

Die Kombi macht's!

FILTER VERBLOCKT? Mit der richtigen Kombination aus Tiefen- und Membranfilterkerzen zum optimalen Ergebnis.

Text: Dr. Ilona Schneider, Eaton Technologies GmbH

In der modernen Oenologie gilt die Abfüllung als besonders kritisch, um höchste Qualität und Wirtschaftlichkeit im Weinherstellungsprozess zu erreichen. Die Abfüllung schließt nicht nur die letzte Qualitätssicherung mit ein, sondern sie definiert auch die Weinmenge, die in den Handel geht. Um den hohen Marktanforderungen in punkto Sicherheit und Standzeit gerecht zu werden, muss die Filtration zu 100 Prozent einwandfrei funktionieren. Häufig kommen hierfür Membranfilterkerzen zum Einsatz. Diese sind in der Weinbranche auch als »Polizeifilter« bekannt, da sie sicherstellen, dass Partikel und weinschädliche Mikroorganismen (Hefen und Bakterien) zurückgehalten werden. Insbesondere die Verblockung der Membranfilterkerzen kann zu Produktionsausfällen und damit zu signifikanten Umsatzeinbußen führen. Um dies zu vermeiden, ist eine richtige Vorfiltration der Weine entscheidend. Denn sie verhindert, dass die Membranfilterker-

zen frühzeitig verblocken und so die Filtrationsleistung (Flux) unnötig mindern. Eine besonders effektive Vorfiltration lässt sich beispielsweise mit Tiefenfilterkerzen erzielen. Diese können aus unterschiedlichen Filtermaterialien, wie Polypropylen (PP) oder Tiefenfilterschichten aus hochreinen Cellulosefasern, bestehen.

Eine optimale Kombination von Vorfiltration mit Tiefenfilterkerzen und Endfiltration mit Membranfilterkerzen trägt demnach maßgeblich zum qualitativen und wirtschaftlichen Erfolg des Abfüllprozesses bei. Die Wahl der richtigen Filterkerzen ist dabei von den Filtrationseigenschaften der Weine abhängig, die wiederum von einer Vielzahl von Faktoren beeinflusst werden. Zwei der wichtigsten sind Größe und Anzahl der Partikel und Kolloide. Die Weinkolloide besitzen abhängig von ihrer Form und Größe filtrationshemmende Eigenschaften. Diese können zur Reduktion der Fluxrate bis hin zur vollständigen Verblockung

von Filtermedien führen. Die Teilchengröße von Weinkolloiden erstreckt sich im Bereich zwischen 1 nm und 1 µm mit einem Molekulargewicht von 10 Kilodalton (kDa) bis 400 Kilodalton (kDa). In Untersuchungen von Vernhet et al. wurden die Auswirkungen verschiedener Weinkolloide mit unterschiedlichen Molekulargewichten auf die Fluxrate von Membranen in synthetischen Medien und einem weinähnlichen Medium aus Ethanol und Wasser getestet. Die Autoren stellten fest, dass besonders im weinähnlichen Medium Weinkolloide bis 30 kDa nur einen geringen Einfluss auf die Fluxrate haben. Erst Weinkolloide größer gleich 100 kDa reduzieren die Filtrationsleistung signifikant. Daraus lässt sich ableiten, dass Weinkolloide von kleiner gleich 30 kDa die guten Filtrationseigenschaften des weinähnlichen Mediums kaum beeinträchtigen. Medien mit Weinkolloiden größer gleich 100 kDa sind entsprechend als schwerfiltrierbar zu klassifizieren.

Im folgenden Artikel wird analysiert, wie der Einsatz von Membranfilterkerzen und Tiefenfilterkerzen bei unterschiedlichen Kolloidfraktionen (30 kDa und 100 kDa) die Filtrationsleistung beeinflussen kann. Besonders beleuchtet wird, unter welchen Bedingungen praxisübliche Membranfilterkerzen als letzte Filtrationseinheit vor der Abfüllung optimal arbeiten können, so dass die qualitativen und wirtschaftlichen Aspekte erfüllt werden. Gesondert betrachtet werden dabei die Zusätze von Kolloiden wie Metaweinsäure oder Carboxymethylcellulose (CMC) in schwer filtrierbaren Weinen, die unter anderem in einer Master-Arbeit von Fabian Wittkowsky (Hochschule Geisenheim University) und einer Bachelorarbeit von Ehtsham Ahmed (Frankfurt University of Applied Sciences) untersucht wurden.

