



CH 688 909 A5



19



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
EIDGENÖSSISCHES INSTITUT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

11 **CH 688 909 A5**

51 Int. Cl.⁶: **A 23 C 009/142**
B 01 D 061/14

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

12 **PATENTSCHRIFT A5**

21 Gesuchsnummer: 01831/93

22 Anmeldungsdatum: 18.06.1993

30 Priorität: 19.06.1992 US A901238
09.04.1993 US A045971

24 Patent erteilt: 29.05.1998

45 Patentschrift
veröffentlicht: 29.05.1998

73 Inhaber:
Pall Corporation, 2200 Northern Boulevard,
East Hills/NY (US)

72 Erfinder:
Degen, Peter J., Huntington/NY (US)
Alex, Tony, Kendall Park/NJ (US)
Dehn, Joseph W., Jr., Great Neck/NY (US)

74 Vertreter:
A. Braun, Braun, Hérítier, Eschmann AG
Patentanwälte, Holbeinstrasse 36-38,
4051 Basel (CH)

54 **Produktion steriler Milch durch dynamische Mikrofiltration.**

57 Verfahren zur Behandlung von Rohmilch zur Herstellung von behandelter Milch mit einem niedrigeren Bakteriengehalt als Rohmilch. Die Milch wird homogenisiert und innerhalb von fünf Minuten nach Homogenisierung einer dynamischen Mikrofiltration zugeführt, um ein Filtrat zu erhalten, welches einen geringeren Bakteriengehalt aufweist als die ursprüngliche Rohmilch. Die resultierende Milch kann steril sein, frei von *Bacillus cereus* Bakterien, die normalerweise eine Verschlechterung der Milchqualität während der Kühlagerung verursachen. Die Milch ist sogar ungekühlt ohne Verderben über einen längeren Zeitraum transportfähig.



CH 688 909 A5

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Behandlung von Rohmilch zur Herstellung behandelter Milch mit einem gegenüber der Rohmilch niedrigeren Bakteriengehalt, wie es auch Gegenstand der US-Patentanmeldung Serial Nr. 07/901 238 mit Anmeldetag 19.06.1992, ist.

Die Erfindung betrifft also ein Verfahren zur Herstellung von Milch, Vollmilch oder entrahmter Milch, das Verfahrensprodukt sowie ein Verfahren zum Vertrieb der Milch an Abnehmer.

Zum Abtöten von in der Milch befindlichen Bakterien wird seit Jahrzehnten das bekannte Pasteurisationsverfahren angewendet. Unglücklicherweise beeinflussen die für die Pasteurisation notwendigen hohen Temperaturen den Geschmack der Milch negativ. Darüber hinaus eliminiert das Pasteurisationsverfahren selbst bei diesen hohen Temperaturen nicht alle unerwünschten Bakterien und führt zu der kurzen Haltbarkeitsdauer der meisten Milchprodukte.

Bacillus cereus ist in herkömmlich sterilisierter Milch höheren Alters meist das vorherrschende Bakterium, da dieses das Pasteurisationsverfahren überlebt und bei niedrigen Temperaturen gedeiht, was das Verderben der Milch fördert. Allgemein besteht ein Bedarf an einem Verfahren, mit dem der Bakteriengehalt sowohl in Voll- als auch in entrahmter Milch verringert werden kann, um die Haltbarkeit des Produktes zu erhöhen und seinen Geschmack durch Vermeiden des Pasteurisationsverfahrens zu verbessern.

Es ist auch von grosser wirtschaftlicher Bedeutung, das sehr kosten- und arbeitsintensive Vertriebsverfahren zu beseitigen, das zur Zeit für die Beförderung der Milch zum Abnehmer benötigt wird. z.Zt. muss jede Molkerei nach der Sterilisation der Rohmilch durch Homogenisierung und andere Schritte, die Milch für den Vertrieb an die Abnehmer in Behälter füllen und diese Milch gekühlt transportieren. Das bedeutet für jede Molkerei, dass sie einen grossen Park an Kühlfahrzeugen erwerben und unterhalten muss, um die Milch an den Ort des Abnehmers zu befördern. Durch Bereitstellung eines sterilen oder nahezu sterilen Milchproduktes wäre es möglich, den Transport der Milch unter Kühlbedingungen zu vermeiden. Leider liefert das Pasteurisationsverfahren lediglich Milch mit einem reduzierten Bakteriengehalt, nicht jedoch ein steriles Produkt.

Darüber hinaus wäre es, falls ein steriles Milchprodukt hergestellt werden könnte, nicht mehr nötig, die Milch am Vertriebsort gekühlt zu lagern. Die Vermeidung grosser Kühlabteile, wie sie z.B. in den typischen Lebensmittelgeschäften zu finden sind, wäre ebenfalls von grossem wirtschaftlichem Vorteil.

Selbst beim heutigen Pasteurisationsverfahren ist es in einigen Fällen sehr wichtig, den Bakteriengehalt der Milch schon vor der Pasteurisation zu senken, insbesondere dann, wenn eine bestimmte Menge Rohmilch so kontaminiert ist, dass blosse Pasteurisation nicht zu einer, nach heutigem Standard, angemessenen Haltbarkeitsdauer führen würde.

Für einige Anwendungen ist es ausserdem wertvoll, behandelte Milch liefern zu können, in der der Bakteriengehalt weitestgehend reduziert ist, z.B. auf ein Hundertstel des Ausgangswertes. Besonders wichtig ist es für die Herstellung von Käse, Milch mit einem verhältnismässig geringen Bakteriengehalt zu liefern, da falsche Bakterienkulturen den Käse zerstören können. Einfache Hitzebehandlung der Milch bis zu einem ausreichenden Grad ist normalerweise für die Käseproduktion nicht geeignet, weil eine derartige Hitzebehandlung zu einer niedrigeren Ausbeute an Käse führt und die Koagulationszeit negativ beeinflussen kann.

Konventionell werden zur Verringerung dieses Problems, Zusatzstoffe eingesetzt. Manchmal ist es aber erwünscht, den Einsatz dieser Zusatzstoffe zu vermeiden.

Es sind verschiedene Verfahren bekannt, mit denen Milch mit verringerter Bakterienzahl unter Einsatz von Filtrationen hergestellt wird, aber keines davon fand breite Akzeptanz. Die Verfahren nach dem Stand der Technik haben im allgemeinen entweder geringe Durchflussraten, wodurch die Durchführung des Verfahrens im grossen Umfang unwirtschaftlich wird, oder schädigen die Qualität der Milch, so dass das Produkt für den Abnehmer nicht akzeptabel ist.

Es wurde mit konventionellen Filtern versucht, Milch mit verringertem Bakteriengehalt herzustellen. Die schwedische Patentanmeldung No. 380 422 offenbart ein Verfahren, in dem Vollmilch durch Mikrofiltration in Filtrat- und Konzentrat-Fractionen aufgeteilt wird. Das Filtrat, das die Poren des Filters (die Porengrösse des Filters kann zwischen 0,1 micron – 10 micron sein) passiert, besteht aus Milch mit einem wesentlich verringertem Fettgehalt. Das Konzentrat, d.h. die Fraktion, die durch die Oberfläche des Filters zurückgehalten wurde, besteht aus Sahne, da nicht nur Bakterien, sondern auch Fettkügelchen in hohem Masse vom Filter zurückgehalten werden.

Die Schwedische Offenlegungsschrift No. SE-A 6 715 081 offenbart ein Verfahren zur Sterilisierung von Milch, bei dem zuerst das Fett von der entrahmten Milch getrennt wird. Danach wird die Fettfraktion hitzesterilisiert. Die entrahmte Milchfraktion wird sterilisiert, indem die Bakterien durch Filtration entfernt werden (die Porengrösse des Filters ist nicht angegeben). Zuletzt werden die Fett- und die entrahmten Milchfraktionen wieder gemischt, um ein steriles Milchprodukt zu erhalten. Um so durch Filtration der Bakterien, die entrahmten Milchfraktionen zu sterilisieren, muss die Porengrösse des Filters so klein sein, dass der Filter keine Bakterien durchlässt. Dies wiederum resultiert in geringen Durchlassraten und der unerwünschten Retention von Fettkügelchen und Proteinen aus der Milch.

U.S. Patent No. 5 064 674 bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung hypoallergener Milch durch Ultrafiltration unter Verwendung von Membranen, die für Moleküle mit einem Molekulargewicht von

5 kDa und weniger durchlässig sind. Die durch die Membran ausgeschlossenen Komponenten beinhalten Milchproteine, lebensfähige oder nichtlebensfähige Bakterien, bakterielle Proteinantigene und Milchlipid. Das beim Ultrafiltrationsverfahren gesammelte Filtrat ist daher nicht nur frei von Bakterien und bakteriellen Proteinantigenen, sondern auch von Fett und Milchproteinen, wodurch das Produkt als Milch per se unbrauchbar wird.

Offensichtlich entfernen die nach dem Stand der Technik verwendeten Bakterienfilter zur Sterilisierung von Milch nicht nur Bakterien, sondern auch Fettkügelchen und zumindest einige Proteine. Ein derartiges Filter wird schnell durch das zurückgehaltene Material zugesetzt, so dass die Durchflussrate rasch abnimmt und der Filter häufig gesäubert oder ersetzt werden muss. Die hohen Kosten eines solchen ineffizienten Verfahrens sind im allgemeinen untragbar. Darüber hinaus ist die Qualität der Milch, da der Filter auch Fettkügelchen und Proteine zurückhält, beeinträchtigt.

Aus der bisherigen Diskussion ist offensichtlich, dass immer noch ein Bedarf an einem verbesserten Milchfiltrationsverfahren besteht, welches ein steriles oder eher nahezu steriles Produkt mit verbesserter Haltbarkeit und unverminderter Qualität liefert.

Bisher sind einige Versuche zur Behandlung von Milch unternommen worden, bei denen Quer- oder Tangentialstrom-Filtrationsvorrichtungen zur Anwendung kamen. Solche Vorrichtungen sind bekannt.

Es sind verschiedene Arten von Filtrationsgeräten beschrieben worden, die eine solche Tangential- oder Querstromfiltration ermöglichen. Die vielleicht älteste bekannte Vorrichtung dieser Art ist beschrieben in der sowjetischen Patentanmeldung No. 142 626 von Zhevnovatyi, A.I. von 1961. Diese Vorrichtung wird von einem Rohr aus porösem Material gebildet, das in einem zweiten Rohr befestigt ist. Die zu filtrierende Suspension passiert unter Druck bei hoher Geschwindigkeit den ringförmigen Zwischenraum zwischen den beiden Rohren, wobei das Filtrat innerhalb des porösen Rohres fließt. Verbesserte Geräte ähnlicher Bauart verwenden zwei konzentrische Zylinder, wobei der innere der beiden Zylinder durch eine mikroporöse Membran gebildet ist und die Flüssigkeit, die einer erzwungenen helikalen Strömung unterworfen ist, um diesen inneren Zylinder herum fließt.

Andere Querstrom-Vorrichtungen beinhalten eine Serie von übereinanderliegenden Filterelementen in Form von Platten oder Scheiben, an deren beiden Frontflächen mikroporöse Membranen, z.B. um ein Filtrat-Sammel-Rohr, angeordnet sind, wobei die zu filtrierende Suspension in einer helikalen Bahn nacheinander zwischen den Scheiben passiert.

Es sind viele andere Variationen des Querstromfiltrations-Systems entwickelt worden. Zum Beispiel bezieht sich das U.S. Patent No. 5 009 781 auf eine Querstrom-Filtrationsvorrichtung mit einem Filtrat-Netzwerk, das mehrere longitudinale Filtratkammern beinhaltet sowie einen oder mehrere Filtratkanäle, die diese Kammern schneiden.

Das U.S. Patent No. 5 035 799 bezieht sich auf eine Querstromfiltrationsvorrichtung mit parallel im Filterbehälter angeordneten Filterblättern. Die Eingabe geschieht unter Druck, um im Medium eine turbulente Querströmung herzustellen.

Das U.S. Patent No. 5 015 397 betrifft eine Querstromfiltrationsvorrichtung und -verfahren, das ein Rohr spiralförmig aufgewickelten Profildrahts beinhaltet. Das kontaminierte Gut wird an einem Ende des Rohrs aufgegeben. Während es durch das Rohr fließt, werden die Verunreinigungen in ihm aufkonzentriert, während gereinigte Flüssigkeit die Wand des Rohrs durchdringt. Das U.S. Patent No. 5 047 154 betrifft ein Verfahren und ein Gerät, um die Flussrate von Querstromfiltrationssystemen zu erhöhen. Das U.S. Patent No. 4 569 759 betrifft eine Tangentialfiltrationsvorrichtung und eine Anlage, die eine derartige Vorrichtung enthält.

Querstromfiltration unterscheidet sich wesentlich von der Durchfluss-Filtration. Bei der Querstromfiltration erfolgt die Flüssigkeitszufuhr parallel zur Filteroberfläche, und die Filtration geschieht senkrecht zur Strömungsrichtung des Aufgabegutes. Im allgemeinen ist bei Querstromfiltrationsanlagen eine Akkumulation der herausgefilterten Stoffe an den Filtrationsvorrichtungen aufgrund der Scherkräfte der Strömung verringert, da die Strömung des Aufgabegutes tangential zur Membranoberfläche verläuft. Querstromfiltration eröffnet daher die Möglichkeit, wenn das verursachende Druckgefälle konstant gehalten wird, im sog. «Steady-State», also im Gleichgewicht, zu arbeiten. Leider konnte diese theoretische Möglichkeit in der Praxis nicht erreicht werden. Daher haben herkömmliche Querstromfiltrationssysteme immer unter dem Problem des abnehmenden Filtratflusses gelitten. Der grösste Teil der in Schwebefeststoffen befindlichen Feststoffe wurde an der Rohrwand zurückgehalten und bildete schnell eine dynamische Membran, die auch als Filterkuchen oder Schlammsschicht bezeichnet wird. Diese dynamische Membran ist zu einem Grossteil für die nachfolgende Filtration verantwortlich.

