

## Vergleichende Identifikation von filtrationshemmenden Stoffen bei der Membran- und Kieselgurfiltration von Bier

<b>Koordinierung:</b>	Forschungskreis der Ernährungsindustrie e.V. (FEI), Bonn
<b>Forschungsstelle:</b>	Technische Universität München Wissenschaftszentrum Weihenstephan WZW Lehrstuhl für Brau- und Getränketechnologie, Freising Prof. Dr. Thomas Becker/Dipl.-Ing. Johannes Tippmann
<b>Industriegruppen:</b>	Wissenschaftsförderung der Deutschen Brauwirtschaft e.V. (Wifö), Berlin VDMA-Fachverband Nahrungsmittel- und Verpackungsmaschinen, Frankfurt
	Projektkoordinator: Ing. Andre Mepschen X-Flow BV Pentair Water Process Technology BV
<b>Laufzeit:</b>	2011 – 2014
<b>Zuwendungssumme:</b>	€ 265.750,-- (Förderung durch BMWi via AiF/FEI)

### Ausgangssituation:

Bei der Filtration von Bier gilt die Kieselgurfiltration seit vielen Jahrzehnten als Stand der Technik. Diese Technologie ist ausgereift, bewährt und konnte immer wieder optimiert werden. Bei dieser Form der Filtration fallen die wesentlichen Kosten bei Vorhandensein der Anlagen für die Beschaffung und die Entsorgung der Kieselgur an. Zunehmend rücken jedoch auch andere Filtrationsverfahren in den Blickpunkt des Interesses. Hierbei ist vor allem die Membranfiltration zu nennen. Dieses Verfahren wurde in den letzten Jahren stetig optimiert und kann in Zukunft als Konkurrenz zur Kieselgurfiltration angesehen werden. Bei diesem Verfahren werden keine Filterhilfsmittel benötigt, jedoch besitzen die verwendeten Membranen eine beschränkte Lebensdauer und die Neuanschaffungen sind sehr teuer.

Sowohl bei der Kieselgurfiltration als auch bei der Membranfiltration kommt es im Verlauf der Filtration zu einem Abfall des Flux (Permeatfluss). Dies führt zu Verringerungen der Filterstandzeiten und erhöht die Prozesskosten signifikant. Diese Verblockungen werden durch verschiedene Stoffgruppen im Bier, durch die Prozessparameter während der Filtration, die Art der Filtration (Crossflow, Dead-End) und durch die verwendeten Filtermaterialien (Membranen, Kieselgurmischungen) hervorgerufen und beein-

flusst.

Ziel des Forschungsvorhabens war es, filtrationshemmende Substanzen und Substanzgruppen und die resultierenden Filterverblockungen bei der Kieselgurfiltration und der Membranfiltration über die Zeit vergleichend mit Hilfe bildgebender Verfahren und Morphologieanalysen der beteiligten Polymere zu untersuchen und zu beschreiben.

### Forschungsergebnis:

Im Rahmen des Vorhabens wurde zunächst ein neuer Laborfilter aufgebaut. Auf diesem Filter können sowohl die Anschwemmfiltration mit Filterhilfsmitteln als auch Membranfiltrationen durchgeführt werden. Vorteile dieser Anlage sind die Minimierung von Messfehlern durch gleiche Handhabung bei den Tests und die mögliche Aufzeichnung der Daten. Anhand von 64 Filtrationen in einem Zeitraum von 4 Wochen konnte eine Wiederholbarkeit von  $R = 0,06$  Darcy für die Permeabilität der Filterkuchen ermittelt werden, die eine reproduzierbare Analytik mit dieser Anlage belegt. In einem nächsten Schritt wurden die unfiltrierten und filtrierten Biere auf ihre stoffliche Zusammensetzung hin untersucht. Die zunächst angewandte Standardanalytik nach MEBAK lieferte nicht die gewünschten Erkenntnisse. Deswegen wurden

neue Verfahren zur Analyse des Protein- und Polysaccharidgehaltes eingesetzt. Es konnte festgestellt werden, dass sich die Proteinzusammensetzung bei der Filtration von hochmolekularen zu niedermolekularen Proteinen verschiebt. Des Weiteren wurde versucht, filtrationshemmende Stoffgruppen zu identifizieren, indem unfiltrierte Biere mit unterschiedlichen Enzymen behandelt wurden. Nach einer Inkubationszeit unter bestimmten Temperaturen wurden diese Biere membranfiltriert. Es konnte festgestellt werden, dass vor allem proteinische Substanzen und Polysaccharide die Filtration beeinflussen. Nach einer Enzymbehandlung waren die Biere gut bis sehr gut filtrierbar.

