

Abschlußbericht

Förderschwerpunkt

Einsatz biotechnologischer Verfahren und Produkte im  
Sinne eines produkt- bzw. produktionsintegrierten  
Umweltschutzes in ausgewählten Industriebranchen

Projekt

Filterlinie 2001

Umweltschonendes Verfahren zur Filtration von Bier

Aktenzeichen 13002

Projektbeginn 01.03.1999

Teil 1

Pall GmbH SeitzSchenk

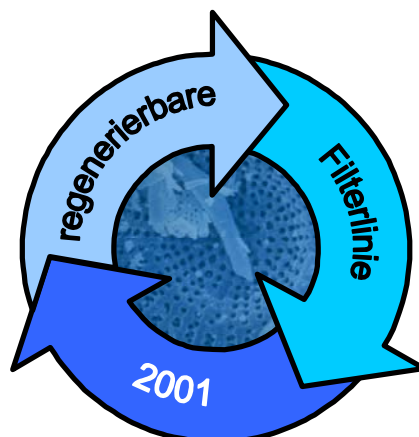
Bettringer Straße 42 - 73550 Waldstetten / Germany

Projektleiter: Dr. Nikolaj Schmid

Sachbearbeiter für Förderung: Dipl. Ing. Ralf Ascher

Telefon: +49 (0) 7171 401-301; Fax: + 49 (0) 7171 401-276

e-mail: Ralf\_Ascher@europe.pall.com



## Inhaltsverzeichnis:

1. Zusammenfassung und Ausblick.....	5
1.1. Projekthintergrund.....	5
1.2. Aufgabenstellung und Projektziele.....	6
1.3. Kooperationspartner.....	7
1.3.1. Pall SeitzSchenk.....	7
1.3.2. Altenburger Brauerei.....	7
1.3.3. Universität Hohenheim - Lehrstuhl für Biotechnologie.....	8
1.3.4. Bayrisches Institut für Angewandte Umweltforschung und –technik GmbH (BIfA).....	8
1.4. Implementierung der regenerierbaren Filterlinie in..... die Altenburger Brauerei.....	9
1.4.1. Altfiltrationsanlage der Altenburger Brauerei.....	10
1.4.2. Filterlinie mit regenerierbaren Filterhilfsmitteln.....	10
1.5. Projektergebnisse.....	13
1.5.1. Prozessschritt Filtration.....	13
1.5.2. Prozessschritt Stabilisierung.....	13
1.5.3. Prozessschritt Regenerationen.....	14
1.5.4. Bayrisches Institut für Angewandte Umweltforschung und –technik GmbH (BIfA).....	15
1.5.5. Einhaltung des Deutschen Reinheitsgebotes.....	20
1.6. Zusammenfassung der Projektergebnisse.....	21
1.7. Ausblick.....	22
2. Projekthintergrund.....	23
2.1. Entsorgungs- und Verwertungsmöglichkeiten von Filtrationsschlämmen... 26	26
2.2. Entsorgung.....	27
2.2.1. Deponierung.....	27
2.2.2. Ausbringung auf landwirtschaftliche Flächen.....	27
2.2.3. Aufbereitung nach dem Uelzner Verfahren.....	28
2.2.4. Zuschlagstoff in der Baustoffindustrie.....	29
2.2.5. Asphaltbetonherstellung mit Kieselgur.....	29
2.2.6. Kieselgur in der Ziegelherstellung.....	30
2.3. Verwertung.....	31
2.3.1. Naßchemische Aufbereitung (Verfahren nach Sommer).....	31
2.3.2. Nassmechanisches Recycling von Kieselgur (TU Clausthal).....	32
2.4. Thermische Aufbereitung.....	32
2.4.1. Thermische Regenerierung nach Tremonis.....	32
2.4.2. Thermische Aufbereitung nach FNE.....	33
2.4.3. Thermisches Recyclingverfahren nach WTU.....	35
2.5. Gesetzliche Regelungen und Verordnungen.....	37
2.5.1. Arbeitsschutz.....	37
2.5.2. Verbraucherschutz.....	38
2.5.3. Entsorgung.....	39
2.5.4. Kreislaufwirtschafts- und Abfallgesetz:.....	40
2.5.5. EG Richtlinie 2000/532.....	40
2.5.6. Bioabfallverordnung.....	40
2.5.7. Düngemittelverordnung.....	41
3. Aufgabenstellung und Projektziele.....	43
3.1. Aufgabenstellung.....	43

3.2.	Projektziele.....	44
4.	Altfiltrationsanlage und neue Filterlinie in der Altenburger Brauerei.....	45
4.1.	Altfiltrationsanlage der Altenburger Brauerei.....	45
4.2.	Implementierung der Filterlinie mit regenerierbaren Filterhilfsmitteln in der Altenburger Brauerei.....	46
4.3.	Filterlinie mit regenerierbaren Filterhilfsmitteln.....	47
5.	Filtrationen und Regenerationen in der Altenburger Brauerei.....	50
5.1.	Filtrationen im Jahr 2004 in der Altenburger Brauerei.....	50
5.1.1.	Festlegung der durchschnittlichen Filterdurchsätze je Szenario.....	51
5.2.	Filtrationen mit der Altfiltrationsanlage.....	52
5.3.	Filterlinie mit regenerierbaren Filterhilfsmitteln.....	52
5.3.1.	Voranschwemmung und Dosage von Filterhilfsmitteln.....	53
5.3.2.	Beendigung der Filtration – Start der Regeneration.....	54
5.4.	Regeneration.....	55
5.4.1.	Chemisches Regenerationsverfahren.....	55
5.4.2.	Enzymatisches Regenerationsverfahren.....	56
5.4.3.	Kombiniertes Regenerationsverfahren.....	57
5.5.	Stabilisierung der Biere in der Altenburger Brauerei.....	58
5.6.	Forciertest.....	58
6.	Projektergebnisse.....	59
6.1.	Projektergebnisse bei den Filtrationen mit chemisch regenerierten FHM ..	60
6.1.1.	Druckverläufe bei den Filtrationen mit chemisch regenerierten FHM..	60
6.1.2.	Trübungsverläufe bei den Filtrationen mit chemisch regenerierten FHM.....	61
6.1.3.	Filtratvolumina bei den Filtrationen mit chemisch regenerierten FHM.	62
6.2.	Projektergebnisse bei den Filtrationen mit enzymatisch regenerierten FHM.....	63
6.2.1.	Druckverläufe bei den Filtrationen mit enzymatisch regenerierten FHM.....	63
6.2.2.	Trübungsverläufe bei den Filtrationen mit enzymatisch regenerierten FHM.....	64
6.2.3.	Filtratvolumina bei den Filtrationen mit enzymatisch regenerierten FHM.....	66
6.3.	Projektergebnisse bei den Filtrationen mit kombiniert regenerierten FHM.	67
6.3.1.	Druckverläufe bei den Filtrationen mit kombiniert regenerierten FHM	67
6.3.2.	Trübungsverläufe bei den Filtrationen mit kombiniert regenerierten FHM.....	68
6.3.3.	Filtratvolumina bei den Filtrationen mit kombiniert regenerierten FHM	69
6.4.	Stabilisierung.....	70
6.5.	Kieselgureinsparung durch Filtration mit Regeneratgur.....	71
6.6.	Analysenergebnisse.....	72
6.6.1.	Bieranalyse.....	73
6.6.2.	Mikrobiologische Analysen.....	75
6.6.3.	Forciertest.....	75
6.7.	Projektergebnisse aus dem Teilprojekt des Bayrisches Institut für Angewandte Umweltforschung und –technik GmbH (BIFA).....	77
6.7.1.	Ergebnisse der Umweltbilanz.....	77
6.7.2.	Ökologische Bewertung der Szenarien.....	79
6.7.3.	Ergebnisse der Wirtschaftlichkeitsbetrachtung.....	82
6.8.	Projektergebnisse aus dem Teilprojekt der Universität Hohenheim – Lehrstuhl für Biotechnologie.....	87

6.8.1.	Regenerations- und Filtrationsversuche in der Altenburger Brauerei..	87
6.8.2.	Überprüfung der Einhaltung des Deutschen Reinheitsgebotes.....	91
6.8.3.	Regeneration des Filterkuchens mit zellfreiem Heferohextrakt .....	96
7.	Ausblick .....	98
8.	Öffentlichkeitsarbeit .....	99

## **1. Zusammenfassung und Ausblick**

Das Förderprojekt „Umweltschonendes Verfahren zur Filtration von Bier – Entwicklung eines innovativen Verfahrens zur Implementierung einer modellhaften regenerierbaren Filterlinie zur Bierfiltration am Beispiel einer mittelständischen Brauerei (AZ13002)“ der Deutschen Bundesstiftung Umwelt (DBU) befasste sich mit der Technologie zur Regeneration von Einweg Filterhilfsmitteln (z.B. Kieselgur) für die Mehrfachverwendung bei der Bierfiltration. Das Gesamtverfahren wurde im Produktionsmaßstab in einer Brauerei validiert. Neben der Implementierung und Validierung wurden projektbegleitend eine umfassende Wirtschaftlichkeitsbetrachtung und Umweltbilanz erstellt.

Die Ergebnisse, die in den letzten Jahren im Rahmen des Förderprojektes erzielt worden sind, sind umfangreich und detailliert in den Zwischen- und Quartalsberichten dargestellt worden. Die daraus gewonnen Erkenntnisse führten schließlich zur Implementierung einer regenerierbaren Filterlinie in der Altenburger Brauerei in Altenburg.

Aus diesem Grunde werden in diesem Abschlußbericht nur die Arbeiten und erzielten Ergebnisse der Implementierung und Validierung der drei in der Altenburger Brauerei durchgeführten Regenerationsverfahren zusammengefasst.

Da es sich bei dem Abschlußbericht, um einen sehr umfangreichen Bericht handelt, erfolgt eine Aufgliederung in zwei Teile.

Teil1 umfasst alle erzielten Ergebnisse, Diskussion, Zusammenfassung und Ausblick der Implementierung und Validierung in der Altenburger Brauerei.

Teil2 beinhaltet die ausführlichen und kompletten Abschlußberichte der Kooperationspartner.

### **1.1. Projekthintergrund**

Das Standardverfahren der Bierfiltration ist die Anschwemmfiltration mit Kieselgur. Die guten Filtrationseigenschaften von Kieselgur wie Adsorptionskapazität, Trennschärfe, Verbrauch, Preis-Leistungs-Verhältnis sind wesentliche Gründe für den Einsatz als Filterhilfsmittel. Die eingesetzten Filterhilfsmittel werden einmal eingesetzt und nach ihrem Gebrauch entsorgt. So fallen in Deutschland jährlich ca. 90.000 t Kieselgurschlamm aus Brauereien an.

Die Entsorgung der gebrauchten Filterhilfsmittel erfolgt hauptsächlich über die landwirtschaftliche Verwertung mit oder ohne vorherige Kompostierung. Bis vor wenigen Jahren war die Kieselgurentsorgung problemlos. Die Schlämme wurden den Biertrebern beigemischt oder auf Hausmülldeponien abgelagert. Mittlerweile ist unter den Vorgaben des Futtermittelrechts eine Zumischung zu den Trebern mit anschließender Verfütterung nicht mehr möglich. Die Entsorgung über die Kanalisation verbietet sich, da fast alle kommunalen Abwassersatzungen ein Einleitungsverbot für feste Stoffe, wozu auch Kieselgurschlämme zählen, enthalten. Auch die Ablagerung auf Hausmülldeponien wird kaum noch praktiziert, weil die geforderten Ablagerungsbedingungen nicht mehr erfüllt werden.

Spätestens ab Juli 2005 ist eine Ablagerung auf Deponien der Klasse I und II nach den Zuordnungskriterien der Abfallablagerungsverordnung (AbfAbIV) ausgeschlossen.

Hauptentsorgungsweg der Filtrationsschlämme ist nach wie vor die direkte Verwertung zu Düngezwecken bzw. die Kompostierung mit anschließender landwirtschaftlicher Verwertung [1].

Auch wenn nach dem aktuellen Stand des Düngerechts weiterhin eine Verwertung zu Düngezwecken ermöglicht wird, so ist zu befürchten, dass sich die Verwertungssituation verschärfen und die Entsorgung verteuern wird. Neben der „Cristobalite-Problemik“ trockener, staubförmiger Kieselgur werden weiterhin die Geruchsemissionen sowie die eventuelle Vermehrung pathogener Keime auf dem Kieselgurschlamm diskutiert und kritisiert [2].

Vor diesem Hintergrund hat die Pall SeitzSchenk Filtersystems GmbH zusammen mit Kooperationspartnern in dem von der Deutschen Bundesstiftung Umwelt (DBU) geförderten Forschungsvorhaben Verfahren entwickelt, bei dem die mit organischen Stoffen beladenen Filterhilfsmittel nach der Filtration nicht mehr vollständig entsorgt werden müssen, sondern mit Hilfe von Enzymen und / oder Säure und Lauge regeneriert und erneut zur Filtration eingesetzt werden können.

Dieses neu entwickelte Verfahren mit der dazugehörigen Technik wurde bei der Altenburger Brauerei in Altenburg Mitte 2004 aufgebaut und in Betrieb genommen.

In vorangegangenen Arbeitspaketen wurden grundsätzlich die Regenerierbarkeit der Filterhilfsmittel erforscht. Darüber hinaus wurden bei verschiedenen Brauereien Technikumversuche mit einer für die Regenerierung der Kieselgur geeigneten Pilotanlage durchgeführt. Bei diesen Versuchen kamen als Regeneriermedien Enzyme, Lauge, Säure sowie Kalt- und Heißwasser zum Einsatz.

## **1.2. Aufgabenstellung und Projektziele**

Das Bier durchläuft beim Filtrationsprozess die Filtrationsstufen Vorfiltration, Stabilisierung und Nachfiltration. Häufig wird der Vorfiltration noch eine Zentrifugation vorgeschaltet. Die Vorfiltration wird in der Regel in Anschwemmfiltern wie z.B. Zenrifugal-Horizontalfilter (Primus III) oder Kerzenfilter (Ecoflux) durchgeführt. Das verwendete Filterhilfsmittel muss nach der Filtration entsorgt werden. Die Anforderungen an die Haltbarkeit der Biere machen eine chemisch/physikalische Stabilisierung des Bieres erforderlich. Für die Stabilisierung der Biere werden Kieselgele zur Reduzierung von Eiweißfraktionen bzw. PVPP zur Reduzierung von der Gerbstofffraktionen eingesetzt. Für die Nachfiltration des Bieres kommen Schichtenfilter oder Trapfilter zum Einsatz.

Das Ziel dieses Projektes bestand in der Erarbeitung einer effizienten Technologie , die eine Kieselgur-Regeneration unter den gegebenen ökonomischen, ökologischen und technischen Rahmenbedingungen eines Brauereibetriebes ermöglicht.

Das Projekt sollte die folgenden Kriterien abdecken:

- Entwicklung einer geschlossenen, umweltfreundlichen Filterlinie
- Wiederholte Verwendung von Filterhilfsmitteln und Stabilisierungsmitteln bei vergleichbarer Filtratqualität (Bierqualität, Trübung, Druckdifferenz)
- Reduzierung und Wiederverwendung der anfallenden Reinigungslösungen
- Erhöhung der Wirtschaftlichkeit
- Validierung der Regenerationsverfahren im Technikums- und Produktionsmaßstab.

### **1.3. Kooperationspartner**

Für die Implementierung der Regenerationsverfahren in der Altenburger Brauerei wurden vier Aufgabenpakete den Kooperationspartnern zugeordnet:

1. Entwicklung geeigneter Verfahren zur Bierfiltration mit der Regeneration der eingesetzten Filterhilfs- und Stabilisierungsmittel (Pall SeitzSchenk).
2. Adaption der Filterhilfs- und Stabilisierungsmittel an die Filtrationsaufgabe und Regenerierbarkeit der Filterhilfsmittel (Pall SeitzSchenk und Universität Hohenheim)
3. Validierung der Gesamtverfahren im Produktionsmaßstab mit Umweltbilanz (Pall SeitzSchenk, Universität Hohenheim und Altenburger Brauerei).
4. Beurteilung der Gesamtverfahren im Produktionsmaßstab mittels Umweltbilanz und Wirtschaftlichkeitsbetrachtung der unterschiedliche Szenarien (BlfA).

Aus diesen Aufgabenpaketen wird ersichtlich, wie breit gefächert das Förderprojekt angelegt ist. Bis dato ist kein Projekt veröffentlicht, in dem der Bierfiltrations- und Regenerationsprozess so umfangreich aus verschiedenen Sichtweisen analysiert und bewertet wurde. Alle Einzelergebnisse und Lösungen wurden in diesem Projekt zusammengeführt und führten schließlich zur erfolgreichen Implementierung einer regenerierbaren Filterlinie im Produktionsmaßstab in der Altenburger Brauerei.

Dass 100% aller Biere der Altenburger Brauerei seit dem 20. Juli über die neue Filterlinie mit regenerierbaren Filterhilfsmittel filtriert wurden, ist dem sehr großen Engagement aller Projektbeteiligten zu verdanken und ein sichtbarer Erfolg der sehr guten Zusammenarbeit aller Kooperationspartner.

#### **1.3.1. Pall SeitzSchenk**

Im Rahmen des von der DBU geförderten Projektes „Umweltschonendes Verfahren zur Filtration von Bier“ (AZ13002)“ hat Pall SeitzSchenk (PSS) die folgenden Aufgaben übernommen:

- Koordination des Gesamtprojektes (Projektmanagement),
- Suche nach Kooperationspartnern,
- Entwicklung von Filtrations- und Regenerationstechnologie mit der entsprechenden Filtrationstechnik,
- Implementierung und Validierung der Gesamtverfahren im Produktionsmaßstab in einer mittelständischen Brauerei.

#### **1.3.2. Altenburger Brauerei**

Nach dem Ausscheiden der Brauerei Alpirsbacher Klosterbräu als Kooperationspartner ergab sich für das Gesamtprojekt eine neue Ausgangssituation, die zu einer Veränderung hinsichtlich der Zeitplanung führte. Da die Einbindung einer Brauerei zur Etablierung und Bewertung des Praxiseinsatzes der avisierten

„regenerierbaren Filterlinie“ als Ergebnis des Gesamtvorhabens anzustreben war, war die Suche und Aufnahme eines entsprechenden neuen Kooperationspartners in das Gesamtprojekt zwingend erforderlich. Mit der Altenburger Brauerei wurde ein neuer Kooperationspartner gefunden, bei dem die regenerierbare Filterlinie unter industriellen Prozessbedingungen umgesetzt werden konnte. Die Altenburger Brauerei ist eine mittelständische Brauerei mit einem Ausstoß von ca. 205.000 hl pro Jahr. Das Produktportfolio der Brauerei umfasst die folgenden vier Hauptbiersorten: Altenburger Premium (Pils), Altenburger Lager, Altenburger Schwarze (Schwarzbier) und Altenburger Festbier, die ausschließlich in der Bügelverschlussflasche sowie im Fass vertrieben werden.

### **1.3.3. Universität Hohenheim - Lehrstuhl für Biotechnologie**

Der Lehrstuhl Biotechnologie ist im Institut für Lebensmitteltechnologie der Universität Hohenheim angesiedelt und bearbeitet interdisziplinär die Forschungsfelder Enzymtechnologie, Bioreaktortechnik und Angewandte Molekularbiologie.

Ein Teil des Projektes „Umweltschonendes Verfahren zur Filtration von Bier“ (A Z13002)“ befasste sich mit der enzymatischen Regeneration von Kieselgur nach der Bierfiltration.

Ziel dieses Teilprojektes war es, effiziente Enzyme zu finden, die eine Kieselgur-Regeneration unter den gegebenen ökonomischen und technischen Rahmenbedingungen eines Brauereibetriebes realisieren können.

### **1.3.4. Bayerisches Institut für Angewandte Umweltforschung und -technik GmbH (BifA)**

Das Bayerische Institut für Angewandte Umweltforschung und -technik schließt die Lücke zwischen Forschung und Praxis. Am BifA werden Lösungen erarbeitet, die nicht nur technisch möglich sind, sondern unter den vorgegebenen Rahmenbedingungen auch wirtschaftlich umgesetzt werden können.

Ein Teil des Projektes „Umweltschonendes Verfahren zur Filtration von Bier – Entwicklung eines innovativen Verfahrens zur Implementierung einer modellhaften regenerierbaren Filterlinie zur Bierfiltration am Beispiel einer mittelständischen Brauerei (AZ13002)“ befasste sich mit der ökologischen und ökonomischen Bewertung der regenerierbaren Filterlinie.

Aus der Aufgabenstellung, die neue Filtration bei der Altenburger Brauerei ökologisch und ökonomisch zu bewerten hat die BifA im Auftrag der PSS die Aufgabe übernommen, für das derzeit in der Altenburger Brauerei eingesetzte Filtrationsverfahren eine Umweltbilanz und eine Wirtschaftlichkeitsbetrachtung durchzuführen. Anschließend wurde das bisherige Filtrationsverfahren mit den Verfahrensvarianten, die diese neuen Filtrationsverfahren ermöglichen anhand ökologischer und ökonomischer Ergebnisparameter verglichen.



#### 1.4. Implementierung der regenerierbaren Filterlinie in die Altenburger Brauerei

Die Arbeiten zur Implementierung der regenerierbaren Filterlinie in der Altenburger Brauerei wurden Anfang Juni 2004 gestartet.

Die Aufstellung und Einbindung der Filterlinie in die bestehende Brauerei dauerte ca. zwei Monate.



Abb. 1: Aufstellung und Einbindung der Filterlinie in der Altenburger Brauerei

### 1.4.1. Altfiltrationsanlage der Altenburger Brauerei

In der Altenburger Brauerei wurde das Bier bis Mitte 2004 mit einer Filterlinie, bestehend aus Kieselgurrahmenfilter, Schichtenfilter und PVPP-Modulfilter, filtriert.

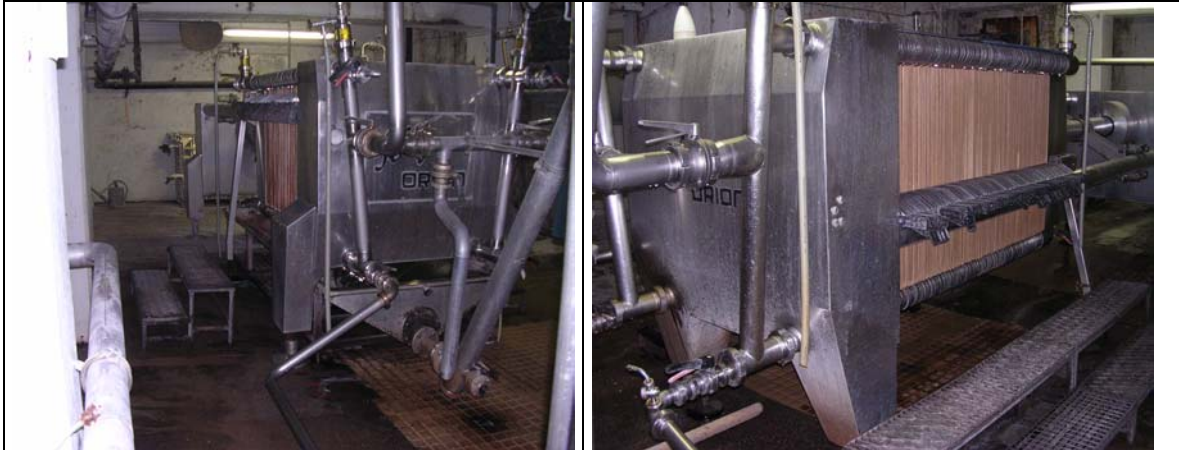


Abb. 2: Alte Filtrationsanlage der Altenburger Brauerei

Der eingesetzte Kieselgur-Rahmenfilter gilt als die klassische Filterkonstruktion wie sie auch heute noch, gerade in mittelständischen Brauereien, häufig anzutreffen ist. Als Filterhilfsmittel wurden für die Bierklärung Kieselgur, für die Stabilisierung Xerogel und PVPP in Modulform eingesetzt. Die Kieselgur und das Kieselgel wurden manuell als Suspension angerührt und zudosiert. Die Entfernung des Filterkuchens erfolgte manuell.

Die mikrobiologische Sicherheit war durch den Einsatz eines Schichtenfilters mit hoher Trennschärfe gegeben.

### 1.4.2. Filterlinie mit regenerierbaren Filterhilfsmitteln

Ab Mitte des Jahres 2004 kam in der Altenburger Brauerei die Filterlinie mit regenerierbaren Filterhilfsmitteln zum Einsatz, die in Abb. 3 dargestellt ist. Diese Technologie wurde mit dem Ziel konzipiert, die Kieselgurfiltration im Brauereibereich effizienter und wirtschaftlicher zu machen und ein hohes Maß an Prozesssicherheit zu gewährleisten. Der neue Filterkeller bei der Altenburger Brauerei besteht aus folgenden Aggregaten:

- 50 hl Puffertank Unfiltrat
- Kieselguranrührstation
- ZHF Primus III C 50 mit 50 m<sup>2</sup> Filterfläche
- Isolierter Stapeldosiertank für die regenerierten Filterhilfsmittel
- Dosierstation
- Trapfilter mit 19 Trapfilterkerzen
- 20 hl Puffertank Filtrat
- 3 Tank CIP für Heiss-, Kaltwasser und Heisslauge
- Dosierstation für Enzyme, Lauge, Säure und Desinfektionsmittel
- Kurzzeiterhitzung (KZE).



Abb. 3: Filterlinie mit dem Kieselgurfilter ZHF Primus III für regenerierbare Filterhilfsmittel und dem Stapeldosiertank in der Altenburger Brauerei

Die Steuerung der Filteranlage erfolgt über eine automatisierte Prozesssteuerung (Siemens S7), die verschiedene Verfahrensweisen insbesondere zur Regenerierung der Filterhilfsmittel nach der Filtration ermöglicht und dazu die entsprechenden Regenerierungsmittel aus den Vorrats- und Dosiertanks in den Filter pumpt.

Das entwickelte Verfahren zur Bierfiltration enthält als innovativen Prozessschritt die integrierte Regenerierung, der eingesetzten Kieselgur im Filter. Die Filteranlage ermöglicht verschiedene Verfahrensweisen für die Regenerierung. Diese kann sowohl chemisch unter Einsatz von Säure und Lauge, als auch im kombinierten chemisch-enzymatischen Prozess und schließlich auch rein enzymatisch durchgeführt werden. Dazu wurde eine entsprechende Prozesssteuerung mit Programmen für alle Verfahrensweisen programmiert (siehe Abb. 4).

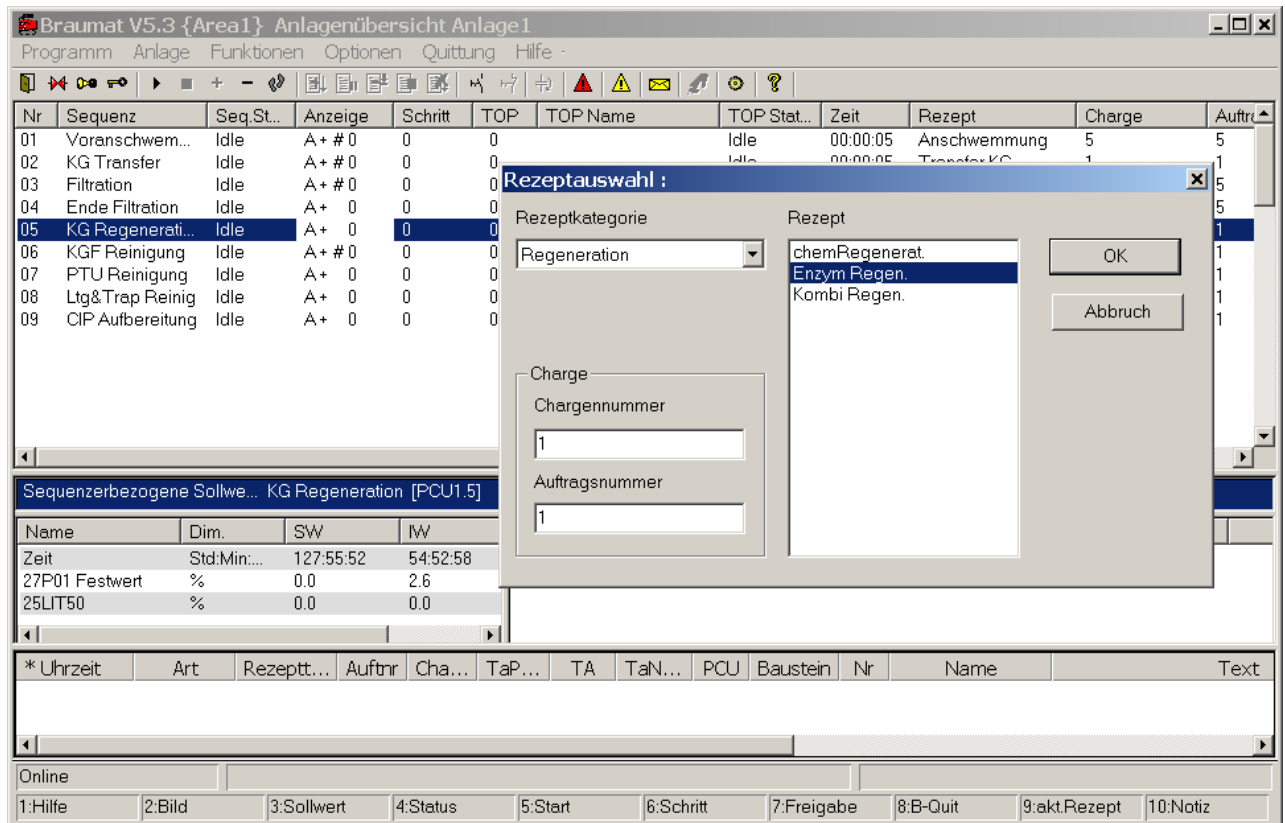


Abb. 4: Prozessschaubild der Filterlinie mit regenerierbaren Filterhilfsmittel

## **1.5. Projektergebnisse**

Mit der Altenburger Brauerei wurde ein Kooperationspartner gefunden, der das Filtrationskonzept mit regenerierbaren Filterhilfsmitteln unter industriellen Prozessbedingungen umgesetzt hat. Die Biere der Altenburger Brauerei werden simultan geklärt und stabilisiert (Silicagel). Die erste Bierfiltration wurde am 20. Juli durchgeführt. Seitdem wurden 100% aller Altenburger Biere mit der neuen Filterlinie mit regenerierbaren Filterhilfsmitteln filtriert.

### **1.5.1. Prozessschritt Filtration**

Die Altenburger Brauerei filtriert mit der neuen Filterlinie, bestehend aus einem Zentrifugalhorizontalfilter (ZHF) Primus III mit 50 m<sup>2</sup> Filterfläche, Dosagetank für die Filterhilfsmittel, Regenerattank für die regenerierten Filterhilfsmittel und Trapfilter sämtliche Biere.

Die alte Filterlinie ist seit dem Umschalten auf die neue Filterlinie außer Betrieb. Seitdem wurden 60 Bierfiltrationen mit der neuen Filterlinie durchgeführt, ca. 66% mit regenerierbaren Filterhilfsmitteln.

Insgesamt wurden auf der neuen Filteranlage ca. 90.000 hl Altenburger Bier filtriert.

Aufgrund der schwankenden Unfiltratqualitäten lagen die Verbräuche an Filterhilfsmitteln im Bereich von 100 – 300g/hl.

Die Biere wurden mit einer flächenspezifischen Filtrationsgeschwindigkeit von ca. 5 hl/m<sup>2</sup>·h filtriert. Die Filtrationsdauer liegt bei 4-10 Stunden. Die Brauerei filtrierte 2-4 Mal pro Woche.

### **1.5.2. Prozessschritt Stabilisierung**

In der Altenburger Brauerei werden die Filtration und Stabilisierung der Biere in einem Schritt durchgeführt. Die Altenburger Biere haben eine Mindesthaltbarkeit von sechs Monaten.

Die Stabilisierung des Bieres erfolgt mit Silicagel (Xerogel). Hierbei wird eine sehr hohe Menge (60-90 g/hl) an Silicagel bei der laufenden Filtration eingesetzt. Diese jeweilige Neuzugabe bei jeder Filtration ist problematisch.

Auf der einen Seite garantiert das Silicagel die chemisch-physikalische Haltbarkeit der Altenburger Biere, auf der anderen Seite macht diese sehr hohe Gabe bei der Regeneration Probleme.

Wird das Silicagel aus dem Filterkuchen nicht bei der Regeneration entfernt, so kumuliert das Silicagel von Filtration zu Filtration. Daraus ergeben sich verschiedene negative Folgen.

Zum einen ist die chemisch-physikalische Haltbarkeit nicht mehr vorhersagbar und zum anderen beeinflusst eine zu hohe Silicagelgabe den Bierschaum negativ. Durch die Kumulation des Silicagel, wird der verfügbare Trubraum im Filter verringert. Somit wären max. 2 Filtrationen in einer Regenerationsserie möglich. Aus diesem Grund muss das Silicagel bei jeder Regeneration aufgelöst werden. Die Auflösung kann nur auf chemischen Wege (NaOH) erfolgen. Die Auflösung der Silicagele wird in zwei Regenerationsverfahren, nämlich im chemischen und im kombinierten, berücksichtigt. Aufgrund der negativen Folgen des Silicagels, wurde auf dem Statusseminar in Altenburg am 26.10.2004 beschlossen, weitere Versuche einzuplanen, um die Zusammensetzung und Menge der Stabilisierungsmittel zu verändern.

Bis zum Statusseminar wurde die Stabilisierung nur mit Silicagel in einer Konzentration von bis zu 90 g/hL Bier durchgeführt. Da das Silicagel zudem die Enzymaktivitäten negativ beeinflusst und den Trubraum des Filters limitiert, wurde ein Teil des Silicagels durch PVPP ersetzt. Die PVPP -Einwegware wird während der Filtration kontinuierlich zudosiert. Nach der Filtration kann es durch den Einsatz von NaOH regeneriert und wieder verwendet werden.

Bei den Versuchen im Anschluss an das Statusseminar wurde das PVPP bei der enzymatischen Regeneration eingesetzt. Die Silicagelkonzentration wurde auf 35 g/hL Bier gesenkt und die PVPP-Konzentration auf 15 g/hL Bier festgesetzt.

Bei dem enzymatischen Regenerationsverfahren werden die Stabilisierungsmittel Silicagel und PVPP weder aufgelöst noch regeneriert., somit ist eine jeweilige Neuzugabe der Stabilisierungsmittel Xerogel und PVPP nötig. Dadurch kommt es auch zu einer Kumulation der Stabilisierungsmittel, wodurch wiederum der verfügbare Trubraum im Filter verringert wird.

Der Gesamteinsatz von Stabilisierungsmittel vor dem Statusseminar lag bei max. 90 g/hL. Nach dem Statusseminar wurde eine Gesamtmenge von 50 g/hL eingesetzt. Zum einen konnte damit die Limitierung des Trubraumvolumens der negative Einfluss auf die Enzymwirksamkeit gemindert werden. Zum anderen konnte eine konstante Stabilisierungswirkung der filtrierte Biere gewährleistet werden.

### 1.5.3. Prozessschritt Regenerationen

Bei der Regeneration von Filterhilfsmittel kommen drei Regenerationsvarianten zum Einsatz:

- Chemisches Regenerationsverfahren
- Enzymatisches Regenerationsverfahren
- Kombiniertes Regenerationsverfahren (chemisch und enzymatisch)

Tabelle 1: Übersicht der Filtrationen und Regenerationen von Filterhilfsmittel in der Altenburger Brauerei

<b>Regenerationsvarianten</b>	<b>Anzahl Filtration</b>	<b>Filtrierte Biermenge [hl]</b>
Kombiniertes Verfahren	7	8886
Enzymatisches Verfahren	9	14762
Chemisches Verfahren	23	35378
Gesamt	39	59026
Filtrationen mit Frischgur	21	31093

In 39 Filtrationen und Regenerationen mit regenerierter Kieselgur und Altenburger Bier konnten fünf Filtrationen in einer Versuchserie mit derselben Kieselgur unter akzeptablen Filtrationsbedingungen hinsichtlich Druckverhältnisse und Trübungen mit der neuen Filterlinie gefahren werden, wenn die nachgeschärfte Kieselgur in Form einer neuen Kieselgur für die Voranschwemmung zum Ersatz kam.

## **1.5.4. Bayrisches Institut für Angewandte Umweltforschung und –technik GmbH (BIfA)**

### **1.5.4.1 Ökologische Bewertung der Szenarien**

Aus der Zusammenführung der drei Kriterien (Spezifischer Beitrag, Ökologische Gefährdung und Distance-to-target) zur Bewertung in Ökobilanzen ergibt sich die in der unteren Tabellenhälfte der Tabelle 2 dargestellte verbal ausgedrückte ökologische Priorität für jede Wirkungskategorie. Diese ökologischen Prioritäten sind nun direkt vergleichbar, da sie durch verschiedene Bewertungsschritte Unterschiede zwischen den Wirkungskategorien berücksichtigen.

Bei dieser Vorgehensweise gewinnen die Wirkungskategorien Treibhauspotenzial, Versauerungspotenzial und aquatisches Eutrophierungspotenzial für die Bewertung der Szenarien eine größere Bedeutung als die Wirkungskategorien Kumulierter Energieaufwand und terrestrisches Eutrophierungspotenzial. Die Szenarien zur Neuanlage sind anhand der Wirkungskategorien Kumulierter Energieaufwand, Treibhauspotenzial, Versauerungspotenzial und terrestrische Eutrophierung nicht zu unterscheiden, da sie jeweils die gleichen ökologischen Prioritäten aufweisen.

Aufgrund der Bewertung mit „großer“ und „sehr großer“ Bedeutung bei den Wirkungskategorien Kumulierte Energieaufwand und Treibhauspotenzial ist das Szenario Altanlage mit Frischgur im Vergleich zu den anderen Szenarien mit höheren Umweltbelastungen verbunden. Mit insgesamt einer als „sehr groß“ und vier als „groß“ bewerteten Wirkungskategorien ist das Szenario Altanlage insgesamt mit den höchsten Umweltbelastungen im Vergleich aller Szenarien verbunden und nimmt den letzten Rang ein.

Mit zwei „großen“ und drei „mittleren“ ökologischen Bewertungen haben die Szenarien Neuanlage mit Frischgur und chemischer Regenerierung die günstigsten Bewertungen hinsichtlich der bilanzierten Umweltwirkungen und sind als ökologisch gleichwertig anzusehen. Mit jeweils zwei „mittleren“ und drei „großen“ Bewertungen können die Szenarien Neuanlage mit kombinierter und enzymatischer Regenerierung mit und ohne PVPP-Stabilisierung nicht weiter unterschieden werden und nehmen deshalb vor dem Szenario Altanlage den mittleren Rang ein.

Folgende Prozesse sind für die Umweltbilanz in verschiedenen Szenarien und Sektoren von ergebnisentscheidender Bedeutung:

1. Sektor Betriebs- und Filterhilfsmittel
  - Herstellung der PVPP-Module
  - Herstellung des Kieselgels
  - Herstellung der Enzyme
  - Herstellung der Lauge
  - Nachrangig: Herstellung der Kieselgur und des PVPP-Pulvers
2. Sektor Filtration / Regenerierung / Reinigung
  - Bereitstellung der elektrischen Energie aus dem deutschen Strommix
3. Sektor Abwasser- und Abfallentsorgung
  - Abwasserreinigung
  - Teilweise Deponierung

Tabelle 2: Hierarchisierung der Wirkungskategorien und Rangfolge der Szenarien

Sektor / Prozess	Altanlage mit Frischgur	Neuanlage mit Frischgur	Neuanlage mit chemischer Regenerierung	Neuanlage mit kombinierter Regenerierung	Neuanlage mit enzymatischer Regenerierung	Neuanlage mit enzymatischer Regenerierung und PVPP
<b>Ordnung der spezifischen Beiträge bezogen auf den maximalen Einwohnerwert von 25,26 EW</b>						
Kumulierter Energieaufwand	82% A	35% D	32% D	51% C	54% C	52% C
Treibhauspotenzial	78% B	31% D	29% D	41% C	35% D	39% D
Versauerungspotenzial	99% A	56% C	54% C	81% B	81% A	76% B
Eutrophierungspotenzial, aquatisch	68% B	10% E	32% C	96% A	91% A	<b>100% (Max)</b> A
Eutrophierungspotenzial, terrestrisch	52% C	25% D	28% D	31% D	18% E	23% D
<b>Ökologische Priorität der Wirkungskategorien durch Zusammenführung der Kriterien spezifischer Beitrag, Ökologischer Gefährdung und Distance-to-tagert</b>						
KEA	groß	mittel	mittel	mittel	mittel	mittel
Treibhauspotenzial	sehr groß	groß	groß	groß	groß	groß
Versauerungspotenzial	groß	groß	groß	groß	groß	groß
Eutrophierungspotenzial, aquatisch	groß	mittel	mittel	groß	groß	groß
Eutrophierungspotenzial, terrestrisch	groß	mittel	mittel	mittel	mittel	mittel
<b>Rangfolge der Szenarien</b>	<b>3</b>	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>
A = sehr groß, B = groß, C = mittel, D = gering, E = sehr gering						

#### 1.5.4.2 Ergebnisse der Wirtschaftlichkeitsbetrachtung

Die Abb. 5 zeigt die absoluten Filtrationskosten in €/hl im Vergleich der Szenarien aufgeschlüsselt nach verschiedenen Beiträgen durch fixe und variable Kostenfaktoren. Mit 1,05 €/hl treten die niedrigsten Filtrationskosten bei der Neuanlage mit chemischer Regenerierung auf, wohingegen die höchsten Filtrationskosten mit 1,79 €/hl bei der Neuanlage mit enzymatischer Regenerierung und PVPP-Stabilisierung auftreten. Die Altanlage liegt mit 1,42 €/hl dazwischen. Mit rund 0,73 €/hl bei der Neuanlage und 0,79 €/hl bei der Altanlage tragen



kalkulatorische Zinsen, Abschreibungen, Wartungskosten und Personalkosten zu den Filtrationskosten bei. Diese Kosten liegen bei allen Szenarien in einer vergleichbaren Größenordnung. Kalkulatorische Zinsen und Abschreibungen liegen bei der Neuanlage höher als bei der Altanlage. Die Personalkosten liegen jedoch niedriger, da aufgrund eines höheren Automatisierungsgrades der Neuanlage im Vergleich zur Altanlage ein Mitarbeiter in der Filtration eingespart werden kann.

Größere Unterschiede zwischen den Szenarien treten bei den Betriebsmittelkosten auf, die in Abb. 5 differenziert dargestellt sind, um die Einflüsse zu verdeutlichen. Die hohen Preise für Enzyme und PVPP in Pulverform sowie die je hl benötigten Mengen erhöhen die Filtrationskosten der Neuanlage mit kombinierter und enzymatischer Regenerierung mit und ohne PVPP um 0,5 bis 0,85 €/hl. Dabei ist das PVPP trotz geringer Mengen im Vergleich zum Kieselgel oder zur Kieselgur aufgrund des hohen Preises besonders von Bedeutung. Bei Einsatz von PVPP kann die Menge an Kieselgel reduziert werden, da der Kieselgelpreis jedoch nur 1/10 des Preises des PVPP ausmacht, hat die Mengenreduzierung jedoch nur geringe Auswirkungen. Auch die Wasser- und Abwasserkosten haben mit Ausnahme des Szenarios Neuanlage mit Frischgur einen deutlichen Ergebnisbeitrag. Dies ist jedoch weniger auf die jeweiligen Herstellkosten des Kalt- und Heißwassers, sondern hauptsächlich auf die hohen Abwasserkosten zurückzuführen.

