

INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

<p>(51) Internationale Patentklassifikation⁴ : C12H 1/02</p>	<p>A1</p>	<p>(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 86/ 05511 (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 25. September 1986 (25.09.86)</p>
<p>(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/DE86/00117 (22) Internationales Anmeldedatum: 19. März 1986 (19.03.86) (31) Prioritätsaktenzeichen: P 35 09 892.9 (32) Prioritätsdatum: 19. März 1985 (19.03.85) (33) Prioritätsland: DE (71)(72) Anmelder und Erfinder: HUMS, Norbert [DE/DE]; Felix-Meindl-Weg 61, D-6300 Landshut (DE). SCHAFFT, Helmut [DE/DE]; Kellerweg 23, D-7074 Mögglingen (DE). (74) Anwalt: HAFT, BERNGRUBER, CZYBULKA; Hans-Sachs-Str. 5, D-8000 München 5 (DE). (81) Bestimmungsstaaten: AT (europäisches Patent), AU, BE (europäisches Patent), BR, CH (europäisches Patent), DE (europäisches Patent), DK, FR (europäisches Patent), GB (europäisches Patent), HU, IT (europäisches Patent),</p>		<p>JP, LU (europäisches Patent), NL (europäisches Patent), RO, SE (europäisches Patent), SU, US. Veröffentlicht <i>Mit internationalem Recherchenbericht.</i></p>

(54) Title: PROCESS FOR THE SECONDARY PURIFICATION AND STABILIZATION OF LIQUIDS CONTAINING POLYPHENOLS AND/OR PROTEINS, PARTICULARLY BEVERAGES AND MORE ESPECIALLY BEER

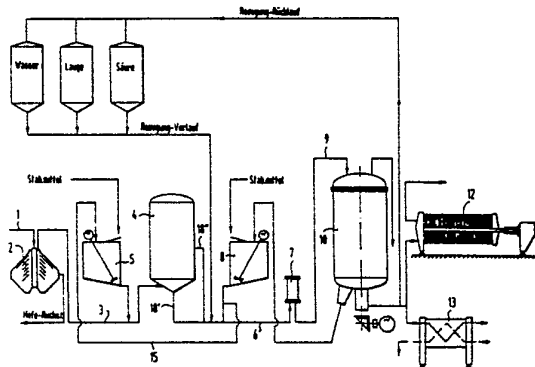
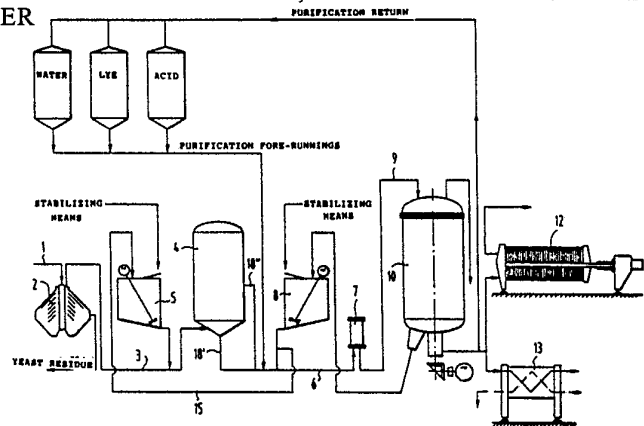
(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUM NACHKLÄREN UND STABILISIEREN VON POLYPHENOLE UND/ ODER EIWEISSSTOFFE ENTHALTENDEN FLÜSSIGKEITEN, VOR ALLEM VON GETRÄNKEN UND INSBESONDERE VON BIER

(57) Abstract

In order to effect the secondary purification and stabilization of polyphenol and protein containing liquids, primary purification is effected using a centrifuge (2), and secondary purification is effected using auxiliary regeneratable filter means and stabilization means.

(57) Zusammenfassung

Um polyphenol- und eiweiss-haltige Flüssigkeiten, insbesondere Bier, umweltfreundlich und wirtschaftlich nachzuklären und zu stabilisieren, wird mit einer Zentrifuge (2) vorgeklärt und eine Nachklärung mit regenerierbaren Filterhilfsmitteln und Stabilisierungsmitteln durchgeführt.



LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Code, die zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AT	Österreich	FR	Frankreich	ML	Mali
AU	Australien	GA	Gabun	MR	Mauritanien
BB	Barbados	GB	Vereinigtes Königreich	MW	Malawi
BE	Belgien	HU	Ungarn	NL	Niederlande
BG	Bulgarien	IT	Italien	NO	Norwegen
BR	Brasilien	JP	Japan	RO	Rumänien
CF	Zentrale Afrikanische Republik	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	SD	Sudan
CG	Kongo	KR	Republik Korea	SE	Schweden
CH	Schweiz	LI	Liechtenstein	SN	Senegal
CM	Kamerun	LK	Sri Lanka	SU	Soviet Union
DE	Deutschland, Bundesrepublik	LU	Luxemburg	TD	Tschad
DK	Dänemark	MC	Monaco	TG	Togo
FI	Finnland	MG	Madagaskar	US	Vereinigte Staaten von Amerika

-1-

1 Verfahren zum Nachklären und Stabilisieren von Polyphenole
und/oder Eiweißstoffe enthaltenden Flüssigkeiten, vor
allem von Getränken und insbesondere von Bier

5

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum Nachklären und Stabilisieren von Polyphenole und/oder Eiweißstoffe enthaltenden Flüssigkeiten, vor allem von Getränken und insbesondere von Bier.

10

Das Zentrifugieren von Flüssigkeiten, insbesondere von Getränken ist bekannt und wird im großen Umfang durchgeführt, um die während des Prozesses unlöslich gewordenen Bestandteile aus der Flüssigkeit abzutrennen. Diese
15 Art der Fest-Flüssig-Trennung ist jedoch nur dann anwendbar, wenn der Dichteunterschied zwischen Flüssigkeit und Feststoff genügend groß ist und der abzutrennende Stoff vom Gefüge her so stabil ist, daß er durch die beim Zentrifugieren auftretenden hohen Scherkräfte nicht zerfällt,
20 also z.B. Teilchen mit kolloiden Strukturen entstehen.

Die beim Bier als Polyphenol-Eiweißstoff-Agglomerate vorliegenden Trubstoffe haben jedoch die Eigenschaft, beim Zentrifugieren leicht zu Teilchen mit kolloider Struktur
25 auseinanderzufallen, so daß sie nur in ungenügendem Maß durch Zentrifugieren entfernt werden können. Bei der Lagerung des Biers nach dem Zentrifugieren bilden sich diese zerfallenen Agglomerate wieder zurück und trüben das Bier erneut ein.

