

2. Kapitel

Anlagen- und verfahrenstechnische Aspekte bezüglich der Durchführung der Untersuchungen über Unterscheidungsmerkmale zur Bewertung der Wärmebehandlung von Milch

C. Kiesner*, D. Martin und E. Schlimme

1. Behandlung von Milchproben, Auswahl des Temperatur-Zeit-Bereiches

Für die thermische Behandlung von Milchproben wurde das indirekte Erhitzungsverfahren sowohl im kontinuierlichen Durchfluß als auch diskontinuierlich in verschlossenen Behältnissen (Flaschen) eingesetzt. Das direkte Erhitzungsverfahren, bei dem verfahrensbedingt die Aufheiz- und Abkühlphasen wegfallen und von daher für die kinetische Auswertung hitzeinduzierter chemischer Reaktionen Vorteile bietet, wurde wegen der stattfindenden Verdünnung der Milch durch Dampfinjektion- oder Infusion nicht eingesetzt. Durch die Verdünnung werden zwangsläufig die Ausgangskonzentrationen aller Milchinhaltstoffe verringert und demzufolge, wie bereits bei der Lactulosebildung im UHT-Bereich gezeigt (1), die reaktionskinetischen Parameter (Arrhenius-Konstante) beeinflusst. Darüber hinaus würden sich beim Einsatz von längeren Heißhaltephasen im Bereich von einigen Minuten, die für die Durchführung der geplanten Versuche notwendig waren, Baulängen kontinuierlich arbeitender Heißhalter ergeben, die technisch und wegen der Temperaturführung nicht vertretbar wären. Es bestand daher für die Erhitzungsversuche mit sehr langen Heißhaltezeiten die Notwendigkeit, das diskontinuierliche Erhitzungsverfahren in verschlossenen Flaschen im Autoklaven einzusetzen. Für Heißhaltezeiten im Bereich von einigen Minuten wurde die Erhitzung und Abkühlung von Milch im kontinuierlichen Durchfluß in Spiralwärmeübertragern eingesetzt, die erlaubten, die Aufheiz- und Abkühlphasen im Verhältnis zu der effektiven Heißhaltephase kurz zu halten.

In beiden Fällen, d.h. bei der Milchbehandlung in Spiralwärmeübertragern und im Autoklaven, wurden die Temperaturverläufe während der Erhitzung, Heißhaltung und Abkühlung aufgenommen und auf dieser Basis die äquivalente Heißhaltezeit (Reaktionszeit) der gesamten Wärmebehandlung ermittelt.

Bei der Auswahl von Temperatur-Zeit-Kombinationen wurde ein Bereich erfaßt, in dem sich alle gesetzlich zugelassenen Erhitzungsverfahren einordnen lassen. Die Erhitzungstemperaturen lagen zwischen 60 °C und 140 °C und die äquivalenten Heißhaltezeiten zwischen 4 s und 2970 s. Alle Versuchspunkte, dargestellt als Wertepaare Erhitzungstemperatur/äquivalente Heißhaltezeit, sind in Abbildung 1 festgehalten. Die Bezeichnung der Versuchspunkte mit den Buchstaben "ST" gilt für diejenigen, die innerhalb und nicht weit außerhalb des praxisrelevanten Sterili-

* Institut für Verfahrenstechnik, Bundesanstalt für Milchwissenschaft, Kiel

sierbereiches liegen, wobei für die meisten Versuche sich Sterilisationswerte von $F_0 \geq 3$ min einstellten. Versuche die im UHT-Bereich durchgeführt worden sind, sind mit den Buchstaben "UT" bezeichnet. Breit gestreut sind Untersuchungen im Hoherhitzungsbereich durchgeführt worden, diese wurden mit den Buchstaben "HE" gekennzeichnet. Hierzu ist zu erwähnen, daß der Hoherhitzungsbereich nach der aktuellen Fassung der Milchverordnung (2) lediglich durch den Temperaturbereich zwischen 85 °C bis 127 °C begrenzt ist. Es gibt keine stoffspezifische Begrenzung nach oben, beispielsweise durch den Grad der Denaturierung von Molkenproteinen, wie bereits in (3) vorgeschlagen. Weitere Versuche sind im Bereich der Kurzzeiterhitzung durchgeführt worden und mit den Buchstaben "PT" bezeichnet. Ein Versuch wurde ebenfalls im Bereich der Dauererhitzung(DE) durchgeführt (PT 1.4).

2. Beschreibung der eingesetzten Anlagen

Die Versuchsserie "ST" wurde in einem Laborautoklaven, Modell Rotorzweig der Firma STOCK, ausgeführt. Der Autoklav ist mit einem Speicherkessel und Arbeitskessel, beide ausgelegt für einen Betriebsdruck von 6 bar, ausgestattet. Im Arbeitskessel befindet sich ein Rotoreinsatz (Käfig) aus gelochtem Niobblech mit Deckelverriegelung und Festspannvorrichtung, in den dichtgepackt 27 Flaschen mit einem Inhalt von 0,25 l hineinpassen. Die hohle Antriebsachse ist mit einer Kollektorhalterung für den Einbau von Meßkabeln zur Kerntemperaturmessung in zwei Flaschen ausgestattet. Der Rotoreinsatz wird durch eine Öffnung im Arbeitskessel beladen. Die Öffnung des Arbeitskessels wird nach außen durch einen Deckel verschlossen, in dem durch die Drehbewegung eines Handrades fünf Verschlussarme in die außen eingebauten Verriegelungen hineingeschoben werden.

Als Heizmedium wurde Wasser verwendet, das zuerst im Speicherkessel mittels Dampf direkt auf die eingestellte Temperatur erwärmt und anschließend über eine Verbindungsleitung dem Arbeitskessel zugeführt wurde. Danach wurde der Rotoreinsatz auf Drehbewegung gestellt und die Wasserumwälzpumpe zugeschaltet. Ab diesem Zeitpunkt wurde in zwei Flaschen, in der ersten in der Mitte und der zweiten am Rand des Käfigs, die Temperatur im Flascheninneren registriert.

Durch die Drehbewegung des Rotoreinsatzes wird der Milchinhalt in den Flaschen intensiv gemischt und dadurch ein schneller Temperatenausgleich innerhalb der Milchprobe erreicht. Zusätzlich wird durch das Umwälzen des gesamten Wasserinhalts des Arbeitskessels sowie durch eine nachgeschaltete Zusatzheizung sichergestellt, daß die Temperatur des Heizwassers während der gesamten Behandlungszeit nahezu konstant bleibt.

