

## Bestimmung der Fließeigenschaften kohäsiver, milchbasierter Pulver

<b>Koordinierung:</b>	Forschungskreis der Ernährungsindustrie e.V. (FEI)
<b>Forschungsstelle:</b>	Hochschule Anhalt (FH), Köthen FB Angewandte Biowissenschaften und Prozesstechnik FG Lebensmittelverfahrenstechnik/Milchtechnologie Prof. Dr. Thomas Kleinschmidt/M.Sc. Frank Schulnies
<b>Industriegruppe:</b>	Milchindustrie-Verband e.V., Berlin
	Projektkoordinator: Uwe Bedau Milchwerke Mittelbe GmbH, Stendal
<b>Laufzeit:</b>	2011 – 2014
<b>Zuwendungssumme:</b>	€ 363.600,-- (Förderung durch BMWi via AiF/FEI)

### Ausgangssituation:

Aufgrund der zahlreichen Verwendungsmöglichkeiten in der Lebensmittelproduktion nehmen sprühgetrocknete Trockenmilcherzeugnissen in Deutschland eine große wirtschaftliche Bedeutung ein. Die zumeist als Bulkware vorliegenden Produkte müssen vor bzw. während der Weiterverarbeitung gelagert, transportiert oder dosiert werden. Die Kohäsivität vieler Milchpulver erschwert, mitunter in Verbindung mit einer nicht fließgerechten Auslegung der Prozessausrüstung, jedoch häufig deren Handhabung. Die unzureichende Kenntnis über den Einfluss der Partikeleigenschaften macht es darüber hinaus in vielen Fällen schwierig, die Fließeigenschaften von Milchpulvern vorhersagbar einzuschätzen. Fließstörungen oder unregelmäßiger Fluss beim Austragen und Dosieren der Pulver und daraus resultierende kostenintensive Störungen der Prozessabläufe können die Folge sein. Zudem tritt bei Milchpulvern unter ungünstigen Lagerbedingungen oftmals eine starke Zeitverfestigung (Caking) und resultierend eine Klumpenbildung ein, die den Gebrauchswert erheblich mindert und eine niedrige Qualitätseinstufung der betreffenden Produkte zur Folge hat. Die Höhe des finanziellen Schadens, der sich daraus ergibt, ist nur schwer abzuschätzen. Neben kostspieligen Produktverlusten ist jedoch auch mit Reklamationsfällen und Reputationsverlusten zu rechnen.

Zur Bestimmung der Fließeigenschaften von Milchpulvern mit Hilfe von Scherversuchen gibt es bisher nur vereinzelte Studien, aus denen auch aufgrund der geringen Anzahl an untersuchten Proben kaum quantitative Rückschlüsse auf fließfähigkeitsrelevante Einflussfaktoren gezogen werden können. Die Auswirkungen der Partikeleigenschaften, insbesondere der Partikelform, auf das Fließverhalten von Milchpulvern sind nicht ausreichend aufgeklärt. Die zur Klebrigkeitskinetik von Milchpulvern mit Hilfe von empirischen Messmethoden durchgeführten Untersuchungen lassen eine Einschätzung der Zeitverfestigungskinetik unter praxisrelevanten Druckbelastungen nicht zu.

Ziel des Forschungsvorhabens war es daher, die Fließeigenschaften von kohäsiven, milchbasierten Pulvern mit Hilfe von Scherversuchen zu quantifizieren, so dass die technologische Handhabung der Produkte nach der Herstellung und Lagerung besser eingeschätzt werden kann und Fließstörungen und Verklumpungsprobleme vermieden werden. Neben kommerziellen Milchpulvern wurden auch selbst hergestellte Milchpulver untersucht, um Einflüsse der Trocknung auf die Fließeigenschaften abzuleiten. Durch die ergänzende Bestimmung der Partikeleigenschaften sollten Ursachen für das unterschiedliche Fließverhalten der Milchpulver aufgefunden werden.