30

Da sie eine sehr wirtschaftliche Klärung ermöglichen würde, ist die Verwendung einer Zentrifuge zur Bierklärung zwar erprobt worden, sie hat sich aus den genannten Gründen jedoch in der Praxis nie durchsetzen können.

35

Eine andere Art der Vorklärung des Bieres, die in der Regel durchgeführt wird, besteht darin, das trübe, abfüllfertige Bier mit Filterhilfsmitteln, wie Kieselgur, Perliten,

-2-

- 1 Cellulose und dergleichen kontinuierlich zu versetzen und die Filterhilfsmittel in einem Filtriergerät, in dem sie einen entsprechenden Kuchen aufbauen, abzutrennen. Nachteilig dabei ist, daß die Filterhilfsmittel nicht regeneriert
5 werden können, als Abfall anfallen und Deponien in hohem Maße belasten. Nicht unwesentlich ist ferner, daß verschiedene Kieselgursorten hohe Anteile an Christobalit enthalten, welches gesundheitsschädlich ist.
- 10 Kieselgurfilter (Anschwemmfilter) benötigen also für ihre Funktion Wegwerf-Filterhilfsmittel. Sie haben einen relativ hohen Wasserbedarf, belasten zusätzlich das Abwasser durch Bier-Wasservermischungen und Kieselgurreste. Die verbrauchten Kieselgurschlämme stellen durch Geruchsbelästigung bei Transport und Ablagerung auf den Deponien ein weiteres
15 Problem dar. Man ist daher schon seit Jahren bestrebt, eine Lösung zu finden, um von der Kieselgurfiltration möglichst wegzukommen. Alle bisherigen Bemühungen blieben jedoch ohne Erfolg.
- 20 Weiterhin ist es bekannt, nach dem Vorklären eine Stabilisierung des Bieres durchzuführen, indem Polyphenole adsorbierende Stabilisierungsmittel, wie Polyvinylpolypyrrolidon (PVPP) z.B. "Polyclar AT" (vgl. DE-OS 15 17 874) in
25 Kombination mit Eiweißstoffe adsorbierenden Stabilisierungsmitteln, wie Hydrogel, zugegeben werden. Insbesondere das kostenaufwendige PVPP kann dabei regeneriert werden, indem temperierte Laugen zugegeben werden, die sowohl Hydrogele als auch die adsorbierten Eiweißstoffe und Polyphenole lösen, die dadurch selektiv entfernt werden können
30 (DE-OS 26 48 978, H. Schafft, in "Brauindustrie", Heft 4, 1979, Dr. Hums "Monatsschrift für Brauerei", Nr. 34, S. 83 bis 85, 1981). Ferner ist es üblich (vgl. DE-OS 19 07 610), Filterhilfsmittel und Stabilisierungsmittel gemeinsam im
35 Wegwerfverfahren zu verwenden.

Erfindungsgemäß ist nun überraschenderweise herausgefunden worden, daß der wirtschaftliche Einsatz einer Zentrifuge

-3-

- 1 für die Bierklärung dann möglich ist, wenn das mit der Zentrifuge vorgeklärte Bier anschließend mit Stabilisierungsmitteln und Filterhilfsmitteln behandelt wird.
- 5 Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren zum kombinierten Nachklären und Stabilisieren von Polyphenole und/oder Eiweißstoffe enthaltenden Flüssigkeiten, insbesondere Bier, Wein oder ähnlichen Getränken, im Recycling wird also die zu behandelnde Flüssigkeit zunächst mit einer Zentrifuge vorge-
- 10 klärt. Das mit einem Gemisch aus Polyphenole und Eiweißstoffe adsorbierenden Stabilisierungsmitteln und Feinsttrubstoffe retendierenden Filterhilfsmitteln vermischte Zentrifugat wird anschließend als Suspension in eine für die Retention von Feststoffen geeignete Vorrichtung überge-
- 15 führt. Der sich in der Feststoffretentionsvorrichtung aufbauende Feststoffkuchen wird nach Beendigung der Behandlung der Flüssigkeit regeneriert, um die Filterhilfsmittel und das regenerierbare Stabilisierungsmittel zurückzugewinnen. Diese werden dann zur erneuten Flüssigkeitsbehandlung
- 20 eingesetzt.

Das erfindungsgemäße Verfahren erlaubt damit erstmalig in der Praxis den vollwertigen Einsatz einer Zentrifuge anstelle einer für die Bierklärung üblichen Filtrierein-

25 richtung, da die durch Zentrifugieren nicht trennbaren Trubstoffe je nach Teilchengröße in der Feststoffretentionsvorrichtung entweder mechanisch oder adsorptiv zurückgehalten werden.

- 30 Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren ist es also möglich, anstelle der abwasser- und deponiebelastenden Kieselgurfiltration eine weitgehend verlustfrei arbeitende Separation der Biere in wirtschaftlicher und qualitätsgerechter Weise durchzuführen.

- 35 Bei der Umstellung einer herkömmlichen Klärkette auf das erfindungsgemäße Verfahren wird zum einen eine Zentrifuge und zum anderen eine Stabilisier- und Regenerier-Anlage benötigt. Die letztere Anlage ist in den meisten Brauereien

-4-

1 jedoch schon vorhanden. Unter Umständen kann auch eine vor-
handene Kieselgurfiltriervorrichtung (Horizontal-Kesselfil-
ter) in eine solche Stabilisier- und Regenerieranlage umge-
baut werden. Wesentlich bei dem erfindungsgemäßen Verfah-
5 ren ist, daß der überwiegende und vor allem kostenaufwendi-
gere Anteil der Stabilisierungsmittel, wie Polyvinylpoly-
pyrrolidon (PVPP) und die Filterhilfsmittel regeneriert
und unbegrenzt wiederverwendet werden können. Die zweite
Komponente des Stabilisierungsmittels, nämlich das Kiesel-
10 gel ist zum einen wesentlich kostengünstiger und kann zum
anderen viel sparsamer eingesetzt werden, als bei den her-
kömmlichen Verfahren, weil es dem mit der Zentrifuge
bereits vorgeklärten Bier zugesetzt wird. Vor allem aber
ist die Wirkung des Kieselgels in Verbindung mit PVPP zur
15 Beseitigung der Eiweißstoffe ungleich größer, als wenn es
ohne PVPP zur Beseitigung von Eiweißstoffen eingesetzt
wird. D.h. der Verbrauch an Kieselgel geht gegenüber den
bekannten Verfahren bis zu 70% und mehr zurück.