Nachdem die gewünschte Erhitzungstemperatur in der Milch erreicht worden ist (gemessen in der sich in der Mitte befindlichen Flasche) wurde der Behandlungsprozeß bei dieser Temperatur fortgesetzt, d.h. die Prozeßtemperatur in der Milch auf diesem Niveau gehalten (Heißhaltephase). Die Dauer dieser Heißhaltephase

konnte beliebig lang ausgedehnt werden, wodurch auch sehr starke Hitzebelastungen versuchsbedingt eingestellt werden konnten. Die Erhitzungstemperatur einer thermischen Behandlung entspricht der maximalen Temperatur der Milch, die sie am Ende einer dazu wärmetechnisch notwendigen Aufheizphase erreicht. Sie wird synonym auch als maximale Temperatur oder Endtemperatur bezeichnet.

Die Heißhaltephase wurde durch die Zufuhr von kaltem Wasser in den Arbeitskessel unterbrochen und damit der Kühlvorgang von Milchproben eingeleitet. Bei einer Temperatur von ca. 20 °C wurde der Behandlungsprozeß abgeschlossen und die Milchproben nach Öffnen des Verschußdeckels aus dem Arbeitskessel entnommen. In Abbildung 2 ist die Arbeitsweise des Autoklaven schematisch dargestellt.

Für die Milchbehandlung in den Bereichen Ultrahocherhitzung (UHT), Hocherhitzung und Pasteurisieren wurde eine Pilotanlage mit einer Leistung von 55 l/h eingesetzt. Die Hauptkomponenten der Anlage setzen sich aus zwei "STORK" Spiralwärmeübertragern zusammen, von denen der erste die Funktion einer Erhitzungsabteilung und der zweite die Funktion einer Kühlabteilung haben. Beide Überträger sind über eine auswechselbare Heißhaltestrecke (Spiralbauart) miteinander verbunden. Die Milch wird mit Hilfe einer positiven Kolbenpumpe aus dem Vorlaufbehälter durch die jeweils drei Abteilungen gefördert und am Ende unter keimarmen Bedingungen in sterile Kunststoffbehälter abgefüllt. Der Überschuß an nicht abgefüllter Milch wurde in einem separaten Behälter aufgefangen. Vor jeder Milchbehandlung wurde die Anlage mit heißem Wasser sterilisiert. Ein Fließschema der Anlage ist in Abbildung 3 schematisch dargestellt.

Der zu der Erhitzungsabteilung zugehörige Spiralwärmeübertrager wurde mit Dampf beheizt und die gewünschte Erhitzungstemperatur der Milch über ein Dampfregelventil während der Behandlungszeit konstant gehalten. Die mittlere Verweilzeit der Milch in dieser Abteilung betrug 11 s. Die Abkühlung der Milch auf ca. 14 °C erfolgte in der der Heißhalterstrecke nachgeschalteten wassergekühlten Kühlabteilung. Die mittlere Verweilzeit betrug hier 20 s.

3. Bestimmung der Temperatur-Zeit-Bedingungen wärmebehandelter Milch

Der reale Umsatz einer hitzeinduzierten Reaktion kann in den meisten Fällen mit Hilfe des Sterilisationswertes (F-Wertes) ermittelt werden. Der Sterilisationswert wurde auf der Basis einer Reaktion 1. Ordnung abgeleitet und findet weltweit praktische Anwendung zur Beurteilung thermischer Sterilisationsprozesse (4). Bei der Ableitung der Gleichung für den F-Wert spielen außer der Reaktion 1. Ordnung auch andere Annahmen eine wichtige Rolle. Diese werden nachfolgend kurz dargestellt. Aus der Lösung der allgemeinen Differentialgleichung

$$\frac{d C_j}{dt} = k C_j^n \quad (1)$$

für die Reaktionsordnung $n=1$ erhält man

$$\lg \frac{C_j}{C_{j0}} = - \int_{\tau_1}^{\tau_2} \frac{k}{2,303} d\tau = - \frac{k (\tau_2 - \tau_1)}{2,303} \quad (2)$$

Definiert man die Zeit, in der die Ausgangsmenge der Stoffkomponente "j" um 1/10 reduziert wird, mit D (Dezimalreduktionszeit), so läßt sich die Gl. (2) folgendermaßen umschreiben

$$\lg \frac{C_{j0}}{C_j} = \lg \frac{10}{1} = \frac{k}{2,303} D \quad (3)$$

woraus sich dann für D ergibt

$$D = \frac{2,303}{k} \quad (4)$$

Analog, wie für die Reaktionsgeschwindigkeitskonstante k, kann auch für die Dezimalreduktionszeit D die Abhängigkeit von der Temperatur mit Hilfe der Arrhenius-Gleichung

$$k = A \exp (-E_A/RT) \quad (5)$$

beschrieben werden.

Damit existiert streng genommen eine exponentielle Abhängigkeit zwischen dem D-Wert und der Temperatur. Für die in der Sterilisationstechnik interessanten Temperaturen läßt sich in praxisrelevanten Temperaturbereichen die Funktion $\lg D = f(T)$ für viele Reaktionen gut durch eine Gerade annähern. Die nötige Temperaturänderung um den D-Wert um den Faktor 10 zu verändern wird als z-Wert bezeichnet. Der z-Wert ist ein weiterer Wert zur Charakterisierung der thermischen Widerstandsfähigkeit eines Merkmals. Unter Zugrundelegung der Bezugspunkte für die Temperatur ϑ_B (Abb. 4) und für den D-Wert kann die Gleichung der Geraden mit

$$\lg D = \lg D_B - \frac{1}{z} (\vartheta - \vartheta_B) \quad (6)$$

oder

$$D = D_B 10^{\frac{\vartheta - \vartheta_B}{z}} \quad (7)$$

beschrieben werden.

Ersetzt man in Gl. 1 den Ausdruck für die Reaktionsgeschwindigkeitskonstante k durch den D-Wert nach Gl. 4 so erhält für den Umsatz einer hitzeinduzierten Reaktion

$$\lg \frac{C_j}{C_{j0}} = - \frac{1}{D_B} \int_0^{\infty} 10^{\frac{\vartheta - \vartheta_B}{z}} d\tau \quad (8)$$

in der die Temperatur der Aufheiz- und Abkühlphase als Funktion von der Zeit bekannt werden muß. Dabei wird vorausgesetzt, daß der z-Wert im betrachteten Temperaturintervall als konstant angenommen werden kann. Aus einer Reihe von Untersuchungen hitzeinduzierter Reaktionen in Milch ist bekannt, daß diese Annahme auch zutrifft (4,5). Bei der Bestimmung des Umsatzes nach der Arrhenius-Gleichung in der Form

$$\lg \frac{C_j}{C_{j0}} = - A \int_0^{\infty} \exp(-E_A/RT) dt \quad (9)$$

muß neben der Aktivierungsenergie E_A auch die Arrhenius-Konstante A bekannt sein. Die Bestimmung der Arrhenius-Konstante aus der Abhängigkeit $\lg k = f(1/T)$ ist nicht unproblematisch, da sie mathematisch den Schnittpunkt mit der Achse $\lg k$ für $1/T = 0$, also für $T = \infty$ darstellt (7). Eine Fehlberechnung, insbesondere bei einer großen Streuung der Meßpunkte der Funktion $\lg k = f(1/T)$, ist nicht auszuschließen. In der Praxis wird daher meistens bei der Berechnung der Umsätze hitzeinduzierter Reaktionen der Sterilisationswert (F-Wert) angewendet. Dies gilt ebenso für die Berechnung äquivalenter Heißhaltezeit der Aufheiz- und Abkühlphasen.

