethyl-Ester | A | 1,0 | 0,9 |
| Nicotinsäure-Ethyl-Ester | | 19 | 16 |
| Phenyllessigsäure-Ethyl-Ester | A | 0,9 | 0,8 |
| 2-Acetyl-Furan | A | 3,3 | 3,4 |
| 2-Propionyl-Furan | A | 1,4 | 1,5 |
| 5,5-Dimethyl-2(5H)-Furanon | | 11 | 11 |
| γ-Nonalacton | W,A | 20 | 33 |
| Summe der Wärmeindikatoren (W) | | 53 | 55 |
| Summe der Sauerstoffindikatoren (S) | | 15 | 13 |
| Summe der Alterungskomponenten (A) | | 81 | 81 |

7.5 Neue technologische Strategien

Der Einsatz der Membranfiltration von Maische eröffnet neue technologische Perspektiven. Einer der möglichen Wege, der unter anderem im Zusammenhang mit dieser Arbeit unternommen wurde, versucht die mechanische Schrotkonditionierung mit Anreicherungs- und Abreicherungsverfahren auszunutzen [64, 71, 72]. Weitere Möglichkeiten der Nutzung werden im Folgenden vorgestellt.

7.5.1 Einsatz von cytolytisch schlecht gelöstem Malz

Die cytolytische Lösung ist jene Eigenschaft des Malzes, die je nach Sorte, Provenienz und Jahrgang zuweilen merklichen Schwankungen unterworfen ist. Während der Mälzer mit entsprechendem Aufwand noch in der Lage ist, die cytolytische Lösung zu beeinflussen, kann in der Brauerei nach bisherigen Möglichkeiten nur wenig bewirkt werden. Für Brauereien ist es daher erstrebenswert, sich von den Zwängen bezüglich der Malzqualität zu lösen. Von der neuen Trenntechnik in Verbindung mit der Feinstvermahlung können diesbezüglich Fortschritte erwartet werden. Die Hauptgründe dafür sind zum Einen der bessere Extraktabschluss aufgrund des feinen Schrotens und zum Anderen das Abtrennen von β -Glucan, das bei den herkömmlichen Verfahrensweisen zu massiven Läuter- und Bierfiltrationsproblemen führen kann.

Tabelle 7.2. Reduktion der β -Glucankonzentration durch die Membranfiltration der Maische aus schlecht gelöstem Malz (4-Tage-Malz) in Abhängigkeit von den Filtrationsbedingungen

| | β -Glucan in der Maische in mg/l | β -Glucan im Permeat in mg/l |
|--|--|------------------------------------|
| intensive Filtrationsbedingungen ($R_{60} = 2,5 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-1}$) | 2350 | 360 |
| angepasste Filtrationsbedingungen ($R_{60} = 8,43 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-1}$) | 1920 | 960 |

Es wurden Biere aus eigens hergestelltem schlecht gelöstem Malz¹⁵ hergestellt. Dieses Malz verursachte beim Brauen mit dem Läuterbottich große Schwierigkeiten. Der Einsatz der Membrantrenntechnik hingegen lässt dieses Malz zu einem braufähigen Rohstoff werden. Der Grund dafür liegt in der Reduktion des hochmolekularen β -Glucans auf ein vertretbares Niveau sowie in einer höheren Extraktausbeute durch mechanischen Aufschluss der glasigen Kornspitzen. Tabelle 7.2 zeigt jedoch, dass die Reduktion in hohem Maße vom Zustand der Membran, also den Prozessbedingungen (Druck, Konzentrierung, Reinigung) abhängt. Der Preis für eine hohe β -Glucan-Rückhalterate ist ein höherer Filterwiderstand (vgl. Bild 5.9 auf Seite 50).

Tabelle 7.3. Analysen der membranfiltrierten Ausschlagwürzen, hergestellt aus schlecht gelöstem Malz (4-Tage-Malz) neben Normwerten nach folgenden Quellen: 4, 45, 89

| | | Oszillationsfiltration schlecht gelöstes Malz | Norm- & Sollwerte |
|---|------|--|-----------------------------|
| Gesamtstickstoff | mg/l | 1020 | 900-1200 |
| MgSO ₄ -fällbarer Stickstoff (Pf.v.) | mg/l | 223 | |
| MgSO ₄ -fällbarer Stickstoff (AW) | mg/l | 171 | 200-240 |
| Freier Aminostickstoff (FAN) | mg/l | 154 | 200-250 |
| Endvergärungsgrad, scheinbar | % | 83,7 | 80-85 |
| Jodprobe, fotometrisch (ΔE) | 1 | 0,40 | 0,37-0,45 |
| Würzefarbe (helle Biere) | EBC | 11,0 | 7-11 |
| pH-Wert | 1 | 5,91 | 4,8¹⁶-5,6 |
| Gesamt-Polyphenole | mg/l | 150 | 180-300 |
| Anthocyanogene | mg/l | 47 | 70-140 |

¹⁵ Spezifikation 4-Tage-Malz in Tabelle 4.1

¹⁶ Bei biologischer Säuerung

Tabelle 7.4. Analyseergebnisse von Bieren aus schlecht gelöstem Malz (4-Tage-Malz)

| | | Oszillationsfiltration | Läuterbottich |
|----------------------------|-----------------------|------------------------|---------------|
| Sensorik DLG-Note | | 3,8 | 3,9 |
| Filtrierbarkeit F_{spez} | hl/(m ² h) | 9,86 | < 2 |
| Schaumzerfallszeit Nibem | s | 218 | 218 |
| Farbe | EBC | 7,1 | 4,9 |
| Gesamt-Polyphenole | mg/l | 157 | 164 |

Weitere Analysen der Würze aus schlecht gelöstem Malz nach Oszillationsfiltration weisen eine leichte Unterbilanzierung in allen Stickstofffraktionen im Vergleich zu den Normwerten auf. Tabelle 7.3 belegt, dass aber der Endvergärungsgrad und beispielsweise der Jodwert akzeptabel sind. Deutliche Vorteile des Oszillationsfiltrationsverfahrens ergeben sich in der Filtrierbarkeit der Biere. Das mittels Läuterbottichverfahren als „unfiltrierbar“ zu bezeichnende Bier wird durch die Membranfiltration der Maische zu einem „sehr gut filtrierbaren“ Bier (Tabelle 7.4). Die Verkostung ergab keinen nennenswerten Unterschied zwischen den Verfahren. Eine etwas schlechtere Benotung im Vergleich zu den frischen Bieren ist hingegen festzustellen.

7.5.2 Rohfruchtverarbeitung

Das Verwenden begrenzter Anteile nicht gemälzter Cerealien als Stärkespender zum partiellen Ersatz von Malz ist eine weit verbreitete Methode, die auf eine Reduktion der Rohstoffkosten abzielt. Allerdings werden dadurch die Enzymkonzentrationen der Maische verringert. Es sind Zugaben von technischen Enzympräparaten bzw. aufwändige Kochvorgänge für die Rohfruchtteilmaischen erforderlich. Ferner lassen sich bisher nur etwa 30 % der Malzschüttung durch Rohfrucht ersetzen.

Die Maischversuche (Abschnitt 7.2.3) haben zuvor schon gezeigt, dass beim Verwenden von Feinstschrot schnellere Stoffumsetzungen möglich sind als bei herkömmlichen Schrotfeinheiten. Wichtige Analysenmerkmale wie die Extraktausbeute und die Verzuckerung weisen darauf hin, dass mit Feinstschrot höhere Rohfruchtanteile verwendet werden können und dass ein einfaches und kurzes Infusionsmaischverfahren zur Verarbeitung genügt.

Tabelle 7.5. Versuchsreihe zur Herstellung von Bieren mit hohen Rohfruchtanteilen, Malzanteil: normal gelöste Malzqualität

| Reisanteil in % | 0 | 30 | 40 | 50 | 60 |
|-----------------|--------------|--------------|--------------------|--------------|--------------|
| OF INF | durchgeführt | durchgeführt | durchgeführt | durchgeführt | durchgeführt |
| LB INF | durchgeführt | durchgeführt | abgebrochen | | |
| LB RFK | | durchgeführt | abgebrochen | | |

OF INF - Oszillationsfiltration mit Feinstschrot und Infusionsmaischverfahren¹⁷

LB INF - Läuterbottich mit Läuterbottichschrot und Infusionsmaischverfahren

LB RFK - Läuterbottich mit Läuterbottichschrot und Kochung der Rohfruchtteilmaische sowie Zugabe eines Amylasenpräparates

Am Beispiel von Reiszusatz wurden Rohfruchtbiere im halbtechnischen Maßstab mit unterschiedlichen Reisanteilen sowohl im Läuterbottichverfahren als auch mittels Oszillationsfiltrationsverfahren hergestellt. Größere Rohfruchtanteile als 30 % Reis waren im dem Läuterbottich nicht zu verarbeiten: der Permeatvolumenstrom war extrem klein und die Würze war trüb. Es konnten daher nur die in Tabelle 7.5 gekennzeichneten Versuche durchgeführt werden. Die Maischen ließen sich mittels Oszillationsfiltration bis zu einem Reisanteil von 60 % gut verarbeiten. Es zeigten sich jedoch, dass einige Analyseergebnisse mit zunehmenden Rohfruchtanteil merklich verändern. So nimmt bei 60 % Reisanteil der Gehalt an freiem Aminostickstoff auf bis zu weniger

¹⁷ Maischverfahren siehe Bild 4.1 (Seite 30)

als 100 mg/l ab. Negative Folgen, etwa für die Hefeernährung, konnten allerdings nicht beobachtet werden. Die kleinen FAN-Gehalte konnten, wie Bild 7.19 zeigt, sogar im Gegenteil positive Folgen für die steigende Schaumstabilität haben.

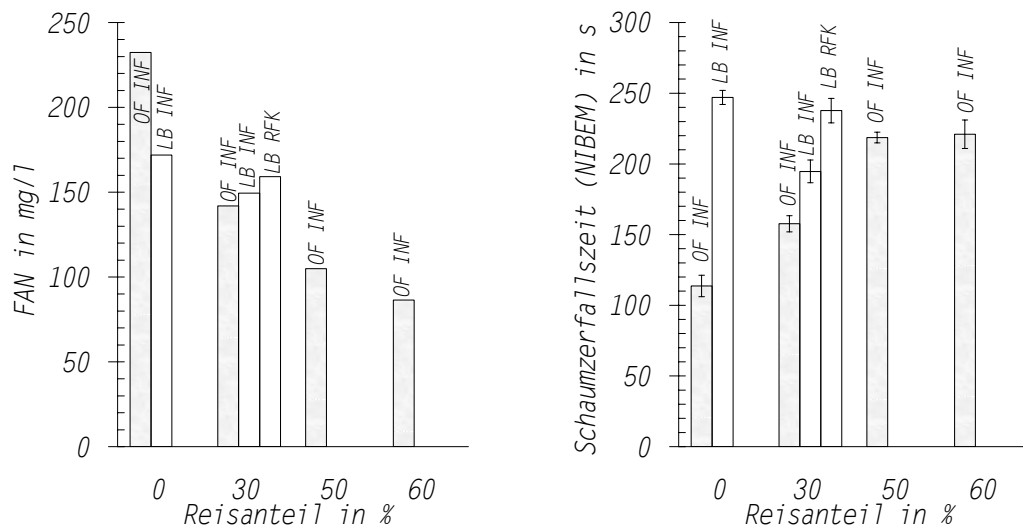


Bild 7.19. FAN und Schaumstabilität von Würzen bzw. Bieren aus Rohfruchtmalzmaischen, Abkürzungen siehe Tabelle 7.5

Die positiven Ergebnisse der Labormaischversuche hinsichtlich der fotometrischen Jodfärbung (Verzuckerung höhermolekularen α -Glucans) konnten bei der Bierherstellung im halbertechnischen Maßstab nicht bestätigt werden (Bild 7.20, links). So werden auch bei feinstvermahlenem Malz ab einem Reisanteil von 50 % zu hohe Jodwerte registriert. Bei einem Vergleich der beiden Verfahren untereinander, mit jeweils einem Reisanteil von 30 %, zeigen sich allerdings deutliche Vorteile des Oszillationsfiltrationsverfahren. Im Unterschied zum Läuterbottichschrot genügt bei Feinstschrot ein einfaches Infusionsmaischverfahren. Bezüglich der Gärungstauglichkeit, ausgedrückt durch den Endvergärungsgrad, ist ab einem Reisanteil von 50 % auch bei Feinstschrot mit Einbußen zu rechnen, wie aus Bild 7.20 (rechts) hervorgeht.

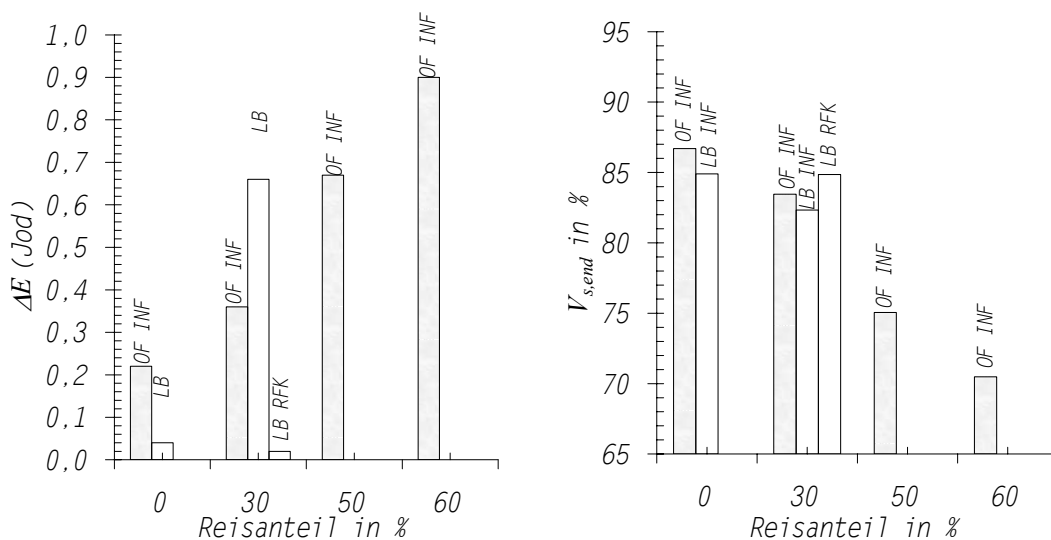


Bild 7.20. Fotometrische Jodprüfung und Endvergärungsgrade (scheinbar) bei Würzen aus Rohfruchtmalzmaischen, Abkürzungen siehe Tabelle 7.5

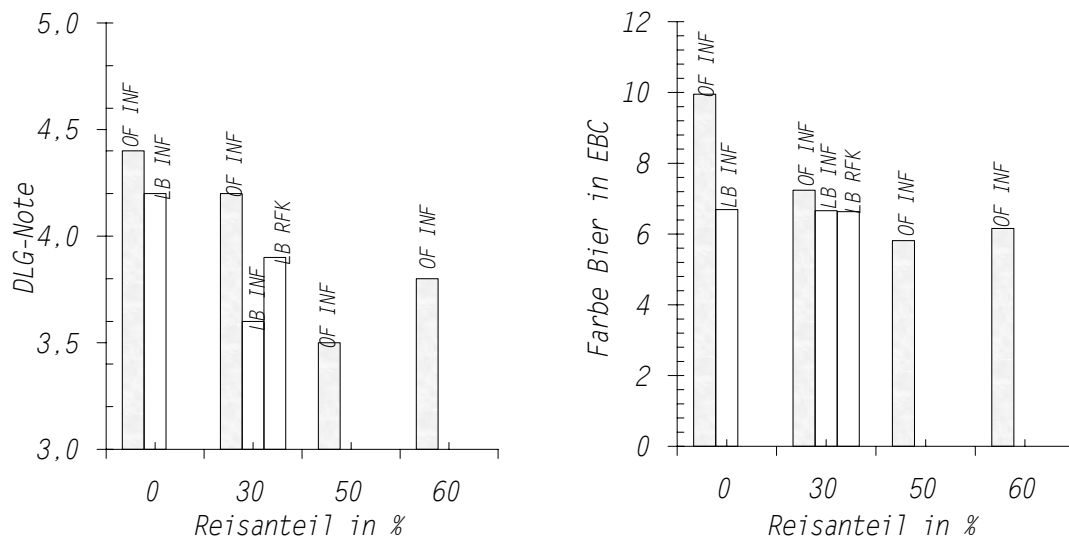


Bild 7.21. Verkostungsergebnisse und Farbe von Bieren aus Rohfruchtmalzmaischen, Abkürzungen siehe Tabelle 7.5

Die Verkostungsergebnisse bestätigen die generelle Präferenz der Biere aus dem Oszillationsfiltrationsverfahren. Zudem konnte bei 30 % Reisanteil in einer Dreiecksprüfung ein signifikanter Unterschied zwischen dem Bieren aus dem Läuterbottichverfahren mit einer Rohfruchtkochung und den Bieren aus dem Oszillationsfiltrationsverfahren festgestellt werden. Es zeigte sich zudem, dass oberhalb eines Anteils von 50 % Reis generell mit Verschlechterungen im Biergeschmack zu rechnen ist.

7.5.3 Maischekochverfahren

Das Kochen und sogar das Vergären einer Maische (mit Feststoffen) statt einer Würze (ohne Feststoffe), auch einer Malzmaische, ist von einigen Herstellungsverfahren für Spirituosen bekannt. Verschiedene Argumente sprechen dafür, dass die Würzebereitungsverfahren unter Zuhilfenahme der Feinstvermahlung und der Mikrofiltration auf ähnliche Weise grundlegend verändert und deutlich vereinfacht werden könnte. Ein Sudhaus bestünde dann nur noch aus einem einzigen beheizbaren Gefäß und der Membranfiltrationsanlage sowie einem Plattenkühler. Ein Läuterbottich oder Maischefilter, die Würzepfanne und die Heißtrubtrennung würden entfallen, wie dies im Gant Chart in Bild 7.22 exemplarisch gezeigt ist.

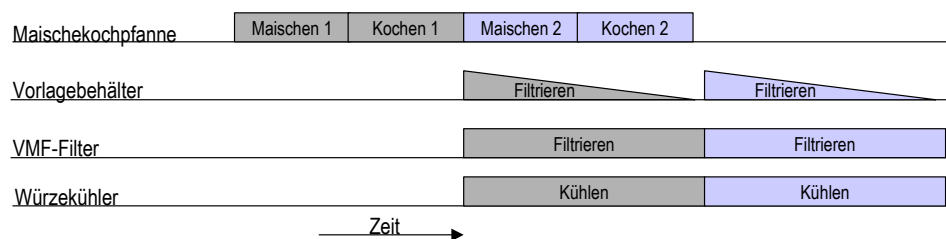


Bild 7.22. Gant Chart eines Sudhauses für ein Maischekochverfahren mit Membranfiltration

Potentielle technologische Bedenken zu diesem Verfahren sind indirekt in zahlreichen Veröffentlichungen zur Bedeutung einer klaren Läuterwürze zu finden [1, 83, 84, 137, 138]. Die Forderung nach trub- und feststofffreien Würzen werden vor allem durch chemisch-physikalische Umsetzungen der Feststoffsubstanzen während des Kochvorganges begründet. Das thermische Freisetzen von Dextrinen, die Oxidation von Fettsäuren und die Bildung von Aroma- und Farbkomponenten werden in diesem Zusammenhang ins Gespräch gebracht. Es könnte also mit Folgen wie einer schlechteren Geschmacksstabilität, Abweichungen in Farbe und Geschmack sowie Problemen bei den Fest-Flüssig-Trennvorgängen, der Heißtrubentfernung und der Bierklärung, kommen.

Andererseits sind bei bestimmten, älteren, aber auch gegenwärtig praktizierten Mehr-Maischverfahren 1-3 Kochvorgänge von Teilmaischen nicht ungewöhnlich. Vor allem wegen der Möglichkeit, durch die Membranfiltration die Fest-Flüssig-Trennaufgaben positiv zu beeinflussen, erscheint es möglich, dass durch das „Maischekochverfahren“ dennoch ein akzeptables Bier erzeugt werden kann. Ein entsprechendes Experiment verlief teilweise erfolgreich. Dazu wurde zunächst nach EYBEN gemaischt und ohne Gefäßwechsel sofort mit dem Kochvorgang und dem Hopfen der Maische fortgefahren. Anschließend sind Treber und Heißtrub gleichzeitig mittels Oszillationsfiltration abgetrennt wurden.

Tabelle 7.6. Analysen der Ausschlagwürze des Maischekochverfahrens

| | | Oszillationsfiltration schlecht gelöstes Malz | Norm- & Sollwerte |
|---|------|--|------------------------|
| Gesamtstickstoff | mg/l | 1366 | 900-1200 |
| MgSO ₄ -fällbarer Stickstoff | mg/l | 181,6 | 200-240 |
| Freier Aminostickstoff (FAN) | mg/l | 183 | 200-250 |
| Jodprobe, fotometrisch (ΔE) | 1 | 1,47 | 0,37-0,45 |
| Würzefarben (helle Biere) | EBC | 11 | 7-11 |
| pH-Wert | 1 | 5,87 | 4,8 ¹⁸ -5,6 |
| Gesamt-Polyphenole | mg/l | 160 | 180-300 |

Die Analysen der Ausschlagwürze zeigen ein nicht allzu ungewöhnliches Bild mit Ausnahme der fotometrischen Jodprobe (Tabelle 7.6). Hier wurden offensichtlich Dextrine durch einen thermischen Aufschluss, aber ohne die Möglichkeit zur enzymatischen Verzuckerung in Lösung gebracht. Die Gärung verlief normal. Die Filtrierbarkeit war jedoch schlecht. Wenn die Frage nach der Filtrierbarkeit geklärt und eine Lösung gefunden wird, kann die Idee des Maischekochverfahrens zu einer erfolgreichen Vereinfachung der Anlagentechnik im Sudhaus führen. Detaillierte Untersuchungen sollten dann im Hinblick auf die Fettsäuren und Alterungsstabilität sowie die Jodwerte erfolgen.

