

Produktstabilität durch Materialkenntnis

Einfluss des Glasübergangs amorpher Pulver bei der Wirbelschicht-Agglomeration

Pulverisierte Extrakte aus Früchten und Gemüse, Pflanzen oder Probiotika ändern ihre physikalisch chemischen Eigenschaften in Abhängigkeit der Umgebungsbedingungen. Erst anhand genauer Materialkenntnis können Produktentwickler präzise Einstellungen in Wirbelschichtprozessen wählen, um die gewünschten Partikeleigenschaften zu definieren und spätere Produktionsausfälle zu vermeiden. Die Pulver-Experten von Glatt unterstützen sie auf der Suche nach dem maßgeschneiderten Pulver mit dem Technologiezentrum in Weimar. Von Thomas Wiese

Eine Vielzahl von Lebensmitteln oder Lebensmitteladditiven werden in pulvriger Form gehandelt, um durch die Senkung des Wassergehaltes die Haltbarkeit zu verlängern und Transporte ökonomischer zu gestalten. Zum einen sollten dabei die funktionellen Inhaltsstoffe im Pulver erhalten bleiben. Zum anderen müssen diese einfach zu handhaben sein: sowohl für den Endverbraucher als auch für verschiedene Produktionsschritte.

Die Wirbelschichttechnologie ermöglicht Prozesse zur Herstellung poröser Granulate mit einer definierten Partikel-

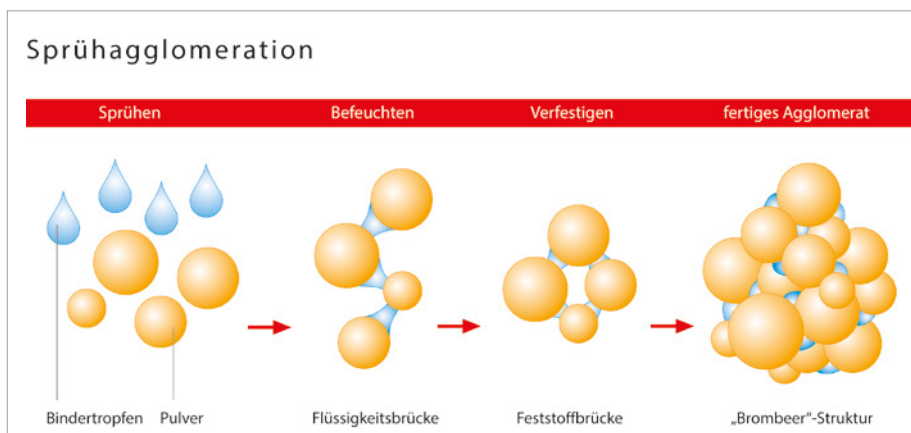
spezifikation. Dadurch lässt sich gezielt die Fließfähigkeit, Löslichkeit, Dispergierbarkeit und Tablettierbarkeit pulvriger Lebens- oder Nahrungsergänzungsmittel verbessern. Außerdem bietet sie durch die simultane Trocknung die Option, Granulate sowohl aus einem Pulver als auch direkt aus feststoffhaltigen Flüssigkeiten wie Lösungen, Suspensionen oder Emulsionen herzustellen. Das Prinzip, dass eine Flüssigkeit in eine fluidisierte Pulvervorlage eingedüst wird, bleibt dabei immer gleich. Jedoch ändern sich je nach Art des Rohstoffes (Pulver oder Flüssigkeit) die von den Materialeigenschaften abhängigen Prozessbedingungen, die Verdampfungs-

leistung, die Baugröße und -form des Apparates. Die Prozessart – ob chargenweise oder kontinuierlich – hängt maßgeblich von der Produktionsmenge ab.

Ein wasserlösliches Pulver kristalliner oder amorpher Struktur kann nur mithilfe von Wasser granulieren, das in die fluidisierte Pulvervorlage eingedüst wird. Durch das Benetzen der Partikeloberfläche und das stetige Kollidieren der Partikel im Wirbelbett bilden sich bei erhöhten Adhäsionskräften Flüssigkeitsbrücken an der Partikeloberfläche. Die feststoffhaltigen Flüssigkeitsbrücken härten aus, sodass durch Aggregation des feinkörnigen Pulvers ein poröses Granulat entsteht. Der nachträgliche Trocknungsschritt entfernt die noch enthaltene Feuchtigkeit und ermöglicht ein stabiles Produkt. Auf Additive, Binder oder Hilfsstoffe, die deklariert werden müssen, kann mitunter völlig verzichtet werden.

Der Glasübergang amorpher Stoffe

Die meisten Lebensmittelpulver, wie Frucht- und Gemüsepulver, Biopolymere (Gummi arabicum, Stärke und deren Abbauprodukte), Hefe- und Fleischextrakte, hydrolysierte Pflanzen- und Fischproteine, Milchpulver, Milchezucker sowie organische Säuren, weisen amorphe Strukturen auf. Kristalline Lebensmittelpulver wie Zucker oder Salze behalten ihre mechanischen Eigenschaften mit steigender Umgebungsfeuchte bis zur materialspezifisch kritischen Umgebungsfeuchte, bei der sie niedrigviskose Lösungen bilden. Amorphe Feststoffe hingegen haben eine flüssigkeitsähnliche supramolekulare Struktur. Wassermoleküle werden in die molekulare Struktur aufgenommen und



Bei der Sprühagglomeration werden sehr kleine pulverförmige Partikel mit einer Binderflüssigkeit besprüht.



