

Coating mit schmelzbaren Überzügen - Bestimmung von Prozessparametern sowie quantifizierbaren Messgrößen zur Prädiktion der Coatingqualität und Produkteigenschaften

Koordinierung:	Forschungskreis der Ernährungsindustrie e.V. (FEI), Bonn
Forschungsstelle I: (bis 31.12.2015)	Technische Universität München Wissenschaftszentrum Weihenstephan WZW Lehrstuhl für Verfahrenstechnik disperser Systeme Prof. Dr. Petra Först/Max Günther Müller
Forschungsstelle II: (ab 01.01.2016)	Technische Universität München Wissenschaftszentrum Weihenstephan WZW Lehrstuhl für Systemverfahrenstechnik Prof. Heiko Briesen/PD Dr. Petra Först/Dipl.-Ing. Max Günther Müller
Industriegruppen:	Fachverband der Gewürzindustrie e.V., Bonn Bundesverband der Deutschen Süßwarenindustrie e.V. (BDSI), Bonn
	Projektkoordinator: Karl-Heinz Peleikis Kahl & Co. Vertriebsgesellschaft mbH Wachsraffinerie, Trittau
Laufzeit:	2014 – 2017
Zuwendungssumme:	€ 279.350,-- (Förderung durch BMWi via AiF/FEI)

Ausgangssituation:

Das Beschichten von pulverförmigen Materialien wird als Coating bezeichnet. Hierbei wird ein beliebiges Kernmaterial mit einer festhaftenden Schicht eines formlosen/fluiden Stoffes ummantelt. Als Überzugsmaterial werden in der Regel filmbildende Substanzen auf Wasser oder Lösungsmittelbasis eingesetzt. Die Substanz wird mit Hilfe einer Zweistoffdüse fein zerstäubt, die feinen Flüssigkeitspartikel treffen auf die Oberfläche des Kernmaterials auf, spreiten und bilden einen Film, der durch das Verdunsten des Lösungsmittels aushärtet. Ein besonderes Verfahren, das immer größere Anwendung im Bereich der Pharma- und Kosmetikindustrie sowie der chemischen Industrie findet, stellt das lösungsmittelfreie Schmelzcoating dar. Da zum Aushärten dieser Filme ausschließlich die Temperatur unter den Schmelzpunkt der Hüllsubstanz abgesenkt werden muss, entfallen kostenintensive Luftaufbereitungen, um Lösungsmitteldämpfe abzuscheiden oder das energieintensive Abtrocknen

von Filmen auf Wasserbasis. Es erschließt sich außerdem durch den Verzicht auf organische Lösungsmittel ein großer Anwendungsbereich in der Lebensmittelindustrie. Zudem stellen fett- und wachsbasierte Überzugsmaterialien eine effektive Diffusionsbarriere für Wasser und Wasserdampf dar.

Der Beschichtungsprozess kann in Trommelcoatern oder in Wirbelschichtapparaten durchgeführt werden. Unabhängig vom gewählten Apparat sind die grundlegenden Anforderungen an das Produkt bzw. die Beschichtung gleich. Die aufgetragene Hüllschicht soll von gleichmäßiger Dicke sein, über eine poren- und rissfreie Oberfläche verfügen sowie die gewünschten Barriere- und Freisetzungseigenschaften aufweisen. Des Weiteren sollte die Beschichtung widerstandsfähig gegen mechanische Belastungen durch Weiterverarbeitung, Transport und Lagerung sein. Um diese Eigenschaften in einem komplexen System wie einem Wirbelschichtapparat zu erzielen, müssen bis zu 20 verschiedene Prozessparameter be-

