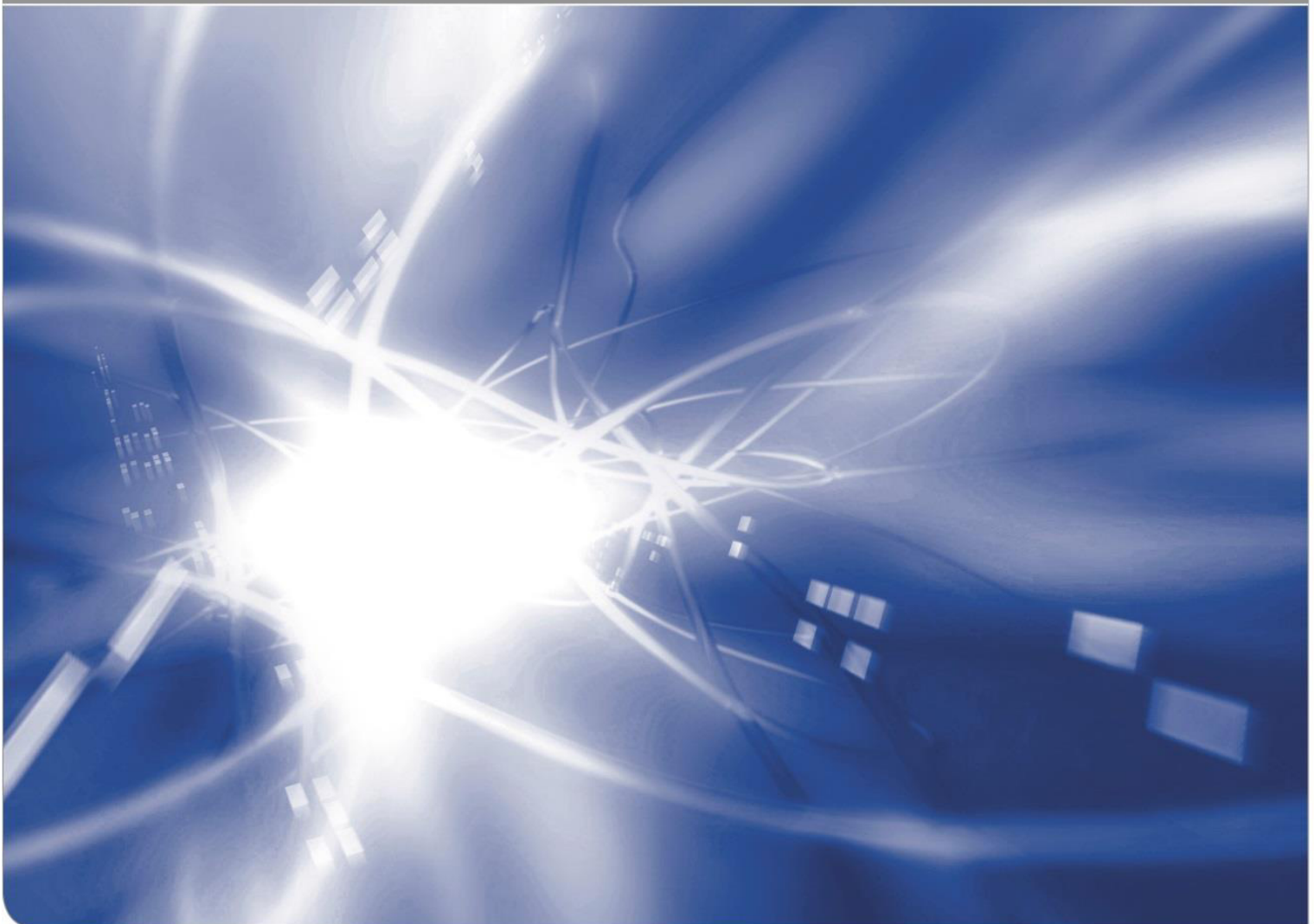


Anwendung des Megatron Inline-Dispergierers zur Herstellung verschiedener disperser Systeme

von Gabriela Saavedra Isusi, Nico Leister, Jasmin Reiner, Ulrike van der Schaaf und Heike P. Karbstein

KIT SCIENTIFIC WORKING PAPERS 146



Institut für Bio- und Lebensmitteltechnik
Teilinstitut I: Lebensmittelverfahrenstechnik

Der Inline-Dispergierer war eine Leihgabe von Kinematica AG

Institut für Bio- und Lebensmitteltechnik
Teilinstitut I: Lebensmittelverfahrenstechnik
Gotthard-Franz-Straße 3
76131 Karlsruhe

<http://lvt.bl.t.kit.edu/>

Impressum

Karlsruher Institut für Technologie (KIT)
www.kit.edu



Dieses Werk ist lizenziert unter einer Creative Commons Namensnennung –
Weitergabe unter gleichen Bedingungen 4.0 International Lizenz (CC BY-SA 4.0):
<https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/deed.de>