¹⁸ Bei biologischer Säuerung

8 Extraktauswaschen bei der dynamischen Filtration

8.1 Berechnung der zeitlichen Abnahme der Extraktkonzentration

Bei den konventionellen Läuterverfahren, zu denen hier auch der Dünnschichtmischefilter gezählt werden soll, wird der Treberkuchen, der zugleich als Filtermittel dient, durch Aufbringen von Wasser auf den Filterkuchen ausgewaschen. Dabei resultieren die unbefriedigenden Ergebnissen oft aus Kanalbildungen im Kuchen und aus einer inhomogen aufgebauten Treberschicht. Zur Bekämpfung dieser Problematik ist eine aufwendige Steuerungstechnik erforderlich.

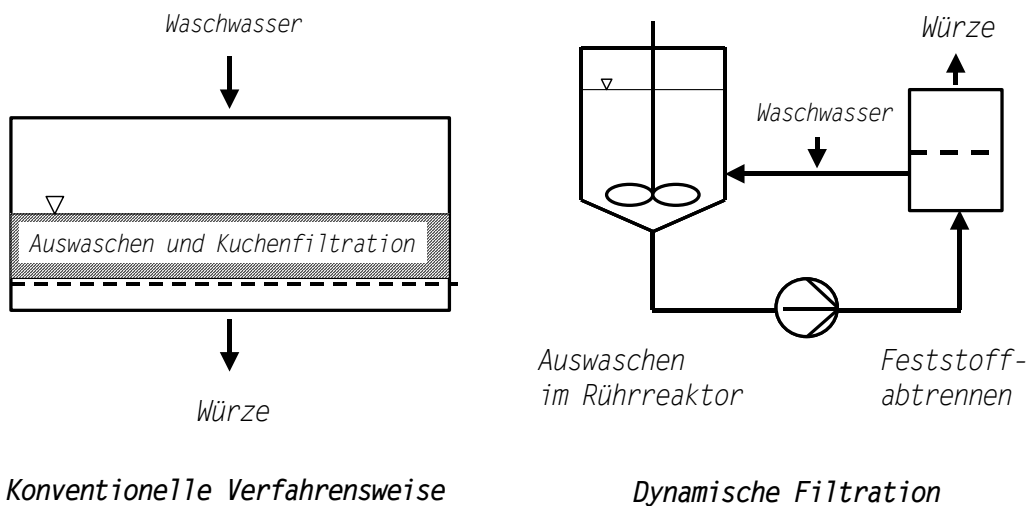


Bild 8.1. Schematische Gegenüberstellung des Treberauswaschens bei der Kuchenfiltration und bei der Oszillationsfiltration mit einer Trennung der verfahrenstechnischen Grundoperationen

Die Membrantrenntechnik hingegen gestattet das Feinstvermahlen des Malzes und ermöglicht das Herstellen pump- und rührfähiger Maische und Treber. Dadurch ist es möglich, den Auswaschvorgang durch Mischen des Waschwassers mit dem Treber im Rührgefäß getrennt vom Abtrennen der Feststoffe durchführen zu können (Bild 8.1). Das Extraktauswaschen bei der Oszillationsfiltration erfolgt durch kontinuierliche Zugabe von temperiertem Brauwasser in die Rücklaufleitung vom Filter zum Vorlagegefäß. Generell besteht die Option das Verhältnis des Permeatmassenstromes zum Massenstrom des Anschwänzwassers zu variieren und somit die Feststoffkonzentration der Suspension in der Auswaschphase zu manipulieren. Bei den vorgenommenen Versuchen wurde jedoch dieses Verhältnis mit 1 festgelegt, so dass die Feststoffkonzentration während des Anschwänzens konstant bleibt.

$$\frac{\dot{m}_P}{\dot{m}_N} = 1$$

Bei der beschriebenen Verfahrensweise ist, im Unterschied zum Auswaschvorgang bei der statischen (Kuchen-) Filtration, ein partielles Verdrängen der Würze durch das Waschwassers nicht gegeben. Es liegt ein weitgehend idealer Misch- und Trennvorgang beider Medien vor. Diese Tatsache erleichtert die Berechnung der zeitlichen Abnahme der Extraktkonzentration $\xi = f(t)$, die hier mittels einer Extraktmassenbilanz um die Matrixflüssigkeit der Suspension, der Würze m_W , erstellt wird:

$$\begin{array}{c}
 \dot{m}_N \cdot \xi_N \rightarrow \\
 \dot{m}_\xi \rightarrow
 \end{array}
 \begin{array}{c}
 \boxed{m_W \cdot \xi_W} \\
 \rightarrow
 \end{array}
 \dot{m}_P \cdot \xi_W
 \quad
 \begin{array}{l}
 \dot{m}_N = \dot{m}_P \\
 \xi_N = 0
 \end{array}$$

$$m_W \cdot \dot{\xi}_W = \dot{m}_N \cdot \xi_N - \dot{m}_N \cdot \xi_W + \dot{m}_\xi \quad \text{Gleichung 8.1}$$

Dabei ist \dot{m}_ξ der Extraktmassenstrom infolge des Stoffdurchganges von der festen Phase (Treber) in die flüssige Phase (Würze). Dieser Stoffdurchgang wird durch ein Konzentrationsgefälle angetrieben, das sich nach dem Mischen beider Medien einstellt. Da das Anschwänzwasser kein Extrakt enthält ($\xi_N = 0$), kann eine lineare inhomogene Differentialgleichung formuliert werden.

$$\dot{\xi}_W - \frac{\dot{m}_N}{m_W} \xi_W = \frac{\dot{m}_\xi}{m_W} \quad \text{Gleichung 8.2}$$

Die Lösung dieser Gleichung mit der Randbedingung, dass zu Beginn des Anschwänzens Vorderwürzekonzentration vorliegt ($\xi_W(t=0) = \xi_{VW}$), ist:

$$\xi_W = \xi_{VW} \cdot e^{-\frac{\dot{m}_N}{m_W} t} + \frac{\dot{m}_\xi}{\dot{m}_N} \cdot \left(1 - e^{-\frac{\dot{m}_N}{m_W} t} \right) \quad \text{Gleichung 8.3}$$

Die Kinetik der Extraktabnahme hängt folglich vom Extraktmassendurchgang von der festen in die flüssige Phase \dot{m}_ξ ab. Dieser lässt sich mit dem Ansatz von HUIGE für die zeitliche Änderung des löslichen Extraktes in der festen Phase eines ideal gemischten Rührbehälters herleiten [52]:

$$\frac{d\xi_T}{dt} = K \cdot S_V \cdot (\xi_T - \xi_W) \quad \text{Gleichung 8.4}$$

- ξ_T Extraktkonzentration in der festen Phase (Treber)
- ξ_W Extraktkonzentration in der flüssigen Phase (Würze)
- S_V spezifische Oberfläche der festen Phase
- K Stofftransportkoeffizient

Mit $dm_\xi = m_T \cdot d\xi_T$ ergibt sich

$$\dot{m}_\xi = m_T \cdot K \cdot S_V \cdot (\xi_T - \xi_W) = K S_V \cdot \left(m_\xi - \frac{(m_S(1-a) + m_\xi) \cdot (a \cdot m_S - m_\xi)}{m_W} \right) \quad \text{Gleichung 8.5}$$

Dabei vertritt m_ξ folgenden Term:

$$m_\xi = m_S(1-a) \cdot \frac{c_f}{(1-c_f)} \quad \text{Gleichung 8.6}$$

Auch die Extraktabnahme im Feststoff $\xi_T = f(t)$ lässt sich mit Hilfe des Ansatzes aus Gleichung 8.4 herleiten:

$$\dot{\xi}_T - K \cdot S_V \cdot \xi_T = -K \cdot S_V \cdot \xi_W \quad \text{Gleichung 8.7}$$

Eine Lösung dieser Gleichung ergibt sich mit der Randbedingung ($\xi_T(t=0) = \xi_{VW}$):

$$\xi_T = \xi_W \cdot (1 - e^{-K S_V t}) + \xi_{VW} \cdot e^{-K S_V t} \quad \text{Gleichung 8.8}$$

Da offensichtlich der Extraktmassenstrom in die flüssige Phase vom Extraktkonzentrationsgradienten und somit von der Extraktkonzentration der flüssigen Phase abhängt, kann die Funktion $\xi_W = f(t)$ anhand der Gleichungen 8.5, 8.6 und 8.8 nur iterativ ermittelt werden. Für später gezeigte Berechnungen wird dies mit Hilfe eines einfachen Programms auf Basis der Programmiersprache Visual Basic durchgeführt.

8.2 Geschwindigkeit des Fest-Flüssig-Stoffdurchganges

Die zeitliche Extraktabnahme hängt, wie oben gezeigt wurde, unter anderem vom Stoffdurchgang von der festen in die flüssige Phase ab. Dieser läuft um so schneller ab, je feiner die Feststoffpartikeln sind, da das Produkt $K \cdot S_V$ steigt. Experimente, die in einem anderen Zusammenhang von HUIGE veröffentlicht wurden, haben für ein Feinschrot ($x_{10,3} = 90 \mu\text{m}$) einen Wert für $K \cdot S_V$ von $0,10 \text{ min}^{-1}$ ergeben [52]. Für ein gröberes Schrot, das mit $x_{100,3} = 800 \mu\text{m}$

charakterisiert wurde, wurden für $K \cdot S_V$ $0,04 \text{ min}^{-1}$ ermittelt. Das Diagramm links in Bild 8.2 zeigt die sich aus den Daten von HUIGE mit der oben entwickelten Berechnungsmethode ergebenden zeitlichen Extraktabnahmen in der Würze und im Treber. Das in dieser Arbeit eingesetzte Schrot ist deutlich feiner ($x_{100,3} = 90 \mu\text{m}$). Das Diagramm rechts in Bild 8.2 verdeutlicht, dass $K \cdot S_V$ für dieses Schrot erwartungsgemäß größer als $0,10 \text{ min}^{-1}$ ist. Da bei der zu beobachtenden Abweichung der beiden Grafen auch das Rückhaltevermögen der Membran (etwa 10 %, vgl. Bild 7.7 rechts) zu berücksichtigen ist, kann der Konzentrationsunterschied beider Phasen als nahezu nicht vorhanden interpretiert werden.¹⁹

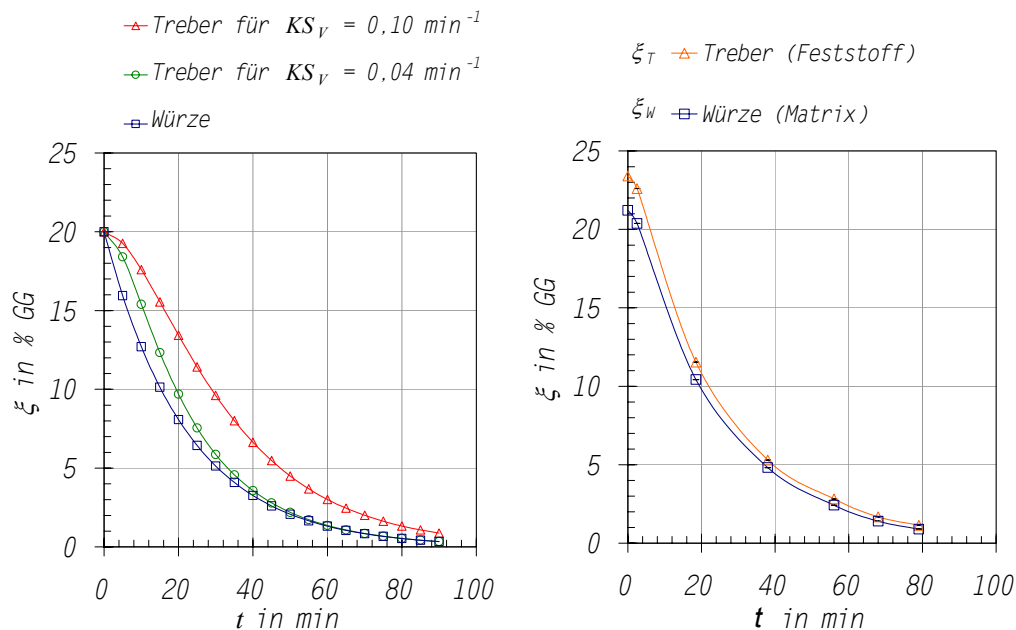


Bild 8.2. Zeitliche Abnahme der Extraktkonzentration in beiden Phasen, links für Schrote nach HUIGE und rechts für das noch feinere Schrot „Feinstschrot TE“ bei der Oszillationsfiltration; $m_S = 12, \text{ kg}$; $c_F = 9,4 \text{ \% GG}$; $\dot{m}_N = 50 \text{ l/h}$.

Der Fest-Flüssig-Stoffdurchgang vollzieht sich mithin so schnell, dass anders als beim Läuterbottich die Kinetik der Extraktreduktion dadurch nicht limitiert wird. Die Berechnung kann vereinfacht werden, indem für das Feinstschrot TE ein (unendlich) großer Wert für $K \cdot S$ und somit für die spezifischen Oberfläche der festen Phase und angenommen wird. Für den Fall $K \cdot S_V \rightarrow \infty$ folgt aus Gleichung 8.8:

$$\lim_{KS_V \rightarrow \infty} \xi_T = \xi_W$$

Dadurch vereinfacht sich die Berechnung der Extraktabnahme, die nun gleichermaßen für die feste wie für die flüssige Phase gilt, wie folgt:

$$\xi_T = \xi_W = c_{VW} \cdot e^{-\frac{\dot{m}_N}{(m_W + m_\xi)} t} \quad \text{Gleichung 8.9}$$

Auch das analytische Verfolgen der Extraktabnahme vereinfacht sich, da die Konzentrationen in Treber und Würze gleich sind. Dies zeigen Messergebnisse für den Zeitpunkt des Anschwänzendes in Bild 8.3.

¹⁹ Die Würzeproben wurden im Permeatbereich entnommen, weshalb eine Extraktreduktion durch die Membran relevant ist.

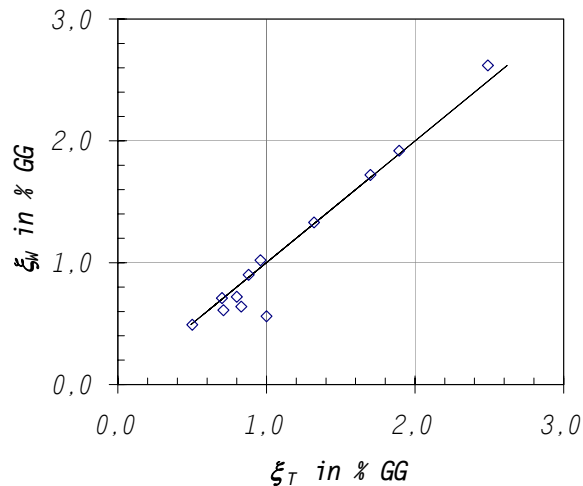


Bild 8.3. Extraktkonzentrationen in Würze und Treber am Ende des Anschwänzens (unterschiedlich geführter Anschwänzvorgänge)

8.3 Einfluss der Verfahrensparameter auf die Auswascheffizienz

Unter der Effizienz des Auswaschens wird, wie in Abschnitt 4.1.3.5 begründet wurde, das Verhältnis der Extraktkonzentrationen am Ende des Anschwänzens ξ_{GW} (Glattwasser) und zu Beginn des Anschwänzens ξ_{VW} (Vorderwürze) herangezogen. Das Gesamtgussverhältnis, also das Verhältnis von Pfannevollwürzemasse zur Masse der Schüttung, wurde bei allen Versuchen auf $g = 7,2$ festgelegt. Die Parameter Extraktausbeute beim Maischen a und die Partikelfeinheit sind für die unternommenen Anschwänzversuche ebenfalls durch eine einheitliche Schrotgrundgesamtheit und ein einheitliches Maischverfahren konstant. Die Variation des Gussverhältnisses h wurde durch Verdünnen der Maische direkt vor dem Filtrationsstart vorgenommen. Dadurch konnte der für das Anschwänzen wichtige Verfahrensparameter ohne Manipulation der Maischsaube untersucht werden. Ein weiterer wichtiger Verfahrensparameter ist die Feststoffkonzentration der Suspension c_F und die Art der Nachgussführung (kontinuierlich oder diskontinuierlich). Wie sich zeigte spielt die Prozesstemperatur keine Rolle, da sie nur einen Einfluss auf den Stoffdurchgang hat, der bei Feinstschrot wie oben belegt wurde, keine limitierende Größe ist. Gleichung 8.9 lässt sich für das Anschwänzen so umformulieren, dass die Verfahrensparameter eingebunden werden können, da sich zu diesem Zeitpunkt bei einem konstanten Nachgussmassenstrom \dot{m}_N die Gesamtnachgussmenge m_N aus

$\dot{m}_N \cdot t(\text{Anschwänzen}) = m_N$ ergibt:

$$\frac{\xi_{GW}}{\xi_{VW}} = e^{-\frac{m_N}{m_W + m_\xi}} \quad \text{Gleichung 8.10}$$

In diese Gleichung lassen sich die Verfahrensparameter integrieren:

$$\frac{\xi_{GW}}{\xi_{VW}} = e^{-\frac{(g-h)-(h+1)+\frac{(1-a)}{c_F}}{h+a-(h+1)+\frac{(1-a)}{c_F}}} \quad \text{Gleichung 8.11}$$

Die so berechenbare Auswascheffizienz wurde experimentell überprüft, wie nachfolgend dargelegt ist.

Einfluss der Feststoffkonzentration und des Gussverhältnisses

Die Diagramme in Bild 8.4 zeigen Messwerte für die Auswascheffizienz von Anschwänzversuchen neben den Grafen, die für die entsprechenden Versuche aus der oben hergeleiteten Berechnung

hervorgehen. Es zeigt sich eine gute Übereinstimmung von Rechnung und Experiment, wodurch der Anschwänzvorgang sehr viel determinierter ist als bei der Kuchenfiltration. Darüber hinaus lassen sich Erkenntnisse für die Prozessführung entnehmen. So zeigt sich, dass der Feststoffkonzentration eine entscheidende Bedeutung für ein effizientes Auswaschen zukommt. Offensichtlich wirken hier zwei gegenläufige Effekte zusammen. Einerseits erlaubt eine nur mäßige Feststoffkonzentration aufgrund des festen Verhältnisses von Pfannevollwürzemasse und Schüttung das Verwenden von mehr Nachgusswasser, andererseits verschlechtern sich dadurch die Mischungsverhältnisse, die der Extraktmassenbilanz zugrunde liegen. Letzterem Einfluss kommt dabei die weitaus größere Bedeutung zu, so dass für ein effizientes Anschwänzen eine möglichst hohe Feststoffkonzentration angestrebt werden muss.

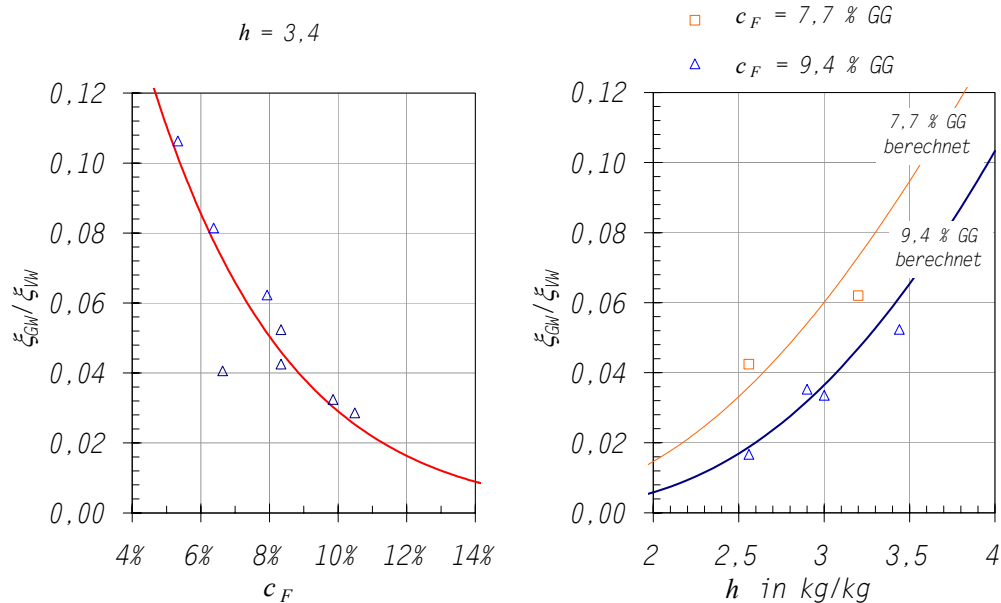


Bild 8.4. Experimentelle und rechnerische Ermittlung der Auswascheffizienz unter Variation des Gussverhältnisses und der Feststoffkonzentration

Der Einfluss des Hauptgussverhältnisses ergibt sich ebenfalls aus dem festgelegten Gesamtgussverhältnis von 7,2, denn je kleiner der Hauptguss gewählt wird, umso mehr Anschwänzwasser steht zur Verfügung.