achtet und aufeinander abgestimmt werden. Um diese Prozesse auszulegen, sind daher zeit- und kostenintensive Laborversuche notwendig, deren Ergebnis stark vom Expertenwissen der durchführenden Personen abhängig ist. Die gewonnenen Erkenntnisse lassen sich außerdem nicht direkt aus dem Labormaßstab in den Pilot- und Produktionsmaßstab übertragen. Das führt zu hohen Kosten, die in der pharmazeutischen Industrie aufgrund der hochpreisigen Produkte problemlos gedeckt werden können. In der Lebensmittelindustrie mit einer völlig konträren Kostenstruktur, in der die gecoateten Produkte in großer Menge als Rohstoff, Hilfs- oder Zusatzstoff eingesetzt werden, sind diese Kosten für die Prozessentwicklung, die benötigten Apparaturen sowie die Prozesszeit nicht darstellbar. Um die Entwicklungszeit und dadurch diesen Kostenfaktor zu reduzieren, sind deshalb tiefergehende Erkenntnisse über die prozessbestimmenden Einzelvorgänge notwendig.

Ziel des Forschungsvorhabens war es, die Hauptprozessparameter für die Beschichtung in einer Wirbelschicht an einem vereinfachten Setup zu identifizieren, um hierdurch aufwändige Entwicklungszeiten zu reduzieren. Zudem sollten quantifizierbare Messgrößen für das Überzugsmaterial sowie das Kernmaterial bestimmt werden, um die Coatingqualität von Schmelzcoatings vorherzusagen und dadurch zeitaufwändige Entwicklungszeiten und Kosten zu reduzieren. Den Anwendern sollte ein Werkzeug an die Hand gegeben werden, um die Filmbildungseigenschaften von neuen Stoffsystemen (Schmelzen, Kernmaterialien) vorherzusagen sowie die Coatingqualität zu steuern.

Forschungsergebnis:

Im Rahmen des Vorhabens wurden folgende Kernergebnisse erzielt:

- Bestimmung der Oberflächenspannung, des Fließverhaltens sowie des Aushärteverhaltens in Abhängigkeit von der Temperatur.
- Klärung des Einflusses der Prozessbedingungen bzw. Prozessparameter auf die Qualität des Endproduktes.
- Ermittlung der Zusammenhänge zwischen den Eigenschaften der schmelzbaren Überzüge und dem erzeugten Produkt sowie den benötigten Prozessparametern.
- Erstellung eines Methodenkatalogs für KMU, um die Entwicklungszeit und Kosten von mit

schmelzbaren Überzügen hergestellten Produkten zu reduzieren.

Durch die gezielte Betrachtung der prozessbestimmenden Einzelvorgänge ist der Beschichtungsvorgang mit Schmelzencoatings nun besser verstanden und kann somit wesentlich gezielter durchgeführt werden. Die Erkenntnisse aus dem komplexitätsreduzierten System können direkt in die Prozessführung der Wirbelschicht einfließen. Dadurch wird die Entwicklungszeit für neue Produkte, die mit dieser innovativen Technik ummantelt werden, verkürzt.

Ein weiterer Beitrag ist die Ermittlung eines funktionellen Zusammenhanges zwischen Materialeigenschaften, Prozessführung und Qualität des Endproduktes, um die am Modellsystem gewonnen Erkenntnisse auf beliebige Schmelzen anzuwenden.

Durch das Verständnis der Einzelvorgänge können neue Überzugsmaterialien mit genau definierten Eigenschaften entwickelt werden, z.B. in Bezug auf Schutzwirkung oder definierte Freisetzung. Auch die Entwicklung mehrschichtiger Oberflächenbeschichtungen mit unterschiedlichen Eigenschaften jeder einzelnen Schicht kann nunmehr gezielter durchgeführt werden.

Als Versuchsstoffe wurden in den Untersuchungen Kernmaterialien mit definierter Morphologie verwendet (kugelförmige Partikel). Als Überzugsmaterialien wurden für Lebensmittel zugelassene Fette und Wachse, Palmfett, Bienenwachs und Carnaubawachs, eingesetzt, die eine direkte Übertragbarkeit zu aktuell in der Industrie eingesetzten Stoffen ermöglichen.