Mittels Untersuchung der Filtermedien und Filterrückstände konnten die Filtrationen besser charakterisiert werden. Dazu wurden zunächst die Filterhilfsmittel anhand ihrer stofflichen Zusammensetzung betrachtet. Weiterhin wurde mit einer Fluoreszenzfärbung versucht, auf die Inhaltsstoffe des Bieres, die bei der Filtration im Filterkuchen bzw. der Filtermembran zurückbleiben, zu schließen. Mit Hilfe von 3 spezifischen Farbstoffen war es möglich, Proteine, Polysaccharide und Hefen zu unterscheiden. Durch dreidimensionale Aufnahmen war es ferner möglich, die Schichtdicke der Deckschicht von Membranen zu bestimmen. In einer weiteren Versuchsreihe wurden die Laborfiltration und die industrielle Filtration miteinander verglichen. Dazu wurden industriell hergestellte Biere auf dem Laborfilter untersucht und mit Hilfe der zuvor aufgestellten Analytik charakterisiert.

Im letzten Forschungsjahr wurden erneut stoffliche Untersuchungen von Versuchsbieren vorgenommen. Ein weiterer Schwerpunkt lag auf der  $\beta$ -Glucan-Analytik. Der Test verschiedener  $\beta$ -Glucanmessmethoden brachte teilweise gute Korrelationen zur Filtrierbarkeit. Diese Methoden wurden anhand von Molekülgrößenstandards validiert. Es konnte gezeigt werden, dass die Methoden auf unterschiedliche Molekülgrößen ansprechen. Weiterhin wurden in diesem Zusammenhang Fettsäuren des Bieres untersucht. Die Ergebnisse ergaben auch hier eine Rückhaltung bei der Filtration. Die im Kleinmaßstab ermittelten Ergebnisse wurden im Upscale geprüft. Dazu wurden Filtrationen am Crossflow-Membranfilter der Firma Pentair durchgeführt. Es konnte eine zeitliche Rückhaltung der verschiedenen Inhaltsstoffe gezeigt werden. Außerdem unterlagen die Membranen Sättigungseffekten, die zeit- und molekülabhängig sind. Die größte Abnahme konnte hierbei bei den  $\beta$ -Glucanen festgestellt werden. Diese nehmen zu Beginn der Filtration stark ab, nehmen aber bereits nach

kurzer Filtrationszeit wieder zu. Zum Abgleich dieser Filtrationsergebnisse und der Laborfiltration wurden Filtrationen im Labormaßstab durchgeführt. Dazu wurden unterschiedliche Filtermittel und drei verschiedene Filterhilfsmittel getestet. Die Filtrierbarkeit war stark abhängig vom verwendeten Filtermaterial. Identische Filtermaterialien aus Upscale und Laborfiltration zeigten jedoch ähnliche Effekte. So kann die Laborfiltration sehr gut zur Vorhersage von Filtrationsproblemen genutzt werden.

#### Wirtschaftliche Bedeutung:

Der Anteil kleiner und mittelständischer Unternehmen in der Getränkeindustrie, insbesondere in der Brauindustrie, ist beachtlich. So besitzen 44 % der rund 1.300 deutschen Brauereien einen Jahresausstoß von unter 1.000 hl/a, weitere 47 % liegen zwischen 1.000 und 100.000 hl/a. Die deutsche Brauwirtschaft zählt rd. 30.000 Beschäftigte.

Die Identifizierung von filtrationshemmenden Stoffgruppen, die Aufklärung der Bildungsmechanismen von Verblockungen und deren Abhängigkeit von prozesstechnologischen Parametern sowie der Zusammensetzung der Matrix Bier ist von hoher wirtschaftlicher Bedeutung, da die Kosten für die Filtration von Bier zwischen 2 - 20 % der gesamten Herstellungskosten betragen.