Die Partikel, die zuerst in die Wandmatrix eindringen, werden letztendlich aufgrund der unregelmässigen und gewundenen Form der Porenstruktur darin zurückgehalten. Bei fortschreitender Mikrofiltration wird die Durchdringung weiterer kleiner Partikel durch die Wandmatrix durch die dynamische Membran verhindert. Die Bildung der dynamischen Membran zusammen mit dem möglichen Zusetzen der Porenstruktur des Rohres durch die zurückgehaltenen Partikel führt zur Abnahme des Filtratflusses. In herkömmlichen Systemen erfolgt diese Abnahme annähernd exponential zur Filtrationszeit.

Querstromfiltration von Milch wurde zwar versucht, aber wegen der soeben diskutierten Probleme nicht allgemein akzeptiert. Das U.S. Patent No. 5 028 436 betrifft ein Verfahren zur Trennung in gelöste und ungelöste Milchbestandteile unter Verwendung einer mikroporösen Membran mit einer Porengrösse im Bereich von 0,1 bis 2 micron, die mit einer wässrigen Lösung oder einer Dispersion oder Emulsion

von Lipiden oder Peptiden und der an der vorbehandelten Membran abgetrennten Milch vorbehandelt wurde.

In dem im Patent offenbarten Verfahren wird ein erster Filtrationsschritt verwendet, bei dem eine mikroporöse Membran im Tangential-Strömungsverfahren genutzt wird. Es wird ein klares Filtrat und ein dickflüssiges Konzentrat erhalten. Das Filtrat enthält alle Salze, Laktose, Aminosäuren, Oligopeptide und Polypeptide von geringem Molekulargewicht in nativer, nichtdenaturierter Form. Das Konzentrat enthält praktisch das gesamte Kasein und die Fettkomponenten der Milch. Daher kann das Filtrat, wenn alle Fett-Substanzen daraus entfernt wurden, nicht als «Milch» betrachtet werden.

Das U.S. Patent No. 4 876 100 betrifft ein Querstromfiltrationsverfahren zur Herstellung von Milch mit einem verringerten Bakteriengehalt. Rohmilch wird durch Zentrifugation in eine aus Sahne und eine andere aus entrahmter Milch bestehende Fraktion getrennt. Die entrahmte Milchfraktion wird in einen Mikrofilter geleitet, in dem ein Teil der Fettkügelchen, der Proteine und der Bakterien getrennt werden. Vom Mikrofilter wird ein Filtrat und ein Konzentrat erhalten. Das Filtrat besteht aus entrahmter Milch mit einem erniedrigten Fett-, Protein- und Bakteriengehalt, wogegen das Konzentrat einen erhöhten Fett-, Protein- und Bakteriengehalt besitzt. Das Konzentrat wird anschliessend sterilisiert. Neben der Reduktion des Bakteriengehaltes des Filtrats reduziert die Filtrationsmethode des '100 Patentes auch den Fett- und Proteingehalt des Filtrats, wodurch seine Eigenschaften gegenüber der ursprünglichen, entrahmten Milch geändert werden.

Offensichtlich hat die Verwendung der Querstromfiltration bisher kein annehmbares Verfahren geliefert, um die bakterielle Kontamination von Milch verringern.

Ein Weg, um die mit der klassischen QuerstromfiltrationsTechnologie verbundenen Probleme zu überwinden, bietet sich mit der dynamischen Mikrofiltration. Das dynamische Mikrofiltrationsverfahren überwindet den Nachteil der klassischen Querstromtechnologie, da die Flüssigkeit nicht einfach nur tangential über die Membranoberfläche geleitet wird. Die Membranoberfläche oder ein fester Körper in der Nähe der Membranoberfläche werden derart bewegt, dass die Flüssigkeit an der Grenzfläche zwischen dem Rotor und dem Stator Scherkräften ausgesetzt ist. Die Scherkräfte bewirken eine mechanische Reinigung der Membranoberfläche, wodurch sie verhältnismässig sauber von teilchenförmigem Material gehalten und die Bildung eines «Filterkuchens an der Membranoberfläche» verhindert wird. Das teilchenförmige Material, das sich ansonsten an der Membranoberfläche ansammeln würde, bleibt in Suspension und wird schliesslich im Sekundärstrom, dem sog. Konzentrationsstrom, entfernt.

Dynamische Mikrofiltrationssysteme können verschiedene Formen haben. Z.B. betreffen die U.S. Patente Nos. 5 037 562; 3 997 447; 5 037 562; 3 997 447 und 4 956 102 dynamische Scheiben (Disk-) Mikrofiltrationssysteme.

Zylindrische dynamische Mikrofiltrationsvorrichtungen werden in den U.S. Patenten Nos. 4 956 102; 4 900 440; 4 427 552; 4 093 552; 4 066 554 und 3 797 662 sowie vielen anderen offenbart. Die Offenbarung aller Patente, die in dieser Anmeldung angeführt werden, wird hierdurch als Querverweis eingeschlossen. Bisher wurde keine dynamische Mikrofiltration für die Herstellung von Milch angewendet und der Einsatz der Querstromfiltration von Milch war begrenzt und wurde prinzipiell eingesetzt, um Milch auf der Grundlage des Fettgehalts in Komponenten zu fraktionieren.

Es ist nun überraschenderweise entdeckt worden, dass durch das erfindungsgemässe Verfahren die dynamische Mikrofiltration von Milch erfolgreich, ohne die bekannten Probleme der Zerstörung der Milchqualität, des vorzeitigen Zusetzens der Filter und der unzureichenden Entfernung der Bakterien, durchgeführt werden kann.

Erfindungsgemäss wird die Milch, entweder Voll- oder entrahmte Milch, erst homogenisiert und dann einer Filtration zugeführt. Bei der Durchführung der Homogenisation als erstem Schritt wird die Partikelgrösse der Fettkügelchen und anderer grosser, in Schwebelager befindlicher Komponenten der Milch deutlich verringert, was die Mikrofiltration der Milch ermöglicht, ohne dass Fett und andere Komponenten signifikant entfernt oder mitgerissen werden.

Milch ist eine Emulsion von Fett und Proteinpartikeln in Wasser. Homogenisation bietet ein Verfahren, die Grösse der emulgierten Partikel zu reduzieren, um den Durchtritt durch eine entsprechend dimensionierte Mikroporenmembran zu ermöglichen und dadurch die hierin enthaltenen Bakterien zurückzuhalten, ohne unerwünschte Entfernung des Fett- und Proteingehalts der Milch.

Nach der Homogenisierung wird die Milch unter Verwendung der dynamischen Mikrofiltration filtriert. Die Erfindung liefert daher ein verbessertes Verfahren zur Herstellung von Milch mit einem erniedrigten Bakteriengehalt, ohne dass die Milch pasteurisiert werden muss. Der Teil der Milchfraktion, der durch den Mikrofilter zurückgehalten wird (die Konzentratfraktion), kann als Teil des Aufgabeguts rezirkuliert, aber auch entfernt oder in anderen Verfahren genutzt werden.

Diese Erfindung liefert also ein Verfahren zur Behandlung von Rohmilch, um behandelte Milch mit einem gegenüber Rohmilch verringerten Bakteriengehalt herzustellen. Das Verfahren beinhaltet, dass die Milch homogenisiert wird und, innerhalb von etwa 5 Minuten nach Homogenisation, einer dynamischen Mikrofiltration zugeführt wird, wobei die Milch durch einen Mikrofilter geleitet wird, dessen durchschnittliche Porengrösse ausreichend ist, um den Bakteriengehalt der durchfliessenden Milch zu verringern und um ein Filtrat mit einem gegenüber der anfänglichen Rohmilch niedrigeren Bakteriengehalt und zu einem Konzentrat mit einem gegenüber der Ausgangsrohmilch höheren Bakteriengehalt zu erhalten. Die so erhaltene Milch besitzt einen sehr niedrigen Bakteriengehalt von etwa 10^3 Bakteri-

en/ml oder weniger und enthält mehr organoleptische Komponenten als pasteurisierte Milch gleichen Bakteriengehalts.

Die Milch, die als Produkt des erfindungsgemässen Verfahrens erhalten werden kann, ist im allgemeinen haltbarer als Milch, die auf konventionellem Weg pasteurisiert wurde. In pasteurisierter Milch gibt es signifikante Bakterienrückstände, da Milch von Natur aus bestimmte Bakterien enthält, die auch das Pasteurisationsverfahren überleben. Daher muss pasteurisierte Milch weiterhin gekühlt gelagert werden, um das Bakterienwachstum und das Verderben der Milch zu reduzieren.

Leider sind einige der in Rohmilch enthaltenen Bakterien sowohl hitzestabil (Bakterien, die die Pasteurisation überleben) als auch psychrophil (Bakterien, die bei geringen Temperaturen von unter 15 Grad Celsius wachsen), wie z.B. *Bacillus cereus*. Die Anwesenheit thermostabiler, psychrophiler Bakterien in abgepackten Milchprodukten ist sehr nachteilig, da deren sogar unter Kühlbedingungen schnelles Wachstum zum Verderben der Milch führt.

Diese Erfindung kann sterile Milch herzustellen, die sogar bei Raumtemperatur für längere Zeit, z.B. für mehr als 30 Tage, gelagert werden kann. Die sterile Milch gemäss der Erfindung kann allgemein durch die Abwesenheit von Bakterien charakterisiert werden, insbesondere durch das Fehlen von folgender Bakterien und Pathogene:

	Thermostabile Bakterien	
20	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> , <u>L. helveticus</u> , <u>L. casei</u> , <u>L. trichodes</u>
25	Staphylococcus	<u>S. aureus</u> , <u>S. eidermidis</u> ,
	Bacillus	<u>B. cereus</u> , <u>B. subtilis</u> , <u>B. macerans</u> , <u>B. stearothermophilus</u>
30	Clostridium	<u>C. butyrium</u> , <u>C. pasteurianum</u> , <u>C. botulinum</u> , <u>C. perfringens</u> <u>C. tetani</u>
	Psychrophile Bakterien	
35	Pseudomonas	<u>P. aeruginosa</u> , <u>P. fluorescens</u> <u>P. pseudomallei</u> , <u>P. mallei</u>
	Archromobacter	
	Alcaligenes	
40	Acientobacter	<u>A. lignieressii</u> , <u>A. A. equirdi</u>
	Flavobacterium	<u>E. aquatile</u> , <u>E. meningosepticum</u>
	Bacillus	<u>B. cereus</u> , <u>B. subtilis</u> , <u>B. macerans</u> , <u>B. stearothermophilus</u>
45	Coliforme Bakterien	
	Enterobacter	<u>E. coli</u> , <u>Salmonella Typhi</u> , <u>Shigella Dysenteriae</u> , <u>Klebsiella Pneumoniae</u>
50	Andere	
	Listeria	<u>L. monocytogenes</u>

Die erfindungsgemässe Milch kann daher die Bedingungen für pasteurisierte Milch der Klasse A erfüllen oder übertreffen, wonach die mit Standardmethoden festgestellte Kolonienzahl der Bakterien in der Milch 30 000 pro ml nicht übersteigen und coliforme Bakterien nur mit weniger als 10 Kolonien pro ml enthalten sein dürfen.

Bei einer anderen Ausführungsform liefert die Erfindung ein Verfahren zur Behandlung von Rohmilch, um behandelte Milch mit einem gegenüber der Rohmilch verringerten Bakteriengehalt herzustellen. Dieses Verfahren beinhaltet (1) die Milch in eine Fettfraktion mit einem minimalen Fettgehalt von etwa 10% und in eine entrahmte Milchfraktion zu trennen, (2) die entrahmte Milchfraktion zu homogenisieren und, innerhalb von 5 Minuten nach Homogenisation, der dynamischen Mikrofiltration zu unterwerfen, wobei die entrahmte Milchfraktion durch einen Mikrofilter mit einer mittleren Porengrösse, die ausreicht, den Bakteriengehalt der durchfliessenden Milch zu verringern, geleitet wird und das resultierende Filtrat ei-

nen niedrigeren Bakteriengehalt als die ursprüngliche Fraktion entrahmter Milch, während das Konzentrat einen höheren Bakteriengehalt als die ursprüngliche Fraktion entrahmter Milch besitzt; (3) getrennt davon, Reduktion des Bakteriengehalts der Fettfraktion; und (4) nachfolgende Kombination der entrahmten Milchfraktion nach Mikrofiltration und der Fettfraktion mit erniedrigtem Bakteriengehalt.

Bei einer weiteren Ausführungsform schafft die Erfindung ein Verfahren zur Herstellung von Milch mit einem Fettgehalt von etwa 2%, mit:

(1) Homogenisieren der entrahmten Milchfraktion und, innerhalb von 5 Minuten nach der Homogenisation, (2) Zuführung der entrahmten Milchfraktion einer dynamischen Mikrofiltration, indem die entrahmte Milchfraktion durch einen Mikrofilter mittlerer Porengrösse geleitet wird, die ausreicht, um den Bakteriengehalt der durchfliessenden Milch zu verringern, wobei das resultierende Filtrat einen niedrigeren Bakteriengehalt als die ursprüngliche Fraktion entrahmter Milch aufweist, während das Konzentrat einen höheren Bakteriengehalt besitzt als die ursprüngliche Fraktion entrahmter Milch, (3) Reduktion des Bakteriengehalts einer Sahnefraktion mit einem Mindestfettgehalt von etwa 10%, und (4) anschliessende Kombination der entrahmten Milchfraktion nach Mikrofiltration und der Sahnefraktion mit verringertem Bakteriengehalt.

Die Erfindung schafft ausserdem ein Verfahren zur Behandlung von Milch für den Verzehr durch den Verbraucher, das aufweist: Erhalten von Rohmilch; Homogenisieren der Milch; innerhalb von etwa 5 Minuten nach Homogenisation, Unterwerfen der entrahmten Milchfraktion der dynamischen Mikrofiltration, wobei die Milchfraktion durch ein Mikrofilter mit einer mittleren Porengrösse, die zur Reduktion des Bakteriengehalts der durchfliessenden Milch ausreichend ist, geleitet wird, um ein Filtrat mit einem niedrigeren Bakteriengehalt als die ursprüngliche Rohmilch zu erhalten; Verpacken der Milch in für den Gebrauch durch den Abnehmer geeignete Behälter, und Transportieren der Milch ohne Kühlung zu einem Punkt, von dem aus die Milch an den Verbraucher vertrieben werden kann.

