



Abschlussbericht

Wachstumskern WIGRATEC - Verbundprojekt 1

„Entwicklung von Inline- / Online-Messtechnik zur Erfassung und Prozessüberwachung wesentlicher Parameter in Wirbelschichtprozessen sowie von Ausgangs- und Endprodukten“

Teilprojekt 1

„Analytik und Forschung für die Entwicklung von Inline-/Online-Messtechnik“

Zuwendungsempfänger:	Hochschule Anhalt / AG IBAS
Förderkennzeichen:	03WKBQ01A
Laufzeit des Vorhabens:	01.08.2009 – 31.07.2012
Projektleiter:	Prof. Dr. I. Schellenberg
Projektmitarbeiter:	Dorit Franz (Dipl. Oec. troph. (FH))/Dr. J. Kodura Mario Scharmer (M.sc.)

Inhaltsverzeichnis	
Inhaltsverzeichnis	2
Abbildungsverzeichnis	4
Tabellenverzeichnis	7
Symbol-/Abkürzungsverzeichnis	9
I. Kurzdarstellungen	10
1. Aufgabenstellung des Teilvorhabens	10
2. Voraussetzungen zur Durchführung des Teilvorhabens	11
3. Planung und Ablauf des Teilvorhabens	11
4. wissenschaftlicher und technischer Stand vor Projektbeginn	12
4.1 Wissenschaftlich- technischer Wissensstand bei der Messung der Partikelgesamtfeuchte im Bereich von 2- 10%	12
4.2 Wissenschaftlich- technischer Wissensstand bei der Wirkstoffbestimmung in Granulaten. 16	
5. Zusammenarbeit mit anderen Stellen	18
II. Eingehende Darstellung.....	19
1. erzielte Ergebnisse	19
1.1 Granulation und Analytik von Vitamin C (AP 1.1; 2.2;2.4; 2.9).....	19
1.2 Granulation und Analytik von β -Carotin (AP 1.1; 2.2; 2.4; 2.9)	27
1.3 Analytik von Fettsäuren (Fettsäuremethylester) (AP 2.4; 2.8).....	35
1.4 qualitative und quantitative Bestimmung der Matrixmaterialien in den Granulaten (AP 2.9)	35
1.5 Granulation und Analytik von Carvacrol (AP 1.1; 2.2; 2.4)	38
1.6 Granulation und Analytik des Zweiwirkstoffgemisches „Carvacrol- Terpeneol“ (AP 1.1; 2.2; 2.4; 2.8)	46
1.7 Analytik weiterer aromaaktiver Wirkstoffe (AP 2.4; 2.8)	56
1.8 Untersuchungen zur Kalibrierung des kapazitiven Feuchtesensors und des NIR- Sensors (AP 1.4 1.9)	57
1.9 Untersuchungen mit der Labormessstrecke (AP 1.2., 1.3, 1.4)	65
1.10 Bestimmung der Lagerstabilität von Granulaten bzw. Ölen und Fette	68
2. wichtigste Positionen des zahlenmäßigen Nachweises.....	75
3. Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit.....	75
4. voraussichtlicher Nutzen - Verwertbarkeit des Ergebnisses im Sinne des fortgeschriebenen Verwertungsplans	75
5. während der Durchführung des Vorhabens dem ZE bekannt gewordenen Fortschritts auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen.....	76

6. erfolgte und/oder geplante Veröffentlichungen der Ergebnisse.....	76
III. "Kurzfassung" (Berichtsblatt) des wesentlichen fachlichen Inhalts des Schlussberichts	77

