

Tab. 4.2.7: Zusammenfassende Beurteilung der Untersuchungen bezüglich des Einflusses des pH-Wertes des Extraktionsmittels auf die Extrahierbarkeit von Milchproteinen

pH-Wert Einfluss Milchmaterialien		Proteinausbeute	Silberfärbung Elektropherogramm	Immunfärbung Westernblot
4%ige SDS-Lösung	Magermilchpulver	Tendenz: Steigende Wiederfindungsraten mit steigendem pH	Schwache Tendenz: schwächer werdende Bandenintensitäten mit steigendem pH	Schwache Tendenz: schwächer werdende Antigenität mit steigendem pH
	Süßmolkenpulver			
	Sauermolkenpulver			
„Extraktion Buffer“	Magermilchpulver	Keine pH-Wert abhängige Tendenz erkennbar	Schwache Tendenz: schwächer werdende Bandenintensitäten mit steigendem pH	Keine pH-Wert abhängige Tendenz erkennbar
	Süßmolkenpulver		Keine pH-Wert abhängige Tendenz erkennbar	
	Sauermolkenpulver		Keine pH-Wert abhängige Tendenz erkennbar	

Tab. 4.2.8: Zusammenfassende Beurteilung der Untersuchungen bezüglich des Einflusses des pH-Wertes des Extraktionsmittels auf die Extrahierbarkeit von Eiweißen

pH-Wert Einfluss Eimaterialien		Proteinausbeute	Silberfärbung Elektropherogramm	Immunfärbung Westernblot
4%ige SDS-Lösung	Volleipulver	Keine pH-Wert abhängige Tendenz erkennbar	Keine pH-Wert abhängige Tendenz erkennbar	Keine pH-Wert abhängige Tendenz erkennbar
	Eigelbpulver			
	Eiweißpulver			
„Extraktion Buffer“	Volleipulver	Keine pH-Wert abhängige Tendenz erkennbar	Keine pH-Wert abhängige Tendenz erkennbar	Keine pH-Wert abhängige Tendenz erkennbar
	Eigelbpulver			
	Eiweißpulver			

Werden die Extraktionsmittel SDS-Lösung bei pH 8,5 und 10,5 bzw. „Extraction Buffer“ bei pH 7,4 und 9,4 bezüglich der Extraktionsfähigkeit von Milch- und Eiweißen bzw. -allergenen beurteilt, zeigt sich keine positive Beeinflussung der Wiederfindung an Protein oder der Extraktqualität durch Erhöhung des pH-Wertes. Während die Extraktionen mit „Extraction Buffer“ im Allgemeinen keine Beeinflussung der Extraktqualität zeigten, lag bei der Extraktion von Milchmaterialien mit SDS-Lösung darüber hinaus eine negative Beeinflussung der Proteine bzw. Allergene vor. Mit steigendem pH-Wert der SDS-Lösung wurde sowohl in der unspezifischen als auch der spezifischen Färbung der Elektropherogramme bzw. im Immunoblot eine schwächer werdende Bandenintensität der Milchproteine beobachtet. Die Ergebnisse der Extraktionen von Milch- und Eiweißprodukten ohne Matrixzusatz bestätigten sich in den Ergebnissen der entsprechenden Extrakte unter Zusatz von der nachempfundenen Backmischung. Auch hier konnte, abgesehen von einer einsetzenden alkalischen Hydrolyse bei den pH-Werten von 12,5 in 4%iger SDS-Lösung und von pH 11,4 in „Extraction Buffer“, kein Einfluss des pH-Wertes auf die Extraktion von Milch- bzw. Eiweißen festgestellt werden. Eine

Verschiebung der pH-Werte der beiden hier verwendeten Extraktionsmittel ist bei der Extraktion von sowohl Milch- als auch Eiproteinen als nicht sinnvoll zu beurteilen.