Allgemein schafft die Erfindung ein Vertriebsverfahren für Milch für den Verzehr durch den Verbraucher, das aufweist: Rohmilch zu erhalten, den Bakteriengehalt der Milch auf ein Level von 10^3 Bakterien pro ml oder weniger zu senken, die Milch für den Gebrauch durch den Abnehmer in einen Behälter zu verpacken und sie ohne Kühlung zu einem Punkt zu transportieren, von dem aus sie an den Verbraucher vertrieben werden kann. Dadurch werden Kühltransporte und Auslieferungsfahrzeuge unnötig.

Nachfolgend wird die Erfindung anhand der begleitenden Zeichnungen näher erläutert, wobei:

Fig. 1 ein schematisches Diagramm der im erfindungsgemässen Verfahren eingesetzten Ausrüstung, und

Fig. 2 eine Darstellung der Partikelgrössen der Milch nach Homogenisation

zeigt.

Das Ausgangsmaterial ist frische, unbehandelte Rohmilch von einem domestizierten Tier, z.B. einer Kuh. Das erfindungsgemässe Verfahren kann auch auf behandelte Milch, z.B. pasteurisierte, angewendet werden, obwohl dann nicht alle Vorteile, wie die Herstellung von Milch mit im Vergleich zu pasteurisierter Milch verbesserten organoleptischen Eigenschaften, zum Tragen kommen.

Die zu behandelnde Rohmilch kann zuerst durch einen Wärmetauscher geleitet werden, um sie auf eine geeignete Temperatur zu bringen und, falls gewünscht, dann eine Trennzentrifuge passieren, um die gesamte oder einen Teil der Sahnefraktion in herkömmlicher Weise zu entfernen.

Als Überblick: Die Rohmilch wird homogenisiert und ziemlich schnell durch einen dynamischen Mikrofilter gegeben, wodurch eine Filtratfraktion und eine Konzentratfraktion entstehen. Die Poren des Mikrofilters sind derart bemessen, dass sie zumindest einen Teil der Bakterien zurückhalten. Das Filtrat, bei dem es sich um den Teil der Milchfraktion handelt, der die Rückhalte-Oberfläche des Mikrofilters passiert, besteht aus Milch ohne oder mit verringertem Bakteriengehalt (verglichen mit Milch vor Mikrofiltration), wobei der Fett- und Proteingehalt im wesentlichen unverändert bleibt. Die Filtratfraktion kann dann entweder direkt zur Herstellung anderer Produkte, z.B. Milchpulver, genutzt werden oder ohne weitere Behandlung abgepackt werden.

Die Filtratfraktion ist aus vielen Gründen erwünschter als die durch herkömmliche Pasteurisation erhaltene Milch. Sie enthält mehr organoleptische Bestandteile als pasteurisierte Milch, wodurch sie, gemäss den Wünschen des Verbrauchers, gehaltvoller im Geschmack wird. Darüber hinaus hat die erfindungsgemäss erhaltene Milch eine wesentlich längere Haltbarkeit, da z.B. psychrophile Bakterien, wie *Bacillus cereus*, mit dieser Erfindung vollständig entfernt werden können, was mit herkömmlicher Pasteurisation unmöglich war.

Die Konzentratfraktion, d.h. der Teil der Milchfraktion, der von der Membranoberfläche des Mikrofilters, von der er zurückgewonnen werden kann, zurückgehalten wird, besteht aus Milch mit einem erhöhten Bakteriengehalt (im Vergleich zu der eingesetzten Milch vor der Mikrofiltration), wobei sich der Fettkügelchen- und Proteingehalt im wesentlichen nicht ändert. Die Konzentratfraktion kann anschliessend verworfen oder in anderen Verfahren genutzt werden.

Das Filtrat kann noch einige Bakterien enthalten, aber je niedriger der Bakteriengehalt ist, umso haltbarer ist das Produkt. Eine vollständige Sterilisation ist erwünscht, aber die anfängliche Wachstumsrate einer geringen Konzentration von verbleibenden Bakterien ist normalerweise niedrig genug, um dem Milchprodukt eine wesentlich verlängerte Haltbarkeit zu verleihen.

Die Haltbarkeit der Milch, die gemäss dem erfindungsgemässen Verfahren hergestellt wird, ist gegenüber der herkömmlich pasteurisierten Milch beträchtlich verlängert, da besonders die Konzentration von *Bacillus cereus*-Bakterien stark reduziert ist.

Da die erfindungsgemässe Milch steril gemacht werden kann (wogegen Milch, die unter Anwendung herkömmlicher Pasteurisationsverfahren erhalten wird, nicht wirklich steril sein kann), kann sie eine extrem lange Haltbarkeit bei Raumtemperatur oder unter gekühlten Bedingungen haben, insbesondere wenn die Milch unter aseptischen Bedingungen in Behälter abgefüllt wird. Ein Weg, dies zu erreichen, ist die Form-Füll-Siegel-Technik (form-fill-seal-technique), die in der Verpackungsindustrie bekannt ist. Die Technik wird häufig zur Verpackung steriler Lösungen oder ähnlichem, z.B. in der pharmazeutischen Industrie, angewendet. Die Milch, die erfindungsgemäss hergestellt wurde, kann unter Verwendung der Form-Füll-Siegel-Technik abgefüllt werden. Diese Milch kann dann selbst bei Raumtemperatur eine extrem lange Haltbarkeit haben.

Das genaue Verfahren oder die Anlage zur Abfüllung ist nicht kritisch. Nur beispielhaft und zur Erläuterung der Form-Füll-Siegel-Technik, wird die folgende Beschreibung vorgelegt.

Einige vertikale Form-Füll-Siegel-Anlagen verwenden ebenes Bahnmaterial einer synthetischen, thermoplastischen Folie, das von einer Rolle abgewickelt und in einem Schlauch-formenden Verfahrensschnitt zu einem Endlos-Schlauch geformt wird, indem die Längskanten der Folie wasserdicht miteinander verbunden werden. Bei anderen Vorrichtungen wird der Schlauch zum Zeitpunkt des Gebrauchs aus einer Harzschmelze extrudiert. Der so gebildete Schlauch wird zu einer Abfüllstation weitergefördert, wo er entlang seines Querschnitts (transverse cross-section) zusammengeklappt wird. Der Querschnitt liegt an einer Siegelstation unterhalb der Abfüllstation. Die Siegelstation stellt eine Querschweisssnaht am zusammengeklappten Teil des Schlauchs her, wodurch der Schlauch luftdicht verschlossen wird. Nach Anbringung der Quer-Siegelnaht wird eine bestimmte Menge des zu verpackenden Materials, z.B. Flüssigkeit, an der Füllstation in den Schlauch eingefüllt und der Schlauch oberhalb der erwähnten Quer-Siegelung gefüllt. Der Schlauch wird dann eine vorgegebene Distanz abwärts bewegt und quer an der zweiten Querstation versiegelt und abgetrennt. Eine derartige, vertikale Form-Füll-Siegel-Anlage, wie sie soeben beschrieben wurde, wird unter dem Warenzeichen PREPAC vertrieben, eine andere ist im U.S. Patent Nr. 5 038 550 offenbart.

Die Milchfraktion wird nach einer eventuellen Auftrennung durch Zentrifugation vor der Homogenisierung bevorzugt zuerst auf eine für die Homogenisierung brauchbare Temperatur erwärmt oder gekühlt. Die Milch wird danach in einen Homogenisierer gegeben, in dem die Grösse des emulgierten Fetts soweit reduziert wird, dass es die Membran passieren kann. Bevorzugt ist eine Grösse aller suspendierten Partikel von weniger als etwa 1 micron. Es ist wichtig, dass die Milch verhältnismässig bald nach der Homogenisierung gefiltert wird. Bevorzugt erfolgt die Filtration innerhalb von weniger als etwa 5 Minuten, besonders bevorzugt innerhalb von weniger als etwa 2 Minuten und im ganz besonders bevorzugt in weniger als etwa 30 Sekunden nach Homogenisierung.

Hier ist der wichtige Punkt nicht die Zeit, die vor Filtration verstreicht, sondern die Durchführung der Filtration vor wesentlicher Agglomeration der Kügelchen, die zur Bildung einer beträchtlichen Anzahl von Partikeln mit einer Grösse von mehr als etwa 1 micron führt.

Es ist unverzichtbar, die entrahmte oder Vollmilch vor der Filtration in einer zylindrischen, dynamischen Mikrofiltrationseinheit zu homogenisieren, um die Fettbestandteile und andere Komponenten der Milch gründlich zu emulgieren und zu suspendieren, deren Grösse ausreichend zu verringern und so eine einwandfreie Filtration zu erreichen. Ein rotierender Scheibenfilter entwickelt schon direkt an der Oberfläche der sich drehenden Scheibe bedeutende Scherkräfte. Daher kann ein gewisser Grad der Homogenisierung der Milch im wesentlichen gleichzeitig mit der Filtration erfolgen. Eine solche «Eigen»emulgation der Milch durch die Wirkung des dynamischen Mikrofilters ermöglicht es, dass entrahmte Milch, ohne dass es eines separaten Homogenisierers bedarf, unter Verwendung eines sich drehenden Scheibenfilters hergestellt wird.

Tatsächlich bewirkt die Umgebung des Rotations-Scheibenfilters, dass die Milch sowohl homogenisiert als auch gleichzeitig filtriert wird, was durch eine zylindrische Rotations-Filtereinheit nicht erreicht wird. Ein Rotations-Scheibenfilter kann eine Schergeschwindigkeit von etwa 200 000 sec⁻¹ hervorrufen, wogegen eine sich drehende, zylindrische Einheit lediglich eine Schergeschwindigkeit von etwa 10 000 sec⁻¹ bewirkt.

Obwohl die Scherkräfte in einer sich drehenden Scheibenfiltereinheit beträchtlich sind, kann in den meisten Fällen nicht davon ausgegangen werden, dass sie ausreichen, um Vollmilch im erforderlichen Ausmass zu homogenisieren.

Dynamische Filtration

Erfindungsgemäss wird die Filtration als dynamische Filtration durchgeführt, d.h. dass das Filtermedium selbst in ständiger Bewegung gehalten wird, so dass die tatsächliche Flussrate der Milch über dem Filter ausserordentlich hoch ist. Die spezielle physikalische Form der dynamischen Membran ist nicht entscheidend. Die Membran kann also z.B. die Form von Scheiben oder Zylindern haben. Solche dynamische Mikrofiltrationsvorrichtungen sind vorher erörtert worden und für eine Anwendung in der Erfindung geeignet. Im allgemeinen besteht der dynamische Mikrofilter aus einem zylindrischen oder schei-

benförmigen Membranelement, das sich in einem es umgebenden, undurchlässigen Zylinder dreht. In einem zylinderförmigen, dynamischen Mikrofilter wird, wenn die zu filternde Flüssigkeit in den Spalt zwischen dem Stator und der rotierenden Membran gegeben wird, der Impuls der sich drehenden Membran auf die Flüssigkeit übertragen. Die Flüssigkeit nahe des inneren Zylinders erfährt dabei eine grössere Zentrifugalkraft als die Flüssigkeit nahe des äusseren Zylinders. Dieses Phänomen ruft unter bestimmten Bedingungen ein Strömungsmuster hervor, das als Taylorscher Wirbel bekannt ist und den Aufbau nennenswerter Rückstände an der Membranoberfläche verhindert.

Das dynamische Filtrationsverfahren nutzt die Entstehung der Taylorschen Wirbel, indem es die Oberfläche der Membran frei von möglichen Rückständen hält, deren Bestandteile dadurch in der zu filternden Flüssigkeit suspendiert bleiben. Das Verfahren teilt das Aufgabegut in ein Filtrat (der Teil der Flüssigkeit, der die Membran passiert) und ein Konzentrat (die Fraktion, die die suspendierten Partikel enthält, die sich normalerweise an der Oberfläche der Membran abgesetzt und die Membran dadurch zugesetzt hätten). Derart kann eine hohe Flussrate durch die Membran über einen langen Zeitraum aufrechterhalten werden. Die Menge des Aufgabeguts und des Konzentrats muss derart gesteuert werden, dass sich ein beständiger Fluss ergibt. Selbst mit geringen Flussraten des Konzentrats ist es möglich, einen beständigen Fluss der Flüssigkeit zur Membranoberfläche aufrechtzuhalten.

Die dynamische Mikrofiltration ermöglicht eine grosse Spannweite wirksamer Oberflächengeschwindigkeiten des Filters relativ zur aufgegebenen Milch. Z.B. ist eine wirksame Oberflächengeschwindigkeit von etwa 3 m/sec bis etwa 50 m/sec einsetzbar, bevorzugt von etwa 5 m/sec bis etwa 30 m/sec und besonders bevorzugt von etwa 8 m/sec bis etwa 20 m/sec.

Um die erwünschten Oberflächengeschwindigkeiten zu erreichen, muss ein repräsentatives Filtermedium in Form eines Zylinders mit einem Durchmesser von etwa 6,35 cm mit einer Geschwindigkeit von etwa 1000 bis etwa 6000 Umdrehungen pro Minute (Upm) gedreht werden, wobei üblicherweise eine Geschwindigkeit von 5000 Upm genommen wird.

Wenn eine dynamische Scheiben-Filtrationseinrichtung eingesetzt wird, hat der typische Scheibenfilter einen Durchmesser von etwa 5,08 bis etwa 121,92 cm. Solche Scheiben können z.B. mit Geschwindigkeiten von etwa 1000 Upm bis etwa 8000 Upm (üblicherweise von etwa 3000 bis etwa 6000 Upm) gedreht werden, abhängig von der Bauart dieses speziellen, zur Anwendung kommenden, dynamischen Mikrofilters.