20 Die größten Einsparungen des erfindungsgemäßen Verfahrens
resultieren aber aus dem Ersatz der Kieselgurfiltration
durch die Zentrifuge. Die Zentrifuge ist nämlich ein nahezu
verlustfrei arbeitendes Trenn- und Klärgerät.

25 Das Problem bei der Klärung von Bieren mit einer Zentrifuge
bestand bisher darin, daß man sich mit einem
weitgespannten Kolloidbereich auseinandersetzen hatte,
der von Partikelgrößen von mehr als 1 µm bis zu echten Lö-
sungen (ca. 10^{-3} µm) reicht. Wird der Unterschied
30 zwischen der Dichte der Lösung und der Feststoffteilchen
sehr klein oder gleich, dann ist an sich mit einer Zentri-
fuge eine Trennung kaum mehr oder überhaupt nicht möglich.

Dieses Problem der Zentrifuge stand bisher dem Ersatz der
35 Kieselgurfiltration entgegen, zumal gerade dieser nicht
trennbare Kolloidbereich für die chemisch-physikalische
oder kolloidale Stabilität und für die erforderliche Glanz-
feinheit des Bieres entscheidend ist. Mit Hilfe des erfin-

-5-

1 dungsgemäßen Verfahrens wird also dieser Kolloidbereich
klärmäßig einwandfrei miterfaßt.

Durch den Wegfall der Kieselgurfiltration beim erfindungs-
5 gemäßen Verfahren werden im übrigen auch ganz erhebliche
Mengen an Spülwässern und Bier eingespart. Bei der Kiesel-
gurfiltration treten nämlich sogenannte Übergangsverluste
(Bier-Wasser-Gemische) auf. Weiterhin ist gegenüber einer
Kieselgurfilteranlage die erfindungsgemäß verwendete Zen-
10 trifuge bedienungsfreundlicher und betriebssicherer.

Die erfindungsgemäß eingesetzte Zentrifuge ist vorzugswei-
se mit einer Steuerung für die automatische Austragung der
Trübungsstoffe ausgerüstet. Auch kann sie für einen zwei-
15 ten Einsatzbereich in der Brauerei z.B. nachts für eine
Zwischenklärung vom Lager- zum Reifetank eingesetzt wer-
den. Im Verbund in einer Klärkette bedarf die Automation
der Zentrifuge nur noch der Ansteuerung des Antriebs und
zweier Stellglieder (Zu- und Ablauf).

20 Im übrigen sind die aus der Zentrifuge ausgetragenen Trü-
bungsstoffe ein wertvolles und vitaminreiches Futtermit-
tel, da sie sich überwiegend aus Hefen und Eiweißen zusam-
mensetzen. Die ausgetragenen Trübstoffe können in einem
25 Sammelbehälter aufgefangen werden. Sie sind pumpbar und da-
mit leicht zu transportieren.

Bei dem Verfahren werden als Filterhilfsmittel Kieselgure,
Perlitte, Cellulose- und Kunststofffasern bzw. Cellulose-
30 oder Kunststoffgranulate verwendet. Auch eine Mischung aus
solchen Fasern bzw. Granulaten ist möglich. Bei Kunststoff-
fasern bestehen diese vorzugsweise aus Polyamiden, haloge-
niertem Polyethylen und/oder Polypropylen oder Polytetra-
fluorethylen. Die Fasern, insbesondere die Cellulosefasern
35 haben dabei Faserlängen zwischen 1 und 5000 µm und eine Fa-
serdicke von 17 bis 40 µm. Vorzugswerte für die Länge sind
10 bis 200 µm, für die Dicke etwa 20 µm. Die Cellulosefa-
sern bestehen hierbei bevorzugt aus hochreiner Alpha-Cellu-
lose.

Ersatzblatt

-6-

1 Neben dem oben erwähnten PVPP zur Adsorption von Polyphenolen wird zur Adsorption bzw. Ausfällung von Eiweißstoffen als Stabilisierungsmittel Kieselgel, Kieselsol, Gelatine oder Bentonit verwendet. Eine bevorzugte Mischung der
5 Stabilisierungs- und Filterhilfsmittel ist in den Ansprüchen 9 und 10 angegeben, demnach eine Mischung aus PVPP, Kieselgel, Cellulose und Kunststoffasern. Diese Mischung wird bevorzugt trocken homogenisiert, so daß bei der Anwendung Mischfehler vermieden werden. Ein Zusatz von
10 Kieselguren ist möglich.

Die oben erwähnte Regenerierung der Stabilisierungs- und Filterhilfsmittel kann auch unter Wärmeeinwirkung erfolgen, z.B. indem als alkalische Flüssigkeit eine 0,3 bis 5
15 Gew.-%ige, vorzugsweise 1 bis 2 Gew.-%ige wässrige Natriumhydroxid- und/oder Sodalösung bei einer Temperatur bis 90°C, vorzugsweise 40 bis 70°C, verwendet wird.

Weitere Ausgestaltungen der Erfindung gehen aus den Unter-
20 ansprüchen hervor.

Nachstehend ist die Erfindung anhand der beigefügten Zeichnung näher erläutert. Darin zeigen:

25 Figur 1 schematisch eine Ausführungsform einer Anlage zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens zum Nachklären und Stabilisieren von Bier;

Figur 2 schematisch eine Ausführungsform des Puffertanks
30 der Anlage; und

Figur 3 eine Ausführungsform der Flüssigkeitsmischvorrichtung der Anlage.

35 Gemäß Figur 1 wird das nachzuklärende und zu stabilisierende Bier über den Zulauf 1 einer Zentrifuge 2 zugeführt, die intermittierend angehalten wird, um den Rückstand (Trübungsstoffe) zu entfernen.

-7-

1 Das Zentrifugat fließt von der Zentrifuge 2 über eine Lei-
2 tung 3 zu einem Puffergefäß 4. Über eine erste Dosiervor-
3 richtung 5 wird der Leitung 3 zwischen Zentrifuge 2 und
4 Puffertank 4 Kieselgel als erstes Stabilisierungsmittel zu-
5 geführt, das zur Adsorption der Eiweißstoffe dient.