Weder bei der Extraktion von Milch- noch von Eiprodukten konnte unter Zusatz von Backmischung ein Einfluss der Extraktionstemperatur nachgewiesen werden. Die Quantifizierung des Proteingehaltes und der qualitative Vergleich der Bandenintensitäten zeigte bei Variation der Extraktionstemperatur weder eine positive noch eine negative Beeinflussung der Extraktionsqualität. Durch Variation der Extraktionstemperatur konnte keine Verbesserung der Extraktionsergebnisse erzielt werden, jedoch zeigte sich die Stabilität der Milch- und Eiallergene gegenüber Temperaturen bis 40 C.

Bei der Extraktion von Haselnussmaterial mit Ammoniumcarbonat-Lösung pH 12,0 wurden im Vergleich zu entsprechenden Extrakten der pH-Werte 8,0 und 10,0 schwächere Banden detektiert, jedoch wurde bei der Verwendung dieses Extraktionsmittels kein Proteinabbau bewirkt, wie bei entsprechenden Extraktionen von Haselnussgrieß mit SDS-Lösung. Eine zusammenfassende Darstellung der Ergebnisse bezüglich der Untersuchung der Beeinflussung der Extraktionsqualität zeigt Tabelle 4.2.9.

Tab. 4.2.9: Zusammenfassende Beurteilung der Untersuchungen bezüglich des Einflusses des pH-Wertes des Extraktionsmittels auf die Extrahierbarkeit von Haselnussproteinen

pH-Wert Einfluss Haselnussmaterialien		Proteinausbeute	Silberfärbung Elektropherogramm	Immunfärbung Westernblot
4%ige SDS-Lösung	Fetthaltiger Haselnussgrieß	Keine pH-Wert abhängige Tendenz erkennbar	Keine pH-Wert abhängige Tendenz erkennbar	Keine pH-Wert abhängige Tendenz erkennbar
	Entfetteter Haselnussgrieß			
Ammonium- carbonat-Lösung	Fetthaltiger Haselnussgrieß	Keine pH-Wert abhängige Tendenz erkennbar	Tendenz: schwächer werdende Bandenintensitäten mit steigendem pH → Cor a 8; Cor a 9	Tendenz: schwächer werdende Antigenität mit steigendem pH → Cor a 9
	Entfetteter Haselnussgrieß			

Bis auf eine stattfindende alkalische Hydrolyse konnte bei der Extraktion von Haselnussgrieß mit SDS-Lösung unterschiedlicher pH-Werte keine Beeinflussung von Extraktionsausbeute oder Extraktzusammensetzung festgestellt werden. Bei den vergleichbaren Extraktionen mit Ammoniumcarbonat-Lösung als Extraktionsmittel konnte hingegen eine Tendenz der Extraktionsergebnisse in Abhängigkeit vom pH-Wert abgeleitet werden. Mit steigendem pH-Wert ließen sich die Haselnussallergene Cor a 8 und Cor a 9 mit geringeren Ausbeuten extrahieren, was sich in der unspezifischen Färbung der Elektropherogramme durch schwächere Bandenintensität dieser Proteine zeigte. Dieses Ergebnis ließ sich in der Immunfärbung allein für Cor a 9 bestätigen, da der hier verwendete Antikörper keine Affinität zum Cor a 8 aufwies. Bei der qualitativen Untersuchung der Extrakte aus Haselnussgrieß, zeigte sich, dass ein Temperatureinfluss festzustellen war. Die Allergene Cor a 8 und Cor a 9 ließen sich am besten bei einer Temperatur von 4°C extrahieren, so dass sich bei diesen Extrakten auch eine vergleichsweise stärkere Bande in der Silberfärbung detektieren ließ. Unter Verwendung von Fettpulver als Matrix bestätigten sich die Ergebnisse, die ohne Verwendung von Matrix ermittelt worden sind.