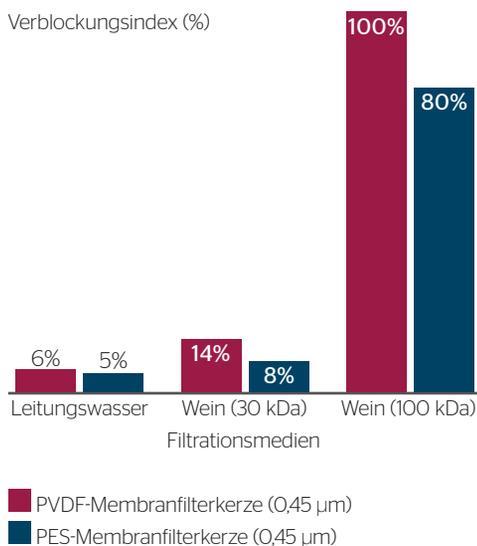
VERBLOCKUNGSINDIZES VON MEMBRANFILTERKERZEN

Dazu wurde in beiden Arbeiten zunächst die Filtrierbarkeit der Weine mit dem BECO LiquiControl2-Indexmessgerät bestimmt. In den Versuchen wurden drei Liter des jeweiligen Weins in den Vorratsbehälter des Geräts gefüllt und über eine 0,45 µm-Flachfiltermembran (Testmembranscheibe) bei einem konstanten Druck von 1,0 bar filtriert. Der Anfangsflux wurde nach 200 Millilitern (F0) und der Endflux nach drei Litern (F3) gemessen. Anhand der

1 Verblockungsindizes der Filtrationsversuche

mit Leitungswasser, Wein (30 kDa) und Wein (100 kDa) im Vergleich

Verblockungsindex (%)



gemessenen Werte kann der Verblockungsindex bestimmt werden. Ein Verblockungsindex von 0 bis 10 % klassifiziert den Wein als gut filtrierbar, bezogen auf eine 0,45 µm-Membranfilterkerze. 11 % bis 20 % beschreiben moderate Filtrationseigenschaften und alles mit einem Verblockungsindex größer 20 % gilt als schwer filtrierbar.

Um die Filtrationseigenschaften von Weinen mit den Kolloidfraktionen 30 und 100 kDa zu ermitteln, wurde der Verblockungsindex für zwei unterschiedliche Membranfilterkerzentypen bestimmt. Einer PVDF-Membranfilterkerze (Polyvinylidenfluorid) mit einer symmetrischen Porenstruktur und der BECO MEMBRAN PS Wine-Membranfilterkerze aus hydrophilem Polyethersulfon (PES) mit einer asymmetrischen Porenstruktur. Beide Membranfilterkerzen besitzen die praxisübliche absolute Abscheiderate von 0,45 µm.

Die Tests wurden mit Leitungswasser (Kontrolle: kolloidfreie Variante) sowie mit Weinen, die Weinkolloide kleiner gleich 30 kDa und größer gleich 100 kDa enthielten, durchgeführt.

