



NORGE

(12) **PATENT**

(19) NO

(11) **310671**

(13) B1

(51) Int Cl⁷ A 23 C 7/04

Patentstyret

(21) Søknadsnr	19931913	(86) Int. inng. dag og søknadsnummer	
(22) Inng. dag	1993.05.26	(85) Videreføringsdag	
(24) Løpedag	1993.05.26	(30) Prioritet	1992.06.19. US. 901238
(41) Alm. tilgj.	1993.12.20		1993.04.09. US. 405971
(45) Meddelt dato	2001.08.13		

(71) Patenthaver	Pall Corp, 25 Harbor Park Drive, Port Washington, NY 11050, US
(72) Oppfinner	Peter J. Degen, Huntington, NY, US Tony Alex, Kendall Park, NJ, US Joseph W. Dehn Jr., Great Neck, NY, US
(74) Fullmektig	Bryns Zacco AS, 0106 Oslo

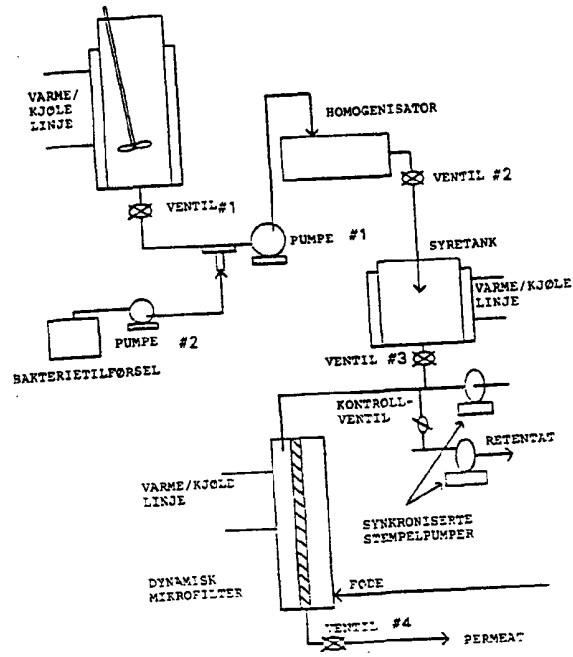
(54) **Benevnelse** **Fremgangsmåte for behandling av råmelk, samt fremstilling av melk med et fettinnhold på ca 2%**

(56) **Anførte publikasjoner** Ingen

(57) **Sammendrag**

Det er beskrevet en fremgangsmåte for behandling av råmelk for fremstilling av behandlet melk med et lavere bakterieinnhold enn råmelken. Melken homogeniseres og innen ca. 5 minutter fra homogeniseringen, utsettes den for dynamisk mikrofiltrering og gir et filtrat som har et lavere bakterieinnhold enn den opprinnelige råmelken. Den resulterende melken kan være steril, uten at Bacillus cereus bakterier som vanligvis medfører nedbrytning av melken kvalitet under avkjølt lagring. Melken kan transporteres selv under ikke-avkjølte betingelser utenb ødeleggelse i lengere tidsperioder.

INNKAAPLET PROSESSBEHOLDER



Foreliggende oppfinnelse vedrører en fremgangsmåte for behandling av råmelk for fremstilling av behandlet melk med lavere bakterieinnhold enn råmelken, samt en fremgangsmåte for fremstilling av melk med et fettinnhold på ca. 2%, som angitt i innledningen til de selvstendige patentkravene 1 og 4.

Den velkjente pasteuriseringsprosessen for å drepe bakterier i melk har vært brukt i mange ti-år. Uheldigvis vil de høye temperaturene som er nødvendige i pasteuriseringsprosessen i negativ grad påvirke melkens smak. Selv ved bruk av slike høye temperaturer, vil imidlertid pasteuriseringsprosessen ikke fjerne alle uønskede bakterier, noe som medfører kort holdbarhetstid til de fleste melkeprodukter.

Bacillus cereus er ofte den dominerende bakterien i konvensjonelt behandlet melk med relativt langt fremskredet alder, siden de kan overleve pasteuriseringsprosessen og trives ved lav temperatur, slik at melken fortære blir ødelagt. Det er derfor et generelt behov for en fremgangsmåte for å redusere innholdet av bakterier i melk, både hel og skummet melk, for å forbedre holdbarheten til produktet og forbedre dets smak ved å unngå pasteuriseringsprosessen.

Det er også av stor økonomisk betydning å fjerne den meget kostbare og arbeidskrevende distribusjonsmetoden som nå er nødvendig for å levere melken til forbrukeren. Det er nå nødvendig for hvert meieri, etter behandling av råmelken ved homogenisering og andre trinn, å fylle melken i beholdere for distribusjon til forbrukere og transportere denne melken under avkjølte betingelser. Dette gjør at hvert meieri må kjøpe og vedlikeholde en betydelig flåte av kjølebiler for å transportere den behandlede melken til distribusjonsstedet til forbrukeren. Ved å tilveiebringe et sterilt eller nesten sterilt melkeprodukt, vil det være mulig å fjerne behovet for melketransport under avkjølte betingelser. Uheldigvis

tilveiebringer pasteuriseringsprosessen kun melk med et redusert bakterieinnhold og ikke et sterilt produkt.

5 Dersom det videre kan fremstilles et sterilt melkeprodukt, vil det også være mulig å fjerne behovet for å lagre melken ved distribusjonsstedet under avkjølte betingelser. Ved å fjerne behovet for store kjølerom som for eksempel i store kolonialforretninger, vil det også oppnås en betydelig økonomisk gevinst.

10

Selv når dagens pasteuriseringsprosess anvendes, er det i enkelte tilfeller spesielt viktig å fremstille melk med et redusert bakterieinnhold før pasteuriseringen. For eksempel kan en spesiell porsjon råmelk være så forurenset at en 15 pasteurisering ikke vil gi like god holdbarhet i henhold til dagens standarder.

I enkelte tilfeller er det videre spesielt verdifullt å kunne fremstille behandlet melk, hvor bakterieinnholdet er sterkt 20 redusert, for eksempel til ca. en hundredel av den opprinnelige verdien. Det er spesielt viktig å fremstille melk med et relativt lavt bakterieinnhold for produksjon av ost, siden ukorrekte bakteriekulturer kan ødelegge osten. Det er normalt ikke ønskelig å varmebehandle melken i en til- 25 strekkelig grad for bruk ved osteproduksjon, fordi en slik varmebehandling vil gi et lavere utbytte av ost og kan også påvirke koaguleringstiden i en negativ grad.

Vanligvis brukes additiver for å redusere problemet. I mange 30 tilfeller ville det imidlertid være ønskelig å unngå bruk av slike additiver.

Det har vært kjent en rekke forskjellige fremgangsmåter for å fremstille melk med et redusert bakterieinnhold ved bruk av 35 filtrering, men ingen av disse metodene er brukt i stort omfang. De kjente metodene gir enten dårlige strømningshastigheter, noe som gjør metoden uøkonomisk i stor skala, eller

påvirker melkens kvalitet i negativ retning, slik at produktet ikke er akseptabelt for forbrukerne.

5 Konvensjonelle filtreringsmidler for å fremstille melk med et redusert bakterieinnhold har vært forsøkt. Svensk patentpublikasjon nr. 380.422 beskriver en fremgangsmåte hvor helmelk oppdeles i filtrat og konsentratfraksjoner ved mikrofiltrering. Filtratet som passerer gjennom filterets porer (porestørrelsen kan være i området fra 0.1 mikron - 10
10 mikron) består av melk med betydelig redusert fettinnhold og konsentratet som er den fraksjonen som holdes tilbake på overflaten av filteret, består av fløte og ikke bare bakterier, men også fettkuler som i stor grad holdes tilbake av filteret.

15 Svensk utlagt patentsøknad nr. SE A 67 15081 beskriver en fremgangsmåte for å sterilisere melk, hvor fettene først separeres fra den skummede melken. Deretter blir fettfraksjonen sterilisert ved hjelp av varme og den skummede melkefraksjonen blir sterilisert ved hjelp av bakteriefiltrering (det er ikke gitt noen filterporestørrelser). Til slutt blir fraksjonene av sterilisert fett og skummet melk blandet igjen for å gi et sterilt melkeprodukt. For å
20 sterilisere skummetmelk fraksjonen ved hjelp av bakteriefiltrering, må porestørrelsen til filteret være så liten at ingen bakterier kan passere gjennom det, noe som resulterer i dårlige gjennomstrømningshastigheter og uønsket tilbakeholdelse av fettkuler og proteiner som er i melken.

30 US-PS 5.064.674 vedrører en fremgangsmåte for å fremstille hypoallergen melk ved ultrafiltreringsmetoder som anvender membraner som vil tillate at molekyler med en molekylmasse mindre eller lik ca. 5kDa å passere gjennom. De ekskluderte komponentene som oppfanges av membranet, innbefatter
35 melkeprotein, synlige eller ikke synlige bakterier, bakterielt proteinantigen og melkefett. Filtratet som oppsamles fra ultrafiltreringsprosessen, er derfor uten bakterier og

bakterieproteinantigen, men også fett og melkeprotein, noe som gjør produktet upassende for bruk som melk som sådann.

5 Det er derved klart at porene til bakteriefiltrene som brukes innen dette området som er effektive for å sterilisere melk, ikke bare vil fjerne bakterier, men også fettkuler og i det minste noen proteiner. Slikt filter vil raskt bli blokkert av det tilbakeholdte materialet, slik at strømningshastig-
10 heten gjennom filteret raskt vil avta og filteret på hyppig rengjøres eller erstattes. De høye kostnadene ved en slik ineffektiv prosess, er generelt prohibitive. Videre, siden filteret holder tilbake fettkuler og proteiner, vil melkens kvalitet også påvirkes i negativ grad.

15 Fra denne foregående diskusjonen, er det innlysende at det er et behov for en forbedret melkefiltreringsprosess som kan gi et sterilt eller nesten sterilt produkt som har en forbedret holdbarhet og som ikke påvirker melkens kvalitet i negativ retning.

20 Det har tidligere vært gjort forsøk på å bruke krysstrøm eller tangensiell strøm filtreringsanordninger for å behandle melk og slike anordninger er kjent.

25 Det er beskrevet flere typer filtreringsanordninger som muliggjør slik tangensiell eller krysstrømsfiltrering. Kanskje det eldste kjente apparatet beskrevet i sovjet patentnummer 142.625 til Zhevnovaty, A. I. i 1961 utgjøres av et rør av porøst materiale festet inne i et andre rør.
30 Suspensjonen som skal filtreres føres under belastning med høy hastighet inn i ringrommet mellom de to rørene og filtratet strømmer inn i det porøse røret. Forbedrede anordninger med tilsvarende konstruksjon brukes to konsentriske sylindere, hvor den indre sylindere utgjøres av et
35 mikroporøst membran og væsken utsettes for en påtvunget spiralstrøm rundt den indre sylindere.

Andre krysstrømsanordninger innbefatter en serie filterelementer plassert over hverandre i form av plater, hvor de to flatene er anordnet med mikroporøse membraner, for eksempel rundt et filtratoppsamlende rør hvor suspensjonen som skal 5 filtreres føres mellom platene i den spiralformede banen etter hverandre.

Det er utviklet mange andre variasjoner av krysstrømsfiltreringssystemet. For eksempel US-PS 5.009.781 vedrører 10 en krysstrømsfiltreringsanordning med et filtratnettverk som innbefatter et antall langsgående filtratkammere og en eller flere filtratkanaler som gjennomskjærer kamrene. US-PS 5.035.799 vedrører en krysstrømsfilteranordning med filterbladanordninger plassert parallelt med filtertanken med 15 trykksatt innløp for å danne turbulent krysstrøm av fluidet over mediet.

US-PS 5.015.397 vedrører et krysstrømsfiltreringsapparat og en prosess som innbefatter et rør med spiralvunnede kilevorer. 20 Kontaminert innløp kommer inn ved en ende og strømmer gjennom røret og blir mer konsentrert med kontaminanter, men klaret væske permeerer gjennom rørveggen. US-PS 5.047.154 vedrører en fremgangsmåte og et apparat for å forbedre fluxen til krysstrømsfiltreringssystemer. US-PS 4.569.759 vedrører 25 et tangensielt filtreringsapparat og et anlegg innbefattende et slikt apparat.