4.2.4. Optimierung der Extraktionsdauer

Bezogen auf eine effektive aber schonende Probenaufarbeitung stellt die Extraktionsdauer eine wichtige Größe bei Extraktion von allergenhaltigem Material dar. Bei der Optimierung der Extraktion gilt es zum Einen, mit einer ausreichend langen Dauer eine maximale Ausbeute an Allergenen sicherzustellen, zum Anderen ermöglicht eine möglichst kurze Extraktionsdauer eine schnelle und effiziente Probenaufarbeitung, die einer mechanischen, physikochemischen oder enzymatischen Beanspruchung der Analyten entgegenwirkt. Ausgehend von einer Extraktion über Nacht (ca. 14 Stunden), die eine maximale Extraktionsausbeute gewährleistet, wurden Extraktionszeiten von 0 bis 8 Stunden bezüglich der Proteinausbeute als auch der Extraktqualität untersucht. Entsprechende Extraktionsansätze wurden ebenfalls mit einem Zusatz an Matrix durchgeführt, um zu ermitteln, ob der Kontext einer komplexen Matrix eine längere Extraktionsdauer erforderlich macht. Für die Extraktionsversuche zur Optimierung der Extraktionsdauer wurden entsprechend der Ergebnisse der Versuche zur Optimierung des pH-Wertes die Extraktionsmittel „Extraction Buffer“ bei pH 7,4 und 4%ige SDS-Lösung bei pH 8,5 zur Extraktion von Magermilch- und Volleipulver verwendet. Zur Extraktion von Haselnussmaterial wurde ebenfalls SDS-Lösung bei pH 8,5 angewendet, sowie Ammoniumcarbonat-Lösung bei pH 8,0. Die Extraktionsansätze wurden prinzipiell bei den Temperaturen 4°C, RT und 40°C durchgeführt, um beurteilen zu können, ob die Extraktionstemperatur evtl. Einfluss auf die Extraktionsgeschwindigkeit der Allergene hat.

Die Abbildung 4.2.26 zeigt die zeitliche Abhängigkeit der Proteinausbeuten (Zeitraum 0 bis 8 Stunden) bei der Extraktion von Magermilchpulver bei unterschiedlichen Temperaturen mit den Extraktionsmitteln SDS-Lösung und „Extraction Buffer“.

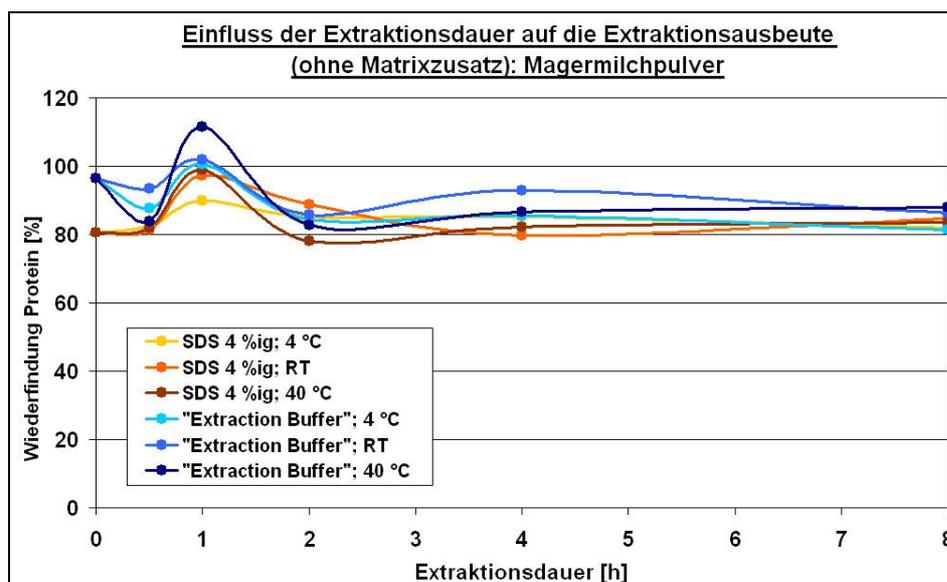


Abb. 4.2.26: Proteinausbeuten der Extraktionen von Magermilchpulver ohne Matrixzusatz mit 4%iger SDS-Lösung und „Extraction Buffer“ bei unterschiedlichen Temperaturen und variiertes Extraktionsdauer (0 – 8 h) ermittelt mittels Lowry

