

Druckhomogenisation niedrig- und hochviskoser Emulsionen

Einfache und multiple Emulsionen

GIT (2011) 266-268



► Prof. Dr. habil. Gerald Muschiolik, Food Innovation Consultant, Potsdam



Abb. 1a: Labor-Druckhomogenisator HH20, gesamt

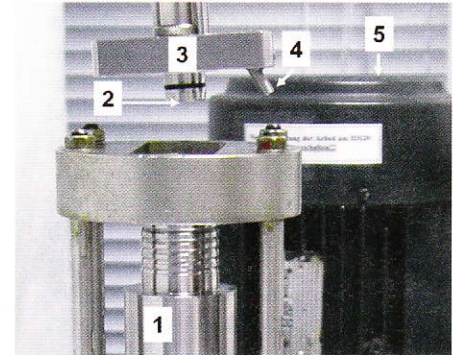


Abb. 1b: HH20, Detail; 1: Zylinder mit Kolbenvorschub für Voremulsion; 2-4: Emulgieraufsatz mit austauschbarem Düsensystem, siehe Abb. 1; 4: Emulsionsaustritt aus dem Emulgieraufsatz; 5: E-Motor (1,1 kWh) für die Hydraulikpumpe (max. Öldruck 16 MPa)

Der folgende Artikel beschreibt die Labor-Druckhomogenisation, die einfache Herstellung kleiner Emulsionsmengen (ab 20 ml) ermöglicht. Durch den Austausch der Düsensysteme können definierte Emulsionen von dünnflüssig bis pastös unter definierten Bedingungen hergestellt werden. Die Charakterisierung der Emulgiereigenschaften von Emulgatoren und zur Rezeptentwicklung von einfachen und multiplen Emulsionen wird ebenfalls beschrieben.

In der Grundlagenforschung zur Ermittlung techno-funktioneller Eigenschaften von isolierten und modifizierten amphiphilen Stoffen pflanzlichen und tierischen Ursprungs steht die Aufgabe, mit kleinen Präparatmengen deren Eigenschaften in realen Systemen zu testen. Werden z.B. Effekte molekularer Veränderungen auf die Grenzflächenaktivität (Grenzflächendruck und -adsorption) von definierten reinen Proteinpräparaten, Proteinfractionen oder neuen synthetischen Emulgatoren ermittelt, ist die Korrelation dieser Eigenschaften mit der Emulsionsbildung von Interesse. Hierfür sind jedoch Untersuchungen unter reproduzierbaren Emulgierbedingungen erforderlich.

Da die Isolierung und chemische, enzymatische oder physikalische Modifizierung von reinen Proteinpräparaten und anderen amphiphilen Stoffen sehr aufwändig ist und oft nur kleine Präparatmengen zur Verfügung stehen, ergibt sich die Notwendigkeit praktischer Tests mit kleinen Probenmengen.