Durch eine Erhöhung des Bierausstoßes der Altenburger Brauerei lassen sich die spezifischen Filtrationskosten senken. Dies ist durch niedrigere Kapitalkosten begründet, die sinken, wenn die jährlichen Kapitalkosten auf eine größere Biermenge umgelegt werden. Die mengenvariablen spezifischen Betriebsmittelkosten, die die Kostentreiber in manchen Szenarien sind, bleiben unter den gegebenen Bedingungen gleich.

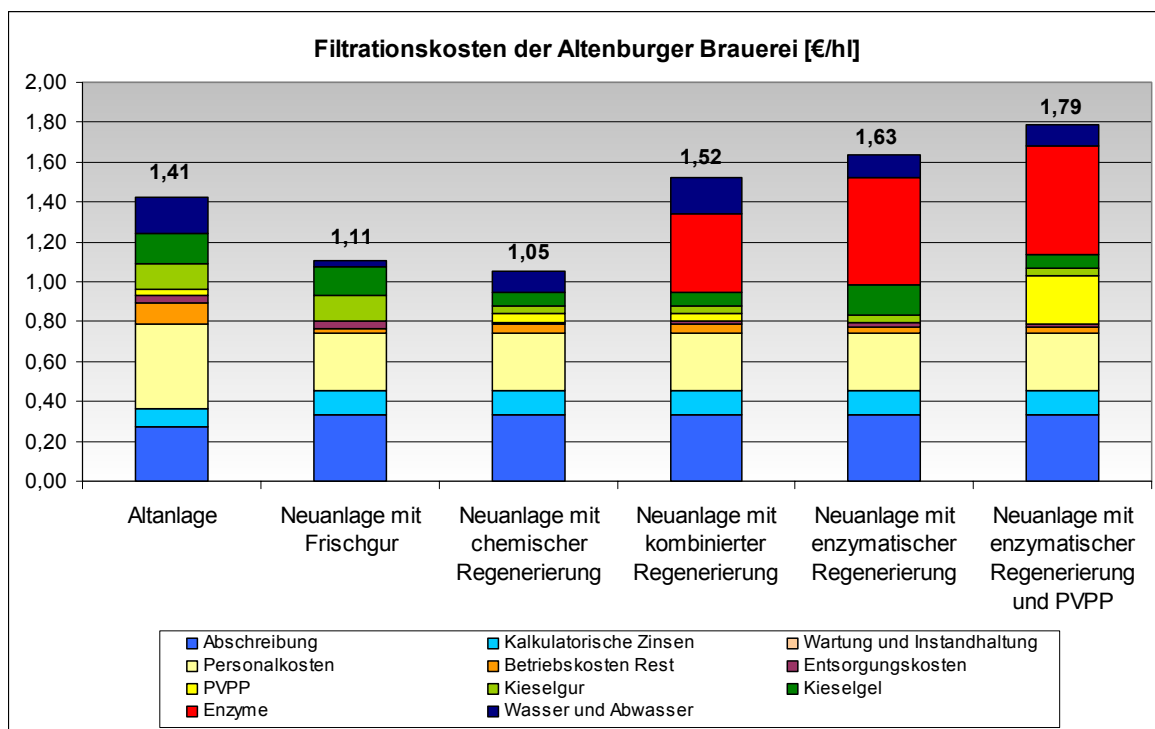


Abb. 5: Absolute Filtrationskosten bei der Altenburger Brauerei

Die relative Darstellung (vgl. Abb. 6) der Filtrationskosten veranschaulicht die Kostentreiber in den Szenarien. Obwohl die fixen Kosten aller Szenarien in der gleichen Größenordnung liegen, liefern sie einen stark unterschiedlichen relativen Beitrag zu den Filtrationskosten des jeweiligen Szenarios.

Folgende Prozesse sind für die Wirtschaftlichkeitsbetrachtung in verschiedenen Szenarien von ergebnisentscheidender Bedeutung:

- Fixkosten der Filtrationsanlagen (kalkulatorische Abschreibungen und Zinsen, Personalkosten)
- Kosten der Enzyme
- Wasser- und Abwasserkosten
- Kosten für Kieselgur, Kieselgel und PVPP

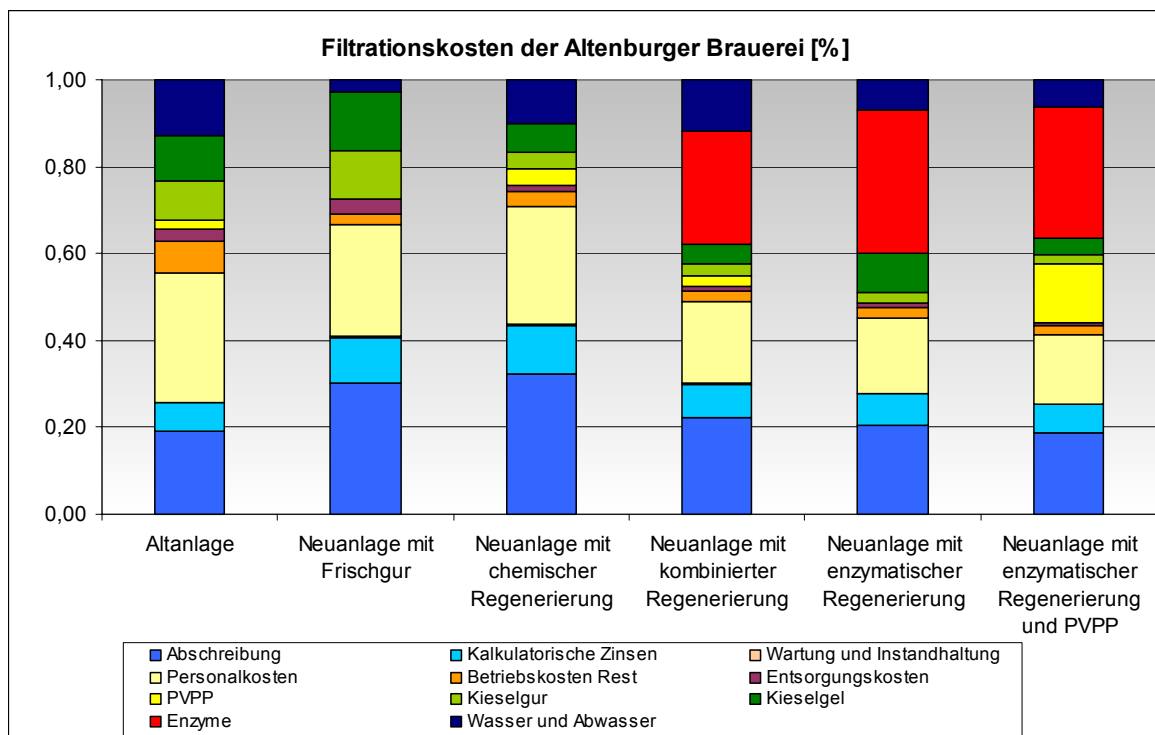


Abb. 6: Kostentreiber der Filtrationskosten bei der Altenburger Brauerei

Bezieht man die Filtrationskosten der Szenarien zur Neuanlage auf die Filtrationskosten der Altanlage, wie in Abb. 7 dargestellt, dann zeigt sich, dass die Szenarien Neuanlage mit Frischgur und mit chemischer Regenerierung 22 bzw. 26 % niedrigere Filtrationskosten aufweisen als die Altanlage. Die Verfahrensvarianten der Neuanlage mit kombinierter und enzymatischer Regenerierung hingegen liegen zwischen 7 und 26 % über den Kosten der Altanlage und damit deutlich über den Filtrationskosten der Neuanlage mit chemischer Regenerierung. Dies wird hauptsächlich durch die Kosten der Enzyme und des PVPP verursacht.

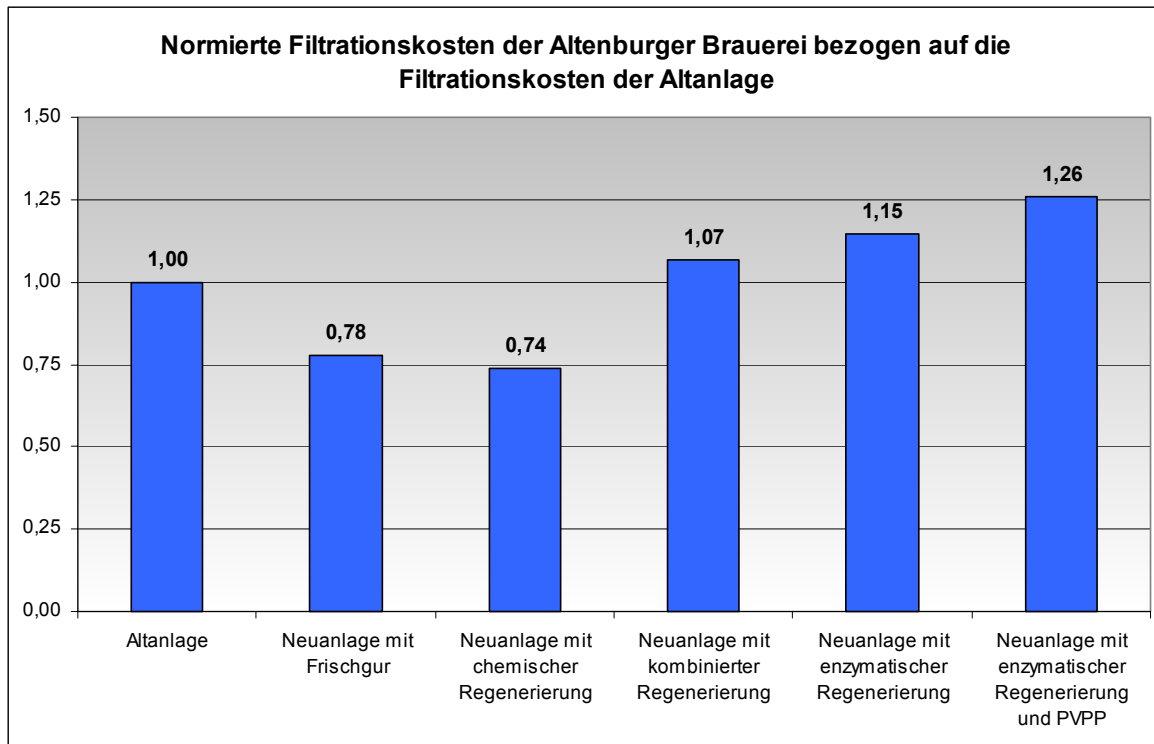


Abb. 7: Auf die Filtrationskosten der Altanlage normierte Filtrationskosten

Bei der Analyse der Ergebnisse wurde herausgearbeitet, welche Prozesse für die Umweltbilanz und die Wirtschaftlichkeit der Bierfiltration bei der Altenburger Brauerei eine entscheidende Bedeutung haben. In anderen Brauereien mit anderen Rahmenbedingungen können auch andere Ergebnisse zustande kommen. Bei der Übertragbarkeit der Ergebnisse muss beachtet werden, dass Umweltbilanz und Wirtschaftlichkeit sowohl von standortabhängigen als auch von standortunabhängigen Faktoren beeinflusst sein können. Einen ersten Hinweis für die Übertragung der Ergebnisse könnte dabei ein Vergleich der Betriebs- und Filterhilfsmittelmengen, die dieser Studie zugrunde liegen, mit den Mengen und den Preisen einer anderen Brauerei leisten. Liegen die eingesetzten Mengen und die Betriebsmittelpreise in vergleichbaren Größenordnungen, kann von relativer Standortunabhängigkeit ausgegangen werden, bei stark unterschiedlichen Werten spielen eher standortspezifische Faktoren eine Rolle.

### **1.5.5. Einhaltung des Deutschen Reinheitsgebotes**

Die Einhaltung des Deutschen Reinheitsgebotes wurde durch die Messung der Enzymaktivitäten im Unfiltrat und im über Regeneratgur filtriertem Filtrat überprüft.

In keinem Fall konnte im Filtrat eine höhere Enzymaktivität als im Unfiltrat festgestellt werden. Die gemessenen Aktivitäten waren endogene Enzymaktivitäten aus dem Bier.

Weiter wurden enzymatisch regenerierter und nicht-regenerierter Filterkuchen mit Wasser gespült und die resultierende Waschlösung nach Aufkonzentrieren mittels Elektrophorese und Silberfärbung (SDS-PAGE) analysiert. Es konnten bei dem Spülwasser des enzymatisch regenerierten Filterkuchens keine neuen Banden festgestellt werden.

Zusätzlich wurde eine Elementaranalyse von sechs regenerierten bzw. nicht regenerierten Filterkuchenproben durchgeführt. Hier konnte gezeigt werden, dass der Stickstoffgehalt, ein Merkmal des Proteingehalts, in der enzymatisch regenerierten Probe nicht höher lag, als im chemisch regenerierten Filterkuchen. In der enzymatisch regenerierten, nicht-gewaschenen Probe konnte hingegen Chlor nachgewiesen werden, was als Trägerstoff für das granulatformige Präparat Viscoflow benutzt wird und als eine Art „Marker“ des technischen Enzympräparates angesehen werden kann. Im enzymatisch regenerierten, inaktivierten und gespülten Filterkuchen konnte dann kein Chlor gefunden werden.

Weitere Immunologische Nachweismethoden (ELISA) zur Bestätigung der Einhaltung des Deutschen Reinheitsgebotes sind momentan weder realisierbar (keine geeigneten monoklonalen Antikörper bekannt bzw. vorhanden) noch erscheinen diese Methoden aufgrund der dargestellten Beweisführungen sowie den Überlegungen zum Verdünnungseffekt im konstruierten „worst case scenario“ zweckdienlich.

#### **Fazit:**

Das Deutsche Reinheitsgebot wird durch die in diesem Projekt praktizierte Methodik der enzymatischen Regeneration nicht verletzt.

## **1.6. Zusammenfassung der Projektergebnisse**

Die erste Bierfiltration wurde am 20. Juli durchgeführt. Seitdem wurden 60 Bierfiltrationen durchgeführt, ca. 66% mit regenerierbaren Filterhilfsmitteln. Insgesamt wurden auf der neuen Filteranlage ca. 90.000 hl Altenburger Biere filtriert. Die Gesamtmenge von ca. 90.000 hl Altenburger Bier wurde zu 100% zum Verkauf freigegeben.

Bei der Regeneration von Filterhilfsmittel kommen drei Regenerationsvarianten zum Einsatz:

- Chemisches Regenerationsverfahren
- Enzymatisches Regenerationsverfahren
- Kombiniertes Regenerationsverfahren (chemisch und enzymatisch)

Insgesamt wurden 39 Filtrationen mit Regeneratgur in den letzten Monaten durchgeführt.

In 14 Filtrationsserien mit regenerierter Kieselgur und Altenburger Bier konnten bis zu fünf Filtrationen in einer Versuchserie mit derselben Kieselgur unter vergleichbaren Filtrationsbedingungen hinsichtlich Druckverhältnisse und Trübungen mit der neuen Filterlinie gefahren werden, wenn die nachgeschärfte Kieselgur in Form einer neuen Kieselgur für die Voranschwemmung zum Einsatz kam.

Bei der Analyse der Ergebnisse zur Umweltbilanz und die Wirtschaftlichkeit wurde herausgearbeitet, welche Prozesse für die Umweltbilanz und die Wirtschaftlichkeit der Bierfiltration bei der Altenburger Brauerei eine entscheidende Bedeutung haben. In anderen Brauereien mit anderen Rahmenbedingungen können auch andere Ergebnisse zustande kommen.

Bei der Übertragbarkeit der Ergebnisse muss beachtet werden, dass Umweltbilanz und Wirtschaftlichkeit sowohl von standortabhängigen als auch von standortunabhängigen Faktoren beeinflusst sein können. Liegen die eingesetzten Mengen und die Betriebsmittelpreise in vergleichbaren Größenordnungen, kann von relativer Standortunabhängigkeit ausgegangen werden, bei stark unterschiedlichen Werten spielen eher standortspezifische Faktoren eine Rolle.

Das Deutsche Reinheitsgebot wird durch die in diesem Projekt praktizierte Methodik der enzymatischen Regeneration nicht verletzt.

### **1.7. Ausblick**

Die Altenburger Brauerei, bei der dieses Filtrationsverfahren erstmalig großtechnisch angewendet wurde, kann die Regenerierung der Filterhilfsmittel entweder chemisch, enzymatisch oder kombiniert bei gleichbleibender Bierqualität betreiben.

Die Kosten für die Enzyme könnten allerdings durch Verwendung hefeeigener Enzyme deutlich reduziert werden. Deshalb wurde der original Brauereihefestamm der Altenburger Brauerei im Bioreaktor angezüchtet, aufgeschlossen und zur Regeneration von Filterkuchen eingesetzt.

Im Labormaßstab konnte eine gleichwertige Regeneration wie mit Viscoflow und Neutrase erreicht werden.

Hiermit ist ein signifikant neuer Ansatzpunkt zur weiteren Entwicklung eines mit Brauhefe-eigenen Enzymen durchzuführenden Regenerationsverfahrens gegeben, dem in einem Folgeprojekt nachgegangen werden könnte.

Ein weiterer Vorteil einer mit Brauhefezellenaufschluss realisierten Regeneration von Kieselgur wäre von vornherein das Ausschließen der Diskussion um eine mögliche Verletzung des Deutschen Reinheitsgebots.

Die Projektergebnisse können in erster Linie in der Getränkeindustrie zur umweltfreundlichen, ressourcenschonenden Filtration verwertet und dabei große Mengen an Kieselgur, Kosten sowie Deponieraum eingespart werden.

Das Projekt war so angelegt, dass auch die Grundfragen der Filtration mit regenerierbaren Filterhilfsmitteln geklärt werden. Daher besteht eine weite Übertragbarkeit in der gesamten Biotechnologie. Bereits heute wird die Filtration von Fermentationsbrühen, Zellsuspensionen u.ä. in Anschwemmfiltern (Horizontalfiltern) im großtechnischen Maßstab durchgeführt. Dabei kommt derzeit jedoch nur Einwegware zum Einsatz.

## 2. Projekthintergrund

Biere werden derzeit in mehrstufigen Filtrationsverfahren filtriert. Eine Zentrifugation kann der Vorfiltrationsstufe vorgeschaltet sein. Eine Schichtenfiltration oder Pasteurisation können nachgeschaltet sein. Grundsätzlich kann in eine mehrstufige Filterlinie die chemisch/physikalische Stabilisierung der Biere integriert werden. Jede Filtrationsstufe hat eine spezifische Aufgabe und trägt somit zum Ergebnis eines mehrstufigen Filtrationsverfahrens bei.

Die Vorfiltrationsstufe als Anschwemmfiltration erfolgt in Kesselfiltern unter Verwendung von Filterhilfsmitteln, die nur einmal zum Filtrieren eingesetzt werden können (Einwegware). Die Filterhilfsmittel können sortenrein oder in Mischungen eingesetzt werden. Die Filterhilfsmittel sind chemisch und biologisch inerte Feststoffe, die eine große spezifische Oberfläche aufweisen und poröse Schichten mit hohem Feststoffeinlagerungsvermögen aufbauen können. Diese Filterhilfsmittel sind meist Kieselguren und in geringerem Umfang Zellulosen und Perlite. Die Anschwemmfiltration erfolgt in Apparaten unterschiedlicher Konstruktion. Meist werden Horizontalfilter (Abb. 8) oder Kerzenfilter verwendet.

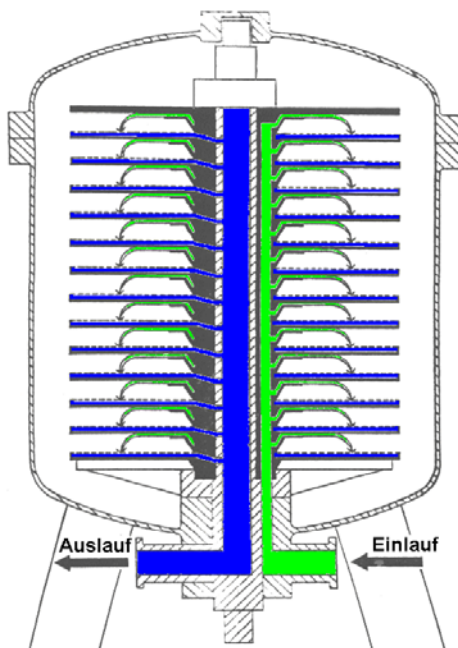


Abb. 8: Horizontalfilter Primus III

Horizontalfilter weisen kreisförmige, horizontal angeordnete Filterelemente auf, während Kerzenfilter haben stabförmige Filterelemente (Kerzen) mit kreisrundem Querschnitt, welche vertikal hängend im Filterbehälter angebracht sind, aufweisen. Zur Filtration wird zunächst eine sog. Voranschwemmung aus Filterhilfsmitteln auf das Filtergewebe (die sog. Anschwemmunterlage) aufgebracht, wodurch eine trennaktive Schicht auf der Anschwemmunterlage erzeugt wird. Anschließend wird das Unfiltrat unter kontinuierlicher Beimischung von weiterem Filterhilfsmittel (laufende Dosage) filtriert, wobei der aus Filterhilfsmitteln und retentierten Bierinhaltsstoffen bestehende Filterkuchen auf der Filterfläche kontinuierlich

anwächst. Die Filtration wird beendet, wenn der zur Aufnahme des Filterkuchens zur Verfügung stehende Trubraum gefüllt ist oder der durch den Kuchenaufbau bedingte maximale zulässige Kesseldruck erreicht ist. Der Filterkuchen wird entfernt und muss entsorgt werden. Dieser Verfahrensablauf ist weltweit gleich. Die Kieselgur kann nur in begrenztem Umfang z.B. durch höhere Zellulosebeimischungen zur Filterhilfsmittelmischung ersetzt werden.

Kieselguren sind poröse Silikate mit großer spezifischer Oberfläche, die aus den Exo-Skeletten abgestorbener einzelliger Diatomeen (Meeresalgen) entstanden sind. Diese werden bergmännisch im Tagebau abgebaut. Die Kieselgur muss zur Verwendung als Filterhilfsmittel energieintensiv aufbereitet werden. Dies umfasst das thermische Glühen (Kalzinieren) und ggf. das Waschen der Guren. Perlite sind aus vulkanischem Gestein durch Glühen (Expansion von Wassereinschlüssen) und anschließendem Mahlen gewonnene nicht-poröse Gesteinsstücke, die aufgrund ihres schalenartigen Aufbaus poröse Schichten ausbilden. Die zur Anschwemmfiltration verwendeten Zellulosen bestehen vorwiegend aus  $\alpha$ -Zellulosefasern. Die rauhe, feinfibrillierte Struktur der Fasern beinhaltet ein hohes Feststoffrückhaltevermögen [3].

Die Lebensmittelkennzeichnungsverordnung (LMKV) sieht die Angabe eines Mindesthaltbarkeitsdatums für Bier vor [4]. Die Mindesthaltbarkeit umfasst dabei die sensorischen Eigenschaften und die chemisch-physikalische Stabilität. Letztere beinhaltet die Vermeidung von Trübungen während der Lagerung. Für die Entstehung von unlöslichen Dauertrübungen sind hochmolekulare Stickstoffverbindungen, Polyphenole und Schwermetallionen verantwortlich. Die Vermeidung derartiger Trübungen kann durch die Entfernung der Polyphenole oder der Proteine erfolgen [5]. Zur gerbstoffseitigen Stabilisierung wird das Filtermittel PVPP (Polyvinylpolypyrrolidon) verwendet. Die Anwendungsmöglichkeiten und die Auswirkungen auf die Eigenschaften des so stabilisierten Bieres sind in [6-10] und die Anwendung bei Fruchtsaft in [11,12] beschrieben. Das PVPP weist peptidähnliche Struktur auf und adsorbiert somit phenolische Verbindungen selektiv. In schwach alkalischen Lösungen können adsorbierte Phenole als Phenolatationen wieder abgespalten werden. Das Stabilisierungsmittel kann dadurch regeneriert werden. In der Praxis der Bierfiltration wird gleichzeitig mit der Anschwemmfiltration in einigen Fällen das Bier stabilisiert. Dies erfolgt im selben Apparat und durch die Zugabe von selektiv wirkenden Adsorbentien. Dadurch werden Bierinhaltsstoffe entfernt, welche bei der Lagerung zu Trübungen führen können. Silicagele und oben beschriebenes PVPP gehören zu dem Kreis dieser Adsorbentien. Bei dieser Verfahrensweise wird das Silicagel und PVPP als Einwegware eingesetzt und mit dem Filterkuchen weggeworfen.

Wird dagegen eine separate Filtration und Stabilisierung angestrebt, wird in der ersten Stufe eine Anschwemmfiltration mit Kieselgur und in der zweiten Stufe eine Anschwemmfiltration mit PVPP durchgeführt. Die Stabilisierung mit PVPP geschieht in diesem Fall im Recyclingverfahren. Hierzu wird im Stabilisierfilter, einem Horizontalfilter, eine Schicht aus PVPP auf die Filterelemente aufgebracht. Anschließend wird das zu stabilisierende Bier unter kontinuierlicher Zudosierung von PVPP stabilisiert. Nach Beendigung der Stabilisierung wird der auf den Filterelementen verbleibende PVPP-Filterkuchen durch das Umwälzen von ca. 1 %-iger Natronlauge regeneriert und in einen Stapeldosiertank überführt. Das PVPP steht dann für die nächste Stabilisierung bereit.



In vielen Fällen schließt sich an die Stabilisierung eine Nachfiltration in Form einer Schichtenfiltration an, die durch eine Fein- und evtl. Sterilfiltration kleinste noch verbleibende Partikel bzw. Mikroorganismen aus dem Bier entfernt. Die Filterschichten bestehen aus verfestigter Kieselgur, Zellulose und Perlite und werden durch Harze in eine feste Form überführt. Die Klärschärfe kann eingestellt werden. Die Filterschichten werden nach Gebrauch entsorgt, d.h. deponiert oder thermisch entsorgt. Diese abschließende Schichtenfiltration kann alternativ durch eine thermische Behandlung ersetzt werden, bei der noch vorhandene Mikroorganismen abgetötet, aber nicht aus dem Bier entfernt werden. Das nachfiltrierte Bier wird entsprechend dem Verfahrensablauf der Brauerei gelagert und dann abgefüllt.

Das Standardverfahren der Bierfiltration ist die Anschwemmfiltration mit Kieselgur. Die eingesetzten Hilfsstoffe werden einmal eingesetzt und nach ihrem Gebrauch entsorgt. So fallen in Deutschland jährlich ca. 90.000 t Kieselgurschlamm aus Brauereien an. Bis vor wenigen Jahren war die Kieselgurentsorgung problemlos. Die Schlämme wurden den Trebern beigemischt oder auf Hausmülldeponien abgelagert. Mittlerweile ist unter den Vorgaben des Futtermittelrechts eine Zumischung zu den Trebern mit anschließender Verfütterung nicht mehr möglich. Die Entsorgung über die Kanalisation verbietet sich, da fast alle kommunalen Abwassersatzungen ein Einleitungsverbot für feste Stoffe, wozu auch Kieselgurschlämme zählen, enthalten. Auch die Ablagerung auf Hausmülldeponien wird kaum noch praktiziert, weil die geforderten Ablagerungsbedingungen nicht mehr erfüllt werden.

Spätestens ab Juli 2005 ist eine Ablagerung auf Deponien der Klasse I und II nach den Zuordnungskriterien der Abfallablagerungsverordnung (AbfAbIV) ausgeschlossen.

Hauptentsorgungsweg der Filtrationsschlämme ist nach wie vor die direkte Verwertung zu Düngezwecken bzw. die Kompostierung mit anschließender landwirtschaftlicher Verwertung [13].

Auch wenn nach dem aktuellen Stand des Düngerechts weiterhin eine Verwertung zu Düngezwecken ermöglicht wird, so ist zu befürchten, dass sich die Verwertungssituation verschärfen und die Entsorgung verteuern wird. Neben der Einstufung der cristobalitischen Bestandteile trockener, staubförmiger Kieselgur als krebserregend werden weiterhin die Geruchsemissionen sowie die eventuelle Vermehrung pathogener Keime auf dem Kieselgurschlamm diskutiert und kritisiert [14].

Vor diesem Hintergrund hat die Pall SeitzSchenk Filtersystems GmbH zusammen mit den Kooperationspartnern (BIfA, Brauerei Altenburg und der Uni Hohenheim) in einem von der Deutschen Bundesstiftung Umwelt (DBU) geförderten Forschungsvorhaben ein Verfahren entwickelt, bei dem die mit organischen Stoffen beladenen Filterhilfsmittel nach der Filtration nicht mehr vollständig entsorgt werden müssen, sondern mit Hilfe von Enzymen und / oder Säure und Lauge regeneriert und erneut zur Filtration eingesetzt werden können.

Diese neu entwickelte Technologie mit der dazugehörigen Technik wurde bei der Altenburger Brauerei in Altenburg Mitte 2004 aufgebaut und in Betrieb genommen. Neben der Implementierung und Validierung wurde projektbegleitend eine umfassende Wirtschaftlichkeitsbetrachtung und Umweltbilanz erstellt.

## 2.1. Entsorgungs- und Verwertungsmöglichkeiten von Filtrationsschlämmen

Filtrationsschlamm ist ein pastöses Abfallprodukt, das hinsichtlich seiner organischen Belastung je nach Dosage, Getränketyt und Filtrationsverfahren variiert.

Filtrationsschlamm setzt sich aus folgenden Bestandteilen zusammen:

- Kieselgur
- Perlite
- Hefen und Mikroorganismen
- Eiweiß-Gerbstoffkoagulationen.

Falls bei der Kieselgurfiltration von Bier Stabilisierungsmittel eingesetzt werden, sind zu den oben genannten Bestandteilen noch folgende zwei Inhaltsstoffe im Filtrationsschlamm zu finden:

- Polyvinylpolypyrrolidon
- Kieselsäurepräparate (Kieselgele).

Beim Einsatz der Kieselgur tritt kaum eine Veränderung in deren chemischen Zusammensetzung auf. Die eingelagerten Stoffe dagegen führen bei der Entsorgung zu großen Problemen. So erfolgt aufgrund des hohen Wassergehaltes bis zu 80 % und durch leicht abbaubare organische Substanzen eine rasche Zersetzung, die bei Lagerung zu einer großen Geruchsbelästigung führt. Da die anfallenden Massen an Filtrationsschlamm sehr hoch sind, müssen mehrere Entsorgungswege parallel genutzt werden. Es werden zwei Wege unterschieden:

- Der erste Weg besteht in der reinen Entsorgung, d. h. der angefallene Filtrationsschlamm wird entfernt und hat für den Betrieb keinerlei Nutzen mehr.
- Der zweite Weg ist die Verwertung bzw. Aufbereitung des anfallenden Filtrationsschlammes [15].

## 2.2. Entsorgung

### 2.2.1. Deponierung

Die Einlagerung der Kieselgurschlämme auf Hausmülldeponien ist die einfachste Art der Entsorgung. Der Kieselgurschlamm muss aber eine hohe Scherfestigkeit aufweisen, eine Forderung, die oft Probleme bereitet. Die Betreiber der Deponien versuchen, möglichst viele Stoffe von der Deponierung auszuschließen, wenn der Deponieraum knapp ist. Die Argumentation im Fall Kieselgur ist sehr einfach:

*Das Kieselgurrecycling ist technisch machbar und auch wirtschaftlich vertretbar. Also gehört die Kieselgur nach dem Abfallwirtschafts- und Kreislaufgesetz (§ 2 (5) und §4) zu den Wertstoffen und nicht zu dem zu deponierenden Restmüll.*

Ferner tritt im Jahre 2005 die neue TA Siedlungsabfall in Kraft. Danach dürfen Abfälle mit einem Glühverlust >5 Mass. % (wie Filtrationsschlamm) nur noch auf Sondermülldeponien abgelagert werden.

Ein weiterer wichtiger Grund, der gegen die Deponierung spricht, sind die hohen anfallenden Kosten. Sie liegen zwischen 80-250 DM/t bei einer Hausmülldeponie und bei 800 bis 1000 DM/t bei einer Sondermülldeponierung [16,17].

### 2.2.2. Ausbringung auf landwirtschaftliche Flächen

Welche Einflüsse die Kieselgur auf Boden und Pflanzen hat, stellt die Abb. 9 dar und wurde von der Karlsberg-Brauerei KG Weber, Homburg/Saar, und Schildbach, VLB Berlin, untersucht [18,19].

Der Boden wird durch das Einbringen der Kieselgur aufgelockert. Das Wasserrückhaltevermögen des Bodens wird verbessert. Diese beiden Effekte führen weiter zu einer positiven Verstärkung der Aktivität von Mikroorganismen und Kleinstlebewesen der Bodenfauna.

Aufgrund von Sickerwasserproben aus Feldern, bei denen Filtrationsschlamm eingearbeitet wurde, nimmt man an, dass die Kieselgur ein gewisses Nährstoffrückhaltevermögen besitzt, d.h. Dünger wird nicht so schnell ausgespült, sondern bleibt länger für die Pflanzen verfügbar. Der durch den Filtrationsschlamm eingebrachte Stickstoff (Hefen und Trübstoffe) kann – wie in Versuchen gezeigt wurde – von den Pflanzen verwertet werden.

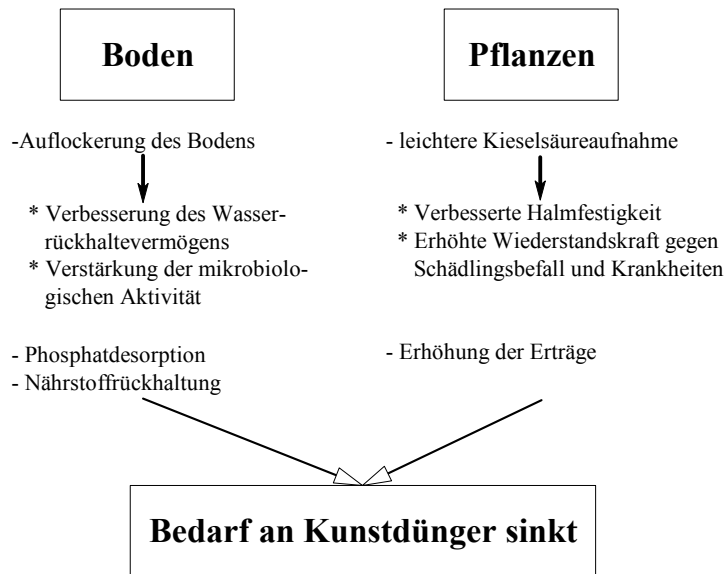


Abb. 9: Einflüsse von Kieselgur auf Boden und Pflanzen

Die Kieselsäure aus der Kieselgur ist in der Lage, Phosphate sowie Eisen-, Aluminium- und Calciumverbindungen zu substituieren, womit das vorher gebundene Phosphat freigesetzt wird und den Pflanzen als Nährstoff zur Verfügung steht.

Der Kieselgureintrag in den Ackerboden hat auch noch andere positive Einflüsse auf die Pflanzen. Vor allem bei Böden mit einem niedrigen pH-Wert geht Kieselsäure aus der Kieselgur in Lösung. Bestimmte Pflanzen können nun diese Kieselsäure aufnehmen und einlagern, was zu einer Verfestigung der Halme führt.

Wichtiger ist jedoch, dass daraus eine verstärkte Resistenz der Pflanzen gegen Schädlinge und Krankheiten resultiert.

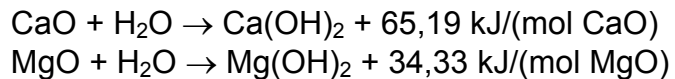
Kieselgur sollte, wie Gülle oder Mist, nur im Frühjahr oder Herbst auf die Felder aufgebracht werden. Der gesamte Kieselgurabfall eines Halbjahres muss gesammelt und gelagert werden. Die Lagerung und die damit auftretende Geruchsbelästigung sind problematisch. Die Geruchsbelästigung kann u. U. nur durch Zugabe einer Kupfersulfatlösung entfernt werden, was aber eine weitere Umweltbelastung bedeutet [20].

### 2.2.3. Aufbereitung nach dem Uelzner Verfahren

Durch die Aufbringung des Filtrationsschlammes auf landwirtschaftliche Flächen ergeben sich zwei Probleme:

- Eine Geruchsbelästigung aufgrund des sich schnell zersetzenden Rohproteinanteils im Filtrationsschlamm
- Lagerprobleme des Filtrationsschlammes, da eine Feldausbringung nur im Frühjahr oder Herbst erfolgen kann.

Um diese Probleme auszuschließen, wird beim Uelzner Verfahren Branntkalk und Filtrationsschlamm vermengt. Dabei reagiert der Kalk mit dem Wasser (Kalkablösung) unter erheblicher Temperaturentwicklung, wie die folgende Formeln zeigen:



Als Folge der thermischen Reaktion (ca. 100°C) wird die Hefe abgetötet und dem Filtrationsschlamm das Wasser entzogen, so dass das Endprodukt eine pulverförmige, lagerfähige Substanz ist. Der Gesamtstickstoffgehalt des Endprodukts beträgt ca. 0,05 Mass. %, der in Form von Ammonium und organisch gebundenem Stickstoff vorliegt [21].

#### **2.2.4. Zuschlagstoff in der Baustoffindustrie**

Durch die begrenzten und kostenintensiver werdenden Möglichkeiten, den Filtrationsschlamm zu entsorgen, gewinnt die Verwertung der Abfälle in der Baustoffindustrie eine immer größere Bedeutung. So kann z. B. Kieselgur in nassem Zustand beim Anmischen von Asphalt, Beton, Zement und Mörtel verwendet werden. Auch bei der Herstellung von Ziegeln und Kalksandsteinen wird heutzutage Filtrationsschlamm, wegen seiner hohen Porosität und die dadurch bedingte gute Dämmwirkung, eingesetzt.

#### **2.2.5. Asphaltbetonherstellung mit Kieselgur**

Eine Alternative der Entsorgung von Filtrationsschlamm bietet die Asphaltbetonherstellung. Hierbei wird Filtrationsschlamm als Füllerersatz verwendet. Als Füller bezeichnet man Mineralstoffe mit Korngröße kleiner 0,9 mm. Sie verbessern die Kornabstufung im Feinkornbereich und verringern damit den Hohlraumgehalt im Asphaltbeton. Asphaltbeton ist ein Gemisch aus Bitumen (ein Produkt der Erdölraffination) oder bitumenhaltigen Bindemitteln und Mineralstoffen. Die Mineralstoffe haben als Hauptkomponente des Asphalts einen entscheidenden Einfluss auf dessen Qualität.

Zur Eignungsprüfung von Filtrationsschlamm als Mineralstoff (Füller) in der Asphaltbetonherstellung wurde der getrocknete Filtrationsschlamm, in verschiedenen Prozentsätzen, als Füllerersatz eingesetzt. Die Einzelprüfungen der Wasserempfindlichkeit ergaben, dass sich bei einer Verwendung von 2 - 2,5 Mass. % Filtrationsschlamm als Füllerersatz die Festigkeitskennwerte einer bituminösen Mischung steigern lassen. Der Einsatz von 2 Mass. % Filtrationsschlamm als Füllerersatz entspricht ca. 0,8 Mass. % Filtrationsschlamm, bezogen auf die Mineralstoffmasse. Wird mehr Filtrationsschlamm eingesetzt, so fallen die Festigkeitskennwerte ab. Dies ist darauf zurückzuführen, dass die eingesetzte Bitumenmenge nicht zur Umhüllung der Mineralstoffe ausreicht, da die spezifische Oberfläche des Filtrationsschlammes sehr groß ist.

Die Wärmestandfestigkeit verbessert sich annähernd proportional mit der zugesetzten Kieselgurmenge, da Kieselgur dem Fließen des Bitumens unter Wärmeeinfluss entgegenwirkt und das Bitumen somit stabilisiert.

Das Kältestandverhalten ist stark abhängig von der Filtrationsschlammzugabe und verbessert sich nur bis zu einem Filtrationsschlammeinsatz von 4,5 Mass. %. Bei Kälte bleibt dann der Asphaltbeton besser verformbar, was zur Folge hat, dass die Anzahl der Lastwechsel bis zum Bruch der Asphaltbetonprobe ansteigt. Wird dem Asphaltbeton jedoch mehr als 4,5 Mass. % Filtrationsschlamm zugesetzt, führt dies wieder zur Abnahme der Kältestandfestigkeit, da die Kieselgur aufgrund ihrer großen spezifischen Oberfläche nicht mehr vollständig vom Bitumen gebunden wird. Dies bewirkt eine Erniedrigung der Lastwechsel bis zum Bruch bei Kälte.

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass Kieselgur eine bitumenstabilisierende Wirkung hat, die sich aus der Struktur und Oberfläche der Kieselgur ergibt und somit zur Herstellung von Asphaltbeton genutzt werden kann. Die Verschleißigenschaften des Asphaltbetons verbessern sich jedoch nur bis zu einem gewissen Prozentsatz an eingesetztem Filtrationsschlamm (0,8 Mass. % der Gesamtmasse). Bei erhöhtem Einsatz von Filtrationsschlamm muss der Bitumenanteil vergrößert werden. Dies ist aber unerwünscht, da Bitumen den Hauptkostenfaktor der Asphaltbetonherstellung darstellt [22].

#### **2.2.6. Kieselgur in der Ziegelherstellung**

Eine Möglichkeit der Verwertung von gebrauchter Kieselgur ist die Nutzung in der Ziegelindustrie. Es muss jedoch beachtet werden, dass Filtrationsschlamm aufbereitet werden muss, da in ihm leicht abbaubares Eiweiß (Geruchsbelästigung) enthalten ist.

Der Kieselgurschlamm wurde als Grundporosierungs- und Abmagerungsmittel in der Ziegelherstellung eingesetzt und geprüft. Hierbei wurden 10 Volumen % eingesetzt und die Ergebnisse mit denen von Sand und Flugasche verglichen.

Filtrationsschlamm ist ein sog. Grundporosierungsmittel. Beim Ausbrand der Ziegel entsteht eine Feinporosierung, während das Gerüst der Kieselgur erhalten bleibt. Ziegel mit Filtrationsschlamm als Zuschlagstoff haben aufgrund der Porosität der Kieselgur eine geringere Scherbenrohddichte bei gleichzeitig erhöhter Festigkeit als Ziegel die nur aus Ton oder Flugasche bzw. Sand hergestellt werden. Filtrationsschlamm kann den Laboruntersuchungen zufolge aufgrund seiner mineralischen Beschaffenheit, genau wie andere Zusatzstoffe (Sand, Flugasche), zur Verbesserung der Bildsamkeit von Ton (Abmagerung von fettem Ton) eingesetzt werden.

Die Laboruntersuchungen zeigten, dass Filtrationsschlamm ohne nachteilige Auswirkungen auf die Baustoffqualität zur Herstellung von Ziegeln verwendet werden kann [23].

## 2.3. Verwertung

### 2.3.1. Naßchemische Aufbereitung (Verfahren nach Sommer)

Dieses Verfahren wurde von Sommer G., Frankfurt, entwickelt. Das Verfahrensschema ist aus der Abb. 10 ersichtlich.