Beobachtet wurde ein Zeitraum von 0 bis 8 Stunden, in dem jeweils nach 0, 0,5, 1, 2, 4, und 8 Stunden die Extraktion abgebrochen wurde, um den Proteingehalt zu messen (Methode nach Lowry). Die dargestellten Daten basieren jeweils auf einer Doppelbestimmung. Der Verlauf der Kurven, die sowohl verschiedene Extraktionstemperaturen als auch unterschiedliche Extraktionsmittel repräsentieren, ist über den gesamten Beobachtungszeitraum sehr ähnlich. In dem Zeitraum von 0 bis 4 Stunden scheinen die ermittelten Wiederfindungsraten um etwa 10% zu schwanken. In diesem Zeitraum wurden jedoch auch die Messzeitpunkte in kürzeren Abständen gewählt, als bei Extraktionszeiten von mehr als 4 Stunden. Wird die Proteinkonzentration der Magermilchpulverextrakte bei etwa 30 min mit den Wiederfindungsraten nach 8 Stunden verglichen, sind in diesen Extrakten vergleichbare Gehalte an Protein enthalten. Wenn davon auszugehen ist, dass nach einer Extraktionsdauer von 8 Stunden

oder länger das jeweilige Extraktionsmittel eine maximale Ausbeute an Protein isoliert, wird diese Ausbeute schon nach weniger als 30 min erreicht. Auch eine unterschiedliche Extraktionstemperatur hat offensichtlich weder einen Einfluss auf die Höhe der nach 8 Stunden erreichten Proteinausbeute noch auf die Zeit, innerhalb der diese maximale Ausbeute erreicht werden kann.

Die Ergebnisse der Proteinquantifizierung der Extrakte mit einem Zusatz an Backmischung weichen kaum von denen der Extrakte ohne Matrixzusatz ab. Den zeitlichen Verlauf der Extraktionsausbeuten zeigt Abbildung 4.2.27.

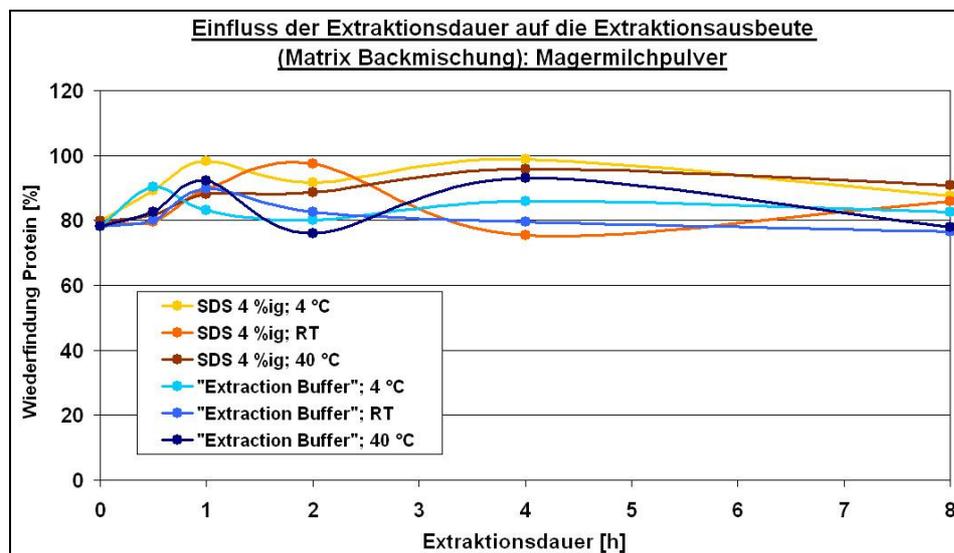


Abb. 4.2.27: Proteinausbeuten der Extraktionen von Magermilchpulver aus einer Backmischungsmatrix mit 4%iger SDS-Lösung und „Extraction Buffer“ bei unterschiedlichen Temperaturen und variiert Extraktionsdauer (0 - 8 h) ermittelt mittels Lowry

Auch bei diesen Extraktionsversuchen werden nach etwa 30 min die maximalen Wiederfindungsraten erreicht, obwohl zu erwarten gewesen wäre, dass ein Zusatz an Matrix eine längere Extraktionsdauer als eine Extraktion ohne Matrixzusatz erfordert. Die in der Matrix Backmischung enthaltenen Stoffe (Saccharose, Fettpulver, Weizenstärke, Natriumhydrogencarbonat, Natriumchlorid) scheinen somit keinen Einfluss auf die Extraktion der Milchallergene zu haben.