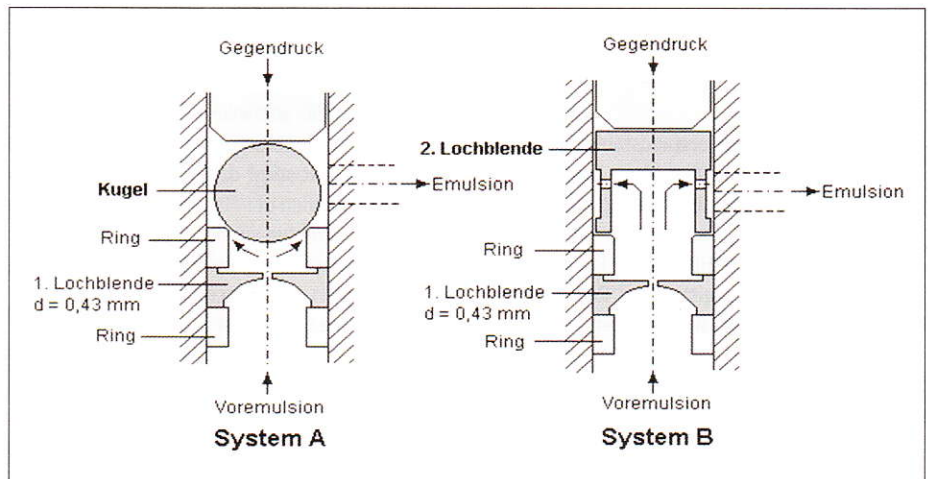


Abb. 2: Austauschbare Emulgiersysteme für Labor-Druckhomogenisator HH20
System A: Nach der 1. Lochblende verschließt eine angedrückte Kugel die 1. Kammer (Ringspalt), nach Überwindung des Ringspaltes gelangt die feindispersierte Probe über eine 2. Kammer zum Ausgang
System B: Nach der 1. Lochblende passiert die Probe die 1. Kammer (Turbulenzkammer) und nachfolgend durch eine weitere Lochblende die 2. Kammer mit dem Ausgang

Beschreibung der Emulgiermethodik

In den Zylinder des Labor-Druckhomogenisators (HH20, Abb. 1a und 1b) werden Voremulsionen (20-ml-Charge) eingefüllt und mittels Kolben (Ölhydraulik) durch ein System mit variabler Düsenanordnung (Abb. 2, System A oder B) und definiertem Vorschub gepresst. Dadurch ergeben sich je nach Düsensystem, das beim System A durch eine 1. Lochblende und ein kugelventilähnliches Dispersiersystem charakterisiert ist, unterschiedliche Strömungsgeschwindigkeiten, die das Emulgierergebnis bestimmen.

Beim System B, wo ein durch den Austausch der Kugel gegen eine zweite Lochblendenkammer erfolgt (1), können hochviskose Emulsionen über einen schnelleren Kolbenvorschub stärker turbulenten Strömungen ausgesetzt werden. Weiterhin ist es möglich, mit dem System B multiple Emulsionen (z.B. $W_1/O/W_2$, Abb. 3) herzustellen, indem mittels System A eine feindisperse W_1/O -Emulsion hergestellt wird (z.B. bei 8 MPa), die dann mit geringem Energieeintrag (z.B. mittels Flügelrührer) in eine W_2 -Phase vordispersiert und nachfolgend mittels System B bei 0,4 bis 0,7 MPa diese multiple Voremulsion mit geringem

Volumenstrom nachemulgiert wird (2,3). Auf diese Weise können die W_1 -haltigen O-Tropfen in der Partikelgröße definiert eingestellt werden (z. B. O-Tropfen 5 bis 7 μm , W_1 -Tropfen etwa 0,8 bis 0,9 μm). Der Erhaltungsgrad der W_1 -Phase in der multiplen Emulsionen beträgt bei optimaler Einstellung des Druckes zu 98 %, oberhalb von 1 MPa steigt der Verlust der W_1 -Phase an (Abb. 4).

Das hier vorgestellte Druckemulgiersystem, das auch leicht handhabbar und zu reinigen ist, wurde bisher erfolgreich für die Charakterisierung der Emulgiereigenschaften von Biopolymerpräparaten und Emulgatoren, sowie für die Entwicklung niedrig- und hochviskoser Lebensmittel- und Kosmetikemulsionen eingesetzt. Die Leistungsparameter für den HH20 sind in Tabelle 1 zusammengefasst, Emulgierergebnisse werden in den Tabellen 2 und 3 gegenübergestellt.

Details des Emulgierprinzips

Sowohl bei Anwendung des Systems A als auch des Systems B wird die Voremulsion mit einem Volumenstrom von 1 l/h bis 72 l/h durch eine erste Lochblende \varnothing 0,43 mm mit einem Druck von 0,4 bis 10 MPa gepresst und gelangt in System A in eine zylindrische Kammer, die durch eine Kugel (\varnothing 5,9 mm) verschlossen ist und mittels Runddrahtfeder (Kraft 24,6 N) angedrückt wird. Hier bildet sich bei Überwindung der Federkraft ein sehr enger Spalt zwischen der Kugel und der ringförmigen Kugelaufgabe. Es wird