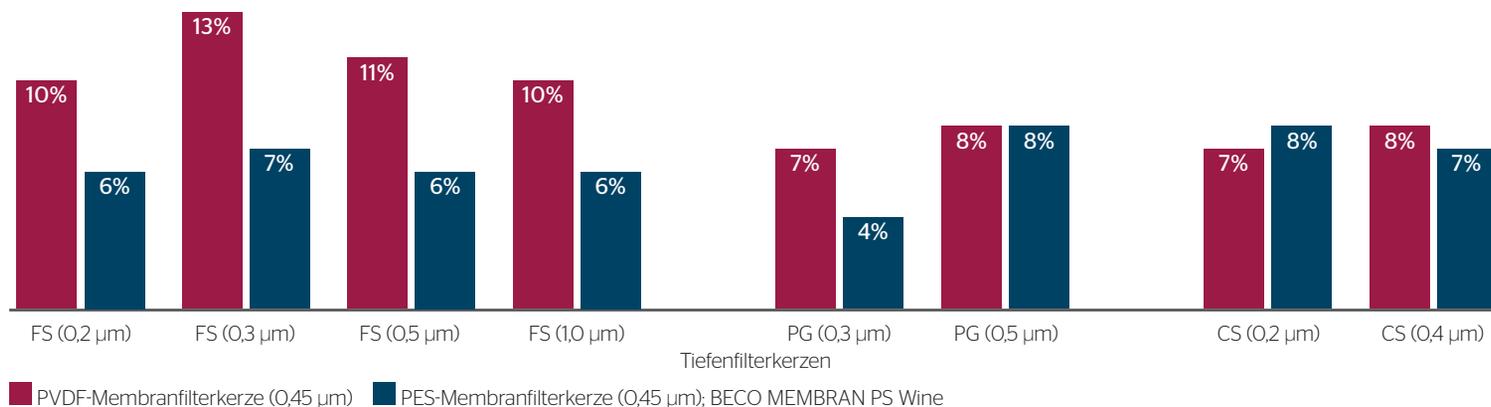
Es konnten deutliche Unterschiede zwischen den drei Verblockungsindizes Leitungswasser, Wein mit 30 kDa und Wein mit 100 kDa festgestellt werden (Abb. 1). Das Leitungswasser ist gut filtrierbar und erhält einen Verblockungsindex von 5 % für die PES-Membranfilterkerze und 6 % für die PVDF-Membranfilterkerze. Der Wein mit 30 kDa hat mit einem Index von 8 % die geringste Verblockungsneigung für die PES-Membranfilterkerze. Die PVDF-Membranfilterkerze zeigt mit 14 % einen höheren Verblockungsindex auf. Die Indizes beider Membranfilterkerzen von 100 % bzw. 80 % bei der Weinprobe mit 100 kDa zeigen, dass dieser Wein ohne Vorfiltration nicht über eine 0,45 µm-Membranfilterkerze filtriert werden kann, ohne die Membrane direkt zu verblocken.

VORFILTRATION MIT TIEFENFILTERKERZEN

Das Ergebnis führte zu der Folgefrage, wie die Vorfiltration eines schwerfiltrierbaren Weins (100 kDa) ausgelegt werden sollte, um die optimale Filtrationsleistung der 0,45 µm-Membranfilterkerze zu erreichen. Analysiert wurden verschiedene Tiefenfilterkerzen mit unterschiedlichen Filtermaterial und unterschiedlichen nominellen

2 Verblockungsindizes von Membranfilterkerzen

Verblockungsindizes (%) nach der Vorfiltration mit verschiedenen Tiefenfilterkerzen (Wein mit 100 kDa)



Abscheideraten aus der BECO PROTECT®-Reihe von Eaton. Für die Testreihe wurde die Tiefenfilterkerze BECO PROTECT PG, bestehend aus gewickeltem PP-Vlies mit nominellen Abscheideraten von 0,3 µm und 0,5 µm, die Tiefenfilterkerze BECO PROTECT FS FineStream aus speziellen plissierten PP-Vliesen mit nominellen Abscheideraten von 0,2 µm, 0,3 µm, 0,5 µm und 1,0 µm sowie die Tiefenfilterkerze BECO PROTECT CS CellStream aus BECOPAD-Tiefenfilterschichtenmaterial mit den nominellen Abscheideraten 0,2 µm und 0,4 µm ausgewählt. Die Tiefenfilterkerzentype CS CellStream stellt in der Versuchsreihe eine Besonderheit dar, da sie im Gegensatz zu den anderen Filterkerzen der Testreihe Tiefenfilterschichten aus hochreiner Cellulose als Filtermaterial nutzt. Sie besitzt neben den klassischen Filtrationseigenschaften der Tiefenfiltration, adsorptive Filtrationseigenschaften und kann somit flexibler auf unterschiedliche Weinkolloidfraktionen reagieren.

In den Testreihen von F. Wittkowsky wurde der Wein (100 kDa) über die drei Tiefenfilterkerzentypen FS, PG und CS mit un-

terschiedlichen Abscheideraten vorfiltriert und anschließend die Verblockungsindizes der PVDF- und PES-Membranfilterkerze bestimmt.

