

**Methode und Verfahrensentwicklung
für den Online-Nachweis
der Pasteurisation von Milch**

vorgelegt von
Diplom-Ingenieur
Jörn Wegert

Fakultät für Prozesswissenschaften
der Technischen Universität Berlin
zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor der Ingenieurwissenschaften
- Dr.-Ing. -

genehmigte Dissertation

Promotionsausschuß:

Vorsitzender: Prof. Dr. B. Handreck
Berichter: Prof. Dr. K. Krenkel
Berichter: Prof. Dr. B. Senge

Tag der wissenschaftlichen Aussprache: 20.12.2000

Berlin 2000

D 83

Publikationen

- Wegert, J. / Krenkel, K. Verfahren zum automatischen Schnellnachweis der Pasteurisation, Deutsche Milchwirtschaft 49, S. 752-755 (September 1998)
- Wegert, J. Verfahren zum schnellen Nachweis einer Wärmebehandlung von Milch bzw. Erzeugnissen auf Milchbasis, insbesondere einer Vermischung wärmebehandelter Milch bzw. Erzeugnisse auf Milchbasis mit ungenügend erhitzter Milch bzw. Erzeugnisse auf Milchbasis, Patent DE 197 48 754 A1, Bundesdruckerei (1999)

Bibliographische Beschreibung der vorliegenden Arbeit und Kurzreferat

Methode und Verfahrensentwicklung für den Online-Nachweis der Pasteurisation von Milch
Dipl.-Ing. Jörn Wegert -2000- 109 S., 34 Abb., 39 Tab., 6 Diagr., 3 Anl.

Berlin, Technische Universität, Fakultät für Prozesswissenschaften

Dissertation

Ziel der Dissertation ist die Entwicklung einer Methode zum schnellen automatischen Nachweis der Pasteurisation von Milch und das Erarbeiten eines Applikationsvorschlages.

Nach eingehender Literatur- und Patentrecherche auf dem Gebiet der Milchpasteurisation und ihrer Apparatechnik sowie der Methoden für den Nachweis der ausreichenden Erhitzung von Milch und das Auffinden von Trennwanddurchbrüchen am Milchpasteur wird ein Verfahren erarbeitet, das schnell und sicher während der Milchbearbeitung automatisch die ordnungsgemäße Erhitzung nachweist und technische Defekte an den Wärmebehandlungseinrichtungen erkennt, signalisiert und Schutzmaßnahmen einleitet.

Versuche belegen die Eignung des entwickelten Verfahrens für die effektive In-Prozeß-Sicherung.

INHALTSVERZEICHNIS

Verzeichnis der verwendeten Abkürzungen, Symbole und Indizes	1
1. Einleitung	3
2. Aufgabenstellung	4
3. Literatur- und Patentrecherche	5
3.1. Lebensmittelrechtliche Vorschriften	5
3.2. Milchpasteurisation	8
3.2.1. Anerkannte Pasteurisationsverfahren	8
3.2.2. Einfluß der Pasteurisation auf Zusammensetzung und Eigenschaften der Milch	10
3.2.3. Nachweisverfahren für die Pasteurisation von Milch	14
3.2.3.1. Naturwissenschaftliche Grundlagen	14
3.2.3.2. Methoden und Verfahren	16
3.3. Milchpasteure	20
3.3.1. Aufbau und Wirkungsweise von Milchpasteuren	20
3.3.1.1. Temperierbehälter	20
3.3.1.2. Röhren-, Rohrbündel- und Plattenapparate	21
3.3.2. Technische Anforderungen	32
3.3.3. Regelungstechnische Charakteristika	35
3.3.4. Schutzeinrichtungen gegen das Vermischen von pasteurisierter Milch mit unzureichend erhitzter Milch	37
3.4. Trennwanddurchbrüche an Milchpasteuren	42
3.4.1. Belastungsarten	42
3.4.2. Berechnung des übertretenden Volumenstroms	46
3.4.3. Nachweisverfahren für Trennwanddurchbrüche	47
3.5. Wertende Zusammenfassung und präzierte Aufgabenstellung	54
4. Experimenteller Teil	56
4.1. Versuchsziele	56
4.2. Materialien und Methoden	57
4.2.1. Versuchsaufbau	57
4.2.1.1. Praxisversuche	57
4.2.1.2. Laborversuche	58

4.2.2.	Analytische Methoden	60
4.2.2.1.	Temperaturmessung an Kurzzeiterhitzern	60
4.2.2.2.	Visueller Phosphatsetest	60
4.2.2.3.	Photometrische Bestimmung der Phosphatase-Aktivität	63
5.	Ergebnisse	67
5.1.	Temperaturmittelwert der rückgekühlten pasteurisierten Milch	67
5.2.	Visuell wahrnehmbare Gelbfärbung des Phosphatase-Indikatorpapiers	70
5.3.	Photometrisch ermittelte Farbänderung des Phosphatase-Indikatorpapiers	75
5.3.1.	Farbdaten, Farbdatenmittelwerte und Standardabweichungen in Abhängigkeit von der Reaktionszeit und den Rohmilchanteilen in der pasteurisierten Milch	75
5.3.2.	Farbdifferenzen in Abhängigkeit von der Reaktionszeit und den Rohmilchanteilen in der pasteurisierten Milch	80
6.	Diskussion	88
7.	Lösungsvorschlag	90
7.1.	Methode für den schnellen automatischen Nachweis der Pasteurisation von Milch	90
7.2.	In-Prozeß-Sicherung der Milchpasteurisation	91
7.2.1.	Grundprinzip	91
7.2.2.	Applikationsvorschlag	93
7.2.3.	Ökonomische Betrachtungen	103
8.	Vorschläge zur Weiterführung der Arbeit	106
9.	Zusammenfassung	107

Literaturverzeichnis

Abbildungsverzeichnis

Tabellenverzeichnis

Diagrammverzeichnis

Anlagenverzeichnis

Anlagen

Erklärung

Thesen

Lebenslauf

Verzeichnis der verwendeten Abkürzungen, Symbole und Indizes

<i>Abkürzung</i>	<i>Bezeichnung</i>
Abb.	Abbildung
Anl.	Anlage
BCIP	5-Brom-4-Chlor-3-Indolyl-Phosphat
CCP	Critical Control Point
CIP	Cleaning in-place
CO ₂	Kohlendioxid
CP	Control Point
CrNi	Chrom-Nickel
DE.....	Deutsches Patentblatt
Diagr.	Diagramm
DK	Dänemark
E. coli	Escherichia coli
EG	Europäische Gemeinschaft
EP.....	Europäisches Patentblatt
EU	Europäische Union
EWG	Europäische Wirtschaftsgemeinschaft
GmbH	Gesellschaft mit beschränkter Haftung
HACCP	Hazard Analysis Critical Control Points
H-Milch	haltbare Milch
IDF	International Dairy Federation
IMV	Internationaler Milchwirtschaftsverband
IPC	Internationale Patentklassifikation
IPE	Internationale Phosphataseeinheit
ISO	Internationale Standardisierungsorganisation
LMBG	Lebensmittel- und Bedarfsgegenstände-gesetz
LMHV	Lebensmittelhygieneverordnung
n	Menge der reellen Zahlen
N ₂	Stickstoff
NBT	Nitroblautetrazoliniumchlorid
Nr.	Nummer
O ₂	Sauerstoff
PA	Plattenapparat
pH-Wert	negativer dekadischer Logarithmus der Wasserstoff-Ionen-Konzentration
Pt	Platin-Widerstandsthermometer
rF	relative Feuchte
Rüchl.	Rücklauf
spp.	Specien
Tab.	Tabelle
UHT	Ultra-Hoch-Temperatur
UV-Licht	ultraviolettes Licht
VO	Verordnung
Vorl.	Vorlauf
WO.....	Welt-Patentblatt

<i>Symbol</i>	<i>Bezeichnung</i>	<i>Einheit</i>
A	Fläche	m ²
A _d	Fläche eines Trennwanddurchbruchs	m ²
a*, b*	Farbkoordinaten	-
d	Durchmesser	m
k	Wärmedurchgangskoeffizient	W/m ² K
l	Länge	m
L*	Helligkeit	-
m	Masse	kg
P	Leistung	W
p	Druck	Pa
p _ü	Überdruck	Pa
\dot{Q}_R	Wärmestrom durch ein Rohr	W
\dot{Q}_W	Wärmestrom durch eine ebene Wand	W
Re	Reynoldszahl	-
s	Wandstärke	m
S _{a*} , S _{b*}	Standardabweichung der Farbkoordinaten	-
S _{L*}	Standardabweichung der Helligkeit	-
S _θ	Standardabweichung der Temperatur	K
t	Zeit	s
V	Volumen	m ³ , l
\dot{V}	Volumenstrom	m ³ /h
α	Durchflußzahl	-
α _{M1} , α _{M2}	Wärmeübergangskoeffizienten der strömenden Medien	W/m ² K
$\dot{\gamma}$	Schergeschwindigkeit	s ⁻¹
Δa*, Δb*	Farbkoordinatendifferenzen	-
ΔE* _{ab}	Farbdifferenz	-
ΔL*	Helligkeitsdifferenz	-
Δp	Differenzdruck	Pa
Δθ	Temperaturdifferenz	K
η	dynamische Viskosität	Pa · s
θ	Temperatur	°C
$\bar{\theta}$	Temperaturmittelwert	°C
λ	Wärmeleitkoeffizient	W/mK
ρ	Dichte	kg/m ³
σ	Spannung	Pa
σ _{zul}	zulässige Spannung	Pa
τ	Schubspannung	Pa

Index

Bezeichnung

D	Doppelplatte
L	Rohrlänge
m	mittlere logarithmische
S	Standardplatte
W	Wand

1. Einleitung

In der Ernährung des Menschen haben Milch und Erzeugnisse auf Milchbasis einen hohen Stellenwert. Neben der Verfügbarkeit und der Verdaulichkeit stellen besonders essentielle Substanzen in der Milch wertbestimmende Faktoren dar (N.N. 1996). Milch ist aber auch ein ideales Nährmedium für technologisch schädliche und pathogene Mikroorganismen (HAHN/TOLLE/OTTE 1978).

Die Richtlinie 92/46/EWG fordert in Artikel 14, daß Be- und Verarbeitungsbetriebe alle notwendigen Maßnahmen zu treffen haben, damit die Sicherheit und Qualität der Lebensmittel auf allen Produktionsstufen gewährleistet sind (N.N. 1992). Zu diesem Zweck müssen die Betriebe ständig Eigenkontrollen an den kritischen Punkten des gesamten Produktionsprozesses durchführen und bei ermittelten Fehlern oder Abweichungen von festgelegten Normen diese beheben bzw. korrigieren.

Die Pasteurisation nimmt eine zentrale Stellung in jedem Milchbe- und -verarbeitungsbetrieb ein. Mit wenigen produktspezifischen Ausnahmen (z.B. Rohmilchkäse) muß die gesamte Milch diesen technologischen Prozeß durchlaufen.

Nach der gültigen Milchverordnung vom 20. Juli 2000 ist die Pasteurisation nach einem in Anlage 6 Nr. 2.1.1 bis 2.1.3 aufgeführten anerkannten Verfahren durchzuführen (N.N. 2000). Unzureichend erhitzte oder mit Rohmilch kontaminierte wärmebehandelte Milch bzw. aus ihr hergestellte Erzeugnisse, die eine Gefahr für die menschliche Gesundheit darstellen, dürfen nicht vermarktet werden.

Durch Lebensmittel verursachte Krankheiten sind unangenehm und können im schlimmsten Fall tödlich sein. Doch es gibt noch andere Konsequenzen. Das Ausbrechen von Krankheiten, die durch Lebensmittel verursacht werden, schädigt die Landwirtschaft über die Be- und Verarbeitungsindustrie bis hin zum Handel. Einkommensverluste, Arbeitslosigkeit und gerichtliche Auseinandersetzungen können die Folgen sein. Der Verderb von Lebensmitteln ist Verschwendung und beeinflusst das Verbrauchervertrauen sowie -verhalten ungünstig.

2. Aufgabenstellung

Bei der Produktion gesundheitlich unbedenklicher und qualitativ hochwertiger Milch und Erzeugnisse auf Milchbasis stehen mikrobiologische Parameter im Vordergrund. Dies sind insbesondere die Gesamtkeimzahl sowie der Gehalt an pathogenen und coliformen Keimen.

Maßnahmen zur Gewährleistung der Lebensmittelsicherheit müssen auf einer Analyse und Auswertung von Daten anhand objektiver wissenschaftlicher Methoden beruhen. Mikrobiologisch-kulturelle Nachweisverfahren benötigen jedoch oft mehrere Tage für das Erfassen von Keimen nach ihrer Art und Anzahl. Neben den mikrobiologischen Verfahren finden bei der Endproduktkontrolle in den Molkereilaboren enzymatische Nachweise mit Reaktionszeiten von zwei oder mehr Stunden Anwendung, um möglichst rasch auf Produktionsfehler reagieren zu können.

Prozeßanalysen, die der Kontrolle und Steuerung von Verfahrensabläufen dienen, erfordern jedoch Methoden mit einer höchstens zehnminütigen Analysezeit. Bei längeren Analysezeiten ist die effektive In-Prozeß-Sicherung nicht mehr gegeben.

Mit der vorliegenden Arbeit soll ein Verfahren zum Nachweis der Pasteurisation von Milch entwickelt werden, das innerhalb von zehn Minuten sichere Ergebnisse liefert. Das Verfahren muß für die umfassende Prozeßüberwachung nicht nur eine unzureichende Erhitzung der Milch, sondern auch ein hauptsächlich durch Trennwandschäden in den Wärmerückgewinnabteilungen der kontinuierlich arbeitenden Milchpasteure bedingtes Vermischen von wärmebehandelter Milch mit Rohmilch aufdecken. Dies ist besonders wichtig, da derartige Vermischungen zur Reinfektion der pasteurisierten Milch führen und bei Nichterkennen eine große Gefahr für die Gesundheit des Menschen darstellen.

Im Rahmen der Entwicklungsarbeit ist eine umfassende Literatur- und Patentrecherche insbesondere über die Nachweisverfahren für die Pasteurisation von Milch, die Schutzeinrichtungen gegen das Vermischen von pasteurisierter Milch mit unzureichend erhitzter Milch sowie die Nachweisverfahren für Trennwanddurchbrüche am Milchpasteur zu erstellen. Die Literatur- und Patentrecherche soll den aktuellen Stand des technischen Fortschritts aufzeigen und als Grundlage für die Präzisierung der allgemeinen Aufgabenstellung dienen. Mit Hilfe von Versuchen sind die Eignung des entwickelten Pasteurisationsnachweises

zu belegen und seine Vorteile gegenüber den herkömmlich in der Praxis angewendeten Methoden auszuarbeiten. Abschließend sollen Vorschläge für die technische Realisierung des neuen Verfahrens sowie die weiterführenden Arbeiten unterbreitet werden.

3. Literatur- und Patentrecherche

3.1. Lebensmittelrechtliche Vorschriften

Während im internationalen Handel mit Lebensmitteln durch Anwendung der Codex-Standards der gesundheitliche Verbraucherschutz sichergestellt werden soll, sind auf nationaler und europäischer Ebene zahlreiche Rechtsvorschriften erlassen worden. Insbesondere im Zuge des Binnenmarktprogramms der Europäischen Union und der fortschreitenden Umsetzung der gemeinsamen Agrar- und Ernährungspolitik hat der Umfang der Gemeinschaftsgesetzgebung auf den Gebieten der Lebensmittelbe- und -verarbeitung erheblich zugenommen. Gegenwärtig ist der weitaus größte Teil der einzelstaatlichen lebensmittelrechtlichen Vorschriften auf Gemeinschaftsebene harmonisiert.

Der Codex Alimentarius empfiehlt einen HACCP-basierten Ansatz als Mittel zur Verbesserung der gesundheitlichen Unbedenklichkeit von Lebensmitteln. Dieser sollte auf dem System der Gefahrenanalyse und der kritischen Punkte gemäß der Beschreibung in den Richtlinien für die Anwendung des HACCP-Systems beruhen (N.N. 1996).

HACCP ist das Konzept der Risikoanalyse und Festlegung kritischer Kontrollpunkte. Es ist ein systematisches und besonders effizientes Verfahren, um Risiken bei der Herstellung und beim Umgang mit Lebensmitteln zu identifizieren, zu beurteilen und zu beherrschen (BRETTSCHEIDER 1997). Die Vorgehensweise beim Aufbau des HACCP-Systems richtet sich nach den folgenden sieben Prinzipien, die für die einzelnen Betriebe und Produktionslinien spezifisch festgelegt werden müssen.

- 1) Erstellen eines Ablaufschemas für jedes Produkt bzw. jede Linie mit Auflistung der Kontrollpunkte (CP) und möglichen kritischen Kontrollpunkte (CCP) im Herstellungsprozeß.
- 2) Identifizieren des Risikos und Beurteilen der Schwere des Risikos.
- 3) Festlegen der kritischen Kontrollpunkte (CCP), an denen diese Risiken kontrolliert und beherrscht werden können.

- 4) Festlegen von Verfahren zur systematischen Messung und Überwachung für jeden kritischen Kontrollpunkt.
- 5) Festlegen notwendiger Maßnahmen für den Fall, daß die Resultate der Prüfung den Verlust der Kontrolle über einen CCP anzeigen.
- 6) Einführen eines Dokumentationssystems, in dem der HACCP-Plan und die Überwachungsergebnisse festgehalten werden.
- 7) Festlegen eines Verifikationsverfahrens, das eine ordnungsgemäße Funktion des HACCP-Konzeptes bestätigt (WESTERMAIR 1996).

Der Zweck des Codex Alimentarius ist in seinen allgemeinen Grundsätzen beschrieben als eine Zusammenfassung international angenommener und in einheitlicher Form dargebotener Lebensmittelstandards. Sie sollen die Gesundheit des Verbrauchers schützen und rechtliche Praktiken im Verkehr mit Lebensmitteln sicherstellen. Mit ihrer Veröffentlichung wird angestrebt, die Ausarbeitung, Anwendung und Angleichung von Definitionen und Anforderungen für Lebensmittel zu fördern und dadurch den internationalen Handel zu erleichtern.

In der Lebensmittelhygiene-Richtlinie 93/43/EWG hat die Kommission das zukünftige Überwachungskonzept definiert. Für die Lebensmittelsicherheit kritische Punkte sind zu ermitteln. Es ist dafür Sorge zu tragen, daß angemessene Sicherheitsmaßnahmen festgelegt, durchgeführt, eingehalten und überprüft werden (N.N. 1993). Mit dieser Richtlinie nach dem „neuen Konzept“ sollen die bisweilen starren Vorschriften der Mitgliedstaaten durch ein präventives System ergänzt werden. An die Lebensmittelunternehmen werden neue Anforderungen gestellt. Man räumt ihnen mehr Freiraum für Innovationen ein, um den bei der Herstellung von Lebensmitteln auftretenden Gesundheitsgefahren entgegenwirken zu können. Gleichzeitig wird aber auch klargestellt, daß der Hersteller und Inverkehrbringer von Lebensmitteln die Verantwortung für die von ihm erzeugten und in Handel gebrachten Lebensmittel übernimmt. Damit heißt es Abschied nehmen von dem bisher vertrauten System der Zwischen- und Endproduktkontrolle hin zum präventiven System der Gefahrenanalyse und der In-Prozeß-Sicherung (HARTIG/UNTERMANN 1997).

Eine Forderung der Milchhygiene-Richtlinie 92/46/EWG lautet: „Der Be- oder Verarbeitungsbetrieb muß alle erforderlichen Maßnahmen treffen, damit die Vorschriften dieser Richtlinie

auf allen Produktionsstufen eingehalten werden“ (N.N. 1992). Aus diesem Grund ist HACCP von der Rohware über die Produktion bis zur Verpackung und Lagerung anzuwenden.

Bereits nach dem allgemeinen Lebensmittelrecht sind Lebensmittelbetriebe durch die Wahrnehmung ihrer Eigenverantwortung und Sorgfaltspflicht zur Durchführung von betrieblichen Eigenkontrollen verpflichtet (N.N. 1998). Die gültige deutsche Lebensmittelhygiene-Verordnung vom 5. August 1997 konkretisiert und systematisiert die Grundsätze für betriebliche Eigenkontrollen. Mit § 4 „Betriebseigene Maßnahmen und Kontrollen“ gibt sie fünf Verbindlichkeiten vor, nach denen die betriebseigenen Kontrollmaßnahmen durchzuführen sind:

- Gefahrenanalyse für den Ablauf der Herstellungsprozesse;
- Identifizierung der für das jeweilige Lebensmittel risikoträchtigen Punkte im Prozeßablauf;
- Auswahl von kritischen Punkten im Herstellungsprozeß aus den ermittelten risikoträchtigen Punkten, wenn sie einen wesentlichen Einfluß auf die Lebensmittelsicherheit ausüben und durch zuverlässige Prüf- und Überwachungsmaßnahmen beherrschbar sind;
- Festlegung von Sicherungsmaßnahmen mit Prüf- und Überwachungsverfahren, die während des Produktions- bzw. Arbeitsablaufes auf Fehler hinweisen;
- regelmäßiges Überprüfen und Anpassen der Festlegungen bei Änderungen im Produktions- und Arbeitsablauf (N.N. 1997).

Die vorgegebenen Grundsätze basieren auf dem international anerkannten HACCP-System. Ziel des Kontrollkonzeptes ist es, die gesundheitliche Unbedenklichkeit der Lebensmittel von der Herstellung bis zur Abgabe an den Verbraucher zu gewährleisten. Mit dem Kontrollkonzept müssen während des Produktionsablaufes systematisch sämtliche Gesundheitsrisiken erkannt und Maßnahmen zu ihrer sicheren Beherrschung festgelegt werden. Die Beherrschung gesundheitlicher Lebensmittelrisiken wird damit von der Endkontrolle in die Prozeßplanung und den Herstellungsablauf vorverlegt (N.N. 1996).

Viele Betriebe haben das HACCP-Konzept im Rahmen umfassender Qualitätsmanagement-Systeme schon eingeführt und von anerkannten Instituten zertifizieren lassen. Qualitätsmanagement-Systeme haben den Zweck, durch geeignete aufbau- und ablauforganisatorische Maßnahmen alle Umstände zu erfassen, die Einfluß auf die Qualität der Produkte und der Dienstleistungen haben (HARTIG/UNTERMANN 1997).

In § 16 der deutschen Milchverordnung vom 20. Juli 2000 „Betriebseigene Kontrollen und Nachweise“ heißt es:

„(1) Wer Milch oder Erzeugnisse auf Milchbasis in Be- und Verarbeitungsbetrieben herstellt oder behandelt, hat

1. durch betriebseigene Kontrollen

- a) die nach dem jeweils angewandten Herstellungsprozeß zu bestimmenden kritischen Punkte zu ermitteln,
- b) Überwachungs- und Kontrollmethoden für diese kritischen Punkte in Abhängigkeit von der Menge der verarbeiteten Milch und der hergestellten Erzeugnisse auf Milchbasis festzulegen und durchzuführen,
- c) das Ergebnis der Untersuchungen zur Einhaltung der in dieser Verordnung festgelegten Normen zu überwachen, ...

2. Nachweise zu führen über die Maßnahmen und Kontrollergebnisse nach Nummer 1.“

(N.N. 2000)

Die „kritischen Punkte“ sind Verfahrensschritte, bei denen es möglich und von entscheidender Bedeutung ist, eine gesundheitliche Gefahr durch Lebensmittel zu vermeiden, zu beseitigen oder auf ein annehmbares Maß zu reduzieren (SINELL/MEYER 1996). Beispiele für CCP's während der Bearbeitung von Milch, die überwacht und beherrscht werden müssen, sind die Erhitzung zur Zerstörung pathogener Nichtsporenbildner sowie die Wärmerückgewinnung durch eine feste Trennwand zwischen pasteurisierter Milch und unzureichend erhitzter Milch. Überwachungsmethoden sollen möglichst schnell einen Kontrollverlust am CCP anzeigen, damit rechtzeitig Korrekturmaßnahmen ergriffen werden können. Voraussetzung für eine In-Prozeß-Sicherung sind Analysen, die innerhalb von 10 Minuten Ergebnisse liefern (SCHWEDT 1992). Dabei ist eine besonders komplizierte Methode nicht notwendigerweise auch sehr effektiv (KAISER 1996; N.N. 1997).

3.2. Milchpasteurisation

3.2.1. Anerkannte Pasteurisationsverfahren

Konsummilch und Werkmilch zum Herstellen von Erzeugnissen auf Milchbasis müssen einer Wärmebehandlung unterzogen werden, um die in ihnen vorhandenen Mikroorganismen vollständig oder teilweise abzutöten sowie Enzyme in Abhängigkeit von Temperaturhöhe und

Dauer der Einwirkung in unterschiedlichem Grade zu inaktivieren. Von den verschiedensten Verfahren der Keimabtötung hat sich aus hygienischen, ernährungs-physiologischen und praktisch-ökonomischen Gründen die nach Louis Pasteur benannte „Pasteurisation“ durchgesetzt (KUNATH 1977). Unter der Milchpasteurisation versteht man eine Hitzebehandlung der Milch bei Temperaturen kleiner als 100 °C während einer Zeitspanne, bei der alle nicht sporenbildenden pathogenen Keime vollständig und alle technisch schädlichen Keime in einem solchen Grade abgetötet werden, daß die Weiterverarbeitung der Milch in vollem Maße gewährleistet ist. Ihre ernährungs-physiologischen Eigenschaften bleiben in höchstem Grade erhalten. Der Abtötungseffekt für die saprophytäre Keimflora liegt bei 98 % (FEHLHABER/JANETSCHKE 1992). Im Prinzip beruht die Hitzeinaktivierung darauf, daß den Bakterienzellen in Form von Wärme kinetische Energie in solchem Maße zugeführt wird, daß deren Proteinmoleküle durch Sprengung der Sulfid- und Wasserstoffbrücken ihre innere Festigkeit verlieren. Damit ändert sich die ursprüngliche Molekülstruktur der Bakterienzellen und sie können ihre lebenswichtigen Funktionen nicht mehr ausüben (DREWS et al. 1983).

Die Wärmebehandlung ist nach einem anerkannten Verfahren durchzuführen. Anerkannte Pasteurisationsverfahren nach Anlage 6 der Milchverordnung vom 20. Juli 2000 sind:

- die Dauererhitzung;
- die Hoherhitzung;
- die Kurzzeiterhitzung.

Die Dauererhitzung findet vorrangig Anwendung in Kleinstbetrieben. Sie ist aufgrund des diskontinuierlichen Arbeitsprinzips und des schlechten Wärmerückgewinns nur bei der Bearbeitung geringer Milchmengen wirtschaftlich einsetzbar. Die Dauererhitzung erfolgt chargenweise bei Temperaturen von 62 bis 65 °C mit einer Heißhaltezeit von 30 bis 32 Minuten. Nach dem Erhitzen müssen der Phosphatasenachweis negativ und der Peroxidasenachweis positiv sein.

Aus ernährungs-physiologischen Gründen und aufgrund der geschmacklichen Veränderung (Kochgeschmack) der Milch findet die Hoherhitzung kaum noch Anwendung bei der Milchpasteurisation. Sie wird hauptsächlich für die Wärmebehandlung von Rahm eingesetzt. Die Hoherhitzung erfolgt im kontinuierlichen Durchfluß bei 85 bis 127 °C unter solchen Temperatur-Zeit-Bedingungen, daß der Phosphatase- und der Peroxidasenachweis negativ ausfallen (N.N. 2000).

Heute wird in den Molkereien für die Milchpasteurisation vor allem das geschmacks- und nährstoffschonende Kurzzeiterhitzungsverfahren angewendet (N.N. 1994). Es ist gekennzeichnet durch ein verhältnismäßig kurzes Erhitzen der Milch im kontinuierlichen Durchfluß auf 72 bis 75 °C mit einer Heißhaltezeit von 15 bis 30 Sekunden. Nach dem Erhitzen müssen der Phosphatasenachweis negativ und der Peroxidasenachweis positiv sein (N.N. 2000). Die Temperatur-Zeit-Kombinationen der Kurzzeiterhitzung wurden anhand der Letalkurve von Tuberkelbakterien, einer der maßgebenden pathogenen Keimarten, ausgewählt (NIEMIERSKI 1986). Ziel der Kurzzeiterhitzung als besonders schonendes Erhitzungsverfahren ist die Abtötung der auf Mensch und Tier übertragbaren Infektionserreger unter weitestgehender Erhaltung der Rohmilcheigenschaften. Dabei ist die Abtötung thermolabiler Mikroorganismen 100%ig, jedoch thermodurer Mikroorganismen äußerst gering. Kurzzeiterhitzte Milch sowie aus ihr hergestellte Erzeugnisse sind deshalb nur unter Kühlung einige Tage haltbar. Ein vernachlässigbar kleiner Verlust an Ascorbinsäure ist zu verzeichnen. Die Abtötung von mesophilen Sporen, die Destabilisierung der Fettkugelmembranen sowie der Verlust an den Vitaminen Thiamin und Riboflavin, die Aminosäureblockierung an Lysin, die Bildung von Reaktionsprodukten und der Kochgeschmack sind bei der Kurzzeiterhitzung nicht nachweisbar (LINDNER 1986).

3.2.2. Einfluß der Pasteurisation auf Zusammensetzung und Eigenschaften der Milch

Milch ist ein polydisperses Gemisch aus Trockenmassebestandteilen und Wasser. Die Bestandteile der Milch unterteilen sich in anorganische und organische Stoffe (siehe Tab. 1).

Tab. 1: Bestandteile der Milch (TÖPEL 1987)

anorganische Stoffe	Anteile in %	organische Stoffe	Anteile in %
Wasser	87 - 88	Fett	3,0 - 5,6
Salze (in Form der Kationen und Anionen)	0,7 - 0,8	Eiweiß	3,3 - 3,8
Gase (CO ₂ , N ₂ , O ₂)	< 0,001	Laktose	4,6 - 4,7
		Phosphatide	0,03
		Sterine	0,01
		Vitamine	0,0023 - 0,0025
		Enzyme	< 0,001

Das Fett liegt emulgiert, die Proteine kolloidal in der wäßrigen Lösung der übrigen Milchbestandteile vor. Der Gehalt an Laktose und Milchfett wird durch das Erhitzen nicht beeinflusst, ebenso der Gehalt an Fettsäuren. Milcheiweiß besteht zu rund 80 % aus Casein und zu rund 20 % aus Molkeneiweiß (HETZNER 1996). Casein ist sehr hitzestabil. Es erfährt jedoch durch die Erhitzung der Milch eine gewisse Auflockerung der Molekülstruktur. Molkenproteine erleiden unter der Hitzeeinwirkung eine Denaturierung. „Denaturierung“ bedeutet nicht Zerstörung von lebenswichtigen Stoffen, sondern u.a. eine Veränderung der Gerinnungseigenschaften des Milcheiweißes. Die Gerinnung verzögert sich und das Gerinnsel wird weicher. Außerdem ist ein Trypsin-Inhibitor in der Rohmilch wirksam, der aber durch die Erhitzung inaktiviert wird. Bekannt ist die Schädigung der Aminosäure Lysin bei auftretender Maillard-Reaktion. Die durchschnittlichen Verluste an verfügbarem Lysin betragen beim Pasteurisieren jedoch nur 0,6 bis 2 %. Wärmebehandelte Milch enthält also annähernd ebenso biologisch hochwertiges Eiweiß wie Rohmilch (FEHLHABER/ JANETSCHKE 1992).

Eine stärkere Hitzebelastung der Milch ist vor allem durch den Kochgeschmack bzw. -geruch erkennbar. Dieser wird insbesondere durch flüchtige, sehr geruchsintensive Schwefelverbindungen (Schwefelwasserstoff, Methylsulfid) verursacht, welche bei der Denaturierung der Molkenproteine abgespalten werden (DREWS et al. 1983). In kurzzeiterhitzter Milch ist die Denaturierung der Molkenproteine gering, daher tritt in dieser ein Kochgeschmack praktisch nicht auf. Bei der Kurzzeiterhitzung werden etwa 1 % der Molkenproteine denaturiert (FEHLHABER/JANETSCHKE 1992).

Das Aussehen der Milch wird durch die Erhitzung vor allem in farblicher Hinsicht verändert. Beim Erhitzen über 100 °C nimmt der Weißton zu. Die Bräunung der Milch infolge der Maillard-Reaktion setzt noch später ein (BLANE 1981).

Ein essentieller Mineralstoff der Milch ist das Calcium. Es liegt in drei verschiedenen Zustandsformen vor, die untereinander im Gleichgewicht stehen. Man unterscheidet zwischen gebundenem Calcium, colloidalem Calciumphosphat und gelöstem Calcium. Durch die Erhitzung weisen die Calciumsalze eine geringere Löslichkeit auf. Mit steigender Temperatur erhöht sich die Menge des Calciums, das an das Milcheiweiß gebunden wird.

Die Vitaminverluste bei der Pasteurisation von Milch sind verhältnismäßig gering. Am unempfindlichsten erweisen sich die fettlöslichen Vitamine (A, D und E) sowie Riboflavin (B₂),

Pantothensäure, Biotin und Niacin. Nur 0 bis 5 % der genannten Vitamine gehen durch die Pasteurisation verloren. Ascorbinsäure, Vitamin B₁₂, Folsäure, Pyridoxin und Thiamin (B₁) sind dagegen hitzelabil. Die Pasteurisation bewirkt bei diesen Vitaminen einen Verlust von 5 bis 10% (BRUNCKE et al. 1976).

Die wichtigsten Enzyme der Milch gehören zu den Oxydo-Reduktasen und zu den Hydrolasen (siehe Tab. 2). Oxydo-Reduktasen bewirken Redoxvorgänge. Zu ihnen zählen alle elektronen- und wasserstoffübertragenden Enzyme. Die Hydrolasen rufen eine hydrolytische Spaltung hervor.

Tab. 2: Wichtige Enzyme der Milch (TÖPEL 1976)

Hydrolasen		Oxydo-Reduktasen	
originärer Ursprung	mikrobieller Ursprung	originärer Ursprung	mikrobieller Ursprung
Protease Amylase Lipase Alkalische und saure Phosphatase	Protease Lactase Lipase Alkalische und saure Phosphatase	Peroxydase Xanthinoxidase Katalase	Katalase

Die Herkunft der in der Milch vorkommenden Enzyme kann verschiedener Art sein. Immer aber stammen sie aus Zellen, die entweder an der Sekretion der Milch beteiligt sind oder als Bakterienzellen in die Milch gelangen. So sind die Enzyme einer frisch ermolkenen Milch

- originären Ursprungs, das heißt, sie entstammen dem Blut oder dem Drüsenparenchym und werden bei der Milchsekretion mit ausgeschieden, bzw.
- bakteriellen Ursprungs, indem sie einmal das Produkt der die Milchdrüse normalerweise besiedelnden Keime oder zum anderen das Produkt von Keimen sind, die als Verunreinigung nach dem Melken in die Milch gelangten.

Die Enzyme originären Ursprungs weisen eine gewisse Konstanz ihres Gehaltes in normaler, nicht sekretionsgestörter Milch auf. Durch die Mikroorganismen in die Milch gelangende Enzyme bestehen ebenso wie die originären Enzyme aus kolloidalen Eiweißstoffen (KIELWEIN 1994).

Die Wirkung der Enzyme hängt von verschiedenen Einflußfaktoren ab. Das sind vor allem Temperatur, pH-Wert und Redoxpotential. Ein Temperaturanstieg beschleunigt chemische

Reaktionen. Auch Enzymreaktionen vollziehen sich bei Erhöhung der Temperatur schneller. Ab einer bestimmten Temperatur setzt die Denaturierung der Proteinkomponente ein. Die Reaktionsgeschwindigkeit verlangsamt sich. Bei weiterer Temperaturerhöhung wird das Enzym vollständig inaktiviert. Für jedes Enzym bestehen somit ein Temperaturoptimum und eine Inaktivierungstemperatur. Das Temperaturoptimum ist der Temperaturbereich, in dem die Enzymreaktion mit der größten Geschwindigkeit abläuft. Gleiches trifft auch für den Einfluß des pH-Wertes zu. Soll eine schnelle Enzymreaktion herbeigeführt werden, sind die Reaktionsbedingungen so zu wählen, daß sowohl das Temperatur- als auch das pH-Optimum erreicht ist. Das Temperaturoptimum tierischer Enzyme liegt meist bei 37 °C. Wird das Temperaturoptimum überschritten, so läßt die Aktivität stark nach, bis sie bei höheren Temperaturen völlig zum Erliegen kommt (TÖPEL 1987). Die Inaktivierung ist auf eine teilweise Zerstörung der Eiweißstruktur zurückzuführen. Der Grad der Inaktivierung hängt von der Temperaturhöhe und der Zeit der Temperatureinwirkung ab. Das Ausbleiben der Enzymwirkung in wärmebehandelter Milch läßt Rückschlüsse auf Erhitzungstemperatur und Heißhaltezeit zu. Zum Erkennen der Beschaffenheit der Milch wird die Wirkung der Peroxydase, Katalase und alkalischen Phosphatase herangezogen (MATISSEK/SCHNEPEL/STEINER 1992).

Die Phosphatasen sind eine wichtige Enzymgruppe der Hydrolasen. Sie katalysieren die Hydrolyse der Phosphorsäureester. Es gibt verschiedene Phosphatasen, die sich in Substratspezifität, pH-Optimum, Temperaturoptimum und Inaktivierungstemperatur unterscheiden. Sie differieren sehr stark in ihren Eigenschaften (BALTES 1989). Die saure Phosphatase gehört zu den hitzestabilsten Enzymen überhaupt (DREWS et al. 1983). Das pH-Optimum liegt zwischen pH 4,0 und pH 5,5. Der Gehalt an originärer saurer Phosphatase beträgt etwa 4 % der alkalischen Phosphatase. Beim Entrahmen der Milch gehen mehr als 85 % der Aktivität der sauren Phosphatase in die Magermilch über. Von den Mikroorganismen bilden Arten der Gattung *Staphylococcus* sowie *Achromobacter*- und *Penicillium*arten eine saure Phosphatase. Die bakterielle saure Phosphatase wird erst bei 90 °C in 5 Minuten inaktiviert (TÖPEL 1987). Weit wichtiger als die saure Phosphatase ist die alkalische Phosphatase mit einem pH-Optimum von pH 9,0 bis pH 10,0. Mit fallendem pH-Wert nimmt ihre Aktivität rasch ab. Bei pH 5,0 zeigt sie praktisch keine Wirkung mehr. Alkalische Phosphatase kommt zusammen mit der Xanthinoxidase in den Mikrosomen vor, die an der Oberfläche der Fettkügelchen adsorbiert sind. 50 bis 60 % der Phosphatase verteilen sich auf die fettfreie, der Rest auf die Fettphase.

Die bakterielle alkalische Phosphatase ist temperaturresistenter als die originäre alkalische Phosphatase. Ihre Inaktivierung erfolgt bei 70 °C nach 5 Minuten Heißhaltezeit. Alkalische Phosphatase originären Ursprungs wird bereits bei folgenden Temperatur-Zeit-Relationen inaktiviert:

- bei 62 °C nach 30 min;
- bei 70 °C nach 90 s;
- bei 72 °C nach 15 s;
- bei 80 °C nach 0,45 s.

Die Temperaturen zur Hitzedenaturierung der originären alkalischen Phosphatase gehen mit den Temperaturen zur Vernichtung pathogener Keime parallel, ohne die Hauptbestandteile der Milch in größerem Maße zu beeinträchtigen. Somit gibt die Gegenwart originärer alkalischer Phosphatase einen zuverlässigen Hinweis auf ungenügende Pasteurisation der Milch (TÖPEL 1987). Die Menge der verbliebenen originären alkalischen Phosphatase, bezogen auf die ursprünglich in der Rohmilch vorhandenen Phosphatasemenge, bezeichnet man als Restphosphatase. Sie tritt auf, wenn Milch unter Bedingungen erhitzt wird, die etwas unterhalb der gesetzlich vorgeschriebenen Mindestwerte (72 °C / 15 s für die Kurzzeiterhitzung bzw. 62°C / 30 min für die Dauererhitzung) liegen.

3.2.3. Nachweisverfahren für die Pasteurisation von Milch

3.2.3.1. Naturwissenschaftliche Grundlagen

In den Molkereien sind betriebseigene Nachweise zeitlich geordnet zwei Jahre aufzubewahren und der zuständigen Behörde auf Verlangen vorzulegen. Dies hat jedoch keine Gültigkeit für Erzeugnisse auf Milchbasis, die nicht bei Umgebungstemperatur gelagert werden können. Bei denen sind die Nachweise zwei Monate ab dem Verbrauchsdatum oder dem Mindesthaltbarkeitsdatum des Erzeugnisses aufzubewahren (N.N. 2000).

Heute wird während der Milchbearbeitung die ordnungsgemäße Erhitzung anhand von Temperatur-Aufzeichnungen überwacht. Eine nachträgliche Kontrolle der Pasteurisationswirkung erfolgt meist mit Hilfe von Enzymreaktionen. Die enzymatischen Nachweise gehören als fester Bestandteil zur milchwirtschaftlichen Untersuchungstechnik (N.N. 1990). Herkömmlich besteht die enzymatische Prüfung aus wenigen Pipettierschritten, visuellen Farbvergleichen oder aufwendigen spektralphotometrischen Ablesungen und dem Berechnen

des Ergebnisses (MAIER 1990). Enzymatische Methoden sind im Vergleich zu mikrobiologischen Untersuchungen Schnellmethoden. Die enzymatische Substratbestimmung dürfte wohl eine der wenigen Methodiken sein, die gleichzeitig alle Anforderungen erfüllt, die man an Referenzmethoden, gebräuchliche Methoden und Schnellmethoden stellt (BALTES 1994). Enzyme sind Reagenzien mit der höchsten Spezifität. Reaktionen, die sie katalysieren, führen zu sehr genauen Ergebnissen. Enzymatische Nachweise lassen sich sehr empfindlich und mit hoher Präzision gestalten. Bei der Analytik von Lebensmitteln treten nur selten Störungen auf. Diese Störungen sind rasch und einfach zu erkennen und auch zu beheben. Die Kosten für Geräte und Verbrauchsmaterial sind relativ gering und gestalten die enzymatische Analytik gegenüber der mikrobiologischen äußerst wirtschaftlich. Alle Anforderungen an Arbeitsschutz und Umweltschutz werden erfüllt. Es gibt keine Entsorgungsprobleme, da die biochemischen Reagenzien ungefährlich sind (DORN 1998).

Aus den recherchierten Patenten (siehe Anlage 1) geht hervor, daß für die Überprüfung der ordnungsgemäßen Kurzzeit- und Dauererhitzung allgemein die Phosphataseprobe als Negativtest herangezogen wird. Kuhmilch enthält originär in größerem Maße alkalische Phosphatase. Diese ist wie viele Enzyme hitzeempfindlich. Die meisten pathogenen Mikroorganismen, die in der Milch vorkommen können, sind noch thermolabiler als die alkalische Phosphatase. Bei einer Erhitzung, die zum Verschwinden der Phosphataseaktivität führt, werden auch die pathogenen Erreger abgetötet. Hierzu zählen vor allem die Tuberkulosebakterien, Brucellen, *Corynebacterium diptheriae* und *Salmonella typhi* et paratyphi. Alkalische Phosphatase kann deshalb als Indikator für die Unterscheidung von Rohmilch und pasteurisierter Milch dienen (LINDNER 1986).

In der internationalen Milchwirtschaft erlangten die Phosphatasenachweise eine derartige Bedeutung, daß für Vergleichszwecke eine Phosphataseeinheit definiert wurde. Eine Phosphataseeinheit (IPE) ist die Menge, die unter den Bedingungen der Phosphataseprobe 1 µg Phenol aus Dinatriumphenylphosphat freisetzt (SCHLIMME et al. 1992). Die Phosphatasenachweise beruhen auf einer Ermittlung der Spaltprodukte von Phosphorsäureestern, wobei Glycerin-Phosphat, Phenolphthalein-Phosphat, p-Nitrophenylphosphat und Dinatriumphenylphosphat als Substrate zur Anwendung kommen (BAUMGART 1990). Für Routineuntersuchungen im Molkereilabor haben sich folgende Substrate durchgesetzt:

- Dinatrium-p-Nitrophenylphosphat (Reagens nach Aschaffenburg und Mullen) sowie
- Dinatriumphenylphosphat (Reagens nach Sanders und Sagar).

P-Nitrophenylphosphat ist eine farblose Substanz, die nach der Hydrolyse ein gefärbtes Spaltprodukt ergibt. Das abgespaltene p-Nitrophenol tritt mit gelber Eigenfarbe auf. Dagegen muß das aus Dinatriumphenylphosphat abgespaltene Phenol erst mit 2,6-Dibrom-N-Chlor-p-Chinonimin zu einem blauen Indophenolfarbstoff reagieren (TÖPEL 1976; N.N. 1994).

