

## Einsatz von polymeren Spiralwickelmembranen zur Milchproteinfraktionierung

<b>Koordinierung:</b>	Forschungskreis der Ernährungsindustrie e.V. (FEI), Bonn
<b>Forschungsstelle:</b>	Technische Universität München Zentralinstitut für Ernährungs- und Lebensmittelforschung (ZIEL) Abt. Technologie Prof. Dr. Ulrich Kulozik/M. Sc. Martin Hartinger
<b>Industriegruppen:</b>	VDMA-Fachverband Nahrungsmittel- und Verpackungsmaschinen e. V., Frankfurt Vereinigung zur Förderung der Milchwissenschaft an der TU München e.V., Freising
	Projektkoordinator: Martin Burger VA GmbH – Gesellschaft für Food Processing, Stuttgart
<b>Laufzeit:</b>	2015 - 2017
<b>Zuwendungssumme:</b>	€ 292.680,-- (Förderung durch BMWi via AiF/FEI)

### Ausgangssituation:

Die vollständige Fraktionierung der Milchproteine in seine Hauptfraktionen Casein und Molkenproteine (MP) in nativem Zustand mittels Mikrofiltration (MF) ist industriell z.T. bereits etabliert. Das entstehende MF-Retentat (die native micellare Caseinfraktion) und das MF-Filtrat mit den darin enthaltenen Molkenproteinen eignen sich für die Weiterverarbeitung in vielfältiger Weise und weisen erhebliche fertigungstechnische Vorteile im Vergleich zur Nutzbarkeit von Stoffteilströmen der Molkerei auf. Isolierte Milchproteinfraktionen haben gezielt nutzbare ernährungs-physiologische und technologische Eigenschaften. Dadurch wird eine signifikante Wertsteigerung im Vergleich zu konventionellen Produkten, wie Milch- bzw. Molkenpulver, erzielt.

Das Marktsegment zur Nutzung von Caseinproteinkonzentraten (CPC), Molkenproteinkonzentraten (WPC) und Molkenproteinisolen (WPI), Milchsäuren und Milchzucker hat sich in den letzten Jahren erheblich entwickelt und ist zu einem bedeutenden Wirtschaftszweig der Milchindustrie geworden. Bisher sprachen alle Erfahrungen dafür, dass die Milchproteinfraktionierung am effizientesten mit röhrenförmigen

Keramikmembranen erfolgen kann. Diese zeichnen sich durch eine hohe Flussleistung und eine hohe Permeation der Molkenproteine aus. Dennoch besteht wegen der hohen Anlagen- und Membrankosten das Bestreben, für die Milchproteinfraktionierung die in der Milchindustrie bei weitem häufiger installierten Spiralwickelmembranen (SWM) einzusetzen, die aus polymeren Kunststofffolien hergestellt werden.

Ziel des Forschungsvorhabens war es zu untersuchen, ob und unter welchen Randbedingungen polymere Spiralwickelmembranen zur Milchproteinfraktionierung wirtschaftlich eingesetzt werden können. Es sollte eine Einschätzung zur prozesstechnischen Optimierbarkeit der Filtrationsleistung von SWM beim Fraktionieren von Milchproteinen vorgenommen werden. Darüber hinaus sollten Konzepte zur Gestaltung von SWM mit längenunabhängigen Filtrationseigenschaften und damit besserer Eignung für die Milchproteinfraktionierung als handelsübliche SWM erarbeitet werden. Als Ergebnis sollte ein modifiziertes SWM als Funktionsmuster entstehen, das eine höhere Trenneffizienz aufweist als konventionelle SWM.

### **Forschungsergebnis:**

Für die Untersuchungen zum Filtrationsverhalten von SWM wurden eine Flachmembrantestzelle und modifizierte SWM im industriüblichen Maßstab verwendet. Es konnte gezeigt werden, dass die Filtrationsergebnisse beider Systeme aufeinander übertragbar sind. Der Zusatznutzen der Testzelle gegenüber den SWM lag darin, dass die Deckschicht für weitere Untersuchungen zugänglich war. Hingegen konnten mit SWM aufgrund der Membranfläche eine größere absolute Filtrationsleistung erzielt werden, was bei Konzentrierungs- und Fraktionierungsversuchen von Vorteil war.

Im Forschungsvorhaben konnte der Einfluss von Prozessvariablen auf das längenabhängige Fraktionierungsverhalten polymerer SWM gezeigt werden. Dabei wurde beobachtet, dass der retentatseitige Druck in SWM in axialer Richtung abfällt, wohingegen der permeatseitige Druck konstant bleibt. Dadurch ergibt sich, dass die transmembrane Druckdifferenz eine Funktion der axialen Position ist. Mit dem Transmembrandruck (TMP) zeigte sich eine Zunahme des Flux bis der limitierende Fluxbereich erreicht wurde und eine Abnahme der Permeation von Molkenproteinen. Es wurde festgestellt, dass der TMP allein verantwortlich für das längenabhängige Verhalten von Flux und Permeation ist; Ein- und Ausströmeffekte zeigten hingegen keinen Einfluss.

