

Emulsionen schonend granulieren

Wie die Produkt- und Prozessoptimierung unter Verwendung künstlicher neuronaler Netze funktioniert, illustriert eine Fallstudie am Beispiel einer Verkapselung. Ein flüssiges Matrixmaterial, das die einzubettende Aktivsubstanz enthält, wird dabei sprühgranuliert.

TEXT: Michael Jacob, Glatt Ingenieurtechnik FOTOS: Glatt Ingenieurtechnik

Die Produkt- und Prozessoptimierung gewinnt in allen Bereichen der Industrie zunehmend an Bedeutung. Zum Beispiel müssen Lebensmittel und Produkte zur Tierernährung mit Fokus auf hohe Ausbeuten an Aktivstoffen und gleichzeitig niedrigen Formulierungskosten entwickelt werden. Ein kontinuierlich betriebener Strahlschichtapparat wurde benutzt, um den Prozess durchzuführen. Als ein typisches industrielles Anwendungsbeispiel wird in diesem Beitrag die Verkapselung flüchtiger Stoffe, wie zum Beispiel Aromen, Parfümöle oder PUFAs (mehrfach gesättigte Fettsäuren) in dichte und frei fließfähige Granulate erläutert. Dieser Prozess verbessert die Lagerstabilität und schützt die Produkte vor Sauerstoff und ist mit einem kontinuierlich arbeitenden Strahlschichtapparat durchführbar.

In den vergangenen Jahren hat Glatt Ingenieurtechnik die Apparate-Baureihe ProCell entwickelt, die Sprühgranulation, Agglomeration sowie Coating ermöglicht. Diese basiert auf dem Strahlschichtprinzip. Bedingt durch das spezielle Fluidisierungsverhalten und die dadurch hervorgerufene Partikelbewegung im Prozessraum zeichnen sich Strahlschichtgeräte durch eine Reihe von Vorteilen im Vergleich zur konventionellen Wirbelschicht aus. Insbesondere die Möglichkeit, bei geringer Verweilzeit zu arbeiten und dadurch die Temperaturbelastung für die Produkte zu minimieren, erlaubt es, ProCell-Apparate für Verkapselungsprozesse zu nutzen.

Derartige Prozesse sind ökonomisch realisierbar, indem Emulsionen sprühgranuliert werden. Die Emulsion besteht im einfachsten Fall aus einem Öl-in-Wasser-System. Hierzu wird ein wasserunlöslicher Aktivstoff (etwa Aromen,

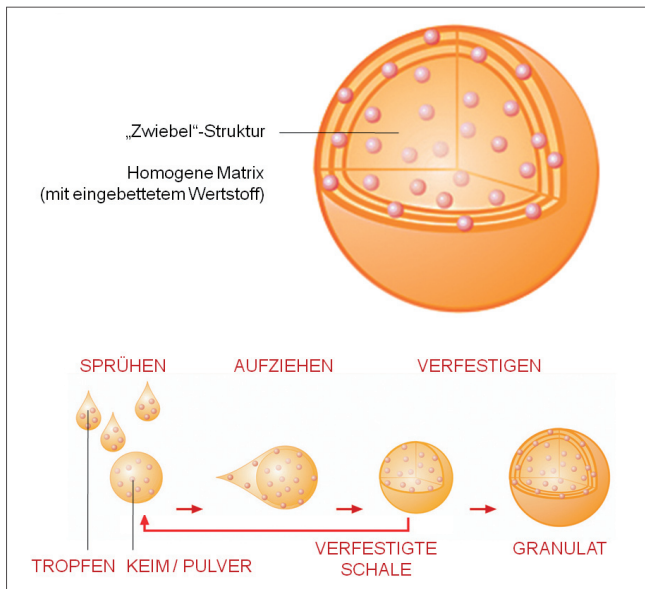
Parfümöle oder PUFAs) homogen in einer wasserbasierten Matrixlösung suspendiert. Die Matrix bildet im Prozess die feste Partikelstruktur, in welcher der Aktivstoff physikalisch eingebettet ist.