2020

ISSN: 2194-1629

Anwendung des Megatron Inline-Dispergierers zur Herstellung verschiedener disperser Systeme

Kapitel:

- 1.) *Gabriela I. Saavedra Isusi* (gabriela.saavedra@kit.edu):
Herstellung von pektinbasierten Mikrogelpartikeln
- 2.) *Nico Leister* (nico.leister@kit.edu):
Herstellung von Doppelemulsionen mit variablem Füllgrad
- 3.) *Jasmin Reiner* (jasmin.reiner@kit.edu):
Herstellung von Emulsionen mit kristalliner Dispersphase

Zeitraum der Versuche: August bis Oktober 2018

Herstellung von pektinbasierten Mikrogelpartikeln

Gabriela Saavedra

Hintergrund

Sehr viele Lebensmittel, wie zum Beispiel Mayonnaisen und Dressings, sind disperse Systeme, die aus den nicht mischbaren Phasen Öl und Wasser bestehen (McClements 2016). Diese Systeme sind thermodynamisch instabil und tendieren dazu, sich durch unterschiedliche Vorgänge wie Koaleszenz oder Aufräumen bzw. Sedimentieren einer Phase zu entmischen. Unter der Verwendung von Emulgierhilfsstoffen lassen sich diese Systeme dennoch herstellen und über einen längeren Zeitraum stabilisieren. Eine Möglichkeit, kinetisch stabile Systeme zu erhalten, ist die Bildung von Pickering-Emulsionen. Derartige Emulsionen werden durch Feststoffpartikel stabilisiert, welche in die Grenzfläche zwischen Öl und Wasser eingebracht sind und somit ein Verschmelzen einzelner Öltröpfen verhindern. Als Partikel werden häufig anorganische Feststoffpartikel, z.B. Silicapartikel, verwendet. Diese sind jedoch keine natürlichen Stoffe und werden daher häufig als nicht lebensmitteltauglich eingestuft (Linke und Drusch 2018). Eine Alternative zu konventionellen Pickering-Partikeln bietet Mikrogele aus Biopolymeren.

Mikrogele sind Partikel im Mikro- bis Nanometerbereich, die Gelnetzwerke sind. Diese Partikel besitzen daher sowohl die Eigenschaften von Gelen und Kolloiden als auch vom Polymer selbst. Die Kombination aus diesen Eigenschaften ermöglicht den Einsatz von Mikrogele in Produkten, in denen das reine nicht-vernetzte Polymer nicht anwendbar wäre. Dennoch werden Mikrogele bislang nur in kleinen Maßstäben produziert und der Fokus der aktuellen Forschung liegt bei den funktionellen Eigenschaften der Partikel selbst. Demnach wird die Herstellungsmethode von Mikrogele nach Trial-and-Error entwickelt, was die industrielle Einsetzbarkeit solcher Partikeln erschwert. Eine Methode, Mikrogelpartikeln zu produzieren, ist die Emulsionspolymerisation. Hierfür wird die Polymerlösung in Öl emulgiert und die einzelnen Tropfen wirken als Reaktionsräume, wo die Gelierung stattfindet. Dadurch entstehen runde Mikrogelpartikeln mit monomodalen Partikelgrößenverteilungen, da die Gelierung im Polymertropfen stattfindet. Dennoch fehlt eine systematische Untersuchung der Einflüsse der relevanten Prozess- und Rezepturparametern auf die Eigenschaften der hergestellten Mikrogelpartikeln. Daher wurden pektinbasierte Mikrogelpartikeln mit einem Megatron Inline-Dispergierer hergestellt und der Einfluss der Prozessbedingungen, wie z.B. die Drehzahl, auf die Partikelgröße systematisch untersucht.

Experimentelles

Materialien:

Niedrigmethylverestertes Pektinsäure (später „Pektin“ genannt) wurde von Herbstreith und Fox KG (Neuenbürg/Deutschland) bereitgestellt. Lebensmittelechtes Calciumcarbonat (Vernetzer) wurde von Carl Roth (Karlsruhe, Deutschland) gekauft. Reines Rapsöl (später „Öl“ genannt) wurde bei FLOREAL Haagen GmbH (Saarbrücken, Deutschland) gekauft. Das Polymer-Vernetzer-Verhältnis wurde auf $R = 0,5$ gesetzt, um die stöchiometrische Gelierung des Pektins zu gewährleisten.

Um Calciumcarbonat in Wasser lösen zu können, wurde Glucon-delta-Lacton (GdL) von Alfa Aesar (Karlsruhe, Deutschland) verwendet. GdL dissoziiert langsam in Wasser in D-

Gluconsäure und hydrolysiert dann zu Gluconat und H^+ . $CaCO_3$ reagiert mit den freien H^+ -Ionen und dissoziiert in Ca^{2+} , Wasser und CO_2 . Somit ist es möglich die Gelierung des Pektins mit den Calcium-Ionen zu verlangsamen und Pektintropfen in Wasser zu formen, bevor diese vollständig geliert und feststoffähnlich sind.