In Hinblick auf den axialen Druckverlust, der durch Verringerung des Feedvolumenstroms gesenkt werden konnte, wurde eine Abnahme der Längenabhängigkeit von Flux und Permeation beobachtet. Allerdings führte die Reduzierung des Feedvolumenstroms gleichzeitig zu einer erheblichen Vergrößerung der Deckschichtmenge. Infolgedessen erfolgt eine deutliche Abnahme des Flux. Die Permeation verringerte sich demgegenüber nur in geringem Umfang. Eine Steigerung des Konzentrierungsfaktors führte zu ähnlichen Auswirkungen auf Flux, Permeation und Deckschichtmenge. Die Längenabhängigkeit nahm mit der Konzentrierung zu. Dahingegen zeigte eine selektive Abreicherung von Molkenproteinen durch Filtration im Diafiltrationsmodus keine Auswirkungen auf das Filtrationsverhalten.

Aus den Untersuchungen lässt sich schlussfolgern, dass die Deckschicht als solche zwar Flux und Permeation beeinflusst, die zu Grunde liegenden physikalischen Effekte allerdings unterschiedlicher Natur sind. Für den Deckschichtwi-

derstand und damit den Flux zeigten die Ergebnisse, dass die Länge des Fließwegs in der Deckschicht und damit die Deckschichthöhe bzw. -menge die Haupteinflussgrößen sind. Im Gegensatz dazu ist die Kompression der Deckschicht und die damit einhergehende Reduzierung der freien Strömungsquerschnitte in der Deckschicht der permeationsbestimmende Faktor.

Als Weiteres zeigen die Untersuchungen, dass Längenabhängigkeit der Filtrationsleistung in SWM durch unterschiedliche lokale TMP hervorgerufen wird. Daraus ergibt sich auch der Ansatzpunkt zur Optimierung von SWM. Eine ortsabhängige Anpassung des permeatseitigen Drucks ermöglicht einen Ausgleich des retentatseitigen Druckabfalls und damit das Auftreten von Längeneffekten. Mit dieser Maßnahme kann verhindert werden, dass Teile der SWM außerhalb des TMP-Optimums betrieben werden. Realisiert wurde der permeatseitige Druckgradient durch eine Sektionierung des Permeatraums und eine selektive Drosselung der Teilpermeate. Entscheidend für die Umsetzung ist dabei, dass nicht nur das Permeatrohr, sondern auch die Permeatbereiche in den Membrantaschen in Sektionen unterteilt sind. Mit Hilfe der selektiven Drosselung konnte das Auftreten des Längeneffekts in SWM vollständig verhindert und eine wesentliche Steigerung der Filtrationsleistung gegenüber industriüblichen SWM erzielt werden.

### **Wirtschaftliche Bedeutung:**

Im Jahr 2016 erwirtschaftete der Milch verarbeitende Sektor in Deutschland mit 152 Unternehmen und ca. 36.300 Beschäftigten einen Umsatz von rd. 23 Mrd. €. Der Markt für Produkte aus der Milchproteinfraktionierung (milchproteinbasierte Spezialnahrungen für Säuglinge, Sportler und die klinische Ernährung) hat ein Volumen von 20 Mio. t/a und verzeichnet Steigerungsraten von ca. 20 % p.a.

Für das Fraktionieren von Molkenproteinen werden bisher fast ausschließlich keramische Membranen eingesetzt. Dabei sind die Installations- und Betriebskosten für die Fraktionierung von Magermilch mit Keramik-MF für viele kleinere und mittlere Unternehmen (KMU) prohibitiv. Eingeschränkt leistungsfähig sind SWM bisher hinsichtlich der Trenneffizienz. Die Reinheit beider Fraktionen (Casein und MP) ist bisher nicht wie bei Keramikmembranen erreich-

bar. Dies führt bei der Herstellung von Molkenproteinisolen (WPI) oder auch bei der Vorfraktionierung von Kesselmilch zu Produktverlusten bzw. höheren Aufwendungen beim Auswaschen von Restmengen der jeweils anderen Fraktion.