Krysstrømsfiltrering er vesentlig forskjellig fra gjennomstrømningsfiltrering ved at væskeføden tilføres parallelt 30 med filteroverflaten og filtreringen skjer i en retning rett vinklet til fødestrømmens retning. I et krysstrømsfiltreringssystem, siden retningen til fødestrømmen er tangensiell til membranoverflaten, vil generelt akkumulering av filtrerte faste stoffer på filtreringsmediet, reduseres 35 ved strømmens skjærvirkning. Krysstrømsfiltrering vil derfor gi mulighet for en quasi-likevektsoperasjon med en tilnærmet konstant flux når drivtrykkdifferensialet holdes konstant.

Uheldigvis er denne teoretiske muligheten ikke oppnådd i praksis. Problemet med redusert filtreringsflux har derved vært en ulempe ved konvensjonelle krysstrømsfiltrerings-systemer. Hoveddelen av de suspenderte faste stoffene holdes tilbake på rørets vegg og danner raskt et dynamisk membran (også kalt "filterkake" eller "slamsjikt"). Det dynamiske membranet er i stor grad ansvarlig for den etterfølgende filtreringen som skjer.

De partiklene som først kommer inn i veggmatriksen vil bli fanget inn i dette på grunn av den ujevne og snirklete naturen til porestrukturen. Når mikrofiltreringen fortsetter, forhindres penetrering av ytterligere små partikler i veggmatriksen ved nærværet av det dynamiske membranet. Dannelsen av det dynamiske membranet sammen med den mulige tettingen av porestrukturen til røret av innfangede partikler, resulterer i en reduksjon av filtreringsfluxen. Ved konvensjonelle systemer er denne reduksjonen tilnærmet eksponensiell som funksjon av filtreringstiden.

Krysstrømsfiltrering av melk har vært forsøkt, men har ikke blitt generelt akseptert på grunn av problemene diskutert over. US-PS 5.028.436 vedrører en prosess for å separere oppløste og ikke-oppløste bestanddeler av melk ved å bruke et mikroporøst membran med en porestørrelse i området 0.1 til 2 mikron som er forbehandlet med en vandig løsning, dispersjon eller emulsjon av lipider eller peptider og melk separert på det forhandlede membranet. Ved denne fremgangsmåten i henhold til patentet, brukes et første filtreringstrinn med et mikroporøst membran i tangensiell strømningsmodus. Det oppnås et klart filtrat og et tyktflytende konsentrat. Filtratet inneholder alle salter, laktose, aminosyrer, oligopeptider og poly-peptider med lav molekylmasse i ekte ikke-denaturert form og konsentratet inneholder hovedsaklig alt kasein og fettkomponenter til melken. Filtratet kan derved ikke anses å være "melk", siden alle de fettaktige substansene er fjernet.

US-PS 4.876.100 vedrører en krysstrømsfiltreringsmetode for fremstilling av melk med et redusert bakterieinnhold. Råmelk oppdeles ved sentrifugalseparasjon i en fraksjon bestående av fløte og en annen fraksjon bestående av skummet melk. Fraksjonen av skummet melk føres inn i et mikrofilter, hvor endel av fettkulene, proteiner og bakterier separeres. Fra mikrofiltere oppnås et filtrat som består av skummet melk med et redusert fett, protein og bakterieinnhold og et konsentrat som har et økt fett, protein og bakterieinnhold. Konsentratet blir deretter sterilisert. Filtreringsmetoden i henhold til dette patentet, vil, ved siden av å redusere bakterienivåene i filtratet, også redusere fett og proteininnholdet i filtratet og endre egenskapene i forhold til oppfinnelig skummet melk.

Det er helt klart at bruk av krysstrømsfiltrering hittil ikke har vært en akseptabel fremgangsmåte for å redusere bakterieforurensningene i melk.

Det er funnet en måte å løse noen av problemene forbundet med klassisk krysstrømsfiltreringsteknologi kjent som dynamisk mikrofiltrering på. Den dynamiske filtreringsprosessen løser ulempene ved den klassiske krysstrømsteknologien ved at væsken som skal filtreres ikke bare føres tangensielt over membranoverflaten. Membranoverflaten eller et fast legeme nær membranoverflaten beveges slik at fluidet ved grenseflaten mellom rotoren og statoren, utsettes for en skjærvirkning. Skjærvirkningen vil ha en tendens til å "skrubbe" membranoverflaten og holde den relativt fri for partikkelformet materiale og forhindre at det dannes en filterkake på membranoverflaten. Det partikkelformede materiale som ellers ville blitt oppsamlet på membranoverflaten, forblir suspendert og blir til slutt fjernet i en sekundær strøm, generelt kalt en konsentratstrøm.

Dynamiske mikrofiltreringssystemer kan ha forskjellige former. For eksempel US-PS 5.037.562, 3.997.447, 5.037.562, 3.997.447 og 4.956.102 vedrører dynamiske mikrofiltreringsplatesystemer.

5

Sylindriske, dynamiske mikrofilteranordninger er beskrevet i US-PS 4.956.102, 4.900.440, 4.427.552, 4.093.552, 4.066.554 og 3.797.662 blandt annet. Alle patentene i de nevnte patentsøknadene innlemmes herved som referanse.

10

I henhold til oppfinnelsen er det tilveiebragt fremgangsmåter av den innledningsvis nevnte art, som er kjennetegnet ved trekkene angitt i karakteristikken til de respektive selvstendige patentkravene 1 og 4.

15

Fordelaktige trekk ved oppfinnelsen fremgår av de uselvstendige patentkravene.

20

Ingen har brukt dynamisk mikrofiltrering for behandling av melk og bruk av krysstrømsfiltrering av melk har vært begrenset og hovedsaklig vært brukt til å fraksjonere melk i komponenter basert på fettinnholdet.

25

Det er nå overraskende funnet at det kan utføres dynamisk mikrofiltrering av melk med suksess, uten de kjente problemene med nedbrytningen av melkekvaliteten, for tidlig tetting av filtere og utilfredsstillende bakteriefjerning ved anvendelse av fremgangsmåten i henhold til foreliggende oppfinnelse.

30

I henhold til foreliggende oppfinnelse blir melk, enten helmelk eller skummet melk, først homogenisert og deretter utsatt for filtrering. Ved å utføre homogeniseringstrinnet først, blir partikkelstørrelsen til fettkulene og andre store suspenderte komponenter til melken betydelig redusert, noe som muliggjør mikrofiltrering av melken uten betydelig fjerning og nedrivning av fett eller andre komponenter.

35

Melk er en emulsjon av fett og proteinpartikler i vann. Homogeniseringen utgjør en metode for å redusere emulsjonspartikkelstørrelsen, slik at de kan passere gjennom et passende dimensjonert mikroporøst membran og holde tilbake bakterier uten uønsket fjerning av fett og proteininnholdet til melken.

Etter homogenisering blir melken filtrert ved bruk av dynamisk mikrofiltrering. Oppfinnelsen tilveiebringer derved en forbedret fremgangsmåte for fremstilling av melk med et redusert bakterieinnhold uten behov for pasteurisering. Den delen av melkefraksjonen som holdes tilbake av mikrofiltere (konsentratfraksjonen), kan resirkuleres som en del av føden eller kastes eller brukes i andre prosesser.

Ved et trekk i henhold til foreliggende oppfinnelse, tilveiebringes en fremgangsmåte for å behandle råmelk for å produsere behandlet melk med et lavere bakterieinnhold enn råmelken. Fremgangsmåten innbefatter homogenisering av melken og innen ca. 5 minutter etter homogeniseringen, utsette melken for dynamisk mikrofiltrering ved å føre melken gjennom et mikrofilter med en midlere porestørrelse tilstrekkelig til å redusere bakterieinnholdet til melken som strømmer gjennom dette og gi et filtrat som har et lavere bakterieinnhold enn den opprinnelige råmelken og et konsentrat med et høyere bakterieinnhold enn den opprinnelige råmelken. Den resulterende melken har et meget lavt bakterieinnhold så som 10^3 pr. ml eller mindre og inneholder mer organoleptiske komponenter enn det som finnes i pasteurisert melk med samme bakterieinnhold.

Melken som kan fremstilles som et resultat av fremgangsmåten ved foreliggende oppfinnelse, er generelt mer lagringsstabil enn melk som fremstilles ved konvensjonell pasteurisering. Etter pasteurisering er det et betydelig restinnhold av bakterier i melken, siden melken naturlig inneholder visse

bakterier som også overlever pasteuriseringsprosessen. Den pasteuriserte melken må fremdeles avkjøles, for å redusere bakterieveksten og ødeleggelse.

5 Uehldigvis er noen av bakteriene som er tilstede i melken både termidure (bakterier som overlever pasteurisering) og psykotrope (bakterier som trives ved lav temperatur, under 15°C) så som Bacillus cereus. Nærværet av termidure, psykotrope bakterier i pakkede melkeprodukter er meget
10 ødeleggende på grunn av deres raske vekst, selv under avkjølte betingelser og resulterer i ødeleggelse av melken.

Foreliggende oppfinnelse er istand til å produsere steril melk som kan lagres selv ved romtemperatur i lang tid, så som
15 for 30 dager eller mer. Den sterile melken i henhold til foreliggende oppfinnelse kan karakteriseres ved generelt fravær av bakterier og spesielt ved fraværet av bakterier og patogener så som følgende:

20 Termodure bakterier

Micrococcus	<u>M. luteus</u> , <u>M. roseus</u>
Streptococcus	<u>S. pneumoniae</u> , <u>S. lactis</u> , <u>S. faecalis</u>
Lactobacillus	<u>L. delbrueckii</u> , <u>L. lactis</u> , 25 <u>L. helveticus</u> , <u>L. casei</u> , <u>L. trichodes</u>
Staphylococcus	<u>S. aureus</u> , <u>S. epidermidis</u>
Bacillus	<u>B. Cereus</u> , <u>B. substilis</u> , <u>B. macerans</u> , <u>B. stearothermophilus</u>
<u>Clostridium</u>	<u>C. butyrium</u> , <u>C. pasteurianum</u> 30 <u>C. botulinum</u> , <u>C. perfringens</u> , <u>C. tetani</u>

Psykotrope bakterier

Psuedomonas	<u>P. aeruginosa</u> , <u>P. fluorescens</u> , <u>P. pseudomallei</u> , <u>P. mallei</u>
Archnomobacter	
Alcaligenes	
35 Acientobacter	<u>A. lignieressii</u> , <u>A. equirli</u>
<u>Flavobacterium</u>	<u>F. aquatile</u> , <u>F. menigosepticum</u>

Bacillus

B. cereus, B. subtilis,
B. macerans,
B. stearothermophilus

Koliforme bakterier

Enterobacter

E. coli, Salmonella Typhi
Shigella Dysenteriae,
Klebsiella Pneumoniae

Diverse

Listeria

L. monocytogenes

Melken i henhold til foreliggende oppfinnelse vil være istand til å oppfylle og være bedre enn kravene for pasteurisert melk av kvalitet A som krever at melken ikke skal overskride et bakterieplatetall på 30.000 pr. milliliter, og et koliformtall som overskrider 10 pr. milliliter, bestemt ved standardmetoder.