3.2.3.2. Methoden und Verfahren

Zum Nachweis der alkalischen Phosphatase in Milch werden unter anderen die IDF-Standard-Methoden 63: 1971 und die europäische Referenzmethode als statische Messungen ausgeführt. Das Ergebnis der Aktivitätsbestimmung der alkalischen Phosphatase wird bei der IDF-Standard-Methode 63: 1971 und bei der europäischen Referenzmethode in μg Phenol pro ml Milch angegeben. Milch mit einer Phosphataseaktivität von unter $4 \mu\text{g}$ Phenol/ml gilt als phosphatasenegativ (N.N. 1971).

Weiterhin wurde die IDF-Standard-Methode 82A: 1987 als „Screening“-Methode zum Nachweis der Phosphatase-Aktivität in Milch und Milchprodukten etabliert, die mit p-Nitrophenylphosphat als Substrat arbeitet. Eine ordnungsgemäße Pasteurisation liegt vor, wenn der verbleibende Anteil an alkalischer Phosphatase weniger als $10 \mu\text{g}$ p-Nitrophenol pro ml pasteurisierter Milch unter den Meßbedingungen der IDF-Standard-Methode 82A: 1987 freisetzt (N.N. 1987).

Mit den IDF-Analyseverfahren sind 0,5 % Rohmilch in pasteurisierter Milch bzw. 0,2 % in rekonstituierter Milch nachweisbar (N.N. 1991; SCHLIMME et al. 1992).

In der amtlichen Sammlung nach § 35 LMBG wird als eine mögliche Methode zur Bestimmung der Phosphataseaktivität das modifizierte Sanders- und Sagar-Verfahren aufgeführt. Hier wird die Phosphataseaktivität von Milch durch die Fähigkeit der Phosphatase, Phenol aus Dinatriumphenylphosphat freizusetzen, innerhalb einer zwei- bis dreistündigen Reaktionszeit bestimmt. Die Menge an freigesetztem Phenol wird durch photometrische Messung einer mit dem Gibb'schen Reagens entwickelten Farbe ermittelt. Zur Messung dient ein Spektralphotometer, das für Ablesungen bei einer Wellenlänge von 610 nm geeignet ist (N.N. 1994).

Eine weitere Methode für die Bestimmung der Phosphataseaktivität nach § 35 LMBG ist das Verfahren nach Aschaffenburg und Mullen. Die Milchprobe wird mit einem Puffersubstrat zu pH 10,2 vermischt und bei einer Temperatur von 37 °C 2 Stunden bebrütet. Die in der Probe vorhandene alkalische Phosphatase setzt unter diesen Bedingungen p-Nitrophenol aus Dinatrium-p-Nitrophenylphosphat frei. Das freigesetzte p-Nitrophenol wird durch direkten visuellen Vergleich mit Standardfarbgläsern in einem Komparator unter Verwendung von reflektiertem Licht bestimmt (N.N. 1981).

Die optimierte Methode nach Schlimme, Thiemann, Wolter, Meisel und Beutler zur Bestimmung der alkalischen Phosphatase in Milch mit p-Nitrophenylphosphat als Substrat nutzt eine Diethanolamin-Pufferlösung sowie eine Detergenzlösung auf der Basis von Isotridecanol-Polyethylenglykol (SCHLIMME et al. 1992).

Patent EP 0 401 813 A2 beschreibt ein Verfahren, bei dem eine Milchprobe mit einem selbst anzeigenden fluorimetrischen Substrat versehen wird. Nach der Hydrolyse des Phosphatradikals der alkalischen Phosphatase wird die mit Substrat versehene Probe elektromagnetischer Strahlung einer bestimmten Wellenlänge ausgesetzt und die Erhöhung der Fluoreszenz auf eine zweite Wellenlänge gemessen. Die Erhöhung ist linear zur Aktivität der alkalischen Phosphatase in der untersuchten Milch. Mit dieser Methode zur Bestimmung der alkalischen Phosphatase ist der Nachweis eines Rohmilchanteils von 0,01 % in pasteurisierter Milch möglich (ROCCO 1990). Auf diesem Prinzip basierend erfolgt der Charm-Test. Er kann im Szintillationszähler oder im Lumineszenzgerät bis zu 0,005 % Rohmilch in pasteurisierter Milch über den Gehalt an alkalischer Phosphatase nachweisen. Ist in einer Probe Phosphatase enthalten, so wird Chemolumineszenz erzeugt. Die Höhe dieser Lichtreaktion korreliert mit der Menge der vorhandenen alkalischen Phosphatase (N.N. 1997).

Patent DE 4117619 C2 beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung der alkalischen Phosphatase in Zellen durch Inkubieren der Zellen mit einer alkalischen Lösung eines aromatischen Phosphorsäureesters und eines Diazonium-Salzes. Der durch die alkalische Phosphatase aus dem Phosphorsäureester gebildete aromatische Alkohol wird über eine Azokupplung mittels des Diazonium-Salzes in eine Azoverbindung überführt. Unter Verwendung eines organischen Lösungsmittels wird die membranständig ausgefallene Azoverbindung selektiv aus der Zellmembran herausgelöst und quantitativ durch Messen der Extinktion der resultierenden organischen Lösung bei einer geeigneten Wellenlänge gegen einen entsprechenden Leerwert

bestimmt. Aus der Konzentration der gebildeten Azoverbindung und aus der Zahl der untersuchten Zellen kann die Aktivität der alkalischen Phosphatase quantitativ ermittelt werden (SCHMIDT 1993).

Der Aktivitätsnachweis der alkalischen Phosphatase nach Patent DE 196 39 538 A1 wird in einem pH-Bereich von pH 8,0 bis pH 10,5 durchgeführt. Zum Nachweis der Aktivität der alkalischen Phosphatase wird als Substrat NBT/BCIP eingesetzt. Als besonders geeignet erweisen sich sogenannte NBT/BCIP-Ready-to-use-Tabletten. BCIP dient hierbei als Alkalische Phosphatase-Substrat, das nach seiner Dephosphorylierung oxidativ in einen blauen Indigofarbstoff überführt wird. Als Oxidationsmittel wirkt NBT, welches bei dieser Reaktion sich ebenfalls zu einem rötlich-blauen Farbstoff wandelt und damit farbverstärkend ist. Zur Probenvorbereitung verdünnt man die Milch mit der Pufferlösung. Als Enzym-Standardlösung dienen milcheigene Alkalische Phosphatase-Standard-Lösungen. Nach der Versuchsvorbereitung werden kleine Mengen des verdünnten Probenmaterials und des verdünnten Standardmaterials auf feste Träger aufgebracht und 30 Minuten getrocknet. Anschließend wird die Membran mit frisch angesetzter Substratpufferlösung überschichtet. Die Inkubation der Proben erfolgt bei Raumtemperatur unter Lichtausschluß und ist nach ca. 30 bis 60 Minuten abgeschlossen. Danach wird die Reaktion mit bidestilliertem Wasser gestoppt. Die Auswertung erfolgt durch Vergleich von Farbintensitäten der Probenspots mit denen der Spots der Standard-Verdünnungsreihe. Die alkalische Phosphatase gilt dann als inaktiv, wenn kein sichtbar gefärbter Spot zu erkennen ist (FISCHER 1996).

Mit den genannten quantitativen Methoden sind kleinste Rohmilchanteile in pasteurisierter Milch nachweisbar. Die Prozeduren sind jedoch sehr zeitaufwendig und erfordern einen hohen apparativen Aufwand sowohl für die Probenvorbereitung als auch die Detektion der Färbung. Aus diesen Gründen erfolgt im Rahmen der Qualitätssicherung in den Molkereien der Nachweis alkalischer Phosphatase heute meist mit den beiden nachstehend beschriebenen qualitativen Methoden.

Bei dem Phosphatasenachweis „Lactognost“ gibt man in zwei Reagenzgläser je 10 ml destilliertes Wasser, 1 Tablette Lactognost I und 1 Tablette Lactognost II. In ein Reagenzglas wird 1 ml der Milchprobe pipettiert und das andere Reagenzglas 1 ml Milch, die vorher durch Erhitzen auf 85 °C sicher phosphatasefrei gemacht wurde. Beide Reagenzgläser werden im Wasserbad oder Brutschrank 1 Stunde bei 37 °C gehalten. Danach gibt man in jedes Glas einen

gestrichen vollen Dosierlöffel Lactognost-III. Nach 10 Minuten wird die bei positivem Ausfall infolge von kontaminierter bzw. unzureichend erhitzter Milch entstandene Blaufärbung im Analyseglas gegen die Kontrollprobe verglichen. Die Farbstufenbestimmung erfolgt visuell anhand eines beiliegenden Farbstufenschemas. Je größer der Phosphataseanteil, desto intensiver die Blaufärbung.

Patent DE-PS 1 285 217 (KONRAD 1962) und Fachbereichsstandard 29 273/46 der ehemaligen Deutschen Demokratischen Republik (N.N. 1983) erläutern einen Phosphatasenachweis mit Indikatorpapier. Die verwendete Substratpufferlösung auf der Basis von p-Nitrophenylphosphat weist eine hohe Spaltungsgeschwindigkeit bei großer Lagerungsstabilität auf. P-Nitrophenylphosphat spaltet bei der enzymatischen Hydrolyse eine im alkalischen Bereich gefärbte Komponente ab. Eine separate sekundäre Farbentwicklung ist überflüssig. Da im Gegensatz zu anderen bekannten Phosphataseproben nicht ein Reagenzglasversuch, sondern ein Indikatorpapier die Enzymaktivität nachweist, wird ein entsprechend geeignetes Filtrierpapier benötigt. Das Papier besitzt eine mittlere Saugfähigkeit und weist keine gelbliche Eigenfarbe auf. Nach Benetzung mit der Milchprobe erfolgt die Bebrütung bei 37 °C über 2 Stunden. Der Phosphataseteststreifen ist in Kunststoffolie eingeschweißt, um das Austrocknen und damit den Stillstand der Reaktion zu verhindern. Zum besseren Erkennen der Gelbfärbung wird ein zweiter in phosphatasefrei abgekochte Milch getauchter Streifen Indikatorpapier als Blindprobe unter den gleichen Bedingungen bebrütet und zum visuellen Farbvergleich herangezogen. Wie bei den meisten Enzymreaktionen steigt in einem gewissen Bereich die durch alkalische Phosphatase umgesetzte Substratmenge parallel zur Bebrütungsdauer an. Je länger ein mit Milch getränkter Indikatorpapierstreifen inkubiert wird, umso höher ist die abgespaltene p-Nitrophenolmenge und damit die Intensität der Gelbfärbung des Papiers. Extrem lange Inkubationszeiten können jedoch zu einer Inhibierung des Enzyms durch p-Nitrophenol führen. Außerdem würden sie den Anforderungen der Molkereipraxis widersprechen (KONRAD 1961).

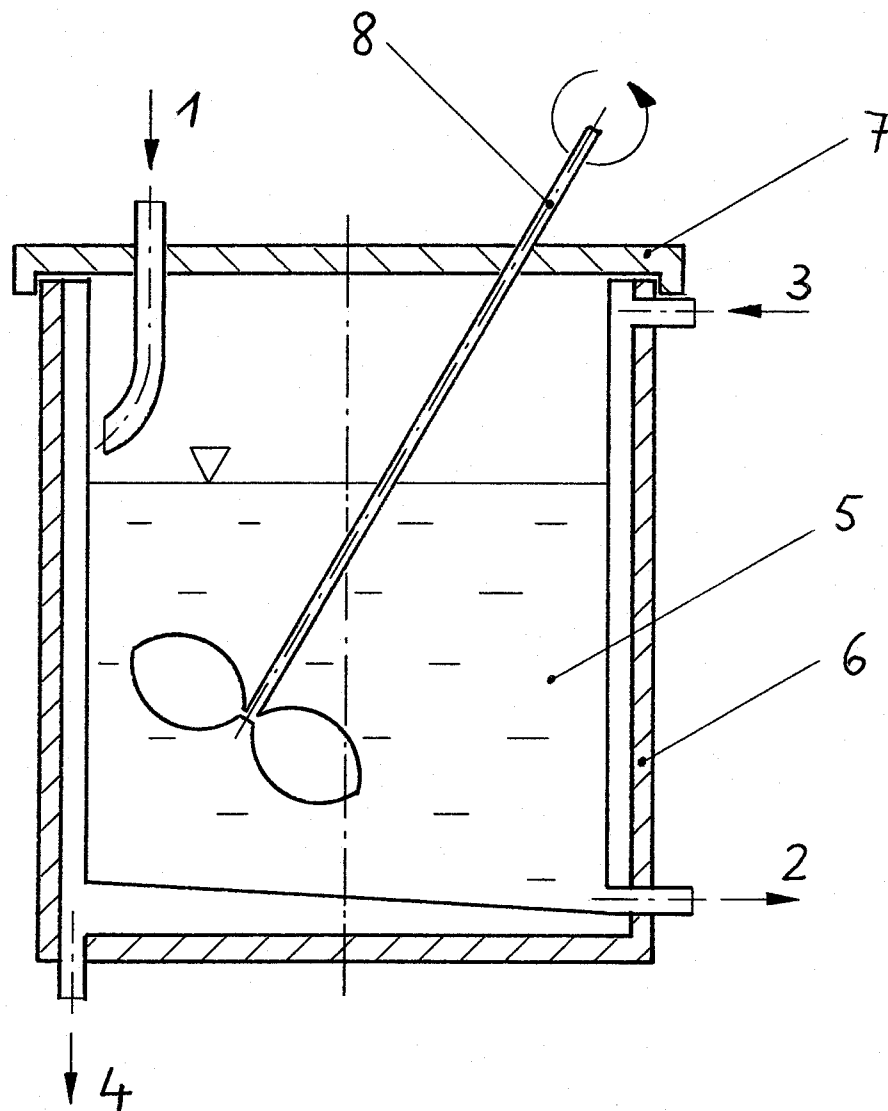
Mit diesen beiden qualitativen Methoden lassen sich unter geringem apparativen Aufwand noch 0,3 bis 0,5 % Rohmilch und bei der Kurzzeiterhitzung Temperaturunterschreitungen um 2 Kelvin bzw. Verweilzeitverkürzungen um 10 Sekunden in ca. 2 Stunden nachweisen (RAUSCHER/ENGST/FREIMUTH 1986). Besonders durch Schweiß, Speichel, Tabakrauch sowie phenolhaltige Lippenstifte, Salben und Hautcrems können jedoch Fehldiagnosen auftreten (TÖPEL 1987).

3.3. Milchpasteure

3.3.1. Aufbau und Wirkungsweise von Milchpasteuren

3.3.1.1. Temperierbehälter

In Kleinstbetrieben und Prozeßabschnitten, bei denen eine thermische Behandlung des Verarbeitungsgutes über längere Dauer erfolgt, finden Temperierbehälter Einsatz. Es handelt sich um doppelwandige Behältnisse mit unterschiedlichem Fassungsvermögen, die als Kessel oder Wanne gestaltet sein können (KOLBE 1991). Abbildung 1 zeigt in schematischer Darstellung den grundsätzlichen Aufbau eines derartigen Behälters.



- | | |
|------------------------|--------------------------------|
| 1... Produktzufluß | 5... Innenbehälter mit Produkt |
| 2... Produktabfluß | 6... Isoliermantel |
| 3... Wärmeträgerzufluß | 7... Deckel |
| 4... Wärmeträgerabfluß | 8... Rührer |

Abb. 1: Temperierbehälter

Der Wärmeträger (Dampf, Warmwasser, Kaltwasser) befindet sich im Raum zwischen äußerer und innerer Behälterwand. Um Energieverluste einzuschränken, sind die Behälter außen meist mit einer Isolierschicht versehen. Zur Unterstützung der gleichmäßigen Wärmeverteilung im Verarbeitungsgut verfügen die Behälter über Rührwerke. In zylindrischen Behältern fördern besonders exzentrisch angeordnete Rührwerke die gute Durchmischung des zu behandelnden Produktes. Bei geschlossener Bauweise sind die Behälter für die Umlaufreinigung nach dem CIP-Verfahren mit Sprühdüsen ausgestattet. Der Behälterauslauf ist an der tiefsten Stelle angeordnet, um eine Pfützenbildung nach dem Entleeren zu verhindern. Die Absperrarmatur ist so angebracht, daß sich die Dichtfläche unmittelbar am Behältermantel befindet. Der zulässige Abstand zwischen Dichtfläche der Armatur und dem Behältermantel beträgt $\leq 2 \times$ Innendurchmesser des Auslaufrohres (GRASSHOFF 1980). Für das Befüllen des Temperierbehälters mit Rohmilch und das Entleeren der pasteurisierten Milch werden getrennte Rohrleitungssysteme verwendet.

Die Einhaltung der Erhitzungs- und Heißhaltetemperatur kann über eine Grenzwertschaltung sichergestellt werden. Sie zeigt das Erreichen der Solltemperatur an oder beendet selbsttätig den Aufheizvorgang. Eine Zeitschalteneinrichtung signalisiert nach ≥ 30 Minuten das Ende der Pasteurisation oder löst die Rückkühlphase automatisch aus. Die Temperatur der Milch wird während der Bearbeitung gemessen und aufgezeichnet. Als Temperaturfühler dienen wegen der allgemeinen Systemgenauigkeit und -stabilität Platin-Widerstandsthermometer. Bei der Konsummilchherstellung beträgt die Bearbeitungsdauer 1,5 Stunden. Realisiert der Temperierbehälter die Rückkühlung auf 20 °C in $\leq 0,5$ Stunden, werden für die Tiefkühlphase auf 6 °C zusätzlich 30 Minuten toleriert (SCHWAB 1996).

3.3.1.2. Röhren-, Rohrbündel- und Plattenapparate

Praktisch bedeutende konstruktive Ausführungsvarianten für Wärmeübertrager im Durchflußverfahren sind Röhren-, Rohrbündel- und Plattenapparate. Bei diesen Milchpasteuren erfolgt die Wärmeübertragung mittels Wärmedurchgang (GOETZ 1964). Bei den kontinuierlich betriebenen Apparaten wird auf eine schnelle Temperaturänderung des zu behandelnden Mediums abgezielt. Voraussetzung dafür sind ein hoher Wärmedurchgangskoeffizient sowie eine große Temperaturdifferenz zwischen dem Wärmeträger und dem zu behandelnden Medium. Die nachstehenden Formeln verdeutlichen das Problem.

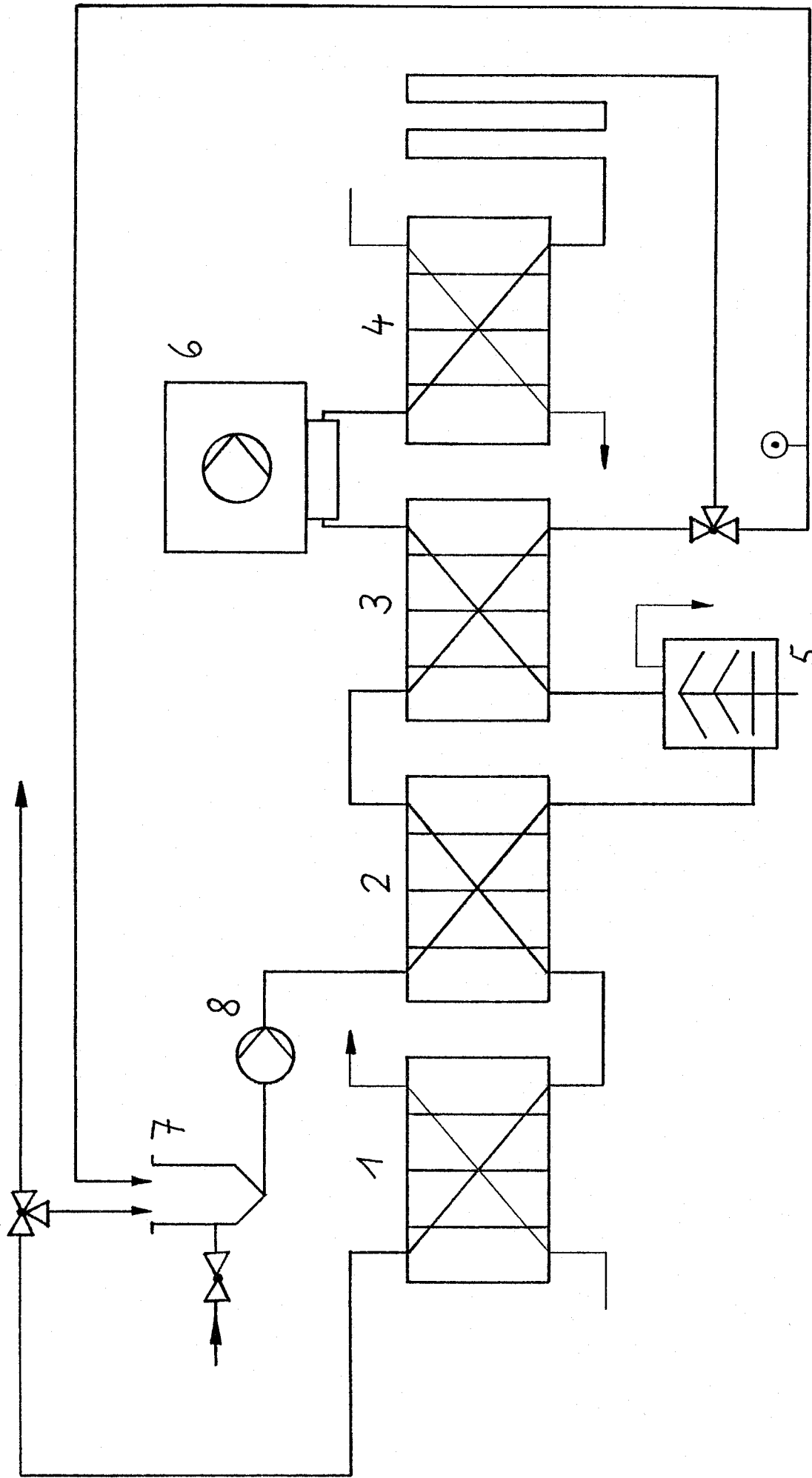
$$\dot{Q}_w = k \cdot A \cdot \Delta\vartheta_m \quad \text{in W} \quad [1]$$

$$\dot{Q}_r = k_L \cdot l \cdot \Delta\vartheta_m \quad \text{in W} \quad [2]$$

Der Wärmedurchgangskoeffizient ist unter anderem abhängig von der Strömungsgeschwindigkeit und -form beider flüssigen Medien, den Stoffkennwerten, den Geometrieverhältnissen und den Oberflächeneigenschaften der medientrennenden Wand sowie bei Rohren vom Innen- und Außendurchmesser. Viele Fließwege mit kleinen Rohrdurchmessern bzw. geringen Spaltweiten zwischen den Platten sowie im Gegenstrom zueinander fließende Medien beeinflussen den Wärmeübertragungsprozeß positiv (KOLBE 1991). Verringert sich jedoch der Wärmedurchgangskoeffizient aufgrund zusätzlicher Schutzmaßnahmen gegen das Vermischen von pasteurisierter mit unzureichend erhitzter Milch, wie beispielsweise der Installation von Doppelplatten mit einem Luftspalt, muß zwangsläufig die Wärmeübertragungsfläche vergrößert werden. Eine Erhöhung der Temperaturdifferenz um mehr als 2 K zwischen den beiden strömenden Medien würde durch verstärktes Anbrennen zur Verringerung der Standzeit des Pasteurs führen.

Abbildung 2 veranschaulicht einen kontinuierlich arbeitenden Pasteur für die Kurzzeiterhitzung von Milch.

Eine Pumpe fördert Rohmilch in die erste Wärmerückgewinnabteilung. Hier wird die kalte Rohmilch auf Entrahmungstemperatur (ca. 50 °C) erwärmt und dann zum Separator gefördert. Der Separator dient der Reinigung und Auftrennung von Milch in Rahm und Magermilch. Beim Entrahmen kann man einen Restfettgehalt der Milch von < 0,02 % erreichen (TSCHEUSCHNER 1996). Gleichzeitig werden Verunreinigungen bis zur Größe von Bakterienkonglomeraten ausgeschleudert, so daß eine Keimzahlreduktion zu erwarten ist. Viele Käsereien, in wachsendem Maße auch Konsummilch herstellende Betriebe, verwenden zusätzlich Entkeimungszentrifugen. Im Gegensatz zu Reinigungs- bzw. Entrahmungszentrifugen trennen Entkeimungszentrifugen nicht nur Wuchsverbände ab, sondern entfernen etwa 90 % aller in der Milch vorkommenden Keime. Sporen werden aufgrund ihrer im Vergleich zu Keimen größeren Dichte, bedingt durch das verdickte Zellplasma, fast 100%ig beim Baktufugieren ausgesondert.



- 1... Tiefkühlabteilung
- 2... Wärmerückgewinnabteilung 1
- 3... Wärmerückgewinnabteilung 2
- 4... Erhitzungsabteilung
- 5... Separator
- 6... Homogenisator
- 7... Rohmilchvorlaufbehälter
- 8... Rohmilchpumpe

Abb. 2: Kontinuierlich arbeitender Milchpasteur

Durch die im Separator erzeugte Rotation der Flüssigkeit und seinen feststehenden Magermilchgreifer gelangt die Milch in die zweite Wärmerückgewinnabteilung. Dort wird die vorgewärmte Rohmilch durch die im Gegenstrom fließende, bereits pasteurisierte Milch auf ca. 65 °C erwärmt.

Soll die Milch homogenisiert werden, leitet man sie zu einer Homogenisiermaschine. Hier erfolgt eine definierte mechanische Zerkleinerung der Fettkügelchen, so daß ein Aufrahmen der behandelten Milch reduziert wird. Fettkügelchen mit einem Durchmesser von 2 - 6 µm bilden vor der Homogenisation den Hauptvolumenanteil der in Milch vorkommenden Fetttropfen. Für die Herstellung pasteurisierter Konsummilch werden jedoch Fettkugeldurchmesser von 1 - 2 µm und für die Sterilmilchherstellung von 0,2 - 0,7 µm angestrebt (KESSLER 1996). Um dieses Ziel zu erreichen, wird die Milch unter hohem Druck durch enge Spalte geleitet. Die Spaltweite kann zwischen 14 und 150 µm variieren. Man unterscheidet in Hochdruckhomogenisierung mit Drücken von 10 - 35 MPa und Niederdruckhomogenisierung mit Drücken von 0,5 - 3 MPa (SPREER 1995). Aus dem hohen Druck und dem engen Spalt resultiert die Geschwindigkeit der Milch von 100 - 250 m/s. Bei der Durchströmung eines Homogenisierventils ergibt sich ein großes Geschwindigkeitsgefälle in der Flüssigkeit. Dieses bewirkt zusammen mit starker Turbulenz und Kavitation ein Zerfallen der Fettkügelchen im Spalt sowie unmittelbar dahinter (KURZHALS 1977). Nach Newton gilt für Milch, Rahm und viele andere Flüssigkeiten die nachstehende Gleichung zur Berechnung der Schergeschwindigkeit.

$$\dot{\gamma} = \frac{\tau}{\eta} \quad \text{in s}^{-1} \quad [3]$$

An Stelle der nach Abbildung 2 verwendeten Vollhomogenisierung, bei der die gesamte eingestellte Milchmenge den Homogenisator passiert, kommen auch die Rahmhomogenisierung und die Teilstromhomogenisierung in den Molkereien zum Einsatz. Von der Homogenisiermaschine wird die Milch zum Erhitzer gefördert. Neben den Rohmilchpumpen übernehmen Zentrifugen und Homogenisatoren die Erzeugung des Milchvolumenstroms. Der von ihnen aufgebaute Förderdruck nimmt entlang des Fließweges ab. Somit herrscht in den Wärmerückgewinnabteilungen auf der Milchvorlaufseite ein höherer Druck als auf der Milchrücklaufseite. Der Druckunterschied ist um so größer, je umfangreicher die Wärmerückgewinnabteilungen gestaltet und je höher die Fließgeschwindigkeiten sind.

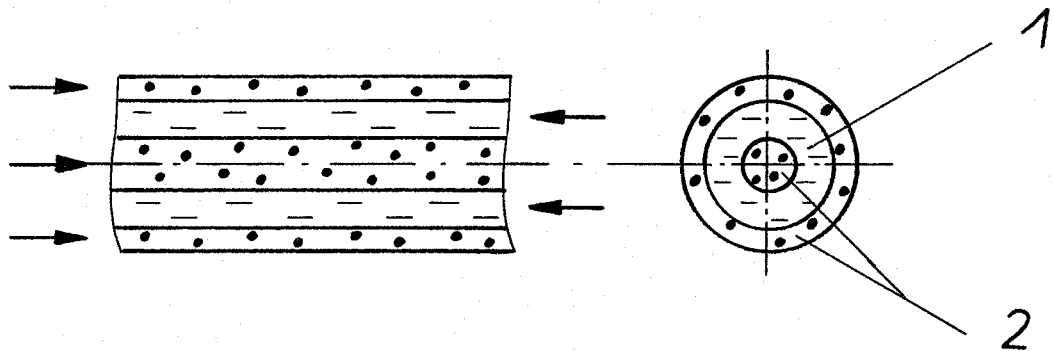
Im Erhitzer fließt die Milch unter turbulenten Bedingungen über Platten- bzw. Rohrwände und wird durch das Heizmedium auf die Pasteurisationstemperatur von 72 bis 75 °C erwärmt. Der sich anschließende Heißhalter kann aus einem Plattenpaket oder einem Röhrenaggregat bestehen. Röhrenheißhalter haben eine geringere Verweilzeitverteilung als Plattenheißhalter; das heißt, die Abweichung der kürzesten und der längsten Verweilzeit der Milchteilchen von der berechenbaren mittleren Verweilzeit ist im Röhrenheißhalter am geringsten. Deshalb finden in der Praxis hauptsächlich Röhrenheißhalter Anwendung. Die konstruktiv durch das Heißhaltervolumen vorgegebene Heißhaltezeit ist während der Pasteurisation, abgesehen von einem vergleichsweise minimalen Einfluß der Belagbildung, ausschließlich vom Volumenstrom abhängig. Bei Volumenstromänderungen z.B. infolge variabler Pumpenförderleistung oder einer Betriebsartänderung von Wiedervermischungs- auf Entrahmungs- oder Teilentrahmungsbetrieb muß gewährleistet sein, daß die gesetzlich geforderte Mindestheißhaltezeit von 15 Sekunden eingehalten wird (BUCHHEIM/BIEWENDT 1995).

Die Abkühlung der pasteurisierten Milch erfolgt auf der Rücklaufseite der Wärmeübertrager im Gegenstrom mit der kalten, zu erwärmenden Rohmilch. 94 bis 96 % der Wärmeenergie der pasteurisierten Milch lassen sich so zurückgewinnen. In der nachfolgenden Tiefkühlabteilung wird bei Konsummilchbetrieb die Milchttemperatur oft mit Hilfe von Eiswasser auf mindestens 6 °C abgesenkt (HERRMANN 1988).

Ausrüstung und Kapazität der Milchbearbeitungslinien richten sich im wesentlichen nach folgenden Kriterien:

- technologische Aufgabenstellung, z.B. mit oder ohne Entrahmen, Baktofugieren, Homogenisieren usw.;
- täglich zu verarbeitende Milchmenge;
- zeitliches Auslasten (Schichtauslastung) der Prozeßlinien (N.N. 1996).

Ein Röhrenapparat besteht aus konzentrisch angeordneten Rohren. Das Produkt fließt meist durch das innere Rohr und das Heiz- oder Kühlmedium durch den zwischen äußerem und innerem Rohr befindlichen Spalt. Bei spiralförmiger Windung der Rohre ergibt sich eine platzsparende Bauweise. Die dreifache Anordnung der Rohre bildet eine weitere Bauvariante. Das Produkt fließt durch den vom inneren und zweiten Rohr geschaffenen Ringspalt. Es wird damit innen und außen vom Energieträger umflossen (siehe Abb. 3).

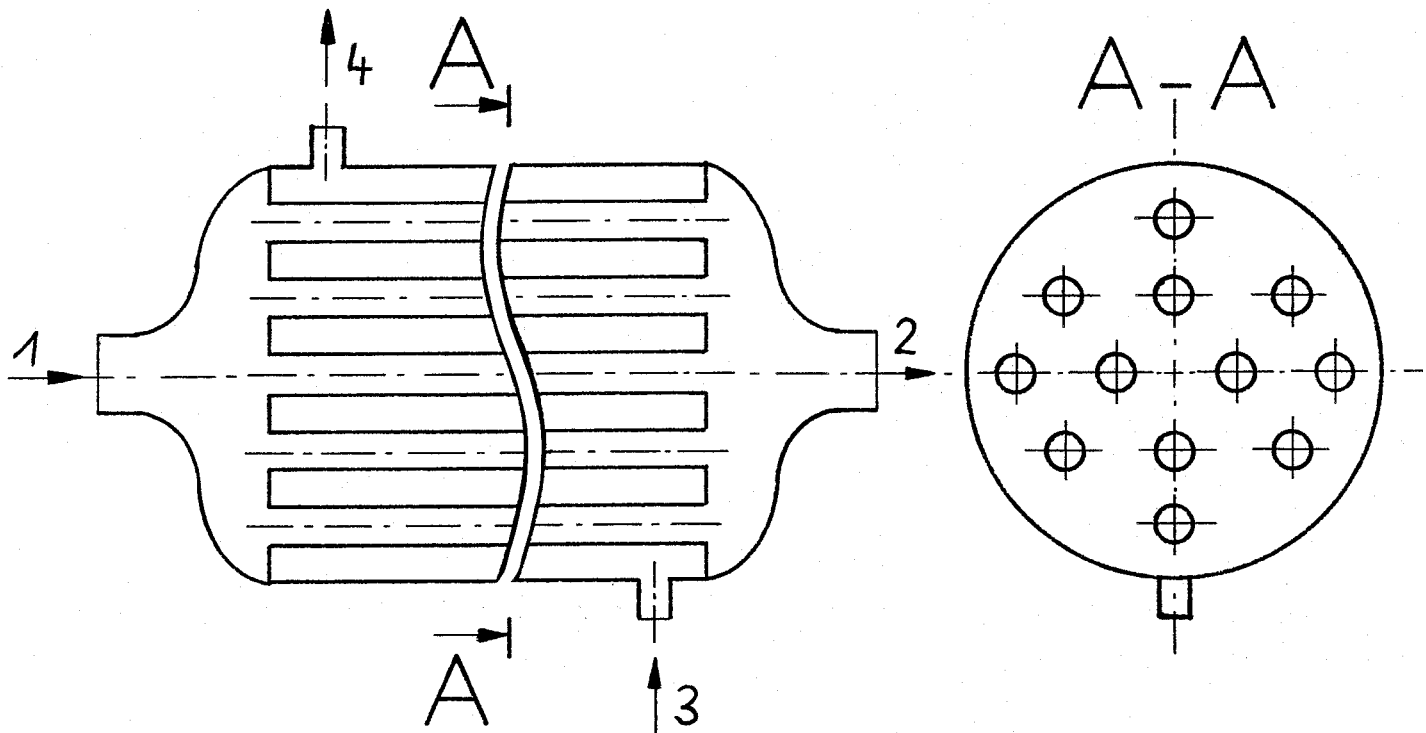


- 1... Produkt
- 2... Wärmeträger

Abb. 3: Röhrenapparat

Beim Rohrbündelapparat werden mehrere produktführende gerade Rohrstücke oder schlangenförmig angeordnete Rohrstränge in einem Mantelrohr bzw. Behälter vom Heiz- oder Kühlmedium umflossen (siehe Abb. 4). Heute setzt man in den Molkereien Rohrbündelapparate vorrangig für die Ultrahocherhitzung von Milch ein. Sie verfügen über eine große Wärmeübertragungsfläche auf relativ kleinem Raum und lassen sich gut mit CIP-Verfahren reinigen. Relevante Daten für die wärmetechnische Auslegung sind die Anzahl der parallelen Innenrohre, der Innenrohrdurchmesser sowie die Anzahl der hintereinander geschalteten Rohrbündel der Produktfließwege. Ihr Einfluß auf die Leistungsparameter der Apparate soll anhand zweier Beispiele verdeutlicht werden.

Um im Vorwärmer der indirekt arbeitenden UHT-Erhitzungsanlage Steritube P7 der Firma ALFA-LAVAL innerhalb einer Stunde 6500 Liter Milch von 9 °C auf 90 °C zu erwärmen, sind 12 Rohrbündel von 6 m Länge mit jeweils 7 Innenrohren erforderlich. Der Außendurchmesser der Innenrohre beträgt 16 mm und der Innendurchmesser 14 mm. Sollen dagegen im Vorwärmer der Steritube S13 der Firma ALFA-LAVAL innerhalb einer Stunde 13000 Liter Milch von 9 °C auf 90 °C erwärmt werden, benötigt man schon 16 Rohrbündel mit einer Länge von 6 m. Der Außendurchmesser der 7 Innenrohre ist hier bereits 20 mm und der Innendurchmesser 18 mm (WEGERT 1998).



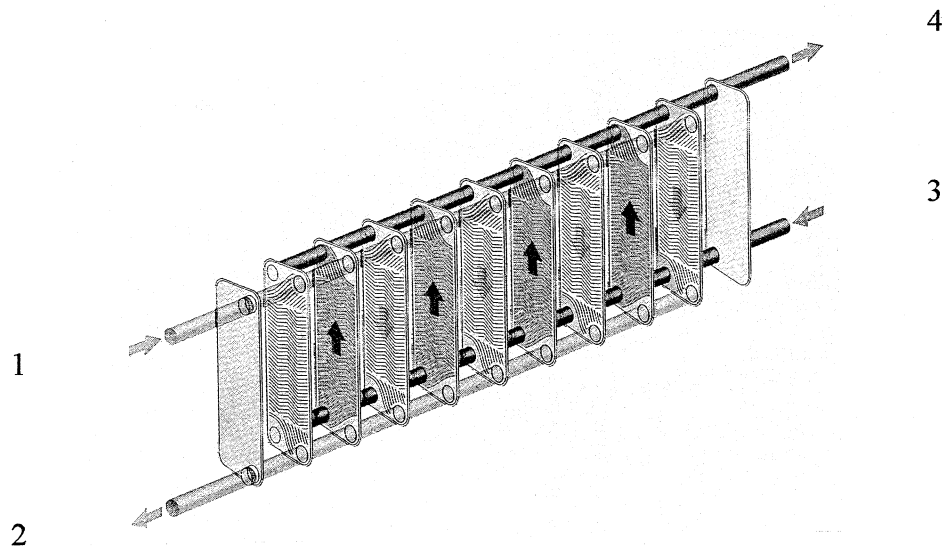
1... Produkteintritt
2... Produktaustritt

3... Wärmeträgereintritt
4... Wärmeträgeraustritt

Abb. 4: Rohrbündelapparat

Den verbreitetsten Einsatz für die Pasteurisation von Milch weist der Plattenapparat (siehe Abb. 5) auf. Plattenwärmeübertrager bieten entscheidende Vorteile:

- schonende Produktbehandlung;
- wirtschaftlich realisierbare Wärmeübertragungsgrade bis 96 %;
- äußerst kompakte Bauweise;
- geringer Flüssigkeitsinhalt;
- einfache Leistungserweiterung bzw. -reduzierung;
- Pasteurleistung bis 100000 l/h;
- produktorientierte Plattenprägungen;
- produktbezogener Materialeinsatz bei Platten und Dichtungen;
- niedrige Investitionskosten (N.N. 1996).



1... Produkteintritt
2... Produktaustritt

3... Wärmeträgereintritt
4... Wärmeträgeraustritt

Abb. 5: Plattenapparat (N.N. 1996)

Plattenapparate bestehen aus hintereinander angeordneten nichtrostenden Stahlplatten (siehe Abb. 6). Die Materialstärke der hochwertigen Chrom-Nickel-Stahlbleche beträgt entsprechend des Plattentyps 0,35 bis 1,2 mm. Um eine gute Wärmeübertragung zu gewährleisten, sind die Platten unter anderem profiliert. Das Plattenprofil soll die Wärmeübertragungsfläche vergrößern, Turbulenzen in der Strömung erzeugen und zur Stabilität der Platten, insbesondere gegen Durchbiegung, beitragen. Nach neuesten thermodynamischen Erkenntnissen entwickelte Plattenprofile ermöglichen es, Faktoren wie Fließverhalten, Druckverlust und Übertragungsleistung auf die Erfordernisse unterschiedlichster Produkte abzustimmen.

Durch das Plattenprofil bedingte ständige Volumenstromumlenkungen, Einlaufstörungen, Strömungswirbel und Querschnittsveränderungen verursachen eine hohe Zwangsturbulenz zwischen den Platten (siehe Abb. 7). Im Gegensatz zu der oberen kritischen Reynoldszahl bei Rohrströmungen, die mit $Re = 10000$ eingesetzt wird, liegt die kritische Reynoldszahl für die voll ausgeprägte turbulente Strömung in profilierten Plattenfließwegen zwischen 3400 und 3500 (LADWIG 1981; KIESNER 1989). Die heute in Milcherhitzern erzielten turbulenten Strömungen mit Reynoldszahlen $Re \sim 5000-13000$ zeugen von strömungstechnisch günstigen turbulenten Bedingungen. Sie gewährleisten im gesamten Medium nahezu gleiche Wärmeübertragungsvoraussetzungen und schließen örtlich unterschiedliche thermische

Belastungen aus. Hohe Wärmedurchgangskoeffizienten zwischen 3000 und 6000 W/m²K sprechen für sehr gute Wärmeübergangsbedingungen (BUCHHEIM/BIEWENDT 1995).

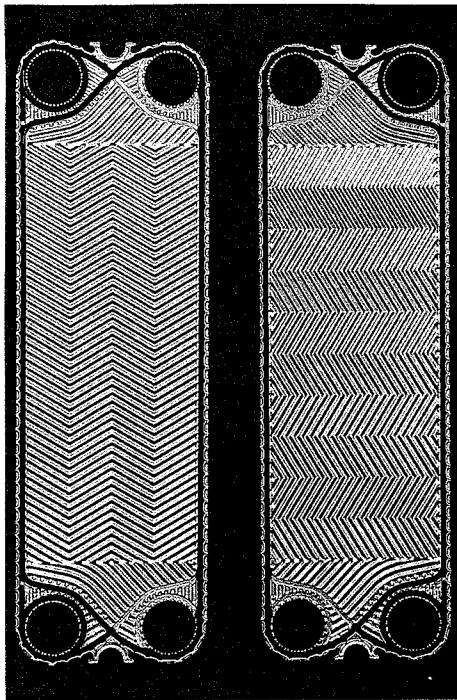


Abb. 6: Wärmeübertragungsplatten
(N.N. 1996)

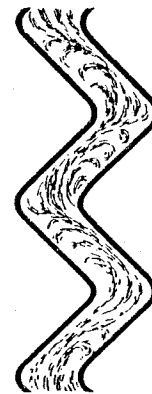


Abb. 7: Turbulenzbildung
zwischen zwei Wärme-
übertragungsplatten
(SPREER 1995)

Mehrere zu Paketen zusammengefügte Platten sind in einem Gestell eingespannt. Die Kraftübertragung zum Zusammenpressen der Platten erfolgt über eine Druck- und eine Kopfplatte, die auch den Zu- und Abfluß der Medien durch entsprechende Anschlüsse ermöglichen. Als Spanneinrichtungen werden nur noch selten die Zentralspindel oder der Holmverschluß eingesetzt. Heute finden hauptsächlich Gewindespannbolzen Anwendung. Sie gewährleisten ein gleichmäßiges Zusammenpressen der Platten sowie eine Verkürzung des Gestells.

Die im Gestell fixierten Plattenpakete werden durch Zwischenplatten voneinander getrennt. Im Plattenpaket bilden jeweils zwei benachbarte Platten einen Fließweg. Durch Aneinanderreihen der verschiedenen Platten ergeben Fließwege und Stufen die Schaltung einer Abteilung. Parallelverlaufende Fließwege bilden dabei eine Stufe. Die Stufen sind in der Abteilung

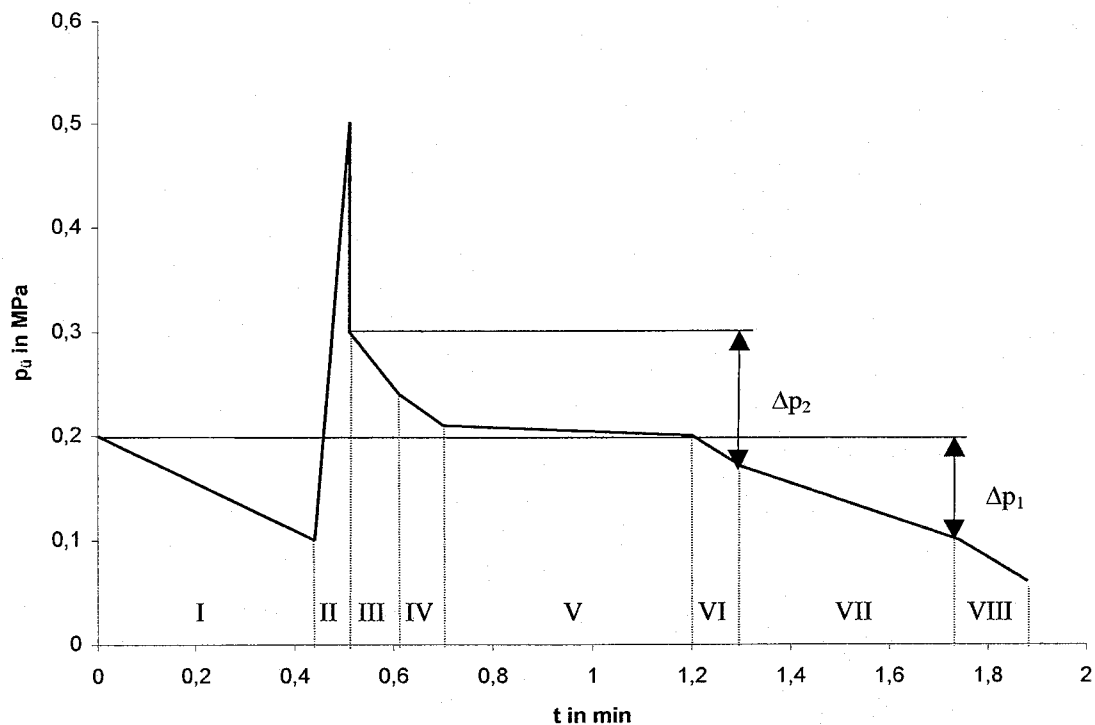
hintereinander geschaltet. Je nach Bedarfsfall wird die Anzahl der parallelen Fließwege je Stufe und der hintereinander geschalteten Stufen gewählt. In den geschaffenen Abteilungen erfolgen die verschiedenen Behandlungsschritte. Hierzu gehören das Vorwärmen, das Erhitzen, das Heißhalten, das Rückkühlen sowie das Tiefkühlen.

