



FORSCHUNGSKREIS DER
ERNÄHRUNGSINDUSTRIE E.V.

F&E

Dokumentation

01IF23169N

**„Bedeutung von Protein und Lipidphase bei
der Entwicklung veganer Milch- und
Sahnealternativen“**

– Zwischenbericht 2024 –

**Projekt der Industriellen
Gemeinschaftsforschung**



Forschungseinrichtung 1:

Technische Universität Berlin
Institut für Lebensmitteltechnologie und Lebensmittelchemie
FG Lebensmitteltechnologie und -materialwissenschaften
Königin-Luise-Straße 22, 14195 Berlin
Tel.: +49 30 314-71821, Fax: +49 30 314-71492
E-Mail: stephan.drusch@tu-berlin.de, Internet: www.lmtc.tu-berlin.de

Projektleiter:

Prof. Dr. Stephan Drusch/M.Sc. Kerstin Risse

Forschungseinrichtung 2:

Technische Universität Berlin
Institut für Lebensmitteltechnologie und Lebensmittelchemie
FG Lebensmittelverfahrenstechnik
Straße des 17. Juni 135/TK 1, 10623 Berlin
Tel.: +49 30 314-27551, Fax: +49 30 314-27557
E-Mail: eckhard.floeter@tu-berlin.de, Internet: www.lmtc.tu-berlin.de

Projektleiter:

Prof. Dr. Eckhard Flöter/M.Sc. Felix Geisendörfer

Forschungseinrichtung 3:

Karlsruher Institut für Technologie (KIT)
Institut für Bio- und Lebensmitteltechnik
Teilinstitut I: Lebensmittelverfahrenstechnik
Kaiserstraße 12, 76131 Karlsruhe
Tel.: +49 721 608-43609, Fax: +49 721 608-45967
E-Mail: ulrike.schaaf@kit.edu, Internet: http://lvt.blk.kit.edu/

Projektleiter:

Prof. Dr. Ulrike van der Schaaf/M.Sc. Philipp Schochat

Eine Publikation dieses Berichts oder der hierin aufgeführten Daten
ist ohne Zustimmung der Projektleitung nicht gestattet.

Bewilligungszeitraum: 01.11.2023 – 30.04.2026

... ein Projekt der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF)

Gefördert durch:



Das o. g. IGF-Vorhaben der Forschungsvereinigung Forschungskreis der Ernährungsindustrie e. V. (FEI), Godesberger Allee 125, 53175 Bonn, wird/wurde im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Datum des Berichts: 15.02.2025

Zusammenfassung

Ziel des vorliegenden Forschungsvorhabens ist die Schaffung einer Datengrundlage zur Vereinfachung der Rohstoff- und Prozessauswahl bei der Herstellung veganer Milch- und Sahnealternativen. Die Projektbearbeitung ist in drei Phasen eingeteilt: Definition geeigneter Stoffsysteme, Untersuchung kritischer Einflussfaktoren und Übertragung der Erkenntnisse auf die Praxis. Hinsichtlich der Auswahl geeigneter Stoffsysteme liegt der Fokus zum einen auf der Grenzfläche der Öl-in-Wasser-Emulsionen und zum anderen auf der dispergierten Fettphase. Die Gewinnung und Charakterisierung der Proteine (Erbse und Hafer) in AP1 sowie die Bestimmung der Protein-Phospholipid-Zusammensetzung in AP2 werden gemäß des Projektplans abgearbeitet. Hierbei sind ausreichend pflanzliche Proteine (Erbse) zur Verfügung gestellt worden und deren Einsatzmengen in Kombination mit den einzusetzenden Phospholipiden für die Weiterarbeit bestimmt. In AP3 wird eine Auswahl an Fettphasenkombinationen untersucht. Dabei ist sowohl auf Oleogelierung mit Wachsen und Ethylcellulose als auch auf TAG-Strukturierung eingegangen worden. Für die Weiterarbeit wird der Fokus auf Sonnenblumen- und Candelillawachs sowie vollhydrogenisiertes Palmkernöl (FHPK) gelegt. Mit den bekannten Formulierungen sowie anwendungsbezogenen Modellsystemen wird in den Arbeitspaketen 4, 5 und 6 fortgefahren. Die grenzflächenrheologische Untersuchung der Protein-Phospholipidfilme ist durchgeführt und der Einfluss von thermisch-mechanischem Stress auf die Stabilität der Grenzschicht identifiziert worden (AP4). Der Einfluss der Fettphase auf die Grenzschicht ist in Untersuchung. In AP5 wird der Einfluss von Kühlrate und Scherung auf das Gel- bzw. Strukturbildungsverhalten der Fettphase in der Emulsion untersucht. Ein Effekt der Kühlrate auf das Kristallisationsverhalten im Tropfen sowie die Auswirkungen auf die Tropfenform ist festgestellt worden. Zusätzlich dazu wird der Einfluss der Tropfengröße auf die Strukturierung in AP6 untersucht. Im relevanten Tropfengrößenspektrum wird kein Einfluss auf das Kristallisationsverhalten festgestellt. Für die Beurteilung der Ergebnisse in Modelanwendung in Labor- und Pilotmaßstab (AP7 und AP8) sind relevante Produktcharakteristika erarbeitet und anhand von Modellsystemen bewertet worden. Die Bearbeitung der einzelnen Arbeitspakete liegt im vorgesehenen Zeitplan des Forschungsprojektes.

Inhaltsverzeichnis

1	Forschungsziel und Arbeitshypothese (Auszug aus dem Projektantrag)	4
2	Lösungsweg (Auszug aus dem Projektantrag).....	4
	AP1: Proteingewinnung und -charakterisierung	5
	AP2: Grenzflächenverhalten gemischter Protein-Phospholipidsysteme	7
	AP3: Auswahl geeigneter Fettphasen	12
	AP4: Einfluss von thermisch-mechanischem Stress auf die Stabilität von Protein- Phospholipidfilmen.....	23
	AP5: Einfluss der Prozessvariablen auf Strukturierung und Strukturstabilität der Fettphase	28
	AP6: Einfluss der Tropfengröße auf die Strukturierung der Fettphase (FE III).....	34
	AP7: Beurteilung in Modellanwendungen (Labormaßstab, FE III).....	43
	AP8: Beurteilung in Modellanwendungen (Pilotmaßstab; FE III)	45
	AP9: Zusammenfassung von Handlungsempfehlungen (alle FE)	45
	Arbeitsdiagramm und Personaleinsatz.....	46
3	Umsetzbarkeit und Transfer der Ergebnisse	46
4	Literaturverzeichnis	48
	Anlage: Plan zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft.....	48
5	Anhang.....	51

1 Forschungsziel und Arbeitshypothese (Auszug aus dem Projektantrag)

Ziel des vorliegenden Projekts ist es, Handlungsempfehlungen für die Produkt- und Prozessgestaltung zur Erhöhung der Stabilität und Akzeptanz von pflanzlich basierten Lebensmittelemulsionen, insbesondere veganen Alternativen zu Milch- und Sahneprodukten, zu erarbeiten. Hierfür ist ein detailliertes Verständnis des Einflusses des Kristallisationsverhaltens der pflanzlichen Ölphase, der Anwesenheit inhärenter oder zur Gelierung der Ölphase zugesetzter Strukturanten und den Eigenschaften der Emulgator-stabilisierten Grenzfläche auf die Eigenschaften und physikalische Stabilität der Produkte notwendig. Folgende Arbeitshypothesen werden aufgestellt:

2 Lösungsweg (Auszug aus dem Projektantrag)

In der ersten Phase des Projekts werden in drei Arbeitspaketen die Proteine gewonnen und charakterisiert, Protein- und Phospholipidmengen und die notwendige Zusammensetzung des Phospholipids identifiziert (FE I) sowie geeignete Strukturanten und deren Einsatzmenge (FE II) ermittelt. Hierauf aufbauend werden einheitliche Stoffsysteme für alle weiteren Arbeitspakete definiert und in der zweiten Phase des Projekts die wissenschaftlichen Grundlagen der o.a. Arbeitshypothesen entsprechend der jeweiligen Expertisen an den drei FE erarbeitet. Die Erkenntnisse werden abschließend in der dritten Phase in Modell-anwendungen beurteilt (FE III) und in anwendungsorientierten Handlungsempfehlungen zusammengefasst (Abb. 1).

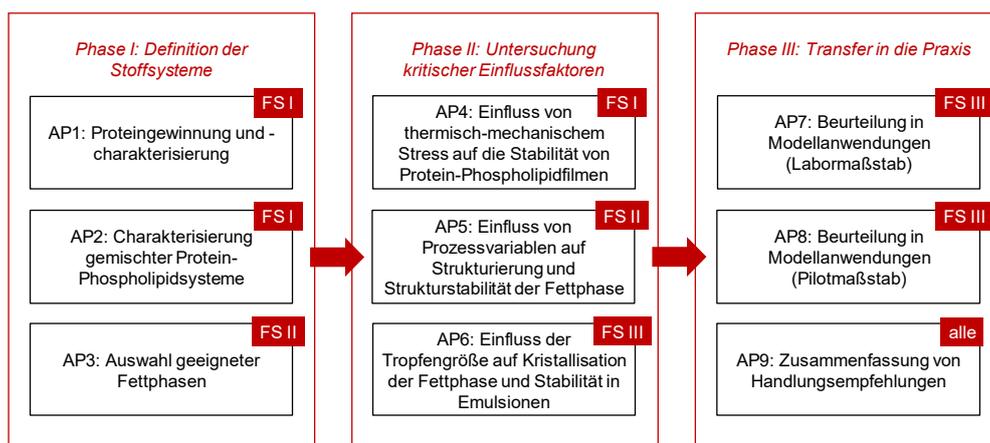


Abb. 1: Übersicht über die Projektphasen und Arbeitspakete

AP1: Proteingewinnung und -charakterisierung

(FE I; Auszug aus dem Projektantrag)

Zu Beginn des Projektes sollen an FE I die löslichen Pflanzenproteinfraktionen im Labormaßstab direkt aus den Rohstoffen Erbse und Hafer extrahiert und anschließend charakterisiert werden. Die Proteine werden aus dem vermahlenden Rohstoff wässrig bei einem pH-Wert zwischen 8 und 9 extrahiert. Die Lösungen werden anschließend bei 10.000 g für 1 h zentrifugiert, der Überstand abdekantiert und gefriergetrocknet. Durch anschließende Fällung am isoelektrischen Punkt können Proteinextrakte mit mehr als 80 % Protein hergestellt werden. Es sollen in der ersten Projektphase insgesamt 1,5 kg Pflanzenprotein für die Arbeit an allen Forschungseinrichtungen gewonnen werden. Danach werden die Pflanzenproteine entsprechend des Bedarfs an den Forschungseinrichtungen bis zur dritten Projektphase kontinuierlich weiter hergestellt. Die Charakterisierung des gefriergetrockneten Extrakts umfasst zum einen Nicht-Proteinbestandteile (Fettgehalt mittels Soxhlet-Extraktion, photometrische Bestimmung von Stärke und Zuckergehalt). Die Charakterisierung der Proteinfraktionen umfasst die Bestimmung der pH- und salzabhängigen Löslichkeit, die Bestimmung des Gesamtproteingehalts nach Dumas, der Hydrophobizität (Fluoreszenz-Spektroskopie nach Reaktion mit 8-Anilino-naphthalen-1-sulfonsäure) und die qualitative Identifizierung über zweidimensionale Elektrophorese (SDS-PAGE mit isoelektrischer Fokussierung) und Größenausschlusschromatographie.

MS1: Die für das Projekt benötigten Pflanzenproteine sind in ausreichender Menge hergestellt und charakterisiert.

Durchgeführte Arbeiten AP1

Zu Beginn des Forschungsprojektes (im Jahr 2024) wurden an FE I globulinreiche Erbsenproteinfraktionen aus kommerziellen **Erbsenmehl** isoliert. Der Fettgehalt im Erbsenmehl betrug circa ein Prozent. Somit musste das Erbsenmehl vor der Aufreinigung nicht entfettet werden. Es wurden rund 300g einer globulinreichen Erbsenproteinfraktion gewonnen, welches auf die drei Forschungseinrichtungen aufgeteilt wurde. Nach Rücksprache mit FE II und FE III liegt damit bereits genügend aufgereinigtes Erbsenprotein für die Bearbeitung des Forschungsprojektes vor, sodass die Erbsenproteinaufreinigung abgeschlossen ist. Der Meilenstein AP1 wurde für das Erbsenprotein erreicht.

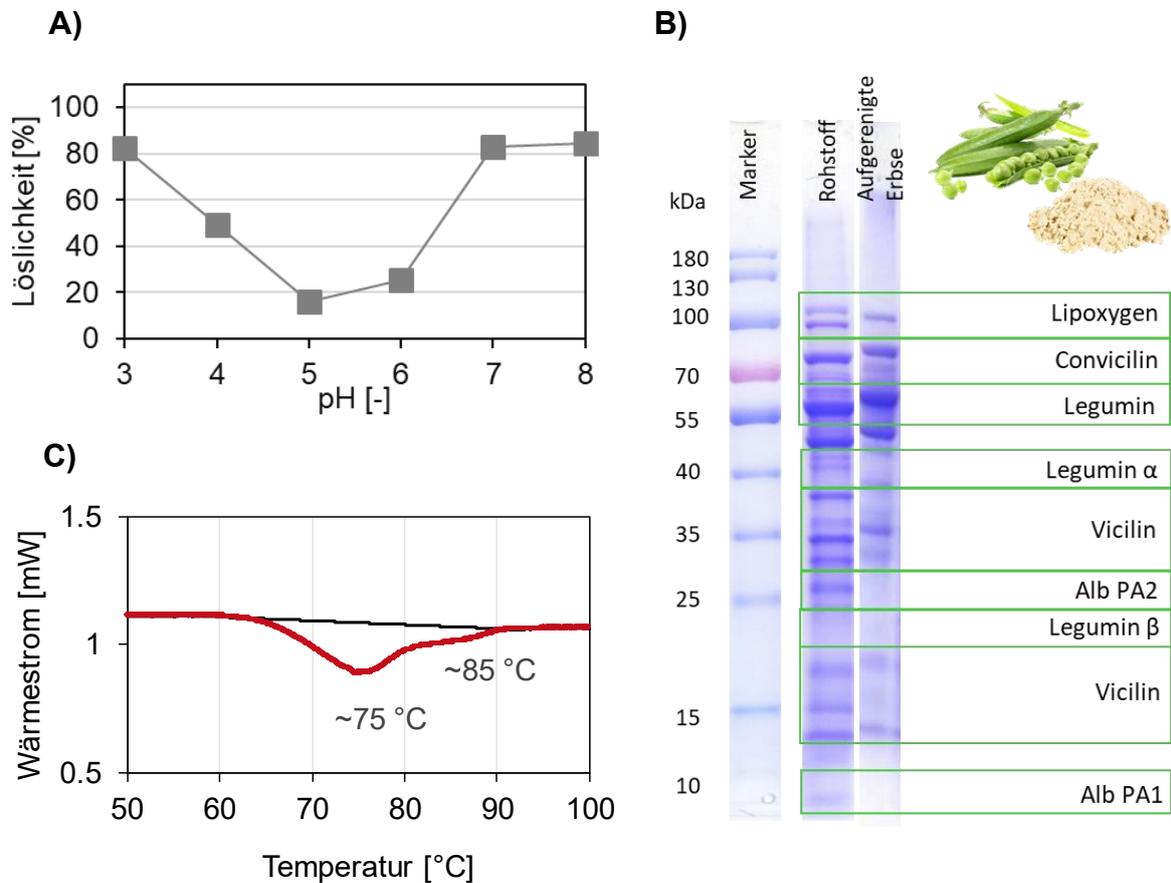


Abb. 2: Übersicht über die Eigenschaften des aufgereinigten Erbsenproteins. A) pH Wert abhängige Löslichkeit. B) SDS Page des Rohstoffs (Erbsenmehl) und der gewonnenen globulinreichen Erbsenprotein Fraktion C) Denaturierungstemperatur des Erbsenproteins.

Das gewonnene Erbsenprotein wies einen Gesamtproteingehalt von rund 90% auf. Der Anteil löslichen Proteins im aufgereinigten Produkt war dabei stark pH abhängig. Die Proteinlöslichkeit war am isoelektrischen Punkt (IEP \sim pH 5) am niedrigsten und nahm anschließend mit steigendem pH wieder zu (Abb. 2 A). Basierend auf der Löslichkeitsbestimmung wird für die weitere Projektbearbeitung ein pH-Wert von 7.0 ausgewählt. Die Protein Hydrophobizität bei pH 7 ist AP 4 zu entnehmen.

In dem aufgereinigten Proteinpulver waren primär die Globulinfraktionen Legumin (60 kDa), Vicilin (16 kDa) und Convicilin (70 kDa) vorhanden. Die Albuminfraktionen PA 1 (6 kDa) und PA2 (26 kDa) wurden abgetrennt (Abbildung 2 B). Daher wird das aufgereinigte Protein im Folgenden als „Globulinreiche Fraktion“ (GRF_{Erbsen}) bezeichnet. Die Globuline lagen dabei überwiegend nativ vor, was durch Ermittlung der Denaturierungstemperatur gezeigt werden konnte.

Das GRF_{Erbse} wies ein Denaturierungsspektrum bei ~75 °C auf, wobei dieses über einen breiten Temperaturbereich verteilt war (70-90°C) (Abbildung 6 C), wie in der Literatur für die Globulinfraktion der Erbse beschrieben [1].

Im Gegensatz zum Erbsenmehl weist **Hafermehl** einen Fettgehalt von über 10% auf und musste daher zunächst entfettet werden. Hierfür wurden verschiedene Lösemittel und Extraktionszeiten verglichen. Zudem wurde eine geeignete Methode zur Proteinaufreinigung ausgearbeitet. Folgendes Vorgehen wird für die Haferproteingewinnung angewendet: Zunächst wird das Hafermehl mittels Hexans entfettet. Mit dieser Methode kann der Fettgehalt im Ausgangsstoff auf etwa 1.63 % reduziert werden (Fettgehaltbestimmung mittels Soxhlet-Extraktion). Nach dem Abdampfen des Hexans wird das Mehl in dest. Wasser suspendiert und der pH-Wert auf 9.5 eingestellt. Nach zwei Stunden wird das Gemisch bei 10 000 xg zentrifugiert. Der Überstand wird abgefangen und der pH-Wert auf 5.7 eingestellt. Anschließend wird der Überstand erneut bei 10 000 xg zentrifugiert. Der Niederschlag wird anschließend für 48h gefriertrocknet.

Die Haferprotein Aufreinigung und Charakterisierung soll bis Februar 2025 abgeschlossen werden, sodass der Meilenstein AP 1 auch für den Rohstoff Hafer erfüllt ist.

AP2: Grenzflächenverhalten gemischter Protein-Phospholipidsysteme

(FE I; Auszug aus dem Projektantrag)

Die Ziele von AP2 sind es, geeignete Phospholipide sowie diejenigen Konzentrationen an Protein bzw. Phospholipid auszuwählen, bei denen gemischte Protein-Phospholipidfilme an der Phasengrenze vorliegen. Als Proteinquelle werden die in AP1 hergestellten gefriergetrockneten Proteinextrakte verwendet. Als Phospholipide sollen zum einen zur Überprüfung von Arbeitshypothese 1 (in AP4) hochreine Phospholipide mit einem Anteil von mehr als 95 % Phosphatidylethanolamin (PE; mit gesättigt und ungesättigten Fettsäuren; C18:0 und C18:1) bzw. Phosphatidylcholin (PC; ebenfalls C18:0 und C18:1) verwendet werden (Lipoid GmbH). Vor dem Hintergrund des industriellen Einsatzes bzw. der Modellanwendungen in AP7 und AP8 sollen zusätzlich sechs kommerzielle Phospholipidmischungen unterschiedlicher botanischer Herkunft (Lecithine), die sich in ihren Anteilen an PC und PE (45 – 90 % PC bzw. PE) unterscheiden, untersucht werden (ebenfalls Lipoid GmbH). Als Ölphase wird Sonnenblumenöl (ADM Germany GmbH, Hamburg) verwendet, das über Adsorptionschromatographie von grenzflächenaktiven Substanzen befreit wird. Zunächst werden einzeln für

alle Rohstoffe diese Konzentrationen ermittelt, bei denen die Öl-Wasser Grenzfläche vollständig mit Protein bzw. Phospholipid gesättigt ist. Die Bestimmung erfolgt über Konzentrationsreihen an einer Tropfenkonturanalyse (PAT 1M, Sinterface Technologies e.K) bei 50 – 60 °C, da Phospholipide industriell warm gelöst bzw. dispergiert werden. Im zweiten Schritt werden für alle möglichen Protein-Phospholipidmischungen dann die Konzentrationen ermittelt, bei denen Proteine und niedermolekulare Emulgatoren an der Grenzfläche koexistieren. Hier wird bei der Messung erst das Protein vorgelegt und nach 30 Minuten das Phospholipid hinzugegeben. Anhand der Kurvenverläufe für die Grenzflächenspannung kann die Verdrängung von Protein an der Grenzfläche nachgewiesen werden. Die Proteinkonzentration entspricht der zuvor ermittelten CIC. Es werden mindestens drei verschiedene Konzentration an Phospholipiden getestet, um zu bestimmen, wie hoch die Phospholipidkonzentration maximal sein darf / mindestens sein muss, sodass eine Koexistenz der beiden Emulgatorarten möglich ist.