I en annen utførelsesform av foreliggende oppfinnelse tilveiebringes en fremgangsmåte for behandling av råmelk for fremstilling av behandlet melk med et lavere bakterieinnhold enn råmelken, innbefattende (1) separasjon av melken i en fettfraksjon med et minimalt fettinnhold på ca. 10% og en skummet melkfraksjon (2) homogenisere skummetmelk fraksjonen og innen 5 minutter etter homogeniseringen, utsette skummetmelk fraksjonen for dynamisk mikrofiltrering ved å føre skummetmelk fraksjonen gjennom et mikrofilter med en midlere porestørrelse til strekkelig til å redusere bakterieinnholdet til melken som strømmer gjennom filteret og gi et filtrat som har et lavere bakterieinnhold enn den opprinnelige skummetmelk fraksjonen og et konsentrat med et høyere bakterieinnhold enn den opprinnelige skummetmelk fraksjonen, (3) separat redusere bakterieinnholdet i fettfraksjonen og (4) deretter kombinere skummetmelk fraksjonen etter mikrofiltrering og fettfraksjonen med redusert bakterieinnhold. I en ytterligere utførelsesform tilveiebringer foreliggende oppfinnelse en fremgangsmåte for å fremstille melk med et fettinnhold på ca. 2% bestående av (1) homogenisere en skummetmelk fraksjon og innen 5 minutter etter homogeniseringen, (2) utsette

skummetmelk fraksjonen for dynamisk mikrofiltrering ved å føre skummetmelk fraksjonen gjennom et mikrofilter med en midlere porøs størrelse tilstrekkelig til å redusere bakterieinnholdet i melken som strømmer gjennom dette og gi et filtrat som har et lavere bakterieinnhold enn den opprinnelig skummetmelk fraksjonen og et konsentrat med et høyere bakterieinnhold enn den opprinnelig skummetmelk fraksjonen, (3) redusere bakterieinnholdet til en fløtefraksjon med et minimum fettinnhold på ca. 10% og (4) deretter kombinere skummetmelk fraksjonen etter mikrofiltreringen og fløtefraksjonen med redusert bakterieinnhold.

Foreliggende oppfinnelse tilveiebringer også en fremgangsmåte for å behandle melk for forbruk av en forbruker bestående av å oppnå råmelk, homogenisere melken og innen 5 minutter etter homogeniseringen, utsette melken for dynamisk krysstrømsmikrofiltrering ved å føre melken gjennom et mikrofilter med en midlere porestørrelse tilstrekkelig til å redusere bakterieinnholdet i melken som strømmer gjennom denne og gi et filtrat som har et lavere bakterieinnhold enn den opprinnelige råmelken, pakke melken i en beholder for bruk av forbruker og transportere melken, uten avkjøling, til et distribusjonspunkt for forbrukeren.

Mer generelt tilveiebringer foreliggende oppfinnelse en fremgangsmåte for å distribuere melk for forbruk av en forbruker, innbefattende å frembringe råmelk, redusere bakterieinnholdet i melken til et nivå på 10^3 bakterier pr. milliliter eller under og pakke melken i en beholder for bruk av forbrukeren, transportere melken uten avkjøling til et distribusjonspunkt for forbrukeren. Dette fjerner behovet for avkjølt transport og leveringskjøretøy.

Figur 1 viser skjematisk et utstyr som brukes i henhold til fremgangsmåten ved foreliggende oppfinnelse.

Figur 2 er en kurve som viser partikkelstørrelsen i melken etter homogeniseringen.

5 Det opprinnelige materialet er frisk, ubehandlet råmelk fra et dyr, så som en ku. Fremgangsmåten ved foreliggende oppfinnelse kan også brukes for behandlet melk som for eksempel allerede har vært utsatt for pasteurisering, men den største fordel vil oppnås for eksempel ved fremstilling av melk med forbedrede organoleptiske egenskaper, sammenlignet med melk som ikke har vært pasteurisert.

Råmelken som skal behandles, føres først gjennom en varmeveksler for å justere den en passende temperatur og, om ønskelig, føre den gjennom en sentrifugalseparator for å fjerne hele eller en del av fløtefraksjonen på vanlig måte.

20 Generelt blir råmelken homogenisert og forholdsvis raskt ført gjennom et dynamisk mikrofilter som gir en filtratfraksjon og en konsentratfraksjon. Porene i mikrofilteret er dimensjonert for å holde tilbake minst en del av bakteriene. Filtratet som er den delen av melkefraksjonen som passerer gjennom mikrofilterets overflate, består av melk med ikke noe eller redusert bakterieinnhold (i forhold til melken før mikrofiltrering) med tilnærmet ingen endringer av fett og proteininnhold. Filtratfraksjonen kan deretter brukes direkte for å fremstille andre produkter så som tørrmelk eller pakkes uten ytterligere behandling.

30 Filtratfraksjonen er mer ønskelig enn melken som fremstilles ved konvensjonell pasteurisering av mange årsaker. Den inneholder flere organoleptiske komponenter enn melk som har vært pasteurisert, noe som gjør den mer smakfull og attraktiv fra en forbrukers synspunkt. Melken fremstilt i henhold til foreliggende oppfinnelse har mye lengere holdbarhet, siden bakterier så som psykofile bakterier, spesielt Bacillus sereus, kan være fullstendig fjernet ved foreliggende oppfinnelse, noe som er umulig ved vanlig pasteurisering.

Konsentratfraksjonen som er den delen av melkefraksjonen som holdes tilbake av og gjennvinnes fra membranoverflaten til mikrofilteret, består av melk med et økt bakterieinnhold (i 5 forhold til melkeføden før mikrofiltrering) og hovedsaklig uten noe endringer av fettkule og proteininnhold. Konsentratfraksjonen kan deretter kastes eller brukes i andre prosesser.

10 Filtratet kan inneholde visse bakterier, men desto lavere bakterieinnhold, desto lengere holdbarhet for produktet. Det er ønskelig med full sterilisering, men den begynnende vektsthastigheten til den gjenværende lille konsentrasjonen av bakterier, er vanligvis lav nok til å gi en sterkt 15 forbedret holdbarhet til det resulterende melkeproduktet.

Holdbarheten til melken produsert i henhold til fremgangsmåten ved oppfinnelsen blir i vesentlig grad økt i forhold til den for konvensjonell pasteurisert melk, fordi konsentrasjonen av Bacillus cereus bakterien, spesielt, er sterkt 20 redusert.

Siden melken i henhold til foreliggende oppfinnelse kan 25 gjøres steril, mens melk fremstilt ved bruk av konvensjonelle pasteuriseringsteknikker ikke kan fult ut steriliseres, vil melken ha ekstrem holdbarhet under avkjølte eller tomtemperaturbetingelser, spesielt dersom melken plasseres i en beholder under aseptiske betingelser. En måte å gjøre dette på er ved bruk av form-fyll-forseglingsteknikken som nå er 30 velkjent innen pakningsindustrien. Denne teknikken brukes ofte for å pakke sterile løsninger og lignende, for eksempel for farmasøytisk industri. Melken fremstilt i henhold til foreliggende oppfinnelse kan pakkes ved å bruke for-fyll-forsegleteknikken og slik melk blir utvise ekstrem holdbarhet, selv ved romtemperatur. 35

Den nøyaktige metoden eller maskinen som er brukt for å utføre fyllingen er ikke kritisk. Som et eksempel og en forklaring på hvordan en slik form-fyll-forsegglertechnik kan brukes, er gitt i den følgende beskrivelsen.

5

Noen vertikale form, fyll og forseglermaskiner bruker et flatt bånd av syntetisk termoplastisk film som rulles av fra en rull og formes til et kontinuerlig rør i en rørformet seksjon, ved å forsegle filmens lengdekanter sammen. I andre maskiner drives røret fra en harpikssmelte ved brukstidspunktet. Det formede røret føres deretter til en fyllestasjon hvor det klemmes sammen over en tverrsnittsseksjon og posisjonen til tverrsnittet er ved en forseglingsanordning under fyllestasjonen. Det dannes en tverrgående varmeforsegling av forseglingsanordningen og den sammenklemt delen av røret og gir derved en lufttett forsegling over røret. Etter å ha dannet den tverrgående forseglingen, blir en mengde av materiale som skal pakkes, for eksempel væske, ført inn i røret ved fyllestasjonen og fyller røret oppover fra den tidligere nevnte tverrgående forseglingen. Røret blir deretter beveget nedover i en forutbestemt avstand og forseglet og overskåret på tvers ved en andre tverrgående seksjon.

10

15

20

25

En slik vertikal form, fyll og forseglermaskin av den ovenfor beskrevne type selges under varemerket PREPAC og en annen en beskrevet i US-patent nr. 5.038.550.

HOMOGENISERING

30

Melkefraksjonen blir først fortrinnsvis oppvarmet eller avkjølt etter sentrifugalseparasjonen, dersom dette brukes og før homogeniseringen, til en passende temperatur for homogeniseringen. Melken blir deretter ført inn i en homogenisator hvor fettemulsjonsstørrelsen reduseres til en størrelse som er tilstrekkelig til å tillate passering gjennom membranet. Fortrinnsvis er størrelsen til alle suspenderte partikler mindre enn ca. 1 mikron. Det er viktig

35

at melken etter homogeniseringen filtreres relativt raske. Fortrinnsvis vil filtreringen skje på mindre enn 5 minutter, fortrinnsvis mindre enn 2 minutter og mest foretrukket på mindre enn 30 sekunder etter homogeniseringen.

5

Igjen er den viktige faktoren ikke holdetiden før filtreringen, men heller det faktum at filtreringen skjer før noen vesentlig agglomerering av kulene som danner et betydelig antall partikler større enn ca. 1 mikron.

10

Homogenisering av skummet eller helmelk før filtrering i en sylindrisk dynamisk mikrofiltreringsenhet er absolutt nødvendig for å emulgere og suspendere fettbestanddelene og andre komponenter i melken tilstrekkelig og redusere størrelsen tilstrekkelig slik at det oppnås en tilfredsstillende filtrering. Et roterende platefilter vil imidlertid utvikle en betydelig skjærhastighet umiddelbart ved overflaten til den roterende platen. Det kan derfor skje en viss grad av homogenisering av melken, hovedsaklig samtidig med filtreringen. Slik "selv" emulgering av melken ved påvirkning av det dynamiske mikrofilteret gjør at skummet melk kan behandles med et roterende platefilter uten behov for en separat homogenisator.

15

20

De roterende plateomgivelsene vil derved virke til både å homogenisere og samtidig filtrere melken, noe som utføres i en roterende sylindrisk filterenhet. Et roterende platefilter kan danne en skjærhastighet på ca. 200.000 sek^{-1} , mens en roterende sylindrisk enhet kan danne en skjærhastighet på kun 10.000 sek^{-1} . Selv om skjærkraften er betydelig i en roterende platefilterenhet, er det i de fleste tilfeller ikke antatt at det vil være tilstrekkelig til å homogenisere helmelk tilstrekkelig.

25

30

DYNAMISK FILTRERING

Ved foreliggende oppfinnelse utføres filtreringen som en dynamisk filtrering, det vil si at filtreringsmediet selv

holdes i en konstant bevegelse slik at den effektive strømningshastigheten til melken over mediet er ekstremt høy. Den spesielle fysiske formen til det dynamiske membranet er ikke kritisk. Membranmediet kan derved ta form av for eksempel plater eller sylindere. Slike dynamiske mikrofiltreringsanordninger har vært diskutert tidligere og er anvendelige ved utøvelse av foreliggende oppfinnelse. Generelt innbefatter dynamiske mikrofiltere et sylindrisk eller platemembranelement som roterer inne i en ytre impermeabel sylinder. I et sylindrisk dynamisk mikrofilter, når fluidet som skal filtreres føres inn i åpningen mellom statoren og det roterende membranet, vil momentet fra det roterende membranet overføres til fluidet. Fluidet nær den indre sylindere opplever en sterkere sentrifugalkraft enn fluidet nær den ytre sylindere. Dette fenomenet vil under visse betingelser danne et strømningsmønster som er kjent som Taylor spiraler, hvilket fenomen forhindrer utvikling av betydelige rester på membranoverflaten.

Den dynamiske filtreringsprosessen gjør deretter bruk av fordelene ved dannelse av Taylor virvler for å holde overflaten til membranet fritt for potensielle rester hvis bestanddeler derved forblir suspendert i fluidet som filtreres. Prosessen deler deretter føden i et filtrat (den delen av fluidet som permeerer gjennom membranet) og et konsentrat (den fraksjonen som inneholder suspenderte partikler som normalt ville ha blitt avsatt på overflaten til membranet og dette). På denne måten kan det opprettholdes en høy fluxhastighet gjennom membranet for en lang tidsperiode. Mengden av føde og konsentrat må kontrolleres på en måte som resulterer i en stabil fluidumstrøm. Selv ved lave strømningshastigheter av konsentratet, er det mulig å opprettholde en stabil fluidumstrøm til overflaten av membranet.