Um vergleichen zu können, ob die Extrakte, die nach unterschiedlichen Extraktionszeiten bzw. mit und ohne Matrixzusatz gewonnen wurden, ebenfalls qualitativ keine Unterschiede aufweisen, wurde nach elektrophoretischer Trennung der Extrakte eine Silberfärbung durchgeführt. Als exemplarische qualitative Untersuchung der Extrakte bezüglich der Extraktionsdauer wurden die SDS-Extrakte aus Magermilchpulver in die SDS-PAGE eingesetzt, die bei RT bzw. 40°C mit und ohne Zusatz von Backmischung hergestellt worden sind. Die silbergefärbten Elektropherogramme der SDS-Extrakte zeigt Abbildung 4.2.28.

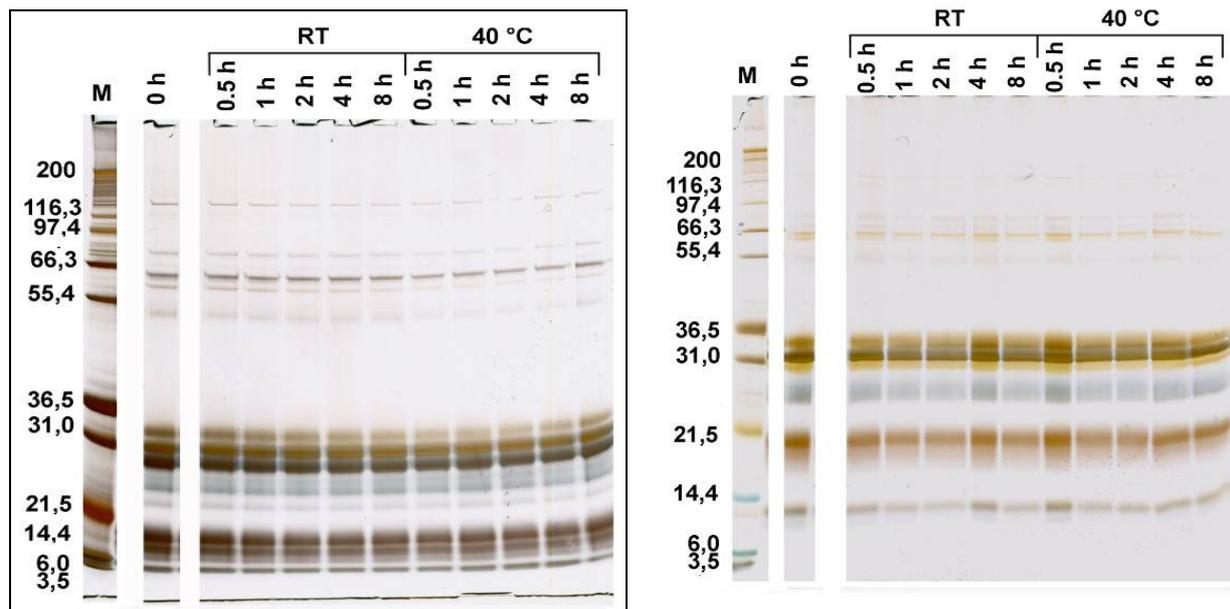


Abb. 4.2.28: links: Unspezifische Silberfärbung des Elektropherogrammes der SDS-Extrakte aus Magermilchpulver unterschiedlicher Extraktionszeiten (ohne Matrixzusatz); rechts: Unspezifische Silberfärbung des Elektropherogrammes der Magermilchpulverextrakte unterschiedlicher Extraktionszeiten mit Backmischungszusatz; M (Molekulargewichtsmarker)

