

## Erzeugung funktioneller Mikrostrukturen in gefrorenen Dessertprodukten mittels Tieftemperaturextrusionsverfahren

<b>Koordinierung:</b>	Forschungskreis der Ernährungsindustrie e.V. (FEI), Bonn
<b>Forschungsstelle:</b>	Eidgenössische Technische Hochschule Zürich (ETH) Institut für Lebensmittel- und Ernährungswissenschaften Labor für Lebensmittelverfahrenstechnik Prof. Dr. E. J. Windhab
<b>Industriegruppe:</b>	Bundesverband der Deutschen Süßwarenindustrie e.V., Bonn
	Projektkoordinator: Dr. G. E. Hall Langnese-Iglo GmbH, Weinheim
<b>Laufzeit:</b>	1998 - 2000
<b>Zuwendungssumme:</b>	€ 191.580,-- (Förderung durch BMWi via AiF/FEI)

### Ausgangssituation:

In der Arbeitsgruppe WINDHAB wurde in den letzten Jahren ein neuartiges Tieftemperaturextrusionsverfahren bis zur Produktionsreife entwickelt. Dieses Verfahren erlaubt unter Einsatz eines mittels verdampfendem Kältemittel gekühlten Doppelwellenextruders mit an das rheologische Verhalten des Stoffsystems angepasster Schneckenengeometrie, wässrige Stoffsysteme kontinuierlich zu gefrieren und sie im höchstviskosen, weitgehend gefrorenen Zustand mechanisch definiert zu beanspruchen. Die dabei in Wärme dissipierte mechanische Energie wird derart effizient abgeführt, dass kein lokales Aufschmelzen resultiert. In der hochviskosen Stoffmatrix lassen sich aufgrund der extremen Scherkräfte (Schubspannungen bis ca.  $> 10^5$  Pa im Schneckenkanal) Mikrostrukturänderungen im  $\mu\text{m}$ -Maßstab scherinduzieren. Dies ist insbesondere für gefrorene Multiphasensysteme wie Speiseeis bzw. andere gefrorene Desserts vorteilhaft. Die effiziente Reduktion der Eiskristallgröße bei einer derartigen Behandlung von Speiseeis im Tieftemperaturextruder konnte bereits aufgezeigt werden. Zum qualitätsrelevanten Struktur- und Konsistenzverhalten von Speiseeis tragen neben den Eiskristallen auch dispergierte Gasblasen und Fettglobule als auch die kontinuierliche, bei tiefen Temperaturen hochkonzentrierte (Zucker, Polysaccharide, Proteine), wässrige Phase bei. Die Mikrostruktur dieser Kompo-

nenten bestimmt die Eigenschaften wie Lagerstabilität, Löffelbarkeit, Cremigkeit, Schmelzverhalten und Kälteeindruck (sensorisch).

Über Möglichkeiten der gezielten funktionellen Feinstrukturierung, insbesondere der dispersen Systemkomponenten Gasblasen und Fettglobule, bei tiefen Temperaturen (ca.:  $-15$  bis  $-18$  °C) lagen bislang nur orientierende Daten vor. Diese wiesen darauf hin, dass im Tieftemperaturextruder prinzipiell disperse Feinststrukturen derart erzeugt werden können, dass z.B. bei stark erniedrigten Fettgehalten (z.B. im Vergleich zu herkömmlichem „Premium Cremeeis“), stark ausgeprägte Cremigkeit, gute Löffelbarkeit bei tiefen Temperaturen und hohe Schmelzresistenz resultieren. Die mechanisch induzierte Tieftemperaturfeinstrukturierung von gefrorenen Multiphasensystemen stellt damit ein „Werkzeug“ dar, welches völlig neuartige Möglichkeiten der Produktentwicklung, z.B. im Bereich der gefrorenen Desserts bzw. Speiseeis, in Aussicht stellt. Um ein derartiges Werkzeug gezielt einzusetzen, bedarf es der Kenntnis quantitativer Zusammenhänge zwischen im Prozess einstellbaren Strukturierungsspannungen, erzielbaren Mikrostrukturen der Stoffsystemkomponenten (insbesondere Gasblasen, Fettglobule und makromolekulare Strukturen an den Grenzflächen der dispersen Komponenten sowie in der kontinuierlichen Phase) und den gekoppelten funktio-

nellen Eigenschaften bzw. den Qualitätseigenschaften.