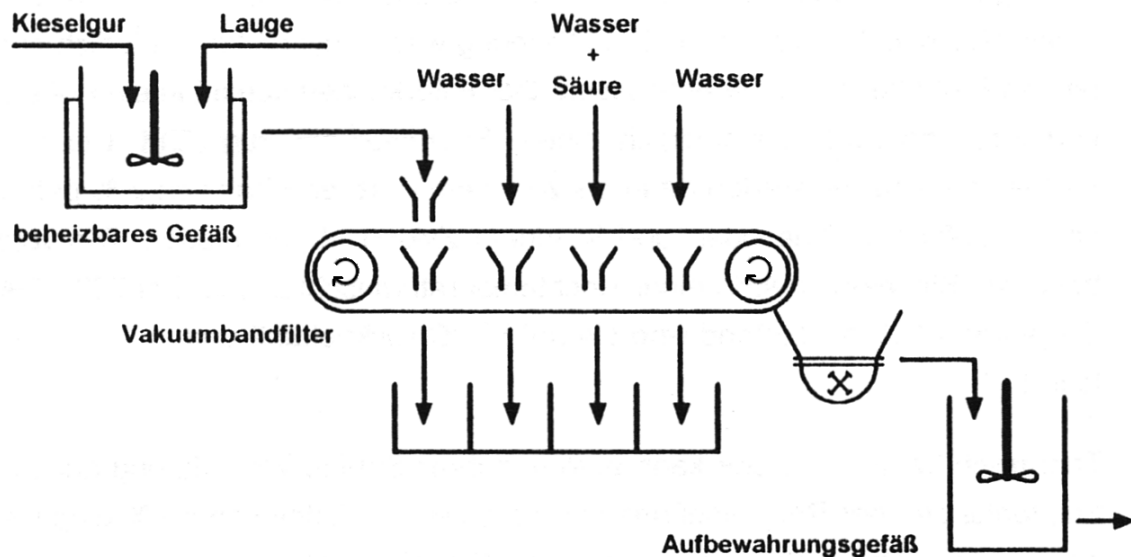


Abb. 10: Nasse Aufbereitung von Kieselgur nach Sommer

Der Filtrationsschlamm wird in ein beheizbares Gefäß gepumpt und mit Natronlauge, bis zu einer 5-prozentigen Konzentration in der Gesamtmischung, versetzt. Diese Mischung wird bei 80-90 °C eine Stunde gerührt. Dabei werden die eiweißhaltigen Stoffe und Hefen fast vollständig abgebaut. Anschließend wird die Kieselgur auf einen Vakuumbandfilter aufgebracht, mit Wasser gewaschen und mit Säure neutralisiert. Die so regenerierte Kieselgur wird nun in einem Aufbewahrungsgefäß wieder suspendiert und unter ständigem Rühren aufbewahrt. Ein An- oder Austrocknen des Regenerates muss vermieden werden, da es sonst zu unerwünschten Strukturveränderungen der Gur kommt. Kieselgur kann so bis zu fünfmal regeneriert werden, bevor sie verworfen werden muss, da beim Regenerieren nicht alle organischen Substanzen ausgewaschen werden können. Da Polysaccharide nicht alkalilöslich sind, reichern sie sich an und beschränken dadurch die Zahl der Regenerierungen.

Durch eine nachgeschaltete Extraktionsstufe mit Säure könnten die Polysaccharide entfernt werden, was aber nicht wirtschaftlich ist. Die erzielbaren Filtrationsergebnisse entsprechen qualitativ annähernd den Ergebnissen mit neuer Kieselgur. Ein großer Vorteil dieser Recyclingmethode mit Lauge ist, dass die gesamte Wiederaufbereitung im eigenen Betrieb erfolgen und die gesamte Masse an Regeneratgur wieder eingesetzt werden kann. Die Qualität der Regeneratgur hängt von der Arbeitsweise im Betrieb ab. Die regenerierte Kieselgur kann außerdem in allen Betrieben der Getränkeindustrie wieder eingesetzt werden. [24].

### **2.3.2. Nassmechanisches Recycling von Kieselgur (TU Clausthal)**

Am Institut für Aufbereitung und Deponietechnik der TU Clausthal wurde in Zusammenarbeit mit den Heinrich Meyer-Werken Breloh GmbH & Co. KG, gefördert durch die Deutsche Bundesstiftung Umwelt, ein neues nassmechanisches Recyclingverfahren entwickelt. Es ermöglicht, die mit Hefe und organischen Trübstoffen verunreinigten Kieselgur-Filterschlämme produktionsintegriert aufzubereiten und im Kreislauf zu fahren.

Das Verfahren basiert auf einem mehrstufigen Gegenstrom-Waschprozess. Dazu werden die verunreinigten Schlämme nach einer Konditionierung mehrfach mit Wasser dispergiert und einer Dichtentrennung unterzogen.

Durch Waschen unter schwach alkalischen Bedingungen (pH 10) bei Verwendung von Warmwasser, das in Brauereien im Überschuss zur Verfügung steht, gelang es auf jegliche Reagenzien zu verzichten und die Kieselgur-Filterschlämme weitgehend von organischen Verunreinigungen zu befreien. Dem Filtermittel zugesetzte Stabilisierungsmittel (z.B. Kieselgele) werden bei dieser Aufbereitung ebenfalls teilweise regeneriert.

Die Dichtentrennung im Waschprozess lässt sich durch Sedimentation realisieren, was jedoch zu sehr langen Absetzzeiten beim Scale-up führt. Deshalb werden optimierte Mini-Hydrozyklone mit einem Nenn-Durchmesser von 10mm erfolgreich eingesetzt. Durch sehr hohe Zentrifugalkräfte (bis zu 10000 G) werden große Durchsätze bei einer Produktausbeute bis zu 80% ermöglicht. Die recycelte Filtermittel-Suspension entspricht etwa der Qualität frischer Filtermittel und kann somit direkt wieder in der Anschwemmfiltration verwendet werden. Das anfallende organikhaltige Abwasser lässt sich problemlos mit der üblichen kommunalen biologischen Klärtechnik reinigen. Nach Abschluss der umfangreichen Verfahrensentwicklung im Labormaßstab und der verfahrenstechnischen Umsetzung mit Hilfe einer Versuchsanlage wurde in Zusammenarbeit mit der Firma ATM Vlotho GmbH eine industrietaugliche Technikumsanlage projektiert und gebaut, die in der Privatbrauerei Wittingen installiert ist [25].

## **2.4. Thermische Aufbereitung**

### **2.4.1. Thermische Regenerierung nach Tremonis**

Eine Alternative zur naßchemischen Aufbereitung stellt die thermische Aufbereitung dar. Dabei werden beim Verfahren der Tremonis GmbH, Dortmund, die anfallenden Kieselgurschlämme von verschiedenen Brauereien in Spezialbehältern gesammelt und abgeholt. Um eine gleichmäßige Qualität zu erzielen, wird die Kieselgur, wie aus Abb. 11 ersichtlich ist, in einem Mischbecken vermengt. Die Mischung wird in einem kontinuierlich arbeitenden Pressfilter auf 50 Mass. % TS entwässert. Der Filterkuchen kommt in ein Puffersilo und wird kontinuierlich einem Stromtrockner zugeführt. Die Filterkuchenbruchstücke werden bis zu einem Wassergehalt von 2 Mass. % getrocknet, staubförmig abgezogen und in einem Zyklon abgeschieden. Diese vollständig dispergierte Trockengur besteht aus ca. 88 Mass. % Filterhilfsmittel und ca. 12 Mass. % organischer Trockenmasse.



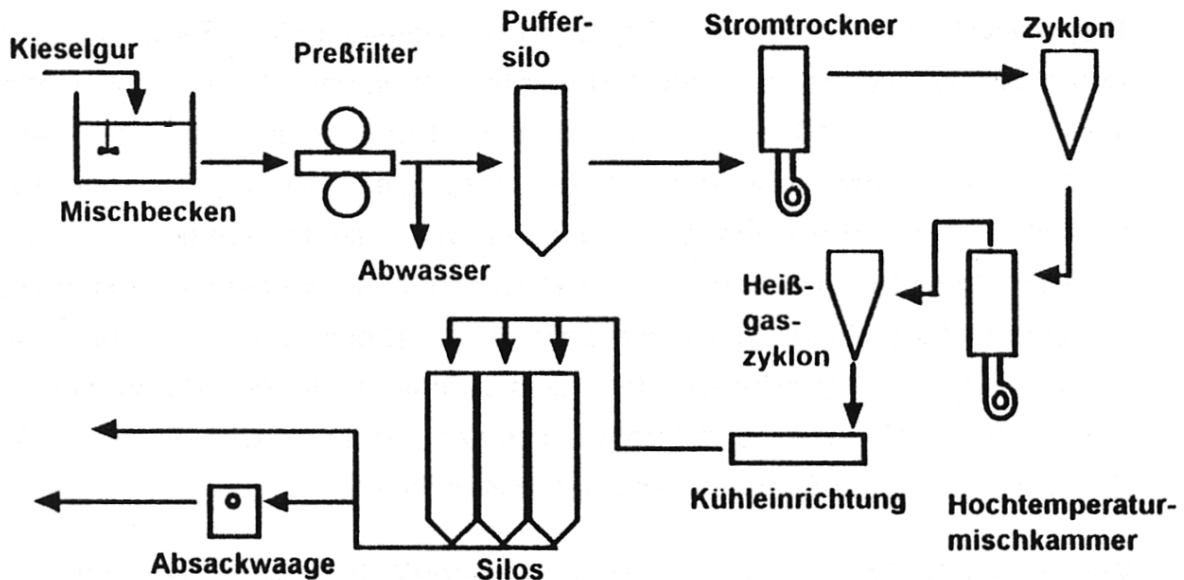


Abb. 11: Thermische Aufbereitung der Kieselgur nach Tremonis

Das Trockengut wird kontinuierlich einer Hochtemperaturmischkammer mit Zwangsströmung, die bei Temperaturen von 700 bis 780 °C arbeitet, zugeführt und gebrannt. Anschließend wird sie auf 50 °C abgekühlt und in Silos eingelagert [26].

#### 2.4.2. Thermische Aufbereitung nach FNE

Ein anderes thermisches Recyclingverfahren wurde von der FNE (Forschungsinstitut für Nichteisen-Metalle GmbH) und der Freiburger Brauhaus AG entwickelt und getestet. Das FNE-Technologie-Konzept sieht gegenüber der Tremonis-Technologie ein sortenreines Recycling der Kieselguren entsprechend der brauereispezifischen Filtrationsrezepturen vor.

Die Regenerierung wird in einem Fremdbettwirbelschichtofen bei einer Temperatur von 500 bis 550 °C durchgeführt. Durch die niedrigeren Temperaturen bleibt die besondere Oberflächenstruktur der Kieselgur auch im Regenerat erhalten. Zur Regenerierung wird das Wirbelschichtverfahren angewandt, da in der Wirbelschicht ein sehr guter Wärme- und Stoffübergang besteht und auf möglichst schonende Art und Weise das Wasser und die organischen Bestandteile aus den Kieselgurteilchen entfernt werden.

Da Kieselgur auf Grund seiner Feinkörnigkeit nicht selbstständig wirbelfähig ist, wird mit einer Fremdwirbelschicht gearbeitet, die aus Quarzkies der Körnung 0,5 bis 2 mm besteht.

Das Schema der Gesamtanlage ist in Abb. 12 dargestellt. Aus dem Sammelbehälter 1 wird die verbrauchte Kieselgur mit der Dickstoffpumpe 2 zur Filterpresse 3 gefördert und auf ca. 50 % Restfeuchte entwässert. Die stichfeste Kieselgur wird mit dem Förderband 4 und dem Schneckendosierer 5 in den Wirbelschichtofen 6 aufgegeben. In der Brennkammer des Wirbelofens wird durch Verbrennung von Erdgas ein heißes Rauchgas erzeugt. Dieses durchströmt die Verteilerdüsen des Düsenbodens und versetzt das darüber befindliche Kiesbett in einen wirbelnden

Zustand. In diese Fremdbettwirbelschicht wird die Kieselgur unmittelbar über dem Düsenboden eingetragen. Die Kieselgurteilchen verteilen sich gleichmäßig auf die Zwischenräume der Sandwirbelschicht, wobei das Wasser verdampft und die organischen Bestandteile verbrennen. Die pneumatisch mit dem Abgas ausgetragenen Kieselgurteilchen kommen im Zyklon 7 und im Gewebefilter 8 zur Abscheidung. Die Bereitstellung der Verbrennungsluft erfolgt durch das Gebläse 9. Sie wird im Mantel des Zyklon 7 vorgewärmt, so dass dieser gleichzeitig als Feststoffkühler arbeitet.

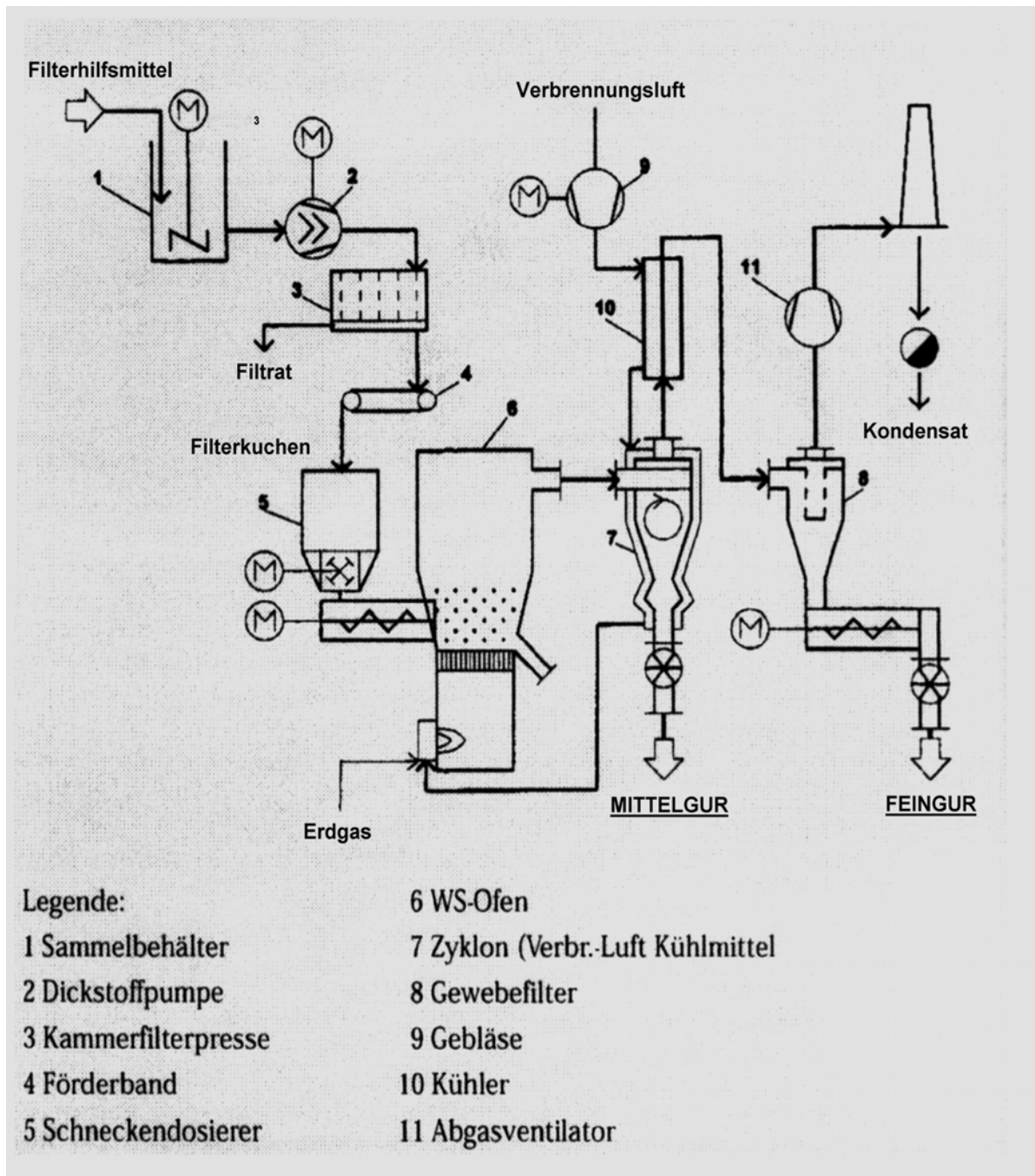


Abb. 12: Verfahrensschema der Kieselguraufbereitung nach FNE

Das Zyklonregenerat entspricht in seiner Kornzusammensetzung und seinen Filtrationseigenschaften einer mittleren Kieselgur, das Filterregenerat einer Feingur,

d.h. die Kieselgur wird z. T. zerstört. Auffallend ist außerdem eine farbliche Veränderung der Regeneratgur in Richtung grau.

Zusammenfassend zeichnet sich diese Regenerierung und Aufbereitung durch einen niedrigen Temperaturbereich von ca. 550 °C als schonendes und, durch einen hohen Wiedereinsatzwert von ca. 79 %, auch als effektives Verfahren aus. [27].

### **2.4.3. Thermisches Recyclingverfahren nach WTU**

Bei allen zuvor aufgezeigten Aufbereitungs- oder Recyclingverfahren, naßchemisch oder thermisch, war die Regeneratgur entweder nur teilweise wiedereinsatzbar, hatte mangelhafte Produktqualität [28], oder es entstand durch die Aufbereitung eine weitere Umweltbelastung, z.B. durch die eingesetzten Chemikalien oder durch erhöhte Abwasserfrachten.

Bei einem durch die WTU Wärmetechnik und Umweltschutz GmbH, Jena, die König-Brauerei, Duisburg, und den Lehrstuhl für Energie- und Umwelttechnik der Lebensmittelindustrie, TU München, neuentwickelten Verfahren ergeben sich diese Nachteile nicht.

In einem Heißgaserzeuger (Abb. 13) wird Heißgas erzeugt, das durch einen Reaktor strömt, durch den der stichfeste Filtrationsschlamm oder eine Frischkieselgur im Gegenstrom gefördert wird. Durch das Gegenstromverfahren wird die Kieselgur zunächst langsam getrocknet und auf eine Endtemperatur von ca. 550 °C gebracht, wodurch die Struktur der Diatomeen geschont wird. Der Rohgasstrom, der den Reaktor verlässt, wird durch einen Staubfilter geleitet und anschließend im Heißgaserzeuger einer thermischen Nachverbrennung unterzogen, wodurch die vorgeschriebenen Emissionsgrenzwerte eingehalten werden.

Bei diesem Regenerierungs- und Veredelungsverfahren kommt es durch die schonende thermische Behandlung kaum zu Strukturveränderungen, was einen 100-%igen Wiedereinsatz der Recyclinggur bzw. eine veredelte Frischgur ermöglicht.

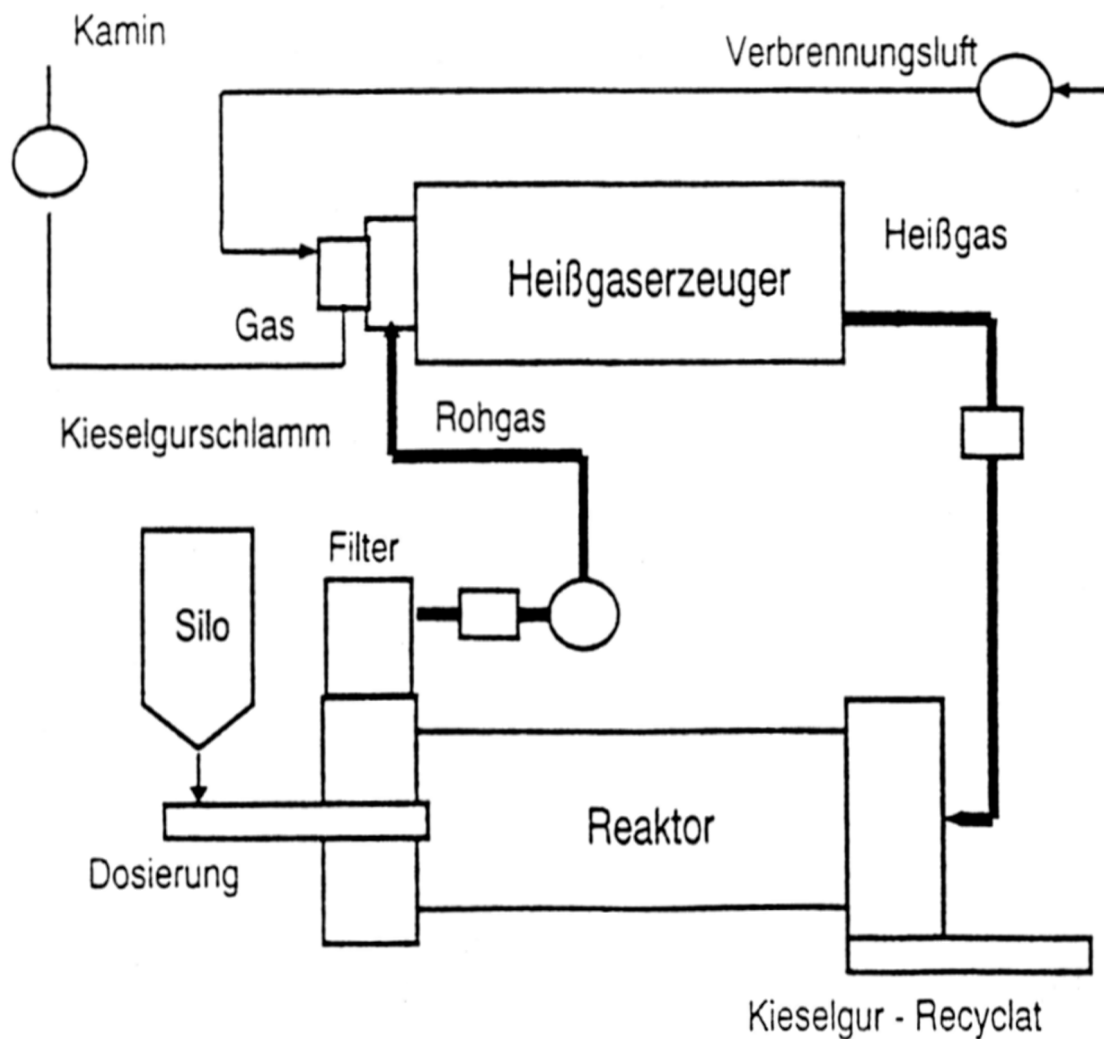


Abb. 13: WTU-Aufbereitungsanlage

Aufgrund der kompakten Bauweise der Aufbereitungsanlage ist der Platzbedarf gering. Dies ermöglicht auch Einzellösungen für Brauereien mit entsprechend hohem Kieselgurbedarf, um mit diesem Verfahren die Beschaffungs- und Entsorgungskosten für Filterhilfsmittel zu senken.

Gemeinschaftsanlagen, die einen kurzen Transportweg zu den jeweiligen Brauereien aufweisen, können einen höheren Ausnutzungsgrad und dadurch geringere Aufbereitungskosten erreichen. Die Mindestgröße, ab der eine solche Anlage wirtschaftlich betrieben werden kann, muss für jeden Fall berechnet werden, da die Rahmenbedingungen wie z. B. Entsorgungskosten, Länge der Transportwege oder Energiekosten und auch die Frischkieselgurkosten dabei berücksichtigt werden müssen [29].

## 2.5. Gesetzliche Regelungen und Verordnungen

Kieselgur ist ein natürliches Filterhilfsmittel für die Bierfiltration und kommt in drei Aufbereitungsstufen zum Einsatz:

- Rohe oder natürliche Diatomeenerde
- calcinierte Kieselgur und
- fluxcalcinierte Kieselgur.

Aufgrund der verschiedenen Aufbereitungsstufen ändert sich die Kristallform der Kieselguren. Natürliche Diatomeenerde enthält einen kristallinen Anteil unter 1 %. Durch den Calcinierungsprozess wird die in der natürlichen Diatomeenerde enthaltene amorphe Kieselsäure teilweise in kristalline Kieselsäure (Quarz, Tridymit, Cristobalit) umgewandelt (bis zu 20 %), bei fluxcalcinierten Kieselguren sogar bis zu einem Anteil von 70 %.

Die Verwendung von Kieselgur zur Filtration und die Entsorgung von Kieselgurschlamm nach der Filtration unterliegen in Deutschland einer Vielzahl von Verordnungen und Gesetzen. Die betreffenden Gesetze lassen sich in drei Bereiche einteilen [30].

1. Arbeitsschutz
2. Verbraucherschutz
3. Regelung zur Entsorgung.

### 2.5.1. Arbeitsschutz

Schadstoffe am Arbeitsplatz können feste, flüssige und/oder in der Luft schwebende Stoffe oder Zubereitungen sein. Zu den in der Luft schwebenden Stoffen können u.a. auch die in der Getränkeindustrie verwendeten Filterhilfsmittel zählen.

Staub, der vorwiegend Schädigungen durch Gewebeveränderung verursacht, wird als fibrogener Staub bezeichnet. Zu diesem fibrogenen Staub zählen auch die Staubanteile aus freier kristalliner Kieselsäure (Cristobalit und Tridymit). Dieser alveolengängige Staub kann sich in den Lungenbläschen ablagern.

Längeres, ungeschütztes Einatmen von alveolengängigem Kieselgurstaub kann zu einer Staublunge (Silikose) führen. Es sind deshalb die erforderlichen Maßnahmen des Arbeitsschutzes unter Berücksichtigung der Umstände zu treffen, die Sicherheit und Gesundheit der Beschäftigten bei der Arbeit beeinflussen.

Zulässige Grenzwerte werden von der Senatskommission der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) als Maximale Arbeitsplatzkonzentration (MAK) - Werte festgelegt und vom Ausschuss für Gefahrstoffe (AGS) gebilligt.

In Tabelle 3 sind die einzelnen Grenzwerte zusammengefasst:

Tabelle 3: MAK-Werte für Kieselgur

Kieselguren	Konzentration [mg/m <sup>3</sup> ]	Bemerkung
ungebrannt	4	einatembarer Staubanteil
gebrannt	0,3	alveolengängiger Staubanteil
Quarz, Tridymit	0,15	alveolengängiger Staubanteil
Cristobalit	0,15	alveolengängiger Staubanteil

Wie diese Grenzwerte technisch einzuhalten sind und wie die Stoffe zu kennzeichnen sind, wird in den Technischen Regeln für Gefahrstoffe (TRGS) beschrieben.

Die Korngrößenverteilung der Kieselguren liegt zu 80 % zwischen 1 und 50 µm. Kieselgur ist deshalb als mindergiftig einzustufen.

Zur Einhaltung des MAK-Grenzwertes müssen die Kieselgurannahme, die Kieselgurlager und die Mischeinrichtungen mit staubfrei arbeitenden Anlagen versehen sein.

Generell ist beim Umgang mit Kieselgur auf eine möglichst staubfreie Arbeitsweise zu achten. Ist eine gefährliche Staubentwicklung nicht zu verhindern, so kann ein geeigneter Atemschutz als kurzfristige Übergangslösung eingesetzt werden. Diese Maßnahme kann allerdings eine technische Schutzmaßnahme nicht ersetzen.

Der zulässige Grenzwert von 0,15 mg/m<sup>3</sup> kann eingehalten werden, wenn durch technische Schutzmaßnahmen eine Staubentwicklung wirksam verhindert wird.

Das Bundesamt für gesundheitlichen Verbraucherschutz gibt bei den gesundheitlichen Gefahren folgendes an:

Risiko der Lungenschädigung bei Inhalation hoher Konzentrationen; möglich sind Effekte auf die Lunge; es entstehen leichte Fibrosen.

Die International Agency for Research on Cancer (IARC), ein Organ der Weltgesundheitsorganisation, bewertet das Krebsrisiko von Stoffen.

Danach gibt es vier Krebsrisikoklassen:

Klasse 1: Dieser Stoff ist krebserregend bei Menschen.

Klasse 2: Dieser Stoff ist wahrscheinlich krebserregend bei Menschen.

Klasse 3: Dieser Stoff ist in seiner Kanzerogenität nicht einstuftbar.

Klasse 4: Dieser Stoff ist wahrscheinlich nicht krebserregend bei Menschen.

Die IARC stuft Quarz und Cristobalit, wenn sie aus Emissionsquellen am Arbeitsplatz in die Lunge gelangen, in die Krebsrisikoklasse 1 ein, amorphes Siliziumdioxid wird in die Klasse 3 eingestuft [31-36].

### **2.5.2. Verbraucherschutz**

Das Lebensmittel- und Bedarfsgegenständegesetz erfasst alle Stoffe, die vom Menschen zu sich genommen werden, mit Ausnahme der Medikamente.

In diesem Gesetz werden toxikologische und hygienische Absicherungen getroffen. Kieselgur ist ein Bedarfsgegenstand, der zur Herstellung eines Lebensmittels verwendet wird.

Bedarfsgegenstände dürfen Lebensmittel nicht so verändern, dass sie gesundheitlich gefährdend sind. Bedarfsgegenstände können mit Warnhinweisen versehen werden.

Hygienisch darf ein Bedarfsgegenstand nicht abstoßend sein, und es dürfen von ihm keine nachteiligen Beeinflussungen durch z.B. Mikroorganismen ausgehen. Gebrannte Kieselgur stellt bei sachgerechter Lagerung kein hygienisches Problem dar.

Eine gesundheitliche Gefährdung kann dem Cristobalitanteil des Siliciumdioxids unterstellt werden. Diese Gefährdung ergibt sich aber nur beim Anwender, nicht aber beim Endverbraucher. Nicht ausgeschlossen wäre eine gesundheitliche

Beeinträchtigung durch auswaschbare Bestandteile der Kieselgur, wie Eisen oder Quecksilber [37].

### 2.5.3. Entsorgung

Wenn man die Filtration als „black box“ betrachtet, kann man folgendes feststellen. Es liegt ein System mit drei Eingangs- und drei Ausgangsströmen vor.

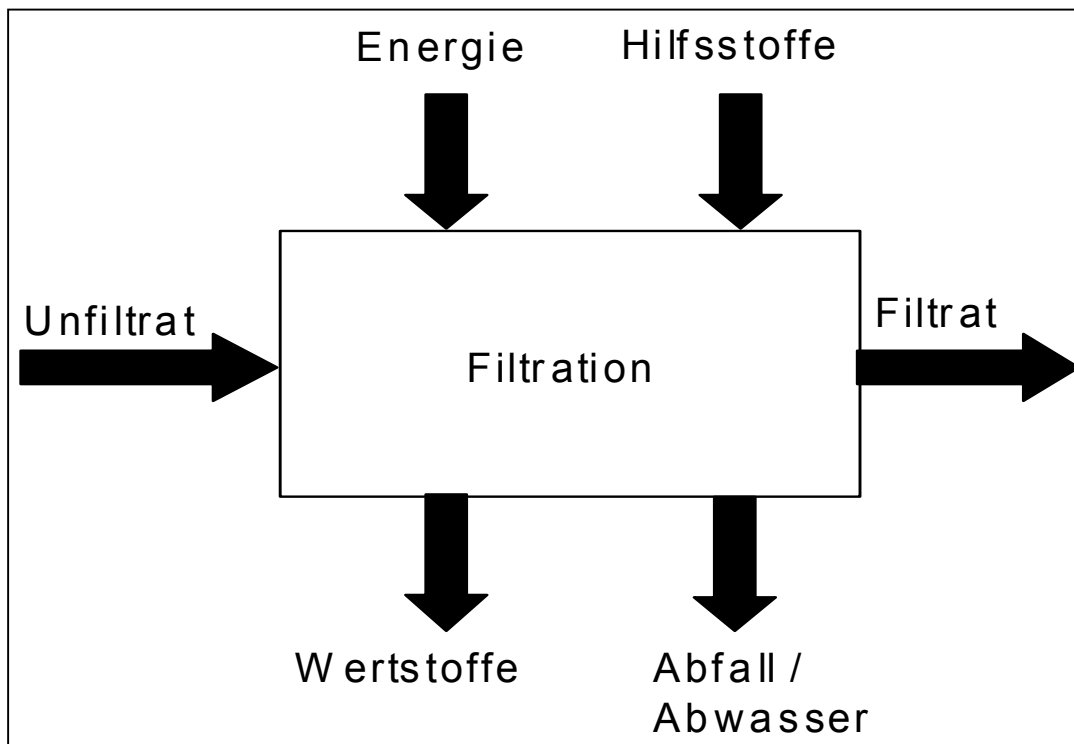


Abb. 14: Filtration als „black-box“

Diese Eingangsströme sind Unfiltrat, Energie und Hilfsstoffe (z.B. Kieselgur). Die Ausgangsströme sind Filtrat, Wertstoffe und Abfall/Abwasser.

Als Wertstoff kann dabei alles betrachtet werden, was einer weiteren Verwendung zugeführt werden kann. Dabei ist die Grenze zwischen Wertstoff und Abfall durchaus fließend. Somit gibt es zwei Strategien.

Zum einen das grundsätzliche Vermeiden und zum anderen die Umwandlung von Abfällen in Wertstoffe mit sinnvoller Weiterverarbeitung.

Filtrationsschlamm bzw. Kieselgurschlamm stellt den mengenmäßig größten Teil der Reststoffströme dar. Für die Entsorgung von Kieselgurschlamm gibt es eine Reihe von Lösungen. Daneben fallen aber auch Abwässer aus der Reinigung, Bierreste und Reinigungsanlagen an. Diese Reststoffströme unterscheiden sich bei den unterschiedlichen Filtersystemen [38].

#### **2.5.4. Kreislaufwirtschafts- und Abfallgesetz:**

Abfälle im Sinne des Kreislaufwirtschaftsgesetzes sind alle beweglichen Sachen, derer sich ihr Besitzer entledigt, entledigen will oder entledigen muss und die unter die im Anhang I des Gesetzes aufgeführten Gruppen fallen. Dabei ist die Entledigung für den Abfall maßgeblich.

Das Kreislaufwirtschaftsgesetz unterscheidet generell nur noch zwischen Abfällen und Produkten. Entsprechend sind sämtliche produktionsspezifischen Brauereireststoffe wie Kieselgurschlamm, Treber usw. den Abfällen zugeordnet.

Das Kreislaufwirtschaftsgesetz unterscheidet die Abfälle in:

- überwachungsbedürftige Abfälle
- besonders überwachungsbedürftige Abfälle
- nicht überwachungsbedürftige Abfälle.

Neben der Einteilung in überwachungsbedürftige, besonders überwachungsbedürftige und nicht überwachungsbedürftige Abfälle unterscheidet das Kreislaufwirtschaftsgesetz noch zwischen Abfällen zur Beseitigung und Abfällen zur Verwertung.

Abfälle zur Beseitigung sind solche Stoffe, derer sich der Besitzer entledigt, entledigen will oder entledigen muss. Von den Abfällen zur Beseitigung sind die Abfälle zur Verwertung zu unterscheiden. Dabei ist entscheidend, dass es tatsächlich zu einer Verwertung im Sinne des KrW-/AbfG kommt.

Die potenzielle Verwertbarkeit des Stoffes genügt hingegen nicht, um von einem Abfall zur Verwertung zu sprechen. Das KrW-/AbfG enthält eine Prioritätenfolge für die Behandlung von Abfällen:

1. Vermeidung vor Verwertung
2. Verwertung vor Beseitigung.

Abfälle, die der Beseitigung zugeführt werden, zählen generell zu den überwachungsbedürftigen Abfällen. Abfälle zur Verwertung sind grundsätzlich nicht überwachungsbedürftige Abfälle. Die Verwertung kann sowohl stofflich als auch energetisch erfolgen. Vorrang hat die umweltverträglichere Verwertung [39-41].

#### **2.5.5. EG Richtlinie 2000/532**

Die EG Richtlinie 2000/532 zählt die wichtigsten Abfallarten auf und macht dabei keine Unterscheidung zwischen Abfall zur Beseitigung und Abfall zur Verwertung. Ein Stoff ist als gefährlich einzustufen, wenn er eine Gesamtkonzentration von größer gleich 0,1 % an einem oder mehreren als Krebserreger bekannten Stoffen enthält.

Das Verzeichnis ist für alle Mitgliedsstaaten der Europäischen Union verbindlich. Mitgliedsstaaten müssen die Liste bis spätestens 1.1.2002 in nationales Recht umsetzen [42].

#### **2.5.6. Bioabfallverordnung**

Da das KrW-/AbfG die Verursacher von Abfall dazu verpflichtet, Abfälle, wenn möglich, zu verwerten, kommt einer Regelung der schadstoffseitigen Anforderungen von Abfällen auf landwirtschaftlichen Flächen besondere Bedeutung zu. Der Gesetzgeber hat zu diesem Zweck 1998 die Bioabfallverordnung geschaffen.



Nach der Bioabfallverordnung dürfen innerhalb von drei Jahren in Abhängigkeit des Schwermetallgehalts nicht mehr als 20 bzw. 30 Tonnen Bioabfälle (Trockenmasse) je Hektar aufgebracht werden.

Über die Schwermetallgehalte hinaus ist der aufzubringende Bioabfall auf pH-Wert, Salzgehalte, Anteil organischer Substanz, Trockenrückstand und Anteil an Fremdstoffen zu untersuchen. Die Aufbringung ist nur bei Einhaltung der Grenzwerte zulässig. Darüber hinaus dürfen die Schwermetallgehalte des Bodens, auf den die Bioabfälle aufgebracht werden sollen, bestimmte Grenzwerte nicht überschreiten. Innerhalb eines Zeitraumes von drei Jahren ist auf derselben Fläche nur die Aufbringung von Bioabfällen und Gemischen nach dieser Verordnung oder die Aufbringung von Klärschlamm nach der Klärschlammverordnung zulässig.

Filtrationsschlamm muss einer Hygienisierung zugeführt werden, und ein Nachweis über den Schadstoffgehalt (Schwermetalle) kann gefordert werden.

Die maximal zulässigen Schwermetallgehalte (Blei, Cadmium, Chrom, Kupfer, Nickel, Quecksilber und Zink) werden bei Kieselgurschlamm weit unterschritten. Bei der erstmaligen Ausbringung sind die Böden auf Schwermetalle und den pH-Wert zu untersuchen.

Filtrationsschlamm, insbesondere Kieselgurschlamm, darf nicht in getrocknetem Zustand aufgebracht werden. Er ist unmittelbar nach der Aufbringung in den Boden einzuarbeiten [43].

### **2.5.7. Düngemittelverordnung**

Mit der Düngemittelverordnung werden die nährstoffseitigen Anforderungen u.a. an Filtrationsschlamm bzw. Kieselgurschlamm, welcher auf landwirtschaftliche Flächen ausgebracht wird, festgelegt.

Düngemittel und Stoffe nach §1 Nr. 3 bis 5 des Düngemittelgesetzes, die organische Bestandteile enthalten, dürfen gewerbsmäßig nur in den Verkehr gebracht werden, wenn Krankheiten bei Mensch, Tier und Pflanzen so wie die Verbreitung von Schadorganismen ausgeschlossen werden können.

Im Anhang zur Düngemittelverordnung wurden „Filtrationsrückstände aus Brauereien“ als Sekundärrohstoffdünger aufgenommen.

Gewisse Mindeststickstoffgehalte sind in der Verordnung gefordert. Die Verordnung unterscheidet zwischen organischem Stickstoffdünger mit einem Mindestgehalt an Gesamtstickstoff von 1,5 % in der Trockensubstanz und organisch-mineralischem Stickstoffdünger mit einem Mindestgehalt an Gesamtstickstoff von 3 % in der Trockensubstanz.

Der Stickstoffgehalt von getrocknetem Kieselgurschlamm schwankt zwischen 0,6 und 2,3 %. Ein Teil der Kieselgurschlämme muss also zu einem Wirtschaftsdünger (durch mineralische Ein- oder Mehrnährstoffdünger bzw. organische Düngemittel) aufgewertet werden. Ein organisches Düngemittel, das zugemischt werden kann, ist z.B. Abfallhefe.

Des Weiteren sind folgende Anforderungen zu berücksichtigen:

Der Anteil an groben Verunreinigungen darf 0,5 % nicht überschreiten. Sekundärrohstoffdünger müssen mit folgenden für Kieselgurschlamm relevanten Angaben gekennzeichnet werden:

- Glühverlust
- Mengenanteile der einzelnen Komponenten bei einem Wirtschaftsdünger

- Nährstoffverfügbarkeit, insbesondere Stickstoff
- Stabilität der Produkteigenschaften [44].

### **3. Aufgabenstellung und Projektziele**

#### **3.1. Aufgabenstellung**

Bei der Bierbereitung nehmen die Filtration und die Stabilisierung einen hohen Stellenwert ein, da sie die letzten Prozessschritte sind, bei denen die Qualität, Haltbarkeit und somit das Erscheinungsbild des Bieres über die Abfüllung hinaus entscheidend beeinflusst werden können.

Mit Hilfe einer Filtration und Stabilisierung werden folgende Effekte erreicht:

- optische Verbesserung des Bieres durch Entfernung von Trübungsstoffen wie Eiweiß-/Gerbstoffkomplexe, Hopfenextrakte u. a.
- angemessene biologische Stabilität durch Entfernung von Mikroorganismen wie Hefen und Bakterien.
- Entfernung von gelösten Makromolekülen (z.B. Proteine, Polyphenole, höhere Zucker,  $\alpha$ - und  $\beta$ -Glucane) die beim Transport und bei der Lagerung Trübungen im abgefüllten Bier verursachen können.
- Erhöhung der chemisch-physikalischen Stabilität durch gerbstoffseitig (PVPP) bzw. eiweißseitig (Hydrogele) reduzierend wirkende Filtermittel.

Diese Aufgaben können mit einer Prozeßlinie durchgeführt werden, die aus mehreren in Reihe geschalteten Trenn-/Stabilisierapparaten in unterschiedlichster Kombination besteht. Jeder Schritt wird mit einem spezifischen Apparat und Verfahren realisiert [45].

Stand der Technik ist, dass bei der PVPP-Stabilisierung im Recycling-Verfahren und bei den Filtersystemen für die Nachfiltration die Filterhilfsmittel mehrfach Verwendung finden. Bei Anschwemmsystemen für die Vorfiltration werden die Filterhilfsmittel nur ein Mal eingesetzt.. Von geringfügigen Abweichungen in peripheren Prozessbereichen abgesehen, bedienen sich sämtliche Brauereien derselben Filtrations- und Stabilisieretechnik. In einigen Fällen kommt für eine zusätzliche Klärung eine Zentrifuge zum Einsatz, oder die PVPP-Stabilisierung wird „verloren“ durchgeführt, d.h. das zudosierte PVPP wird mit dem Kieselgurschlamm entsorgt, genauso wie evtl. zur eiweißseitigen Stabilisierung zugesetzte Kieselgele [46].

Mit der Gesamtkonzeption der Filterlinie mit regenerierbaren Filterhilfsmittels möchte Pall SeitzSchenk erreichen, dass jeder Prozessschritt bei der Herstellung des Biotechnologieprodukts Bier Filterhilfsmittel nutzt, die nach einer entsprechenden Regeneration wieder verwendet werden können. Hierzu ist es erforderlich, Materialien einzusetzen, die durch den Regenerationsprozess nichts von ihren für den Filtrations- und Stabilisierereffekt unabdingbaren Eigenschaften verlieren. Um ein regenerierbares System mit minimierten Stoffströmen über die Systemgrenzen im Filterkeller zu etablieren, soll nun erstmals im Produktionsmaßstab mit einer neu zu konzipierenden Filterlinie der Beweis erbracht werden, dass mittels regenerierbarer Prozesse unter Anwendung biotechnologischer Produkte ein hochqualitatives biotechnologisches Produkt erzeugt werden kann. Dies bedarf der Entwicklung einer Verfahrenstechnik, in der die einzelnen Systeme in ihrem hochkomplexen Zusammenspiel exakt aufeinander abgestimmt werden.