### Forschungsergebnis:

Bei kommerziellen Magermilchpulvern wies das Fließverhalten unterhalb von Medianwerten von  $110\ \mu\text{m}$  eine deutliche Abhängigkeit von der Partikelgröße auf und der fließverbessernde Effekt einer steigenden Korngröße dominierte, so dass oberhalb von  $60\ \mu\text{m}$  leicht fließendes Verhalten ( $\text{ffc} > 4$ ) vorlag. Der Einfluss der Pulverfeuchte auf das momentane Fließverhalten spielte bis zu einem Feuchtegehalt von 6 % keine Rolle. Durch einstufige Trocknungsversuche konnte ferner nachgewiesen werden, dass bei sehr feinen Magermilchpulvern ( $30\ \mu\text{m}$ ) eine Zunahme der Partikeldichte um 7 % eine um 90 % höhere Fließfähigkeit bewirkte. Ab Partikeldichten von  $1,18\ \text{g/ml}$  kennzeichneten sich die Pulver durch eine leichte Fließfähigkeit. Wurde der Gesamtfettgehalt von 0,3 % auf 1,3 % erhöht, so reduzierte sich die Fließfähigkeit um 25 % und die Magermilchpulver zeigten bereits kohäsives Fließverhalten.

Industrielle agglomerierte Magermilchpulver mit Medianwerten größer als  $110\ \mu\text{m}$  besaßen trotz größerer Partikel eine vergleichsweise niedrige Fließfähigkeit. Als Ursache hierfür kam neben der Partikelform auch die Partikelgrößenverteilungsbreite in Betracht. Gezielte Untersuchungen zum Einfluss der Partikelform und der Verteilungsbreite zeigten im Weiteren, dass die Fließfähigkeit von Magermilchpulver mit zunehmendem Span und abnehmender Partikelzirkularität schlechter wurde, wobei der Partikelformeinfluss insbesondere bei schmalen Größenverteilungen zum Tragen kam. Entsprechend den Ergebnissen dieser Versuchsreihen ist bei agglomerierten Magermilchpulvern zu empfehlen, einen Span von unter 1,5 und Partikelrundheiten von über 0,75 anzustreben, um eine gute bzw. leichte Fließfähigkeit sicherzustellen.

Die im Rahmen der zweistufigen Trocknung mittels Straight-Through-Agglomeration hergestellten agglomerierten Magermilchpulver zeigten eine Abnahme der Fließfähigkeit unter niedrigen Druckspannungen mit zunehmender Partikelgröße. Oberhalb von  $150\ \mu\text{m}$  besaßen die Pulver ein kohäsives Fließverhalten. Der Grund für die abnehmende Fließfähigkeit schien ebenfalls die Rundheit der Agglomerate darzustellen. Besonders im Zirkularitätsbereich von 0,8 bis 0,75 war eine starke Verringerung der Fließfähigkeit festzustellen. Die Erhöhung des Zerstäubungsdruckes führte bei Verwendung der gleichen Düse zur Partikelverkleinerung und gleichzeitiger Verbesserung des Fließverhaltens. Wurde hinge-

gen die Druckerhöhung durch Nutzung einer kleineren Düsenöffnung realisiert, so ergab sich eine unregelmäßige Partikelform und das Fließverhalten wurde nicht verbessert. Die Zunahme der Trocknungstemperaturen reduzierte bei gleichen Zerstäubungsdrücken die Fließfähigkeit, ohne makromorphologische Veränderungen zu verursachen. Eine Verschmälerung der Partikelgrößenverteilung auf einen Span von unter 1,5 konnte bei sonst gleichen Trocknungsbedingungen durch eine Erhöhung der Fluidisierungsgeschwindigkeit im internen Fließbett auf mindestens  $1,5\ \text{m/s}$  erreicht werden.