Die in Abbildung 2 dargestellten Ergebnisse belegen, dass die richtige Vorfiltration mit Tiefenfilterkerzen die Filtrationseigenschaften von schwer filtrierbaren Weinen deutlich verbessert und eine effektive Endfiltration über eine Membranfilterkerze ermöglicht. Unabhängig von der verwendeten Tiefenfilterkerze weist die PES-Membranfilterkerze geringere Verblockungsindizes auf, als die PVDF-Membranfilterkerze. Lediglich zwei Ausnahmen lassen sich hier feststellen: ein identischer Verblockungsindexwert beider Membranfilterkerzen nach der Vorfiltration mit der PG-Tiefenfilterkerze (0,5 µm) und ein um 1 % niedrigerer Verblockungsindex der PVDF-Membranfilterkerze nach der Vorfiltration mit der CS-Tiefenfilterkerze (0,2 µm).

Die besten Testergebnisse in diesem Versuch erzielte die Kombination aus Tiefenfilterkerze PG (0,3 µm) und PES-Membranfilterkerze mit einem Verblockungsindex von 4 %. Danach folgen die Tiefenfilterkerze FS (0,2 µm, 0,5 µm und 1,0 µm), die in Kombination mit der PES-Membranfilterkerze auf einen Verblockungsindex von je 6 % kommen. Die besten Ergebnisse mit der PVDF-Membranfilterkerze weisen die Tiefenfilterkerzentypen PG (0,3 µm) und CS (0,2 µm) mit Indizes von je 7 % vor.

VERBLOCKUNGSEFFEKTE DURCH KOLLOIDALE ZUSÄTZE

Zur Weinsteinstabilisierung werden Kolloidzusätze, wie Metaweinsäure und CMC

eingesetzt. Beides sind Schutzkolloide, die die Kolloidkonzentration im Wein erhöhen. Aufgrund seiner Molekularstruktur (17 bis 300 kDa) und Wirkungsweise hat CMC eine längere Schutzwirkung als Metaweinsäure, die aus 38 % veresteter Weinsäure besteht.

Um den Einfluss dieser beiden kolloidalen Zusätze auf den Verblockungsindex von Membranfilterkerzen zu untersuchen, wurden weitere Versuchsreihen im Wein mit einem Molekulargewicht von 100 kDa durchgeführt. Diesem wurde in zwei Proben einmal 10 g/hl Metaweinsäure (Abb. 3) und einmal 8 g/hl CMC (Abb. 4) zugesetzt. Die Vorfiltration mit Tiefenfilterkerzen erfolgte nach dem gleichen Aufbau, wie im vorherigen Test (Abb. 2).

Im Vergleich zur vorherigen Testreihe zeigen die Ergebnisse in Abbildung 3 die zu erwartenden erhöhten Verblockungsindizes durch den Zusatz von 10 g/hl Metaweinsäure und belegen damit deren Einflussnahme auf die Filtrationseigenschaften.

Den effektivsten Schutz bietet die PES-Membranfilterkerze kombiniert mit der Tiefenfilterkerze CS (0,2 µm) oder FS (0,2 µm). Hier betragen die Verblockungsindizes 5 % bzw. 7 %. Wie beim vorherigen Versuch liegen die Indizes nach der Endfiltration mit der PES-Membranfilterkerze niedriger als bei der PVDF-Membranfilterkerze. Lediglich bei der Vorfiltration durch die Tiefenfilterkerze FS (1,0 µm), wurde die Grenze von 20 % (schwerfiltrierbarer Wein) mit 25 % bzw. 23 % überschritten. Es waren sogar die höchsten Indexwerte der gesamten Versuchsreihe. Hierbei konnte die PVDF-Membranfilterkerze einen um 2 Prozentpunkte niedrigeren Index erzielen. Bis auf diese

LEGENDE

PG: BECO PROTECT PG (0,3 µm und 0,5 µm)