Emulsionspolymerisation:

Das Emulsionspolymerisationsverfahren wurde als Mikrogel-Herstellmethode ausgewählt. Hierfür wurde eine Polymer-in-Öl-Emulsion hergestellt, in der die Polymertropfen in definierten Tropfengrößen gelieren. Die kontinuierliche Phase war Öl mit einem öllöslichen Emulgator. Für die kontinuierliche Phase wurde 1 % Polyglycerin-Polyricinoleat (PGPR) in Öl mithilfe eines Dispergierstabs bei 10,9 m/s (16 000 rpm) für 2 Minuten dispergiert.

Die disperse Phase war eine wässrige Pektinlösung, mit Calciumcarbonat und GdL versetzt. Hierfür wurden 2 Gew.-% Pektin in kochendem VE-Wasser mithilfe eines Dispergierstabs bei 12,9 m/s (19 000 rpm) für 3 min gelöst. Anschließend wurden 0,280 g $CaCO_3$ und 0,999 g GdL-Pulver der Pektinlösung zugegeben. Die angegebenen Mengen beziehen sich auf die stöchiometrischen Mengen einer vollständigen Gelierung des Pektins bei vollständiger Dissoziation des Calciumcarbonats. Nach der Zugabe beider Pulver wurde die Pektinlösung dem Öl zugegeben. Für die Emulsionspolymerisation wurde eine Zahnkranz-Dispergiermaschinen Megatron MT 3000 (Kinematica AG, Luzern, CH) benutzt. Dieser Apparat wurde ausgewählt, da die Viskosität der Polymer-in-Öl Emulsion sehr hoch ist. Der Zahnkranz-Dispergierer war in der Lage das hochviskose Medium zu fördern und zu homogenisieren. Außerdem, die Reinigung nach jedem Versuch fiel leichter als bei anderen Geräten, da alle Teile sich leicht demontieren lassen.

Um die Auswirkung der Drehzahl auf die Mikrogelpartikelgröße zu untersuchen, wurde die Pektin-in-Öl-Emulsion bei 3 verschiedenen Drehzahlen fein dispergiert. Diese betragen 15.000, 20.000 und 25.000 rpm.

Die resultierende Mikrogelpartikelgröße wurde mittels statischer Laserbeugung bestimmt. Hierzu wurde ein HORIBA LA-950 Laserbeuger (Retsch Technology GmbH, Haan, Deutschland) verwendet.

Ergebnisse:

Eine gezielte Einstellung der Mikrogelpartikelgröße ist für die Wunschanwendungen ein sehr wichtiges Kriterium. Für die Verwendung als Pickering-Partikeln und als Emulgierhilfsstoff sind Mikrogele unter 1 μm besonders geeignet. Außerdem sedimentieren Mikrogele dieser Größe in der Zielanwendung nicht Daher war es wichtig zu wissen, wie sich der Prozessparameter Drehzahl auf die Mikrogelgrößenverteilung auswirkt. Außerdem sollte durch die Untersuchungen beurteilt werden können, ob sich eine konventionelle Emulgiermaschine, wie ein Zahnkranz-Dispergierer, für die Mikrogelherstellung eignet. Dadurch sollte ersichtlich werden, ob Mikrogelpartikel mit industriell relevanten Prozessen und Apparaten herstellbar sind.

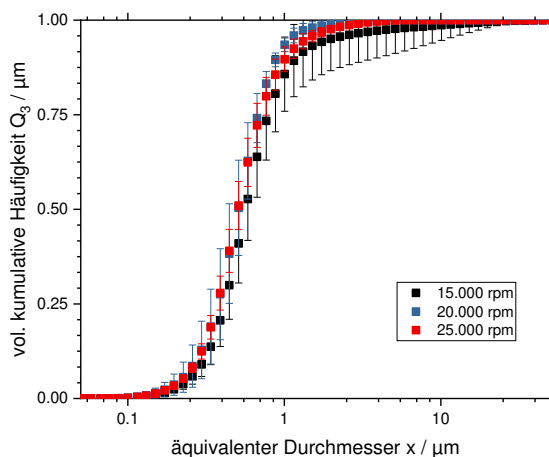


Abbildung 1: Partikelgrößenverteilung der hergestellten Mikrogelen

Abbildung 1 zeigt die Partikelgrößenverteilungen Q_3 der untersuchten Mikrogelen. Wie man in der Abbildung zu sehen ist, sind der $x_{90,3}$ Wert der Mikrogelpartikeln ca. $1 \mu\text{m}$ groß. D.h., dass 90 % der hergestellten Mikrogelpartikeln unter $1 \mu\text{m}$ groß sind, bei jeder untersuchten Drehzahl. Somit wird die Anforderung an der Größe der Partikeln für die Wüschanwendungen erfüllt.

