

Laboratorní výzkum rmutovacího procesu

Dr. Ing. GÜNTER ARNDT, Doc. Dr. Ing. LOTHAR LINKE, Technická universita Drážďany

katedra potravinářského a chemického inženýrství

Účelem rmutovacího procesu, jedné z nejdůležitějších operací při výrobě piva, je převedení škrobu a části bílkovin do vodného roztoku. K rozštěpení těchto vysokomolekulárních látek a k převedení na rozpustný extrakt se využívá reakcí katalyzovaných enzymy. Ty jsou obsaženy již ve sladu, v případě surogace je nutno je zvlášť do vystírky aplikovat. Enzymové pochody jsou kromě doby a teploty reakce podmíněny též intenzitou přenosu hmoty. Jedním z faktorů, který má hlavní vliv na rychlosť přenosu hmoty, je hodnota frekvence otáčení míchadla. Touto problematikou se zabývali pracovníci Technické univerzity v Drážďanech a získané výsledky jsou obsahem tohoto článku.

Míchadlo a jeho úloha při rmutování

Mícháním se zajišťuje rovnoměrné rozdělení pevné fáze v kapalině. Během rmutování pevná fáze probíhajícími extrakčními a biochemickými pochody svoje složení neustále mění. Optimální podmínky jsou dosaženy, je-li celá plocha pevné fáze přístupná kapalině [1].

Další úlohou míchání je zabezpečit relativní pohyb mezi pevnou a kapalnou fází, tím je umožněn intenzívní přenos hmoty, tj. rychlý transport extraktu z mezni vrstvy, vytvořené kolem pevné fáze. Proto je nutné zajistit maximální koncentrační spád jako hnací sílu extrakčního pochodu. Intenzívní míchání je též nutné

pro přenos tepla z teplosměnné plochy do kapalné fáze a následnou konvekcí do pevné fáze.

Rychlosť proudění a velikost turbulence ve rmutovací pánvi jsou závislé na tvaru míchadla, frekvenci otáčení, konstrukčním provedení a celkové geometrii míchaného systému. Podstatný vliv má též umístění míchadla v nádobě. Z konstrukčních důvodů je rozsah frekvence otáčení míchadla omezen v určitém rozsahu. Jeho spodní hranice je určena podmínkou, aby všechny částice pevné fáze byly průběžně ve vznosu. Maximální hodnota frekvence otáčení míchadla není jednoznačně stanovena, avšak vedle energetických požadavků je nutno uvážit i velikost odstředivé sily. Též je nutno uvážit okolnost, že při intenzívním míchání se mohou poškozovat pluchy, což nepříznivě ovlivňuje vedle ztíženého scezování i kvalitu hotového produktu. Z tohoto důvodu byly experimentální práce omezeny pouze na stanovení spodní hranice frekvence otáčení míchadla.

Stanovení minimální frekvence otáčení míchadla

K zamezení sedimentace částic pevné fáze během rmutování je nutno dodržet podmínku, aby vertikální komponent míchání byl větší než sedimentační rychlosť pevné fáze [2]. Tato minimální (kritická) frekvence otáčení závisí na těchto parametrech:

- průměr a hustota částic pevné fáze, hustota kapal-

né fáze, viskozita, povrchové napětí, koncentrace pevné fáze v kapalné,

- geometrie rmutovací pánve,
- tvar míchadla,
- poloha míchadla.

Protože se během rmutování fyzikální parametry suspenze mění, byl uvažován nejnepříznivější případ. Ten nastává bezprostředně po zahájení procesu. Sedimentační rychlosť částic pevné fáze je v tomto úseku rmutovacího pochodu maximální (maximální velikost pevné fáze a minimální hustota kapalné fáze).

K určení minimální hodnoty frekvence otáčení byly použity dvě metody:

- kritérium jedné sekundy,
- kritérium výšky vrstvy.

Při použití kritéria jedné sekundy se určí minimální frekvence otáčení míchadla z podmínky, aby žádná částice pevné fáze nezůstávala na dně míchaného systému po dobu delší jedné sekundy.

Při aplikaci kritéria výšky vrstvy se během procesu sleduje výška doletu pevných částic.