Schalenförmiges Partikelwachstum

Zunächst wird die Emulsion in den Prozessraum eingesprüht. Die Sprühtropfen treffen auf die fluidisierten Partikel und benetzen deren Oberfläche, wodurch sich ein Flüssigkeitsfilm bildet. Im Falle von wasserbasierenden Emulsionen trocknet der Flüssigkeitsfilm durch das erwärmte Fluidisierungsgas (in der Regel Warmluft). Durch die Verdampfung sinkt die Gastemperatur sofort und die Partikel im Prozessraum werden bei relativ niedrigen Temperaturen aufgebaut. Dieser Effekt erlaubt die Verarbeitung empfindlicher Produkte, wie zum Beispiel von Aromaölen. Durch die Trocknung wird der Flüssigkeitsfilm in eine Feststoffschicht überführt und die Partikel wachsen schalenförmig.

Die Effizienz des Prozesses sowie die Produktqualität hängen von den Prozessbedingungen und den Formulierungsparametern ab. Um diese Abhängigkeiten zu untersuchen wurden systematische Experimente im Labormaßstab mit einer modular aufgebauten Anlage vom Typ ProCell LabSystem durchgeführt.

In den verschiedenen Experimenten wurden Parameter wie Produkttemperatur im Prozessraum, Emulsions-Sprührate und mittlere Verweilzeit des Feststoffes variiert. Die Zulufttemperatur passte man entsprechend der gewünschten Produkttemperatur und Sprührate an. Basie- >



Die Matrix bildet im Prozess die feste Partikelstruktur, in die der Aktivstoff physikalisch eingebettet ist.

rend auf einer Massenbilanz und der Füllmenge im Apparat wurde die mittlere Verweilzeit des Feststoffes berechnet. Zusätzlich zu den Prozessbedingungen untersuchte das Team verschiedene Zusammensetzungen der Sprühflüssigkeit. Die vorliegende Studie beinhaltet verschiedene Matrix-Formulierungen, zusätzliche Additive, Wasser als Lösungsmittel und unterschiedliche Aktivstoffe.

Das Projekt umfasste insgesamt 36 einzelne Experimente. Dabei wurden zu definierten Zeitpunkten Proben am kon-



Bei der Studie im Einsatz: die Laboranlage ProCell LabSystem.

tinuierlichen Produktaustrag genommen. Jede Probe wurde physikalisch und chemisch analysiert. Als ein Maß für die Verkapselungsqualität wurde eine Ausbeute definiert als Quotient aus aktiver gemessener Konzentration und aktiver theoretischer Konzentration.

Entsprechend den Prozessbedingungen und Eigenschaften der Emulsion wurden unterschiedliche Produktqualitäten erzielt. Insgesamt zeichneten sich alle Granulate durch eine sehr kompakte und feste Struktur aus.