Um die Baugröße des Gestells in technisch günstigen Abmessungen zu halten, wird bei Plattenwärmeübertragern vielfach ein Rohrheizhalter genutzt. Rohrheizhalter ermöglichen die Einhaltung definierter Verweilzeiten. Bei Kurzzeiterhitzern beispielsweise von 15 s für die schnellsten und 30 s für die langsamsten Milchanteile (KIESNER 1991).

Die Platten des Pasteurs stützen sich an einzelnen Auflagepunkten (1000 - 2000 Stück) durch metallischen Kontakt zueinander ab, wobei enge Kanäle ausgebildet werden. An den Ecken weisen sie Öffnungen auf. Hier können die Flüssigkeiten ein- und austreten. Aufgrund der Anordnung der Öffnungen gelangen die Flüssigkeiten von dem einen zum übernächsten Plattenzwischenraum. Beim Aneinanderreihen der Platten ergeben sich Schaltungen mit gewünschten Durchflüssen im Plattenpaket. Ferner sind die Platten in strömungstechnischer Hinsicht so angeordnet, daß Eintritt und Austritt der Medien auf der gleichen Plattenseite erfolgen. Hiermit kann auf der einen Seite der Vorlauf und auf der anderen der Rücklauf geführt werden, was wiederum verhältnismäßig einfache Rohranschlüsse und geringe Montagekosten mit sich bringt.

Der zwischen zwei Platten gebildete Fließspalt wird am äußeren Rand der Platten und an den Aus- bzw. Eintrittsöffnungen mit eingeklebten Profildichtungen oder in entsprechend geprägten Nuten fixierten Dichtungen abgeschlossen. Die Durchtrittsöffnungen der Platten befinden sich in einem medienfreien Zwischenraum, der durch zwei Nuten in der Dichtungsmaske mit der Atmosphäre verbunden ist. Bei möglichen Undichtigkeiten würde austretendes Medium zunächst in den Zwischenraum gelangen und von hier durch die Nuten in der Dichtungsmaske sichtbar nach außen abgeführt werden. Die verwendeten Dichtungswerkstoffe, wie z.B. Nitrilkautschuk sowie Ethylen-Propylen-Terpolymer, genügen den lebensmittel- und milchgesetzlichen Anforderungen und widerstehen den mechanischen sowie molkereichspezifisch-chemischen Belastungen. Dichtungsführung und Einströmfeld jeder zweiten Platte sind gleich, so daß zwei (in den Standardausführungen) separate Durchflusssysteme entstehen. Die Platten werden somit wechselseitig von den an der Wärmeübertragung beteiligten Medien beströmt. Die Strömungsgeschwindigkeit ist direkt abhängig vom

Volumenstrom und dem Flüssigkeitsdruck. Um eine gleichmäßige Plattenspaltdurchströmung und Flüssigkeitsverteilung über die gesamte Plattenfläche zu sichern, muß die Strömungsgeschwindigkeit der Medien $\geq 0,25$ m/s sein (N.N. 1966).



I	Wärmeübertrager 1 (Vorlauf)	Δp_1	größter Differenzdruck
II	Separator		zwischen Vor- und Rück-
III	Wärmeübertrager 2 (Vorlauf)		lauf des Wärmeüber-
IV	Erhitzer		tragers 1
V	Heißhalter	Δp_2	größter Differenzdruck
VI	Wärmeübertrager 2 (Rücklauf)		zwischen Vor- und Rück-
VII	Wärmeübertrager 1 (Rücklauf)		lauf des Wärmeüber-
VIII	Tiefkühler		tragers 2

Abb. 8: Druckverteilung im Plattenapparat

Mit der Länge der Fließwege nimmt der Flüssigkeitsdruck ab. In den einzelnen Abteilungen kann daher eine erhebliche Druckdifferenz zwischen Vorlauf und Rücklauf auftreten. Abbildung 8 veranschaulicht den Druckverlauf in einem Kurzzeiterhitzer vom Typ PA 5/2011 mit dem Prüfkennzeichen Oranienburg 110.6/3 der Maschinenfabrik Kyffhäuserhütte Artern GmbH. Dieser Plattenapparat ist mit keiner Schutzvorrichtung gegen Vermischen von pasteurisierter Milch mit unzureichend erhitzter Milch ausgestattet. Bei einem Volumenstrom

von 25000 l/h und einem Wärmerückgewinn von 90 % verringert sich im Wärmeübertrager 1 (Vorlauf) der Druck um 0,1 MPa und vom Separator bis zum Milchaustritt um 0,24 MPa. Der Differenzdruck zwischen Vor- und Rücklauf des Wärmeübertragers 1 beträgt 0,1 MPa und des Wärmeübertragers 2 beträgt 0,13 MPa zu Gunsten der unzureichend erhitzten Milch. Trotz dieser Tatsache ist bei intakten Platten ein Vermischen von pasteurisierter Milch mit Rohmilch oder artfremden Medien ausgeschlossen (HETZNER 1996).

3.3.2. Technische Anforderungen

Pasteure sollen eine Wärmebehandlung der Milch realisieren, bei der einerseits die pathogenen Mikroorganismen abgetötet und andererseits der Nähr- und Wirkstoffgehalt sowie die organoleptische Beschaffenheit weitestgehend erhalten bleiben. Die minimale und maximale Erhitzungstemperatur sowie Heißhaltezeit sind in der gültigen Milchverordnung direkt oder indirekt vorgegeben, um eine ausreichende Wärmebehandlung und den Schutz der Inhaltsstoffe zu sichern. Zusätzlich zu den allgemeinen Forderungen sollten Geräte, die zum Erhitzen von Lebensmitteln verwendet werden, im Interesse der gesundheitlichen Unbedenklichkeit die geforderten Temperaturen mit der nötigen Schnelligkeit erreichen und sie wirksam halten (BÖHM/HEESCHEN 1995).

Bei indirekter Wärmebehandlung sind die Medien durch eine feste Wand voneinander getrennt. Die Übertragung von Wärme kann sich zwischen einem dampfförmigen und einem flüssigen Medium oder zwei flüssigen Medien vollziehen. Voraussetzung ist eine Temperaturdifferenz zwischen beiden Medien (KRUPIN 1959).

Infolge des natürlichen Druckgefälles entlang dem Strömungsweg einer kontinuierlich arbeitenden Anlage zum Pasteurisieren von Milch ergeben sich unterschiedlich hohe Drücke zwischen Vor- und Rücklaufseite. Dies führt bei Undichtigkeit der Trennwand oder des Dichtungsmaterials dazu, daß aufgrund der Druckdifferenz ungenügend erhitzte Milch in die pasteurisierte Milch eindringt. Deshalb sind Erhitzungsanlagen mit Schutzeinrichtungen auszurüsten, die den Übertritt ungenügend erhitzter Milch in pasteurisierte Milch bzw. die weitere Verarbeitung kontaminierter Milch wirksam verhindern. Dem jeweils angewendeten Sicherheitssystem entsprechend, ist dessen Funktionstüchtigkeit und/oder Wirksamkeit in geeigneter Weise zu kontrollieren und zu dokumentieren (SCHEELE/FELS 1991).

Erhitzungsanlagen sind so auszulegen, auszurüsten und zu betreiben, daß der Milch nichts entnommen oder zugefügt wird. Eine Entnahme von milchfremden Bestandteilen ist jedoch statthaft. Milchfremde Bestandteile sind Verunreinigungen, wie z.B. Stroh- und Dichtungsreste sowie Staubpartikel, die durch unsachgemäßes Gewinnen, Behandeln und Transportieren in die Rohmilch gelangten (N.N. 1989).

Anlagen und Behälter, die in Kontakt mit Lebensmitteln kommen, sind so zu konstruieren, daß sie in angemessener Weise gereinigt, desinfiziert und gepflegt werden können (TSCHEUSCHNER 1996). Sie müssen aus glatten, korrosionsbeständigen Materialien hergestellt sein, die bei Einsatz entsprechend ihrem Verwendungszweck keine toxische Wirkung aufweisen (N.N. 1992).

Für die Wärmebehandlung von Milch sind nach der Milchverordnung vom 20. Juli 2000 von der zuständigen Behörde zugelassene Pasteure zu verwenden, die ausgestattet sein müssen mit:

- einem automatischen Temperaturregler;
- einem Temperaturmeß- und -aufzeichnungsgerät;
- einem Sicherheitssystem, das eine unzureichende Erhitzung verhindert;
- einer angemessenen Schutzeinrichtung gegen das Vermischen wärmebehandelter mit unzureichend erhitzter Milch;
- einem Aufzeichnungsgerät für vorgenannte Schutzeinrichtung oder einem Kontrollverfahren für die Wirksamkeit dieser Einrichtung.

Die zuständige Behörde kann auch andere Pasteure zulassen, die gleichwertige Leistungen mit denselben Hygienegarantien bieten (N.N. 2000).

Zur Steuerung der Anlagenzustände werden automatisch arbeitende Umschaltventile hinter dem Heißhalter und/oder der Tiefkühlabteilung eingesetzt. Sollte das bei einer Unterschreitung der Mindesterhitzungstemperatur automatisch arbeitende Umschaltventil hinter der Tiefkühlabteilung angeordnet sein, ist nach jeder Schaltung in den „äußeren Umlauf“ eine thermische Desinfektion der gesamten Wärmebehandlungsanlage erforderlich (REUTER 1985).

Mit Hilfe geeigneter konstruktiver Maßnahmen und entsprechender Zusatzeinrichtungen sind die bei Milcherhitzungsanlagen notwendigen Ventilschaltungen zu Beginn und am Ende der

Produktion, nach Zwangsabschaltung wegen Unterschreitens der Mindesterhitzungstemperatur oder bei sonstigen Störungen so zu steuern und die Fließwege zu sichern, daß ausschließlich ordnungsgemäß pasteurisierte Milch in Verpackungen abgefüllt wird. Geeignete Zusatzeinrichtungen sind beispielsweise Volumenstromzähler, Zeitschaltwerke sowie Leitfähigkeits- und Trübungsmeßgeräte (N.N. 1995).

Speziell ausgelegte Meß-, Regel-, Kontroll- und Sicherheitseinrichtungen sollen eine ordnungsgemäße und sichere Milcherhitzung gewährleisten. Die von diesen Einrichtungen zu erfüllenden Aufgaben ergeben sich aus den Anforderungen der gültigen Milchverordnung:

- Die Wärmebehandlung muß nach einem anerkannten Verfahren erfolgen.
- Die Milch darf nach der Wärmebehandlung in ihrem Wassergehalt nicht verändert sein.
- Temperaturverlauf sowie Betriebszustand der Erhitzungsanlage sind bezüglich Umlauf, Durchlauf und Reinigung mit einem Temperaturmeß- und -aufzeichnungsgerät zu registrieren.
- Pasteurisierte Konsummilch ist im Be- und Verarbeitungsbetrieb unmittelbar nach dem Erhitzen auf mindestens 6 °C zu kühlen und bei dieser Temperatur zu halten.
- Pasteurisierte Konsummilch darf nur aus Rohmilch oder thermisierter Milch unter Ausschluß einer zweiten Wärmebehandlung hergestellt werden (N.N. 1996; BUCHHEIM et al. 1998).

Die computergestützte „Stand-alone“-Einrichtung der Firma Tetra Pak GmbH wird beispielsweise den Anforderungen der Milchverordnung gerecht. Sie steuert die Erhitzungsanlage im Rahmen der vorgegebenen gesetzlichen Temperatur-, Zeit- und Sicherheitsbedingungen. Im Falle unvorhersehbarer Störungen, die zu einer gesundheitlichen Produktbeeinträchtigung führen könnten, löst sie selbsttätig eine Zwangs- und/oder Alarmschaltung aus. Durch diese soll sichergestellt werden, daß keine unzureichend erhitzte Milch in das Fertigmilchlager bzw. zur Verpackungsmaschine gelangt.

Entsprechend ihren Funktionen ist die „Stand-alone“-Einrichtung in die Bereiche Peripherie, Steuerung und Registrierung unterteilt. Die Peripherie umfaßt Sensoren, die Temperatur-, Druck- sowie Volumenstrommeßwerte aufnehmen und über Kabel der Steuerung signalisieren. Ebenfalls zur Peripherie gehören Aktoren wie Dampfregelventil und Umschalteinrichtung. Bei Abweichung der Meßwerte von den programmierten Soll- und Grenzwerten verstellt bzw. schaltet die Steuerung die Aktoren, so daß die gesetzlichen Erhitzungs- und

Sicherheitsbedingungen eingehalten werden. Die speicherprogrammierbare Steuerung dient zur Normierung und Auswertung der von der Peripherie übermittelten Meßdaten. Sie vergleicht die Meßergebnisse mit den programmierten Soll- und Grenzwerten. Bei Sollwert- oder Grenzwertabweichungen sowie in Abhängigkeit von Betriebsart und -zustand löst sie Steuer-, Regel- oder Schalteingriffe aus. Erforderlichenfalls geschieht das unter Alarmabgabe. Die speicherprogrammierbare Steuerung übermittelt alle relevanten Meß- und Betriebszustandsdaten an die Registriereinrichtung. Diese besteht aus einem Computer mit Tastatur, Farbbildschirm und Drucker. Sie fordert im 6-Sekunden-Takt alle Betriebsdaten von der Steuerung ab, die anzuzeigen und zu registrieren sind. Diese Daten werden auf zwei Festplatten doppelt gespeichert und auf dem Bildschirm in Abhängigkeit von der Zeit als Kurvendiagramm bzw. als Binärspuren unterhalb des Diagramms dargestellt. Gespeicherte Betriebsdaten können auf Anforderung mittels Tastatur aufgerufen und in gewünschter Größe ausgedruckt werden. Die Speicherkapazität der Festplatte reicht in Abhängigkeit vom jeweiligen Datenumfang für einen Zeitraum von ca. 6 Monaten. Aufgrund der gesetzlichen Aufbewahrungsfrist von 2 Jahren erfolgt selbsttätig ein Überspielen der Daten auf Langzeitspeicher (BUCHHEIM/BIEWENDT 1996).

3.3.3. Regelungstechnische Charakteristika

Mit dem Temperaturregler ist die eingestellte Erhitzungstemperatur (= Sollwert) konstant zu halten. Die Temperaturmeß- und -registriereinrichtung soll die Erhitzungstemperatur der Milch hinsichtlich Einhaltung der gesetzlichen Vorgaben überwachen und den jeweiligen Betriebszustand der Erhitzungsanlage, wie Milchbetrieb oder Reinigen sowie Umlauf oder Durchlauf, voneinander unterscheidbar aufzeichnen. Beim Unterschreiten der gesetzlichen Mindesterhitzungstemperatur ist eine Sicherheitsschaltung auszulösen (VOIGT 1995).

Bei kontinuierlich arbeitenden Milchpasteuren muß die Registrier-, Regel- und Umschaltanlage folgende Funktionen erfüllen:

- Regelung der Erhitzungstemperatur;
- Registrierung der Erhitzungstemperatur;
- Regelung der Kühleraustrittstemperatur, insbesondere bei Konsummilchbetrieb;
- Registrierung der Kühleraustrittstemperatur (Empfehlung);
- Steuerung der Anlagenzustände;

- Registrierung der Anlagenzustände, z.B. Umlauf bei Unterschreitung der Mindest-erhitzungstemperatur (BUCHHEIM et al. 1998).

Spezielle Einrichtungen regeln die Temperaturen. Bei großen automatischen Anlagen werden häufig Softwareregler verwendet.

Um die geforderten Aufgaben ordnungsgemäß erfüllen zu können, sind an Meß-, Regel-, Kontroll- und Sicherheitseinrichtungen hohe Anforderungen gestellt. Dies betrifft insbesondere Einbauvorschriften für Meßwertaufnehmer, Genauigkeit, Schnelligkeit, Zuverlässigkeit, Belastbarkeit und Manipulierbarkeit (BUCHHEIM/BIEWENDT 1996).

Am Beispiel der Temperaturmeß- und -registriereinrichtung einer Kurzzeiterhitzungsanlage soll der Umfang der Anforderungen verdeutlicht werden.

Der Temperaturfühler ist nahe dem Heißhalteraustritt und in einem Rohrabschnitt mit turbulenter Strömung ($Re > 10000$) oder mindestens im Übergangsbereich zwischen laminarer und turbulenter Strömung ($Re = 2300$ bis 10000) einzubauen. In dem Erhitzungstemperaturbereich von 60 bis 85 °C darf der Gesamtfehler der Einrichtung für die angezeigte und registrierte Temperatur $0,5$ K nicht überschreiten. Aufgrund der geforderten Temperaturgenauigkeit sind Pt100-Fühler mit Dreileiterschaltung oder höherwertige zu wählen. Die Übergangszeit der Einrichtung muß weniger als 4 s betragen. Das Erhitzungsdiagramm soll den Registrierbereich von 60 bis 85 °C abdecken, wobei der Temperaturlinienabstand $0,5$ mm/K nicht unterschreiten darf. Bei Einsatz von Diagrammpapier muß der Vorschub mindestens 30 mm/h betragen. Die Mindestbelastungstemperatur darf nicht kleiner als 90 °C sein. Eine Schalthysterese von 1 K nach oben und 0 K nach unten ist für die Grenzwertschaltung der Registriereinrichtung gestattet. Ihre Schaltverzögerung darf 1 s nicht überschreiten. Bei einem Drahtbruch oder Stromausfall muß die Sicherheitsfunktion der Einrichtung weiterhin bestehen. Durch Verplomben der Gehäusedeckel oder der Anschlußklemmen bzw. durch Softwareverriegelung mittels Paßwort bei elektronischer Datenspeicherung ist die Einrichtung gegen Manipulation zu sichern (BUCHHEIM et al. 1998).

3.3.4. Schutzeinrichtungen gegen das Vermischen von pasteurisierter Milch mit unzureichend erhitzter Milch

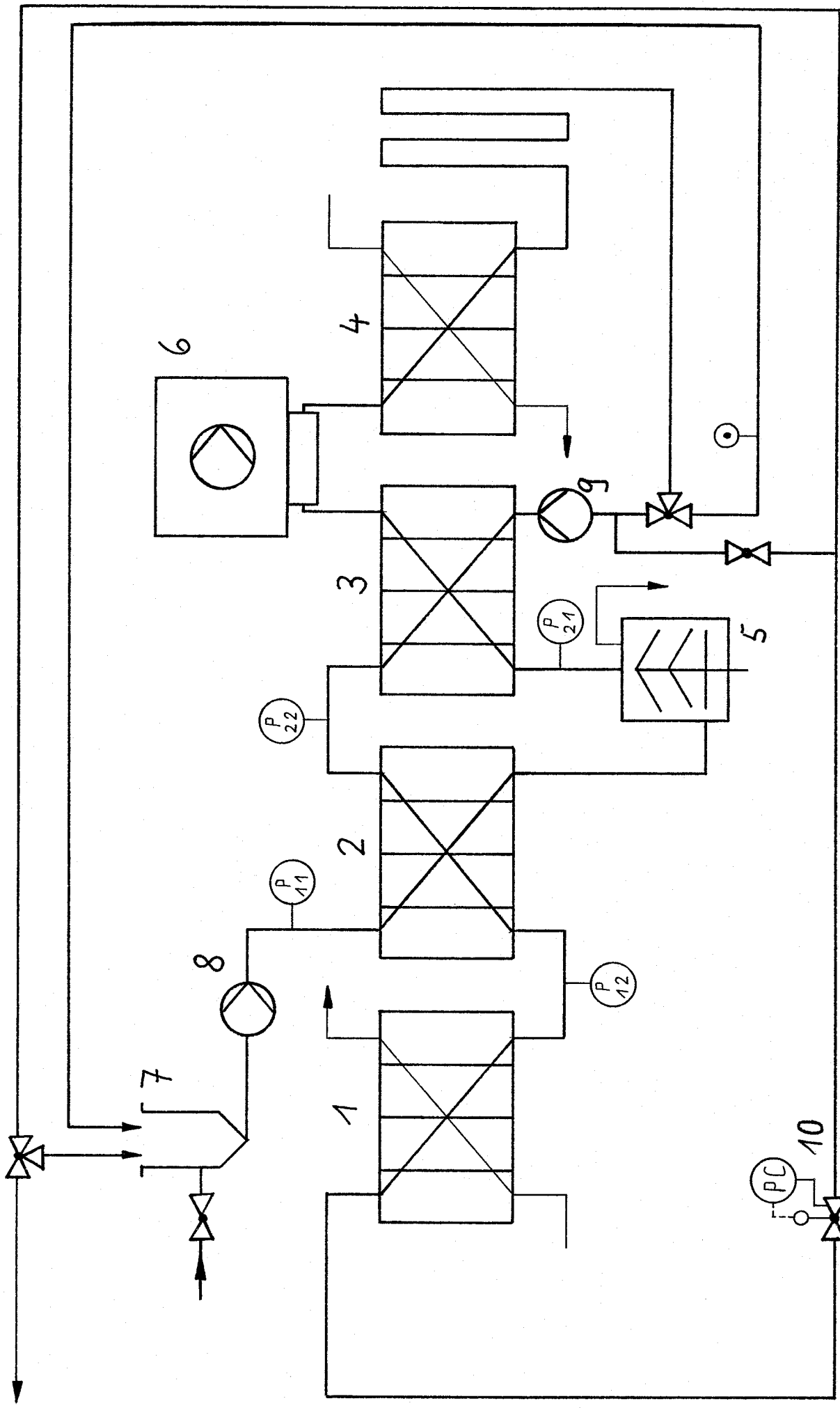
Apparateschäden an Milcherhitzungsanlagen stellen ein hygienisches und ernährungsphysiologisches Risiko dar. Ein Trennwanddurchbruch in der Wärmerückgewinnabteilung eines kontinuierlich arbeitenden Milchpasteurs schafft eine Verbindung zwischen vorlaufender kalter Rohmilch und zurückfließender warmer pasteurisierter Milch. Aufgrund des höheren Flüssigkeitsdruckes auf der Vorlaufseite gelangt Rohmilch in die Fließwege der pasteurisierten Milch und rekontaminiert diese. Die Pasteurisierwirkung wird wieder aufgehoben.

Die gültige Milch-VO vom 20. Juli 2000 schreibt vor, daß in 5 Kontrollproben von je 25 ml pasteurisierter Milch kein Krankheitserreger enthalten sein darf. Um das sicherzustellen, wird neben einer geringen Gesamtkeimzahl in der Rohmilch (≤ 100000 Keime/ml) und einer ordnungsgemäßen Erhitzung eine angemessene Schutzeinrichtung gegen Vermischen mit einem Aufzeichnungsgerät oder einem Kontrollverfahren für die Wirksamkeit der Schutzeinrichtung gefordert (BÖHM/HEESCHEN 1995).

Nur in wenigen Wirtschaftsbereichen setzen Sicherheitsanforderungen eine defekte Anlagentechnik voraus. Auch in einem Störfall dürfen die Gesundheit von Mensch und Tier nicht gefährdet sowie die Umwelt verunreinigt werden. Zu den relevanten Wirtschaftsbereichen zählen insbesondere die Atomenergieerzeugung sowie die chemische Industrie (KIRSCHENMANN 1990).

Die Forderung, das Vermischen von pasteurisierter mit ungenügend erhitzter Milch aufgrund eines Trennwanddurchbruchs zu verhindern, hat bedeutende Auswirkungen auf die Konstruktion kontinuierlich arbeitender Milchpasteure. In den vergangenen Jahren wurden mehrere Schutzeinrichtungen zum Patentieren (siehe Anlage 2) angemeldet.

Nach bestehender Milchverordnung ist ein ausreichender Schutz gegen Vermischen gewährleistet, wenn beispielsweise auf der Seite der pasteurisierten Milch einer Wärmerückgewinnabteilung ein höherer Druck herrscht als auf der gegenüberliegenden Seite unzureichend erhitzter Milch (WEBEL/KOPPATZ 1991).



- 1... Tiefkühlabteilung
- 2... Wärmerückgewinnabteilung 1
- 3... Wärmerückgewinnabteilung 2
- 4... Erhitzungsabteilung
- 5... Separator
- 6... Homogenisator
- 7... Rohmilchvorlaufbehälter
- 8... Rohmilchpumpe
- 9... Druckerhöhungspumpe
- 10... Druckregelventil

Abb. 9: Druckdifferenzschaltung am Plattenwärmeübertrager

Für die Erzeugung eines höheren Druckes auf der Rücklaufseite und zur Absicherung der Wirksamkeit des Systems wird nach Patent DE 4025570 (RIEKEN 1991) eine Druck-erhöhungspumpe in Verbindung mit einem Regel- bzw. Druckhalteventil in die Erhitzungs-anlage eingebaut (siehe Abb. 9). Diese Maßnahme soll gewährleisten, daß die Druckdifferenz zwischen Vor- und Rücklauf der Wärmerückgewinnabteilungen unter allen Betriebs-bedingungen (z.B. Wiedervermischung, Entrahmung) mindestens $5 \cdot 10^4$ Pa beträgt. Bei Einsatz der „Druckdifferenzschaltung“ werden in der Praxis Differenzdrücke von $1,05 \cdot 10^5$ bis $4,5 \cdot 10^5$ Pa erreicht (SPREER 1995). Um den Differenzdruck überwachen und registrieren zu können, ist eine Druckmeß- und -aufzeichnungseinrichtung vorzusehen. Deren Druckaufnehmer sind im Vorlauf und im Rücklauf der Wärmerückgewinnabteilungen dort einzubauen, wo unter Berücksichtigung der verschiedenen Betriebsbedingungen die geringst mögliche Druckdifferenz zu erwarten ist. Bei Unterschreiten der Mindestdruckdifferenz wird eine Alarm- und Sicherheitsschaltung ausgelöst und deren Umschaltpunkt gesondert aufgezeichnet. Nach erfolgter Alarm- und Sicherheitsschaltung ist eine Wiederaufnahme der Produktion nur dann gestattet, wenn gewährleistet ist, daß kein Durchbruch der Wärmeübertragungsfläche von Wärmerückgewinnabteilungen vorliegt (WEBEL 1990). Durch die im Patent DE 4025570 beschriebene Druckdifferenzkontrolle werden vergleichsweise kleine Durchbrüche jedoch nicht angezeigt. Solange die Mindestdruckdifferenz in den Wärmerückgewinnabteilungen zugunsten der Seite der pasteurisierten Milch eingehalten wird, ist im Falle kleiner Durchbrüche der Wärmeübertragungsfläche ein Übertritt unzureichend erhitzter in die pasteurisierte Milch unwahrscheinlich. Bei der Teilentschlammung einer Zentrifuge kommt es aber zu einer kurzzeitigen Druckverhältnisumkehr. In diesem Moment kann bei Vorliegen auch kleiner Trennwanddurchbrüche eine Vermischung stattfinden.

Ein anderes Sicherheitssystem mit vergleichbarer Risikominimierung stellt das von der Firma APV entwickelte System der Doppelplatten dar, die als „Duo-Safety-Platten“ bezeichnet werden. Sie sollen in den Wärmerückgewinnabteilungen der Milcherhitzer eingesetzt werden und zusätzliche Schutzeinrichtungen entbehrlich machen. Jede Doppelplatte besteht jeweils aus zwei 0,35 mm dicken Einzelplatten, die durch Fixiernippel der „Paraclip“-Dichtungsmaske zusammengehalten werden. Der Durchmesser der Fließwegöffnungen in beiden Platten ist durchtrittsseitig größer als ein- bzw. austrittsseitig. Die Abdichtung des zwischen beiden Platten gebildeten Leckagespaltes erfolgt durch die speziell profilierten, um die Durchtrittsöffnungen herumgeführten Dichtringe. Zur Atmosphäre hin ist der Leckagespalt nach allen Seiten offen. Im Falle eines Plattendurchbruchs soll die Milch über den drucklosen

Leckagespalt ins Freie gelangen und somit den Durchbruch anzeigen sowie einen Übertritt auf die benachbarte Milchseite ausschließen (siehe Abb. 10).

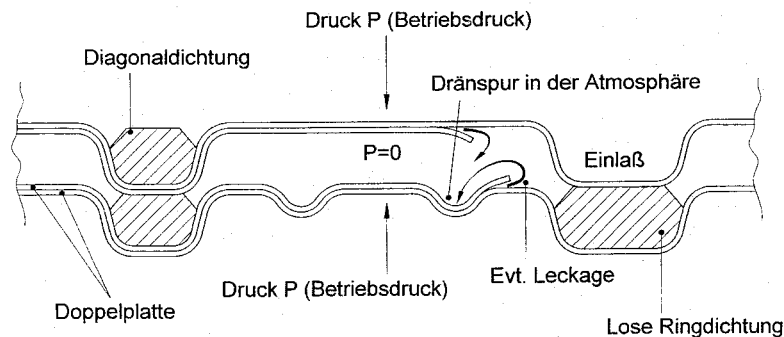


Abb. 10: Abdichtung zweier Doppelplatten (N.N. 1996)

Der entscheidende Nachteil von Doppelplatten ist die durch den Leckagespalt resultierende ungünstigere Wärmeübertragungsbedingung. Obwohl die Leckagespaltweite der Doppelplatten sehr gering ist und die zwei aneinandergedrückten Platten insgesamt nur unwesentlich dicker als Standardplatten sind, ist die Wirkung auf den Wärmedurchgang erheblich (siehe Abb. 11 und 12). Dieser wird insbesondere durch die geringere Wärmeleitfähigkeit der Luft (λ_{Luft} bei $0\text{ }^{\circ}\text{C} = 0,022\text{ W/mK}$) gegenüber Chromnickelstahl ($\lambda_{\text{Stahl}} = 30\text{ bis }45\text{ W/mK}$) beeinflusst.

Die Wärmeströme bei Standard- und Doppelplatten können mit nachstehenden Formeln errechnet werden.

$$\dot{Q}_S = A \frac{\vartheta_1 - \vartheta_2}{\frac{1}{\alpha_{M1}} + \frac{s}{\lambda} + \frac{1}{\alpha_{M2}}} \quad \text{in W} \quad [4]$$

$$\dot{Q}_D = A \frac{\vartheta_1 - \vartheta_2}{\frac{1}{\alpha_{M1}} + \frac{s_1}{\lambda_1} + \frac{s_2}{\lambda_2} + \frac{s_3}{\lambda_3} + \frac{1}{\alpha_{M2}}} \quad \text{in W} \quad [5]$$

Aufgrund des Leckagespaltes wird für die gleiche zu übertragende Wärmemenge bei gleichen Strömungsbedingungen eine um 30 bis 50 Prozent größere Wärmeübertragungsfläche benötigt als bei Erhitzern, die ausschließlich mit Standardplatten betrieben werden. Ein weiterer Nachteil dieses Systems ist, daß der Leckagespalt von Doppelplatten im zusammengebauten Zustand des Apparates nicht gereinigt werden kann (BUCHHEIM/BIEWENDT 1993 und 1997).

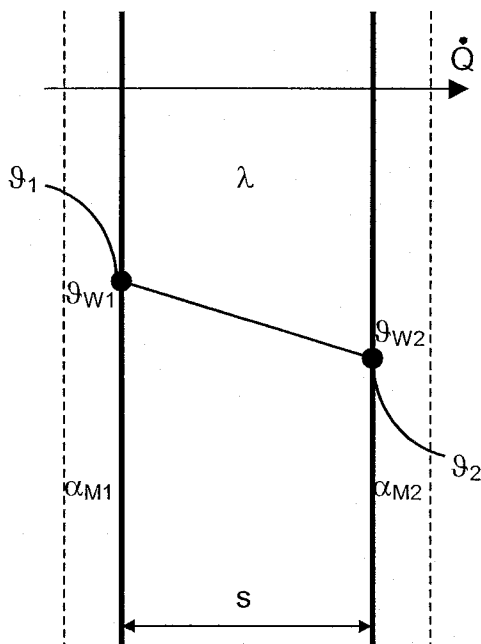


Abb. 11: Wärmedurchgang bei einer Standardplatte

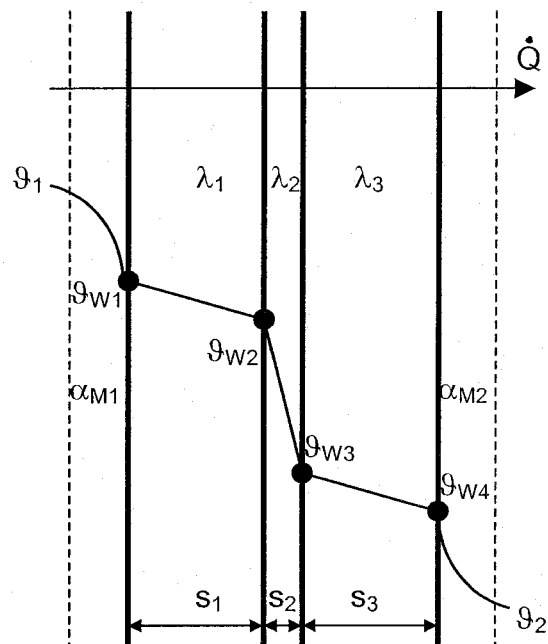


Abb. 12: Wärmedurchgang bei einer Doppelplatte

Nach Patent DE 29710507 erfolgt der Wärmerückgewinn indirekt über einen separaten Wasserkreislauf mit gesondertem Wärmeübertrager oder über abgekühltes Heißwasser vom Erhitzer, das dem regenerativen Wärmeübertrager als Kühlwasser zugeführt wird. Pasteurisierte und unzureichend erhitzte Milch stehen sich nicht in unmittelbar benachbarten Fließwegen gegenüber. Zum Erreichen des gleichen Wärmerückgewinns wie bei einer Anlage ohne Schutzeinrichtung gegen Vermischen ist jedoch mindestens die doppelte Wärmeübertragungsfläche erforderlich (FISCHER 1997).

Die Bundesanstalt für Milchforschung in Kiel sieht auch Sicherheitseinrichtungen gegen Vermischen als angemessen, mit denen ein Durchbruchrisiko so minimal einzustufen ist, daß gesundheitliche Gefahren nach menschlichem Ermessen ausgeschlossen sind (BUCHHEIM/BIEWENDT 1995).

3.4. Trennwanddurchbrüche an Milchpasteuren

3.4.1. Belastungsarten

Die meist aus hochwertigen Chrom-Nickel-Stahlblechen bestehenden Trennwände an Milchpasteuren können unter milchwirtschaftlichen Einsatzbedingungen Materialzerstörungen der verschiedensten Arten nach sehr unterschiedlichen Gebrauchszeiten erleiden. Wärmeübertragerplatten weisen eine durchschnittlich zwölfjährige Lebenserwartung auf. Dabei kann die Lebensdauer einzelner Milcherhitzer wenige Monate, aber auch über 25 Jahre betragen. Das weite Lebensdauerspektrum resultiert aus speziellen Betriebsbedingungen, die die Wärmeübertragerplatten in unterschiedlichem Maße belasten. Als Schadensbilder treten Lochfraß sowie Spannungsrisse bei großen thermischen, mechanischen, chemischen oder zusammengesetzten Belastungen auf (WALENTA 1983).

Wärmeübertragerplatten sind durch ihren Verbund zu einem Plattenpaket stets senkrecht im Milchpasteur fixiert. Druckspannungen entstehen, weil die wärmere Plattenoberfläche in ihrer Ausdehnung behindert wird. Die kältere Oberfläche versucht, sich zu verkürzen. In ihr treten Zugspannungen auf (siehe Abb. 13). Diese stellen für Wärmeübertragerplatten die größere Gefahr dar. Bei Überschreiten der für das Bauteil zulässigen Spannung ($\sigma > \sigma_{zul}$) erfolgt eine Materialzerstörung.

An einer unter Zugspannung stehenden Platte, die quer zur Beanspruchungsrichtung einen Riß aufweist, setzt sich der Riß fort, wenn die maximale Spannung einen bestimmten Wert überschreitet. Die zum Weiterreißen erforderliche Spannung wird umso kleiner, je größer die Rißlänge schon ist. Bei fester gegebener Spannung wird ein Riß, von einem kleinen Anriß beginnend, sich immer schneller fortpflanzen. Vorkritische Anrisse können durch thermische und mechanische Lastwechsel sowie Spannungsrißkorrosion entstehen. Die zur Zerstörung erforderliche Spannung nimmt ab, wenn die Zugbeanspruchung des Bauteils in einem korrosionsbegünstigenden Medium stattfindet (MAURER/FISCHMEISTER 1977).

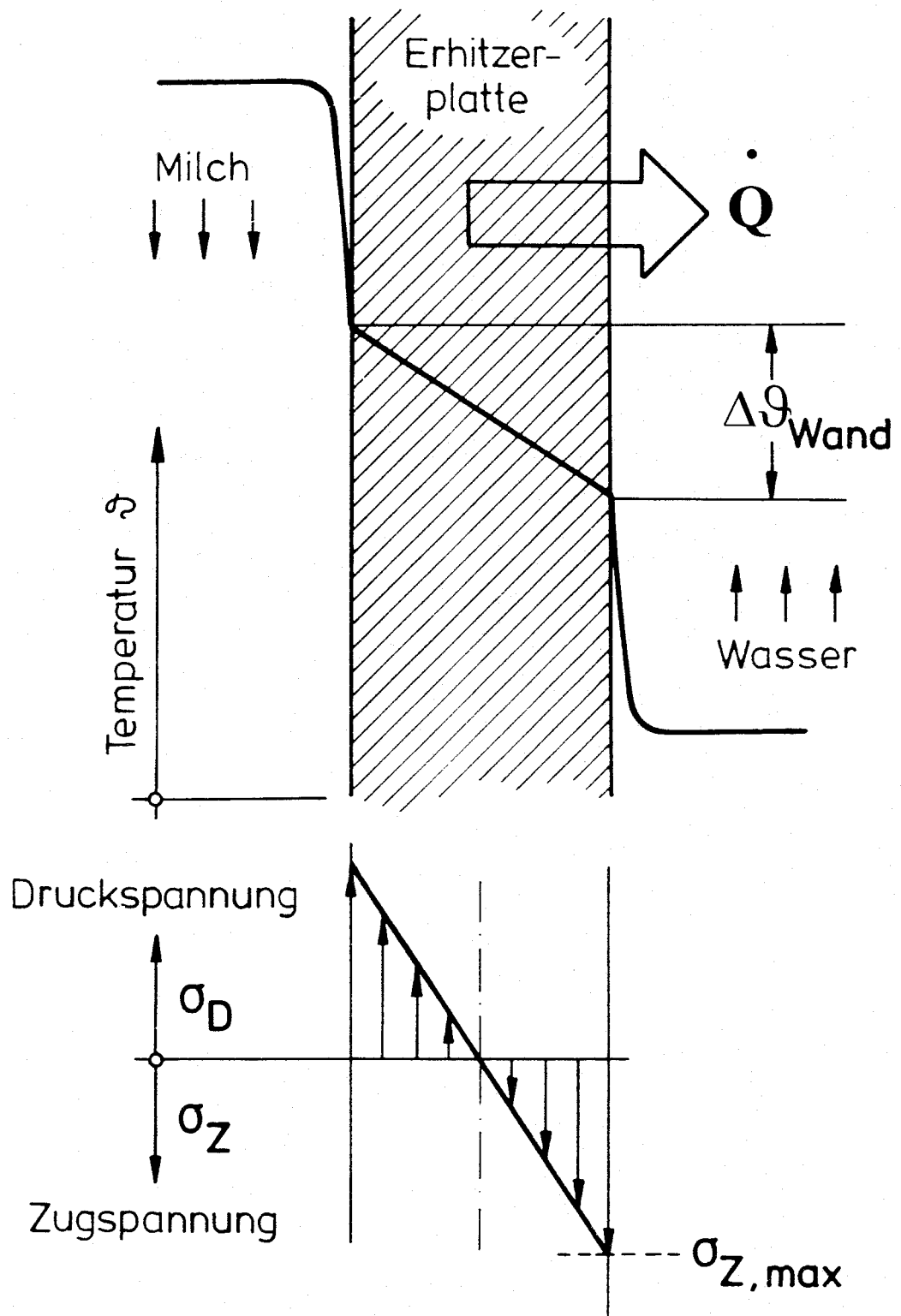


Abb. 13: Wärmespannungen im Kühler eines Plattenapparates (WALENTA 1983)

Die Bruchgefahr eines Bauteiles ist nicht nur von der Höhe, sondern auch von der Anzahl der aufeinanderfolgenden wechselnden Belastungen abhängig. Je höher die aufgezwungenen Wechselbeanspruchungen sind, desto geringer ist die Anzahl der bis zur Zerstörung erforderlichen Lastwechsel. Treten gleichzeitig mit der wechselnden Belastung korrosive Angriffe auf, werden die Verhältnisse wie bei der Zugbeanspruchung noch wesentlich ungünstiger (BLUMENAUER/PUSCH 1973).

Aufgrund annähernd konstanter Temperaturverhältnisse über die gesamte Standzeit der Anlagen haben thermische Lastwechsel bei der kontinuierlichen Milchpasteurisation einen vernachlässigbar kleinen Einfluß auf den Schadensmechanismus. Sie treten ausschließlich während des An- und Abfahrens der Erhitzer sowie im Laufe der CIP-Reinigung auf, hier insbesondere beim Wechsel der Verfahrensschritte.

In erster Linie entstehen Schwingungen in Milcherhitzungsanlagen aufgrund der Arbeitscharakteristik von Homogenisatoren. Eine Umdrehung der Kurbelwelle der meist dreistufigen Kolbenpumpen erzeugt 6 Druckmaxima des Förderstromes. Ständige Druckstöße wirken sich auf benachbarte Apparatebauteile aus. Besonders gefährdet sind die Wärmeübertragerplatten. Um die Schwingungen zu dämpfen und damit die Platten zu schützen, werden an der Druck- und Saugseite der Homogenisatoren Pulsationsdämpfer installiert.

In einem Fließweg bilden sich durch örtliche Verdampfung Dampfblasen, wenn der Druck der zu fördernden heißen Flüssigkeit so weit absinkt, daß der Sättigungsdampfdruck erreicht wird. Gelangen die Dampfblasen in Bereiche mit höheren Drücken und niedrigeren Temperaturen, kondensieren sie schlagartig. Durch diese Kavitation werden an den Trennwänden der Milchpasteure für Bruchteile von Sekunden sehr hohe Druckkräfte auf kleinen Flächen wirksam. Treten diese Druckspitzen kurz hintereinander auf, kommt es zur Beschädigung der Oberflächen (KESSLER/WALENTA 1984).

Trennwände aus Chrom-Nickel-Stahl verfügen über eine schützende Deckschicht, die meist nur aus wenigen Moleküllagen besteht. Diese Passivschicht wird durch Beizen aufgebracht und schützt den relativ unedlen Grundwerkstoff (PAGE 1980). Weist die korrosionshemmende Deckschicht Poren und Fehlstellen auf, so kann das zu chemischen bzw. elektrochemischen Angriffen gegen Chrom-Nickel-Stähle führen (COWAN 1977). Voraussetzung für den Lochfraß ist das Vorhandensein aggressiver Ionen im umgebenden Medium, die über die

Fehlstellen adsorbiert werden und den darunter liegenden Grundwerkstoff zerstören. Gefährlich sind vor allem wegen der Häufigkeit ihres Vorkommens die Chlorid-Ionen. Desinfektionsmittel, Betriebswässer, Dichtungsklebstoffe sowie Anti-Algen-Mittel können Lochfraß an CrNi-Stählen erzeugen, wenn sie Chlorid-Ionen in genügender Konzentration enthalten (N.N. 1981). Ein Chloridgehalt von 50 mg/l im Betriebswasser wird als oberer Grenzwert angesehen (WILDBRETT 1983).