Vorzugsweise liegen die Schergeschwindigkeiten eines solchen Scheibenfilters zwischen etwa $100\,000\text{ sec}^{-1}$ bis etwa $400\,000\text{ sec}^{-1}$. Unter den bevorzugten Scheibenfiltern befinden sich solche der Art, wie sie in der U.S. Patentanmeldung Nr. 07/812 123, angemeldet am 24.12.1991, offenbart sind. Die zugehörige Patentschrift wird in dieser Patentschrift als Offenbarung zur Vermeidung von Wiederholungen eingeführt.

Die Porengrösse des Mikrofilters ist so gewählt, dass die in der Milch enthaltenen Bakterien zurückgehalten werden und gleichzeitig eine akzeptable Flussrate durch den Mikrofilter aufrechterhalten bleibt. Geeignete Membranen sind hydrophile, mikroporöse Membranen mit guten Strömungseigenschaften, enger Verteilung der Porengrösse und gleichbleibender Leistung bei der Entfernung der interessierenden Bakterien. Die Porengrösse der Mikrofiltermembran sollte von etwa 0,01 micron bis etwa 5,0 micron reichen, wie es mit Methoden nach dem Stand der Technik bestimmbar ist. Die Tests sind als Blasenbildungspunkt (ASTM F316-86) und K_L -Verfahren (U.S. Patent Nr. 4 340 479) bekannt. Vorzugsweise wird die Porengrösse von etwa 0,1 bis etwa 1,0 micron reichen. Besonders bevorzugt sind Filter, deren Porengrösse von etwa 0,2 bis etwa 0,5 micron reicht. Solche mikroporösen Filter sind wohlbekannt und leicht zu erhalten.

Bevorzugte mikroporöse Membranen, die erfindungsgemäss verwendet werden können, umfassen solche, wie sie von der Pall Corporation unter den Warenzeichen Ultipor N₆₆®, Fluorodyne® und Posidyne®; von Cuno Corporation unter dem Warenzeichen Zetapor® und von Millipore unter dem Warenzeichen Durapore® verkauft werden.

Die zylinderförmigen Membranelemente, die erfindungsgemäss eingesetzt werden, beinhalten solche, die mit bekannten Verfahren an einer Halterung leckdicht befestigt sind.

Zuletzt sollten die Bakterien in einen Strom konzentriert werden, der weniger als 5% des Aufgabeguts enthält; mehr als 95% der normalerweise in Milch enthaltenen Feststoffe und Proteine sollen über einen längeren Zeitraum die Membran passieren.

Der dynamische Mikrofilter kann für einmaligen Durchgang betrieben werden, ohne dass das Konzentrat rückgeschleust werden muss. Falls erwünscht, kann das Konzentrat zum Aufgabegut rückgeführt werden. Wenn ein zylinderförmiger, dynamischer Mikrofilter verwendet wird, kann er mit verschiedenen Verhältnissen von Filtratströmung zur gesamten Aufgabegutströmung (Konzentrationsfaktoren) betrieben werden. Ein Filtrat/Aufgabegut-Verhältnis von mehr als 90%, besser noch etwa 95% und insbesondere mehr als 98% ist vorteilhaft beim Betrieb eines zylinderförmigen dynamischen Mikrofilters, um hauptsächlich das erwünschte, nur äusserst wenige Bakterien enthaltende Filtrat zu erhalten.

Ähnlich verhält es sich, wenn ein sich drehender, scheibenförmiger dynamischer Mikrofilter verwendet wird. Er kann auch bei verschiedenen Verhältnissen von Filtratströmung zu Gesamt-Aufgabegutströmung betrieben werden, wobei eine breite Variation von Filtrat/Aufgabegut-Verhältnissen möglich ist. Die Wahl eines grossen Verhältnisses führt zu geringem Durchfluss, während ein kleines Verhältnis hö-

heren Durchfluss bedeutet. Es wird angenommen, dass ein Betrieb bei einem Verhältnis von etwa 40% vorteilhaft ist, um eine gleichbleibende Durchflussmenge durch den Filter aufrechtzuerhalten, obwohl auch andere Verhältnisse verwendet werden können.

Die Filtration der frisch homogenisierten Milch kann warm bei 40°C bis 60°C durchgeführt werden, was in etwa der bei ungefähr 40°C liegenden Kristallisationstemperatur der höher schmelzenden Bestandteile des Milchfetts entspricht. Dieser Wert liegt unter dem bei herkömmlicher thermischer Pasteurisation verwendeten. Alternativ kann, unter einer geringen Verminderung der Durchflussmenge, die Milch bei viel niedrigeren Temperaturen filtriert werden, wie z.B. zwischen etwa 15°C und etwa 35°C, insbesondere von etwa 20°C bis etwa 25°C.

Allgemein

Nach der Mikrofiltration kann das Konzentrat in jeder geeigneten Weise abgenommen werden, einer weiteren Behandlung zugeführt oder direkt genutzt werden.

Das Verfahren dieser Erfindung kann vorteilhafterweise genutzt werden, wenn das erwünschte Endprodukt entweder Vollmilch, standardisierte Milch oder entrahmte Milch ist.

Die Durchflussmenge durch eine die Bakterien zurückhaltende Membran ist bei Milch mit einem verringerten Fettgehalt normalerweise höher als bei Milch mit hohem Fettgehalt. In bestimmten Situationen ist es wirtschaftlich vorteilhafter, Milch mit einem höheren Fettgehalt (z.B. Milch mit 2% Fett) herzustellen, indem filtrierte, entrahmte Milch mit einer filtrierten Fettfraktion gemischt wird. Bei dieser Fettfraktion kann es sich um eine Sahnefraktion mit einem Mindestfettgehalt von etwa 10% handeln.

Die Filtration der Sahnefraktion kann mit dem in der Anmeldung No. 07/952 337 offenbarten Verfahren oder unter Verwendung einer Filterpatrone erfolgen, die an ihrem einen Ende einen für Bakterien undurchlässigen Filter aufweist. Die Filtration kann in einer industriell akzeptablen Weise durchgeführt werden, indem die Fettmischung bis zu einem Punkt erhitzt wird, an dem sie sich im flüssigen Zustand befindet und leicht durch eine mikroporöse Membran filtriert werden kann. Das vorgewärmte Fett kann vor der Filtration homogenisiert werden. Alternativ kann das Fettgemisch zur Verminderung des Bakteriengehalts einer Pasteurisation zugeführt werden oder es kann eine Kombination aus Pasteurisation und Mikrofiltration angewendet werden.

Ferner kann, falls mit dem Verfahren ein Proteinkonzentrat der Milch eines transgenen Tiers (z.B. einer transgenen Kuh) erhalten werden soll, die dynamische Mikrofiltration unter Verwendung einer mikroporösen Membran mit einer Porengrösse von etwa 0,2 micron oder weniger durchgeführt werden, um ein hochkonzentriertes Konzentrat zu erreichen.

Eine geeignete Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemässen Verfahrens kann konstruiert werden, indem herkömmliche Geräte wie Trennzentrifugen, Mikrofilter, Sterilisationseinheiten, Wärmetauscher und Pumpen untereinander verbunden werden. Fachleute werden leicht in der Lage sein, Ventile zur Strömungs- und Drucksteuerung und andere notwendige Hilfsvorrichtungen zu liefern, um eine solche Anlage betriebsbereit zu machen und mit weiteren üblichen, für die spezielle Anwendung notwendigen Modifikationen zu versehen.

Alle bisher erwähnten Entgegenhaltungen sind als Querverweise hier enthalten. Die nun folgenden Beispiele verdeutlichen bestimmte Anwendungsformen, sind aber in keiner Weise als Begrenzung des Umfangs der Erfindung, wie sie in den Ansprüchen offenbart wird, gedacht.

Allgemeines Verfahren

Für die Beispiele wurden folgende allgemeine Verfahren angewendet.

Verfahren A:

Temperatureinstellung der Milch

Falls nicht anders angegeben, handelt es sich bei der in den folgenden Beispielen verwendeten Milch um käuflich im Einzelhandel erworbene Milch.

Die Temperatur der Milch wurde vor der Filtration auf eine für die Behandlung geeignete Verfahrenstemperatur gebracht. Die bevorzugte Betriebstemperatur (40–60°C) wurde verwendet, da der grösste Teil des Milchfetts bei dieser Temperatur in nicht-kristallisierter Form vorliegt. Das Verfahren fand in einem ummantelten 35 l Fermentationsgefäss statt (Typ 3000 von Chemap A.G.). Das Gefäss wurde mit der Milch gefüllt und der Inhalt wurde, falls nicht anders angegeben, mit einem Warmwassermantel auf etwa 50°C erwärmt. Die Milch wurde während des Erwärmungsprozesses gerührt, um den Wärmeaustausch zu beschleunigen.

Sobald die Milch die erwünschte Verfahrenstemperatur erreicht hatte, wurde sie mit einer Geschwindigkeit von etwa 1 l/min in den Homogenisierer gepumpt.

Verfahren B: Homogenisierung der Milch

5 Sobald sich die Milch im Homogenisierer (Modell 15 MR von APV Gaulin, Inc.) befindet, wird sie einem zweiphasigen Homogenisierungsprozess unterzogen, mit einem ersten Schritt bei etwa $17,5 \times 10^6$ Pa (2500 psi) und einem zweiten bei etwa 35×10^5 Pa (500 psi). Die im APV Gaulin-Betriebshandbuch vorgegebenen Verfahren zum Starten und Betreiben dieser Einheit wurden befolgt. Nach der Homogenisierung wurde die Milch üblicherweise in einen ummantelten Druckbehälter überführt, in dem die erwünschte Verfahrenstemperatur aufrechterhalten wurde. Dieser Behälter fungierte als Flüssigkeitspuffer
10 zwischen dem Auslass des Homogenisierers und der Ausgabe zum Filter. Wann immer es erwünscht war, konnte die homogenisierte Milch durch den Homogenisierer rückgeführt werden, um ein konstantes Volumen im Behälter aufrechtzuerhalten.

Verfahren C: Einbringen von Bakterien in den Milchaufgabestrom

15 In einigen Experimenten wurde der Milchstrom künstlich mit Bakterien beimpft, um die mit dieser Erfindung mögliche, äusserst hohe Titerverminderung zu demonstrieren. Die Bakteriensuspension wurde über eine zwischen das Behandlungsgefäss und den Homogenisierer geschaltete Messpumpe zu dem Aufgabestrom gegeben. Die Durchflussmenge des Inokulums wurde so gehalten, dass eine erwünschte Bakterienkonzentration von etwa 106 Bakterien pro ml Milch erreicht wurde. Da die Bakterien vor dem Homogenisieren zugegeben wurden, fand vor dem Erreichen der Filtrationsvorrichtung eine gute Vermischung der Bakterien in der zu behandelnden Flüssigkeit statt. In den meisten Beispielen wurde E.coli, Stamm ATCC 15 224, verwendet.

25 Ein anderes Verfahren, die Milch mit Bakterien zu beimpfen, bestände darin, die Bakterien direkt bis zu der gewünschten Konzentration in das Verfahrensgefäss zu geben. Ein solches Verfahren ist nicht bevorzugt, da bei ihm die Bakterien zu lange Temperaturen oberhalb der Umgebungstemperatur ausgesetzt werden. Dies könnte, abhängig vom verwendeten Stamm, zu unerwünschtem Wachstum oder übermässigem Abtöten der Bakterien führen, bevor sie die Filtrationsvorrichtung erreicht haben.

Verfahren D: Bakteriennachweis

35 Mesophiles: die Bakterienkonzentration wurde bestimmt, indem nach einer Verdünnungsreihe der Probe die geeignete Verdünnung durch eine sterile Membran mit einer Porengrösse von 0,2 micron gegeben wurde und anschliessend für 24 h auf Mueller-Hilton-Agar bei 32°C kultiviert wurde. Diese Verfahren sind in der Veröffentlichung «Manual of Clinical Microbiology, 2nd Edition, 1974, ASM, Washington, D.C.» detailliert beschrieben.

40 *Listeria monocytogenes*, ATCC 43256, war das getestete Pathogen. Die Populationsdichte in den Proben wurde mit dem Verfahren nach Agello et al. bestimmt (Agello, G., Hayes, P. and Feeley, J.: Abstracts of the Annual Meeting. 1986, ASM, Washington DC, S. 5).

Verfahren E: Reinigungsverfahren

45 Desinfektion und Sterilisation wurden vor jedem Experiment mit 0,1 N NaOH durchgeführt. Im Sterilisationsverfahren wurden die Membran und das gesamte zugehörnde Gerät zuerst mit Wasser gespült und anschliessend ungefähr $\frac{1}{2}$ h bei 50°C mit 0,1 N NaOH behandelt. Die ätzende Flüssigkeit wurde dann mit Phosphorsäure neutralisiert. Diese neutralisierte Lösung wurde verwendet, um das System so
50 lange zu spülen, bis alle Teile neutralisiert waren. Die Filtrationsversuche wurden sofort im Anschluss an diese Prozedur durchgeführt. Das gesamte Gerät und die Filterelemente wurden nach Abschluss eines jeden Versuchs unter Anwendung des Sterilisationsverfahrens desinfiziert.

Verfahren F: Test auf Unversehrtheit

55 Jedes Membranelement wurde vor jedem Versuch (bakterielle Herausforderung) auf Unversehrtheit überprüft. Ein «forward flow test», wie er in der Veröffentlichung NM 900a «The Pall Ultipor membrane filter guide», copyright 1980, zu erhalten über Pall Corporation, beschrieben ist, wurde als Unversehrtheitstest angewendet.
60

65

Beschreibung der Filtervorrichtung

1. Der zylinderförmige dynamische Mikrofilter

5 Der für diese Tests verwendete, zylinderförmige, dynamische Mikrofilter (zylindrischer DMF) war vom Typ BDF-01, hergestellt von Sulzer Brothers Limited, Winterthur, Schweiz. Die Ausstattung ist bei Rebsamen et al. (Dynamic Microfiltration and Ultrafiltration in Biotechnology, Rebsamen, E. and Zeigler, H., Proceedings of the World Filtration Congress IV, 1986, (Ostend, B)) beschrieben. Siehe auch U.S. Patente Nos. 4 066 554 und 4 093 552, die hier als Entgegenhaltungen/Querverweise eingeschlossen sind.