Für die Bestimmung reaktionskinetischer Parameter hitzeinduzierter Reaktionen ist eine genaue Kenntnis der Erhitzungstemperatur und der Behandlungszeit des gesamten Prozesses erforderlich. Sowohl die Temperatur als auch die Zeit haben einen entscheidenden Einfluß auf den Umsatz solcher Reaktionen. Als Erhitzungstemperatur wurde für die Auswertung der Ergebnisse stets die maximale Temperatur des jeweiligen Versuchs zugrunde gelegt. Sowohl bei der Behandlung von Milchproben im Autoklaven als auch in der Pilotanlage ergaben sich Temperatur-Zeit-Verläufe mit längeren oder kürzeren Aufheiz- und Abkühlphasen. Für die Bestimmung der Behandlungszeit reicht daher die Annahme der reinen Heißhaltezeit bei der jeweiligen Erhitzungstemperatur nicht aus, da die chemischen Reaktionen auch bei nicht konstanten Temperaturen während der Aufheiz- und Abkühlphasen ablaufen. Um die Umsätze während dieser Phasen erfassen zu können, wurden äquivalente Heißhaltezeiten bestimmt, während der bei einer konstanten Temperatur, Erhitzungstemperatur (Maximaltemperatur ϑ_{\max}), der gleiche Umsatz stattfindet, wie bei einem realen Prozeß. Abbildung 5 stellt qualitativ den Temperatur-Zeit-Verlauf eines Aufheizvorgangs von einer Ausgangstemperatur ϑ_1 bis zu der Erhitzungstemperatur (Maximaltemperatur) ϑ_{\max} vereinfachend als linearen Verlauf dar. Für die Bestimmung der äquivalenten

Heißhaltezeit $\tau_{\text{äq}}$ der Aufheizphase, wie im aufgeführten Beispiel (Abb. 5) gezeigt, kann man in allgemeiner Form folgende Gleichung schreiben:

$$\tau_{\text{äq}} 10^{\frac{\vartheta_{\text{max}} - \vartheta_{\text{B}_i}}{z_i}} = F_i \frac{\vartheta_{\text{B}_i}}{z_i} \quad (10)$$

Daraus ergibt sich für äquivalente Heißhaltezeit der Aufheizphase:

$$\tau_{\text{äq}} = \frac{F_i \frac{\vartheta_{\text{B}_i}}{z_i}}{10^{\frac{\vartheta_{\text{max}} - \vartheta_{\text{B}_i}}{z_i}}} \quad (11)$$

Analog wird die äquivalente Heißhaltezeit der Abkühlphase bestimmt. Die gesamte Behandlungszeit eines aus Aufheiz-, Heißhalte- und Abkühlphasen bestehenden Behandlungsprozesses setzt sich aus der Summe der äquivalenten Heißhaltezeiten der Aufheiz- und Abkühlphasen sowie der Heißhaltezeit der reinen Heißhaltephase zusammen (Abb. 6).

Die so berechnete Behandlungszeit des gesamten Prozesses ist von dem eingesetzten z-Wert abhängig, s. Gl. 11. Der z-Wert ist stoffspezifisch und für eine Reihe von chemischen Reaktionen und Abtötung von Mikroorganismen bereits bekannt (4,5). In der vorliegenden Studie wurde für die Bestimmung der äquivalenten Heißhaltezeiten der Aufheiz- und Abkühlphasen der Sterilisationswert F_0 verwendet mit einem z-Wert von $z=10$ °C und einer Bezugstemperatur von 121,1 °C. Er wurde für jeden Versuch auf der Basis von gemessenen Temperatur-Zeit-Verläufen rechnerisch ermittelt. Dabei wurden die verfahrensbedingten nichtlinearen Temperatur-Zeit-Verläufe während der Behandlung im Autoklaven und aufgrund der Dampfbeheizung in der Erhitzungsabteilung der Pilotanlage berücksichtigt. Als Berechnungsmethode für den Sterilisationswert wurde die mathematische Methode für lineare Temperatur-Zeit-Verläufe nach (4) in sehr kleinen Zeitabschnitten verwendet. In der Tabelle 1 sind neben den jeweiligen Erhitzungstemperaturen die berechneten F_0 -Werte und die äquivalenten Behandlungszeiten $\tau_{\text{äq}}$ für alle Versuche zusammengestellt.

Bei der Wahl der Größe des z-Wertes von 10 °C für die Bestimmung der äquivalenten Behandlungszeit lag die Überlegung zugrunde, daß in der vorliegenden Studie, bis auf einige chemische Reaktionen, für die anderen bisher keine kinetischen Parameter vorlagen. Bei einer Festlegung höhere z-Werte, in einer Größenordnung von beispielsweise 27 °C, wie für viele hitzeinduzierte chemischen Reaktionen bereits bekannt, ergeben sich für alle Versuche längere äquivalente Behandlungszeiten. Bei einer bestimmten Erhitzungstemperatur verschieben sie sich um einen annähernd gleichen Wert. Dies bleibt offensichtlich jedoch ohne Auswirkung auf die Bestimmung der Reaktionsgeschwindigkeitskonstanten aus dem Zeitgesetz. In der Tabelle 2 sind die ermittelten Reaktionsge-

schwindigkeitskonstanten (RGK) k für die Umlagerung von 1-Methyladenosin (m1Ado) (6) für einige Versuche zusammengestellt, bei denen die äquivalenten Behandlungszeiten sowohl auf der Basis eines z -Wertes von $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ als auch von $27\text{ }^{\circ}\text{C}$ berechnet worden sind. Dabei konnten keine großen Abweichungen bei der Bestimmung von RGK festgestellt werden. Eine gute Übereinstimmung im Vergleich zu den früheren Untersuchungen (1) konnte auch bei der Bestimmung kinetischer Parameter (z -Werte) ebenfalls für die Furosinbildung erzielt werden. Es bedarf jedoch einer weiteren Klärung, ob die hier eingesetzte Methode bei der Berücksichtigung der Aufheiz- und Abkühlphasen eines thermischen Behandlungsprozesses mit frei gewählten z -Wert eine allgemeine Gültigkeit behält.

