

## Eigenschaften und Rekristallisation amorpher Zucker und Zuckeraustauschstoffe

<b>Koordinierung:</b>	Forschungskreis der Ernährungsindustrie e.V. (FEI), Bonn
<b>Forschungsstelle:</b>	Technische Universität Braunschweig Institut für Physikalische und Theoretische Chemie Abt. Angewandte Physikalische Chemie Prof. Dr. H. K. Cammenga
<b>Industriegruppe:</b>	Verein der Zuckerindustrie e.V., Bonn
	Projektkoordinator: Frau I. Willibald-Ettle, Palatinit Süßungsmittel GmbH, Mannheim
<b>Laufzeit:</b>	1999 – 2002
<b>Zuwendungssumme:</b>	€ 108.270,-- (Förderung durch BMWi via AiF/FEI)

### Ausgangssituation:

Die in Lebensmitteln enthaltenen amorphen Zucker und Zuckeraustauschstoffe rekristallisieren in Abhängigkeit von der Temperatur und ihrem Wassergehalt mehr oder weniger schnell; auch der Zusatz anderer Zucker hat einen Einfluss. Diese Rekristallisation führt zu einer Verschlechterung der Gebrauchs- bzw. Geschmackseigenschaften (Sandigkeit von Lactose in Schokolade, Veränderung der Aufnahmefähigkeit für Aromastoffe u.a.m.). Auch in technologischer Hinsicht verhalten sich amorphe Zucker anders als kristalline (Komprimierfähigkeit, Oberflächeneigenschaften). Bisher liegen nur wenige Untersuchungen über die Kinetik der Rekristallisation vor.

Ziel des Forschungsvorhabens war es daher, die unterschiedlichen Eigenschaften von kristalliner und amorpher Saccharose am Beispiel der technologisch wichtigen Parameter Komprimierfähigkeit und Oberflächeneigenschaften/Benetzbarkeit zu untersuchen. Daneben wurden zum Vergleich auch andere Zuckeraustauschstoffe mit in die Untersuchungen einbezogen. Thermodynamik und Kinetik der Rekristallisation wurden in Abhängigkeit von Temperatur, Luftfeuchtigkeit und Produkteigenschaften untersucht. Zur Bestimmung des amorphen Anteils sollten neben der Dynamischen Differenz-Kalorimetrie verschiedene andere Methoden eingesetzt und validiert werden:

Lösungskalorimetrie, Röntgenbeugung, NIR-Spektrometrie, unterschiedliche Löslichkeiten von amorpher und kristalliner Phase in bestimmten Lösungsmitteln.

### Forschungsergebnis:

Von den Zuckern Glucose und Saccharose und den Zuckeraustauschstoffen Sorbit, Lactit, Maltit und Isomalt wurden einige amorphe Phasen nach zwei verschiedenen Methoden hergestellt und zwar durch Lyophilisation und durch Erkalten einer Schmelze. Das Herstellen einer amorphen Phase durch schnelle Fällung gelang nur bei einer kleinen Menge; für größere Mengen müsste unter Schutzgasatmosphäre gearbeitet werden.

Von allen amorphen und kristallinen Phasen der Zucker und Zuckeraustauschstoffe wurden die Lösungsenthalpien gemessen, soweit sie nicht schon vorher bekannt waren. Die Differenzen der Lösungsenthalpien der amorphen und kristallinen Phasen geben ein Maß für die relative Stabilität und damit für die Rekristallisationsneigung an. Die Rekristallisation aufgeschmolzener Phasen der Zucker und Zuckeraustauschstoffe bei verschiedenen Umgebungsfeuchten wurde bei Raumtemperatur, 35 °C und 5 °C untersucht. Die amorphen Zucker und Zuckeraustauschstoffe nehmen zunächst Feuchtigkeit aus der Luft auf, die sie im Laufe der Rekristallisation wieder