Ziel des Forschungsvorhabens war es, für Speiseeis die funktionalen Zusammenhänge zwischen Scherbeanspruchung im Tieftemperaturextruder, Mikrostrukturierung von Gasblasen, Fettglobulen sowie Eiskristallen und resultierenden funktionellen Qualitätseigenschaften zu quantifizieren, und damit Grundlagen zur Entwicklung neuartiger gefrorener Desserts mit besonderen Qualitätseigenschaften bei optimiertem Einsatz teurer Rohstoffe zu schaffen.

Einerseits wurden im Rahmen des Forschungsprojektes Untersuchungen an einer Tieftemperatur-Parallelplatten-Scherzelle durchgeführt, um unter definierten Scherbedingungen den Einfluss verschiedener Parameter wie Schergeschwindigkeit und Kühltemperatur zu untersuchen. Andererseits wurden Versuche an einer Tieftemperaturextrusionsanlage durchgeführt, um den Einfluss von Schneckenwellengeometrie und Prozessparametern auf die Extruder-Austrittstemperatur und die resultierende Eiscrememikrostruktur zu quantifizieren. Die Mikrostrukturen wurden mittels Licht- und Rasterelektronenmikroskopie (disperse Bestandteile) und Laserbeugungsspektrometrie (Fettglobule bzw. Fettagglomerate) quantifiziert. Die funktionellen Qualitätseigenschaften der Produkte wurden apparativ (Rheometrie, Texturanalyse, DSC) z.T. in-line (Viskosität am Extruderaustritt) im Vergleich mit sensorischen Analysen bestimmt. Der Eisanteil von Eiscreme wurde mittels Kernresonanzspektroskopie (NMR) ermittelt. Als Stoffsystem wurden typische Speiseeisrezepturen mit einem Fettgehalt von 3 bzw. 8 % sowie ein Modell-Sorbet zugrundegelegt. Der Lufteinschlag (overrun) wurde konstant auf 100 % eingestellt. Die systematische Variation einer begrenzten Auswahl typischer Stabilisatoren und Emulgatoren sollte Aufschluss darüber geben, ob die disperse Strukturierung im Tieftemperaturbereich damit massgeblich zu beeinflussen ist.

#### Forschungsergebnis:

Der Aufbau bzw. die Modifizierung eines Scherplattenrheometers (Tieftemperaturscherzelle) wurde im Eigenbau durchgeführt. Die Versuchsanlage „Tieftemperaturextrusion“ wurde installiert, dem Tieftemperaturextruder (Typ VKBX 65/1000-F, Firma Schröder & Co., Lübeck) wurde dabei ein kontinuierlicher Freezer (Tetra Pak, Hoyer MF 100) vorangeschaltet. Mit Hilfe der