Formelzeichen

A	- Arrhenius-Konstante	$[(\text{mol/l})^{1-n} \text{ s}^{-1}]$
C_j	- Konzentration einer Stoffkomponenten „j“	$[\text{mol m}^{-3}]$
C_{j0}	- Ausgangskonzentration einer Stoffkomponenten „j“	$[\text{mol m}^{-3}]$
D	- D-Wert (Dezimalreduktionszeit)	[s]
D_B	- D-Wert bei einer Bezugstemperatur	[s]
E_A	- Aktivierungsenergie	$[\text{J mol}^{-1}]$
F	- F-Wert, Sterilisationswert	[s, min]
k	- Reaktionsgeschwindigkeitskonstante	$[(\text{mol/l})^{1-n} / \text{s}]$
n	- Reaktionsordnung	
T	- Temperatur	[K]
R	- Gaskonstante, $R = 8,314$	$[\text{J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}]$
τ	- Zeit	[s]
ϑ	- Temperatur	$[\text{ }^{\circ}\text{C}]$
ϑ_{max}	- maximale Temperatur eines Wärmebehandlungsprozesses	$[\text{ }^{\circ}\text{C}]$
ϑ_B	- Bezugstemperatur	$[\text{ }^{\circ}\text{C}]$
z	- z-Wert	$[\text{ }^{\circ}\text{C}]$

4. Zusammenfassung und Schlußfolgerung

Für die thermische Behandlung von Milchproben wurde ein sehr breites Temperatur-Zeit-Spektrum eingesetzt. Dies war durch den Einsatz eines diskontinuierlich arbeitenden Autoklaven und einer kontinuierlichen Piloterhitzungsanlage mit auswechselbaren Heißhaltern möglich. In dem untersuchten Bereich lassen sich alle gesetzlich zugelassenen Erhitzungsverfahren einordnen. Bei der Berücksichtigung der verfahrensbedingten Aufheiz- und Abkühlphasen wurde eine äquivalente Heißhaltezeit (Behandlungszeit) berechnet. Sie erfaßt neben dem thermisch induzierten Umsatz einer chemischen Reaktion bei konstanter Temperatur (Erhitzungstemperatur; Prozeßtemperatur) während der reinen Heißhaltephase auch die Umsätze während der Aufheiz- und Abkühlphasen. Als Basis für die Berechnung der äquivalenten Behandlungszeit wurde der Sterilisationswert F_0 verwendet. Für einige chemische Reaktionen, wie beispielsweise die Umlagerung von 1-Methyladenosin und die Furosinbildung konnte gezeigt werden, daß die

Auswahl der Größe des z-Wertes bei der Berechnung der äquivalenten Heißhaltezeit ohne nennenswerten Einfluß auf die Bestimmung der Reaktionsgeschwindigkeitskonstanten und damit auch der kinetischen Parameter (z-Wert) bleibt. Die allgemeine Anwendbarkeit dieser Methode - auch bei anderen hitzeinduzierten chemischen Reaktionen - bedarf jedoch einer weiteren Klärung.

5. Literatur

- (1) Nangpal, A., Reuter, H. and Kiesner, C.: Reaction kinetics of lactulose and furosine formation-influence of dilution of milk during direct UHT treatment, Kiele Milchwirtschaftliche Forschungsberichte 42 53-64 (1990).
- (2) Verordnung über Hygiene- und Qualitätsanforderungen an Milch und Erzeugnisse auf Milchbasis (Milchverordnung) vom 24.04.1995.
- (3) Schlimme, E., Buchheim, W. und Heeschen, W.: Beurteilung verschiedener Erhitzungsverfahren und Hitzeindikatoren für Konsummilch, dmz Lebensm.-ind. u. Milchw. 115 64-69 (1994).
- (4) Reuter, H.: Bewertung der thermischen Wirksamkeit von UHT-Anlagen, Deutsche Molkerei-Zeitung (München), F.12 (1980), F.43 (1980), F.48 (1980).
- (5) Biewendt, H.-G.: Die Bedeutung von Sterilisationswerten für das Ultrahocherhitzen von Milch, Die Nahrung 38 233-252 (1994).
- (6) Martin, D., Kiesner, C. und Schlimme, E.: Kinetische Analyse der Dimroth-Umlagerung des 1-Methyladenosins in Milch unter Temperatur-Zeit-Bedingungen des Sterilbereiches, Kieler Milchwirtschaftliche Forschungsberichte 47 75-86 (1995).
- (7) Van Boekel, M.A.J.S.: Kinetics of heat treatment, Vortrag anlässlich des Symposiums „Heat Treatments and Alternative Methods, Wien (1995).

Tabelle 1

Zusammenstellung der Temperatur-Zeit-Kombinationen wärmebehandelter Milchproben mit Angabe der jeweiligen Sterilisationswerte F_0

