Schmelzcoating feiner Pulver zur Erreichung einer geschlossenen homogenen Schicht

Koordinierung:	Forschungskreis der Ernährungsindustrie e. V. (FEI), Bonn
Forschungsstelle(n):	Technische Universität München School of Life Sciences Forschungsdepartment Life Science Engineering Lehrstuhl für Systemverfahrenstechnik Prof. Dr. Heiko Briesen
Industriegruppe(n):	Bundesverband der Deutschen Süßwarenindustrie e.V. (BDSI), Bonn VDMA-Fachverband Nahrungsmittel- und Verpackungsmaschinen e.V., Frankfurt
Projektkoordinator:	Karl-Heinz Peleikes Kahl & Co Vertriebsgesellschaft mbH, Trittau
Laufzeit:	2018 – 2022
Zuwendungssumme:	€ 248.370,--

Ausgangssituation

Das Coaten ist in der Pharmaindustrie ein wichtiges Verfahren zum Schutz der Inhaltsstoffe und für kleine Produktmengen und hohe Stückkosten etabliert. In der Lebensmittelindustrie hingegen werden an das Coating andere Anforderungen gestellt, da hier hohe Produktmengen bei niedrigen Chargenkosten verarbeitet werden müssen. Gerade bei ästhetischen Coatings ist eine homogene dünne Beschichtung ausreichend. Die aufgetragene Schicht soll von gleichmäßiger Dicke, poren- und rissfrei sowie über alle gecoateten Partikel gleichmäßig sein. Während sich bei suspensionsbasierten Coatingmaterialien eine homogene Schicht leicht einstellen lässt, ist dies für schmelzbasierte Naturprodukte durch andere Beschichtungseigenschaften, wie beispielsweise die Benetzbarkeit, Kristallisation und höhere Neigung zur Kohäsion des gecoateten Produkts, erheblich schwieriger. Das Verfahren wird üblicherweise im Mischer oder Wurster-Coater durchgeführt. Für ausgewählte Fette und Wachse wurden Kristallisationseigenschaften, Oberflächenspannungen u.a. in einem Vorgängerprojekt (AiF 17643 N) bereits untersucht. Eine Herausforderung liegt jedoch in der sich ändernden Kohäsion während des Coatingprozesses, Delaminierungseffekten und der einstellbaren Schichtdicke.

Eine interessante neue Anwendung gibt es bei Aromastoffen, hier spielt die Partikelgröße eine entscheidende Rolle, da feine Stoffe mit 30 µm Größe im Mund nicht mehr als partikulär wahrgenommen werden. Beim Coaten dieser Partikelgrößen stößt man allerdings verfahrenstechnisch an Grenzen. Partikel dieser Größe können nur schwer vereinzelt oder fluidisiert werden.

Ziel des Forschungsvorhabens war es, aufbauend auf den Ergebnissen und Daten des Vorgängerprojekts AiF 17643 N Prozessstrategien zu entwickeln, mit denen Coatingschichten mit vorgegebener Dicke und Homogenität erreicht werden können. Dabei sollte vor allem auch die tatsächlich erreichte Schutzwirkung als

Qualitätsmerkmal berücksichtigt werden. Im Fokus standen Material- und Prozessparameter, wie die Benetzbarkeit, die Neigung zur Agglomeration und die Abkühl- und Verfestigungsgeschwindigkeit.

Forschungsergebnis

Im Rahmen des Vorhabens wurden die Hauptprozessparameter für das schmelzbasierte Coating an einer Einzelpartikelcoatinganlage, Wirbelschicht, Luftgleitschicht, Pflugscharmischer und an einer vibrierten Wirbelschicht untersucht. Zudem wurden quantifizierbare Messgrößen für das Überzugsmaterial bestimmt, um die Coatingqualität von Schmelzcoatings vorherzusagen und um dadurch aufwändige Entwicklungszeiten und hohe Kosten reduzieren zu können. Im Einzelnen wurden Ergebnisse zu folgenden Aspekten erzielt:

- Bestimmung und Quantifizierung des Fließverhaltens und Fluidisierungsverhaltens von Schmelzcoating-Produkten in einem fluidisierten Rheometer
- Bestimmung des Schmelzverhaltens und Kristallisationsverhaltens von natürlichen Coatingmaterialien
- Quantifizierung der Prozesstemperatur auf die Schichtstrukturbildung in einer Einzelpartikelcoatinganlage mit Palmfett
- Bestimmung des Benetzungsverhaltens verschiedener Materialien, inklusive der Oberflächenenergien, Oberflächenspannung und temperaturabhängigen Dichte
- Bestimmung und Identifikation von Prozessbedingungen auf die Qualität der Endprodukte
- Entwicklung einer Bildauswertungsmethode zur Bestimmung der schichtdickenbeeinflussenden Prozessparameter
- Bestimmung der Delaminationswahrscheinlichkeit verschiedener Materialien in Abhängigkeit der Prozessbedingungen
- Schmelzcoating-Verfahrensvergleich mit sehr feinem Material auf drei verschiedenen Anlagen (vibrierte Wirbelschicht, Pflugscharmischer und Luftgleitschicht)