Das von der PSS entwickelte Bierfiltrationsverfahren enthält als innovativen Prozessschritt die integrierte Regenerierung der als Filterhilfsmittel eingesetzten Kieselgur im Filter. Die Forschungsanlage ermöglicht verschiedene Verfahrensweisen für die Regenerierung. Diese kann sowohl chemisch unter Einsatz von Säure und Lauge als auch im kombinierten chemisch-enzymatischen Prozess und schließlich auch rein enzymatisch durchgeführt werden. Dazu wurde eine entsprechende Prozesssteuerung mit Programmen für alle Verfahrensweisen programmiert.

### **3.2. Projektziele**

Das Biotechnologieprodukt Bier wird derzeit in mehreren Filtrationsstufen bestehend aus Vorfiltration, Stabilisierung und Nachfiltration geklärt. Häufig wird der Vorfiltration noch eine Zentrifugation vorgeschaltet. Die Vorfiltration wird in der Regel in Anschwemmfiltern wie z.B. Zenrifugal-Horizontalfiltern (Primus III) oder Kerzenfilter (Ecoflux) durchgeführt. Das verwendete Filterhilfsmittel muss nach der Filtration entsorgt werden. Die Anforderungen an die Haltbarkeit der Biere machen eine Stabilisierung des Bieres erforderlich. Für die Stabilisierung der Biere werden Kieselgele (Reduktion der Eiweiße) bzw. PVPP (Reduktion der Gerbstoffe) eingesetzt. Für die Nachfiltration des Bieres kommen Schichtenfilter (Niro) oder Trapfilter zum Einsatz.

Das Projekt soll die folgenden Kriterien abdecken:

- Entwicklung einer geschlossenen, umweltfreundlichen Filterlinie
- Wiederholte Verwendung von Filterhilfsmitteln und Stabilisierungsmitteln bei vergleichbarer Filtratqualität (Bierqualität, Trübung, Druckdifferenz)
- Reduzierung und Wiederverwendung der anfallenden Reinigungslösungen
- Validierung der Regenerationsverfahren im Technikums- und Produktionsmaßstab.
- Erhöhung der Wirtschaftlichkeit

## 4. Altfiltrationsanlage und neue Filterlinie in der Altenburger Brauerei

### 4.1. Altfiltrationsanlage der Altenburger Brauerei

Bei der Altenburger Brauerei war bis Mitte 2004, die in Abb. 15 dargestellte Kieselgurrahmenfiltration installiert. Dabei werden ein Kieselgur-Rahmenfilter und ein Schichtenfilter nacheinander durchströmt.

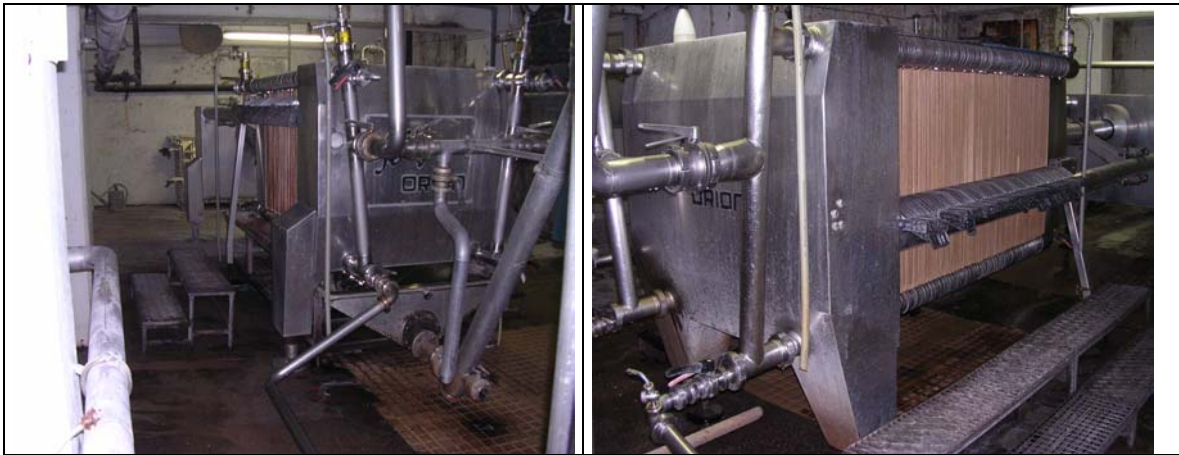


Abb. 15: Alte Filtrationsanlage der Altenburger Brauerei

Der eingesetzte Kieselgur Rahmenfilter gilt als die klassische Filterkonstruktion wie sie auch heute noch, gerade in mittelständischen Brauereien, häufig anzutreffen ist.

Nach seinem Funktionsprinzip wird auf vertikal zwischen Rahmen hängenden Stützsichten zuerst eine Voranschwemmung eines geeigneten Filterhilfsmittels aufgebracht. Während der Filtration wird dem Unfiltrat ständig eine bestimmte Menge Filterhilfsmittel zudosiert. Dies führt dazu, dass sich im Verlauf der Filtration in den durch die Rahmen gebildeten Kammern ein „Filterkuchen“, bestehend aus Filterhilfsmittel und den aus dem Bier entfernten Trübstoffen (vor allem Hefe und Eiweiß) aufbaut. Für die Filtration des Bieres wurde Kieselgur und für die Stabilisierung Kieselgel verwendet.

Als weitere Stabilisierungsstufe dienten Polyvinylpolypyrrolidone (PVPP)-Module, die nach der Filtration mit Säure und Lauge regeneriert wurden. Pro Jahr mussten diese Module mehrmals ausgetauscht werden. Nach der Verwendung wurden die PVPP-Module als hausmüllähnlicher Gewerbeabfall auf der Hausmülldeponie entsorgt. Die Filtration war beendet, wenn der Druckanstieg im Filter einen bestimmten Wert überstieg, der einen weiteren Durchsatz nicht mehr effektiv zuließ. Nach der Filtration wurde der mit den Trübstoffen des Bieres beladene FHM-Kuchen unter Wassereinsatz manuell ausgeschwemmt und als FHM-Schlamm mit einem Trockensubstanzgehalt von 25 % der Kompostierung zugeführt.

Der Filter wurde anschließend unter Einsatz von Heiß- und Kaltwasser gereinigt und für die Voranschwemmung für den nächsten Filtrationszyklus vorbereitet. Pro Woche wurden drei bis vier Filtrationen durchgeführt. Da die Kieselgur und das Kieselgel manuell als Suspension angerührt und zudosiert wurden und auch die Entfernung des Filterkuchens manuell erfolgte, waren drei Mitarbeiter für die Filtration zuständig.

#### 4.2. Implementierung der Filterlinie mit regenerierbaren Filterhilfsmitteln in der Altenburger Brauerei

Die Arbeiten zur Implementierung des neuen Filterkellers für die Etablierung und Bewertung des Praxiseinsatzes der avisierten „regenerierbaren Filterlinie“ in der Altenburger Brauerei wurden Anfang Juni 2004 gestartet.

Folgende Arbeiten wurden in der Altenburger Brauerei durchgeführt:

- Montage und Anbindung der Filteranlage an den restlichen Betrieb
- Mechanische und elektrische Funktionsprüfung der einzelnen Anlagenteile bzw. der Gesamtanlage
- Überprüfung der Einzelschritte der Programmsteuerung /Prozessschritte
- Überprüfung der Filtration mit sog. „Wassertests“
- Überprüfung der Regeneration mit sog. „Wassertests“
- Start der Inbetriebnahme in der Kalenderwoche 30/2004

Die Aufstellung und Einbindung der Filterlinie in die bestehende Brauerei dauerte ca. zwei Monate. Die Arbeiten hierfür begannen Anfang Juni 2004.



Abb. 16: Aufstellung und Einbindung der Filterlinie in die Brauerei

#### 4.3. Filterlinie mit regenerierbaren Filterhilfsmitteln

Mit der implementierten Filtrationsanlage in der Altenburger Brauerei soll die neu entwickelte Technologie der PSS zum Einsatz kommen, deren Aggregate in Abb. 17 dargestellt sind. Diese Technologie wurde mit dem Ziel konzipiert, die Kieselgurfiltration im Brauereibereich effizienter und wirtschaftlicher zu machen und ein hohes Maß an Prozesssicherheit zu gewährleisten.



Abb. 17: Filterlinie mit dem Kieselgurfilter ZHF Primus III für regenerierbare Filterhilfsmittel und dem Stapeldosiertank in der Altenburger Brauerei

Das entwickelte Verfahren zur Bierfiltration enthält als innovativen Prozessschritt die integrierte Regenerierung eingesetzten Kieselgur im Filter. Die Anlage ermöglicht verschiedene Verfahrensweisen für die Regenerierung. Diese kann sowohl chemisch unter Einsatz von Säure und Lauge, als auch im kombinierten chemisch-enzymatischen Prozess und schließlich auch rein enzymatisch durchgeführt werden. Dazu wurde eine entsprechende Prozesssteuerung mit Programmen für alle Verfahrensweisen programmiert.

Die Steuerung der Anlage erfolgt über eine automatisierte Prozesssteuerung, die verschiedene Verfahrensweisen, insbesondere zur Regenerierung der Filterhilfsmittel nach der Filtration ermöglicht.

In Abb. 18 sind die einzelnen Aggregate der regenerierbaren Filterlinie in einem Gesamtprozessschaubild dargestellt.

1. Anrührstation für die neuen Filterhilfsmittel
2. Puffertank Unfiltrat (PTU)
3. Dosagetank für die Filterhilfsmittel (DOS)
4. Regenerattank für die regenerierten Filterhilfsmittel (STADO)
5. Zentrifugalhorizontalfilter (ZHF)
6. Trapfilter (Trap)
7. Verteiler-Paneel
8. Puffertank Filtrat (PTF)
9. 3 Tanks für Lauge, Heiss- und Kaltwasser
10. Dosage für Säure, Desinfektion, Lauge und Enzyme
11. 8 Drucktanks mit einer Gesamtkapazität von 2534 hl
12. Kurzzeiterhitzung (KZE)

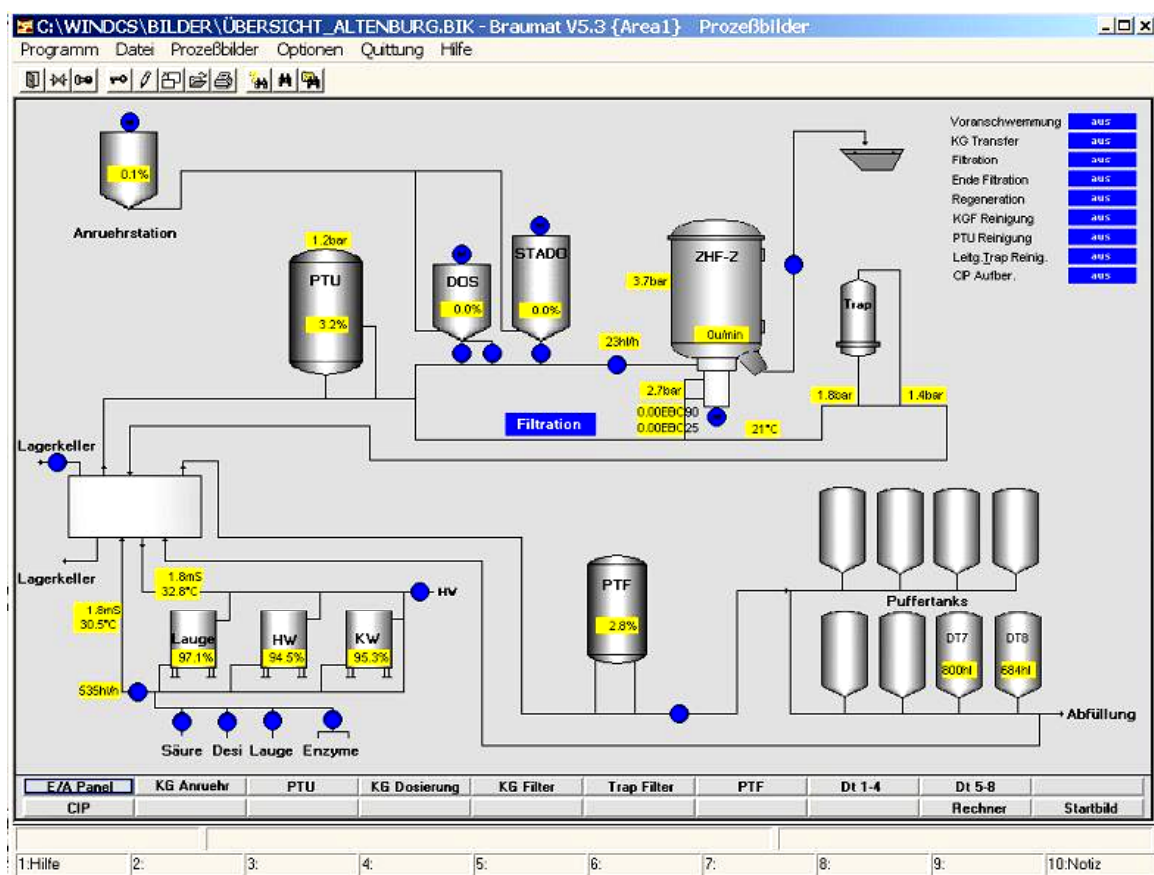


Abb. 18: Prozessschaubild der regenerierbaren Filterlinie in Altenburg

Aus diesem Gesamtprozessschaubild, das als Übersichtsbild in der Programmsteuerung hinterlegt ist, sind die zwei Hauptaggregate Filteranlage und CIP-Station (Cleaning-In-Place) detaillierter dargestellt.

Zum einen ist der Zentrifugalhorizontalfilter, indem sowohl die Filtration mit gleichzeitiger Stabilisierung als auch die Regeneration der Filterhilfsmittel stattfindet, dargestellt.



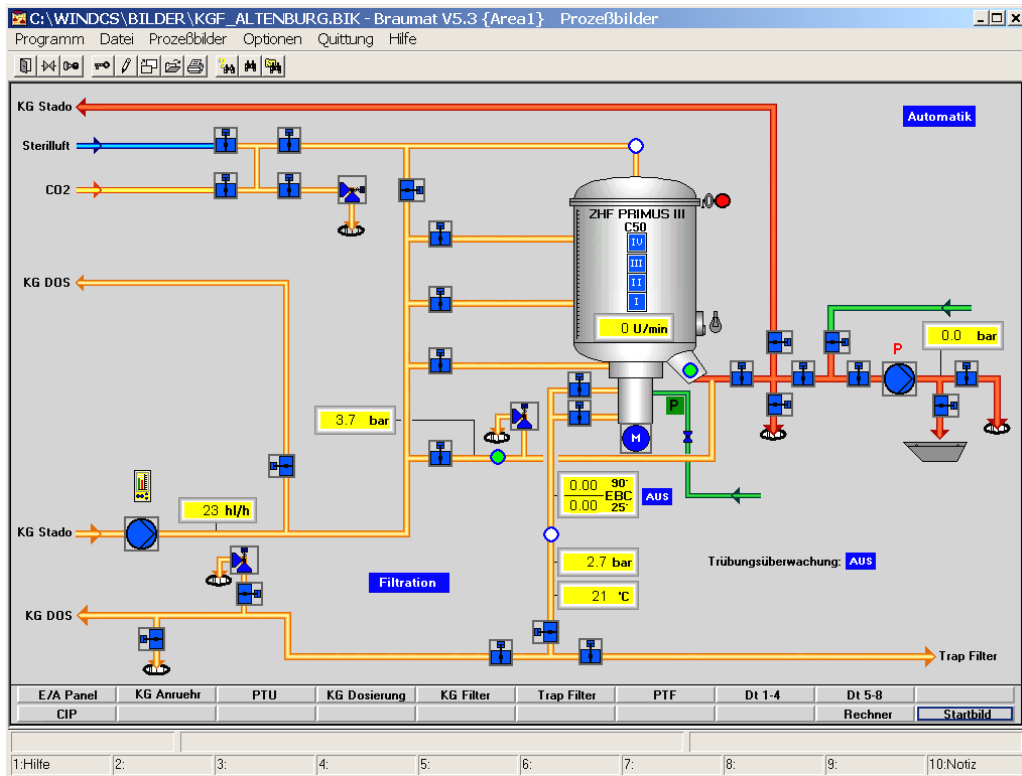


Abb. 19: Prozessschaubild der Filteranlage

Zum anderen ist die CIP-Station, in der die Reinigungs- und Regeneriermedien Kaltwasser, Heißwasser, Lauge, Säure und Enzyme bereitgestellt sind und bei Bedarf mittels Programmsteuerung abgerufen werden können, dargestellt.

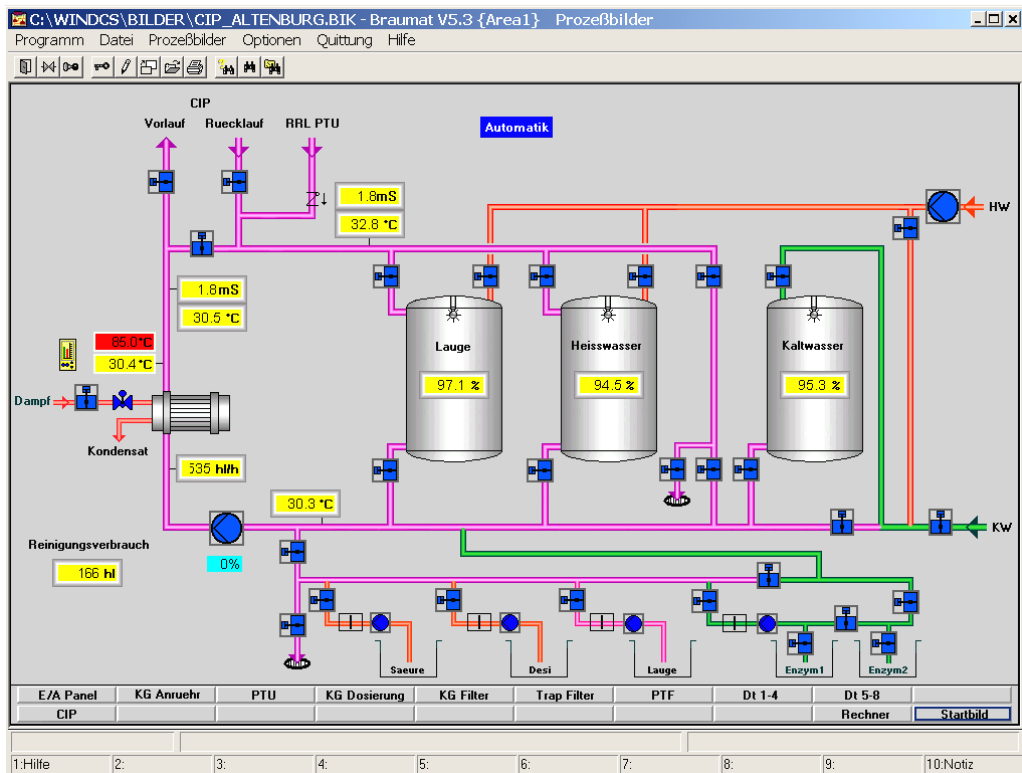


Abb. 20: Prozessschaubild der CIP-Station

## 5. Filtrationen und Regenerationen in der Altenburger Brauerei

Mit der Altenburger Brauerei wurde ein Kooperationspartner gefunden, bei dem die Filterlinie mit regenerierbaren Filterhilfsmitteln unter industriellen Prozessbedingungen umgesetzt werden kann.

Die Altenburger Brauerei ist eine mittelständische Brauerei mit einem Ausstoß von ca. 205.000 hl pro Jahr. Die Biere der Altenburger Brauerei werden simultan geklärt und stabilisiert (Silicagel). Das Produktportfolio der Brauerei umfasst die folgenden vier Hauptbiersorten: Altenburger Premium (Pils), Altenburger Lager, Altenburger Schwarze (Schwarzbier) und Altenburger Festbier.

### 5.1. Filtrationen im Jahr 2004 in der Altenburger Brauerei

Für das Jahr 2004 wurde die filtrierte Gesamtmenge der Altenburger Brauerei aufgezeichnet und ist in der Tabelle 4 wiedergegeben.

Für die Monate Januar 2004 bis zum Juli 2004 wurden die Biere der Altenburger Brauerei mit der Altfiltrationsanlage filtrierte. Ab dem 20. Juli 2004 wurden 100 % der Biere mit der neu implementierten Filterlinie verarbeitet.

Tabelle 4: Filtrationsvolumen der Altenburger Brauerei im Jahr 2004

<b>Filtrationen im Jahr 2004</b>	<b>Biervolumen</b>	<b>Filtrationszyklen</b>
<b>[Monate]</b>	<b>[hl]</b>	<b>[Anzahl]</b>
Januar	13425	12
Februar	18155	19
März	16695	33
April	19801	24
Mai	15715	26
Juni	21653	24
Juli (Altfiltrationsanlage)	7526	7
Juli (Neuanlage)	6626	5
August	22932	17
September	19550	14
Oktober	10278	8
November	18068	9
Dezember	11927	7

Insgesamt wurden im Jahr 2004 in 205 Filtrationszyklen 202.351hl Altenburger Bier filtrierte. Dabei wurden in 145 Filtrationszyklen 112.970 hl Altenburger Bier mit der Altfiltrationsanlage und in 60 Filtrationszyklen 89.381 hl Altenburger Bier mit der neuen Anlage filtrierte.

Des weiteren kann man aus der Tabelle 4 und der Abb. 19 erkennen, dass die Biervolumina sehr schwankend über das Jahr 2004 verteilt sind. Der Absatz von Bier unterliegt sehr stark saisonalen Einflüssen. Ca. 60% des Gesamtvolumens werden in den Monaten April bis September und ca. 40% in den restlichen Monaten abgesetzt.

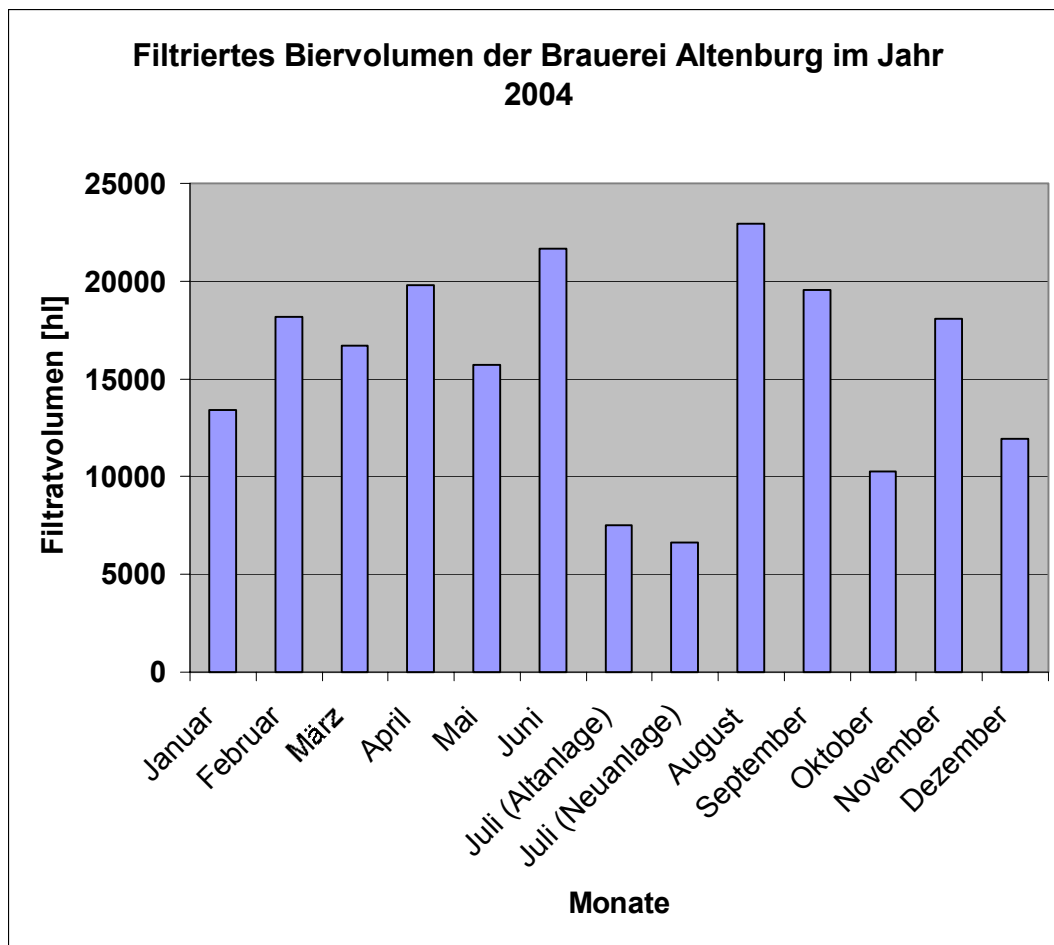


Abb. 21: Filtriertes Biervolumen der Brauerei Altenburg in Jahr 2004

### 5.1.1. Festlegung der durchschnittlichen Filterdurchsätze je Szenario

Die durchschnittlichen Durchsätze je Filtration wurden durch Auswertung aller im Jahr 2004 durchgeführten Filtrationen anhand der erstellten Filtrationsprotokolle errechnet. Aus allen Filtrationen, die jeweils einem Szenario zugeordnet werden können, wurden arithmetische Mittelwerte gebildet. Daraus lässt sich folgendes ableiten.

Die Filtrationszyklen der Altfiltrationsanlage waren mit durchschnittlich 779 hl, um ca. 50% kürzer als die Filtrationszyklen, die über die neu implementierte Filterlinie filtriert worden sind (1490 hl).

Bei den Filtrationen mit der neuen Filterlinie muss eine Unterscheidung zwischen Filtrationen mit Neugur und Filtrationen mit Regeneratgur getroffen werden. Die Filtrationen mit Regeneratgur haben einen 15-20% geringeren Filtrationsdurchsatz als die Filtrationen mit Neugur. Aus diesem Grund wurden dem jeweiligen Szenario folgende Filtrationsdurchsätze zugewiesen:

- Altfiltrationsanlage: Filtration mit Neugur hat einen durchschnittlichen Filtrationsdurchsatz von 800 hl.

- Neu implementierte Filterlinie: Filtration mit Neugur hat einen durchschnittlichen Filtrationsdurchsatz von 1400 hl.
- Neu implementierte Filterlinie: Filtration mit Regeneratgur hat einen durchschnittlichen Filtrationsdurchsatz von 1200 hl.

Diese Festlegung auf die durchschnittlichen Filtrationsdurchsätze je Filtrationszyklus dient der BIFA als Grundlagen für die ökologische und ökonomische Bilanzierung der „regenerierbaren Filterlinie“. Alle Angaben werden für die Bilanzierung auf die funktionelle Einheit von 1 hl bezogen, so dass sie entweder direkt auf 1 hl bezogen erhoben oder mit Hilfe der Filtrationsdurchsätze auf 1 hl umgerechnet werden können.

## 5.2. Filtrationen mit der Altfiltrationsanlage

Im Jahr 2004 wurden bis zum 19. Juli 2004 in 145 Filtrationszyklen 112.970 hl Altenburger Bier, filtriert.

Die Konzentrationen der Hefezellen im unfiltrierten Bier lagen zwischen 1,25 – 20 Mio. Hefen/ml. Die 90°-Unfiltrattrübungen erreichten je nach Charge einen Wert von 19 – 39 EBC. Aufgrund der schwankenden Unfiltratqualitäten lagen die Verbräuche an Filterhilfsmitteln im Bereich von 100 – 300g/hl.

Die Biere wurden alle simultan geklärt und stabilisiert. Die Stabilisierung des Bieres erfolgte mit Silicagel (Xerogel). Die Einsatzmenge lag im Bereich von 75 – 90 g/hl. Bei der zusätzlichen Stabilisierung mit PVPP in Modulform erreichte man Einzelmengen von 12 g/hl.

Die Biere wurden mit einer flächenspezifischen Filtrationsgeschwindigkeit kleiner 2,5 hl/m<sup>2</sup>·h filtriert.

In der nachfolgenden Tabelle sind die eingesetzten Filterhilfsmittel für Voranschwemmung (VA) und Dosage aufgelistet.

Tabelle 5: Übersicht der eingesetzten FHM für die Voranschwemmung und Dosage bei der Altfiltrationsanlage in der Altenburger Brauerei.

Filterhilfsmittel		1. VA	2. VA	FHM-Dosage	
Kenite 700	[kg]	23		34	
Kenite 100	[kg]		30	60	
Stabilisierungsmittel B1000	[kg]			58	
Gesamt-KG-Verbrauch	[kg]	23	30	152	
Gesamt-KG-Verbrauch	[g/hl]				200
Filtrationsdauer	[h]				6,5
Filtratvolumen / Charge	[hl]				730

## 5.3. Filterlinie mit regenerierbaren Filterhilfsmitteln

Bei der ersten Filtration einer Serie und für die Voranschwemmung wurden neue Filterhilfsmittel eingesetzt. Ab der zweiten Filtration einer Serie kam für die laufende Dosage regeneriertes Filterhilfsmittel zum Einsatz. Die Stabilisierung des Bieres erfolgte mit Silicagel und PVPP. Abb. 6 zeigt den Ablauf für Voranschwemmung und Filtration.

Tabelle 6: Verfahrensablauf von Voranschwemmung und Filtration

	<b>Voranschwemmung</b>
1.	Filter auffüllen mit Wasser
2.	Voranschwemmung mit neuem Filterhilfsmittel
3.	10 min Kreislauf
4.	Wasser mit CO <sub>2</sub> verdrängen
	<b>Filtration</b>
5.	Filter auffüllen mit unfiltriertem Bier bei gleichzeitigem Start der Dosage des Regenerats beziehungsweise neuer Filterhilfsmittel bei der Erstfiltration einer Serie
6.	10 min Kreislauf mit Filtrationsgeschwindigkeit
7.	Umstellen von Kreislauf auf Filtration
8.	Filtration inklusive Probeziehen für Bieranalysen
9.	Ende Filtration
10.	Start der Regeneration

Die nachfolgende Tabelle 7 zeigt die spezifischen Filtrationsparameter für Voranschwemmung und Dosage.

Tabelle 7: Spezifische Filtrationsparameter für Voranschwemmung und Dosage

Spezifischer Volumenstrom bei der Voranschwemmung	10 hl/h*m <sup>2</sup>
Spezifischer Volumenstrom bei der Filtration	5 hl/h*m <sup>2</sup>
Masse der Voranschwemmung	1200 g/m <sup>2</sup>
Menge an Filterhilfsmittel für die laufende Dosage	100 bis 300 g/hl
Menge an Stabilisierungsmittel Xerogel	60-90 g/hl

### 5.3.1. Voranschwemmung und Dosage von Filterhilfsmitteln

Um die Filtrierbarkeit der Altenburger Biere einschätzen zu können, wurden mehr als 10 Filtrationen mit unterschiedlichen Mischungen gefahren. Als Filterhilfsmittel wurden Mischungen aus grober (Spezial), mittelfeiner (Media) und feiner Kieselgur (Extra) bei der Voranschwemmung und Dosage eingesetzt. Die Biere wurden alle simultan geklärt und stabilisiert. Die Stabilisierung des Bieres erfolgte mit Silicagel (Xerogel). Tabelle 8 stellt die Zusammensetzung der verschiedenen Filterhilfsmittelmischungen bei den Filtrationen dar, die für die Voranschwemmung und Dosage eingesetzt wurden.

Tabelle 8: Übersicht der eingesetzten FHM für die Voranschwemmung und Dosage

Mischung Voranschwemmung	Mischung Dosage
40/60% Spezial/Media	40/60% Media/Extra
60/40% Spezial/Media	40/60% Media/Extra
50/50% Spezial/Media	40/60% Media/Extra
100% Media	40/60% Media/Extra
100% Media	100% Media/Extra
34/66% Spezial/Media	40/60% Media/Extra
40/60% Spezial/Media	100% Regenerat
60/40% Spezial/Media	100% Regenerat
50/50% Spezial/Media	100% Regenerat
100% Media	100% Regenerat
100% Media	100% Regenerat
34/66% Spezial/Media	100% Regenerat

### 5.3.2. Beendigung der Filtration – Start der Regeneration

Die Filtrationen mit Frisch- oder Regeneratgur können in der Altenburger Brauerei aus 3 verschiedenen Gründen beendet werden:

1. Erreichung des maximalen Kesseldrucks von 9 bar.
2. Erreichung der maximalen Filterhilfsmittelmenge von 550 kg.
3. Erreichung der maximalen Drucktankkapazität.

Wenn einer dieser drei Gründe während der Produktion auftritt, wird die Filtration beendet und die Regeneration kann gestartet werden.

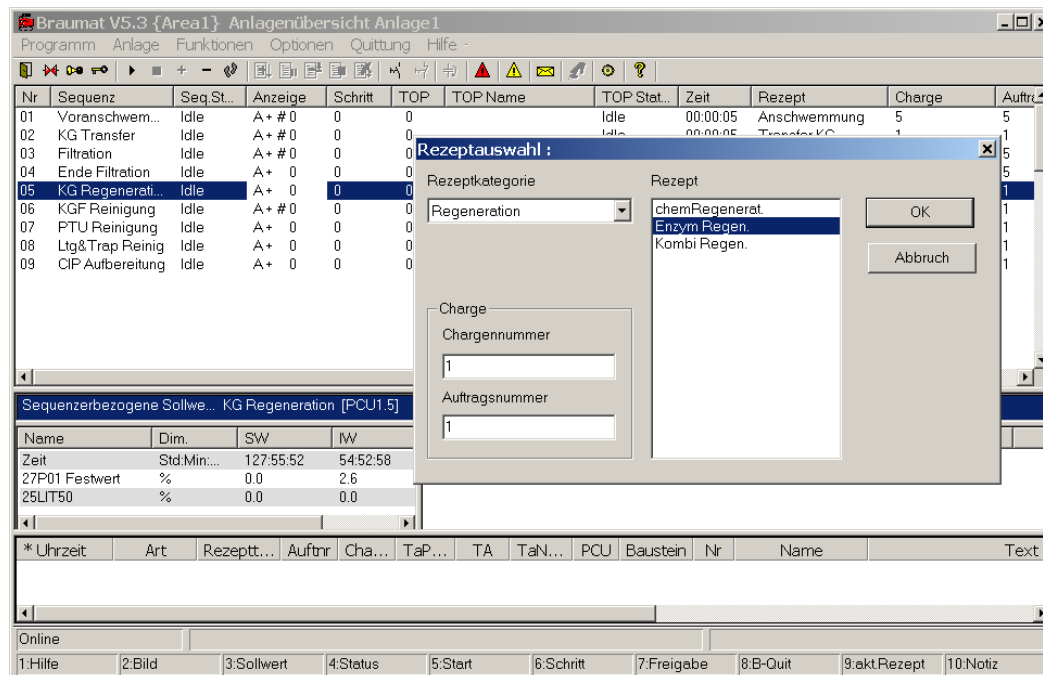


Abb. 22: Prozessschaubild zur Rezeptauswahl der Regenerationen

In der Altenburger Brauerei ist meist die Drucktankkapazität der Engpass in der Produktion. Die Filtrationen müssen somit vorzeitig beendet werden, da kein weiteres Tankvolumen zur Verfügung steht, in das die Brauerei ihre Biere filtrieren könnte.

## 5.4. Regeneration

Bei der Regeneration der Filterhilfsmittel kamen drei Regenerationsvarianten in der Altenburger Brauerei zum Einsatz.

### 5.4.1. Chemisches Regenerationsverfahren

Bei der chemischen Reinigung der gebrauchten Filterhilfsmittel wurden die Reagenzien Wasser, Natronlauge (1 gew.-%) und Salpetersäure eingesetzt. Alle Regenerationen wurden nach dem in Tabelle 9 dargestellten Schema durchgeführt.

Tabelle 9: Verfahrensablauf von Voranschwemmung, Filtration und Regeneration, Rüstzeiten und Verbräuche bei der chemischen Regeneration

<b>Zeiten und Medienverbräuche bei der chemischen Regeneration von Filterhilfsmitteln</b>						
		<b>Filterdaten</b>				
		Filterfläche (Hauptelemente)				50,0 [m <sup>2</sup> ]
		Filterfläche (Restelemente)				0,0 [m <sup>2</sup> ]
		Elementedistanz				35 [mm]
		Kesselvolumen				36 [hl]
		Volumenstrom I (HW-, KW-spülung)				250,0 [hl/h]
		flächenspezifischer Volumenstrom (HW-, KW-spülung)				10,0 [hl/h*m <sup>2</sup> ]
		Volumenstrom II (Laugespülung)				250,0 [hl/h]
		flächenspezifischer Volumenstrom (Laugespülung)				5,0 [hl/h*m <sup>2</sup> ]
<b>Schritte</b>	Zeitdifferenz [min]	Volumen [hl]	Volumen [KV]	Temperatur [°C]	C <sub>NaOH</sub> [gew.-%]	C <sub>HNO<sub>3</sub></sub> [gew.-%]
1 Druck aus Filter ablassen	5,0					
2 Dos und Stado spülen	5,0					
3 Leitungen und Filter auffüllen mit Heißwasser	7,0	58,3	1,6	20 --> 80		
4 Filterkuchen spülen mit Heißwasser	10,0	41,7	1,2	80		
5 Heißwasser verdrängen mit Natronlauge	22,0	91,7	2,5	80	0,5 bis 1,0	
6 Natronlauge verdrängen mit Heißwasser	12,0	50,0	1,4	80		
7 Filter abkühlen	15,0	62,5	1,7	80-->20		
8 Kreislauf nach Salpetersäurezugabe	10,0		0,0	20		
9 Salpetersäure verdrängen mit Kaltwasser	12,0	50,0	1,4	20		0,5
10 Filter leerdrücken	15,0		0,0	20		
11 Resuspendieren	20,0		0,0	20		
12 Filter spülen	15,0	62,5	1,7	20		
Gesamtzeit (min)		148,0				
Volumen Kaltwasser			175,0	4,9		
Volumen Heißwasser			150,0	4,2		

Das Prinzip der nasschemischen Aufbereitung des Kieselgurschlammes beruht auf der Auflösung, der im Filterkuchen eingelagerten organischen Bestandteile und anorganischen Komponenten (Silicagel), durch heiße alkalische und saure Reagenzien. Bei einer 15 - bis 30 - minütigen Behandlung mit ca. 0,5 – 1,0 gew.-%-igem alkalischem Reagenz bei 80 – 90 °C werden die Zellwände der Hefezellen zerstört, so dass der Zellinhalt auslaufen kann. Das Reagenz löst sowohl die vom Filterkuchen retentierten organischen Substanzen sowie die Zellinhalte der Hefen nahezu vollständig und führt sie in einen ausspülbaren Zustand über. Wenn während der Filtration Silicagel für die eiweißseitige Stabilisierung dem Dosierstrom zugegeben wurde, so übernimmt dieses alkalische Reagenz obendrein die Aufgabe das Silicagel zu lösen. Bei diesem relativ schonenden chemischen Angriff bleiben die für die Filtration entscheidenden filigranen Kieselgurstrukturen erhalten. Der Einsatz von einem sauren Reagenz ist notwendig, um einen pH-Wert von 7 einzustellen und die hefebedingten Polysaccharide abzubauen. Alle chemischen Regenerationen wurden nach dem in Tabelle 9 dargestellten Schema durchgeführt.

## 5.4.2. Enzymatisches Regenerationsverfahren

Bei der enzymatischen Reinigung der gebrauchten Filterhilfsmitteln wurden die Reagenzien Wasser, Enzym1 Viscoflow und Enzym2 Neutralse eingesetzt. Alle enzymatischen Regenerationen wurden nach dem in Tabelle 10 dargestellten Schema durchgeführt.

Tabelle 10: Verfahrensablauf von Voranschwemmung, Filtration und Regeneration, Rüstzeiten und Verbräuche bei der enzymatischen Regeneration

### Zeiten und Medienverbräuche bei der enzymatischen Regeneration von Filterhilfsmitteln

		Filterdaten				
		Filterfläche (Hauptelemente)				50,0 [m <sup>2</sup> ]
		Filterfläche (Restelemente)				0,0 [m <sup>2</sup> ]
		Elementedistanz				35 [mm]
		Kesselvolumen				36 [hl]
		Volumenstrom I (HW-, KW-spülung)				250,0 [hl/h]
		flächenspezifischer Volumenstrom (HW-, KW-spülung)				10,0 [hl/h*m <sup>2</sup> ]
		Volumenstrom II				250,0 [hl/h]
		flächenspezifischer Volumenstrom (Laugespülung)				5,0 [hl/h*m <sup>2</sup> ]
Schritte	Zeitdifferenz	Volumen	Volumen	Temperatur	Enzymbeladung	
	[min]	[hl]	[KV]	[°C]	[l Enzym pro kg FHM]	
1 Druck aus Filter ablassen	5,0					
2 Dos und Stado spülen	5,0					
3 Leitungen und Filter auffüllen mit Heißwasser	6,0	50,0	1,4	20 --> 62		
4 Filterkuchen spülen mit Heißwasser	9,0	37,5	1,0	62		
5 Enzymzugabe 1 und Kreislauf	50,0			62		
6 Filterkuchen spülen mit Heißwasser	12,0	50,0	1,4	55		
7 Enzymzugabe 2 und Kreislauf	75,0			55		
8 Filterkuchen sterilisieren, Enzym inaktivieren	22,0	91,7	2,5	85		
9 Filter abkühlen	15,0	62,5	1,7	85-->20		
10 Filter leerdrücken	15,0		0,0	20		
11 Resuspendieren	20,0		0,0	20		
12 Filter spülen	15,0	62,5	1,7	20		
	Gesamtzeit (min)	249,0				
	Volumen Kaltwasser		125,0	3,5		
	Volumen Heißwasser		229,2	6,4		
	Gesamtanzahl KV			9,8		

Das Prinzip der enzymatischen Aufbereitung des Kieselgurschlammes beruht auf der Auflösung der im Filterkuchen eingelagerten organischen Bestandteile vom Bier durch eine Kombination des  $\beta$ -1,3-1,4-Glucanasepräparates Viscoflow und dem Proteasepräparat Neutralse. In der nachfolgenden Tabelle sind die idealen Prozessbedingungen für die beiden Enzyme zur Regeneration von gebrauchtem Filterkuchen dargestellt.

Tabelle 11: Ideale Prozessbedingungen für die Enzyme zur Regeneration

Enzympräparat	Temperatur [°C]	pH-Wert	Dauer [min]
Viscoflow	62	7,5	30
Neutralse	55	5,8	60

Altenburger Bier mit frischer Kieselgur filtriert. Bei der sich anschließenden enzymatischen Regeneration wurde der Filterkuchen mit Heißwasser gespült und Zugabe von Enzympräparaten im Filter regeneriert. . Hierzu wurde das verdünnte Enzympräparat  $\beta$ -1,3-1,4-Glucanasepräparat Viscoflow bei 62 °C 30 min im Kreislauf gepumpt. Es folgte eine Zwischenspülung mit Heißwasser für 20 min. Anschließend



wurde das Proteasepräparat Neutrase für 60 min bei 55 °C im Kreislauf gepumpt. Zur Inaktivierung der Präparate wurde 30 min mit 85 C heißem Wasser gespült. Nach einer Kaltwasserspülung wurde der Filterkuchen zu einer erneuten Filtration eingesetzt. Alle enzymatischen Regenerationen wurden nach dem in Tabelle 10 dargestellten Schema durchgeführt.