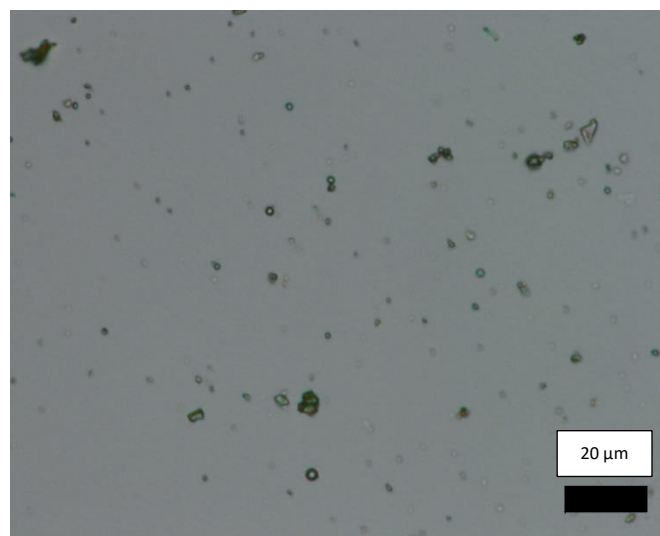


Abbildung 2: Mikrogelen hergestellt bei 20.000 rpm

Abbildung 2 zeigt eine Mikroskopaufnahme der hergestellten Partikeln bei 20.000 rpm, unter 50-fache Vergrößerung. Wie man in der Abbildung zu sehen ist, stimmen die Messwerte mit der Mikroskopaufnahme zum größten Teil überein. Im Bild sind auch Partikelagglomerate zu sehen, die als größere Partikeln erscheinen.

Wie in Abbildung 1 zu erkennen ist, wird die Mikrogelgröße kaum von der Drehzahl des Dispergierers beeinflusst. Das Emulgierergebnis hängt u.a. vom Tropfenaufbruch ab. Die zerkleinerungswirksame Spannungen muss die formerhaltenden Spannungen des Tropfens überwinden. So ist für den Tropfenaufbruch ist Deformation über einen kritischen Wert und über eine kritische Zeit notwendig. Im untersuchten System ist es ersichtlich, dass die Erhöhung der Drehzahl keine Auswirkung auf die Tropfengröße hat. Also wird es vermutet, dass eine minimale Tropfengröße erreicht wurde. Um kleineren Tropfen erzeugen zu können,

musste man mehr Energie in das System reinbringen. Dies kann man mit der Erhöhung der Drehzahl und der Verweilzeit realisieren. Da die Drehzahlerhöhung zu keiner Reduktion der Tropfengröße geführt hat, wird es vermutet, dass die Verweilzeit nicht ausreichend ist, um kleinen Tropfen zu erzeugen. Allerdings war es eine Zirkulation der Probe nur erschwer umsetzbar, da eine externe Förderpumpe notwendig gewesen wäre. Deshalb wurden keine weiteren Versuche hierfür gemacht.

Schlussfolgerung

Der Inline-Dispergierer Megatron bietet sich als Alternative zur Herstellung von Mikrogelpartikeln mittels Emulsionspolymerisationsverfahren an. Da die Polymer-in-Öl-Emulsion hoch viskos ist, eignet sich die Zahnkranz-Maschine, um ein homogenes Emulgierergebnis zu gewährleisten.

2. Herstellung von Doppelemulsionen mit variablem Füllgrad

Nico Leister

Hintergrund

Emulsionen sind Systeme, die aus mindestens zwei nicht ineinander mischbaren Flüssigkeiten bestehen. Im Allgemeinen lassen sich zwei Grundtypen unterscheiden: Wasser-in-Öl (W/O) Emulsionen und Öl-in-Wasser (O/W) Emulsionen. Neben den Grundtypen existieren komplexere Emulsionsstrukturen, sogenannte multiple Emulsionen. Hierbei besitzen Wasser-in-Öl-in-Wasser (W1/O/W2) Doppelemulsionen aufgrund ihrer Struktur ein großes Anwendungspotential. Einerseits kann mit einer Doppelemulsion eine konventionelle Lebensmittelemulsion in ihrem Kaloriengehalt reduziert werden, indem ein Teil des Öls im Tropfen durch Wasser ersetzt wird, andererseits kann eine gezielte Freisetzung von wasserlöslichen Substanzen aus der inneren Wasserphase erreicht werden. Diese Anwendung ist vor allem für Kosmetik- und Pharmazieanwendungen von großem Interesse.

Allerdings sind diese Systeme, bedingt durch die verhältnismäßig großen W1/O-Tropfen in der äußeren Phase, nicht stabil gegen Aufrahmen. Dies äußert sich in einem inhomogenen Erscheinungsbild der Emulsion. Eine Möglichkeit, das Aufrahmen zu verhindern, ist das Angleichen der Dichten der äußeren W2-Phase und der W1/O-Phase. Es wird dabei angenommen, dass die Dichte der W1/O-Tropfen durch einen höheren Füllgrad, d.h. einen höheren Anteil an innerem Wasser W1, erhöht werden kann, siehe Abbildung 1. Um dies untersuchen zu können, müssen Doppelemulsionen mit verschiedenen Füllgraden hergestellt werden. Um Instabilitäten wie Koaleszenz der Tropfen und Diffusion zwischen den Wasserphasen dabei konstant zu halten, ist es notwendig, trotz der veränderten Phasenanteile ähnliche Tropfengrößen zu erhalten.