Um die Kinetik der Zeitverfestigung von Magermilchpulver ober- und unterhalb der Glasübergangstemperatur der amorphen Laktose zu ermitteln, wurden Pulverproben bei 22 % bzw. 35 % Luftfeuchte und variierenden Lagertemperaturen sowie Druckspannungen ausgelagert. Die Druckfestigkeiten stiegen linear mit der Zeit an, wobei mit zunehmender Lagertemperatur und Druckspannung eine schnellere Verfestigung der Pulvermatrix erfolgte. Bei einer simulierten Sackstapelhöhe von 2 m nahmen die ermittelten Verklumpungszeiten von 149 d bei Temperaturdifferenzen zum Glasübergang (T-Tg) von -5 K auf 1 h bei Temperaturdifferenzen von 10 K ab. Die Ergebnisse zeigten, dass bereits geringe Temperaturschwankungen in der Nähe der Glasübergangstemperatur in einer drastischen Abnahme der Lagerstabilität resultierten. Beispielsweise führte die Lagerung bei  $2,5\ ^\circ\text{C}$  unterhalb der Glasübergangstemperatur nach 4,5 d zur Bildung starker Verklumpungen. Wurde die Lagertemperatur um  $4\ ^\circ\text{C}$  angehoben, reduzierte sich die maximale Lagerzeit um 80 % auf nur noch 18 h. Gleiches würde passieren, wenn statt der Lagertemperatur die Restfeuchte im Ausgangsprodukt um 0,4 % ansteigen würde. Die Verfestigungsraten nahmen erst deutlich ab, wenn die Lagertemperatur die Glasübergangstemperatur um mehr als  $2\ ^\circ\text{C}$  unterschritt. Entsprechend sollte zur Vermeidung des Cakingprozesses von Magermilchpulvern während der Lagerung eine Temperaturdifferenz zum Glasübergang von mindestens -5 K eingehalten werden.

Die Fließfähigkeit der im Weiteren untersuchten Vollmilchpulver verringerte sich mit abnehmender Partikelgröße. Unterhalb von  $100\ \mu\text{m}$  Partikelgröße ( $d_{50}$ ) war das Fließverhalten als sehr kohäsiv ( $\text{ffc} < 2$ ) zu bezeichnen. Erst oberhalb von  $200\ \mu\text{m}$  lag ein leicht fließendes Verhalten ( $\text{ffc} > 4$ ) vor. Damit sind für Vollmilchpulver im Vergleich zu Magermilchpulver in etwa 3-mal

größere Partikel nötig, um ein gut fließendes Pulver zu erhalten. Der Unterschied konnte auf das freie Oberflächenfett der untersuchten Vollmilchpulver (0,3 - 1 %) zurückgeführt werden, welches die Haftkräfte erhöhte. Ein Partikelformeinfluss war nicht festzustellen. Die Wandreibung der fetthaltigen Pulver war bei gleicher Partikelgröße um die Hälfte geringer als die Wandreibung der Magermilchpulver. Zudem zeigte sich, dass bei wechselnden Lagertemperaturen durch Verflüssigung und Kristallisation des Oberflächenfettes ab Fettgehalten von 20 % Verklumpungen auftraten. Für die entsprechenden Produkte sind demzufolge hohe Lagertemperaturen zu vermeiden, wenn eine nachfolgende Abkühlung der Pulver auf unter 20 °C erfolgen soll.

#### Wirtschaftliche Bedeutung:

Im Jahr 2013 wurden in Deutschland rund 860.000 t Trockenmilcherzeugnisse produziert, wobei alleine 316.000 t auf Magermilchpulver entfielen. Die Nachfrage nach Milchpulvern ist in den letzten Jahren, insbesondere aus dem asiatischen Raum, stark angestiegen. Beispielsweise importiert allein China derzeit rund 76 % des eigenen Verbrauchs an Magermilchpulver. Für die Vermarktung der Produkte ist die Einhaltung von Qualitätsstandards von oberster Priorität für die deutschen Milchpulverproduzenten. Zudem verlangt der Wettbewerbsdruck nach Maßnahmen zur Kostenreduktion und Steigerung der Produktqualität.

Die als Qualitätsmerkmal anzusehenden Fließeigenschaften wurden im Projekt umfangreich für verschiedene Milchpulver spezifiziert. Damit steht den Herstellern und Anwendern zusätzliches Know-How über die Produktqualität zur Verfügung. Es wurden Partikeleigenschaften definiert und quantifiziert, welche ein kohäsives Fließverhalten von Milchpulvern begünstigen. Die industrielle Nutzung der gefundenen Zusammenhänge bietet die Option für Produktverbesserungen und die Weiterentwicklung bestehender Pulver. Hierfür werden den Unternehmen ebenso die Ergebnisse aus den Trocknungsversuchen hilfreich sein, die Ansatzpunkte zur Beeinflussung der Partikeleigenschaften und des Fließverhaltens liefern.