Durch die Kenntnis filtrationshemmender Prozessindikatoren können vorgeschaltete Prozesse (z. B. Malzspezifikationen) gezielt beeinflusst werden, so dass diese Stoffe nur in möglichst geringer Konzentration im Rohstoff entstehen. Dies erlaubt es den Brauereien, bereits beim Rohstoffeinkauf Filtrationsprobleme und damit Zusatzkosten zu vermeiden. Weiterhin können Produzenten durch die Technologien der einzelnen Prozessschritte (Mälzung, Schrotung, enzymatische Depolymerisierung, thermische Behandlung, Gärung, Filtration etc.) Einfluss auf die Filtration nehmen. Die meisten der genannten Prozessschritte können mit betriebsinternen Ressourcen optimiert werden, so dass sich die Erkenntnisse des Projektes schnell umsetzen lassen.

Bei Neuinvestitionen können, in Abhängigkeit der Unfiltratqualität, kleinere Anlagen und somit geringere Investitionskosten realisiert werden. Dies gilt für die Filtration aller zerealienbasierten, alkoholischen und nichtalkoholischen Getränke. Die Ergebnisse des Projektes sind für alle Bereiche der Stofftrennung mittels Membranen und Kieselguranschwemmungen, also für einen wei-

ten industriellen Anwenderkreis, nutzbar. Die Hersteller von Kieselgur- und Membranfiltrationsanlagen können darüber hinaus die Erkenntnisse zur Optimierung und Weiterentwicklung der Prozess- und Anlagentechnik verwenden.

#### Publikationen (Auswahl):

1. FEI-Schlussbericht 2014.
2. Kupetz, M., Zarnkow, M., Sacher, B. und Becker, T.: Interactions between Dissolved  $\beta$ -Glucans and Medium Chain Fatty Acid Ethyl Esters in Model Beer Solution and their Impact on the Filterability. J. Americ. Soc. Brew. Chem. 73 (4), 323-330 (2015).
3. Kupetz, M., Procopio, S., Sacher, B. und Becker, T.: Critical Review of the Methods of  $\beta$ -Glucan Analysis and its Significance in the Beer Filtration Process. Eur. Food Res. Technol. 241 (6), 725-736 (2015).
4. Kupetz, M., Weber, M., Kollmannsberger, H., Sacher, B. und Becker, T.: Impact of Fatty Acids and Medium Chain Fatty Acid Ethyl Esters on the Beer Crossflow Membrane Filtration. Brew. Sci. 68, 122-129 (2015).
5. Kupetz, M., Krauß, M., Sacher, B. und Becker, T.: Photometrischer Jodwert – für die Filtrierbarkeit aussagekräftig? Brauw. 14/15, 396–398 (2015).
6. Kupetz, M., Zarnkow, M. und Becker, T.: Schnelltest zur Identifikation filtrationshemmender Stoffgruppen. Brauw. 29, 866-869 (2014).
7. Kupetz, M., Weber, M., Zarnkow, M. und Becker, T.: Den Blockern auf der Spur. Brauind. 10, 18-21 (2014).
8. Kupetz, M., Zarnkow, M. und Becker, T.: Schnelltest zur Aufklärung von Filtrationsproblemen. Der Weihenstephaner 3, 26-29 (2013).

#### Weiteres Informationsmaterial:

Technische Universität München  
Wissenschaftszentrum Weihenstephan WZW  
Lehrstuhl für Brau- und Getränketechnologie  
Weihenstephaner Steig 20, 85354 Freising  
Tel.: +49 8161 71-3262  
Fax: +49 8161 71-3883  
E-Mail: tbecker@wzw.tum.de

Forschungskreis der Ernährungsindustrie e.V. (FEI)  
Godesberger Allee 142-148, 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/via



Das o. g. IGF-Vorhaben der Forschungsvereinigung Forschungskreis der Ernährungsindustrie e. V. (FEI), Godesberger Allee 142-148, 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.