Die Herstellung von Doppelemulsionen erfolgt üblicherweise in zwei Emulgierschritten. Zuerst wird die innere W/O-Emulsion hergestellt. Dabei sind sehr kleine Tropfengrößen erwünscht. Im zweiten Schritt wird diese innere Emulsion dann in der äußeren Wasserphase dispergiert. Dabei ist es notwendig, die Emulsion nicht mehr zu stark zu belasten, damit die innere Wasserphase nicht bereits während des Emulgierens freigesetzt wird. Darum werden häufig verschiedene Emulgierapparate und -parameter für die verschiedenen Schritte verwendet.

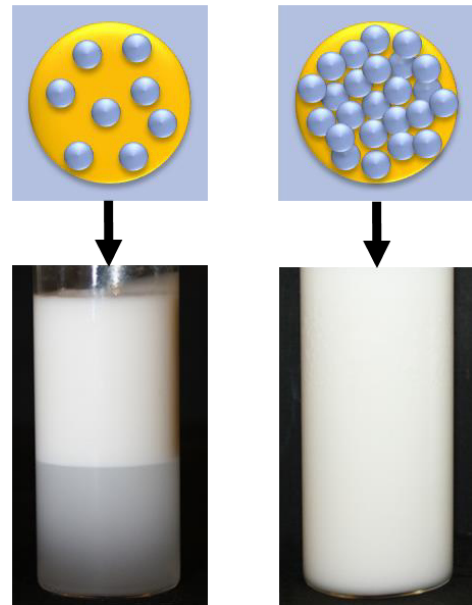


Abbildung 1: Emulsionen nach 24 Stunden Lagerzeit. Links mit großem Dichteunterschied und sichtbarer Phasentrennung, rechts mit hohem Füllgrad und einer guten Lagerstabilität.

Experimentelles

Materialien:

Als disperse Phase wurde eine Lösung aus Wasser und 0,35 wt% Natriumchlorid (Carl Roth, Reinheit 99,8 %) verwendet. Natriumchlorid dient hierbei als osmotisch aktive Substanz, um der Diffusion des inneren Wassers in die äußere Phase entgegen zu wirken. Als Ölphase wurde Rapsöl mit 4 wt% Polyglycerin-Polyricinoleat, kurz PGPR, verwendet (PGPR 4150, Palsgaard). PGPR ist ein Wasser-in-Öl-Emulgator und dient der Stabilisierung der inneren Wassertropfen gegen Koaleszenz. Als kontinuierliche Phase wurde 4 wt% Polyvinylalkohol in Wasser (PVOH 28-99, Kuraray Europe GmbH) verwendet. Polyvinylalkohol soll dabei die Öltropfen stabilisieren und erhöht gleichzeitig die Viskosität der äußeren Phase.

Herstellung der Doppemulsion:

Um eine W/O/W-Emulsion herstellen zu können, wird zunächst eine W/O-Emulsion hergestellt. Die Herstellung der Rohemulsion wurde mit dem Propellerrührer durchgeführt. Dafür wurde dieser auf 400 rpm eingestellt und die disperse Phase zur kontinuierlichen Phase tropfenweise hinzugefügt und für weitere zwei Minuten gerührt. Im Anschluss daran wurde die Rohemulsion mit einer Zahnkranzdispergiermaschine Megatron MT 3000 (Kinematica AG, Luzern, CH) zu einer Feinemulsion verarbeitet. Die Verhältnismäßig hohe Viskosität von Rapsöl als kontinuierlicher Phase, als auch der Dispersphasenanteil von 70 % führen zu einer sehr hohen Viskosität und Fließgrenze der Emulsion. Um diese trotzdem emulgieren zu können, wurde eine Schlauchpumpe (SCi 323 Watson-Marlow GmbH, Rommerskirchen), mit drei Rollen und einem Durchsatz von 695,8 g/min vor der Zahnkranzdispergiermaschine eingesetzt. Die Emulgierparameter waren 10.000 rpm (Umfangsgeschwindigkeit 13,6 m/s) bei einem zweireihigen Zahnkranz und einer Passage durch den Scherspalt.

Die W/O-Emulsion wurde mit einem Dispersphasenanteil von 70 % hergestellt und dann nachträglich auf verschiedene Dispersphasenanteile von 50 % sowie 30 % verdünnt. Dazu wurde die Emulsion tropfenweise der kontinuierlichen Phase hinzugefügt und anschließend bei 400 rpm (Umfangsgeschwindigkeit 1,26 m/s) für zwei Minuten mit einem Propellerrührer zu einer homogenen Masse verrührt. Durch dieses Vorgehen kann eine konstante Tropfengrößenverteilung in der inneren Emulsion gewährleistet werden.