Im Rahmen des Vorhabens wurden am Beispiel der Milchproteinfraktionierung systematische Untersuchungen durchgeführt, die KMU wegen des damit verbundenen Aufwandes selbst nicht leisten können. Die Ergebnisse des Vorhabens ermöglichen neue Verfahrens- und Membrankonzepte mit verbesserter Trennleistung, Ressourcen- und Kosteneffizienz. Es wurden auch innovative konzeptionelle Veränderungsmöglichkeiten für SWM-Modulkonfigurationen aufgezeigt, die zu einer neuen Generation von Polymermembranen führen können. Es wird somit für KMU die Eintrittsschwelle in das lukrative Geschäftsfeld für höherwertige Spezialprodukte gesenkt, indem Milchproteine nicht nur kostengünstig, sondern auch mit dem angestrebten Reinheitsgrad der Fraktionen hergestellt werden können.

#### Publikationen (Auswahl):

1. FEI-Schlussbericht 2017.
2. Hartinger, M., Heidebrecht, H.-J., Schiffer, S., Dumpler, J. & Kulozik, U.: Milk protein fractionation by means of spiral-wound microfiltration membranes: Effect of the pressure adjustment mode and temperature on flux and protein permeation. *Foods* 8 (6) 180, 1-19, doi:10.3390/foods8060180 (2019).
3. Hartinger, M., Heidebrecht, H.-J., Dumpler, J., Schiffer, S. & Kulozik, U.: Technical concepts for the investigation on spatial flux distribution and deposit formation in spiral-wound membranes. *Membr.* 9, 80, 1-17, doi:10.3390/membranes9070080 (2019).
4. Hartinger, M., Schiffer, S., Heidebrecht, H.-J., Dumpler, J. & Kulozik, U.: Investigation on the spatial filtration performance in spiral-wound membranes – Influence and length-dependent adjustment of the transmembrane pressure. *J. Membr. Sci.* 591, doi.org/10.1016/j.memsci.2019.117311 (2019).
5. Schiffer, S., Schopf, R., Hartinger, M. & Kulozik, U.: Fraktionierung komplexer Lebensmittel durch Membrantrenntechnik am Beispiel von Milch. *Glob. Guide, Filtrieren + Separieren* 269-276 (2018).
6. Schiffer, S., Schopf, R., Hartinger, M. & Kulozik, U.: Fractionation of complex foods through the use of membrane separation technology using milk as an example. *Global Guide, Filtrieren + Separieren* 202 – 209 (2018),
7. Hartinger, M.: Einfluss der Spacergeometrie auf das Filtrationsverhalten in Spiralwickelmembranen. *Jahresb. Milchwiss. Forsch. ZIEL Weihenstephan*. ISBN 978-3-947492-10-7, 81-82 (2018).
8. Hartinger, M.: Semi-quantitative Analyse von Ablagerungsschichten auf polymeren Membranen. *Jahresb. Milchwiss. Forsch. ZIEL Weihenstephan*. ISBN 978-3-947492-00-8, 81-83 (2017).
9. Hartinger, M., Heidebrecht, H.-J., Arndt, F., Nirschl, H. & Kulozik, U.: Milk protein fractionation by means of microfiltration – Part 2; How to characterize polymeric microfiltration membranes – a new approach using a stirred test cell. *Intern. Dair. Mag.* 9, 24-25 (2017).
10. Hartinger, M., Heidebrecht, H.-J., Arndt, F., Nirschl, H. & Kulozik, U.: Milchproteinfraktionierung mittels Mikrofiltration; eine Methode zur besseren anwendungsbezogenen Charakterisierung von Membranen? *Teil 4 Molk. Ind.* 5, 22-23 (2017).
11. Hartinger, M., Heidebrecht, H.-J., Arndt, F., Nirschl, H. & Kulozik, U.: Milchproteinfraktionierung mittels Mikrofiltration; welche Aussage liefert die nominelle Porengröße über das Filtrationsverhalten einer Membran? *Teil 3. Molk. Ind.* 4, 51-53 (2017).
12. Hartinger, M. & Kulozik, U.: Längenabhängigkeit der Filtration und des Druckverlusts in Spiralwickelmembranen (SWM). *Jahresb. Milchwiss. Forsch. ZIEL Weihenstephan*. ISBN 978-3-939182-93-1, 67-68 (2016).
13. Hartinger, M., Dumpler, J., Heidebrecht, H.-J. & Kulozik, U.: Milchproteinfraktionierung mittels polymerer Mikrofiltrationsmembranen. *Jahresb. Milchwiss. Forsch. ZIEL Weihenstephan*. ISBN 978-3-939182-8-4, 99-101 (2015).

#### Weiteres Informationsmaterial:

Technische Universität München  
Zentralinstitut für Ernährungs- und Lebensmittel-  
forschung (ZIEL), Abt. Technologie  
Weihenstephaner Berg 1, 85350 Freising  
Tel.: +49 8161 71-3535  
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.