Werden die Extrakte unterschiedlicher Extraktionszeiten untereinander verglichen, ist kein Unterschied in der Bandenzahl bzw. in der Bandenintensität zu erkennen. Die Extrakte, die durch Vermischen des Materials mit dem Extraktionsmittel und zentrifugieren (30 min) erhalten wurden, wiesen dieselbe Zusammensetzung wie die Extrakte auf, die nach einer achtstündigen Extraktion erhalten wurden. Sehr kurze Extraktionszeiten scheinen auszureichen, um die maximale Proteinausbeute zu extrahieren, was die Ergebnisse der Proteinquantifizierung bestätigen. Ein entsprechendes Ergebnis wird auch bei den Extraktionen mit Backmischung als Matrixzusatz erhalten. Hier zeigt die qualitative Untersuchung der Extrakte, dass ein Zusatz an Matrix offensichtlich keine längeren Extraktionszeiten erfordert, um eine maximale Proteinausbeute herbeizuführen.

Um den Beobachtungszeitraum von 0 bis 30 min detaillierter beurteilen zu können, wurden neue Extrakte hergestellt, bei denen nach 0, 2, 5, 10, 20 und 30 min die Extraktion unterbrochen und der Rückstand abfiltriert wurde. Die auf diese Weise hergestellten Extrakte wurden ebenfalls einer Proteinquantifizierung unterzogen. Die ermittelten Wiederfindungsraten des Proteingehaltes werden in Abbildung 4.2.29 veranschaulicht.

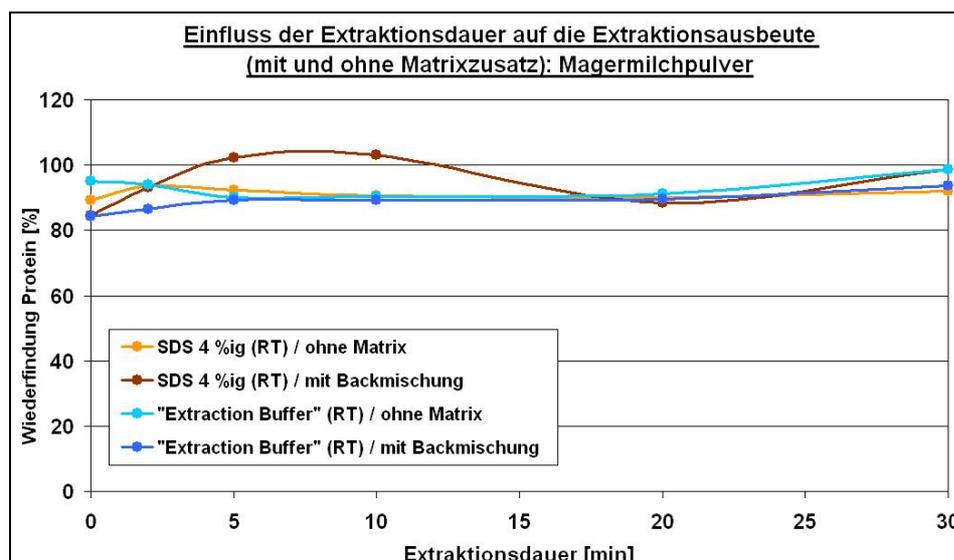


Abb. 4.2.29: Proteinausbeuten der Extraktionen von Magermilchpulver mit und ohne Backmischungszusatz mit 4%iger SDS-Lösung und „Extraction Buffer“ bei variiertem Extraktionsdauer (0 – 30 min) ermittelt mittels Lowry