Sterilisierung				UHT-Verfahren				Hoherhitzung				Pasteurisierung und Thermisierung			
ST	ϑ_E [°C]	τ_{aq} [s]	F_0 [min]	UT	ϑ_E [°C]	τ_{aq} [s]	F_0 [min]	HE	ϑ_E [°C]	τ_{aq} [s]	F_0 [min]	PT	ϑ_E [°C]	τ_{aq} [s]	F_0 [min]
ST 1.1	112	13,8	0,28	UT 1.1	140	4	5	HE 1.1	86	5,75	0,00002	PT 1.1	62	20	0
ST 1.2	110	440,4	0,57	UT 1.2	140	8	10	HE 1.2	86	15	0,00006	PT 1.2	62	40	0
ST 1.3	109	1224	1,26	UT 1.3	140	12	15,5	HE 1.3	86	25,8	0,00016	PT 1.3	62	76	0
ST 1.4	109	2610	2,68	UT 1.4	140	23	30	HE 1.4	86	45,9	0,00026	PT 1.4	62	1800	0
								HE 1.5	86	48,6	0,0003				
ST 2.1	114	199,8	0,65					HE 2.1	95	5,4	0,00023	PT 2.1	72	20	0
ST 2.2	114	594	1,93					HE 2.2	95	14,8	0,00067	PT 2.2	72	40	0
ST 2.3	114	1209	4,0					HE 2.3	95	25,7	0,00129	PT 2.3	72	76	0
ST 2.4	114	2520	8,2					HE 2.4	95	45,6	0,0021				
								HE 2.5	95	62,4	0,0026				
ST 3.1	119	194,4	2					HE 3.1	105	5,3	0,002	PT 3.1	75	20	0
ST 3.2	119	609,6	6,27					HE 3.2	105	14,7	0,006	PT 3.2	75	40	0
ST 3.3	118	1416	11,81					HE 3.3	105	25,5	0,014	PT 3.3	75	76	0
ST 3.4	118	2430	20,3					HE 3.4	105	45,5	0,018				
								HE 3.5	105	84	0,034				
ST 4.1	125	150	6,14					HE 4.1	115	5,4	0,022				
ST 4.2	125	571,8	23,4					HE 4.2	115	14,8	0,06				
ST 4.3	124	1314	42,7					HE 4.3	115	25,6	0,14				
ST 4.4	125	2040	84					HE 4.4	115	45	0,18				
								HE 4.5	115	49,2	0,2				
ST 5.1	129	138	14,3					HE 5.1	125	6,5	0,27				
ST 5.2	129	678	71					HE 5.2	125	16,2	0,75				
ST 5.3	129	1392	143					HE 5.3	125	26,9	1,26				
ST 5.4	129	2622	269,5					HE 5.4	125	46,2	1,9				
								HE 5.5	125	51	2,0				
ST 6.1	134	156	51,2												
ST 6.2	134	780	255												
ST 6.3	134	1122	364												
ST 6.4	134	2970	966												

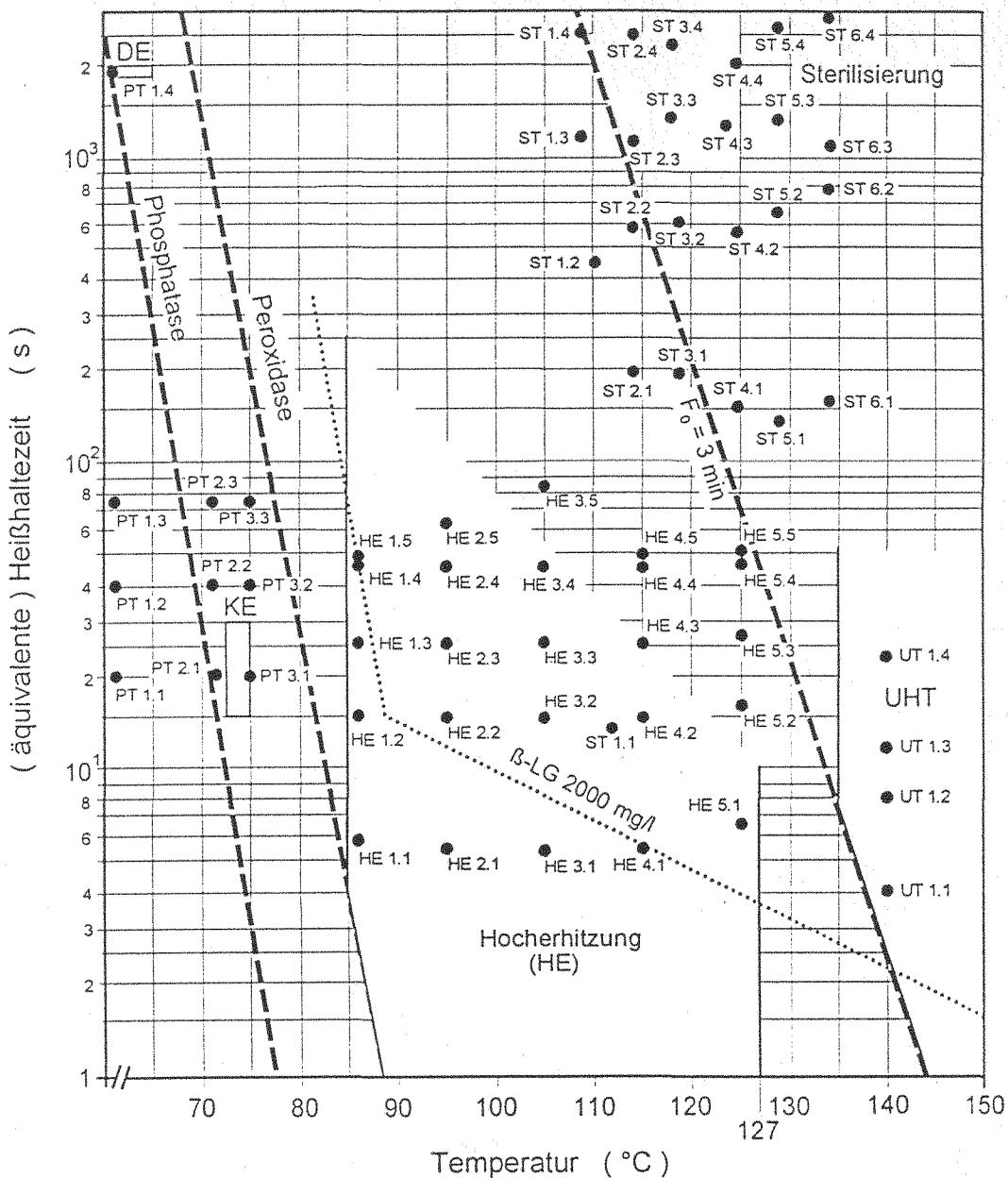
Tabelle 2

Reaktionskinetische Parameter aus Daten des Sterilbereichs berechnet auf der Basis $z = 27 \text{ }^\circ\text{C}$

Proben	Prozeß- temperatur $\vartheta_E \text{ (}^\circ\text{C)}$	Heißhaltezeit (äquivalent) $\tau \text{ (s)}$	Geschwindig- keitskonstante $k \text{ (s}^{-1}\text{)}$	$\tau_{1/2} \text{ (s)}$	D (s)
ST 1.2 - 1.4 ^a	110 °C	588; 1248; 2742 (440; 1224; 2610) ^b	$3,6749 \times 10^{-4}$ ($3,795 \times 10^{-4}$)	1886 (1826,5)	6266,8 (6069)
ST 2.1 - 2.4	114 °C	318; 696; 1416; 2610 (199,8; 594; 1209; 2520)	$5,9813 \times 10^{-4}$ ($6,049 \times 10^{-4}$)	1158,8 (1145,8)	3850,3 (3807)
ST 3.1 - 3.4	119 °C	312; 858; 1440; 2262 (194,4; 609,6; 1416; 2430)	$1,0556 \times 10^{-3}$ ($9,397 \times 10^{-4}$)	656,6 (737,6)	2181,7 2451

(a) Die Temperatur-Zeit-Kombination ST 1.1 wurde in die Auswertung nicht einbezogen, da diese weit unterhalb des üblichen Sterilbereiches liegt.