Wirken mechanische und chemische Belastungen gleichzeitig, entstehen komplexe Belastungen. Hierzu zählt die anodische transkristalline Spannungsrißkorrosion an austenitischen Chrom-Nickel-Stählen, deren Oberfläche von einer schützenden Passivschicht bedeckt wird und einem Medium umgeben ist, welches Chlorid-Ionen enthält (COWAN 1978).

Eine weitere komplexe Belastung bildet die Schwingungsrißkorrosion. Befindet sich ein Bauteil aus Stahl in einem korrosionsbegünstigenden Medium, erträgt es wechselnde Beanspruchungen nicht auf Dauer, auch wenn die Wechsellastspannung dabei unter einem gewissen Grenzwert bleibt. Eine konstante lastspielunabhängige Dauerfestigkeit stellt sich nicht ein. Die Festigkeit nimmt mit zunehmenden Lastspielzahlen ständig ab (SPECKHART 1970). Für diesen Schadensmechanismus brauchen keine spezifischen Medien angreifen, wie etwa Chloride bei Spannungsrißkorrosion. Schon verhältnismäßig harmlose Reagenzien, z.B. Essigsäure, werden wirksam (WALENTA 1983).

Die Trennwände der Milcherhitzer sind häufig gleichzeitig wirkenden belastenden Einflüssen ausgesetzt. In ihrer gegenseitigen Überlagerung können diese Belastungen Materialzerstörungen beschleunigen. Durch gezielte Plattenkonstruktionen, die auch den hohen Belastungen in Form von Druckwechseln der automatisierten Anlagen und selbstentleerenden Separatoren standhalten, sowie ein hohes Augenmerk auf Korrosionsrisiken durch Chloride im Wasser und in Desinfektionsmitteln versuchen die Apparatehersteller und Molkereien, Schäden vorzubeugen. Darüber hinaus sind nach der Milchverordnung milchberührte Geräteoberflächen in hygienisch einwandfreiem Zustand zu halten, was insbesondere bei Plattenerhitzern eine ausreichende CIP-Reinigung (GRASSHOFF 1995) und regelmäßige Kontrolle der Wärmeübertragungsfläche voraussetzt.

Heute bieten die Trennwände der kontinuierlich arbeitenden Milchpasteure bei Ausschluß der relevanten Belastungen weitestgehend einen sicheren Schutz gegen die Vermischung von

wärmebehandelter Milch mit Rohmilch. Geeignete Kontrollverfahren müssen diese Schutzwirkung jedoch nachweisen.

3.4.2. Berechnung des übertretenden Volumenstroms

Trennwanddurchbrüche sind teilweise sehr klein und treten oft in besonders starken Prägungen der Platten auf. Die größten aus der Praxis bekannten Durchbrüche sind 5 cm lange Risse und Lochfraßstellen mit 5 mm Durchmesser (KESSLER/WALENTA 1984).

Vergleicht man einen Plattendurchbruch von 6 mm Länge und 0,04 mm Breite mit einer Lochblende, deren Blendendurchmesser $d = 0,55$ mm beträgt und die in ein Rohr größeren Durchmessers eingebaut ist, kann der stündlich übertretende Milchvolumenstrom mit der Durchflußgleichung

$$\dot{V} = \alpha A_d \sqrt{2\Delta p / \rho} \quad \text{in m}^3/\text{h} \quad [6]$$

berechnet werden (BUCHHEIM/BIEWENDT 1995).

Hier sind

$$\alpha \sim 1$$

$$A_d = 2,45 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2$$

$$\Delta p = 100000 \frac{\text{kg}}{\text{m} \cdot \text{s}^2}$$

$$\rho \sim 1000 \text{ kg/m}^3$$

Unterstellt man einen Differenzdruck Δp von $1 \cdot 10^5$ Pa zwischen Vor- und Rücklaufseite des Milcherhitzers im Durchbruchbereich, ergibt die Formel einen Volumenstrom \dot{V} von $0,0125 \text{ m}^3/\text{h}$. Bei Milchbetrieb würde das zu einer Vermischung von beispielsweise 25000 l pasteurisierter Milch mit 12,5 l Rohmilch je Stunde (Mischungsverhältnis $2,5 \cdot 10^4 : 12,5$) führen. Eine derart geringe Vermischung ist gegenwärtig weder meßtechnisch noch mikrobiologisch eindeutig nachweisbar.

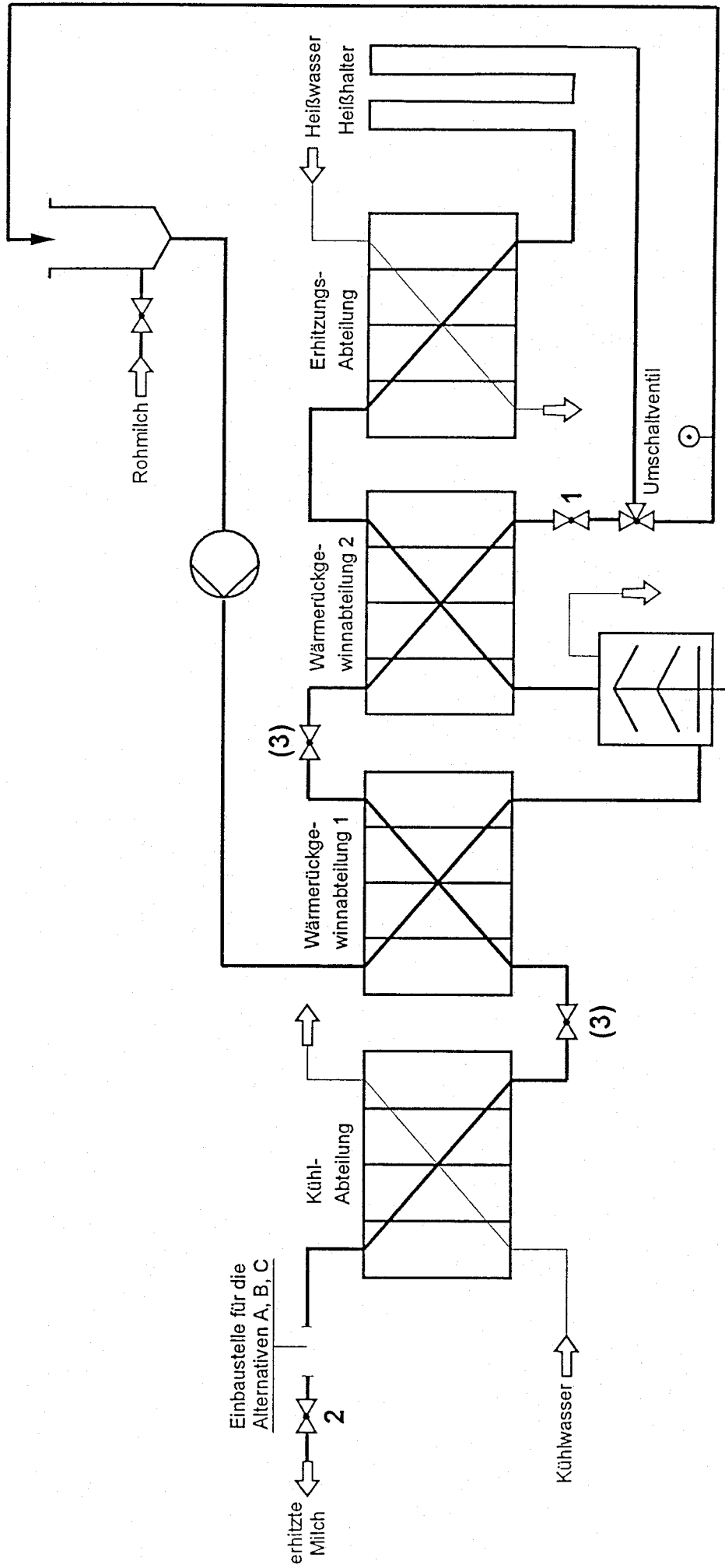
3.4.3. Nachweisverfahren für Trennwanddurchbrüche

Um Trennwanddurchbrüche aufzudecken, bevor sie sich zu einem Risikofaktor ausweiten, sollten die Wärmeübertragungsflächen in regelmäßigen Abständen, mindestens einmal jährlich, im Rahmen der betrieblichen Eigenkontrollen nach §16 Milch-VO untersucht werden (BUCHHEIM et al. 1998).

Meist ist es vergeblich, durch reines Beschauen der Platten in Wärmerückgewinnabteilungen die Fehler zu suchen. Eine derartige Überprüfung macht nur dann Sinn, wenn der Prüfer die Schwachstellen des jeweiligen Plattentyps kennt und sich darauf konzentriert. Bei der Überprüfung von Erhitzer- und Kühlabteilungen verhält es sich etwas anders, weil hier die Heizmittel- bzw. Kühlwasserseiten der Platten mit einem Belag behaftet sind. Im Bereich von Trennwanddurchbrüchen wird dieser während der Reinigung aufgrund des Übertritts von saurem Reinigungsmittel aus den Produktfließwegen in die Fließwege der Hilfsmedien örtlich entfernt. Trennwanddurchbrüche lassen sich daher mit gutem Erfolg visuell auf der Heizmittel- und Kühlwasserseite erkennen.

Die patentierten und in der Praxis üblichen Methoden zum Erkennen von Trennwanddurchbrüchen (siehe Anlage 3) basieren auf der statischen Druckprüfung oder nutzen chemische Indikatoren.

Ein Diffusions-Oberflächen-Rißprüfmittel hat sich für die Überprüfung von Verdachtsstellen und einzelner Platten gut bewährt. Hierfür werden eine rote Diffusionsflüssigkeit und eine weiße Flüssigkeit als Entwickler benötigt. Beide sind in Sprühdosen erhältlich. Die zu prüfende gereinigte Platte wird auf der einen Seite mit der roten Diffusionsflüssigkeit besprüht. Nach einer Einwirkzeit von ca. 5 bis 10 Minuten erfolgt auf der anderen Seite das Auftragen des weißen Entwicklers. Nach dem Antrocknen des Entwicklers lassen sich kleinste Trennwanddurchbrüche anhand seiner intensiven Rotfärbung zuverlässig nachweisen. Die Überprüfung mit dem Oberflächen-Rißprüfmittel läßt sich durch vorheriges Anwärmen der Platte wesentlich beschleunigen. Sowohl die rote Diffusionsflüssigkeit als auch der weiße Entwickler können leicht mit Wasser von der Platte entfernt werden.



1 und 2... fernbetätigte Absperrventile

3... zusätzliche Absperrventile

Abb. 14: Plattenwärmeübertrager mit statischer Druckprüfereinrichtung (BUCHHEIM/BIEWENDT 1995)

Eine ähnliche Methode zum Erkennen kleinster Materialschäden basiert auf der Verwendung niederviskoser Testflüssigkeiten und UV-Licht. Die Testflüssigkeit wird auf der sauberen und trockenen Oberfläche verteilt. Nach frühestens 30 Minuten spült man die überschüssige, nicht in das Material eingedrungene Testflüssigkeit mit lauwarmem Wasser ab. Der zu untersuchende Bereich wird verdunkelt und mit UV-Licht bestrahlt. Trennwanddurchbrüche werden durch die Testflüssigkeit markiert (N.N. 1998).

Das Funktionsprinzip des Patent DE 44 08 073 C 2 beruht darauf, daß während der täglichen Stillstandszeit eines Milcherhitzers dessen gesamte Wärmeübertragungsfläche, die die vorzuwärmende Rohmilch von der rückzukühlenden pasteurisierten Milch trennt, einer selbsttätig ablaufenden statischen Druckprüfung unterzogen wird. Mit dieser Methode können auch kleinste Trennwanddurchbrüche sicher festgestellt werden. Im Falle eines signifikanten Druckabfalls blockiert eine Zwangsschaltung die Inbetriebnahme des Erhitzers. Auf diese Weise wird sichergestellt, daß der Pasteur den täglichen Milcherhitzungsbetrieb nur mit intakter Wärmeübertragungsfläche aufnimmt (FELS 1995).

Für den Aufbau einer solchen Prüfeinrichtung (siehe Abb. 14) ist eine Standarderhitzungsanlage zusätzlich auszurüsten mit mindestens zwei fernbetätigten Absperrventilen, einer Einrichtung zum Erzeugen eines statischen Prüfdruckes unter kontrollierten Bedingungen sowie einer Meßeinrichtung. Die Absperrventile sind in die Milcheintrittsleitung der ersten sowie in die Milchaustrittsleitung der letzten rücklaufseitigen Wärmebehandlungsabteilung einzubauen. In die Milchaustrittsleitung zwischen der letzten rücklaufseitigen Wärmebehandlungsabteilung und dem letzten Absperrventil ist die in drei Alternativen (siehe Abb. 15, 16 und 17) ausführbare Meßeinrichtung zu installieren.

Am Ende einer die tägliche CIP-Reinigung abschließenden Wasserspülung wird der vorlaufseitige Milchfließweg drucklos geschaltet. Die Absperrung des vollständig mit Wasser gefüllten rücklaufseitigen Milchfließweges erfolgt mit Hilfe der nacheinander selbsttätig geschalteten Ventile. Danach werden alle innerhalb des abgesperrten Bereichs liegenden Wärmerückgewinn- und Kühlabteilungen einem statischen Prüfdruck ausgesetzt. Dieser wird bei Alternative A durch die senkrecht nach oben geführte Milchaustrittsleitung erzeugt. Die Höhe des Druckes wird indirekt am Standglas nach dem Öffnen des Ventiles A2 angezeigt. Bei Alternative B und C setzt man den abgesperrten Rücklauf-Fließwegabschnitt einem definierten Wasserdruck aus. Nach dem Schließen der Ventile B/C2, B/C3 und B/C4 wird über den

Druckausgleichsbehälter B6 bzw. über den Plattenapparat selbst der am Druckreduzierventil eingestellte Prüfdruck gehalten. Ein Meß- und Registriergerät überwacht während der Prüfung den Druck (siehe Abb. 15, 16 und 17).

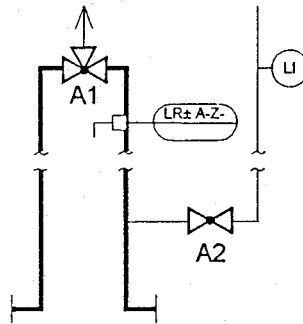


Abb. 15: Meßeinrichtung nach Alternative A (BUCHHEIM/BIEWENDT 1995)

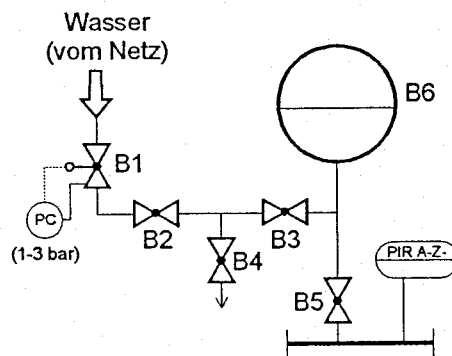


Abb. 16: Meßeinrichtung nach Alternative B (BUCHHEIM/BIEWENDT 1995)

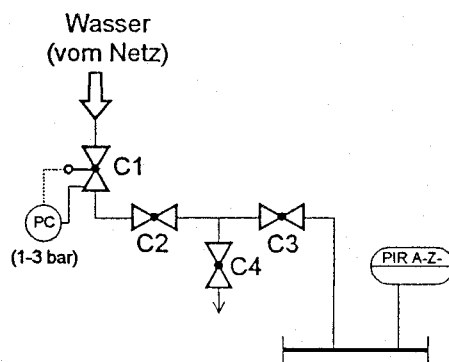


Abb. 17: Meßeinrichtung nach Alternative C (BUCHHEIM/BIEWENDT 1995)

Während der Druckbeaufschlagungszeit kühlen die Milcherhitzungsanlage und das in ihr enthaltene Wasser ab. Der Füllstand bzw. der Prüfdruck fällt geringfügig ab. Dieser Volumenverlust bzw. Druckabfall ist bei der Festlegung des Minimum-Füllstandes bzw. -Druckgrenzwertes zu berücksichtigen. Jeder darüber hinausgehende Volumenverlust bzw. Druckabfall ist auf mangelhafte Abdichtung der Erhitzungsanlage und/oder auf einen Trennwanddurchbruch zurückzuführen. Eine defekte Abdichtung ist an der damit verbundenen äußeren Leckage erkennbar. Bei Volumenverlust bzw. Druckabfall ohne Leckageaustritt liegt ein Trennwanddurchbruch vor. Mit Hilfe zusätzlicher Absperrventile zwischen den Wärmebehandlungsabteilungen kann durch abteilungsweise Druckbeaufschlagung ein Trennwanddurchbruch eingegrenzt und das Auffinden der Bruchstelle beschleunigt werden (FELS 1995).

Bei dem nachstehend beschriebenen Abdruckverfahren erfolgt zunächst ein Öffnen der Anlage. Die Platten der Wärmerückgewinnabteilungen werden dann auf der Rücklaufseite unter Zuhilfenahme eines Lappens mit Phenolphthalein eingerieben. Hiernach wird die Anlage wieder geschlossen und ca. 5 bis 10 Minuten Lauge über das Milchvorlaufgefäß im Umlauf gefahren. Zur Vermeidung von ungewollter Leckage ist eine Vorwärmung der Lauge erforderlich. Nach dem Umlaufbetrieb öffnet man die Anlage ohne Nachspülen mit Wasser. Dabei ist besonders darauf zu achten, daß die Lauge langsam aus den Fließwegen abläuft. Ein Übertritt auf die mit Phenolphthalein behandelte Plattenseite muß verhindert werden. Die mit Phenolphthalein eingeriebenen Platten lassen sich jetzt visuell überprüfen. Trennwanddurchbrüche sind daran zu erkennen, daß die durchsickernde Lauge auf der mit Phenolphthalein eingeriebenen Seite zur Rotfärbung der schadhafte Stelle führt (FELS 1985).

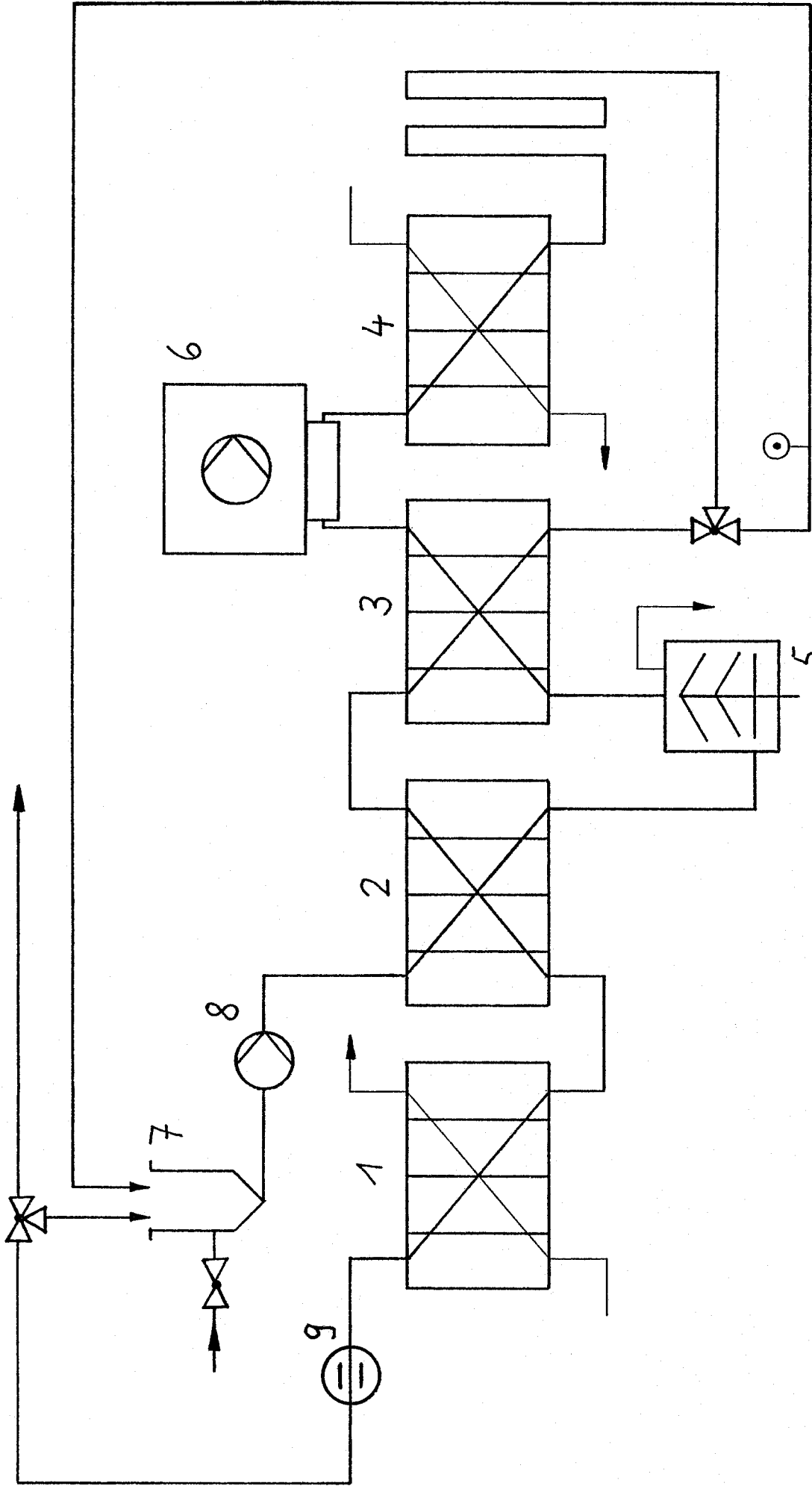
Vor Überprüfung eines Pasteurs mit folgendem Verfahren wird die Erhitzungsanlage mit Wasser im Umlauf warmgefahren. Dann demontiert man die Produktleitungen hinter dem Heißhalter und dem Tiefkühler. Anschließend wird das Wasser durch Milch aus der Vorlaufseite der Erhitzungsanlage geschoben und die Milch im Umlauf gefahren. Sie fließt nun vom Vorlaufbehälter kommend über die erste Wärmerückgewinnabteilung, die Zentrifuge, die zweite Wärmerückgewinnabteilung, die Erhitzungsabteilung sowie den Heißhalter zum Umschaltventil und wieder in den Milchvorlaufbehälter. Die Rücklaufseite bleibt drucklos mit klarem Wasser gefüllt. Während des ca. 15 minütigen Umlaufbetriebes gelangt Milch über einen eventuell vorhandenen Trennwanddurchbruch in den benachbarten, mit klarem Wasser gefüllten drucklosen Fließweg. Zur Überprüfung der Wärmeübertrager wird das stehende

Wasser durch klares Wasser ausgedrückt und gegebenenfalls unter Zuhilfenahme eines Glasbehälters oder einer Trübungsmeßeinrichtung auf Milchtrübung untersucht. Wichtig ist hierbei, daß das Ausschleichen des Kreislaufwassers mit einem mäßigen Volumenstrom erfolgt, damit der Beginn einer Milchtrübung deutlich zu erkennen ist. Durch Ermittlung des Fließweginhaltes der einzelnen Abteilungen und des bis zum Erkennen der Milchtrübung ausgeschobenen Wasservolumens läßt sich die Lage des Plattendurchbruchs errechnen.

Die Aussage des geschilderten Untersuchungsverfahrens ist im Verdachtsfall erhärtbar, indem die Einwirkzeit der umlaufenden Milch auf das stehende Wasser der anderen Seite von 15 Minuten auf z.B. 30 Minuten erhöht wird. Nach Wiederherstellen der gelösten Rohrverbindungen kann man die Produktion erneut aufnehmen.

Das in Patent DE 40 35 092 C 2 beschriebene Verfahren zur Ermittlung und Lagebestimmung von Durchbrüchen in den Trennwänden eines montierten Wärmeübertragers basiert auf der Leitfähigkeitsmessung von zwei durch eine gemeinsame Wand getrennte Medien. Es ist dadurch gekennzeichnet, daß nach dem Betrieb der Anlage der Vor- und Rücklauf mit einem Medium definierter Leitfähigkeit gefüllt wird. Danach wird der Rücklauf abgesperrt und das Medium im Vorlauf durch ein neues mit anderer Leitfähigkeit ersetzt. Nach vorbestimmter Zeit öffnet man wieder den Rücklauf und mißt kontinuierlich am Austritt des Rücklaufes die Leitfähigkeit des austretenden Mediums (siehe Abb. 18). Bei Vorliegen eines Durchbruchs läßt sich über den Leitfähigkeitssprung auf einer Zeitachse seine Lage bestimmen (NEUBERT 1996).

Die sogenannte „Detail Flaw Detection“ stellt eine weitere Methode zur Lokalisierung von defekten Platten dar. Eine Seite des Plattenpaketes ist mit Wasser zu füllen. Dieses Wasser wird mit geringem Druck über einen Vorratsbehälter umgepumpt. Die andere Seite des Erhitzerpaketes beaufschlagt man mit Druckluft von ca. $2 \cdot 10^5$ Pa. Liegt ein Trennwanddurchbruch vor, kommt es zum Luftübertritt. Dabei auftretende Geräusche werden von außen mit einem Ultraschallmeßgerät lokalisiert (N.N. 1998).



- 1... Tiefkühlabteilung
- 2... Wärmerückgewinnabteilung 1
- 3... Wärmerückgewinnabteilung 2
- 4... Erhitzungsabteilung
- 5... Separator
- 6... Erhitzungsabteilung
- 7... Rohmilchvorlaufbehälter
- 8... Rohmilchpumpe
- 9... Leitfähigkeitsmeßeinrichtung

Abb. 18: Leitfähigkeitsmeßeinrichtung am Plattenwärmeüberträger

3.5. Wertende Zusammenfassung und präzierte Aufgabenstellung

Pasteurisation verbessert die hygienische Qualität der Milch, da eventuell vorhandene Krankheitserreger abgetötet werden. Gleichzeitig inaktiviert die Wärmebehandlung verderbniserregende Keime und die meisten Enzyme. In den Molkereien findet heute für die Pasteurisation von Milch insbesondere die schonende Kurzzeiterhitzung unter Einsatz von Plattenapparaten Anwendung. Dieses anerkannte Verfahren sichert darüber hinaus weitestgehend die Erhaltung der Rohmilcheigenschaften.

Neue Qualitätsüberwachungskonzepte fordern eine In-Prozess-Sicherung von der Rohware bis zum Endprodukt. Korrekturmaßnahmen müssen bei Verlust der Kontrolle über einen „kritischen Punkt“ schnell ergreifbar sein. Voraussetzung hierfür sind Prozeßanalysen, die innerhalb von 10 Minuten Ergebnisse liefern.

Üblicherweise wird die ordnungsgemäße Pasteurisation von Milch am Endprodukt anhand enzymatischer Verfahren nachgewiesen. Die Aktivität der alkalischen Phosphatase in pasteurisierter Milch läßt Rückschlüsse auf Erhitzungstemperatur, Heißhaltezeit und Vermischung mit Rohmilch zu. Gebräuchliche Methoden für die Bestimmung der Phosphataseaktivität unterscheiden sich hinsichtlich des eingesetzten Substrates sowie der Probenvorbereitung und der Detektionstechnik. Meist werden Substrate eingesetzt, die nach enzymatisch katalysierter Reaktion, wie z.B. Redoxreaktion oder Hydrolyse, eine detektierbare Färbung der Reaktionslösung bzw. des mit dem Enzymsubstrat versehenen festen Trägers bewirken. Qualitative Methoden basieren auf einer visuellen und damit subjektiven Farberkennung. Im Gegensatz zu den beschriebenen quantitativen Methoden für den Nachweis der alkalischen Phosphatase erfordern die qualitativen Methoden, wie z.B. Lactognost oder Phosphatasetest nach Konrad, keine zeitaufwendigen Prozeduren und keinen hohen apparativen Aufwand sowohl für die Probenvorbereitung als auch die Detektion der Färbung. Mit ihnen lassen sich in pasteurisierter Milch noch Rohmilchanteile von 0,3 bis 0,5 Prozent sowie bei der Kurzzeiterhitzung Unterschreitungen der Temperatur um 2 Kelvin und der Verweilzeit um 10 Sekunden bestimmen. Ihre Nachweisgrenzen entsprechen damit denen der quantitativen IDF-Analyseverfahren und der europäischen Referenzmethode. Die Analysedauer der zwei qualitativen Methoden beträgt ca. 2 Stunden. Für die Kontrolle und Steuerung von Verfahrensabläufen sowie das Erkennen aus der Praxis bekannter sehr geringer Vermischungen

mit Rohmilch, verursacht durch kleine Haarrisse und Lochfraßstellen, sind sie dennoch nicht geeignet.

Trennwanddurchbrüche in Wärmerückgewinnabteilungen kontinuierlich arbeitender Milchpasteure können unbemerkt zu einer Reinfektion der pasteurisierten Milch führen. Sie stellen ein hohes hygienisches Risiko dar. Die bekannten Schutzeinrichtungen gegen Vermischen von pasteurisierter Milch mit unzureichend erhitzter Milch bekämpfen die negative Wirkung eines Trennwanddurchbruchs, aber nicht die Ursache der Vermischung. Sie gehen von einer defekten Trennwand im Wärmeübertrager aus und versuchen in dieser Situation, eine Rekontamination der wärmebehandelten Milch zu verhindern. Trotz des hohen apparativen Aufwandes gelingt dies bei bestimmten Betriebszuständen nicht immer vollständig. Ein typisches Beispiel hierfür ist die heute sehr gebräuchliche Druckdifferenzschaltung. Sie baut während der Milchpasteurisation in dem Rücklauf des Apparates einen mindestens um $5 \cdot 10^4$ Pa höheren Druck gegenüber dem Vorlauf auf. Bei den zyklischen Teilentschlammungen der Entrahmungs- bzw. Reinigungszentrifuge kommt es jedoch zu einer Druckverhältnisumkehr. Befinden sich in den Trennwänden der Wärmerückgewinnabteilungen Durchbrüche, ist eine Rekontamination der pasteurisierten Milch möglich.

Die ermittelten Nachweisverfahren für Trennwanddurchbrüche am Milchpasteur sind teilweise automatisiert und gestatten das Auffinden von kleinsten Haarrissen. Jedoch ist keines der herkömmlichen Verfahren imstande, während der Milchbearbeitung spontan auftretende Durchbrüche zu erkennen und Schutzmechanismen zu aktivieren. Sie sind für eine effektive In-Prozeß-Sicherung ungeeignet.

Vorstehende Bemerkungen machen deutlich, daß für die umfassende In-Prozeß-Sicherung der Milchpasteurisation ein Verfahren entsprechend der Aufgabenstellung (siehe Abschnitt 2) benötigt wird, mit dem sowohl eine unzureichende Erhitzung der Milch als auch eine Vermischung wärmebehandelter mit unzureichend erhitzter Milch in wenigen Minuten erkennbar sind. Neben den in der allgemeinen Aufgabenstellung genannten Entwicklungszielen ergeben sich für eine praxisorientierte Nachweisgestaltung noch spezielle Forderungen.

Die hohe Empfindlichkeit der gegenwärtig in den Molkereilaboren eingesetzten qualitativen Erhitzungsnachweise, wie z.B. des Phosphatsetests Lactognost bzw. des Nachweises mit Phosphatase-Indikatorpapier, soll mindestens erreicht werden. Subjektive Fehler sind durch

eine automatische Verfahrensweise auszuschließen. Der Schnellnachweis muß unter geringem technischen Aufwand realisierbar sein und damit die bedienerfreundliche und kostensparende Anwendung ermöglichen. Eine Integration des Verfahrens in bestehende Milchbearbeitungsanlagen ist zu gewährleisten. Dabei sollten die technischen Parameter der Pasteure nicht nachteilig beeinflusst werden. Bei Einsatz des neuen Erhitzungsnachweises im laufenden Produktionsprozeß dürfen sich die Hygiene und Qualität der wärmebehandelten Milch nicht verschlechtern.

4. Experimenteller Teil

4.1. Versuchsziele

Der erste in mehreren Molkereien an verschiedenen Kurzzeiterhitzern durchgeführte Versuchskomplex sollte Aufschluß darüber geben, mit welchen Temperaturen die Milch auf der Rücklaufseite der Pasteure die letzte Wärmerückgewinnabteilung verläßt. Aus den gemessenen Temperaturen war der Mittelwert für die rückgekühlte pasteurisierte Milch zu errechnen. Er sollte als Grundlage für möglichst praxisnahe Bedingungen bei den Laborversuchen dienen.

Die wärmebehandelte Milch wird in den Be- und Verarbeitungsbetrieben mit Lactognost oder dem gleichwertigen Phosphatasetest nach Konrad auf ordnungsgemäße Erhitzung und Rekontamination durch Rohmilch qualitativ geprüft. Anhand der Laborversuche war zu klären, ob die photometrische Bestimmung der Phosphatase-Aktivität unter Nutzung eines technisch sehr einfach aufgebauten Dreifiltermeßgerätes möglich ist und welche Vorteile sie gegenüber den herkömmlich in den Molkereien zur Endproduktkontrolle eingesetzten visuellen Phosphatasenachweisen bietet.

Mehrere Versuchsreihen sollten Auskunft darüber geben, welche Rohmilchvermischungsgrade in Abhängigkeit von der Reaktionszeit mit den verschiedenen Methoden eindeutig nachweisbar sind und ob ein für die In-Prozeß-Sicherung erforderlicher Nachweis der alkalischen Phosphatase innerhalb von 10 Minuten möglich ist.

4.2. Materialien und Methoden

4.2.1. Versuchsaufbau

4.2.1.1. Praxisversuche

Pasteurisierte Vollmilch mit einem Fettgehalt von 3,5 % diente jeweils als Untersuchungsmaterial. Als Geräte und Hilfsmittel für die Messung der Temperatur rückgekühlter pasteurisierter Milch bei Kurzzeiterhitzern kamen zum Einsatz:

- kalibriertes Taschenthermometer Bauart 3200 mit Oberflächenfühler OK 400

(Nennlänge: 100 mm / Durchmesser: 8 mm / T_{\max} : 250 °C / t_{99} : 0,25 s)

der mawi-therm Temperatur-Prozeßtechnik GmbH;

- Wärmeleitpaste (siliconhaltig) der Austerlitz Elektronik GmbH.

Die Messungen erfolgten in 8 Molkereien an typgeprüften und für die Kurzzeiterhitzung von Milch amtlich zugelassenen Plattenapparaten mit unterschiedlichen Nennvolumenströmen (siehe Tab. 3).

Tab. 3: Plattenapparate für die Kurzzeiterhitzung in den Praxisversuchen

Apparat-Nr.	Hersteller	Typ	Nennvolumenstrom in l/h
1	ALFA-LAVAL	CLIP 10-RM	25000
2	APV Baker AS	N 35	15000
3	APV Baker AS	K 55	25000
4	GEA Ahlborn GmbH	VT 40 LOC IN	25000
5	GEA Ahlborn GmbH	VT 80 LOC IN	40000
6	Maschinenfabrik Kyffhäuserhütte Artern GmbH	PA 500/293	10000
7	Maschinenfabrik Kyffhäuserhütte Artern GmbH	PA 500/213	20000
8	Maschinenfabrik Kyffhäuserhütte Artern GmbH	PAP 5 PH/2011	25000
9	Schmidt-Bretten GmbH	Sigma 37	10000
10	Schmidt-Bretten GmbH	Sigma 37	12000

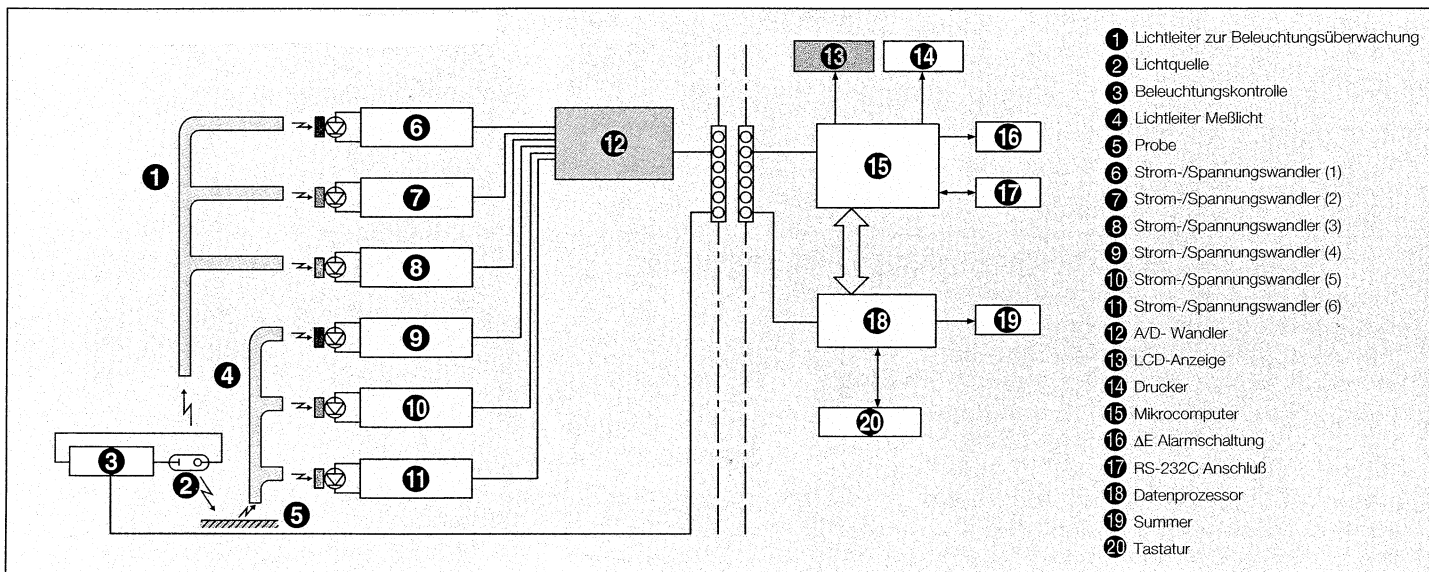


Abb. 19: Schema des Chroma-Meters der Serie CR 300 (N.N. 1996)

In diesem System werden zwei gleichartige Sensorgruppen mit je drei Silizium-Fotodioden eingesetzt, deren spektrale Empfindlichkeit mittels Filter an die Normalbeobachter-Funktion angepaßt ist. Die erste Sensoreinheit mißt Farbton, Helligkeit und Sättigung des von der Probenoberfläche reflektierten Lichts, während die zweite Sensorgruppe das von der Xenon-Lampe abgestrahlte Licht erfaßt und auf Abweichungen der spektralen Energieverteilung kontrolliert. Bereits während der Messung wird auf diese Weise jede Änderung der Lichtzusammensetzung kompensiert. Die d/0-Meßkopfgeometrie gewährleistet eine diffuse Beleuchtung der Probe und eine Betrachtung unter dem Winkel von 0° (siehe Abb. 20).

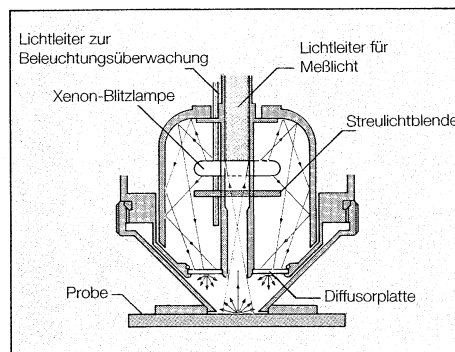


Abb. 20: Meßkopf des Chroma-Meters der Serie CR 300 (N.N. 1996)

Das Meßergebnis ist damit unabhängig von der Beschaffenheit der Probenoberfläche in Bezug auf Glanzänderung und Struktur. Aus den elektrischen Signalen der Fotodioden werden die Farbwerte X, Y und Z bestimmt. Sie bilden die Berechnungsgrundlage für die Helligkeit L^* und die Farbkoordinaten a^* und b^* im $L^*a^*b^*$ -Farbraum. Dieser gleichabständige Farbraum ist heute das gebräuchlichste System für die Farbmessung (N.N. 1994).

4.2.2. Analytische Methoden

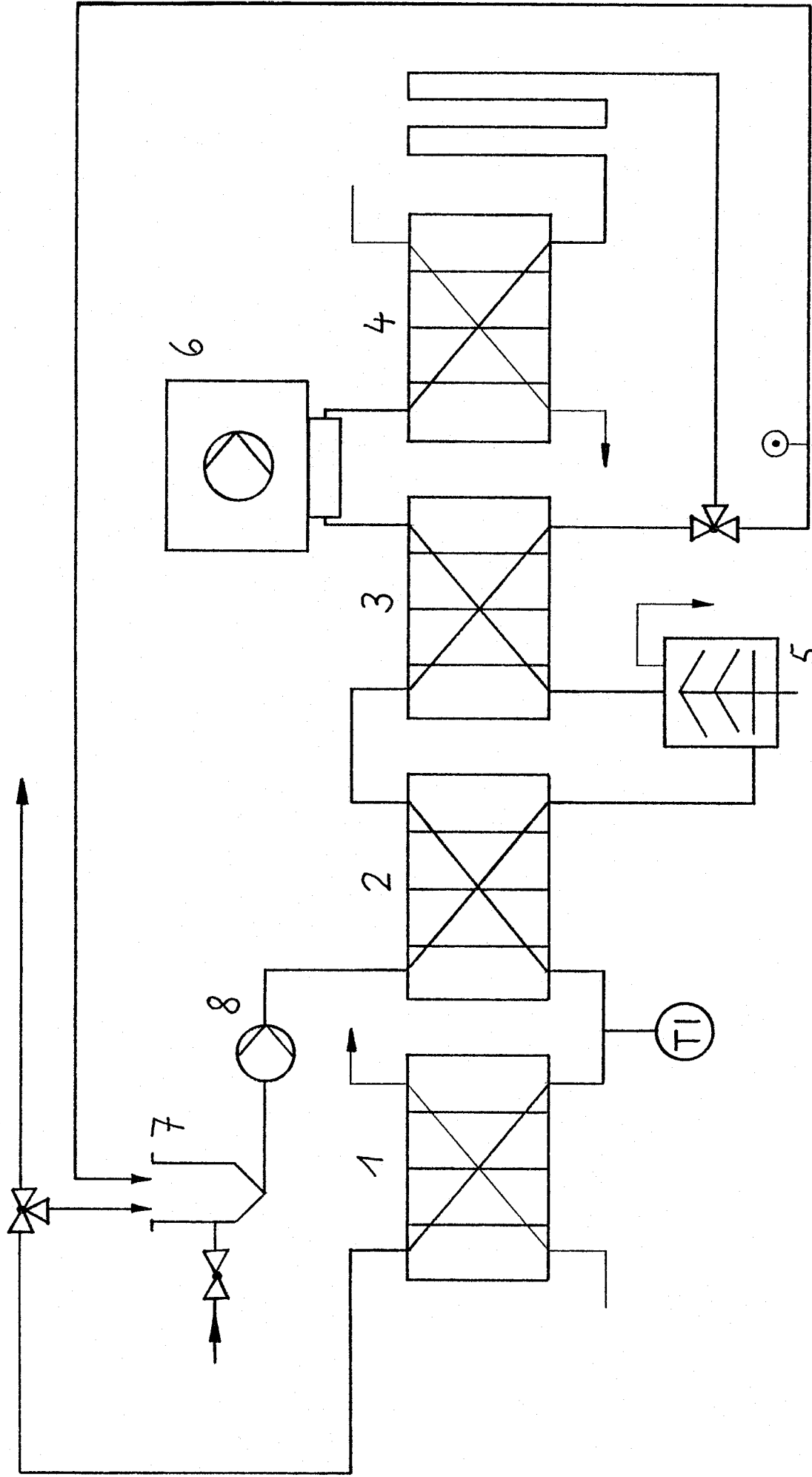
4.2.2.1. Temperaturmessung an Kurzzeiterhitzern

Am Produktausgang der letzten Wärmerückgewinnabteilung auf der Rücklaufseite wurde das Rohr bzw. das Eckstück der Anschlußplatte, das dem Produkttransport zur nachfolgenden Tiefkühlabteilung dient, mit der Wärmeleitpaste bestrichen. Sofort nach Produktionsbeginn erfolgten an dieser Stelle (siehe Abb. 21) bei laufender Milchbearbeitung sechs Temperaturmessungen mit Hilfe des Oberflächenfühlers in einem Abstand von jeweils fünf Minuten. Der Temperaturmittelwert und die Standardabweichung für die rückgekühlte pasteurisierte Milch jeder Anlage wurden aus den gemessenen Daten errechnet.

Nach diesem Modus wurde insgesamt an zehn verschiedenen Kurzzeiterhitzern (siehe Tab. 3) die Temperatur der rückgekühlten pasteurisierten Milch ermittelt. Aus den so gewonnenen Ergebnissen erfolgte die Berechnung des Temperaturmittelwertes.