Von dem Puffertank 4 fließt das mit Kieselgel versetzte
Zentrifugat über eine Leitung 6 zu einer Flüssigkeitsmisch-
vorrichtung 7. Zwischen dem Puffertank 4 und der Flüssig-
10 keitsmischvorrichtung 7 wird dem Bier aus einer zweiten
Dosiervorrichtung 8 ein Gemisch aus Filterhilfsmitteln
(z.B. Cellulose- und Kunststoffasern) und einem oder mehre-
ren Polyphenol adsorbierenden Stabilisierungsmitteln,
z.B. PVPP zur kombinierten Filtration und chemisch-physika-
15 lischen Stabilisierung zugeführt.

Von der Flüssigkeitsmischvorrichtung 7 wird das Bier über
eine Leitung 9 einer Anschwemmfiltriervorrichtung 10 zuge-
führt. Von der Anschwemmfiltriervorrichtung 10 geht dann
20 das Bier über den Ablauf 11 oder 11' zur biologischen
Nachbehandlung mittels einer Entkeimungsfiltriervorrich-
tung 12 bzw. einer Pasteurisiervorrichtung 13. Die Filter-
hilfsstoffe und die Stabilisierungsmittel mit den daran
haftenden kolloidalen und adsorbierten Polyphenolen und
25 Eiweißstoffen werden hingegen von der Anschwemmfiltriervor-
richtung 10 zurückgehalten. Um den schnellen ungestörten
Aufbau eines Filterkuchens zu ermöglichen, soll dabei das
mit den Stabilisierungsmitteln und Filterhilfsmitteln ver-
setzte Bier in der Anschwemmfiltriervorrichtung 10 in eine
30 laminare Strömung übergeführt werden.

Zur Regenerierung der Filterhilfsmittel und der regenerier-
baren Stabilisierungsmittel, wie dem PVPP, wird der
Anschwemmfiltriervorrichtung 10 über eine nicht dargestell-
35 te Leitung eine 1 bis 2 Gew.-%ige wässrige NaOH-Lösung mit
einer Temperatur von 50 bis 60°C zugeführt. Dadurch gehen
die Eiweißstoffe und Polyphenole des Filterkuchens in Lö-
sung. Sie werden über eine in Figur 1 nicht dargestellte

-8-

1 Leitung abgelassen. Die Entkeimungsfiltriervorrichtung 12 bzw. die Pasteurisiervorrichtung 13 werden während der Regenerierung selbstverständlich von der Anschwemmfiltrier-
vorrichtung 10 getrennt.

5

Desgleichen geht beim Regenerieren das Kieselgel in Lösung und damit ebenfalls ab. Die in der Anschwemmfiltrier-
vorrichtung 10 zurückgehaltenen Filterhilfsmittel und das PVPP bleiben bei der NaOH-Behandlung jedoch in der
10 Anschwemmfiltriervorrichtung 10 zurück. Sie werden mit Wasser gewaschen und dann über eine in Figur 1 nicht darge-
stellte Leitung der zweiten Dosiervorrichtung 8 wieder zu-
geführt. Weiterhin kann über die in Figur 1 gestrichelt
dargestellte Leitung 15 ein Teilstrom von der Vorrichtung
15 8 der ersten Dosiervorrichtung 5 zugeführt werden. Der Puf-
fertank 4 und die Flüssigkeitsmischvorrichtung 7 sind fer-
ner über eine Leitung 16 bzw. 17 mit Kohlendioxid vorge-
spannt.

20 Der Puffertank 4 wird, wie insbesondere aus Figur 2
ersichtlich ist, durch einen zylindrischen Druckbehälter
gebildet, dessen unterer Abschnitt sich nach unten konisch
zu einer Auslauföffnung 18' verjüngt, an der die Leitung
6 angeschlossen ist. Im Bereich des konischen, unteren Ab-
25 schnitts des Druckbehälters ist eine an die Leitung 3 ange-
schlossene tangential gerichtete Einlauföffnung 19 vorge-
sehen, derart, daß in diesem Abschnitt eine zyklonartige
Strömung entsteht. Auf diese Weise wird das über der
Dosiervorrichtung 5 zugeführte Stabilisierungsmittel bzw.
30 der über die Dosiervorrichtung 8 zugeführte Stabilisie-
rungsmittel und Filterhilfsmittel enthaltende Teilstrom
der Leitung 15 mit dem Zentrifugat im Puffertank 4 innig
verwirbelt und über die darüber angesetzte Auslauföffnung
18" weitergeführt. Die Flüssigkeitsmenge im Puffertank 4
35 wird dabei so angesteuert, daß die eingesetzten Stabilisie-
rungsmittel und/oder Filterhilfsmittel hinreichend mit dem
in dem Bier enthaltenen Eiweißstoffen, Polyphenolen, Ei-
weiß-Polyphenol-Verbindungen und anderen zu Agglomeraten

-9-

1 reagieren und diese weitestgehend adsorbieren können. Die
Füllhöhe im Puffertank 4 wird im Minimum so angesteuert,
daß die kurzzeitigen Austragszyklen der Zentrifuge 2 abge-
fangen werden und ein kontinuierlicher Durchfluß erhalten
5 bleibt. Das Restvolumen im Puffertank 4 wird über die Lei-
tung 16 mit CO_2 im Hinblick auf die im Bier enthaltende
Kohlensäure unter Spanndruck gehalten. Über die untere Aus-
lauföffnung 18' ist im Abstand eine Vorrichtung 20 zur Ver-
hinderung des Einschnüffeln von Gas in die Auslauföffnung
10 18' beim Entleeren des Puffertanks 4 vorgesehen. Diese Vor-
richtung kann aus einer kegelstumpfförmigen, mit ihrer Öff-
nung nach unten gerichteten Haube 21 gebildet sein, die
über Abstandshalter 22 am Druckbehälter befestigt ist.

15 Die Flüssigkeitsmischvorrichtung 7 wird, wie insbesondere
aus Figur 3 ersichtlich ist, durch ein zylindrisches Gefäß
gebildet, in dessen unteren Boden 23 ein Einlaufstutzen 24
und ein Auslaufstutzen 25 münden, an denen die Leitung 6
bzw. 9 angeschlossen sind.