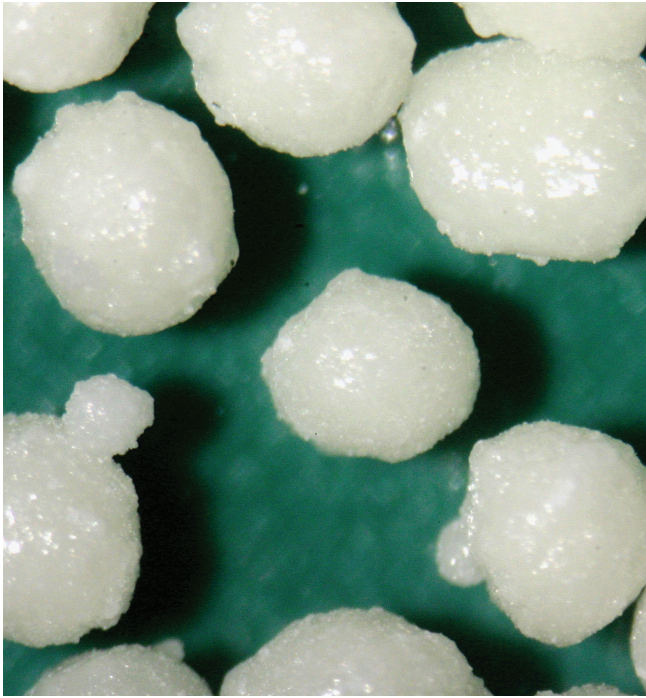
Ziel: maximale Ausbeute

Ausgehend von den Versuchsergebnissen waren die Formulierung der Sprühflüssigkeit und die Prozessparameter zu optimieren, um eine maximale Ausbeute des Aktivstoffes im Produkt zu erhalten. Darüber hinaus sollte die Partikelgröße im gewünschten Bereich sein. Zunächst durchlief man einen Datenvorverarbeitungsschritt unter Nutzung der Prozessbedingungen und dazugehörigen Produkteigenschaften. Die erzeugten Datensätze dienen zum Aufbau eines künstlichen neuronalen Netzes (aNN) als statistisches Prozessmodell. In der Fallstudie wurden zwölf Eingabeparameter und drei Ausgabeparameter (mittlere Partikelgröße, Gehalt am Aktivstoff im Produkt, Ausbeute) für das Prozessmodell verwendet. Zur Prüfung der Prognosen des erzeugten Netzes wurden die experimentell gewonnenen Datensätze zusammen mit den Vorhersagen aus dem neuronalen Netz grafisch ausgewertet.

Es konnte festgestellt werden, dass die Vorhersagegenauigkeit aus dem Prozessmodell ausreicht. Demzufolge kann das neuronale Netz als sehr wertvolles Prozessmodell verwendet werden. Darauf aufbauend wurden Analysen durchgeführt, um den Einfluss von Prozess- und Stoffparametern auf die Produkteigenschaften zu untersuchen und die Ausbeute sowie die Formulierungskosten zu optimieren. Es zeigt sich als deutlicher Trend, dass die Ausbeute durch Erhöhung der Sprütrate und Absenkung der Produkttemperatur maximiert werden kann und dass eine höhere Sprütrate im Allgemeinen zu größeren Granalien führt. Dieses Wachstum erfolgt bei geringeren Produkttemperaturen schneller. Eine andere wesentliche Größe ist die Masse an Partikeln im Apparat. Dieser Wert repräsentiert zusammen mit der Partikelgrößenverteilung, die Partikeloberfläche, die für Wärme- und Stoffaustauschprozesse zur Verfügung steht.

Geringe Verweilzeit erhöht Ausbeute

Meist erhöht eine geringere mittlere Verweilzeit die Ausbeute. Diese kann zusätzlich durch erhöhte Sprütraten gesteigert werden. Qualitative Unterschiede zeigen sich bezüglich des Einflusses von Verweilzeit und Sprütrate auf die erzeugten Partikelgrößen. Die Verweilzeit besitzt keinen großen Einfluss auf die Partikelgröße bei geringen Sprütraten. Bei höheren Sprütraten vergrößert sich der Verweilzeiteinfluss.



Produktbeispiel eines Granulates mit verkapseltem Orangenöl (Mikroskop).

Die einzelnen Parameter sind mal mehr und mal weniger sensitiv hinsichtlich der Ausbeute und Partikelgröße. Typischerweise hängen die einzelnen Werte und Tendenzen sehr stark von dem betrachteten Aktivstoff (in diesem Fall vom Öl) ab. Allgemeingültig ist festzustellen, dass höhere Ölbeladungen nur unter Verwendung optimierter Matrixrezepturen sinnvoll umgesetzt werden können.

Die Fallstudie zeigt die Einsetzbarkeit künstlicher neuronaler Netze zur Produkt- und Prozessoptimierung. Im Falle der Verkapselung von flüchtigen Substanzen konnten sehr wertvolle Informationen herausgearbeitet werden. Die Ergebnisse der Studie belegen, dass ein Prozess, der bei geringen Verweilzeiten betrieben werden kann, zur Verkapselung flüchtiger Komponenten in granulare Strukturen vorzugsweise einzusetzen ist. Hierfür bieten die innovativen Apparate der Baureihe ProCell Vorteile im Vergleich zu herkömmlichen Wirbelschichtapparaten. Das Prinzip der Fluidisierung erlaubt die Verdüsung auch bei sehr geringen Füllmengen. Darüber hinaus unterstützen die hohen Scherkräfte im Bedüsungsbereich eine gleichmäßige Flüssigkeitsfilmbildung und minimieren Tendenzen zur Agglomeration. □

[> MORE@CLICK PAK90116](#)