### 5.4.3. Kombiniertes Regenerationsverfahren

Bei der kombinierten Reinigung der gebrauchten Filterhilfsmitteln wurden die Reagenzien Wasser, Natronlauge (1%), Salpetersäure Enzym1 (Viscoflow) und Enzym2 (Neutrase) eingesetzt. Alle Regenerationen wurden nach dem in Tabelle 12 dargestellten Schema durchgeführt.

Tabelle 12: Verfahrensablauf von Voranschwemmung, Filtration und Regeneration, Rüstzeiten und Verbräuche bei der kombinierten Regeneration

<b><u>Zeiten und Medienverbräuche bei der kombinierten Regeneration von Filterhilfsmitteln</u></b>							
		<b><u>Filterdaten</u></b>					
		Filterfläche (Hauptelemente)				50,0 [m <sup>2</sup> ]	
		Filterfläche (Restelemente)				0,0 [m <sup>2</sup> ]	
		Elementedistanz				35 [mm]	
		Kesselvolumen				36 [hl]	
		Volumenstrom I (HW-, KW-spülung)				250,0 [hl/h]	
		flächenspezifischer Volumenstrom (HW-, KW-spülung)				10,0 [hl/h*m <sup>2</sup> ]	
		Volumenstrom II (Laugespülung)				250,0 [hl/h]	
		flächenspezifischer Volumenstrom (Laugespülung)				5,0 [hl/h*m <sup>2</sup> ]	
<b><u>Schritte</u></b>		<b><u>Zeitdifferenz</u></b>	<b><u>Volumen</u></b>	<b><u>Volumen</u></b>	<b><u>Temperatur</u></b>	<b><u>C<sub>NaOH</sub></u></b>	<b><u>C<sub>HNO3</sub></u></b>
		[min]	[hl]	[KV]	[°C]	[gew.-%]	[gew.-%]
1	Druck aus Filter ablassen	5,0					
2	Dos und Stado spülen	5,0					
3	Leitungen und Filter auffüllen mit Heißwasser	7,0	58,3	1,6	20 --> 80		
4	Filterkuchen spülen mit Heißwasser	10,0	41,7	1,2	80		
5	Heißwasser verdrängen mit Natronlauge	22,0	91,7	2,5	80	0,5 bis 1,0	
6	Natronlauge verdrängen mit Heißwasser	12,0	50,0	1,4	80		
7	Filter abkühlen	15,0	62,5	1,7	80-->20		
8	Kreislauf nach Salpetersäurezugabe	10,0		0,0	20		
9	Salpetersäure verdrängen mit Kaltwasser	12,0	50,0	1,4	20		0,5
10	Leitungen und Filter auffüllen mit Heißwasser	6,0	50,0	1,4	20 --> 62		
11	Filterkuchen spülen mit Heißwasser	9,0	37,5	1,0	62		
12	Enzymzugabe 1 und Kreislauf	50,0			62		
13	Filterkuchen spülen mit Heißwasser	12,0	50,0	1,4	55		
14	Enzymzugabe 2 und Kreislauf	75,0			55		
15	Filterkuchen sterilisieren, Enzym inaktivieren	22,0	91,7	2,5	85		
16	Filter abkühlen	15,0	62,5	1,7	85-->20		
17	Filter leerdrücken	15,0	62,5	1,7	20		
18	Resuspendieren	20,0		0,0	20		
19	Filter spülen	15,0	62,5	1,7	20		
	Gesamtzeit (min)	337,0					
	Volumen Kaltwasser		237,5	6,6			
	Volumen Heißwasser		379,2	10,5			

Die kombinierte Regeneration ist ein 2-Stufen-Prozess, wobei die erste Stufe der chemischen Regeneration entspricht, wenn auch die Konzentrationen der alkalischen und sauren Reagenzien geringer sind als bei der chemischen Regeneration. Dieser erste Schritt ist notwendig, wenn die Biere simultan filtriert und stabilisiert werden, da die Silicagele die Enzymaktivitäten negativ beeinflussen und somit der Einflussfaktor auf die Enzyme minimiert werden soll. Der zweite Schritt entspricht der enzymatischen Aufbereitung des Kieselgurschlammes durch eine Kombination des  $\beta$ -1,3-1,4-Glucanasepräparates Viscoflow und Proteasepräparates Neutrase. Durch die chemische Vorreinigung des Filterkuchens kann die Einsatzkonzentration der Enzyme verringert werden.

## **5.5. Stabilisierung der Biere in der Altenburger Brauerei**

In der Altenburger Brauerei wird die Filtration und Stabilisierung des Bieres in einem Schritt durchgeführt. Die Altenburger Brauerei gibt eine Mindesthaltbarkeit von sechs Monaten auf ihre Biere an. Die Stabilisierung des Bieres erfolgt mit einer sehr hohen Menge (60-90 g/hl) Silicagel (Xerogel). Diese jeweilige Neuzugabe bei jeder Filtration ist problematisch. Auf der einen Seite garantiert das Silicagel die chemisch-physikalische Haltbarkeit der Altenburger Biere, auf der anderen Seite macht diese sehr hohe Gabe bei der Regeneration Probleme. Wird das Silicagel aus dem Filterkuchen nicht bei der Regeneration entfernt, so kumuliert das Silicagel von Filtration zu Filtration. Daraus ergeben sich verschiedene negative Folgen. Zum einen ist die chemisch-physikalische Haltbarkeit nicht mehr vorhersagbar und zum anderen beeinflusst eine zu hohe Silicagelgabe den Bierschaum negativ. Durch die Kumulation des Silicagels wird der verfügbare Trubraum im Filter verringert. Aus diesem Grund muss das Silicagel bei jeder Regeneration aufgelöst werden. Diese Auflösung kann nur auf chemischem (NaOH) Wege erfolgen. Die Auflösung der Silicagele wird im chemischen und im kombinierten Regenerationsverfahren, berücksichtigt. Aufgrund der negativen Folgen des Silicagels wurde auf dem Statusseminar in Altenburg am 26.10.2004 beschlossen, die Zusammensetzung und Menge der Stabilisierungsmittel zu verändern. Bis zum Staturseminar wurde die Stabilisierung nur mit Silicagel in einer Konzentration von bis zu 90 g/hL Bier durchgeführt. Da das Silicagel die Enzymaktivitäten negativ beeinflusst und den Trubraum des Filters limitiert, wurde ein Teil des  $\text{SiO}_2$  wurde durch PVPP (Polyvinylpolypyrrolidon) ersetzt. Das PVPP kann durch den Einsatz von NaOH regeneriert und wieder verwendet werden. Bei den Versuchen im Anschluss an das Statusseminar wurde das PVPP für die kombinierte Regeneration eingesetzt. Die Silicagelkonzentration wurde auf 30-35 g/hL Bier gesenkt und die PVPP-Konzentration auf 10-15 g/hL Bier festgesetzt. Bei dem enzymatischen Regenerationsverfahren werden die Stabilisierungsmittel Silicagel und PVPP nicht regeneriert bzw. aufgelöst, somit ist eine jeweilige Neuzugabe der Stabilisierungsmittel nötig. Dadurch kommt es auch zu einer Kumulation der Stabilisierungsmittel, wodurch wiederum der verfügbare Trubraum im Filter verringert wird. Allerdings wird eine geringere Gesamtmenge an Einweg-Stabilisierungsmittel eingesetzt. Der Gesamteinsatz von Stabilisierungsmittel reduziert sich somit von 90g/hl auf 50g/hl. Dadurch konnte zum einen der Limitierungsfaktor des Trubraumvolumens der Stabilisierungsmittel im Filter und zum anderen der negative Einfluss auf die Enzymwirksamkeit gemindert werden. Zum anderen konnte eine konstante Stabilisierungswirkung der filtrierte Biere gewährleistet werden.

## **5.6. Forciertest**

Um die garantierte Mindesthaltbarkeit von sechs Monaten auf die Biere der Altenburger Brauerei zu erreichen, werden die oben genannten Stabilisierungsmittel eingesetzt. Zur Vorausbestimmung der chemisch-physikalischen Stabilität der Biere wird eine sogenannter Forciertest durchgeführt. Bei diesem Test werden die Biere abwechselnd einer Temperatur von 0°C und 40°C unterzogen. Ausschlaggebend ist ein Überschreiten der Trübung (>2 EBC) der Biere. Daraus lassen sich sog. Warmtage ermitteln. Ein Warmtag 40°C/0°C entspricht einer realen Haltbarkeit der Biere von 20-30 Tagen.

## 6. Projektergebnisse

Die erste Bierfiltration mit der neuen Filterlinie wurde am 20. Juli durchgeführt. Seitdem wurden 60 Bierfiltrationen durchgeführt, ca. 66% mit regenerierten Filterhilfsmitteln.

Insgesamt wurden auf der neuen Filteranlage ca. 90.000 hl Altenburger Bier filtriert (siehe Tabelle 13), das zu 100% zum Verkauf freigegeben wurde.

Bei der Regeneration von Filterhilfsmitteln kommen drei Regenerationsvarianten zum Einsatz:

- Chemisches Regenerationsverfahren
- Enzymatisches Regenerationsverfahren
- Kombiniertes Regenerationsverfahren (chemisch und enzymatisch)

Tabelle 13: Übersicht der Filtrationen und Regenerationen von Filterhilfsmittel in der Altenburger Brauerei

<b>Regenerationsvarianten</b>	<b>Anzahl Filtration</b>	<b>Filtrierte Biermenge [hl]</b>
Kombiniertes Verfahren	7	8886
Enzymatisches Verfahren	9	14762
Chemisches Verfahren	23	35378
Gesamt	39	59026
Filtrationen mit Frischgur	21	31093

Insgesamt wurden 39 Filtrationen mit Regeneratgur und 21 Filtrationen mit Frischgur im Zeitraum von 20. Juli bis 31. Dezember 2004 durchgeführt.

In 14 Filtrationsserien mit regenerierter Kieselgur und Altenburger Bier konnten bis zu fünf Filtrationen in einer Versuchserie mit derselben Kieselgur unter akzeptablen Filtrationsbedingungen hinsichtlich Druckverhältnisse und Trübungen mit der neuen Filterlinie gefahren werden, wenn die nachgeschärfte Kieselgur in Form einer neuen Kieselgur für die Voranschwemmung zum Ersatz kam.

Das Deutsche Reinheitsgebot wurde durch die in diesem Projekt praktizierte Methodik der enzymatischen Regeneration nicht verletzt.

## 6.1. Projektergebnisse bei den Filtrationen mit chemisch regenerierten FHM

In der Altenburger Brauerei wurden insgesamt 8 Filtrationsserien mit 23 Filtrationen mit chemisch regenerierten Filterhilfsmitteln durchgeführt. Dabei wurden 35.378 hl Altenburger Bier filtriert und verkauft. 16.327 hl wurden mit Frischgur bei den Erstfiltrationen jeder Filtrationsserie und 19.051 hl mit regenerierten Kieselguren bei den Folgefiltrationen filtriert. Insgesamt wurde 3.382 kg Kiesegur, im Mittel 96g/hl zur Bierfiltration mit chemisch regenerierten Filterhilfsmittel verwendet. Innerhalb der 23 Filtrationen wurden die Biere im Mittel mit 49 g/hl stabilisiert, insgesamt wurde eine Menge von 1.735 kg Silicagel zur Stabilisierung der Altenburger Biere verbraucht. Die chemische Regeneration benötigt einen Zeitbedarf von ca. 3 Stunden.

In den nachfolgenden Diagrammen (Druckanstieg pro Stunde, Trübung und Biervolumina) wurden aus Übersichtlichkeitsgründen nicht alle 23 Filtrationen dargestellt.

Exemplarisch für die Filtrationen mit chemisch regenerierten Kieselguren wird nachfolgend Filtrationsserie VF7 mit 5 Filtrationen innerhalb der Serie dargestellt.

Die Versuche wurden mit den Abkürzungen VFxFy bezeichnet, wobei das VFx die Versuchsserie und das Fy die Filtration innerhalb der Serie angibt.

### 6.1.1. Druckverläufe bei den Filtrationen mit chemisch regenerierten FHM

Die Qualität des chemischen Regenerationsverfahrens wurde anhand der Druckanstiegsmessung pro Stunde bei Wiedereinsatz der Kieselgur beurteilt.

In Abb. 23 wurden die jeweiligen Druckanstiege über die 5 Filtrationen dargestellt. Die Filtration bei VF7F0 entsprach der Filtration mit Neugur sowohl für Voranschwemmung als auch Dosage. Bei den nachfolgenden Filtrationen wurde nur die Voranschwemmung mit Neugur angesetzt. Für die Dosage wurden regenerierte Filterhilfsmittel aus der jeweils vorangegangenen Filtration verwendet.

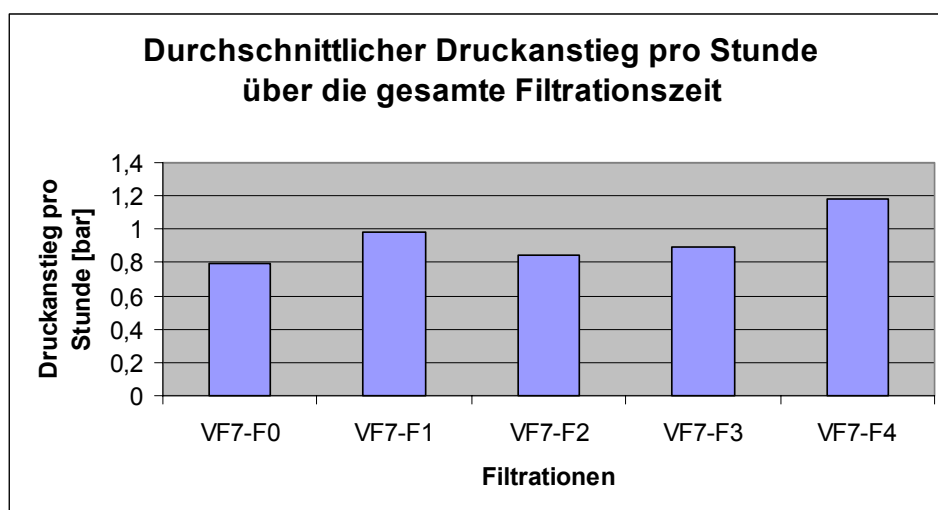


Abb. 23: Druckanstieg pro Stunde von Filtrationen mit chemisch regenerierten Filterhilfsmitteln

Bei den drei Filtrationen (VF7-F0, VF7-F1 und VF7-F3) wurde Altenburger Premium und Lager mit einem Differenzdruckanstieg von ca. 0,8 bar/h filtriert. Bei den Filtration von Bieren (VF7-F1 und VF7-F4) die mit Reinzucht-Hefen fermentiert

wurden, stieg die Anzahl der Hefezellen pro mL Bier deutlich (bis zu 20 Mio. Hefen/ml), so dass der Druck hier schneller anstieg, um ca. 1 –1,2 bar/h.

### 6.1.2. Trübungsverläufe bei den Filtrationen mit chemisch regenerierten FHM

In den Abb. 24 und 25 wurden die 90°- und 25°-Trübungen für die Versuchsserie VF7 dargestellt.

Die 90°-Trübungen bewegten sich innerhalb der Versuchsserie VF7 im Bereich 0,2 – 0,6 EBC und erfüllten damit die Qualitätsanforderungen der Altenburger Brauerei für verkaufsfähiges Bier. Die Peaks ergaben sich zum einen durch den Chargenwechsel von einer Biersorte auf die nächste und zum anderen durch Lagertankwechsel.

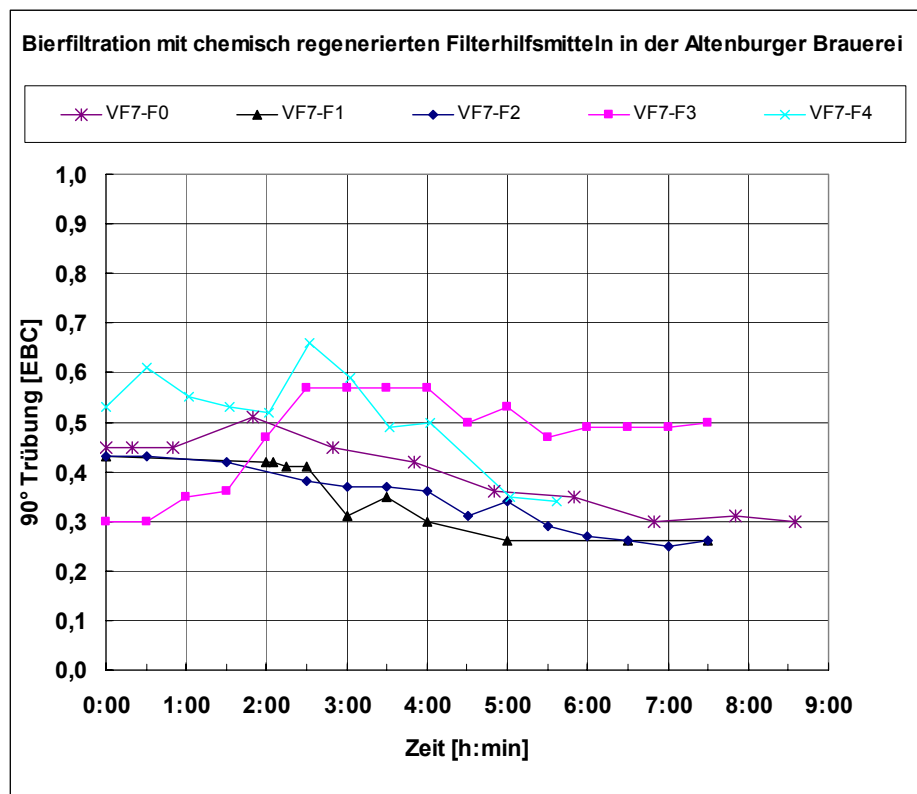


Abb. 24: 90°-Trübungsverläufe von Filtrationen mit chemisch regenerierten Filterhilfsmitteln

Die 25°-Trübungen bewegten sich innerhalb der Versuchsserie VF7, bis auf eine Ausnahme, im Bereich 0,1 – 0,5 EBC und erfüllten damit die Qualitätsanforderungen der Altenburger Brauerei für verkaufsfähiges Bier. Bei der Filtration VF7-F4 wurden Biere, die mit Reinzucht-Hefen fermentiert wurden, filtriert. Diese Biere aus Reinzucht Hefe wiesen eine erhöhte 25° Trübung (0,7 EBC) auf. Diese erhöhte Trübung trat später sowohl beim Einsatz von frischer als auch regenerierter Kieselgur auf. Diese erhöhte Trübung ist somit up-stream bedingt.

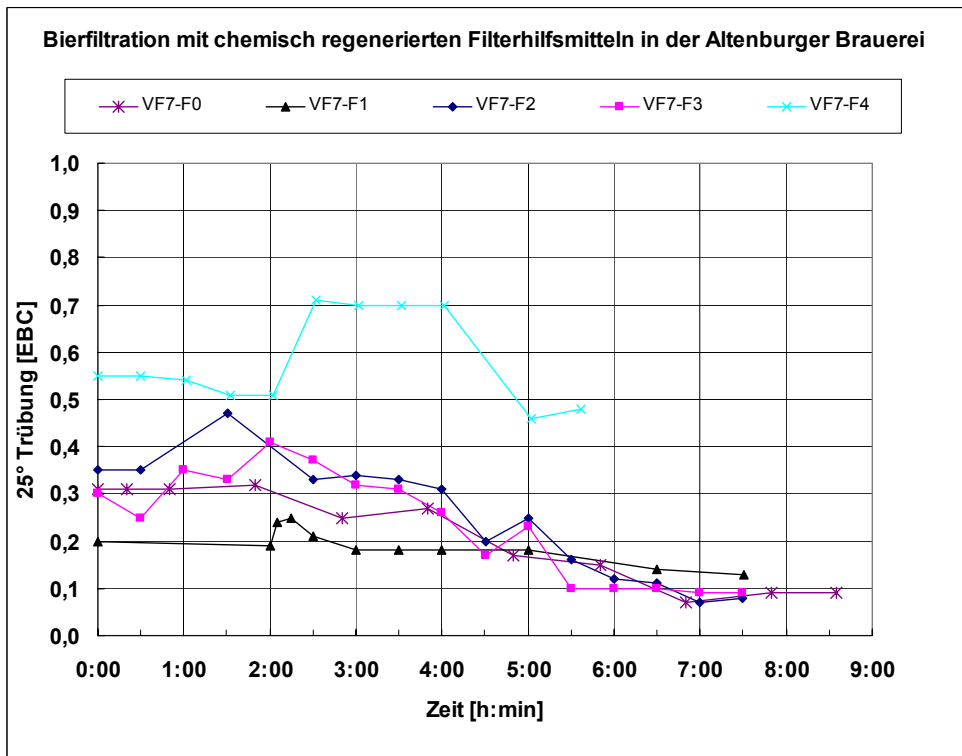


Abb. 25: 25°-Trübungsverläufe von Filtrationen mit chemisch regenerierten Filterhilfsmitteln

### 6.1.3. Filtratvolumina bei den Filtrationen mit chemisch regenerierten FHM

In der Versuchserie VF7 wurden insgesamt 5 Filtrationen mit chemisch regenerierten Filterhilfsmitteln durchgeführt. Dabei wurden 7.493 hl Altenburger Bier filtriert. Insgesamt wurde 500 kg Kieselgur, im Mittel 66g/hl zur Bierfiltration mit chemisch regenerierten Filterhilfsmitteln verwendet. Innerhalb der 5 Filtrationen wurden die Biere im Mittel mit 45 g/hl stabilisiert, insgesamt wurde eine Menge von 338kg Silicagel zur Stabilisierung der Altenburger Biere verbraucht.

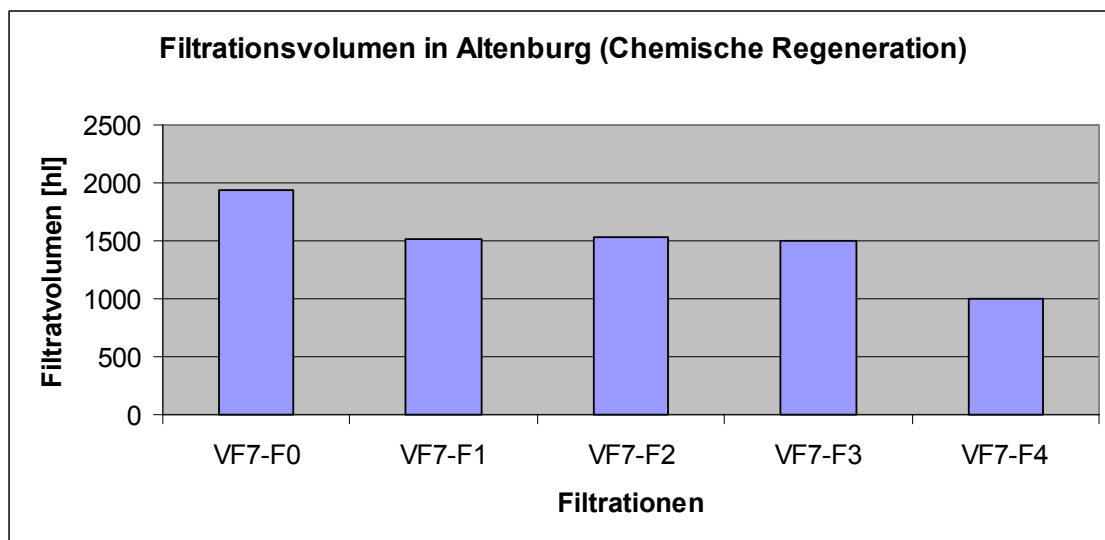


Abb. 26: Filtrationsvolumen von Filtrationen mit chemisch regenerierten Filterhilfsmitteln

## 6.2. Projektergebnisse bei den Filtrationen mit enzymatisch regenerierten FHM

In der Altenburger Brauerei wurden insgesamt 3 Filtrationsserien mit 9 Filtrationen mit enzymatisch regenerierten Filterhilfsmitteln durchgeführt. Dabei wurden 14.762 hl Altenburger Bier filtriert und verkauft. 6.927 hl wurden mit Frischgur bei den Erstfiltrationen jeder Filtrationsserie und 7.835 hl mit regenerierten Kieselguren bei den Folgefiltrationen filtriert. Insgesamt wurde 1.440 kg Kieselgur, im Mittel 97g/hl zur Bierfiltration mit enzymatisch regenerierten Filterhilfsmittel verwendet. Innerhalb der 9 Filtrationen wurden die Biere im Mittel mit 49 g/hl stabilisiert, insgesamt wurde eine Menge von 729 kg Silicagel zur Stabilisierung der Altenburger Biere verbraucht. Da das Silicagel einen negativen Einfluss auf die Wirksamkeit der enzymatischen Regenerationen bewirkt, wurde auf dem Statusseminar in Altenburg beschlossen, ein Teil der Stabilität mit Einweg-PVVP abzudecken um Silicagel zum Teil zu ersetzen. Die enzymatische Regeneration benötigt einen Zeitbedarf von ca. 4 Stunden. In den nachfolgenden Diagrammen (Druckanstieg pro Stunde, Trübung und Biervolumina) wurden aus Übersichtlichkeitsgründen nicht alle 9 Filtrationen dargestellt. Exemplarisch für die Filtrationen mit enzymatisch regenerierten Kieselguren werden die 4 Filtrationen VF55 –VF58 dargestellt.

### 6.2.1. Druckverläufe bei den Filtrationen mit enzymatisch regenerierten FHM

Die Qualität des enzymatisch Regenerationsverfahrens wurde anhand der Druckanstiegsmessung pro Stunde bei Wiedereinsatz der Kieselgur beurteilt.

In Abb. 27 wurden die jeweiligen Druckanstiege über die 4 Filtrationen dargestellt. Die Filtration bei VF55-F0 entsprach der Filtration mit Neugur sowohl für Voranschwemmung als auch Dosage. Bei den nachfolgenden Filtrationen wurde nur die Voranschwemmung mit Neugur angesetzt. Für die Dosage wurden regenerierte Filterhilfsmittel aus der jeweils vorangegangenen Filtration verwendet.

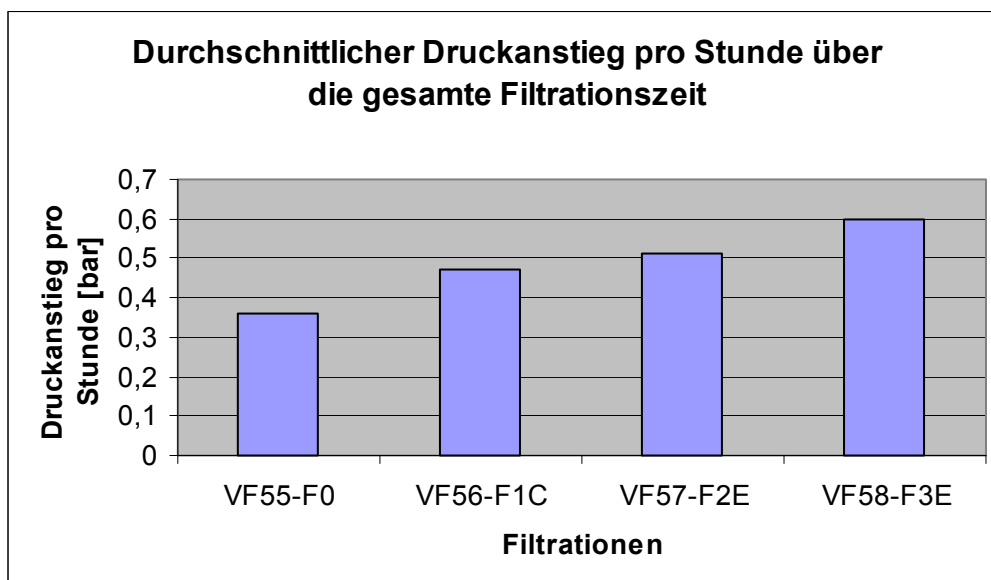


Abb. 27: Druckanstieg pro Stunde von Filtrationen mit enzymatisch regenerierten Filterhilfsmitteln

Bei den vier Filtrationen wurde Altenburger Premium und Lager mit einem Differenzdruckanstieg von 0,3 – 0,6 bar/h filtriert. Aus dieser sind mehrere Sachverhalte erkennbar:

Abb. 25 zeigt einen niedrigen Differenzdruckanstieg pro Stunde. Durch eine verlängerte Lagerzeit der Biere im Dezember kam es im Lagertank schon zu einer verbesserten natürlichen Klärung und kolloidalen Stabilität der Biere. Diese führte in der Summe zu einem niedrigeren Druckanstieg pro Zeit.

Zum anderen ist ein stetiger Zuwachs des Druckanstieges pro Zeit für die folgenden Filtrationen innerhalb einer Serie zu verzeichnen. Hervorgerufen wurde er durch die nicht aufgelösten Stabilisierungsmittel Silicagel und PVVP, die im Filterkuchen nach der enzymatischen Regeneration verblieben. Da diese Stabilisierungsmittel ihre Stabilitätswirkung verloren hatten, mußten die beiden Stoffen bei jeder Filtration wieder neu hinzugefügt werden.

Dadurch kam es zu einer Veränderung der Filterhilfsmittelmischung und zu einer starken Limitierung des Trubraumes im Filter.

Die Traubraumkapazität im Filter ist begrenzt auf 550 kg. Für den Erstanatz mit Frischgur wurden schon 60 kg Kieselgur Voranschwemmung und 320 kg Kieselgur für die laufende Filtration eingesetzt. Dazu kommt nochmals 100 kg Stabilisierungsmittel (Silicagel+PVPP). Somit befinden sich nach der Erstfiltration schon 480 kg Filterhilfsmittel im Filter. Für die Folgefiltrationen kommen als Neuware dann jeweils 60 kg Kieselgur als Voranschwemmung und ca. 60 kg Stabilisierungsmittel hinzu. Nach der zweiten Filtration wäre der Trubraum des Filters mit 110% überfüllt. Dadurch wäre man gezwungen die 2. Filtration früher zu stoppen und insgesamt wären nur 2 Filtrationen in einer Filtrationsserie möglich.

Um mehr als 2 Filtrationen mit enzymatisch regenerierten Filterhilfsmitteln durchzuführen, wurde nach der ersten Filtration chemisch regeneriert, um das Silicagel aufzulösen und das PVPP zu regenerieren. Somit befanden sich nach der Erstfiltration nicht 480 kg Filterhilfsmittel im Filter, sondern nur 395 kg. Für die Folgefiltrationen kamen als Neuware dann jeweils 60 kg Kieselgur als Voranschwemmung und ca. 42 kg Silicagel zum Einsatz. Die 15 kg PVPP, die beim Erstanatz chemisch regeneriert worden sind, mußten zur 2. Filtration nicht mehr neu dazugegeben werden. Erst wieder bei der dritten und vierten Filtration wurde erneut mit PVPP nachgeschärft.

### **6.2.2. Trübungsverläufe bei den Filtrationen mit enzymatisch regenerierten FHM**

In den Abb. 28 und 29 wurden die 90°- und 25°-Trübungen für die Versuchsserie VF7 dargestellt.

Die 90°-Trübungen bewegten sich innerhalb der Versuchsserie VF7 im Bereich zwischen 0,2 – 0,8 EBC und erfüllten damit die Qualitätsanforderungen der Altenburger Brauerei für verkaufsfähiges Bier.

Die Peaks ergeben sich zum einen durch den Chargenwechsel von einer Biersorte auf die nächste und zum anderen durch den Wechsel von einem leeren Lagertank auf den nächsten.

Die erhöhten Werte von bis zu 0,8 bar kamen von Bieren, die mit Reinzucht-Hefen fermentiert wurden und eine höhere kolloidale Trübung aufwiesen.

Diese erhöhte Trübung trat später sowohl beim Einsatz von frischer als auch regenerierter Kieselgur auf. Diese erhöhte Trübung ist somit up-stream bedingt.



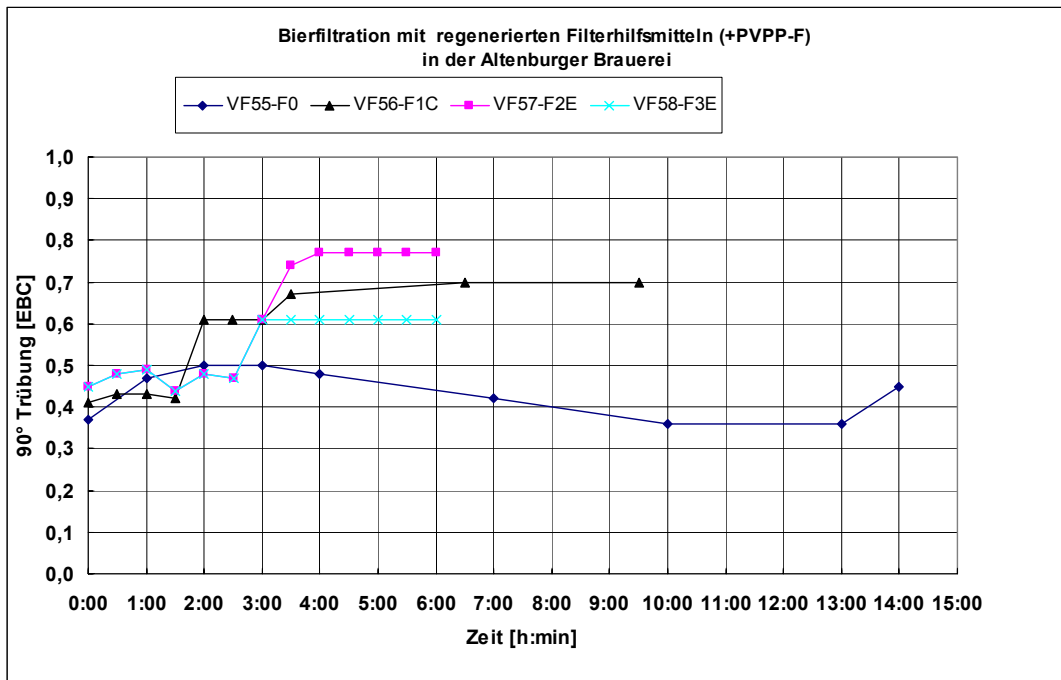


Abb. 28: 90°-Trübungsverläufe von Filtrationen mit enzymatisch regenerierten Filterhilfsmitteln

Die 25°-Trübungen bewegten sich innerhalb der Versuchsserie VF7 im Bereich zwischen 0,1 – 0,2 EBC und erfüllten damit die Qualitätsanforderungen der Altenburger Brauerei für verkaufsfähiges Bier.

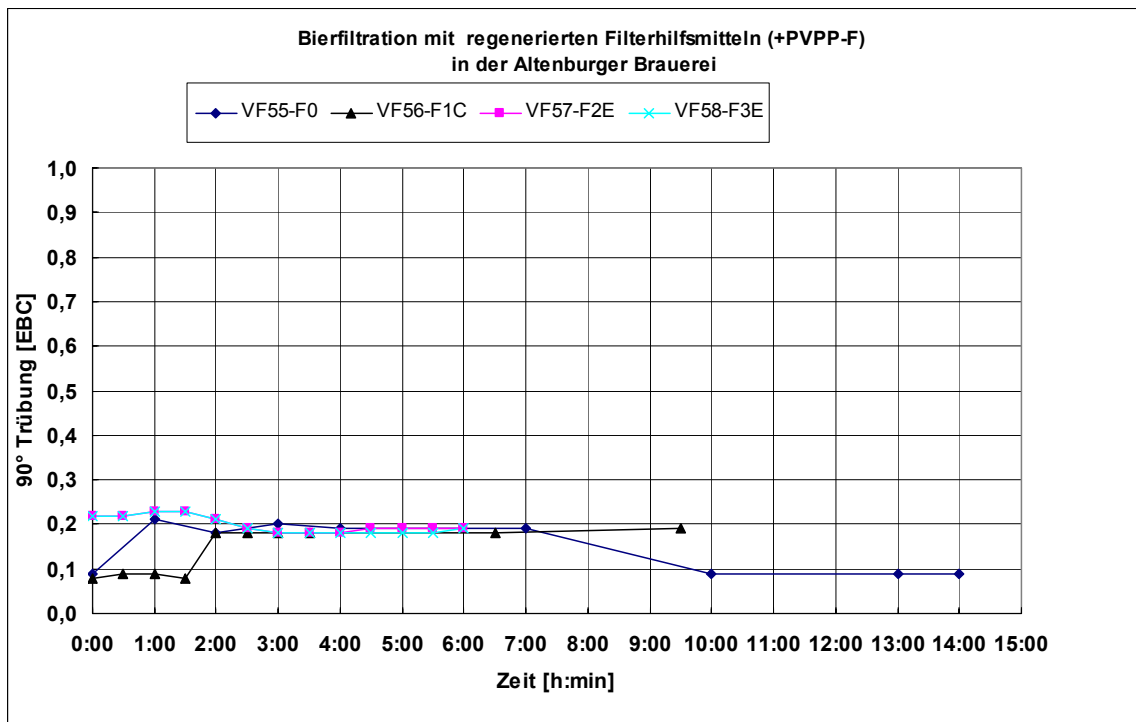


Abb. 29: 25°-Trübungsverläufe von Filtrationen mit enzymatisch regenerierten Filterhilfsmitteln

### 6.2.3. Filtratvolumina bei den Filtrationen mit enzymatisch regenerierten FHM

In der Versuchserie VF55 – VF58 wurden insgesamt 4 Filtrationen mit enzymatisch regenerierten Filterhilfsmitteln durchgeführt. Dabei wurden 6.699 hl Altenburger Bier filtriert. Insgesamt wurde 560 kg Kieselgur, im Mittel 83g/hl zur Bierfiltration mit enzymatisch regenerierten Filterhilfsmitteln verwendet. Innerhalb der 4 Filtrationen wurden die Biere im Mittel mit 52 g/hl stabilisiert, insgesamt wurde eine Menge von 274 kg Silicagel und 75 kg Einweg PVPP zur Stabilisierung der Altenburger Biere verbraucht.

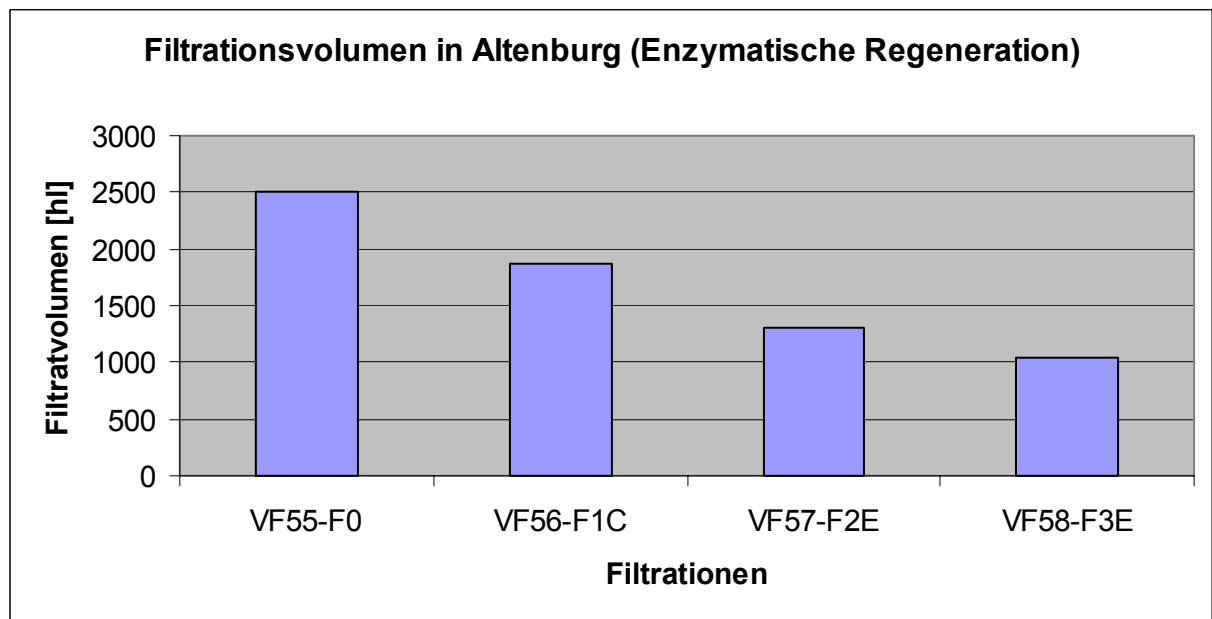


Abb. 30: Filtrationsvolumen von Filtrationen mit enzymatisch regenerierten Filterhilfsmitteln

### 6.3. Projektergebnisse bei den Filtrationen mit kombiniert regenerierten FHM

In der Altenburger Brauerei wurden insgesamt 3 Filtrationsserien mit 7 Filtrationen mit kombiniert regenerierten Filterhilfsmitteln durchgeführt. Dabei wurden 8.886 hl Altenburger Bier filtriert und verkauft. 4.702 hl wurden mit Frischgur bei den Erstfiltrationen jeder Filtrationsserie und 4.184 hl mit regenerierten Kieselguren bei den Folgefiltrationen filtriert. Insgesamt wurde 1.300 kg Kieselgur, im Mittel 140g/hl zur Bierfiltration mit kombiniert regenerierten Filterhilfsmittel verwendet. Innerhalb der 7 Filtrationen wurden die Biere im Mittel mit 65 g/hl stabilisiert, insgesamt wurde eine Menge von 584 kg Silicagel zur Stabilisierung der Altenburger Biere verbraucht.

Die kombinierte Regeneration benötigt einen Zeitbedarf von ca. 7 Stunden.

In den nachfolgenden Diagrammen (Druckanstieg pro Stunde, Trübung und Biervolumina) wurden aus Übersichtlichkeitsgründen nicht alle 7 Filtrationen dargestellt.

In den nachfolgenden Diagrammen (Druckanstieg pro Stunde, Trübung und Biervolumina) wurden aus Übersichtlichkeitsgründen nicht alle 7 Filtrationen dargestellt. Exemplarisch für die Filtrationen mit enzymatisch regenerierten Kieselguren werden die 3 Filtrationen VF27 –VF29 dargestellt.

#### 6.3.1. Druckverläufe bei den Filtrationen mit kombiniert regenerierten FHM

Die Qualität des kombinierten Regenerationsverfahrens wurde anhand der Druckanstiegsmessung pro Stunde bei Wiedereinsatz der Kieselgur beurteilt.

In Abb. 31 wurden die jeweiligen Druckanstiege über die 3 Filtrationen dargestellt. Die Filtration bei VF27-F0 entsprach der Filtration mit Neugur sowohl für Voranschwemmung als auch Dosage. Bei den nachfolgenden Filtrationen wurde nur die Voranschwemmung mit Neugur angesetzt. Für die Dosage wurden regenerierte Filterhilfsmittel aus der jeweils vorangegangenen Filtration verwendet.

