

Integrierte Kaskadenschaltung von dynamischen und Crossflow-Membranverfahren zum Hochkonzentrieren von Magermilch und Molke

Koordinierung:	Forschungskreis der Ernährungsindustrie e.V. (FEI), Bonn
Forschungsstelle:	Technische Universität München Zentralinstitut für Ernährungs- und Lebensmittelforschung Abt. Technologie, Freising-Weihenstephan Prof. Dr. Ulrich Kulozik/Dipl.-Ing. Patricia Meyer
Industriegruppen:	VDMA Fachverband Nahrungsmittel- und Verpackungsmaschinen e.V., Frankfurt Vereinigung zur Förderung der Milchwissenschaftlichen Forschung an der Technischen Universität München e.V., Freising-Weihenstephan Projektkoordinator: Franz-Josef Koße Privatmolkerei Naarmann GmbH, Neuenkirchen
Laufzeit:	2011 – 2014
Zuwendungssumme:	€ 391.300,-- (Förderung durch BMWi via AiF)

Ausgangssituation:

Die Reduktion von Emissionen und des Energieverbrauchs ist eine klimarelevante, betriebs- und volkswirtschaftliche Priorität für alle Industriezweige. Allein in der Milchindustrie werden unter großem Energieaufwand in Deutschland jährlich enorme Mengen an Milch konzentriert und anschließend durch Trocknungsverfahren zu Pulvern verarbeitet. Als Vorstufe vor dem Trocknen werden Milch und Molke aufgrund des besseren Wärmeübergangs durch Eindampfung vorkonzentriert. Trotz technischer Innovationen im Bereich der Eindampftechnik wurde für diesen Produktionsschritt ein kaum mehr weiter reduzierbarer Endstand im spezifischen Primärenergieaufwand erreicht. Gegenüber der Eindampfung ist die Konzentrierung mittels Umkehrosmose (UO) ein weit energie günstigerer Prozess, welcher jedoch im möglichen Konzentrierungsgrad (CF) durch den Deckschichtbildungsprozess sowie den osmotischen Druck des Substrates beschränkt ist. Teilweise wird auch die Umkehrosmose (UO) oder die Nanofiltration (NF) aufgrund der günstigen Energiebilanz trotz ihrer Limitierung be-

reits zur Vorkonzentrierung vor der Eindampfung eingesetzt.

Da sowohl bei der Nanofiltration als auch bei der Umkehrosmose die Deckschichtbildung den Flux auf 20-30 % seines Ausgangswertes reduziert, sollte im Rahmen des Forschungsvorhabens geprüft werden, inwieweit die Deckschichtbildung durch die Vorschaltung einer Ultrafiltration (UF) im energetischen Effekt minimiert werden kann. Mit der Kaskadenschaltung von UF und NF bzw. UO könnte der Konzentrierungsprozess in zwei Teilaufgaben zerlegt werden. Die UF sollte dabei unter Einsatz innovativer Membranverfahren, insbesondere von dynamischen Filtrationssystemen zur Hochanreicherung der Proteinfraction untersucht werden. Dadurch wird der Effekt der Deckschichtbildung auf ein niedrigeres Druckniveau verlagert und findet auf einem weniger kritischen Energieniveau im Vergleich zu UO und NF statt. Die entstehenden UF-Permeate, also die proteinfreien Milch- und Molkenseren, können folglich durch eliminierte Deckschichtbildung effektiver und unter geringerem Energieeinsatz zu höheren Trockensubstanzgehalten konzentriert werden. Durch Rückverschneiden

der Konzentrate aus UF und UO bzw. NF sollen im Vergleich zu konventionell erzeugten Konzentraten höher angereicherte Gesamtkonzentrate von Milch und Molke entstehen, welche zum einen auf niedrigerem Energieniveau erzeugt werden und was infolge der Hochkonzentrierung zum anderen dazu führt, dass im extrem energieaufwendigen Eindampfungsprozess erheblich weniger Wasser aus dem Produkt entfernt werden muss.