Aus den Erkenntnissen der Zeitverfestigungsversuche sind Hersteller und Anwender in der Lage, für verschiedene Lagerbedingungen eine Einschätzung der Lagerstabilität ihrer Pulver

vorzunehmen. Zudem bietet die Darstellung der Verklumpungszeiten in Abhängigkeit der Temperaturdifferenz zum Glasübergang die Möglichkeit, die Lagerstabilität durch Veränderung der Produktfeuchte anzupassen. Ist beispielsweise mit hohen Lagertemperaturen während des Transports zu rechnen, können die Zusammenhänge zur Bestimmung der notwendigen Ausgangsfeuchte genutzt werden, die unter den zu erwartenden Temperaturen eine Verklumpung verhindern. Insgesamt lassen sich dadurch Qualitätsminderungen, Produktverluste sowie Reklamationsfälle vermeiden und die Verarbeitbarkeit der Pulver sicherstellen.

Darüber hinaus können Unternehmen des Maschinen- und Anlagenbaus (Hersteller von Siloanlagen, Aufrag- und Fördersystemen) die im Projekt für eine Vielzahl von Milchpulvern ermittelten Fließeigenschaften zur fließgerechten Auslegung von Schüttgutbehältern und Dosiertrichtern nutzen. Es ist zu erwarten, dass dadurch wirtschaftliche Verluste infolge von Fließstörungen und resultierenden Prozessstörungen Herstellern und Verarbeitern verringert werden können.

#### Publikationen (Auswahl):

1. FEI-Schlussbericht 2014.
2. Schulnies, Fr., Tilgner, L. und Kleinschmidt, T.: Der Weg zum gute Rieseln: Einfluss der Trocknungsbedingungen auf das Fließverhalten von Magermilchpulvern. Lebensmittel-techn. 6 (47), 39-40 (2015).
3. Schulnies, F. und Kleinschmidt, T.: Einfluss der Partikelgröße und Partikelform auf das Fließverhalten von kommerziellen Magermilchpulvern. Chem. Ing. Tech. 87 (10), 1412-1417 (2015).
4. Schulnies, F., Tilgner, L. und Kleinschmidt, T.: Fließverhalten von Magermilchpulvern. DMW - Milchwirt. 5, 221-223 (2014).
5. Schulnies, F., Tilgner, L. und Kleinschmidt, T.: Caking von milchbasierten Pulvern. Molkeriind. 5, 16-17 (2014).
6. Schulnies, F., Tilgner, L. und Kleinschmidt, T.: Fließverhalten kohäsiver, milchbasierter Pulver. 15. Nachwuchswissenschaftlerkonferenz ost- und mitteleuropäischer Fachhochschulen. Magdeburg, Tagungsband, ISBN 978-3-935831-58-1, 74-78 (2014).

**Weiteres Informationsmaterial:**

Hochschule Anhalt (FH)  
FB Angewandte Biowissenschaften und  
Prozesstechnik  
FG Lebensmittelverfahrenstechnik/Milchtechnologie  
Bernburger Str. 55, 06366 Köthen  
Tel.: +49 3496 67-3560  
Fax: +49 3496 67-2574  
E-Mail: f.schulnies@bwp.hs-anhalt.de

Forschungskreis der Ernährungsindustrie e.V. (FEI)  
Godesberger Allee 142-148, 53175 Bonn  
Tel.: +49 228 3079699-0  
Fax: +49 228 3079699-9  
E-Mail: fei@fei-bonn.de

... ein Projekt der **Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF)**

gefördert durch/via



Das o. g. IGF-Vorhaben der Forschungsvereinigung Forschungskreis der Ernährungsindustrie e. V. (FEI), Godesberger Allee 142-148, 53175 Bonn, wird/wurde über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.