Allrounder für maximale Flexibilität im Labormaßstab: Das mobile Glatt ProCell LabSystem.

verursachen einen plastifizierenden Effekt. Das bedeutet, amorphe Strukturen können bei veränderten Umgebungsbedingungen in ihren physikalisch-chemischen Eigenschaften variieren. Der auftretende Phasenübergang von fest zu gummiartig und viskos plastisch wird auch als Glasübergang bezeichnet.

Die Glasübergangstemperatur ändert sich in Abhängigkeit der Produktfeuchte und Umgebungstemperatur und spielt eine maßgebliche Rolle beim Partikelwachstum in der Wirbelschicht-Agglomeration amorpher Lebensmittelpulver. Mit steigender Produktfeuchte sinkt die Glasübergangstemperatur, die mit einer sprunghaft reduzierten Viskosität einhergeht. Der Glasübergang kann erreicht werden, indem entweder die Feuchtigkeit des Produkts oder die Differenz zwischen der Umgebungs-/Prozesstemperatur und Glasübergangstemperatur erhöht wird.

Die Temperatur und Produktfeuchte in der Prozesskammer können bei der Wirbelschicht-Agglomeration anhand verschiedener Stellschrauben wie Gas Eintrittstemperatur und -geschwindigkeit sowie der Tröpfchengröße und Sprührate der einzudüsenden Flüssigkeit gezielt eingestellt werden. Für die Einstellung der Prozessparameter ist die Betrachtung der materialspezifischen Glasübergangstemperatur wichtig. Wird sie überschritten, so werden die Einzelpartikel im Prozess klebriger. Über die Verweilzeit können dann Partikeleigenschaften wie Größe, Morphologie und Schüttdichte gezielt definiert werden. Überschreitet man die Glasübergangstemperatur zu weit, besteht durch die sprunghafte Viskositätserniedrigung die Gefahr der Klumpenbildung

beziehungsweise des vollständigen Kollapses des Wirbelbettes.

Agglomeration von Malzextrakt

Malzextrakt reagiert sehr empfindlich auf Feuchtigkeit und neigt zum Verbacken. In einer Testreihe am ProCell LabSystem von Glatt wurden Agglomerationsversuche mit amorphen Malzextraktpulvern im einstelligen Kilomaßstab durchgeführt. Anhand thermischer Analysen (DSC – Differential Scanning Calorimetrie) wurde die Glasübergangstemperatur bestimmt und das Prozessfenster eingegrenzt, was wertvolle Zeit bei der eigentlichen Prozessfindung im Versuchs- oder Produktionsbetrieb spart. Anhand der Glasübergangstemperatur konnten ebenfalls Daten über den benötigten Restfeuchtegehalt bei Lagerungsbedingung abgelesen werden, um Qualitätsminderungen durch nachträgliche Sintervorgänge zu verhindern.

Um die Übertragung der gewonnenen Prozessdaten zu testen, wurden Vergleichsversuche mit Glukosesirup durchgeführt, der wie Malzextrakt durch enzymatische Spaltung des Polysaccharids Stärke hergestellt wird. Glukosesirup weist daher ein ähnliches Zuckerspektrum und eine vergleichbare Gasübergangstemperatur wie Malzextrakt auf. Trotzdem zeigt Glukosesirup ein anderes Agglomerationsverhalten als Malzextrakt. Der Grund dafür konnte auf die Zusammensetzung und den Herstellungsprozess des Pulvers zurückgeführt werden. Malzextrakt beinhaltet neben Zucker rund sechs Prozent Protein. Dieses ist in der Lage, sich beim Trocknen im heißen Luftstrom an der

Grenzfläche zwischen Flüssigkeit und heißer Luft anzusiedeln. Die Proteine bilden somit eine Hülle um die Zuckermatrix und führen zu einer verringerten Klebrigkeit, sodass die Prozessbedingungen während der Wirbelschicht-Agglomeration angepasst werden müssen.

Bei Beachtung des Glasüberganges amorpher Lebensmittelpulver kann durch ein eingegrenzt Prozessfenster das Verbacken beziehungsweise der vollständige Kollaps des Wirbelbettes verhindert werden. Zusätzlich können materialspezifische Restfeuchtegehalte abgeschätzt werden, die die Stabilität des Endproduktes bei entsprechenden Umgebungsbedingungen gewährleisten. Dennoch zeigen die Versuche, dass die Prozessdaten ähnlicher Materialien mitunter nicht direkt übertragbar sind. Lebensmittelpulver sind komplexe Stoffsysteme, unterschiedliche Zusammensetzungen und Herstellungsmethoden beeinflussen die Wachstumskinetik der Partikel im Prozess. Daher führen, unter Berücksichtigung der Materialkenntnis, praktische Machbarkeitstests im Labormaßstab zu schnellen Ergebnissen hinsichtlich verbesserten Partikeleigenschaften oder optimierten bestehenden Produktionsprozessen bei Formulierungsänderungen. Das Technologiezentrum von Glatt in Weimar verfügt über die entsprechende Analytik und ist mit modernen Wirbelschichtanlagen im Labormaßstab über den Pilot- bis hin zum Produktionsmaßstab ausgestattet.

Mehr Informationen

www.glatt.com

Die typischen Größen der Agglomerate reichen von 100 Mikrometern bis zu drei Millimetern.