Zum Abschluss von AP2 werden Emulgierversuche durchgeführt. Getestet werden die 6 kommerziellen Phospholipide im Gemisch mit den zwei Pflanzenproteinen. Die Emulsionen werden analog zu AP5 mittels Rotor-Stator-System mit mittlerer Tropfengröße 5 µm bis 10 µm hergestellt. Bestimmt wird das Zeta-Potenzial sowie die Oberflächenhydrophobizität der Öltröpfchen. Zur Bestimmung des Schereinflusses während der Emulgierung auf die Proteine erfolgen FTIR-Messungen und Größenausschluss-Chromatographie. Von den kommerziellen Phospholipiden werden für die Arbeiten an FEII und FEIII zwei Rohstoffe ausgesucht, die in niedriger Dosierung mit den Pflanzenproteinen an der Phasengrenze koexistieren.

Durchgeführte Arbeiten AP2

Im Jahr 2024 wurden an FE I umfangreiche grenzflächenrheologische Charakterisierungen durchgeführt. Die nachfolgende Tabelle gibt eine Zusammenfassung über die Rohstoffe, welche für dieses Arbeitspaket getestet wurden.

Tab. 1: Übersicht über die verwendeten Rohstoffe und deren Verwendung

Protein	Phospholipide	Phospholipide
Aufgerenigt Grenzflächenrheologie + Emulgierversuche	Hochrein Grenzflächenrheologie	Kommerziell Emulgierversuche

Erbsenprotein (globulinreiche Fraktion, GRF _{Erbsen})	Phosphatidylcholin (PC) <ul style="list-style-type: none"> ▪ Gesättigt (PC 18:0) ▪ Ungesättigt (PC 18:1) 	Phospholipidmischungen mit <ul style="list-style-type: none"> ▪ 45% PC 18:1 ▪ 75% PC 18:1 ▪ 90% PC 18:1
Haferprotein (GRF _{Hafer})	Phosphatidylethanolamin (PE) <ul style="list-style-type: none"> ▪ Gesättigt (PC 18:0) ▪ Ungesättigt (PC 18:1) 	Phospholipidmischungen mit <ul style="list-style-type: none"> ▪ 75% PC 18:0 ▪ 90% PC 18:0 Phospholipidmischungen mit <ul style="list-style-type: none"> ▪ 90% PE

Zunächst wurden einzeln für alle Rohstoffe diese Konzentrationen ermittelt, bei denen die Öl-Wasser Grenzfläche vollständig mit Protein bzw. Phospholipid gesättigt ist. Diese Konzentrationen werden im Folgenden als CIC (critical interfacial concentration im Falle der Proteine) bzw. der CMC (Critical micelle concentration im Falle der Phospholipide) bezeichnet. Die Bestimmung erfolgte über Konzentrationsreihen an einer Tropfenkonturanalyse.

Die CIC des Erbsenproteins lag bei 0.01%. Die CMC der hochreinen Phospholipide (PL) betrug ~0.006% im Falle der gesättigten PL und 0.003% im Falle der ungesättigten PL (Tab. 2). Die CMC der ungesättigten PL war geringer als die der gesättigten PL. Die Doppelbindung im Fettsäurerest der ungesättigten PL fungiert als „Platzhalter“ und hindert so die PL daran sich dicht an der Grenzfläche anzulagern, was in einer geringeren CMC resultiert. Die CMC der PC war dabei geringer als die der PE. Die Kopfgruppe des PC ist größer als die des PE. Es wurde weniger Emulgator in die Grenzfläche eingebaut. Dieses Ergebnis ist im Einklang mit vorherigen Forschungsarbeiten.

Tab. 2: Übersicht über die CIC des Proteins und der CMCs der Phospholipide. CIC: critical interfacial concentration im Falle der Proteine. CMC: Critical micelle concentration im Falle der Phospholipide)

	CIC /CMC	Grenzflächenspannung
Erbsenprotein	0.01 wt%	14 mN/m
Phosphatidylcholin (PC) <ul style="list-style-type: none"> ▪ Gesättigt (PC 18:0) ▪ Ungesättigt (PC 18:1) 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ 0.006wt% ▪ 0.001wt% 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ 16 mN/m ▪ 8 mN/m
Phosphatidylethanolamin (PE) <ul style="list-style-type: none"> ▪ Gesättigt (PC 18:0) ▪ Ungesättigt (PC 18:1) 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ 0.007wt% ▪ 0.003wt% 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ 20 mN/m ▪ 5 mN/m

Basierend auf diesen Ergebnissen wurden unterschiedliche Konzentrationen an PL unterhalb der CMC in Kombination mit dem Protein getestet um zu bestimmen, wie hoch die PL Konzentration maximal sein darf, um eine Koexistenz mit dem Protein zu erreichen. Getestet wurden PL Konzentrationen, die im Bereich der CMC lagen sowie um den Faktor 10, 100 unterhalb der CMC lagen (0.00005-0.005%). Die Ergebnisse zeigt die nachstehende Abbildung.

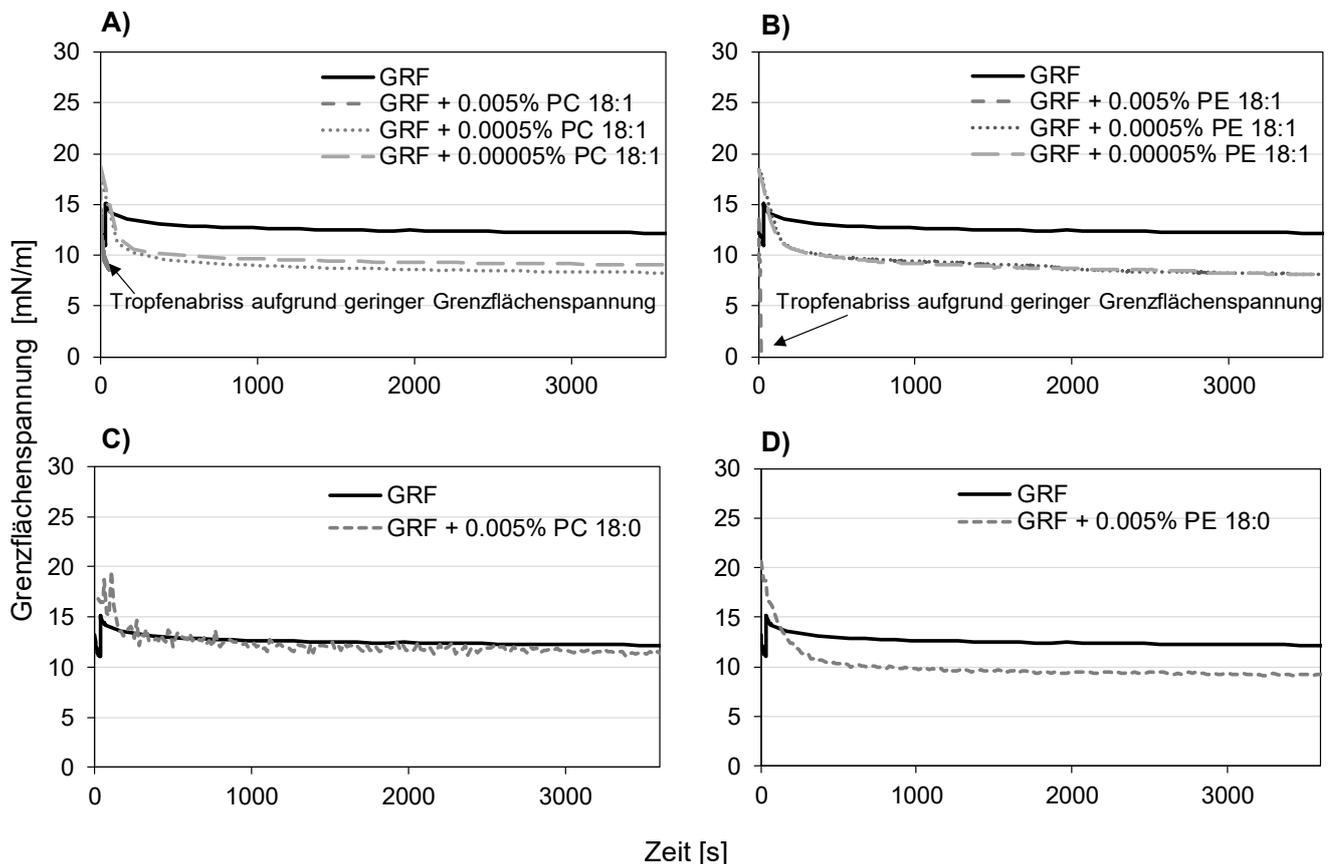
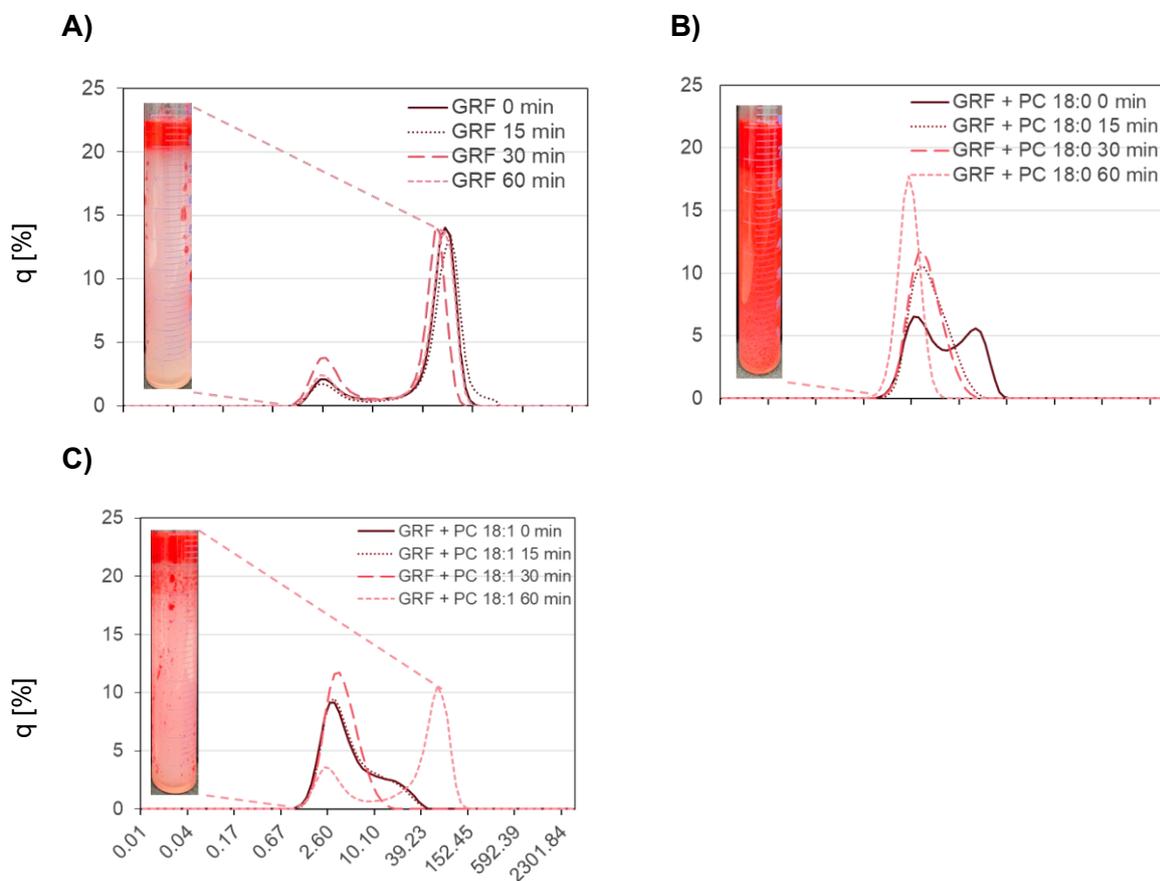


Abb. 3: Ermittlung der Grenzflächenspannung über die Zeit in Systemen, wo sowohl Erbsenprotein (globulinreiche Fraktion, GRF) als auch Phospholipid vorliegen. Die Konzentration an Phospholipid wurde dabei von 0.00005% bis 0.005% variiert. GRF: globulinreiche Erbsenproteinfraktion. PC 18:0: gesättigtes Phosphatidylcholin. PC 18:1: ungesättigtes Phosphatidylcholin. PE 18:0: gesättigtes Phosphatidylethanolamin. PE 18:1: ungesättigtes Phosphatidylethanolamin.

Die Grenzflächenspannung der rein GRF_{Erbse} stabilisierten Öltropfen lag nach 3600 s bei ~ 14 mN/m, was der Hälfte der ursprünglichen Grenzflächenspannung entspricht. Im Falle der ungesättigten PL wurde die Grenzflächenspannung bei einer PL Konzentration von 0.005% auf einen Wert von unter 5 mN/m herabgesetzt (Abb. 3 A, B). Bei einem derartig geringen Wert ist davon auszugehen, dass das GRF_{Erbse} Proteinnetzwerk aufgrund des hohen Grenzflächendrucks kollabieren und über die Zeit von der

Grenzfläche verdrängt wird. Die Konzentration an ungesättigten Phospholipiden sollte daher unter 0.005% liegen, um eine Ko-existenz mit dem Protein zu ermöglichen. Im Fall der gesättigten Phospholipide (Abb. 3 C, D). lag die Grenzflächenspannung auch bei Phospholipidkonzentrationen von 0.005% noch bei $\sim 10\text{mN/m}$ und war damit nur geringfügig niedriger als die der reinen $\text{GRF}_{\text{Erbse}}$ Grenzfläche ($\sim 14\text{mN/m}$) bzw. der rein Phospholipid stabilisierten Grenzfläche ($\sim 20\text{mN/m}$) (Tab. 2). Dies deutet darauf hin, dass das PL und das Protein an der Grenzfläche ko-existierten, da der Grenzflächendruck hinreichend niedrig war.

Zum Abschluss der Versuchsreihe mit dem $\text{GRF}_{\text{Erbse}}$ wurden Emulgierversuche durchgeführt, um zu überprüfen, ob die Stabilität der Erbsenprotein stabilisierten Emulsionen durch die Anwesenheit von Phospholipiden beeinflusst wird. Getestet wurden zunächst die 2 hochreinen Phosphatidylcholins im Gemisch mit den $\text{GRF}_{\text{Erbse}}$. Die Emulsionen wurden analog zu AP5 mittels Rotor-Stator-System hergestellt (ULTRA-TURRAX T 25 für 90 s bei 15.000 rpm (bei Dispergierstab-Durchmesser rotierender Teil: 1,25 cm). Die Ergebnisse zeigt die nachfolgende Abbildung.



Durchmesser [μm]

Abb 4: Öltropfengrößenverteilung (ÖTG) in Emulsionen stabilisiert durch (A) GRF. (B) GRF + PC 18:0 und (C) GRF + PC 18:1. GRF: globulinreiche Erbsenproteinfraktion. PC 18:0: gesättigtes Phosphatidylcholin. PC 18:1: ungesättigtes Phosphatidylcholin.

Es konnte gezeigt werden, dass die Stabilität der Erbsenprotein-stabilisierten Emulsionen im Falle der gesättigten Phospholipide erhöht werden konnte (Abb. 4). Im Falle der ungesättigten Phospholipide fiel die durchschnittliche Öltropfengröße zu Beginn aufgrund der schnelleren Grenzflächenstabilisierung während der Emulgierung niedriger aus im Vergleich zur rein GRF_{Erbsen} stabilisierten Emulsion. Nach 60 Minuten hingegen kam es zu einer deutlichen Zunahme der durchschnittlichen Öltropfengröße im Falle der GRF_{Erbsen} + ungesättigte Phospholipide stabilisierten Emulsion (Abb. 4). Dies lässt sich vermutlich auf die geschwächten Protein-Protein-Wechselwirkungen zurückführen, was in einer Abnahme der elastischen Filmanteile resultierte. Zurzeit wird an FEI überprüft, ob die Ergebnisse auch auf die kommerziellen Phospholipide übertragbar sind. Diese Versuche sollen bis Februar 2025 abgeschlossen werden.

Basierend auf den Ergebnissen werden die gesättigten und ungesättigten PCs für die weitere Projektbearbeitung ausgewählt. Die Einsatzmengen an GRF_{Erbsen} (0.01 wt%) und Phospholipiden (0.005 wt% für PC gesättigt; 0.0005 wt% für PC ungesättigt) sind bekannt (Meilenstein AP 2 erfüllt).

In der letzten Phase des AP2 soll überprüft werden, inwiefern die anhand des GRF_{Erbsen} gewonnenen Erkenntnisse auch für das Haferproteine zutreffen. Die Konzentrationen an Phospholipiden werden analog zu den Versuchen mit dem GRF_{Erbsen} verwendet. Die Versuche zu den Haferproteinen sind zurzeit am Laufen und sollen bis März 2025 abgeschlossen werden.

MS2: Kommerzielle Phospholipide sind ausgewählt und Einsatzmengen (Protein, Phospholipid) für die folgenden APs sind festgelegt.

AP3: Auswahl geeigneter Fettphasen

(FE II; Auszug aus dem Projektantrag)

Ziel von AP3 ist es, die qualitative und quantitative Zusammensetzung geeigneter Fettphasen zu bestimmen. Es geht zum einen um durch Strukturanten gelierte Pflanzenöle

(Oleogele), zum anderen um konventionelle Triglycerid-strukturierte Fettphasen (TAG-strukturierte Fettphasen). Auch Mischungen beider Ansätze sind denkbar. Als Ölphase wird grundsätzlich aufgereinigtes Sonnenblumenöl (ADM Germany GmbH). Die zu untersuchenden Ölstrukturanten sind Sonnenblumenwachs (Kahlwax GmbH), Ethylcellulose und äquimolare Sterol/Sterolester-Mischungen. Die konventionelle Triglycerid-Strukturierung (TAG-Strukturierung) erfolgt durch Kombination von tropischen Fetten (Palmöl, Palmölfractionen, Palmkernöl, Kokosnussöl). Erste Untersuchung der Gelierung bzw. TAG-Strukturierung finden in der reinen Ölphase statt. Die TAG-Strukturierung (TPA) wird für ca. 30 verschiedenen Fettkombinationen untersucht.

Die Auswahl der Strukturanten zur Oleogelierung erfolgt nach qualitativer Beurteilung der Strukturbildungskinetik und der Strukturstabilität. Im Fall der TAG-Strukturierung wird neben dem Schmelzverhalten auch das Festfettprofil zur Auswahl herangezogen.

MS3: Auswahl an Fettphasenkompositionen für AP5 (ca. 15 Systeme) und die Arbeiten an FE I und FE III im Rahmen der weiteren APs (je bis zu 4 konventionelle TAG-strukturierte Fettphasen bzw. Strukturanten zur Oleogelierung)

Durchgeführte Arbeiten AP3

Im Jahr 2024 wurden an FE II umfangreiche Arbeiten zur Identifikation geeigneter Fettphasen ausgeführt. Für die zielgerichtete Auswahl geeigneter Fettphasen wurden folgende Aktivitäten ausgeführt: Auswahl vielversprechender Strukturanten, Charakterisierung des Kristallisations- bzw. Gellierungsprozesses, Strukturbewertung und Desintegrationscharakteristik. Das, diesen Untersuchungen zugrunde liegende Parameterfeld umfasst ‚dose-response‘, Kühlungsprozess, Scherung.

Zur Identifikation geeigneter Fettphasen wurden diverse Wachse, Ethylcellulosen und hochschmelzende Fette bzw. Fettfraktionen (TAGs) untersucht (siehe Tabelle 1). Als Basis der Fettphase wurden Sonnenblumenöl (SFO, ADM Germany GmbH), chromatographisch aufgereinigtes Sonnenblumenöl (SFOp) und MCT – Öl (MCT, Caesar & Loretz GmbH) verwendet. Die Aufreinigung des Sonnenblumenöls erfolgte in Anlehnung an die in der Arbeit von Scharfe et. al. (2019) beschriebenen Methode.

Tabelle 1: Auflistung der untersuchten Strukturanten zur Oleogelierung und hochschmelzender Fette zur TAG-Strukturierung von Sonnenblumenöl

Wachse	Ethylcellulosen	TAGs
---------------	------------------------	-------------

Sonnenblume (SFX)	EC10	Palmkernöl (hydr.)
Reiskleie (RBX)	EC45	Kokosnussöl (hydr.)
Carnauba (CRX)	EC100	Palmölmittelfraktion
Candellila (CLX)		Palmölstearin
		Sheastearin
		Rapsöl (hydr.)

Die Matrix der untersuchten Wachse übersteigt den ursprünglichen Projektplan, um sicherzustellen, dass für diese Kategorie von Strukturanten verschiedene Ausprägungen abgebildet werden. Dies insbesondere, da Reiskleie und Sonnenblumenwachs eigentlich vergleichbar sind, jedoch bekanntermaßen unterschiedliche strukturgebende Eigenschaften zeigen. Für die im Projektantrag aufgeführte Kombination von Sterolester und Sterol (Orzyzanol/Sitosterol) hat sich in ersten Versuchen gezeigt, dass die Anwesenheit der Wasserphase ($a_w=1,0$) dazu führt, dass auch im derzeitigen Emulsionskonzept die strukturzersetzende Sterol-Hydratbildung nicht unterdrückt werden kann. Nichtsdestotrotz wird dieses Strukturierungskonzept in eher realen Modellen mit niedrigerem a_w -Wert wieder aufgenommen werden. Neben der Sterolkombination sind auch verschiedene Ethylcellulosen als potenzieller Strukturant untersucht worden.