Als Versuchsstoffe wurden in den ersten Arbeitspaketen Kernmaterialien mit möglichst definierter Morphologie verwendet (Kugelförmige Cellets und Sugarspheres). Als Überzugsmaterialien wurden die lebensmittelzugelassenen Fette und Wachse Palmfett, Bienenwachs, Reiskleiewachs und Carnaubawachs eingesetzt, die eine direkte Übertragbarkeit zu aktuell in der Industrie eingesetzten Stoffen ermöglichen.

<u>AP I Messung der Kohäsion gecoateter Partikel durch ein fluidisiertes Rheometer</u>

Es wurden die Adhäsionskräfte, die stark von Coating beeinflusst werden, in einem fluidisierten Rheometer untersucht. Die Ergebnisse und gewonnenen Erkenntnisse konnten anschließend auf bestehende Wirbelschichtanlagen oder den Pflugscharmischer übertragen werden. Es zeigte sich, dass kleine Partikel, Feuchtigkeit und auch der Einsatz von Bienenwachs die Agglomerationsneigung deutlich erhöhen können. Die gewonnenen Erkenntnisse eignen sich deshalb sowohl für das Pflugscharmischercoating als auch für den Wirbelschicht-Prozess, damit die Prozesse stabil, sicher und erfolgreich durchgeführt werden können.

<u>AP II Untersuchung des Kristallisations- und Benetzungsverhaltens sowie des Schichtaufbauverhaltens anhand von Modellpartikeln im Levitator mit Wärmebildkamera</u>

Parallel zu den in den Coatingapparaten durchgeführten Arbeiten wurden Vergleichsexperimente in einer Einzelkugelanlage (Levitator) durchgeführt, um geräteunabhängig Materialeigenschaften besser zu verstehen. Die Temperaturentwicklung und damit die Aushärtekinetik konnten direkt über eine Wärmebildkamera und ein DSC mitverfolgt und untersucht werden. Das auf einem Träger durch Sprühen erzeugte Coating wurde anschließend in einem Mikro-Computertomographen auf Schichtstruktureigenschaften untersucht. Mit Hilfe eines Drop-Shape-Analyzers konnte zudem das temperaturabhängige Benetzungsverhalten verschiedener Materialien untersucht werden. In Summe konnte damit der temperaturabhängige Schichtaufbau definiert zurückverfolgt werden.

AP III Schichtdickenhomogenität des Coatings im Mikro-Computertomographen und Analyse der Schutzwirkung

Das auf Partikel mit den unterschiedlichen Verfahren applizierte Coating wurde in einem µ-Computertomographen auf Schichtdicke, Delamination und Porenfreiheit untersucht. Eine neuentwickelte Analysemethode ermöglichte eine detaillierte Untersuchung der Schichtstruktur und die Ermittlung von schichtdickenbeeinflussenden Prozessparametern. Weiterhin konnte die minimale Coatingmenge für ein vollständiges Coating bestimmt werden und mit einer Freisetzungskinetik verglichen werden. Darüberhinaus wurde die Delamination von Schmelzcoatingprodukten näher untersucht. Es zeigte sich, dass Delamination besonders für Palmfett-Coatings ein sehr ausgeprägtes Phänomen ist, welches über eine gezielte Prozesstemperaturführung beeinflusst werden kann.

AP IV Coaten von feinstem Material und Bestimmung der notwendigen Menge an Coatingmaterial

Die im Rahmen von AP I - III gewonnenen Verfahrensparameter und Erkenntnisse wurden in diesem Arbeitspaket auf verschiedene Anlagen übertragen. Feines Material kann in der vibrierten Wirbelschicht fluidisiert werden, ebenso kann es in einem Pflugscharmischer dispergiert werden. Es wurden Coatings von besonderes feinem Puderzucker mit 14 und 25 µm Größe in der vibrierten Wirbelschicht, im Pflugscharmischer sowie in der Luftgleitschicht untersucht und anschließend verglichen. Minimale und maximale Coatingmengen konnten anlagenspezifisch bestimmt werden und Vor- und Nachteile der jeweiligen Verfahren aufgezeigt werden. Für die Untersuchungen wurden u.a. Freisetzungstests der erzeugten Produkte durchgeführt sowie Partikelgrößenanalysen mittels Laserbeugung, um die Agglomerationsneigung zu bestimmen.

