

PAT-basierte Prozessführung der Laktosekristallisation (Anschluss zu AiF 17643 N)



Koordinierung:	Forschungskreis der Ernährungsindustrie e. V. (FEI), Bonn
Forschungseinrichtung:	Technische Universität München School of Life Sciences Forschungsdepartment Life Science Engineering Lehrstuhl für Systemverfahrenstechnik Prof. Dr. Heiko Briesen/Dr. Cornelia Eder
Industriegruppe(n):	Milchindustrie-Verband e.V. (MIV), Berlin
Projektkoordinator:	Dr. Werner Strohmaier ALPAVIT Käserei Champignon Hofmeister GmbH & Co. KG, Lauben
Laufzeit:	2020 – 2024
Zuwendungssumme:	€ 273.499,--

Forschungsziel

Laktose fällt als Hauptbestandteil von Molke in großen Mengen als Nebenprodukt der Käseherstellung an. Europaweit werden jährlich 610.000 t Laktose produziert, davon 260.000 t in Deutschland (2018).

Ein entscheidender Schritt zur Abtrennung und Reinigung von Laktose aus Molke ist die Kristallisation. Eine ungünstige Größenverteilung der Kristallisationssuspension führt im Downstreamprozess der Kristallisation bei der Zentrifugation und/oder der Trocknung zu erhöhten Prozesszeiten und einem hohen Energiebedarf. Oft wird von den Kunden eine große mittlere Korngröße, eine schmale Partikelgrößenverteilung und ein bestimmter Reinheitsgrad gefordert. Zwar kann durch Nachbehandlung, wie z.B. Vermahlung und Siebung, eine zufriedenstellende Qualität erreicht werden, allerdings geht dies mit einem erhöhten Aufwand einher. Daher ist es wünschenswert, schon bei der Kristallisation die gewünschte Größenverteilung mit einer spezifischer Reinheit einzustellen.

In der pharmazeutischen Industrie hat sich über die vergangenen zwei Jahrzehnte das Prinzip der „Process Analytical Technology“ (PAT) als hilfreich zur Ausgestaltung von Kristallisationsprozessen erwiesen. Dabei werden nicht nur einfach zugängliche Messgrößen, wie Temperatur oder Druck, sondern auch komplexere Zustände wie Konzentrationen inline erfasst und zur Regelung herangezogen. Anstelle von starren rezeptartigen Prozessabläufen treten damit regelungsbasierte Verfahren, die eine optimierte Prozessführung erlauben, in den Vordergrund. Aufgrund der komplexen Dynamik der Laktosekristallisation, die durch ein Wechselspiel von Kristallwachstum, Nukleation, Mutarotation und variierender Ausgangszusammensetzung bestimmt ist, ist

eine Übertragung der PAT-Konzepte auf die Laktosekristallisation nicht trivial. Hohe Kühl- und damit Wachstumsraten führen zu einer vermehrten Nukleation, was zu einer ungewollt starken Aufweitung der Partikelgrößenverteilung führt. Auf der anderen Seite führen langsame Kühlraten zu langen Prozesszeiten und damit zu einer ineffizienten Apparatebelegung.

Ziel des Forschungsvorhabens war es, aufbauend auf den Ergebnissen des IGF-Projektes AiF 17643 N eine PAT-basierte Prozessführung der Laktosekristallisation zu entwickeln. Für den Startpunkt der Wachstumsphase wird eine optimale Impfung erarbeitet. Durch richtiges Impfen und Regelung der Übersättigung während der Wachstumsphase soll die Größenverteilung des Produktes positiv beeinflusst werden.

Wirtschaftliche Bedeutung

Die Ergebnisse dieses Forschungsvorhabens tragen dazu bei, eine regelungsbasierte Laktosekristallisation in der Lebensmittelindustrie zu etablieren. Die Regelung lässt die Optimierung dieses Prozesses in Hinblick auf Prozesszeit und Größenverteilung des Produkts zu. Die angestrebte Prozessstrategie ist so konzipiert, dass keine oder nur sehr geringe Investitionen für deren Anwendung nötig sein werden, was eine schnelle Umsetzung der Ergebnisse erleichtert; dies kommt insbesondere kleinen und mittelständischen Unternehmen (KMU) zugute.