4.2.2.2. Visueller Phosphatetest

Alkalische Phosphatase befindet sich nicht nur in unzureichend erhitzter Milch. Auch mit Rohmilch vermischte pasteurisierte Milch enthält alkalische Phosphatase. Die enzymatischen Verfahren lassen sich damit für den Nachweis von Trennwanddurchbrüchen in der Wärmerückgewinnabteilung des Milchpasteurs nutzen. In der Praxis haben sich zwei Prüfmethode für den schnellen enzymatischen Nachweis der unzureichenden Erhitzung von Milch bewährt. Bei ihnen werden Reagenzien verwendet, die nach § 35 LMBG amtlich zugelassen sind.



- 1... Tiefkühlabteilung
- 2... Wärmerückgewinnabteilung 1
- 3... Wärmerückgewinnabteilung 2
- 4... Erhitzungsabteilung
- 5... Separator
- 6... Homogenisator
- 7... Rohmilchvorlaufbehälter
- 8... Rohmilchpumpe

TI... Temperaturanzeige

Abb. 21: Meßpunkt am Kurzzeiterhitzer für die Ermittlung der Temperatur rückgekühlter pasteurisierter Milch

Der Phosphatasetest nach Konrad nutzt ein saugfähiges Papier mit einem Gewicht von 110 g/m², das mit einer Indikatorsubstanz versehen ist. Diese basiert auf dem Reagens von ASCHAFFENBURG und MULLEN. Nach Benetzen mit Milch und zweistündigem Temperieren auf 37 °C färbt sich das mit einer Substratpufferlösung auf der Basis von p-Nitrophenylphosphat und einem Karbonat-Bikarbonatpuffer getränkte Indikatorpapier bei Anwesenheit von alkalischer Phosphatase gelb.

Beim Phosphatasenachweis Lactognost findet das Reagens nach SANDERS und SAGAR Anwendung. Das Substrat Dinatriumphenylphosphat sowie ein Boraxpuffer werden in Form von 2 Tabletten in destilliertem Wasser gelöst. Die Reagenzlösung wird mit Milch gemischt und auf 37 °C temperiert. Nach einstündiger Enzymreaktion, fünfminütigem Erhitzen im siedenden Wasserbad und anschließender Kühlung erfolgt der Zusatz von 2,6-Dibromchinonchlorimid in Form eines Pulvers als Entwicklungsreagens. Anwesende alkalische Phosphatase löst eine Blaufärbung aus.

Da diese beiden Methoden in Bezug auf die Nachweisgrenze, die Genauigkeit der Ergebnisse sowie die Reaktionszeit identisch sind (KONRAD 1961), erfolgte der Versuch ausschließlich mit dem sehr einfach handhabbaren Indikatorpapier.

Durch gezieltes Einbringen von Rohmilch in die bereitstehende, bei 6 °C gelagerte pasteurisierte Vollmilch wurden Milchen mit unterschiedlichen Vermischungsgraden hergestellt. Damit standen neben der pasteurisierten Milch und der Rohmilch für die visuelle Phosphatasenachweise pasteurisierte Milchen mit Rohmilchanteilen von 0,5 %, 0,4 %, 0,3 %, 0,2 % und 0,1 % zur Verfügung. Hiernach erfolgte ein Anwärmen der Milchen auf die in den Praxisversuchen ermittelte durchschnittliche Austrittstemperatur der rückgekühlten pasteurisierten Milch von 12 °C (siehe Abschnitt 5.1.). Die bereitliegenden eingeschweißten Indikatorpapierstreifen wurden in zwei Hälften geschnitten. Somit war die Benetzung beider Teile des Indikatorpapiers in der Schutzfolie möglich. Mit den verschiedenen Milchen benetzte Teststreifen wurden bei 37 °C und einer relativen Luftfeuchte von 16,4 % bebrütet. Nach einer zehnminütigen Reaktion erfolgte die erste visuelle Kontrolle des Phosphatase-Indikatorpapiers bezüglich einer Verfärbung von weiß zu gelb. In Zeitabständen von jeweils 10 Minuten wurden während der gesamten Reaktionszeit von 180 Minuten weitere Prüfungen auf Farbveränderung des Indikatorpapiers vorgenommen. Die Ergebnisse der visuellen Kontrolle wurden in Tabellen dokumentiert und anschließend ausgewertet.

4.2.2.3. Photometrische Bestimmung der Phosphatase-Aktivität

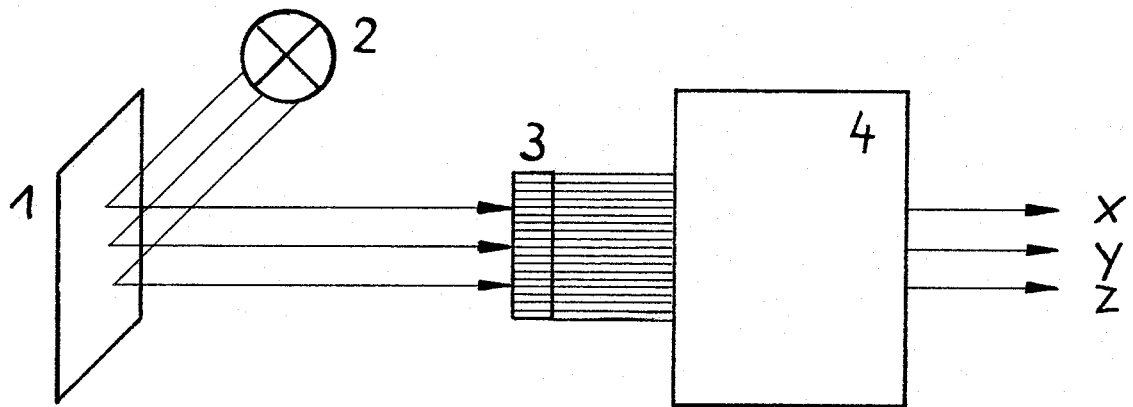
Das Indikatorpapier nach Konrad kommt auch bei der automatischen Bestimmung der Phosphatase-Aktivität zum Einsatz. Es zeichnet sich durch seine gute Integrierbarkeit in mechanisierte Prozesse aus. Als optische Analysemethoden kommen die Kolorimetrie, die Fluorimetrie und die Photometrie in Betracht.

Kolorimetrische Methoden beruhen auf einem subjektiven visuellen Farbvergleich zwischen der zu analysierenden Probe und einer Standardlösung bzw. einer Farbskala. Die Kolorimetrie entfällt, da sie keine vom menschlichen Farbeindruck unabhängige und automatisierbare Auswertung der Farbveränderung des Indikatorpapiers gestattet.

Durch Absorption von Strahlung kann ein Atom, Ion oder Molekül in einen angeregten Elektronenzustand übergehen. Gibt es die aufgenommene Energie danach wieder als Strahlung ab, spricht man von Photolumineszenz. Die Photolumineszenz tritt als Fluoreszenz und als Phosphoreszenz auf, wobei die Phosphoreszenz nur eine geringe analytische Bedeutung hat. Die Fluorimetrie mißt die von gelösten oder absorbierten Ionen und Molekülen emittierte Fluoreszenzstrahlung. Obwohl die Fluorimetrie über eine hohe Empfindlichkeit bei der Konzentrationsbestimmung von Substanzen verfügt, ist sie aufgrund ihres Analyseprinzips für das optische Wahrnehmen von Farbveränderungen ungeeignet und entfällt ebenso.

Nur die Photometrie gewährleistet eine objektive und technisch einfache Farbanalyse des Phosphatase-Indikatorpapiers. Sie ist die Messung der Intensitätsabnahme einer elektromagnetischen Strahlung (Licht), die von einer Substanz absorbiert bzw. von einem Körper reflektiert wird. Als Meßmethoden können die Spektralphotometrie sowie das Dreibereichsverfahren dienen.

Bei der Spektralphotometrie kommt eine Sensorzeile zum Einsatz. Sie mißt die spektrale Reflexion eines Objektes für die verschiedenen Wellenlängen bzw. Wellenlängenbereiche des Spektrums. Der Mikroprozessor des Spektralphotometers berechnet durch Integration die Farbwerte aus den Reflexionsdaten (siehe Abb. 22).

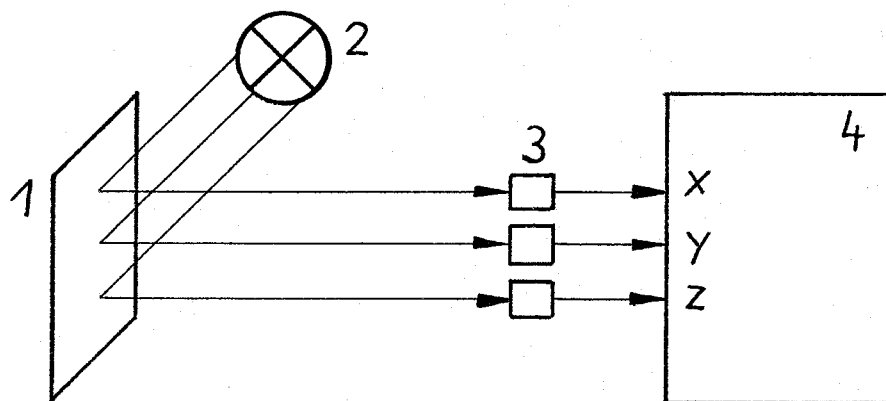


- 1... Objekt
- 2... Lichtquelle
- 3... Meßempfänger mit Spektralsensorzeile
- 4... Mikroprozessor

X,Y,Z... Farbwerte

Abb. 22: Funktionsprinzip des Spektralphotometers

Das Dreibereichsverfahren nutzt zur Messung des vom Objekt zurückgeworfenen Lichts drei Sensoren, die so gefiltert sind, daß sie den Empfindlichkeitskurven des menschlichen Auges entsprechen. Die Farbwerte werden direkt daraus abgeleitet (siehe Abb. 23).



- 1... Objekt
- 2... Lichtquelle
- 3... Meßempfänger mit drei gefilterten Sensoren
- 4... Mikroprozessor

X,Y,Z... Farbwerte

Abb. 23: Funktionsprinzip des Dreifiltermeßgerätes

Um für den vorliegenden Anwendungsfall die geeignete photometrische Meßmethode zu wählen, erfolgte ein Wertigkeitsvergleich beider Funktionsprinzipie (siehe Tab. 5). Die Bewertung wurde nach folgenden gewählten Wertigkeitskriterien vorgenommen (siehe Tab. 4).

Tab. 4: Beurteilungskriterien und ihre Wertigkeit

<u>Kriterien</u>	<u>Einflußzahlen</u>
a) Absolutgenauigkeit	4
b) technischer Aufwand	3
c) Kosten	4

Tab. 5: Wertigkeitsvergleich zwischen Spektralphotometrie und Dreibereichsverfahren

<u>Meßmethode</u>	<u>Punktzahlen für Kriterien</u>			<u>Gesamtpunktzahl</u>
	<u>a)</u>	<u>b)</u>	<u>c)</u>	
Spektralphotometrie	4	2	2	30
Dreibereichsverfahren	2	4	4	36

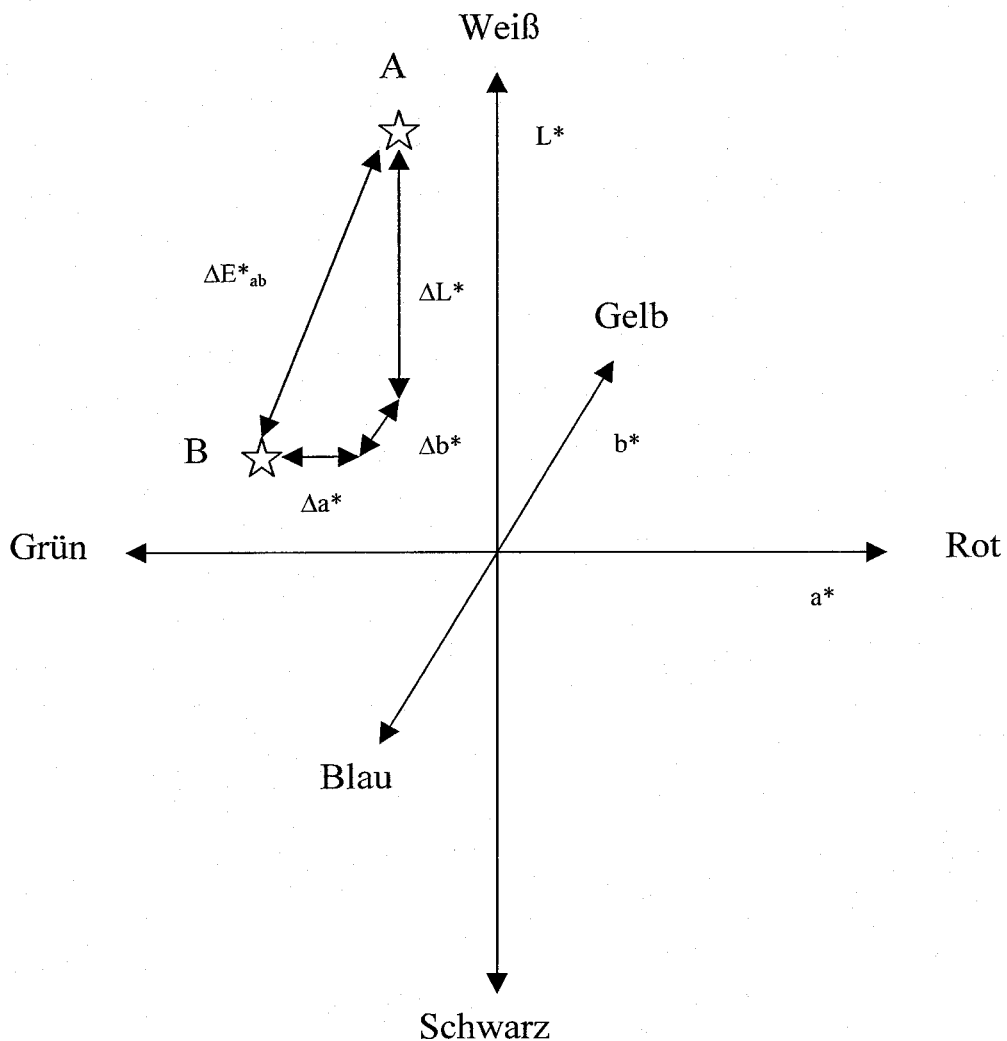
Bei diesem Wertigkeitsvergleich erreicht das Dreibereichsverfahren die höchste Punktzahl. Es bietet trotz seiner einfachen und sehr kostengünstigen technischen Realisierbarkeit die Gewähr einer objektiven und reproduzierbaren Auswertung der Farbveränderung des Phosphatase-Indikatorpapiers. Die Genauigkeit der Meßergebnisse ist für das Erkennen eines Farbumschlages von weiß auf gelb ausreichend. Damit bildet die Kombination aus Indikatorpapier nach Konrad und Dreifiltermeßsystem die Grundlage für die photometrische Bestimmung der Phosphatase-Aktivität.

In die bereitstehende, bei 6 °C gelagerte pasteurisierte Vollmilch wurden definierte Mengen Rohmilch pipettiert. Damit standen neben der pasteurisierten Milch und der Rohmilch für die Phosphatasenachweise pasteurisierte Milchen mit Rohmilchanteilen von 0,1 % und 0,05 % zur Verfügung. Diese Anteile wurden aufgrund der bei Trennwanddurchbruch in den Plattenapparaten vorkommenden geringen Vermischung (siehe Abschnitt 3.4.2.) von pasteurisierter Milch mit Rohmilch gewählt. Hiernach erfolgte ein Anwärmen der Milchen auf die in den Praxisversuchen ermittelte durchschnittliche Austrittstemperatur der rückgekühlten pasteurisierten Milch von 12 °C (siehe Abschnitt 5.1.). Um die Benetzung beider Teile des Indikatorpapiers in der Schutzfolie zu ermöglichen, wurden die bereitliegenden eingeschweißten Papierstreifen in zwei Hälften geschnitten. Mit den verschiedenen Milchen benetztes Testpapier wurde bei 37 °C und einer relativen Luftfeuchte von 16,8 % bebrütet. Nach einer zehnminütigen Reaktion erfolgte die erste exakte Farbmessung des benetzten Phosphatase-Indikatorpapiers mit dem Dreifiltermeßgerät sowie eine rechnerische Ermittlung

von Farbdifferenzen zwischen den Indikatorpapierstreifen mit pasteurisierter Vollmilch und solcher mit Rohmilch bzw. mit Rohmilch vermischter pasteurisierter Vollmilch. Die Reaktionszeiten bis zu weiteren photometrischen Messungen mit anschließender Berechnung betragen 30, 60, 90, 120, 150 und 1440 Minuten.

Die ermittelten Farben werden durch Zahlenwerte für die Helligkeit L^* und die Farbkoordinaten a^* und b^* gekennzeichnet. Die Farbdifferenz ΔE^*_{ab} zwischen den Teststreifen mit pasteurisierter Vollmilch und den Teststreifen mit Rohmilch bzw. mit Rohmilch vermischter pasteurisierter Vollmilch (siehe Abb. 24) ist in gerader Linie die Entfernung zwischen beiden Farben im $L^*a^*b^*$ -Farbraum. Sie wird mit nachstehender Formel errechnet.

$$\Delta E^*_{ab} = \sqrt{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2} \quad [7]$$



A... Bezugsfarbe B... Probenfarbe

Abb. 24: Farbdifferenz im $L^*a^*b^*$ -Farbraum

5. Ergebnisse

5.1. Temperaturmittelwert der rückgekühlten pasteurisierten Milch

Als Momentaufnahmen wurden unmittelbar nach Produktionsbeginn hintereinander sechs Temperaturmessungen mit dem kalibrierten Thermometer an jedem der zehn Kurzzeiterhitzer vorgenommen. Diese Herangehensweise gewährleistete eine Vergleichbarkeit der Meßwerte verschiedener Erhitzer ohne Einfluß der Belagbildung auf den Plattenoberflächen der Produktfließwege. Die Mittelwerte aus den jeweils sechs Meßdaten wurden nach Gleichung 8 und die Standardabweichungen nach Gleichung 9 errechnet.

$$\bar{\vartheta} = \frac{\vartheta_1 + \vartheta_2 + \dots + \vartheta_n}{n} \quad \text{in } ^\circ\text{C} \quad [8]$$

$$S_{\vartheta} = \sqrt{\frac{(\vartheta_1 - \bar{\vartheta})^2 + (\vartheta_2 - \bar{\vartheta})^2 + \dots + (\vartheta_n - \bar{\vartheta})^2}{n - 1}} \quad \text{in K} \quad [9]$$

Die Meßdaten der einzelnen Erhitzer sind in den Tabellen 6 bis 15 und die Temperaturmittelwerte sowie Standardabweichungen in der Tabelle 16 dargestellt.

Tabelle 6: Temperatur der rückgekühlten pasteurisierten Milch bei Kurzzeiterhitzer 1

Produktionszeit in Minuten	Temperatur in °C
5	8
10	9
15	9
20	10
25	9
30	10

Tabelle 7: Temperatur der rückgekühlten pasteurisierten Milch bei Kurzzeiterhitzer 2

Produktionszeit in Minuten	Temperatur in °C
5	9
10	9
15	9
20	10
25	9
30	9

Tabelle 8: Temperatur der rückgekühlten pasteurisierten Milch bei Kurzzeiterhitzer 3

Produktionszeit in Minuten	Temperatur in °C
5	11
10	12
15	11
20	12
25	12
30	12

Tabelle 9: Temperatur der rückgekühlten pasteurisierten Milch bei Kurzzeiterhitzer 4

Produktionszeit in Minuten	Temperatur in °C
5	9
10	9
15	10
20	9
25	11
30	11

Tabelle 10: Temperatur der rückgekühlten pasteurisierten Milch bei Kurzzeiterhitzer 5

Produktionszeit in Minuten	Temperatur in °C
5	14
10	15
15	15
20	15
25	16
30	15

Tabelle 11: Temperatur der rückgekühlten pasteurisierten Milch bei Kurzzeiterhitzer 6

Produktionszeit in Minuten	Temperatur in °C
5	20
10	20
15	21
20	22
25	20
30	19

Tabelle 12: Temperatur der rückgekühlten pasteurisierten Milch bei Kurzzeiterhitzer 7

Produktionszeit in Minuten	Temperatur in °C
5	15
10	15
15	16
20	16
25	16
30	16

Tabelle 13: Temperatur der rückgekühlten pasteurisierten Milch bei Kurzzeiterhitzer 8

Produktionszeit in Minuten	Temperatur in °C
5	10
10	11
15	11
20	11
25	11
30	11

Tabelle 14: Temperatur der rückgekühlten pasteurisierten Milch bei Kurzzeiterhitzer 9

Produktionszeit in Minuten	Temperatur in °C
5	12
10	12
15	13
20	12
25	12
30	13

Tabelle 15: Temperatur der rückgekühlten pasteurisierten Milch bei Kurzzeiterhitzer 10

Produktionszeit in Minuten	Temperatur in °C
5	7
10	7
15	9
20	9
25	8
30	9

Tabelle 16: Temperaturmittelwerte und Standardabweichungen der rückgekühlten pasteurisierten Milch

Kurzzeiterhitzer Nr.	Temperaturmittelwert in °C	Standardabweichung in K
1	9	0,75
2	9	0,41
3	12	0,52
4	10	0,98
5	15	0,63
6	20	1,03
7	16	0,52
8	11	0,41
9	12	0,52
10	8	0,98

Aus den Mittelwerten wurde ebenfalls mit vorstehender Gleichung 8 die durchschnittliche Temperatur der rückgekühlten pasteurisierten Milch aller im Praxisversuch überprüften Kurzzeiterhitzer errechnet. Die Temperatur der pasteurisierten Milch beträgt nach der Rückkühlung im Durchschnitt 12°C, unabhängig von den Apparatetypen und ihren Leistungen. In den nachfolgenden Versuchen sollte die zu untersuchende Milch vor Benetzung des Indikatorpapiers auf die ermittelte Temperatur eingestellt werden, um praxisnahe Bedingungen für den Phosphatasenachweis im Labor zu schaffen.

5.2. Visuell wahrnehmbare Gelbfärbung des Phosphatase-Indikatorpapiers

Die in den Tabellen 17, 18 und 19 abhängig von dem Vermischungsgrad mit Rohmilch und der Reaktionszeit dokumentierten Farbeindrücke wurden in drei separaten Testreihen ermittelt. Sie zeigen, daß die visuelle Wahrnehmung einer Verfärbung von weiß zu gelb nur schwer möglich ist. Das gilt besonders für Rohmilchanteile von weniger als 0,3 % in pasteurisierter Vollmilch. Bei derart kleinen Vermischungsgraden treten auch nach längerer Inkubationszeit nur sehr geringe Farbveränderungen beim Phosphatase-Indikatorpapier auf. Diese zu erkennen, ist das menschliche Auge längst überfordert. Weiterhin kommt hinzu, daß der Farbeindruck von vielen Faktoren beeinflusst wird. Hierzu zählen insbesondere die Art der Lichtquelle, die Beleuchtungsrichtung, der Objekthintergrund, die Objektgröße, der Betrachtungswinkel sowie das individuelle Farbempfinden (N.N. 1994).

Obwohl bei jeder visuellen Kontrolle der drei Testreihen die Art der Lichtquelle, der Objekthintergrund und die Objektgröße identisch waren, konnte eine Übereinstimmung der Beleuchtungsrichtung sowie des Betrachtungswinkels nicht sichergestellt werden. Die unterschiedlichen Farbeindrücke trotz gleicher Rohmilchanteile in pasteurisierter Milch und Reaktionszeiten sowie die Inkonsistenz der Reaktionszeitverlängerung bis zur Wahrnehmung von Farbveränderungen bei abnehmenden Rohmilchanteilen in den einzelnen Testreihen verdeutlichen das Problem.

Ein Rohmilchanteil von 0,3 % in pasteurisierter Vollmilch ist bei einer Reaktionszeit von 2 Stunden noch sicher visuell nachweisbar. Das heißt, in 25000 l pasteurisierter Milch kann ein Rohmilchvolumen von 75 l nachgewiesen werden. Der eindeutige Nachweis kleinerer Vermischungsgrade innerhalb von 2 Stunden oder kürzerer Reaktionszeiten ist mit dieser Methode nicht möglich. Die von Rauscher, Engst und Freimuth für die herkömmliche qualitative Phosphatasebestimmung ermittelte und 1986 veröffentlichte Nachweisgrenze hat sich somit in den drei Testreihen bestätigt.

Tabelle 17: 1. Testreihe zur visuellen Wahrnehmung der Farbveränderung des Phosphatase-Indikatorpapiers

Proben-Nr.	1	2	3	4	5	6	7
pasteurisierte Vollmilch							
in ml	100	0	99,9	99,8	99,7	99,6	99,5
Rohmilch							
in ml	0	100	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5
Reaktionszeit	Farbe des Phosphatase-Indikatorpapiers						
10 min	O	X	O	O	O	O	O
20 min	O	X	O	O	O	O	O
30 min	O	X	O	O	O	O	O
40 min	O	X	O	O	O	O	O
50 min	O	X	O	O	O	O	/
60 min	O	X	O	O	O	O	/
70 min	O	X	O	O	/	O	/
80 min	O	X	O	O	/	/	/
90 min	O	X	O	O	/	/	X
100 min	O	X	/	O	/	/	X
110 min	O	X	/	O	X	/	X
120 min	O	X	/	/	X	/	X
130 min	O	X	X	/	X	/	X
140 min	O	X	X	/	X	/	X
150 min	O	X	X	/	X	X	X
160 min	O	X	X	/	X	X	X
170 min	O	X	X	/	X	X	X
180 min	O	X	X	/	X	X	X

O - weiß
 / - gelblich
 X - gelb

Tabelle 18: 2. Testreihe zur visuellen Wahrnehmung der Farbveränderung des Phosphatase-Indikatorpapiers

Proben-Nr.	1	2	3	4	5	6	7
pasteurisierte Vollmilch							
in ml	100	0	99,9	99,8	99,7	99,6	99,5
Rohmilch							
in ml	0	100	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5
Reaktionszeit	Farbe des Phosphatase-Indikatorpapiers						
10 min	O	X	O	O	O	O	O
20 min	O	X	O	O	O	O	O
30 min	O	X	O	O	O	O	O
40 min	O	X	O	O	O	O	O
50 min	O	X	O	O	O	O	/
60 min	O	X	O	O	O	O	/
70 min	O	X	O	/	/	/	/
80 min	O	X	O	/	/	/	/
90 min	O	X	O	/	/	/	/
100 min	O	X	/	/	/	/	/
110 min	O	X	/	X	/	X	X
120 min	O	X	/	X	X	X	X
130 min	O	X	/	X	X	X	X
140 min	O	X	/	X	X	X	X
150 min	O	X	X	X	X	X	X
160 min	O	X	X	X	X	X	X
170 min	O	X	X	X	X	X	X
180 min	O	X	X	X	X	X	X

O - weiß
 / - gelblich
 X - gelb

Tabelle 19: 3. Testreihe zur visuellen Wahrnehmung der Farbveränderung des Phosphatase-Indikatorpapiers

Proben-Nr.	1	2	3	4	5	6	7
pasteurisierte Vollmilch							
in ml	100	0	99,9	99,8	99,7	99,6	99,5
Rohmilch							
in ml	0	100	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5
Reaktionszeit	Farbe des Phosphatase-Indikatorpapiers						
10 min	O	X	O	O	O	O	O
20 min	O	X	O	O	O	O	O
30 min	O	X	O	O	O	O	O
40 min	O	X	O	O	O	O	O
50 min	O	X	O	O	O	O	/
60 min	O	X	O	O	O	O	/
70 min	O	X	O	O	/	O	/
80 min	O	X	O	O	/	/	/
90 min	O	X	O	/	/	/	X
100 min	O	X	O	/	/	/	X
110 min	O	X	O	/	X	/	X
120 min	O	X	O	/	X	X	X
130 min	O	X	O	X	X	X	X
140 min	O	X	O	X	X	X	X
150 min	O	X	O	X	X	X	X
160 min	O	X	O	X	X	X	X
170 min	O	X	/	X	X	X	X
180 min	O	X	/	X	X	X	X

O - weiß
 / - gelblich
 X - gelb

Die Formel 10 dient der Berechnung, bis zu welcher Größe Trennwanddurchbrüche unter Nutzung der visuellen Methode noch eindeutig nachweisbar sind. Zwischen Vorlauf und Rücklauf eines Milchpasteurs mit dem Nennvolumenstrom von 25000 l/h wird ein Druckgefälle von $1 \cdot 10^5$ Pa angenommen.

$$A_d = \frac{\dot{V}}{\alpha \sqrt{2\Delta p/\rho}} \quad \text{in m}^2 \quad [10]$$

Hier sind

Querschnittsfläche des Trennwanddurchbruchs	A_d
Volumenstrom	$\dot{V} = 0,075 \text{ m}^3/\text{h}$
Durchflußzahl	$\alpha \sim 1$
Druckgefälle	$\Delta p = 100000 \frac{\text{kg}}{\text{m} \cdot \text{s}^2}$
Dichte von Milch	$\rho \sim 1000 \text{ kg}/\text{m}^3$

Der visuelle Phosphatasetest gestattet das Erkennen eines Trennwanddurchbruchs mit der Querschnittsfläche größer als $1,5 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2$. Aus der Praxis sind aber Durchbrüche mit Querschnittsflächen von $2,45 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2$ (siehe Abschnitt 3.4.2.) bekannt. Hierzu zählen 6 mm lange und 0,04 mm breite Risse bzw. Lochfraßstellen mit 0,55 mm Durchmesser in den Platten. Sie führen bei einem Druckgefälle von $1 \cdot 10^5$ Pa zwischen Vor- und Rücklaufseite des Kurzzeiterhitzers zu einer Vermischung von 25000 l pasteurisierter Milch mit 12,5 l Rohmilch je Stunde. Das entspricht einem Rohmilchvermischungsgrad von 0,05 %, der mit genutzter Methode nicht nachweisbar ist.

5.3. Photometrisch ermittelte Farbänderung des Phosphatase-Indikatorpapiers

5.3.1. Farbdaten, Farbdatenmittelwerte und Standardabweichungen

in Abhängigkeit von der Reaktionszeit und den Rohmilchanteilen in der pasteurisierten Milch

Der $L^*a^*b^*$ -Farbraum ist ein System zum Vereinheitlichen der Farbmessung und wurde aufgrund hoher Genauigkeit in der Darstellung wahrnehmbarer Farben durch die Commission Internationale de l'Eclairage im Jahr 1976 empfohlen. Es ist das gebräuchlichste System für die Farbbestimmung und hat heute in fast allen photometrischen Anwendungsbereichen eine große Verbreitung gefunden. Der Farbraum des $L^*a^*b^*$ -Systems wird durch die Helligkeit L^* und die Farbkoordinaten a^* und b^* gekennzeichnet. Die a^* - und b^* -Werte geben zusammen den Farbton und die Buntheit eines Objektes an. Positive a^* -Werte deuten auf einen Rotanteil und negative auf einen Grünanteil hin. Dementsprechend weisen positive b^* -Werte in Richtung Gelb und negative in Richtung Blau des Farbraumes. Ein neutrales Grau ohne jede Buntheit befindet sich im Koordinatenursprung des $L^*a^*b^*$ -Systems.

Die Tabellen 20 - 27 stellen numerische Farbdaten der mit verschiedenen Milchen benetzten Indikatorpapierstreifen und die Mittelwerte sowie Standardabweichungen von jeweils sechs gleichen Proben in Abhängigkeit von der Reaktionszeit dar.

Die Farbdatenmittelwerte bildeten die Grundlage für die Berechnung der Farbdifferenzen zwischen den mit pasteurisierter Vollmilch und den mit Rohmilch sowie unterschiedlichen Rohmilchmengen vermischter pasteurisierter Vollmilch benetzten Indikatorpapierstreifen.

Tabelle 20: Numerische Farbdaten des mit pasteurisierter Vollmilch benetzten Phosphatase-Indikatorpapiers in Abhängigkeit von der Reaktionszeit

Reaktionszeit in Minuten	Farbdaten von 6 Proben																	
	L* ₁	a* ₁	b* ₁	L* ₂	a* ₂	b* ₂	L* ₃	a* ₃	b* ₃	L* ₄	a* ₄	b* ₄	L* ₅	a* ₅	b* ₅	L* ₆	a* ₆	b* ₆
10	85,7	-1,45	3,09	85,8	-1,35	2,98	86,13	-1,39	3	86,5	-1,44	3,03	85,61	-1,33	2,95	84,72	-1,44	3,35
30	86,19	-1,38	3,14	86,24	-1,22	2,92	87,28	-1,22	3,17	86,54	-1,27	2,88	86,11	-1,22	2,84	85,28	-1,26	3,26
60	85,77	-1,25	2,87	85,93	-1,24	2,95	86,96	-1,19	3,14	86,39	-1,22	2,8	85,04	-1,27	2,95	85,46	-1,22	3,26
90	85,75	-1,24	2,85	86,04	-1,21	2,95	87,73	-1,13	3,3	86,48	-1,26	2,87	86,29	-1,15	2,74	86,18	-1,15	3,11
120	85,71	-1,24	2,83	86,16	-1,2	2,93	87,62	-1,13	3,3	86,73	-1,19	2,82	85,2	-1,24	2,93	85,84	-1,16	3,17
150	85,5	-1,25	2,84	86,08	-1,2	2,95	87,77	-1,08	3,21	88,48	-1,11	3,17	85,82	-1,15	2,76	85,94	-1,13	3,11
1440	87,72	-1,5	3,56	87,69	-1,44	3,46	88,45	-1,29	3,22	87,85	-1,52	3,6	87	-1,43	3,31	89,64	-1,4	4,16

Tabelle 21: Farbdatenmittelwerte und Standardabweichungen des mit pasteurisierter Vollmilch benetzten Phosphatase-Indikatorpapiers in Abhängigkeit von der Reaktionszeit

Reaktionszeit in Minuten	Farbdatenmittelwert			Standardabweichung		
	L* ₁₋₆	a* ₁₋₆	b* ₁₋₆	SL* ₁₋₆	Sa* ₁₋₆	Sb* ₁₋₆
10	85,74	-1,4	3,07	0,6	0,05	0,15
30	86,27	-1,26	3,04	0,65	0,06	0,18
60	85,93	-1,23	3	0,68	0,03	0,17
90	86,41	-1,19	2,97	0,69	0,05	0,2
120	86,21	-1,19	3	0,86	0,04	0,19
150	86,6	-1,15	3,01	1,22	0,06	0,18
1440	88,06	-1,43	3,55	0,9	0,08	0,33

Tabelle 22: Numerische Farbdaten des mit Rohmilch benetzten Phosphatase-Indikatorpapiers in Abhängigkeit von der Reaktionszeit

Reaktionszeit in Minuten	Farbdaten von 6 Proben																							
	L* ₇	a* ₇	b* ₇	L* ₈	a* ₈	b* ₈	L* ₉	a* ₉	b* ₉	L* ₁₀	a* ₁₀	b* ₁₀	L* ₁₁	a* ₁₁	b* ₁₁	L* ₁₂	a* ₁₂	b* ₁₂						
10	86,14	-3,1	7,22	86,17	-5	13,89	85,91	-3,96	9,09	85,71	-6,13	14,94	85,08	-4,06	9,42	84,52	-5,48	13,25						
30	85,89	-6,92	17,3	85,79	-9,79	26,47	86,7	-8,36	21,61	85,63	-10,17	27,29	85,14	-8,27	21,28	85,79	-8,79	22,83						
60	85,45	-8,31	21,59	85,29	-11,1	30,97	86,47	-10,22	27,46	85,16	-11,32	31,45	85,61	-9,68	25,75	85,92	-9,95	26,59						
90	85,89	-9,43	25,08	84,94	-11,44	32,47	87,73	-9,89	27,05	85,03	-11,65	32,78	85,64	-10,1	26,9	84,82	-10,79	29,8						
120	85,97	-9,49	25,33	85,54	-11,41	32,65	87,47	-10,06	27,72	85,31	-11,6	32,64	86,26	-10,01	27,07	85,78	-10,67	29,75						
150	86,22	-9,54	25,58	85,69	-11,45	32,89	87,56	-10,17	28,15	85,68	-11,63	32,95	86,32	-10,2	27,97	86,4	-10,58	29,64						
1440	87,17	-9,54	25,15	88,85	-10,77	29,88	87,58	-10,37	28,26	88,19	-10,79	29,24	87,07	-10,21	27,37	87,84	-9,24	24,59						

Tabelle 23: Farbdatenmittelwerte und Standardabweichungen des mit Rohmilch benetzten Phosphatase-Indikatorpapiers in Abhängigkeit von der Reaktionszeit

Reaktionszeit in Minuten	Farbdatenmittelwert				Standardabweichung			
	L* ₇₋₁₂	a* ₇₋₁₂	b* ₇₋₁₂	S _{L*₇₋₁₂}	L* ₇₋₁₂	a* ₇₋₁₂	b* ₇₋₁₂	S _{b*₇₋₁₂}
10	85,59	-4,62	11,3	0,66	1,12	3,12		
30	85,82	-8,72	22,8	0,51	1,17	3,68		
60	85,65	-10,1	27,3	0,48	1,09	3,64		
90	85,68	-10,55	29,01	1,09	0,89	3,18		
120	86,06	-10,54	29,19	0,77	0,84	3,02		
150	86,31	-10,6	29,53	0,69	0,81	2,93		
1440	87,78	-10,15	27,42	0,67	0,64	2,16		

Tabelle 24: Numerische Farbdaten des durch pasteurisierte Vollmilch mit einem Rohmilchanteil von 0,1 % benetzten Phosphatase-Indikatorpapiers in Abhängigkeit von der Reaktionszeit

Reaktionszeit in Minuten	Farbdaten von 6 Proben																	
	L* ₁₃	a* ₁₃	b* ₁₃	L* ₁₄	a* ₁₄	b* ₁₄	L* ₁₅	a* ₁₅	b* ₁₅	L* ₁₆	a* ₁₆	b* ₁₆	L* ₁₇	a* ₁₇	b* ₁₇	L* ₁₈	a* ₁₈	b* ₁₈
10	85,16	-1,93	5,88	85,47	-1,9	5,92	85,61	-1,87	5,77	86,54	-2,23	7,1	85,5	-1,89	5,85	86,64	-1,79	6,05
30	85,82	-2,04	6,4	85,51	-1,79	5,61	85,9	-1,77	5,74	86,58	-2,36	7,57	85,26	-1,83	5,73	86,39	-1,83	6,15
60	85,74	-2,1	6,6	85,46	-1,84	5,68	85,72	-1,76	5,64	86,05	-2,05	6,54	85,21	-1,84	5,82	86,01	-1,84	6,01
90	85,61	-1,96	6,09	85,79	-1,85	5,85	85,63	-1,73	5,64	85,72	-2,02	6,34	85,45	-1,81	5,75	85,53	-1,9	6,13
120	85,55	-2,07	6,35	85,68	-1,8	5,63	85,45	-1,82	5,69	85,43	-1,84	5,69	85,43	-1,89	5,92	85,69	-1,89	5,99
150	85,43	-2,05	6,38	85,51	-1,82	5,67	85,29	-1,76	5,51	85,4	-1,92	6,01	85,18	-1,82	5,71	85,25	-1,95	6,11
1440	86,74	-2,74	7,6	87,09	-2,44	6,89	86,82	-2,5	7,15	85,93	-2,51	7,03	86,73	-2,46	6,9	86,6	-2,63	7,32

Tabelle 25: Farbdatenmittelwerte und Standardabweichungen des durch pasteurisierte Vollmilch mit einem Rohmilchanteil von 0,1 % benetzten Phosphatase-Indikatorpapiers in Abhängigkeit von der Reaktionszeit

Reaktionszeit in Minuten	Farbdatenmittelwert			Standardabweichung		
	L* ₁₃₋₁₈	a* ₁₃₋₁₈	b* ₁₃₋₁₈	SL* ₁₃₋₁₈	Sa* ₁₃₋₁₈	Sb* ₁₃₋₁₈
10	85,82	-1,94	6,1	0,62	0,15	0,5
30	85,91	-1,94	6,2	0,5	0,23	0,73
60	85,7	-1,91	6,05	0,32	0,14	0,42
90	85,62	-1,88	5,97	0,12	0,1	0,26
120	85,54	-1,89	5,88	0,12	0,1	0,27
150	85,34	-1,89	5,9	0,12	0,11	0,32
1440	86,65	-2,55	7,15	0,39	0,12	0,27

Tabelle 26: Numerische Farbdaten des durch pasteurisierte Vollmilch mit einem Rohmilchanteil von 0,05 % benetzten Phosphatase-Indikatorpapiers in Abhängigkeit von der Reaktionszeit

Reaktionszeit in Minuten	Farbdaten von 6 Proben																	
	L* ₁₉	a* ₁₉	b* ₁₉	L* ₂₀	a* ₂₀	b* ₂₀	L* ₂₁	a* ₂₁	b* ₂₁	L* ₂₂	a* ₂₂	b* ₂₂	L* ₂₃	a* ₂₃	b* ₂₃	L* ₂₄	a* ₂₄	b* ₂₄
10	86,04	-1,86	6,08	85,64	-1,93	5,82	84,8	-1,94	5,87	85,29	-1,95	5,93	85,7	-1,78	5,38	85,81	-1,78	5,57
30	85,96	-1,83	6,07	85,6	-1,9	5,88	84,94	-1,85	5,79	86,27	-1,75	5,86	85,54	-1,76	5,43	85,82	-1,73	5,49
60	85,8	-1,75	5,94	85,46	-1,85	5,8	84,8	-1,88	5,98	85,4	-1,85	5,86	85,25	-1,71	5,39	85,9	-1,69	5,55
90	85,75	-1,81	6,01	85,34	-1,81	5,68	84,89	-1,84	5,71	85,04	-1,75	5,51	85,42	-1,75	5,59	85,32	-1,69	5,3
120	85,75	-1,77	5,82	85,35	-1,85	5,84	84,82	-1,78	5,43	85	-1,76	5,47	85,31	-1,75	5,49	85,35	-1,69	5,29
150	85,58	-1,76	5,76	85,19	-1,85	5,83	84,74	-1,79	5,43	84,91	-1,76	5,5	85,22	-1,7	5,39	85,35	-1,69	5,32
1440	86,68	-2,19	6,48	86,53	-2,25	6,25	86,44	-2,19	6,16	86,68	-2,15	6,15	86,73	-2,12	6,07	86,96	-2,01	5,68

Tabelle 27: Farbdatenmittelwerte und Standardabweichungen des durch pasteurisierte Vollmilch mit einem Rohmilchanteil von 0,05 % benetzten Phosphatase-Indikatorpapiers in Abhängigkeit von der Reaktionszeit

Reaktionszeit in Minuten	Farbdatenmittelwert			Standardabweichung		
	L* _{19,24}	a* _{19,24}	b* _{19,24}	S _{L*_{19,24}}	S _{a*_{19,24}}	S _{b*_{19,24}}
10	85,55	-1,87	5,78	0,44	0,08	0,26
30	85,69	-1,8	5,75	0,45	0,07	0,25
60	85,44	-1,79	5,75	0,4	0,08	0,23
90	85,29	-1,78	5,63	0,3	0,06	0,24
120	85,26	-1,77	5,56	0,32	0,05	0,22
150	85,17	-1,76	5,54	0,3	0,06	0,21
1440	86,67	-2,15	6,13	0,18	0,08	0,26

5.3.2. Farbdifferenzen in Abhängigkeit von der Reaktionszeit und den Rohmilchanteilen in der pasteurisierten Milch

Aus den Farbdatenmittelwerten der mit pasteurisierter Vollmilch und der mit Rohmilch sowie unterschiedlichen Rohmilchmengen vermischter pasteurisierter Vollmilch benetzten Indikatorpapierstreifen wurden die Farbdifferenzen unter Nutzung der Formel 7 (siehe Abschnitt 4.2.2.3.) errechnet und in den Tabellen 28 - 31 zusammengestellt.

Mit Hilfe der Farbdifferenz ΔE^*_{ab} können auch kleinste Farbunterschiede numerisch ausgedrückt werden. Die Farbdifferenz kennzeichnet den Abstand zweier Farben im dreidimensionalen $L^*a^*b^*$ -System.

Die aus den Tabellen 28 - 31 erarbeiteten Diagramme 1 - 5 veranschaulichen die errechneten Farbdifferenzen des Phosphatase-Indikatorpapiers zwischen pasteurisierter Vollmilch und pasteurisierter Vollmilch mit verschiedenen Rohmilchanteilen in Abhängigkeit von der Reaktionszeit.

Die Diagramme 1 - 5 machen deutlich, daß die in den Versuchen hergestellten Vermischungen der pasteurisierten Vollmilch mit Rohmilch selbst bei kleinsten Rohmilchanteilen von 0,05 % in pasteurisierter Vollmilch durch die Verwendung des Phosphatase-Indikatorpapiers und eines Dreifiltermeßgerätes in Kombination bei der photometrischen Analyseverfahren sehr schnell und sicher nachweisbar sind. Grund hierfür sind die durch das Farbmeßsystem realisierten gleichbleibenden Beleuchtungs- und Meßbedingungen während der gesamten Versuchsdurchführung sowie das objektive Erkennen der Farbunterschiede, unabhängig von menschlichen Eindrücken.