Die Auswahl der Fette ist primär auf einer grundlegenden Analyse der jeweiligen Triglyceridzusammensetzung erfolgt. Palmkern und Kokosfett finden bereits vielfältig in Lebensmitteln als vermeintlicher Ersatz für Milchfett und Kakaobutter Anwendung. Um einen ausreichenden Festfettgehalt über die gesamten Bereich von Lagerung und Distribution sicherzustellen ist die Erhöhung der Schmelzpunktes durch Absättigung der ungesättigten Fettsäurereste für diese laurischen Fette ein probates Mittel. Die Kettenlängenunterschiede zwischen den laurischen (C12 und C14) bzw kurzen (C8 und 10) Fettsäuren mit der Stearinsäure resultieren jedoch in Unterschiede im Kristallisationsverhalten. Die Palmölmittelfraktion und das Sheastearin repräsentieren ein vergleichbares Paar, beide sind reich in Triglyceriden der Konfiguration Sat-O-Sat. Im Gegensatz dazu haben das hydrierte Rapsöl und das Palmstearin einen hohen Anteil an langkettigen, gesättigten Fettsäuren, Stearin- und Palmitinsäure. Die untersuchte Matrix bildet den Kompositionsraum also gut ab. Damit können ggf. über Kombinationslösungen noch weitere Verbesserungen an gefundenen Vorzugslösungen identifiziert

werden können. Hierbei ist insbesondere auch an Hybridlösungen mit Wachsen und Triglyceriden zu denken, die bereits untersucht werden. Bei diesem Optimierungsprozess spielen jedoch die Erkenntnisse aus AP5 eine wesentliche Rolle, da Kristallgröße und Orientierung zur Grenzfläche dominante Charakteristika darstellen.

Um die industrielle Umsetzbarkeit der Ergebnisse zu verbessern sind neben der abgesprochenen Ölqualität des Sonnenblumenöls (aufgereinigt) auch MCT-Öl (C8 C10 basiert, gesättigt) und SF, wie von ADM geliefert, zum Einsatz gekommen. Damit wird die Bedeutung minorer Komponenten in Abhängigkeit der Ölqualität ebenso abgebildet wie der Einfluss der Fettsäurezusammensetzung, ungesättigte Bindungen. Darüber hinaus wurden die genutzten Wachse mittels einer an FEII entwickelten HPLC Methode molekular charakterisiert. Dies stellt sicher, dass tatsächlich Kompositions-Funktionalitätsbeziehungen untersucht werden, da Wachs nicht zwingend gleich Wachs ist.

Oleogelierung mit Wachsen

Beim Abkühlen einer Wachs-Öl-Mischung kristallisieren die Wachse entsprechend ihrer Zusammensetzung aus. Die entstehende kristalline Netzwerkstruktur ist in der Lage die flüssige Ölphase zu immobilisieren. Zur Herstellung der Wachs-Öl-Oleogele wurden die Wachse bei 90°C in der Ölphase unter leichtem Rühren gelöst. Anschließend wurde Lösung in die Probebehälter abgefüllt und für 24 h aushärten gelassen. Die Texturanalyse (Gelhärte) erfolgte mit der zwickiLine – Prüfmaschine von Zwick Roell. Pro Datenpunkt wurden 2 Proben a 45 g hergestellt, deren Härte an 5 verschiedenen Positionen gemessen wurde. Die Hellfeld- und Polarisationsmikroskopie wurde mit Axio.Scope.A1 KMAT von Zeiss durchgeführt. Etwaige Temperaturrampen wurden mit der Stage MHCS120 von Microptic BV eingestellt. Für die Mikroskopieaufnahmen wurden die Proben bei 90°C aufgetragen und unter dem Mikroskop kontrolliert abgekühlt. Die rheologischen Eigenschaften der Oleogele wurden mit dem MCR 302e Rheometer von Anton Paar GmbH mit einer Platte-Platte-Geometrie (PP25S) gemessen. Die Proben wurden bei 90°C aufgetragen, bei leichter Scherung ($\dot{\gamma} = 1 \text{ s}^{-1}$) equilibriert, anschließend kontrolliert abgekühlt und ausgehärtet. Während des Abkühlens und Aushärtens wurde eine geringe Scherdeformation ($\gamma = 0.005 \%$, $\omega = 10 \text{ rad s}^{-1}$) aufgegeben, um den sol-gel-Übergang aufnehmen zu können. Anschließend wurde ein Amplitudentest zur Strukturcharakterisierung durchgeführt. Die Schmelz- und Kristalli-

sationsprofile der Wachse sowie der Oleogele wurden per dynamischer Differenzkalorimetrie (DSC) aufgenommen. Proben von 9 mg wurden in die Messtiegel eingewogen und bei Heiz- bzw. Kühlraten von 5 K/min in mehreren Zyklen von 20 auf 105 °C und zurück temperiert. Ein Auszug der Daten wird in Abb 6. (unten gezeigt)

Einfluss der Ölqualität auf die Geleigenschaften am Beispiel von Sonnenblumenwachs

Der Einfluss der Aufreinigung des Sonnenblumenöls (Reduktion des Anteils polarer Komponente) und MCT auf die Gelbildung wurde untersucht. Die Ergebnisse der Texturanalyse sowie rheologischen und mikroskopischen Messungen sind in den Abbildungen 1 – 3 dargestellt.

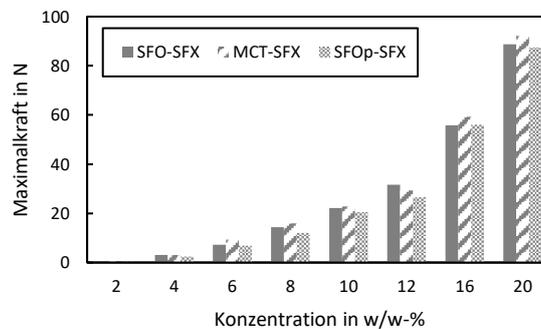


Abbildung 1: Gelhärte der Oleogele mit verschiedenen Ölphasen am Beispiel von Sonnenblumenwachs

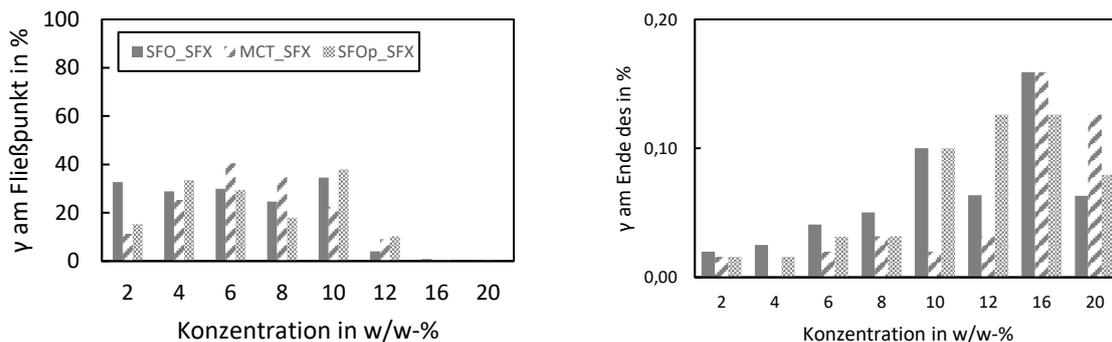


Abbildung 2: Scherdeformation am Fließpunkt (links) und Ende des linear viskoelastischen Bereichs (rechts) der Oleogele mit verschiedenen Ölphasen am Beispiel von Sonnenblumenwachs

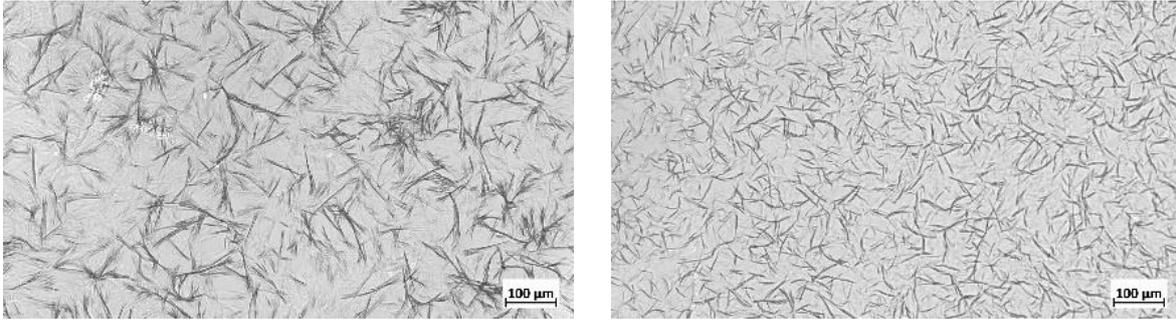


Abbildung 3: Hellfeld-Mikroskopaufnahmen von Sonnenblumenwachs (10 w/w-%) in MCT-Öl (links) und in Sonnenblumenöl (rechts) bei 20°C (Abkühlung mit 5 K/min)

Die Untersuchungen zeigen erwartbar, dass die Gelhärte mit zunehmender Wachskonzentration substantiell zunimmt. Zwischen den verschiedenen Ölqualitäten zeigen sich nur geringfügige Unterschiede. Aus der rheologischen Charakterisierung ergibt sich ein etwas anderes Bild. Obwohl die Enden der respektiven linear-viskoelastischen Bereiche ebenfalls mit zunehmender Wachskonzentration ansteigen sind leichte, wenn auch schwer als systematisch zu identifizierende, Unterschiede zwischen den Ölen aufgetreten. Beachtenswert ist eher, dass der LVE-Bereich nur eine sehr geringe Deformation überspannt und damit die Gele als sehr brittle identifiziert. Bei der Deformation am Gel-Sol-Übergang zeigt sich jedoch ein anderes Bild. Bei der niedrigsten Wachskonzentration wird tatsächlich ein Einfluss der Ölqualität erkennbar. Das deckt sich mit früheren Studien in verdünnten Systemen, da minore, polare Komponenten die Kristall-Kristall Wechselwirkung beeinflussen. Im Bereich von 4 bis 10% Wachs im Öl wird für alle Sonnenblumenwachsgel ein nahezu konstanter Wert (30%) gefunden, Dominanz des Partikelgels. Bei höheren Konzentrationen fällt der Wert jedoch dramatisch ab. Die derzeitige Interpretation bedarf noch weiterer Bestätigung, ist aber für Produktanwendungen der Gele relevant. Die Kombination von Härte und LVE-Bereich weist eindeutig auf brüchige, harte Gele hin. Das entsprechend des Gel-Sol Übergangs noch weitestreichend ein feststoffähnlicher Zustand (elastisch über plastischen Anteilen) vorliegt ist darauf zurückzuführen, dass nach dem Aufbrechen der ursprünglichen Struktur Kristallflocken (Aggregate), die durch ihren großen hydrodynamischen Radius, über Kollisionen für die rheologischen Eigenschaften sorgen, vorliegen. Bei noch höheren Wachskonzentrationen führt die mechanische Belastung scheinbar zu einem schnelleren Abbau der Aggregate. Das gefundene Verhalten weicht deutlich von dem der Referenz (Milchfett) ab. Die Betrachtung der Mikroskopiebilder bestätigt zunächst einmal, dass die plättchenförmigen Sonnenblumenwachskristalle unter dem

Mikroskop aufgrund der Ausrichtung und optischer Phänomene als vermeintliche ‚Nadeln‘ erscheinen. Obwohl in Abb 3 der Kristallhabit, bzw das Aggregationsmuster unabhängig vom Öl zu sein scheint, ist auffällig, dass die sichtbaren Strukturen in der Sonnenblumenölprobe deutlich kleiner sind als die in der MCT-Probe.

Grundsätzlich lässt sich aus den Untersuchungen schlussfolgern, dass Öle in industrieller (Öllieferant) Qualität keine große Risiken in Bezug auf Performanceschwankungen mit sich bringen.

Einfluss der Wachstypen auf die Geleigenschaften

Die oben beschriebenen Untersuchungen fokussierten sich auf Sonnenblumenwachs als Strukturant. Abbildungen 4 und 5 illustrieren zunächst einmal die Unterschiede in der Gelprominenz der verschiedenen Wachse. Qualitativ wurde das gleiche Verhalten, wie beim Sonnenblumenwachs gefunden. Ansteigen der Gelhärte mit zunehmender Konzentration und kurzer LVE-Bereich sind charakteristisch. Jedoch zeigen die anderen Wachse eine andere Beziehung zwischen der Deformation am Gel-Sol Übergang und der Wachskonzentration. Zur Referenzbildung sind in den Abb 4 und 5 jeweils die Werte für Milchfett als horizontale Linie eingeführt worden.

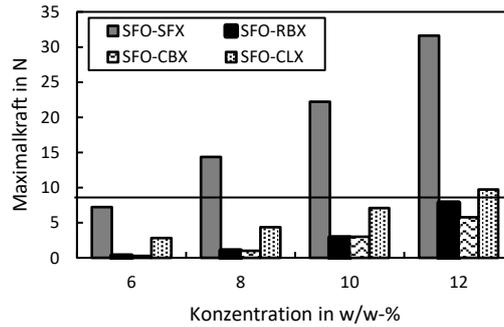


Abbildung 4: Vergleich der Gelhärte für verschiedene Wachse: RBX, SFX, CRX, CLX; Die schwarze Linie markiert die Härte von Butterreinfett.

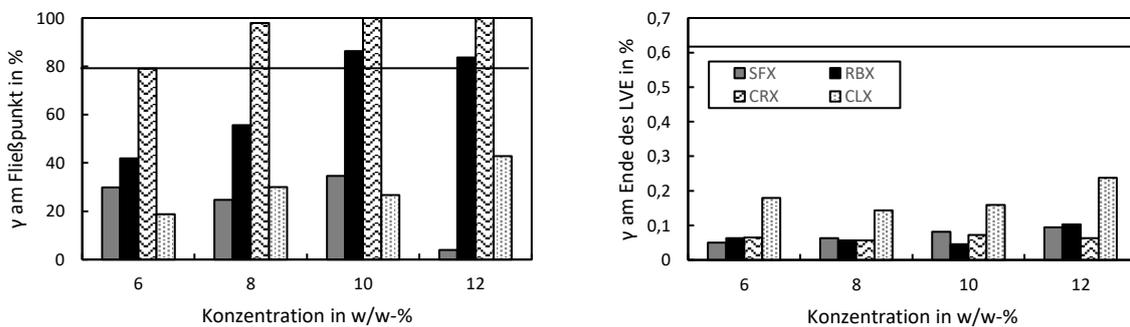


Abbildung 5: Vergleich der rheologischen Eigenschaften (Fließpunkt und linear viskoelastischer Bereich) verschiedene Wachse: RBX, SFX, CRX, CLX; Die schwarzen Linien markieren die Ergebnisse von Butterreinfett.

Die Daten illustrieren, dass keines der Oleogele die Eigenschaften des Milchfetts hat. Trotzdem zeigen die Daten zur Gelhärte und Gel-Sol-Übergangsdeformation vielversprechende Ähnlichkeiten. Hier muss jedoch vor zu großem Enthusiasmus gewarnt werden, da die hier gezeigten Ähnlichkeiten sich nur auf eine Temperatur beziehen. Im Gegensatz dazu ist zu beachten, dass das Festfett im Milchfett mit weiterer Temperaturerhöhung in den flüssigen Zustand übergeht, wohingegen Wachsoleogele auch bei höheren Temperaturen ihre Struktur aufrechterhalten. Das ist unter anderem in Abb 6 dokumentiert. Hier werden die Temperaturbereiche zwischen Sol-Gel- ('Kristallisationstemperatur') und Gel-Sol-Übergang (Dissolutionstemperatur) ermittelt mit entweder dem Rheometer (links) oder der DSC (rechts) dargestellt.

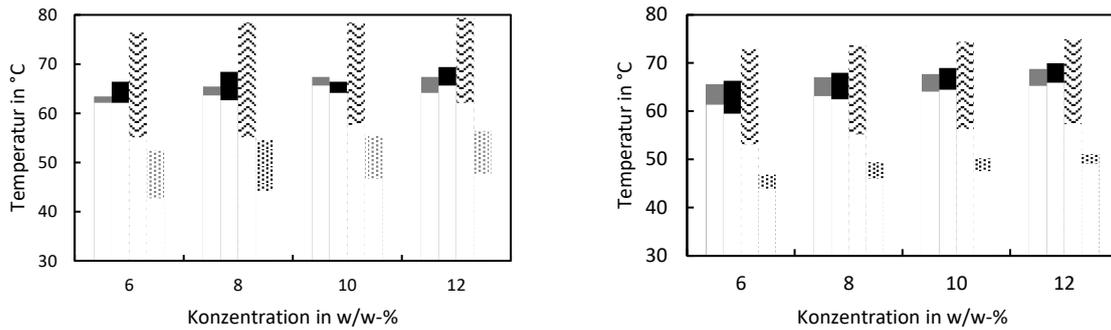


Abbildung 6: Gel-Sol-Übergang bei 5 K Temperaturrampe (SFX – grau, RBX – schwarz, CRX – schraffiert, CLX, - gepunktet); Kristallisations- und Schmelztemperaturen („Höchster Peak“ - Temperatur) bei 5 K/min

Es zeigt sich in Abb 6 deutlich, dass die Resultate aus den unterschiedlichen Messungen – Rheologie und DSC – gut miteinander korrespondieren. Darüber hinaus zeigt sich, dass zwischen den verschiedenen Wachsen erhebliche Unterschiede in der Unterkühlung auftreten (Länge des Balkens). Damit wurden frühere Studien, die die Inhomogenität der Zusammensetzung für die Unterkühlung verantwortlich machen, bestätigt. Außerdem zeigt sich, dass die Dissolutionstemperatur im untersuchten Zusammensetzungsbereich nur gering als Funktion der Wachsdosage variiert. Bei niedrigeren Konzentrationen wird der Effekt stärker, so dass die Fettphasenverflüssigungstemperatur zumindest bedingt manipuliert werden kann. Aus den DSC-Messungen zeigt sich jedoch, dass in Bezug auf eine Produktanwendung, in der die Abwesenheit eines wachsiges Mundgefühls ggf. kritisch ist, Candellilawachs ein interessanter Kandidat ist.

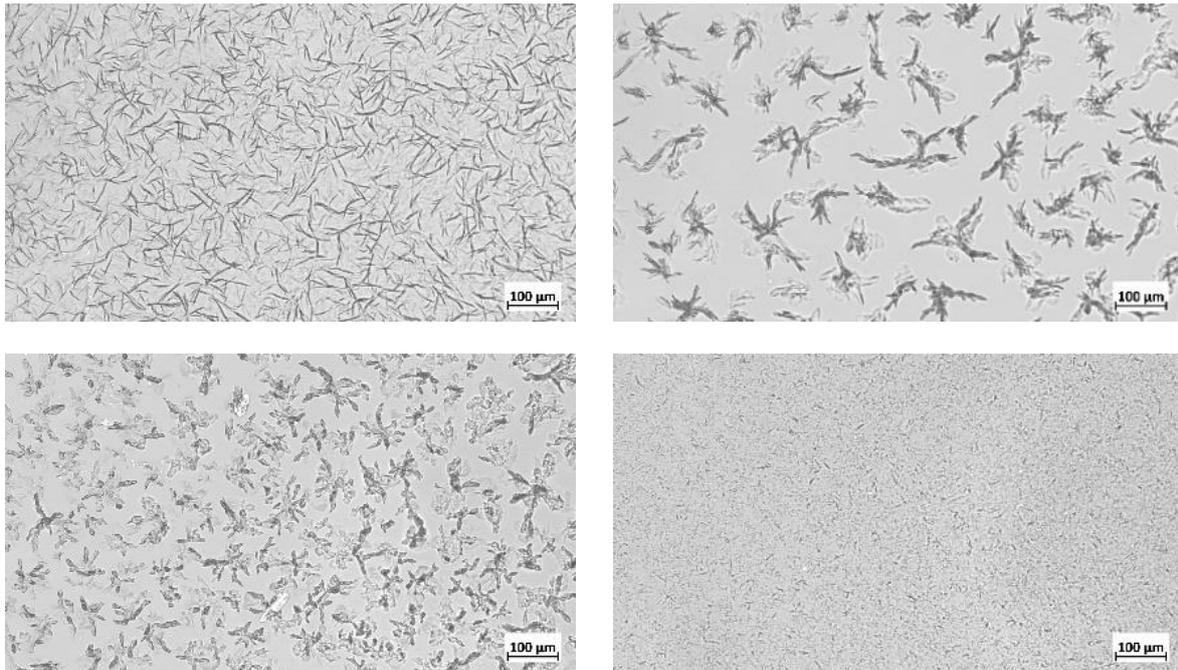


Abbildung 7: Hellfeld-Mikroskopaufnahmen diverser Wachse (10 w/w-%) in Sonnenblumenöl bei 20 °C (Abkühlung mit 5 K/min): Sonnenblume (oben links), Reiskleie (oben rechts), Carnauba (unten links) und Candellilla (unten rechts)

Die in Abb 7 gezeigten Mikroskopaufnahmen 10%iger Wachsele dokumentieren eindrucksvoll die Unterschiede der Wachse. Im Vergleich zum zuvor gezeigten Sonnenblumenwachs, das eine gleichmäßige Verteilung des kristallinen Materials aufweist, zeigen sich bei Reiskleie und Carnaubawachs ausgeprägte Inhomogenitäten mit kompakten Feststoffansammlungen. Diese könnten ein Hinweis auf negative Desintegrationscharakteristik sein. Im Gegensatz dazu weist Candellilla ein große Menge gleichmäßig verteilter Strukturelemente auf. Erneut muss für die Auswahl der strukturierten Lipidphasen in Erwägung gezogen werden, wie die innere Lipidkristallisation die Tropfenform und damit mögliche Koaleszenzphänomene in der Produktanwendung beeinflussen kann.

Oleogelierung mit Ethylcellulose

Ethylcellulose (EC) ist ein lineares Polysaccharid, das in der Lage ist, das zu gelierende Öl in einem dreidimensionalen Polymernetzwerk einschließen. Neben der Konzentration der Ethylcellulose hat auch die mittlere Kettenlänge einen entscheidenden Einfluss auf die Gelhärte sowie rheologische Eigenschaften des Gels. Um ein Ethylcellulose-Gel herzustellen, ist die Lösung über die Glasübergangstemperatur von 135 °C zu erhitzen. Um eine reproduzierbare Gelqualität zu erhalten, wurden die EC-Öl-Mischungen auf mindestens 160 °C erhitzt. Nach Erreichen dieser Temperatur wurde

diese unter ständigem Rühren für 30 Minuten gehalten. Anschließend härteten die Gele bei 20 °C für 24 Stunden aus. Zur Herstellung eines stabilen Gels aus Sonnenblumenöl mit EC10 waren hohe Konzentrationen an Strukturant (>20 w/w-%) notwendig.