(b) Werte in Klammern wurden auf der Basis $z = 10 \text{ }^\circ\text{C}$ berechnet.



- DE - Dauererhitzung
- KE - Kurzzeiterhitzung
- HE - Hoherhitzung
- UHT - Ultrahoherhitzung
- S - Sterilisierung

Verordnung über Hygiene- und Qualitätsanforderung an Milch und Milcherzeugnisse auf Milchbasis (Milchverordnung), vom 25.4.1995

- Grenzwerte der Verfahren nach MVO
- diskutierte Grenzwerte

Abb. 1: Temperatur-Zeit-Bedingungen der wärmebehandelten Milchproben mit eingetragenen Bereichen und Grenzen der gesetzlichen Erhitzungsverfahren. Äquivalente Heißhaltezeit der Meßpunkte berechnet auf der Basis von z= 10 °C.

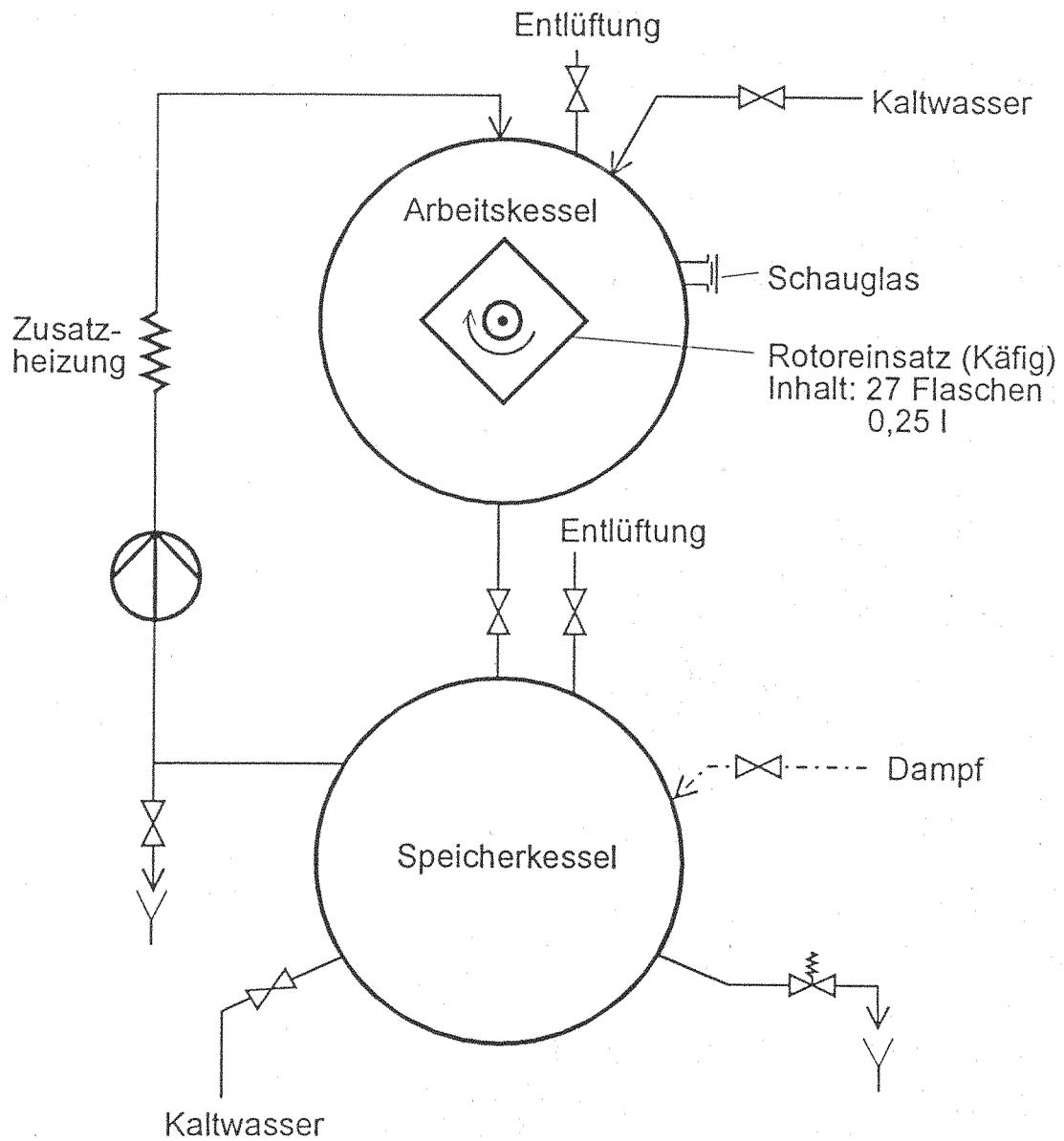


Abb. 2: Fließschema des eingesetzten Laborautoklaven

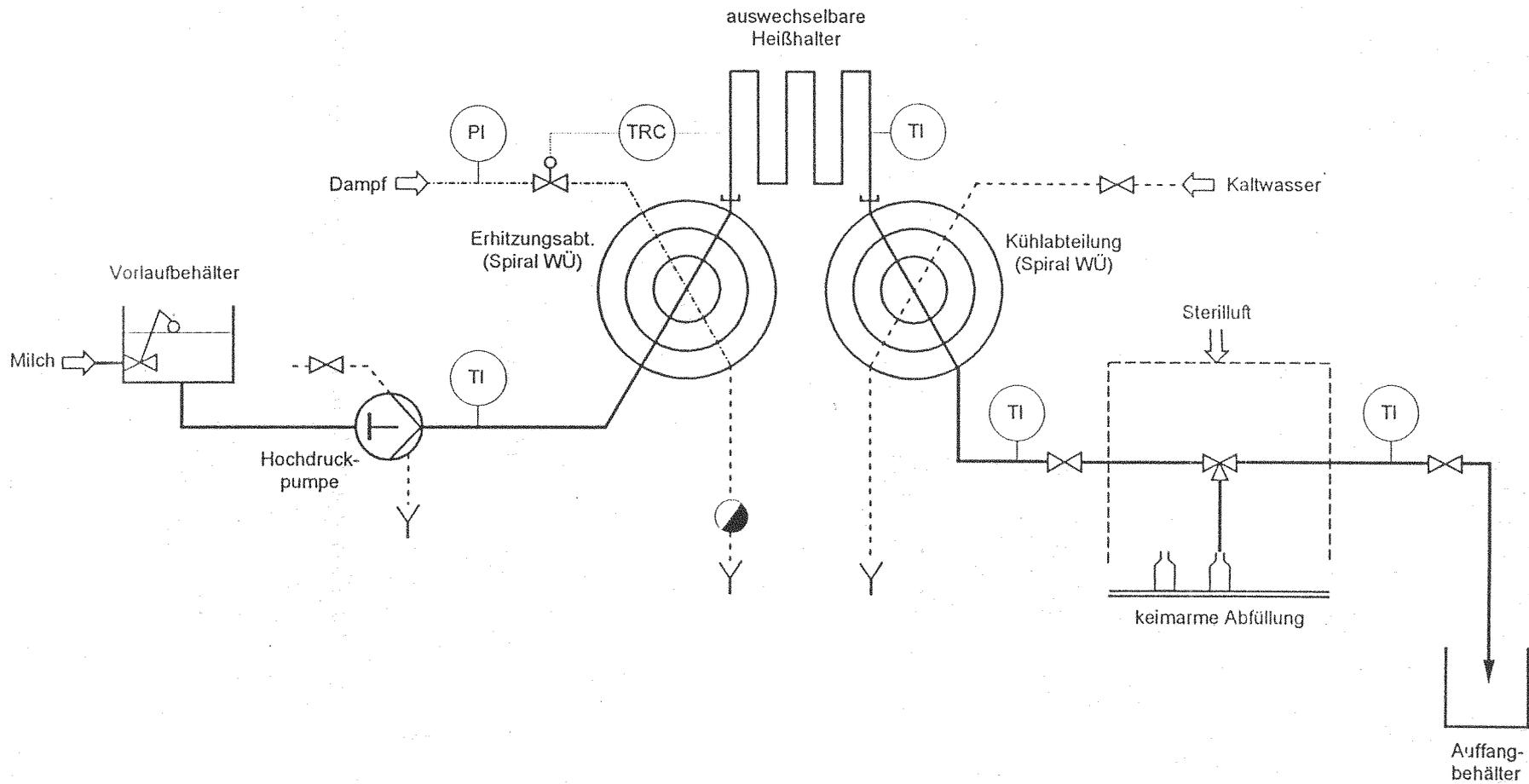


Abb. 3: Fließschema der kontinuierlich arbeitenden Piloterheizungsanlage

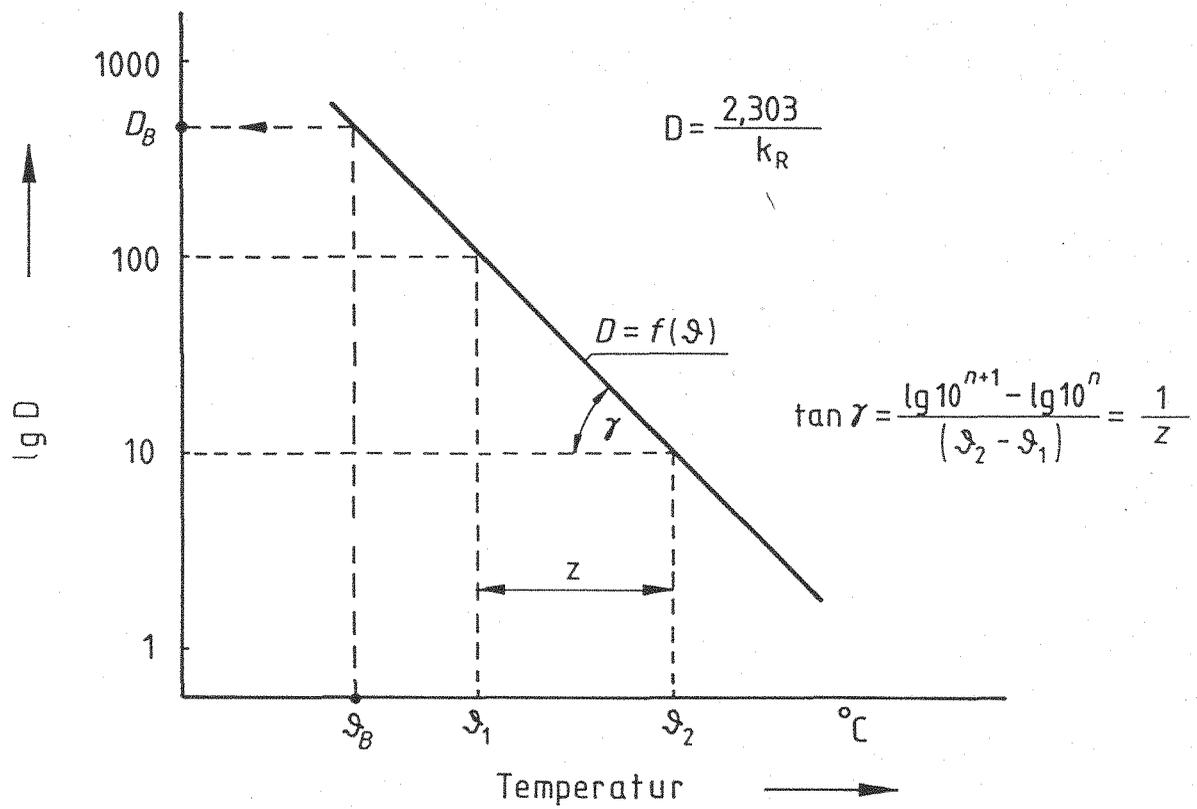
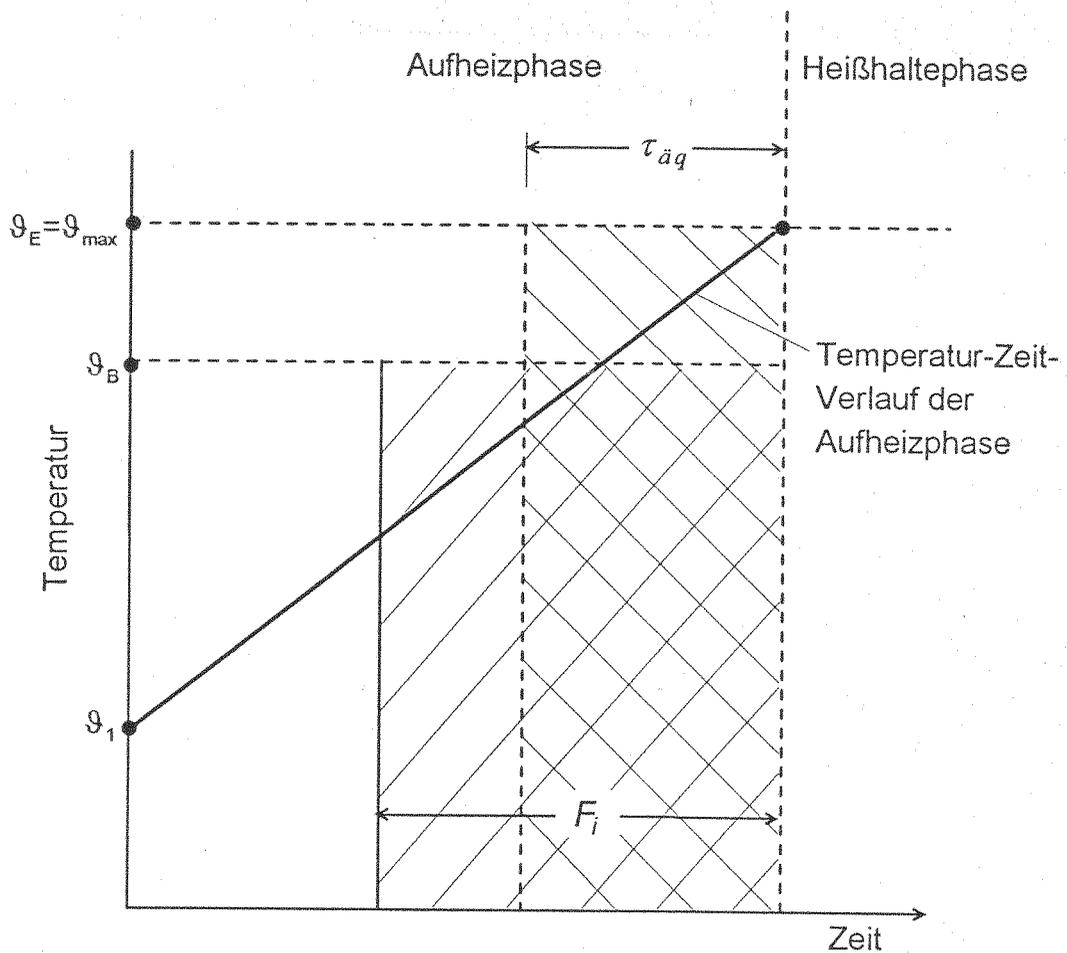