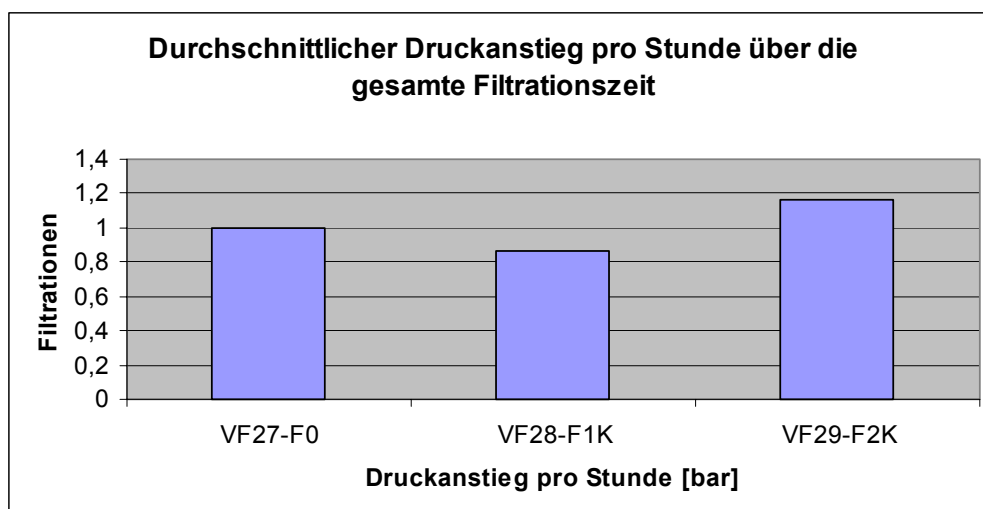


Abb. 31: Druckanstieg pro Stunde von Filtrationen mit kombiniert regenerierten Filterhilfsmitteln

Bei den drei Filtrationen wurde Altenburger Premium und Lager mit einem Differenzdruckanstieg von ca. 1 bar/h filtriert. Dieser hohe Differenzdruckanstieg pro Stunde wurde hervorgerufen durch eine verkürzte Lagerzeit der Biere im August und

September. Somit kam es im Lagertank zu einer verminderten natürlichen Klärung und kolloidalen Stabilität der Biere und zu einer sehr hohen Hefebelastung des Filters. Diese führt in der Summe zu diesen sehr hohen Druckerhöhungen pro Zeit. Die erhöhte Dosagemenge von 140g/hl Filterhilfsmittel untermauert diesen Sachverhalt.

### 6.3.2. Trübungsverläufe bei den Filtrationen mit kombiniert regenerierten FHM

In den Abb. 32 und 33 wurden die 90°- und 25°-Trübungen für die Versuchsserie VF7 dargestellt.

Die 90°-Trübungen bewegten sich innerhalb der Versuchsserie VF7 im Bereich zwischen 0,2 – 0,4 EBC und erfüllten damit die Qualitätsanforderungen der Altenburger Brauerei für verkaufsfähiges Bier. Die Peaks ergeben sich zum einen durch den Chargenwechsel von einer Biersorte auf die nächste und zum anderen durch den Wechsel von einem leeren Lagertank auf den nächsten.

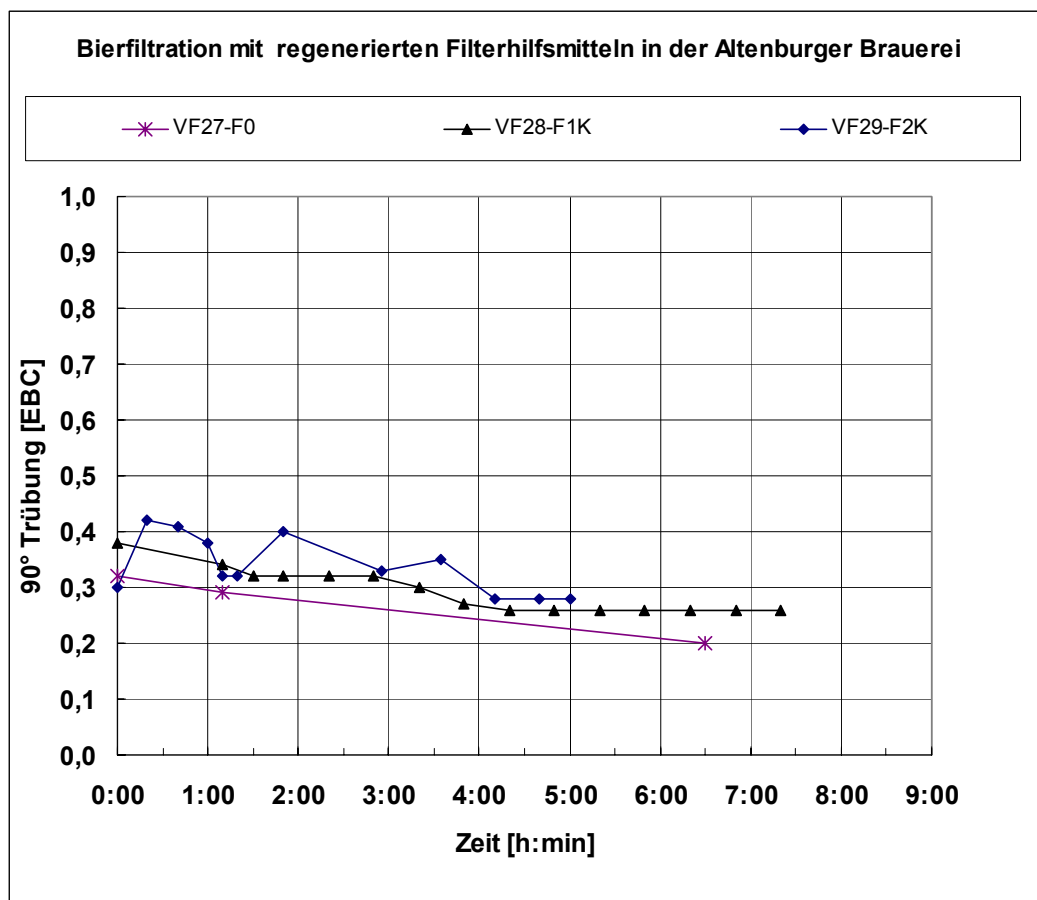


Abb. 32: 90°-Trübungsverläufe von Filtrationen mit kombiniert regenerierten Filterhilfsmitteln

Die 25°-Trübungen bewegten sich innerhalb der Versuchsserie VF27 – VF29, im Bereich zwischen 0,1 – 0,4 EBC und erfüllten damit die Qualitätsanforderungen der Altenburger Brauerei für verkaufsfähiges Bier. Die Peaks ergeben sich zum einen durch den Chargenwechsel von einer Biersorte auf die nächste und zum anderen durch den Wechsel von einem leeren Lagertank auf den nächsten.

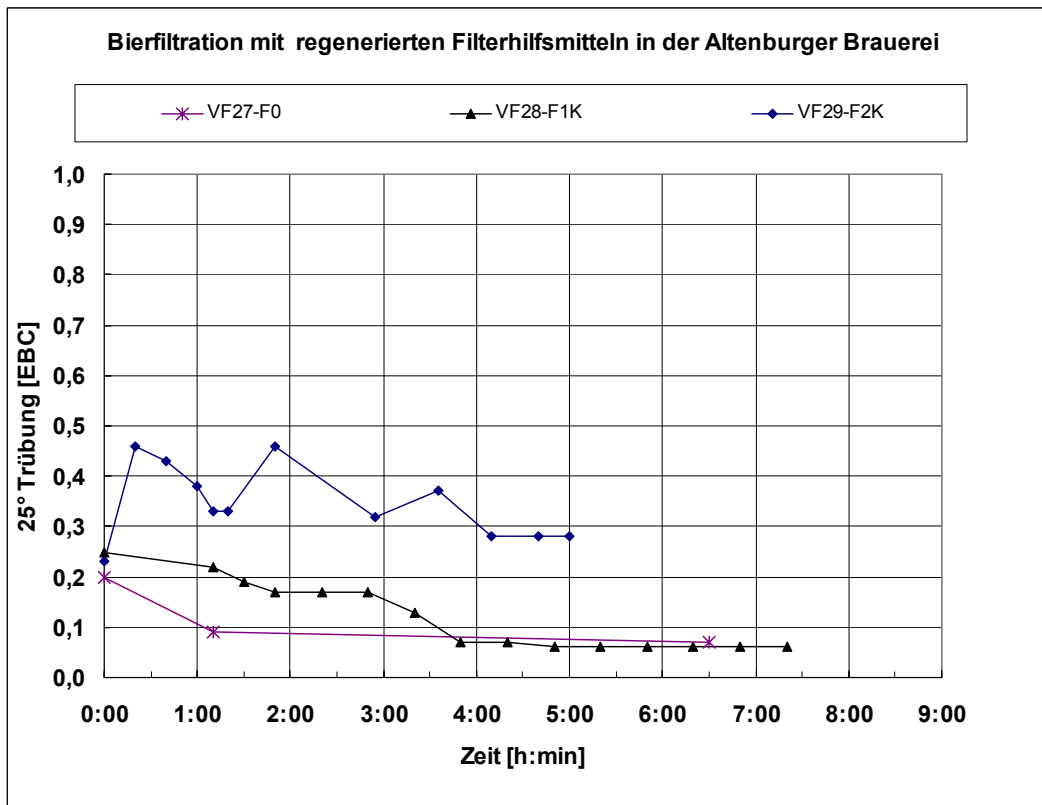


Abb. 33: 25°-Trübungsverläufe von Filtrationen mit kombiniert regenerierten Filterhilfsmitteln

### 6.3.3. Filtratvolumina bei den Filtrationen mit kombiniert regenerierten FHM

In der Versuchserie VF27 – V29 wurden insgesamt 3 Filtrationen mit kombiniert regenerierten Filterhilfsmitteln durchgeführt. Dabei wurden 3.538 hl Altenburger Bier filtriert. Insgesamt wurde 490 kg Kiesegur, im Mittel 138g/hl zur Bierfiltration mit kombiniert regenerierten Filterhilfsmittel verwendet. Innerhalb der 3 Filtrationen wurden die Biere im Mittel mit 56 g/hl stabilisiert, insgesamt wurde eine Menge von 200 kg Silicagel zur Stabilisierung der Altenburger Biere verbraucht.

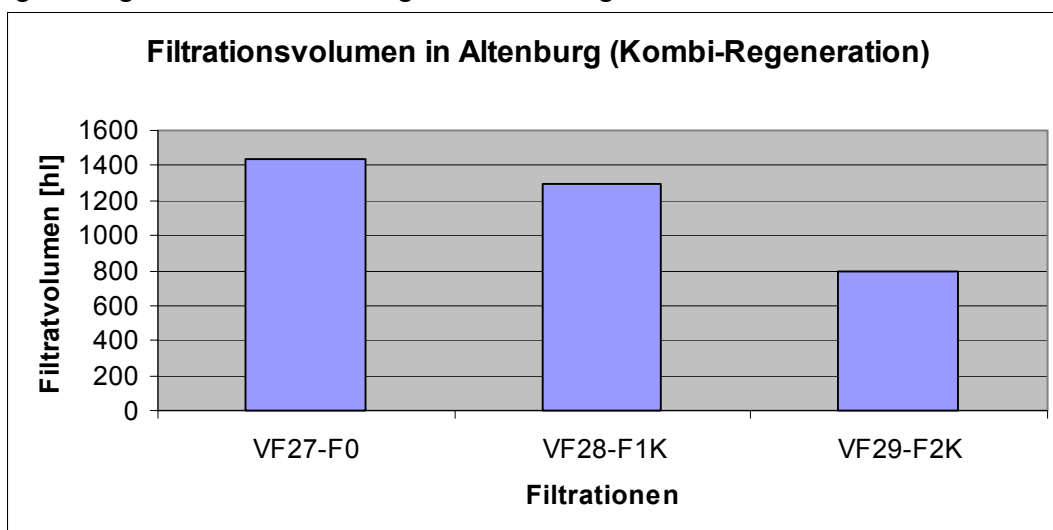


Abb. 34: Filtrationsvolumen von Filtrationen mit kombiniert regenerierten Filterhilfsmitteln

#### 6.4. Stabilisierung

Bis zum Staturseminar des Projektes am 26.10.2004 in Altenburg, wurde die Stabilisierung nur mit Silicagel in einer Konzentration von bis zu 90 g/hL Bier durchgeführt. Da das Silicagel die Enzymaktivitäten negativ beeinflusst und den Trubraum des Filters limitiert wurde ein Teil des SiO<sub>2</sub> wurde durch PVPP (Polyvinylpolypyrrolidon) ersetzt.

Um die chemisch-physikalischen Haltbarkeiten (MHD) der Altenburger Biere einschätzen zu können, mussten in mehreren Filtrationen mit unterschiedlichen Mischungen der Stabilisierungsmittel filtriert und stabilisiert werden. Die unterschiedlichen Mischungsverhältnisse der Stabilisierungsmittel ist in der Tabelle 14 dargestellt.

Tabelle 14: Übersicht der eingesetzten Stabilisierungsmittel in der Altenburger Brauerei

Versuche	Datum der Filtration	MHD	Xerogel	PVPP Divergan-F
	[Datum]	[Datum]	[g/hl]	[g/hl]
<b>Altfiltrationsanlage</b>				
Filtration Frischgur	06.05.2004	06.11.2004	90	0
<b>Neuanlage</b>				
Filtration Frischgur	22.07.2004	22.01.2005	75	0
Filtration Frischgur	22.09.2004	22.03.2005	66	0
Filtration Regenerat	03.11.2004	03.05.2005	68	0
Filtration Frischgur	08.11.2004	09.05.2005	38	10
Filtration Regenerat	10.11.2004	10.05.2005	45	10 (regeneriert)
Filtration Frischgur	17.11.2004	17.05.2005	35	15
Filtration Frischgur	18.11.2004	18.05.2005	35	15
Filtration Regenerat	22.11.2004	22.05.2005	35	15 (regeneriert)
Filtration Regenerat	23.11.2004	23.05.2005	35	15 (regeneriert)
Filtration Regenerat	24.11.2004	24.05.2005	35	15 (regeneriert)
Filtration Regenerat	07.12.2004	07.06.2005	35	15
Filtration Frischgur	13.12.2004	13.06.2005	35	10
Filtration Regenerat	15.12.2004	15.06.2005	30	10 (regeneriert)
Filtration Regenerat	20.12.2004	20.06.2005	30	10
Filtration Regenerat	27.12.2004	27.06.2005	30	10 (regeneriert)

Bei den Versuchen im Anschluss an das Statusseminar wurde das PVPP auch für die enzymatische Regeneration eingesetzt. Die Silicagelkonzentration wurde auf 30-35 g/hL Bier gesenkt und die PVPP-Konzentration auf 10-15 g/hL Bier festgesetzt.

Bei dem enzymatischen Regenerationsverfahren werden die Stabilisierungsmittel Silicagel und PVPP nicht regeneriert bzw. aufgelöst, somit ist eine jeweilige Neuzugabe der Stabilisierungsmittel nötig. Dadurch kommt es auch zu einer Kumulation der Stabilisierungsmittel, wodurch der für die Kieselgur verfügbare

Trubraum im Filter verringert wurde. Allerdings wurde eine geringere Gesamtmenge Einweg-Stabilisierungsmittel eingesetzt.

Der Gesamteinsatz von Stabilisierungsmitteln vor dem Statusseminar lag bei ca. 90 g/hL. Nach dem Statusseminar wurde eine Gesamtmenge von 50 g/hL eingesetzt. Zum einen konnte der Limitierungsfaktor Trubraumvolumen der Stabilisierungsmittel im Filter gemindert werden und zum anderen konnte eine konstante Stabilisierungswirkung der filtrierten Biere gewährleistet werden.

### 6.5. Kieselerdeinsparung durch Filtration mit Regeneratgur

Die Ersparnis an Filterhilfsmittel wurde unter der Voraussetzung gerechnet, dass im Falle Altenburg 1,2 kg/m<sup>2</sup> (60kg) Filterhilfsmittel vorangeschwemmt wurde. Für die Filtrationen mit Neugur (blaue Linie) und die Filtration mit Regeneratgur und neuer Voranschwemmung (lila Linie) wurde ein Gesamtverbrauch an Filterhilfsmittel von 103 g/hl (310kg) für die Erstfiltration und ein flächenspezifisches Filtratvolumen von 60 hl/m<sup>2</sup> angenommen. Bei der Filtration mit Neugur muss jedes Mal die gesamte Menge Filterhilfsmittel erneuert werden, wohingegen bei der Filtration mit Regeneratgur nur die Voranschwemmung mit neuen Filterhilfsmitteln ersetzt wurde. Die Filterfläche von 50 m<sup>2</sup> wurde als Rechenbasis herangezogen.

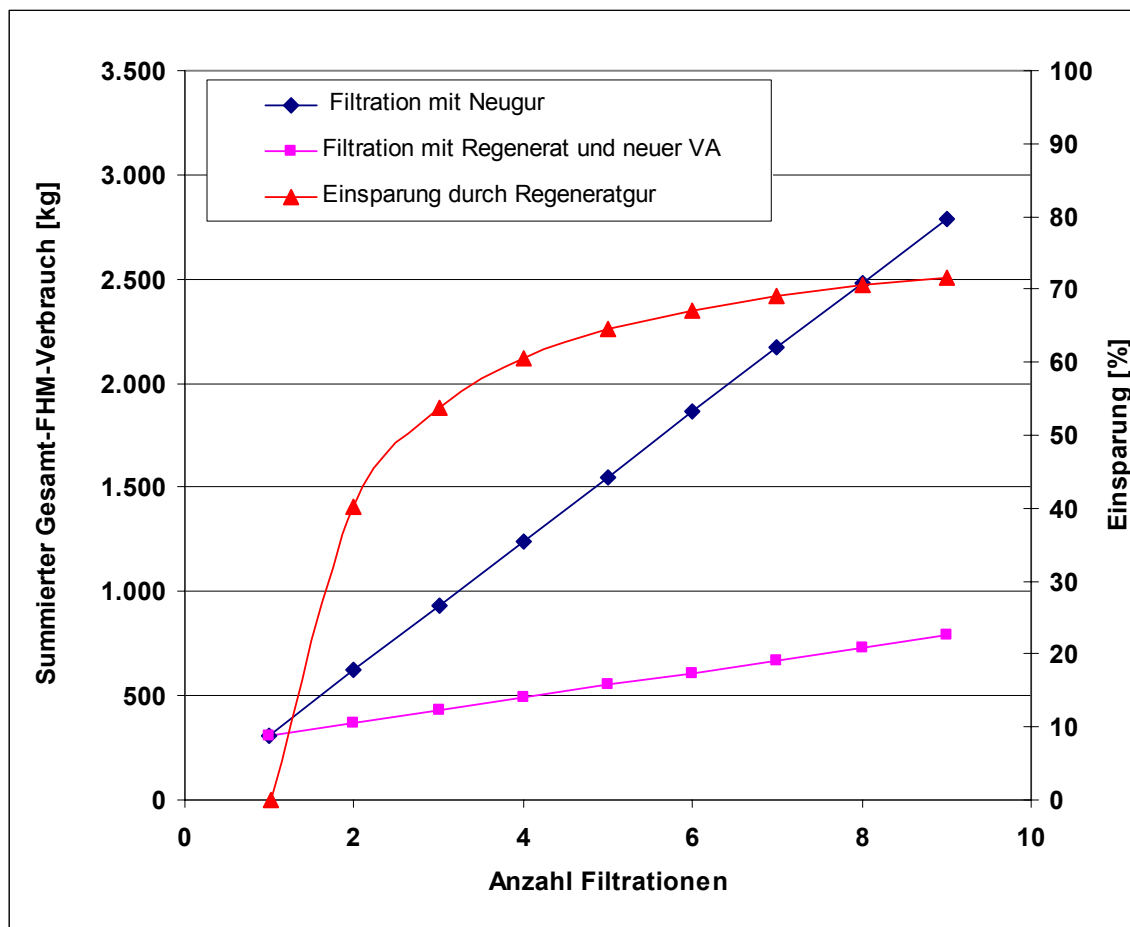


Abb. 35: Kieselerdeinsparung in der Altenburger Brauerei

In Abb. 35 wurde für die Altenburger Brauerei die Ersparnis und der Filterhilfsmittelverbrauch für die Verfahren Filtration mit Neugur und Filtration mit

Regeneratgur und neuer Voranschwemmung in Abhängigkeit der Anzahl der Filtrationen aufgetragen. Unter den oben beschriebenen Bedingungen ergab sich nach der sechsten Filtration eine Ersparnis von 67 % (rote Linie).

Bei einer Filtrationsserie von 6 Filtrationen ergibt sich eine Kieselgureinsparung von ca. 1.200 kg.

### **6.6. Analyseergebnisse**

Die Technische Universität Berlin (Firma Fermtec GmbH) hat die Bieranalysen übernommen.

Die Bieranalysen gaben Aufschluss über die Unfiltrat- und Filtratqualität, was für die Beurteilung der Filterleistung von großer Wichtigkeit war.

Ein Vergleich der zahlreichen Filtrationsversuche mit Altenburger Bier zeigte, dass der Filtrierbarkeit der Biere Rechnung getragen werden muss, indem passende Filterhilfsmittelmischungen und Filterhilfsmittelmengen dosiert werden müssen. Unterschiede in dem zeitlichen Differenzdruckanstieg konnte auf die sehr unterschiedliche Filtrierbarkeit der Biere zurückgeführt werden, die je nach Lagerzeit und Lagerbedingungen einer großen Varianz unterliegt.

Die mikrobiologischen Untersuchungen sowie die Haltbarkeitstests der Biere führte Pall SeitzSchenk aus.



### 6.6.1. Bieranalyse

Bei der Fermtec GmbH wurden exemplarisch 3 filtrierte Biere mit den entsprechenden Unfiltraten (UF) zur Untersuchung gegeben:

Probe 1 wurde am 03.11.2004, Probe 2 am 09.11.2004 und Probe 3 am 10.11.2004 filtriert. Die nachfolgende Tabelle 15 zeigt ausführlich die Ergebnisse der Bieranalyse.

Tabelle 15: Bieranalysen von Unfiltraten und Filtraten der Altenburger Brauerei

Haltbarkeiten		10.05.		09.05.		03.05.	
Untersuchung		3	46/48 UF	2	UF ZKT9	1	UF ZKT2
code		75	76	78	79	81	82
Extrakt, scheinbar	g/100g	1,91	1,97	1,93	2,06	1,95	1,98
Extrakt, wirklich	g/100g	3,71	3,86	3,76	3,85	3,73	3,79
Stammwürzegehalt	g/100g	11,35	11,87	11,57	11,51	11,31	11,49
Ethanol	g/100g	3,96	4,18	4,06	3,97	3,92	4,00
Ethanol	vol%	5,04	5,33	5,17	5,06	4,99	5,09
Ausstoßvergärungsgrad, scheinbar	%	83,00	83,00	83,00	82,00	83,00	83,00
Ausstoßvergärungsgrad, wirklich	%	69,00	69,00	69,00	68,00	69,00	69,00
Anthocyanogene	mg/l	51,00	70,00	56,00	67,00	68,00	66,00
Polyphenole	mg/l	173,00	154,00	148,00	161,00	132,00	118,00
Trübung 20 °C	EBC	0,20	8,60	0,20	8,40	0,20	9,80
Trübung 0 °C	EBC	0,20	14,10	0,30	14,60	0,30	19,50
Differenz	EBC	0,00	5,50	0,00	6,10	0,00	9,70
Differenz	%	6,10	38,90	9,40	42,20	15,10	49,70
Forciertest, Warmtage	EBC	>4		>4		>4	
Alkohol-Kälte-Test	EBC	11,10	75,10	20,00	74,40	20,00	69,00
β-Glucan, Probe	mg/l	132,00	130,00	141,00	141,00	158,00	156,00
prozentualer Abbau im Prozess	%		0,00		0,00		0,00
β-Glucan, Filtrat 0,2 µm	mg/l		120,00		141,00		154,00
Differenz	mg/l		10,00		0,00		2,00
Differenz, prozentual	%		8,00		0,00		1,00
β-Glucan-Gel, Probe	mg/l		0,00		0,80		0,00
α-Glucane 452 nm	wE	55,00	55,00	50,00	55,00	49,00	49,00
prozentualer Abbau im Prozess	%		0,00		9,00		0,00
α-Glucan 452 nm, Filtrat 0,2 µm			55,00		50,00		51,00
Differenz			0,00		5,00		-2,00
prozentualer Abbau			0,00		9,00		0,00
α-Glucane 565 nm	wE	6,00	8,00	5,00	6,00	5,00	6,00
prozentualer Abbau im Prozess			25,00		17,00		17,00
α-Glucan 565 nm, Filtrat 0,2 µm			6,00		6,00		6,00
Differenz			2,00		0,00		0,00
prozentualer Abbau	%		25,00		0,00		0,00
Hefezellzahl	10 <sup>6</sup> Z/ml		2,50		3,60		3,20
pH-Wert		4,40	4,40	4,40	4,40	4,30	4,30
Filtrierbarkeit nach Esser	g		54,00		112,00		105,00
Photometrischer Jodwert		0,12	0,14	0,08	0,10	0,05	0,08

Die Analysenwerte der Biere lagen in den Normwerten. Die Filtrierbarkeit der untersuchten Biere kann an Hand des in Tabelle 16 befindlichen Schemas für alle

Biere bis auf eine Ausnahme als gut eingestuft werden. Die schlechte Filtrierbarkeit des Bieres 46/48 UF im Laborfiltrationstest nach Esser ist hervorzuheben. Die Ursache dürfte ein erhöhter Gehalt an hochmolekularem  $\beta$ -Glucan sein, welcher nicht der Gelfraktion zuzuordnen ist. Zwischen der Probe des unfiltrierten Bieres und dem Filtrat des Filtrierbarkeitstestes nach Esser wurde eine Differenz von 8% festgestellt. Obwohl der Gehalt mit 30 mg/l relativ niedrig ist, kann es zu glucanbedingten Filtrationsproblemen kommen, da der Anteil der hochmolekularem  $\beta$ -Gehalt erhöht war. Dies war bei der durchgeführten Filtration nicht der Fall.

Die  $\alpha$  – Glucan-Werte 452 nm lagen alle im vorgeschriebenen Bereich (25 bis 100). Interessant war aber die Differenz im Prozess des Bieres UF ZKT 9. Offensichtlich wurde hochmolekulares  $\alpha$  – Glucan bei der Filtration zurückgehalten.

Die Biere liegen alle im Stammwürzebereich von 11-12% und haben nahezu identische Vergärungsgrade. Die Biere sind hinsichtlich ihrer Vorklärung und kolloidalen Stabilität als sehr gut zu bewerten. Da die untersuchten Biere alle Anfang November filtriert worden sind und in dieser Zeit der Bierabsatz im Vergleich zum Sommer rückläufig ist, können die Biere eine längere Lagerzeit im Lagerkeller verbringen. Dieser Umstand wirkt sich sehr positiv auf die natürliche Vorklärung der Biere aus. Dies verdeutlicht auch der Alkohol-Kälte Test der unfiltrierten Biere der deutlich unter 80 liegt.

Tabelle 16: Richtwerte für die Filtrierbarkeit von Bieren nach Esser

		Richtwerte	Beurteilung			
Filtrierbarkeit	g	> 100 g	sehr gut			
		> 80 ...				
		100 g	gut			
		40 ... 80 g	mäßig			
Alkohol-Kälte-Test	EBC	< 40 g	schlecht			
		< 80	sehr gut			
		80 bis 100	gut			

Im Verlauf des zweiten Halbjahres kam es aufgrund von starken Produktionsschwankungen zum Teil zu sehr hohen Schwankungen in den Unfiltratqualitäten. Es wurden im Verlaufe der Versuchsserien Hefezellzahlen von 2-20 Mio. Hefen pro mL festgestellt. Dies war auf die kürzeren Lagerzeiten im Sommer und manuelle Arbeitsweise im Lagerkeller zurückzuführen. Hierbei kann es zum Mitziehen von Hefesediment aus dem Lagertank (ZKT) kommen. In den Monaten November und Dezember waren die Lagerzeiten der Biere aufgrund des geringeren Bierabsatzes deutlich länger. Dadurch ist die Unfiltratqualität der Unfiltrate in den Sommermonaten schwer mit den Unfiltratqualitäten in Wintermonaten zu vergleichen. Bei den Filtration von Bieren, die mit Reinzucht-Hefen fermentiert wurden, stieg die Anzahl der Hefezellen pro mL Bier deutlich bis 100 Mio. Hefen/ml), so dass der Druck bei diesen Filtrationen schneller anstieg. Dies konnte unabhängig davon festgestellt werden, ob frische oder regenerierte Kieselgur zum Einsatz kam. Des weiteren konnte bei den Filtrationen von Bieren, die mit Reinzucht-Hefen fermentiert wurden, eine erhöhte Trübung festgestellt werden, die sowohl beim Einsatz von frischer als auch regenerierter Kieselgur auftrat.

### 6.6.2. Mikrobiologische Analysen

Die Filtrate waren mikrobiologisch in Ordnung. Die Proben wiesen weniger als 5 Hefen pro 100 ml auf.

### 6.6.3. Forciertest

Um die garantierte Mindesthaltbarkeit von sechs Monaten für die hergestellten Biere der Altenburger Brauerei zu erreichen, wurden die oben genannten Stabilisierungsmittel eingesetzt. Zur Vorausbestimmung der chemisch-physikalischen Stabilität der Biere wurde eine sogenannter Forciertest durchgeführt. Bei diesem Test werden die Biere abwechselnd einer Temperatur von 0°C und 40°C unterzogen. Ausschlaggebend ist ein Überschreiten der Trübung >2 EBC der Biere. Daraus lassen sich Warmtage ermitteln. Ein Warmtag 40°C/0°C entspricht einer realen Haltbarkeit der Biere von 20-30 Tagen. Die erzielten Warmtage mit den unterschiedlichen Stabilisierungsmittel Tabelle 17.

Tabelle 17: Unterschiedliche Warmtage der Altenburger Biere

Versuche	Datum der Filtration	MHD	Xerogel	PVPP Divergan-F	Forciertest
			[g/hl]	[g/hl]	[Warmtage]
<b>Altfiltrationsanlage</b>					
Filtration Frischgur	06.05.2004	06.11.2004	90	0	25
<b>Neuanlage</b>					
Filtration Frischgur	22.07.2004	22.01.2005	75	0	21
Filtration Frischgur	22.09.2004	22.03.2005	66	0	15
Filtration Regenerat	03.11.2004	03.05.2005	68	0	12
Filtration Frischgur	08.11.2004	09.05.2005	38	10	15
Filtration Regenerat	10.11.2004	10.05.2005	45	10 (regeneriert)	17
Filtration Frischgur	17.11.2004	17.05.2005	35	15	29
Filtration Frischgur	18.11.2004	18.05.2005	35	15	18
Filtration Regenerat	22.11.2004	22.05.2005	35	15 (regeneriert)	>34
Filtration Regenerat	23.11.2004	23.05.2005	35	15 (regeneriert)	23
Filtration Regenerat	24.11.2004	24.05.2005	35	15 (regeneriert)	14
Filtration Regenerat	07.12.2004	07.06.2005	35	15	11
Filtration Frischgur	13.12.2004	13.06.2005	35	10	6
Filtration Regenerat	15.12.2004	15.06.2005	30	10 (regeneriert)	7
Filtration Regenerat	20.12.2004	20.06.2005	30	10	13
Filtration Regenerat	27.12.2004	27.06.2005	30	10 (regeneriert)	12

Um die garantierte Mindesthaltbarkeit von sechs Monaten auf die filtrierte und stabilisierte Biere der Altenburger Brauerei zu erreichen, müssten umgerechnet 6-9 Warmtage erreicht werden.

Wie die Tabelle 17 zeigt, wurden diese Werte bei den Filtration und Stabilisierung mit der Altfiltrationsanlage deutlich überschritten. Auch die Filtrationen und

Stabilisierungen mit der neu implementierte Filterlinie übertrafen diese Werte deutlich.

Der Gesamteinsatz von Stabilisierungsmittel vor dem Statusseminar lag bei ca 90 g/hL und konnte auf ca. 66 g/hl gesenkt werden. Dabei wurden ausreichende Warmtage von 12-21 Warmtagen erzielt.

Bei den Versuchen im Anschluss an das Statusseminar wurde neben Xerogel Einweg-PVPP für die Stabilisierung der Biere eingesetzt. Die Silicagelkonzentration konnte auf 30-35 g/hL Bier gesenkt werden, die PVPP-Konzentration betrug bis zu 10-15 g/hl Bier. Auch diese neuen Mischungsverhältnisse garantieren eine Mindesthaltbarkeit der Biere von sechs Monaten, da sie im Bereich von 6-34 Warmtage liegen.

## **6.7. Projektergebnisse aus dem Teilprojekt des Bayerisches Institut für Angewandte Umweltforschung und –technik GmbH (BIFA)**

Aus der Aufgabenstellung, die neue Filtration bei der Altenburger Brauerei ökologisch und ökonomisch zu bewerten, hat das Bayerische Institut für Angewandte Umweltforschung und –technik GmbH (BlfA), Augsburg, im Auftrag der PSS die Aufgabe übernommen, für das derzeit in der Altenburger Brauerei eingesetzte Filtrationsverfahren eine Umweltbilanz und eine Wirtschaftlichkeitsbetrachtung durchzuführen. Anschließend wurde das bisherige Filtrationsverfahren mit den neuen Verfahrensvarianten hinsichtlich ökologischer und ökonomischer Ergebnisparameter verglichen. Der Abschlußbericht der BlfA wurde in diesen Kapitel zusammengefasst. Der komplette Abschlußbericht befindet sich im Anhang.

### **6.7.1. Ergebnisse der Umweltbilanz**

Eine Rangfolge der Szenarien aufgrund der Umweltbilanz lässt sich durch die optionalen Bestandteile einer Ökobilanz, Normierung und Ordnung ermitteln. Dabei müssen die in der Wirkungsabschätzung betrachteten Wirkungskategorien zu einer Gesamtaussage zum jeweiligen Szenario zusammengeführt werden.

#### **6.7.1.1 Spezifischer Beitrag - Normierung**

Die Ergebnisse der Wirkungsabschätzung werden auf die Gesamtemissionen der jeweiligen Wirkungskategorien in Deutschland pro Jahr und Einwohner bezogen. Dadurch werden sogenannte Einwohnerwerte berechnet. Damit werden einerseits die Wirkungskategorien, die sehr verschiedene Umweltwirkungen aggregieren, in eine vergleichbare Basis überführt. Darüber hinaus kann so die ökologische Relevanz der bilanzierten Systeme, hier verschiedener Filtrationsverfahren und Verfahrensweisen, bewertet werden. In Abb. 36 sind die Einwohnerwerte im Vergleich der Szenarien zur Bierfiltration dargestellt. Abweichend von der funktionellen Einheit sind diese Einwohnerwerte auf die im Jahr 2004 filtrierte Biermenge von rund 205.000 hl bezogen, um die Ergebnisse anschaulicher darzustellen.

Die höchsten Einwohnerwerte treten bei den Wirkungskategorien Versauerungspotenzial und aquatisches Eutrophierungspotenzial mit Werten von rund 24 (= maximaler Einwohnerwert, 100 %) Einwohnerwerten auf. Beim Versauerungspotenzial ist es das Szenario Altfiltrationsanlage, das den höchsten Wert aufweist und beim aquatischen Eutrophierungspotenzial das Szenario neu implementierte Filterlinie mit enzymatischer Regenerierung und PVPP-Stabilisierung. Mit 2,4 Einwohnerwerten weist das Szenario neu implementierte Filterlinie mit Frischgur bei der Wirkungskategorie aquatisches Eutrophierungspotenzial den niedrigsten Einwohnerwert auf.

Bei den Wirkungskategorien Kumulierter Energieaufwand, Treibhauseffekt, Versauerungspotenzial und terrestrisches Eutrophierungspotenzial hat die Altfiltrationsanlage die höchsten Einwohnerwerte. Nur beim aquatischen Eutrophierungspotenzial tritt der höchste Einwohnerwert beim Szenario neu implementierte Filterlinie mit enzymatischer Regenerierung und PVPP-Stabilisierung auf, wobei alle Szenarien mit Enzymeinsatz nahe beieinander liegen und schlechter abschneiden als die anderen Szenarien. Das nächstschlechtere Szenario in dieser Wirkungskategorie ist wiederum die Altfiltrationsanlage. Die neu implementierte Filterlinie mit Frischgur und chemischer Regenerierung liegen bei dieser

Wirkungskategorie hinsichtlich der Einwohnerwerte deutlich unter den anderen Szenarien.

Die Szenarien neu implementierte Filterlinie mit Frischgur und chemischer Regenerierung liegen außer beim aquatischen Eutrophierungspotenzial nahe bei einander. Dort ist das Szenario neu implementierte Filterlinie mit Frischgur deutlich das beste Szenario.

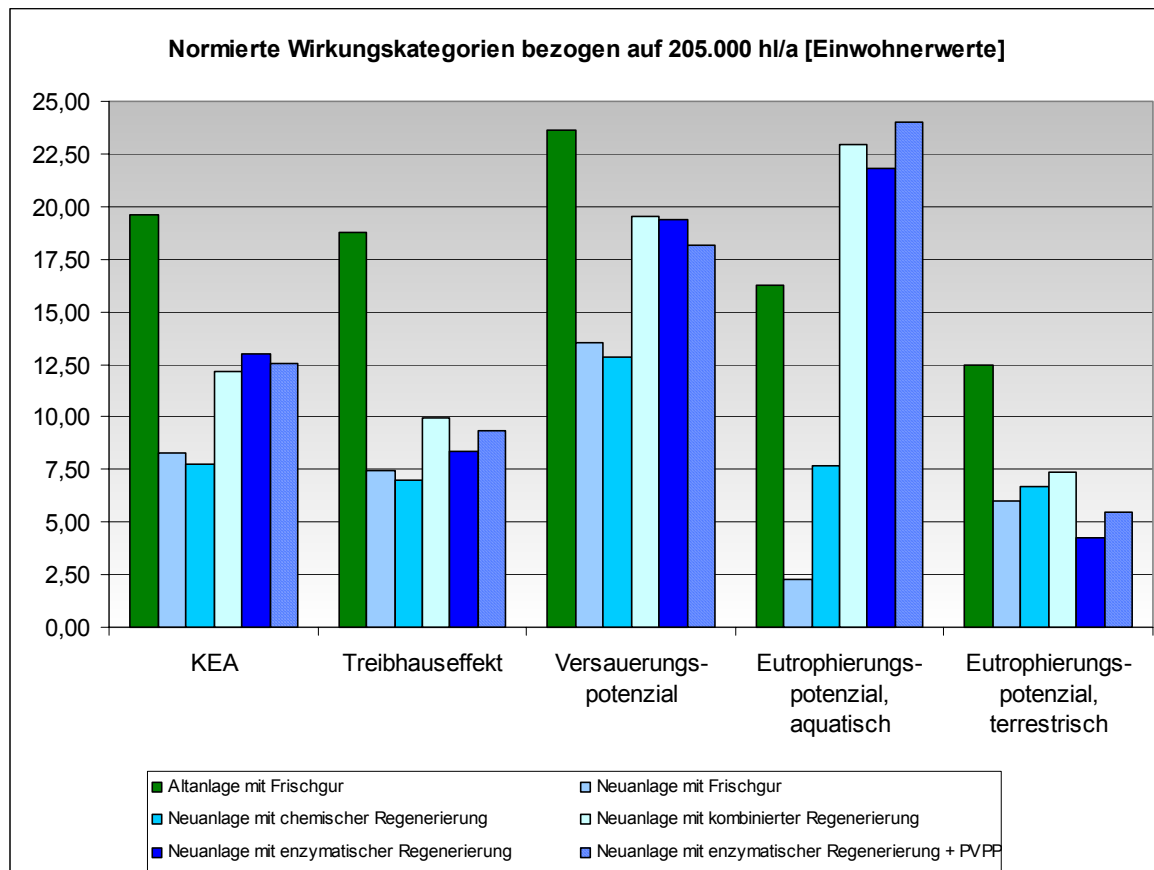


Abb.36: Normierte Wirkungskategorien – Vergleich der Szenarien bezogen auf die filtrierte Biermenge 2004 von 205.000 hl

### 6.7.2. Ökologische Bewertung der Szenarien

Durch die weiteren Schritte der Ordnung und Hierarchisierung lassen sich nun diese normierten Ergebnisse der Wirkungsabschätzung in eine Rangfolge der Szenarien überführen.

In einem ersten Schritt werden dazu die Einwohnerwerte aller bilanzierten Wirkungskategorien und Szenarien auf den maximalen Wert normiert und anschließend in 5 Ränge (A = sehr hoher und E = sehr niedriger Rang) überführt. Die Ergebnisse dieser Ordnung nach dem spezifischen Beitrag werden in der oberen Tabellenhälfte der Tabelle 17 dargestellt. Das Umweltbundesamt hat mit der „Ökologischen Gefährdung“ und dem „Abstand vom Umweltziel (Distance-to-target)“ zwei weitere Kriterien zur Bewertung in Ökobilanzen eingeführt, die im Gegensatz zu den spezifischen Beiträgen unabhängig von den konkret untersuchten Systemen sind und ausschließlich die Wirkungskategorien an sich bewerten.

Aus der Zusammenführung der drei Kriterien (Spezifischer Beitrag, Ökologische Gefährdung und Distance-to-target) zur Bewertung in Ökobilanzen ergibt sich die in der unteren Tabellenhälfte der Tabelle 18 dargestellte verbal ausgedrückte ökologische Priorität für jede Wirkungskategorie. Diese ökologischen Prioritäten sind nun direkt vergleichbar, da sie durch verschiedene Bewertungsschritte Unterschiede zwischen den Wirkungskategorien berücksichtigen.

Bei dieser Vorgehensweise gewinnen die Wirkungskategorien Treibhauspotenzial, Versauerungspotenzial und aquatisches Eutrophierungspotenzial für die Bewertung der Szenarien eine größere Bedeutung als die Wirkungskategorien Kumulierter Energieaufwand und terrestrisches Eutrophierungspotenzial. Die Szenarien zur neu implementierte Filterlinie sind anhand der Wirkungskategorien Kumulierter Energieaufwand, Treibhauspotenzial, Versauerungspotenzial und terrestrische Eutrophierung nicht zu unterscheiden, da sie jeweils die gleichen ökologischen Prioritäten aufweisen.

Aufgrund der Bewertung mit „großer“ und „sehr großer“ Bedeutung bei den Wirkungskategorien Kumulierte Energieaufwand und Treibhauspotenzial ist das Szenario Altfiltrationsanlage mit Frischgur im Vergleich zu den anderen Szenarien mit höheren Umweltbelastungen verbunden. Mit insgesamt einer als „sehr groß“ und vier als „groß“ bewerteten Wirkungskategorien ist das Szenario Altfiltrationsanlage insgesamt mit den höchsten Umweltbelastungen im Vergleich aller Szenarien verbunden und nimmt den letzten Rang ein.

Mit zwei „großen“ und drei „mittleren“ ökologischen Bewertungen haben die Szenarien neu implementierte Filterlinie mit Frischgur und chemischer Regenerierung die günstigsten Bewertungen hinsichtlich der bilanzierten Umweltwirkungen und sind als ökologisch gleichwertig anzusehen. Mit jeweils zwei „mittleren“ und drei „großen“ Bewertungen können die Szenarien neu implementierte Filterlinie mit kombinierter und enzymatischer Regenerierung mit und ohne PVPP-Stabilisierung nicht weiter unterschieden werden und nehmen deshalb vor dem Szenario Altfiltrationsanlage den mittleren Rang ein.