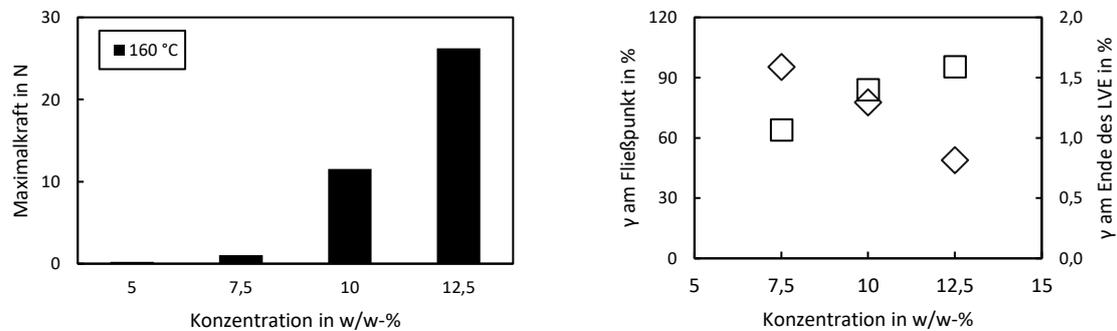


Abbildung 8: Gelhärte von EC45-Sonnenblumenöl-Oleogelen bei verschiedenen Konzentrationen (links); Scherdeformation am Gel-Sol-Punkt (Quadrate) und LVE – Bereich (Diamanten) von EC45-Sonnenblumenöl-Oleogelen bei verschiedenen Konzentrationen (rechts).

Im Projekt unternommene Versuche, relevante Oleogele ohne den vermeintlich prohibitiven Auflösungsschritt bei 160°C zu realisieren blieben erfolglos. Unter Einbeziehung, des bereits zuvor identifizierten Auslöseprozesses, der anderen Zutaten Schaden zufügen würde, ergeben sich folgende Resultate: die Gelhärte lässt sich durch die Konzentration gut kontrollieren; die Deformation am Ende des LVR und am Gel-Sol-Übergang sind gegenläufig von der EC-Konzentration abhängig. Trotz grundsätzlich interessanter Eigenschaften kann das EC-System in der derzeitigen Form nicht empfohlen werden. Allerdings könnte eine Entkoppelung von Gelbildungsprozess und Produktherstellung hier eine produktanwendbare Option darstellen, die derzeit untersucht wird. Anstellen eines Emulsionsprozesses wird die vorgelierte Fettphase zerhackt und als soft solid Partikel im Produkt dispergiert.

Untersuchung zu konventionellen, triglyceridbasierten Fettphasen

Die in Tabelle 1 aufgeführten Fette sind umfänglich charakterisiert worden. Für die einzelnen Fette sind einige Mischungen mit Sonnenblumenöl und Kombinationen der verschiedenen Fette, mit oder ohne Sonnenblumenöl, untersucht worden. Zentral stand hier die Bestimmung des Kristallisationsverhaltens. Die Mikroskopieaufnahmen für Fette geben aufgrund der bekannten Dimension der Fettkristalle nur bedingt belastbare Informationen. Die Untersuchungen wurden deshalb in großem Umfang mit

der DSC ausgeführt. Hier wurden zahlreiche Varianten von Kühlungskurven und Schmelzkurven aufgenommen. Dabei wird die isotherme Kristallisation im Bereich der Temperaturen des industriellen Prozesses als meist relevant angesehen. Die gesammelten Daten sind in die Auswahl der Fette für die weiteren Untersuchungen eingeflossen. Die wichtigsten Charakteristika sind dabei die Kristallisationstemperatur, die isotherme Kristallisationskinetik, die Dissolutionstemperatur und die Möglichkeit die Übergangstemperaturen durch Ölzugabe substantiell verschieben zu können.

Grundsätzlich sind in die Untersuchung und Beurteilung der strukturierten Lipidphasen auch Aspekte wie Risiko der Tropfen-Tropfen-Fettkristall-Netzwerkbildung, Desintegrationstemperaturen, Lagerstabilität unter Berücksichtigung der Temperaturverläufe in Produktion und Produktanwendung eingegangen.

Abschließend, ist zu konstatieren, dass AP3 erfolgreich abgeschlossen wurde. Allerdings sind noch einige wichtige Aktivitäten, die über den ursprünglichen Projektplan hinausgehen, nach wie vor in Ausführung. Dies sind beispielsweise langfristige Lagerversuche, die die Stabilität der Zustände über das Produktlebensalter hinaus sicherstellen sollen.

MS3: Auswahl an Fettphasenkompositionen für AP5 (ca. 15 Systeme) und die Arbeiten an FE I und FE III im Rahmen der weiteren APs (je bis zu 4 konventionelle TAG-strukturierte Fettphasen bzw. Strukturanten zur Oleogelierung) definiert und kommuniziert.

AP4: Einfluss von thermisch-mechanischem Stress auf die Stabilität von Protein-Phospholipidfilmen

(FE I; Auszug aus dem Projektantrag)

Ziel des AP 4 ist es, die Stabilität von Protein-Phospholipid-stabilisierten Öl-Wasser Grenzflächen unter thermisch-mechanischem Stress grenzflächenrheologisch zu untersuchen. Die Untersuchung erfolgt mit den hochreinen und kommerziellen (in AP2 ausgewählten) Phospholipiden in Kombination mit den Pflanzenproteinextrakten, bei den in AP2 festgelegten Konzentrationen. Als Fettphase wird zunächst aufgereinigtes Sonnenblumenöl (Ausgangspunkt aus AP2) verwendet, um die Stabilität der Protein-Phospholipidfilme vergleichend in Abwesenheit anderer im Öl enthaltener grenzflächenaktiver Begleitstoffe zu untersuchen. Über scherrheologische Untersuchungen bei konstanter Grenzfläche (zweidimensionaler Stress) können die Wechselwirkungen

im Grenzflächenfilm qualitativ vergleichend analysiert werden. Sie dienen dem Nachweis der Netzwerkbildung zwischen Proteinen und Phospholipiden. Die Untersuchungen werden am Rheometer (IRS-Zelle und Bikonus an MCR102 und MCR301, Anton Paar GmbH) bei konstanter Oberfläche bei 50 – 60 °C durchgeführt. Nach einem Zeitsweep (12 h) schließen sich Frequenzsweeps (konstante Amplitude 1 %, variierende Frequenz 0.001 – 1 Hz) und Amplitudensweeps (konstante Frequenz 0.01 Hz, variierende Amplitude 1 – 1000 %) an. Über hohen Scherstress (Amplituden außerhalb des linear viskoelastischen Bereichs) kann die Prozessstabilität des Protein-Phospholipidfilms bei höherer Stresseinwirkung beurteilt werden.

Im Anschluss erfolgen Versuche zur Auswirkung der Anwesenheit von Strukturanten bzw. hochschmelzenden tropischen Fetten auf die Stabilität des Grenzflächenfilms. Die Strukturanten und TAG-strukturierten Fettphasen wurden in AP3 definiert. Die Einsatzmenge der Strukturanten wird in einer Konzentration unterhalb ihrer spezifischen Gelbildungskonzentration gewählt, da eine vollständig gelierte Ölphase nicht vermessen werden kann. Um einen möglichen Einfluss von thermisch-mechanischem Stress während des Emulgierens auf die Proteinstruktur zu berücksichtigen, werden die Proteine in der wässrigen Phase gelöst und anschließend zusätzlich thermisch und mechanisch vorbehandelt (Hochdruckhomogenisation bei 200/50 bar, 50 °C). Zum Nachweis möglicher Strukturänderungen werden Hydrophobizität und Veränderungen der Sekundärstruktur mittels FT-IR beschrieben. Die grenzflächenrheologischen Untersuchungen erfolgen wie im vorigen Abschnitt beschrieben.

Durchgeführte Arbeiten 2024 (FE I)

Zunächst wurde der Einfluss von thermisch-mechanischem Stress während des Emulgierens auf die Proteinstruktur des GRFs_{Erbse} untersucht. Hierfür wurde die GRF_{Erbse} in der wässrigen Phase gelöst und anschließend thermisch und mechanisch vorbehandelt (Hochdruckhomogenisation bei 200/50 bar, 50 °C). Zum Nachweis möglicher Strukturänderungen wurden Hydrophobizität und Veränderungen der Sekundärstruktur mittels FT-IR untersucht.

A)

B)

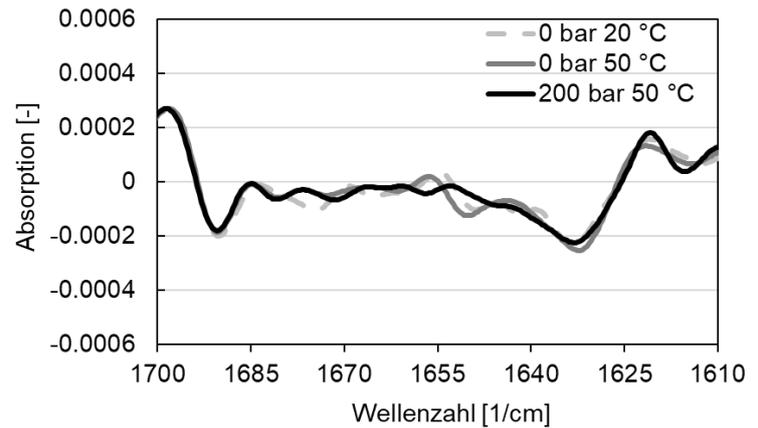
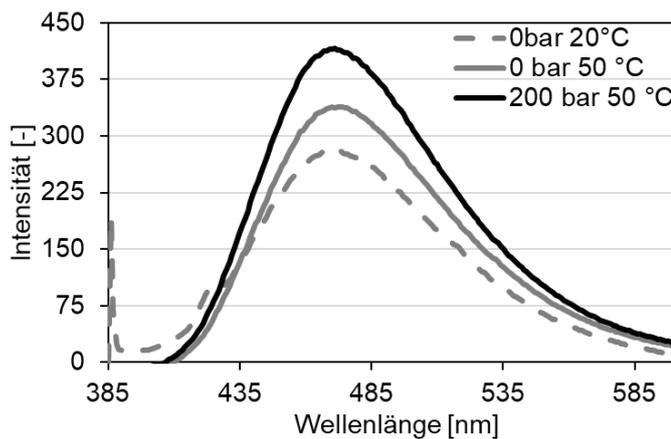


Abb. 7: Hydrophobizität (A) und Proteinfaltung der GRF_{Erbse} (B) Strukturelemente sind β -sheet (1630–1638 cm^{-1}), random coil (1640–1648 cm^{-1}), α -helix (1650, 1656 cm^{-1}) und β -turn (1675 cm^{-1}) [1].

Das thermisch-mechanisch beanspruchte GRF_{Erbse} unterschied sich nur geringfügig in der Hydrophobizität von der unbehandelten GRF_{Erbse} Probe (Abb. 7 A). Wie auch in der unebandelten GRF_{Erbse} waren die Hauptstrukturelemente in der thermisch-mechanisch behandelten Probe β -sheet (1630–1638 cm^{-1}) und β -turn (1675 cm^{-1}). (Abb 6 B). Daher wird im Folgenden mit dem unbehandelten GRF_{Erbse} weitergearbeitet.

Im nächsten Schritt wurden die Eigenschaften der resultierenden Grenzflächen überprüft. Dies erfolgte zunächst anhand dilatationsrheologischen Messungen mittels Tropfenkonturanalyse. Die Messungen wurden bei 20°C durchgeführt.

Im nachfolgenden werden die Ergebnisse beispielhaft an gesättigten und ungesättigten Phosphatidylcholin (PC) beschrieben, da hier die Unterschiede am signifikantesten waren. Die Ergebnisse für die anderen Phospholipide sind dem Anhang zu entnehmen (Abb. S-1 bis S-4).

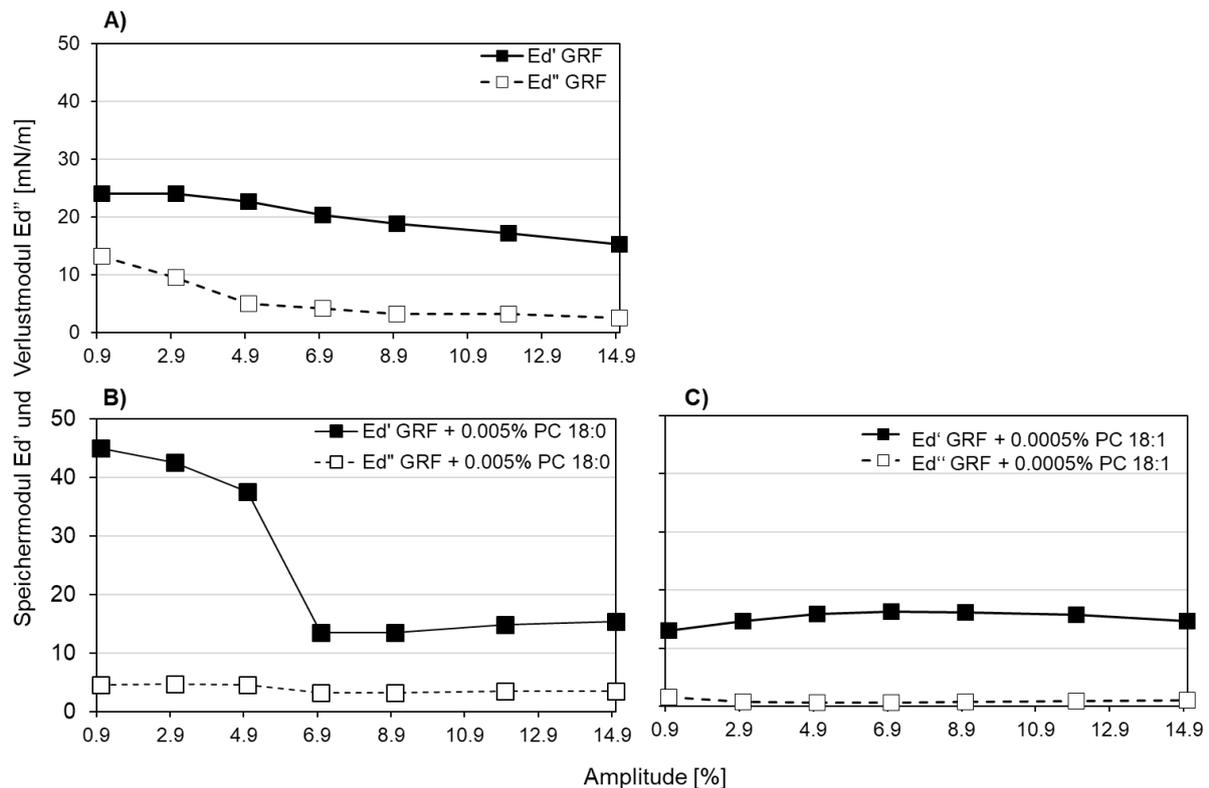


Abb 4: Speichermodul E_d' und Verlustmodul E_d'' als Funktion der Deformation (Amplitude) von Öl-Wasser-Grenzflächen, welche mittels Erbsenprotein (globulinreiche Fraktion, GRF) und Phospholipid stabilisiert wurden. Der Amplitudensweep wurde mittels Tropfenkonturanalyse durchgeführt. Die Konzentration an Phospholipid war fix (0.005% für PC 18:0, 0.0005% für PC 18:1), basierend auf AP 2 und entsprach jeder Konzentration, bei welcher Ko-existenz von Protein und Phospholipid erwartet wurde. GRF: globulinreiche Erbsenproteinfraktion. PC 18:0: gesättigtes Phosphatidylcholin. PC 18:1: ungesättigtes Phosphatidylcholin.

Alle drei Grenzflächen wiesen einen Speichermodul auf, welcher auf ein viskoelastisches Deformationsverhalten schließen lässt (Speichermodul über Verlustmodul). Dies lässt vermuten, dass sich ein Proteinnetzwerk an der Grenzfläche ausgebildet hat.

Der Speichermodul der reinen GRF_{Erbse} Grenzfläche ist höher als die der $GRF_{Erbse} + PC18:1$ Grenzfläche. Folglich wurden Protein-Protein-Wechselwirkungen an der Grenzfläche durch die Anwesenheit des ungesättigten PLs geschwächt. Im Gegensatz dazu wies die $GRF_{Erbse} +$ gesättigtes PL Grenzfläche zu Beginn des Amplitudensweeps den höchsten Speichermodul auf (Amplitude 1-5 %), was darauf hindeutet, dass das Protein und das gesättigte PL zeitgleich an der Grenzfläche vorlagen. Die Interaktion von Protein und PL hat dabei in einer Zunahme der elastischen Filmanteile resultiert; die Grenzflächenstabilität steigt. Eine Amplitude von 7 % scheint dabei ausreichend zu sein, um die an der Grenzfläche ausgebildete Struktur teilweise zu zerstören (Abnahme des Speichermoduls).

Um die Ausbildung eines Proteinnetzwerkes bzw. eines Protein-Phospholipid-Netzwerkes zu bestätigen, wurden die Grenzflächeneigenschaften der GRF_{Erbse} und der $GRF_{Erbse} + \text{Phospholipid}$ stabilisierten Grenzflächen zusätzlich mittels grenzflächenscherrheologischen Untersuchungen bei hohen Deformationsgraden ermittelt. Hierfür wurden zunächst die Stabilität der GRF_{Erbse} und der $GRF_{Erbse} + \text{Phospholipid}$ stabilisierten Grenzflächen an der Wasser-Sonnenblumenöl Grenzfläche bestimmt. Die Ergebnisse sind in der nachfolgenden Abbildung dargestellt.

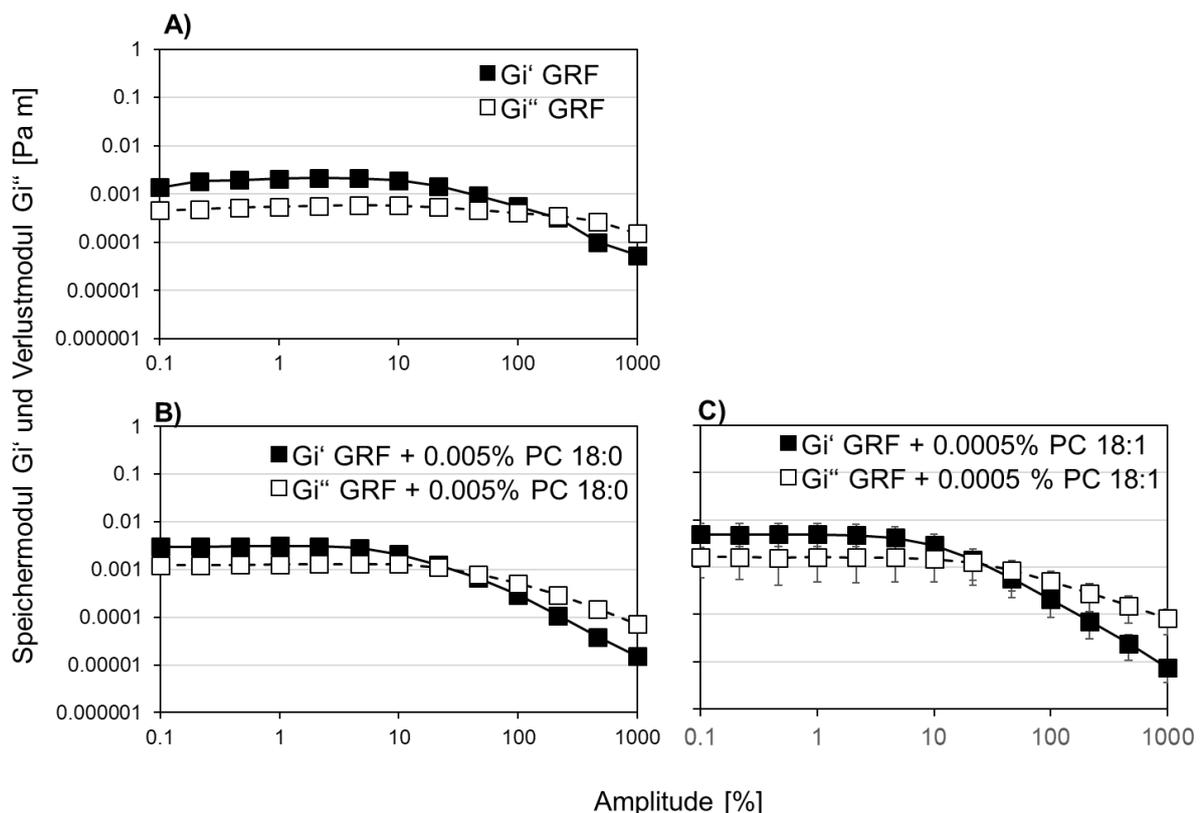


Abb. 5: Speicher- und Verlustmodul als Funktion der Deformation (Amplitude) von Öl-Wasser-Grenzflächen, welche mittels Erbsenprotein (globulinreiche Fraktion, GRF) und Phospholipid stabilisiert wurden. Der Amplitudensweep wurde mittels Scherrheologie durchgeführt. Die Konzentration an Phospholipid betrug 0.005% für PC 18:0 und PC 18:1, basierend auf AP 1 und entsprach jeder Konzentration, bei welcher Koexistenz von Protein und Phospholipid erwartet wurde. Für PC 18:1 wurden die Versuche mit 0.0005% für PC 18:1 aufgrund der geringen Werte wiederholt. GRF: globulinreiche Erbsenproteinfraktion. PC 18:0: gesättigtes Phosphatidylcholin. PC 18:1: ungesättigtes Phosphatidylcholin.