Es wurden in AP I die für die Filmbildung wichtigen physikalischen Eigenschaften der schmelzbaren Überzüge charakterisiert. Insbesondere bei Mischungen aus schmelzbaren Stoffen ist die genaue Kenntnis des Schmelzpunktes sowie des Erstarrungspunktes von großem Interesse. Die mittels DSC ermittelten Schmelz- und Kristallisationspunkte sowie der mittels NMR bestimmte Kristallinitätsgrad liefern die Grundlage für die temperaturbasierten Vorgänge beim Herstellen eines Schmelzencoatings. Darüber hinaus liefert die Bestimmung der temperaturabhängigen Grenzflächenspannung eine Aussage über die Dispergierbarkeit im Wirbelschichtprozess. Ebenso kann damit das Spreitungsverhalten beim Auftreffen der Schmelzetropfen auf die Partikeloberfläche abgeschätzt werden.

Die Filmbildungseigenschaften wurden auf ebenen Flächen außerhalb der Wirbelschichtapparatur untersucht (AP II). Um eine Aussage über den Einfluss der Temperaturführung bei der Auskühlung der Schmelze zu erhalten, wurde zunächst die Schmelze auf einer chemisch inerten Platte mit definierten Oberflächeneigenschaften definiert ausgekühlt. Danach wurde die erstarrte Platte auf Bruchverhalten mittels einer Materialprüfmaschine (mechanische Stabilität) geprüft. Die Kristallstruktur wurde im Polarisationsmikroskop aufgelöst.

Die Erkenntnisse zum Schmelz- und Kristallisationsverhalten sowie zu den Filmbildungseigenschaften der schmelzbaren Überzüge wurde auf ein der Wirbelschicht ähnliches Modellsystem übertragen (AP III). Dazu wurde eine einzelne Kugel mittels eines Luftstromes in Schwebelage gehalten und mit der Schmelze besprüht. Mit Hilfe dieses Aufbaus war es möglich, die in planen Flächen gewonnenen Erkenntnisse auf reale Größenverhältnisse von Tropfen/Partikel sowie auf gekrümmte Oberflächen zu übertragen. Nach Abschluss des Sprühprozesses wurde die Beschichtung der Modellkugel auf ihre Oberflächenbeschaffenheit untersucht.

Die Ergebnisse wurden abschließend auf eine Wirbelschichtanlage übertragen (AP IV). Es wurde mit unterschiedlichen Fett- und Wachsmischungen gecoatet; die thermischen Kristallisationsparameter konnten direkt in den Prozess übertragen werden. Die Temperatur der Soliduskurve bei der entsprechenden Mischung wurde dabei als Betttemperatur gesetzt. Eine weitere Unterkühlung führte zum Overspray, eine zu hoch angesetzte Temperatur zu unerwünschter Agglomeration. Die Schmelztemperatur wurde mindestens 10°C über der Liquiduslinie angesetzt, um eine zu schnelle Verfestigung zu vermeiden. Die erzeugten Partikel konnten im Mikrocomputertomographen auf eine geschlossene Schichtdicke untersucht werden. Das erzeugte Coating wurde anschließend in einem Mikrocomputertomographen auf Geschlossenheit und Schichtdicke untersucht. Damit konnte die Umsetzbarkeit und Machbarkeit der entwickelten Verfahrensschritte und die damit erreichbare Coatingqualität verifiziert werden.

Wirtschaftliche Bedeutung:

Die Ergebnisse können in unterschiedlichsten Coatingprozessen eingesetzt werden, z.B. zur Beschichtung von Zucker in der Strahlschicht oder in der Aromenherstellung und sind für eine Vielzahl von Industriezweigen von Nutzen, da die Wirbelschichttechnologie eine Schlüsselrolle in zahlreichen Herstellungsprozessen pulverförmiger Grund- und Hilfsstoffe darstellt.