Kritérium jedné sekundy

Tato metoda, používaná pro stanovení minimální frekvence otáčení turbinových, lopatkových nebo šroubových míchadel, byla popsána Hoblerem a Zablockim [3]. Autoři odvodili vztah pro výpočet hodnoty frekvence míchadla, při níž se suspenze úplně rozmíchává:

$$\frac{n \cdot \rho_0 \cdot d_R^2}{\eta} = C \left(\frac{\Delta \rho}{\rho_c} \right)^{0,6} \cdot \left(\frac{\rho_c^2 \cdot g \cdot d_R^2}{\eta_2} \right)^{0,45} \cdot \left(\frac{m_c}{m_s} \right)^{0,17} \cdot \left(\frac{d_T}{d_R} \right)^{0,25} \cdot \left(\frac{K}{d_R} \right)^{0,19} \cdot \frac{D}{d_R} \quad (1)$$

kde:

n	je minimální frekvence otáčení míchadla	(s^{-1})
ρ_c	— hustota kapalné fáze	$(kg \cdot m^{-3})$
d_R	— průměr míchadla	(m)
η	— viskozita kapalné fáze	$(Pa \cdot s)$
C	— konstanta (autoři uvádějí $C=4,629$)	(1)
$\Delta \rho$	— rozdíl hustot kapalné a pevné fáze	$(kg \cdot m^{-3})$
m_s	— hmotnost pevné fáze	(kg)
m_c	— hmotnost kapalné fáze	(kg)
K	— vzdálenost míchadla ode dna míchaného systému	(m)
D	— průměr nádoby	(m)
g	— gravitační zrychlení	$(9,81 \text{ m} \cdot s^{-2})$
d_T	— střední velikost částic	
$n \cdot d_R^2 \cdot \rho_c$		(m)

Laboratorně byly stanoveny hodnoty: $\rho_c = 990,21 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$

$$\begin{aligned} \eta_c &= 0,5958 \text{ mPa} \cdot \text{s} & m_s &= 1,82 \text{ kg} & K &= 0,018 \text{ m} \\ \Delta \rho &= 65 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3} & m_c &= 6 \text{ kg} & D &= 0,018 \text{ m} \\ d_T &= 0,002 \text{ m} & & & & \end{aligned}$$

Při použití rovnice (1) vychází pro míchadlo o průměru 0,076 m minimální frekvence otáčení $119,2 \text{ min}^{-1}$.

Kritérium výšky vrstvy

Na základě rozsáhlé experimentální práce Einenkel a Mersmann [2] navrhli následující algoritmus pro výpočet minimální frekvence otáčení míchadla, při níž tuhá fáze je ještě úplně suspendována. Ten se skládá za stanovení sedimentační rychlosti částic pevné fáze a z výpočtu požadované frekvence podle empirického vzorce:

$$13 = \sqrt[3]{Fr^* \cdot \frac{v_s}{v_u \phi_u}} \quad (2)$$

kde Freudeho kritérium Fr^* má tvar:

$$Fr^* = \frac{n^2 d_R \rho_c}{g \cdot \Delta \rho}$$

sedimentační rychlosť částic pevné fáze v_s se stanoví z této rovnice [2]:

$$dt = c_w^{0,75} \frac{\rho_c \cdot v_s^2}{g \cdot \Delta \rho} \quad (3)$$

Koeficient odporu c_w závisí na hodnotě Reynoldsova kritéria. Obecný tvar Reynoldsova kritéria je udáván ve formě:

$$Re = \frac{d_T \cdot v_s \cdot \rho_c}{\eta_c} \quad (4)$$

V našem případě se hodnota Reynoldsova kritéria po- hybuje v rozsahu $122 < Re < 10^3$. Pro tuto oblast platí pro výpočet koeficientu odporu c_w tento vztah:

$$c_w = \frac{6,5}{Re^{0,4}}$$

Rovnice (3) platí pro osamocenou částici. Pro shluk částic je nutno získanou hodnotu korigovat podle empirického vztahu:

$$v_{ss} = v_s (1 - \phi_v)^{4,65} \quad (5)$$

kde:

$$v_{ss} \quad \text{je korigovaná sedimentační rychlosť} \quad (m \cdot s^{-1})$$

$$S_u = \frac{V_s}{V_c} \quad \text{poměr objemů} \quad (1)$$

$$V_s \quad \text{— objem tuhé fáze} \quad (m^3)$$

$$V_c \quad \text{— objem kapalné fáze} \quad (m^3)$$

Dosazením hodnot a vyčíslením vztahu (5) se získá hodnota

$$v_{ss} = 0,0089 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$$

Podle uvedeného algoritmu se určí frekvence otáčení (2):