Sowohl die GRF_{Erbse} als auch die $GRF_{Erbse} + \text{Phospholipid}$ stabilisierten Grenzflächen wiesen bei geringen Beanspruchungsgraden einen Speichermodul auf, welcher über dem Verlustmodul lag. Die Grenzflächen wiesen somit ein viskoelastisches Deformationsverhalten auf, welches keine Frequenzabhängigkeit zeigte (Frequenzsweep, Anhang). Die bei der Dilatationsrheologie vermutete Netzwerkausbildung konnte somit bestätigt werden. Der Speichermodul der rein GRF_{Erbse} stabilisierte Grenzfläche war

bis Amplituden von 100% über dem Verlustmodul, was auf eine hohe Stabilität des Grenzflächenfilms hindeutet. Nach Überschreiten dieser Amplitude nimmt der Verlustmodul höhere Werte an. Dies bedeutet, dass das Proteinnetzwerk zerstört wurde und sich die Grenzfläche ab dem Zeitpunkt überwiegend viskos verhält.

Sowohl die $GRF_{Erbse} +$ gesättigtes Phospholipid als auch die $GRF_{Erbse} +$ ungesättigtes Phospholipid stabilisierte Grenzfläche wies einen ähnlichen Kurvenverlauf wie die der rein GRF_{Erbse} stabilisierte Grenzfläche auf; das Protein wurde nicht von der Grenzfläche verdrängt. Folglich ist eine Grenzflächenstabilität durch die Anwesenheit der Phospholipide nicht negativ beeinflusst worden.

Zusammenfassend lässt sich festhalten, dass die Protein-Phospholipidfilme vergleichend grenzflächenrheologisch charakterisiert sind. Der Einfluss von thermisch-mechanischem Stress ist bekannt. Zurzeit wird an FE I untersucht, welchen Einfluss die Anwesenheit von Strukturanten bzw. hochschmelzenden tropischen Fetten auf die Stabilität des Grenzflächenfilms haben. Die Auswahl und Konzentrationen an Strukturanten und TAG-strukturierten Fettphasen erfolgt dabei in Absprache mit FE II und FE III. Die Arbeiten sollen bis April 2025 abgeschlossen werden.

MS4: Protein-Phospholipidfilme sind vergleichend grenzflächenrheologisch charakterisiert. Der Einfluss von thermisch-mechanischem Stress auf die Stabilität der Phasengrenze ist untersucht.

AP5: Einfluss der Prozessvariablen auf Strukturierung und Strukturstabilität der Fettphase

(FE II; Auszug aus dem Projektantrag)

Ziel von AP5 ist es, den Einfluss von Prozessvariablen auf die Strukturierung und Stabilität der in AP3 ausgewählten Fettphasen im dispergierten Zustand zu untersuchen (Arbeitshypothese 2). An FE II werden diese Formulierungen nun in einem Rotor-Stator-System dispergiert und der Einfluss von Abkühlungsrate und Scherung auf die Strukturbildung und Stabilität der strukturierten Fettphase im Tropfen untersucht. Die mittlere Tropfengröße soll 5 μm bis 10 μm betragen. Die Charakterisierung der Systeme erfolgt mit den in AP3 beschriebenen Methoden, so dass sowohl die Gelbildungskinetik als auch die Desintegrationscharakteristik als Funktion der variierten Parameter

bekannt sind. Lagerungstests mit Temperaturzyklen werden für alle Modellsysteme durchgeführt, um die Strukturstabilität der Fettphase zu evaluieren. Die Bedingungen werden gemeinsam mit dem Projektbegleitenden Ausschuss an die in der Industrie üblichen Testbedingungen angepasst.

MS5: Der Einfluss von Kühlungsrate und Scherung auf die Gelbildung bzw. Struktur- bildung sowie Strukturstabilität für Oleogele und TAG-strukturierte Fettphasen im Tropfen ist bekannt.

Durchgeführte Arbeiten AP5

Die bisher ausgeführten Arbeiten des AP5 beziehen sich auf den Einfluss der Parameter des Kühlungsprozesses auf die Kristallisation und Effekte der Emulsion auf die Kristallisation und vice versa.

Untersuchungen zu verschiedenen Kühlraten wurden und werden für verschiedene Oleogelsysteme, Vorzugssysteme aus AP3, mit der DSC durchgeführt. Hierbei ist der Einfluss der Kühlrate auf Gelbildungskinetik, Gel-Sol Übergang und Struktur von zentraler Bedeutung.

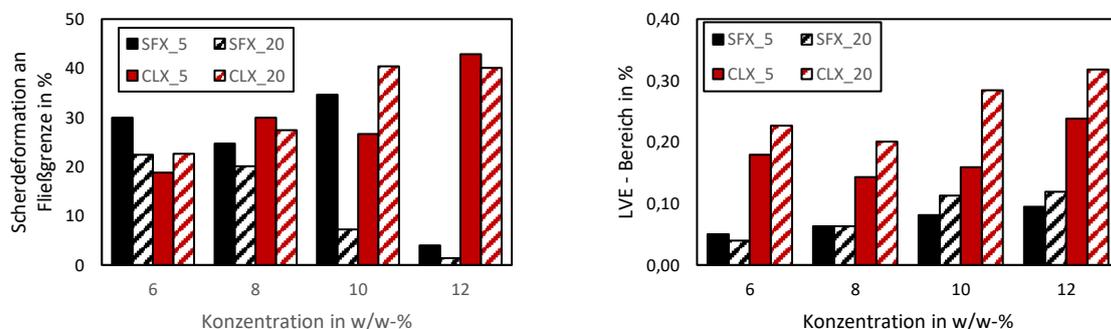


Abbildung 1: Einfluss der Kühlrate (5 K/min oder 20 K/min) auf rheologische Eigenschaften der Oleogele mit SFX und CLX

Abbildung 1 illustriert, dass die Abkühlungsrate in dem Bereich zwischen 5 K/min und 20 K/min auf die Fließgrenze und Ausdehnung des LVE-Bereichs nur minimalen Einfluss hat, so dass deutlich wird, dass die Effekte durch die Wahl des Wachs deutlich dominieren.

Vergleichbare Untersuchungen, Effekte der Variation der Kühlrate, zu Triglyceridkompositionen wurden ebenfalls ausgeführt und befinden sich derzeit in der Auswertung und fließen in Planungen zu weiteren experimentellen Kampagnen ein.

Einfluss der Fettphasenkristallisation auf die Tropfenform in Emulsionen

Zur Untersuchung der Auswirkungen der (Teil-)kristallisation der Fettphase wurden zunächst Emulsionen im Verhältnis Wasser: Fettphase:Lecithin von 94:5:1 hergestellt. Um die Visualisierung der Tropfenverformung hervorzuheben, wurden grobe Emulsionen mit einem Magnetrührer hergestellt. Die Fettphase wurde auf 70°C (90°C bei SFX) erhitzt, um alle festen Bestandteile vollständig aufzuschmelzen, und mit der vorgefertigten Wasser/Lecithin – Mischung bei derselben Temperatur zu emulgieren. Für die Hellfeld- und Polarisationsmikroskopieaufnahmen (Axio.Scope.A1 KMAT von Zeiss) wurden die Proben auf einen vorgeheizten Objektträger aufgetragen. Mit der Stage MHCS120 von Microptic BV wurden die entsprechenden Kühlraten oder isothermen Haltetemperaturen eingestellt. Zur Herstellung der Emulsionen, die in ihrer Tropfengrößenverteilung den späteren Produkthanforderungen gerecht werden und den mit der Membranemulgieranlage von FE III hergestellten Emulsionen ähneln, wurde der Panda 2K Hochdruckhomogenisator von GEA verwendet. Die Entscheidung dieses Verfahren, anstatt der Projektantrag angeführten Rotor-Stator Lösung zu wählen, beruht auf vergleichenden Untersuchungen im Rahmen des Projekts, die eindeutig die Überlegenheit der wiederholten Homogenisierung zeigen. Alle Emulsionen wurden etwa 10 °C über der jeweiligen höchsten Schmelztemperatur hergestellt. Die mittels Magnetrührer hergestellte Voremulsion wurde bei 50 bar homogenisiert. Es wurden bis zu 5 Zyklen durchlaufen. Die folgenden Ausführungen beziehen sich auf Zyklus 1. Die erreichten Tropfengrößen sind Tabelle 2 dokumentiert. Die gegebenen Daten sind optisch ermittelt. In diesem Fall ist die Repräsentativität der Bestimmung durch das sogenannte Stitching deutlich verbessert. Die Anzahl der Daten und Untersuchungen zu Wiederholbarkeit haben dies bestätigt. Die Daten illustrieren, dass nach 5 Durchläufen (Z5) die Zieltropfengröße von Milch gut abbildet wird.

Ergebnisse „grobe“ Emulsion

Die im Folgenden gezeigten Mikroskopaufnahmen illustrieren den Einfluss der inneren kristallisierenden Phase auf die Tropfen. Es handelt sich um Untersuchungen an großen Tropfen. Das bedeutet, dass die Formintegrität der Tropfen als Funktion ihres

Durchmessers ist (Laplacedruck) geringer ist als bei kleinen, realistischen Tropfen. Nichtsdestotrotz erlauben die Bilder bereits wichtige Einblicke. Sowohl für Sonnenblumenwachs als auch für alle Fette sind zahlreiche Kristalle zu sehen, die keine bevorzugte Orientierung zur Grenzfläche aufweisen. Dies weist darauf hin, dass für die gegebenen Prozessbedingungen keine heterogene Keimbildung an der Grenzfläche vorlag. Um schlussfolgern zu können, dass umfängliche Keimbildung im Inneren des Tropfens stattgefunden hat, sind weitere Untersuchungen notwendig. Es ist hingegen bekannt, dass adäquate Emulgatoren in der Phasengrenzfläche als Template fungieren können. Hier wurde bisher ausschließlich Lecithin verwendet. Die Aufnahmen illustrieren jedoch, das Potenzial die Kristallorientierung aufzulösen. Die weiteren Untersuchungen sollten Hinweise darauf geben und damit ein zielführende Manipulation der Kristallorientierung ermöglichen. Darüber hinaus ist festzustellen, dass die Kristallisation in allen Fällen Einfluss auf die Tropfenform nimmt. Neben in nahezu allen Proben auftretenden Abweichung von einer kreisrunden Form sind in der auf Palmstearin beruhenden Probe klare Anomalien, regelmäßige ‚Stachel‘, in der Grenzfläche sichtbar. Ob sich diese bei längerer Lagerung auswachsen und zur Koalenszenz führen können, ist Objekt laufender Studien. Ein Vergleich der nebeneinanderstehenden Bilder zeigt, dass die Abweichung von der runden Form, Effekt der inneren Kristallisation, für langsam abgekühlte Proben (links) ausgeprägter ist.

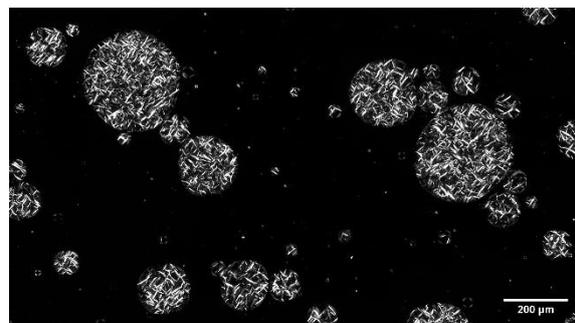
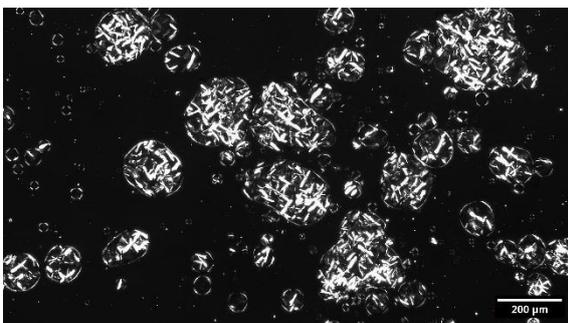
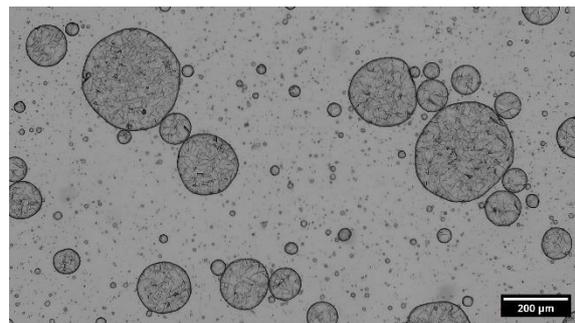
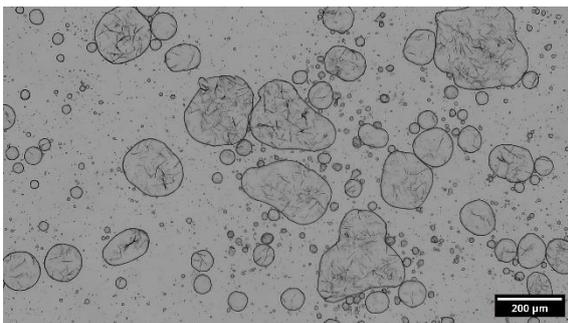


Abbildung 9: Hellfeld- (oben) und Polarisations- (unten) Mikroskopieaufnahmen einer auskristallisierten Emulsion mit SFO – SFX – Oleogel (10 w/w-%) als Fettphase abgekühlt unterschiedlichen Kühlraten: 2 K (links) und 25 K (rechts).

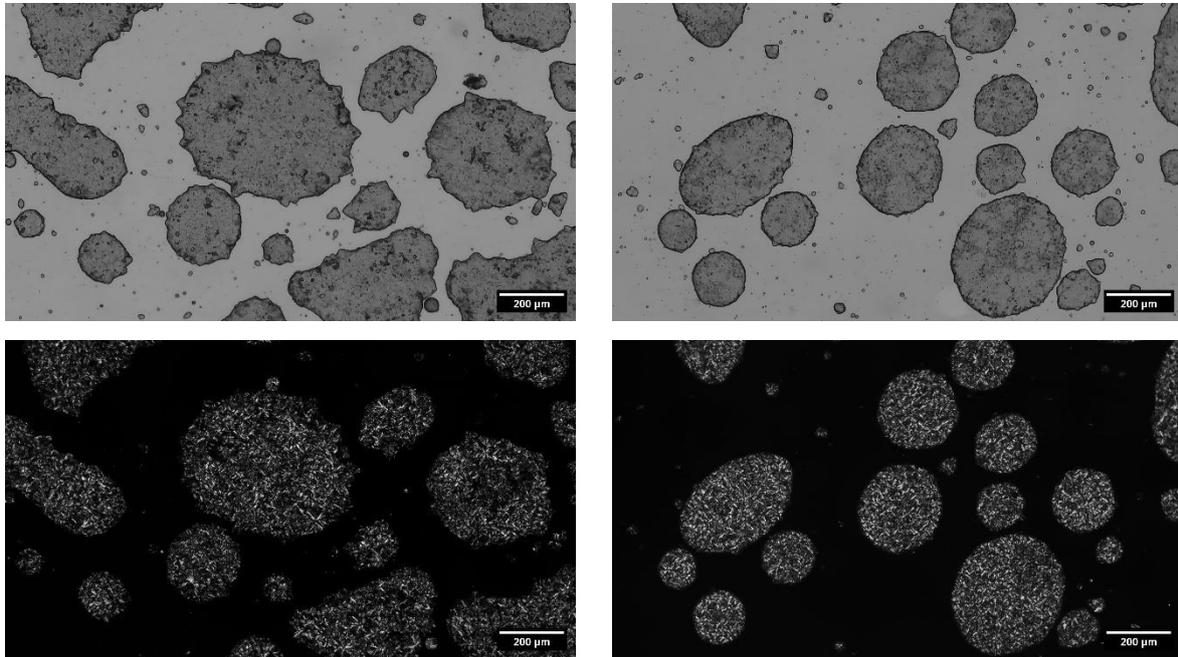


Abbildung 10: Hellfeld- (oben) und Polarisations- (unten) Mikroskopieaufnahmen einer auskristallisierten Emulsion mit Palmölstearin als Fettphase. Die Emulsion wurde mit 25 K/min auf 30 °C (links) und 10 °C (rechts) abgekühlt und bei der Zieltemperatur gehalten.

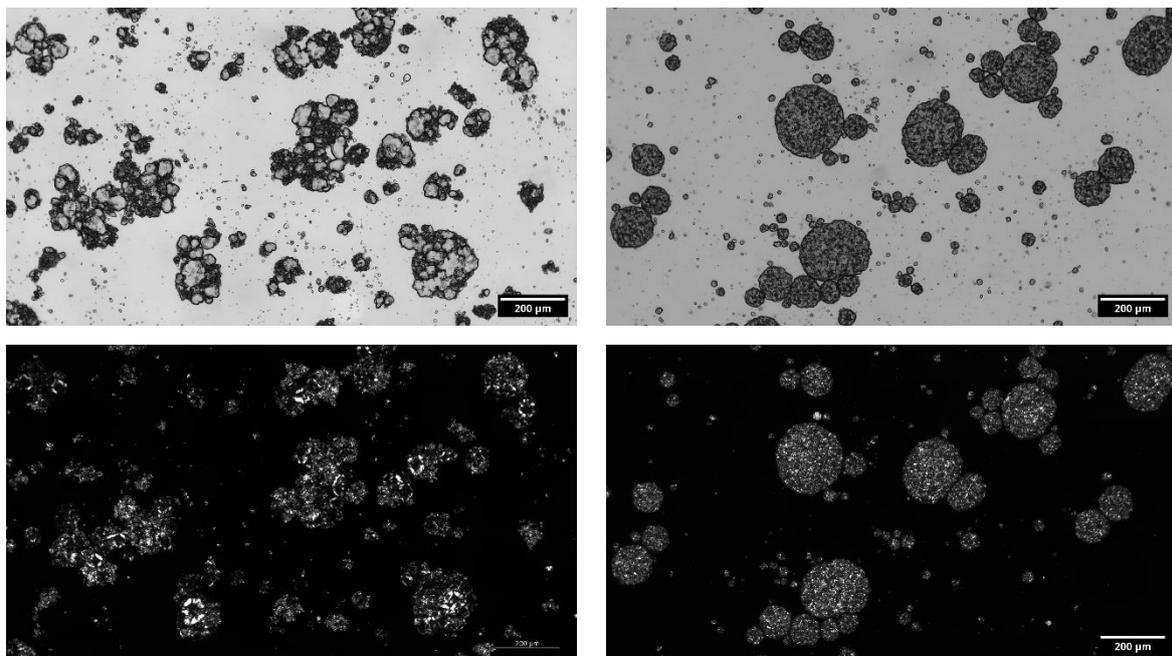


Abbildung 11: Hellfeld- (oben) und Polarisations- (unten) Mikroskopieaufnahmen einer auskristallisierten Emulsion mit Sheastearin als Fettphase. Die Emulsion wurde mit 25 K/min auf 25 °C (links) und 10 °C (rechts) abgekühlt und bei der Zieltemperatur gehalten.

Die gezeigten Resultate illustrieren eindrucksvoll, dass die in AP3 gewonnenen Erkenntnisse eine wichtige Grundlage für die weiteren Betrachtungen zur ‚in Tropfen‘-Kristallisation darstellen.

Ergebnisse „feine“ Emulsion

Anstatt mit dem Magnetrührer oder Ultra-Turrax Emulsionen mit variabler Tropfengröße herzustellen wurde auf den Homogenisator zurückgegriffen. Nach Untersuchungen an Emulsionen mit relativ grober Tropfengrößenverteilung, ist auf eine Mehrfachhomogenisierung zurückgegriffen worden. Die Tropfengrößenverteilung wurde in diesem Fall mikroskopisch ermittelt. Die Stitch-Funktion des Mikroskops ermöglicht es relevante Anzahlen an Tropfen zu vermessen. Die Tabelle zeigt, dass mit 5 Homogenisierungsschritten eine enge Tropfengrößenverteilung erzielt werden konnte. An der Überführung der optischen Daten in die übliche Darstellung der Partikel/Tropfengrößenverteilung wird derzeit gearbeitet.