Tab. 1: Parameter Labor-Druckhomogenisator HH 20

Parameter	Emulgiersystem A	Emulgiersystem B
Probenvolumen (Voremulsion)	20 ml	20 ml
mittlerer Durchsatz (bezogen auf mögliche Anzahl der Durchläufe pro Stunde)	2,8 l/h (144 niedrig-viskose Proben/h)	2,0 l/h (102 hochviskose Proben/h)
Volumenstrom, Beispiele	~ 33 l/h (bei $\eta < 500 \text{ mPa s}$)	~ 1 l/h bis 33 L/h (bei $\eta \sim 1 - 17 \text{ Pa s}$)
	~ 15 l/h (bei $\eta \sim 0,5 - 1,0 \text{ Pa s}$)	72 l/h (bei $\eta < 100 \text{ mPa s}$)
Strömungsgeschwindigkeit an der 1. Lochblende	1,1 - 13,9 m/s	1,1 - 13,9 m/s
Strömungsgeschwindigkeit am Ringspalt (Kugel)	139 m/s (bei Spaltbreite 0,01mm)	–
Strömungsgeschwindigkeit an der 2. Lochblende	–	~ 0,07 - 0,3 m/s
Arbeitstemperatur (Vortemperierung Emulgieraufsatz und Zylinder)	10 bis 60 °C	10 bis 60 °C
Partikelgrößenbereich O/W*	> 0,7 μm ($d_{3,2}$)	~ 2 - 10 μm ($d_{4,3}$) einstellbar
Partikelgrößenbereich W/O*	> 0,7 μm ($d_{3,2}$)	–
Partikelgrößenbereich W/O/W (O-Tropfen)*	–	~ 4 - 10 μm ($d_{4,3}$) einstellbar
regulierbarer Dispergierdruck (Hydraulikstempel)	6 - 10 MPa	0,4 - 4,0 MPa

* emulgatorabhängig

Tab. 2: Vergleich des Emulgiereffektes bei der Herstellung von Öl-in-Wasser-Emulsionen (O/W 30/70) mit verschiedenen Homogenisiersystemen, Sonnenblumenöl, 1 % Emulgator (4)

Emulgator	Emulgiersystem A				Emulgiersystem B, 2 Bohrungen á 2 mm***			
	Volmenstrom* l/h Druck	Druck MPa <i>bar</i>	Partikelgröße $d_{3,2}$ μm	Aggregationsfaktor**	Volmenstrom* l/h	Druck MPa <i>bar</i>	Partikelgröße $d_{3,2}$ μm	Aggregationsfaktor**
Milkenproteinisolat, nativ	3,5	55	1,77	1,0	4,9	5	7,00	1,0
	23,7	60	1,47	1,0	24,5	20	2,20	1,0
	72,0	70	1,30	1,0	72,0	40	1,66	1,0
Milkenprotein-konzentrat, partiell denaturiert	3,5	55	2,36	2,5	4,9	5	5,61	1,0
	23,7	60	2,32	2,8	24,5	20	2,32	1,0
	72,0	70	2,25	3,3	72,0	40	2,47	1,9
Tween	3,5	55	1,63	–	4,9	5	5,26	–
	23,7	60	1,32	–	24,5	20	1,93	–
	72	70	1,14	–	72	40	1,38	–

* an der 1. Lochblende;

** ermittelt in 0,2 %iger SDS-Lösung; 1,0 keine Tropfenaggregation

*** das 2. Düsen-system hat zwei gegenüberliegende Bohrungen (Abb. 1, System B)

Tab. 3: Vergleich des Emulgiereffektes verschiedener Emulgiersysteme beim Emulgieren von Rohmilch (mittlere Partikelgröße $d_{3,2}$ 3,4 μm)

Emulgiersystem	Druck MPa	Volumenstrom L/h	Partikelgröße $d_{3,2}$, μm	
			1 x homogenisiert	2 x homogenisiert
HH20, System A	8,0	33,0	0,99	0,87
HH20, System B 2 Bohrungen á 2 mm	1,0	16,8	2,79	3,00
	3,5	39,6	1,94	1,26