Schon nach einer Reaktionszeit von 10 Minuten zeigt die ermittelte Farbdifferenz des Phosphatase-Indikatorpapiers von 0,2 eindeutig eine pasteurisierte Vollmilch an. Die Farbdifferenz von 8,8 kennzeichnet Rohmilch. Ebenfalls nach 10 Minuten wird eine pasteurisierte Vollmilch mit einem Anteil von 0,1 % Rohmilch durch die Farbdifferenz von 3,1 und mit einem Anteil von 0,05 % Rohmilch durch die Farbdifferenz von 2,8 angezeigt.

Tabelle 28: Farbdifferenz des Phosphatase-Indikatorpapiers bei Benetzung mit jeweils pasteurisierter Vollmilch in Abhängigkeit von der Reaktionszeit

Reaktionszeit in Minuten	Farbdatenmittelwerte des Phosphatase-Indikatorpapiers mit						Farbdifferenz ΔE^*_{ab}
	pasteurisierter Vollmilch			pasteurisierter Vollmilch			
	$L^*_{1,3,5}$	$a^*_{1,3,5}$	$b^*_{1,3,5}$	$L^*_{2,4,6}$	$a^*_{2,4,6}$	$b^*_{2,4,6}$	
10	85,81	-1,38	3,01	85,67	-1,41	3,12	0,18
30	86,53	-1,27	3,05	86,02	-1,25	3,02	0,51
60	85,92	-1,24	2,99	85,93	-1,23	3	0,02
90	86,59	-1,17	2,96	86,23	-1,21	2,98	0,36
120	86,18	-1,2	3,02	86,24	-1,18	2,97	0,08
150	86,36	-1,16	2,94	86,83	-1,15	3,08	0,49
1440	87,72	-1,41	3,36	88,39	-1,45	3,74	0,77

Tabelle 29: Farbdifferenz des Phosphatase-Indikatorpapiers zwischen pasteurisierter Vollmilch und Rohmilch in Abhängigkeit von der Reaktionszeit

Reaktionszeit in Minuten	Farbdatenmittelwerte des Phosphatase-Indikatorpapiers mit						Farbdifferenz ΔE^*_{ab}
	pasteurisierter Vollmilch			Rohmilch			
	L^*_{1-6}	a^*_{1-6}	b^*_{1-6}	L^*_{7-12}	a^*_{7-12}	b^*_{7-12}	
10	85,74	-1,4	3,07	85,59	-4,62	11,3	8,84
30	86,27	-1,26	3,04	85,82	-8,72	22,8	21,13
60	85,93	-1,23	3	85,65	-10,1	27,3	25,87
90	86,41	-1,19	2,97	85,68	-10,55	29,01	27,68
120	86,21	-1,19	3	86,06	-10,54	29,19	27,81
150	86,6	-1,15	3,01	86,31	-10,6	29,53	28,15
1440	88,06	-1,43	3,55	87,78	-10,15	27,42	25,41

Tabelle 30: Farbdifferenz des Phosphatase-Indikatorpapiers zwischen pasteurisierter Vollmilch und pasteurisierter Vollmilch mit einem Rohmilchanteil von 0,1 % in Abhängigkeit von der Reaktionszeit

Reaktionszeit in Minuten	Farbdatenmittelwerte des Phosphatase-Indikatorpapiers mit						Farbdifferenz ΔE^*_{ab}
	pasteurisierter Vollmilch			past. Vollmilch mit einem Rohmilchanteil von 0,1 %			
	L^*_{1-6}	a^*_{1-6}	b^*_{1-6}	L^*_{13-18}	a^*_{13-18}	b^*_{13-18}	
10	85,74	-1,4	3,07	85,82	-1,94	6,1	3,08
30	86,27	-1,26	3,04	85,91	-1,94	6,2	3,25
60	85,93	-1,23	3	85,7	-1,91	6,05	3,13
90	86,41	-1,19	2,97	85,62	-1,88	5,97	3,18
120	86,21	-1,19	3	85,54	-1,89	5,88	3,04
150	86,6	-1,15	3,01	85,34	-1,89	5,9	3,24
1440	88,06	-1,43	3,55	86,65	-2,55	7,15	4,03

Tabelle 31: Farbdifferenz des Phosphatase-Indikatorpapiers zwischen pasteurisierter Vollmilch und pasteurisierter Vollmilch mit einem Rohmilchanteil von 0,05 % in Abhängigkeit von der Reaktionszeit

Reaktionszeit in Minuten	Farbdatenmittelwerte des Phosphatase-Indikatorpapiers mit						Farbdifferenz ΔE^*_{ab}
	pasteurisierter Vollmilch			past. Vollmilch mit einem Rohmilchanteil von 0,05 %			
	L^*_{1-6}	a^*_{1-6}	b^*_{1-6}	L^*_{19-24}	a^*_{19-24}	b^*_{19-24}	
10	85,74	-1,4	3,07	85,55	-1,87	5,78	2,76
30	86,27	-1,26	3,04	85,69	-1,8	5,75	2,82
60	85,93	-1,23	3	85,44	-1,79	5,75	2,85
90	86,41	-1,19	2,97	85,29	-1,78	5,63	2,95
120	86,21	-1,19	3	85,26	-1,77	5,56	2,79
150	86,6	-1,15	3,01	85,17	-1,76	5,54	2,97
1440	88,06	-1,43	3,55	86,67	-2,15	6,13	3,02

Diagramm 1: Farbdifferenzen des Phosphatase-Indikatorpapiers bei pasteurisierter Vollmilch in Abhängigkeit von der Reaktionszeit

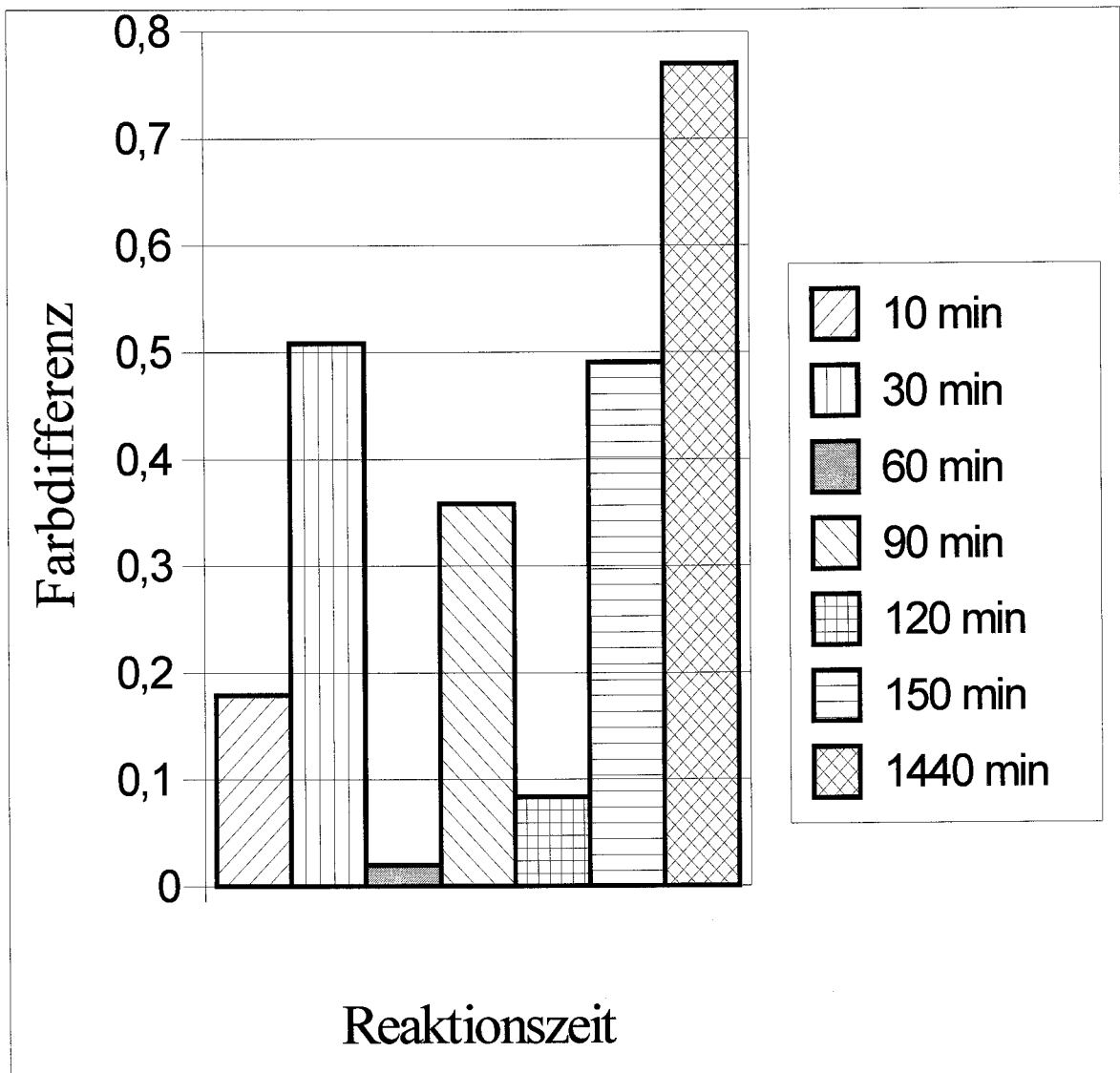


Diagramm 2: Farbdifferenzen des Phosphatase-Indikatorpapiers zwischen pasteurisierter Vollmilch und Rohmilch in Abhängigkeit von der Reaktionszeit

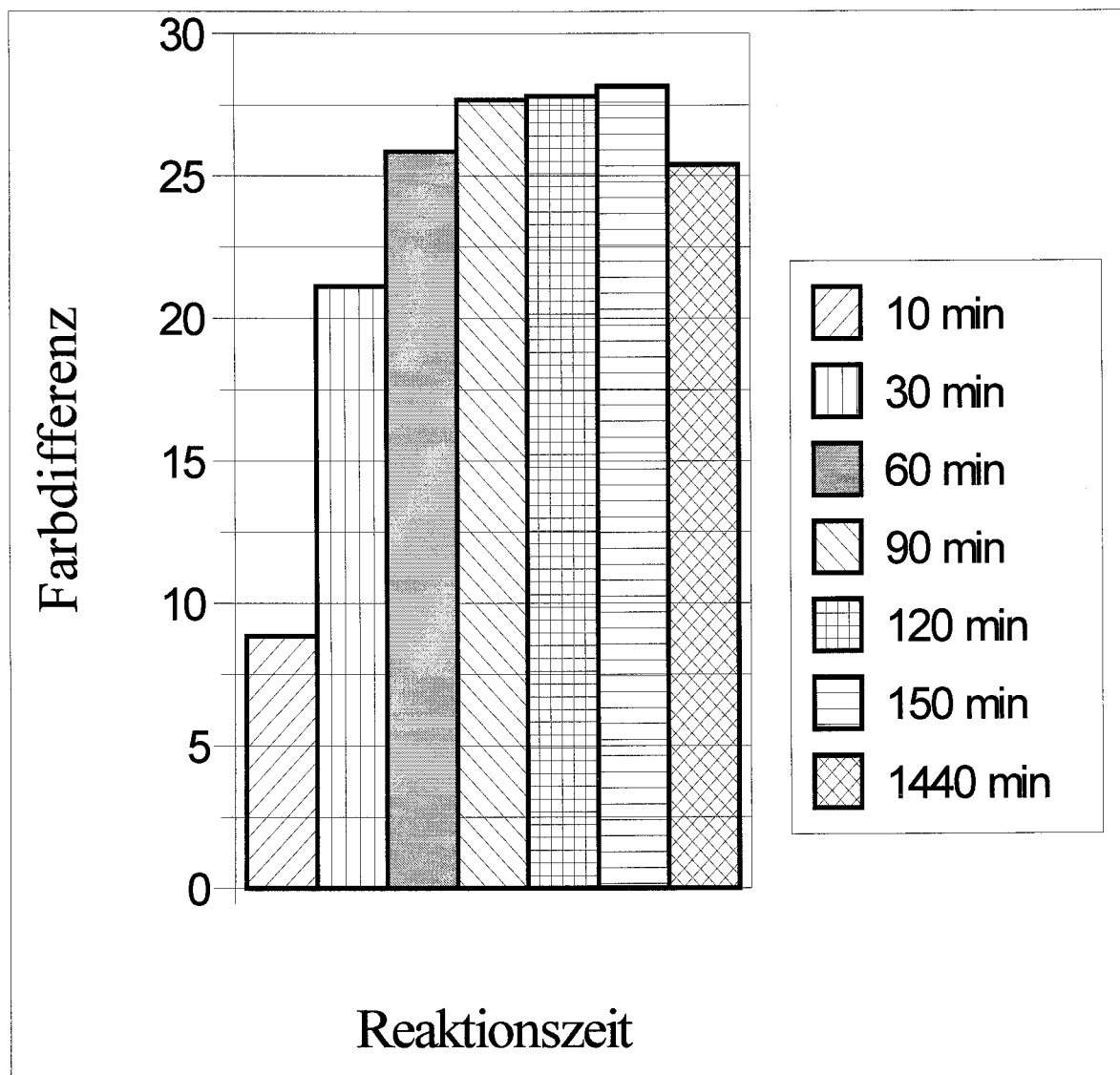


Diagramm 3: Farbdifferenzen des Phosphatase-Indikatorpapiers zwischen pasteurisierter Vollmilch und pasteurisierter Vollmilch mit einem Rohmilchanteil von 0,1 % in Abhängigkeit von der Reaktionszeit

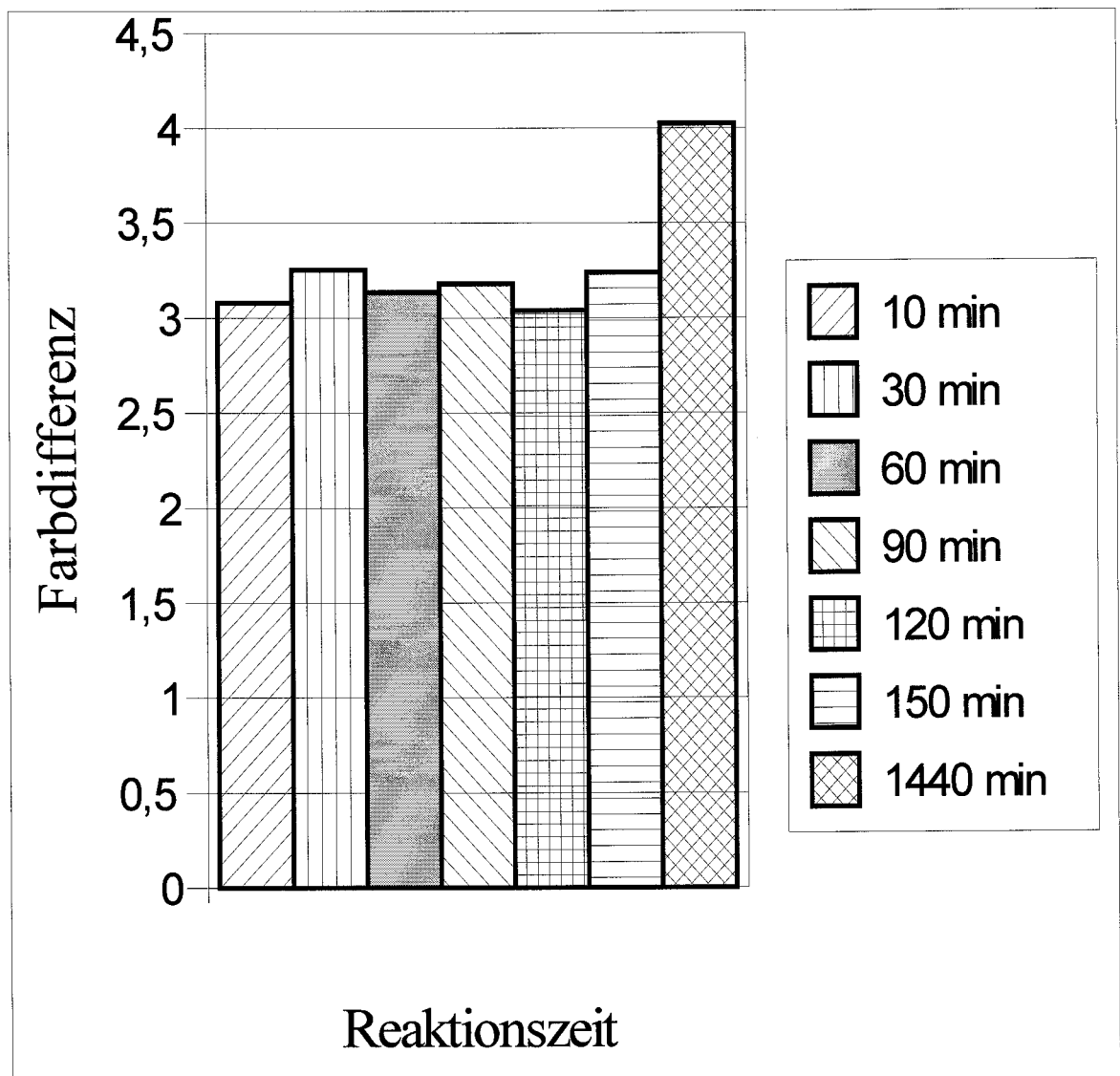


Diagramm 4: Farbdifferenzen des Phosphatase-Indikatorpapiers zwischen pasteurisierter Vollmilch und pasteurisierter Vollmilch mit einem Rohmilchanteil von 0,05 % in Abhängigkeit von der Reaktionszeit

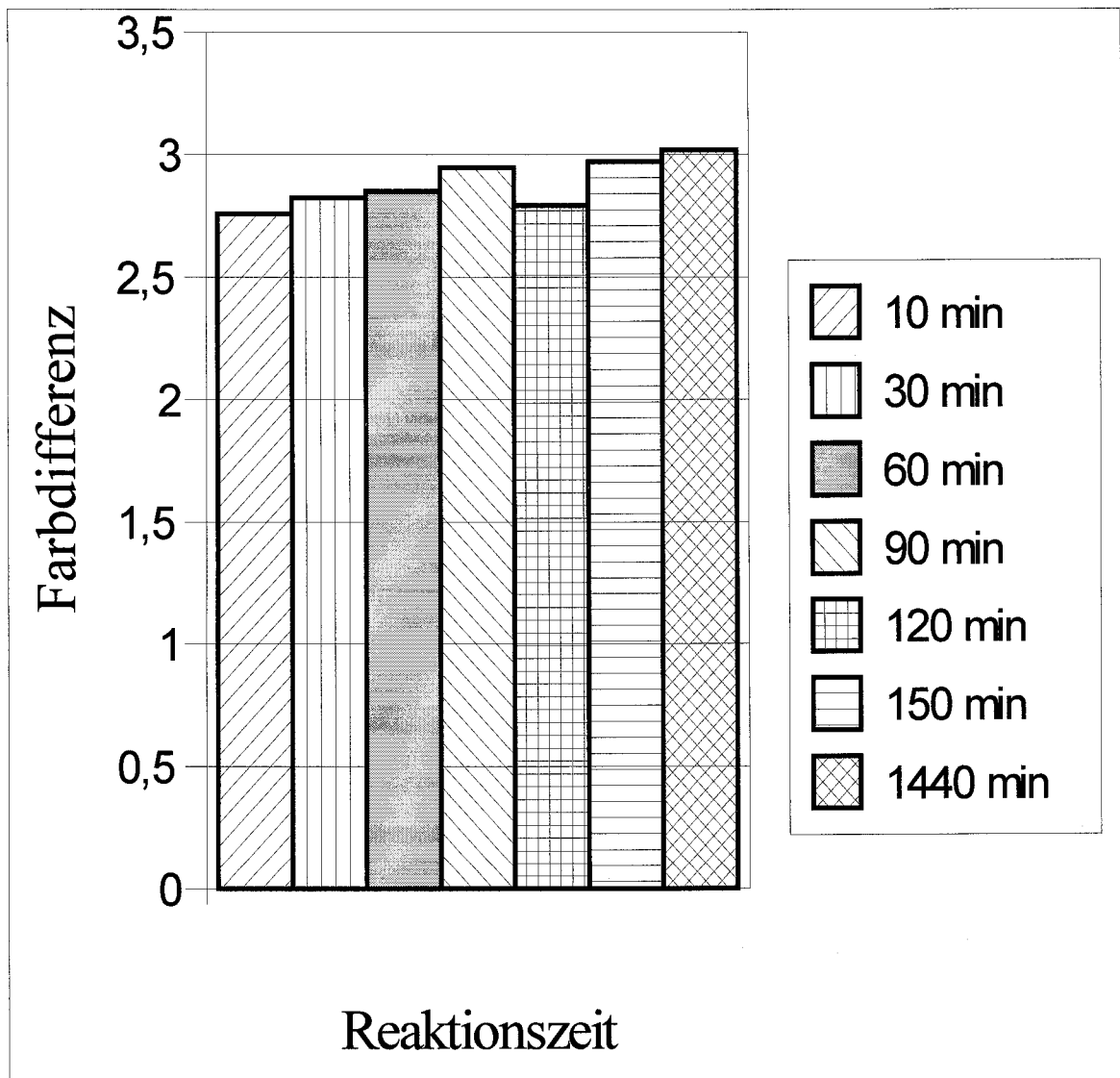
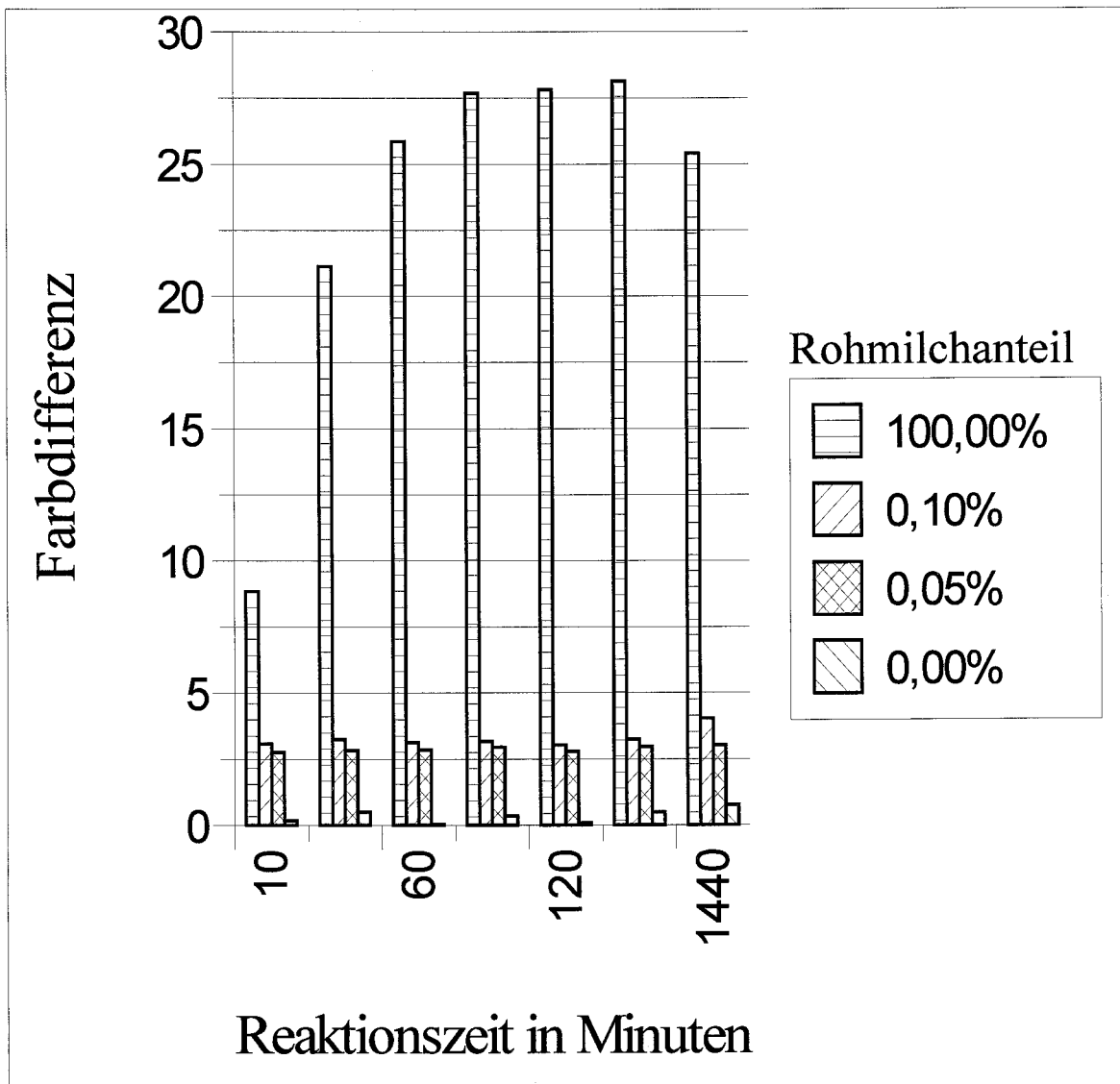


Diagramm 5: Farbdifferenzen des Phosphatase-Indikatorpapiers zwischen pasteurisierter Vollmilch und pasteurisierter Vollmilch mit unterschiedlichen Rohmilchanteilen in Abhängigkeit von der Reaktionszeit



6. Diskussion

Sowohl bei der visuellen als auch photometrischen Phosphatasebestimmung erfolgte die Benetzung des Indikatorpapiers mit ca. 0,06 ml der auf 12 °C temperierten Milch. Die mit Rohmilch getränkten Teststreifen zeigten sofort eine leichte Gelbfärbung. Diese verstärkte sich wesentlich, nachdem das Indikatorpapier in den Brutraum gebracht und dort auf 37 °C erwärmt wurde. Hieraus wird geschlossen, daß die während der Praxisversuche an den 10 Kurzzeiterhitzern in einem Bereich zwischen 7 und 22 °C ermittelten Temperaturen nur einen geringen Einfluß auf die enzymatische Reaktion haben. Damit sind sie für die Nachweisdurchführung unerheblich. Das Erreichen des Temperaturoptimums der Enzymaktivität von 37°C unmittelbar nach Benetzen des Indikatorpapiers hat sich für den schnellen Nachweis der alkalischen Phosphatase als entscheidend erwiesen.

In den drei Testreihen des Abschnitts 5.2. kristallisiert sich als limitierender Faktor für die Wahrnehmung schwacher Gelbfärbungen der subjektive Farbeindruck des Betrachters heraus. Teile der von einer Lichtquelle kommenden Strahlung werden vom Indikatorpapier absorbiert und andere reflektiert. Das zurückgeworfene Licht tritt in das Auge ein und erzeugt Reize auf der Netzhaut. In der Netzhaut befinden sich drei Arten von farbeempfindlichen Sinneszellen, die jeweils hauptsächlich auf die rote, grüne oder blaue Primärfarbe reagieren. Damit ermöglichen sie die Farbwahrnehmung. Der Farbeindruck wird von vielen Faktoren beeinflusst. Hierzu zählen insbesondere die Art der Lichtquelle, die Beleuchtungsrichtung, die Objektgröße, der Objekthintergrund, der Betrachtungswinkel sowie das individuelle Farbeempfinden. Jeder Betrachter verfügt über ein anderes subjektives und nicht konstantes Farbeempfinden (N.N. 1996). Das menschliche Auge ist mit dem Wahrnehmen der Farbdifferenzen unter 3,2 bereits überfordert. Es läßt sich leicht täuschen, weshalb nicht alle Farbunterschiede von ihm gleich bewertet werden. Der Betrachter steht unter dem Einfluß einer ständig wechselnden Meßgeometrie. Das Licht ist diffus oder gerichtet und strahlt in einem nicht konstanten Winkel auf das zu prüfende Papier. Das Auge schaut aus verschiedenen Richtungen zur Probe.

Während sich das Auge für das präzise Erkennen der Farben und Farbdifferenzen nicht eignet, ist dies mit einem Dreifiltermeßgerät möglich. Die Funktionsweise des Gerätes ist dem menschlichen Auge nachempfunden, jedoch erfolgen die Messungen stets unter gleichbleibenden Beleuchtungs- und Meßbedingungen. Aufgrund dieser Tatsache lassen sich

selbst dann Farbdifferenzen feststellen und exakt numerisch ausdrücken, wenn der Mensch längst überfordert ist.

Vergleicht man die Ergebnisse aus den durchgeführten Phosphatsetests nach Konrad mit den Ergebnissen aus den photometrischen Nachweisen, wird die Überlegenheit des neuen Verfahrens deutlich. Während die herkömmlich für die Qualitätsüberwachung der pasteurisierten Milch in den Molkereien eingesetzte visuelle Variante den Nachweis von Rohmilchanteilen ab 0,3 % nach einer Reaktionszeit von 2 Stunden erlaubt, werden durch die neue, mit verhältnismäßig einfachen technischen Mitteln realisierte Methode Rohmilchanteile ab 0,05 % in nur 10 Minuten nachgewiesen. Je länger der mit Milch getränkte Phosphatase-Indikatorpapierstreifen inkubiert wird, umso höher ist die abgespaltene p-Nitrophenolmenge und damit die Intensität der Gelbfärbung des Papiers. Dieses Ergebnis bestätigt die durch Konrad gemachte Beobachtung.

Aufgrund des wesentlich empfindlicheren Nachweises der Vermischung von pasteurisierter Milch mit Rohmilch bei Einsatz des photometrischen Verfahrens gegenüber dem bekannten qualitativen Verfahren kann davon ausgegangen werden, daß mit ihm auch kleinere Temperatur- sowie Verweilzeitunterschreitungen als 2 Kelvin bzw. 10 Sekunden bei der Kurzzeiterhitzung schnell und eindeutig nachweisbar sind.

Die Kombination aus Phosphatase-Indikatorpapier und Dreifiltermeßsystem ermöglicht bei Probenahme von gekühlter pasteurisierter Milch am Austritt der Wärmerückgewinnabteilung eine zuverlässige und objektive Überprüfung auf unzureichende Erhitzung sowie des Wärmeübertragers auf Trennwanddurchbruch. Der nachgewiesene Rohmilchanteil läßt unter Beachtung der Druckverhältnisse im Pasteur und der bearbeiteten Milchmenge Rückschlüsse auf die vorliegende Durchbruchgröße zu.

Somit ist eine umfassende automatische In-Prozeß-Sicherung der Pasteurisation von Milch mit geringem materiellen Aufwand möglich. Die technischen Parameter des Pasteurs sowie die Milchhygiene und -qualität werden durch den entwickelten Schnelldachweis der alkalischen Phosphatase nicht negativ beeinflusst.

7. Lösungsvorschlag

7.1. Methode für den schnellen automatischen Nachweis der Pasteurisation von Milch

Bei der neu entwickelten Methode für den Nachweis der ordnungsgemäßen Milchpasteurisation findet ein mit Substratpufferlösung auf der Basis von p-Nitrophenylphosphat versehener fester Träger Anwendung. Die eingesetzte Puffersubstanz soll den pH-Wert der Milch, der normalerweise zwischen 6,4 und 6,8 liegt, so abpuffern, daß die Enzymreaktion beim pH-Optimum der alkalischen Phosphatase, mit pH 9 bis 10 vor sich gehen kann.

Aus der zu überprüfenden Milch erfolgen in einem Zeitabstand von 10 Sekunden die Probeentnahmen von 2 ml. Der Indikatorsubstanzträger wird jeweils mit ca. 0,002 ml der zu analysierenden Probe benetzt, anschließend auf 37 °C temperiert und während der auf 10 Minuten begrenzten Nachweisdurchführung konstant bei dieser Temperatur gehalten. Eine vorschriftsmäßige Pasteurisation zerstört die originär in der Milch enthaltene alkalische Phosphatase. Bei noch Vorhandensein spaltet sie vom Dinatrium-p-Nitrophenylphosphat das mit gelber Eigenfarbe auftretende p-Nitrophenol ab.

Kleinste Differenzen bei Farbton, Helligkeit oder Sättigung der Indikatorsubstanzfarbe im Vergleich zu den bei nicht vorhandener alkalischer Phosphatase ermittelten Farbwerten nimmt ein Farbmeßsystem wahr. Als Meßmethode dient das sehr effiziente Dreibereichsverfahren. Es nutzt zur Messung des vom Objekt zurückgeworfenen Lichts drei Sensoren, die so gefiltert sind, daß sie der Empfindlichkeit des menschlichen Auges entsprechen. In Abhängigkeit von der Reaktionszeit wird unter Verwendung des Dreibereichsverfahrens die Farbe des mit pasteurisierter Milch benetzten Indikatorsubstanzträgers ermittelt und durch Zahlenwerte für die Helligkeit und die Farbkoordinaten gekennzeichnet. Diese numerischen Bezugsfarbdaten werden gespeichert und mit den aktuell gemessenen Farbdaten des mit unbekannter Milch benetzten Indikatorsubstanzträgers verglichen. Danach erfolgt das Auswerten der ermittelten Farbdifferenzen und das Prüfen auf Überschreitung festgelegter Grenzwerte.

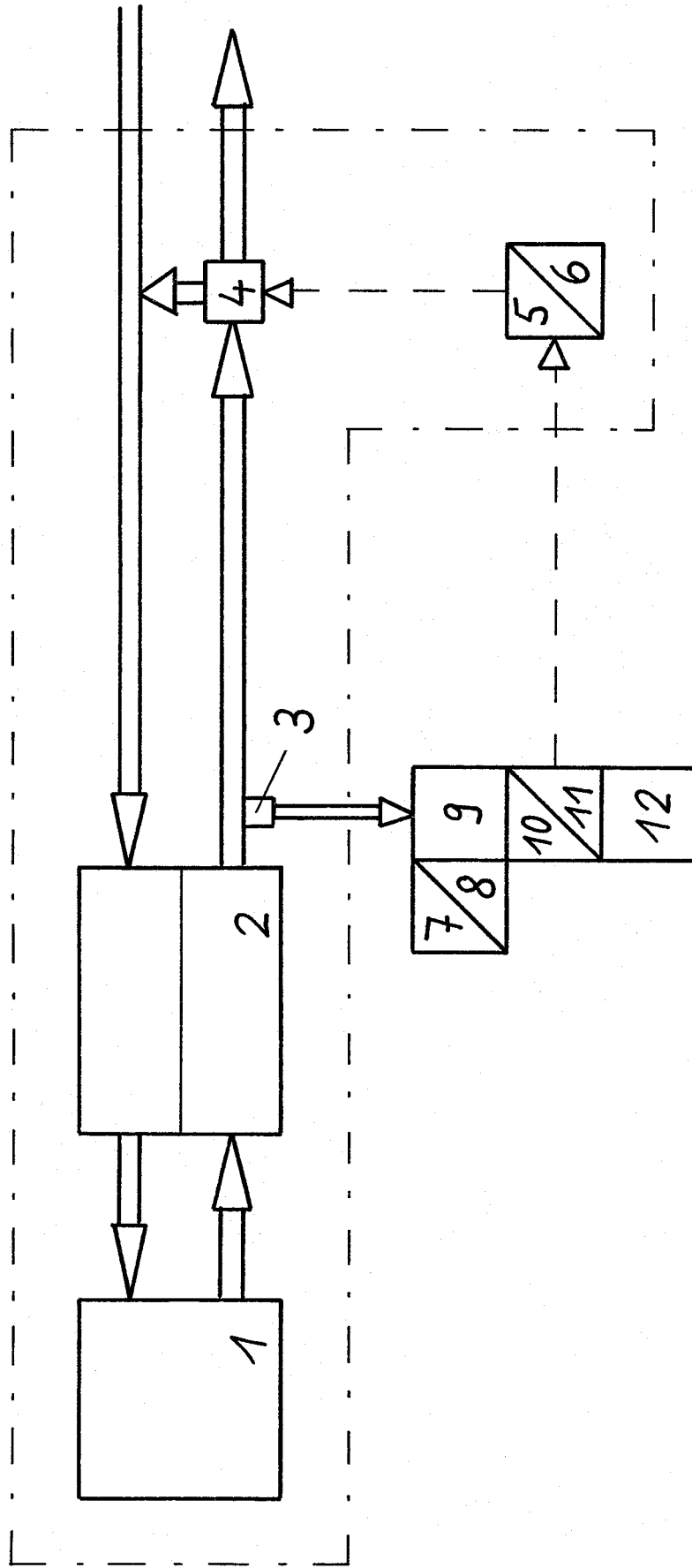
Somit lassen sich anhand der Farbmessung eine ungenügende Erhitzung der Milch sowie eine Vermischung pasteurisierter Milch mit ungenügend erhitzter Milch eindeutig nachweisen und das Ausmaß der unzureichenden Erhitzung bzw. die Intensität der Vermischung bestimmen.

7.2. In-Prozeß-Sicherung der Milchpasteurisation

7.2.1. Grundprinzip

In schematischer Ansicht zeigt Abbildung 25 das Grundprinzip einer In-Prozeß-Sicherung der Wärmebehandlung von Milch an einem Pasteur mit automatischem Nachweisverfahren. Der abgebildete Pasteur besteht aus einer Erhitzungsabteilung 1 und einer Wärmerückgewinnabteilung 2. Der Wärmerückgewinnabteilung ist die Probenahmeeinrichtung 3 nachgeordnet. Hinter einem Stapeltank oder einer entsprechenden Pufferstrecke ist die Absperrvorrichtung 4 installiert. Die bereits am Pasteur vorhandene Steuer- und Regeleinrichtung 5 sowie Registriereinrichtung 6 mit Störmelder werden genutzt. In der Erhitzungsabteilung 1 wird die Milch im kontinuierlichen Durchfluß einer Pasteurisation unterzogen. Die erhitzte Milch gibt in der Wärmerückgewinnabteilung 2 ihre Wärmeenergie durch eine Trennwand an die sich im Vorlauf befindende kalte Rohmilch ab.

Für den Phosphatasenachweis wird ein aus dem Magazin 7 mittels automatischer Fördereinrichtung 8 bereitgestellter Indikatorsubstanzträger verwendet. Dieser wird alle 10 Sekunden im Verfahrensschritt 9 mit einer Probe von ca. 0,002 ml der rückgekühlten pasteurisierten Milch benetzt, die über die Einrichtung 3 automatisch entnommen wurde. Im Schritt 10 erfolgt eine Temperierung des benetzten Indikatorsubstanzträgers auf 37 °C. Um einer Austrocknung des angefeuchteten festen Trägers und damit einem Stillstand der Reaktion vorzubeugen, sollte dieser Verfahrensschritt möglichst unter Luftabschluß erfolgen. Das Dreifiltermeßgerät 11 ermittelt die Farbe des Indikatorsubstanzträgers in Abhängigkeit von der Reaktionszeit und übermittelt die Meßwerte an die Steuerung und Regelung 5 der Wärmebehandlungsanlage. Hier erfolgt das Auswerten der gemessenen Farbdaten. Sie werden mit den gespeicherten Farbdaten einer ordnungsgemäß pasteurisierten Milch verglichen. Beim Überschreiten festgelegter Differenz-Grenzwerte, die auf eine unzureichende Erhitzung der Milch oder ein Vermischen von pasteurisierter Milch mit ungenügend erhitzter Milch hinweisen, verhindert die Einrichtung 4 automatisch ein weiteres Be- oder Verarbeiten bzw. Inverkehrbringen unpasteurisierter Milch. Die Registriereinrichtung 6 mit Störmelder dokumentiert den Fehler sowie die Betriebszustandsänderung des Pasteurs und signalisiert diese. Nach Klärung und Beseitigung der Fehlerursachen kann die rekontaminierte bzw. unzureichend erhitzte Milch erneut der Wärmebehandlungsanlage zugeführt und jetzt ordnungsgemäß pasteurisiert werden. Der verbrauchte Indikatorsubstanzträger wird in dem Speicher 12 gesammelt.



1... Erhitzungsabteilung
 2... Wärmerückgewinnabteilung
 3... Probenahmeeinrichtung

4... Umschaltventil
 5... Steuer- und Regeleinrichtung
 6... Registrierereinrichtung mit Störmelder

7... Indikatorsubstanzträger-Magazin
 8... Fördereinrichtung
 9... Benetzungsvorrichtung

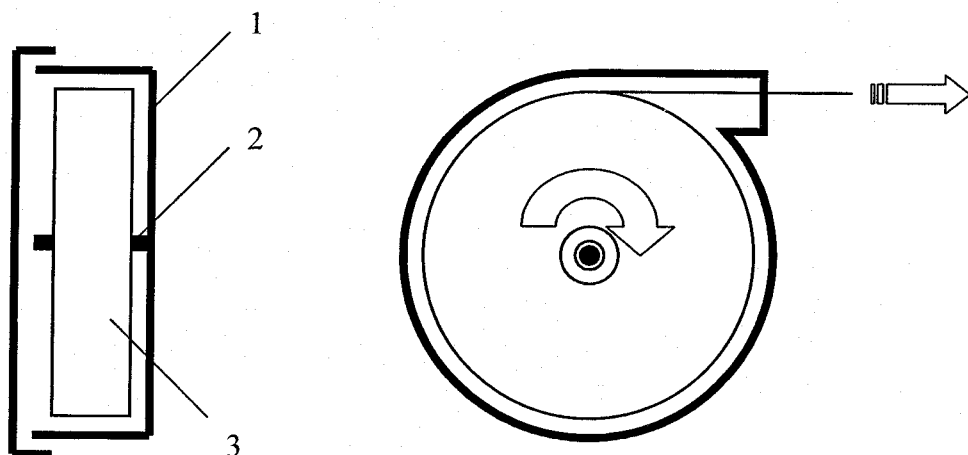
10... Thermostatblock
 11... Dreifiltermeßgerät
 12... Speicher

Abb. 25: Milchpasteur mit automatischem Nachweisverfahren

7.2.2. Applikationsvorschlag

Für die praktische Umsetzung der im Grundprinzip genannten Analyseschritte werden technische Lösungen erarbeitet und in einem Applikationsvorschlag zusammengefaßt. Die Prozeßsicherungseinrichtung soll insbesondere unter Nutzung handelsüblicher sowie für die Wärmebehandlung an den Pasteuren vorhandener Komponenten realisiert werden.

Mit einer Substratpufferlösung auf der Basis von p-Nitrophenylphosphat versehenes Indikatorpapier wird als Rolle auf einem festen Spulenträger drehbar gelagert und von einer Spulenkapsel umschlossen (siehe Abb. 26). Diese schützt es vor Austrocknen und ermöglicht bei entsprechend gewähltem Spulendurchmesser die Bereitstellung größerer Papiermengen.

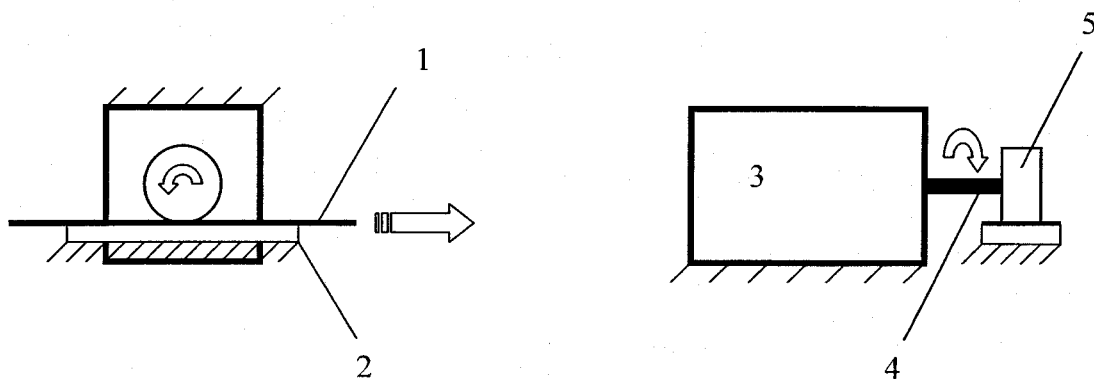


- 1... Spulenkapsel mit Deckel
- 2... Spulenträger
- 3... Papierrolle auf Papphülse

Abb. 26: Indikatorpapierspule

Das Indikatorpapier wird von einem Schrittmotor, der über ein Interface mit der zentralen Steuerung verbunden ist, aus der Spulenkapsel gezogen und den nachfolgenden Komponenten

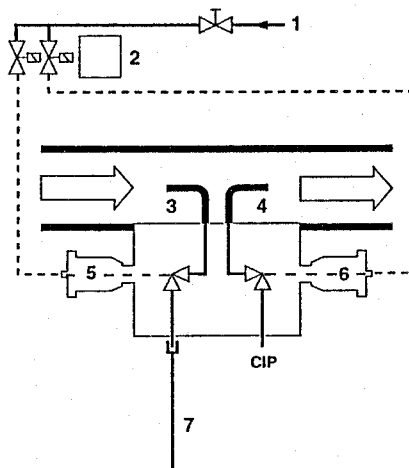
des Analyseautomaten zugeführt. Der Motor P 5107 in Verbindung mit dem Interface M 106 der Firma KEMO Electronic ist aufgrund seiner technischen Parameter für diesen Zweck besonders geeignet und im Fachhandel preiswert erhältlich. Er gestattet das Unterteilen einer Umdrehung der Antriebswelle in 100 Schritte und damit einen ruckfreien, langsamen sowie sehr präzisen Papiervorschub auf kleinsten Strecken. Die Kraftübertragung von der Motorwelle auf das Papier erfolgt durch Friktion. Hierfür dient ein unmittelbar vom Schrittmotor angetriebenes Reibrad (siehe Abb. 27). Es ist direkt auf der Motorwelle montiert und kann aus Gummi, Polyurethan bzw. einem anderen gummiartigen Material gefertigt sein. Ein Reibraddurchmesser von 16 mm ermöglicht in der Zeit zwischen den einzelnen Probenahmen den Transport des Indikatorsubstanzträgers um 1 mm mit 2 Schritten.