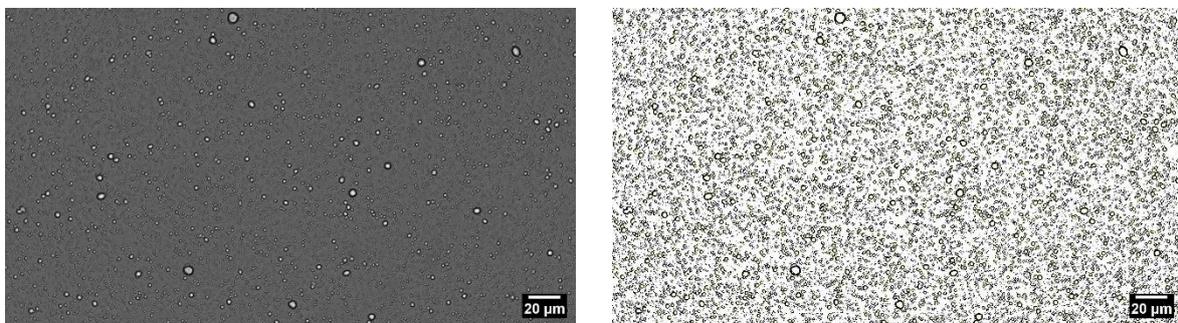


Abbildung 12: Mikroskopieaufnahme der im Homogenisator hergestellten Emulsion mit SFX - Oleogel als Fettphase. Originalbild (links), nach Bildbearbeitung (rechts)

Tabelle 2: Anzahl der ausgewerteten Tröpfchen pro Klasse

System	Klasse 1 < 1.0 µm	Klasse 2 1.0 - 1.5 µm	Klasse 3 1.5 - 2.0 µm	Klasse 4 2.0 - 2.5 µm	Klasse 5 > 2.5 µm
SFO	20507	17000	3682	1039	647

SFX-40K	13703	11200	3584	1346	1082
SFX-1K	7051	3566	897	321	191
POS-40K	19976	9502	2263	606	245
POS-1K	9503	9216	2937	819	388

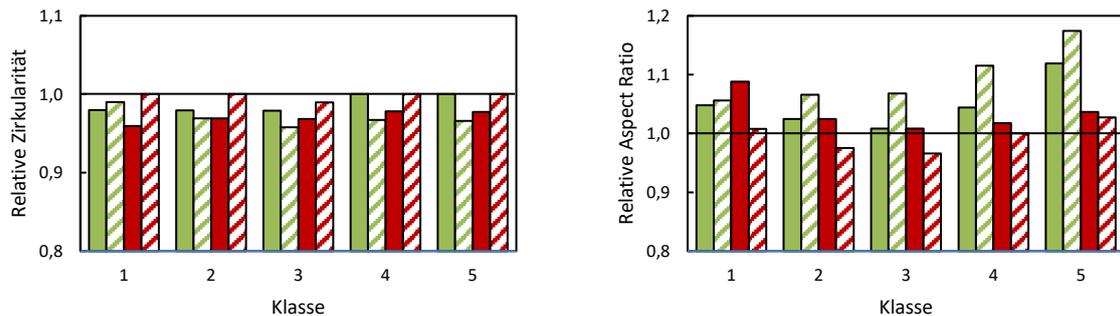


Abbildung 13: Relative Zirkularität und Aspect Ratio der Emulsionen bezogen auf das SFO – System des Palmölstearinsystems (rot) und des Sonnenblumenwachssystems (grün) nach Z1 bei unterschiedlichen Kühlraten: 40 K/min (ausgefüllt), 1 K/min (schraffiert)

Die weitere detaillierte Auswertung der Bilder zu feinen Emulsionen findet derzeit statt. Die obenstehenden Grafiken illustrieren in jedem Fall bereits, dass mehrere Homogenisatordurchläufe einen Effekt haben. Darüber hinaus ist deutlich, dass die Form der ‚kristallisierten‘ Tropfen sowohl vom Strukturanten als auch der Kühlungsrate abhängt. In den beiden unteren Grafiken ist die Öl-basierte Probe zur Referenz erklärt worden. Für zukünftige Experimente ist geplant, die Tropfengrößen der heißen Probe (immer flüssig) mit der der abgekühlten und der kühlgehaltenen (gelagert) zu vergleichen. Es ist zu erwarten, damit die Unterschiede zwischen unterschiedlichen Emulgatoren und Strukturanten deutlich herausarbeiten zu können.

In Anbetracht der bisher gesammelten Ergebnisse und der oben präsentierten ist die Schlussfolgerung, dass AP5 voll im Plan ist, angemessen.

AP6: Einfluss der Tropfengröße auf die Strukturierung der Fettphase (FE III)

Ziel von AP 6 ist es, den Einfluss der Tropfengröße auf die Strukturbildung in der Fettphase zu beschreiben (Arbeitshypothese 3). Die Zusammensetzungen des Grenzflächenfilms und der Fettphase wurden dazu in der ersten Phase des Projekts (AP2 und AP3) definiert. Der Dispersphasenanteil wird in AP6 auf 3 % eingestellt. Die Öltropfen-

größe soll auf drei Stufen (1 µm, 5 µm und 10 µm) variiert werden, was Größen entspricht, die in typischen Milchersatzprodukten zu finden sind. Die Modellemulsionen werden daher mithilfe einer Spritzenmembranemulgieranlage (Eigenbau an FE III) hergestellt, mit der mit Drücken zwischen 1,5 bar und 6 bar eine sehr schmale Tropfengrößenverteilung erreicht wird. Die Bestimmung der Tropfengröße erfolgt mittels statischer Laserbeugung an einem Horiba LA-950V2 Laser Particle Size Analyser (Retsch Technology GmbH, Haan, Deutschland).

Zur Untersuchung der Kristallisation in den Emulsionen werden diese bei Kühl-schranklagerung auf die Änderung ihrer Tropfengrößen am Horiba und ihre Partikel-form am Polarisations-Lichtmikroskop untersucht. Bei ausgewählten Proben wird ein Teil des freien Wassers sublimiert, um mit Cryo-REM bei bei Thermo Electron (Mitglied des PA) die Kristallisation der TAG-Phase zu betrachten. Das Wachstum der Kristalle bei der Strukturierung der Öltropfen kann zu einem Hinauswachsen über die Phasen-grenzfläche führen und damit die Partikel verformen. Die Messung der Tropfengrößen und -Form zur Untersuchung des Einflusses der Lagerdauer sollen nach Herstellung, nach einer Woche und nach einem Monat stattfinden. Zusätzlich soll der Einfluss von Temperaturschwankungen (5 – 35 °C) analog zu AP5 auf die Kristallisation und Stabi-lität untersucht werden. Die Systeme werden dazu in drei Zyklen mit Kühl-/Heizraten von 2 K/min aufgeschmolzen (systemabhängiger Schmelzbereich wurde in AP3 mit-tels DSC bestimmt) und wieder zum Erstarren gebracht. Erneut werden TGV und Mik-roskopaufnahmen zur Beurteilung der Stabilität herangezogen.

MS6: Der Einfluss der Tropfengröße auf die Strukturierung in TAG-strukturierten Fett-phasen ist bekannt.

Durchgeführte Arbeiten im Jahr 2024 (FE III)

FE III bearbeitet aktuell AP6, AP7 beginnt im Februar 2025.

Die Strukturbildung in der Fettphase hängt wie in Arbeitshypothese 3 beschrieben stark von der Tropfengrößenverteilung (TGV) in einer Emulsion ab. Im Rahmen der Bearbeitung der Arbeitshypothese wurde sich für die Herstellung von zwei verschie-denen Median-Tropfengrößen an einer Membranemulgiernalage der FE 3 entschie-den: 3,66 µm um eine Modellformulierung für Sahnealternativen, und 1,2 µm um eine Modellformulierung für Milch zu untersuchen. Aufgrund der wechselnden Struktur der

Gemische, welche manchmal als Suspensionen, manchmal als Emulsionen vorliegen, werden die Gemische als Suspoemulsionen bezeichnet. Die Suspoemulsionen wurden mit verschiedenen Dispersphasen und bei unterschiedlichen Temperaturen untersucht, um die Struktur durch unterschiedlich viel Kristallisation zu variieren. Es wird Öl reich an mittelkettigen Fettsäuren (MCT-Öl, flüssig im Anwendungsbereich, Witarix 60/40, IOI Oleo GmbH, Deutschland), Kokosfett (Schmelzbereich = 30–39 °C, Softisan 100, IOI Oleo GmbH, Deutschland) und Milchfett (Schmelzbereich = 15–35 °C, Butaris, Dairy Fine Food GmbH, Deutschland) genutzt. Zur Herstellung der Suspoemulsionen wurde eine Stammlösung hergestellt, indem 2 % Molkenproteinisolat unter Rühren bei Raumtemperatur in Wasser verdünnt wurden. Die Lösung wurde dann in eine 10-ml-Luer-Lock-Spritze (Omnifix, B. Braun SE, Melsungen, Deutschland) überführt. Das Kokosfett, ein Mischfett (Kokosfett und MCT-Öl) und das Milchfett wurden unter Rühren auf einer Heizplatte 10 K über dem Schmelzbereich geschmolzen. Die verschiedenen Triglyceride wurden entsprechend der in Tabelle 3 angegebenen Mengenverhältnissen in eine zweite 10-ml-Luer-Lock-Spritze überführt. Alle Spritzen wurden in einem Wasserbad bei 60 °C aufbewahrt. Die Modellemulsionen wurden mithilfe einer Membranemulgieranlage (Eigenbau FE III) hergestellt, mit der bei geringem Produktionsvolumen ($V_p = 15$ ml) schmale Tropfengrößenverteilungen erreicht werden. Bei den Sahnealternativen beträgt der Dispersphasenanteil $\varphi = 30$ %. Zur Herstellung der Milchalternativen wurden die Sahnealternativen mit demineralisiertem Wasser auf $\varphi = 3,5$ % gebracht. Alle Suspoemulsionen wurden am Tag der Messung frisch hergestellt.

Tabelle 3: Formulierungsparameter der Suspoemulsionen. Die Suspoemulsionen werden nach der verwendeten Tri-glyceridphase benannt. Verwendet wurden mittelkettige Triglyceride (MCT), hydrierte Kokosglyceride (Kokosfett), eine Kombination aus mittelkettigen Triglyceriden und hydrierten Kokosglyceriden (MCT/Kokosfett) und reines Butterfett (PBF).

Suspoemulsions – Bezeichnung		Molkenproteinlösung / %	Kokosfett / %	MCT-Öl / %	Milchfett / %
MCT – Suspoemulsion (SE)		70	30		
Mischfett – SE			15	15	
Kokosfett – SE			30		
Milchfett – SE					30

Bei der Membranemulgieranlage wurden zum Vormischen die Spritzen zuerst mit einem Luer-Lock-Adapter (Rotilabo, Carl Roth GmbH + Co. KG, Karlsruhe, Deutschland) verbunden, um die Flüssigkeit 20 Mal zwischen den Spritzen hin und her zu schieben, im Folgenden als Anzahl der Durchgänge bezeichnet. Anschließend wurde ein hydrophiler Spritzenfilter zwischen die Spritzen eingesetzt. Beide Spritzen wurden mit Heißluftströmen konstant auf über 60 °C gehalten, um die dispergierte Phase flüssig zu halten. Die Tropfengröße von 3,66 µm wurde mithilfe eines hydrophilen Spritzenfilters mit einer Porengröße von 10 µm (PSF Acrodisc, Durchmesser = 25 mm, Pall Corporation, New York, USA) und 20 Durchgängen erreicht. Die Tropfengröße von 1,2 µm wurde mithilfe eines hydrophilen Spritzenfilters mit einer Porengröße von 0,8 µm (PSF Acrodisc, Durchmesser = 25 mm, Pall Corporation, New York, USA) und 10 Durchgängen hergestellt. Nach dem Emulgierprozess wurden alle Proben auf Raumtemperatur abgekühlt. Um die Strukturierung der Dispersphase durch die verschiedenen Triglyceride bei den unterschiedlichen Emulsionen zu vergleichen, müssen die Tropfengrößenverteilungen der Emulsionen ähnlich sein. Zur Überprüfung wurde daher die Tropfengrößenverteilung der Emulsionen mit einem Laserbeugungs-Partikelgrößenmessgerät in einer Durchflussmesszelle (Horiba LA-940, Retsch Technology, Haan, Deutschland) bestimmt. Die Emulsionen wurden vor der Analyse verdünnt und dreimal bei Raumtemperatur gemessen. Der charakteristische x50,3-Wert und die Span-Wert zur Darstellung der Tropfengrößenverteilungen wurden bestimmt. Es wurden ähnliche Tropfengrößen erzielt, wie aus Tabelle 4 hervorgeht. Eine im Supermarkt gekaufte Sahne (Beste Wahl, Rewe) hatte einen x50,3-Wert von 3,552 µm ± 0,069 mit einem Span = 1,167.

Tabelle 4: Tropfengrößenverteilungen der Milch-Modellemulsionen und Sahne-Modellemulsionen

	Milch-Modellemulsionen			Sahne-Modellemulsionen		
	$x_{50,3} / \mu\text{m}$		Span / -	$x_{50,3} / \mu\text{m}$		Span / -
MCT-Öl	1,208	$\pm 0,016$	1,126	3,793	$\pm 0,193$	0,933
Mischfett	1,279	$\pm 0,005$	1,242	3,552	$\pm 0,309$	0,926
Kokosfett	1,054	$\pm 0,021$	1,123	3,584	$\pm 0,080$	0,967
Milchfett	1,261	$\pm 0,007$	1,175	3,723	$\pm 0,052$	1,027

Der Einfluss auf die Struktur wurde anhand von zwei Kriterien untersucht, deren Ergebnisse vorgestellt werden. **1: Die Kristallisation** mithilfe der Polarisationsmikroskopie und deren Auswirkung auf die Festigkeit mithilfe von Druckversuchen wurden betrachtet. **2. Die Reibung** als charakteristischer Kennwert für das Mundgefühl wurden mithilfe der Tribologie als neue Methode an Forschungseinrichtung III gemessen.

1. Kristallisation als Strukturgeber:

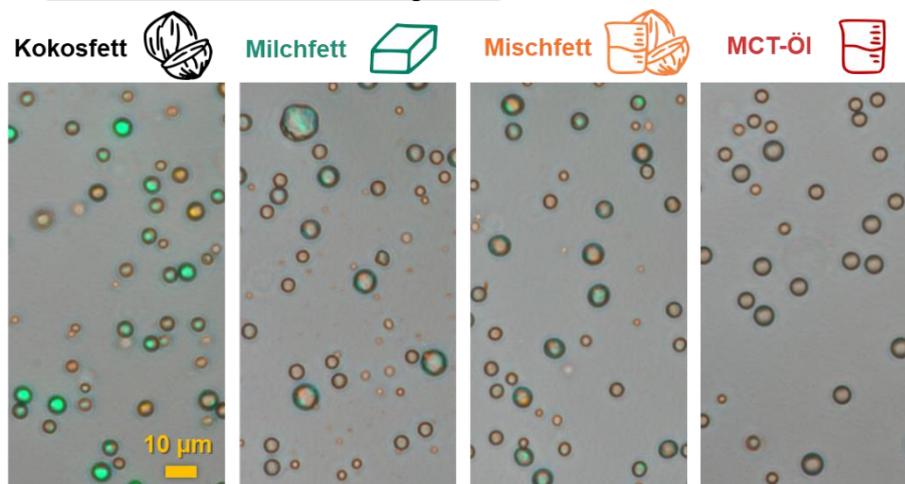


Abbildung 14: Bilder aus der Polarisationsmikroskopie bei 5 °C. Kristalline Partikel erscheinen gelb und/oder grün, flüssige erscheinen grau.

Die allgemeine Mikrostruktur der Tropfen wurde direkt nach der Herstellung beurteilt. In Abbildung 14 sieht man beispielhaft Bilder der verschiedenen Modellemulsionen mit $3,66 \mu\text{m}$ aus der Polarisationsmikroskopie (Eclipse LV100ND, Nikon, Shinagawa, Japan) bei 5 °C. Kristallin, also fest, vorliegende Triglyceride erscheinen unter polarisiertem Licht grün oder gelb. Sind die Triglyceride flüssig sind oder amorph vorliegen bleiben sie farblos. Der Anteil der grünen Tropfen ist bei der Kokosfett-SE ganz links am höchsten, bei der Milchfett-Emulsion und der Mischfett-Emulsion ähnlich gering und

bei der MCT-Emulsion sind keine Kristalle zu sehen. Da Partikel im Submikrometerbereich unter dem Lichtmikroskop nicht sichtbar sind, können mit der Methode keine Rückschlüsse auf den Anteil des festen Fetts gezogen werden, und mit dieser Methode die Modellemulsionen mit 1,2 μm nicht sinnvoll ausgewertet werden.

Um die Festigkeit der dispersen Phase quantitativ darstellen zu können, wurden der E-Modul, also die Festigkeit der Triglyceride bei 5 °C und 20 °C mit Druckversuchen gemessen. Dazu wurden Triglyceridzylinder hergestellt (8 mm Höhe, 25 mm Durchmesser), Kompressionsversuche mit einem Rheometer mit Platte-Platte Geometrie (Haake Mars 60, Thermo Scientific, Karlsruhe, Deutschland) durchgeführt. Die Versuche wurden bei einer Kompressionsgeschwindigkeit von 0,05 mm/s bis 75 % der Ausgangshöhe durchgeführt. Der E-Modul wurde aus der Anfangssteigung der Spannungs-Dehnungs-Kurven im Dehnungsbereich von etwa 0,05 bis 0,10 ermittelt, siehe Ergebnisse in Tabelle 5. Die Messungen wurden dreifach durchgeführt.

Tabelle 5: E-modul für die verschiedenen Triglyceridzylinder zum Vergleich der Festigkeit.

Bulk	5 °C		20 °C	
	E-Modul / MPa		E-Modul / MPa	
Kokosfett	5.5419	± 0.3231	3.004	± 0.0729
Milchfett	2.6301	± 0.3164	0.0195	± 0.0004
Mischfett	2.2532	± 0.3085	0.5615	± 0.1124

Die Festigkeit des Kokosfetts ist am höchsten und passt zu den Mikroskopaufnahmen, da auch in den Emulsionen mit Kokosfett die meisten Kristalle gebildet wurden. Die Festigkeiten bei 5 °C des Milchfetts und des Mischfetts ist dieselbe und stimmt ebenfalls mit den Mikroskopaufnahmen überein.

2. Reibung als charakteristischer Wert für das Mundgefühl:

Mithilfe der Tribologie kann die Auswirkung von Emulsionen auf die Reibung in einem Messsystem dargestellt werden. Dazu werden Polydimethylsiloxan-Pins verwendet, auf die eine Glaskugel mit vorgegebener Kraft F_N drückt. Weiter wird die Rotationsgeschwindigkeit v_r vorgegeben und mit zunehmender Dauer des Versuchs erhöht, um den Scherratenbereich des Mundraums und des Schluckvorgangs abzubilden. Die zur

Erhöhung der Rotationsgeschwindigkeit aufgewendete Kraft F_R wird aufgezeichnet, um hieraus den Reibungskoeffizienten μ_R zu berechnen, siehe Abbildung 15. Die hieraus erhaltene Messkurve wird Stribeckkurve genannt, und unterteilt sich in die drei Bereiche 1. Grenzreibung, 2. Mischreibung, 3. hydrodynamischer Anhub.

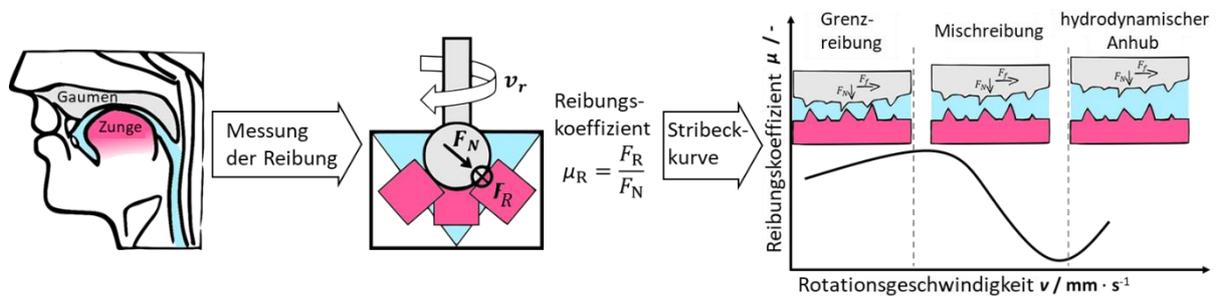


Abbildung 15: Grundlagen der Tribologie zur Messung der Reibungskoeffizienten der Suspoemulsionen.

Um den Unterschied der Tropfengröße herauszuarbeiten werden die Ergebnisse der Emulsionen mit hohem Dispersphasenanteil $\varphi = 30 \%$ präsentiert, da hier die Auswirkung der Fettphase besser sichtbar ist. Dazu sind in Abbildung 16 die Reibungskoeffizienten über der Rotationsgeschwindigkeit der Suspoemulsionen mit $1,2 \mu\text{m}$ bei vier verschiedenen Temperaturen dargestellt. Dadurch wird die Kristallinität auf unterschiedliche Arten variiert. Bei 5°C werden bei den Kokosfett-Emulsionen die höchsten Reibungskoeffizienten erzielt. Je höher die Temperatur, desto mehr nähert sich der Verlauf der Reibungskoeffizienten der MCT-Emulsion an, deren Dispersphase bei allen Temperaturen flüssig vorliegt.

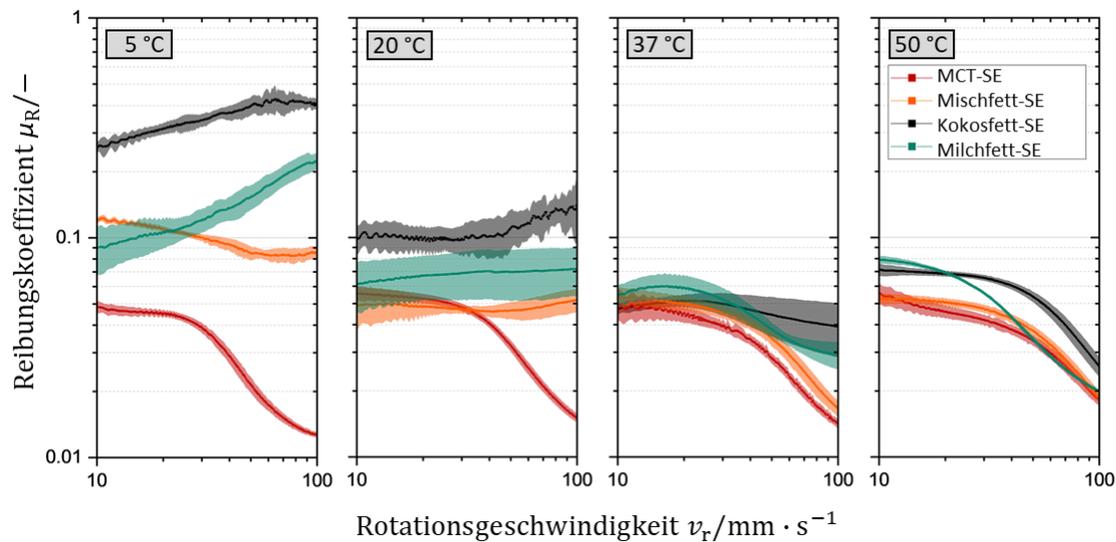


Abbildung 16: Tribologische Messungen der Suspoemulsionen (SE) mit 1,2 µm mit den Reibungskoeffizienten über der Rotationsgeschwindigkeit. Die Reibungskoeffizienten aller SE nehmen trotz unterschiedlicher dispergierter Phasen mit zunehmender Temperatur ab. Der Verlauf der MCT-MSS ist bei allen vier Temperaturen gleich, während der Verlauf der HCG-MSS bei niedrigen Temperaturen ansteigt und bei hohen Temperaturen abnimmt.