2. Beschreibung der Membranfilterelemente

15 Die in diesen Versuchen normalerweise verwendeten Filterelemente waren verschiedene Klassen von Nylonmembranen, Ultipor N₆₆® und Posidyne®, die von Pall Corporation, Glen Cove, N.Y., bezogen werden können. Die Porengrößen lagen bei 0,2, 0,30, 0,45 und 0,65 micron. Die Oberfläche der Membranelemente hatte eine Grösse von 0,04 m².

3. Der dynamische Mikrofilter in Scheibenform

20 Die scheibenförmige Ausführung besteht aus einer scheibenförmigen Membranhalterung mit einem Durchmesser von 15,24 cm, die auf einer hohlen Welle angebracht ist und sich in einem wasserdichten Gehäuse mit den notwendigen Anschlüssen für die Flüssigkeitszu- und -abfuhr befindet. Die Haltescheibe besitzt Vorrichtungen, um die Membranen leakagefest zu befestigen, und enthält Ablaufinnen, um den Filtratfluss durch die Membran und die Scheibe und durch die Welle nach draussen zu ermöglichen. Die wirksame Membranfläche betrug 0,014 m², und es sind Drehgeschwindigkeiten von bis zu 4500 Upm erreichbar.

Jede der oben aufgeführten dynamischen Scheiben-Mikrofiltrationseinheiten kann erfindungsgemäss angewendet werden. Für die Beschreibung einer anderen dynamischen Mikrofiltrationseinheit in Scheibenformat, die erfindungsgemäss verwendet werden kann, sei auch auf die U.S. Patentanmeldung No. 07/812 123, angemeldet am 24. Dezember 1991, verwiesen.

4. Beschreibung der Membranfilterelemente

35 Die Membranfilterelemente gehörten zu derselben Klasse von Membranen, wie sie im Abschnitt «zylindrische DMF» beschrieben sind. Normalerweise bestehen die Membranen aus runden, glatten Ringen («donuts»), die passend für die scheibenförmigen DMF zurechtgeschnitten sind. Sobald sie in den dynamischen Mikrofilter eingebaut waren, wurde die Filtratkammer gegen das Aufgabegut mit Hilfe von O-Ringen abgedichtet. Die Membranfilterelemente hatten eine Oberfläche von 0,014 m².

Verfahren G1:

Betrieb des zylinderförmigen dynamischen Mikrofilters

45 Vor der Filtration wurde ein Filterelement, wie im Abschnitt unter Filterzusammenbau beschrieben, in den zylinderförmigen dynamischen Mikrofilter (DMF) eingebaut. Desinfektion und Sterilisation wurden gemäss Verfahren E vorgenommen. Nach Einhaltung der in Verfahren G2 ausgeführten Verfahren zum Inbetriebsetzen der Anlage, wurde die zu filtrierende Milch vom Behälter über eine Verdrängerpumpe in die zylindrische DMF gepumpt. Die Konzentratmenge wird über eine zweite Pumpe oder ein Druckentlastungsventil, die an der Konzentratöffnung befestigt sind, gesteuert. Temperatur und Strömungsgeschwindigkeit des Aufgabeguts, des Filtrats und des Konzentrats und der Aufgabedruck wurden zu verschiedenen Zeiten, normalerweise in Intervallen von 10 min, während der Durchführung des Experiments abgenommen. Standardbedingungen für das Betreiben der zylindrischen DMF waren eine Drehgeschwindigkeit von 5000 Upm, ein Verhältnis von Filtrat zu Aufgabegut von mehr als 95% und ein Aufgabedruck von etwa $1,3 \times 10^5$ – $2,0 \times 10^5$ (1,3–2,0 bar). Alle mit dieser Vorrichtung durchgeführten Beispiele erfolgten mit einer konstanten Durchflussmenge des Aufgabeguts.

Verfahren G2:

Inbetriebsetzen des dynamischen Filters

60 Bevor die Milch in den dynamischen Filter gegeben wurde, wurde warmes, deionisiertes, filtriertes (0,2 micron-Filter) Wasser durch das System geschickt, um die zugehörigen Maschinen in Betrieb zu setzen. Die Rotationsgeschwindigkeit des dynamischen Filters wurde mit dem durch das System fließenden Wasser auf die Betriebsgeschwindigkeit gebracht. Sobald das System ein Gleichgewicht erreicht hatte, wurde der Milchfluss angeschaltet. Die Milch verdrängte das im System befindliche Wasser und die Filtration begann.

Verfahren H:
Betreiben des dynamischen Scheiben-Mikrofilters

Ein Scheiben-DMF Filterelement, wie es in dem Abschnitt unter Filterzusammenbau beschrieben ist, wurde in die Scheiben-DMF eingebaut. Desinfektion und Sterilisation wurde gemäss Verfahren E vorgenommen. Nach Einhaltung der in Verfahren G2 ausgeführten Verfahren zum Inbetriebsetzen der Anlage, wurde die zu filtrierende Milch vom Druckbehälter in die Scheiben-DMF gepumpt. Die Menge des Konzentrats und der Aufgabedruck wurden über ein Ventil gesteuert, das sich an der Konzentratöffnung befand. Temperatur und Strömungsgeschwindigkeit des Aufgabeguts, des Filtrats, des Konzentrats und der Aufgabedruck wurden zu verschiedenen Zeiten, normalerweise in Intervallen von 10 min, während der Durchführung des Experiments gemessen. Eine Aufgabegeschwindigkeit von 960 ml/min wurde bei allen Beispielen eingehalten. Die aufgeführten Filtratfluxe waren die, die erreicht wurden, wenn sich die Strömung in der Filtereinheit stabilisiert hatte.

Beispiele

Beispiel 1

Entrahmte Milch mit Raumtemperatur wurde mit einer Geschwindigkeit von 600 ml/min in eine Zylinder-DMF, der mit einer 0,45 micron Ultipor N₆₆® Membran bestückt war, gepumpt. Es wurden die im Verfahren G1 näher beschriebenen Betriebsbedingungen in der DMF eingehalten und diese sind in Tabelle 1 zusammengefasst. Der Aufgabedruck begann wenige Minuten nach dem Start des Tests rapide zu steigen, was auf ein Zusetzen der mikroporösen Membran hindeutete.

Beispiel 2

Entrahmte Milch wurde gemäss Verfahren A auf 50°C erwärmt und gemäss Verfahren B homogenisiert. Die homogenisierte Milch wurde dann etwa vier Stunden im Zwischenbehälter gelagert. Währenddessen wurde die Milch auf 50°C gehalten. Nach dieser vierstündigen Pause wurde die Milch mit einer Aufgabegeschwindigkeit von etwa 600 ml/min in den mit einer 0,45 micron Ultipor N₆₆® Membran bestückten Zylinder-DMF gepumpt. Es wurden die im Verfahren G1 ausgeführten, bevorzugten Betriebsbedingungen für den DMF eingehalten. Der Aufgabedruck begann nach nur wenigen Minuten Betrieb rapide zu steigen, was auf ein Zusetzen der mikroporösen Membran hindeutete, weshalb der Test beendet werden musste.

Beispiel 3

Entrahmte Milch, gemäss Verfahren A auf 50°C erwärmt und gemäss Verfahren B homogenisiert, wurde innerhalb von nicht mehr als 5 Minuten nach der Homogenisierung in den mit einer 0,45 micron Ultipor N₆₆® Membran bestückten Zylinder-DMF gepumpt. Es wurden die im Verfahren G1 ausgeführten, bevorzugten Betriebsbedingungen für den DMF eingehalten. Bis zum Ende der Milchversorgung wurde ein stabiler Filtratfluss von 1080 l/h/m² eingehalten. Während des Verlaufs des Experiments wurde kein Ansteigen des Aufgabedrucks beobachtet. Sobald die gesamte Milch behandelt worden war, wurde die Aufgabe, ohne den Betrieb des Systems zu stören, auf 50°C warme, nicht-homogenisierte, entrahmte Milch umgeschaltet. Innerhalb weniger Minuten fiel der Filtratfluss rapide ab und der Systemdruck stieg, was darauf hindeutete, dass ein Zusetzen der Membran stattgefunden hatte. Dieses Beispiel zeigt eindeutig, dass die Milch homogenisiert werden muss, um signifikanten Fluss durch die Membran zu erhalten.

Die Beispiele 1–3 zeigen, dass es notwendig ist, die Milch vor der Filtration einer ausreichenden Scherung auszusetzen (in diesem Fall über Homogenisierung), um die Grösse der emulgierten Partikel ausreichend zu reduzieren. Das ermöglicht der Milch, die mikroporöse Membran zu passieren, wodurch eine einwandfreie Filtration erreicht wird. In Beispiel 2 ist insbesondere gezeigt, dass die Partikelgrösse innerhalb kurzer Zeit nach der Homogenisierung wieder zunimmt. Daher muss für eine einwandfreie Filtration die Homogenisierung kurz vor der Filtration stattfinden, z.B. weniger als 5 Minuten vorher, wobei kürzere Intervalle noch besser sind.

Beispiel 4

Entrahmte Milch wurde gemäss Verfahren A vorgewärmt und in eine mit einer 0,45 micron Ultipor N₆₆® Membran bestückten Scheiben-DMF gepumpt. Die im Verfahren H beschriebenen Verfahren wurden angewendet. Es wurde schnell ein gleichförmiger Fluss des Filtrats aufgebaut, der dann etwa 100 Minuten bis zum Ende der Milchversorgung aufrechterhalten wurde.

Die Betriebsbedingungen der Scheiben-DMF erzeugen eine berechnete Schergeschwindigkeit von etwa 200 000 sec⁻¹ im Zwischenraum zwischen der sich drehenden Scheibe und der Membran. Diese Scherung liegt im Bereich der vom Homogenisierer unter den Bedingungen des Verfahrens B erzeugten Schergeschwindigkeiten.

Das Beispiel zeigt, dass die vor der Filtration benötigte Scherung in einem Schritt erreicht werden kann, d.h., ohne dass getrennte Homogenisierungsvorrichtungen benötigt werden.

Das Beispiel zeigt deutlich, dass die Membran durch die in der Milch befindlichen Feststoffe nicht zugesetzt wurde und dass die durch die Rotation der Scheibe erzeugte Scherung von etwa $200\,000\text{ sec}^{-1}$ ausreichte, um die Partikelgrösse in der entrahmten Milch soweit zu verringern, dass die Milch die Mikrofiltermembran passieren konnte und so eine einwandfreie Filtration erhalten wurde.

Tabelle 1 fasst die Ergebnisse der Beispiele 1-4 zusammen; die Daten zeigen, dass ein Gleichgewichts-Filtratfluss durch die Membran erreicht wird, wenn die Milch kurze Zeit vor der Filtration ausreichend geschert wird.

Tabelle 1

Beispiel Nr.	Filtrationsmethode	Aufgabeguttemperatur (°C)	Scherung im Filter (sec^{-1})	Homogenisierung	Pause nach Homogenisierung	Porengrössen (micron)	Fluss (l/h/m^2)
1	Zylinder	25	10 000	nein	nein	0,45	0
2	Zylinder	50	10 000	ja	4 Std.	0,45	0
3	Zylinder	50	10 000	ja	5 Min.	0,45	1080
4	Scheibe	50	200 000	nein	–	0,45	1600

Beispiel 5

Um die Beziehung zwischen der Partikelgrösse und der Zeit nach der Homogenisierung zu bestimmen, wurde entrahmte Milch gemäss Verfahren A erwärmt und mit den im Verfahren B beschriebenen Verfahren homogenisiert. Die Verteilung der Partikelgrösse in Abhängigkeit von der Zeit nach Homogenisierung wurde bestimmt. Die Partikelgrössenverteilung wurde unter Verwendung eines Integrated Micro-Optical Liquid Volumetric Sensor (IMOLV-2), zu beziehen über Particle Measurement Systems, Colorado, gemessen. Dieser Laser-Teilchen-Zähler eignet sich für die Messung von Partikelgrössen im Bereich von etwa 0,1–5,0 micron.

Die Milchproben wurden 1:300 000 verdünnt und dann der Untersuchung unterzogen, wie es im Betriebshandbuch für das IMOLV-Gerät beschrieben ist. Zur Verdünnung der Milchproben wurde filtriertes (0,04 micron Filter), bei 18 mega-Ohm entionisiertes (DI) Wasser mit einer Teilchenzahl von weniger als 50 pro ml verwendet.

Abbildung 2 zeigt die Ergebnisse der Partikelanalyse. In einer Figur ist die Anzahl der Partikel im Verhältnis der Anzahl der Partikel nach 5 Sekunden gegen die Partikelgrösse aufgetragen. Die Figur zeigt deutlich, dass die Anzahl der grösseren Partikel mit Zeitspanne nach der Homogenisierung steigt. Da die Anzahl der kleineren Partikel in derselben Zeit entsprechend abnimmt, ist es offensichtlich, dass die kleinen Partikel mit der Zeit zu grösseren Partikeln agglomerieren.

Beispiele 6–9

In der Zylinder-DMF wurden Membranen mit verschiedenen Porengrössen und unterschiedlichem Bakterienrückhalte-Vermögen getestet, um die erreichbare Grössenordnung des gleichmässigen Filtratflusses der Milch zu bestimmen. Das allgemein in den Beispielen 6–9 angewendete Verfahren ist unten angegeben.

1. Das gewünschte Membranfilterelement wurde in die Zylinder-DMF eingebaut.
2. Ein wie im Verfahren F beschriebener Test auf Unversehrtheit wurde durchgeführt und das Membranfilterelement verworfen, falls es den Test nicht bestand.
3. Das Gerät wurde gemäss Verfahren E desinfiziert.
4. Die zu filtrierende Milch wurde nach dem im Verfahren A ausgeführten Verfahren vorgewärmt.
5. Die Milch wurde gemäss Verfahren B homogenisiert.
6. Das im Verfahren G2 angegebene Verfahren zum Inbetriebsetzen wurde durchgeführt.
7. Die Milch wurde mit der gewünschten Fliessgeschwindigkeit vom Zwischenbehälter in die Zylinder-DMF überführt.
8. Die Betriebsparameter wurden unter Verwendung der Richtlinien aus Verfahren G1 festgelegt.
9. Geeignete Messungen wurden durchgeführt.