$$n = 5,86 \text{ s}^{-1}$$

Reynoldsovo kritérium pro míchání Re_M má tvar:

$$Re_M = \frac{n \cdot d_R^2 \cdot \rho_c}{\eta_c} = 5,6 \cdot 10^4 \quad (6)$$

Získaná hodnota Reynoldsova kritéria je podstatně menší, než předpisuje algoritmus ($Re = 10^6$). Proto by bylo nutné výpočet opakovat s jinou konstantou v rovnici (2). Vzhledem k výsledku získaném kritériem jedné sekundy, je zřejmé, že tato hodnota nedává srovnatelné výsledky, a proto bude nutná její modifikace. Rovněž metodu jedné sekundy lze považovat pouze za approximativní, neboť velikost částic kolísá v širokém rozmezí.

Laboratorní zařízení pro rmutování

Pro experimentální práce byl použit zmenšený model rmutovací pánve, standardního výrobku VEB Apparatenbau Nordhausen. Toto zařízení má obdélníkový průřez a je určeno pro sypání 5 000 kg. Modelováním bylo vyrobeno laboratorní zařízení (poměr zmenšení 1:17). Velikost frekvence otáčení míchadla ($d_R = 0,076 \text{ m}$) laboratorního zařízení byl vypočten ze vztahu [4]:

$$\frac{n_H}{n_M} = \left(\frac{d_{RM}}{d_{RH}} \right)^y \quad (7)$$

kde:

$$n_H \quad \text{je frekvence otáčení míchadla provozního zařízení} \quad (s^{-1})$$

$$n_M \quad \text{— frekvence otáčení míchadla modelu} \quad (s^{-1})$$

$$d_{RH} \quad \text{— průměr míchadla provozního zařízení} \quad (m)$$

$$d_{RM} \quad \text{— průměr míchadla modelu} \quad (m)$$

$$y \quad \text{— exponent} \quad (1)$$

Frekvence otáčení laboratorního míchadla lze stanovit též tímto postupem:

Tabulka 1.

	Metoda/přístroj	Sledovaná hodnota
<i>Rmut</i> Doba zcukření pH hodnota	jódová zkouška laboratorní pH-metr MV 84	10 minut 5,2—5,6
<i>Sladina</i> Viskozita pH	Höpplerův viskozimetr laboratorní pH-metr MV 84	≤ 1,7 mPa · s 5,2—5,6
Obsah extraktu	sacharometr	maximální hodnota
Celkový dusík	Kjeldahlova metoda	≥ 70 mg/100 ml
Aminodusík	Spekol	≥ 14 mg/100 ml
Barva	Spekol	13...14 EBC jednotek

Vyčíslí se hodnota modifikovaného Reynoldsova kritéria pro míchání:

$$Re_M = \frac{n_M \cdot d_{RM}^2 \cdot \rho_c}{\eta_c}$$

Získaná hodnota se dosadí do vztahu:

$$c_{WM} = A \cdot Re_M^m \cdot Fr_M^p \quad (8)$$

kde: c_{WM} je hodnota Eulerova kritéria

$$\left(E_u = \frac{P_M}{\rho_c \cdot n_M^3 \cdot d_{RM}^5} \right) \quad [1]$$

A, m, p — konstanty

P_M — příkon míchadla [W]

Hodnoty konstant A, m, p jsou závislé na druhu míchadla. Pro třílopatkové vrtulové udává literatura [5] tyto hodnoty:

$$A = 1,19$$

$$m = -0,15$$

$$p = 0$$

Příkon míchadla se vypočte podle vztahu:

$$P_M = c_{WM} \cdot \rho_c \cdot n_M^3 \cdot d_{RM}^5 \quad (9)$$

Specifický objemový příkon míchadla P_{VM} [$\text{W} \cdot \text{m}^{-3}$]

$$P_{VM} = \frac{P_M}{V} \quad (10)$$

kde: V je objem zařízení (m^3).

Z podmínky shodných specifických objemových příkonů míchadla provozního i laboratorního zařízení byla vypočtena požadovaná frekvence otáčení míchadla experimentálního zařízení $n_M = 353 \text{ min}^{-1}$.

Rmutovací pánev byla temperována vodní lázní. Na tuto pánev navazovala scezovací kád obvyklé konstrukce. Tato kád byla rovněž temperována. Míchadla v obou nádobách byla poháněna stejnosemnámi motorky s plnou regulací frekvencí otáčení.