Ziel des Forschungsvorhabens war es, das Hochkonzentrieren von Magermilch und Molke durch Kaskadenschaltung von Crossflow- und dynamischer Ultrafiltration (UF) sowie Umkehrosmose (UO) bzw. Nanofiltration (NF) als Vorstufe zum Eindampfen zu optimieren und das energetische Potenzial nutzbar zu machen.

Forschungsergebnis:

Die Datenlage zum Energiebedarf verschiedener Membranrennverfahren ist lückenhaft und die Berechnungsgrundlagen der existierenden Daten sind nicht immer klar ersichtlich. Aus diesem Grund wurden zunächst Daten zum spezifischen Energiebedarf von Membrananlagen in der Molkereiindustrie erhoben. Ein Vergleich der Werte ergab, dass die UO von Milch einen ca. 3-fach höheren Energiebedarf als die UO von Molke und die Ultrafiltration (UF) von Milch bzw. Molke aufweist. Auf Basis dieser Daten konnte eine energetische Bewertung des Gesamtkonzeptes zum Projektende erfolgen.

Im ersten Teil der Kaskade erfolgt ein Anreichern der Proteinfraction aus Milch und Molke mittels Ultrafiltration mit Spiralwickelmembranen, keramischen und dynamischen Membranen. Hierbei wurde der Einfluss des Transmembrandrucks, der Wandschubspannung und der Proteinkonzentration auf die UF ermittelt. Daraus konnten optimale Betriebsbedingungen und mögliche Verschaltungen abgeleitet werden. Die Herstellung von Milchproteinkonzentraten mittels konventioneller UF-Verfahren wird ab einer Proteinkonzentration $c_P = 15\%$ durch die steigende Retentatviskosität limitiert. Durch Umschalten auf das dynamische System, welches weniger durch die Retentatviskosität beschränkt wird, können Konzentrate mit einem Proteingehalt von $c_P = 30\%$ erzeugt werden. Die Anwendung von konventionellen Verfahren erlaubt die Herstellung von Molkenproteinkonzentraten mit Proteingehalten von mindestens

17 %. Die Applikation des dynamischen Systems erwies sich bei der Herstellung hochangereicherter Molkenproteinkonzentrate als nicht sinnvoll, was auf unterschiedliche Deckschichtbildungs- und -minimierungsmechanismen bei den verschiedenen Systemen zurückzuführen ist.

Die Anreicherung der Gelöststoffe erfolgte im zweiten Teil der Kaskade mittels NF bzw. UO. Zunächst wurde der Einfluss entscheidender Prozessparameter, wie der Temperatur, des Transmembrandrucks und des pH-Wertes, auf die Filtration ermittelt. Es konnte gezeigt werden, dass der Flux vor allem durch die Prozesstemperatur und den applizierten Transmembrandruck beeinflusst wird. Aufgrund der inversen Löslichkeit des Milchsatzes Calciumphosphat sind niedrige Filtrationstemperaturen ($\vartheta < 20\text{ °C}$) zu bevorzugen. Eine Variation der transmembranen Druckdifferenz hat gezeigt, dass sich sowohl NF- als auch UO-Flux durch Applikation eines höheren Druckes im gesamten untersuchten Druckbereich steigern lassen. Aus diesen Resultaten konnten optimale Betriebsbedingungen abgeleitet werden. Des Weiteren wurde ein Vergleich der Resultate mit den Filtrationen von Milch und Molke angestellt. Wie sich zeigte, kann durch die Abtrennung der Proteinfraction vor der NF sowohl der maximal erreichbare Konzentrierungsgrad als auch der Flux (bei Milch beispielsweise um bis zu 500 %) gesteigert werden. Auch bei der UO können Flux und maximal erreichbarer Konzentrierungsgrad durch Eliminierung der Proteinfraction deutlich erhöht werden. Der Effekt ist jedoch im Vergleich zur Nanofiltration schwächer ausgeprägt.

