



## Abstract

# DLG-Innovation Award „Junge Ideen“

**Thema:**

Lebensmitteltechnologie

**Titel der Arbeit:**

Optimization of egg yolk encapsulation by cold extrusion (Originaltitel)

Optimierung der Eigelbverkapselung mittels Kaltextrusion (Deutsche Übersetzung)

**Erstellungsjahr der Forschungsarbeit:**

2023

**Art der Arbeit:**

Bachelorarbeit

**Autoren und Anschriften:**

Julia Marie Eichholtz (Studentin)

**Beteiligte Institute:**

Hochschule Osnabrück, University of Applied Science, Albrechtstr. 30, 49076 Osnabrück, Telefon: +49 541 969-0, Fax: +49 541 969-2066, Mail: [webmaster@hs-osnabrueck.de](mailto:webmaster@hs-osnabrueck.de)

DIL Deutsches Institut für Lebensmitteltechnik e.V., Prof.-von-Klitzing-Str. 7, D - 49610 Quakenbrück, Telefon: + 49 (0)5431 183-0, Mail: [info@dil-ev.de](mailto:info@dil-ev.de)

**Abstract:****Problemstellung**

Gesunde und bewusste Ernährung bekommt in unserer Gesellschaft einen immer höheren Stellenwert. Die Anreicherung von Lebensmitteln mit Vitaminen, Mineralien, funktionellen Lipiden sowie Proteinen und Peptiden ist ein Ansatz zur Sicherstellung einer ausreichenden Versorgung mit Mikronährstoffen. Das Verfahren der Mikroverkapselung bietet die Möglichkeit empfindliche Substanzen, auch aktive Komponente genannt, von einer Matrix zu umgeben oder in diese einzubetten, um sie von der Umgebung zu isolieren, zu schützen und deren gezielten Freisetzung zu gewährleisten. In der vorliegenden Arbeit wird ein neues Verfahren zur Verkapselung der aktiven Komponente Follistatin in einer Fettmatrix vorgestellt. Follistatin ist ein Glykoprotein, das im befruchteten Eigelb von Vögeln enthalten ist. Der Verzehr des Proteins wirkt sich positiv auf den Muskelstoffwechsel

von Mensch und Tier aus. Für eine erhöhte Aufnahme des Wirkstoffs ist eine Verkapselung erforderlich, die die gezielte Freisetzung im Darm gewährleistet. Der verwendete Verkapselungsmechanismus beruht auf einem sogenannten Kaltextrusionsverfahren. Um die Funktionalität des Follistatins zu erhalten, wird das befruchtete Eigelb zunächst zur Haltbarmachung hochdruckpasteurisiert. Anschließend wird das hochdruckpasteurisierte Eigelb mit dem niedrigschmelzenden Fett der Fettmatrix verrührt. Im Extruder wird ein hochschmelzendes Fett aufgeschmolzen, zu dem das Eigelb-Fett-Gemisch dosiert wird. Unter fortschreitender Durchmischung im Extruder, wird die Mischung unterhalb des Schmelzpunktes der Fettmatrix abgekühlt und anschließend durch feine Düsenöffnungen extrudiert. Mit einem Granulierer werden die Extrudatstränge in Partikel mit einer Größe von 1-2 mm geschnitten. Das Ziel der Bachelorarbeit war, die Verkapselung des Follistatins mittels Herstellung einer Wasser-in-Öl (W/O) Emulsion zu optimieren. Hierfür wird das hochdruckpasteurisierte Eigelb zunächst in das niedrigschmelzende Fett der Fettmatrix dispergiert. Das Fett umschließt das Eigelb, sodass der Mischprozess mit dem hochschmelzenden Fett im Extrudergehäuse erleichtert wird und zu einer homogenen Verteilung der einzelnen Komponenten führt. Die fein dispergierte wässrige Phase des Eigelbs wird mittels Trocknung verdampft, sodass kleine Poren in der Matrix zurückbleiben. Die Hypothese der Arbeit war, dass die verringerte Porengröße sich positiv auf die Stabilität, die Freisetzungskinetik und die mikrobiologische Sicherheit der Kapseln auswirkt.