Dvouhodinový chmelovar probíhá ve zvláštní nádobě, vyhřívané elektrickým vařičem. Sladina byla chmelena extraktem.

Popis experimentální práce

Slad a surogát byl mlet na laboratorním mlýnku (podil pluch 21,1 %). Tato hrubost byla volena s ohledem na snadné stekání scezování. Při rmutování byl použit infúzní způsob:

40—45 °C vystírání, aplikace enzymů

50 °C peptonizační prodleva (60 min)

63 °C cukrotvorná prodleva (40 min)
70—74 °C pomalé zvýšení teploty (z 70 na 74 °C 20 min)
74 °C do zcukření
78 °C odrmutování

Vystírání bylo 1,2 kg sladu 0,62 kg surogátu do 6 litrů vody, při vystírce bylo aplikováno 0,42 g enzymu.

Scezování probíhalo při teplotě 78 °C. Sledované veličiny, metody a přístroje jsou uvedeny v tabulce 1.

Při experimentální práci byl sledován vliv frekvence otáčení míchadla na tyto veličiny, přičemž byla dodržena konstantní hodnota ostatních parametrů.

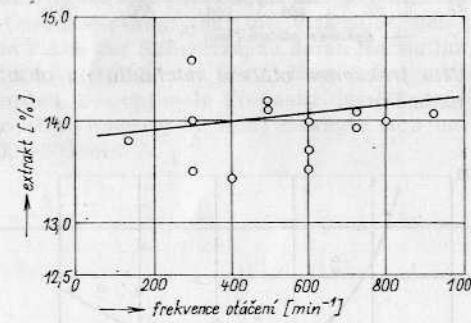
Vyhodnocení získaných poznatků

Výsledky byly získány ze dvou až tří pokusů, provedených vždy za dodržení konstantní hodnoty frekvence otáčení míchadla. Výsledky byly korelovány regresní analýzou.

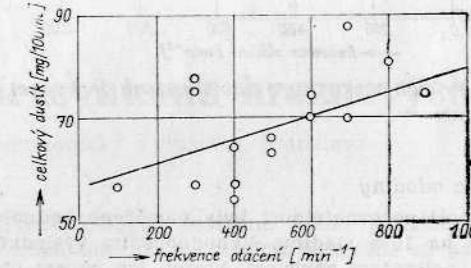
Obsah extraktu:

Z hodnot, naměřených sacharometrem, byla vypočtena regresní rovnice:

$$y = 13,85 + 0,0001635 x$$



Obr. 1. Vliv frekvence otáčení míchadla na obsah extraktu



Obr. 2. Vliv frekvence otáčení míchadla na obsah celkového dusíku

Směrnice přímky měla malou hodnotu (obr. 1), což znamená, že zvyšování hodnoty frekvence otáčení míchadla nemá podstatnější vliv na tvorbu extraktu během rmutování. Vyšší obsah extraktu lze získat jen značným zvýšením frekvence otáčení, což znamená zvýšení energetické náročnosti zařízení, ale zhoršení scezování (možnost poškození pluch).

Obsah celkového dusíku

Titraci bylo zjištěno potřebné množství 0,05 N kyselej sírové (ml). Celkový obsah dusíku v mladině lze vypočítat touto rovnicí:

$$7 \text{ mg N} = 9,725 \text{ ml } 0,05 \text{ N H}_2\text{SO}_4$$

Lineární regresí se stanovila rovnice přímky

$$y = 56,86 + 0,025 x$$

Se stoupající frekvencí otáčení přibývá množství celkového dusíku (obr. 2). Toto lze vysvětlit intenzivní

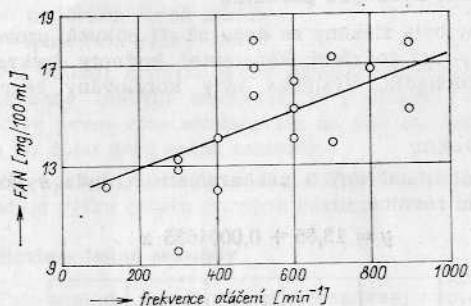
extrakci tuké fáze, podmíněné vysokým koncentračním gradientem.