Den dynamiske mikrofiltreringen tillater et bredt område av effektive overflatehastigheter for filtreringsmediet i

forhold til melkeføden. For eksempel kan det anvendes en effektiv overflatehastighet fra ca. 3 m/sek. til ca. 50 m/sek., spesielt fra ca. 5 m/sek. til ca. 30 m/sek. og mest foretrukket fra ca. 8 m/sek. til ca. 20/sek.

5

For å oppnå de ønskede overflatehastighetene til et representativt filtreringsmedium i form av en sylinder med en diameter på ca. 6.35 cm (2.5 tommer) vil det være nødvendig å rotere ved en hastighet på ca. 1.000 til ca. 6.000 rpm, hvor en hastighet på ca. 5.000 rpm er typisk.

10

Dersom det brukes en dynamisk platefiltreringsanordning, vil et typisk platefiltreringsmedium ha dimensjoner på ca. 5 til ca. 122 cm (2 - 48 tommer) i diameter. Slike plater kan for eksempel roteres ved hastigheter fra ca. 1.000 rpm til ca. 800 rpm, typisk fra ca. 3.000 rpm til ca. 6.000 rpm, avhengig av utformingen av det spesielle dynamiske mikrofilteret som brukes.

15

20

Fortrinnsvis vil skjærhastighetene til slike platefiltere være fra ca. 100.000 sek.⁻¹ til ca. 400.000 sek.⁻¹. Blandt de foretrukne platefilterne er de av den typen som er beskrevet i US-patentsøknad nr. 07/812,123, inngitt 24. desember, 1991, hvor spesifikasjonen herved innlemmes som referanse.

25

Mikrofilterporene er dimensjonert slik at de vil holde tilbake bakterier som er tilstede i melken, samtidig som det opprettholdes en akseptabel strømningshastighet gjennom mikrofilteret. Anvendelige membraner innbefatter hydrofile mikroporøse membraner med gode strømningssegenskaper, smal porestørrelsesfordeling og konsistent bakteriefjerningsevne for den aktuelle bakterien. Porestørrelsene til mikrofiltermembranet bør være fra ca. 0.01 til ca. 5.0 mikron, bestemt ved kjente metoder, testene kjent som "boblepunkt" (ASTM F316-86) og K_L metoden (US-patent 4.340.479). Fortrinnsvis vil porestørrelsesområdet være fra ca. 0.1 til ca. 1 mikron.

35

Mest foretrukket brukes filteret som har porestørrelsesområder fra ca. 0.2 til ca. 0.5 mikron. Slike mikroporøse filtere er vel kjent og er lett tilgjengelige.

5 Foretrukne mikroporøse membraner som kan brukes i henhold til foreliggende oppfinnelse innbefatter de som selges av Pall Corporation under varemerket Ultipor N66®, Fluorodyne® og Posidyne® og de som er tilgjengelig fra Cuno Corporation under varemerket Zetapor, og de som selges av Millipore under
10 varemerket Durapore®.

De sylindriske membranelementene som brukes i foreliggende oppfinnelse innbefatter de som kan være festet til en bærer på en lekkasjetett måte, i henhold til kjente metoder.

15 Bakteriene bør kunne konsentreres til en strøm som utgjør mindre enn ca. 5% av føden og større enn ca. 95% av de faste stoffene og proteinene som vanligvis finnes i melk, bør kunne passere gjennom membranet i en lang tidsperiode.

20 Det dynamiske mikrofilteret kan opereres ved en enkel gjennomføring uten behov for resirkulering av konsentratet. Om ønskelig kan konsentratet resirkuleres til føden. Når det brukes et sylindrisk dynamisk mikrofilter, kan det opereres
25 ved forskjellige forhold mellom filtratstrøm og total fødestrøm (konsentrasjonsfaktorer). Imidlertid blir de sylindriske dynamiske mikrofiltrene fortrinnsvis operert ved filtrat til fødeforhold på ca. 90%, spesielt ca. 95%, og spesielt over 98% for å gi hovedsaklig filtrat med meget
30 lavt bakterieinnhold som det ønskede produktet.

På samme måte, når det brukes et dynamisk mikrofilter med roterende plate, kan det også opereres ved forskjellige forhold mellom filtratstrømmen og den totale fødestrømmen.
35 Imidlertid kan det dynamiske mikrofilteret med roterende plate opereres med filtrat til fødeforhold over et bredt område. Valg av et høyt forhold vil resultere i mindre

gjennomgang, mens operasjon ved et lavt forhold vil resultere i en høy gjennomgang. Det er antatt at operasjonen ved et forhold på ca. 40% er fordelaktig for å opprettholde en stabil strømningshastighet gjennom filteret, selv om også andre forhold kan anvendes.

Filtrering av frisk homogenisert melk kan gjøres varmt ved 40 til 60°C, som er ved eller litt over krystallisasjonstemperaturen på ca. 40°C til de høyeresmeltende komponentene til melkefettet. Dette er lavere enn de temperaturene som brukes vedd konvensjonelt termisk pasteurisering. Alternativt kan melken filtreres ved mye lavere temperaturer med en viss reduksjon av strømningshastigheten, så som fra ca. 15 til ca. 35°C, spesielt fra ca. 20 til ca. 25°C.

GENERELT

Etter mikrofiltreringen kan konsentratet kastes på enhver akseptabel måte eller utsettes for ytterligere behandling eller brukes direkte.

Fremgangsmåten i henhold til foreliggende oppfinnelse kan med fordel brukes når det ønskede sluttproduktet er enten helmelk, standardisert melk eller skummet melk.

Fluxhastighetene gjennom et bakterieretentivt membran til melk med et redusert fettinnhold er vanligvis høyere enn fluxhastigheten til melk med et høyt fettinnhold. I visse situasjoner er det mer økonomisk og fordelaktig å fremstille en melk med et høyere fettinnhold, som for eksempel 2% fet melk, ved å kombinere en filtrert skummet melk med en filtrert fettfraksjon. Denne fettfraksjonen kan være en fløtefraksjon med et minimum fettinnhold på ca. 10%.

Filtrering av fløtefraksjonen kan for eksempel utføres ved fremgangsmåten i søknad nr. 07/952,337 eller ved bruk av en bakterieretentiv filtreringskasset. Filtreringen kan utføres på en industrielt akseptabel måte ved å oppvarme

fettblandingen til et punkt hvor den er i en flytende tilstand og er lett filtrerbar gjennom et mikroporøst membran. Det forvarmede fett kan være homogenisert før filtreringen. Alternativt kan fettblandingen utsettes for pasteurisering for å senke dens bakterieinnhold eller en kombinasjon av pasteurisering og mikrofiltrering kan anvendes.

Dersom hensikten med prosessen er å oppnå proteinkonsentrater som for eksempel melk av transgene dyr, som for eksempel en transgen ku, opereres den dynamiske mikrofiltreringen for å oppnå en høy konsentrasjon av konsentratet ved å bruke et mikroporøst membran med et porestørrelsesområde på ca. 0.2 mikron eller lavere.

Passende apparater for å utføre fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen kan fremstilles ved å koble sammen konvensjonelt utstyr innbefattende sentrifugalseparatorer, mikrofiltere, steriliseringsenheter, varmevekslere og pumper. En fagmann innen området vil lett kunne være istand til å tilveiebringe ventiler for strømnings- og trykkontroll og annet nødvendig utstyr, for å gjøre slike apparater opererbare og deretter gjøre ytterligere vanlige modifikasjoner av slike apparater som er nødvendig i de spesielle tilfellene.

Alle referansene beskrevet over innlemmes herved som referanse.

Eksemplene under viser ytterligere spesielle utførelsesformer, men er på ingen måte ment å begrense oppfinnelsens beskyttelsesomfang som er definert i de medfølgende krav.

GENERELL PROSEDYRE

For eksempel ble det brukt generelle prosedyrer som følger.

Metode A: Temperaturjustering av melk

Dersom ikke annet er angitt, har melken som ble brukt i de etterfølgende eksempler, kommersiell melk slik den kommer fra detaljisten. Temperaturen til melken ble justert til en passende prosessstemperatur før filtreringen. Foretrukne driftstemperaturer (40 - 60°C) ble brukt fordi hoveddelen av fettene i melken ikke er i krystallisert form ved slike temperaturer. En 35 liters fermenterbeholder med kappe (type 3000 fra Chemap A.G.) ble brukt som prosessbeholder. Beholderen ble fylt med melk og innholdet ble oppvarmet til ca. 50°C, dersom ikke annet var angitt, ved hjelp av en varmtvannskappe. Melken ble rørt under oppvarmingsprosessen for å forbedre varmeoverføringen.

Når melken hadde oppnådd ønsket prosessstemperatur, ble melken pumpet til en homogenisator i en hastighet på ca. 1 liter/min.

Metode B: Homogenisering av melk

Når melken kom inn i homogenisatoren (modell 15 MR fra APV Gaulin, Inc.) gjennomgikk melken en to-trinns homogeniseringsprosess, hvor den første skjedde ved ca. 2500 psi og den andre ved ca. 500 psi. Normale prosedyrer for oppstart og drift ble fulgt som angitt i APV Gaulin håndboken for denne enheten. Etter homogeniseringen ble melken typisk overført til en mellomliggende svingetank med kappe og ble holdt ved den ønskede prosessstemperaturen. Denne tanken virket som en fluidumbuffer mellom homogenisatorutløpet og føden til filteret. Når det er ønskelig, kan den homogeniserte melken resirkuleres gjennom homogenisatoren for å opprettholde et konstant volum i svingetanken.

Metode C: Innføring av bakterier i melkefødestrømmen

I enkelte forsøk ble det utført kunstig tilførsel av bakterier til melkestrømmen for å demonstrere den meget høye titerreduksjonen som er mulig med foreliggende oppfinnelse. Bakterieinokulatet ble tilført fødestrømmen via en doserings-

pumpe mellom prosessbeholderen og homogenisatoren. Inokulatstrømningsmengden ble målt slik at det ble oppnådd et ønsket konsentrasjonsnivå av bakterier på ca. 10^6 bakterier pr. milliliter melk. Siden bakteriene ble innført før homogenisatoren, ble bakteriene godt blandet i prosessfluidet før det kom inn i filtreringsanordningen. De fleste eksemplene brukte E. coli ren ATCC 15224.

En alternativ metode for tilførsel av bakterier til melken ville være ved tilsetning av bakteriene direkte i prosessbeholderen ved ønsket konsentrasjon. En slik metode er imidlertid ikke å foretrekke, siden den eksponerer bakteriene for lang residensetid i temperatur som er høyere enn romtemperatur. Dette kunne medføre uønsket vekst eller stor grad av bakteriedød før de kom inn i filtreringsanordningen, avhengig av den grenen som ble brukt.

Metode D: Bakterie assay tester.

Mesofiler: Bakteriekonsentrasjon ble bestemt ved seriell fortykning av prøver og føre de passende løsningene gjennom sterile 0.2 mikron membraner og kultur på Mueller-Hinton Agar for 24 timer ved 32°C. Disse prosedyrene er mer detaljert beskrevet i en publikasjon med tittel "Manual of Clinical Microbiology, 2nd Edition, 1974, ADM, Washington, D.C."

Listeria monocytogenes ATCC 43256 er patogenet som ble undersøkt. Populasjonsnivåene i prøvene ble bestemt ved metoden brukt av Agello et. al. (Agello, G., Hays, P. og Feeley, J. Abstracts of the Annual Meeting, 1986, ASM, Washington DC, p5.)

Metode E: Rengjøringsprosedyre.