20

Ferner sind zwei Schaugläser 26 und 27 in der zylindri-
schen Umfangswand der Flüssigkeitsmischvorrichtung 7
vorgesehen. Der Einlaufstutzen 24 ist dabei zu dem
Schauglas 26 hin gekrümmt. Dem Schauglas 26 liegt in
25 gleicher Höhe das Schauglas 27 gegenüber. Das Schauglas 26
und das Schauglas 27 können auch in ein Trübungsmeßgerät
integriert sein. Durch das Schauglas 26 bzw. ein
derartiges Trübungsmeßgerät ist eine Kontrolle der
Durchmischung in der Flüssigkeitsmischvorrichtung 7
30 gewährleistet. Weiterhin kann das Trübungsmeßgerät so
ausgebildet werden, daß die Dosiervorrichtung 5 und/oder
die Dosiervorrichtung 8 automatisch gesteuert werden.

Die Flüssigkeitsmischvorrichtung 7 stellt also zugleich
35 ein Reaktor- und Puffergefäß dar. Dabei wird der mit einem
Gemisch aus Stabilisierungsmitteln und Filterhilfsmitteln
versetzte Bierstrom in der Flüssigkeitsmischvorrichtung 7
derart verwirbelt, daß die Reaktion der Stabilisierungsmitt-

-10-

1 tel und der Filterhilfsmittel mit den trübungsrelevanten
Stoffen und den Feintrubstoffen um ein Mehrfaches beschleu-
nigt wird. Die obere Hälfte der Flüssigkeitsmischvorrich-
tung 7 ist mit CO₂ vorgespannt, das über die mit einem Ab-
5 sperrorgan 28 versehene Leitung 17 zugeführt wird, die am
Deckel der Vorrichtung 7 angeschlossen ist. Durch die
CO₂-Vorspannung werden Druckstöße beim Eindosieren abgepuf-
fert.

10 Das Gemisch aus Stabilisierungsmitteln und Filterhilfsmit-
teln wird zweckmäßigerweise vor der Anwendung festgelegt,
worauf diese Stoffe im trockenen Zustand homogenisiert wer-
den. Zweckmäßigerweise werden die so homogenisierten Gemi-
sche den Betrieben geliefert, um Mischfehler dort auszu-
15 schließen.

Das Gemisch setzt sich dabei zusammen aus höchstens 50%
Gewichtsanteilen PVPP, höchstens 50 % Gewichtsanteilen Kie-
selgel, höchstens 75 % Gewichtsanteilen Cellulose und
20 höchstens 75 % Gewichtsanteilen Kunststofffasern. Bevorzugt
betragen die Gewichtsanteile für PVPP zwischen 20 und 40
Prozent, für Kieselgel zwischen 10 bis 30 %, für Cellulose
zwischen 40 und 60 %, für die Kunststofffasern 5 bis 25 %,
insbesondere 2 bis 10 %. Es hat sich herausgestellt, daß
25 ein solches Gemisch unabhängig von einer vorhergehenden
Zentrifugierung auch in Zusammenhang mit anderen Verfahren
zum Nachklären von Getränken und insbesondere Bier benutzt
werden kann. Ein Zusatz von Kieselguren mit maximal 75%
Gewichtsanteil ist möglich.

30

35

1

Patentansprüche

- 5 1. Verfahren zum Nachklären und Stabilisieren von Polyphenole und/oder Eiweißstoffe enthaltenden Flüssigkeiten, von allem von Getränken und insbesondere von Bier, dadurch gekennzeichnet, daß die nachzuklärende und zu stabilisierende Flüssigkeit mittels einer Zentrifuge vorgeklärt, mit Polyphenole und Eiweißstoffe adsorbierenden Stabilisierungsmitteln und Feinsttrubstoffe retendierenden Filterhilfsmitteln vermischt und dann in eine Vorrichtung zur Retention von Feststoffen übergeführt wird, wobei das oder die Adsorbentien und die Filterhilfsmittel des sich in der Retentionsvorrichtung aufbauenden Feststoffkuchens regeneriert und im Recycling wieder zugeführt werden.
- 10
- 15
- 20 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die mit der Zentrifuge vorgeklärte Flüssigkeit unter Turbulenz mit einem Gemisch aus Stabilisierungsmitteln und Filterhilfsmitteln vermischt wird und vor dem Aufbau des Feststoffkuchens in der Retentionsvorrichtung in eine laminare Strömung übergeführt wird.
- 25
- 30 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß als Filterhilfsmittel Kieselguren, Perlite, Cellulosefasern und/oder Kunststofffasern und/oder -granulate verwendet werden.
- 35 4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Kunststofffasern aus Polyamiden und gegebenenfalls halogeniertem Polyethylen und/oder aus Polypropylen, insbesondere fluoriertem Polyethylen, wie PTFE, bestehen.
5. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Cellulosefasern eine Faserlänge von 1 bis 5000 µm,

-12-

- 1 vorzugsweise 10 bis 200 μm und eine Faserdicke von 17
bis 40 μm , vorzugsweise etwa 20 μm aufweisen.
6. Verfahren nach Anspruch 3 oder 5, dadurch gekennzeich-
5 net, daß die Cellulosefasern aus hochreiner Alpha-Cellu-
lose bestehen.
7. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch
gekennzeichnet, daß als regenerierbares, Polyphenole ad-
10 sorbierendes Stabilisierungsmittel Polyamid, vorzugs-
weise Polyvinylpyrrolidon (PVPP) verwendet wird.
8. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch
gekennzeichnet, daß als Eiweißstoffe adsorbierende bzw.
15 ausfällende Stabilisierungsmittel Kieselgel, Kieselöl,
Gelatine oder Bentonit verwendet werden.
9. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch
gekennzeichnet, daß der Flüssigkeit folgende Stabilisie-
20 rungs- und Filterhilfsmittel in folgenden Gewichtsantei-
len zugesetzt werden:
- PVPP höchstens 50 %, Kieselgel höchstens 50 %, vorzugs-
weise 10 bis 30 %, Cellulose höchstens 75 %, vorzugswei-
se 40 bis 60 %, Kunststofffasern höchstens 75 %, vorzugs-
25 weise 5 bis 25 %.
10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß
die Stabilisierungs- und Filterhilfsmittel in folgenden
30 Gewichtsanteilen zugesetzt werden: PVPP 20 bis 40 %,
Kieselgel 10 bis 30 %, Cellulose 40 bis 60 %, Kunststoff-
fasern 2 bis 10 %.
11. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch
gekennzeichnet, daß das oder die Eiweißstoffe adsorbie-
35 renden Stabilisierungsmittel gesondert zudosiert werden.