Wirtschaftliche Bedeutung

Die Ergebnisse sind für eine Vielzahl von Unternehmen aus unterschiedlichen Industriezweigen von Relevanz, vor allem aber für die Lebensmittelindustrie. Während hohe Kosten bei kleinen Chargengrößen bei Pharmazeutika eine untergeordnete Rolle spielen, müssen Verfahren in der Lebensmittelproduktion kostengünstig und für große Produktmengen geeignet sein. Der apparative und prozesstechnische Aufwand muss begrenzt sein. Die Ergebnisse eröffnen daher für Hersteller und Anwender von Coatingmaterialien die Option zur Qualitätssteigerung und Kostenreduktion. Das Coating in einer vibrierten Wirbelschicht erweitert zusätzlich die Applikationsmöglichkeiten, was insbesondere für eine geringe taktile Wahrnehmung von Aromastoffen interessant sein kann. In der Lebensmittelindustrie werden gecoatete Produkte insbesondere in der Süßwaren-, Gewürz-, Fleisch- und Backwarenbranche eingesetzt. Mit den Erkenntnissen wird kleinen und mittelständischen Unternehmen (KMU) eine Methode zur Verfügung gestellt, die es ihnen ermöglicht, mit definiert gecoateten, feinen pulverförmigen Produkten wachsenden Anforderungen an die Produktqualität zu genügen und eröffnet ihnen damit einen innovativen Markt.

Die erzielten Forschungsergebnisse können direkt in unterschiedliche Schmelzcoating-Prozesse umgesetzt werden. Zum Beispiel können Prozessparameter, wie die Prozesstemperatur, in einer Wirbelschicht angepasst werden, um eine Delamination zu vermeiden. Hierdurch kann die Produktqualität direkt gesteigert werden. Darüber hinaus helfen die durchgeführten Schichtdickenanalysen und Analysen zur Schutzwirkung, die minimale Coatingmenge für ein Produkt besser einzustellen und stellen gleichzeitig eine Interpretationshilfe für eigene Ergebnisse und Beobachtungen dar. Neuproduktentwicklungen können dadurch deutlich beschleunigt werden. Eine weitere Hilfe für Unternehmen stellt der Verfahrensvergleich aus AP IV dar. Dieser hilft zum einen bei der Prozessanpassung und Produktentwicklung von besonders feinem Material, zum anderen stellt er aber auch eine Entscheidungshilfe bei Neuinvestitionen von Großanlagen dar.

Die Forschungsergebnisse bieten für alle Teilbranchen der Lebensmittelindustrie, die gecoatete pulverförmige Stoffe als Prozesshilfsmittel, Zutat oder Hauptprodukt verwenden, ein enormes Entwicklungspotential.

Publikation (Auswahl)

1. FEI-Schlussbericht 2022.
2. Woerthmann, B. M., Totzauer L. & Briesen, H.: Delamination and Wetting Behavior of Natural Hot-Melt Coating Materials. Powder Technol. 404, 117443, https://doi.org/10.1016/j.powtec.2022.117443 (2022).
3. Woerthmann, B. M. & Briesen, H.: Schmelzcoating – Nutzung von µCT-Daten zur gezielten Erzeugung homogener Schichtstrukturen. Lebensmittelbr. 1, 33-36. (2022).
4. Woerthmann, B. M., Lindner, J. A., Kovacevic, T., Pergam, P., Schmid, F. & Briesen, H.: A novel method for assessing the coating uniformity of hot-melt coated particles using micro-computed tomography. Powder Technol. 378, 51-59. (2021).

Weiteres Informationsmaterial

Technische Universität München
School of Life Sciences
Forschungsdepartment Life Science Engineering
Lehrstuhl für Systemverfahrenstechnik
Gregor-Mendel-Straße 4, 85354 Freising
Tel.: +49 8161 71-3272
Fax: +49 8161 71-4510
E-Mail: heiko.briesen@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:
Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz
aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages

AiF Forschungsnetzwerk Mittelstand
FEI FORSCHUNGSKREIS DER ERNÄHRUNGSINDUSTRIE E.V.
IGF Industrielle Gemeinschaftsforschung

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 Klimaschutz aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Bildnachweis - Seite 1: © Wolfgang Mücke - Fotolia.com #40796835

Stand: 1. September 2022