Folgende Prozesse sind für die Umweltbilanz in verschiedenen Szenarien und Sektoren von ergebnisentscheidender Bedeutung:

4. Sektor Betriebs- und Filterhilfsmittel
  - Herstellung der PVPP-Module
  - Herstellung des Kieselgels, der Enzyme und der Lauge
  - Nachrangig: Herstellung der Kieselgur und des PVPP-Pulvers
5. Sektor Filtration / Regenerierung / Reinigung
  - Bereitstellung der elektrischen Energie aus dem deutschen Strommix
6. Sektor Abwasser- und Abfallentsorgung
  - Abwasserreinigung und teilweise Deponierung

Tabelle 18: Hierarchisierung der Wirkungskategorien und Rangfolge der Szenarien

Sektor Prozess	Altfiltrations-anlage mit Frischgur	Neuanlage mit Frischgur	Neuanlage mit chemischer Regenerierung	Neuanlage mit kombinierter Regenerierung	Neuanlage mit enzymatischer Regenerierung	Neuanlage mit enzymatischer Regenerierung und PVPP
<b>Ordnung der spezifischen Beiträge bezogen auf den maximalen Einwohnerwert von 25,26 EW</b>						
Kumulierter Energieaufwand	82% A	35% D	32% D	51% C	54% C	52% C
Treibhaus-potenzial	78% B	31% D	29% D	41% C	35% D	39% D
Versauerungspo-tenzial	99% A	56% C	54% C	81% B	81% A	76% B
Eutrophierungs-potenzial, aquatisch	68% B	10% E	32% C	96% A	91% A	<b>100% (Max)</b> A
Eutrophierungs-potenzial, terrestrisch	52% C	25% D	28% D	31% D	18% E	23% D
<b>Ökologische Priorität der Wirkungskategorien durch Zusammenführung der Kriterien spezifischer Beitrag, Ökologischer Gefährdung und Distance-to-tagert</b>						
KEA	groß	mittel	mittel	mittel	mittel	mittel
Treibhaus-potenzial	sehr groß	groß	groß	groß	groß	groß
Versauerungspo-tenzial	groß	groß	groß	groß	groß	groß
Eutrophierungs-potenzial, aquatisch	groß	mittel	mittel	groß	groß	groß
Eutrophierungs-potenzial, terrestrisch	groß	mittel	mittel	mittel	mittel	mittel
<b>Rangfolge der Szenarien</b>		<b>1</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>2</b>
A = sehr groß, B = groß, C = mittel, D = gering, E = sehr gering						



Gemäß Vereinbarung wurden bei der Umweltbilanz nur diejenigen Wirkungskategorien betrachtet, die wesentlichen luft- und wasserseitigen Umweltwirkungen der Bierfiltration bei der Altenburger Brauerei erfassen und bewerten. Für eine vollständige Beschreibung der Umweltwirkungen eines Verfahrens oder eines Produktes müssten bis zu zehn verschiedene Wirkungskategorien betrachtet werden, wobei insbesondere human- und ökotoxische Umweltwirkungen anhand der Sachbilanzergebnisse bewertet werden müssen, da eine Zusammenfassung als Wirkungskategorie nicht verlässlich durchgeführt werden kann. Die hier gefundene Rangfolge der Szenarien hinsichtlich der Umweltbilanz gilt ausschließlich für die betrachteten Wirkungskategorien, die jedoch erfahrungsgemäß recht gute Leitparameter sind.

### **6.7.3. Ergebnisse der Wirtschaftlichkeitsbetrachtung**

In einem ersten Schritt werden nachfolgend die absoluten und relativen Filtrationskosten bezogen auf die funktionelle Einheit von 1 hl dargestellt und analysiert. Danach erfolgt der Vergleich der Filtrationskosten der Szenarien zur neu implementierten Filterlinie mit den Filtrationskosten der Altfiltrationsanlage. Abschließend wird in einer Sensitivitätsanalyse und einem Ausblick zur Wirtschaftlichkeitsbetrachtung der Einfluss verschiedener Maßnahmen auf die Filtrationskosten dargestellt.

#### **6.7.3.1 Filtrationskosten**

Die Abb. 37 zeigt die absoluten Filtrationskosten in €/hl im Vergleich der Szenarien aufgeschlüsselt nach verschiedenen Beiträgen durch fixe und variable Kostenfaktoren.

Mit 1,05 €/hl treten die niedrigsten Filtrationskosten bei der neu implementierten Filterlinie mit chemischer Regenerierung auf, wohingegen die höchsten Filtrationskosten mit 1,79 €/hl bei der neu implementierten Filterlinie mit enzymatischer Regenerierung und PVPP-Stabilisierung auftreten.

Die Altfiltrationsanlage liegt mit 1,42 €/hl dazwischen. Mit rund 0,73 €/hl bei der neu implementierten Filterlinie und 0,79 €/hl bei der Altfiltrationsanlage tragen kalkulatorische Zinsen, Abschreibungen, Wartungskosten und Personalkosten zu den Filtrationskosten bei.

Diese Kosten liegen bei allen Szenarien in einer vergleichbaren Größenordnung. Kalkulatorische Zinsen und Abschreibungen liegen bei der neu implementierten Filterlinie höher als bei der Altfiltrationsanlage. Die Personalkosten liegen jedoch niedriger, da aufgrund eines höheren Automatisierungsgrades der neu implementierten Filterlinie im Vergleich zur Altfiltrationsanlage und ein Mitarbeiter im Filterkeller eingespart werden kann.

Die hohen Preise für Enzyme und PVPP in Pulverform sowie die je hl benötigten Mengen erhöhen die Filtrationskosten der neu implementierten Filterlinie mit kombinierter und enzymatischer Regenerierung mit und ohne PVPP um 0,5 bis 0,85 €/hl. Dabei ist das PVPP trotz geringer Mengen im Vergleich zum Kieselgel oder zur Kieselgur aufgrund des hohen Preises besonders von Bedeutung. Beim Einsatz von PVPP kann die Menge an Kieselgel signifikant reduziert werden. Aufgrund des Preisunterschiedes von Kieselgel zu PVPP in der Größenordnung von 2 € zu 20 € pro Kilogramm hat die Mengenreduzierung jedoch nur geringe Auswirkungen.

Auch die Wasser- und Abwasserkosten haben mit Ausnahme des Szenarios neu implementierte Filterlinie mit Frischgur einen deutlichen Ergebnisbeitrag. Dies ist jedoch weniger auf die jeweiligen Herstellkosten des Kalt- und Heißwassers, sondern hauptsächlich auf die hohen Abwasserkosten zurückzuführen.

Durch eine Erhöhung des Bierausstoßes der Altenburger Brauerei lassen sich die spezifischen Filtrationskosten senken. Dies ist durch niedrigere Kapitalkosten begründet, die sinken, wenn die jährlichen Kapitalkosten auf eine größere Biermenge umgelegt werden. Die mengenvariablen spezifischen Betriebsmittelkosten, die die Kostentreiber in manchen Szenarien sind, bleiben in der gegebenen Bedingungen gleich.

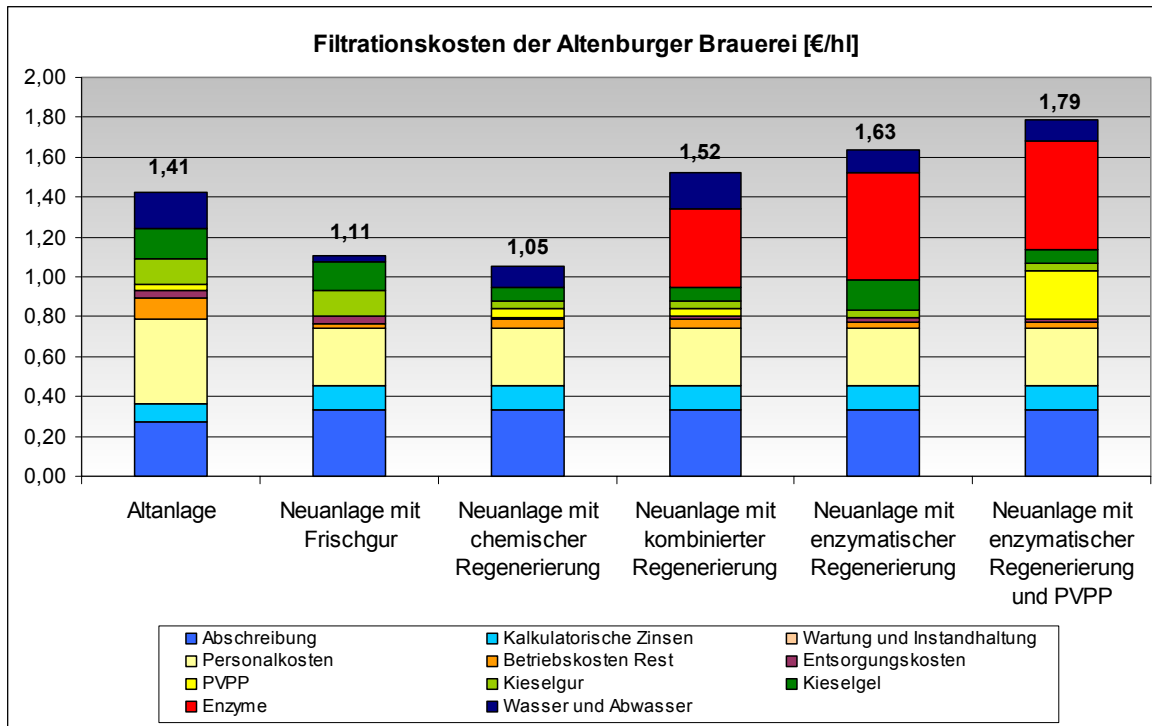


Abb. 37: Absolute Filtrationskosten bei der Altenburger Brauerei

Die relative Darstellung (vgl. Abb. 38) der Filtrationskosten veranschaulicht die Kostentreiber in den Szenarien.

Obwohl die fixen Kosten aller Szenarien in der gleichen Größenordnung liegen, liefern sie einen stark unterschiedlichen relativen Beitrag zu den Filtrationskosten des jeweiligen Szenarios.

Folgende Prozesse sind für die Wirtschaftlichkeitsbetrachtung in verschiedenen Szenarien von ergebnisentscheidender Bedeutung:

- Fixkosten der Filtrationsanlagen (kalkulatorische Abschreibungen und Zinsen, Personalkosten)
- Kosten der Enzyme
- Wasser- und Abwasserkosten
- Kosten für Kieselgur, Kieselgel und PVPP

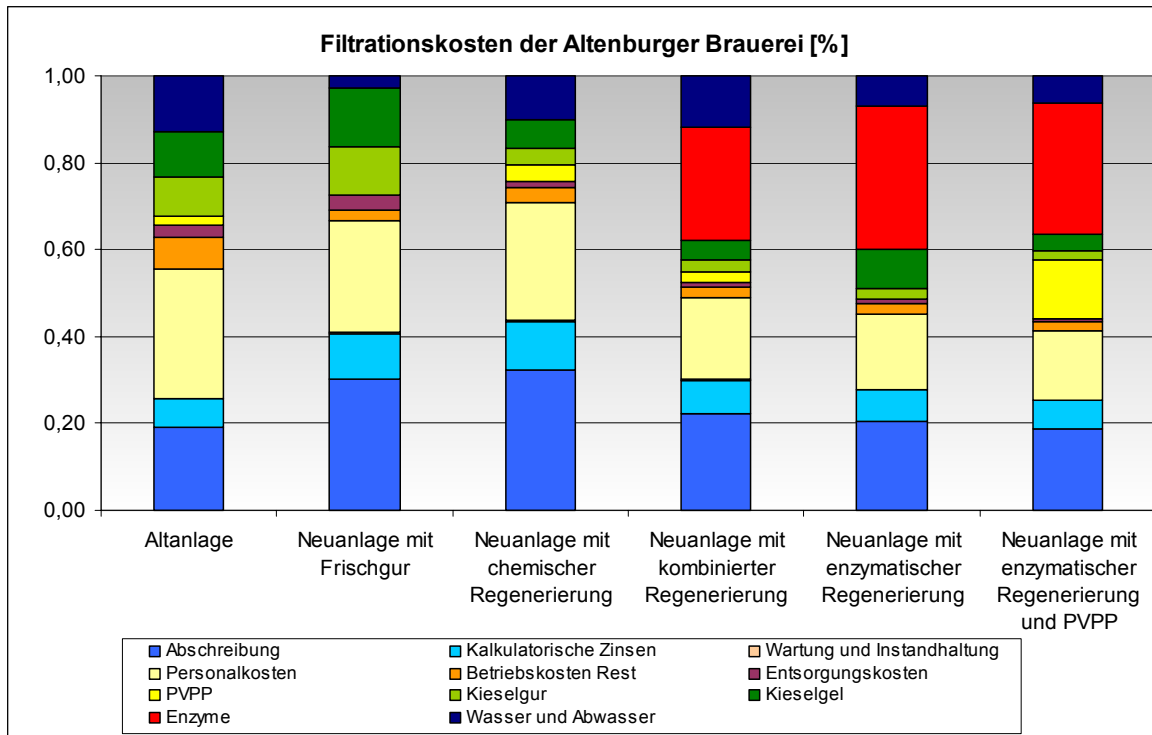


Abb. 38: Kostentreiber der Filtrationskosten bei der Altenburger Brauerei

Bezieht man die Filtrationskosten der Szenarien zur neu implementierten Filterlinie auf die Filtrationskosten der Altfiltrationsanlage, wie in Abb. 39 dargestellt, dann zeigt sich, dass die Szenarien neu implementierten Filterlinie mit Frischgur und mit chemischer Regenerierung 22 bzw. 26 % niedrigere Filtrationskosten aufweisen als die Altfiltrationsanlage.

Die Verfahrensvarianten der neu implementierte Filterlinie mit kombinierter und enzymatischer Regenerierung hingegen liegen zwischen 7 und 26 % über den Kosten der Altfiltrationsanlage und damit deutlich über den Filtrationskosten der neu implementierte Filterlinie mit chemischer Regenerierung.

Dies wird hauptsächlich durch die Kosten der Enzyme und des PVPP verursacht.

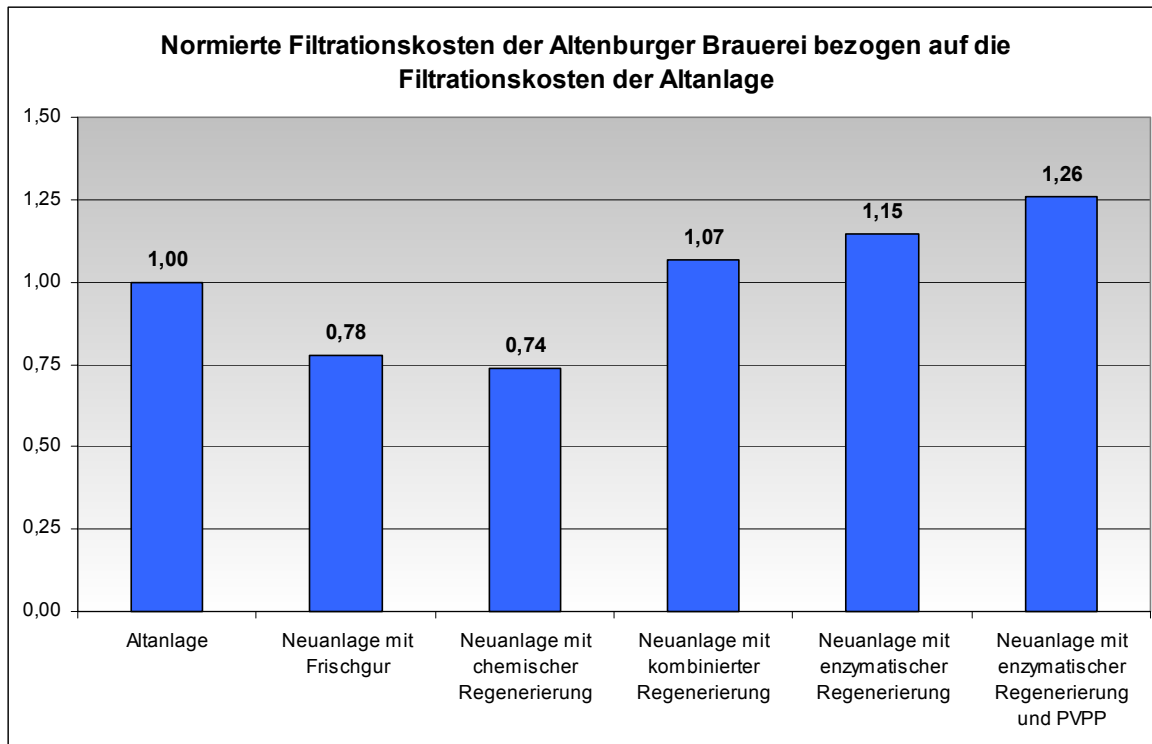


Abb. 39: Auf die Filtrationskosten der Altfiltrationsanlage normierte Filtrationskosten

### 6.7.3.2 Sensitivitätsbetrachtung und Ausblick

Aufgrund der sich abzeichnenden höheren Filtrationskosten der neu implementierten Filterlinie mit kombinierter und enzymatischer Regenerierung wurden bereits während der Inbetriebnahme der Anlage Möglichkeiten diskutiert, die Filtrationskosten zu reduzieren.

Aus der Diskussion ergaben sich verschiedene Ansätze, die Kosten weiter zu senken:

- Längere Lagerung des Bieres vor der Filtration kann die Filtrierbarkeit des Bieres verbessern, so dass die Filtrationschargen deutlich größer sein können als 1.400 hl bei Frischgureinsatz oder 1.200 hl bei Regenerierung der Filterhilfsmittel. Voraussetzung ist, dass entsprechende Lagerkapazitäten vorhanden sind bzw. Lagerhaltung, Filtration und Abfüllung optimal aufeinander abgestimmt sind.
- Die Filtrierbarkeit kann auch technisch durch Vorschalten einer Zentrifuge verbessert werden. Die dafür notwendigen Investitionen führen zwangsläufig zu einer Erhöhung der Filtrationskosten. Die Auswirkungen Kostenreduzierung durch verbesserte Filtrierbarkeit und entsprechend niedrigere variable Kosten sowie die Kostenerhöhungen durch höhere Kapitalkosten sollten vor der Umsetzung von Maßnahmen genau ermittelt und abgewogen werden.

Da die Enzyme bei der neu implementierten Filterlinie mit enzymatischer Regenerierung Kostentreiber sind, könnte eine Kostenreduktion erzielt werden, wenn kostengünstigere Enzyme als die derzeit verwendeten verfügbar wären. Voraussetzung für deren Verwendung wäre eine gleich hohe Aktivität, um die gewünschten Effekte zu erzielen. Andernfalls würde eine größerer Mengenaufwand die Kosten wieder in die Höhe treiben. Eine Alternative zu den teuren Enzymen, die auf dem Markt sind, könnte die Gewinnung von hefeeigenen Enzymen aus der

überschüssigen Hefe aus der Alkoholvergärung sein. Wenn diese in ausreichender Menge und in ausreichender Aktivität vorhanden wären, könnten diese Enzyme durch einfachen Aufschluss der Hefezellen verfügbar gemacht werden. Auch hierzu wären Investitionen erforderlich, weshalb die Verfahrenskosten vorher genau ermittelt sollten. Zur Eignung der hefeeigenen Enzyme wurden von der Universität Hohenheim bereits Labor- und Technikumsversuche durchgeführt. Die Abb. 40 zeigt eine Sensitivitätsanalyse der Filtrationskosten unter der Annahme, dass keine Enzyme mehr eingekauft werden müssen. Die Ergebnisse der Sensitivitätsanalyse zeigen, dass die Filtration mit der neu implementierten Filterlinie in allen Verfahrensvarianten günstiger ist als die Altfiltrationsanlage. Jedoch sind die kombinierte und die enzymatische Regenerierung nach wie vor mit höheren Filtrationskosten verbunden als die chemische Regenerierung. Weitere Verbesserung könnten über eine Reduzierung der Kieselgel- und Wassermenge bzw. durch eine Erhöhung der Filtrationsdurchsätze erreicht werden.

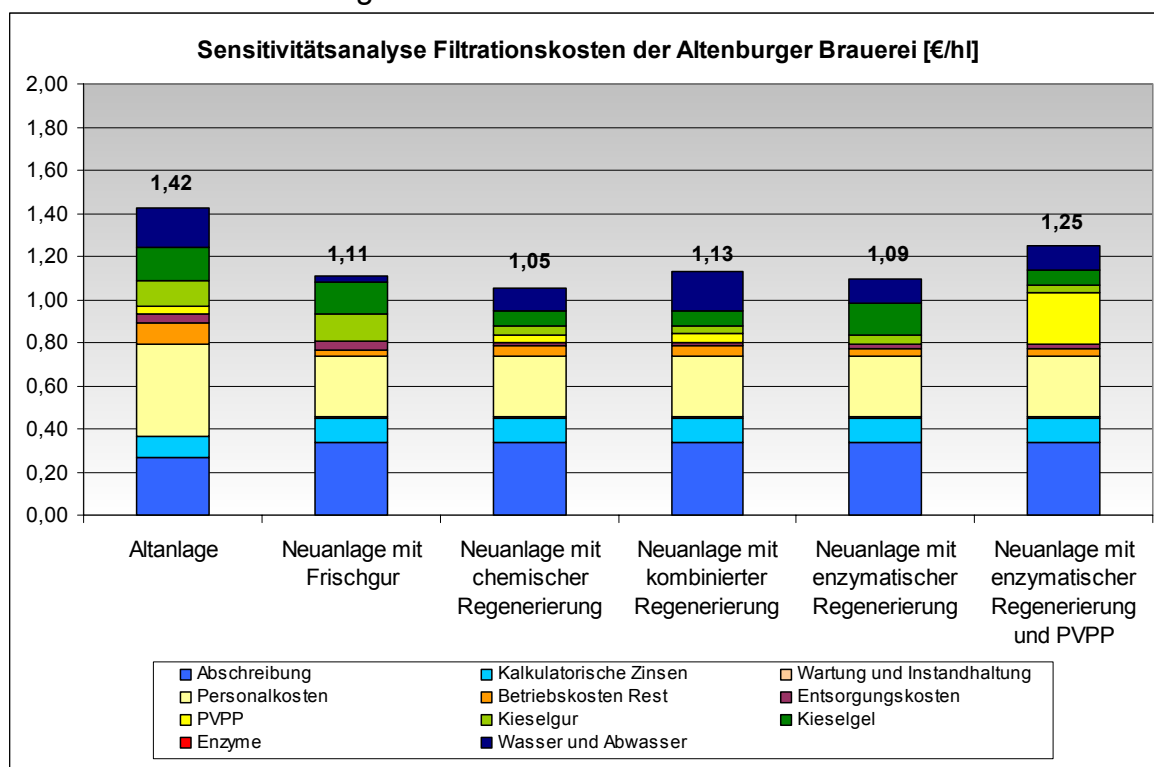


Abb. 40: Sensitivitätsanalyse zu absoluten Filtrationskosten der Altenburger Brauerei

Bei der Analyse der Ergebnisse wurde herausgearbeitet, welche Prozesse für die Umweltbilanz und die Wirtschaftlichkeit der Bierfiltration bei der Altenburger Brauerei eine entscheidende Bedeutung haben. In anderen Brauereien mit anderen Rahmenbedingungen können auch andere Ergebnisse zustande kommen. Bei der Übertragbarkeit der Ergebnisse muss beachtet werden, dass Umweltbilanz und Wirtschaftlichkeit sowohl von standortabhängigen als auch von standortunabhängigen Faktoren beeinflusst sein können. Einen ersten Hinweis für die Übertragung der Ergebnisse könnte dabei ein Vergleich der Betriebs- und Filterhilfsmittelmengen, die dieser Studie zugrunde liegen, mit den Mengen und den Preisen einer anderen Brauerei leisten. Liegen die eingesetzten Mengen und die Betriebsmittelpreise in vergleichbaren Größenordnungen, kann von relativer Standortunabhängigkeit ausgegangen werden, bei stark unterschiedlichen Werten spielen eher standortspezifische Faktoren eine Rolle.

## **6.8. Projektergebnisse aus dem Teilprojekt der Universität Hohenheim – Lehrstuhl für Biotechnologie**

### **6.8.1. Regenerations- und Filtrationsversuche in der Altenburger Brauerei**

#### **6.8.1.1 Übertragung des Verfahrens auf die Altenburger Brauerei**

Die beschriebenen Verfahren zur Regeneration der Filterhilfsmittel wurden im zweiten Halbjahr 2004 auf die neu implementierte Filterlinie der Altenburger Brauerei GmbH, Altenburg, übertragen.

Dabei kamen die enzymatische Regeneration, Regeneration nach dem Kombiverfahren (chemische und enzymatische Regeneration) und die chemische Regeneration zum Einsatz.

Zuvor waren diese Verfahren auf der Filtrationstechnikanlage von Pall SeitzSchenk, Waldstetten als geeignet befunden worden.

Bei dem Statusseminar am 26.10.2004 war von der DBU der Auftrag erteilt worden, die Restlaufzeit des Projektes bis zum 31.12.2004 zu nutzen, um die enzymatische Regeneration zu optimieren. Bis zu diesem Zeitpunkt war erst eine rein enzymatische Regeneration durchgeführt worden. Die Automatisierung während der Regeneration wurde von Pall SeitzSchenk verbessert. Auch die Zusammensetzung der Filterhilfsmittel wurde verringert, so dass die SiO<sub>2</sub>-Menge (Silicagel) statt 90 g SiO<sub>2</sub>/hL jetzt 35 g SiO<sub>2</sub>/hL betrug. Das SiO<sub>2</sub> adsorbiert neben den Proteinen aus dem Bier z.T. vermutlich auch die Enzympräparate bei der Regeneration und ist deshalb, wie bereits erwähnt, für die enzymatische Regeneration weniger gut geeignet. Ein Teil des SiO<sub>2</sub> wurde durch PVPP (Polyvinylpyrrolidon) ersetzt. Das PVPP kann durch den Einsatz von NaOH regeneriert und wieder verwendet werden und beeinflusst die Aktivität der Enzympräparate nicht. Die gleichzeitige Regeneration von Kieselgur und PVPP sowie die Auflösung des Silicagels ist mit dem Kombiverfahren und mit dem chemischen Verfahren möglich.

In Abb. 41 sind zwei Serien mit enzymatisch regenerierter Kieselgur dargestellt (1. Serie 1.12. und 2. Serie 16./21.12.). Bei der zusammenhängenden zweiten Serie vom Dezember 2004 wurde zunächst chemisch regeneriert, dann zweimal enzymatisch und anschließend wieder chemisch. Die Mischung der einzelnen Regenerationsverfahren in einer Serie ist für klare Aussagen bezüglich einer Regeneration nicht optimal. Diese Durchführungsart wurde aufgrund der Begrenzung des Trubraumvolumens im Filter gewählt. Durch die chemische Regeneration kann das PVPP regeneriert und bei der weiteren Filtration wieder verwendet werden. Bei der rein enzymatischen Regeneration muss das PVPP analog der Stabilisierung mit Silicagel erneut zugegeben werden, akkumuliert, und nimmt einen Teil des Trubraums des Filters ein.

Die Filtratmengen nahmen bei jedem der drei Regenerationsverfahren nach jeder weiteren Regeneration ab. Nimmt man bei der zweiten Serie in Abb. 39 die chemisch regenerierte Gur realistischer Weise als wahre Ausgangsgröße an und bezieht die Filtrationsmengen über die enzymatisch regenerierte Gur darauf, werden Werte von 70,1 % bzw. 55,8 % Filtrat erreicht.

Bei Filtration von Bieren die mit Reinzucht-Hefen fermentiert wurden, ist die Anzahl der Hefezellen pro mL Bier oft erhöht. Der Druckanstieg während der Filtration ist

dann größer, unabhängig ob frische oder regenerierte Kieselgur zum Einsatz kommt. Es kann somit weniger Bier filtriert werden. Bei der Filtration vom 1.12. mit enzymatisch regenerierter Gur wurden Reinzucht-Biere filtriert. Auch die Filtrationen vom 7., 14. und 16.12. wurden mit Reinzucht-Bieren durchgeführt, was u.a. das niedrigere Gesamtfiltrationsvolumen erklärt.

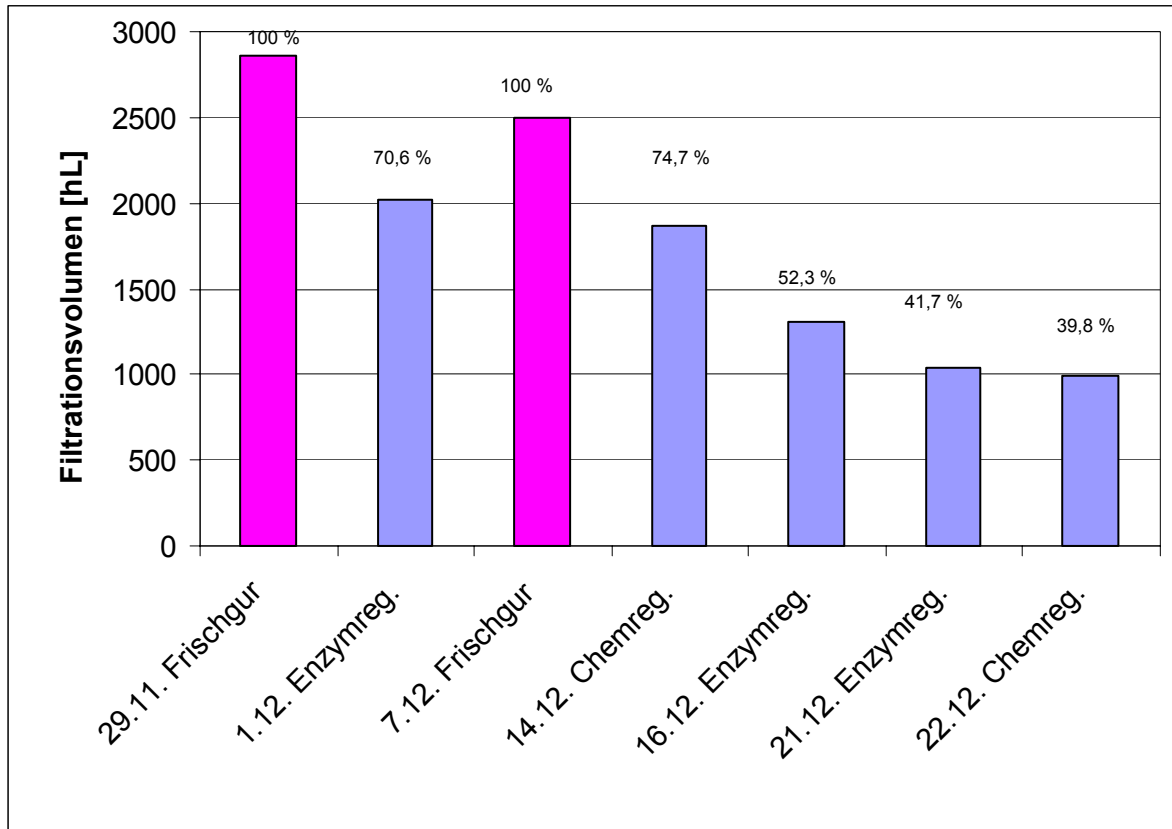


Abb. 41: Filtrationsvolumen der Filterhilfsstoffe unter Produktionsbedingungen der Altenburger Brauerei (Frischgur als Bezugsgröße). Die Hefezellzahlen lagen zwischen 194.000 und 8,2 Mio/mL Unfiltrat.



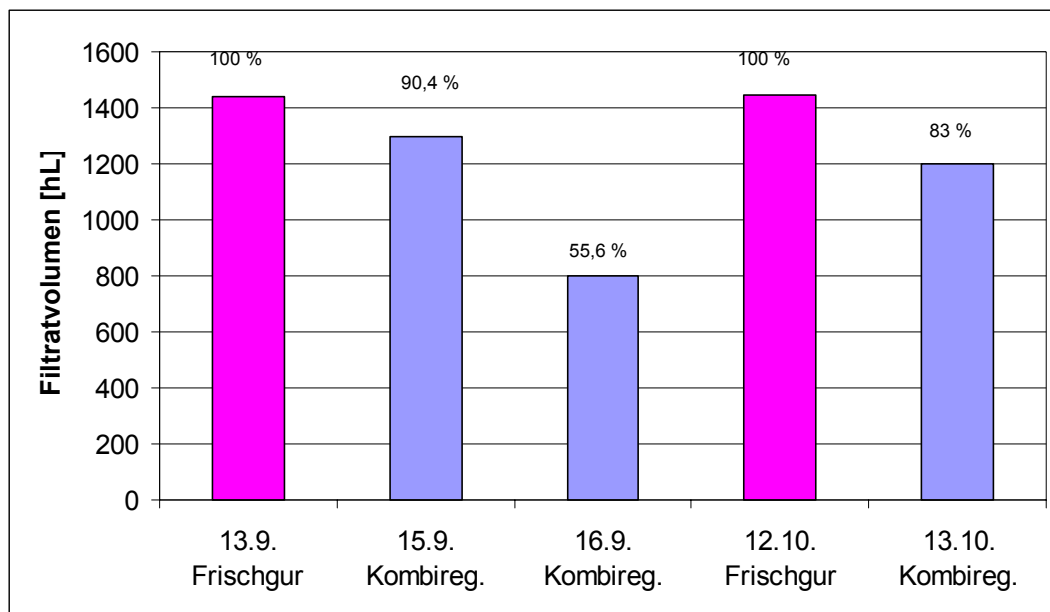


Abb. 42: Filtrationsvolumen der Filterhilfsstoffe unter Produktionsbedingungen der Altenburger Brauerei (Frischgur als Bezugsgröße). Hefezellzahlen zwischen 1,1 und 7,9 Mio/mL Unfiltrat.

Das Filtrat des Zyklus der mit dem Kombi-Verfahren regenerierten Kieselgur (siehe Abb. 42) wurde bereits im September 2004 durchgeführt und nur mit Silicagel stabilisiert, das vor der Enzymatischen Regeneration durch den Laugeschritt entfernt wurde (s.o.). Die niedrige Filtratmenge nach der zweiten Regeneration (16.9.) mit dem Kombiverfahren war durch einen recht hohen Druckanstieg zu erklären, der höchstwahrscheinlich durch spontanes Ablösen einer großen Hefemenge im Drucktank ausgelöst wurde. Dies kann in der Praxis immer mal wieder auftreten. Für eine wissenschaftlich valide Auswertung von Filtrationsexperimenten ist daher eine genügend große Versuchszahl notwendig, die im vorgegebenen Projektzeitraum bei weitem nicht realisierbar war.

Das gleiche Bild abnehmender Filtratmengen zeigte sich aus unterschiedlichen Gründen auch bei der chemischen Regeneration in gleicher Größenordnung. Unter anderem ist zu bedenken, dass in den Monaten November und Dezember 2004 höhere Filtratvolumina durchfiltriert werden konnten, als im September und Oktober 2004. Im Spätherbst und Winter ist der Umsatz der Brauerei allgemein geringer als im Sommer, dadurch kann das Bier vor der Filtration ca. 3-4 Wochen gelagert werden. In dieser Zeit können mehr Filtrationsbeeinflussende Stoffe wie  $\beta$ -Glucane, Hefen und Proteine absinken [48], als das bei der relativ kurzen Lagerdauer von einer Woche im Sommer möglich ist.

Die geringe Anzahl der durchgeführten Filtrationen für die einzelnen Filtrationsverfahren können untereinander nicht direkt verglichen werden, da jedes Bier anders war und deshalb nicht alle Parameter bei der Filtration konstant gehalten werden konnten. In Abb. 43 wird deutlich, dass durch die Änderung der Flussrate, d.h. der Leistung, der Druckanstieg nicht so stark ausfällt. Das Bier als Naturprodukt liegt in jedem Gärtank anders vor, deshalb kann hier auch über den relativ kurzen Zeitraum von vier Monaten keine abschließende Aussage getroffen werden. Alle drei Regenerationsverfahren funktionieren bei der Altenburger Brauerei, es konnte verkaufsfähiges Bier produziert werden. Die Gur konnte bei jedem Verfahren mehrfach eingesetzt werden. Jedoch wurde bei keinem Regenerations-

Filtrationsverfahren aus betriebsbedingten Gründen der Brauerei die Gur bis zum absoluten Limit eingesetzt.

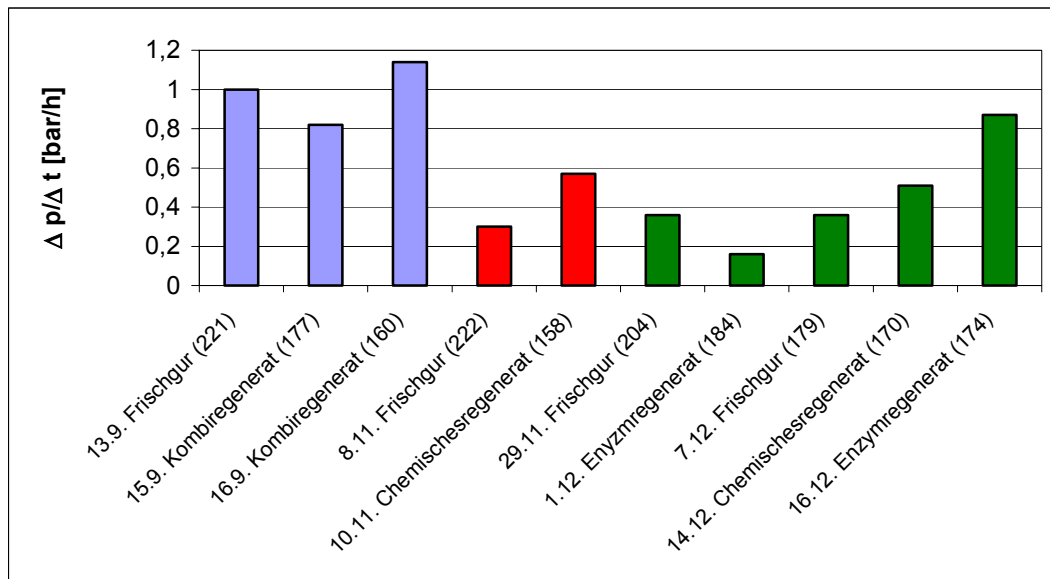


Abb. 43:  $\Delta p/\Delta t$  der Regenerationsverfahren Kombiregeneration, Chemische Regeneration und Enzymatische Regeneration im Vergleich. Werte in Klammer sind die durchschnittliche Leistung in hL/h.

### 6.8.1.2 Einfluss von PVPP und Silicagel auf die Enzymaktivität

In der Altenburger Brauerei werden die Filtration und Stabilisierung der Biere in einem Schritt durchgeführt. Bis zum Statureseminar des Projektes am 26.10.2004 in Altenburg wurde die Stabilisierung nur mit Silicagel in einer Konzentration von bis zu 90 g/hL Bier durchgeführt.

Da das Silicagel die Enzymaktivitäten negativ beeinflusst, wurde ein Teil davon durch Polyvinylpolypyrrolidon (PVPP) ersetzt. Die Silicagelkonzentration wurde wie bereits erwähnt auf 35 g/hL Bier gesenkt und die PVPP-Konzentration auf 15 g/hL Bier festgesetzt. Bezogen auf die eingesetzte Kieselgurmenge von 111,8 g/hL, betrug die PVPP-Konzentration 13,4 %.

Zur Bestimmung des Einflusses des PVPPs auf die Enzymaktivität der für die Regeneration von Filterkuchen eingesetzten Enzympräparate *Viscoflow* ( $\beta$ -1,3-1,4-Glucanasepräparat) und *Neutrase* (Proteasepräparat) wurde eine Aktivitätsbestimmung der Präparate in Anwesenheit von gesättigtem und ungesättigtem PVPP durchgeführt. Das PVPP wurde mit 1 mL Protein-Lösung (Konzentration: 5 g BSA/L) pro 0,001 g PVPP über Nacht im Thermoschüttler (800 rpm) bei 20 °C gesättigt. Die Menge von 0,001 g PVPP / mL Substratlösung entspricht ca. 13,4 % PVPP pro g Substrat.

Die genauen Ergebnisse und Umsatzbedingungen sind in Tab. 19 aufgeführt. Weder die Proteaseaktivität des Enzympräparates *Neutrase*, noch die  $\beta$ -1,3-1,4-Glucanase-,  $\alpha$ -Amylase- und Xylanaseaktivität des Enzympräparates *Viscoflow* wurden durch eine Konzentration von 0,001 g/mL PVPP nennenswert negativ beeinflusst. Im Unterschied dazu wurde durch Zugabe von 0,0022 g/mL Silicagel die  $\beta$ -1,3-1,4-Glucanaseaktivität von *Viscoflow* auf 48 % gesenkt.

Die Aktivität von *Neutrase* wurde durch Silicagel nicht beeinflusst. Das Silicagel wird bei der Altenburger Brauerei zur proteinseitigen Stabilisierung eingesetzt, das PVPP hingegen stabilisiert das Bier durch Komplexbildung mit Gerbstoffen, die somit bei

der späteren Lagerung nicht mehr ausfallen können [49]. Das Silicagel kann somit auch die Enzympräparate binden, das PVPP bindet diese wahrscheinlich nicht, daher wurde auch die Aktivität der Enzympräparate unter Einfluss von PVPP in der Konzentration von 0,001 g/mL nicht eingeschränkt (auch höhere PVPP-Konzentrationen bis 0,1 g/mL zeigten keinen negativen Einfluss auf *Neutrase*, der Somogyi-Nelson-Assay wurde durch höhere PVPP-Konzentrationen (Adsorption des gebildeten Farbstoffs) beeinflusst).

Tab. 19: Einfluss von PVPP auf die Enzymaktivität

Enzympräparat	Relative Aktivität in Anwesenheit von PVPP (0,001 g/mL)	Relative Aktivität in Anwesenheit mit BSA gesättigtem PVPP (0,001 g/mL)	Substrat	Bedingungen
<i>Neutrase</i>	104 %	86 %	Gelatine	15 min, pH 5,8, Ninhydrin-Assay
<i>Viscoflow</i>	96 %	96 %	$\beta$ -D-Glucan	30 min, pH 7,5, Somogyi-Nelson-Assay
<i>Viscoflow</i>	93 %	109 %	Stärke	30 min, pH 6, Somogyi-Nelson-Assay
<i>Viscoflow</i>	97 %	84 %	Xylan	30 min, pH 7, Somogyi-Nelson-Assay

### 6.8.2. Überprüfung der Einhaltung des Deutschen Reinheitsgebotes

Während des Statusseminars zu den regenerierbaren Filterhilfsmitteln am 26.10.2004 in Altenburg kam von Seiten der Gutachter (Vertreter des Deutschen Brauerbundes) der Hinweis, dass das Deutsche Reinheitsgebot zur Bierherstellung durch die enzymatische Regeneration des Filterkuchens nicht verletzt werden dürfe. Hintergrund sind die Bedenken, es könnten Spuren (in)aktiviertes Enzymprotein der technischen Enzympräparate ins Bier gelangen.

#### 6.8.2.1 Bestimmung der Enzymrestaktivität nach Inaktivierung

Alle Biere, die in der Altenburger Brauerei über enzymatisch bzw. durch das Kombi-Verfahren regenerierten Filterkuchen filtriert wurden, wurden auf Enzymrestaktivität hin überprüft. Hierzu wurden die Standardassays verwendet. Die Proteaseaktivität wurde über den Ninhydrin-Assay mit Gelatine als Substrat, pH 5,8, überprüft. Die  $\beta$ -

1,3-1,4-Glucanase- (pH 7,5),  $\alpha$ -Amylase- (pH 6) und Xylanaseaktivität (pH 7) wurden mit dem Somogyi-Nelson-Assay und den Substraten  $\beta$ -D-Glucan, Stärke bzw. Xylan bestimmt. Die bestimmten Enzymaktivitäten in Filtrat und Unfiltrat lagen an der Nachweisgrenze der Assays. Die Werte  $>0$  müssen somit als „scheinbare Aktivitäten“ angesprochen werden. In keinem der Filtrate konnte eine höhere „scheinbare Enzymaktivität“ als im Unfiltrat bestimmt werden (siehe Anhang). Auch der Filterkuchen nach der Inaktivierung und zur Vermeidung mikrobieller Kontaminationen über Nacht Rühren bei 85 °C, zeigte keinerlei Enzymaktivität (siehe Anhang).