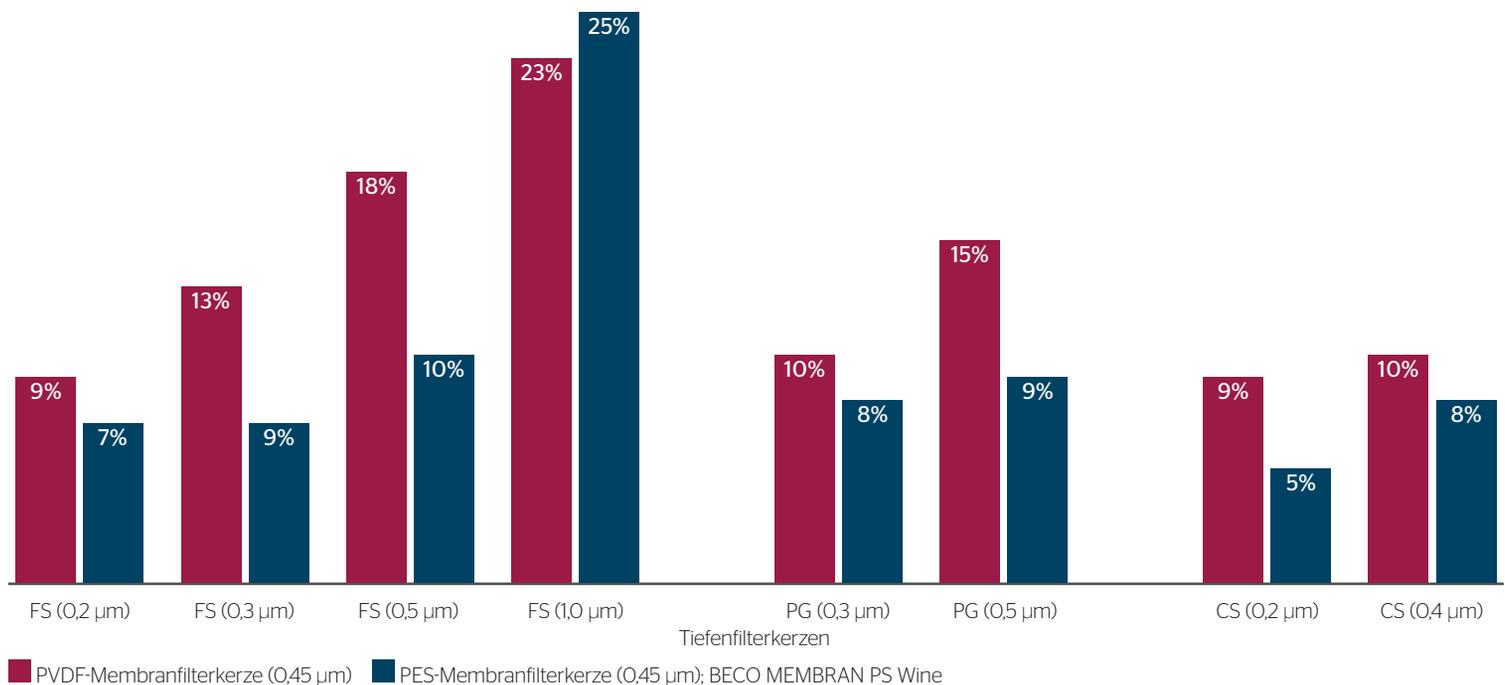
FS: BECO PROTECT FS FineStream (0,2 µm, 0,3 µm, 0,5 µm und 1,0 µm)

CS: BECO PROTECT CS CellStream (0,2 µm und 0,4 µm)

*genaue Erklärung siehe Text

3 Verblockungsindizes von Membranfilterkerzen

Verblockungsindizes (%) nach der Vorfiltration mit verschiedenen Tiefenfilterkerzen (Wein mit 100 kDa mit 10 g/hl Metaweinsäure versetzt)



Ausnahme liegen die Verblockungsindizes der PES-Membranfilterkerze jedoch um 2 % bis 8 % unter den Indizes der PVDF-Membranfilterkerze.