Typischerweise wurde die Zylinder-DMF bei 5000 Upm betrieben, entsprechend einer Schergeschwindigkeit von etwa $10\,000\text{ sec}^{-1}$ im Filter. Die Temperatur des Aufgabeguts betrug 50°C und der Aufgabedruck variierte von $1,3 \times 10^5$ – $2,0 \times 10^5$ Pa (1,3–2,0 bar). Das Verhältnis von Filtrat zu Aufgabegut wurde für jedes dieser Beispiele bei über 95% gehalten. Der in Tabelle 2 wiedergegebene Fluss ist der typischerweise 15 Minuten nach dem Beginn der Filtration erhaltene Gleichgewichts-Filtratfluss. Die

Gesamtdauer des Experiments unterschied sich in jedem Fall, da das filtrierte Volumen Milch konstant 30 Liter betrug.

Beispiel 6

Für dieses Beispiel wurde eine 0,2 micron Ultipor N₆₆[®] Membran verwendet. Die Aufgabegutgeschwindigkeit lag bei 250 ml/min, um einen Gleichgewichtsfluss des Filtrats von 330 l/h/m² zu erhalten. Die Filtration wurde ohne offensichtliche Abnahme der Filtratflussgeschwindigkeit etwa 130 min durchgeführt, bis die Milch im Behandlungsgefäss verarbeitet war.

Beispiel 7

Für dieses Beispiel wurde eine 0,30 micron Ultipor N₆₆[®] Membran verwendet. Die Aufgabegutgeschwindigkeit lag bei 550 ml/min, um einen Gleichgewichtsfluss des Filtrats von 775 l/h/m² zu erhalten. Das Experiment wurde nach 60 min beendet.

Beispiel 8

Für dieses Beispiel wurde eine 0,45 micron Ultipor N₆₆[®] Membran verwendet. Die Aufgabegutgeschwindigkeit lag bei 740 ml/min, um einen Gleichgewichtsfluss des Filtrats von 1080 l/h/m² zu erhalten. Die Filtration wurde bis zum Ende des Milchvorrats etwa 40 min ohne merkliche Abnahme der Flussgeschwindigkeit durchgeführt.

Beispiel 9

In diesem Beispiel wurde eine 0,65 micron Ultipor N₆₆[®] Membran eingesetzt. Die Zuführgeschwindigkeit lag bei 110 ml/min und es wurde ein Gleichgewichtsfluss des Filtrats von 1680 l/h/m² erhalten. Die Filtration wurde über 30 min bis zur Erschöpfung des Milchvorrats durchgeführt.

Die Beispiele 6–9 sind in Tabelle 2 zusammengefasst. Die Daten zeigen, dass bei Anwendung des erfindungsgemässen Filtrationsverfahrens und Verwendung verschiedener Bakterien-Rückhalte-Membranstufen ein stabiler Filtratfluss erhalten werden kann. Die Tabelle zeigt, dass beim erfindungsgemässen Verfahren Membranen mit kleineren Poren und demzufolge verbesserter Bakterienretention auf Kosten der Filtratflussgeschwindigkeiten eingesetzt werden können.

Tabelle 2:
Milchfluss beim Einsatz unterschiedlicher Membranen in zylindrischer DMF

Beispiel Nr.	Fluid	Membran	Porengrösse (micron)	Upm	Aufgabeguttemperatur (°C)	Aufgabedruck (× 10 ⁵ Pa)	Verhältnis Filtrat/Aufgabegut	Versuchsdauer (min.)	Fluss (l/h/m ²)
6	entrahmte Milch	Ultipor N ₆₆ [®]	0,20	5000	50	2,0	0,97	130	330
7	entrahmte Milch	Ultipor N ₆₆ [®]	0,30	5000	50	1,6	0,97	60	775
8	entrahmte Milch	Ultipor N ₆₆ [®]	0,45	5000	50	1,5	0,97	40	1080
9	entrahmte Milch	Ultipor N ₆₆ [®]	0,65	5000	50	1,3	0,97	30	1680

Beispiel 10

In diesem Beispiel wurde eine 0,2 micron Posidyne[®] Membran mit positiver Oberflächenladung eingesetzt. Die Porenoberflächen der verwendeten Membran sind mit quaternären Ammoniumgruppen belegt und diese besitzt eine hohes Absorptionsvermögen für biologisches Material.

Die Aufgabegutgeschwindigkeit lag bei 260 ml/min, um einen Gleichgewichtsfluss des Filtrats von 360 l/h/m² zu erhalten. Der Filtratfluss lag in der gleichen Grössenordnung, wie er mit ungeladenen Membranen (beschrieben in Beispiel 6) erhalten wurde. Die Filtration wurde über etwa 120 min bis zur Erschöpfung des Milchvorrats im Behandlungsbehälter durchgeführt, ohne merkliche Abnahme der Filtratflussgeschwindigkeit. Während des Experiments wurde ein Filtrat zu Aufgabegut-Verhältnis von über 97% aufrechterhalten. Andere experimentelle Bedingungen sind in Tabelle 3 angegeben.

Es war zu erwarten, dass ein grosser Teil der Proteine aus der Milch an die Membranoberfläche binden und sie schliesslich zusetzen würde. Dieses Beispiel zeigt, dass sich bei dynamischem Betrieb selbst eine Membran, die normalerweise Proteine bindet, gut verhält.

Beispiel 11

Vollmilch wurde mit einer Zuführgeschwindigkeit von 740 ml/min aufgegeben und ein stabiler Filtratfluss von 1130 l/h/m² erhalten. Weitere experimentelle Bedingungen sind in Tabelle 3 wiedergegeben. Die Filtration wurde etwa 40 Minuten bis zur Erschöpfung des Milchvorrats durchgeführt. Das Beispiel zeigt, dass Vollmilch unter Anwendung des erfindungsgemässen Verfahrens filtriert werden kann. Die zwischen Vollmilch und entrahmter Milch (wie in Beispiel 9) beobachteten Unterschiede im Filtratfluss scheinen hauptsächlich auf deren Viskositätsunterschiede zurückzuführen zu sein. Das Verhältnis des für Vollmilch zu entrahmter Milch erzielten Filtratflusses ist annähernd gleich dem Verhältnis der Viskositäten von Vollmilch zu entrahmter Milch.

Tabelle 3

Beispiel Nr.	Fluid	Membran	Porengrösse (micron)	Upm	Aufgabeguttemperatur (°C)	Aufgabedruck (× 10 ⁵ Pa)	Verhältnis Filtrat/Aufgabegut	Versuchsdauer (min.)	Fluss (l/h/m ²)
10	entrahmte Milch	Posidyne®	0,20	5000	50	2,0	0,97	120	360
11	Vollmilch	Ultipor N ₆₆ ®	0,65	5000	50	1,4	0,93	40	1130

Beispiele 12–16

Die Beispiele zur Bestimmung des Filtratflusses durch verschiedene Bakterien-Rückhalte-Membranen wurden unter Verwendung des scheibenförmigen dynamischen Mikrofilters wiederholt. Die allgemeinen Verfahren für die Beispiele 12–16 werden unten beschrieben. Die allgemein beschriebenen Bedingungen gelten für jedes Beispiel, soweit nicht anderweitig ausdrücklich angegeben.

1. Das gewünschte Membranfilterelement wurde in die Scheiben-DMF eingebaut.
2. Wie im Verfahren F beschrieben, wurde ein Test auf Unversehrtheit durchgeführt. Das Membranfilterelement wurde, wenn es den Test nicht bestand, herausgenommen.
3. Die Geräteteile wurden gemäss Verfahren E desinfiziert.
4. Die zu filternde Milch wurde mit dem im Verfahren A beschriebenen Verfahren vorgewärmt.
5. Die Milch wurde gemäss Verfahren B homogenisiert.
6. Das allgemeine Verfahren zum Inbetriebsetzen wurde, wie im Verfahren G2 beschrieben, durchgeführt.
7. Die Milch wurde mit einer vorbestimmten Flussgeschwindigkeit vom Behälter zur Scheiben-DMF überführt.
8. Geeignete Messungen wurden vorgenommen.

Typischerweise wurde eine Rotationsgeschwindigkeit von 3500 Upm eingehalten, was einer Schergeschwindigkeit von etwa 200 000 sec⁻¹ entspricht. Das Aufgabegut hatte eine Temperatur von 50°C und der Aufgabedruck betrug etwa 0,2 × 10⁵ Pa (0,2 bar). Die Milch wurde, um eine hohe Querstromgeschwindigkeit über die Membran aufrechtzuerhalten, mit einer Geschwindigkeit von 960 ml/min in den Filter gepumpt. Das Verhältnis Filtrat zu Aufgabegut wurde speziell auf die Porengrösse der Membran, die Aufgabeguttemperatur und die Rotorumdrehungen (Upm) abgestimmt. Der nicht gefilterte Teil des Aufgabeguts wurde in den Prozessbehälter rückgeführt. Der in der folgenden Tabelle wiedergegebene Fluss ist der im Gleichgewichtszustand erhaltene Fluss des Filtrats durch die Membran, der normalerweise eine halbe Stunde nach Beginn der Filtration erreicht wurde.

Beispiel 12

Für dieses Beispiel wurde eine 0,2 micron Ultipor N₆₆® Membran verwendet. Der Gleichgewichts-Filtratfluss lag bei 850 l/h/m².

Beispiel 13

Für dieses Beispiel wurde eine 0,45 micron Ultipor N₆₆® Membran verwendet. Der Gleichgewichts-Filtratfluss lag bei 1600 l/h/m².

Beispiel 14

Für dieses Beispiel wurde eine 0,45 micron Posidyne® Membran verwendet. Ein Gleichgewichts-Filtratfluss von 1600 l/h/m² wurde erhalten.

Die in Tabelle 4 wiedergegebenen Daten fassen die Beispiele 11–13 zusammen. Die Daten zeigen,

dass bei Anwendung des erfindungsgemässen Filtrationsverfahrens unter Verwendung verschiedener Stufen von Bakterien-Rückhalte-Membranen in Scheiben-DMF ein stabiler Filtratfluss erhalten werden kann. Die Tabelle zeigt, dass Membranen mit kleineren Poren und daher höherem Bakterienrückhaltvermögen (Titerverminderung) auf Kosten der Filtratfliessgeschwindigkeit erfindungsgemäss verwendet werden können.

Tabelle 4

Bei- spiel Nr.	Fluid	Membran	Poren- grösse (micron)	Upm	Aufgabe- guttempe- ratur (°C)	Aufgabe- druck ($\times 10^5$ Pa)	Verhältnis Filtrat/Auf- gabegut	Versuchs- dauer (min)	Fluss (l/h/m ²)
12	entrahmte Milch	Ultipor N66®	0,20	3500	50	0,2	0,22	137	850
13	entrahmte Milch	Ultipor N66®	0,45	3500	50	0,2	0,37	80	1600
14	entrahmte Milch	Posidyne®	0,45	3500	50	0,2	0,37	80	1600

Beispiel 15

Entrahmte Milch mit einer Temperatur von 18°C wird gemäss Verfahren B homogenisiert und in eine mit einer 0,45 micron Ultipor N66® Membran ausgestattete Scheiben-DMF gepumpt. Die Filtration wurde bei einer Aufgabegutgeschwindigkeit von 860 ml/min und einem Gleichgewichtsfiltratfluss von 860 l/h/m² durchgeführt. Die filtrierte Milch wurde bei 25°C gemessen. Andere Bedingungen dieses Beispiels sind in Tabelle 5 wiedergegeben.

Das Beispiel zeigt, dass gekühlte, entrahmte Milch von etwa 18°C mit dem erfindungsgemässen Verfahren durch eine Bakterienrückhalte-Membran verarbeitet werden kann. Der bei dieser niedrigen Temperatur verminderte Filtratfluss ist wahrscheinlich auf die bei dieser Temperatur gegenüber höheren Temperaturen höhere Viskosität der Milch zurückzuführen.

Beispiel 16

Eine Scheiben-DMF wurde mit einer 0,45 micron Ultipor N66® Membran ausgestattet. Vollmilch wurde mit einer Geschwindigkeit von 900 ml/min in die Scheiben-DMF gegeben und es wurde ein Gleichgewichtsfiltratfluss durch die Membran von 850 l/h/m² erreicht. Das Experiment wurde ohne Rückführung des nicht filtrierten Teils des Aufgabegutstroms durchgeführt.

Das Beispiel zeigt, dass Vollmilch bei Einsatz einer Scheiben-DMF mit dem erfindungsgemässen Verfahren filtriert werden kann. Entrahmte Milch ergibt bei im wesentlichen gleichen Bedingungen einen Gleichgewichtsfiltratfluss von etwa 1600 l/h/m². Die zwischen Vollmilch und entrahmter Milch beobachteten Unterschiede im Filtratfluss entsprechen annähernd dem Verhältnis der unterschiedlichen Viskositäten der Flüssigkeiten.

Beispiel 17

Unter Verwendung der obenbeschriebenen Verfahren wurde ein Filtrationsexperiment mit der Scheiben-DMF durchgeführt, bei dem ein hohes Filtrat-zu-Aufgabegut-Verhältnis eingehalten wurde. Die Aufgabe der entrahmten Milch erfolgte mit 115 ml/min und einer Rotationsgeschwindigkeit von 2100 Upm. Es wurde ein Filtratfluss von 460 l/h/m² erhalten.