-13-

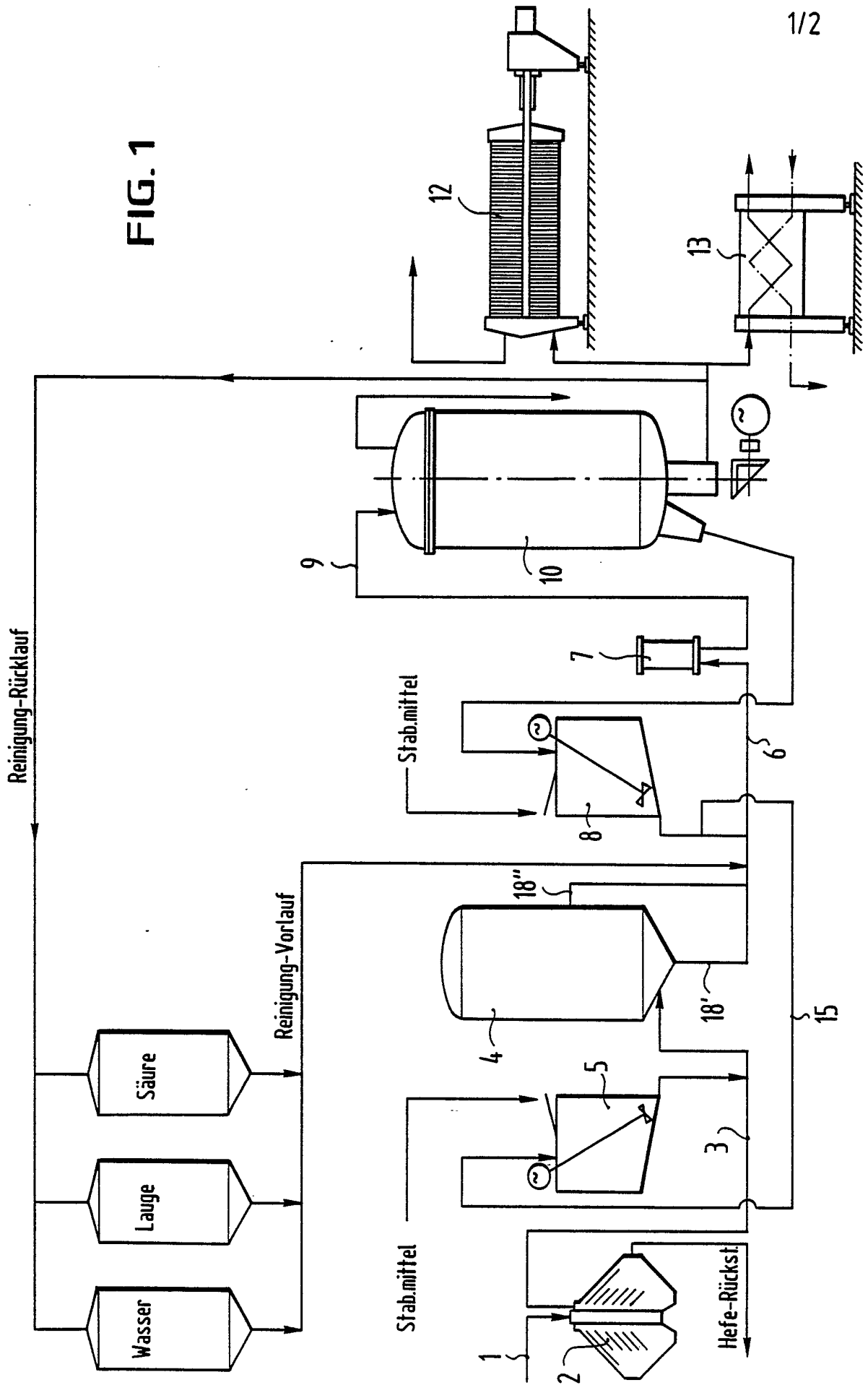
- 1 12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet,
daß das oder die Eiweißstoffe adsorbierenden Stabili-
sierungsmittel vor den übrigen Stabilisierungsmitteln
5 und Filterhilfsmitteln der Flüssigkeit zugesetzt einem
Puffertank zugeführt werden, der zur kontinuierlichen
Verfahrensführung der intermittierend betriebenen Zen-
trifuge nachgeschaltet ist.
- 10 13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet,
daß dem Puffertank ein Teilstrom und/oder Gesamtstrom
der suspendierten Stabilisierungsmittel und Filter-
hilfsmittel zugeführt wird.
- 15 14. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, da-
durch gekennzeichnet, daß zum Regenerieren des oder
der Polyphenole und Eiweißstoffe adsorbierenden Stabi-
lisierungsmittel und der Filterhilfsmittel der Fest-
stoffkuchen in der Retentionsvorrichtung mit einer al-
kalischen Flüssigkeit gegebenenfalls unter Wärmeeinwir-
20 kung behandelt und darauf das oder die Stabilisierungs-
mittel und die Filterhilfsmittel abgetrennt und mit
Wasser gewaschen werden.
- 25 15. Verfahren nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet,
daß als alkalische Flüssigkeit eine 0,3 bis 5 Gew.-
%ige, vorzugsweise 1 bis 2 Gew.-%ige wässrige Natrium-
hydroxyd- und/oder Soda-Lösung bei einer Temperatur
bis 90°C, vorzugsweise 40 bis 70°C, verwendet wird.
- 30 16. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, da-
durch gekennzeichnet, daß die Zusammensetzung der rege-
nerierbaren Stabilisierungs- und Filterhilfsmittelmis-
chung vor der Anwendung festgelegt und diese im
trockenen Zustand homogenisiert wird.
- 35 17. Verfahren nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet,
daß die Stabilisierungs- und Filterhilfsmittelmischung
in Wasser oder in der Flüssigkeit im Gewichtsverhält-
nis von 1:5 bis 1:40, vorzugsweise 1:10 bis 1:30 sus-