### **Material und Methoden**

Für die Verkapselung wurden zwei Emulsionen hergestellt. Die kontinuierliche Phase bestand aus zwei niedrigschmelzenden Fetten, Rapsöl und Palmkernfett, in die die aktive Komponente dispergiert wurde. Um die Emulsionen zu stabilisieren, wurden zwei fettlösliche Emulgatoren, in der Fettphase gelöst. Zunächst wurde eine Modellemulsion hergestellt, die destilliertes Wasser als disperse Phase enthielt, welches zuvor mit einem grünen Farbstoff eingefärbt wurde. Nach Herstellung der Modellemulsion wurde das destillierte Wasser durch Eigelb ersetzt, welches zuvor bei 600 MPa 4 Minuten lang hochdruckpasteurisiert wurde. Die Herstellung der Emulsionen erfolgte mit einem Rotor-Stator-Dispergierer. Die rheologischen Eigenschaften der Emulsionen wurden mit einem Rotationsrheometer analysiert und die Viskositätsfunktionen bestimmt. Der Emulsionstyp wurde mittels Fluoreszenzmikroskopie ermittelt. Zur Differenzierung der Fettphase wurden die Emulsionen mit dem fluoreszierendem Farbstoff Nilrot eingefärbt. Anschließend wurden beide Emulsionen mittels Kaltextrusion in ein hydriertes Rapsfett verkapselt. Hierfür wurde ein Doppelschneckenextruder mit einem Schneckendurchmesser von 44 mm verwendet. Der Emulsionsanteil in den Kapseln betrug jeweils 20 % (*m/m*), 30 % (*m/m*) und 40 % (*m/m*). Am Ende des Extruders wurde die Masse durch eine Düse mit einem Durchmes-

ser von 1 mm gepresst. Mit dem justierten Schneidewerkzeug, bestehend aus 6 rotierenden Messern, wurde der Extrudatstrang bei einer Drehgeschwindigkeit von  $1500 \text{ min}^{-1}$  in gleichmäßige Kapseln geschnitten. Die Mikrostruktur der Kapseln wurde mit einem Rasterelektronenmikroskop analysiert. Mit Hilfe der energiedispersiven Röntgenspektroskopie wurde die Verteilung der einzelnen Kapselkomponenten innerhalb und auf der Kapseloberfläche dargestellt. Anschließend wurden die hergestellten Kapseln auf Basis eines semi-dynamischen Modells in-vitro verdaut und deren Masse vor und nach Verdauung mittels Laborwaage bestimmt. Hierzu wurden die orale, die gastrische und die intestinale Verdauungsphase mit Hilfe eines potentiometrischen Titrators simuliert. Der pH-Wert der Verdauungsphasen wurde mit HCl und NaOH<sub>3</sub> über eine Computersoftware automatisch angepasst. Zudem wurden in der gastrischen Phase Pepsin und in der intestinalen Phase Pankreatin und Gallenextrakt hinzugefügt.