Rengjøring og sterilisering ble utført før hvert eksperiment ved å bruke 0.1 N natriumhydroksyd. I Steriliseringsprosessen ble membranet og alt det tilhørende utstyret først spylt med vann og deretter behandlet med 0.1 normal natriumhydroksyd ved 50°C for ca. en halv time. Den basiske

løsningen ble deretter nøytralisert ved å bruke fosforsyre. Dene nøytraliserte løsningen ble deretter brukt for å spyle systemet inntil alle deler var nøytrale. Filtreringstestene ble utført umiddelbart etter denne prosedyren. Hele utstyret og membranelementene ble rengjort ved å bruke steriliseringsproseduren ved slutten av hvert forsøk.

Metode F: Integritetstesting.

Hvert membranelement ble testet for integritet før bakterieprøvingen. En strømmingstest som beskrevet i publikasjonen NM 900a, "The Pall Ultipormembrane filter guide" copyright 1980, av Pall Corporation, ble brukt for integritetstest.

Beskrivelse av filtreringsapparatet

1. Sylindrisk dynamisk mikrofilter

Det sylindriske dynamiske mikrofilteret (sylindrisk DMF) som ble brukt i disse forsøkene var et BDF-01 fremstilt av Sulzer Brother Limited, Winterthur, Sveits. Utstyret er beskrevet av Rebsamen et. al. (Dynamick Microfiltration and Ultrafiltration in Biotechnology; Rebsamen, E. og Zeigler, H., Proceedings of the World Filtration Congress IV, 1986, (Ostend, B)) Se også US-patent nr. 4.066.554 og 4.093.552, som herved innlemmes som referanse.

2. Beskrivelse av membranfilterelementene

Membranfilterelementene som ble brukt i disse forsøkene var typisk forskjellige kvaliteter av nylonmembraner, Ultripor N₆₆[®] og Posidyne[®], kommersielt tilgjengelig fra Pall Corporation, Glen Cove, NY. Porestørrelsene som ble brukt var 0.2, 0.30, 0.45 og 0.65 mikron. Membranelementene hadde et overflateareal på 0.04 m².

3. Dynamisk mikrofilter i plateformat

Plateformatet besto av en membranbærerplate med en diameter på 6 tommer, montert på en hul aksel og plassert i et tett hus, med de nødvendige fluiduminnløp og utløpsforbindelser.

På bæreplatens plate var det mulig å feste membranark på en lekkasjetett måte og innholdt dreneringsrom for å føre en filtratstrøm gjennom membranet og platen og ut av akselen. Effektivt membranareal var 0.014 m^2 og det var tilgjengelige rotasjonshastigheter opp til 4500 rpm.

Alle de dynamiske flate mikrofiltreringsenhetene tidligere diskutert kan brukes ved utøvelse av foreliggende oppfinnelse. Det henvises også til US-patentsøknad nr. 07/812.123, inngitt 24. desember, 1991, for beskrivelse av en annen dynamisk mikrofilteranordning i plateformat som kan brukes ved utøvelse av foreliggende oppfinnelse.

4. Beskrivelse av membranfilterelementene

Membranfilterelementene var av samme kvalitet som membranene beskrevet i avsnittet under sylindrisk DMF. Typisk var membranene sirkulære flate ark "smultring", skåret for å passe til flate DMF. Sammensatt med det dynamiske mikrofilteret ble filtratkammeret forseglet fra føden ved hjelp av orringer. Membranfilterelementene hadde et overflateareal på 0.014 m^2 .

Fremgangsmåte G1: Drift av det sylindriske dynamiske mikrofilteret

Før filtrering ble et filterelement som beskrevet i avsnittet under filteranordningen satt sammen i det sylindriske dynamiske mikrofilteret (DMF). Rengjøring og sterilisering ble utført ved å bruke prosedyren angitt i metode E. Etter å ha brukt oppstartsprosedyren angitt i metode G2, ble melken som skulle filtreres pumpet fra svingetanken inn i det sylindriske dynamiske mikrofilteret ved hjelp av en positiv fortrenningspumpe. Mengden av konsentrat ble kontrollert av en andre pumpe eller trykkventil koblet til konsentratåpningen. Temperaturer og strømningsmengder til føde, filtrat og konsentrat og fødestrykkene ble målt ved forskjellige tidspunkter under eksperimentets forløp, typisk med intervaller på 10 minutter. Standard driftsbetingelser til det

syndriske dynamiske mikrofilteret har en rotasjonshastighet på 5.000 rpm, filtrat til fødeforhold større enn 95% og et fødestrykk på ca. 1.3 til 2.0 bar. Alle eksemplene ved denne anordningen ble utført ved konstante fødemengder.

5

Metode G2: Oppstartning av det dynamiske filteret

Før melken ble ført inn i det dynamiske filteret, ble varmt deionisert, 0.2 mikron filtrert vann ført gjennom systemet for å starte opp det tilhørende utstyret. Rotasjonshastig-
10 heten til de dynamiske filterne ble bragt opp til drifts-
hastighet mens vann strømmet gjennom systemet. Når systemet hadde nådd en likevekt, ble melkestrømmen satt på. Melken fortrenget vannet i systemet og filtreringen fortsatte.

15

Metode H: Drift av det platedynamiske mikrofilteret

Et plate DMF fylleelement beskrevet i avsnittet under filteranordninger ble satt sammen i det platedynamiske mikrofilteret. Rengjøring og sterilisering ble utført ved å bruke prosedyren angitt i metode E. Etter å ha brukt
20 oppstartprosedyren angitt i metode G2, ble melken som skulle filtreres pumpet fra svingetangen inn i plate DMF. Mengden av konsentrat og fødestrykk ble kontrollert av en ventil plassert ved konsentratåpningen. Temperaturer og strømnings-
mengder til føde, filtrat og konsentrat og fødestrykkene ble
25 målt ved forskjellige tidspunkter under eksperimentet, typisk med intervaller på 10 minutter. En fødemengde på ca. 960 ml/min ble brukt for alle eksemplene. Filtratfluxene som er angitt, er de som ble oppnådd når strømmingen hadde stabilisert seg i filtreringsenheten.

30

EKSEMPLER

EKSEMPEL EN

Skummet melk med romtemperatur ble pumpet i en mengde på ca.
35 600 ml/min til et syndrisk DMF, utstyrt med et 0.45 mikron Ultipor N₆₆® membran. Driftsbetingelsene i DMF ble opprett-
holdt som angitt i metode G1, og er oppsummert i tabell I.

Fødetrykket begynte å øke raskt noen få minutter etter begynnelsen av forsøket, noe som indikerte plugging av det mikroporøse membranet.

5

EKSEMPEL TO

Skummet melk ble oppvarmet til 50°C i henhold til metode A og homogenisert ved metode B. Den homogeniserte melken ble deretter lagret i en svingetank for ca. fire timer, mens
10 temperaturen til melken ble holdt ved ca. 50°C under denne tidsperioden. Etter denne fire timers hvileperioden, ble melken pumpet inn i et sylindrisk DMF forsynt med et 0.45 mikron Ultipor N₆₆® membran i en fødemengde på ca. 600 ml/min. De foretrukne betingelsene ved DMF drift som angitt
15 i metode G1 ble opprettholdt. Fødetrykket begynte å stige raskt kun etter noen få minutters drift, noe som indikerte plugging av det mikroporøse membranet og forsøket måtte avbrytes.

20

SKUMMET MELK

Skummet melk oppvarmet til 50°C i henhold til metode A og homogenisert ved metode B, ble pumpet inn i et sylindrisk DMF, utstyrt med et 0.45 mikron Ultipor N₆₆® membran, i ikke
25 mer enn fem minutter etter homogeniseringen. De foretrukne betingelsene ved DMF drift som angitt i metode G1 ble opprettholdt. Det ble oppnådd en stabvil filtratflux på 1080 L/hr/m² inntil melketilførselen var slutt. Det ble ikke observert noen økning i fødetrykket under forløpet av forsøket. Når all melken var behandlet, ble føden byttet til
30 uhomogenisert skummet melk ved 50°C, uten å forstyrre systemet drift. Innen noen få minutter sank melkefiltratfluxen raskt og systemet trykket steg, noe som indikerte at det hadde skjedd en plugging av membranet. Dette eksemplet viser klart behovet for å homogenisere melken for å oppnå en
35 tilstrekkelig strømning gjennom et mikrofiltreringsmembran.

Eksemplene 1 - 3 viser at det er nødvendig å utsette melken for tilstrekkelig skjær (via homogenisering i dette tilfellet), før filtreringen, for å redusere emulsjonspartikkelstørrelsen til melken i tilstrekkelig grad til at de kan passere gjennom det mikroporøse membranet og derved oppnå en tilfredsstillende filtrering. Eksempel 2, som spesielt viser at partikkelstørrelsesfordelingen går tilbake til stor størrelse innen en kort tidsperiode etter homogeniseringen. For å oppnå en tilfredsstillende filtrering, må homogeniseringen skje forholdsvis kort tid før filtreringen som for eksempel innen mindre enn 5 minutter eller fortrinnsvis kortere intervaller.

EKSEMPEL FIRE

Skummet melk ble forvarmet ved metode A pumpet inn i en plate DMF utstyrt med et 0.45 mikron Ultipor N₆₆[®] membran. Prosedyrene angitt i metode H ble brukt. Det ble raskt etablert en jevn flux av filtrat som ble opprettholdt i ca. 100 minutter inntil melketilførselen var slutt.

Plate DMF operasjonsbetingelsene gir en beregnet skjærhastighet på ca. 200.000 sekunder⁻¹ ved en grenseflateåpning mellom den roterende platen og membranet. Denne skjærkraften er i områdene til de skjærkreftene som dannes ved homogenisatoren ved betingelsene i metode B.

Dette eksemplet viser at nødvendig skjærkraft før filtrering kan oppnås i et trinn, det vil si uten behov for separat homogeniseringsutstyr. Dette eksemplet viste klart at membranet ikke ble tilstoppet av faste stoffer i melken og at skjærkraften dannet ved rotasjon av platen ved ca. 200.000 sekunder⁻¹ tilstrekkelig til å redusere partikkelstørrelsen i skummet melk slik at den kunne passere gjennom et mikrofiltermembran og derved oppnå tilfredsstillende filtrering.

Tabell 1 oppsummerer resultatene fra eksempel 1 til 4 og resultatene viser at det oppnås en likevektsfiltratflux

gjennom membranet når melken utsettes for tilstrekkelig skjærkraft forholdsvis kort tid før filtreringen.

5

10

15

20

25

30

35

Tabell 1

Eks.	1 Filtr. modus	Føde- temp.C	Skjær i filter sek ⁻¹	Homoge- nisering	Tid etter homogenis.	Pore- størrelse mikron	Flux l/time/m ²	
5	1	sylind.	25	10.000	NEI	NEI	0.45	0
	2	sylind.	50	10.000	JA	4 timer	0.45	0
	3	sylind.	50	10.000	JA	5 minutter	0.45	1080
10	4	plate	50	200.000	NEI	-	0.45	1600

EKSEMPEL FEM

15 For å bestemme forholdet mellom partikkelstørrelsen og tiden etter homogeniseringen, ble skummet melk oppvarmet ved metode A og homogenisert ved å bruke prosedyren angitt i metode B. Partikkelstørrelsesfordelingen med hensyn til tiden etter homogeniseringen ble bestemt. Partikkelstørrelsesfordelingen ble målt ved å bruke en integrert mikro-optisk væskevolu-

20 metrisk sensor (IMOLV-.2), fra Particle Measurement Systems, Colorado. Denne laserpartikkeltelleren er utformet til å måle partikkelstørrelsesfordelingen i et område på ca. 0.1 til 5.0 mikron.

25 Melkeprøvene ble fortynnet 1:300.000 og deretter analysert i henhold til håndboken for IMOLV anordningen. 0.04 mikron filtrert, 18 mego-ohm DI vann, med partikkeltall mindre enn 50 pr. milliliter ble brukt for fortynning av melkeprøvene.