Art der Nachgussführung

Rechnerisch wie auch experimentell lässt sich zeigen, dass ein kontinuierliches Zuführen des Anschwänzwassers einem diskontinuierlichen vorzuziehen ist. Die Glattwasserkonzentration ergibt sich im diskontinuierlichen Fall aus einer Reihe von einzelnen Mischungsvorgängen:

$$\xi_{GW} = \frac{\xi_{VW}}{\prod_{i=1}^k \left(1 + \frac{m_i}{m_W + m_{e\xi}} \right)} \quad \text{für } i = 1 \text{ bis } k \text{ Nachgüsse der Gesamtmasse } m_N = \sum_{i=1}^k m_i$$

Für gleichgroße Nachgüsse der Anzahl n gilt dann

$$\frac{\xi_{GW}}{\xi_{VW}} = \left(1 + \frac{m_N}{(m_W + m_{e\xi}) \cdot n} \right)^n \quad \text{Gleichung 8.12}$$

Diese Gleichung ist inhaltlich identisch mit Gleichung 8.10, wie durch Bildung des Grenzwertes

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \frac{\xi_{GW}}{\xi_{VW}} = e^{-\frac{m_N}{m_W + m_{e\xi}}} \text{ gezeigt werden kann.}$$

Auch hier zeigen die Berechnung und die experimentellen Ergebnisse eine gute Übereinstimmung (Bild 8.5).

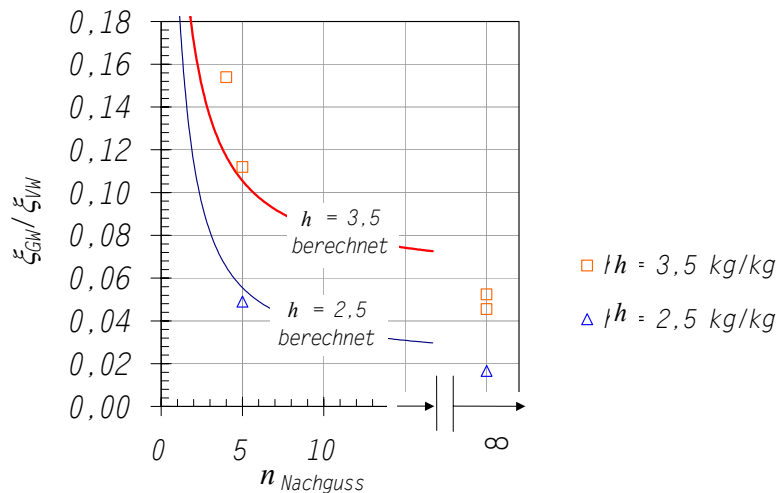


Bild 8.5. Experimentelle und rechnerische Ermittlung der Auswascheffizienz unter Variation des Gussverhältnisses und der Art der Nachgussführung, $n \rightarrow \infty =$ kontinuierliches Anschwätzen

8.4 Treberextraktverluste

Die Problematik der Bewertung der Extraktausbeute durch die Methode des Auswaschbaren Treberextraktes ist in Abschnitt 4.1.3.5 (Seite 34) dargelegt worden.

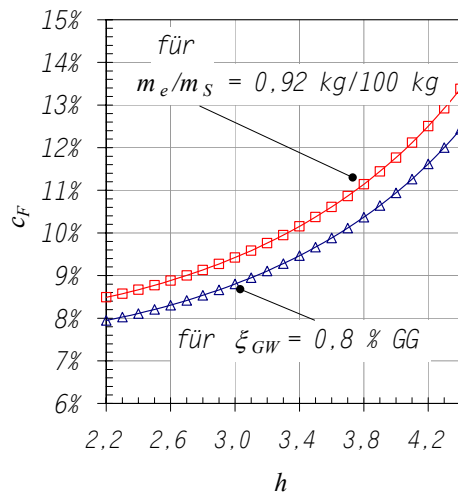


Bild 8.6. Erforderliche Kombinationen der Parameter Feststoffkonzentration und Gussverhältnis für das Erfüllen der Forderung einer Extraktkonzentration im Glattwasser von 0,8 % und für die Forderung eines Verlustextraktes von $m_e/m_s = 0,92$ kg/100 kg; $a = 85$ %; $g = 7,2$

In 15 Anschwätzversuchen mit dem Oszillationsfiltrationsverfahren wurden die Auswaschbaren Treberextrakte sowie die nach der eigens entwickelten Berechnungsmethode ermittelten Verlustextrakte analysiert. Das Ergebnis ist, dass beide Sollwerte (0,8 % GG bzw. 0,92 kg/100 kg) erreicht werden können. Dem Nachteil einer im Vergleich zu konventionellen Verfahren hohen Treberfeuchtigkeit von etwa 90 % muss durch strenges Einhalten von Mindestwerten der Prozessparameter Feststoffkonzentration und Gussverhältnis entgegnet werden. Diese Mindestwerte lassen sich mit Hilfe der oben hergeleiteten Berechnungsmethode in einem Diagramm auftragen. Solange der Prozess oberhalb bzw. links von den Grafen in Bild 8.6 geführt wird, werden die entsprechenden Anforderungen eingehalten.

9 Diskussion und Ausblick

Aufbauend auf grundlegenden Untersuchungen zum Einsatz von Membranverfahren wurden in drei Kapiteln die Bewertungskriterien für ein Läuterverfahren, Kapazität (flächenspezifischer Filtratfluss), Qualität und Quantität, behandelt. Mit einem Ausblick auf die Möglichkeiten einer Umsetzung der neuen Technik im Brauereibetrieb sollen diesen drei Punkte nun kritisch betrachtet werden. Dabei wird auf die gegenseitigen Beziehungen der oben getrennt dargestellten Bewertungskriterien eingegangen. Bild 9.1 zeigt die wichtigsten Zusammenhänge auf: durch Porenverengungen der Membran infolge von Ablagerungen aus der Maische werden sowohl die Permeabilität als auch die Trenncharakteristik beeinflusst. Das sehr feine Schrot hat Auswirkungen auf die Produktqualität, aber auch auf die Extraktausbeute (Maischausbeute). Eine hohe Feststoffkonzentration bewirkt eine höhere Extraktausbeute (Auswascheffizienz), hat aber negative Folgen für die Permeabilität.

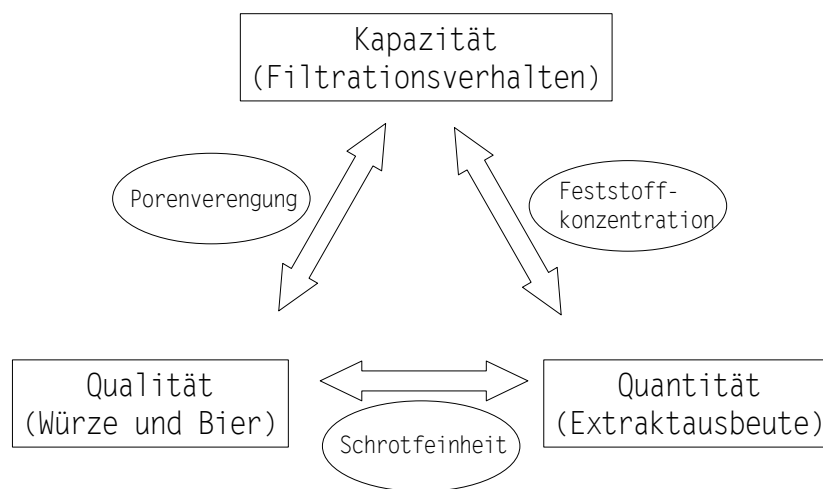


Bild 9.1. Wechselwirkungen zwischen den drei charakteristischen Bewertungskriterien bei der Oszillationsfiltration von Maische

9.1 Filtrationsverhalten der Oszillationsfiltration

9.1.1 Filtrationsmodell

Zum ersten Mal wurde das Filtrationsverhalten der Mikrofiltration im oszillierenden Spalt von Membranen untersucht und mit Hilfe eines Modells beschrieben. Das Modell selbst untergliedert sich in eine kinetische Betrachtung des Filterwiderstandes und eine Beschreibung der Funktionsmechanismen der Oszillation auf die Filtrationsvorgänge. Es wurde eine Modellgleichung hergeleitet, die die drei typischen Verhaltensformen bei der Oszillationsfiltration beschreiben kann.

Kinetisches Modell

Die entwickelte Modellgleichung für die qualitative Beschreibung der Filterwiderstandsfunktion $R = f(t)$ weist Ähnlichkeiten zu dem von LOTZ für die Scherspaltfiltration von Maische rein phänomenologisch erstellten funktionalen Zusammenhang auf [71]. Im Unterschied zu der von LOTZ aus dem grafischen Erscheinungsbild der experimentellen Daten geschlossenen Funktion wird die hier erstellte Gleichung durch ein Modell begründet, das im Kern auf der Transformation von strömungstechnischen Erscheinungen zu einer Bilanzierung von Massen bzw. Konzentrationen der suspendierten und gelösten Stoffe beruht. Damit kann eine Begründung für die Modellgleichung geliefert werden. Darüber hinaus sind die in der Gleichung enthaltenen Anpassgrößen nicht inhaltslos. Sie geben Zusammenhänge zwischen den Einflussgrößen wieder. Die Analyse der so

erstellten Gleichung wurde in Abschnitt 6.1.3 (Seite 71) vorgenommen. Es ist demnach möglich, nicht nur ein Sättigungsverhalten aus der Widerstandsfunktion zu deuten, sondern auch ein stationäres Verhalten und der wichtige Fall des exponentiell ansteigenden Widerstandes. Der Zeitkoeffizient Δ_K gewinnt in diesem Zusammenhang eine zusätzliche Dimension, indem er inhaltlich eine Gewichtung zwischen dem Abscheiden von Partikeln an der Membran und dem Abstoßeffekt wiedergibt.

$$R = R_M + R_K^* \cdot (1 - e^{-\Delta_K t}) + R_D^* \cdot (1 - e^{-\Delta_D t}) \quad \text{mit} \quad \Delta_K = \lambda_\omega - \lambda_p \cdot J_p$$

Die Ähnlichkeit des Modells mit der Gleichung von LOTZ ist nicht zufällig, sondern beruht darauf, dass das hier erstellte kinetische Modell zunächst noch keine für die Oszillationsfiltration spezifischen Ansätze verwendet. Diese werden erst bei der Beschreibung des Wirkmechanismus des Abstoßeffektes eingebunden. Folglich ist das kinetische Modell für alle Varianten der dynamischen Filtration anwendbar. Bei der Sichtung der Literatur über Anwendungen der dynamischen Mikrofiltration im Brauereibereich - auch darüber hinaus - finden sich entsprechende Übereinstimmungen: Sättigungsverhalten werden bei der Crossflow-Filtration von Bier und Hefe [9, 27, 28, 31, 85, 131, 132], bei der Scherspaltfiltration von Maische [71, 72] sowie auch bei der Oszillationsfiltration von Hefe [113] beobachtet.

Aufklärung der Funktionsweise des Abstoßeffektes der Oszillationsfiltration

Das kinetische Modell kann, wie erwähnt, die typischen Verhaltensmuster des Filterwiderstandes beschreiben. In einem zweiten Schritt wird untersucht, welchen Beitrag die Prozessparameter für das Vorliegen des einen oder anderen Verhaltens leisten. Dazu muss die für die Oszillationsfiltration charakteristische Wirkungsweise hinsichtlich des Partikelabtrags an der Membran (Abstoßeffekt) aufgeklärt werden.

Der sog. Abstoßeffekt wird nicht anders als bei allen anderen dynamischen Trenntechniken in einer Scherbeanspruchung gesehen, der die Partikeln in der Strömung in unmittelbarer Membrannähe ausgesetzt sind. Die unterschiedliche Qualität der Scherbeanspruchung liegt allerdings darin, dass die Scherbeanspruchung aufgrund einer beschleunigten Relativbewegung zustande kommt und nicht aufgrund einer stationären Überströmung. Eine geeignete Verknüpfung aller Einflussgrößen für diese Scherbeanspruchung stellt das Verhältnis der Trägheit der Suspension (gegenüber der oszillierenden Membran) zur inneren Reibung der Suspension dar.

$$\text{Re}_\omega = \frac{\omega \cdot Y^* \cdot \rho_M \cdot s}{2 \cdot \pi \cdot \eta_M}$$

Diese von stationären Strömungen auf die oszillatorische Strömung in einem Spalt übertragene Reynoldszahl kann erfolgreich zur Anwendung gebracht werden, indem die kritischen Übergänge der Verhaltensformen beschrieben werden.

9.1.2 Schlussfolgerungen für die Prozessführung

Neben der unterschiedlichen Qualität des Abstoßeffektes ist für das vorteilhafte Filtrationsverhalten der Oszillationsfiltration die Entkopplung von Transmembrandruck und Scherbeanspruchung verantwortlich. Dadurch ist im Vergleich zur herkömmlichen Crossflow-Filtration eine Filtration bei sehr kleinen Transmembrandrücken möglich. Der Aufbau eines langsam, aber stetig steigenden Filterwiderstandes als Folge einer Deckschichtbildung und -verdichtung kann durch Anwenden nur kleiner Transmembrandrücke minimiert werden. Auch andere neue Varianten der Crossflow-Filtration versuchen die problematische Kopplung von Druck und Schergefälle zu lösen, wie beispielsweise die UTP (Uniform Transmembrane Pressure), die im Lebensmittelbereich von

KERSTEN untersucht wurde [57]. Bezüglich dieser Entkopplung taucht jedoch ein grundsätzliches, auch für die Oszillationsfiltration bestehendes Problem auf: mit zunehmender Feststoffkonzentration stellt sich eine überproportional steigende dynamische Viskosität der Suspension ein. Dieser in der vorliegenden Arbeit für Maische detailliert untersuchte Umstand führt zu einem zwangsläufig rasch wachsenden Druckgefälle entlang der Membran und damit zu einem steigenden Transmembrandruck in Richtung Filterauslauf. Bild 9.2 zeigt den Verlauf des suspensionsseitigen Druckes am Filtereingang und am Filterausgang sowie die dafür verantwortliche steigende Feststoffkonzentration bei der Oszillationsfiltration von Maische.

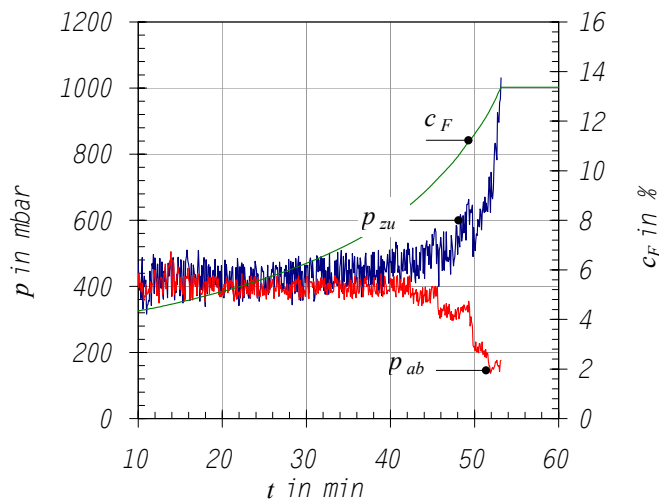


Bild 9.2. Suspensionsseitiges Druckgefälle und Feststoffkonzentration (c_F) im Filterelement bei der Oszillationsfiltration von Maische aufgetragen über der Filtrationszeit

Die nachteiligen Folgen eines zu hohen (überkritischen) Transmembrandruckes betreffen zum Einen den Permeatfluss, zum Anderen auch die Trenncharakteristik und die Reinigungserfordernisse. Bei einer Langzeitbetrachtung, dargestellt in Bild 9.3, zeigt die als „D“ bezeichnete Versuchsreihe, dass die Permeabilität auf einem weitgehend konstanten Niveau gehalten werden kann. Die Versuchsreihe D zeichnet sich im Unterschied zu den Versuchsreihen A, B und C durch Einhaltung eines unterkritischen Druckes, einer unterkritischen Feststoffkonzentration und durch hinreichende Reinigungsmaßnahmen aus.

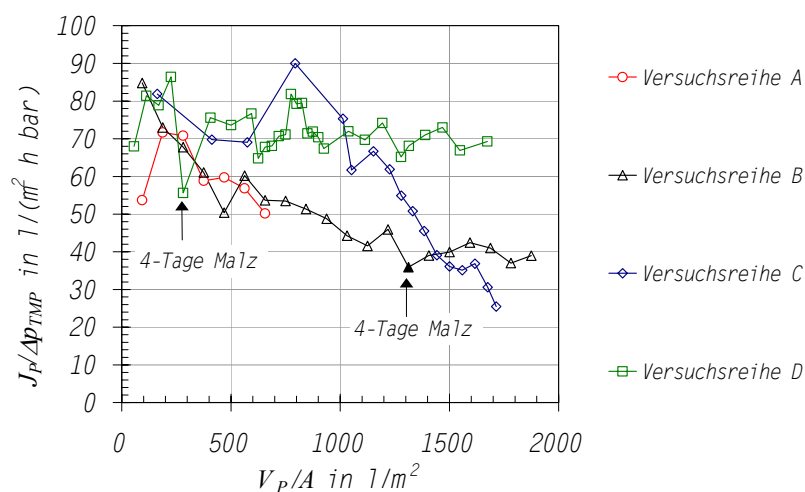


Bild 9.3. Mittlere Permeabilitäten (Permeatfluss pro Transmembrandruck) bei Versuchsreihen mit unterschiedlichen Prozessbedingungen bzw. Reinigungsmaßnahmen; jeder Messpunkt stellt den Mittelwert einer Filtrationscharge dar

Mit den gewonnenen Erkenntnissen über die Bedingungen für einen Wechsel von stationärem zu instationärem Filtrationsverhalten sind exakte Anweisungen für die Prozessführung möglich. Je nach Priorität können aber auch andere Ziele als ein hoher Permeatfluss und eine hohe Standzeit, wie z. B. die Minimierung der elektrischen Leistungsaufnahme oder eine hohe Auswascheffizienz berücksichtigt werden.

9.1.3 Scale up und Implementierung im Sudhaus

Die Versuchsanlage, in welcher die beschriebenen filtrationstechnischen und brautechnologischen Experimente durchgeführt wurden, entspricht in ihren technisch relevanten Dimensionen dem einer im Großbetrieb einzusetzenden Anlage. Die größere erforderliche Filterfläche ist durch eine entsprechend höhere Anzahl der Filterelemente bzw. durch parallel betriebene Filtereinheiten zu realisieren.

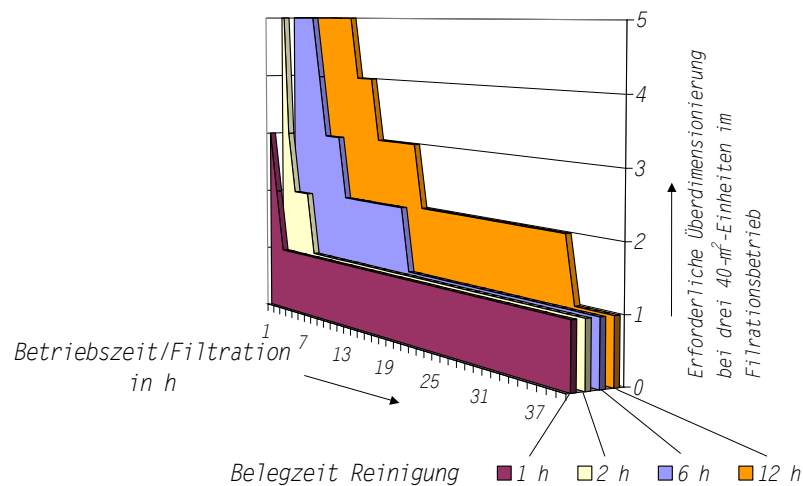


Bild 9.4. Erforderliche Anzahl von zusätzlichen Filtereinheiten bei einer Basiskapazität von 3 Einheiten

Für die kapazitative Dimensionierung sind die Dauer der Reinigung und die möglichen Betriebszeiten zwischen den Reinigungsphasen zu berücksichtigen. Die Reinigungserfordernisse hängen von der Prozessführung ab. Für den Fall, dass die Betriebszeiten kurz sind, ist eine Unterbrechung der Produktion zu Reinigungszwecken wirtschaftlich wenig sinnvoll. In diesem Fall könnte die Reinigung eines Teiles der Filterfläche zeitgleich mit der Filtration stattfinden.

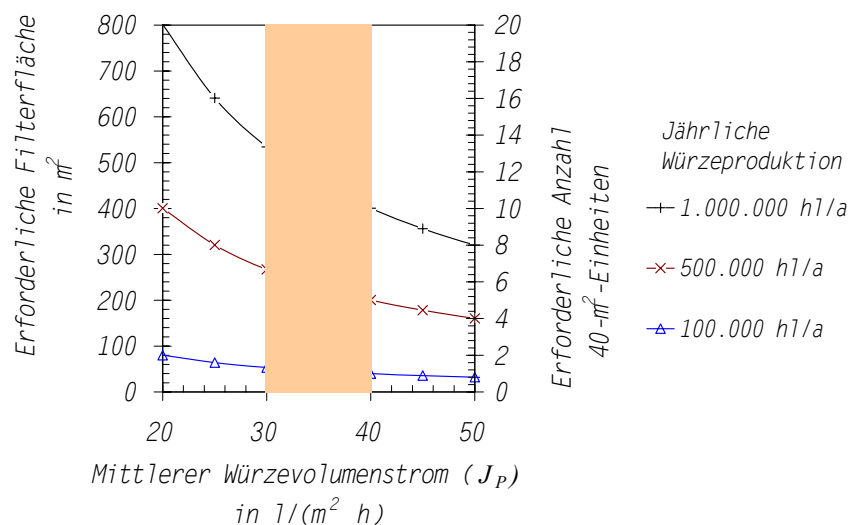


Bild 9.5. Erforderliche Filtrationskapazitäten auf der Grundlage von 120 störungsfreien wöchentlichen Betriebsstunden

Um dabei Kapazitätseinbußen zu vermeiden, muss der zu reinigende Teil der Filterfläche zusätzlich installiert werden (Überdimensionierung). Ferner ist eine räumliche Trennung der sich in der Reinigungsphase und der sich in der Filtrationsphase befindlichen Filterfläche erforderlich. Dies könnte, je nach Gesamtfilterfläche, durch die Aufteilung auf mehrere Filtereinheiten ermöglicht werden. Bild 9.4 stellt an einem Beispiel grafisch dar, wie viele zusätzliche Filtereinheiten installiert werden müssten, um bei einer Anlage, bestehend aus einer Grundkapazität von 3 Einheiten (nur Filtration), die Reinigung zeitgleich mit der Filtration stattfinden lassen zu können. Bei einer Reinigungszeit von 2 h wurde ab einer Filterstandzeit von 6 h nur eine zusätzliche Einheit benötigt. Wie groß die erforderliche Grundkapazität im Einzelfall ist, hängt vom flächenspezifischen Permeatfluss J_P ab. Nach der Langzeitbetrachtung der Permeabilität (Bild 9.3) und unter Berücksichtigung der kritischen Druckgrenze für stationäres Filtrationsverhalten kann von einem Permeatfluss von 30-40 l/(m² h) ausgegangen werden. Bild 9.5 zeigt für drei unterschiedliche Brauereigrößen, ausgedrückt im jährlichen Würzebedarf, die erforderliche Filterfläche bzw. die erforderliche Anzahl von Filtereinheiten mit je einer Größe von 40 m².