- 1... Indikatorpapier
- 2... Führungsblech
- 3... Schrittmotor
- 4... Motorwelle
- 5... Reibrad

Abb. 27: Friktionsantrieb

Mit Hilfe eines in der Produktleitung der letzten Wärmerückgewinnabteilung des Pasteurs integrierten Pitotrohres erfolgt die taktgesteuerte Probenahme aus dem Milchvolumenstrom. Die in Abbildung 28 dargestellte Einrichtung gestattet nicht nur die wiederholte Probenahme kleinster Milchmengen, sondern auch das Einbinden des Analyseautomaten in die CIP-Reinigung des Pasteurs.

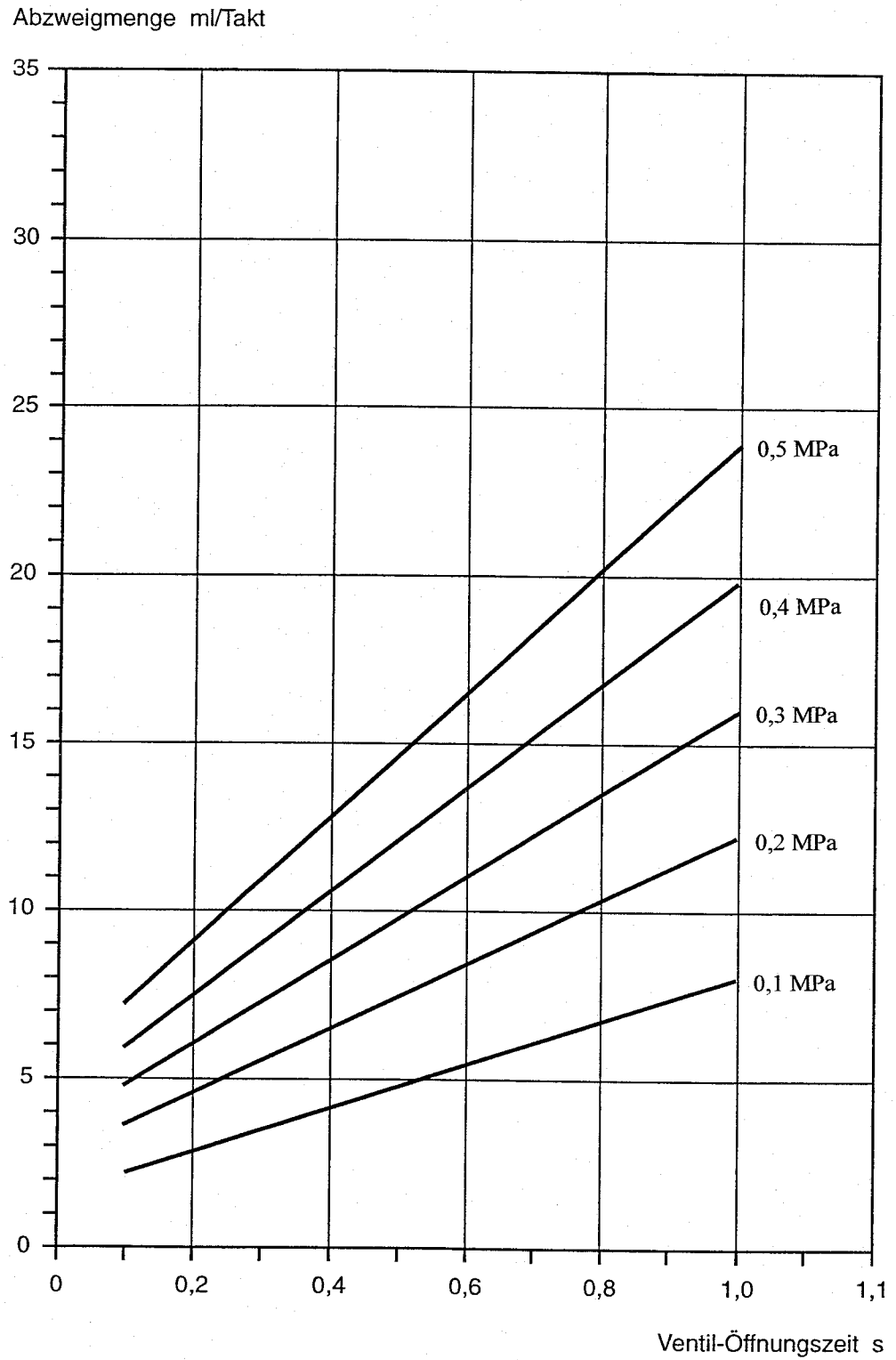


- 1... Steuerluft
- 2... Steuerung und Magnetventile
- 3... Abzweigrohr für Probe bzw. Vorlaufrohr für CIP
- 4... Rücklaufrohr für CIP
- 5... Probenahmeventil
- 6... CIP-Rücklaufventil
- 7... Schlauch

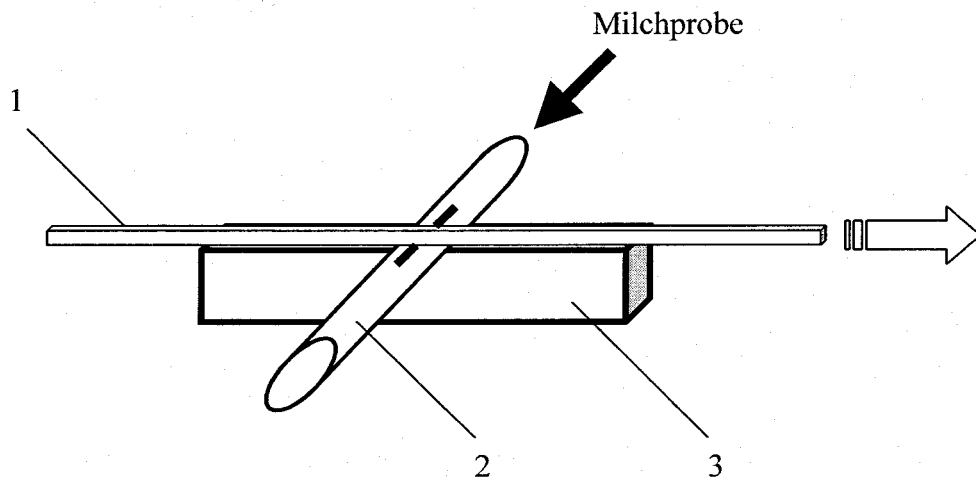
Abb. 28: Probenahmeeinrichtung

Das auf diesem Prinzip beruhende VARIVENT-Probenahmesystem TSVM der Tuchenhagen GmbH läßt sich in alle Produktleitungen mit Nennweiten zwischen 40 und 162 mm installieren. Abhängig vom Betriebsdruck der Milchbearbeitungsanlage können bei einem Innendurchmesser des Probenahmeschlauches von 1 mm unterschiedliche Milchmengen abgezweigt werden. Mögliche Ventilöffnungszeiten zwischen 0,1 s und 9,9 h bei Taktzahlen von 1 bis 9999 erlauben eine kontinuierliche sowie intermittierende Probenahme. Um die Milchverluste bei einem Probenahmeabstand von 10 s gering zu halten, sollten Ventilöffnungszeiten von 0,1 s gewählt und maximal 1 m lange Schläuche mit dem Innendurchmesser 1 mm genutzt werden. Dann beträgt bei einem Betriebsdruck von 0,1 MPa die Abzweigmenge je Takt 2 ml (siehe Diagr. 6). Im Analyseautomaten finden Silikonschläuche aufgrund ihrer hervorragenden Gebrauchseigenschaften Anwendung. Sie sind nicht haftend, nicht korrosiv, bakteriologisch indifferent, nicht toxisch und chemisch neutral bei hoher Temperatur- und Chemikalienbeständigkeit.

Diagramm 6: Milchabzweigmengen bei verschiedenen Betriebsdrücken und einem Schlauchinnendurchmesser von 1 mm (N.N. 1997)



Die Benetzung des Indikatorpapiers mit ca. 0,002 ml der zu untersuchenden Milch erfolgt durch den in einer Nut des Führungsbleches eingelassenen Probenahmeschlauch (siehe Abb. 29). Während des schrittweisen Papiertransports zur Farbmeßeinrichtung gelangen über einen in den Schlauch geschnittenen Spalt die sehr kleinen Probemengen zum Papier und werden von diesem aufgesogen.



- 1... Indikatorpapier
- 2... Probenahmeschlauch mit Spalt
- 3... Führungsblech mit Nut

Abb. 29: Benetzungsvorrichtung

Das Temperieren des befeuchteten Indikatorpapiers auf 37 °C übernimmt ein Blockthermostat. Er soll das Temperaturoptimum für die biochemische Reaktion einstellen und während der gesamten Analysedauer halten. Hauptbestandteile des Temperierblocks sind eine Aluminiumplatte, eine Heizfolie sowie ein Quarz-Temperatursensor. Die mit Netzspannung betriebene Heizfolie erwärmt die Aluminiumplatte und diese gibt die Wärme gleichmäßig an das Testpapier ab. Gesteuert wird der Vorgang von einem Mikroprozessor über einen Optokoppler zu einem Triac, von dem aus die Netzspannung auf die Heizfolie geschaltet wird. Ein Schwingquarz mit spezieller Sensorelektronik überwacht die Temperatur der Aluminiumplatte. Die genutzte Elektronik setzt sich insbesondere aus einem Oszillator und einem Zähler zusammen. Letzterer leitet die Quarzfrequenz als Impuls an den Mikroprozessor weiter.

Nach zehnmütigem Temperieren des benetzten Testpapierbereichs auf 37 °C wird seine Farbe im Probenahmetakt gemessen und mit den gespeicherten Grenzwerten für die Phosphataseaktivität verglichen. Hierzu dient das Chroma-Meter der Firma Minolta, bestehend aus dem Meßkopf CR-300 und dem Interface I/O-300 (siehe Abb. 30). Das Interface verbindet den Farbmeßkopf mit einer RS-232 Datenschnittstelle der jeweils vorhandenen, für die Pasteurisation verantwortlichen speicherprogrammierbaren Steuerung. Befehle und Kalibrierdaten werden so zum Meßkopf übertragen. Umgekehrt werden die Meßdaten zum Interface geleitet, mit den Kalibrierdaten abgeglichen und als XYZ-Farbwerte an den Computer weitergeleitet. Außer seiner Funktion als Interface kann das I/O-300 sich selbst sowie den Meßkopf überwachen.

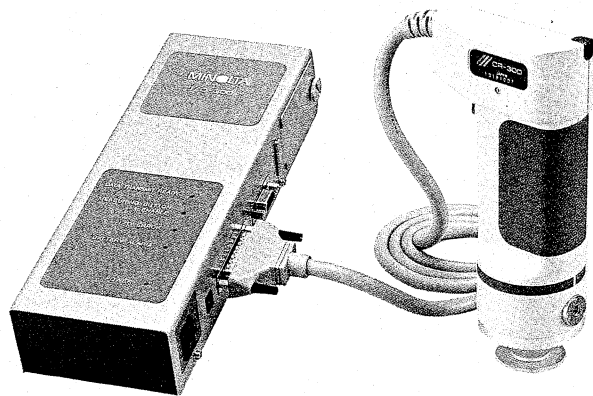


Abb. 30: Chroma-Meter mit Interface der Firma Minolta (N.N. 1996)

Verbrauchtes Indikatorpapier wird in einem Behälter aus Chrom-Nickel-Stahl gesammelt. An seiner tiefsten Stelle verfügt er über einen Schlauchanschluß zum Ableiten der aus den Teststreifen sickernden Milch (siehe Abb. 31). Die Behältergröße wird proportional zum Durchmesser der Indikatorpapierspule gewählt, so daß seine Entleerung zeitgleich mit dem Spulenwechsel erfolgt. Der Wartungsaufwand ist deshalb sehr gering. Bei dem für den Phosphatasenachweis eingesetzten Reagens Dinatrium-p-Nitrophenylphosphat sowie seinen Spaltprodukten Dinatriumhydrogenphosphat und p-Nitrophenol handelt es sich nicht um Gefahrstoffe. Sowohl das Indikatorpapier als auch die aus ihm sickernde Milch sind problemlos und für die Umwelt unschädlich entsorgbar.

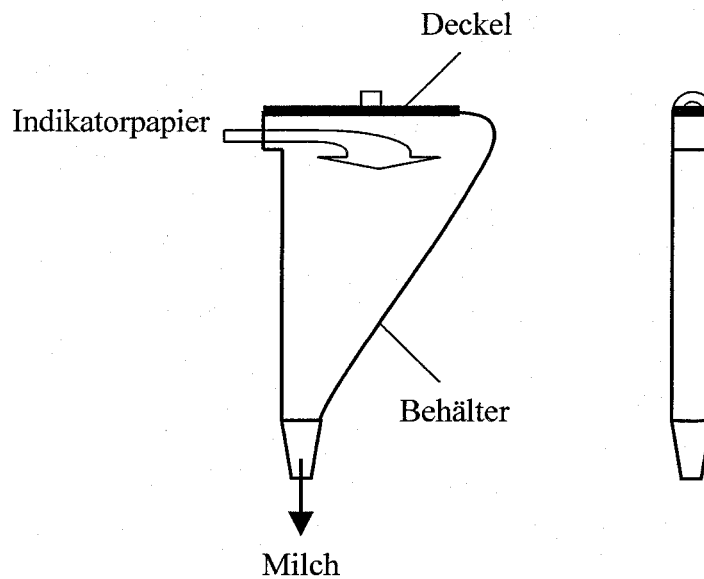
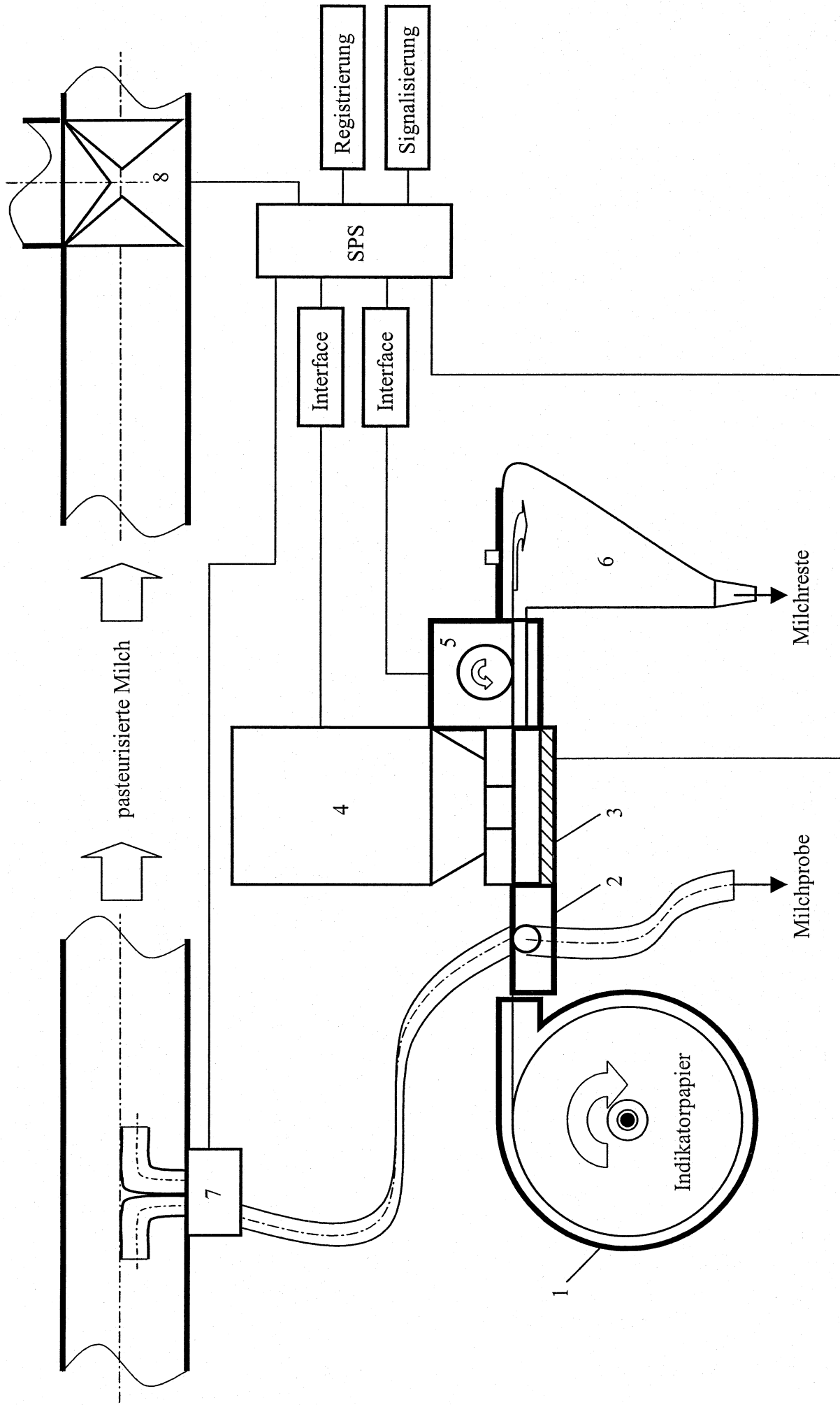


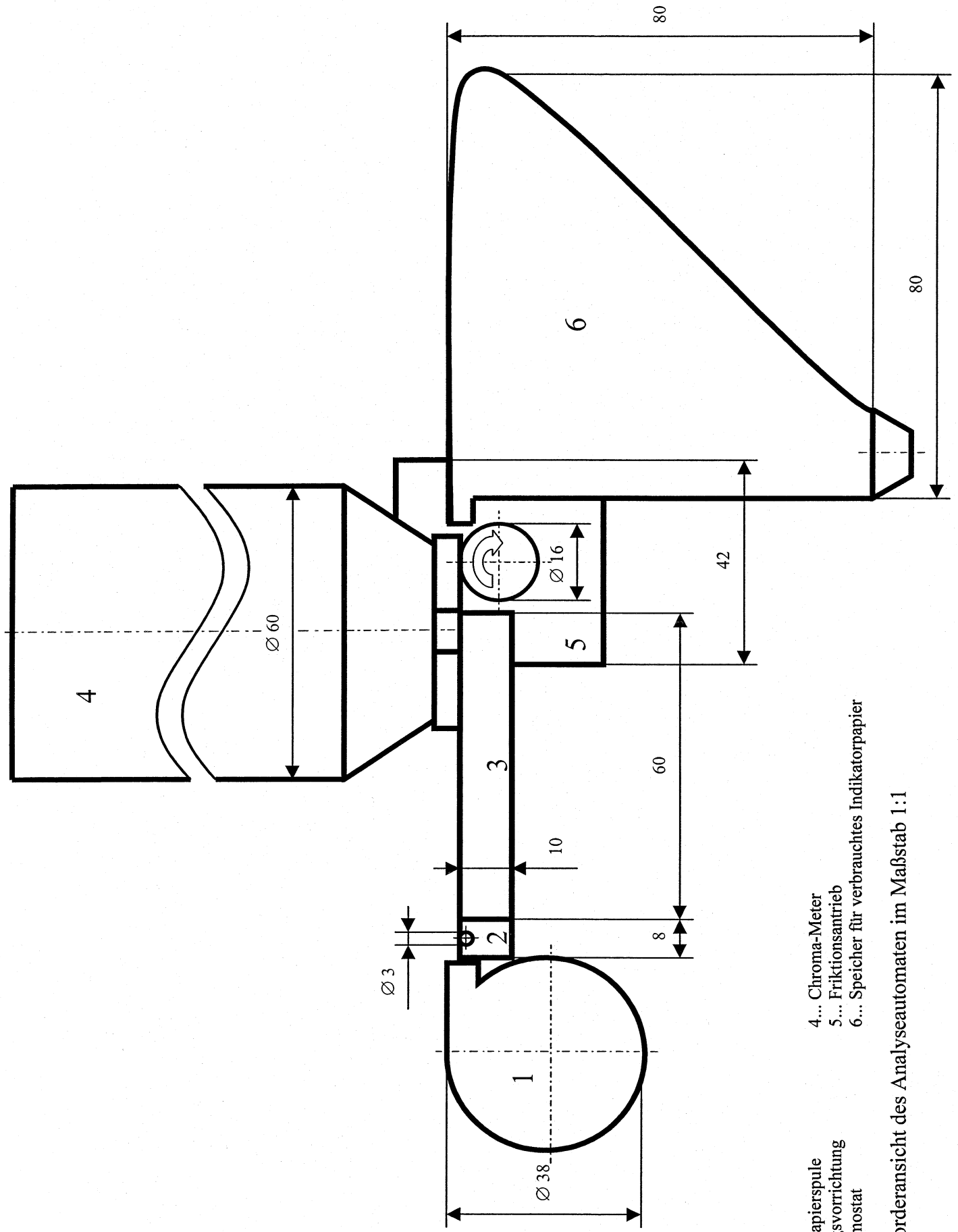
Abb. 31: Speicher für verbrauchtes Indikatorpapier

Bei Nachweis von Phosphataseaktivität schaltet die kontinuierlich arbeitende Wärmebehandlungsanlage mittels Doppelsitzumschaltventil auf äußeren Umlauf. Zusätzlich wird die bereits pasteurisierte Milch im Stapeltank für die Abfüllung bzw. weitere Verarbeitung gesperrt.

In Abbildung 32 sind die Arbeitsprinzipie der einzelnen Analyseschritte zusammengestellt. Gemeinsam bilden sie den Automaten für die In-Prozeß-Sicherung der Milchpasteurisation. Der Zeitabstand zwischen den jeweils erfolgenden Probenahmen bzw. den Benetzungen des Phosphatase-Indikatorpapiers sowie die Standzeit des zu überwachenden Pasteurs beeinflussen die Dimensionierung des Analyseautomaten. Nach diesen Parametern richten sich der Papierverbrauch und damit die Größe der Indikatorsubstanzträger-Spule und des Speichers für verbrauchtes Papier. Andere Komponenten der Nachweiseinrichtung müssen nicht in ihren Abmessungen verändert werden. Die Abbildungen 33 und 34 veranschaulichen den Platzbedarf des Analyseautomaten für einen Pasteur mit der Standzeit von 12 Stunden, bei dem alle 10 Sekunden eine Milchprobe genommen und online auf Phosphataseaktivität untersucht wird.

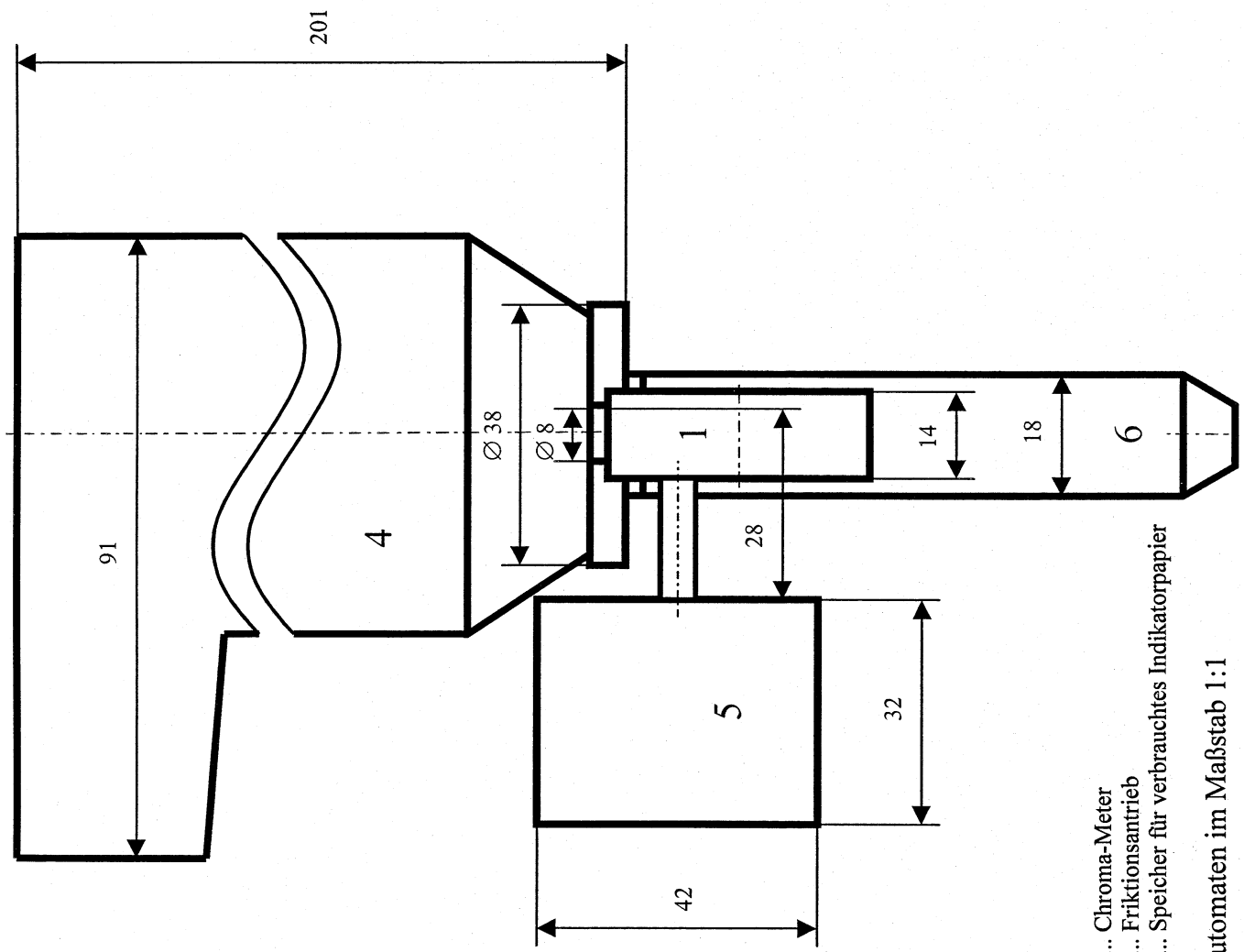


1... Indikatorpapierspule
 2... Benetzungsvorrichtung
 3... Blockthermostat
 4... Chroma-Meter
 5... Friktionsantrieb
 6... Speicher für verbrauchtes Indikatorpapier
 7... Probenahmeeinrichtung
 8... Doppelsitzumschaltventil



- 1... Indikatorpapierspule
- 2... Benetzungsvorrichtung
- 3... Blockthermostat
- 4... Chroma-Meter
- 5... Friktionsantrieb
- 6... Speicher für verbrauchtes Indikatorpapier

Abb. 33: Vorderansicht des Analyseautomaten im Maßstab 1:1



- 1... Indikatorpapierspule
- 2... Benetzungsvorrichtung
- 3... Blockthermostat

- 4... Chroma-Meter
- 5... Frikionsantrieb
- 6... Speicher für verbrauchtes Indikatorpapier

Abb. 34: Seitenansicht des Analyseautomaten im Maßstab 1:1

7.2.3. Ökonomische Betrachtungen

Mit einer Vorkalkulation sollen die Selbstkosten für die Herstellung des zur Prozeßsicherung einsetzbaren Analyseautomaten ermittelt werden. Hierbei wird der zukünftige Aufwand zugrunde gelegt. Die Vorkalkulationsdaten basieren auf den Angeboten der Lieferanten sowie den Schätzungen, die aus dem Vergleich mit nachkalkulierten Werten bei ähnlichen Einrichtungen und Aufgabenstellungen stammen.

Für die Kostenträgerstückrechnung kommt als Verfahren die differenzierte Zuschlagskalkulation zur Anwendung. Grundlage der Zuschlagskalkulation ist die Trennung von Kostenträger-einzel- und -gemeinkosten. Nach diesem Kalkulationsverfahren werden jeder Produkteinheit als Kostenträger die Einzelkosten direkt zugerechnet und auf diese die Gemeinkosten mittels proportionaler Verteilungsschlüssel aufgeschlagen.

Einzelkosten sind alle Kosten, die sich dem Analyseautomaten direkt zuordnen lassen. Hierzu zählen insbesondere die Material- und Fertigungseinzelkosten. Die Materialeinzelkosten setzen sich aus den Aufwendungen für die Roh-, Hilfs- und Betriebsstoffe zusammen. Anfallende Löhne und Gehälter gehören zu den Fertigungseinzelkosten. Gemeinkosten sind alle Kosten, die gemeinsam für mehrere Kalkulationsobjekte in dem mit der Produktion und dem Vertrieb der Prozeßsicherungseinrichtung betrauten Maschinenbaubetrieb anfallen. Die Einzelkosten erhält man aus der Kostenartenrechnung, während die Höhe der Gemeinkosten je Kostenstelle und die Zuschlagsätze in der Kostenstellenrechnung über den Betriebsabrechnungsbogen ermittelt werden.

Tab. 32: Materialeinzelkosten des Analyseautomaten

Konstruktionsteil	Kosten in DM
VARIVENT-Probenahmesystem TSVM	2300
Benetzungsvorrichtung	15
Indikatorpapierspule	40
Schrittmotor P 5107	150
Interface M 106	50
Reibrad	5
Blockthermostat	980
Chroma-Meter mit Meßkopf CR-300 und Interface I/O-300	8000
Speicher für verbrauchtes Indikatorpapier	20

Die Gesamtkosten für das Fertigungsmaterial (siehe Tab. 32) belaufen sich auf 11560 DM. Es wird angenommen, daß ein Arbeiter für die Montage der zugekauften bzw. vorgefertigten Konstruktionsteile 8 Stunden benötigt. Der durchschnittliche Bruttostundenlohn beträgt 30DM. Materialgemeinkosten in Höhe von 15 % der Materialeinzelkosten, Fertigungsgemeinkosten von 200 % bezogen auf den Arbeitslohn sowie Entwicklungs- und Konstruktionsgemeinkosten von 5 %, Verwaltungsgemeinkosten von 12 % und Vertriebsgemeinkosten von 10 % bezogen auf die Herstellkosten müssen Berücksichtigung finden.

Selbstkostenkalkulation

Materialeinzelkosten	11560 DM
+ Materialgemeinkosten	+ 1734 DM
<hr/>	<hr/>
= Materialkosten	= 13294 DM
Fertigungseinzelkosten	240 DM
+ Fertigungsgemeinkosten	+ 480 DM
<hr/>	<hr/>
= Fertigungskosten	= 720 DM
Materialkosten	13294 DM
+ Fertigungskosten	+ 720 DM
<hr/>	<hr/>
= Herstellkosten	= 14014 DM
Herstellkosten	14014 DM
+ Entwicklungs- und Konstruktionsgemeinkosten	+ 701 DM
+ Verwaltungsgemeinkosten	+ 1682 DM
+ Vertriebsgemeinkosten	+ 1401 DM
<hr/>	<hr/>
= Selbstkosten	= 17798 DM

Nach dieser Kalkulation betragen die Selbstkosten für den auf der Grundlage einer photometrischen Bestimmung der Phosphataseaktivität arbeitenden Analyseautomaten 17798 DM. Dank seiner umfangreichen Prüf- und Schutzfunktionen können mehrere herkömmlich genutzte Anlagenkomponenten der Milchpasteure entfallen. Hierzu zählen das Volumenstrommeß- und -aufzeichnungsgerät zur Kontrolle der Mindestverweilzeit des Produktes im Heißhalter sowie das auf Temperaturüberwachung basierende Sicherheitssystem, das eine weitere Be- oder Verarbeitung unzureichend erhitzter Milch verhindert. Der automatische Schnellnachweis einer Vermischung von wärmebehandelter mit ungenügend erhitzter Milch ersetzt ebenfalls die heute an Pasteuren vorrangig installierte Druckdifferenzhalte- und -prüfeinrichtung. Zusätzliche vom Laborpersonal an den Milchstapeltanks je Charge vorgenommene Phosphatasenachweise im Rahmen der Zwischen- und Endproduktkontrolle entfallen.

Tab. 33: Kosten für die zur Prozeßsicherung eingesetzten Anlagenteile eines mit Druckdifferenzhalte- und -prüfeinrichtung ausgestatteten Pasteurs

Anlagenteil	Anzahl	Funktion	Kosten in DM
Pt 100	1	Messen der Milcht Temperatur am Heißhalteraustritt	200
Umschaltventil	1	Schalten auf inneren Umlauf bei Unterschreitung der Mindesterhitzungstemperatur	6000
Scheibenventil	1	Volumenstromausgleich im Rücklauf der Erhitzungsanlage bei Schalten auf inneren Umlauf	400
Induktiver Durchflußmesser	1	Verweilzeitüberwachung der Milch im Heißhalter	5000
Druckerhöhungspumpe	1	Erhöhen des Flüssigkeitsdruckes auf der Rücklaufseite des Pasteurs	6000
Druckhalteventil	1		4000
Drucksensoren	4	Differenzdrucküberwachung	4000

Die Gesamtkosten der in Tabelle 33 aufgelisteten Teile belaufen sich auf 25600 DM. Vergleicht man diese mit den in der Vorkalkulation für die neue Prozeßsicherungseinrichtung ermittelten Selbstkosten in Höhe von 17798 DM, ergibt sich eine Reduzierung der Anlagenkosten um 7802 DM.

Die primär durch den Verbrauch des Phosphataseindikatorpapiers entstehenden Betriebskosten betragen aufgrund eines sehr sparsamen Materialeinsatzes bei der automatischen Analyse ca. 2 DM pro Stunde. Bei einem angenommenen Volumenstrom von 25000 l/h muß

man für die Kontrolle einer 100000 l Milchcharge auf Phosphataseaktivität 8 DM Analysekosten veranschlagen. Diese Aufwendungen werden durch Wegfall der zur Zeit anfallenden Kosten für die manuellen Erhitzungsnachweise mittels Phosphatasetest nach Konrad oder Lactognost kompensiert. Beispielsweise verursacht der Einsatz von Lactognost der Chemiefabrik HEYL aus Berlin 0,42 DM Materialkosten sowie durch den etwa fünfminütigen Arbeitsaufwand ca. 7,50 DM Lohn- und Lohnnebenkosten je Beprobung eines Milchstapeltanks mit 100000 l Inhalt.

Die Vorkalkulation macht deutlich, daß bei Verwenden des Analyseautomaten in den Molkereien nicht nur die Sicherheit des Milchbearbeitungsprozesses erhöht wird. Mit der entwickelten In-Prozeß-Sicherungseinrichtung sind Kosteneinsparungen um 30,5 % gegenüber der eingesetzten Anlagenperipherie herkömmlicher Pasteure möglich.

8. Vorschläge zur Weiterführung der Arbeit

Vor Einführung des entwickelten Prozeßsicherungssystems in der Milchwirtschaft sollte die Analysetechnik verfeinert und an die Praxisbedingungen angepaßt werden. Deshalb sind zusätzliche Versuche erforderlich. Sie sollen insbesondere Aufschluß darüber geben, ob man die Reaktionszeit des Phosphataseachweises weiter reduzieren kann. Eine kürzere Nachweiszeit würde im Havariefall ein noch schnelleres Eingreifen ermöglichen. Das hätte eine Verringerung der Menge ungenügend erhitzter bzw. rekontaminierter Milch zur Folge. Die Möglichkeit eines zentral vorgenommenen Phosphatasetests für die gleichzeitige Prozeßsicherung mehrerer Pasteure ist zu prüfen. Weiterhin sollte untersucht werden, wie bei Einbindung des Analyseautomaten in die CIP-Reinigung des Pasteurs seine mit Milch in Berührung kommenden Anlagenteile reinigbar sind.

Sinnvoll ist der Bau eines Prototyps unter Verwendung der in Abschnitt 7.2.2. genannten Komponenten. Diese könnten an eine für Milchpasteure heute vorrangig genutzte speicherprogrammierbare Steuerung angeschlossen werden. Sie muß die Analyseschritte so steuern, daß ein reibungsloser und effektiver Verfahrensablauf gewährleistet ist. Zu diesem Zweck macht sich die Erarbeitung eines geeigneten Computer-Programms erforderlich. Die Software sollte auf einem Datenträger, wie z.B. Diskette, der Steuerung zur Verfügung gestellt werden. Damit lassen sich die Eigenschaften des Prozeßsicherungssystems im Rahmen von

Praxisversuchen wissenschaftlich untersuchen. Die gewonnenen Erkenntnisse bilden die Grundlage für das weitere Ausgestalten der technischen Lösung des automatischen Schnellnachweises von alkalischer Phosphatase in Milch.

Im Rahmen einer nach gültiger Milchverordnung empfohlenen Typprüfung sollte man die als Referenzobjekt vorliegende Schutzvorrichtung hinsichtlich ihrer physikalisch-technischen Parameter sowie Molkereitauglichkeit kontrollieren. Diese vom Institut für Verfahrenstechnik der Bundesanstalt für Milchwirtschaft in Kiel oder dem Institut für Lebensmittelverfahrenstechnik des Forschungszentrums für Milch und Lebensmittel in Weihenstephan durchzuführende Prüfung gibt Aufschluß darüber, ob der im Pasteur integrierte Analyseautomat eine ordnungsgemäße Arbeitsweise der Milchbearbeitungsanlage nach einheitlichen in den Richtlinien für Schaltung, Montage und Betrieb von Erhitzungseinrichtungen (Erhitzerrichtlinien) genannten Kriterien sichert.

Nach erfolgter Modifikation des entwickelten Analyseautomaten und Bestätigung seiner Tauglichkeit für den Einsatz in milchwirtschaftlichen Betrieben sollte dieser aufgrund der technischen sowie ökonomischen Vorteile gegenüber den bekannten Prozeßsicherungseinrichtungen umgehend in Serie produziert und den Molkereien zur Verfügung gestellt werden. Hier kann die Online-Lösung einen aktiven Beitrag zur Erhöhung der Produktsicherheit und -qualität bei gleichzeitiger Vereinfachung der Apparatechnik sowie Minimierung der Kosten für Milchbearbeitungsanlagen leisten.

9. Zusammenfassung

Die Milchverordnung vom 20. Juli 2000 sowie die Lebensmittelhygiene-Verordnung vom 5. August 1997 fordern zum Schutz der Verbraucher eine In-Prozeß-Sicherung bei der Be- und Verarbeitung von Nahrungsmitteln. Der Verlust der Kontrolle über einen kritischen Verfahrensschritt muß erkannt und seine Ursache behoben werden.

Gegenwärtig in den Molkereien für die Kurzzeiterhitzung eingesetzte Apparate sind mit mehreren technisch aufwendigen Schutzeinrichtungen ausgestattet. Diese sollen mit Hilfe einer Temperatur- und Volumenstromüberwachung die unzureichende Erhitzung der Milch sowie insbesondere durch Erzeugen und Überwachen eines um mindestens $5 \cdot 10^4$ Pa höheren

Rücklaufdruckes gegenüber dem Vorlauf das Vermischen von wärmebehandelter mit ungenügend erhitzter Milch verhindern. Aus technologischen und ökonomischen Gründen ist eine Vereinfachung der Anlagentechnik geboten.

Neben den Prozeßsicherungsmaßnahmen wird das Zwischen- bzw. Endprodukt auf Phosphataseaktivität geprüft. Die alkalische Phosphatase dient als Indikator für eine ordnungsgemäße Pasteurisation. Der negativ ausfallende Phosphatasenachweis ist das Hauptkriterium für die Freigabe wärmebehandelter Milch zur Abfüllung oder Weiterverarbeitung. Üblicherweise werden im Molkereilabor qualitative Methoden, wie z.B. Phosphatasetest nach Konrad und Lactognost, angewendet. Mit ihnen lassen sich nach zweistündiger Analyse Unterschreitungen der Temperatur um 2 Kelvin und der Verweilzeit um 10 Sekunden bei der Kurzzeiterhitzung sowie Rohmilchanteile von 0,3 bis 0,5 Prozent in pasteurisierter Milch erkennen. Aufgrund der manuellen Probenvorbereitung und der visuellen Detektion der Färbung sind Nachweisfehler jedoch nicht auszuschließen.

Aufgabe der vorliegenden Arbeit war, ein Verfahren zu entwickeln, das mit technisch einfachen Mitteln die umfassende Prozeßüberwachung automatisch gewährleistet. Es soll die bekannten Schutzeinrichtungen am Pasteur sowie die herkömmlich im Rahmen der Produktkontrolle manuell vorgenommenen Erhitzungsnachweise ersetzen.

Das neue Verfahren gestattet einen schnellen, automatischen und sicheren Nachweis von alkalischer Phosphatase in Milch sowie flüssigen und rekonstituierbaren Erzeugnissen auf Milchbasis. Mit ihm ist schon während und jederzeit nach der Kurzzeiterhitzung, der Dauererhitzung oder einem gleichwertigen Verfahren der Wärmebehandlung eine Aussage zur ordnungsgemäßen Erhitzung von Milch möglich. Im laufenden Produktionsprozeß werden eventuell auftretende technische Defekte an den Be- und Verarbeitungsanlagen, die zu einer Vermischung pasteurisierter Milch mit ungenügend erhitzter Milch führen, aufgedeckt sowie eine weitere Be- oder Verarbeitung und letztendlich ein Inverkehrbringen rekontaminierter Milch verhindert.

Aufgrund der reproduzierbaren sowie in 10 Minuten vorliegenden Prüfergebnisse und der hohen Empfindlichkeit, die den Nachweis von Rohmilchanteilen ab 0,05 % in pasteurisierter Milch gestattet, kann das entwickelte Verfahren im Rahmen der In-Prozeß-Sicherung effektiv Anwendung finden. Eine Integration des Verfahrens in alle bestehenden Be- und Ver-

arbeitungsanlagen sowie Lagereinrichtungen für Milch bzw. flüssige und rekonstituierbare Erzeugnisse auf Milchbasis ist ohne Veränderung des Anlagenaufbaus, Beeinflussung der technischen Parameter, Verschlechterung der Anlagenreinigung oder der Produkthygiene und -qualität möglich.

Es kann mit geringem technischen Aufwand durch Nutzung der in den Betrieben oder den Laboren vorhandenen Hilfsenergien und -medien, wie z.B. elektrischer Strom und Wasser, sowie unter Einbeziehung der vorhandenen Steuer-, Regel- und Registriereinrichtungen und an den Produktionsanlagen befindlichen Armaturen bedienerfreundlich und kostengünstig realisiert werden. Nach überschlägiger Vorkalkulation liegen die Investitionskosten pro automatischer Prüfeinrichtung unter 20000 DM.

Dank des modularen Aufbaus sind die einzelnen Komponenten derart erweiterbar, daß mehrere Milchbe- und -verarbeitungsanlagen sowie Lagereinrichtungen gleichzeitig überwacht werden können. Andere Untersuchungsverfahren für eine umfangreiche Analyse der Produkte auf Hygiene und Qualität lassen sich an das System koppeln.