Tieftemperatur-Parallelplatten-Scherzelle wurden einerseits rheologische Untersuchungen von Eiscreme in einem Temperaturbereich von  $-7$  bis  $-12$  °C durchgeführt. Im Parallelplatten-Spalt konnten repräsentative Schubspannungen in Abhängigkeit von Drehzahl (Schergeschwindigkeit) und Kühltemperatur bestimmt werden. Die Schubspannungen nahmen dabei wie erwartet mit steigender Schergeschwindigkeit und sinkender Produkt-/Kühltemperatur zu. Andererseits wurde die aus der Scherbeanspruchung resultierende Mikrostruktur zunächst bevorzugt anhand der Gasblasengrößen untersucht. Es wurde ein klarer Zusammenhang der Reduzierung der Gasblasengrößen mit zunehmender Scherdeformation (= Schergeschwindigkeit \* Scherzeit) bzw. Schergeschwindigkeit und abnehmender Kühl-/Produkttemperatur gefunden. Aus den Ergebnissen konnte ein funktionaler Zusammenhang für die Dispergierung von Luftblasen in Abhängigkeit des Viskositätsverhältnisses von disperser und kontinuierlicher Phase (Luft/Eiscreme) ermittelt werden. Damit wurde eine wichtige Voraussetzung geschaffen, um die lokalen Mikrostrukturierungsvorgänge in verschiedenen Zonen des Tieftemperaturextruders quantitativ nachzuvollziehen.

In Vorversuchen mit dem Tieftemperaturextruder wurde ferner der Einfluss von extrem tiefen Kühltemperaturen (unterhalb Glasumwandlungstemperatur,  $T_g \approx -35$  °C) und hohen Produktverweilzeiten auf die Mikrostrukturierung im Tieftemperaturextruder untersucht. Durch diese gewählten Prozessparameter resultierte zwar eine feindisperse Verteilung der Luftblasen ähnlich wie unter typischen Standard-Kühlbedingungen ( $T_k > T_g$ ), die um den Faktor 2 bis 3 gegenüber dem vorangeschalteten Freezerprozess minimiert waren. Jedoch zeigte sich eine Überbeanspruchung der Masse und resultierender Overrunverlust.

Der Einfluss verschiedener Schneckenwellengeometrien (Schneckenkanalhöhe: 7 und 14 mm) und der Prozessparameter Mix-Volumenstrom, Schneckendrehzahl und Kühltemperatur auf die Extruderaustrittstemperatur und die resultierende Eiscrememikrostruktur wurden ferner untersucht. Die Verweilzeitspektren bei Verwendung beider Schneckenwellengeometrien wurden für verschiedene Mix-Volumenströme aufgenommen. Bei der grösseren Schneckenkanalhöhe zeigte sich wie erwartet eine längere Produktverweilzeit (Faktor: 1,5) und ein breiteres Verweilzeitspektrum. Bei der Verwendung dieser 14-mm-Schneckenwellengeometrie wurden all-

gemein höhere Extruder-Austrittstemperaturen erhalten als bei Verwendung der 7-mm-Wellengeometrie. Obwohl bei einer grösseren Schneckenkanalhöhe sowohl eine längere Produktverweilzeit (längere Kühlzeit) als auch eine geringere mechanische Energiedissipation (kleinere Schergeschwindigkeiten durch grösseren Produktpalt) resultiert, erwies sich eine schlechtere Wärmeabfuhr, bedingt durch die grössere Produktschichtdicke im 14-mm-Schneckenkanal (schlechte Wärmeleitfähigkeit von Eiscreme), als entscheidender Faktor. Mit zunehmender Schneckendrehzahl stieg wie erwartet die Austrittstemperatur an, da durch höhere Drehzahlen eine höhere mechanische Energiedissipation (ca. proportional zur Schergeschwindigkeit im Quadrat) resultiert. Die Austrittstemperatur sank mit abnehmender Kühltemperatur, wobei eine rezepturspezifische, minimale Austrittstemperatur ermittelt wurde. Aufgrund einer starken Zunahme der Eiscremeviskosität mit sinkender Produkttemperatur (steigendem Eisanteil) steigt die mechanische Energiedissipation durch viskose Reibung in der Masse ebenfalls stark an, so dass bei einer kritischen Produkttemperatur die dissipierte Energie die durch Kühlung abführbare Energie übersteigt.