Abbildung 4 weist die Ergebnisse der gleichen Versuchsreihe mit dem Zusatz von 8 g/hl CMC aus. Verglichen mit der Metaweinsäure-Versuchsreihe stiegen sechs von acht Verblockungsindizes der PVDF-Membranfilterkerze. In zwei Fällen blieb der Wert konstant. Bei der PES-Membranfilterkerze stieg der Wert in zwei Fällen an, in zwei Fällen sank er. In Kombination mit der Tiefenfilterkerzentypen FS (1,0 µm) fiel der Index

sogar um 10 Prozentpunkte. In vier Fällen blieben die Werte konstant. Verglichen miteinander weist die PES-Membranfilterkerze in allen Tests zwischen 3 % und 12 % niedrigere Werte gegenüber der PVDF-Membranfilterkerze auf, die in Kombination mit den Tiefenfilterkerzentypen FS (0,3 µm) und FS (1,0 µm) sogar die kritische 20 %-Marke erreicht und überschreitet. In diesen beiden Fällen erreicht die nachgeschaltete PVDF-Membranfilterkerze keine wirtschaftliche Standzeit, da sie aufgrund der unzureichenden Vorfiltration in der Füllfiltration frühzeitig verblockt.

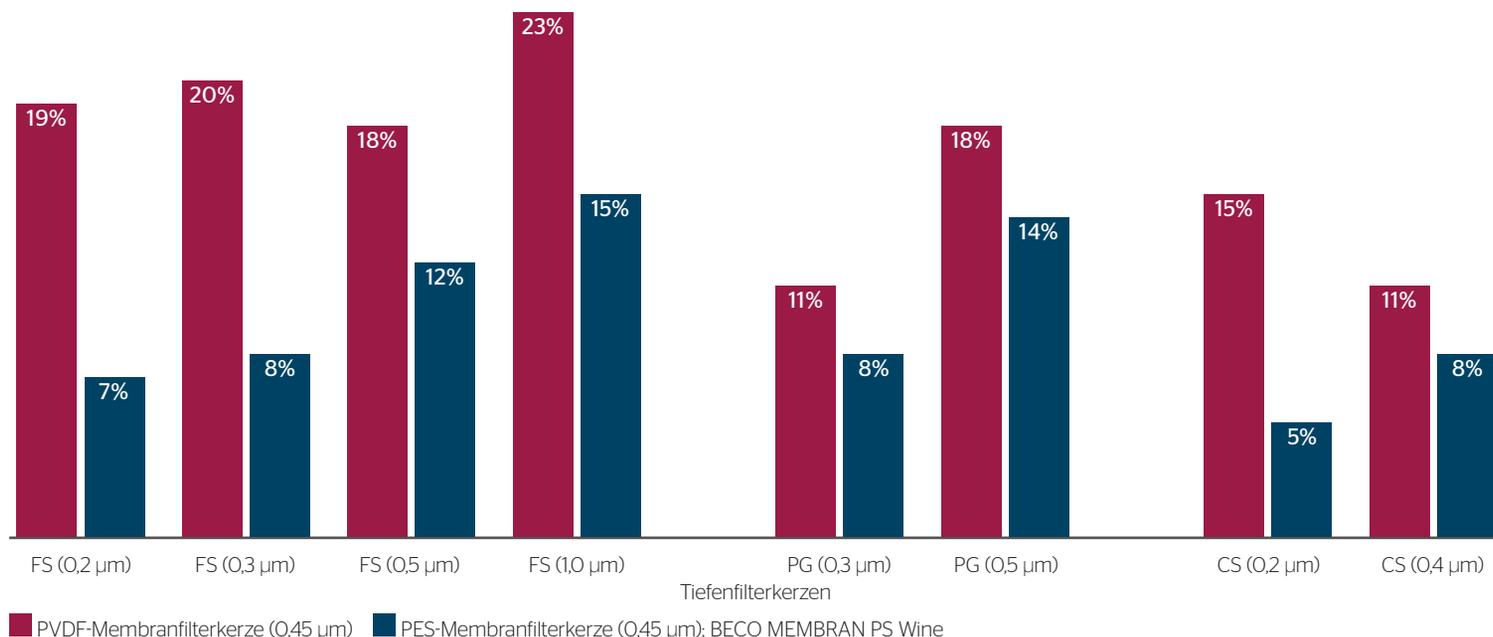
EINE SINNVOLLE WEITERENTWICKLUNG

Die Ergebnisse der Versuchsreihen belegen zwei Aspekte: Zum einen die Überlegenheit der PES-Membranfilterkerze gegenüber der PVDF-Membranfilterkerze, und zum anderen die Notwendigkeit der Vorfiltration bei hohen natürlichen Kolloidwerten oder manuell zugegebenen Schutzkolloiden wie Metaweinsäure oder CMC.