9.2 Produktqualität

9.2.1 Eignung der Oszillationsfiltration zur Filtration von Maische

Die Vorzüge der Oszillationsfiltration im Vergleich zu anderen dynamischen Trenntechniken liegen in der Schonung des Filtrationsmediums hinsichtlich Temperatur und Scherbeanspruchung, in dem niedrigen Energieeintrag und in der Möglichkeit, bei konstantem Permeatfluss ohne nennenswerten Druckanstieg filtrieren zu können.

Die Höhe des Energieeintrags ist unter anderem von der Oszillationsfrequenz abhängig. Aufgrund dessen, dass in der Konstruktion der Filterapparatur der Drehimpuls im System zweier gekoppelter Massen sehr gut erhalten wird, ist der Energiebedarf klein. Die elektrische Leistungsaufnahme für eine 40 m²-Filtereinheit, einschließlich der Umwälzpumpe, liegt bei etwa 4,5 kW.

Um die Vorteile des Filtrationsverhaltens in vollem Umfang nutzen zu können, darf aus den oben diskutierten Gründen während des Vorderwürzelaufes eine kritische Feststoffkonzentration nicht überschritten werden. Diese liegt bei 10-12 % GG für die verwendete Feinstschrotmaische. Soll eine hohe Auswascheffizienz erreicht werden, sind Konzentrationen in diesem Bereich jedoch erforderlich. Der Erfolg des Anschwänzens ist daher mit Auswirkungen auf das Filtrationsverhalten gekoppelt. Ferner kann festgestellt werden, dass die Treber mit 85-90 % eine höhere Feuchtigkeit aufweisen als bei Läuterbottichen (rd. 80 %) und bei Maischefiltern (rd. 70 %). Dadurch ergeben sich Änderungen beim Entsorgen der Treber, wie z. B. die Erforderlichkeit einer nachträglichen Entfeuchtung durch Sedimentation.

Die Problematik der begrenzten Feststoffkonzentration kann grundsätzlich entschärft werden, indem nachfolgende Chargen rechtzeitig zur „Verdünnung“ der schon konzentrierten Suspension hinzugefügt werden. Bei der Würzegewinnung ist dies jedoch wegen des Auswaschens der Treber und dem daher erforderlichen Einhalten einer starren Chargenfolge nicht möglich. In dieser Hinsicht weist die Maischefiltration keine günstigen Voraussetzungen für die Anwendung der dynamischen Filtration auf.

9.2.2 Brauen mit feinstvermahlenem Malz

In der Literatur existieren Erkenntnisse zahlreicher Autoren zum Einfluss feinvermahlenen Schrotetes auf den Bierherstellungsprozess. Diese Publikationen hinterlassen eine offene Kontroverse um die

Fragen, ob durch Feinstvermahlen ein Extraktzugewinn beim Maischen zu erreichen ist und ob die enzymatischen Abbauvorgänge beim Maischen beschleunigt werden können. Die Ergebnisse der vorliegenden Arbeit unterstützen die These, dass auch ohne einen Aufschluss der eigentlichen Stärkekörner eine höhere Maischausbeute möglich ist. Dies lässt sich dadurch begründen, dass durch den mechanischen Aufschluss die Stärkekörner in der Kornspitze, die von noch weitgehend unversehrten Zellwandstrukturen umgeben sind, für den enzymatischen Abbauvorgang besser zugänglich gemacht werden. Eine Beschleunigung des Maischprozesses ist durch das schnellere In-Lösung-Gehen bereits löslicher Stoffe zu erklären. Andererseits kann eine Reduktion des Abbaus bestimmter Stoffgruppen (z. B. der Proteine) nur begrenzt durch Aussparen oder Verkürzen von Rasten bewirkt werden.

Des weiteren ist von Vorteil, dass bei größerer Schrotfeinheit die Hauptgussmenge gesenkt werden kann. Dies ist eine aus der Praxis der Dünnschichtmaischefilter bekannte Erfahrung, die nicht allein in der hohen Vorderwürzeviskosität begründet liegt, bei der Läuterbottiche Verarbeitungsprobleme aufweisen [87]. Auch technologisch Grenzen sind gesetzt. Eine zu hohe Konzentration der Maische wirkt sich negativ auf die Verzuckerung der Stärke durch α -Amylasen aus [82]. Offensichtlich wirkt der nachweislich bessere Stofftransport in feineren Maischen einer Produkthemmung entgegen. Ein kleinerer Hauptguss kann zu einem effizienteren Extraktwaschen der Treber genutzt werden, da so ohne Verdünnungseffekte verhältnismäßig mehr Anschwänzwasser zur Verfügung steht.

9.2.3 Bedeutung der Trenncharakteristik für die Würze und Bierqualität

Entscheidender als eine allgemein bessere Extraktausbeute ist - insbesondere bei der derzeitigen Entwicklung der Malzpreise - die Möglichkeit, die Zusammensetzung des Würzeextraktes beeinflussen zu können. In diesem Zusammenhang ist neben der Schrotfeinheit die Membrantrenntechnik als Einflussfaktor herauszustellen. Es kann festgehalten werden, dass mit Hilfe der Mikrofiltration von Maische Biere hergestellt werden können, die sich geschmacklich nicht von Bieren aus einem konventionellen Verfahren unterscheiden.

Die (wenigen) Unterschiede, die hinsichtlich der analytischen Untersuchungen auftreten, lassen sich teilweise durch das feinere Schrot, vor allem aber durch das Zurückhalten von Stoffen an der Membran erklären. Informationen darüber, wo die optimale Trenngrenze bei der Maischefiltration liegen sollte, geben lediglich zwei verbreitete bzw. in der DIN 8777 zitierte Analysen Methoden: die Bestimmung der Trübung im Filtrat durch eine Streulichtmessung und die Ermittlung der Feststoffe in der Pfannevollwürze durch eine Filtration über einen Schwarzband-Rundfilter. Angestrebt werden jeweils eine möglichst kleine Trübung bzw. ein möglichst kleiner Feststoffgehalt. Verschiedene Autoren proklamieren weitläufig die Notwendigkeit einer klaren Würze. Die Nachteile, die bei trüben Würzen auftreten, fasst Tabelle 9.1 zusammen. Nachteile durch zu hohe Feststoffgehalte werden vor allem durch chemisch-physikalische Umsetzungen der Feststoffsubstanzen während des Kochvorgangs begründet. Das thermische Freisetzen von Dextrinen, die Oxidation von Fettsäuren und die Bildung von Aroma- und Farbkomponenten werden in diesem Zusammenhang ins Gespräch gebracht. Die Qualität der membranfiltrierten Würzen sind nach dem Kriterium der Klarheit als ausgezeichnet zu bewerten. Obwohl die Trübungsmessung im 90°-Winkel (nicht gemäß MEBAK im 12°-Winkel) durchgeführt wurde und somit besonders kleine Partikeln bis etwa 0,05 μm erfasst wurden, liegen die Normwerte für Läuterbottich und Maischefilter deutlich höher. Die membranfiltrierten Würzen hingegen weisen praktisch keine Trübung auf, bzw. nur eine verschwindend kleine Trübung in der Anfangsphase bis zur Ausbildung einer Ablagerungsschicht auf der Membran (Bild 9.6).

Bei der Mikrofiltration von Maische wird also die Trenngrenze der Membran (nominale Porenweite $0,45\ \mu\text{m}$) durch Ablagerungen in der Membran nach unten verschoben. Das bedeutet zum Einen, dass hochmolekulare Würzebestandteile zurückgehalten werden können.

Tabelle 9.1. Folgeerscheinungen trüb abgeläuterter Würzen

+ positiver Zusammenhang - negativer Zusammenhang o nicht vom Autor untersucht worden

| | Ahvenainen [1] | Nielsen [84] | Schur [88] | Weigt/Narziß [83] |
|--|----------------|--------------|------------|-------------------|
| höhere Bitterstoffverluste | + | o | + | + |
| höhere Gerbstoffgehalte | o | + | + | o |
| mehr Gesamtstickstoff | o | o | + | o |
| höhere Viskosität | o | o | + | o |
| geringere Treber- und Glattwasserextraktgehalte | o | o | + | o |
| höhere Heißtrubmenge | + | + | + | + |
| längere Heißtrubsedimentationsdauer | o | + | o | o |
| höhere Anforderungen an Heiß- und Kühltrubabscheidesysteme | + | + | o | + |
| schlechtere Whirlpoolklärung | o | + | + | + |
| höherer Schwand im Whirlpool | o | o | o | + |
| höhere Gehalte an Fettsäuren | + | + | o | + |
| bessere Angärung | + | o | + | - |
| schlechtere Schaumstabilität | + | + | + | + |
| schlechtere Lagertankklärung | o | o | + | o |
| höhere Jodwerte im Lagertank | o | o | + | + |
| schlechtere Bierstabilität | o | + | - | + |
| höherer Estergehalt der Biere | + | o | - | o |
| Beeinträchtigung des Biergeschmackes | o | + | - | + |
| schlechtere Filtrierbarkeit | o | + | + | o |

Zum Anderen ist die Trenncharakteristik von den Filtrationsbedingungen, wie dem Druck oder der Feststoffkonzentration abhängig. Hierin liegt eine wichtige Verknüpfung zwischen den filtrationstechnischen und brautechnologischen Eigenschaften des neuen Läuterverfahrens.

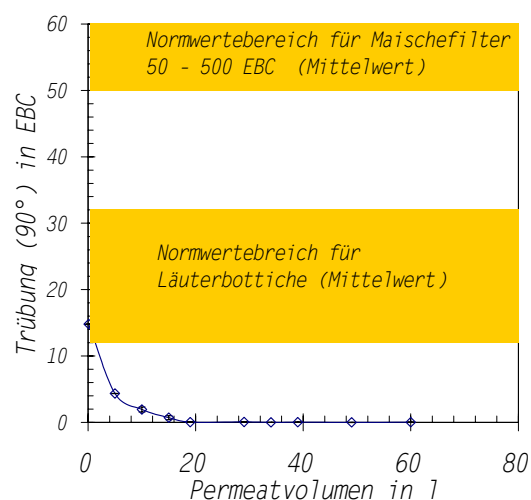


Bild 9.6. Trübungsmessungen nach EBC (90°) im Verlauf einer Filtration einschließlich Anschwänzvorgang; Normwerte nach Quelle [89]

Sowohl die Kinetik des Rückhaltevermögens als auch die des Filterwiderstandes lassen sich durch die Beschreibung der Porenverengung im erstellten kinetischen Filtrationsmodell erklären. Es zeigt sich bei beiden Phänomenen ein asymptotischer Verlauf. Bild 9.7 verdeutlicht an einem Beispiel die

Übereinstimmung des Filterwiderstandes und der β -Glucankonzentration während der Vorderwürzefiltration. Eine sinkende Trenngrenze zieht negative und positive Folgen für die Verarbeitbarkeit und Produktqualität nach sich. Es wird β -Glucan zurückgehalten, so dass selbst beim Verwenden schlecht gelösten Malzes eine normale Würzeviskosität und eine sehr gute Bierfiltrierbarkeit erreicht werden kann. Durch das frühzeitig im Brauprozess entfernte β -Glucan profitieren davon auch andere Trennprozesse, etwa das Heißtrubentfernen und das Lagern. Der entscheidende Vorteil entsteht bei der Filtrierbarkeit unter Verwendung von cytolytisch knapp gelöstem Malz. Denkbare Profitszenarien sind die Erforderlichkeit des Einsatzes eines solchen Malzes aufgrund einer ungünstigen Versorgungslage oder das Entstehen von Preisvorteilen aus einer besseren Verhandlungsposition gegenüber dem Mälzer, der nun nicht mehr alleine die Steuerung der cytolytischen Merkmale in der Bierbereitung kontrolliert.

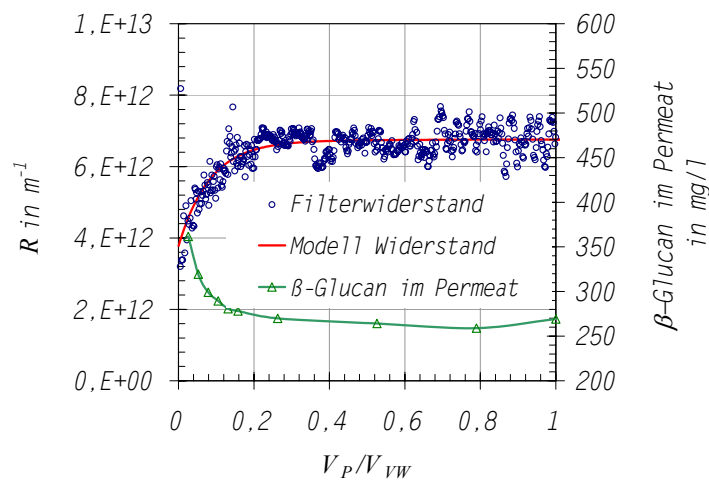


Bild 9.7. Übereinstimmung der Kinetik von Filterwiderstand und β -Glucan-Rückhaltevermögen, begründet und beschrieben durch die Sättigungsfunktion des Filtrationsmodells (Porenverengung durch Ablagerungen)

Eine negative Auswirkung der niedrigen Trenngrenze lässt sich aus der Reduktion des Gesamtexttraktes durch die Membran von bis zu 10 % deuten. Ferner dürften die kleinere Viskosität und die ebenfalls kleineren Konzentrationen an hochmolekularem β -Glucan und Protein für die schlechtere Schaumstabilität verantwortlich gemacht werden. Eine Anpassung der Membranporenweite nach oben sollte hier nur bedingt Abhilfe schaffen können, da, wie erwähnt, die Trenncharakteristik maßgeblich durch Ablagerungen auf der Membran kontrolliert wird und somit von den Prozessbedingungen abhängig ist.

9.3 Extraktawaschen

Die neue Technik unterscheidet sich von konventionellen Kuchenfiltrationsverfahren dadurch, dass die verfahrenstechnischen Grundoperationen des Läuterns (Fest-Flüssig-Trennung und Auswaschen) apparativ getrennt werden können. Das Auswaschen der Treber durch Mischen mit dem Washwasser in einem Rührbehälter hat generelle Vorteile und einen ebenso grundlegenden Nachteil. Der Nachteil besteht darin, dass die Vorderwürze als Matrixflüssigkeit nicht *verdrängt* wird, sondern vollständig mit dem Washwasser *vermischt* wird. Bei Läuterbottich, Maischefilter oder bei der British Mashtun überlagern sich Vermischen und Verdrängen. Das Verdrängen führt zu einer schnelleren bzw. bezogen auf die Washwassermenge effizienteren Extraktabnahme. Bild 9.3 zeigt am Beispiel der Extremfälle für einerseits ideales Mischen im Rührreaktor und für andererseits ideales Verdrängen in einem Treberkuchen die Unterschiede im zeitlichen Verlauf der Extraktabnahme.

Dem Nachteil des Rührreaktors stehen verschiedene, teilweise kompensierende Vorteile gegenüber. So erfolgt das Auswaschen der Treber unter weitgehend homogenen Bedingungen. Bei Läuterbottich und Maischefilter stellt das ungleichmäßige Auswaschen des Treberkuchens eine nur schwer beeinflussbare Problematik dar. Darüber hinaus erwachsen Vorteile aus der Option durch die Feinstschrotverwendung kleinere Hauptgussmengen und folglich größere Nachgussmengen einsetzen zu können.

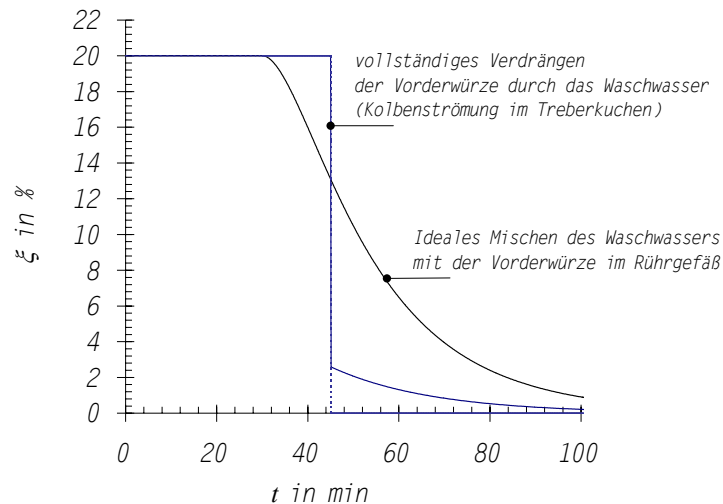


Bild 9.8. Abnahme der Extraktkonzentrationen durch Anschwänzen im idealen Rührgefäß oder durch ideales Verdrängen der Vorderwürze (Kolbenströmung)

Der Extrakttransport von den sehr kleinen Feststoffpartikeln in die Matrixflüssigkeit vollzieht sich zudem so schnell, dass sich die Extraktkonzentrationen in Treber und Würze nur unmerklich unterscheiden. Eine Treberanalyse im Labor ist daher nicht mehr erforderlich. Vor allem aber ist der Auswaschvorgang berechenbar, determiniert und kann auch vom theoretischen Ansatz her optimiert werden.

Eine objektive, mit bekannten Standards vergleichende Beurteilung des Auswascherfolges bei der Oszillationsfiltration ist aus verschiedenen Gründen (Abschnitt 4.1.3.5) mit herkömmlichen Methoden (MEBAK, DIN 8777) nicht möglich. Daher wurde eine neue Bewertungsmöglichkeit (Treberextraktverlust bezogen auf die Schüttungsmasse) entwickelt. Sie gleicht Unterschiede in der Treberfeuchtigkeit und in der Maischhausbeute aus. Unterschiedliche Maischhausbeuten würden nach der MEBAK-Methode zu falschen Ergebnissen führen. Die Forderungen nach DIN 8777 lassen sich in die neue Bewertungsgröße transformieren. Für eine Treberfeuchte von 80 % GG und eine Maischhausbeute von 78 % GG ergibt sich eine Forderung nach weniger als 0,92 kg Extrakt pro 100 kg Schüttung TS. Dieses Ziel wird von der Oszillationsfiltration erreicht. Das Gesamtgussverhältnis beträgt dabei nicht mehr als 7,2.

Die Angabe des Gesamtgussverhältnisses (Verhältnis der Pfannevollwürzmenge zur Schüttung) ist eine wichtige Randbedingung, die bei einer seriösen Bewertung der Auswaschhausbeute erforderlich ist. Damit wird der Verknüpfung der Malzhausbeute mit den Kosten für Wärmeenergie zum Verdampfen beim Würzekochen Rechnung getragen. PETERSEN und ANDEREGG haben bereits 1980 infolge der Energiekrise der 70er Jahren unabhängig voneinander auf diesen Zusammenhang mit der Berechnung der wirtschaftlichen Glattwassernutzschwelle aufmerksam gemacht. Nach dem heutigem Malzpreis bzw. dem aktuellen Nettowärmepreis ergibt sich eine Glattwassernutzschwelle von $\xi > 2$ %. Die Forderungen gemäß DIN 8777, bzw. MEBAK von weniger als 0,8 % im feuchten

Treber sind daher energiewirtschaftlich nicht sinnvoll. Auch die Entwicklung der Würzekochsysteme orientiert sich an dem wachsenden Anteil der Wärmeenergiekosten. Hier wird eine immer kleinere Gesamtverdampfung angestrebt. Neue Verfahren kommen mit 4-5 % aus, während in den Hochleistungspfannen der 70er Jahre noch 12-16 % und in klassischen Innen- bzw. Außenkochersystemen 6-7 % üblich waren [78]. Vor diesem Hintergrund verliert die Extraktausbeute des Malzes generell an Bedeutung.

9.4 Zusammenfassende Bewertung

Die Mikrofiltration mit oszillierenden Membranen bietet im Vergleich zu anderen dynamischen Membrantrenntechniken grundlegende Vorteile, die der Substitution von Tiefenfiltermitteln und Kuchenfiltrationstechniken neue Argumente verleihen. Dabei sind die kleine elektrische Leistungsaufnahme, die geringe Produkterwärmung, der kleine Raumbedarf bezogen auf die Filterfläche und das Filtrationsverhalten als generelle Vorteile des Verfahrens zu erwähnen. Ob von diesen Vorteilen profitiert werden kann, hängt von der durch die Anwendung gestellten Filtrationsaufgabe ab. Hinsichtlich der Maischefiltration zeigen sich Grenzen, das vorteilhafte (stationäre) Filtrationsverhalten ausnutzen zu können. Zum Einen liegt es darin begründet, dass die Maische für eine hohe Auswascheffizienz sehr weit eingedickt werden muss und damit die Bedingungen für stationäres Verhalten gegebenenfalls verlassen werden. Zum Anderen ist es aufgrund des zum Läuterprozess gehörenden Auswaschens der Treber nicht möglich, durch Drauffassen von Folgechargen eine Verdünnung herbeizuführen und damit das Erreichen der kritischen Feststoffkonzentration hinauszuzögern. Dies ist beispielsweise bei der Filtration von Überschusshefe möglich und wäre auch für eine Bierfiltration denkbar. Zudem kann bei Anwendungen im Kaltbereich der Brauerei, insbesondere bei einer Beteiligung von Mikroorganismen (Hefe), von der schonenden Arbeitsweise (niedrige Prozesstemperatur) profitiert werden [113]. Im Kaltbereich der Brauerei könnten also zukünftig wertvolle Anwendungsaufgaben für die Oszillationsfiltration zu entdecken sein.