Hinsichtlich der Mikrostruktur wurden bevorzugt die dispersen Gasblasen (Schaumstruktur) und Fettglobule/Fettglobulagglomerate in Betracht gezogen und bereits in Vorarbeiten ermittelte Zusammenhänge für die Eiskristallphase integriert. Dabei wurden in tieftemperaturextrudierter Eiscreme im Vergleich zur konventionellen Freezer-Eiscreme um den Faktor 2 kleinere Eiskristallgrössen, um den Faktor 2 bis 3 kleinere Luftblasengrössen gemessen sowie eine verstärkte Bildung von Mikro-Fettglobulaggregaten ( $< 10 \mu\text{m}$ ) aufgezeigt.

#### Wirtschaftliche Bedeutung:

Für eine Vielzahl der in Deutschland zahlreichen kleinen und mittelständischen Eiscreme- und Gefrierdesserthersteller bietet die Tieftemperaturextrusion eine interessante Alternative zum herkömmlichen Herstellungsprozess. Insbesondere weitgehende Einsparungen der Nachgefriererichtungen nach dem herkömmlichen Freezer (z.B. Härtetunnel) lassen Investitions- und Energiekosten deutlich (ca. 20-30 %) reduzieren. Von ebensolchem Interesse ist der in Aussicht gestellte optimierte Rohstoffeinsatz ohne Einbußen bei der Qualität der Produkte. Darüber hinaus ist die Herstellung neuartiger innovativer

Produkte bzw. Produktstrukturen ein gewichtiger Faktor im Marktsegment Speiseeis.

Für die apparatebauende, ebenfalls überwiegend mittelständische Industrie wird neben dem Tieftemperaturextruder ein erweitertes Potential neuer Peripherievorrichtungen (z.B. Verpackungsanlagen etc.) von wirtschaftlichem Interesse sein. Die Hersteller von Zutaten für Speiseeis und gefrorene Desserts werden in diesem neuartigen Aufgabenfeld aufgefordert sein, im Hinblick auf die starke mechanische Beanspruchung der Speiseeis-Komponenten optimierte Stabilisatoren/Emulgatoren zu entwickeln. Dies verspricht ebenfalls Aktionspotential für kleine flexible und innovative Unternehmen.

Die Ergebnisse der Forschungsarbeit wurden interessierten Firmen in regelmässigen (2x jährlich) stattfindenden Arbeitskreissitzungen präsentiert. Zu Projektbeginn wurde eine Versuchsvorführung vor den Vertretern des projektbegleitenden Ausschusses und anderen interessierten Firmen der deutschen Eiscremeindustrie vorgenommen, um den neuartigen Prozess der Tieftemperaturextrusion bekannt zu machen. Die Ergebnisse des Projekts wurden zum grossen Teil auf der Inter-Eis 2000 (Solingen) dem Fachpublikum und der Eiscremeindustrie vorgestellt.

#### Publikationen (Auswahl):

1. FEI-Schlussbericht 2001.
2. Wildmoser, H. und Windhab, E.J.: Impact of flow geometry and processing parameters in ultra low temperature ice-cream extrusion (ULTICE) on ice-cream microstructure. Eur. Dairy Mag. (EDM) 5, 26-31 (2001).
3. Windhab, E.J., Wildmoser, H. und Bolliger S.: Production en continu de crème glacée. Rev. Gen. Du FROID 1011, 49-54 (2001).

#### Weiteres Informationsmaterial:

Eidgenössische Technische Hochschule Zürich (ETH), Institut für Lebensmittel- und Ernährungswissenschaften  
Labor f. Lebensmittelverfahrenstechnik  
Schmelzbergstrasse 9, CH-8092 Zürich  
Tel.: 0041 1/632 5348, Fax: 00411/632 1155  
E-Mail: erich.windhab@ilw.agrl.ethz.ch

Forschungskreis der Ernährungsindustrie e.V. (FEI)  
Godesberger Allee 142-148, 53175 Bonn  
Tel.: 0228/372031, Fax: 0228/376150  
E-Mail: fei@fei-bonn.de