In den Tests hat sich der Einsatz der PES-Membranfilterkerze als die effizienteste und damit wirtschaftlichste Option herausgestellt. Wie in Abbildung 3 zu sehen ist, er-

4 Verblockungsindizes von Membranfilterkerzen

Verblockungsindex (%) nach der Vorfiltration mit verschiedenen BECO PROTECT-Tiefenfilterkerzen (Wein mit 100 kDa mit 8 g/hl CMC versetzt)



reicht sie bei allen Metaweinsäure-Testreihen (mit einer Ausnahme) die geringsten Verblockungsindizes. Abbildung 4 zeigt, dass bei keiner Testreihe mit CMC der kritische Verblockungsindex von 20 % und größer erreicht wurde. Der Maximalwert war 15 %.

Grundvoraussetzung dafür ist die Wahl der passenden Tiefenfilterkerze für die



Um das gewünschte Filtrationsergebnis zu erreichen, kommt es auch auf die richtige Kombination der Filterkerzen an

Vorfiltration. Die Filtrationseigenschaften der Tiefenfilterkerze und die asymmetrische Porenstruktur der PES-Membranfilterkerze können, optimal abgestimmt, zu deutlich besseren Filtrationsergebnissen führen.

Die besten Ergebnisse mit Verblockungsindizes von 5 % bzw. 7 % erzielte die PS-Membranfilterkerze, wenn der Wein mit der Tiefenfilterkerze CS (0,2 µm) oder FS (0,2 µm) vorfiltriert wurde. Der Schlüssel zum Erfolg liegt im verwendeten Filtermaterial und dessen Wicklung. Das Filterschichtenmaterial der Tiefenfilterkerzentypen CS kann durch Tiefenfiltration und Adsorption besonders flexibel auf die unterschiedlichen Weinkolloidfraktionen reagieren. Die Tiefenfilterkerzentypen FS erzielt die Tiefenwirkung durch feine PP-Vliese, die mit ihrer speziellen Faltung die effektive Filterfläche maximieren und gleichzeitig den Differenzdruck niedrig halten.

FAZIT

Die Versuche haben gezeigt, dass Weinkolloide maßgeblichen Einfluss auf den wirtschaftlichen Erfolg der Abfüllung haben, da sie abhängig von ihrer Größe und Konzentration Filtrationsleistung und Standzeiten der Filterkerzen mindern. Bei gut vorfiltrierten und leichtfiltrierbaren Weinen

(< 30 kDa) erreichen die Membranfilterkerzen wirtschaftliche Standzeiten. Bei schwer filtrierbaren Weinen (100 kDa) und auch bei der Verwendung von Zusätzen wie Metaweinsäure und CMC ist dagegen eine Vorfiltration mit Tiefenfilterkerzen erforderlich, um die Membranfilterkerzen vor der frühzeitigen Verblockung zu schützen. Besonders effektiv war im letztgenannten Fall die Vorfiltration mit den Tiefenfilterkerzen CS CellStream bzw. FS FineStream. Die Erklärung für den geringeren Verblockungsindex der PES-Membranfilterkerze liegt in der optimierten, asymmetrischen Porenstruktur der verwendeten Membrane, die ganz gezielt auf die Weinkolloide abgestimmt ist. So können höhere Weinkolloidkonzentrationen die Filterporen passieren und die Verblockungsneigung sinkt. In den Versuchsreihen zeigte diese Membranfilterkerze sehr geringe bis geringe Verblockungsindizes und damit eine sehr hohen Filtrationsleistung und längere Standzeiten verglichen mit der symmetrischen Porenstruktur der PVDF-Membrane. Die PES-Membranfilterkerze kombiniert mit einer geeigneten Tiefenfilterkerze ist das optimale Tool, um den qualitativen wie wirtschaftlichen Ansprüchen der Weinabfüllung gerecht zu werden. Die Kombination macht's eben. ◀