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1:	Ergebnis der Siebanalyse des Vitamin C- Granulates „as_10_001“	21
Abbildung 2:	Soll- und Ist- Konzentrationen der Vitamin C- Granulate laut HPLC, diskontinuierliche Versuche	25
Abbildung 3:	Ergebnisse der quantitativen Vitamin C- Bestimmung, kontinuierliche Versuche	25
Abbildung 4:	Ergebnisse der Feuchtemessung der Vitamin C- Granulate	27
Abbildung 5:	granulometrische Ergebnisse ausgewählter β - Carotin- Granulate	30
Abbildung 6:	Kalibriergerade für β - Carotin	30
Abbildung 7:	Ergebnis der HPTLC eines mit LLE extrahierten β - Carotingranulates, entwickelt in einer horizontalen Kammer	33
Abbildung 8:	GC-Chromatogramm für einen Fettsäurestandard und eine fetthaltige Probe (Fettsäuremethylester)	35
Abbildung 9:	entwickelte und derivatisierte HTPLC- Platte mit Matrixmaterialien	36
Abbildung 10:	Ionenchromatogramm von Gummi arabicum	37
Abbildung 11:	Ionenchromatogramm von Maltodextrin	37
Abbildung 12:	Verlauf der Temperaturen und des Volumenstroms während des Granulationsversuches Carva1	39
Abbildung 13:	Verlauf des Produktdruckverlustes und des „Klassierdruckes“ während des Granulationsversuches Carva1	39
Abbildung 14:	Korngrößen der Carvacrolgranulate, Probensortierung in absteigender Carvacrolkonzentration (sortiert nach dem Rezepturwirkstoffgehalt)	40
Abbildung 15:	Ergebnisse der Carvacrol-Granulationsversuche bei der Firma Glatt Ingenieurtechnik GmbH	41
Abbildung 16:	granulometrische Zusammensetzung der bei Glatt Ingenieurtechnik erzeugten Carvacrol-Granulate	41
Abbildung 17:	Abhängigkeit der Wirkstoffwiederfindung von der d_{50} -Granulatgröße bei den Versuchen in der Firma Glatt Ingenieurtechnik GmbH	42
Abbildung 18:	mit der HPLC-Methode ermittelte Wiederfindung des Carvacrols in den hergestellten Granulaten (bezogen auf die Rezepturwerte), Probensortierung in absteigender Carvacrolkonzentration	43
Abbildung 19:	Zusammenhang zwischen Korngröße und Wiederfindung der Carvacrolgranulate	43
Abbildung 20:	Korrelation der Carvacrolgehalte aus der Wasserdampfdestillation und der HPLC-Analyse	44
Abbildung 21:	Granulatfeuchte der Carvacrolgranulate, Probensortierung in absteigender Carvacrolkonzentration	44
Abbildung 22:	Ergebnisse der Feuchtemessung der fraktionierten Carvacrolgranulate	45

Abbildung 23:	Korngrößen der Carvacrol-/ Terpeneolgranulate, absteigend sortiert nach Carvacrolgehalt	47
Abbildung 24:	Zusammenhang zwischen Restschichtmasse und Korngröße	47
Abbildung 25:	HPLC-Ergebnischromatogramm einer mittels SPE extrahierten Carvacrol-/ Terpeneolgranulatlösung	50
Abbildung 26:	mittels HPLC-Analysedaten bestimmte Wiederfindungen (bezogen auf die Rezepturdaten) der Wirkkomponenten Carvacrol und Terpeneol	51
Abbildung 27:	Zusammenhang zwischen Korngröße und Wirkstoffwiederfindung der Carvacrol-/ Terpeneolgranulate	52
Abbildung 28:	Feuchtegehalte der Carvacrol-/ Terpeneolgranulate (absteigend sortiert nach Carvacrolgehalt)	52
Abbildung 29:	Korngrößenergebnisse der Capsicumgranulate	54
Abbildung 30:	Wiederfindung der Wirkkomponenten Capsicumgranulat (Granulatfeuchte wurde in der Bestimmung berücksichtigt)	55
Abbildung 31:	Ergebnisse der Granulatfeuchten der Capsicumgranulate	56
Abbildung 32:	Siebanalyse der Maltodextringranulate	59
Abbildung 33:	Ergebnisse der Feuchtebestimmung von Sokalan CP42	62
Abbildung 34:	Korrelation zwischen den Feuchtegehalte von CP42 mittels Karl- Fischer und Trockenschrankmethode	62
Abbildung 35:	Ergebnisse der Feuchtebestimmung von Sokalan HP56	64
Abbildung 36:	Korrelation zwischen den Feuchtegehalte von HP56 mittels Karl- Fischer und Trockenschrankmethode	64
Abbildung 37:	Labormessstrecke zur Feuchtemessung	66
Abbildung 38:	Ergebnisse der Feuchtemessung der Orangenöl- und Maltodextringranulate vor und nach dem Einsatz in der Labormessstrecke	68
Abbildung 39:	Rancimatdiagramm für Butterschmalz, Schweineschmalz (o.l.; o.r.) und Sonnenblumenöl (u.)	69
Abbildung 40:	ermittelte Induktionszeiten in Abhängigkeit der Lagerzeit eines β - Carotin-Rohstoffes	71
Abbildung 41:	Rancimat-Messergebnis von frischem reinem Sonnenblumenöl	71
Abbildung 42:	Ergebnisse der Rancimat- Methode für den β - Carotin- Rohstoff	72
Abbildung 43:	Rancimat-Messergebnis eines gelagerten β - carotinhaltigen Granulates	72
Abbildung 44:	Ranicmat- Messergebnisse für gelagertes β - carotinhaltiges Granulates (Produktionsdatum 24.09.2010), gelagert in Glasflasche	73
Abbildung 45:	Vergleich zweier gelagerter β - carotinhaltiger Granulate (Messzeitpunkt Juli 2012)	73