30 Figur 2 viser resultatene av partikkelanalysene. Et plott av antall partikler i forhold til antall partikler ved 5 sekunder mot partikkelstørrelse er vist i figuren. Figuren viser klart at når tidsperioden etter homogeniseringen øker, øker antallet store partikler. Når antallet mindre partikler samtidig reduseres over denne perioden, er det innlysende at

35 små partikler agglomererer med tiden og danner større partikler.

EKSEMPEL SEKS TIL NI

Det ble undersøkt membraner med forskjellige porestørrelser og bakterieretentive egenskaper på det sylindriske DMF for å
5 bestemme størrelsen av likevektsfiltratfluxen til melken som kunne oppnås. Den generelle metoden som ble brukt i eksempel seks til ni er gitt under.

1. Det ønskede membranfilterelementet ble satt sammen i det sylindriske DMF.

10 2. Det ble utført en integritetstest som angitt under metode F. Membranfilterelementet ble forkastet dersom det ikke oppfylte testen.

3. Utstyret ble rengjort i henhold til metode E.

4. Melken som skulle filtreres ble forvarmet ved
15 prosedyren angitt under metode A.

5. Melken ble homogenisert i henhold til metode B.

6. Oppstartprosedyren angitt i metode G2 ble utført.

7. Melken ble overført fra svingetanken til det sylindriske DMF ved ønsket strømningsmengde.

20 8. Driftsparametrene ble innstilt ved å bruke retningslinjene i metode G1.

9. De nødvendige målinger ble utført.

Typisk ble det sylindriske DMF operert ved 5000 rpm, som
25 tilsvarte en skjærhastighet på ca. 10.000 sek.^{-1} i filteret. Fødetemperaturen var 50°C og fødestrykket varierte fra 1.3-2.0 bar. Filtrat til fødeforhold ble holdt over 95% for hver av disse eksemplene. Fluxen angitt i tabell 2 er den oppnådde likevektsfiltratfluxen, typisk femten minutter etter
30 start av filtreringen. Den totale forsøks tiden varierte i hvert tilfelle, siden volumet av melk som ble filtrert var konstant 30 liter.

EKSEMPEL SEKS

35 Et 0.2 mikron Ultipor N₆₆[®] membran ble brukt i dette eksemplet. En fødemengde på 250 ml/min ble brukt for å oppnå en likevektsfiltratflux på 330 l/time/m^2 . Filtreringen

fortsatte i ca. 130 minutter, hvorefter det ikke var mer melk igjen i prosessbeholderen uten noen tilsynelatende endring av filtratfluxmengden.

5 EKSEMPEL SYV

Et 0.30 mikron Ultipor N₆₆[®] membran ble brukt i dette eksemplet. En fødemengde på ca. 550 ml/min ble brukt for å oppnå en likevektsflux på 775 l/time/m², for ca. 60 minutter, hvorefter forsøket ble avsluttet.

10

EKSEMPEL ÅTTE

Et 0.45 mikron Ultipor N₆₆[®] membran ble brukt i dette eksemplet. En fødemengde på 740 ml/min ble brukt for å oppnå en likevektsflux på 1080 l/time/m². Filtreringen fortsatte i ca. 40 minutter uten noen tilsynelatende endring av fluxmengdene, hvorefter melketilførselen var tom og forsøket ble avsluttet.

15

EKSEMPEL NI

Et 0.65 mikron Ultipor N₆₆[®] membran ble brukt i dette eksemplet. Det ble brukt en fødemengde på 1100 ml/min for å oppnå en likevektsflux på 1680 l/time/m². Filtreringen fortsatte i ca. 30 minutter, hvorefter melketilførselen var oppbrukt og forsøket ble avsluttet.

20

Eksemplene 6 - 9 er oppsummert i tabell 2. Resultatene viser at ved å bruke filtreringsprosessen i henhold til oppfinnelsen, kan det oppnås stabile filtratfluxer ved å bruke forskjellige kvaliteter av bakterieretentive membraner. Tabellen viser at ved fremgangsmåten i henhold til foreliggende oppfinnelse, kan membraner med mindre porestørrelse og derved større bakterieretensjon brukes på bekostning av filtratfluxhastighetene.

25

30

35

Tabell 2: Melkeflux ved å bruke forskjellige membraner i sylindrisk DMF

Eksempel#	Væske	Membran	Porest. (mikron)	RPM	Føde- temp. (C)	Føde- trykk (bar)	Filtrat/ føde- forhold	Forven- tet tid (min)	Flux (l/time/ m ²)
6	skummet melk	Ultipor N ₆₆ [®]	0.20	5000	50	2.0	0.97	130	330
7	skummet melk	Ultipor N ₆₆ [®]	0.30	5000	50	1.6	0.97	60	775
8	skummet melk	Ultipor N ₆₆ [®]	0.45	5000	50	1.5	0.97	40	1080
9	skummet melk	Ultipor N ₆₆ [®]	0.65	5000	50	1.3	0.97	30	1680

EKSEMPEL TI

I dette eksemplet ble det brukt et 0.2 mikron Posidyne[®] membran med en positiv overflateladning. Membranets overflate var besatt av kvartære ammoniumgrupper og hadde en høy absorptiv kapasitet for biologisk materiale.

Det ble brukt en fødemengde på 260 ml/min for å oppnå en likevektsflux på 360 l/time/m². Filtratfluxen var av samme størrelsesorden som den som ble oppnådd med det uladete membranet beskrevet i eksempel seks. Filtreringen fortsatte i ca. 120 minutter, hvoretter det ikke var mere melk igjen i beholderen, uten noe tilsynelatende reduksjon av filtratfluxmengdene. Filtrat til fødeforholdet på 97% ble opprettholdt gjennom hele forsøket. Andre eksperimentelle betingelser er gitt i tabell 3.

Det var antatt at en stor mengde proteiner fra melken ville binde seg til membranoverflaten og til slutt tette dette igjen. Dette eksemplet viste at under et dynamisk modus, vil et membran som normalt viser proteinaffinitet ha gode egenskaper.

EKSEMPEL ELLEVE

Det ble brukt en fødemengde på 740 ml/min helmelk og det ble oppnådd en stabil filtratflux på 1130 l/time/m². Andre eksperimentelle betingelser er gitt i tabell 3. Filtreringen fortsatte i ca. 40 minutter, hvorefter melketilførselen var tom og forsøket ble avsluttet.

Dette eksemplet viser at helmelk kan filtreres ved å bruke fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen. Den observerte differensen i filtratflux mellom helmelk og skummet melk (som i eksempel 9) skyldes primært forskjellen i viskositeter. Filtratfluxforholdet som ble oppnådd for helmelk til skummet melk, er tilnærmet lik forholdet mellom viskositeten til helmelk og skummet melk.

Tabell 3

Eksempel#	Væske	Membran	Porest. (mikron)	RPM	Føde- temp. (C)	Føde- trykk (bar)	Filtrat/ føde- forhold	Forven- tet tid (min)	Flux (l/time/ m ²)
10	skummet melk	Posidyne®	0.20	5000	50	2.0	0.97	120	360
11	hmelk	Ultipor N ₆₆ ®	0.65	5000	50	1.4	0.93	40	1130

EKSEMPEL TOLV TIL SEKSTEN

Eksempler for bestemmelse av filtratfluxene gjennom forskjellige bakterieretentive membraner ble gjentatt ved å bruke det platedynamiske mikrofilteret. De generelle prosedyrene for eksemplene tolv til seksten er beskrevet under. De beskrevne betingelsene ble brukt i hvert eksempel dersom det ikke er angitt annet.

1. Det ønskede membranfilterelementet ble plassert i plate DMF.

2. En integritetstest som angitt under metode F ble utført. Membranfilterelementet ble forkastet dersom det ikke oppfylte testen.

3. Utstyret ble desinfisert i henhold til metode E.
4. Melken som skulle filtreres ble forvarmet ved prosedyren angitt under metode A.
5. Melken ble homogenisert i henhold til metode B.
- 5 6. Den generelle oppstartingsprosedyren angitt i metode G2 ble utført.
7. Melken ble overført fra sugetanken til plate DMF ved ønsket strømningsmengde.
8. De nødvendige målinger ble foretatt.

10

Typisk ble plate DMF holdt ved 3500 rpm, tilsvarende en beregnet skjærhastighet på ca. 200.000 sekunder⁻¹. Fødetemperaturen var 50°C og fødestrykket ble holdt på ca. 0.2 bar. Melken ble pumpet inn i filteret i en mengde på 960 ml/min for å oppnå en høy krysstrømhastighet over membranet. Filtrat til fødemengde ble justert spesielt for membranporestørrelsen, fødetemperatur og rotor rpm. Den ufiltrerte delen av føden ble resirkulert i prosessbeholderen. Fluxen angitt i tabellen under er likevektsflux som ble oppnådd gjennom membranet som filtrat, typisk en halv time etter start av filtreringen.

20

EKSEMPEL TOLV

I dette eksemplet ble det brukt et 0.2 mikron Ultipor N₆₆[®] membran. Det ble oppnådd en likevektsfiltratflux på 850 l/time/m².

25

EKSEMPEL TRETTEN

I dette eksemplet ble det brukt et 0.45 mikron Ultipor N₆₆[®] membran. Det ble oppnådd en likevektsflux på 1600 l/time/m².

30

EKSEMPEL FJORTEN

I dette eksemplet ble det brukt et 0.45 mikron Posidyne[®] membran og det ble oppnådd en likevektsflux på 1600 l/time/m².

35

Dataene vist i tabell 4 oppsummerer eksemplene 11 - 13. Dataene viser at ved å bruke filtreringsprosessen i henhold til oppfinnelsen, kan det oppnås stabile filtratfluxer ved å bruke forskjellige grader bakterieretentive membraner, mens det brukes en plate DMF. Tabellen viser at membranene med mindre porer og derved økt bakterieretensjon (titer reduksjon) kan brukes i foreliggende oppfinnelse på bekostning av filtratfluxmengdene.

Tabell 4

Eksempel#	Væske	Membran	Porest. (mikron)	RPM	Føde- temp. (C)	Føde- trykk (bar)	Filtrat/ føde- forhold	Forven- tet tid (min)	Flux (l/time/ m ²)
12	Skummet melk	Ultipor N ₆₆ [®]	0.20	3500	50	0.2	0.22	137	850
13	Skummet melk	Ultipor N ₆₆ [®]	0.45	3500	50	0.2	0.37	80	1600
14	Skummet melk	Posidyne ®	0.45	3500	50	0.2	0.37	80	1600

EKSEMPEL FEMTEN

Skummet melk ved 18°C og homogenisert ved metode B ble pumpet inn i et plate DMF forsynt med et 0.45 mikron ultipor N₆₆[®] membran. Filtreringen ble utført ved en fødemengde på 860 ml/min, hvorved det ble oppnådd en likevektsfiltratflux på ca. 860 l/time/m² gjennom membranet. Den filtrerte melken ble målt ved 25°C. Andre betingelser i dette eksemplet er gitt i tabell 5.

Dette eksemplet viser at avkjølt skummet melk ved ca. 18°C kan behandles ved metoden i henhold til foreliggende oppfinnelse gjennom et bakterieretentivt membran. De reduserte filtratfluxene ved den reduserte temperaturen er antatt å gjenspeile den høyere viskositeten til melken ved denne temperaturen, sammenlignet med høyere temperaturer.

EKSEMPEL SEKSTEN

Et plate DMF ble utstyrt med et 0.45 mikron Ultipor N₆₆[®] membran. Helmelk ble matet inn i plate DMF i en mengde på 900 ml/min og det ble oppnådd en likevektsfiltratflux på ca. 850 l/time/m² gjennom membranet. Forsøket ble utført uten resirkulering av den ufiltrerte delen av fødestrømmen.

10 Dette eksemplet viser at helmelk kan filtreres ved fremgangsmåten i henhold til foreliggende oppfinnelse ved å bruke et plate DMF. Skummet melk under tilnærmet like betingelser ga en tilnærmet likevektsfiltratflux på ca. 1600 l/time/m². Den observerte forskjellen i filtratstrømmer mellom skummet og helmelk tilsvarer tilnærmet forskjellen i forholdet mellom fluidviskositeter.