abgeben. Lactit und Glucose geben deutlich weniger Wasser beim Kristallisieren ab, da sie unter diesen Bedingungen ein Monohydrat bilden. Isomalt nimmt nur wenig Wasser aus der Umgebung auf und gibt es nicht wieder ab, sondern bildet auf der Oberfläche eine kristalline Schicht, die verhindert, dass weiteres Wasser in das Innere der Probe eindiffundiert. Von Saccharose sind beim Aufschmelzen die meisten Proben so weit karamellisiert, dass eine Rekristallisation dadurch weitgehend verhindert ist. Bei 35 °C verläuft die Rekristallisation deutlich schneller als bei Raumtemperatur. Glucose bildet bei 35 °C beim Rekristallisieren die wasserfreie  $\beta$ -Phase, bei tieferen Temperaturen überwiegend das  $\alpha$ -Hydrat. Bei 5 °C ist die Keimbildung der Rekristallisation stark gehindert; die Proben neigen zum Zerfließen.

Außer an glasförmigen amorphen Proben wurde die Rekristallisation unter dem Einfluss von Luftfeuchtigkeit auch an lyophilisierten Proben untersucht. Wegen der größeren Oberfläche verläuft die Rekristallisation in diesem Fall schneller. Für lyophilisierte Saccharose wurde der Rekristallisationsverlauf mit NIR-Spektroskopie verfolgt. Von den untersuchten Zuckern und Zuckeraustauschstoffen zeigt nur Saccharose eine „kalte Kristallisation“.

Es konnte gezeigt werden, dass zur Bestimmung des amorphen Anteils in Zuckern und Zuckeraustauschstoffen neben den Methoden Röntgenpulverdiffraktometrie und Gravimetrie der Rekristallisation, die in der Literatur beschrieben werden, auch die Lösungskalorimetrie (für sehr genaue Messungen) und die Extraktion mit wasserfreiem Methanol (als Schnelltest) geeignet sind. Mit der NIR-Spektroskopie lassen sich nicht nur amorphe und kristalline Phasen unterscheiden, sondern zum Teil auch die verschiedenen kristallinen Phasen.

#### Wirtschaftliche Bedeutung:

Im Rahmen dieses Forschungsvorhabens wurde der Einfluss amorpher Phasen auf Lagerstabilität und Rekristallisationsneigung, Verarbeitbarkeit mit unterschiedlichen Zusätzen und Aromenearbeitung und -verteilung untersucht. Die Kenntnis der Eigenschaften dieser amorphen bzw. kristallinen Zustände schafft die Voraussetzung, durch gezielte Rohstoffauswahl bzw. Rezeptanpassung sowie durch Optimierung der Prozessführung eine Verbesserung des Qualitätsstandards herbeizuführen. Diese Infor-

mationen sind für den gesamten Bereich der zuckerverarbeitenden Industrie von Interesse, insbesondere aber bei der Herstellung von Schokolade und Komprimaten. Weiterhin kann auch die Zulieferindustrie aufgrund der Ergebnisse dieser Arbeiten gezielter auf Kundenwünsche eingehen, z.B. durch optimierte Herstellung von Mahlprodukten wie Puderzucker.

#### Publikationen (Auswahl):

1. FEI-Schlussbericht 2002.
2. Cammenga, H. K. und Gehrich, K.: Amorphe und kristalline Polyole – Werkstoffe und Wertstoffe von großer Bedeutung. Z. Anorgan. Allg. Chemie 628, 2149 (2002).
3. Cammenga, H. K. und Gehrich, K.: Eine Frage der Menge – Wie bestimmt man amorphe Anteile in Süßungsmitteln? Süßwaren 47 (12), 14-17 (2002).
4. Gehrich, K.: Phasenverhalten einiger Zucker und Zuckeraustauschstoffe. Dissertation, Technische Universität Braunschweig, Cuvillier-Verlag ISBN 3-89873-579-6 (2002).
5. Cammenga, H. K. und Gehrich, K.: Glatt, rau oder klebrig? LVT 5/6, 28 (2003).
6. Cammenga, H. K. und Gehrich, K.: Jedes Süßungsmittel ist anders. LVT 7/8, 12-14 (2003).

#### Weiteres Informationsmaterial:

Technische Universität Braunschweig  
Institut für Physikalische und Theoretische Chemie  
Abt. Angewandte Physikalische Chemie  
Hans-Sommer-Str. 10, 38106 Braunschweig  
Tel.: 0531/391-5333, Fax: 0531/391-7308  
E-Mail: agcammenga@tu-bs.de

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