Tabelle 5

Bei- spiel Nr.	Fluid	Mem- bran	Poren- grösse (micron)	Upm	Aufgabe- guttempe- ratur (°C)	Aufgabe- druck ($\times 10^5$ Pa)	Verhältnis Filtrat/Auf- gabegut	Versuchs- dauer (min)	Fluss (l/h/m ²)
15	entrahmte Milch	Ultipor N66®	0,45	3500	18	0,2	0,23	130	860
16	Vollmilch	Ultipor N66®	0,45	3500	50	0,2	0,23	90	850
17	entrahmte Milch	Ultipor N66®	0,45	2100	50	0,5	0,92	50	460

Beispiel 18

Zur Demonstration des Langzeitverhaltens wurde ein Experiment mit einer grossen Menge (500 l) roher, unpasteurisierte, entrahmte Milch durchgeführt. Die Milch wurde durch einen Platten-Wärmetauscher auf 50°C vorgewärmt. Sie wurde dann gemäss Verfahren B homogenisiert und in die mit einer 0,65 micron Membran ausgestattete Zylinder-DMF gepumpt. Typischerweise wurde der dynamische Mikrofilter bei diesem Beispiel mit 5000 Upm betrieben. Der Aufgabedruck schwankte zwischen $1,3 \times 10^5$ und $1,5 \times 10^5$ Pa (1,3 und 1,5 bar) bei einer Aufgabegutgeschwindigkeit von etwa 1300 ml/min. Das Verhältnis Filtrat zu Aufgabegut wurde bei über 95% gehalten. Es wurde ein Gleichgewichtsfiltratfluss von etwa 1680 l/h/m² erhalten. Während der sechs Stunden kontinuierlichen Betriebs, die zur Behandlung der 500 l notwendig waren, wurde weder eine Abnahme des Flusses der filtrierten Milch noch irgendeine Zunahme des Aufgabedrucks beobachtet.

Das Beispiel zeigt, dass es möglich ist, das erfindungsgemässe Filtrationsverfahren über längere Zeit anzuwenden.

Beispiel 19

Das Beispiel zeigt die Fähigkeiten des erfindungsgemässen Verfahrens zur Proteingewinnung aus Milch. Proteine in der Milch liegen im allgemeinen in einem Grössenbereich von etwa 0,02 bis etwa 0,3 micron (D.G. Schmidt, P. Walstra und W. Buchheim, Neth. Milk Dairy J. 27 (1973):128), wodurch es möglich ist, sie mittels des erfindungsgemässen Verfahrens zu gewinnen.

Dies ist besonders für die Gewinnung biologisch bedeutsamer Proteine von transgenen Tieren, wie z.B. transgenen Kühen, Schafen und ähnlichen, wichtig, die unter Verwendung an sich bekannter Techniken genetisch verändert wurden, um die Produktion solcher Proteine anzuregen.

Es wurde eine mit einem 0,2 micron Nylon-Filter ausgestattete Scheiben-DMF verwendet. Die Filtration der Milch wurde bei einer Aufgabegeschwindigkeit von 840 ml/min, bei der ein Gleichgewichtsdurchfluss durch die Membran von etwa 850 l/h/m² erreicht wurde, und einer Rotorgeschwindigkeit von 3500 Upm durchgeführt. Das Retentat wurde bei diesem Verfahren rückgeführt, während das Filtrat verworfen wurde. Von dem Aufgabegut, dem Retentat und dem Filtrat wurden in regelmässigen Abständen Proben genommen, die dann mit dem Kjeldahl-Verfahren auf ihren Gesamtproteingehalt untersucht wurden. Dies ergab, dass der Proteingehalt des Retentats am Anfang dem des Aufgabeguts entsprach, aber mit der Dauer der Rezirkulation des zurückgehaltenen Materials anstieg (4,9% Retentat, 3,1% Aufgabegut).

Der Einsatz von Membranen mit kleinerer Porengrösse sollte eine noch bessere Proteinkonzentrierung im Konzentratstrom ergeben.

Beispiele 20 und 21

Die Beispiele wurden zum Nachweis dessen, dass während des erfindungsgemässen Filtrationsverfahrens keine Fraktionierung der Milchkomponenten stattfindet, durchgeführt. In diesen Beispielen wurden Proben des Aufgabeguts, des Filtrats und des Konzentrats zu verschiedenen Zeiten während der Filtration untersucht, um die Proteinkonzentration mit dem Kjeldahl Verfahren und die Gesamtfeststoffe durch Eindampfen festzustellen.

Beispiel 20

Aufgabegut-, Filtrat- und Konzentratproben wurden zu verschiedenen Zeiten während des in Beispiel 18 beschriebenen Versuchs genommen und auf ihren Gesamtfeststoffgehalt untersucht. Die Daten in Tabelle 6 zeigen bei Verwendung einer 0,45 micron Membran keinen auffälligen Verlust an Gesamtfeststoffen im Filtrat.

Beispiel 21

Aufgabegut-, Filtrat- und Konzentratproben wurden zu verschiedenen Zeiten während der Durchführung des Beispiels 13 genommen und auf ihren Gesamtfeststoff- und Proteingehalt in jedem Strom untersucht. Die Ergebnisse sind in Tabelle 6 wiedergegeben. Wiederum zeigte die filtrierte Milch bei Verwendung einer 0,45 micron Membran keinen signifikanten Verlust an Feststoffen oder Proteinen.

Tabelle 6

5	Filtrations- methode	Membranpo- rengrösse (micron)	Proteine %			Gesamtfeststoffe %		
			Filtrat	Aufgabe- gut	Konzen- trat	Filtrat	Aufgabe- gut	Konzen- trat
	Zylinder Beispiel 20	0,65	–	–	–	9,14	9,17	9,35
10	Scheibe Beispiel 21	0,45	3,38	3,15	3,35	8,64	8,70	8,85

Beispiele 22–28

15 Die Experimente 22–28 wurden durchgeführt, um die Fähigkeit dieser Erfindung, Bakterien zu entfer-
nen, zu zeigen. Das allgemeine Betriebsverfahren war dasselbe wie das in den Beispielen 6 bis 18 an-
gewendete, ausser dass Bakterien gemäss Verfahren C dem Behandlungsstrom zugegeben wurden.
Wenn nicht anders angegeben, wurden E.coli Bakterien, die häufig in Milch gefunden werden, in diesen
Experimenten zum Beimpfen verwendet.

20 Proben des Aufgabeguts, des Filtrats und des Bakterienkonzentrats wurden unter sterilen Bedingun-
gen zu verschiedenen Zeiten während der Filtration gezogen. Die Proben wurden mit dem im Verfahren
D ausgeführten Verfahren auf Bakterien untersucht. Die Ergebnisse sind in Tabelle 7 wiedergegeben.

Wie aus der Tabelle hervorgeht, ist es erfindungsgemäss möglich, eine deutliche Verminderung des
Bakteriengehalts von Milch zu erzielen. Die hohe Entfernungsrates von E.coli kann direkt auf eine hohe
25 Entfernungsrates von Bacillus cereus übertragen werden, ein Bakterium, das mit konventioneller Pasteu-
risation nicht völlig entfernt werden kann. E.coli ist bekanntlich stäbchenförmig, mit einer Grösse von
etwa 1,1 bis 1,5 µm auf etwa 2 bis 6 µm. Bacillus Bakterien wie Bacillus cereus haben auch Stabform
und eine ähnliche Grösse von etwa 1,0 bis 1,2 µm auf 3 bis 5 µm. Daher bedeutet die Fähigkeit, E.coli
zu entfernen, wie in Tabelle 7 gezeigt, dass das Verfahren es auch ermöglicht, das ausgesprochen un-
erwünschte Bakterium Bacillus cereus zu entfernen. Dies führt zu einer Milch mit einer, selbst bei
30 Raumtemperatur, sehr langen Haltbarkeit.

Beispiele 22, 23, 24

35 Die Beispiele 6, 8 und 9 wurden mit der Änderung wiederholt, dass E.coli gemäss Verfahren C in
den Behandlungsstrom gegeben wurde. Für bakterielle Untersuchungen wurden Proben des Aufgabeguts,
des Filtrats und des Konzentrats gezogen. Die Titerverminderungsdaten sind in Tabelle 7 angege-
ben.

Beispiel 25

Das Beispiel 13 wurde mit der Änderung wiederholt, dass Bakterien gemäss Verfahren C in den Auf-
gabegutstrom gegeben wurden und das Bakterienkonzentrat nicht in das Behandlungsgefäss rückge-
führt wurde. Es wurde ein Gleichgewichtsmilchfluss von etwa 1600 l/h/m² erhalten. Die mikrobiologi-
schen Ergebnisse sind in Tabelle 7 wiedergegeben.

45 Die filtrierte Milch enthielt nur einen sehr geringen Gehalt von etwa 7 bis 10 Bakterien pro ml Milch,
also deutlich geringer als der Bakteriengehalt des Aufgabeguts von 10⁶ pro ml. In diesem Fall war die
Titerreduktion grösser als 10⁵. Zum Vergleich: während konventioneller Pasteurisierung von Milch wer-
den Titerverminderungen von nur 10² bis 10³ erreicht.

Beispiel 26

In diesem Experiment wurden die experimentellen Bedingungen und Verfahren des Beispiels 12 mit
der Änderung wiederholt, dass gemäss Verfahren C E.coli in den Aufgabegutstrom gegeben wird und
das Konzentrat nicht in das Behandlungsgefäss rückgeführt wird. Es wurde ein Gleichgewichtsmilch-
strom von etwa 850 l/h/m² erreicht. Für bakterielle Untersuchungen wurden Proben des Aufgabeguts,
des Filtrats und des Konzentrats genommen. Die Ergebnisse in Tabelle 7 zeigen eine Titerverminde-
55 rung von mehr als 10⁶. Die sterile Milch wurde so lange behandelt, bis keine Bakterien mehr in der fil-
trierten Milch nachweisbar waren.

60 Dieses Beispiel zeigt die Fähigkeit des erfindungsgemässen Verfahrens, die Bakterien unter Verwen-
dung einer Scheiben-DMF und einer geeignet ausgewählten Membran fast vollständig aus der Milch zu
entfernen. Damit kann also sterile Milch hergestellt werden.

65

Beispiel 27

Unpasteurisierte Rohmilch enthält ein weites Spektrum von Organismen, einschliesslich coliformen, wie E.coli, Pathogenen wie Listerien und Campylobakterien und Bacillus cereus Bakterien. In diesem Beispiel wurde die Rohmilch nicht mit externen Bakterien beimpft, sondern die Milch auf ihre eigenen bzw. «natürlichen» Bakterien untersucht.

Für bakterielle Untersuchungen wurden während der Durchführung des Beispiels 18 Proben des Aufgabeguts, des Filtrats und des Konzentrats genommen und gemäss Verfahren D auf natürlich vorkommende Bakterien untersucht.

Es wurden nur 14 Bakterien pro ml Milch gefunden. Das Aufgabegut enthielt 2500 Bakterien pro ml und das Konzentrat 2×10^4 Bakterien pro ml. Ausserdem konnten keine psychrophilen Bakterien im Filtrat nachgewiesen werden. Psychrophile Bakterien sind solche, die bei niedrigen Temperaturen wachsen und das Verderben gekühlter Milch verursachen.

Tabelle 7 fasst die Experimente 22 bis 27 zusammen. Die Ergebnisse zeigen, dass sowohl bei der Zylinder- als auch bei der Scheiben-Betriebsart erhöhte Titerverminderungen auf Kosten des Filtratflusses erreicht werden. Die Tabelle zeigt auch, dass es bei der richtigen Wahl des Filters möglich ist, ein steriles Milchfiltrat zu erhalten.

Tabelle 7

Bei- spiel Nr.	Poren- grösse (micron)	Mem- brantyp	Durch- schnitts- fluss (l/h/m ²)	Aufgabe- guttem- peratur (°C)	Betriebs- druck ($\times 10^5$ Pa)	Aufgabe- gutkonzen- tration (Bakt./ml)	% Bakte- rienentfer- nung	Titerver- minderung T_R
22	0,2 Zylinder	Ultipor N ₆₆ ®	330	50	2,0	10 ⁶ (E.coli)	99,9992%	10 ⁵
23	0,45 Zylinder	Ultipor N ₆₆ ®	1080	50	1,5	10 ⁶ (E.coli)	99,992%	4×10^5
24	0,65 Zylinder	Ultipor N ₆₆ ®	1680	50	1,3	10 ⁶ (E.coli)	99,96%	4×10^2
25	0,45 Scheibe	Ultipor N ₆₆ ®	1600	50	0,2	10 ⁶ (E.coli)	99,9995%	8×10^5
26	0,2 Scheibe	Ultipor N ₆₆ ®	850	50	0,2	10 ⁶ (E.coli)	100,00%	$> 10^6$
27	0,65 Zylinder	Ultipor N ₆₆ ®	1680	50	1,3	10 ³ (unbe- handelt)	99,44%	2×10^2

Beispiel 28

Neben den für die Titerverminderungsexperimente eingesetzten Bakterien (E.coli) gibt es pathogene Organismen (wie Listerien) in Milch, die der Milchindustrie wirklich Sorgen bereiten. Diese Pathogene sind eine viel schwierigere Herausforderung als die coliformen Bakterien (E.coli), die auch im dynamischen Filter getestet wurden. Um zu sehen, ob die verwendeten Membranfilterelemente in der Lage sind, Pathogene wie Listerien wirksam zu entfernen, wurden Versuche mit den im Verfahren D beschriebenen Verfahren durchgeführt. Dieser Versuch wurde an einer ausserhalb der Anlage befindlichen Testanlage (off-line test rig) gefahren und nicht mit einem dynamischen Filter.

Die in Tabelle 8 wiedergegebenen Daten zeigen deutlich, dass eine 0,45 µm Ultipor N₆₆® Membran mit einem spezifischen Blasenbildungspunkt (ASTM F316-86) eine völlige Entfernung der Listerien ermöglicht.

Tabelle 8

Membran	Blasenbildungspunkt	Gesamtzugabe an Listeriabakterien/ml	Filtrat Bakt./ml	Titervermin- derung T_R
0,45 µm, Ultipor N ₆₆ ®	24 psi	$7,10 \times 10^7$	0	$> 5 \times 10^6$
0,45 µm, Ultipor N ₆₆ ®	22 psi	$6,6 \times 10^7$	1	$4,7 \times 10^6$
0,65 µm, Ultipor N ₆₆ ®	16,5 psi	$7,10 \times 10^7$	$7,5 \times 10^3$	$6,8 \times 10^2$

Beispiel 29

Mit dem Verfahren nach Beispiel 16 hergestellte, filtrierte, entrahmte Milch wird in einem desinfizierten Behälter gesammelt.