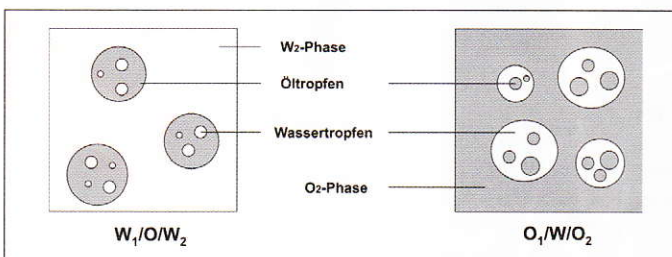


Abb. 3: Varianten der Phasenverteilung in multiplen Emulsionen

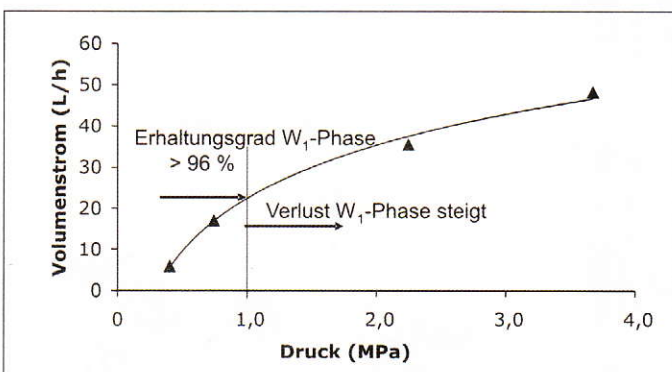


Abb. 4: Einfluss von Emulgiertdruck und Volumenstrom bei der Herstellung multipler Emulsionen W1/O/W2 auf den Erhaltungsgrad der W1-Phase beim Einsatz von Emulgiersystem B (2)

bendruckes ist der HH20 mit einem Stromregelventil (SUN-Hydraulik) und einem Druckbegrenzungsventils (Bosch) ausgestattet. Dadurch ist es möglich, den Volumenstrom und den Druck den gewünschten Emulgierebedingungen anzupassen. Die Überwachung der Druckbedingungen (Hydraulikdruck) erfolgt über einen elektronischen Druckschalter PS100RG12S (Honeywell).

Somit kann einerseits ein Emulgieren mit geringem Druck bzw. geringerem Volumenstrom und andererseits mit hohem Druck und hohem Volumenstrom durch Auswahl der Düsen-systeme A und B realisiert werden. Auf diese Weise ist zugleich der Energieeintrag durch die Auswahl unterschiedlicher Düsen möglich und es kann eine Änderung der Tropfenzerkleinerung im stärker laminaren oder turbulenten Fluss realisiert werden (detaillierte Strömungsuntersuchungen stehen noch aus).

Zusammenfassung

Mit dem Druckhomogenisator HH20 können bei geringem Proben-volumen unter definierten Bedingungen niedrig bis hochviskose einfache und multiple Emulsionen hergestellt sowie die Emulgiereigenschaften unterschiedlichster amphiphiler Stoffe und Stoffkombinationen definiert charakterisiert werden. Zur Realisierung einer großtechnischen Nutzung des hier vorgestellten sehr variablen Labor-Emulgiereprinzips wäre eine Vervielfältigung des Systems unter Beibehaltung der Düsen-geometrie und eine kontinuierliche Zuführung der Voremulsion mit einstellbarem Volumenstrom notwendig.

Die Literaturliste ist direkt beim Autoren erhältlich.

Die Konstruktion des HH20-Grundgerätes erfolgte durch Herrn Dr.-Ing. Wolf-Eberhard Heyer, die Druckregelung wurde durch Herrn Dipl. Ing. Wolf-Rüdiger Schmidt konzipiert.

KONTAKT

Prof. Dr. habil. Gerald Muschiolik
Food Innovation Consultant
Potsdam
Tel.: 0331/5054-158
fax: 0331/5054-714
www.muschiolik.de