Zuletzt wurde eine energetische Bewertung des Gesamtkonzeptes vorgenommen. Diese ergab, dass sowohl die NF- als auch die UO-Stufe durch eine vorherige Abtrennung der Proteinfraction erheblich beschleunigt werden kann. Durch Anwendung der UF/NF-Membrankaskade kann sowohl bei der Konzentrierung von Milch als auch von Molke der Konzentrierungsgrad im Vergleich zu einer alleinigen NF um ca. 80 bzw. 100 % gesteigert werden. Die Konzentrierung von Milch mittels UF/UO-Kaskade resultiert nur in einer geringfügigen Zunahme des maximalen CF ($\sim 3\%$), jedoch kann der Energiebedarf um ca. 20 % gesenkt werden. Für die Konzentrierung von Molke hat sich die Applikation eines höheren Druckes ($\Delta p_{TM} = 60\text{ bar}$) bei der

UO als beste Verfahrensalternative ergeben.

Wirtschaftliche Bedeutung:

Die Ergebnisse des Forschungsvorhabens können sowohl in der Lebensmittelindustrie als auch durch Firmen des Maschinen- und Anlagenbaus genutzt werden. In der deutschen Milchindustrie werden unter großem Energieaufwand gewaltige Mengen Milch und Molke konzentriert und anschließend durch Trocknungsverfahren zu Pulver verarbeitet. Obwohl ca. 90 % des zu entfernenden Wassers bereits durch das Konzentrieren entzogen wird, muss ein Anteil von 45 % der insgesamt aufzuwendenden Energie beim Trocknen der Konzentrate zu Pulvern eingesetzt werden. Die Vorkonzentrierung erfolgt in der Regel mittels Eindampfer, wobei teilweise bereits eine Konzentrierung durch die im Mittel 2- bis 4-fach energiegieunigeren Membrantrennverfahren (wie beispielsweise UO) vorgeschaltet wird.

Im Rahmen des Projektes wurde untersucht, inwieweit das Energieeinsparpotential durch den Einsatz von Membrankaskaden weiter ausgebaut werden kann und festgestellt, dass die Applikation einer UF/NF-Kaskade in einer deutlichen Steigerung des CF bei der Konzentrierung von Milch und Molke resultiert. Durch das Erreichen einer höheren Trockenmasse mittels Membranverfahren muss weniger Wasser im nachfolgenden Eindampfschritt entzogen werden, wodurch der Energiebedarf der Vorkonzentrierung maßgeblich gesenkt werden kann. Die Betrachtung der UF/UO-Kaskade zur Konzentrierung von Milch ergab, dass der Energiebedarf der Kaskade ca. 20 % unter dem Energiebedarf einer alleinigen Umkehrosmose liegt. Ferner kann durch Kaskadierung von UO und NF der hohe osmotische Druck in der Endstufe besser überwunden werden. Das NF-Permeat weist dann eine gewisse Salzfracht auf, die über eine UO-Endstufe („Polisher“) abgeschieden werden kann. Solche Verschaltungen von UF, NF und UO für die Herstellung von Konzentraten lassen sich ohne wesentliche technische Limitationen in bestehende Prozesse integrieren, wobei die erforderlichen Investitionen nach Betriebsgröße und vorhandener Ausstattung variieren. Industrielle Anlagen dieser Art wurden bereits im Laufe des Projektes installiert. Neben einer erheblichen Kostenreduzierung lässt sich hierdurch auch ein verminderter Ausstoß klimaschädlicher Treibhausgase

erreichen und somit ein signifikanter Beitrag zur Reduktion des "Carbon Footprints" in der Milchindustrie leisten.

Publikationen (Auswahl):