Literaturverzeichnis

- Baltes, W. Lebensmittelchemie, 2. Auflage, Springer-Verlag (1989)
- Baltes, W. Schnellmethoden zur Beurteilung von Lebensmitteln und ihren Rohstoffen, 2. Auflage, Behr's Verlag (1994)
- Baumgart, J. Mikrobiologische Untersuchung von Lebensmitteln, Behr's Verlag Hamburg (1990)
- Blane, B. Einfluß der thermischen Behandlung auf die physiologischen Eigenschaften der Milch, Kieler Milchwirtschaftliche Forschungsberichte, Band 33, Heft 1, S. 39-58, Verlag Th. Mann KG, Gelsenkirchen-Buer (1981)
- Blumenauer, H. / Pusch, G. Bruchmechanik, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig (1973)
- Böhm, H. D. / Heeschen, W. Das neue Milch-Hygienerrecht '95, Verlag Th. Mann, Gelsenkirchen (1995)
- Brettschneider, B. HACCP-Konzepte in der Milchwirtschaft, aid Verbraucherdienst, 42. Jahrgang, S. 69 (März 1997)
- Bruncke, R. et al. Milchwirtschaft in Kennzahlen, VEB Fachbuchverlag Leipzig (1976)
- Buchheim, W. et al. Meß-, Regel-, Kontroll- und Sicherheitseinrichtungen für Milcherhitzungsanlagen, Kieler Milchwirtschaftliche Forschungsberichte 50, S. 343-356 (1998)

- Buchheim, W. / Biewendt, H.-G. Bericht Nr. E,S 652 über die ergänzende Typprüfung von Wärmeübertrager-Platten für Milcherhitzer Typ H 17 Duo-Safety und Typ N 35 Duo-Safety, Institut für Verfahrenstechnik, Bundesanstalt für Milchforschung, Kiel (5. August 1993)
- Buchheim, W. / Biewendt, H.-G. Bericht Nr. E 650 über die Typprüfung der Plattenwärmeübertrager Typ Clip 8 als Kurzzeit- und Hocherhitzer für Milch, Institut für Verfahrenstechnik, Bundesanstalt für Milchforschung, Kiel (April 1995)
- Buchheim, W. / Biewendt, H.-G. Bericht Nr. S 1 über die Typprüfung des Druckprüfsystems Fels als Schutzeinrichtung gegen Vermischen, Institut für Verfahrenstechnik, Bundesanstalt für Milchforschung, Kiel (Oktober 1995)
- Buchheim, W. / Biewendt, H.-G. Bericht Nr. 8 über die Typprüfung einer Datenerfassungs- und Aufzeichnungseinrichtung für Milcherhitzer, Institut für Verfahrenstechnik, Bundesanstalt für Milchforschung, Kiel (21.10.1996)
- Buchheim, W. / Biewendt, H.-G. Bericht Nr. E/S 657 über die Typprüfung von Wärmeübertrager-Doppelplatten (Duo-Safety) der Typen K55 und K71 für den Einsatz in Milcherhitzern, Institut für Verfahrenstechnik, Bundesanstalt für Milchforschung, Kiel (5. Juni 1997)
- Cowan, C. T. Corrosion of stainless steel - how to prevent it, Food Engineering International, S. 34-37 (Sept. 1977)
- Cowan, C. T. Stopping process plant corrosion, Dairy & Ice Cream Field, S. 128-136 (Oct. 1978)

- Dorn, R. Analytik für Biochemie und Kombinatorik, LABO-Magazin für Labortechnik, Heft 6, S. 10-17, Verlag Hoppenstedt GmbH, Darmstadt (Juni 1998)
- Drews, M. et al. Aktuelle Fragen zur pasteurisierten Konsummilch, Kieler Milchwirtschaftliche Forschungsberichte, Band 35, Heft 2, S. 107-236, Verlag Th. Mann KG, Gelsenkirchen-Buer (1983)
- Fehlhaber, K. / Janetschke, P. Veterinärmedizinische Lebensmittelhygiene, Gustav Fischer Verlag Jena (1992)
- Fels, W. Einrichtung zur Wärmebehandlung von insbesondere Milch, Patent DE 44 08 073 C2, Bundesdruckerei (1995)
- Fels, W. Schnelldurchbruch von Plattendurchbrüchen bei Wärmeaustauschern, Die Molkerei-Zeitung Welt der Milch 21, 39. Jahrgang, S. 518 (1985)
- Fischer, H. Vorrichtung zum vorübergehenden Erhitzen, insbesondere Pasteurisieren, eines fließfähigen Lebensmittelproduktes, Patent DE 29710507 U1, Bundesdruckerei (1997)
- Fischer, J. Enzymatisches Verfahren zum Nachweis der Erhitzungsbehandlung von Milch und Milchprodukten, Patent DE 196 39 538 A1, Bundesdruckerei (1996)
- Goetz, F. S. Wärmeaustauscher, Carl Hanser Verlag München (1964)
- Graßhoff, A. Modellversuche zur Ablösung festverkrusteter Milchbeläge von Erhitzerplatten im Zirkulationsreinigungsverfahren, Kieler Milchwirtschaftliche Forschungsberichte, Band 35, Heft 4, S. 493-519, Verlag Th. Mann KG, Gelsenkirchen-Buer (1983)

- Graßhoff, A. Untersuchungen zum Strömungsverhalten von Flüssigkeiten in zylindrischen Toträumen von Rohrleitungssystemen, Kieler Milchwirtschaftliche Forschungsberichte, Band 32, Heft 4, S. 273-298 (1980)
- Graßhoff, A. Zum Wirkfaktor „Chemie“ beim Reinigen von Plattenpasteuriserapparaten, dmz - Lebensmittelindustrie und Milchwirtschaft 116 (13), S. 588-598 (1995)
- Hahn, G. / Tolle, A. / Otte, I. Milch und Milchprodukte aus bakteriologisch-hygienischer Sicht - pathogene Mikroben, Kieler Milchwirtschaftliche Forschungsberichte, Band 30, Heft 3, S. 287-294, Verlag Th. Mann KG, Gelsenkirchen-Buer (1978)
- Hartig, M. / Untermann, F. Bedeutung des HACCP-Konzeptes für die betrieblichen Eigenkontrollmaßnahmen auf der Grundlage einschlägiger Rechtsvorschriften, Fleischwirtschaft 77 (12), S. 1067-1069 (1997)
- Hartig, M. / Untermann, F. Betriebliche Eigenkontrollen und HACCP - Entwicklung der Rechtsetzung in der EU, ZLR (5), S. 602-610 (1997)
- Heinrich, J. Systemkonzepte für die Laborautomation, BIOforum, S. 578-581 (Dezember 1996)
- Herrmann, M. Handbuch der Milch- und Molkereitechnik, Verlag Th. Mann, Gelsenkirchen-Buer (1988)
- Hetzner, E. Handbuch Milch, Behr's Verlag, Hamburg (Juni 1996)
- Kaiser, D. Erfahrungen bei der Anwendung eines HACCP-Konzeptes bei der Weichkäseherstellung, Amtstierärztlicher Dienst und Lebensmittelkontrolle, 3. Jahrgang, S. 112-114 (1996)

- Kessler, H. G. Lebensmittel- und Bioverfahrenstechnik - Molkereitechnologie, Verlag A. Kessler, München (1996)
- Kessler, H.-G. / Walenta, W. Plattendurchbrüche an Milcherhitzern - Schadensfälle aus der Praxis, Deutsche Milchwirtschaft 40, S. 1496-1503, S. 1551-1574, 42 S. 1617-1626, 43 S. 1645-1648 (1984)
- Kielwein, G. Leitfaden der Milchkunde und Milchhygiene, 3. Auflage, Blackwell Wissenschaftsverlag Berlin - Wien (1994)
- Kiesner, C. Auslegung von Heißhaltern unter Berücksichtigung der Verweilzeitstreuung, Deutsche Milchwirtschaft 42 (4), S. 86-89 (1991)
- Kiesner, C. Verweilzeitverhalten von Plattenwärmeübertragern, Dissertation, Hamburg-Harburg (1989)
- Kirschenmann, B. Milcherhitzungsanlagen - Einflüsse der Milchverordnung auf die technische Lösung, Deutsche Milchwirtschaft 41, S. 270-277 (1990)
- Kolbe, K. Ausgewählte Aspekte zu molkereitechnischen Ausrüstungen, Milchwissenschaft / Milchpraxis, Jahrgang 33, Heft 2, S. 49-51 (1991)
- Konrad, H. Reagenzpapier zum Nachweis der alkalischen Phosphatase, Patent DE-PS 1 285 217 G01, Bundesdruckerei (1962)
- Konrad, H. Verbesserung der Phosphataseprobe für die Kontrolle der Kurzzeiterhitzung der Milch im Molkereibetrieb, Abschlußbericht zu einer Forschungs- und Entwicklungsarbeit des Instituts für Milchwissenschaft Oranienburg (1961)

- Krupin G. W. Maschinen und Apparate der Molkerei und Milchindustrie, VEB Verlag Technik, Berlin (1959)
- Kunath, H. Mikrobiologie der Milch, 1. Auflage, VEB Fachbuchverlag Leipzig (1977)
- Kurzhals, H.-A. Untersuchungen über die physikalisch-technischen Vorgänge beim Homogenisieren von Milch, Dissertation, Hannover (1977)
- Ladwig, H.-P. Strömung und örtlicher Wärmeübergang in Plattenwärmeaustauschern, Dissertation, Kiel (1981)
- Lindner, K. E. Veterinärmikrobiologischer Kurs, 2. überarbeitete Auflage, VEB Gustav Fischer Verlag Jena (1986)
- Maier, H. G. Lebensmittel- und Umweltanalytik - Methoden und Anwendungen, Steinkopff Verlag Darmstadt (1990)
- Matissek, R. / Schnepel, F.-M. / Steiner, G. Lebensmittelanalytik, 2. Auflage, Springer-Verlag Berlin/Heidelberg (1992)
- Maurer, K. L. / Fischmeister, H. Gefüge und Bruch, Materialkundlich-technische Reihe 3, Gebrüder Borntraeger, Berlin/Stuttgart (1977)
- Neubert, R. Verfahren zur Ermittlung und Lagebestimmung eines Durchbruchs in einer Medien trennenden Wand eines Wärmetauschers durch Konzentrationsmessung von zwei durch eine gemeinsame Wand getrennten Medien, Patent DE 40 35 092 C2, Bundesdruckerei (1996)
- Niemierski, P. Der Einfluß von Temperatur und Zeit auf den Pasteurisationseffekt bei der Kurzzeiterhitzung von Milch, Dissertation, Berlin (1986)

- N.N. Alkaline phosphatase test as a measure of correct pasteurization, Bulletin of the IDF 262, S. 32-35 (1991)
- N.N. Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 35 LMBG, Bundesinstitut für gesundheitlichen Verbraucherschutz und Veterinärmedizin, Beuth Verlag GmbH, Berlin (1994)
- N.N. CHARM - Alkalische Phosphatase, Radiometer Deutschland GmbH, Rhenania Fachverlag (1997)
- N.N. Chroma-Meter der Serie CR-300 und Chroma-Meter CT-310, Broschüre der Minolta GmbH, Ahrensburg (1996)
- N.N. Codex Alimentarius, Allgemeine Grundsätze der Lebensmittelhygiene, Bundessprachenamt Referat SM II 2, Auftragsnummer C 6600 (26.08.1996)
- N.N. Corrosion in the dairy industrie, Bulletin document 127, International Dairy Federation Brussels (1980)
- N.N. Das Verhalten mechanisch beanspruchter Werkstoffe und Bauteile unter Korrosionseinwirkung, Bericht Nr. 235, VDI-Verlag GmbH, Düsseldorf (1975)
- N.N. Die richtige Wahl der Meßgeometrie, MINOLTA REFLECTIONS Nr. 6 (November 1996)
- N.N. DIN 11 480 „Milchwirtschaftliche Maschinen, Tanks und Apparate / Oberflächen“, DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Beuth Verlag GmbH, Berlin (Juni 1992)

- N.N. DLG-Prüfbestimmungen für Milch und Milchprodukte einschließlich Speiseeis, 30. Auflage, 1. Ergänzungslieferung Deutsche Landwirtschafts-Gesellschaft e.V. (1990)
- N.N. Entscheidungsgrundlagen für die Anschaffung von Farbmeßgeräten, MINOLTA REFLECTIONS Nr. 2 (November 1993)
- N.N. Ergänzung der Richtlinien des Erhitzerausschusses für die Typprüfung sowie für Schaltung, Montage und Betrieb von Erhitzungseinrichtungen, Institut für Verfahrenstechnik der Bundesanstalt für Milchforschung, Kiel (1989)
- N.N. Ergänzung der Richtlinien des Erhitzerausschusses für die Typprüfung sowie für Schaltung, Montage und Betrieb von Erhitzungseinrichtungen, Institut für Verfahrenstechnik der Bundesanstalt für Milchforschung, Kiel, beraten am 30.11.1995
- N.N. Ernährung, aid Presse-Info, S. 2-3 (20. Juni 1996)
- N.N. Exakte Farb-Kommunikation, Broschüre der Minolta GmbH, Ahrensburg (1994)
- N.N. Fibel zur ionenselektiven Meßtechnik, Wissenschaftlich-Technische Werkstätten GmbH, Weilheim (1988)
- N.N. Fragen und Antworten zum HACCP-Konzept, Bundesinstitut für gesundheitlichen Verbraucherschutz und Veterinärmedizin, Berlin (November 1996)
- N.N. HACCP-Konzept in der Nahrungsmittelindustrie, aid Verbraucherdienst 7, 41. Jahrgang, S. 162 (Juli 1996)

- N.N. HACCP-Konzept, Jahresbericht 1996/97 des BLL, abgeschlossen am 20. Mai 1997
- N.N. Inspektion von Plattenwärmeaustauschern, BACTOFORCE, Broschüre, Kamen (1998)
- N.N. Kieler Milchwirtschaftliche Forschungsberichte 44, S. 223-238/239-248/371-382 Institut für Chemie und Physik der Bundesanstalt für Milchwirtschaft, Kiel (1992)
- N.N. Methoden und Standards für Milch und Milchprodukte, Fachgruppe „Lebensmittelchemie und gerichtliche Chemie“ in der GDCh, B. Behr's Verlag, Hamburg (1987)
- N.N. Milch und Milcherzeugnisse, aid Verbraucherdienst Bonn (1994)
- N.N. Milch und Milcherzeugnisse - Chemische und Physikalische Prüfung - Nachweis der Kurzzeiterhitzung Fachbereichsstandard der DDR, TGL 29 273/46, Gruppe 17300 (Dezember 1983)
- N.N. Milk and Dried Milk, Buttermilk and Buttermilk Powder, Whey and Whey Powder; Detection of Phosphatase Activity, IDF-Standard 82A (1987)
- N.N. Milk and Milk Powder, Buttermilk and Buttermilk Powder, Whey and Whey Powder; Determination of Phosphatase Activity, IDF-Standard 63 (1971)
- N.N. MS Richtlinie - Anforderungen der Milchverordnung, Entwurf Bundesanstalt für Milchwirtschaft, Kiel (April 1996)

- N.N. Plattenwärmetauscher für die Nahrungsmittelindustrie, GEA Unternehmensbereich Prozeßtechnik, Prospekt, Sarstedt (1996)
- N.N. Richtlinie des Rates 93/43/EWG über Lebensmittelhygiene, Amtsblatt der Europäischen Gemeinschaft (14. Juni 1993)
- N.N. Richtlinie 92/46/EWG mit Hygieneforschriften für die Herstellung und Vermarktung von Rohmilch, wärmebehandelter Milch und Erzeugnissen auf Milchbasis, Amtsblatt der Europäischen Gemeinschaft (16. Juni 1992)
- N.N. Richtlinie für Schaltung, Montage und Betrieb von Erhitzungseinrichtungen, Verlag Th. Mann GmbH (1966)
- N.N. Richtlinie für Schaltung, Montage und Betrieb von Milcherhitzungsanlagen, Entwurf des Erhitzer Ausschusses (April 1996)
- N.N. Selected cases of corrosion in the dairy industrie, Bulletin document 139, International Dairy Federation Brussels (1981)
- N.N. „Sonder Safe“ Plattenwärmetauscher, SONDEX Prospekt (1996)
- N.N. VARIVENT-Probenahmesystem TSVM zur Entnahme von Mehrfachproben, Betriebsanleitung, Büchen (1997)
- N.N. Verbesserung der Lebensmittelsicherheit, Informationsblatt der Gesellschaft Deutscher Chemiker, Wissenschaftlicher Pressedienst Chemie, Frankfurt am Main (08. Juli 1997)

- N.N. Verhältnis der Lebensmittelhygiene-Verordnung zu sonstigen lebensmittelrechtlichen Vorschriften, Bundesministerium für Gesundheit, Bonn (6. Februar 1998)
- N.N. Verordnung über Hygiene- und Qualitätsanforderungen an Milch und Erzeugnisse auf Milchbasis (Milchverordnung) vom 20. Juli 2000, Bundesgesetzblatt Teil I Nr. 36, Bonn (2000)
- N.N. Verordnung über Lebensmittelhygiene und zur Änderung der Lebensmitteltransportbehälter-Verordnung vom 5. August 1997, Bundesgesetzblatt Teil I Nr. 56, Bonn (1997)
- Page, G. G. Quality assurance to minimize the corrosion of stainless steel plant, New Zealand Journal of Dairy Science and Technology 15, S. 143-157 (1980)
- Rauscher, K. / Engst, R. / Freimuth, U. Untersuchung von Lebensmitteln, 2. Auflage, VEB Fachbuchverlag Leipzig (1986)
- Reuter, H. et al. Typprüfung von Kurzzeit-, Hoch- und Ultrahocherhitzungsanlagen für Milch zum Zwecke der amtlichen Zulassung, Kieler Milchwirtschaftliche Forschungsberichte, Band 37, Heft 1, Verlag Th. Mann KG, Gelsenkirchen-Buer (1985)
- Reuter, H. / Biewendt, H.-G. Bericht Nr. 640 über die Typprüfung der Kurzzeit- und Hoherhitzer für Milch Typ K55, Prüfstelle für milchwirtschaftliche Maschinen, Apparate, Geräte und Anlagen, Bundesanstalt für Milchforschung, Kiel (Februar 1986)

- Reuter, H. / Meier, R. Typprüfung automatischer Probenahmeeinrichtungen in Milchsammelwagen, 1. Allgemeine Vorbemerkungen, 2. Ermittlung der Verschleppungsquote, Kieler Milch-wirtschaftliche Forschungsberichte, Band 32, Heft 3, S. 187-191 und S. 193-197, Verlag Th. Mann KG, Gelsenkirchen-Buer (1980)
- Rieken, G. Vorrichtung zum Pasteurisieren von Flüssigkeiten, insbesondere Milch, Patent DE 4025570 A1, Bundes-druckerei (1991)
- Rocco, R. M. Method and device for the assay of alkaline phosphatase in dairy products, J. Food Protection 53, S. 588-591 (1990)
- Rocco, R. M. Method and device for the assay of alkaline phosphatase in dairy products, Patent EP 0 401 813 A2, European Patent Office (1990)
- Scheele, W. / Fels, W. Schutzvorrichtung bei Milcherhitzungsanlagen, Deutsche Milchwirtschaft 42, S. 181-182 (1991)
- Schlimme, E. et al. Methodische Optimierung der Bestimmung von Rohmilchanteilen in pasteurisierter Milch bzw. in rekonstituierter Milch über die Aktivität der Alkalischen Phosphatase, Kieler Milchwirtschaftliche Forschungs-berichte 44 (3), S. 239-248 (1992)
- Schmidt, R. Verfahren zur Bestimmung der alkalischen Phosphatase, Patent DE 4117619 C2, Bundesdruckerei (1993)
- Schönherr, W. Leitfaden der Milchuntersuchung, S. Hirzel Verlag Leipzig (1956)

- Schwab, A. Technische Anforderungen an eine Dauererhitzungsanlage, Merkblatt, Frankfurt am Main (November 1996)
- Schwedt, G. Taschenatlas der Analytik, Georg Thieme Verlag, Stuttgart (1992)
- Sinell, H.-J. Einführung in die Lebensmittelhygiene, Behr's Verlag, Hamburg (1992)
- Sinell, H.-J. / Meyer, H. Lebensmittelsicherheit - HACCP in der Praxis, 1. Auflage, Behr's Verlag (1996)
- Speckhart, H. Beitrag zum Verhalten rost- und säurebeständiger Legierungen bei komplexen Beanspruchungen, Habilitationsschrift, Technische Hochschule Darmstadt (1970)
- Spreer, E. Technologie der Milchverarbeitung, 7. neubearbeitete und aktualisierte Auflage, Behr's Verlag, Hamburg (1995)
- Töpel, A. Chemie und Physik der Milch, VEB Fachbuchverlag Leipzig (1976)
- Töpel, A. Chemie der Milch, 2. Auflage, VEB Fachbuchverlag Leipzig (1987)
- Tscheuschner, H.-D. Grundzüge der Lebensmitteltechnik, 2. Auflage, Behr's Verlag (1996)
- Voigt, D. PC-Einsatz für die MVO-Registrierung von Erhitzungseinrichtungen, Deutsche Milchwirtschaft 46 (4), S. 211-213 (1995)

- Walenta, W. Auffindung von hygienebeeinflussenden Störquellen an Milcherhitzungsanlagen, Forschungszentrum für Milch und Lebensmittel Weihenstephan, Institut für Lebensmittelverfahrenstechnik (April 1983)
- Webel, L. Richtlinie Nr. 518, Institut für Milchwirtschaft Oranienburg (1990)
- Webel, L. / Koppatz, H. Automatisierungsmöglichkeiten an Kurzzeiterhitzungsanlagen für wärmebehandelte Milch (Teil 1), Milchwissenschaft Milchpraxis, Jahrgang 33, Heft 3, S. 62-64 (1991)
- Webel, L. / Koppatz, H. Automatisierungsmöglichkeiten an Kurzzeiterhitzungsanlagen für wärmebehandelte Milch (Teil 2), Milchwissenschaft Milchpraxis, Jahrgang 33, Heft 4, S. 98-100 (1991)
- Wegert, J. Gutachten zu einer UHT-Milcherhitzungsanlage vom Typ Steritube P7 der Firma ALFA-LAVAL, Stendal (1998)
- Wegert, J. Gutachten zu einer UHT-Milcherhitzungsanlage vom Typ Steritube S13 der Firma ALFA-LAVAL, Stendal (1998)
- Westermair, T. Risikoanalyse und Risikomanagement, Amtstierärztlicher Dienst und Lebensmittelkontrolle, 3. Jahrgang, S. 107-110 (1996)
- Wildbrett, G. Gummidichtungen und ihr Verhalten gegenüber Lösungen von Reinigungs- und Desinfektionsmitteln, Deutsche Molkerei-Zeitung 8, S. 212-219 (1983)
- Wünsch, G. Optische Analysemethoden zur Bestimmung anorganischer Stoffe, Walter de Gruyter Verlag, Berlin (1976)

Abbildungsverzeichnis

<u>Abbildung</u>	<u>Bezeichnung</u>
Abb. 1	Temperierbehälter
Abb. 2	Kontinuierlich arbeitender Milchpasteur
Abb. 3	Röhrenapparat
Abb. 4	Rohrbündelapparat
Abb. 5	Plattenapparat (N.N. 1996)
Abb. 6	Wärmeübertragungsplatten (N.N. 1996)
Abb. 7	Turbulenzbildung zwischen zwei Wärmeübertragungsplatten (SPREER 1995)
Abb. 8	Druckverteilung im Plattenapparat
Abb. 9	Druckdifferenzschaltung am Plattenwärmeübertrager
Abb. 10	Abdichtung zweier Doppelplatten (N.N. 1996)
Abb. 11	Wärmedurchgang bei einer Standardplatte
Abb. 12	Wärmedurchgang bei einer Doppelplatte
Abb. 13	Wärmespannungen im Kühler eines Plattenapparates (WALENTA 1983)

Abbildung	Bezeichnung
Abb. 14	Plattenwärmeübertrager mit statischer Druckprüfeinrichtung
Abb. 15	Meßeinrichtung nach Alternative A (BUCHHEIM/BIEWENDT 1995)
Abb. 16	Meßeinrichtung nach Alternative B (BUCHHEIM/BIEWENDT 1995)
Abb. 17	Meßeinrichtung nach Alternative C (BUCHHEIM/BIEWENDT 1995)
Abb. 18	Leitfähigkeitsmeßeinrichtung am Plattenwärmeübertrager
Abb. 19	Schema des Chroma-Meters der Serie CR 300 (N.N. 1996)
Abb. 20	Meßkopf des Chroma-Meters der Serie CR 300 (N.N. 1996)
Abb. 21	Meßpunkt am Kurzzeiterhitzer für die Ermittlung der Temperatur rückgekühlter pasteurisierter Milch
Abb. 22	Funktionsprinzip des Spektralphotometers
Abb. 23	Funktionsprinzip des Dreifiltermeßgerätes
Abb. 24	Farbdifferenz im L*a*b*-Farbraum
Abb. 25	Milchpasteur mit automatischem Nachweisverfahren
Abb. 26	Indikatorpapierspule
Abb. 27	Friktionsantrieb

Abbildung

Bezeichnung

Abb. 28	Probenahmeeinrichtung
Abb. 29	Benetzungsvorrichtung
Abb. 30	Chroma-Meter mit Interface der Firma Minolta (N.N. 1996)
Abb. 31	Speicher für verbrauchtes Indikatorpapier
Abb. 32	Zusammengestelltes Arbeitsprinzip des Analyseautomaten
Abb. 33	Vorderansicht des Analyseautomaten im Maßstab 1:1
Abb. 34	Seitenansicht des Analyseautomaten im Maßstab 1:1

Tabellenverzeichnis

<u>Tabelle</u>	<u>Bezeichnung</u>
Tab. 1	Bestandteile der Milch (TÖPEL 1987)
Tab. 2	Wichtige Enzyme der Milch (TÖPEL 1976)
Tab. 3	Plattenapparate für die Kurzzeiterhitzung in den Praxisversuchen
Tab. 4	Beurteilungskriterien und ihre Wertigkeit
Tab. 5	Wertigkeitsvergleich zwischen Spektralphotometrie und Dreibereichsverfahren
Tab. 6	Temperatur der rückgekühlten pasteurisierten Milch bei Kurzzeiterhitzer 1
Tab. 7	Temperatur der rückgekühlten pasteurisierten Milch bei Kurzzeiterhitzer 2
Tab. 8	Temperatur der rückgekühlten pasteurisierten Milch bei Kurzzeiterhitzer 3
Tab. 9	Temperatur der rückgekühlten pasteurisierten Milch bei Kurzzeiterhitzer 4
Tab. 10	Temperatur der rückgekühlten pasteurisierten Milch bei Kurzzeiterhitzer 5

Tabelle	Bezeichnung
Tab. 11	Temperatur der rückgekühlten pasteurisierten Milch bei Kurzzeiterhitzer 6
Tab. 12	Temperatur der rückgekühlten pasteurisierten Milch bei Kurzzeiterhitzer 7
Tab. 13	Temperatur der rückgekühlten pasteurisierten Milch bei Kurzzeiterhitzer 8
Tab. 14	Temperatur der rückgekühlten pasteurisierten Milch bei Kurzzeiterhitzer 9
Tab. 15	Temperatur der rückgekühlten pasteurisierten Milch bei Kurzzeiterhitzer 10
Tab. 16	Temperaturmittelwerte und Standardabweichungen der rückgekühlten pasteurisierten Milch
Tab. 17	1. Testreihe zur visuellen Wahrnehmung der Farbveränderung des Phosphatase-Indikatorpapiers
Tab. 18	2. Testreihe zur visuellen Wahrnehmung der Farbveränderung des Phosphatase-Indikatorpapiers
Tab. 19	3. Testreihe zur visuellen Wahrnehmung der Farbveränderung des Phosphatase-Indikatorpapiers
Tab. 20	Numerische Farbdaten des mit pasteurisierter Vollmilch benetzten Phosphatase-Indikatorpapiers in Abhängigkeit von der Reaktionszeit

Tabelle	Bezeichnung
Tab. 21	Farbdatenmittelwerte und Standardabweichungen des mit pasteurisierter Vollmilch benetzten Phosphatase-Indikatorpapiers in Abhängigkeit von der Reaktionszeit
Tab. 22	Numerische Farbdaten des mit Rohmilch benetzten Phosphatase-Indikatorpapiers in Abhängigkeit von der Reaktionszeit
Tab. 23	Farbdatenmittelwerte und Standardabweichungen des mit Rohmilch benetzten Phosphatase-Indikatorpapiers in Abhängigkeit von der Reaktionszeit
Tab. 24	Numerische Farbdaten des durch pasteurisierte Vollmilch mit einem Rohmilchanteil von 0,1 % benetzten Phosphatase-Indikatorpapiers in Abhängigkeit von der Reaktionszeit
Tab. 25	Farbdatenmittelwerte und Standardabweichungen des durch pasteurisierte Vollmilch mit einem Rohmilchanteil von 0,1 % benetzten Phosphatase-Indikatorpapiers in Abhängigkeit von der Reaktionszeit
Tab. 26	Numerische Farbdaten des durch pasteurisierte Vollmilch mit einem Rohmilchanteil von 0,05 % benetzten Phosphatase-Indikatorpapiers in Abhängigkeit von der Reaktionszeit
Tab. 27	Farbdatenmittelwerte und Standardabweichungen des durch pasteurisierte Vollmilch mit einem Rohmilchanteil von 0,05 % benetzten Phosphatase-Indikatorpapiers in Abhängigkeit von der Reaktionszeit

Tabelle	Bezeichnung
Tab. 28	Farbdifferenz des Phosphatase-Indikatorpapiers bei Benetzung mit jeweils pasteurisierter Vollmilch in Abhängigkeit von der Reaktionszeit
Tab. 29	Farbdifferenz des Phosphatase-Indikatorpapiers zwischen pasteurisierter Vollmilch und Rohmilch in Abhängigkeit von der Reaktionszeit
Tab. 30	Farbdifferenz des Phosphatase-Indikatorpapiers zwischen pasteurisierter Vollmilch und pasteurisierter Vollmilch mit einem Rohmilchanteil von 0,1 % in Abhängigkeit von der Reaktionszeit
Tab. 31	Farbdifferenz des Phosphatase-Indikatorpapiers zwischen pasteurisierter Vollmilch und pasteurisierter Vollmilch mit einem Rohmilchanteil von 0,05 % in Abhängigkeit von der Reaktionszeit
Tab. 32	Materialeinzelkosten des Analyseautomaten
Tab. 33	Kosten für die zur Prozeßsicherung eingesetzten Anlagenteile eines mit Druckdifferenzhalte- und -prüfeinrichtung ausgestatteten Pasteurs
Tab. 34	Patentrecherche - Nachweisverfahren für die Pasteurisation von Milch 1980 bis August 1998, PATOS (DE)
Tab. 35	Patentrecherche - Nachweisverfahren für die Pasteurisation von Milch 1993 bis August 1998, ESPACE-ACCESS (EP, WO)
Tab. 36	Patentrecherche - Schutzeinrichtungen gegen Vermischen von pasteurisierter Milch mit unzureichend erhitzter Milch 1980 bis August 1998, PATOS (DE)

<u>Tabelle</u>	<u>Bezeichnung</u>
Tab. 37	Patentrecherche - Schutzeinrichtungen gegen Vermischen von pasteurisierter Milch mit unzureichend erhitzter Milch 1993 bis August 1998, SPACE-ACCESS (EP, WO)
Tab. 38	Patentrecherche - Nachweisverfahren für Trennwanddurchbrüche am Milchpasteur 1980 bis August 1998, PATOS (DE)
Tab. 39	Patentrecherche - Nachweisverfahren für Trennwanddurchbrüche am Milchpasteur 1993 bis August 1998, SPACE-ACCESS (EP, WO)

Diagrammverzeichnis

<u>Diagramm</u>	<u>Bezeichnung</u>
Diagr. 1	Farbdifferenzen des Phosphatase-Indikatorpapiers bei pasteurisierter Vollmilch in Abhängigkeit von der Reaktionszeit
Diagr. 2	Farbdifferenzen des Phosphatase-Indikatorpapiers zwischen pasteurisierter Vollmilch und Rohmilch in Abhängigkeit von der Reaktionszeit
Diagr. 3	Farbdifferenzen des Phosphatase-Indikatorpapiers zwischen pasteurisierter Vollmilch und pasteurisierter Vollmilch mit einem Rohmilchanteil von 0,1 % in Abhängigkeit von der Reaktionszeit
Diagr. 4	Farbdifferenzen des Phosphatase-Indikatorpapiers zwischen pasteurisierter Vollmilch und pasteurisierter Vollmilch mit einem Rohmilchanteil von 0,05 % in Abhängigkeit von der Reaktionszeit
Diagr. 5	Farbdifferenzen des Phosphatase-Indikatorpapiers zwischen pasteurisierter Vollmilch und pasteurisierter Vollmilch mit unterschiedlichen Rohmilchanteilen in Abhängigkeit von der Reaktionszeit
Diagr. 6	Milchabzweigmenge bei verschiedenen Betriebsdrücken und einem Schlauchinnendurchmesser von 1 mm (N.N. 1997)

Anlagenverzeichnis

- Anlage 1 Patentrecherche auf dem Gebiet der Nachweisverfahren für die Pasteurisation von Milch
- Anlage 2 Patentrecherche auf dem Gebiet der Schutzeinrichtungen gegen Vermischen von pasteurisierter Milch mit unzureichend erhitzter Milch
- Anlage 3 Patentrecherche auf dem Gebiet der Nachweisverfahren für Trennwanddurchbrüche am Milchpasteur

Anlage 1, Blatt 1

Tabelle 34: Patentrecherche im Patentinformationszentrum der OTTO-VON-GUERICKE-UNIVERSITÄT MAGDEBURG
 Thema: Nachweisverfahren für die Pasteurisation von Milch
 Zeitraum: 1980 bis August 1998
 Datenbank bzw. Länderfond: PATOS (DE)

IPC oder Schlagworte	Anzahl der ermittelten Patente		Patentnummern der zutreffenden Patente
	1980 - 1990	1991 - 1998	
C 12 Q 001/00	62	46	DE 19527880 DE 19639538
C 12 Q 001/28	23	8	
C 12 Q 001/42	5	4	DE 4117619 DE 3715245 DE 2823824
G 01 N 033/04	8	16	DE 3922670
Phosphatase*	10	16	DE 3715245 DE 4117619
Phosphatase* und Milch*	0	0	
Phosphatasenachweis*	0	1	
Phosphataseaktivitaet*	2	0	
Alkalische* und Phosphatase*	7	6	DE 3715245 DE 4117619
Enzym* und Erhitz*	20	8	DE 19639538
Enzym* und Nachweis*	42	40	DE 19639538

Anlage 1, Blatt 2

Tabelle 35: Patentrecherche im Patentinformationszentrum der OTTO-VON-GUERICKE-UNIVERSITÄT MAGDEBURG
 Thema: Nachweisverfahren für die Pasteurisation von Milch
 Zeitraum: 1993 bis August 1998
 Datenbank bzw. Länderfond: ESPACE-ACCESS (EP, WO)

IPC oder Schlagworte	Anzahl der ermittelten Patente			Patentnummern der zutreffenden Patente
	1993 - 1995	1996 - 1997	1998	
milk* and heat*	57	57	27	EP 0620977 EP 0832985 EP 0839461
milk* and phosphat*	7	2	0	EP 0805350
milk* and pasteur*	16	9	6	
milk* and sterili*	8	10	5	EP 0697816 WO 9615677 WO 9637112
konserv*	0	0	0	

Anlage 2, Blatt 1

Tabelle 36: Patentrecherche im Patentinformationszentrum der OTTO-VON-GUERICKE-UNIVERSITÄT MAGDEBURG
 Thema: Schutzrichtungen gegen Vermischen von pasteurisierter Milch mit unzureichend erhitzter Milch
 Zeitraum: 1980 bis August 1998
 Datenbank bzw. Länderfond: PATOS (DE)

IPC oder Schlagworte	Anzahl der ermittelten Patente		Patentnummern der zutreffenden Patente
	1980 - 1990	1991 - 1998	
Schutzvor* und flüssig*	16	8	
Waermebehand* und Milch	4	3	
Waermetausch* und Milch	4	3	DE 3119632
Waermeaustausch* und Milch	3	1	DE 4025570 DE 3119632
Waermeaustausch* und Vermisch*	23	4	
Konservier* und Milch	2	2	
Sterili* und Milch*	25	5	DE 3119632
Pasteurisiert* und flüssig*	14	13	DE 4025570
Pasteur* und Milch*	23	18	DE 29710507 DE 9308343 DE 4025570

Anlage 2, Blatt 2

Tabelle 37:

Patentrecherche im Patentinformationszentrum der OTTO-VON-GUERICKE-UNIVERSITÄT MAGDEBURG
 Thema: Schutzrichtungen gegen Vermischen von pasteurisierter Milch mit unzureichend erhitzter Milch
 Zeitraum: 1993 bis August 1998
 Datenbank bzw. Länderfond: ESPACE-ACCESS (EP, WO)

IPC oder Schlagworte	Anzahl der ermittelten Patente			Patentnummern der zutreffenden Patente
	1993 - 1995	1996 - 1997	1998	
protect* and pasteur*	11	7	3	
protect* and pasteur* and fluid*	0	1	0	
protect* and milk*	14	12	7	
protect* and milk* and flow*	0	1	0	
pasteur* and flow*	6	8	1	WO 9518535
sterilii* and milk*	8	10	5	EP 0697816 WO 9637112 WO 9615677

Anlage 3, Blatt 1

Tabelle 38: Patentrecherche im Patentinformationszentrum der OTTO-VON-GUERCKE-UNIVERSITÄT MAGDEBURG
 Thema: Nachweisverfahren für Trennwanddurchbrüche am Milchpasteur
 Zeitraum: 1980 bis August 1998
 Datenbank bzw. Länderfond: PATOS (DE)

IPC oder Schlagworte	Anzahl der ermittelten Patente		Patentnummern der zutreffenden Patente
	1980 - 1990	1991 - 1998	
Waermebehand* und Milch	4	3	DE 4408073
Waermetausch* und Milch	4	3	
Waermeaustausch* und Milch	3	1	
Waermeaustausch* und Vermisch*	23	4	DE 4035092
Konservier* und Milch	2	2	
Sterili* und Milch*	25	5	
Pasteurisiert* und flüssig*	14	13	
Pasteur* und Milch*	23	18	DE 4408073

Anlage 3, Blatt 2


Tabelle 39: Patentrecherche im Patentinformationszentrum der OTTO-VON-GUERICKE-UNIVERSITÄT MAGDEBURG
 Thema: Nachweisverfahren für Trennwanddurchbrüche am Milchpasteur
 Zeitraum: 1993 bis August 1998
 Datenbank bzw. Länderfond: ESPACE-ACCESS (EP, WO)

IPC oder Schlagworte	Anzahl der ermittelten Patente			Patentnummern der zutreffenden Patente
	1993 - 1995	1996 - 1997	1998	
transmission* and milk*	1	3	0	
pasteur* and flow*	6	8	1	
pasteur* and milk*	16	9	6	
sterilii* and milk*	8	10	5	

Eidesstattliche Erklärung

Hiermit erkläre ich, die vorliegende Arbeit selbständig und nur mit Hilfe
aufgeführter Literatur angefertigt zu haben.

Stendal, 22.09.2000


Jörn Wegert

**Methode und Verfahrensentwicklung
für den Online-Nachweis
der Pasteurisation von Milch**

Thesen

vorgelegt von
Diplom-Ingenieur
Jörn Wegert

Fakultät für Prozesswissenschaften
der Technischen Universität Berlin
zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor der Ingenieurwissenschaften
- Dr.-Ing. -

genehmigte Dissertation

Promotionsausschuß:

Vorsitzender: Prof. Dr. B. Handreck
Berichter: Prof. Dr. K. Krenkel
Berichter: Prof. Dr. B. Senge

Tag der wissenschaftlichen Aussprache: 20.12.2000

Berlin 2000

D 83

1. Nach Milchhygiene-Richtlinie 92/46/EWG sowie gültiger deutscher Milchverordnung ist bei der Herstellung von Milch und Erzeugnissen auf Milchbasis die Lebensmittelhygiene durch das präventive System der Gefahrenanalyse und der In-Prozeß-Sicherung zu gewährleisten.
2. Die In-Prozeß-Sicherung der kontinuierlichen Milchpasteurisation wird heute durch den gleichzeitigen Einsatz mehrerer technisch aufwendiger Schutz-einrichtungen realisiert. Sie verhindern eine unzureichende Erhitzung und ein Vermischen von wärmebehandelter Milch mit Rohmilch.
3. Die unmittelbar für die Wärmebehandlung nicht erforderlichen Bauelemente der Schutzeinrichtungen, wie z.B. Druckerhöhungspumpe, Regel-, Meß- und Absperrarmaturen, verstärken die mechanische Beanspruchung der Milch. Ebenfalls beeinflussen sie den Bedienkomfort und die Kosten der Pasteure negativ.
4. Aus technologischen sowie ökonomischen Gründen ist eine Vereinfachung der Anlagentechnik geboten. Das Bearbeiten von Milch erfordert eine effiziente Qualitätssicherung.
5. Der Verlust der Kontrolle über einen „kritischen Punkt“ im Produktionsprozeß muß innerhalb von 10 Minuten erkannt werden und Korrekturmaßnahmen unmittelbar nach sich ziehen.
6. Die Aktivität der alkalischen Phosphatase in pasteurisierter Milch läßt Rückschlüsse auf Erhitzungstemperatur, Heißhaltezeit und Vermischung mit Rohmilch zu.
7. Das entwickelte Verfahren beruht auf der Kombination des mit einer Indikatorsubstanz auf der Basis von p-Nitrophenylphosphat versehenen festen Trägers und des Dreifiltermeßsystems. Mit ihnen ist der Nachweis von alkalischer Phosphatase in Milch sowie flüssigen und rekonstituierbaren Milcherzeugnissen automatisch realisierbar. Subjektive Fehler, unter anderem bedingt durch die Kontamination mit Schweiß oder Speichel sowie die unterschiedliche individuelle

Farbwahrnehmung, werden mit der automatischen Verfahrensweise ausgeschlossen.

8. Im Vergleich zu den in der Molkereipraxis bekannten qualitativen Phosphatsetests ermöglicht die neue Methode nicht nur ein Verringern der erforderlichen Reaktionszeit von 2 Stunden auf 10 Minuten, sondern auch ein Erhöhen der Nachweisempfindlichkeit. Der entwickelte Schnelltest gestattet das Erkennen von Rohmilchanteilen ab 0,05 % in pasteurisierter Milch.
9. Bei Nachweis der alkalischen Phosphatase während der Milchbearbeitung verhindert eine, nach dem neuen Verfahren selbsttätig ausgelöste Zwangs- und/oder Alarmschaltung, daß unzureichend erhitzte oder rekontaminierte Milch zum Tanklager bzw. zur Abfüllstation gelangt. Das herkömmliche, auf Temperaturüberwachung basierende Sicherheitssystem, das eine weitere Be- oder Verarbeitung unzureichend erhitzter Milch unterbindet, ist überflüssig.
10. Die Funktionssicherheit des Temperaturreglers der Erhitzungsanlage wird durch den Online-Nachweis überwacht.
11. Eine, aus der Unterschreitung der Mindestheißhaltezeit resultierende unzureichende Erhitzung der Milch, wird von dem neuen Verfahren erkannt. Die Kontrolle des Volumenstromes mittels Durchflußmeß- und -aufzeichnungsgerät zur Einhaltung der Mindestheißhaltezeit bei Anlagen mit veränderbarem Volumenstrom entfällt.
12. Der automatische Schnelldachweis dient während der Pasteurisation als Kontrollverfahren für die Wirksamkeit der Trennwände gegen Vermischen wärmebehandelter mit unzureichend erhitzter Milch. Zusätzliche Schutz-einrichtungen gegen Vermischung, die die technischen Parameter des Pasteurs und den Anlagenpreis negativ beeinflussen, sind überflüssig.
13. Der Nachweis einer ordnungsgemäßen Pasteurisation wird effektiv mit dem neuen Verfahren erbracht und dokumentiert, so daß die parallele Temperatur- und Druckregistrierung entfallen.

14. Mit dem entwickelten Nachweissystem und automatischen Temperaturreglern ausgestattete Milchpasteure bieten gleichwertige Leistungen und dieselben Hygienegarantien wie herkömmlich von den zuständigen Behörden nach gültiger Milchverordnung zugelassene Einrichtungen. Sie sind aber wesentlich einfacher aufgebaut und damit bedienerfreundlicher. Die Kosten für die Anlagenperipherie werden um ca. 30 % gesenkt.
15. Der schnelle automatische Erhitzungsnachweis mit kleinen Produktproben ermöglicht eine In-Prozeß-Sicherung sowie eine vom Pasteur unabhängige objektive Qualitätsüberwachung ohne negative Beeinflussung der Lebensmittelhygiene.
16. Die Verifikation der reproduzierbaren Nachweisergebnisse ist durch mikrobiologische Untersuchungen der pasteurisierten Milch bzw. Erzeugnisse auf Milchbasis möglich.

Lebenslauf

Name: Jörn Wegert

geboren: 05. April 1966 in Waren/Müritz

Staatsangehörigkeit: deutsch

Familienstand: verheiratet, 3 Kinder

Schulbildung: 1972-1980 POS
1980-1984 EOS/Abitur

Berufsausbildung: 1984-1985 Vorpraktikum in den Bereichen
Produktion und Technik des ehemaligen VEB
Fleischverarbeitung Waren

1985-1990 Studium in der Fachrichtung
„Verarbeitungsmaschinen“ an der Technischen
Universität Karl-Marx-Stadt (jetzt Chemnitz)
mit der Verleihung des akademischen Grades
„Diplomingenieur“

Berufstätigkeit: 03/1990-01/1992 Assistent der Geschäfts-
führung in der Müritz-Milch GmbH Waren,
verantwortlich für die Produktionssanierung

seit 02/1992 Technischer Sachverständiger
für Lebensmittelbe- und -verarbeitung beim
Landesveterinär- und Lebensmittel-
untersuchungsamt Stendal, gutachterlich und
beratend für die Veterinär- und Lebensmittel-
überwachungsbehörden sowie das Ministerium
für Raumordnung, Landwirtschaft und Umwelt
des Landes Sachsen-Anhalt tätig

seit 06/1998 Nebentätigkeit als Referent an
der Lehr- und Versuchsanstalt für Tierhaltung
und Technik Iden

Mitarbeit in Fachgremien: seit 10/1992 im Milch-Sachkunde-Prüfungs-
ausschuß des Landes Sachsen-Anhalt

seit 04/1998 im Erhitzerausschuß der
Bundesrepublik Deutschland