### **Ergebnisse und Diskussion**

Die Herstellung der Emulsionen erwies sich als komplexes Zusammenspiel zwischen den einzelnen Komponenten und deren Verhältnis zueinander. In der Modellemulsion betrug der Anteil an disperser Phase 47,7 % (*m/m*). Sobald das destillierte Wasser mit dem hochdruckpasteurisierten Eigelb ausgetauscht wurde, brach die Emulsion. Um diese zu stabilisieren, musste der Eigelbanteil auf 60 % (*m/m*) erhöht werden. Die Ursache für den Emulsionsbruch wurde in dem Eigelb enthaltenem Lecithin gesehen, das die Funktionalität der hinzugefügten Emulgatoren negativ beeinflusst haben könnte. Die rheologische Untersuchung zeigte, dass die Hochdruckpasteurisierung einen deutlichen Viskositätsanstieg des Eigelbs zur Folge hatte. Beide Emulsionen wiesen ein ungünstiges Viskositätsverhältnis zwischen disperser und kontinuierlicher Phase auf, sodass hohe Scherraten notwendig sind, um eine W/O-Emulsion herstellen zu können. Mit dem Rotor-Stator-Dispergierer ließen sich die benötigten Scherraten nicht erzeugen. Diese Feststellungen wurden durch die Fluoreszenzmikroskopie bestätigt. Sowohl die Modellemulsion als auch die Eigelbemulsion waren vom gegenteiligen Emulsionstyp, das heißt Öl-in-Wasser (O/W) Emulsionen. Verglichen zu vorherigen Verkapselungsversuchen, verlief der Kaltextrusionsprozess beider Emulsionen bis zu einem Emulsionsanteil von 40 % (*m/m*) stabil. Die Eigelbemulsion zeigte keine Phasentrennung innerhalb der Dosierpumpe. Demzufolge war das vorherige Emulgierverfahren hinreichend, um eine stabile O/W-Emulsion zu erzeugen. Bei einem Emulsionsanteil von 30 % (*m/m*) wurde das beste Verkapselungsergebnis erzielt. Die energiedispersive Röntgenspektroskopie zeigte eine homogene Verteilung der Komponenten sowohl innerhalb als auch auf der Kapseloberfläche. Somit wurde auf eine gute Mischbarkeit zwischen Emulsion und hydriertem Rapsfett während der Extrusion geschlossen. In der Rasterelektronenmikroskopie wurde eine

deutliche Reduktion der Porengröße festgestellt. Bei 500-facher Vergrößerung waren die Poren kleiner als 50 µm. Im Vergleich zu den Kapseln aus vorherigen Versuchen, war die Kapseloberfläche ebener und glatter. Da die Porosität abhängig vom Wasseranteil ist, wurde die Ursache für die verbesserte Mikrostruktur in dem reduzierten Wassergehalt der Eigelbemulsion gesehen. Während der in-vitro-Verdauung wiesen die Kapseln mit den Emulsionen eine höhere Stabilität gegenüber den Kapseln ohne Emulsion auf. Die gravimetrische Messung zeigte, dass die Kapseln mit Emulsion an Gewicht zunahmten, was für deren hygroskopisches Verhalten sprach. Bei den Kapseln auf Basis der Modellemulsion wurde beobachtet, dass der grüne Farbstoff erst innerhalb der intestinalen Phase freigesetzt wurde. Somit wurde geschlossen, dass die verbesserte Mikrostruktur einen positiven Effekt auf die Funktionalität und Stabilität hatte, indem sie die gezielte Freisetzung der aktiven Komponente in den Dünndarm begünstigte.

### **Schlussfolgerungen & Empfehlungen**

Die Arbeit zeigt, dass die Verkapselung von Follistatin mittels Kaltextrusion durch einen vorherigen Emulgierschritt optimiert werden kann. Hierdurch wurde die Mikrostruktur der Kapseln verbessert, sodass folglich die Stabilität, die Freisetzungskinetik und die mikrobiologische Sicherheit positiv beeinflusst wurden. Allerdings bleibt die Frage offen, wie sich eine W/O-Emulsion auf die Kapselstruktur ausgewirkt hätte. Hierfür empfiehlt es sich andere Emulgiertechniken auszuprobieren wie bspw. Phaseninversion. Der vorgestellte Optimierungsansatz kann darüber hinaus für andere aktive Komponenten getestet werden. Somit wäre die Anwendung des Verfahrens für die Verkapselung von natürlichen Aroma- und Farbstoffen denkbar, um deren Einarbeitung in Produkte zu optimieren.