Auch hier liegen den dargestellten Daten Doppelbestimmungen zu Grunde. Bei den dargestellten Verläufen bestätigen sich die Ergebnisse der Proteinausbeuten nach Extraktionszeiten von 30 min und länger. Es wird bereits nach dem Vermischen der pulverförmigen Einwaage mit dem Extraktionsmittel eine maximale Proteinausbeute erreicht, die nach 30 min bzw. 8 h extrahiert werden kann. Ebenfalls bestätigt wird das Ergebnis, dass ein Zusatz an Matrix keine längeren Extraktionszeiten erfordert als Extraktionen ohne Matrixzusatz. Parallel zu den hier ausgewerteten Extraktionsversuchen mit Magermilchpulver wurden entsprechende Extraktionsversuche mit Volleipulver und fetthaltigem Haselnussgrieß durchgeführt. Wie bei der Extraktion von Magermilchpulver mit SDS-Lösung zeigte sich bei diesen Materialien ebenfalls, dass Extraktionszeiten von wenigen Minuten ausreichen, um die maximale Menge an Protein zu lösen (vergl. Anhang Abbildungen A 24, A 25, A 27 - A 29, A 31). Auch bei diesem Untersuchungsmaterial bestätigten sich die Ergebnisse der Proteinquantifizierung in der qualitativen Untersuchung der Extraktzusammensetzung (vergl. Anhang Abbildungen A 26 und A 30). Wie bei den oben dargestellten Ergebnissen, erforderte ein Zusatz von Backmischung zur Extraktion keine längeren Extraktionszeiten als die Extraktionsansätze ohne Matrixzusatz.

4.3. Ergebnisse der Charakterisierung der Reinigungslösungen

4.3.1. Grenzflächeneigenschaften der Gelatinelösungen

Die Ergebnisse der Bestimmung des Kontaktwinkels von Rinderhaut-, Schweineschwart- und Rinderspaltgelatinelösungen sind in den Abbildungen 4.3.1 bis 4.3.3. dargestellt.

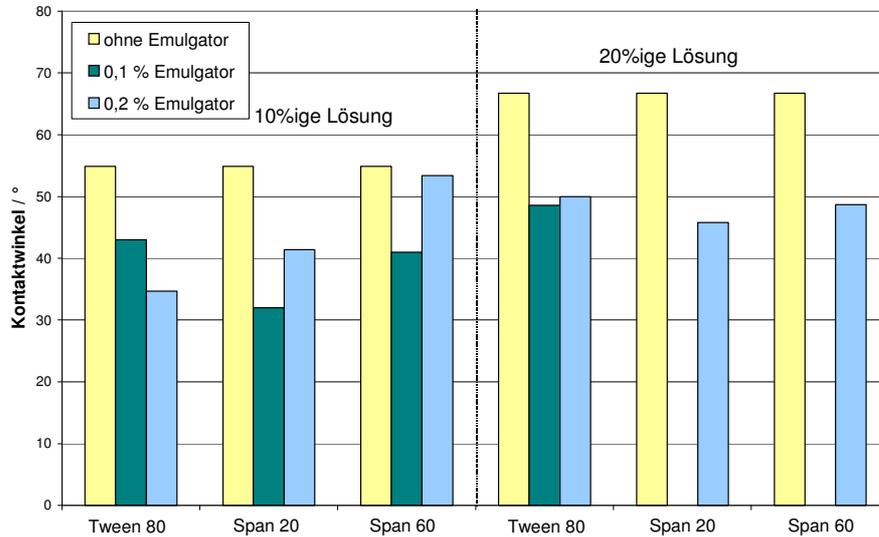


Abb. 4.3.1: Kontaktwinkel zwischen Rinderhautgelatinelösungen mit unterschiedlichen Emulgatorzusätzen und Edelstahl bei 40°C