In Abbildung 17 werden die Modellemulsionen mit 1,2 µm mit den Modellemulsionen mit 3,66 µm exemplarisch bei zwei Temperaturen verglichen.

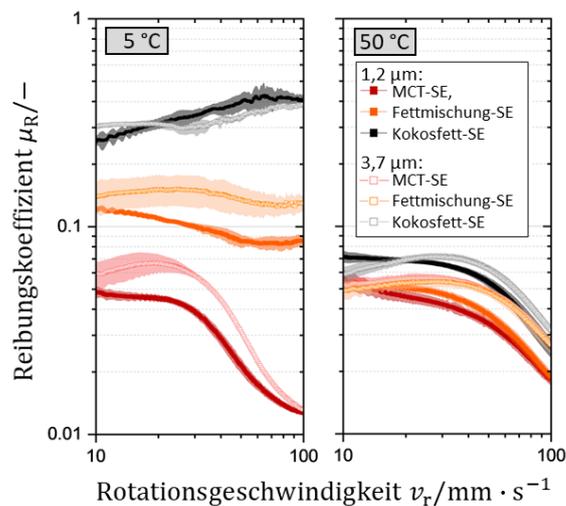


Abbildung 17: Tribologische Messungen der Suspoemulsionen (SE) mit 1,2 µm und 3,66 µm mit den Reibungskoeffizienten über der Rotationsgeschwindigkeit. Der Unterschied der Tropfengröße hatte keine Auswirkung auf den Verlauf der Reibung über der Rotationsgeschwindigkeit.

Die Reibungskoeffizienten der Emulsionen sind über den gesamten Rotationsgeschwindigkeitsbereich sehr ähnlich. Die Erklärung für den steigenden Reibungskoeffizienten bei sinkender Temperatur ist höchstwahrscheinlich die Kristallisation der verschiedenen Triglyceride. Je höher der Festfettgehalt (Erkennbar an der Grünfärbung unter dem Mikroskop) der verwendeten Triglyceride, desto höher ist der gemessene

Reibungskoeffizient. Auch bei geänderter Tropfengröße, bleibt der Verlauf der Reibungskoeffizienten gleich. Daraus wird geschlossen, dass die Festigkeit die durch die Kristallisation verursacht wird in den Tropfen mit 1,2 μm genauso stattfindet wie in den 3,66 μm großen Tropfen. Zur besseren Veranschaulichung werden die gemessenen E-Module des Bulkphase der Triglyceride gegen die Reibungskoeffizienten der Suspoemulsionen in Abbildung 18 aufgetragen.

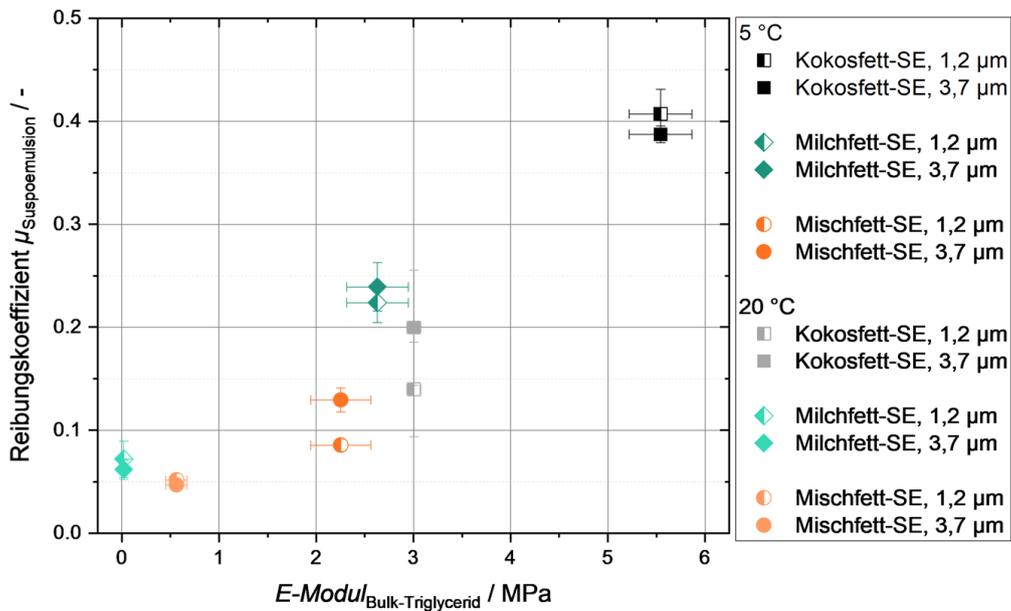


Abbildung 18: Reibungskoeffizienten der Suspoemulsionen bei 100 mm/s aufgetragen über den E-Modul der Bulk-Triglyceridphase.

Zum einen ist der Zusammenhang sichtbar, dass mit steigender Festigkeit der Bulkphase die Reibungskoeffizienten der Suspoemulsionen ansteigen. Desweiteren verhalten sich die Modellemulsion mit 1,2 μm und die Modellemulsion mit 3,66 μm ähnlich. Daher wird angenommen, dass die Kristallinität in der Dispersphase ähnlich sein muss, da sonst nicht dieselben Reibungskoeffizienten zu erwarten wären.

Auch wurden Suspoemulsionen mit Erbsenprotein als Emulgator hergestellt. Dazu wurde windgesichtetes Erbsenmehl (Yellow Pea, GoodMills Innovation GmbH, Hamburg, Deutschland) gelöst, mittels Bradford-Analyse der Proteingehalt gemessen und für die Suspoemulsionen auf 2 % eingestellt. An einer Membranemulgieranlage wurden dann rein pflanzliche Suspoemulsionen hergestellt. Der mittlere Durchmesser der verschiedenen Suspoemulsionen liegt bei ca. 5,5 μm . In Abbildung 19 werden exemplarisch die Reibungskoeffizienten der Erbsenprotein-Suspoemulsionen mit den Molkenprotein-Modellemulsionen mit 1,2 μm verglichen.

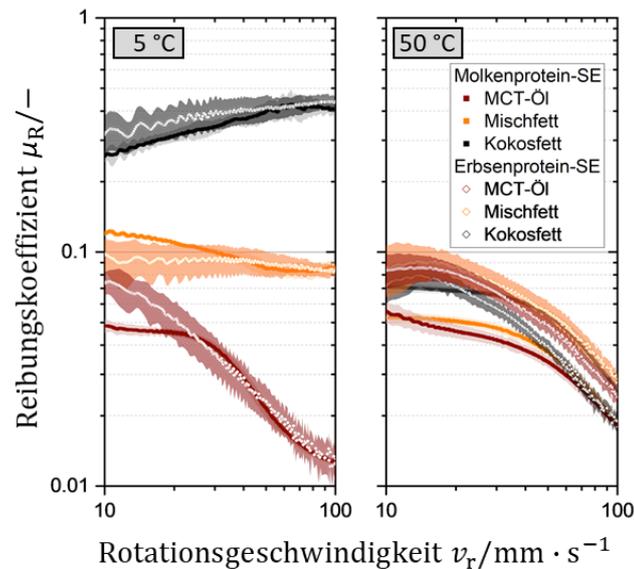


Abbildung 19: Tribologische Messungen der Suspoemulsionen (SE) mit Molken- und Erbsenproteinen als Emulgator mit den Reibungskoeffizienten über der Rotationsgeschwindigkeit. Die Reibungskoeffizienten der Messkurve n mit der gleichen Dispersphase sind sehr ähnlich.

Die Reibungskoeffizienten der Erbsenprotein – und Molkenprotein-Suspoemulsionen über den gesamten Rotationsgeschwindigkeitsbereich sind sehr ähnlich. Die Festigkeit der Dispersphase hatte erneut denselben Einfluss, auch unabhängig von der Tropfengröße in den Suspoemulsionen.

Bisheriges Ergebnis aus AP6: Der Einfluss der Tropfengröße wurde mit verschiedenen dispergierten Triglyceridphasen zwischen 1,2 μm (typische Tropfengröße in Milch) und 3,6 μm (typische Tropfengröße in Sahne) variiert. Dieser Unterschied in der Tropfengröße hatte keine Auswirkung auf das Reibungsverhalten und Kristallisationsverhalten der dispersen Phase. Ein Ergebnistransfer an die Öffentlichkeit fand bereits mit einem Vortrag und Postern auf Konferenzen und der Veröffentlichung *Changing the oral tribology of emulsions through crystallization of the dispersed triglyceride phase*; (<https://onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.1111/jtxs.12871>) statt.

Ausstehende Ergebnisse aus AP 6: Rekrystallisationsversuche der Festfett-Emulsionen durch Lagerung und Schaukeltests.

AP7: Beurteilung in Modellanwendungen (Labormaßstab, FE III)

Ziel von AP7 ist es, die Erkenntnisse zum Einfluss von Tropfengröße und thermisch - mechanischem Stress auf spezifische produktrelevante Qualitätsaspekte in typischen

Modellanwendungen zu untersuchen und so die in Arbeitshypothese 4 formulierten Zusammenhänge zu überprüfen. Die Modellanwendungen sind in Tab. 2 dargestellt.

Tab. 2: Übersicht über die Modellanwendungen und spezifische Qualitätsaspekte

Modellanwendung	Vegane Milchalternative / Barista-Variante	Vegane Sahnealternative (Kochen)	Vegane Sahnealternative (Schlagen)
Rohstoffe	Erbseprotein bzw. Haferprotein 2 kommerzielle Lecithine 4 TAG-strukturierte Fettphasen und 4 Oleogele (aus AP3)		
Protein (%)	1 bzw. 3	2	1
Fett (%)	1 bzw. 3	15	25
Öltropfengröße (µm)	1	5	5
Qualitätsaspekte	Mundgefühl, Aufschäumbarkeit	Temperaturstabilität	Aufschlagbarkeit

Die veganen Milch- und Sahnealternativen werden auf einer Labor-Kolloidmühle (Bauform O, PUC 60 bereitgestellt durch PA Mitglied Probst und Class GmbH & Co. KG) hergestellt. Die Prozessbedingungen werden unter Berücksichtigung aller Ergebnisse der vorigen Arbeitspakete gemeinsam mit den Industriepartnern festgelegt. Unmittelbar nach der Herstellung werden die Proben rheologisch und tribologisch untersucht. Beide Untersuchungen sind eng mit dem Mundgefühl beim Kau- und Schluckvorgang assoziiert. Die scherrheologischen Untersuchungen werden an einem MCR 301 Rheometer, Anton Paar GmbH, durchgeführt. Fließkurven werden bei 8 °C (unmittelbarer Verzehr nach Kühlung) und bei 20 °C (Produkt bei Raumtemperatur) untersucht. Die tribologischen Untersuchungen werden an einem Tribometer mit Edelstahl/PDMS-System (Fa. Thermo Fisher) durchgeführt. Die Aufschäumbarkeit soll unter haushalts- und gastronomietypischen Bedingungen durch Einsatz der Proben in einem handelsüblichen Kaffeevollautomaten bewertet werden. Schaumvolumen und Schaumstabilität werden nach Überführung des Schaums in ein Becherglas beurteilt [2], [3]. Als Referenz werden reine Protein-Phospholipid-Lösungen aufgeschäumt, um den Einfluss der Fettphase beim Aufschäumprozess zu bewerten. Die Sahnealternativen werden entsprechend o.a. Methodik bei Kühlschranktemperatur (8 °C) untersucht. In diesem Fall werden die Proben jedoch mit einem handelsüblichen Handmixer bei gleichbleibender Einstellung aufgeschäumt. Zusätzlich zu o.a. Analytik werden die aufgeschäumten Sahnealternativen in 100 ml Becher gefüllt und bei Kühlschranktemperatur (8 °C) und Raumtemperatur (20 °C) gelagert. Nach 4 und nach 24 Stunden wird die Schaumstabilität erneut analog zu [2], [3] untersucht. Im Fall der veganen Sahnealternativen zum Einsatz beim Kochen werden die Proben unter haushaltsüblichen Bedin-

gungen bis zu 20 min erhitzt und die Trübung mithilfe eines UV-VIS Photospektrometers gemessen (Evolution 201, Thermo Scientific) zur Ermittlung einer Phasenseparation durch Hitze. Über die in AP6 beschriebene Partikelgrößenanalytik wird eine Veränderung der TGV (misst dadurch auch Bildung von Aggregaten durch Flockung) beurteilt. Die Veränderung der Viskosität wird am Rheometer wie oben beschrieben verfolgt.

MS7: Qualitätsrelevante Produktcharakteristika sind in Abhängigkeit der Grenzflächeneigenschaften und der Strukturierung Ölphase in Modellanwendungen beurteilt.

AP8: Beurteilung in Modellanwendungen (Pilotmaßstab; FE III)

Ziel von AP8 ist es, die Erkenntnisse aus der zweiten Projektphase und den Modellanwendungen des AP7 auf vorwettbewerblichem Niveau mit dem PA im industriellen Umfeld zu bewerten. Dies umfasst sowohl den Einsatz kommerzieller Rohstoffe (Proteine und Sonnenblumenöl) als auch eine produkttypische Prozessierung im Pilotmaßstab bei den Industriepartnern. In Zusammenarbeit mit PUC kann der in AP7 verwendete Emulgierprozess für zwei ausgewählte Modellanwendungen auf einen industrierelevanten Maßstab übertragen werden. Die hergestellten Milch- und Sahnealternativen werden mit den Methoden aus AP6–7 (TGV, Tribologie und Rheologie) charakterisiert. Thermisch-mechanischer Stress wird in Kooperation mit der Firma VF Nutrition GmbH (Vly) untersucht. Die Herstellung umfasst dann eine branchenübliche dem Emulgierprozess angeschlossene direkt oder indirekte UHT-Behandlung. In einer Kooperation mit der Firma Müller Milch werden diese Modelle von einem geschulten Sensorikpanel beurteilt und die Ergebnisse mit tribologischen Messungen an FE III verglichen. Die konkreten Versuchsplanung hängen stark von den Ergebnissen der vorherigen Arbeitspakete ab. Die Planung soll gemeinsam mit den Industriepartnern in Kalendermonat 19 erfolgen, wenn die ersten beiden Projektphasen abgeschlossen sind.

MS8: Wissenschaftliche Erkenntnisse aus der zweiten Projektphase sind unter industriennahen Bedingungen überprüft worden.

AP9: Zusammenfassung von Handlungsempfehlungen (alle FE)

Aus den Erkenntnissen des Projekts werden auf vorwettbewerblichem Niveau Empfehlungen für eine gezielte Auswahl, Kombination und Prozessierung zur Stabilisierung von Emulsionen abgeleitet. Diese Zusammenstellung wird als Handreichung für

KMU bereitgestellt. Dabei wird sich FE I auf die Auswahl von Proteinen und Phospholipiden konzentrieren und Messroutinen vorstellen, mit denen die Eignung der Stoffe für Milch- und Sahnealternativen bestimmt werden kann. FE II stellt Konzepte zur Strukturierung der dispersen Phase zusammen und beurteilt diese für die jeweiligen Anwendungsfälle. FE III gibt Hinweise auf das Zusammenspiel der Formulierungsparameter auf das Produkt und stellt beispielhaft vor, wie eine wissenschaftsgetriebene Optimierung in einem Produkt umgesetzt werden kann.

MS9: Handreichung für interessierte Parteien ist erstellt.

Arbeitsdiagramm und Personaleinsatz

Arbeitsschritte	Projekt-Quartal									
	1				2				3	
	I	II	III	IV	I	II	III	IV	I	II
AP1: Proteingewinnung und - Charakterisierung (FE I)										
AP2: Grenzflächenverhalten gemischter Protein-Phospholipidsysteme (FEI)										
AP3: Auswahl geeigneter Fettphasen zum Einsatz in veganen Milch- und Sahnealternativen (FEII)										
AP4: Einfluss von thermisch-mechanischem Stress auf die Stabilität von Protein-Phospholipidsystemen (FEI)										
AP5: Einfluss von Prozessvariablen auf Strukturierung und Strukturstabilität der Fettphase (FEII)										
AP6: Einfluss der Tropfengröße auf Kristallisation der Fettphase und Stabilität in Emulsionen (FEIII)										
AP7: Beurteilung in Modellanwendungen (Labormaßstab; FEIII)										
AP8: Beurteilung in Modellanwendungen (Pilotmaßstab; FEIII)										
AP9: Zusammenfassung von Handlungsempfehlungen (alle FE)										

Personaleinsatz (FE I)										
1 wissenschaftliche/r Mitarbeiter/in HPA A (18 PM)										
1 Studentische Hilfskraft HPA F (5 PM)										
Personaleinsatz (FE II)										
1 wissenschaftliche/r Mitarbeiter/in HPA A (13,5 PM)										
1 technische/r Mitarbeiter/in HPA D (9 PM)										
Personaleinsatz (FE III)										
1 wissenschaftliche/r Mitarbeiter/in HPA B (16,5 PM)										
1 technische/r Mitarbeiter/in HPA D (6 PM)										

3 Umsetzbarkeit und Transfer der Ergebnisse

Aussagen zur voraussichtlichen industriellen Nutzung der F&E-Ergebnisse nach Projektende

Im vorliegenden Projekt wird vorwettbewerbliches Basiswissen zum Emulgierverhalten von Pflanzenproteinen und niedermolekularen Emulgatoren, zur Fettkristallisation und

Strukturierung der Fettphase, und zu den Prozessbedingungen im Herstellprozess vor dem Hintergrund der Verbesserung der Stabilität veganer Milchalternativen generiert, dass in diesem Umfang und dieser Systematik von einzelnen Unternehmen und insbesondere KMU nicht erarbeitet werden kann. Ein Schwerpunkt liegt daher auf der zielgruppenspezifischen Aufbereitung und Verbreitung der Erkenntnisse. Aus den Erkenntnissen des Projekts können auf vorwettbewerblichem Niveau Empfehlungen für eine gezielte Auswahl, Kombination und Prozessierung zur Stabilisierung von Emulsionen abgeleitet werden. Die Ergebnisse sind aufgrund der strukturellen Ähnlichkeit der Proteinfractionen auf andere als die verwendeten pflanzlichen Rohstoffe übertragbar. Hiervon profitieren Hersteller von Pflanzenproteinkonzentraten und -isolaten in der Applikationsberatung und Produktentwicklung. Eine Umstellung von Formulierungen und Prozessen ist kurz- bis mittelfristig industriell umsetzbar. Daher profitieren Unternehmen im Bereich der vegetarischen und veganen Lebensmittel, und hier insbesondere die sehr lebhaftes KMU-Szene sowie klein und mittelständische Unternehmen anderer Sektoren, die sich zusätzlich zu ihrem Kerngeschäft in diesem Segment positionieren. Sie werden in die Lage versetzt, Produktinnovationen in deutlich kürzerer Zeit zu entwickeln und so bestehende Produkte den Anforderungen der Verbraucher*innen anzupassen, ihr Portfolio zu erweitern und so ihre Marktposition zu festigen.

Plan zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft

Der Plan zum Ergebnistransfer ist als Anlage beigefügt.