Insbesondere für die Lebensmittelindustrie bieten sich Innovationspotentiale. Zum einen können in diesem Bereich aufgrund der Kostenstruktur (hohe Durchsätze, günstige Rohstoffe) teure Entwicklungskosten nicht zeitnah amortisiert werden, zum anderen sind aufgrund der Lebensmittelgesetzgebung die Hersteller auf zugelassene Rohstoffe festgelegt. Diese Rohstoffe sind als Überzugsmaterial deutlich schwieriger zu verarbeiten als die in der chemischen und pharmazeutischen Industrie üblichen Materialien.

Gecoatete Produkte (Film- und Schmelzcoating) werden insbesondere in der Süßwaren-, Gewürz-, Fleisch- und Backwarenbranche eingesetzt. Schmelzcoating wird z.T. bereits in der Süßwarenindustrie (Puderzucker) sowie in der Gewürzindustrie (Stabilisierung von Gewürzen, kontrollierte Freisetzung von Salz und organischen Säuren) eingesetzt.

Mit den Ergebnissen des Projekts wird Herstellern ein Methodenkatalog zur Verfügung gestellt, der es ihnen ermöglicht, mit innovativen gecoateten pulverförmigen Produkten dem zunehmenden Innovationsdruck und den kürzeren Produktlebenszyklen entgegenzuwirken. Insbesondere für kleinere Unternehmen (KMU) ohne eigene Forschungsabteilung minimieren sich durch die Forschungsergebnisse Zeit- und Kostenaufwand für Neuentwicklungen deutlich. Durch die genaue Charakterisierung des Zusammenspiels zwischen Kernmaterial und Überzug ist es möglich, die im Pharmabereich bereits etablierten Mehrschichtcoatings zur Erzielung definierter Produkteigenschaften (Schutz und controlled release) auf den Lebensmittelbereich zu übertragen. Somit wird insbesondere für KMU ein innovativer und hochaktueller Applikationsbereich erschlossen.

Eine weitere Steigerung der Wettbewerbsfähigkeit ergibt sich durch die Möglichkeit, bestehende Prozesse anzupassen und zu optimieren.

Publikationen (Auswahl):

1. FEI-Schlussbericht 2017.
2. Lindner, J. A., Müller, M. G., Briesen, H. & Foerst, P.: Monitoring Temperature Evolution and Drying of Coating on a Single Fluidized Particle by Infrared Thermography. Spec. Iss. Powder Technol. (im Druck) (2019).
3. Müller, M. G. , Lindner, J. A., Briesen, H., Sommer, K. & Foerst, P.: On the properties and application of beeswax, carnauba wax and palm fat mixtures for hot melt coating in fluidized beds. Adv. Powder Technol. 29 (3), 781-788, DOI:10.1016/j.ap. 2017.12.020 (2018).
4. Müller, M. G., Sommer, K. & Först, P.: Hot-Melt-Coating: Connecting Processparameters with material characteristics. APT Seoul 16.-18.9.2015. Proc. (2015).
5. Müller, M.G., Reslerova, J., Nied, C., Sommer, K. & Först, P.: Investigations on the influence of fat and wax mixtures as coating materials on the characteristics of coated food powders. WCPT Beijing, 20.-22.5.2014. Proc. (2014).

Weiteres Informationsmaterial:

Technische Universität München
Wissenschaftszentrum Weihenstephan WZW
Lehrstuhl für Systemverfahrenstechnik
Gregor-Mendel-Str. 4, 85354 Freising
Tel.: +49 8161 71- 3272
Fax: +49 8191 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 9079699-9
E-Mail: fei@fei-bonn.de

... ein Projekt der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF)

Gefördert durch:



Das o. g. IGF-Vorhaben der Forschungsvereinigung Forschungskreis der Ernährungsindustrie e. V. (FEI), Godesberger Allee 125, 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.