15

EKSEMPEL SYTTEN

Ved å bruke fremgangsmåten beskrevet tidligere, ble det utført et filtreringsforsøk på plate DMF under opprettholdelse av et høyt filtrat til fødeforhold. Et 0.45 mikron Ultipor N₆₆[®] membran ble brukt i dette forsøket. Føde av skummet melk ble opprettholdt ved 115 ml/min og det ble brukt en rotasjonshastighet på 2100 rpm. Det ble oppnådd en filtratflux på 460 l/time/m².

25

Tabell 4

Eksempel#	Væske	Membran	Porest. (mikron)	RPM	Føde-temp. (C)	Føde-trykk (bar)	Filtrat/fødeforhold	Forventet tid (min)	Flux (l/time/m ²)
15	Skummet melk	Ultipor N ₆₆ [®]	0.45	3500	18	0.2	0.23	130	860
16	Helmelk	Ultipor N ₆₆ [®]	0.45	3500	50	0.2	0.23	90	850
17	Skummet melk	Ultipor	0.45	2100	50	0.5	0.92	50	460

35

EKSEMPEL ATTEN

For å vise en forlengnet operasjon, ble det utført et forsøk med en stor mengde (500 liter) rå, upasteurisert, skummet melk. Melken var forvarmet til 50°C ved å ha passert gjennom en platevarmeveksler. Den ble deretter homogenisert i henhold til metode B og deretter pumpet inn i et sylindrisk DMF forsynt med et 0.65 mikron membran. Typisk ble det dynamiske mikrofilteret holdt ved 5000 rpm i dette eksemplet. Fødetrykket varierte fra 1.3 - 1.5 bar ved en fødemengde på ca. 1300 ml/min. Filtrat til fødeforholdet ble opprettholdt ved over 95%. Det ble oppnådd en likevektsfiltratflux på ca. 1680 l/time/m². Det skjedde ingen reduksjon i strømmen av filtrert melk og det var heller ingen økning i fødetrykket under den 6 timer lange kontinuerlige driften som var nødvendig for å behandle 500 liter.

Dette eksemplet viser at det er mulig å anvende filtreringsprosessen i henhold til oppfinnelsen over lengere tidsperioder.

EKSEMPEL NITTEN

Dette eksemplet viser fremgangsmåten i henhold til foreliggende oppfinnelses evne til å brukes for å filtrere melk ved å bruke et platedynamisk mikrofilter for å gjenvinne proteiner fra melken. Proteinene i melken har generelt en størrelse i området fra ca. 0.02 til ca. 0.30 mikron (D. G. Smidt, P. Walstra og W. Buchheim, Neth. Milk Dairy J. 27 (1973):128)), ved å gjøre dem istand til å kunne gjenvinnes i henhold til fremgangsmåten ved foreliggende oppfinnelse.

Dette er spesielt viktig for gjenvinning av biologiske viktige proteiner fra transgene dyr, som for eksempel transgene kyr, sauer og lignende som er genetisk endret for å stimulere produksjon av slike proteiner, som for eksempel i henhold til allerede kjente teknikker.

Det ble brukt et platedynamisk mikrofilter forsynt med et 0.2 mikron nylonfilter. Filtreringen av melken ble utført ved en fødemengde på 840 ml/min, hvorved det ble oppnådd en likevektspermeatflux på ca. 850 l/time/m² gjennom membranet ved en rotorhastighet på 3500 rpm, med resirkulering av retentatet og hvor permeatet ble kastet ved foreliggende metode. Føden, permeatet og retentatet ble periodisk undersøkt og deretter analysert for total proteininnhold i henhold til Kjeldahl metoden. Det ble funnet at proteininnholdet i retentatet i begynnelsen var det samme som i føden, men økte (4.9% retentat, 3.1% føde) med forlenget resirkulering av retentatet.

Bruk av et membran med mindre porestørrelse bør kunne gi enda bedre konsentrasjon av proteinet i konsentratstrømmen.

EKSEMPEL TYVE OG TYVE-EN

Disse eksemplene ble utført for å vise at det ikke skjer en fraksjonering av melkens komponenter under filtreringsprosessen i henhold til oppfinnelsen. I disse eksemplene ble prøver av føden, filtratet og konsentratet analysert ved forskjellige tidspunkter under filtreringen for å bestemme proteinkonsentrasjonene ved Kjeldahl metoden og totalt faststoffinnhold ved fordamping.

EKSEMPEL TYVE

Føde, filtrat og konsentratprøver ble tatt ved forskjellige tidspunkter under forsøket beskrevet i eksempel 18 og analysert for totalt faststoffinnhold i hver strøm. Dataene i tabell 6 viser at det ikke er noen betydelig reduksjon av totalt faststoffinnhold i filtratet ved bruk av et 0.65 mikron membran.

EKSEMPEL TYVE-EN

Føde, filtrat og konsentratprøver ble tatt ved forskjellige tider under utøvelse av eksempel 13 og analysert for totalt faststoffinnhold og proteiner i hver strøm. Dataene er vist

i tabell 6. Igjen skjedde det ingen betydelig reduksjon av faststoff eller proteininnhold fra filtratmelken ved bruk av et 0.45 mikron membran.

5 Tabell 6

Filtre- rings- modus	Membran porestørrel- se (mikron)	Proteiner %			Totalt faststoff %		
		Filtrat	Føde	Kons.	Filtrat	Føde	Kons.
10 Sylinder Eks. 20	0.65	-	-	-	9.14	9.17	9.35
Plate Eks. 21	0.45	3.38	3.15	3.35	8.64	8.70	8.85

15 FORSØK TYVE-EN TIL TYVE-ÅTTE

Forsøkene tyve-to til tyve-åtte ble utført for å vise foreliggende oppfinnelses evne til å fjerne bakterier fra melken. De generelle driftsbetingelsene var de samme som for eksperimentene i eksempel seks til atten, bortsett fra at bakterien ble tilsatt prosesstrømmen ved hjelp av metoden C. Bakterien E. coli, som vanligvis finnes i melken, ble brukt i disse forsøkene for såing, dersom ikke annet er angitt. Prøver av føde, filtrat og bakteriekonsentrat ble tatt ved forskjellige tidspunkter under filtreringen ved å bruke sterile teknikker. Disse prøvene ble undersøkt for bakterier ved å bruke prosedyren angitt under metode D og resultatene er vist i tabell 7.

Som vist i tabellen, er foreliggende oppfinnelse istand til å oppnå dramatiske reduksjoner i melkens bakterieinnhold. Den store reduksjonen av E. coli er direkte overførbar til en sterk grad av fjerning av Bacillus cereus bakterien, som ikke fullstendig kan fjernes ved å bruke konvensjonell pasteurisering. E. coli er kjent å ha en stanglignende struktur med dimensjoner på ca. 1.1 til 1.5 μm gange 2 til 6 μm , mens Bacillus bakterier som for eksempel Bacillus cereus har mindre dimensjoner og også stanglignende strukturer, med

dimensjoner på ca. 1.0 til 1.2 μm ganger 3 til 5 μm . Evnen til å fjerne E. coli som vist i tabell 7, viser også at fremgangsmåten er istand til å fjerne meget uønskede Bacillus cereus bakterier og resulterer i en melk med meget lang lagringsevne, selv ved romtemperatur.

EKSEMPEL TYVE-TO, TYVE-TRE og TYVE-FIRE

Eksempel seks, åtte og ni ble gjentatt, bortsett fra at E. coli ble ført inn i prosesstrømmen ved hjelp av metode C. Prøver av føde, filtrat og konsentrat ble analysert for bakterier. Toter reduksjonsdata er vist i tabell 7.

EKSEMPEL TYVE-FEM

Eksempel tretten ble gjentatt, bortsett fra at bakterien ble ført inn i fødestrømmen ved hjelp av metode C og bakteriekonsentratet ble ikke resirkulert tilbake i prosessbeholderen. Det ble oppnådd en likevektsmelkeflux på ca. 1600 l/timer/ m^2 .

De mikrobiologiske data vist i tabell 7.

Den filtrerte melken inneholdt kun meget lave mengder på 7 til 10 bakterier pr. ml melk, dramatisk lavere enn fødenivåene på 10^6 pr. ml. Titer reduksjonen i dette tilfellet var større enn 10^5 . Til sammenligning, kan det ved konvensjonell pasteurisering av melken, kun oppnås en titerreduksjon på ca. 10^2 til 10^3 .

EKSEMPEL TYVE-SEKS

De eksperimentelle betingelser og prosedyrer i eksempel 12 ble gjentatt i dette forsøket, bortsett fra at E. coli ble tilsatt i fødestrømmen ved metode C og konsentratet ble ikke resirkulert i prosessbeholderen. Det ble oppnådd en likevektsmelkeflux på ca. 850 l/time/ m^2 . Prøver av føden, filtratet og konsentratet ble undersøkt for bakterieinnhold. Dataene vist i tabell 7 viser en titerreduksjon som er større enn 10^6 . Det ble produsert steril melk, siden det ikke ble funnet bakterier i den filtrerte melken.

5 Dette eksemplet viser fremgangsmåten i henhold til fore-
liggende oppfinnelles evne til å tilnærmet fullstendig fjerne
bakterier fra melken ved å bruke et platedynamisk mikrofilter
og et passende valgt membran. Det kan dermed fremstilles
steril melk.

EKSEMPEL TYVE-SYV

10 Upasteurisert råmelk inneholder en lang rekke organismer
innbefattende koliformer som E. coli og patogener som
listerie og kamylobakteria, og Bacillus cereus bakterier. I
dette eksemplet ble det ikke tilført noen eksterne bakterier
og melken ble undersøkt for tilhørende eller "innfødte"
bakterier.

15 Prøver av føde, filtrat og konsentrat ble tatt for bakte-
rieanalyser under utførelse av forsøk 18 og ble analysert for
innfødte bakterier ved metode D.

20 I filtratet ble det funnet 14 bakterier pr. ml. Føden hadde
2500 bakterier pr. ml og konsentratet hadde 2×10^4 bakterier
pr. ml. Det ble ikke oppdaget noen psykrofile bakterier i
filtratet. Psykrofile bakterier er de som vokser ved lave
temperaturer og medfører ødeleggelse av avkjølt melk.

25 Tabell 7 oppsummerer forsøkene 22 til 27. Dataene viser at
både i sylinder og platemodus oppnås en økt titerreduksjon på
bekostning av filtratfluxen. Tabellen viser at ved å velge
det korrekte membranet, er det mulig å oppnå sterilt
30 melkefiltrat.

Tabell 7

Eksempel #	Porestørrelse mikron	Membran-type	Midl.flux l/m ² /t	Føde temp °C	Driftstrykk bar	Fødekons. bakterier/ml	% Bakterie-fjerning	Titer red.Tr
22	0.2 sylinder	Ultipor N66	330	50	2.0	10 ⁶ (E.coli)	99.9992%	10 ⁵
23	0.45 sylinder	Ultipor N66	1080	50	1.5	10 ⁶ (E.coli)	99.992%	4x10 ⁵
24	0.65 sylinder	Ultipor N66	1680	50	1.3	10 ⁶ (E.coli)	99.96%	4x10 ²
25	0.45 plate	Ultipor N66	1600	50	0.2	10 ⁶ (E.coli)	99.9995%	8x10 ⁵
26	0.2 plate	Ultipor N66	850	50	0.2	10 ⁶ (E.coli)	100.00%	>10 ⁶
27	0.65 sylinder	Ultipor N66	1680	50	1.3	10 ³	99.44%	2x10 ²

EKSEMPEL TYVE-ÅTTE

Bortsett fra bakteriene (E. coli) undersøkt for titer
 5 reduksjon, er det patogene organismer i melken som listeria,
 som er av praktisk bekymring i meieri-industrien. Disse
 patogenene er en større utfordring enn koliformer (E. coli)
 som også er undersøkt i det dynamiske filteret. Det ble
 utført forsøk ved metodene angitt i metode D for å se om
 10 membranfilterelementene effektivt kunne brukes for å fjerne
 disse patogenene. Dette forsøket ble utført på et eksternt
 forsøksanlegg og ikke på det dynamiske filteret.