Abb. 4: Bestimmung des z-Wertes aus der Abhängigkeit $\lg D = f(T)$

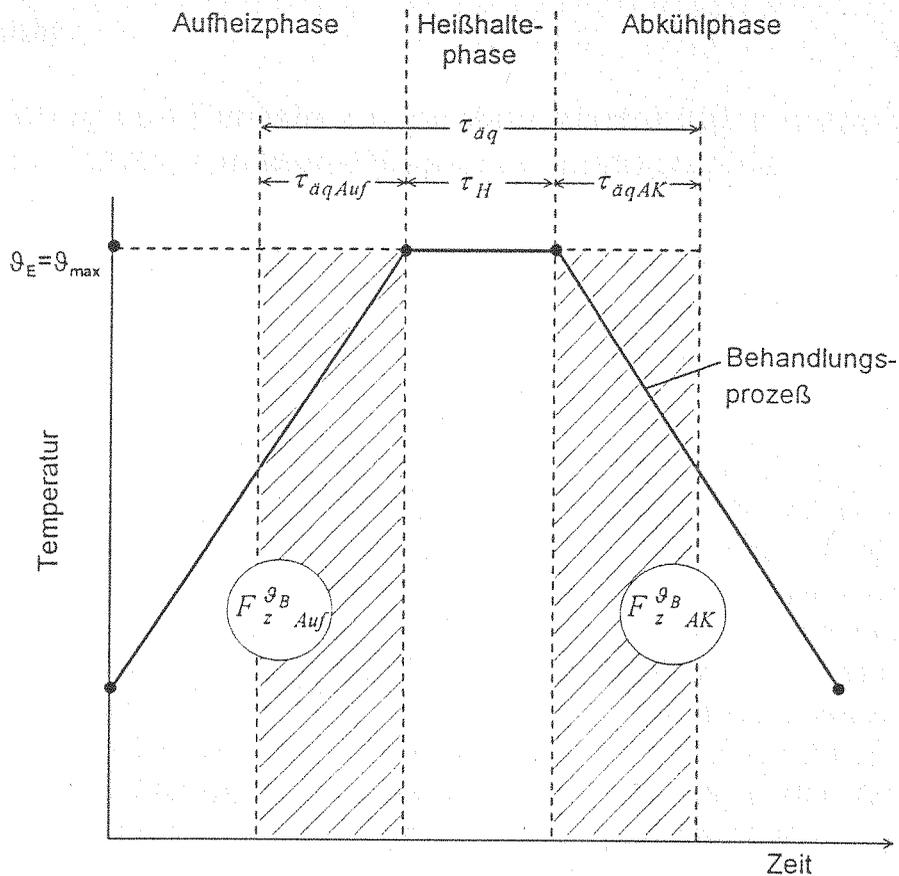


$F_i^{\vartheta_B}$ - Sterilisationswert für eine Bezugstemperatur von ϑ_B und einen reaktionsspezifischen z_i -Wert

$\tau_{\ddot{a}q}$ - äquivalente Heißhaltezeit der Aufheizphase bei einer Erhitzungstemperatur von $\vartheta_E = \vartheta_{\max}$

$$\tau_{\ddot{a}q} = \frac{F_i^{\vartheta_B}}{10^{\frac{\vartheta_{\max} - \vartheta_B}{z_i}}}$$

Abb. 5: Prinzip der Bestimmung der äquivalenten Heißhaltezeit am Beispiel einer Aufheizphase



$\tau_{äqAuf}$ - äquivalente Heißhaltezeit der Aufheizphase (Auf)

$\tau_{äqAK}$ - äquivalente Heißhaltezeit der Abkühlphase (AK)

τ_H - Heißhaltezeit (mittlere) im Heißhalter (H)

$\tau_{äq} = \tau_{äqAuf} + \tau_H + \tau_{äqAK}$ - äquivalente Heißhaltezeit des Behandlungsprozesses

$F_z^{\theta_B}_{Auf}$ - Sterilisationswert für die Aufheizphase

$F_z^{\theta_B}_{AK}$ - Sterilisationswert für die Abkühlphase

$$\tau_{äqAuf} = \frac{F_z^{\theta_B}_{Auf}}{10^{\frac{\theta_{max} - \theta_B}{z}}}$$

$$\tau_{äqAK} = \frac{F_z^{\theta_B}_{AK}}{10^{\frac{\theta_{max} - \theta_B}{z}}}$$

Abb. 6: Prinzip der Bestimmung der äquivalenten Heißhaltezeit des gesamten Wärmebehandlungsprozesses.