#### **6.8.2.2 SDS-Gel mit aufkonzentrierten Spülwasser-Proben von enzymatisch regeneriertem Filterkuchen**

Als weiterer Nachweis, dass kein technisches Enzymprotein ins Bier kommt, wurden je 5 g enzymatisch und durch Wasserspülung regenerierte Filterkuchen (Feuchtmasse) der Altenburger Brauerei eine Woche bei 60 °C im Wasserbad mit 20 mL  $H_2O_{dest.}$  gespült. Das Spülwasser wurde durch Gefriertrocknung eingeeengt. Die Konzentrate wurden resuspendiert und eine SDS-PAGE durchgeführt. Das Gel wurde durch Silber-Nitrat-Färbung angefärbt (siehe Abb. 42).

In Abb. 44 ist in den Spülwasserbahnen des enzymatisch regenerierten Filterkuchens keine Bande zu erkennen, die nicht auch in den Spülwasserbahnen des ausschließlich wassergespülten Filterkuchens (Referenz) vorkommt. Das Spülwasser des wassergespülten Filterkuchens enthielt mehr Banden, als das des enzymatisch regenerierten Filterkuchens. Dies ist durch die aus dem Bier stammenden Proteine zu erklären, die im Fall der enzymatischen Regeneration entfernt werden. Der Versuch zeigte eindeutig, dass mittels SDS-Page und der empfindlichsten Anfärbemethode für Proteine keine Proteinbanden aus den technischen Enzympräparaten nachweisbar waren.

Als zweiter Nachweisansatz wurden je 10 mL Bier, dass aus dem gleichen Gärtank resultierte und entweder über Frischgur oder über enzymatisch regenerierte Gur filtriert wurde, ebenfalls durch Gefriertrocknung aufkonzentriert und eine SDS-PAGE durchgeführt. Abb. 45 zeigt, dass im über enzymatische regenerierte Gur filtriertes Filtrat keine Banden aufweist, die nicht auch im Unfiltrat vorhanden sind. Die Banden der beiden Filtrate unterscheiden sich nicht, d.h. es sind wiederum keine Proteinbanden aus den technischen Enzympräparaten nachweisbar.

Diese Methode weist somit darauf hin, dass das Deutsche Reinheitsgebot gewahrt wurde.

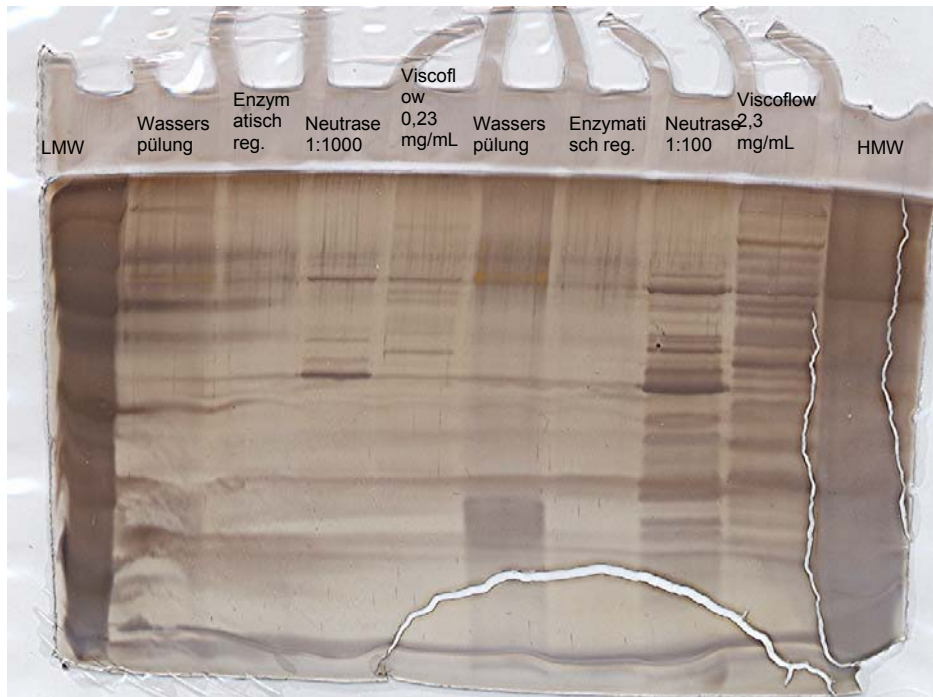


Abb. 44: SDS-PAGE des Waschwassers von durch Wasserspülung und durch enzymatische Regeneration regenerierten Filterkuchens und der zur Regeneration eingesetzten Enzympräparate. Färbung: Silber-Nitrat. Je 5 mg der eingeeengten Spülwässer wurden in 200  $\mu\text{L}$   $\text{H}_2\text{O}_{\text{dest.}}$  gelöst (100-fache Konzentration).



Abb. 45: SDS-PAGE von Unfiltrat und Filtraten aus dem gleichen Tank. Färbung: Silber-Nitrat. Die Filtrate stammen aus Filtration über Frischgur und über enzymatisch regenerierte Gur. Zum Vergleich sind die zur Regeneration eingesetzten Enzympräparate aufgetragen. Je 10 mg der gefriergetrockneten Biere wurden in je 100  $\mu\text{L}$   $\text{H}_2\text{O}_{\text{dest.}}$  gelöst (5-fache Konzentration). F: Filtrat, U: Unfiltrat

### 6.8.2.3 Elementaranalyse

Im enzymatisch regenerierten, inaktivierten und gespülten Filterkuchen sollten keine Enzyme weder in aktiver noch inaktiver Form mehr vorkommen. Deshalb wurden sechs verschiedene Filterkuchenproben in Kooperation mit der Universität Stuttgart elementaranalytisch bestimmt. Anhand der Analysenergebnisse der Elementaranalyse sollte erkannt werden, ob nach der enzymatischen Regeneration, der Inaktivierung und des Rührens bei 85 °C des Filterkuchens über Nacht noch technische Enzymreste vorhanden sind.

Es wurden folgende Proben vermessen:

- 1) Unbenutzte Filterhilfsmittel
- 2) Filterkuchen nach der Bierfiltration
- 3) Filterkuchen nach der Bierfiltration, chemisch regeneriert mit NaOH
- 4) Filterkuchen nach der Bierfiltration, enzymatisch regeneriert, inaktiviert und gespült
- 5) Filterkuchen nach der Bierfiltration, enzymatisch regeneriert, nicht gespült, enzymbelastet
- 6) Filterkuchen nach der Bierfiltration, mit Wasser gespült

Die Analysenergebnisse sind in Tab. 20 dargestellt.

Tab. 20: Proben der Elementaranalyse mit Analysenergebnissen in mas%

Element	Unbenutztes Filterhilfsmittel	FK nach der Bierfiltration	FK chemisch regeneriert mit NaOH, gewaschen	FK enzymatisch regeneriert, gewaschen	FK enzymatisch regeneriert, enzymbelastet	FK, mit Wasser gespült
<b>C</b>	5,215	17,575	10,02	10,855	11,375	13,52
<b>H</b>	1,915	2,555	1,57	2,455	1,84	1,98
<b>N</b>	0,72	2,975	1,65	1,64	1,735	2,51
<b>S</b>	0,18	0,425	0,16	0,06	0	0,15
<b>Cl</b>	0	0	0	0	0,06	0

Im Vergleich zu unbenutztem Filterhilfsmittel (Kieselgur, SiO<sub>2</sub>, PVPP) stieg der Anteil an C, H, N und S bei allen regenerierten und nichtregenerierten Proben nach der Bierfiltration an. Dies wird durch die aus dem Bier herausgefilterten Trubteilchen, wie β-Glucane, Proteine und Hefen erklärt. Der Anteil dieser Substanzen sinkt sowohl durch die chemische Regeneration mit NaOH als auch durch die enzymatische Regeneration mit dem β-Glucanasepräparat *Viscoflow* und dem Proteasepräparat *Neutrase*. Durch die Regeneration wird der Großteil an β-Glucanen und Proteinen von der Kieselgur entfernt. Die an das ebenfalls vorhandene SiO<sub>2</sub> adsorbierten Proteine können unter den gegebenen Bedingungen nicht enzymatisch entfernt werden. Durch die chemische Regeneration konnte ein Teil des SiO<sub>2</sub> aufgelöst und somit mitsamt den adsorbierten Proteinen entfernt werden. Der N-Gehalt ist sowohl nach der chemischen als auch nach der enzymatischen Regeneration mit 1,65 bzw. 1,64 mas% nahezu identisch (siehe Tab. 19). Durch die chemische Regeneration wurde ein Teil des SiO<sub>2</sub> mitsamt den adsorbierten Proteinen entfernt. Dieser Proteinanteil war bei der enzymatisch regenerierten Probe noch vorhanden, dennoch

war der Stickstoffgehalt dieser Probe fast gleich wie bei der chemisch regenerierten Probe. Dies weist unzweifelhaft darauf hin, dass keine technischen Enzymreste mehr im gespülten Filterkuchen nachweisbar waren. Der N-Gehalt bei enzymatisch regeneriertem und *nicht* gespülten, d.h. enzymbelasteten Filterkuchen, liegt um ca. 0,1 % höher, durch den Stickstoffgehalt der Enzyme.

Nur in der enzymatisch regenerierten und enzymbelasteten Probe – ohne den sonst obligatorischen Spülschritt - konnte das Element Cl nachgewiesen werden. Das Trägermaterial des granulatformigen Enzympräparates *Viscoflow* ist NaCl [50]. Anhand der Nachweisbarkeit von Cl in der enzymbelasteten Probe und *nicht* in der enzymatisch regenerierten und *gespülten* Probe, kann mit an Sicherheit grenzender Wahrscheinlichkeit davon ausgegangen werden, dass keine Enzymreste mehr im enzymatisch regenerierten und gespülten Filterkuchen vorhanden sind. Die Verdünnungseffekte während des Spülvorgangs - bevor das separat enzymatisch regenerierte Material überhaupt wieder mit Bier in Kontakt kommt – werden ein Übriges an Sicherheit dazu beitragen, dass keine Gefährdung des Deutschen Reinheitsgebotes anzunehmen ist

Der Gehalt an C und N der *ausschließlich* wassergespülten Probe lag nur unwesentlich unter dem des Gehaltes der Probe nach der Bierfiltration. Somit ist klar zu erkennen, dass die reine Wasserspülung keine Regenerationsalternative darstellt.

#### **6.8.2.4 Immunologischer Nachweis von technischen Enzympräparat-Resten im hergestellten Bier**

Während der oben erwähnten Begutachtung des Projektes im Oktober 2004 wurde die Beweisführung der Einhaltung des Deutschen Reinheitsgebots mittels Immunologischer Tests (z.B. ELISA) diskutiert. Ein bestehendes ELISA-Verfahren (Testkit bzw. monoklonale Antikörper) für den Nachweis von Proteinen aus den zum Einsatz kommenden Präparaten *Viscoflow* oder *Neutrase* gibt es zur Zeit nicht. Es müssten somit zuerst monoklonale Antikörper, die tauglich für den selektiven Nachweis von Proteinen aus den technischen Enzympräparaten in Bier sind (Selektivität, keine Kreuzreaktivitäten, Sensitivität, Validität u.a.m.), hergestellt und ein ELISA-Assay (Bedingungen) entwickelt werden. Dies war im Projektzeitraum nicht realisierbar.

Darüber hinaus erscheint eine weitere immunologische Beweisführung im Endprodukt Bier - über die in diesem Projekt durchgeführten (bio)chemischen Versuche mit dem regenerierten Filterhilfsmittel hinaus - aus folgenden Überlegungen nicht angemessen. Zuerst müsste eine „empirische“ Entscheidung getroffen werden, auf welches „Leitprotein“ in einem der technischen Enzympräparate der ELISA zugeschnitten werden sollte (Kriterien: Menge im Präparat?, Löslichkeitseigenschaft?, Größe?, Funktion?). Dann sollte man bedenken, um welche nachzuweisende „Fremdproteinkonzentration“ es bei solch einer Untersuchung im „worst case scenario“ gehen wird. Angenommen sind durchschnittliche Praxiswerte des Regenerationsverfahrens in Altenburg. Relevant ist der 2. Enzymschritt (*Neutrase*), da der 1. Enzymschritt (*Viscoflow*) zum einen 14,6 mal weniger Gesamtprotein enthält und zum anderen eine separate Zwischenspülung stattfindet.

*Neutrase* wird mit aufgerundet 1,2 kg Proteinanteil auf ca. 470 kg Filterhilfsmittel eingesetzt, auf 40 hl Wasser aufgefüllt, die Lösung anschließend verworfen (!), mit 150 hl gewaschen, die Lösung anschließend verworfen (!), dann ca. 1500 hl Bier

über das regenerierte Filterhilfsmittel geleitet. Wenn man annimmt, dass die Spül- und Waschlösungen mit allen lösbaren Proteinen *nicht* verworfen sondern immer in die nächste Lösung mitgeführt werden, ergibt sich eine Endkonzentration an „Fremdprotein“ im Bier von  $1,3 \times 10^{-10}$  g/L. Der „natürliche“ Proteingehalt im Bier beträgt laut Literatur [Deutsche Forschungsanstalt für Lebensmittelchemie, 2004] ca. 0,5 g/L, die Differenz ergibt somit  $3 \times 10^9$  g/L.

Bei einer derartigen Mindestverdünnung und der Tatsache, dass die gelösten „Fremdproteine“ separat komplett verworfen werden und das Endprodukt Bier gar nicht „verunreinigen“ können, ist der Versuch eines Wiederfindens an technischem Enzympräparat im Endprodukt Bier erstens aus den o.g. theoretischen Überlegungen heraus und zweitens unter Berücksichtigung der in diesem Projekt durchgeführten analytischen Methoden mit dem regenerierten Filterhilfsmittel (kein Hinweis auf Fremdproteinrückstände im Filterhilfsmittel) mit an Sicherheit grenzender Wahrscheinlichkeit erfolglos. Es wird nochmals deutlich, dass das Deutsche Reinheitsgebot durch die in diesem Projekt praktizierte Methodik der enzymatischen Regeneration nicht verletzt wird.

### **6.8.3. Regeneration des Filterkuchens mit zellfreiem Heferohextrakt**

In Vorversuchen mit Zellaufschlusslösung der für die Bierproduktion eingesetzten Hefe konnte gezeigt werden, dass die intrazellulären Hefeenzyme ebenfalls hydrolytisch Filterkuchen regenerieren können. Diesem Phänomen wurde durch eine separate Anzucht der Brauereihefe aus Altenburg und anschließendem Einsatz einer hergestellten intrazellulären Enzymfraktion gezielt nachgegangen.

Der Brauereistamm der Altenburger Brauerei GmbH *Saccharomyces cerevisiae* wurde im 5 L Maßstab mit Würzemedium angezogen. Während der Kultivierung wurden insgesamt 52 g/L Ethanol gebildet. Die maximale Wachstumsrate lag bei  $\mu_{\max} = 0,066 \text{ h}^{-1}$ . Das geringe Wachstum kann zum einen durch den Crabtree-Effekt und zum anderen durch die Wachstumshemmung durch verstärkte Ethanolbildung erklärt werden. Dieser Produktionsstamm ist auf Ethanolbildung optimiert. Nach der Kultivierung im Bioreaktor, die sich über 4 Tage erstreckte, wurde die Kulturbrühe eine Woche unter sterilen anaeroben Bedingung bei 4 °C stehen gelassen, um die Lagerung des Bieres zu simulieren. Dann wurden die Hefezellen abzentrifugiert.

Die Hefezellen wurden mechanisch mit Glaskugeln (Durchmesser 0,75–1 mm) im 2-mL-Eppi-Maßstab in der Retsch-Mühle aufgeschlossen. Pro mL Hefesuspension wurden 0,33 g feuchte Biomasse eingewogen. Nach einem 10 minütigen Aufschluss war der maximale Aufschlussgrad erzielt. Der Aufschlussgrad wurde anhand des Proteingehaltes nach Bradford bestimmt, der maximal 1,4 g Protein/L erreichte. Mit dem zellfreien Hefelysat aus dem mechanischen Aufschluss wurde der semiquantitative Api-Zym-Test der Firma bioMérieux durchgeführt, Protease-,  $\beta$ -Glucanase-,  $\alpha$ -Amylase- und Xylanaseaktivität bestimmt sowie Regenerationsversuche mit gebrauchtem Altenburger Filterkuchen durchgeführt.

Mit dem Api-Zym-Test konnte eine deutliche Aktivität mit Alkalischer Phosphatase-, Leucin Arylamidase-, Valin Arylamidase-, Cystin Arylamidase-,  $\alpha$ -Chymotrypsin-, saure Phosphatase- sowie  $\alpha$ -Glucosidase-Substraten festgestellt werden. Ebenfalls zeigte der zellfreie Heferohextrakt Protease-,  $\alpha$ -Amylase und Xylanaseaktivität. Eine  $\beta$ -Glucanaseaktivität konnte unter den gewählten Bedingungen nicht festgestellt werden.



Der zellfreie Überstand aus dem Hefeaufschluss mit der Retschmühle wurde zur Regeneration von Filterkuchen eingesetzt. Hierzu wurden 2 mL des Überstandes (2,8 mg Protein) für 60 min zur Regeneration von 1,7 g Kieselgurtrockenmasse bei Temperaturen von 30 °C bzw. 55 °C eingesetzt. Zuvor war der Filterkuchen mit einer 1 %igen NaOH für 20 min bei 80 °C zur Entfernung des Silicagels behandelt worden. Abb. 45 zeigt, dass die Regeneration mit zellfreiem Hefeextrakt gleichwertig zur Regeneration mit *Viscoflow* (0,25 U<sub>FK</sub>, pH 8, 62 °C, 30 min) und *Neutrase* (25 U<sub>FK</sub>, pH 5,8, 55 °C, 60 min) war. Dies eröffnet neue Ansatzpunkte für die enzymatische Regeneration. In Zukunft sollte getestet werden, wie ein mit dem zellfreiem Hefeextrakt regenerierter Filterkuchen in der Technikanlage von Pall SeitzSchenk bei der Filtration von Bier bezüglich Druckanstieg und Klärschärfe reagiert. Dies wäre eine Kosten sparende Alternative zur Regeneration mit Enzympräparaten, da in Brauereien Hefen zu den Abfallprodukten zählen, die nach der Fermentation entsorgt werden müssen.

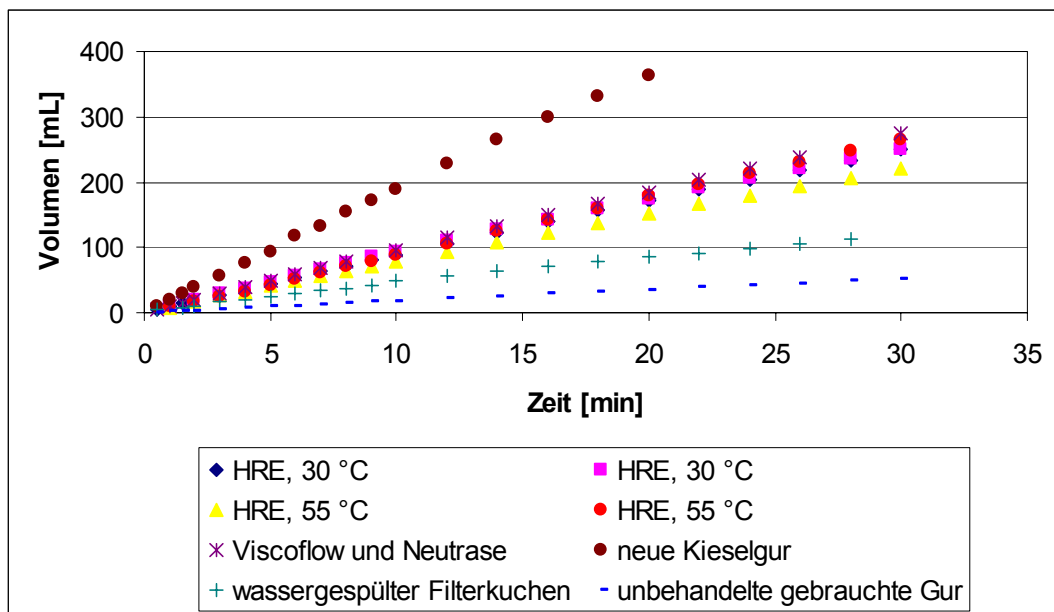


Abb. 46: Vergleich des Regenerationserfolges von zellfreiem Hefeenzymextrakt und technischen Enzympräparaten nach Behandlung des Filterkuchens mit 1 %iger NaOH bei 80 °C für 20 min. HRE = zellfreier Hefeenzymextrakt (2,8 mg Protein) bei der angegebenen Temperatur für 60 min bei pH 5. Bedingungen der Regeneration mit den Enzympräparaten: *Viscoflow* (0,25 U<sub>FK</sub>, pH 8, 62 °C, 30 min) und *Neutrase* (25 U<sub>FK</sub>, pH 5,8, 55 °C, 60 min).

## **7. Ausblick**

Die Altenburger Brauerei, bei der dieses Filtrationsverfahren erstmalig großtechnisch aufgebaut wurde, kann die Regenerierung der Filterhilfsmittel entweder chemisch, enzymatisch oder kombiniert bei gleichbleibender Bierqualität betreiben.

Bei der Analyse der Ergebnisse zur Umweltbilanz und Wirtschaftlichkeit wurde herausgearbeitet, welche Prozesse für die Umweltbilanz und die Wirtschaftlichkeit der Bierfiltration bei der Altenburger Brauerei eine entscheidende Bedeutung haben. In anderen Brauereien mit anderen Rahmenbedingungen können auch andere Ergebnisse zustande kommen.

Bei der Übertragbarkeit der Ergebnisse muss beachtet werden, dass Umweltbilanz und Wirtschaftlichkeit sowohl von standortabhängigen als auch von standortunabhängigen Faktoren beeinflusst sein können.

Die Kosten für die Enzyme ließen sich allerdings durch Verwendung hefeeigener Enzyme deutlich reduzieren. Deshalb wurde der original Brauereihefestamm der Altenburger Brauerei im Bioreaktor angezogen, aufgeschlossen und zur Regeneration von Filterkuchen eingesetzt.

Im Labormaßstab konnte eine gleichwertige Regeneration wie mit Viscoflow und Neutrase erreicht werden.

Hiermit ist ein signifikant neuer Ansatzpunkt zur weiteren Entwicklung eines mit Brauhefe-eigenen Enzymen durchzuführenden Regenerationsverfahrens gegeben, dem in einem Folgeprojekt nachgegangen werden sollte.

Die Projektergebnisse können in erster Linie in der Getränkeindustrie zur umweltfreundlichen, ressourcenschonenden Filtration verwertet und dabei große Mengen an Ressourcen, Kosten sowie Deponieraum eingespart werden.

Das Projekt war so angelegt, dass auch die Grundfragen der regenerierbaren Filtration geklärt werden. Daher besteht eine weite Übertragbarkeit in der gesamten Biotechnologie. Bereits heute wird die Filtration von Fermentationsbrühen, Zellsuspensionen u.ä. in Anschwemmfiltern (Horizontalfiltern) im großtechnischen Maßstab durchgeführt. Dabei kommt derzeit jedoch nur Einwegware zum Einsatz.

## 8. Öffentlichkeitsarbeit

Die sehr positiven Projektergebnisse sollen der Öffentlichkeit vorgestellt werden. Aus diesem Grund wollen die Kooperationspartner mehrere Veröffentlichungen publizieren und Vorträge halten. Die Projektergebnisse sollen in folgenden Fachzeitschriften, Kongressen und Messen veröffentlicht werden:

- 1.) Brauwelt Ausgabe 12/13 (Ende März); Teil1: Allgemeine Apparatetechnik zur Filtration mit regenerierten Filterhilfsmitteln - Kooperationspartner
- 2.) Brauwelt (Mai/Juni); Teil2: Projektergebnisse - Kooperationspartner
- 3.) Bio Perspective 11-14 April: Poster Prof. Fischer- Lehrstuhl Biotechnologie
- 4.) EBC Kongress 14-19 Mai 2005 /Prag Vortrag: Herr Dr. Schmid
- 5.) Drinktec 12.-17.09.2005; Vortrag; Messestand usw.

Zusätzlich zu den Veröffentlichungen und Vorträgen wird derzeit ein großes Seminar in Altenburg geplant. Das Seminar soll am 30.06.2005 einen Tag vor dem Inkrafttreten der neuen Regelungen in der TA Siedlungsabfall, in der Brauerei Altenburger stattfinden. Geplant sind hier Einladungen an Vertreter aus der Brauindustrie, dem Brauerei Verband sowie Personen aus Politik und Wirtschaft.

Die Kooperationspartner möchten sich für die sehr erfolgreiche Zusammenarbeit mit der Deutschen Bundesstiftung Umwelt in unserem Projekt "regenerierbare Filterlinie" nochmals herzlich bedanken.

# ANHANG

## Abbildungsverzeichnis

	Seite
Abb. 1: Aufstellung und Einbindung der Filterlinie in der Altenburger Brauerei	9
Abb. 2: Alte Filtrationsanlage der Altenburger Brauerei	10
Abb. 3: Filterlinie mit dem Kieselgurfilter ZHF Primus III für regenerierbare Filterhilfsmittel und dem Stapeldosiertank in der Altenburger Brauerei	11
Abb. 4: Prozeßschaubild der Filterlinie mit regenerierbaren Filterhilfsmittel	12
Abb. 5: Absolute Filtrationskosten bei der Altenburger Brauerei	17
Abb. 6: Kostentreiber der Filtrationskosten bei der Altenburger Brauerei	18
Abb. 7: Auf die Filtrationskosten der Altanlage normierte Filtrationskosten	19
Abb. 8: Horizontalfilter Primus III	23
Abb. 9: Einflüsse von Kieselgur auf Boden und Pflanzen	28
Abb. 10: Nasse Aufbereitung von Kieselgur nach Sommer	31
Abb. 11 Thermische Aufbereitung der Kieselgur nach Tremonis	33
Abb. 12: Verfahrensschema der Kieselguraufbereitung nach FNE	34
Abb. 13: WTU-Aufbereitungsanlage	36
Abb. 14: Filtration als „black-box“	39
Abb. 15: Alte Filtrationsanlage der Altenburger Brauerei	45
Abb. 16: Aufstellung und Einbindung der Filterlinie in die Brauerei	46
Abb. 17: Filterlinie mit dem Kieselgurfilter ZHF Primus III für regenerierbare Filterhilfsmittel und dem Stapeldosiertank in der Altenburger Brauerei	47
Abb. 18: Prozessschaubild der regenerierbaren Filterlinie in Altenburg	48
Abb. 19: Prozessschaubild der Filteranlage	49
Abb. 20: Prozessschaubild der CIP-Station	49
Abb. 21: Filtriertes Biervolumen der Brauerei Altenburg in Jahr 2004	51
Abb. 22: Prozessschaubild zur Rezeptauswahl der Regenerationen	54

Abb. 23: Druckanstieg pro Stunde von Filtrationen mit chemisch regenerierten Filterhilfsmitteln	60
Abb. 24: 90°-Trübungsverläufe von Filtrationen mit chemisch regenerierten Filterhilfsmitteln	61
Abb. 25: 25°-Trübungsverläufe von Filtrationen mit chemisch regenerierten Filterhilfsmitteln	62
Abb. 26: Filtrationsvolumen von Filtrationen mit chemisch regenerierten Filterhilfsmitteln	62
Abb. 27: Druckanstieg pro Stunde von Filtrationen mit enzymatisch regenerierten Filterhilfsmitteln	63
Abb. 28: 90°-Trübungsverläufe von Filtrationen mit enzymatisch regenerierten Filterhilfsmitteln	65
Abb. 29: 25°-Trübungsverläufe von Filtrationen mit enzymatisch regenerierten Filterhilfsmitteln	65
Abb. 30: Filtrationsvolumen von Filtrationen mit enzymatisch regenerierten Filterhilfsmitteln	66
Abb. 31: Druckanstieg pro Stunde von Filtrationen mit kombiniert regenerierten Filterhilfsmitteln	67
Abb. 32: 90°-Trübungsverläufe von Filtrationen mit kombiniert regenerierten Filterhilfsmitteln	68
Abb. 33: 25°-Trübungsverläufe von Filtrationen mit kombiniert regenerierten Filterhilfsmitteln	69
Abb. 34: Filtrationsvolumen von Filtrationen mit kombiniert regenerierten Filterhilfsmitteln	69
Abb. 35: Kieselgureinsparung in der Altenburger Brauerei	71
Abb.36: Normierte Wirkungskategorien – Vergleich der Szenarien bezogen auf die filtrierte Biermenge 2004 von 205.000 hl	78
Abb. 37: Absolute Filtrationskosten bei der Altenburger Brauerei	83
Abb. 38: Kostentreiber der Filtrationskosten bei der Altenburger Brauerei	84
Abb. 39: Auf die Filtrationskosten der Altfiltrationsanlage normierte Filtrationskosten	85
Abb. 40: Sensitivitätsanalyse zu absoluten Filtrationskosten der Altenburger Brauerei	86

Abb. 41: Filtrationsvolumen der Filterhilfsstoffe unter Produktionsbedingungen der Altenburger Brauerei (Frischgur als Bezugsgröße). Die Hefezellzahlen lagen zwischen 194.000 und 8,2 Mio./mL Unfiltrat.	88
Abb. 42: Filtrationsvolumen der Filterhilfsstoffe unter Produktionsbedingungen der Altenburger Brauerei (Frischgur als Bezugsgröße). Hefezellzahlen zwischen 1,1 und 7,9 Mio/mL Unfiltrat.	89
Abb. 43: $\Delta p/\Delta t$ der Regenerationsverfahren Kombiregeneration, Chemische Regeneration und Enzymatische Regeneration im Vergleich. Werte in Klammer sind die durchschnittliche Leistung in hL/h.	90
Abb. 44: SDS-PAGE des Waschwassers von durch Wasserspülung und durch enzymatische Regeneration regenerierten Filterkuchens und der zur Regeneration eingesetzten Enzympräparate. Färbung: Silber-Nitrat. Je 5 mg der eingeeengten Spülwässer wurden in 200 $\mu\text{L}$ $\text{H}_2\text{O}_{\text{dest.}}$ gelöst (100-fache Konzentration).	93
Abb. 45: SDS-PAGE von Unfiltrat und Filtraten aus dem gleichen Tank. Färbung: Silber-Nitrat. Die Filtrate stammen aus Filtration über Frischgur und über enzymatisch regenerierte Gur. Zum Vergleich sind die zur Regeneration eingesetzten Enzympräparate aufgetragen. Je 10 mg der gefriergetrockneten Biere wurden in je 100 $\mu\text{L}$ $\text{H}_2\text{O}_{\text{dest.}}$ gelöst (5-fache Konzentration). F: Filtrat, U: Unfiltrat	93
Abb. 46: Vergleich des Regenerationserfolges von zellfreiem Hefeenzymextrakt und technischen Enzympräparaten nach Behandlung des Filterkuchens mit 1 %iger NaOH bei 80 °C für 20 min. HRE = zellfreier Hefeenzymextrakt (2,8 mg Protein) bei der angegebenen Temperatur für 60 min bei pH 5. Bedingungen der Regeneration mit den Enzympräparaten: <i>Viscoflow</i> (0,25 $\text{U}_{\text{FK}}$ , pH 8, 62 °C, 30 min) und <i>Neutrase</i> (25 $\text{U}_{\text{FK}}$ , pH 5,8, 55 °C, 60 min).	97

## Tabellenverzeichnis

	Seite
Tabelle 1: Übersicht der Filtrationen und Regenerationen von Filterhilfsmittel in der Altenburger Brauerei	13
Tabelle 2: Hierarchisierung der Wirkungskategorien und Rangfolge der Szenarien	16
Tabelle 3: MAK-Werte für Kieselgur	37
Tabelle 4: Filtrationsvolumen der Altenburger Brauerei im Jahr 2004	50
Tabelle 5: Übersicht der eingesetzten FHM für die Voranschwemmung und Dosage bei der Altfiltrationsanlage in der Altenburger Brauerei.	52
Tabelle 6: Verfahrensablauf von Voranschwemmung und Filtration	53
Tabelle 7: Spezifische Filtrationsparameter für Voranschwemmung und Dosage	53
Tabelle 8: Übersicht der eingesetzten FHM für die Voranschwemmung und Dosage	53
Tabelle 9: Verfahrensablauf von Voranschwemmung, Filtration und Regeneration, Rüstzeiten und Verbräuche bei der chemischen Regeneration	55
Tabelle 10: Verfahrensablauf von Voranschwemmung, Filtration und Regeneration, Rüstzeiten und Verbräuche bei der enzymatischen Regeneration	56
Tabelle 11: Ideale Prozessbedingungen für die Enzyme zur Regeneration	56
Tabelle 12: Verfahrensablauf von Voranschwemmung, Filtration und Regeneration, Rüstzeiten und Verbräuche bei der kombinierten Regeneration	57
Tabelle 13: Übersicht der Filtrationen und Regenerationen von Filterhilfsmittel in der Altenburger Brauerei	59
Tabelle 14: Übersicht der eingesetzten Stabilisierungsmittel in der Altenburger Brauerei	70
Tabelle 15: Bieranalysen von Unfiltraten und Filtraten der Altenburger Brauerei	73
Tabelle 16: Richtwerte für die Filtrierbarkeit von Bieren nach Esser	74
Tabelle 17: Unterschiedliche Warmtage der Altenburger Biere	75



Tabelle 18: Hierarchisierung der Wirkungskategorien und Rangfolge der Szenarien	80
Tabelle 19: Einfluss von PVPP auf die Enzymaktivität	91
Tabelle 20: Proben der Elementaranalyse mit Analysenergebnissen in mas%	94

## Literaturverzeichnis

- [1] Ruß, W.: Möglichkeiten zur Verwertung der Reststoffe Treber, Kieselgurschlamm und Altetiketten bei der Herstellung von Asphaltbeton und Ziegeln. Technische Universität München, Lehrstuhl für Energie- und Umwelttechnik der Lebensmittelindustrie; Dissertation 1995
- [2] Blümelhuber, G., Bleier, B., Meyer-Pittroff, R.: Untersuchungen an einem alternativen Filterhilfsmittel auf Zellulosefaserbasis. Brauwelt Nr. 9/10 (2003), S. 244 - 246
- [3] Speckner, J., Kieninger, H.: Cellulose als Filterhilfsmittel, Brauwelt, 124 (1984) 46, S. 2058-2066.
- [4] Oechsle, D., Fussnegger, B.: Ein neues quervernetztes Polyvinylpyrrolidon (PVPP) mit verbesserten Eigenschaften zur Bierstabilisierung im Recycling, Brauwelt, 130 (1990) 41, S. 1780-1789.
- [5] Anger, H.-M.: Sicherung der nichtbiologischen Stabilität eines Bieres als wichtiger Baustein zur Garantie der Mindesthaltbarkeitsdauer, Brauwelt, 135 (1995) 10/11, S. 501-508.
- [6] Oechsle, D., Fussnegger, B.: Vernetztes, unlösliches Polyvinylpyrrolidon, Brauwelt, 135 (1995) 28/29, S. 1380-1384.
- [7] Scherrer, A., Steiner, K., Happonen, J., Meier, J.: Bierstabilisierung mit PVPP im Recycling, Brauerei-Rundschau, 93 (1982) 11, S. 229-234.
- [8] Kessler, H.: PVPP - haltige Filterschichten, Brauwelt, 123 (1983) 11, S. 390-397.
- [9] Meier, J.: Die Stabilisierung des Bieres mit PVPP, Brauerei-Rundschau, 97 (1986) 5, S. 93-112.
- [10] Irmischer, B.: Zukunftsorientierte Bierstabilisierung, Brauwelt, 131 (1991) 38, S. 1625-1628.
- [11] Schur, F., Pfenninger, H.: Praxisversuche zur Klärung und Stabilisierung von Bier, Brauerei-Rundschau, 90 (1979) 10, S. 205-216.
- [12] Lietzau, G.: Zur Situation der PVPP - Anwendung in naturtrüben Apfelsäften, Flüssiges Obst, 59 (1992) 9, S. 546.
- [13] Ruß, W.: Möglichkeiten zur Verwertung der Reststoffe Treber, Kieselgurschlamm und Altetiketten bei der Herstellung von Asphaltbeton und Ziegeln. Technische Universität München, Lehrstuhl für Energie- und Umwelttechnik der Lebensmittelindustrie; Dissertation 1995

- [14] Blümelhuber, G., Bleier, B., Meyer-Pittroff, R.: Untersuchungen an einem alternativen Filterhilfsmittel auf Zellulosefaserbasis. Brauwelt Nr. 9/10 (2003), S. 244 - 246
- [15] Schmid, N.: Verbesserung der filtrationstechnischen Eigenschaften von Filterhilfsmitteln durch ein thermisches Verfahren Technische Universität München, Lehrstuhl für Energie- und Umwelttechnik der Lebensmittelindustrie; Dissertation 2002
- [16] Ruß, W.: Möglichkeiten zur Verwertung der Reststoffe Treber, Kieselgurschlamm und Altetiketten bei der Herstellung von Asphaltbeton und Ziegeln. Technische Universität München, Lehrstuhl für Energie- und Umwelttechnik der Lebensmittelindustrie; Dissertation 1995
- [17] N.N: Entwurf der 5.Novelle des Abfallgesetzes. Abfallwirtschafts-Journal 1992 Nr. 9, S. 690-693
- [18] Hodenberg, v. G. W.; Sulke, K.; Rasp, H.; Glauchau, M.: Kieselgurentsorgung auf landwirtschaftliche Flächen. Brauwelt, 1987, Nr. 23, S. 1046 - 1080
- [19] Schildbach, R.: Ein neues Bio-Filter-Kieselgur-Entsorgungssystem. Brauwelt, 1988, Nr. 50/51, S. 2370-2378
- [20] Ruß, W.: Möglichkeiten zur Verwertung der Reststoffe Treber, Kieselgurschlamm und Altetiketten bei der Herstellung von Asphaltbeton und Ziegeln. Technische Universität München, Lehrstuhl für Energie- und Umwelttechnik der Lebensmittelindustrie; Dissertation 1995
- [21] N.N.: Hefe – Kieselgurschlamm – Kalk – Behandlungsanlage. Uelzener Maschinenfabrik – Technische Information 26/89
- [22] Ruß, W.: Möglichkeiten zur Verwertung der Reststoffe Treber, Kieselgurschlamm und Altetiketten bei der Herstellung von Asphaltbeton und Ziegeln. Technische Universität München, Lehrstuhl für Energie- und Umwelttechnik der Lebensmittelindustrie; Dissertation 1995
- [23] Ruß, W.: Möglichkeiten zur Verwertung der Reststoffe Treber, Kieselgurschlamm und Altetiketten bei der Herstellung von Asphaltbeton und Ziegeln. Technische Universität München, Lehrstuhl für Energie- und Umwelttechnik der Lebensmittelindustrie; Dissertation 1995
- [24] Sommer, G.: Die nasse Aufbereitung der gebrauchten Kieselgur in der Brauerei. Brauwelt, 1988, Nr. 17, S. 666 – 669
- [25] <http://www.ifa.tu-clausthal.de/aufbereitung/recycling.htm#gur>
- [26] Finis, P.; Galaske, H.: Recycling von Brauerei-Filterhilfsmittel – Tremonis-Verfahren bewährt sich in NRW, Düsseldorf/Dortmund, Brauwelt 1988, Nr. 49, S. 2332 – 2336

- [27] Schutzrecht DE 19911520 A1: FNE Forschungsinstitut für Nichteisen Metalle GmbH
- [28] Maiwald, R., Hebmüller, K., Böhme, K., Jürgens, F.: Neues Verfahren zur thermischen Regenerierung von Kieselgur, Freiberg (Sachsen), Brauwelt, 1999, Nr. 44, S. 2044 – 2051
- [29] Höhn, G., Schmid, N., Meyer-Pittroff, R., Nitzsche, F.: Einsatz von thermisch regenerierter Kieselgur bei der Bierfiltration. TU-München-Weihenstephan, Der Weihenstephaner 1999, Nr. 4, S. 172 – 173
- [30] Schmid, N.: Verbesserung der filtrationstechnischen Eigenschaften von Filterhilfsmitteln durch ein thermisches Verfahren Technische Universität München, Lehrstuhl für Energie- und Umwelttechnik der Lebensmittelindustrie; Dissertation 2002
- [31] IARC Monographs Volume 68
- [32] Arbeitsschutzgesetz vom 07.08.1996; Änderung durch Artikel 6c vom 19.12.1998
- [33] N.N.: Arbeits-Sicherheits-Information 8.02/94 Kieselgur. Berufsgenossenschaft Nahrungsmittel und Gaststätten, Mannheim, 1999
- [34] MAK- und BAT-Werte-Liste 1999 der Deutschen Forschungsgemeinschaft. Wiley VCH Verlag, 1999
- [35] N.N.: Nachtrag zur MAK-Begründung für Quarzstaub der Deutschen Forschungsgemeinschaft. 1999
- [36] Ruß, W.: Rechtliche Vorschriften für Kieselgur. Handbuch Filtrationstechnisches Symposium, Freising, 2000, S. 49 – 56
- [37] Lebensmittel- und Bedarfsgegenständegesetz vom 09.02.1997
- [38] Schmid, N.: Verbesserung der filtrationstechnischen Eigenschaften von Filterhilfsmitteln durch ein thermisches Verfahren Technische Universität München, Lehrstuhl für Energie- und Umwelttechnik der Lebensmittelindustrie; Dissertation 2002
- [39] Kreislaufwirtschafts- und Abfallgesetz vom 27.09.1994 mit Änderungen vom 03.05.2000
- [40] Bestimmungsverordnung überwachungsbedürftige Abfälle zur Verwertung. Bonn, Bundesgesetzblatt, 1996
- [41] Bestimmungsverordnung besonders überwachungsbedürftige Abfälle. Bonn, Bundesgesetzblatt, 1996
- [42] Europäische Kommission: Richtlinie 2000/532/EG. Brüssel, Amtsblatt Nr. L 226, 2000, S. 3 – 4

- [43] Bioabfallverordnung. Bonn, Bundesgesetzblatt Teil 1 Nr. 65, 1998
- [44] Düngemittelverordnung. Bonn, Bundesgesetzblatt Teil 1 Nr. 42, 1999
- [45] Schur, F., Pfenninger, H.: Praxisversuche zur Klärung und Stabilisierung von Bier, Brauerei-Rundschau, 90 (1979) 10, S. 205-216.
- [46] Oechsle, D., Fussnegger, B.: Ein neues quervernetztes Polyvinylpyrrolidon (PVPP) mit verbesserten Eigenschaften zur Bierstabilisierung im Recycling, Brauwelt, 130 (1990) 41, S. 1780-1789.
- [47] MEBAK e. V. – Mitteleuropäische Brautechnische Analysenkommission: Methodensammlung der Mitteleuropäischen Analysenkommission. Band II, 3. Auflage 1993, S. 157 - 159
- [48] Narziß, L.: Abriß der Bierbrauerei. Stuttgart, Ferdinand Enke Verlag, 1995
- [49] Oechsle, D. und Schneider, T. Gerbstoffe entfernen mit PVPP, Informationsblatt zur Weinstabilisierung Pall SeitzSchenk
- [50] Novozymes (2002b) Product Sheet, Viscoflow MG, 2001-04774-07, Bagsvaerd, Dänemark.