Aus den drei W/O-Emulsionen (70 / 50 / 30 %) wurden W/O/W-Emulsionen hergestellt. Die W/O-Emulsion wird unter Rühren der PVOH-Lösung zugetropft. Im Anschluss wird die so entstandene Rohemulsion für zwei Minuten bei 400 rpm mit dem Propellerrührer gerührt. Um die W/O/W-Emulsion als Feinemulsion herstellen zu können, wird eine Kolloidmühle IKAmagiclab (IKA-Werke GmbH & Co. KG, Breisgau) verwendet. Die äußere Emulsion wurde bei einer Spaltbreite von 0,623 mm und einer Drehzahl von 6000 rpm (Umfangsgeschwindigkeit 8,8 m/s) in zwei Passagen emulgiert.

Ergebnisse:

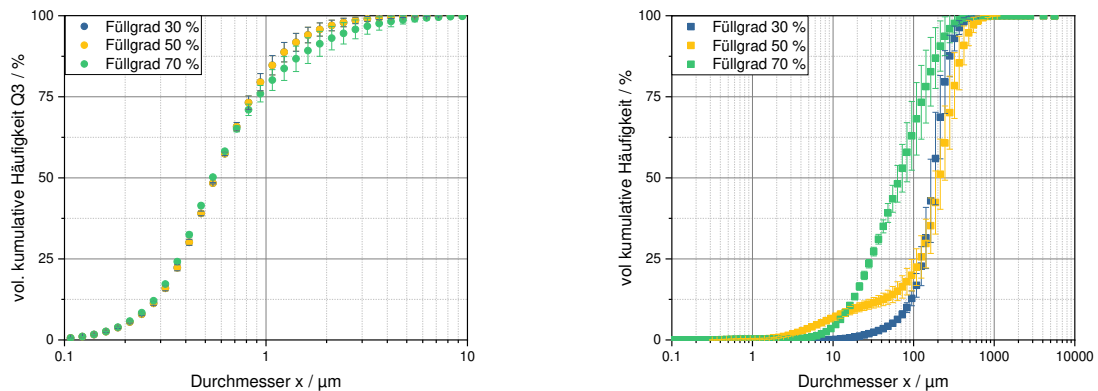


Abbildung 2: Tropfengrößenverteilung der inneren Wassertropfen (links) und der äußeren Öltropfen (rechts) bei verschiedenen Füllgraden.

Abbildung 2 zeigt die inneren und äußeren Partikelgrößenverteilungen Q3 der hergestellten Doppelemulsionen. Die Tropfengrößenverteilung der inneren Wassertropfen ist dabei konstant. Durch die Verdünnung der W/O-Emulsion verändert sich die Tropfengrößenverteilung nicht. Mit einem mittleren Tropfendurchmesser von $0,5 \mu\text{m}$ sind die inneren Wassertropfen klein genug, um in einer Doppelemulsion verkapselt zu werden.

Die resultierende Öltropfengrößenverteilung liegt bei etwa $100 \mu\text{m}$. Bei niedrigen Füllgraden liegen die Tropfengrößen nah beieinander, bei einem Füllgrad von 70 % werden die Tropfen etwas kleiner. Das kann darauf zurückzuführen sein, dass sich die Viskositätsverhältnisse zwischen den Phasen durch die Verdünnung geändert haben, oder dass es unter der Scherbelastung zu Phaseninversionseffekten kommt. Insgesamt lässt sich jedoch sagen, dass die Tropfengrößen trotz allem ähnlich sind. Und ein Vergleich der Aufrahmggeschwindigkeiten miteinander dadurch möglich ist.

Schlussfolgerung

Der Inline-Dispergierer Megatron bietet sich als Möglichkeit an, hochviskose Emulsionen mit hohen Dispersphasenanteilen und daraus resultierenden hohen Viskosität herzustellen. Durch dieses Vorgehen können dann Doppelemulsionen hergestellt werden, die bei gleicher Öltropfengröße stabiler gegen Aufrahmen sind.

3. Herstellung von Emulsionen mit kristalliner Dispersphase

Jasmin Reiner

Hintergrund

Emulsionen mit (teil-)kristalliner Dispersphase haben einen weiten Anwendungsbereich in der chemischen und Life Science Industrie. Sie fungieren beispielsweise als hochleistungsfähige Trenn- und Schmiermittel oder als kolloidale Trägersysteme zur gezielten und kontrollierten Wirkstofffreisetzung.