Die Trennaufgabe der Maischefiltration kann von der Oszillationsfiltration sehr gut gelöst werden. Es muss dabei berücksichtigt werden, dass die Trenncharakteristik von den Prozessbedingungen (Druck, Konzentrierung) abhängig ist. Das Zurückhalten von Makromolekülen ist möglich und kann zu Vorteilen (Verarbeitbarkeit, Bierfiltrierbarkeit), aber auch zu Nachteilen (Schaumstabilität) führen. Eine Feineinstellung der Porenweite gemeinsam mit dem Membranhersteller, sollte hier eine begrenzte Verbesserung herbeiführen. Die Basis für zukünftige Anwendungen, wie möglicherweise der Bierklärung, ist daher eine exakte Prüfung der erwünschten und unerwünschten Komponenten im Filtrat.

10 Zusammenfassung

Der Läutervorgang als Teil des Bierherstellungsprozesses wird in der heutigen betrieblichen Praxis mit Hilfe von Läuterbottichen oder Maischefiltern bewerkstelligt. Verschiedene in der *Einleitung* angeführte Nachteile der damit verbundenen Kuchenfiltration können durch den Einsatz von Membranen als Filtermittel unterbunden werden. Die vorliegende Arbeit macht es sich daher zur Aufgabe, die dynamische Mikrofiltration als eine alternative Läutermethode zu entwickeln und gleichzeitig eine neue Variante der Mikrofiltration, die Oszillationsfiltration (englisch: *vibrating membrane filtration* VMF) zu untersuchen. Bei diesem Verfahren wird die Suspension durch einen Spalt, gebildet aus oszillierenden Membranen, gepumpt und filtriert. Ein vollständiges und umfassendes Bearbeiten des Themas machte es erforderlich, beide Seiten, die verfahrenstechnische und die brautechnologische, zu untersuchen.

Die *verfahrenstechnischen Grundlagen* befassen sich mit der Beschreiben und Charakterisieren von Membranverfahren. Es werden die grundlegenden Ansätze zur Modellierung von Membrantrennvorgängen vorgestellt. Dabei stellt sich heraus, dass eine grundlegende Gemeinsamkeit aller dynamischen Mikrofiltrationsverfahren eine Scherbeanspruchung an der Membranoberfläche ist, die für den Abstoßeffect von ablagerungswilligen Partikeln verantwortlich ist. Die Unterschiede der Verfahren liegen in der Qualität der Scherbeanspruchung. So wird die Scherung bei herkömmlichen Verfahren aufgrund einer stationären, membranparallelen Geschwindigkeit hervorgerufen. Bei der Oszillationsfiltration liegt hingegen eine stetig beschleunigte Relativbewegung zwischen der Membran und der zur Membran trägen Suspension vor. Solange diese Unterschiede in der Qualität der Scherbeanspruchung nicht berücksichtigt werden, sind bekannte Ansätze zur Beschreibung der dynamischen Filtration auch für die Oszillationsfiltration nützlich.

Die *technologischen Grundlagen* analysieren die Möglichkeiten zum Herstellen und Verwenden feinstvermahlener Schrottes bei der Bierherstellung. Der Einsatz von Feinstschrot ist eine wichtige Prämisse der Aufgabenstellung. Zahlreiche Publikationen zu diesem Thema geben keine einhellige Ansicht über die Auswirkungen der Schrotfeinheit wieder. So treten insbesondere abweichende Thesen hinsichtlich einer zu erreichenden höheren Extraktausbeute und einer Beschleunigung des Maischprozesses auf.

Aufbauend auf den Grundlagen sowie auf einer kurzen Darstellung des Standes der Läutertechnik wird eine experimentelle Arbeit entwickelt. Sie befasst sich zunächst mit der Darstellung der Versuchsmethoden. Danach werden in Voruntersuchungen grundlegende Fragestellungen zur Kombination der gewählten Technik (dynamische Mikrofiltration) und der gewählten Aufgabe (Treberabtrennen) behandelt, ehe in einer parallelen Darstellung den drei Bewertungskriterien eines Läuterverfahrens betrachtet werden: Filtrationsverhalten der Oszillationsfiltration (Permeatfluss/Kapazität), Auswirkungen auf die Produktqualität (Würze- und Biereigenschaften) und Anschwänzen der Treber (Extraktausbeute).

Die *Untersuchungen der verfahrenstechnischen und strömungsmechanischen Grundlagen* behandeln folgende drei Punkte: die Auswahl eines geeigneten Membranverfahrens, die spezifischen Eigenschaften von Membranen in Verbindung mit der Maischefiltration und die Eigenschaften von Maische als Medium für die Oszillationsfiltration. So wird die Auswahl der Oszillationsfiltrationstechnik mit Hilfe von eigenen Vorversuchen und durch Sichtung von Literatur begründet. Hinsichtlich der spezifischen Membraneigenschaften wird die Problematik der Membranstabilität verschiedener Materialien gegenüber der Spelzenabrasion und der Oszillationsbewegung erörtert. Die Membranauswahl für alle folgenden Experimente fällt auf eine PTFE-

Membran (nominale Porenweite 0,45 μm). Weiterhin wird die Bedeutung der Ablagerungen von Maischebestandteilen für die Trenncharakteristik und die Permeabilität untersucht. Die Bildung von Ablagerungen stellt somit eine wichtige Verknüpfung von filtrationstechnisch und brautechnologisch relevanten Eigenschaften dar. Folglich hat auch die Reinigbarkeit der Membranen, also das Entfernen der Maischeablagerungen, Bedeutung für die Eignung der Technik. Als sehr wirkungsvolle Reinigungsmethode hat sich die alkalische und die oxidative Behandlung herausgestellt. Die Eignung des Filtrationsmediums Maische für die dynamische Membranfiltration betrifft vor allem die rheologischen Eigenschaften. Diese sind mit Hilfe von stationären und oszillatorischen Scherversuchen untersucht worden. Die Feinstschrotmaische erweist sich dabei als ein strukturviskoses und viskoelastisches Fluid. Die dynamische Viskosität einer Feinstschrotmaische wurde unter Variation der Scherrate, der Feststoffkonzentration, der Würzeextraktkonzentration (Matrixviskosität) und der Temperatur gemessen. Da Maische im Bereich hoher Scherraten zu einem newtonschen Verhalten übergeht, kann die Scherratenabhängigkeit für die Oszillationsfiltration unberücksichtigt bleiben.

Die Untersuchungen des *Filtrationsverhaltens der Oszillationsfiltration* beschäftigen sich mit einer noch weitgehend unerforschten Technik. Es gelingt, ein Modell für den zeitlichen Verlauf des hydrodynamischen Filterwiderstandes zu entwickeln, das die drei sehr unterschiedlichen bei der Oszillationsfiltration auftretenden Filtrationsverhalten beschreiben kann. Nur ein Verhaltensmuster, nämlich dasjenige, das sich durch einen zeitunabhängigen Filterwiderstand auszeichnet, stellt die Besonderheit der Oszillationsfiltration dar. Da dies gleichzeitig ein entscheidender Vorteil dieser Technik ist, wird in einem zweiten Schritt untersucht, unter welchen Betriebsbedingungen das stationäre Verhalten in instationäres Verhalten umschlägt. Dazu wird dem Einfluss der Prozessparameter auf die Scherbeanspruchung nachgegangen. Eine geeignete Größe für die Formulierung des Einflusses der Prozessparameter auf diese Scherbeanspruchung ist das Verhältnis der Trägheit der Suspension gegenüber der Membran zu der Zähigkeit der Suspension. Mit guter Übereinstimmung zu experimentellen Befunden kann eine auf die Oszillationsbewegung übertragene Reynoldszahl für die Beschreibung des Überganges von stationärem Filterwiderstand zu einem exponentiell steigenden Widerstand angewendet werden. Die Erkenntnisse über die rheologischen Eigenschaften der Maische unterstützen diesen Ansatz und verdeutlichen, dass sich der elastische Anteil der dynamischen Viskosität negativ auf das Filtrationsverhalten auswirkt. Unter den Einflussgrößen auf die Suspensionsviskosität hat die Feststoffkonzentration die größte Bedeutung für das Filtrationsverhalten, weil es durch starkes Konzentrieren zum exponentiellen Anstieg des Filterwiderstandes kommen kann. Ebenso darf ein kritischer Transmembrandruck nicht überschritten werden, um die Ausbildung einer Deckschicht auf der Membran zu minimieren.

Wie bereits in den Voruntersuchungen dargestellt, wirken sich „überkritische“ Filtrationsbedingungen - z. B. zu hoher Druck oder zu hohe Feststoffkonzentration - nicht nur (unvorteilhaft) auf den Filterwiderstand aus, sondern auch auf die Reinigungserfordernisse und auf die Trenncharakteristik. Daher beschäftigen sich die *brautechnologischen Untersuchungen* auch mit den Folgen der Molekülselektion an der Membran. Am Anfang stehen jedoch Experimente zum Einfluss der Schrotfeinheit. Bezugnehmend auf die Kontroverse des Schrifttums zu den Auswirkungen der Schrotfeinheit auf das Maischen wird festgestellt, dass das Feinstvermahlen des Malzes bei einer Feinheit von hier 99,7 % < 90 μm ein Extraktzugewinn von bis zu 4 %-Punkten erbringt. Dieser Vorsprung ist um so kleiner, je intensiver das Maischverfahren ist. Ein feineres Schrot führt dazu, dass bereits lösliche Verbindungen schneller in Lösung gehen. So ist allerdings auch eine Korrektur nach unten, also z. B. eine Verminderung des Eiweißabbaues, durch ein Verzicht auf eine Eiweißbrast nur bedingt möglich.

Von größerer Bedeutung für die Würze- und Bierqualität als die Schrotfeinheit ist das Rückhaltevermögen der Membran. Die nominale Trenngrenze der Membran von 0,45 µm wird durch Porenverengungen nach unten verschoben, so dass auch Makromoleküle, wie Proteine oder β-Glucane, zurückgehalten werden. In Abhängigkeit von den Prozessbedingungen, z. B. Druck, Feststoffkonzentration oder Reinigung, liegt das Rückhaltevermögen für diese Stoffgruppen bei 20 bis über 90 %. Messungen der Feststoffe bzw. Trübungen (90° Streulicht) im Permeat weisen ein vollständiges Zurückhalten suspendierter Stoffe aus. Da die Brauwissenschaft bisher keine detaillierten Informationen über eine exakte erwünschte Trenngrenze beim Würzegewinnen aufgestellt hat, erwiesen sich vergleichende Untersuchungen von membranfiltrierter Würze mit Läuterbottichwürze als sinnvoll. Die positiven Folgen einer Selektion hochmolekularer Verbindungen sind eine niedrigere Würze- und Bierviskosität und somit Verbesserungen bei allen nachfolgenden Fest-Flüssig-Trennvorgängen (Heißtrubtrennung, Lagerung und Bierfiltration). Als unvoreilhaft stellte sich die Membranfiltration für die Schaumstabilität heraus. Darüber hinaus konnten keine signifikanten Unterschiede in den Würze- und Biereigenschaften einschließlich der Sensorik (frisch und forciert) und der Alterungskomponenten festgestellt werden. Zur Ausnutzung der neuen Technik sind Szenarien denkbar, in denen auf den Einsatz von cytolytisch schlecht gelöstem Malz zugegriffen werden muss oder soll, in denen Rohfrucht ohne Rohfruchtkochung und Enzymzugabe verarbeitet wird. Experimente dazu zeigten, dass der Einsatz von schlecht gelöstem Malz und Rohfrucht die erwünschten Vorteile in der Verarbeitbarkeit und in der Produktqualität erbringen.

Im letzten Teil der Arbeit wird das *Extraktauswaschen der Treber* (Anschwänzen) untersucht. Im Unterschied zu einer Kuchenfiltration wird das Washwasser mit dem rühr- und pumpfähigen Feinstschrottreber in einem Rührkessel weitgehend homogen gemischt. Dadurch wird ein berechenbarer und somit determinierter Auswaschvorgang ermöglicht. Da aufgrund der Filtrationscharakteristik nur Feststoffkonzentrationen von 12-15 % erreicht werden, ist der Treber feuchter als bei Läuterbottichen oder Maischefiltern. Die begrenzte Konzentrierbarkeit macht das Erreichen einer guten Auswascheffizienz anspruchsvoller. Kompensierend steht dem jedoch der schneller Stoffdurchgang von den feinen Treberpartikeln in die Matrixflüssigkeit gegenüber. Da bei feinem Schrot nicht nur aus filtrationstechnischen, sondern, wie die Maischversuche ergaben, auch aus technologischen Gründen (α -Amylasenhemmung) ein kleinerer Hauptguss gewählt werden kann, lässt sich die Auswascheffizienz zudem durch eine größere Nachgussmenge verbessern. Die Anforderungen der DIN 8777 bzw. der MEBAK können erfüllt werden.

Insgesamt stellt sich Oszillationsfiltration grundlegend als eine zukunftsweisende Technik heraus. Ihre Vorzüge gegenüber anderen Filtersystemen und auch gegenüber anderen Varianten der dynamischen Mikrofiltration können bei der Maischefiltration teilweise zur Geltung gebracht werden. Nach den hier gewonnenen Erkenntnissen ergibt sich ein erwartungsvoller Ausblick für die Oszillationsfiltration auch bezüglich den Anwendungen im Kaltbereich der Brauerei mit den Aufgaben der Überschusshenefiltration und der Bierklärung, da hier die Vorzüge der Technik voll ausgeschöpft werden könnten.

11 Quellennachweise

11.1 Literatur

- 1 *AHVENEINEN, J.; VILPOLA, A.; MÄKINEN, V.: Einfluß der Läuterarbeit auf Brauprozess und Bierqualität. Monatsschrift für Brauwissenschaft 36 (1983), Nr. 2, S. 69-73*
- 2 *ALEX, T.; HAUGHNEY, H.: New membrane-based technologies for the pharmaceutical industry. Filtration in the biopharmaceutical industry, 1998, S. 745-763*
- 3 *ANDEREGG, P.; SCHUR, F.; PFENNINGER, H.: Nutzwert für den Extrakt des Gattwassers. Brauereirundschau 91 (1980), Nr. 6, S. 101-103*
- 4 *ANGER, H.; KRÜGER, E.: Kennzahlen zur Betriebskontrolle und Qualitätsbeschreibung in der Brauwirtschaft, Hamburg: Behr's, 1992*
- 5 *ANNEMÜLLER, G.; SENGE, B.: Viskositätsmessungen in Maischen mit dem Physica-Rheoswing RSD 1-1®. Brauwelt 140 (2000), Nr. 9/10, S. 346-350*
- 6 *ASSELMAYER, F.; HÖHN, K.; ISSING, E.: Temperaturabhängigkeit von Viskositäten bei Bieren, Ausschlag- und Vorderwürzen. Monatsschrift für Brauwissenschaft 46 (1973), Nr. 4, S. 93-101*
- 7 *BERNDT, R.; HAGEN, E.; KRACHT, D.: Dynamische Filtration in Scherspaltfiltern - apparative Gestaltung. Anwendungsperspektiven und Einsatzvorbereitung. Chemische Technik 45 (1993), Nr. 3, S. 145-151*
- 8 *BIOSSONNET, F.; SCRIBAN, R.: Observations on the evolution of the subaleurone and albumen in brewing barley during malting. Brauwissenschaft 35 (1982), Nr. 8, S. 189-198*
- 9 *BLANPAIN-AVET, P.; DOUBROVINE, N.; LAFFORGUE, C.; LALANDE, M.: The effect of oscillatory flow on crossflow microfiltration of beer in a tubular mineral membrane system - membrane fouling resistance decrease and energetic considerations. Journal of Membrane Science 152 (1999) S. 151-174*
- 10 *BRADFORD, M. M.: A rapid and sensitive method for the quantitation of microgram quantities of protein utilizing the principle of protein-dye-binding. Ann. Biochem. 72 (1976), S. 248-254*
- 11 *BRAUER, H.: Stoffaustausch. Aarau: Sauerländer, 1971*
- 12 *Brinkmann, H. C. The viscosity of concentrated suspensions and solutions. Journal of chemical physics 20 (1952), Nr. 4*
- 13 *BÜHLER, Th. M.: Effects of physical parameters in mashing on lautering performance. Loughborough, University Loughborough, Dissertation 1996*
- 14 *BÜHLER, T.; BURELL, K.; EGGARS, H. U.; REED, R. J. R.: The application of membranes for new approach to brewery operations. Proceedings of the 24th EBC Congress 1993, S. 691-700*
- 15 *CHONG, J. S.; CHRISTIANSEN, E. B.; BAER, A. D.: Rheology of concentrated suspensions. Journal of Applied Polymer Science 15 (1971), S. 2007-2021*

- 16 *DAOUD, I.: Crossflow Filtration: An alternative for mash separation. Brewing and Distilling International 23 (1985), Nr. 5, S. 31-32*
- 17 *DAOUD, I; BAILEY, T. P.: A novel system for separation of wort from mash. I. Chem. Symposium series Nr. 113 (1995), S. 145-157*
- 18 *DEGAND, O.: Proteinverschiebung bei Mehlen durch mühlentechnische Prozesse. Tagung für Müllereitechnologie, Detmold (1995)*
- 19 *DIN 8777: Sudhausanlagen in Brauereien. Berlin: Beuth, 1996*
- 20 *DRAWERT, F. (Hrsg.): Brautechnische Analysenmethoden (MEBAK). Band I, 2. Aufl. Freising-Weihenstephan: Selbstverlag der MEBAK, 1984*
- 21 *EILERS, H.: Die Viskosität von Emulsionen hochviskoser Stoffe als Funktion der Konzentration. Kolloid-Zeitschrift 97 (1941), Nr. 3, S. 313-321*
- 22 *EINSIEDLER, F.: Experimentelle Untersuchung und Modellierung komplexer biochemischer und technologischer Prozesse am Beispiel des Maischens. Freising-Weihenstephan, TU München, Dissertation, 1997*
- 23 *EINSIEDLER, F.: Reaktionskinetische Untersuchungen zur Modellierung der Stärkehydrolyse während des Maischens. Handbuch zum 30. Technologische Seminar Weihenstephan, 1997*
- 24 *EINSTEIN, A.: Eine neue Bestimmung der Moleküldimension. Ann. d. Physik (1906), Nr. 19, S. 289*
- 25 *FANE, A. G.; FELL, C. J. D.; NOR, M. T.: Ultrafiltration activated sludge system – development of a predictive model. (Hrsg. COOPER A. R.) Ultrafiltration membranes and applications. Plenum Press, New York, 1980*
- 26 *FELDER, R.: Charakterisierung von Pasten mit einem Schergerät in Hinblick auf ihre Ausformbarkeit. Karlsruhe, Universität Karlsruhe, Dissertation, 1990*
- 27 *FILLAUDEAU, L., LALANDE, M.: Le point sur la microfiltration tangentielle de bière de garde. BIOS Boissons Conditionnement – 29 Nr. 276 (1998), S. 32-36*
- 28 *FILLAUDEAU, L., LALANDE, M.: cross-flow microfiltration of rough beer with tubular ceramic membranes. Proc. of the 27th EBC Congress. Cannes, S. 823-830*
- 29 *FISCHER, E.; RAASCH, J.: Querstromfiltration. Chem.-Ing.-Tech. 56 (1984), Nr. 8, S. 573-578*
- 30 *FISCHER, E.: Untersuchungen zum Trennprozeß bei der Querstromfiltration. Karlsruhe, Technische Universität, Dissertation, 1987*
- 31 *GANS, U.: Die wirtschaftliche Crossflow-Mikrofiltration von Bier. Freising-Weihenstephan, TU München, Dissertation, 1991*
- 32 *GERNEDEL, C.: Über die Ultrafiltration von Milch und die den Widerstand der Ablagerungsschicht beeinflussenden Faktoren. Freising, TU München, Dissertation, 1980*
- 33 *GHELUWE, G. VAN; WEAVER, R. L.: Abbreviated Brewing using air classified malt flour (Part II). MBAA Techn. Quart. 16 (1979), Nr. 4, S. 190-194*

- 34 GÖTZ, J.: *Möglichkeiten der Kernspintomographie zur Diagnose von Strömungsvorgängen und Strukturänderungen in Pasten*. Karlsruhe, Universität, Dissertation, 1994
- 35 GÖTZ, J.; BUGGISCH, H.; PECIAR, M.: *NMR-Imaging of Pastes in a Ram Extruder*. *Journal of Non-Newtonian Fluids* 49 (1993), S. 251-275
- 36 GÖTZ, J.; KREIBICH, W.; PECIAR, M.; BUGGISCH, H.: *Couette Experiments of Pastes and Highly Viscous Fluids with MRI-Determination of the Velocity and the Concentration Profiles*. *BioSpec Application Note* (2000), Nr. 1, S. 2-6
- 37 GÖTZ, J.; MÜLLER, D.; BUGGISCH, H.; TASCHÉ-LARA, C.: *NMR Flow Imaging of Pastes in Steady-State Flows*. *Chemical Engineering and Processing* 33 (1994), S. 385-292
- 38 GÖTZ, J.; SCHNEIDER, J.; WEISSER, H.: *Korrelationen zwischen der dynamischen Viskosität und der T2-Relaxation aus NMR-Messungen für reine Flüssigkeiten, Lösungen und Suspensionen*. *Chem.-Ing.-Tech.* 72 (2000), Nr. 9, S. 1074-1075
- 39 HAASE, T.: *Der Pfefferkornapparat als absolutes Meßgerät*. *Bericht DKG* 43 (1966), S. 593-594
- 40 HAASE, T.: *Versuch einer allgemeinen Theorie der Bildsamkeit keramischer Massen*. *Silikontechnik* 3 (1952), S. 265-267
- 41 HANS, A.: *In-Line Messung rheologischer Parameter auf der Basis eines magnetisch-induktiven Durchflussmessers*. *Chem.-Ing.-Tech.* 72 (2000), Nr. 9, S. 1074
- 42 HERRMANN, H.; KANTELBERG, B.; WIESNER, R.: *Schrotsysteme mit Weichkonditionierung – Verfahrensweise - neue Erkenntnisse*. *Brauwelt* 137 (1997), Nr. 13-14, S. 493-503.
- 43 HERRMANN, J.: *Development of a device to determine the rheology of mash*. *Technical Quarterly of the MBAA*, Vol. 38 (2001), Nr. 1, S. 55-58
- 44 HERRMANN, J.; SCHWILL-MIEDANER, A.; SOMMER, K.: *Viskositätsmessungen mit dem Physica-Rheoswing RSD 1-1®*. *Brauwelt* 139 (1999), Nr. 28/29, S. 1313-1315
- 45 HEYSE, K.-U. (Hrsg.): *Handbuch der Brauereipraxis*. 3. Aufl. Nürnberg: Hans Carl, 1994
- 46 HOCHSTEIN, B.: *Rheologie von Kugel- und Fasersuspensionen mit viskoelastischen Matrixflüssigkeiten*. Karlsruhe, Universität, Fakultät für Chemieingenieurwesen, Dissertation, 1997
- 47 HÖFFL, K.: *Zerkleinerungs- und Klassiermaschinen*. Berlin: Springer, 1990
- 48 HOFMANN, H.: *Plastizität keramischer Massen*. *Handbuch der Keramik*. Schmid, 1970
- 49 HOOG, D.; ANNEMÜLLER, G.; SENGE, B.: *Rheologische Kontrolle des großtechnischen Maischprozesses*. *Brauwelt* 138 (1998), Nr. 19, S. 858-865
- 50 HOOG, D.; SENGE, B.; ANNEMÜLLER, G.: *Rheologische Kontrolle von Labormaischen*. *Brauwelt* 137 (1997), Nr. 37, S. 1606-1610
- 51 HOPF, L.: *Taschenbuch für Müllerei und Mühlenbau*. Leipzig: Moritz Schäfer, 1938
- 52 HUIGE, N. J.; D. H. WESTERMANN: *Effect of Malt Particle Size Distribution on Malting and Lautering Performance*. *MBAA Techn. Quart.* 12 (1975), Nr. 1, S. 31-40.