- 1 pendiert wird.
18. Anlage zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 17, gekennzeichnet durch eine Klärkette folgender Reihenfolge: eine Zentrifuge (2), eine erste Dosiervorrichtung (5) zur Zufuhr eines oder mehrerer Stabilisierungsmittel, insbesondere Kieselgel, einem Puffertank (4), einer zweiten Dosiervorrichtung (8) zur Zufuhr des oder der regenerierbaren Stabilisierungsmittel und der Filterhilfsmittel, eine Flüssigkeitsmischvorrichtung (7), eine Feststoffretentionsvorrichtung und eine Entkeimungsvorrichtung.
19. Anlage nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet, daß die Feststoffretentionsvorrichtung durch eine Anschwemmfiltriervorrichtung (10) gebildet wird.
20. Anlage nach Anspruch 18 oder 19, dadurch gekennzeichnet, daß der Puffertank (4) durch einen zylindrischen sich nach unten zu einer ersten Auslauföffnung (18') konisch verjüngenden Druckbehälter gebildet wird, der eine tangential gerichtete Einlauföffnung (19) und eine darüber angeordnete zweite Auslauföffnung (18'') aufweist.
21. Anlage nach Anspruch 20, dadurch gekennzeichnet, daß das über der Flüssigkeit befindliche Volumen im Puffertank (4) unter dem Druck eines inerten Gases, vorzugsweise Kohlendioxid steht.
22. Anlage nach einem der Ansprüche 18 bis 21, dadurch gekennzeichnet, daß die Flüssigkeitsmischvorrichtung (7) durch ein Gefäß gebildet wird, das an seinem unteren Boden (23) einen Flüssigkeitseinlaufstutzen (24) und einen Flüssigkeitsauslaufstutzen (25) aufweist und dessen zylindrische Umfangswand mit zwei gegenüberliegenden Schaugläsern (26, 27) versehen ist.

-15-

- 1 23. Anlage nach Anspruch 22, dadurch gekennzeichnet, daß der Einlaufstutzen (24) auf eines der beiden Schaugläser (26, 27) gerichtet ist.
- 5 24. Anlage nach Anspruch 22 oder 23, dadurch gekennzeichnet, daß an den Schaugläsern (26, 27) eine Trübungsmeßvorrichtung angeordnet ist, welche die Gesamtdosierung überwacht und steuert.
- 10 25. Anlage nach einem der Ansprüche 22 bis 24, dadurch gekennzeichnet, daß das über der Flüssigkeit stehende Volumen der Flüssigkeitsmischvorrichtung (7) zur Pufferung von Druckstößen der Dosierpumpe der Dosiereinrichtung (8) unter dem Druck eines inerten Gases, vorzugsweise Kohlendioxid, steht.
- 15 26. Mischung zum Klären bzw. Nachklären und Stabilisieren von Flüssigkeit, vorzugsweise Bier mit folgender Zusammensetzung:
- 20 PVPP höchstens 50 %, Kieselgel höchstens 50 %, vorzugsweise 10 bis 30 %, Cellulose höchstens 75 %, vorzugsweise 40 bis 60 %, Kunststoffasern höchstens 75 %, vorzugsweise 5 bis 25 %.
- 25 27. Mischung nach Anspruch 26, dadurch gekennzeichnet, daß die Stabilisierungs- und Filterhilfsmittel folgende Gewichtsanteile aufweisen:
PVPP 20 bis 40 %, Kieselgel 10 bis 30 %, Cellulose 40 bis 60 %, Kunststoffasern 2 bis 10 %.
- 30 28. Mischung nach Anspruch 26 oder 27, gekennzeichnet durch einen Zuschlag von Kieselguren mit einem Anteil von höchstens 75 %.
- 35 29. Verfahren nach Anspruch 9 oder 10, dadurch gekennzeichnet, daß Kieselguren mit einem Anteil von höchstens 75 % zugesetzt werden.

FIG. 1



1/2

FIG. 2

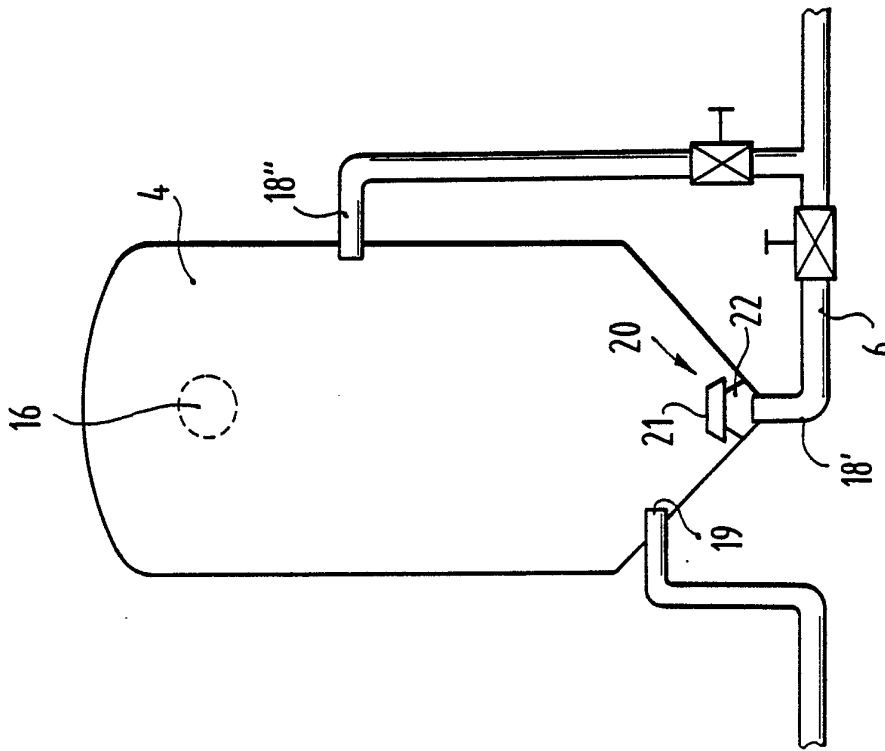
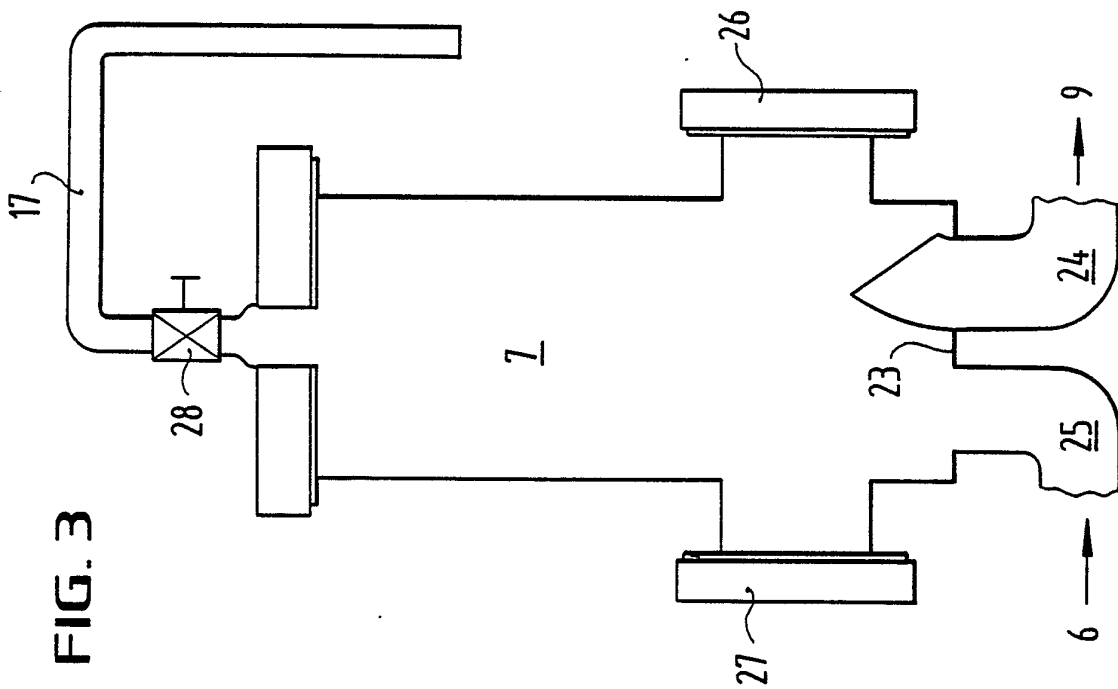