1. FEI-Schlussbericht 2014.
2. Hartinger, M., Heidebrecht, H.-J., Arndt, F., Nirschl, H. und Kulozik, U.: Milk protein fractionation by means of microfiltration – Part 2. Intern. Dair. 9, 24-25 (2017).
3. Heidebrecht, H.-J., Kulozik, U., Reitmaier, M. und Mayer, P.: Milchproteinfraktionierung mittels Mikrofiltration – Teil 3. Molkerei-Ind. 4, 51-53 (2017).
4. Hartinger, M., Heidebrecht, H.-J., Arndt, F., Nirschl, H. und Kulozik, U.: Milchproteinfraktionierung mittels Mikrofiltration – Teil 4. Molkerei-Ind. 5, 22-23 (2017).
5. Meyer, P. und Kulozik, U.: Impact of Protein Removal by an Upstream Ultrafiltration on the Reverse Osmosis of Skim Milk and Sweet Whey. Chem. Ing. Tech. 88 (5), 585-590 (2016).
6. Meyer, P.: Energieeffiziente Membrankaskaden. Hochanreicherung von Magermilch und Süßmolke. In: Moproweb.de 9, 53-55 (2015).
7. Meyer, P., Husby, S. und Kulozik, U.: Membrane Cascades. Dair. Mag. 8, 27-28 (2015).
8. Meyer, P., Mayer, A. und Kulozik, U.: High concentration of skim milk proteins by ultrafiltration: Characterization of a dynamic membrane system with a rotating membrane in comparison with a spiral wound membrane. Intern. Dair. J. 51, 75-83 (2015).
9. Meyer, P. und Kulozik, U.: Ultrafiltration von hochviskosen Magermilchproteinkonzentraten, Jahresb. Milchwiss. Forsch. ZIEL, ISBN 978-3-939-182-75-7, 101-105 (2014).
10. Husby, S., Steinhauer, T., Meyer, P. und Kulozik, U.: Reduced energy consumption through high yield concentration. DMZ – Germ. Dair. Mag. 133, Spec. Edit. 6-11, 17 (2013).
11. Husby, S. und Kulozik, U.: Einfluss des Transmembrandruckes und der Proteinkonzentration auf den „threshold flux“ bei der Ultrafiltration von Molke. Jahresb. Milchwiss. Forsch. ZIEL, ISBN 978-3-939182-63-4, 116-118 (2013).
12. Meyer, P. und Kulozik, U.: Steigerung der Nanofiltrationsleistung bei der Konzentrierung von Milch und Molke durch vorgeschaltete Ultrafiltration. Jahresb. Milchwiss. Forsch.

- ZIEL, ISBN 978-3-939182-63-4, 118-120 (2013).
13. Husby, S. und Kulozik, U.: Umkehrosmose, ein Schritt in der Kaskadenfiltration zur Herstellung von Molkenkonzentrat. Jahresb. Milchwiss. Forsch. ZIEL, ISBN 978-3-939182-52-8, 104-106 (2012).
 14. Meyer, P. und Kulozik, U.: Einfluss der Drehzahl auf die dynamische Ultrafiltration von Magermilch. Jahresb. Milchwiss. Forsch. ZIEL, ISBN 978-3-939182-52-8, 106-108 (2012).
 15. Gebhardt, R., Steinhauer, T., Meyer, P., Sterr, J., Perlich, J. und Kulozik, U.: Structural changes of deposited casein micelles induced by membrane filtration. Faraday Discuss., 158, 77-88 (2012).
 16. Steinhauer, T., Meyer, P., Husby, S. und Kulozik, U.: Hochkonzentrieren und dabei weniger Energie verbrauchen. Dt. Molkereizeit. (DMZ) 133 (24), 31-33 (2012).

Weiteres Informationsmaterial:

Technische Universität München
 Zentralinstitut für Ernährungs- und Lebensmittel-
 forschung, Abt. Technologie
 Weihenstephaner Berg 1
 85354 Freising-Weihenstephan
 Tel.: +49 8161 71-4205
 Fax: +49 8161 71-4384
 E-Mail: ulrich.kulozik@tum.de

Forschungskreis der Ernährungsindustrie e.V. (FEI)
 Godesberger Allee 125, 53175 Bonn
 Tel.: +49 228 3079699-0
 Fax: +49 228 3079699-9
 E-Mail: fei@fei-bonn.de

... ein Projekt der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF)

Gefördert durch:



Das o. g. IGF-Vorhaben der Forschungsvereinigung Forschungskreis der Ernährungsindustrie e. V. (FEI), Godesberger Allee 125, 53175 Bonn, wird/wurde über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.