4 Literaturverzeichnis

- [1] H. C. Mathew, W. Kim, Y. Wang, C. Clayton, and C. Selomulya, "On treatment options to improve the functionality of pea protein," *JAOCS, J. Am. Oil Chem. Soc.*, no. December 2022, pp. 927–948, 2023, doi: 10.1002/aocs.12812.
- [2] K. Shamsi, Y. B. Che Man, M. S. A. Yusoff, and S. Jinap, "A comparative study of dairy whipping cream and palm oil-based whipping cream in terms of FA composition and foam stability," *JAOCS, J. Am. Oil Chem. Soc.*, vol. 79, no. 6, pp. 583–588, 2002, doi: 10.1007/s11746-002-0526-2.
- [3] L. Fu, Z. He, M. Zeng, F. Qin, and J. Chen, "Effects of soy protein composition in recombined soy-based cream on the stability and physical properties of whipping cream," *J. Sci. Food Agric.*, vol. 100, no. 6, pp. 2732–2741, 2020, doi: 10.1002/jsfa.10305.
- [4] M. Scharfe, Y. Ahmane, J. Seilert, J. Keim, E. Flöter, "On the Effect of Minor Oil Components on β -Sitosterol/ γ -oryzanol Oleogels", *Eur. J. Lipid Sci. Technol.*, vol. 121, 1800487, 2019, doi: 10.1002/ejlt.201800487

Anlage: Plan zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft

1. Transfermaßnahmen des FEI	geplant	durchgeführt
<ul style="list-style-type: none"> Einstellung von Projektinformationen auf der FEI-Website* und in die öffentlich zugängliche FEI-Internet-Projektdatenbank* 	ab Start*	ab 01.11.2023
<ul style="list-style-type: none"> Jährliche Veröffentlichung (jeweils im 1. Quartal) von Projektinformationen im FEI-Forschungsreport* und FEI-Jahresbericht* 	ab Start*	ab 01.11.2023
<ul style="list-style-type: none"> Jährliche Veröffentlichung (jeweils im 1. Quartal) von FEI-Projekturzberichten* und FEI-Projektdokumentationen* 	ab Start*	ab 01.11.2023
<ul style="list-style-type: none"> Vorstellung der Ergebnisse im Rahmen der FEI-Tagungen* 	ab Start*	09/2024
<ul style="list-style-type: none"> Einbeziehung bzw. Beteiligung folgenden Branchenfachverbands bzw. FEI-Mitgliedsverbands als Informationsmultiplikator gegenüber der potenziellen Nutzergruppe (u. a. mit Projektberichterstattung in Gremien- und Arbeitskreissitzungen des Verbands): <ul style="list-style-type: none"> Milchindustrieverband e.V. (MIV), Berlin 	ab Start	ab 01.11.2023
<ul style="list-style-type: none"> Erstellung ausführlicher (kalenderjährlicher) Projekt(zwischen)berichte und jährliche Weitergabe dieser Berichte* (jeweils im 1. Quartal) über den o. g. Branchenfachverband an alle interessierten Unternehmen* 	ab Start**	ab 01.11.2023 15.02.2025
<ul style="list-style-type: none"> Dauerhafte Bereitstellung aller relevanten Projektinformationen, Berichte und Sitzungsprotokolle für den beteiligten Branchenverband sowie die Unternehmen des Projektbegleitenden Ausschusses über den „FEI-Service“ (FEI-Extranet)* 	ab Start*	ab 01.11.2023
<ul style="list-style-type: none"> Regelmäßige (mind. 1x jährliche) Sitzungen des Projektbegleitenden Ausschusses (PA) des FEI und kontinuierliche Berichterstattung gegenüber den hierin vertretenen Unternehmen und Verbänden* 	[1] ab Start**	13.06.2024
2. Transfermaßnahmen der Forschungseinrichtung(en)	geplant	durchgeführt
<ul style="list-style-type: none"> Publikation der Ergebnisse in folgenden Fach- bzw. Branchenzeitschriften spätestens innerhalb von 6 Monaten nach Vorhabenende: 		

<ul style="list-style-type: none"> - Food Hydrocolloids, Colloids and Surfaces B - European Journal of Lipid Science and Technology 	ab 2024**	
<p>Poster:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Evaluation of fat phases for vegan milk and cream alternatives Felix Geisendörfer, Eckhard Flöter; 2nd Berlin Symposium on Structured Lipid Phases, Berlin, Oktober 2024 		2024
<p>Veröffentlichung:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Philipp R. Schochat, Lina Lepp, Heike P. Karbstein, Nico Leister, Changing the oral tribology of emulsions through crystallization of the dispersed triglyceride phase; Wiley Journal of Texture Studies, 2024, https://onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.1111/jtxs.12871 		2024
<p>Vortrag:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Changing the oral tribology of emulsions through crystallization of the dispersed triglyceride phase P. R. Schochat, L. Lepp, H. P. Karbstein, N. Leister; Annual European Rheology Conference, Leeds, April 2024 		2024
<p>Poster:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Friction of plant-based dairy cream alternatives P. R. Schochat; T. Blasczyk; N. Leister; 38th The European Federation of Food Science and Technology (EFFoST) International Conference, Brügge, November 2024 • Änderung der Tribologie von Sahnealternativen durch die Kristallisation der dispersen Phase, P. R. Schochat, L. Lepp, H. P. Karbstein; N. Leister; Jahrestreffen der DECHEMA/VDI-Fachgruppe Lebensmittelverfahrenstechnik, Quakenbrück, Februar 2024 		2024
<ul style="list-style-type: none"> • Vorstellung der Ergebnisse durch Vorträge/Präsentationen auf folgenden Veranstaltungen: <ul style="list-style-type: none"> - Jahrestagung ProcessNet Fachausschuss Lebensmittelverfahrenstechnik - EuroFedLipid - EFFoST-Jahrestagung** - ProcessNet Jahrestagung, ProcessNet Fachausschuss Lebensmittel-VT, Grenzflächenbestimmte Prozesse, Kristallisation, European Conference on Liquid Atomization and Spray Systems, Food Colloids, Delivery of Functionality in Complex Food Systems, EfoSt European and IuFoSt World Congress on Food Science and Technology, International Congress on Foods ICEF, Kiel Food Science Symposium 	ab 2024**	ab 2024
<ul style="list-style-type: none"> • Beratung interessierter Unternehmen durch Forschungseinrichtung 	nach Vorhabenende	
<ul style="list-style-type: none"> • Übernahme der Ergebnisse in die akademische Lehre bzw. berufliche Aus- und Weiterbildung, u.a. im Rahmen folgender Veranstaltungen: 		

<ul style="list-style-type: none"> - Vorlesungen der Lebensmitteltechnologie an der Technischen Universität Berlin** - Vorlesungen zur Lebensmittelbiotechnologie, zur Lebensmittelverfahrenstechnik und zu Ausgewählten Formulierungstechnologien am KIT 	<p>ab 2025** ab 2025**</p>	
<ul style="list-style-type: none"> - Vorlesungen am KIT: Lebensmittelbiotechnologie für CIW/VT und BIW; Verfahren und Prozessketten für Lebensmittel tierischer Herkunft, Lebensmittelverfahrenstechnik für CIW/VT und BIW, Profifach Lebensmitteltechnologie für CIW/VT und BIW; Ausgewählte Formulierungstechnologien für CIW/VT und BIW, Grundlagen der Lebensmittelverfahrenstechnik für LmChem, WiWi und NWT, Vertiefung der Lebensmittelverfahrenstechnik für LmChem und WiWi - Vorlesungen an der TUB: Grundlagen der Lebensmitteltechnologie, Technologie der Milchverarbeitung, Lebensmittelmaterialwissenschaften, Projekt Prozessingenieurwissenschaften 	<p>ab 2024</p>	<p>ab 2024</p>

* Vom FEI veranlasste Maßnahmen, **Von Forschungseinrichtung(en) auszufüllen bzw. zu veranlassen sowie während des Vorhabens jährlich zu aktualisieren
Stand: 15.02.2025

5 Anhang

AP 4: Grenzflächenrheologische Untersuchung der Erbsenprotein + Phospholipid stabilisierten Öl-Wasser Grenzflächen.

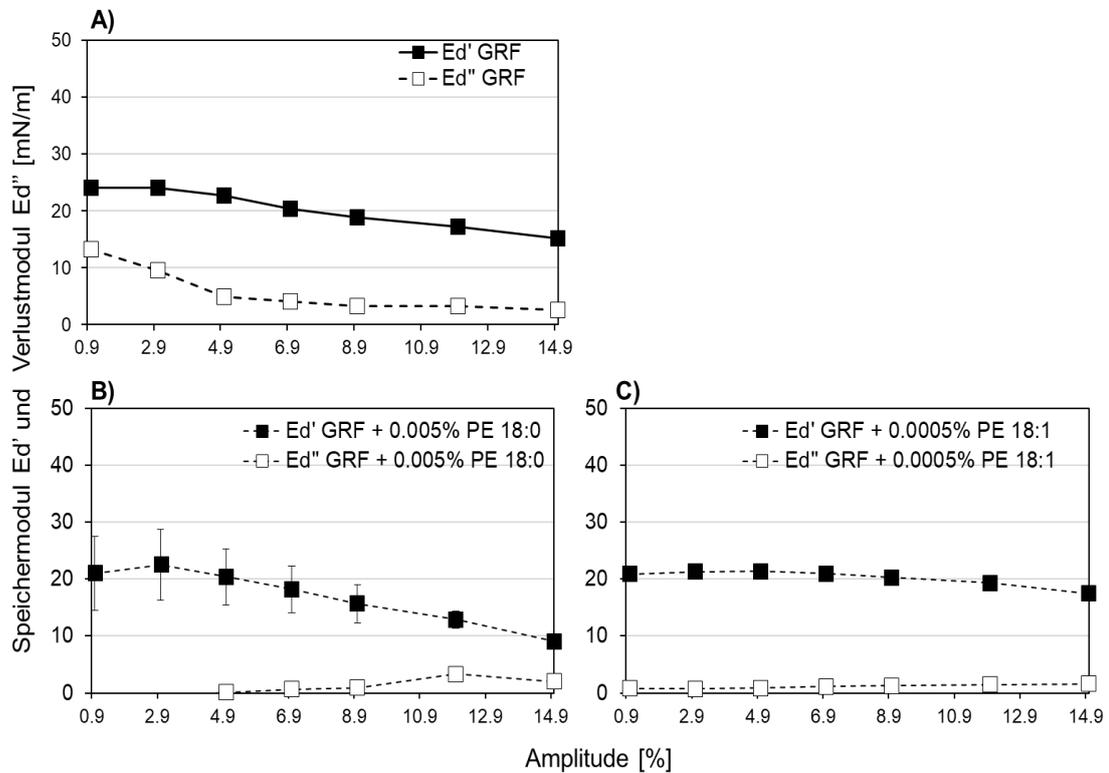


Abb S-1: Speichermodul Ed' und Verlustmodul Ed'' als Funktion der Deformation (Amplitude) von Öl-Wasser-Grenzflächen, welche mittels Erbsenprotein (globulinreiche Fraktion, GRF) und Phospholipid stabilisiert wurden. Der Amplitudensweep wurde mittels Tropfenkonturanalyse durchgeführt. Die Konzentration an Phospholipid war fix (0.005% für PE 18:0, 0.0005% für PE 18:1), basierend auf AP 2 und entsprach jeder Konzentration, bei welcher Ko-existenz von Protein und Phospholipid erwartet wurde. GRF: globulinreiche Erbsenproteinfraktion. PE 18:0: gesättigtes Phosphatidylethanolamin. PE 18:1: ungesättigtes Phosphatidylethanolamin.

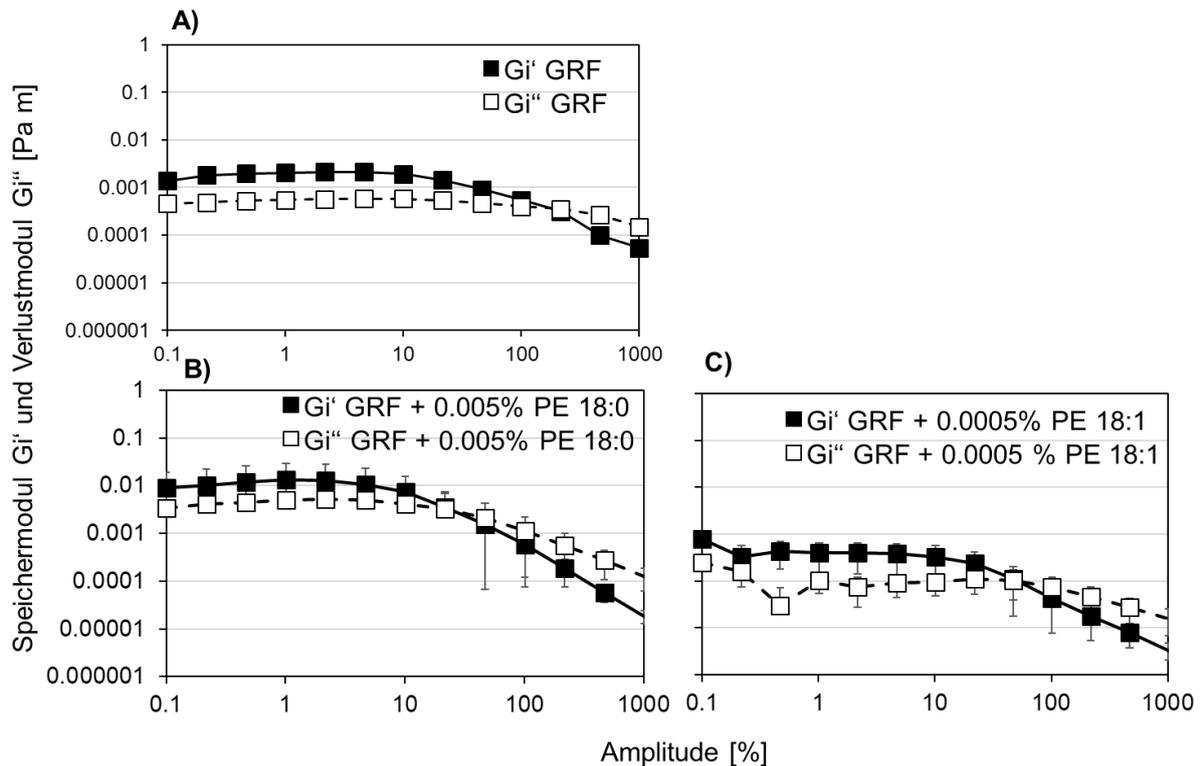


Abb. S-2: Speicher- und Verlustmodul als Funktion der Deformation (Amplitude) von Öl-Wasser-Grenzflächen, welche mittels Erbsenprotein (globulinreiche Fraktion, GRF) und Phospholipid stabilisiert wurden. Der Amplitudensweep wurde mittels Scherrheologie durchgeführt. Die Konzentration an Phospholipid war fix (0.005% für PE 18:0, 0.005% für PE 18:1), basierend auf AP 2 und entsprach jeder Konzentration, bei welcher Ko-existenz von Protein und Phospholipid erwartet wurde. GRF: globulinreiche Erbsenproteinfraktion. PE 18:0: gesättigtes Phosphatidylethanolamin. PE 18:1: ungesättigtes Phosphatidylethanolamin.

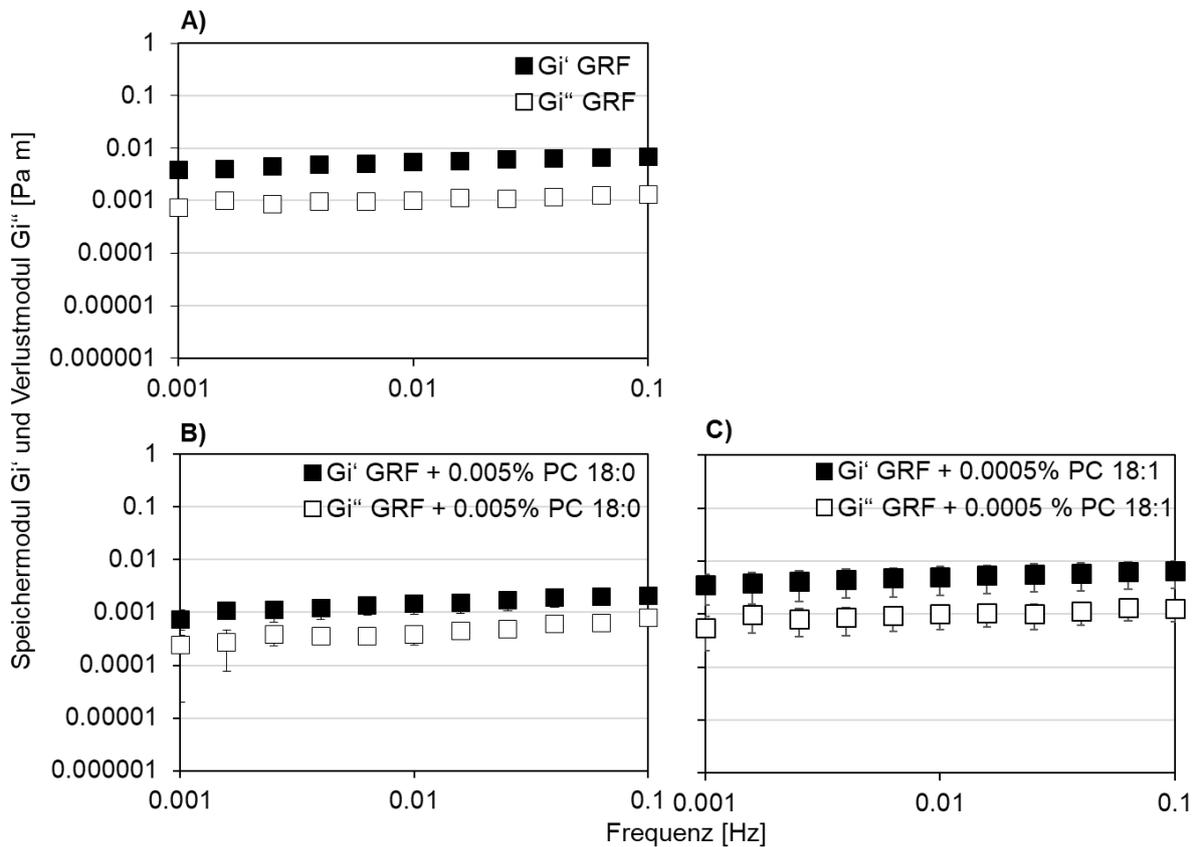


Abb. S-3: Speicher- und Verlustmodul als Funktion der Frequenz von Öl-Wasser-Grenzflächen, welche mittels Erbsenprotein (globulinreiche Fraktion, GRF) und Phospholipid stabilisiert wurden. Der Frequenzsweep wurde mittels Scherrheologie durchgeführt. Die Konzentration an Phospholipid war fix (0.005% für PC 18:0, 0.0005% für PC 18:1), basierend auf AP 2 und entsprach jeder Konzentration, bei welcher Ko-existenz von Protein und Phospholipid erwartet wurde. GRF: globulinreiche Erbsenproteinfraktion. PC 18:0: gesättigtes Phosphatidylcholin. PC 18:1: ungesättigtes Phosphatidylcholin.

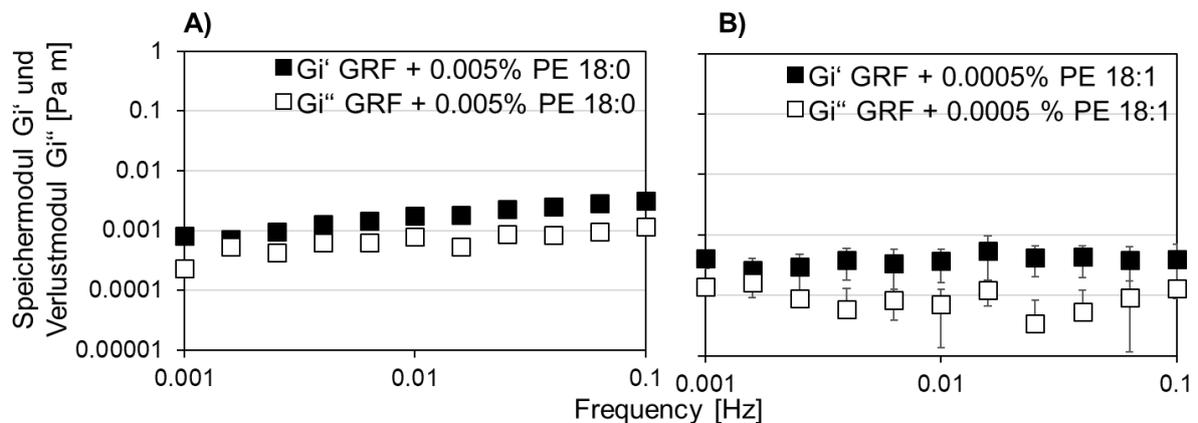
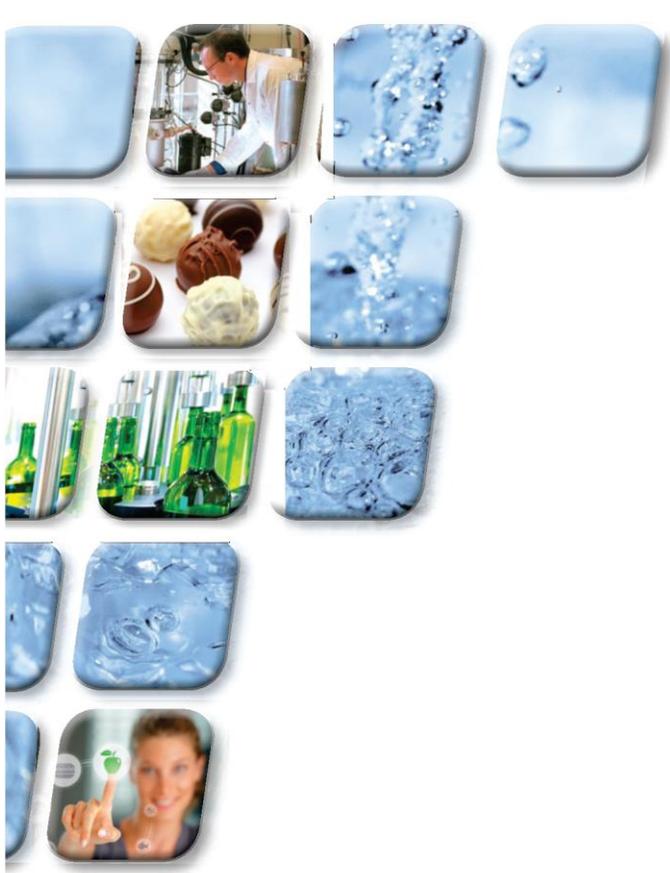


Abb. S-4: Speicher- und Verlustmodul als Funktion der Frequenz von Öl-Wasser-Grenzflächen, welche mittels Erbsenprotein (globulinreiche Fraktion, GRF) und Phospholipid stabilisiert wurden.

lisiert wurden. Der Frequenzsweep wurde mittels Scherrheologie durchgeführt. Die Konzentration an Phospholipid war fix (0.005% für PE 18:0, 0.0005% für PE 18:1), basierend auf AP 2 und entsprach jeder Konzentration, bei welcher Ko-existenz von Protein und Phospholipid erwartet wurde. GRF: globulinreiche Erbsenproteinfraktion. PE 18:0: gesättigtes Phosphatidylethanolamin. PE 18:1: ungesättigtes Phosphatidylethanolamin.



Forschungskreis der Ernährungsindustrie e.V.
Godesberger Allee 125 · 53175 Bonn
Telefon: +49 228 3079699-0
Telefax: +49 228 3079699-9
E-Mail: fei@fei-bonn.de

Weiterführende Informationen:
www.fei-bonn.de