Aufgrund des ausgeprägten viskoelastischen Verhaltens erfolgt die Herstellung solcher Systeme üblicherweise in einem zweistufigen Schmelzemulgierprozess: Zunächst wird die disperse Phase oberhalb ihrer Schmelztemperatur emulgiert und anschließend durch Abkühlen in eine Feststoffsuspension überführt. Die dispers verteilten Tropfen können nach dem Abkühlen flüssig unterkühlt, amorph oder kristallin vorliegen. Die entstehenden Strukturen können von Partikel zu Partikel unterschiedlich sein und somit in unvollständiger Kristallisation resultieren und kolloidale Prozesse wie (partielle) Koaleszenz und Agglomeration während Transport und Lagerung auslösen. Dies kann die geforderte Produktqualität und Anwendungseigenschaften maßgeblich beeinträchtigen und in einigen Fällen zur vollständigen Phasentrennung führen. Viele kolloidale Prozesse in Emulsionen mit flüssiger Dispersphase können durch Zugabe grenzflächenaktiver Stoffe (z.B. Emulgatoren) oder Makromolekülen (z.B. Verdicker), oder durch die Herstellung möglichst kleiner Emulsionstropfen reduziert werden. Der Erfolg dieser Gegenmaßnahmen lässt sich aufgrund der Kristallisation der dispersen Phase jedoch nicht 1 zu 1 auf Schmelzemulsionen übertragen.

Zur Lösung dieser Herausforderungen ist es notwendig, den Zustand der Schmelzemulsion nach der Herstellung sowie die durch kolloidale Vorgänge verursachten Eigenschaftsänderungen der Emulsion während Lagerung und Transport systematisch, aber getrennt voneinander zu untersuchen. Nur so können stoffsystemübergreifende Konzepte zur Stabilisierung der Schmelzemulsionen erarbeitet werden. Für die Stabilität dieser Suspensionen ist eine möglichst enge Partikelgrößenverteilung, sowie möglichst kleine Partikel von Vorteil. Die Einstellung der Partikelgrößen erfolgt durch Einstellung der Tropfengrößen während des Emulgierens im flüssigen Zustand. Daher ist es wichtig, die Partikelgröße gezielt einstellen zu können. Hierfür wurde systematisch der Einfluss der Prozessparameter unter Verwendung des Megatron Inline-Dispergierers untersucht.

Experimentelles

Die hergestellten Emulsionen bestanden aus 1 wt% Docosan (95 % Reinheit, $T_m = 44 \text{ °C}$; Sasol, Hamburg, Deutschland) und 1 wt% Tween[®] 20 (Carl Roth, Karlsruhe, Deutschland), sowie 98 wt% Reinstwasser. Zur Herstellung des Reinstwassers wurde destilliertes Wasser unter Verwendung einer Milli-Q[®] Aufbereitungsanlage (Barnsted[™] MicroPure[™]; Thermo Fischer Scientific, Waltham, MA, USA) aufgereinigt.

Zunächst wurde Tween[®] in Reinstwasser bei einer Temperatur von 54 °C gelöst, was 10 K über dem Schmelzpunkt der dispersen Phase liegt. Dann wurde Docosan zur temperierten Emulgatorlösung gegeben und für 15 min geschmolzen. Anschließend erfolgte die Herstellung der Rohemulsion mittels Propellerrührer für 5 min bei einer Umfangsgeschwindigkeit von 500 rpm (1,3 m/s).

Die Feinemulsion wurde mit der Zahnkranz-Dispergiermaschine Megatron MT 3000 (Kinematica AG, Luzern, CH) bei Umfangsgeschwindigkeiten von 2000 rpm (2,7 m/s), 7000 rpm (9,5 m/s) und 15000 rpm (20,4 m/s) hergestellt, um den Einfluss des Energieeintrages auf die resultierende Partikelgröße zu untersuchen. Um die Kristallisation der dispersen Phase während des Feinemulgierens zu verhindern, wurde die Dispergiermaschine zunächst durch mehrere Durchläufe mit 80 °C heißem Wasser vorgeheizt. Die Emulsionen wurden über Nacht unter Rühren im Eisbad gekühlt.

Die resultierende Partikelgröße wurde mittels statischer Laserbeugung (Horiba LA-950, Retsch Technology GmbH, Haan, Deutschland) bestimmt und der disperse Zustand mit einem Polarisationsmikroskop (Eclipse LV100NC, Nikon, Tokio, Japan) untersucht. Mit dem Polarisationsmikroskop ist es möglich, kristalline Partikel und flüssig unterkühlt vorliegende Tropfen zu unterscheiden.

Ergebnisse:

