

Untersuchung zum Einfluss grenzflächenaktiver Inhaltsstoffe auf Kristallisations- und Umkristallisationsvorgänge in Emulsionstropfen in Abhängigkeit von Herstell- und Lagerbedingungen

J. Reiner, H.P. Karbstein (ehemals Schuchmann), Karlsruher Institut für Technologie KIT, Institut für Bio- und Lebensmitteltechnik, Teilinstitut I: Lebensmittelverfahrenstechnik LVT, Karlsruhe/Deutschland

(Teil-)Kristalline Dispersionen werden in der Life-Science-Industrie häufig als kolloidale Trägersysteme für die gezielte und kontrollierte Freisetzung bioaktiver Substanzen eingesetzt. Die Verkapselung dieser Substanzen in kolloidalen lipophilen Systemen wie Dispersionen ermöglicht den Einsatz in wässrigen Systemen. Aufgrund des ausgeprägten viskoelastischen Verhaltens des Verkapselungsmaterials werden diese Systeme in der Regel in einem zweistufigen Schmelzemulgiervorgang hergestellt: Zunächst wird die disperse Phase oberhalb ihrer Schmelztemperatur emulgiert und anschließend durch Unterkühlung in eine kristalline Dispersion überführt.

Die Kristallisation im Bulk ist ein gut verstandener Prozess, wohingegen die Kristallisation von Tröpfchen in einer Emulsion wesentlich komplexer ist. Im Gegensatz zur Bulkkrystallisation kristallisieren dispergierte Tropfen einzeln und stochastisch. In einem Tropfenkollektiv findet man daher oft flüssig unterkühlte und/oder amorphe neben kristallinen Partikeln. Während des Transports und der Lagerung laufen kolloidale Prozesse wie vollständige oder partielle Koaleszenz, Aggregation und Rekrystallisation auf. Rekrystallisationsvorgänge und Umlagerungen der Kristallstruktur resultieren makroskopisch in einer Formveränderung der ursprünglich runden Partikel. Auch werden bereits während der Kristallisation Verformungen von runden Tropfen zu Plättchen beobachtet. Die beschriebenen Umlagerungen und Vorgänge beeinträchtigen die Qualität der Dispersion bei Transport und Lagerung und führen teilweise zum vollständigen Verlust der Anwendungseigenschaften. Sie werden nicht nur durch die Prozessbedingungen, sondern auch durch die Molekülstruktur der an den Grenzflächen zur Tropfenstabilisation eingesetzten Emulgatoren beeinflusst.

In unseren Arbeiten suchen wir daher nach Charakterisierungsmethoden, die es uns ermöglichen diese kolloidalen Vorgänge in einzelnen Tropfen eines Kollektivs beobachten und systematisch analysieren zu können. Gängige Methoden wie die dynamische Differenzkalorimetrie, die Röntgenbeugung oder die Ultraschallspektromet-

rie sind nicht in der Lage, Kristallisationsereignisse in einzelnen Tropfen zu verfolgen. Im Beitrag berichten wir über ein neuartiges direktes thermooptisches Verfahren zur Beschreibung des Kristallisationsverhaltens von Tröpfchen mit einer Mindestgröße von 1 μm [1]. Der Nachweis und die Charakterisierung einzelner Kristallisationsereignisse in Einzeltropfen und Tropfenclustern ist ebenso möglich wie die Bestimmung von Partikelgröße und Morphologie. Das Verfahren ermöglicht die Unterscheidung zwischen flüssigen und kristallinen Strukturen während des Kristallisationsprozesses. Dieser Beitrag fokussiert v.a. auf makroskopische Formänderungen durch Rekristallisationsvorgänge bei definierten Temperaturen oder Temperaturschwankungen in Abhängigkeit des Einflusses der Molekülstruktur des Emulgators. Wir korrelieren die mikroskopischen Studien an Tropfenkollektiven mit der Lagerstabilität entsprechender Dispersionen.

[1] Abramov, Serghei; Ruppik, Patrick; Schuchmann, Heike P. (2016): Crystallization in Emulsions. A Thermo-Optical Method to Determine Single Crystallization Events in Droplet Clusters. In: *Processes* 4 (3), 25. DOI: 10.3390/pr4030025.