- 5 Handelsübliche Sahne wird auf 65°C erwärmt und durch eine 0,2 micron Ultipor N₆₆® Filterpatrone (zu beziehen bei Pall Corporation, East Hills, NY) mit einer Mindest-Titerverminderung von 10⁶, erzielt mit E.coli, gefiltert. Die filtrierte Sahne ist im wesentlichen bakterienfrei und wird in einem desinfizierten Behälter gesammelt.

- 10 Die filtrierte, entrahmte Milch und die filtrierte Sahne werden dann gemischt und homogenisiert, um eine 2% Fett enthaltende Milch mit verringertem Bakteriengehalt zu erhalten.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Behandlung von Rohmilch zur Herstellung von behandelter Milch mit niedrigerem Bakteriengehalt als die Rohmilch, dadurch gekennzeichnet, dass die Milch homogenisiert und, innerhalb von 5 Minuten nach Homogenisierung, einer dynamischen Mikrofiltration zugeführt wird, indem die Milch durch einen Mikrofilter, dessen durchschnittliche Porengrösse ausreicht, um den Bakteriengehalt der durchfliessenden Milch zu verringern, geleitet wird, um ein Filtrat mit einem gegenüber der Ausgangsrohmilch niedrigeren Bakteriengehalt und ein Konzentrat mit einem gegenüber der Ausgangsrohmilch höheren Bakteriengehalt zu erhalten.

2. Verfahren nach Anspruch 1, das aufweist:

- (a) Auftrennen von Milch in eine Fettfraktion mit einem Mindestfettgehalt von 10% und eine entrahmte Milchfraktion,

- (b) Homogenisieren der entrahmten Milchfraktion und Durchführen einer dynamischen Mikrofiltration innerhalb von 5 Minuten nach Homogenisation, indem die entrahmte Milchfraktion durch einen Mikrofilter mit einer durchschnittlichen Porengrösse, die ausreicht, um den Bakteriengehalt der durchfliessenden Milch zu verringern, geleitet wird, um ein Filtrat mit einem geringeren Bakteriengehalt als die ursprüngliche, entrahmte Milchfraktion und ein Konzentrat mit einem höheren Bakteriengehalt als die ursprüngliche, entrahmte Milchfraktion zu erhalten,

- (c) separate Verringerung des Bakteriengehaltes der Fettfraktion, und

- (d) Kombinieren der entrahmten Milchfraktion nach Mikrofiltration und der Fettfraktion mit verringertem Bakteriengehalt.

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass der Bakteriengehalt der Fettfraktion durch dynamische Mikrofiltration verringert wird.

4. Verfahren nach Anspruch 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass der Bakteriengehalt der Fettfraktion durch Pasteurisation verringert wird.

5. Verfahren nach Anspruch 1 zur Herstellung von Milch mit einem Fettgehalt von etwa 2%, das aufweist:

- (a) Homogenisieren einer entrahmten Milchfraktion und

- (b) Unterwerfen der entrahmten Milchfraktion innerhalb von 5 Minuten nach Homogenisierung einer dynamischen Mikrofiltration, indem die entrahmte Milchfraktion durch einen Mikrofilter mit einer durchschnittlichen Porengrösse, die ausreicht, um den Bakteriengehalt der da durchfliessenden Milch zu verringern, geleitet wird, um ein Filtrat mit einem geringeren Bakteriengehalt als die ursprüngliche entrahmte Milchfraktion und ein Konzentrat mit einem höheren Bakteriengehalt als die ursprüngliche entrahmte Milchfraktion zu erhalten,

- (c) Verringern des Bakteriengehaltes einer einen Mindestfettgehalt von 10% enthaltenden Sahnefraktion, und

- (d) Kombinieren der entrahmten Milchfraktion nach Mikrofiltration und der Sahnefraktion mit verringertem Bakteriengehalt.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass zur Mikrofiltration ein Rotationsscheibenfilter verwendet wird.

7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Homogenisierung im wesentlichen gleichzeitig mit der Mikrofiltration erfolgt.

8. Verfahren nach Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Mikrofiltration mit einer Schergeschwindigkeit des Rotationsscheibenfilters zwischen 100 000 sec⁻¹ bis 400 000 sec⁻¹ durchgeführt wird.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass zur Mikrofiltration ein zylinderförmiger, dynamischer Mikrofilter verwendet wird.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass das Konzentrat rezykliert wird.

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Mikrofiltration bei einer Temperatur im Bereich von 15°C bis 60°C durchgeführt wird.

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass die dynamische Mikrofiltration mit einer wirksamen Oberflächengeschwindigkeit des Mikrofilters von 3 m/sec bis 50 m/sec durchgeführt wird.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass die Mikrofiltration innerhalb von weniger als 30 sec nach der Homogenisierung erfolgt.
14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass ein Mikrofilter mit einer Porengrösse von 0,01 bis 5,0 micron verwendet wird.
- 5 15. Verfahren nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass ein Mikrofilter mit einer Porengrösse von 0,1 bis 1,0 micron verwendet wird.
16. Verfahren nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, dass ein Mikrofilter mit einer Porengrösse von 0,2 bis 0,5 micron verwendet wird.
17. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass der Bakteriengehalt der Milch auf ein Level von 10^3 Bakterien pro ml oder weniger gesenkt wird.
- 10 18. Milch, erhalten durch Behandlung nach dem Verfahren gemäss einem der Ansprüche 1 bis 17.
19. Unpasteurisierte Milch nach Anspruch 18, gekennzeichnet durch die Abwesenheit von *Bacillus cereus* Bakterien.
20. Unpasteurisierte Milch nach Anspruch 18, gekennzeichnet durch die Abwesenheit von *Campylobakterien*.
- 15 21. Unpasteurisierte Milch nach Anspruch 18, gekennzeichnet durch die Abwesenheit von *Listerien*.
22. Unpasteurisierte Milch nach Anspruch 18, gekennzeichnet durch die Abwesenheit von *Escherichia coli*.
23. Unpasteurisierte Milch nach einem der Ansprüche 18 bis 22, dadurch gekennzeichnet, dass sie einen Bakteriengehalt von 103 Bakterien/ml oder weniger aufweist und mehr organoleptische Komponenten als pasteurisierte Milch gleichen Bakteriengehalts enthält.
- 20 24. Verwendung der nach einem der Ansprüche 1 bis 17 hergestellten Milch zur Herstellung von gebrauchsfertig verpackter Milch, die ohne Kühlung transportiert und gelagert werden kann.
- 25 25. Verwendung nach Anspruch 24, dadurch gekennzeichnet, dass die Milch mittels Form-Füll-Siegel-Technik verpackt wird.

30

35

40

45

50

55

60

65

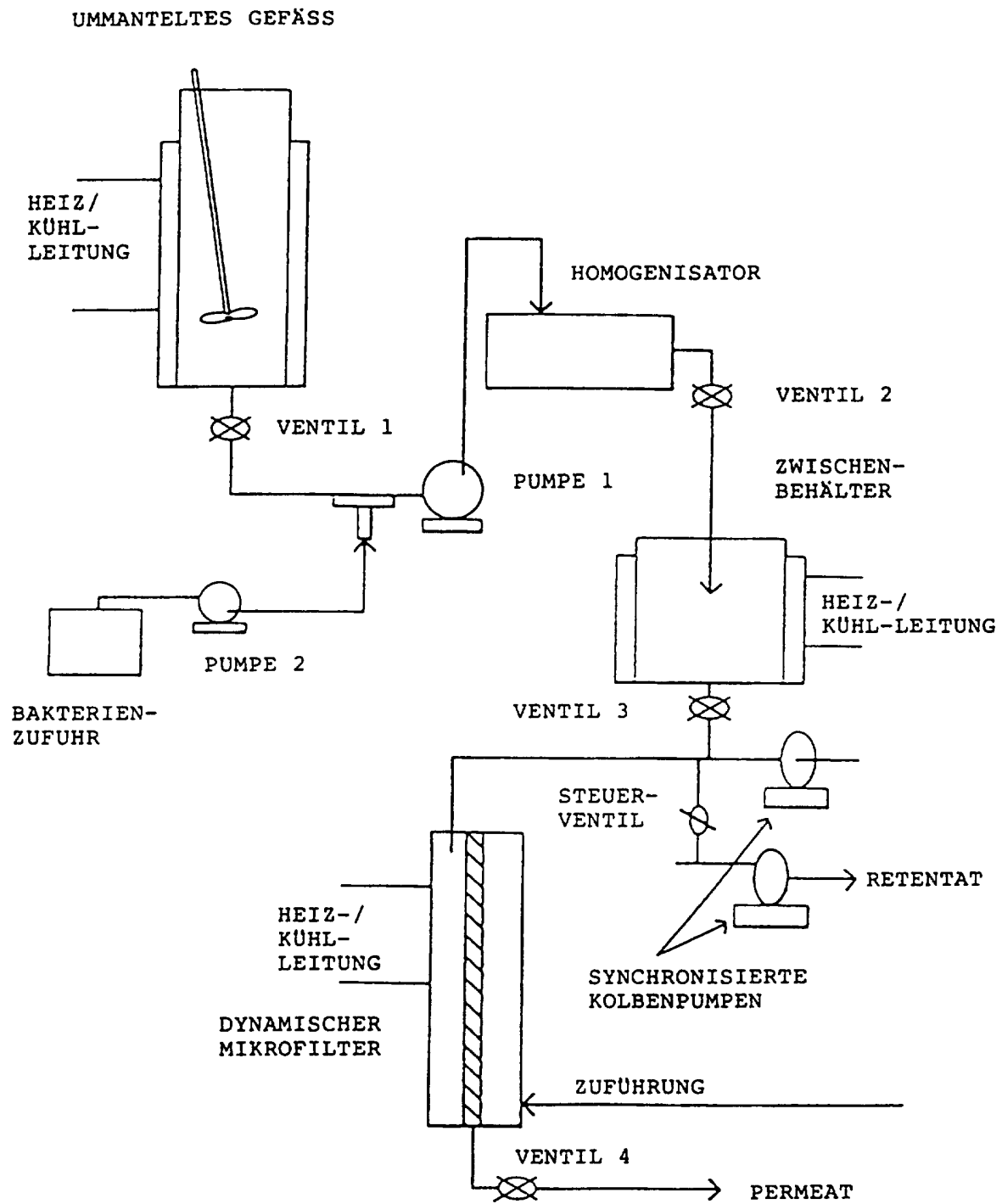


FIG. 1

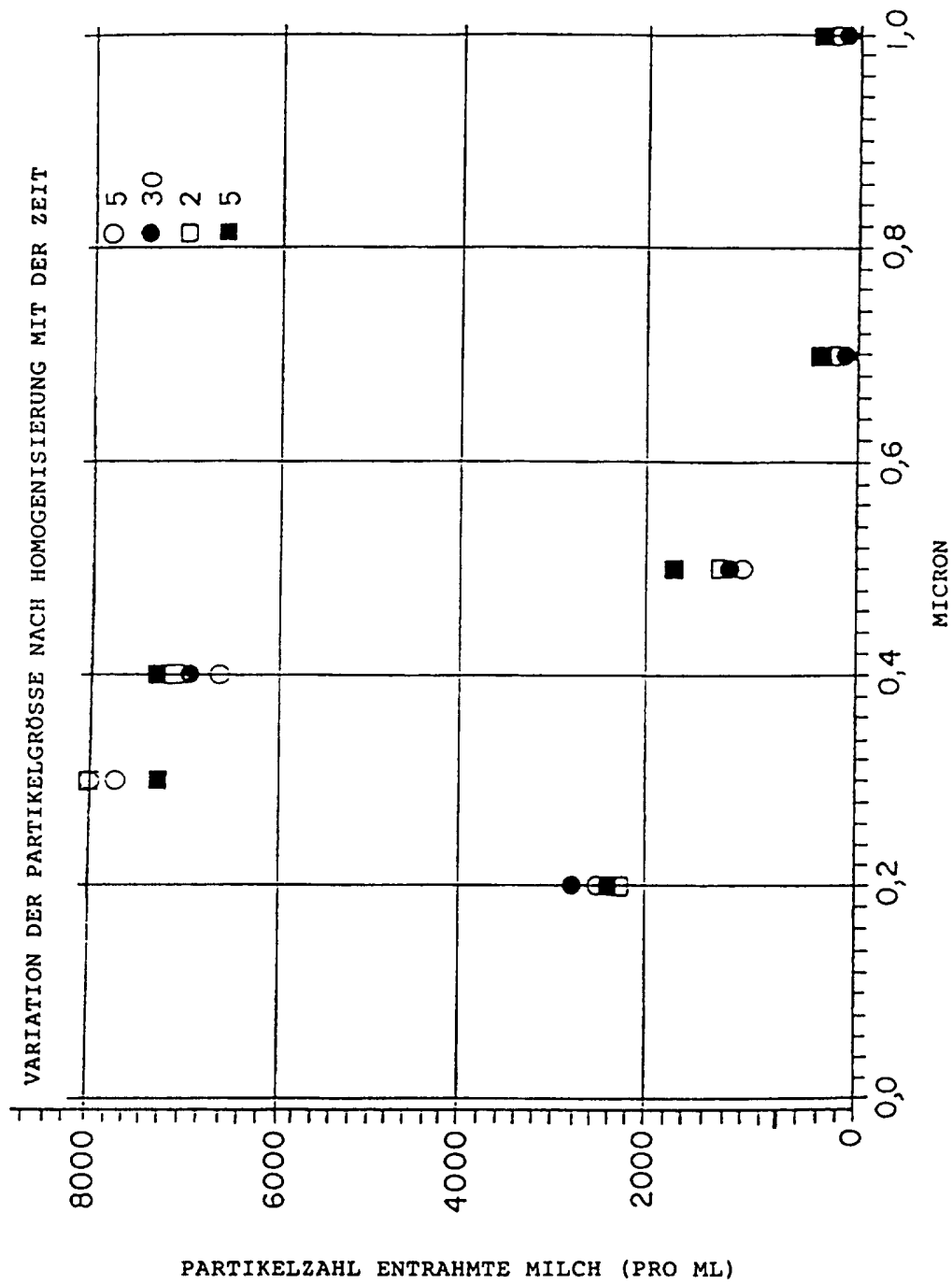


FIG. 2