-
- 53 HUPPMANN (Hrsg.): *Millstar System Lenz. Huppmanpost (1999) Nr. 19, S. 22*
- 54 HUTH, S.; BUGGISCH, H.: *Entwicklung eines Preßwerkzeugsimulationswerkzeuges zur Strömungsberechnung. AIF-Abschlußbericht, Universität Karlsruhe, Fakultät für Chemieingenieurwesen, 1997*
- 55 ISOE, A.; KANGAWA, K.; ONO, M.; NAKANTANI, K.; NISHIGAKI, M.: *Evaluation of dehusked malt and its influence on the brewing process and beer quality. Proc. of the 23rd EBC Congress. Lisbon, 1991, S. 37-42*
- 56 KAILER, W.: *Technischer Stand und Entwicklung der Schrotung. Brauindustrie 75 (1990), Nr. 6, S. 650-655*
- 57 KERSTEN, M.: *Proteinfractionieren mittels Membrantrennverfahren. Freising-Weihenstephan, TU München, Dissertation, 2001 (in Druck)*
- 58 KIENINGER, H.: *Über die Gewinnung und Zusammensetzung von Würze aus pulverisiertem Malz (Teil 1). Brauwelt 112 (1972), Nr. 75, S. 1535-1539*
- 59 KIENINGER, H.: *Über die Gewinnung und Zusammensetzung von Würze aus pulverisiertem Malz (Teil 2). Brauwelt 112 (1972), Nr. 87, S. 1793-1798*
- 60 KORTENBUSCH, M.: *Zum Stofftransport bei der deckschichtbildenden Querstromfiltration kolloidaler Suspensionen. Aachen, Technische Hochschule, Dissertation, 1990*
- 61 KREISZ, S.; BACK, W.: *Neue Aspekte der Filtrierbarkeit von Bier. Proc. of the 27th EBC Congress (1999), S. 779-786*
- 62 KRIBBE, J.: *Schlagmühlenschroterei für Dünnschichtmaischefilter. Brauindustrie 79 (1994), Nr. 3, S. 212-215*
- 63 KRIEGER, I. M.; DOUGHERTY, T. J.: *A mechanism for non-newtonian flow in suspensions of rigid spheres. Transactions of the Society of Rheology, (1959), Nr. 3, S. 137-152*
- 64 KROTTENTHALER, M.; ZÜRCHER, J.; SCHNEIDER, J.; BACK, W.; WEISSER, H.: *Grist fractionating and adjusted mashing to improve the reduction of β -glucan. Proc. 27th EBC Congress 1999, S. 603-612*
- 65 KROTTENTHALER, M.: *Verfahrenstechnische Neuerungen im Sudhaus, Vorteile/Nachteile. Vortrag Binding-Brauerei-Gruppe, Freising-Weihenstephan, 24.9.1999*
- 66 KUNZE, W.: *Technologie der Brauer und Mälzer. 7. Aufl. Berlin: VLB Berlin, 1994*
- 67 LENZ, B.: *Wet and dry milling – steeping conditioning. Brewing and Distilling International (1981), S. 32-42*
- 68 LEWIS, T. B.; NIELSEN, L. E.: *Viscosity of dispersed and aggregated suspensions of spheres. Transactions of the Society of Rheology 12 (1968), Nr. 3, S. 421-443*
- 69 LINEMANN, A.; KRÜGER, E.: *Struktur-Eigenschaftsbeziehungen von β -Glucan bei der Bierherstellung Teil 1: Die Löslichkeitseigenschaften von β -Glucan aus Bier. Brauwelt 136 (1996), Nr. 27, S. 1266-1272*
- 70 LINSEIS, M.: *Beiträge zur Plastizitätsbestimmung unter Berücksichtigung praktischer Erfordernisse. Bericht DKG 29 (1952), S. 35-37*

-
- 71 LOTZ, M.: *Neue Maischefiltrationstechnik für das Verarbeiten von Pulverschrot. Freising-Weihenstephan, TU München, Dissertation, 1997*
- 72 LOTZ, M.; SCHNEIDER, J.; WEISSER, H.; KROTTENTHALER, M.; Back, W.: *New Mash Filtration Technique for Processing Powder Grist. Proc. of the 26th EBC Congress (1997), S. 299 – 305*
- 73 MARON, S.H.; PIERCE, P.E.: *Application of Ree-Eyring generalized flow theory to suspensions of spherical particles. Journal of Colloid Science (1956), Nr. 11, S. 80-95*
- 74 MCCARTHY, K. L.; KAUTEN R. J.; AGEMURA C. K.: *Application of NMR imaging to the study of velocity profiles during extrusion processing. Trends in Food Science & Technology, Nr. 2, 1992*
- 75 MEDDINGS, P. J.; POTTER O. E.: *Physical and Chemical Processes in Mashing - Effect of Particle Size. J. Inst. Brew. 77 (1971), 246-252*
- 76 MELIS, M.: *Das Maischefilter 2001 - Praktische Erfahrungen. Brauwelt 132 (1992), Nr. 29, S. 1375-1378*
- 77 MENGER, H.-J.: *Dispergiermaisverfahren. Hohenheim, Dissertation, 1999*
- 78 MIEDANER, H.: *Würzekochung – Stand der Technologie. Handbuch zum 34. Technologisches Seminar Weihenstephan, 2001*
- 79 MOONEY, M.: *The viscosity of a concentrated suspension of spherical particles. Journal of Colloid Science 6 (1951), S. 162-170*
- 80 MÜLLER, H.: *Erfahrungen aus 4 Jahren Praxis mit der kontinuierlichen Würzegewinnung nach dem Reiterverfahren. Brauwelt 107 (1967), Nr. 98/99, S. 1825-1829*
- 81 NARZIß, L.; FORSTER, A.: *Versuche mit einem Vakuumdrehfilter zur Maischetrennung. Brauwelt 113 (1973), Nr. 72, S. 1526-1533*
- 82 NARZIß, L.: *Die Bierbrauerei - Die Technologie der Würzebereitung. 6. Aufl. Stuttgart: Enke, 1985*
- 83 NARZIß, L.; WEIGT, K.: *Über Trübung und Trubstoffgehalt der Würze beim Abläutern mit verschiedenen Systemen. Brauwelt 120 (1980), Nr. 12, S. 409-416*
- 84 NIELSEN, H.: *The Importance of Running clear Lauter Wort. MBAA Techn. Quart. 10 (1973), Nr. 1, S. 11-15*
- 85 NOORDMAN, T. R.; BERGHUIS, O. A. E.; MOL, M. N. M.; PET, C. J.; MULLER, J. L. M.; BROENS, L.; HOOF, S. van: *Membrane filtration for bright beer, an alternative to kieselguhr filtration. Proc. of the 27th EBC Congress. Cannes (1999), S. 815-822*
- 86 PALMER, G. H.: *Morphology of starch granules in cereal grain and malts. J. Inst. Brew 78, (1972), Nr. 4, S. 326-332*
- 87 PETERSEN, H.: *Die Beziehung zwischen Glattwasserextrakt und Energieverbrauch beim Würzekochen. Schweizer Brauerei Rundschau 91 (1980), Nr. 6, S. 101-103.*

- 88 PFENNINGER, H.; F. SCHUR: *Einfluß von Läuterzeit und Würzetrübungsgrad auf Herstellung und Qualität des Bieres. Proc. of the 17th EBC Congress (1979), S. 105-116*
- 89 PFENNINGER, H. (Hrsg.): *Brautechnische Analysenmethoden (MEBAK). Band II, 3. Aufl. Freising-Weihenstephan: Selbstverlag der MEBAK, 1993*
- 90 PFENNINGER, H. (Hrsg.): *Brautechnische Analysenmethoden (MEBAK). Band III, 2. Aufl. Freising-Weihenstephan: Selbstverlag der MEBAK, 1996*
- 91 POLLOCK, J. R. A.; Pool, A. A.: *Some properties of finely ground malt. ASBC Proc. (1968), S. 33-36*
- 92 POMERANZ, Y.; FINNEY, K. F.; BOLTE, L. C.; SHOGREN, M. D.: *Classifying malt by sieving an air centrifuging-elutriating techniques. Cereal Chemistry 53 (1976), Nr. 6, S. 956-963*
- 93 QUEMADA, D.: *Rheology of concentrated disperse systems and minimum energy dissipation principle. Rheological Acta 16 (1977), S. 82-94*
- 94 RASCHKA, R.: *Bestimmung der Fließeigenschaften feuchter Schüttgüter mit Anwendung bei der Schneckenextrusion. Karlsruhe, Universität, Dissertation, 1990*
- 95 RAUTENBACH, R., ALBRECHT, R.: *Membrantrennverfahren – Ultrafiltration und Umkehrosmose, Frankfurt: Otto Salle, 1981*
- 96 RAUTENBACH, R.: *Membranverfahren – Grundlagen der Modul- und Anlagenauslegung. Berlin: Springer, 1997. – ISBN 3-540-61573-3*
- 97 REITER, F.: *„B-I-W-Verfahren“ zur Maische- und kontinuierlichen Würzgewinnung. Brauwelt 102 (1962), Nr. 24, S. 449-451*
- 98 REITER, F.: *„B-I-W-Verfahren“-Maische- und kontinuierlichen Würzgewinnung nach dem „Reiterverfahren“. Brauwelt 102 (1962), Nr. 30, S. 614-615*
- 99 REITER, F.: *Ein Jahr Bierherstellung mit kontinuierlichen Würzgewinnung nach dem „Reiterverfahren“. Brauwelt 104 (1964), Nr. 41, S. 699-702*
- 100 RICHTER, K.: *Kontinuierliche Treberabtrennung aus Maische mit Dekantern unter Verwendung von Pulverschrot. Freising-Weihenstephan, TU München, Fakultät für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Dissertation, 1998*
- 101 RICHTER, K.; SOMMER, K.: *Pulverschrot: Reaktionsgeschwindigkeiten beim Maischen und Abtrennung mit dem Dekanter. Proc. of the 24th EBC Congress (1996), S. 173-182*
- 102 RICHTER, K.; SOMMER, K.: *Pulverschrot: Reaktionsgeschwindigkeiten beim Maischen. Brauwissenschaft 47 (1994), Nr. 1/2, S. 4-7*
- 103 RIESMEIER, B.: *Untersuchungen zur Crossflow Filtration mikrobieller Suspensionen. Berlin, Technische Universität, Dissertation, 1987.*
- 104 RIPPERGER, S.: *Berechnungsansätze zur Cross-Flow-Filtration. Chem.-Ing.-Tech. 65 (1993). Nr. 5, S. 533-540*
- 105 RIPPERGER, S.: *Mikrofiltration mit Membranen. Weinheim: VCH, 1992. – ISBN 3-527-28457-5*

- 106 RIPPERGER, S.; Schulz, G.: *Berechnungsmodell zur Beschreibung der Crossflow-Mikrofiltration*. Chem.-Ing.-Tech. 60 (1988), Nr. 11, S. 892-894
- 107 RUMPF, H.: *Physikalische Gesetze des Zerkleinerns, Ähnlichkeitsgesetz der Bruchmechanik und die Energieausnutzung bei der Einzelkornzerteilung*. Aufbereitungs-Technik 14 (1973) Nr. 2, 59-71
- 108 Saunders, F. L.: *Rheological properties of monodisperse latex systems*. Journal of Colloid Science 16 (1961), S. 13-22
- 109 SCHEFFLER, E.: *Einführung in die Praxis der statistischen Versuchsplanung*. 2. Aufl. Leipzig: VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1984. – ISBN 3-342-00099-6
- 110 SCHILD, E.: *Die brautechnischen Untersuchungsmethoden*. Nürnberg: Hans Carl, 1953, S. 201
- 111 SCHNEIDER, J.; VOGELPOHL, H.: *Brauereianlagen. Vorlesungsskriptum Freising-Weihenstephan*, 2000, S. 28-33
- 112 SCHNEIDER, J.; WEISSER, H.: *Membranfiltration von Maische*. Der Weihenstephaner 68 (2000), Nr. 1, S. 20-25
- 113 SCHNEIDER, J.; WEISSER, H.: *New technology for the beer recovery from spent yeast*. Tech. Quart. of the MBAA, 37 (2000), Nr. 4, S. 477-481
- 114 SCHOCK, G.: *Mikrofiltration an überströmten Membranen*. Aachen, Technische Hochschule, Dissertation, 1985
- 115 SCHÖFFEL, F.: *Pulverisieren von Malz*. Brauwissenschaft 25 (1972), Nr. 10, S. 301-312
- 116 SCHÖFFEL, F.; DEUBLIN, D.: *Weniger bekannte, meist kontinuierlich arbeitende Läutergeräte 1. Teil*. Brauwissenschaft 33 (1980), Nr. 10, S. 263-269.
- 117 SCHÖFFEL, F.; DEUBLIN, D.: *Weniger bekannte, meist kontinuierlich arbeitende Läutergeräte 2. Teil*. Brauwissenschaft 33 (1980), Nr. 11, S. 304-310.
- 118 SCHUBERT, H. (Hrsg.): *Mechanische Verfahrenstechnik*. 3. Aufl. Leipzig: Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1990
- 119 SCHWILL-MIEDANER, A.; MIEDANER, H.: *Die Viskosität – ihr Informationswert im Rahmen der Sudhausarbeit*. Brauwelt 139 (1999), Nr. 13/14, S. 593-596
- 120 SENGE, B.; ANNEMÜLLER, G.; SCHWARZLOS, M.; BLOCHWITZ, R.; BÖHM, W.: *Rheologische Untersuchungen des Maischprozesses mittels Inline/Online-Messverfahren*. Brauwelt 136 (1996), Nr. 9, S. 401-422
- 121 Sherman, P.: *An equation for the newtonian contribution to pseudoplastic flow in concentrated dispersions*, 4th international congress on rheology, Phode Island, 1963, S. 605-620
- 122 STAHL, W.: *Fest-Flüssig-Trennung*. Arbeitsunterlagen zum Hochschulkurs. 19. Aufl. Karlsruhe: Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik der Universität Karlsruhe, 1998
- 123 STIESS, M.: *Mechanische Verfahrenstechnik 2*. Berlin: Springer, 1994

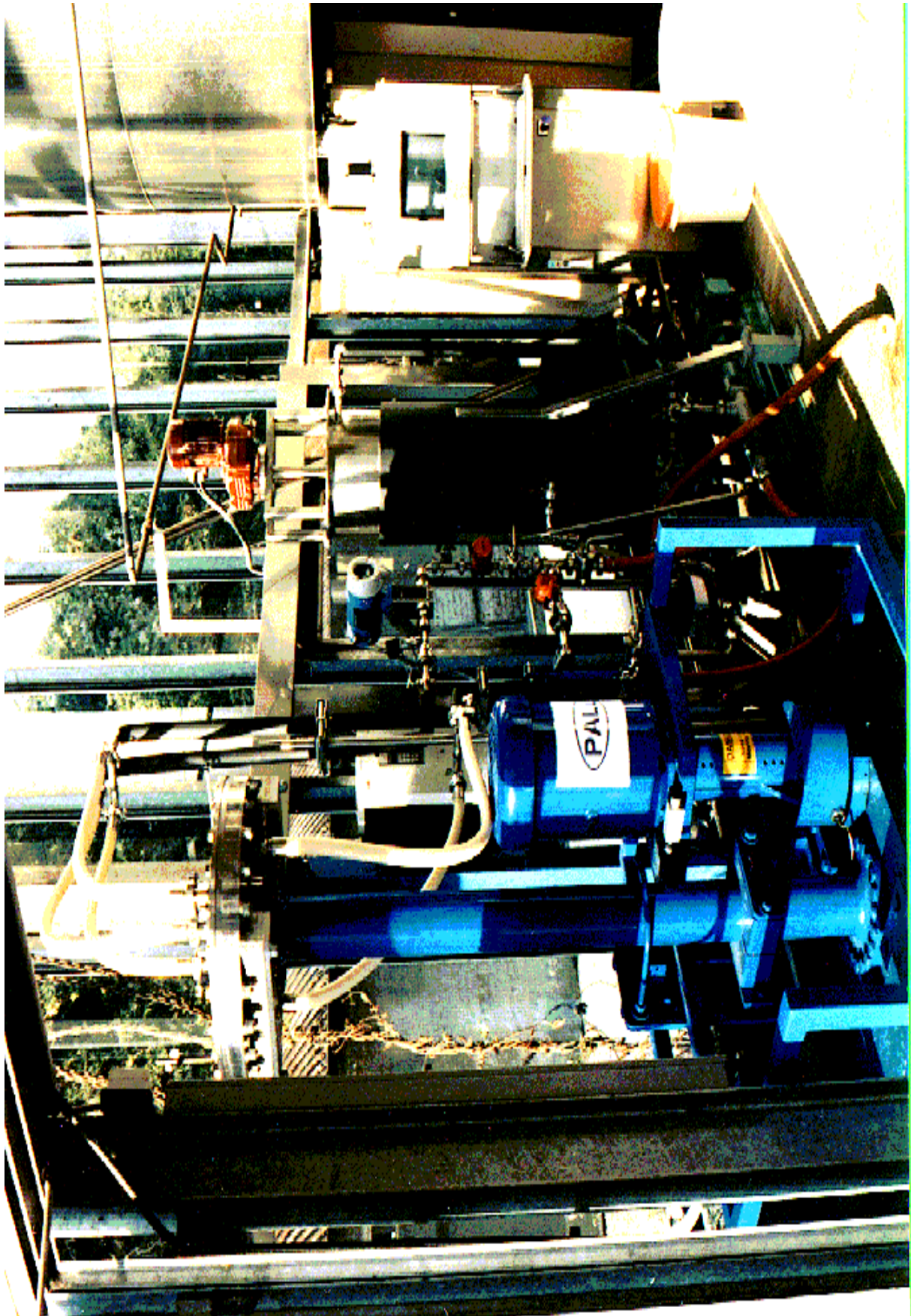
-
- 124 STUBITS, M.; TENG, J.; PEREIRA, J.: *Characterization of Malt Grist Fractions. ASBC Journal* 44 (1984), Nr. 1, S. 12-15
- 125 SUGDEN, T. D.; WEBB, C.; BYRNE, H.; VAN WAESBERGHE, J.; WULFF, T.: *Manual of good practice – milling. EBC Technology and Engineering Forum. Nürnberg: Hans Carl, 1999*
- 126 VALLEE, B. L.: *Kleine Kulturgeschichte des Alkohols. Spektrum der Wissenschaft* (1998), Nr. 8, 62-67
- 127 VORWERCK, K. D.: *Problematik bei der Zerkleinerung von Malzprodukten. Brauwissenschaft* 26 (1973), Nr. 4, S. 111-115
- 128 VOSE, R.: *Abbreviated brewing techniques using air classified malt flour Part I-III, MBAA, Tech. Quart.* 16 (1979), Nr. 4, S. 186-189
- 129 WACKERBAUER, K. ; ZUFALL C.; HÖLSCHER K.: *Der Einfluss von Hammermühlenschrot auf die Würze- und Bierqualität. Brauwelt* 132 (1992), Nr. 29, 1366-1374
- 130 WACKERBAUER, K. et al.: *Läuterbottich kontra Maischefilter. Podiumsdiskussion der 82. Brau- und Maschinentechnischen Tagung der VLB, Berlin 1995. Brauwelt* 135 (1995), Nr. 24/25, S. 1179-1180.
- 131 WAGNER, D.; DONHAUSER, S.; WALLA, E. G.: *Crossflowfiltration von Hefe und Bier. Filtration ohne Kieselgur. Proc. of the 21st EBC Congress* (1987), S. 631-638
- 132 WALLA, E. G.: *Die Crossflow-Mikrofiltration im Brauereibereich. Freising-Weihenstephan, TU München, Dissertation, 1991*
- 133 WAESBERGHE, van, J. W. M.: *Milling operations and present conditions for mash separation. Symposium on Separation Processes, EBC Monograph XVI* (1990), S. 2-15
- 134 WEIß, S. (Hrsg.): *Verfahrenstechnische Berechnungsmethoden Teil 3. Mechanisches Trennen in fluider Phase. Weinheim: VCH, 1985*
- 135 WINNEWISSER, W.: *Anfärbung von β -Glucanen mittels Kongo-Rot. Freising Weihenstephan, mündliche Mitteilung, 29.9.2000*
- 136 WIßLING, B.: *Technologische Auswirkungen einer Malzfeinvermahlung und Spelzentrennung auf den Maischprozess. Freising, Technische Universität München, Fakultät für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Diplomarbeit, 1995*
- 137 ZANGRANDO, T.: *Über den Einfluß der Klarheit der Läuterwürze auf die Bierqualität. Mitteilungen der Versuchsstation für Gärungsgewerbe in Wien* Nr. 9/10 (1978), S. 101-105
- 138 ZANGRANDO, T.: *Klarheit der Läuterbottichwürze und Bierqualität. Brauwelt* 116 (1976), Nr. 41, S. 1315-1316