Obsah aminodusíku

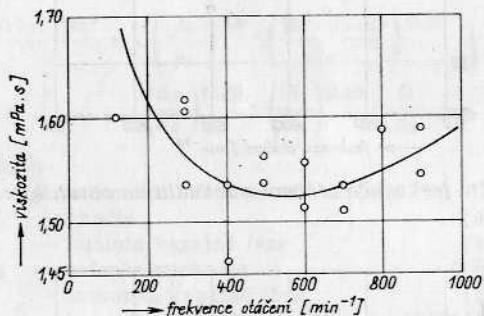
Tento se stanovil přístrojem Spekol. Lineární regresí se opět získané výsledky vyhodnotily a získal výraz

$$y = 11,90 + 0,0052 x$$

Obsah aminodusíku opět vzniká se stoupající frekvencí otáčení míchadla. Tento jev lze vysvětlit obdobně jako v předchozím případě. Je zajímavé, že požadovaná minimální hodnota $14 \text{ mg}/100 \text{ ml}$ byla dosažena až při frekvenci otáčení 400 min^{-1} .



Obr. 3. Vliv frekvence otáčení míchadla na obsah aminodusíku



Obr. 4. Průběh viskozity v závislosti na frekvenci otáčení

Viskozita mladiny

Pro lepší porovnatelnost byly naměřené hodnoty přečteny na 10% sladinu. Vyhodnocením výsledků byla zjištěna nelineární závislost, kterou lze popsat obecnou rovnicí

$$x = a \cdot x^b \cdot e^{cx}$$

K prověření použitelnosti této metody byla aplikována porovnávací metoda [6]. Za předpokladu, že x a y jsou nezávisle proměnné, obdržíme nejdříve veličiny $x = x(x, y)$ a $y = y(x, y)$, které jsou lineárně závislé (aritmetická řada s diferencí $h = 100$). Rovnice (15) potom přejde na tvar

$$Y = h \cdot c \cdot \ln x + b \cdot X$$

Dalším matematickým zpracováním byla odvozena rovnice

$$y = 3,24 \cdot x^{-0,1426} \cdot e^{0,00027x}$$

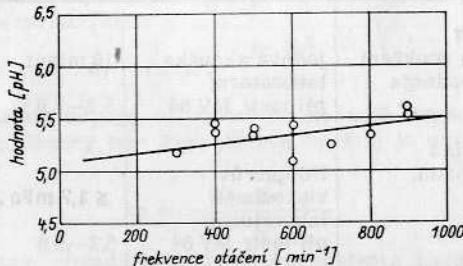
V rozsahu hodnot frekvence otáčení $500\text{--}600 \text{ min}^{-1}$ dosahuje křivka svého maxima. Tento poznatek má význam zejména pro operaci scezování a vyslazování.

Hodnota pH

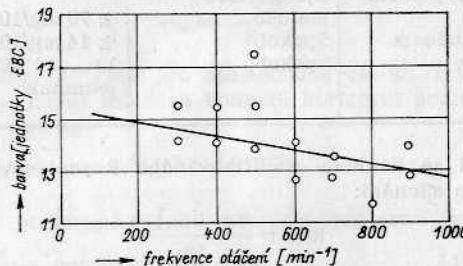
Vzorky byly měřeny pH-metrem při konstantní teplotě 20°C . Lineární regresí byla z naměřených hodnot vyčtena závislost

$$y = 5,207 + 0,00026 \cdot x$$

Křivka má nepatrně stoupající tendenci. Při zvyšování frekvence otáčení se zvyšuje hodnota pH, což má ne-příznivý vliv na činnost enzymů.



Obr. 5. Vliv frekvence otáčení na hodnotu pH



Obr. 6. Vliv frekvence otáčení míchadla na barvu mladiny

Barva mladiny

Z naměřených hodnot přístrojem Spekol byly přepočítány jednotky EBC. Ze získaných výsledků bylo opět lineární regresí získána závislost

$$x = 15,51 - 0,0029 \cdot x$$

Naměřené hodnoty (obr. 6) ukazují sestupnou tendenci při vzrůstající frekvenci otáčení.

Doba zcukření

Maximální doba zcukření při 74°C byla 10 minut, změna frekvence otáčení neměla podstatnější vliv na délku procesu. Výsledky byly získány jodovou zkouškou; tato metoda je dosti nepřesná, neboť se nedá s dostatečnou přesností stanovit okamžik zcukření.