Dataene vist i tabell 8 viser klart at et 0.45 µm Ultipor N₆₆
 15 membran med et spesifikt boblepunkt (ASTM F316-86) vil gi
 absolutt fjerning av listeria.

Tabell 8: Titerreduksjoner av patogene organismer funnet i
 melk ved bruk av Pall membraner

Membran	Boblepunkt	Totalt innh. av Listeria bakt./ml	Filtrat bakt./ml	Titer reduksj. T ₃
0.45 µm, Ultipor N ₆₆	24 psi	7.10x10 ⁷	0	<5x10 ⁶
0.45 µm, Ultipor N ₆₆	22 psi	6.6x10 ⁷	1	4.7x10 ⁶
0.65 µm, Ultipor N ₆₆	16.5 psi	7.10x10 ⁷	7.5x10 ³	6.8x10 ²

EKSEMPEL TYVE-NI

Filtrert skummet melk fremstilt ved metoden i eksempel 16 ble
 oppsamlet i en desinfisert beholder.

Kommersielt tilgjengelig fløte blir oppvarmet til 65°C og
 35 filtreres gjennom en 0.2 mikron Ultipor N₆₆ filtreringskasse
 fra Pall Corporation i East Hills, NY, med en minimum titer-
 reduksjon på 10⁶ med E-Coli bakterier. Den filtrerte fløten
 har et betydelig redusert innhold av bakterier og oppsamles i
 en desinfisert beholder.

Den filtrerte skummetmelken og den filtrerte fløten blir
5 deretter blandet og homogenisert for å oppnå en 2% fettholdig
melk med reduserte bakterieinnhold.

10

15

20

25

30

35

P a t e n t k r a v

5 1.

Fremgangsmåte for behandling av råmelk for fremstilling av behandlet melk med et lavere bakterieinnhold enn råmelken, k a r a k t e r i s e r t v e d at fremgangsmåten innbefatter (1) separere melken i en fettfraksjon med et
10 minimum fettinnhold på ca. 10% og en skummetmelk fraksjon, (2) homogenisere skummetmelk fraksjonen og innen ca. 5 minutter fra homogeniseringen, utsette skummetmelk fraksjonen for dynamisk mikrofiltrering ved å føre skummetmelk fraksjonen gjennom et mikrofilter med en midlere porestørrelse
15 som er tilstrekkelig til å redusere bakterieinnholdet i melken som strømmer gjennom dette for å gi et filtrat som har et lavere bakterieinnhold enn den opprinnelige skummetmelk fraksjonen og et konsentrat med et høyere bakterieinnhold enn den opprinnelige skummetmelk fraksjonen, (3) separat redusere
20 bakterieinnholdet til fettfraksjonen og (4) deretter blande skummetmelk fraksjonen etter mikrofiltrering og fettfraksjonen med redusert bakterieinnhold.

2.

25 Fremgangsmåte i henhold til krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at bakterieinnholdet til fettfraksjonen er redusert ved dynamisk mikrofiltrering.

3.

30 Fremgangsmåte i henhold til krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at bakterieinnholdet til fettfraksjonen er redusert ved pasteurisering.

4.

35 Fremgangsmåte for fremstilling av melk med et fettinnhold på ca. 2%, k a r a k t e r i s e r t v e d at fremgangsmåten innbefatter (1) homogenisering av en skummetmelk fraksjon og innen ca. 5 minutter fra homogeniseringen, (2) utsette skummetmelk fraksjonen for dynamisk mikrofiltrering

ved å føre skummetmelk fraksjonen gjennom et mikrofilter med
en midlere porestørrelse som er tilstrekkelig til å redusere
5 bakterieinnholdet i melken som strømmer gjennom dette, for å
oppnå et filtrat som har et lavere bakterieinnhold enn den
opprinnelige skummetmelk fraksjonen og et konsentrat med et
høyere bakterieinnhold enn den opprinnelige skummetmelk
fraksjonen, (3) redusere bakterieinnholdet til en fløtefrak-
10 sjon med et minimum fettinnhold på ca. 10% og (4) deretter
blande skummetmelk fraksjonen etter mikrofiltrering og
fløtefraksjonen med det reduserte bakterieinnholdet.

15

20

25

30

35

INNKAPELET PROSESSBEHOLDER

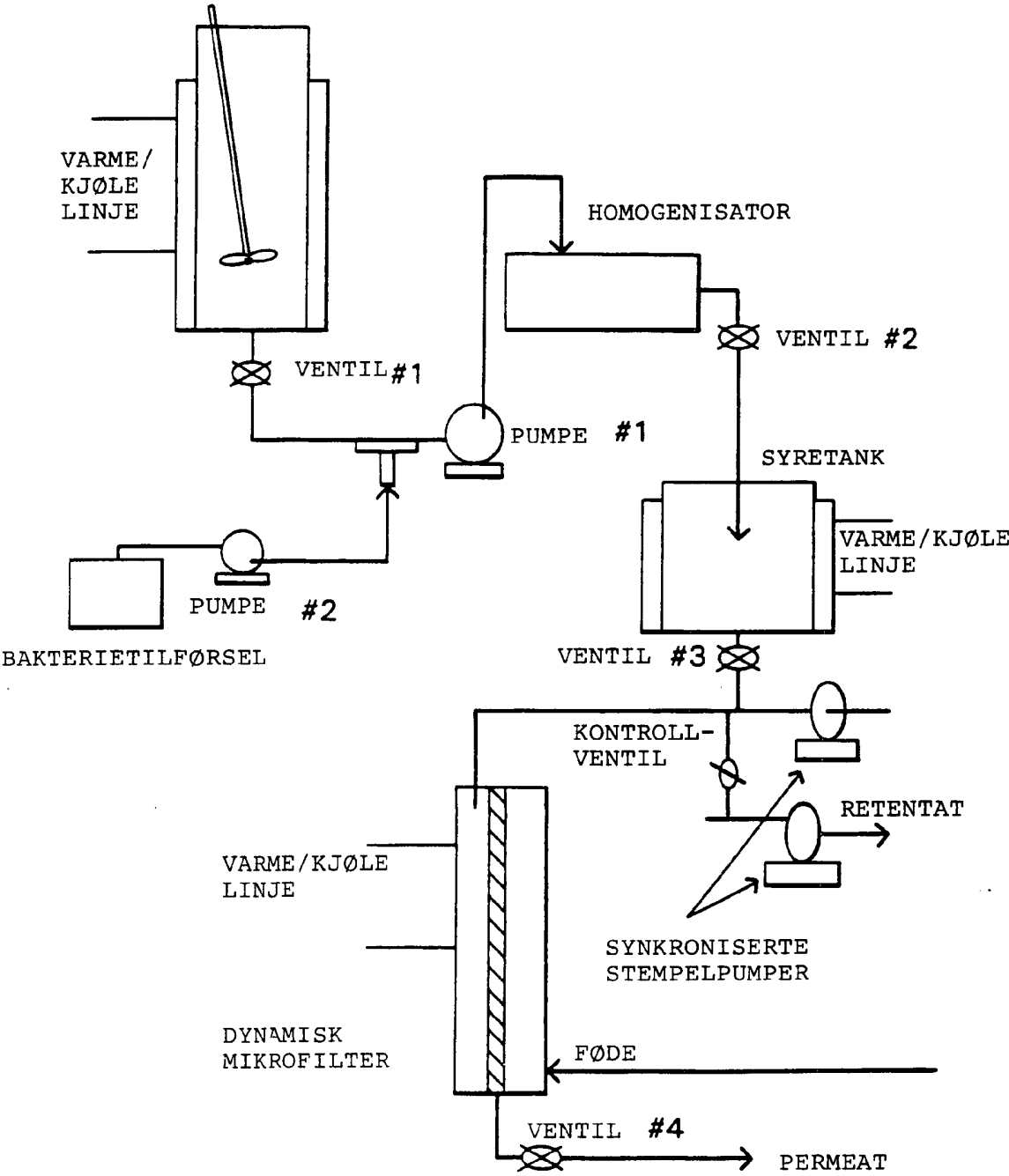


FIG. 1

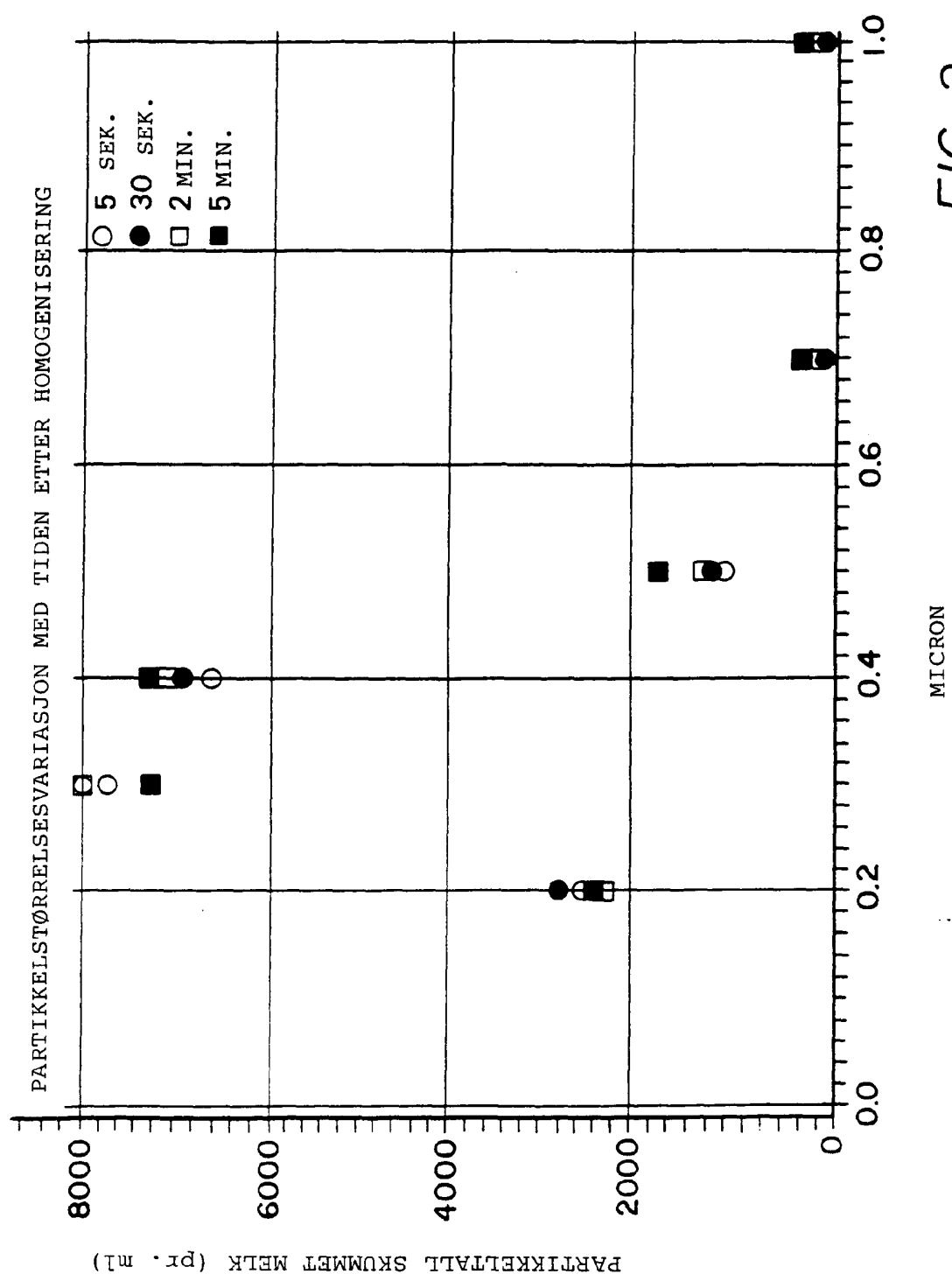


FIG. 2