11.2 Diplomarbeiten und Semesterarbeiten

- DIETRICH, P.: *Untersuchungen zur Rheologie und Förderung von Maischen aus Nassschrotmühlen. Freising-Weihenstephan Technische Universität München, Fakultät für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Diplomarbeit, 1999*
- DIMITSOUDIS, C.: *Optimierter Maischprozeß bei Verwenden von teilentspelztem Pulverschrot. Freising, Technische Universität München, Fakultät für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Diplomarbeit, 1996*
- HAMMERER, D.: *Inbetriebnahme einer Versuchsanlage zur dynamischen Filtration von Pulverschrotmaische. Freising, Technische Universität München, Fakultät für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Diplomarbeit, 1998*
- HANS, A.: *Untersuchungen zum Einfluss der Partikelgröße auf die Viskositätsfunktionen von Suspensionen. Karlsruhe, Universität, Fakultät für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik, Diplomarbeit, 1996*
- KUBE, H.: *Einsatz von feinstvermahlenem Malzmehlfractionen im Sudhaus und deren Auswirkungen auf die Würze und Bierqualität. Freising, Technische Universität München, Fakultät für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Diplomarbeit, 1996*
- MANTHEY, R.: *Entwicklung einer Methode zur Ermittlung der repräsentativen Viskosität von Maische. Freising: Technische Universität München, Fakultät für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Diplomarbeit, 1999*
- NIERODA, A.: *Maischen mit feinstvermahlenem Malz. Freising, Technische Universität München, Fakultät für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Diplomarbeit, 1998*
- PÖNNER, D.: *Einfluss von Polysacchariden auf die Filtrierbarkeit von Bier. Freising, Technische Universität München, Fakultät für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Diplomarbeit, 2000*
- RESCH, A.: *Entwickeln eines Filtrationsmodelles für die Scherspaltfiltration von Maische. Freising-Weihenstephan, Technische Universität München, Fakultät für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Diplomarbeit, 1996*
- RUHLAND, J.: *Partikelanalyse von Pulverschrot und Treber. Freising-Weihenstephan, Technische Universität München, Lehrstuhl für Maschinen und Apparatetechnik, Semesterarbeit, 1990*
- STEINER, O.: *Technologische Beurteilung der Dynamischen Mikrofiltration von Maische. Freising-Weihenstephan, Technische Universität München, Fakultät für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Diplomarbeit, 2000*
- UKA, A.: *Entwickeln eines Verfahrens zur Spelzentrennung und Malzfeinvermahlung. Freising-Weihenstephan, Technische Universität München, Fakultät für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Diplomarbeit, 1995*
- VOGLER, F.: *Membranstabilität und Membranreinigung bei eine dynamischen Maischefiltration. Freising-Weihenstephan, Technische Universität München, Fakultät für Brauwesen, Lebensmitteltechnologie und Milchwissenschaft, Diplomarbeit, 1999*

Anhänge

Anhang 1: Foto der Versuchsanlage zur Oszillationsfiltration



Anhang 2: DLG – Prüfschema für Bier nach MEBAK:

| Prüfmerkmale | Erreichbare Punkte | Beschreibung | Erreichte Punkte |
|-------------------------|--------------------|----------------------------|------------------|
| Geruch | 5 | rein | |
| | 4 | noch rein | |
| | 3 | leichte Geruchsfehler | |
| | 2 | deutliche Geruchsfehler | |
| | 1 | starke Geruchsfehler | |
| Reinheit des Geschmacks | 5 | rein | |
| | 4 | noch rein | |
| | 3 | leichte Geschmacksfehler | |
| | 2 | deutliche Geschmacksfehler | |
| | 1 | starke Geschmacksfehler | |
| Vollmundigkeit | 5 | sortentypisch | |
| | 4 | typisch | |
| | 3 | noch typisch | |
| | 2 | wenig typisch | |
| | 1 | untypisch | |
| Rezenz | 5 | angenehm rezent | |
| | 4 | rezent | |
| | 3 | weniger rezent | |
| | 2 | schal | |
| | 1 | sehr schal | |
| Qualität der Biere | 5 | sehr fein | |
| | 4 | fein | |
| | 3 | etwas nachhängend | |
| | 2 | nachhängend | |
| | 1 | stark nachhängend | |

Anhang 3 : Membranfärbemethoden**Anfärbung der Proteine mit Coomassie-Blau**

Das Färbereagenz wird nach BRADFORD hergestellt. Mit einer 0,1 %-igen Lösung wird unter Schütteln 1 h das Membranmaterial gefärbt und anschließend fünfmal 30 min mit Ethanol absolut im Schüttelapparat entfärbt [10].

Anfärbung der β -Glucane mit Kongo-Rot:

Das Farbreagenz wird in 70 %-igem Ethanol gelöst werden. Der Vorgang ist ansonsten derselbe wie bei der Coomassie-Blau-Färbung.

Anhang 4: Rabinowitsch-Weißberg-Korrektur

Beim Platte-Platte Rheometer muss aufgrund der Tatsache, dass die Schergeschwindigkeit nicht über den ganzen Scherspalt konstant ist, eine Korrektur der Fließkurven durchgeführt werden.

Zur Ermittlung der wahren Fließkurve wird das von Rabinowitsch und Weißberg entwickelte Verfahren angewandt. Ursprünglich wurde dieses zur Auswertung von Rohrströmungen entwickelt. Hierfür wird über einen möglichst großen Bereich von Winkelgeschwindigkeiten Ω der Zusammenhang zwischen Ω und M gemessen.

Die Winkelgeschwindigkeit Ω ergibt sich aus:

$$\Omega = \frac{\dot{\gamma} \cdot H \cdot 60 \cdot 2\pi}{R}$$

R Radius der Platte
H Spaltweite

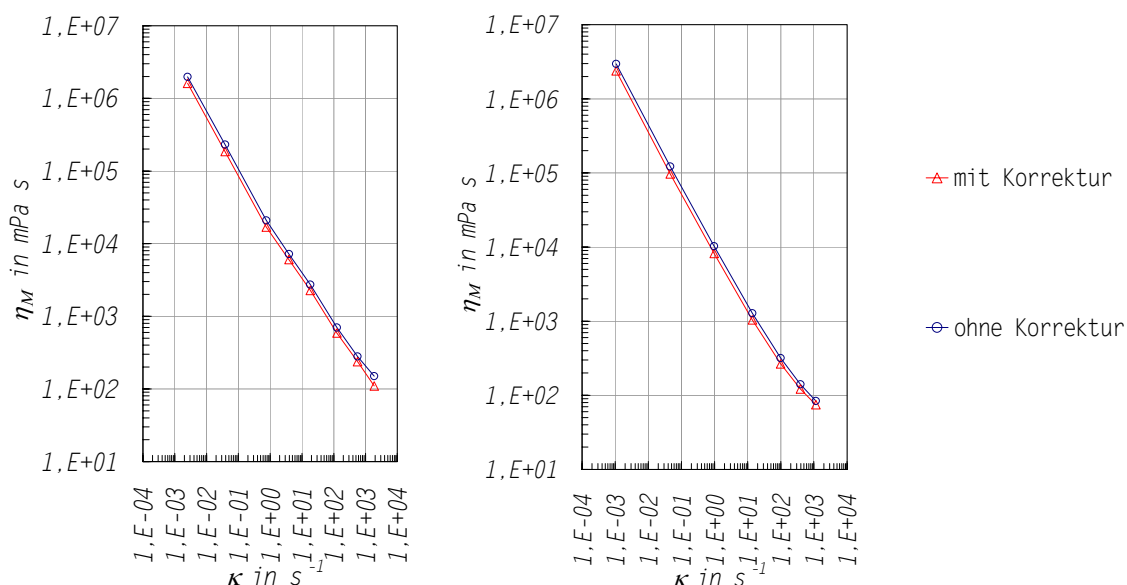
Die Steigung in jedem Punkt der Fließkurve wird ermittelt.

$$n = \text{Steigung der Kurve} = \frac{dM}{d\Omega}$$

Die wahre Viskosität η_{wahr} berechnet sich aus:

$$\eta_{\text{wahr}} = \frac{\eta \cdot \left(3 + \frac{dM}{d\Omega}\right)}{4}$$

Die Abbildungen zeigen die Viskositätsfunktionen $\eta(\dot{\gamma})$ und $\eta_{\text{wahr}}(\dot{\gamma})$ zweier Proben ($\xi_{\text{Extrakt}} = 19,47\%$ (beide); $c_F = 8,16$ bzw. $10,35\%$). Deutlich wird, dass nur eine geringe Abweichung besteht und somit die Korrektur vernachlässigt werden kann.



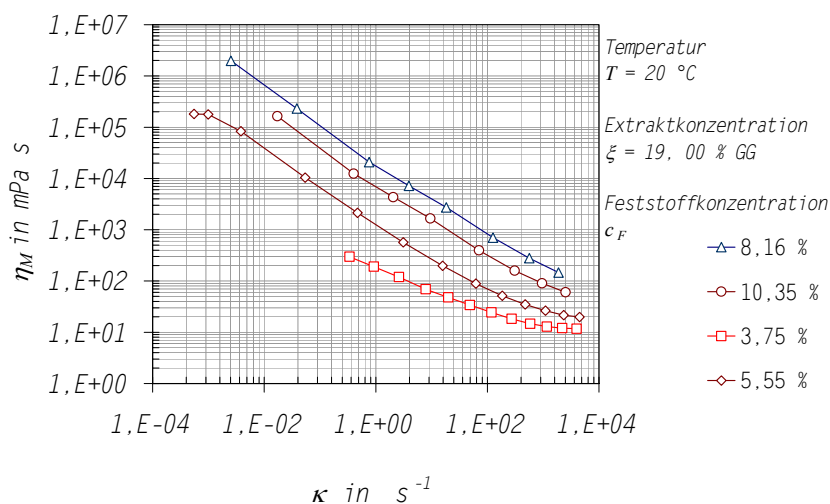
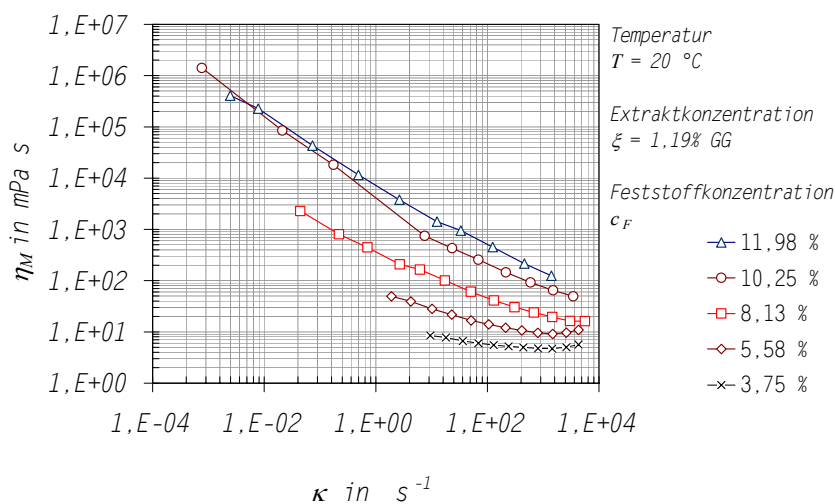
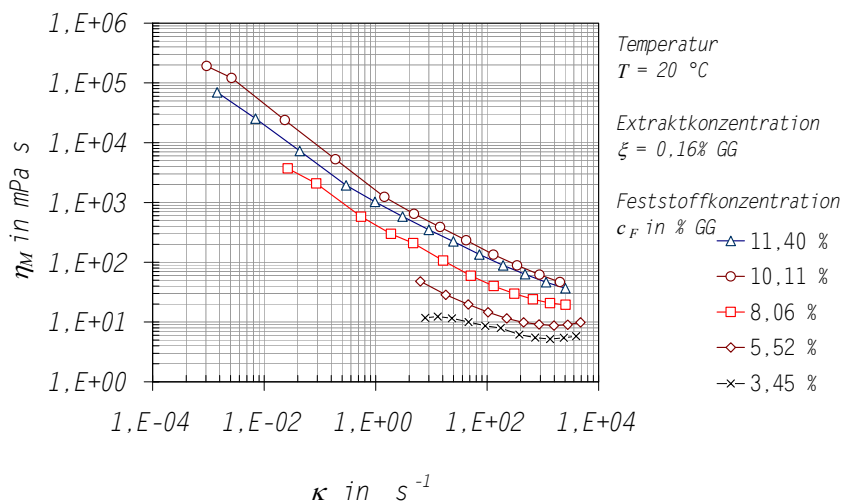
Vergleich der gemessenen und der korrigierten Viskositätsfunktion für $c_M = 8,16\text{ GG}\%$ (links) und $c_M = 10,35\text{ GG}\%$ (rechts); $\xi_{\text{Extrakt}} = 19,47\text{ GG}\%$

Anhang 5. Fotos des Mahlgutes mit und ohne Teilentspelzung

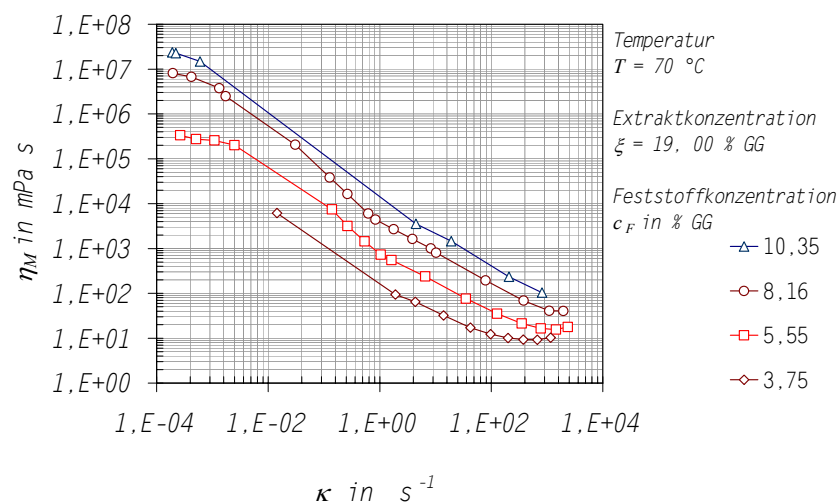
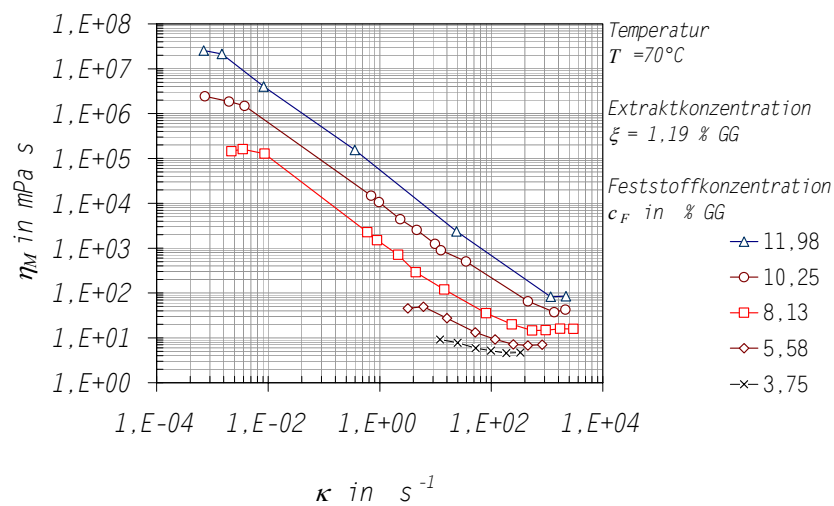
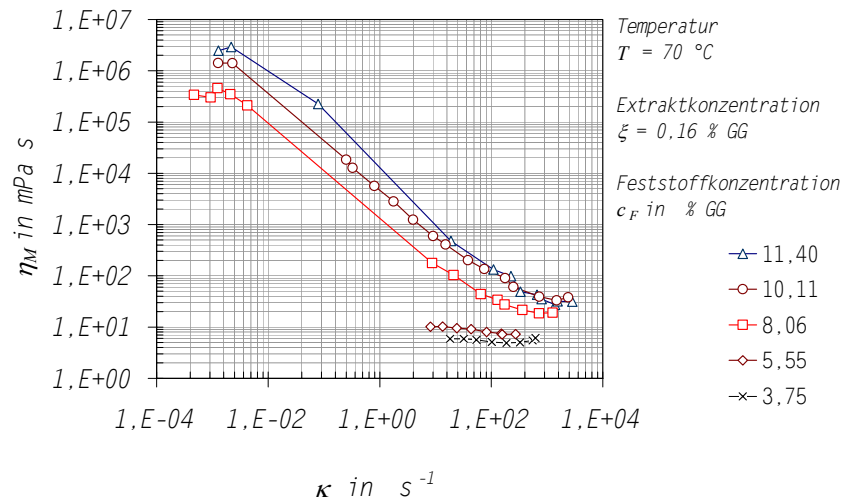


Mahlgut vor 90 μ m-Siebschnitt mit Spelzensplitter (oben) und nach dem Siebschnitt (unten)

Anhang 6: Vollständige Darstellung der stationären Scherversuche von Maische (Feinstschrotmaische TE)



Stationäre Viskositätsmessungen bei Feinstschrotmaische TE mit einer Viskosität der Matrixflüssigkeit von $\eta_P = 1,031$ ($\xi = 0,16\%$) bzw. $1,066 \text{ mPa s}$ ($\xi = 1,19\% \text{ GG}$) bzw. $2,345 \text{ mPa s}$ ($\xi = 19,0\%$); Messtemperatur $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ mit Lösungsmittelfalle



Stationäre Viskositätsmessungen bei Feinstschrotmaische TE mit einer Viskosität der Matrixflüssigkeit von $\eta_P = 1,031$ ($\xi = 0,16 \text{ } \%$) bzw. $1,066 \text{ mPa s}$ ($\xi = 1,19 \text{ } \%$ GG) bzw. $2,345 \text{ mPa s}$ ($\xi = 19,0 \text{ } \%$); Messtemperatur $70 \text{ }^\circ\text{C}$ mit Lösungsmittelfalle (Verdampfungsschutz)

Anhang 7: Reduzierter 2⁶-Versuchsplan zum Einfluss der Prozessparameter auf die Permeabilität

| Vers.-Nr | k | | | | | | c _s | | | | | | T | | | | | | Y* | | | | | | Permeabilitätsindex | | | | | | |
|----------|---|---|---|---|---|---|----------------|---|---|---|----|---|----|----|---|----|----|----|----|----|----|----|----|---|---------------------|----|----|----|----|------|------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 01 | 1 | 2 | 3 | 12 | 3 | 13 | 23 | 4 | 14 | 24 | 34 | 5 | 15 | 25 | 35 | 45 | 6 | | 16 | 26 | 36 | 46 | 56 | |
| 1 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 108 | |
| 2 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 122 | |
| 3 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 118 | |
| 4 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 128 | |
| 5 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 107 | |
| 6 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 116 | |
| 7 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 106 | |
| 8 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 120 | |
| 9 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 102 | |
| 10 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 105 | |
| 11 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 104 | |
| 12 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 104 | |
| 13 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 0,92 | |
| 14 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 1,03 | |
| 15 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 0,93 | |
| 16 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 1,03 | |
| 17 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 1,12 | |
| 18 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 0,64 | |
| 19 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 0,87 | |
| 20 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 0,54 | |
| 21 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 0,93 | |
| 22 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 1,01 | |
| 23 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 0,8 | |
| 24 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 0,72 | |
| 29 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 0,64 | |
| 30 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 0,45 | |
| 31 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 0,63 | |
| 32 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 0,46 | |
| 33 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 1,56 | |
| 34 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 1,68 | |
| 35 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 1,8 | |
| 36 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 1,68 | |
| 37 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 1,81 | |
| 38 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 1,43 | |
| 39 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 1,53 | |
| 40 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 1,38 | |
| 41 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 1,25 | |
| 42 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 1,46 | |
| 43 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 1,52 | |
| 44 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 1,49 | |
| 45 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 1,58 | |
| 46 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 1,42 | |
| 47 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 1,54 | |
| 48 | + | + | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 1,49 |