Závěr

Zvyšování frekvence otáčení míchadla ve rmutovací pánvi neprokázalo podstatnější vliv na tvorbu extraktu a dobu zcukření. Z velmi malé hodnoty tangenty regresní přímky lze odvodit, že teprve značné zvýšení frekvence otáčení míchadla má podstatnější vliv na změnu sledovaných parametrů. To má však za následek neúměrně zvýšenou spotřebu elektrické energie. Na obsah aminodusíku a celkového dusíku má však zvyšování frekvence otáčení příznivý vliv. Na základě analýzy všech získaných výsledků lze konstatovat, že optimální hodnota frekvence otáčení míchadla o průměru $d_R = 0,076 \text{ m}$ se pohybuje v rozsahu $500\text{--}600 \text{ min}^{-1}$. Z této hodnoty lze pak modelováním odvodit požadovanou frekvenci míchání pro libovolný průměr míchadla.

Při experimentálních pracích byl sledován také vliv hrubosti mletí, avšak ve všech případech byl zjištěn obdobný průběh naměřených veličin.

Přeložil Ing. L. Chládek

Literatura

- [1] LAMADE, S.: Auswahl und Auslegung emaillierter Rührer für das Auswirbeln von Feststoffen in Flüssigkeit. Verfahrenstechnik, 11, 1977, s. 2

- [2] EINENKEL, W. D.: Erforderliche Drehzahl zum Suspendieren in Rührwerken. Verfahrenstechnik, **11**, 1977, s. 2
- [3] HOBLER, T.: Ueber die Erzeugung von Suspensionen. Chemische Technik, **18**, 1966, s. 11
- [4] LIEPE, F.: Probleme der Maßstabsübertragung. Chemische Technik, **19**, 1967, s. 11
- [5] HEINDENREICH, E.: Vorlesungsmanuskript „Mechanische Grundprozesse“. Technische Universität Dresden
- [6] BRONSTEIN, I. N.: Taschenbuch der Mathematik für Ingenieure. B. G. Teubner-Verlagsgesellschaft Leipzig 1973

Arndt, G. - Linke, L.: Laboratorní výzkum rmutovacího procesu. Kvas. prům. **27**, 1981, č. 6, s. 125—129.

V článku jsou uvedeny výsledky experimentální práce, provedené na modelu varny Apparatenbau, Nordhausen (měřítko zmenšení 1 : 17). Sledován vliv frekvence otáčení míchadla na obsah extraktu, aminodusiku a celkového dusíku a viskozitu, hodnotu pH a barvu sladiny, získané ze surových sladů, mletých na různou hrubost. Optimální frekvence třílopatkového míchadla o průměru 76 mm se pohybovala v rozsahu 500—600 min⁻¹.

Арндт, Г. — Линке, Л.: Лабораторное исследование процесса затирания. Квас. прум. **27**, 1981, № 6, стр. 125—129.

В статье приводятся результаты экспериментальной работы проведенной на модели варочной установки Apparatenbau, Nordhausen (масштаб уменьшения 1 : 17). Исследовалось влияние частоты вращения мешалки на содержание экстракта, аминоазота и суммарного азота, вязкость, величины pH и окраску сусла, полученного из

суррогированных солодов разного типа помола. Оптимальная частота мешалки с тремя лопастями диаметром в 76 мм колебалась в пределах 500—600 мин⁻¹.

Arndt, G. - Linke, L.: Laboratory research of mashing process. Kvas. prům. **27**, 1981, č. 6, s. 125—129.

The results of experiments carried out in Brewhouse Apparatenbau (Nordhausen) modell (scale of reduction 1 : 17) are presented. The influence of the rotation frequency of the stirrer on the content of extract, amino-nitrogen and total nitrogen, on viscosity, pH value and colour of worts obtained from worts prepared by using adjuncts of grists of different coarseness was followed. Optimal frequency of the three-paddle stirrer 76 mm diameter ranged from 500 to 600 rpm.

Arndt, G. - Linke, L.: Modellstudium des Maischprozesses. Kvas. prům. **27**, 1981, No. 6, S. 125—129.

In dem Artikel werden die Ergebnisse der Experimentalarbeit an dem Sudwerkmodell der Firma Apparatenbau, Nordhausen (Verkleinerungsverhältnis 1:17) angeführt. Verfolgt wurde der Einfluß der Umdrehfrequenz des Rührwerkes auf den Gehalt an Extrakt, Aminostickstoff, Gesamtstickstoff, auf die Viskosität, den pH-Wert und die Farbe der Süßwürze, zu deren Herstellung feiner oder größer gemahlenes Malz, bzw. Surrogate verwendet wurden. Die optimale Frequenz des 3-Schaufel-Rührwerkes (Durchmesser 76 mm) bewegte sich im Bereich von 500—600 min⁻¹.