FIG. 3



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No PCT/DE 86/00117

I. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER (if several classification symbols apply, indicate all) ⁶		
According to International Patent Classification (IPC) or to both National Classification and IPC		
Int.Cl. : ⁴ C 12 H 1/02		
II. FIELDS SEARCHED		
Minimum Documentation Searched ⁷		
Classification System	Classification Symbols	
Int.Cl. : ⁴	C 12 H	
Documentation Searched other than Minimum Documentation to the Extent that such Documents are Included in the Fields Searched ⁸		
III. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT ⁹		
Category ⁹	Citation of Document, ¹¹ with indication, where appropriate, of the relevant passages ¹²	Relevant to Claim No. ¹³
A	DE, A, 2648978 (SCHENK FILTERBAU) 3 May 1978, see claims 1-7 (cited in the application)	1, 2, 7, 8, 11, 14, 15, 18, 19
A	DE, A, 1517874 (ENZINGER) 29 January 1970, see claim 1; page 3, , lines 24-30 (cited in the application)	1, 7, 14, 15, 18, 19
A	US, A, 3773222 (E. FIEBIGER) 20 November 1973, see abstract	24
A	DE, A, 2915677 (DAICEL) 6 November 1980, see claim 1	5, 6
<p>⁹ Special categories of cited documents: ¹⁰</p> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> <p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.</p> <p>"&" document member of the same patent family</p>		
IV. CERTIFICATION		
Date of the Actual Completion of the International Search	Date of Mailing of this International Search Report	
29 May 1986 (29.05.86)	4 July 1986 (04.07.86)	
International Searching Authority	Signature of Authorized Officer	
EUROPEAN PATENT OFFICE		

ANNEX TO THE INTERNATIONAL SEARCH REPORT ON

INTERNATIONAL APPLICATION NO. PCT/DE 86/00117 (SA 12657)

This Annex lists the patent family members relating to the patent documents cited in the above-mentioned international search report. The members are as contained in the European Patent Office EDP file on 17/06/86

The European Patent Office is in no way liable for these particulars which are merely given for the purpose of information.

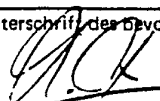
Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE-A- 2648978	03/05/78	None	
DE-A- 1517874	29/01/70	None	
US-A- 3773222	20/11/73	None	
DE-A- 2915677	06/11/80	None	

For more details about this annex :
see Official Journal of the European Patent Office, No. 12/82

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen PCT/DE 86/00117

I. KLASSIFIKATION DES ANMELDUNGSGEGENSTANDS (bei mehreren Klassifikationssymbolen sind alle anzugeben) ⁶		
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC		
Int. Cl. 4. C 12 H 1/02		
II. RECHERCHIERTER MINDESTPRÜFSTOFF		
Recherchierter Mindestprüfstoff ⁷		
Klassifikationssystem	Klassifikationssymbole	
Int. Cl. 4	C 12 H	
Recherchierte nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Sachgebiete fallen ⁸		
III. EINSCHLÄGIGE VERÖFFENTLICHUNGEN⁹		
Art*	Kennzeichnung der Veröffentlichung ¹¹ , soweit erforderlich unter Angabe der maßgeblichen Teile ¹²	Betr. Anspruch Nr. ¹³
A	DE, A, 2648978 (SCHENK FILTERBAU) 3. Mai 1978, siehe Ansprüche 1-7 (In der Anmeldung erwähnt)	1, 2, 7, 8, 11, 14, 15, 18, 19
A	DE, A, 1517874 (ENZINGER) 29. Januar 1970, siehe Anspruch 1; Seite 3, Zeilen 24-30 (In der Anmeldung erwähnt)	1, 7, 14, 15, 18, 19
A	US, A, 3773222 (E. FIEBIGER) 20. November 1973, siehe Zusammenfassung	24
A	DE, A, 2915677 (DAICEL) 6. November 1980, siehe Anspruch 1	5, 6

<p>* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen¹⁰:</p> <p>"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist</p> <p>"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist</p> <p>"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)</p> <p>"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht</p> <p>"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist</p> <p>"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist</p> <p>"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden</p> <p>"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist</p> <p>"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist</p>		
IV. BESCHEINIGUNG		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche		Absendedatum des internationalen Recherchenberichts
29. Mai 1986		- 4 JUL. 1986
Internationale Recherchenbehörde		Unterschrift der Bevollmächtigten Bediensteten
Europäisches Patentamt		 L. ROSSI

ANHANG ZUM INTERNATIONALEN RECHERCHENBERICHT ÜBER DIE

INTERNATIONALE PATENTANMELDUNG NR. PCT/DE 86/00117 (SA 12657)

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten internationalen Recherchenbericht angeführten Patentedokumente angegeben. Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am 17/06/86

Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

Im Recherchenbericht angeführtes Patentedokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
DE-A- 2648978	03/05/78	Keine	
DE-A- 1517874	29/01/70	Keine	
US-A- 3773222	20/11/73	Keine	
DE-A- 2915677	06/11/80	Keine	

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang :
siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr. 12/82