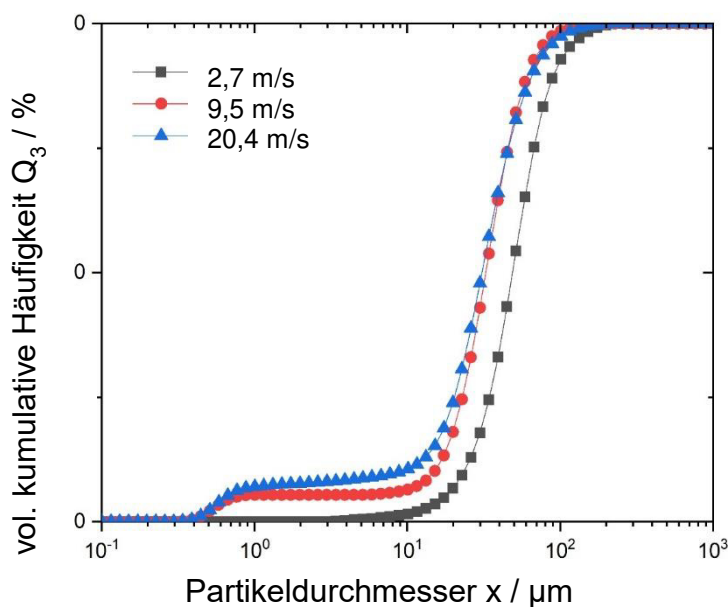


Abbildung 1: Partikelgrößenverteilung der hergestellten Suspensionen.

Abbildung 1 zeigt die Partikelgrößenverteilungen Q_3 der hergestellten Schmelzemulsionen. Die Suspension hergestellt bei einer Umfangsgeschwindigkeit von 2,7 m/s zeigt eine monomodale Partikelgrößenverteilung mit einem Sauterdurchmesser von 44,01 μm (vgl. Tabelle 1). Die Partikelgrößenverteilungen der bei höheren Umfangsgeschwindigkeiten und somit höherem Energieeintrag hergestellten Emulsionen, sind sowohl bei 9,5 m/s als auch bei 20,4 m/s bimodal. Mit steigendem Energieeintrag steigt der Feingutanteil der Partikel beim untersuchten Stoffsystem an.

Tabelle 1: Sauterdurchmesser der hergestellten Suspensionen

Umfangsgeschwindigkeit	Sauterdurchmesser
2,7 m/s	44,01 μm
9,5 m/s	8,84 μm
20,4 m/s	6,84 μm

Die polarisationsmikroskopischen Aufnahmen in Abbildung 2 zeigen die kristallisierten Partikel nach dem Abkühlen. Die Partikel der bei 2,7 m/s emulgierten Suspension sind rund und im Größenbereich, den auch die Messung der Partikelgrößenverteilung ergab. Vereinzelt sind Aggregate zu erkennen. Auf den Bildern der bei höheren Energieeinträgen hergestellten Suspensionen sind mehr kleine Partikel zu erkennen, jedoch auch in beiden Fällen viele Aggregate und unförmige Partikel.

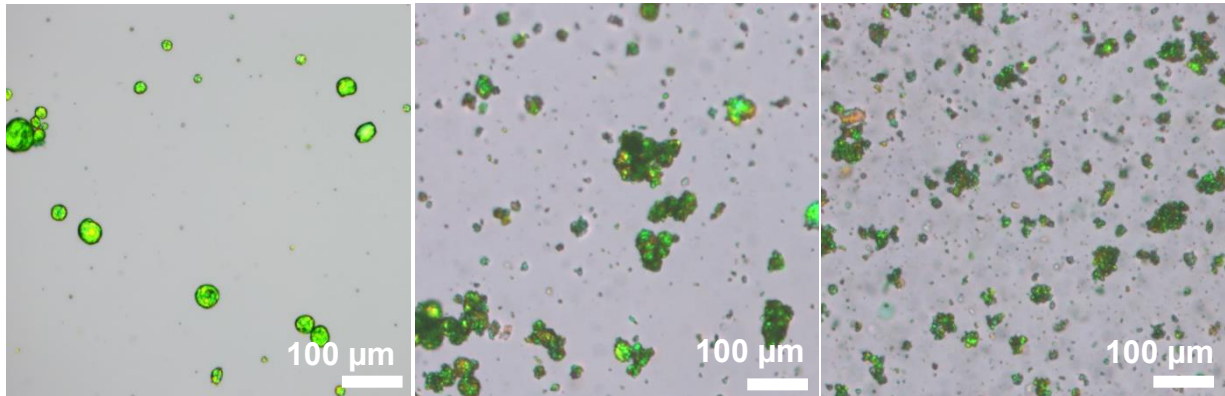


Abbildung 2: Polarisationsmikroskopische Aufnahmen der Suspensionen hergestellt bei Umfangsgeschwindigkeiten von 2,7 m/s, 9,5 m/s und 20,4 m/s (von links nach rechts).

Diese Aggregate sind somit verantwortlich für die Bimodalität der Partikelgrößenverteilungen und nicht die ungleichmäßige Zerkleinerung der Dispersphase im Inline-Dispergierer. Diese Aggregate können sowohl beim anschließenden Abkühlschritt, oder aber bereits im Megatron entstanden sein.

Schlussfolgerung

Der Inline-Dispergierer Megatron eignet sich prinzipiell zur Herstellung von Emulsionen mit kristalliner Dispersphase. Jedoch resultierte ein erhöhter Energieeintrag beim untersuchten System aufgrund überlagerter Aggregationsvorgänge nicht in kleineren Partikelgrößen und einer engen –verteilung.

KIT Scientific Working Papers
ISSN 2194-1629

www.kit.edu