Von den Ergebnissen profitieren nicht nur die produzierenden Unternehmen, sondern auch deren Kunden. Eine besser kontrollierbare Größenverteilung führt zu einer höheren Produktqualität und zu geringeren Produktionskosten. Über zwei Drittel der gesamten Laktoseproduktion werden im Bereich der Süßwarenindustrie abgesetzt; weitere Laktoseabnehmer finden sich in der Pharmaindustrie und anderen Zweigen der Lebensmittelindustrie. Zudem werden auch Hersteller von Prozess- und Regelungstechnik (Anlagenbau, Automatisierungstechnik) von den Ergebnissen profitieren, da sie ihre Anlagen dadurch besser auf gewünschte Größenverteilungen hin auslegen können.

Forschungsergebnisse

Im Rahmen dieser Forschungsarbeit wurde die Inline-Messung der Laktosekonzentration mittels ATR-FTIR-Spektroskopie erfolgreich etabliert. Kalibrierungen wurden für Laktose/Wasser-Lösungen und Modellmolkenpermeatlösungen durchgeführt. Ein neues Reinigungssystem entfernt periodisch Kristalle am Messfenster und sichert so die langfristige Einsatzfähigkeit. Die Kalibrierung wurde auf reales Süßmolkenpermeat übertragen und im Pilotmaßstab getestet. Ein bedeutender Fortschritt war die Entwicklung eines Regelungskripts, das die Kristallisation über die Übersättigung steuert, mit OPC UA-Anbindung für flexible Systemübertragungen.

Zusätzlich wurde die Laktosekristallisation mittels Populationsbilanzgleichungen modelliert und parametrisiert. Eine neue Routine ermöglicht die Anpassung an verschiedene Reaktortypen. Das Modell dient der Optimierung zur Maximierung der Ausbeute, spezifischen Partikelgrößenverteilungen oder Minimierung des Feinanteils. Diese Optimierungen identifizieren notwendige Prozessparameter und ermöglichen deren direkte Anwendung in der Kristallisation.

Die entwickelte Inline-Messmethode und das Reinigungssystem verbessern die Prozessüberwachung und -steuerung in der Laktosekristallisation, was zu höherer Produktqualität und Effizienz führt. Unternehmen können durch die präzise Steuerung der Kristallisation Produktionskosten senken und die Ausbeute maximieren. Die einfache Anpassbarkeit der Parameterschätzung an verschiedene Reaktortypen ermöglicht flexible Anwendungen in unterschiedlichen Produktionsumgebungen. Die Möglichkeit zur Optimierung spezifischer Zielsetzungen unterstützt Unternehmen dabei, ihre Produktionsprozesse weiter zu verbessern und auf individuelle Anforderungen anzupassen.

Publikationen

1. FEI-Schlussbericht 2024.
2. Bier, R. & Briesen, H.: Kinetics in batch crystallization of Lactose: Parameter estimation using a population balance model and process analytical technology. *Chemical Engineering Science*, 328, 1-22, 10.1016/j.ces.2026.123756 (2026).
3. Bier, R. & Briesen, H.: Model reduction for 2D population balance models integrating particle shape dynamics: Theoretical derivation and application to crystallization systems. *Chemical Engineering Science*, 318, 1-14, 10.1016/j.ces.2025.122087 (2025)
4. Choszcz, C., Eder, C., Bier, R. & Briesen, H.: Impact of inorganic impurities on lactose growth kinetics determined by large-scale interferometric datasets. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 63, 15198-15207, 10.1021/acs.iecr.4c01553 (2024).
5. Bier, R., Eder, C., Schiele, S. A. & Briesen, H.: Selective anomer crystallization from aqueous solution: Monitoring lactose recovery under mutarotation limitation via ATR-FTIR and theoretical rate analysis. *Journal of Dairy Science*, 107, 790-812, 10.3168/jds.2023-23487 (2024).

Weiteres Informationsmaterial

Technische Universität München
School of Life Sciences
Forschungsdepartment Life Science Engineering
Lehrstuhl für Systemverfahrenstechnik
Tel.: +49 8161 71-3272
Fax: +49 8161 71-4510
E-Mail: briesen@wzw.tum.de

Forschungskreis der Ernährungsindustrie e.V. (FEI)
Godesberger Allee 125, 53175 Bonn
Tel.: +49 228 3079699-0
Fax: +49 228 3079699-9
E-Mail: fei@fei-bonn.de

Förderhinweis

... ein Projekt der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF)

Gefördert durch:



Das o. g. IGF-Vorhaben der Forschungsvereinigung Forchungskreis der Ernährungsindustrie e. V. (FEI), Godesberger Allee 125, 53175 Bonn, wird/wurde im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.