Anhang 8. Vollständige Verkostungsergebnisse der Biere aus normal gelöstem Malz (OF – Oszillationsfiltration, LB – Läuterbottich)

| Probenbezeichnung: OF I | DLG-Punkte |
|--|-------------------|
| Geruch: rein, Spur estrig, etwas trocken spelzig | 4,4 |
| Geschmack: rein | 4,4 |
| Vollmundigkeit, Trunk: voll, weich | 4,7 |
| Rezenz: rezent | 4,2 |
| Bittere: normal | 4,0 |
| Gesamtdurchschnitt nach DLG: | 4,31 |

| Probenbezeichnung: OF II | DLG-Punkte |
|---|-------------------|
| Geruch: rein, etwas trocken spelzig | 4,6 |
| Geschmack: rein | 4,6 |
| Vollmundigkeit, Trunk: sehr voll, weich | 4,5 |
| Rezenz: rezent | 4,1 |
| Bittere: normal | 4,1 |
| Gesamtdurchschnitt nach DLG: | 4,40 |

| Probenbezeichnung: OF III | DLG-Punkte |
|-------------------------------------|-------------------|
| Geruch: rein, hefig | 4,0 |
| Geschmack: noch rein, Spur oxidiert | 4,0 |
| Vollmundigkeit, Trunk: voll, weich | 4,4 |
| Rezenz: rezent | 4,0 |
| Bittere: etwas hefebitter | 3,9 |
| Gesamtdurchschnitt nach DLG: | 4,03 |

| Probenbezeichnung: OF IV | DLG-Punkte |
|---|-------------------|
| Geruch: noch rein, etwas trocken-spelzig, dumpf schweflig-hefig | 3,8 |
| Geschmack: noch rein, Spur oxidiert | 3,9 |
| Vollmundigkeit, Trunk: voll, weich | 4,2 |
| Rezenz: rezent | 4,0 |
| Bittere: normal | 4,0 |
| Gesamtdurchschnitt nach DLG: | 3,95 |

| Probenbezeichnung: OF V | DLG-Punkte |
|--|-------------------|
| Geruch: noch rein, Spur estrig, etwas scharf-stechend | 3,7 |
| Geschmack: noch rein, Spur estrig, etwas scharf-stechend | 3,8 |
| Vollmundigkeit, Trunk: voll | 4,3 |
| Rezenz: rezent | 4,0 |
| Bittere: etwas breit | 3,8 |
| Gesamtdurchschnitt nach DLG: | 3,86 |

| Probenbezeichnung: OF VI | DLG-Punkte |
|-------------------------------------|-------------------|
| Geruch: rein | 4,3 |
| Geschmack: rein | 4,2 |
| Vollmundigkeit, Trunk: voll, weich | 4,4 |
| Rezenz: rezent | 4,0 |
| Bittere: normal | 4,0 |
| Gesamtdurchschnitt nach DLG: | 4,18 |

| Probenbezeichnung: OF VII | DLG-Punkte |
|-------------------------------------|-------------------|
| Geruch: rein | 4,2 |
| Geschmack: rein | 4,3 |
| Vollmundigkeit, Trunk: voll, weich | 4,5 |
| Rezenz: rezent | 4,0 |
| Bittere: normal | 4,0 |
| Gesamtdurchschnitt nach DLG: | 4,19 |

| Probenbezeichnung: LB I | DLG-Punkte |
|---|-------------------|
| Geruch: noch rein, Spur estrig, Spur spelzig-trocken | 4,1 |
| Geschmack: noch rein, Spur estrig, Spur spelzig-trocken | 4,1 |
| Vollmundigkeit, Trunk: voll, weich | 4,4 |
| Rezenz: rezent | 4,0 |
| Bittere: normal | 4,0 |
| Gesamtdurchschnitt nach DLG: | 4,10 |

| Probenbezeichnung: LB II | DLG-Punkte |
|---|-------------------|
| Geruch: noch rein, Spur estrig, Spur spelzig-trocken | 4,1 |
| Geschmack: noch rein, Spur estrig, Spur spelzig-trocken | 4,0 |
| Vollmundigkeit, Trunk: voll, weich | 4,2 |
| Rezenz: rezent | 4,1 |
| Bittere: normal | 4,0 |
| Gesamtdurchschnitt nach DLG: | 4,06 |

| Probenbezeichnung: LB III | DLG-Punkte |
|---|-------------------|
| Geruch: noch rein, Spur estrig, Spur spelzig-trocken | 4,0 |
| Geschmack: noch rein, Spur estrig, Spur spelzig-trocken | 4,0 |
| Vollmundigkeit, Trunk: voll, weich | 4,4 |
| Rezenz: rezent | 4,1 |
| Bittere: normal | 4,0 |
| Gesamtdurchschnitt nach DLG: | 4,06 |

Anhang 9: Formelzeichen

| | |
|---------------------|---|
| a | Maischausbeute |
| A | Fläche |
| b_i | Beweglichkeit der Komponente i |
| c_i | Konzentration der Komponente i ; c_i/c_{ges} |
| c_{Pi} | Konzentration der Komponenten i im Permeat |
| c_F | Feststoffkonzentration (Massenkonzentration) |
| $c_{F,V}$ | Feststoffkonzentration (Volumenkonzentration) |
| c_D | Feststoffkonzentration in der Deckschicht auf der Membran (suspendierte und gelöste Stoffe) |
| c_K | Feststoffkonzentration im Porensystem der Membran (suspendierte und gelöste Stoffe) |
| c_P | Feststoffkonzentration des Permeates (suspendierten und gelösten Stoffe) |
| c_P^* | Feststoffkonzentration des Permeates bei $t = 0$ |
| $c_{zu} / c_{zu,i}$ | Feststoffkonzentration am Zulauf der suspendierte und gelöste Stoffe bzw. der Komponente i |
| D_{i0} | Thermodynamischer Diffusionskoeffizient der Komponente i |
| D_{iF} | Fickscher Diffusionskoeffizient der Komponente i |
| D_{eff} | effektiver Diffusionskoeffizient |
| d_K | Kapillardurchmesser |
| d_P | Partikeldurchmesser |
| E | Extinktion |
| e | Auslenkung der Erregermasse |
| e^* | Amplitude der Auslenkung der Erregermasse |
| F_N | Normalkraft |
| F_R | Reibungskraft |
| F_S | Schleppkraft |
| F_{spez} | spezifischer Filterwert |
| f | Frequenz |
| g | Gesamtgussverhältnis (m_{pfv}/m_s) |
| G | Schubmodul |
| G' | Speichermodul |
| G'' | Verlustmodul |
| H | Höhe |
| h | Hauptgussverhältnis |
| $i_{ab,K}$ | Massenstrom der von der Membran abgestoßenen Feststoffe in die darüber liegende Deckschicht |
| $i_{ab,D}$ | Massenstrom der von der Deckschicht abgestoßenen Feststoffe in die Kernströmung der Suspension |
| I_{red} | Massenträgheitsmoment eines Systems zweier drehelastisch gekoppelten Massen |
| J_p | flächenspezifischer Permeatfluss |
| $J_{p,m}$ | arithmetisch gemittelter Permeatfluss |
| k | Konstante |
| k_B | Boltzmann-Konstante |
| K | Stofftransportkoeffizient |
| K_k, K_D | Proportionalitätskonstanten für die Übertragung der Ablagerungskonzentration in den Abstand der Schwerpunkte von Filterkopfmasse und Gegenmasse |
| l | Abstand der Schwerpunkte von Filterkopfmasse und Gegenmasse |
| L | Länge/Abstand der Erregerachse von der Hochachse der Doppelmassenanordnung |
| m | Steigung |
| m, b | Konstanten |
| m_{Err} | Erregermasse |
| m_N | Masse des Nachgusswassers |
| m_p | Masse des Permeates |
| m_{pfv} | Masse der Pfannevollwürze eines Sudes |
| m_S | Masse der Schüttung (trocken) |
| m_W | Masse der Matrixflüssigkeit des Trebers (Würze) |

| | |
|----------------------|--|
| M | <i>Drehmoment</i> |
| n | <i>Exponent</i> |
| n_M | <i>Anzahl der Membranscheiben</i> |
| p | <i>Druck</i> |
| p_{zu} | <i>suspensionsseitiger Druck am Filtereinlauf</i> |
| p_{ab} | <i>suspensionsseitiger Druck am Filterausgang</i> |
| p_p | <i>permeatseitiger Druck am Filterausgang</i> |
| Δp | <i>Druckdifferenz</i> |
| Δp_E | <i>kapillare Eintrittsdruckdifferenz</i> |
| Δp_{TM} | <i>transmembraner Druckgradient</i> |
| $\Delta p_{TM,krit}$ | <i>kritischer transmembraner Druckgradient für den Wechsel zu asymptotischen</i> |
| Q_M | <i>Extraktzusammensetzung</i> |
| r | <i>Radius</i> |
| R | <i>Allgemeine Gaskonstante</i> |
| R | <i>hydrodynamischer Filterwiderstand / GesamtfILTERwiderstand</i> |
| R_a | <i>äußerer Durchmesser der Anströmung</i> |
| R_i | <i>innerer Durchmesser der Anströmung</i> |
| R_M | <i>Membranwiderstand und nachgelagerte Strömungswiderstände (Drainagesystem)</i> |
| $R_{M, \infty}$ | <i>Membranwiderstand R_M für $\Delta p \rightarrow \infty$</i> |
| R_D | <i>Deckschichtwiderstand durch Ablagerungen auf der Membran</i> |
| R_D^* | <i>Grenzwiderstand durch Ablagerungen auf der Membran R_D bei $t \rightarrow \infty$</i> |
| R_K | <i>Kapillarwiderstand durch Porenverengung und Porenverstopfung der Membran</i> |
| R_K^* | <i>Bei $\Delta_K > 0$: Grenzwiderstand durch Porenverengung der Membran R_K bei $t \rightarrow \infty$</i> |
| $R_{60'}$ | <i>mittlerer Filterwiderstand einer 60-minütigen Vorderwürzelfiltration ($\xi = 20\% \text{ GG}$)</i> |
| Re_ω | <i>oszillatorische Reynoldszahl</i> |
| $Re_{\omega,krit}$ | <i>kritische oszillatorische Reynoldszahl für den Wechsel zu exponentiellem Widerstandsanstieg</i> |
| Sc | <i>Schmidtzahl</i> |
| Sh | <i>Scherwoodzahl</i> |
| S_V | <i>spezifische Oberfläche</i> |
| s | <i>Spaltbreite zwischen den Membranen</i> |
| T | <i>Temperatur</i> |
| t | <i>Zeit</i> |
| u | <i>radiale Strömungsgeschwindigkeit im Filtermodul</i> |
| V_{end} | <i>Endvergärungsgrad</i> |
| $V_{s,end}$ | <i>scheinbarer Endvergärungsgrad</i> |
| V_P | <i>Permeatvolumen</i> |
| $\dot{V}_{..}$ | <i>Umwälzvolumenstrom</i> |
| V_{VW} | <i>Vordervürzevolumen</i> |
| v | <i>Strömungsgeschwindigkeit</i> |
| v_P | <i>Strömungsgeschwindigkeit des Permeates in einem Haufwerk</i> |
| v_{KAP} | <i>Strömungsgeschwindigkeit in der Kapillare</i> |
| W_{BR} | <i>Brucharbeit</i> |
| w | <i>Feuchtigkeit</i> |
| w_M | <i>Feuchtigkeit des Malzes</i> |
| w_T | <i>Feuchtigkeit des Trebers</i> |
| w | <i>tangentiale Relativgeschwindigkeit der Membran gegen über der Suspension</i> |
| w^* | <i>Amplitude der tangentiale Geschwindigkeit der Membran am äußeren Radius</i> |
| Y | <i>tangentiale Auslenkung des Filters bei der oszillatorischen Bewegung</i> |
| Y^* | <i>Amplitude der tangentiale Auslenkung des Filters am äußeren Radius</i> |
| z | <i>Längenkoordinate in membranorthogonaler Richtung</i> |

Anhang 10: Griechische Formelzeichen

| | |
|------------------|--|
| α | <i>Irrtumswahrscheinlichkeit</i> |
| Δ_K | <i>Zeitkoeffizient für die Porenverstopfung und- verengung</i> |
| Δ_D | <i>Zeitkoeffizient für die Deckschichtbildung und -verdichtung</i> |
| δ | <i>Verlustwinkel</i> |
| δ | <i>Deckschichthöhe</i> |
| γ | <i>Scherwinkel</i> |
| $\hat{\gamma}$ | <i>Amplitude des Scherwinkels</i> |
| ε | <i>Porosität</i> |
| η | <i>dynamische Viskosität</i> |
| η^* | <i>komplexe Viskosität</i> |
| η_W | <i>dynamische Viskosität des Permeates (Würze)</i> |
| η_{W0} | <i>dynamische Viskosität der Würze bei $T = 0$ K</i> |
| η_R | <i>relative Viskosität</i> |
| η_M | <i>dynamische Viskosität der Maische</i> |
| η_0 | <i>Nullviskosität</i> |
| η_∞ | <i>Unendlichviskosität</i> |
| κ | <i>Scherrate</i> |
| λ_ω | <i>Kenngroße für den suspensionsseitiger Feststoffabtransport infolge des Abstoßeffectes</i> |
| λ_D | <i>Kenngroße, die die Flüchtigkeit von Feststoffen in einer sich auf der Membran bildenden Deckschicht charakterisiert</i> |
| λ_P | <i>Kenngroße für den permeatseitigen Feststoffabtransport</i> |
| μ | <i>Wegverlängerungsfaktor</i> |
| μ | <i>Reibungskoeffizient</i> |
| μ_i | <i>chemisches Potential der Komponente i</i> |
| ξ | <i>Extraktkonzentration</i> |
| ξ_W | <i>Extraktkonzentration der Würze</i> |
| ξ_N | <i>Extraktkonzentration der Anschwänzwassers (i. d. R. $\xi_N = 0$)</i> |
| ξ_{VW} | <i>Extraktkonzentration der Vorderwürze (Würze am Beginn des Auswaschvorganges)</i> |
| ξ_{GW} | <i>Extraktkonzentration des Glattwassers (Würze am Ende des Auswaschvorganges)</i> |
| ξ_T | <i>Extraktkonzentration der Treber</i> |
| ρ | <i>Dichte</i> |
| ρ_M | <i>Dichte der Maische</i> |
| ρ_P | <i>Dichte des Permeates</i> |
| σ | <i>Oberflächenspannung</i> |
| τ_W | <i>Wandschubspannung</i> |
| Φ | <i>Randwinkel</i> |
| φ_i | <i>Rückhalterate der Komponente i eines Gemisches</i> |
| φ | <i>Auslenkungswinkel</i> |
| ω | <i>Kreisfrequenz</i> |
| ω_e | <i>Eigenfrequenz des Systems</i> |
| Ω | <i>Winkelgeschwindigkeit (Scherversuche)</i> |

Anhang 10: Abkürzungen

| | |
|----------------------|--|
| A | Alterungsindikator unter den Aromasubstanzen |
| AW (Würze) | Ausschlagwürze |
| DIN | Deutsche Industrie Norm |
| DLG | Deutsche Lebensmittel Gesellschaft |
| DMS | Dimethylsulfit |
| DMS-P | Dimethylsulfit-Precursor |
| EBC | European Brewing Convention bzw. Einheiten der Vereinigung |
| EYBEN | Maischverfahren nach gleichnamigen Erfinder benannt |
| FAN | Freier Aminostickstoff |
| GG (%-) | Massen-Massen-Anteil |
| GV (%-) | Massen-Volumen-Anteil |
| KONF | Konfidenzintervall |
| LB | Würzegewinnung mittels Läuterbottich aus Läuterbottichschrot |
| LB INF | Läuterbottichprozess mit grobem Läuterbottichschrot und Infusionsmaisverfahren |
| LB RFK | Läuterbottichprozess mit grobem Läuterbottichschrot und Kochung der Rohfruchtteilmaische sowie Zugabe eines Amylasenpräparates |
| MEBAK | Mitteleuropäische Brautechnische Analysenkommission |
| MgSO ₄ -N | Magnesiumsulfat fällbarer Stickstoff |
| MWCO | Molecular Weight cut off |
| NIBEM | Bestimmungsmethode für die Schaumstabilität |
| OF | Würzegewinnung mit Oszillationsmembranfilters aus Feinstschrotmaische |
| OF INF | Oszillationsfiltrationprozess mit Feinstschrot (TE) und Infusionsmaisverfahren |
| Pf.v (Würze) | Pfannevoll-Würze |
| PTFE | Polytetrafluorethylen |
| REM | Raster-Elektronen-Mikroskopie |
| S | Sauerstoffindikator unter den Aromasubstanzen |
| TE (Feinstschrot -) | Teilentspelztes Feinstschrot |
| VMF | <i>Vibrating Membrane Filtration</i> (engl. für Oszillationsmembranfiltration) |
| W | Wärmeindikator unter den Aromasubstanzen |
| UTP | Uniform Transmembrane Pressure |

Anhang 11: Begriffe

ABSTOßEFFEKT Der Abstoßeffect ist die Wirkung, die den Rücktransport von sich an der Membran ablagernden Stoffen in die Kernströmung der Suspension bewirkt. Ein Abstoßeffect ist im Unterschied zu statischen Filtrationstechniken allen dynamischen Filtrationsverfahren zu eigen.

ANSCHWÄNZWASSER Flüssigkeit (in der Regel Brauwasser) zum Auswaschen des Extraktes in den Trebern

AUSSCHLAGWÜRZE Würze nach dem Kochprozess

AUSWASCHAUSBEUTE Die Auswaschausbeute ist die Extraktausbeute beim Auswaschen der Treber und zu unterscheiden von der Maischausbeute. Sie ist das Verhältnis der Masse Extraktes der Pfannevollwürze zum Extrakt der Maische (Treber und Matrixflüssigkeit).

AUSWASCHEFFIZIENZ Die Auswascheffizienz ist die Reduktion der Extraktkonzentration der Maische durch das Anschwänzen bezogen auf die eingesetzte Anschwänzwassermengen bzw Gesamtwassermenge (Hauptguss und Nachguss).

DECKSCHICHT Schicht auf der Membran, die sich aus Ablagerungen der Trübe bildet. Hier wird speziell unterschieden zwischen Ablagerungen im Porensystem der Membran und der *Deckschicht* auf der Membran.

GESAMTGUSSVERHÄLTNISS Das Gesamtgussverhältnis ist das Verhältnis der Masse der Pfannevollwürze zur Masse der Schüttung. Sie deckt sich i. d. R. mit dem Verhältnis der gesamten Gussmenge (Hauptguss und Nachguss) zur Schüttung.

KAPILLARWIDERSTAND Der Kapillarwiderstand ist ein Filterwiderstand infolge von Ablagerungen auf der Membran. Er entsteht durch Ablagerungen im Porensystem der Membran und wirkt durch das Verengen und Verstopfen bereits vorhandener Poren. Er kann als erweiterter Membranwiderstand aufgefasst werden und ist hier zu unterscheiden vom Deckschichtwiderstand, der durch Ablagerungen *auf* der Membran zustande kommt.

MAISCHAUSBEUTE Die Maischausbeute ist eine im deutschen Sprachgebrauch neue Wendung und soll hier dem englischen *conversion yield* entsprechen. Die Maischausbeute ist die Masse des durch den Maischprozess gelösten Extraktes im Verhältnis zur Masse der Schüttung.

MAISCHE / TREBER Bei der dynamischen Filtration wird nicht zwischen Maische und Treber unterschieden, da sich beide nur durch den (fließenden) Übergang in der Feststoffkonzentration bzw. der Extraktkonzentration unterscheiden. Synonym für Maische und Treber wird der Begriff der Suspension verwendet, insbesondere, wenn die Betrachtung nicht die Spezifität der Suspension berücksichtigt.

MALZ (4-TAGE-) Cytolytisch schlecht gelöstes Malz mit einer Keimdauer von 4 Tagen

MATRIXFLÜSSIGKEIT Kontinuierliche Phase der Suspension (z. B. Würze)

MATRIXVISKOSITÄT Dynamische Viskosität der kontinuierliche Phase einer Suspension (z. B. Würzeviskosität)

MEMBRANWIDERSTAND / SYSTEMWIDERSTAND Der Membranwiderstand ist der hydro-dynamische Widerstand beim Durchströmen einer Membran durch ein Fluid. Hier wird der Begriff erweitert und auch die der Membran nachgelagerten, aber ebenfalls konstanten, Strömungswiderstand (z. B. durch das Drainagesystem) einbezogen. Der Membranwiderstand kann als „Systemwiderstand“ aufgefasst werden.

NORMWERTE / SOLLWERTE Normwerte sind Werte, die im üblichen Schwankungsbereich auftretenden Ergebnisse von Würze- und Bieranalysen. Sollwerte stellen nach verschiedener Standardliteratur minimale oder maximale Forderungen für die Analysenergebnisse dar.

NULLVISKOSITÄT Extrapolierte Viskosität bei einem Schergefälle von Null

OSZILLATIONSFILTRATION / OSZILLATIONSMEMBRANFILTRATION Die Oszillationsfiltration ist eine Variante der dynamischen Mikrofiltration, bei der die zu filtrierende Suspension in einem Spalt aus oszillierenden Membranen geführt wird. Der Begriff wird zur Übersetzung der englischen *Vibrating Membrane Filtration* ins Deutsche eingeführt.

PFANNEVOLLWÜRZE Die Pfannevollwürze ist die Summe der Vorderwürze und der Nachgusswürze, also die Gesamtheit des Filtrates aus dem Läuterprozess vor dem Würzekochen

SCHÜTTUNG Die Schüttung ist die Masse an Stärke spendenden Rohstoffen (Malz / ungemälztes Getreide), die beim Maischen mit dem Hauptguss zusammengeführt wird.

UNENDLICHVISKOSITÄT Viskosität bei einem unendlich großen Schergefälle