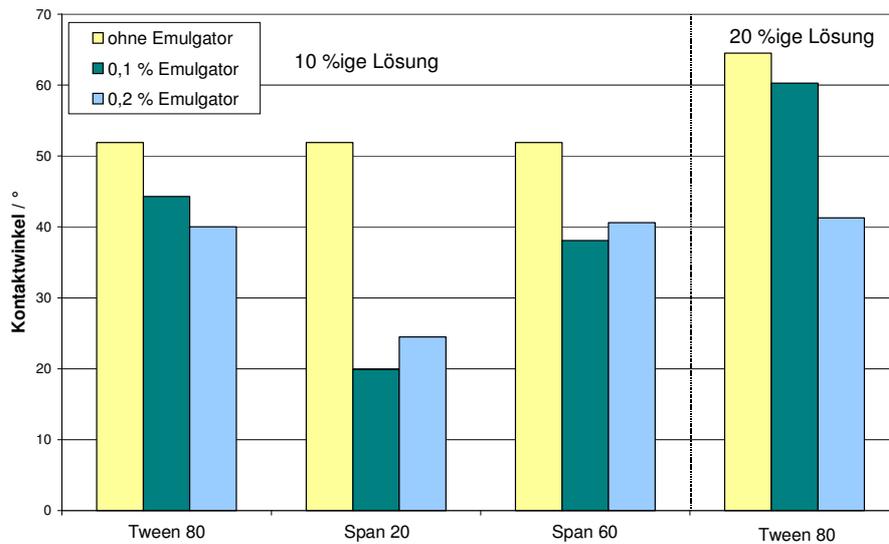


Abb. 4.3.2: Kontaktwinkel zwischen Schweineschwartengelatinelösungen mit unterschiedlichen Emulgatorzusätzen und Edelstahl bei 40°C

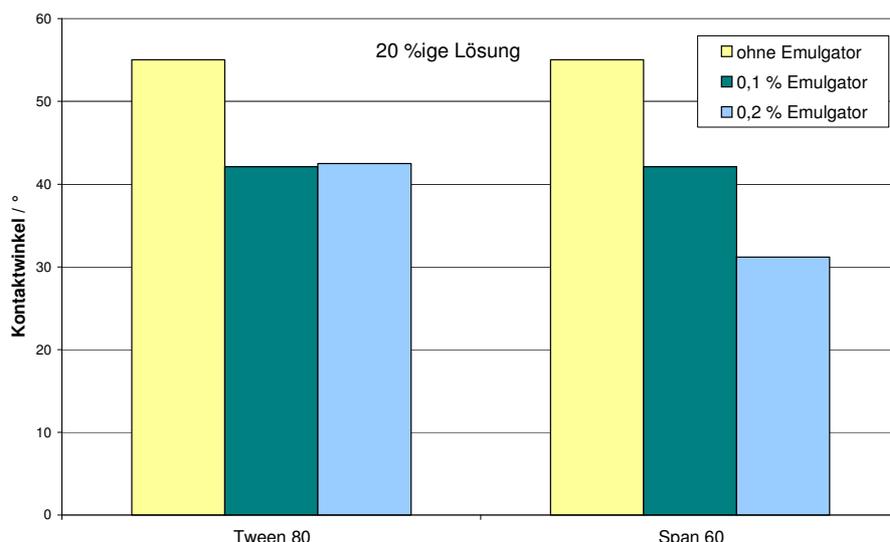


Abb. 4.3.3: Kontaktwinkel zwischen Rinderspaltgelatinelösungen mit unterschiedlichen Emulgatorzusätzen und Edelstahl bei 40 °C

Für Rinderhaut- und Schweineschwartengelatine war der Kontaktwinkel der 10%igen Lösungen kleiner als der Kontaktwinkel der entsprechenden Lösungen mit einem Gelatinegehalt von 20%. Hier spielten neben der Oberflächenspannung der Lösungen auch deren rheologische Eigenschaften eine Rolle. Die höhere Viskosität der höher konzentrierten Gelatinelösungen führte dazu, dass sich diese Gelatinelösungen langsamer auf der Edelstahloberfläche verteilten. Für den Einsatz in dem neuen Reinigungsverfahren musste allerdings auch die Festigkeit der gebildeten Gele berücksichtigt werden. Es musste gewährleistet sein, dass die Gelstabilität ausreichend hoch war, um ein großflächiges Ablösen von der Anlagenoberfläche zu ermöglichen und die immobilisierten Pulverpartikel im Gelatinefilm eingebunden blieben.

Weiterhin wird deutlich, dass für die 20%igen Gelatinelösungen die Kontaktwinkel der Lösungen aus Rinderspalt- bzw. Rinderhautgelatine kleiner als die der entsprechenden Schweineschwartengelatinelösungen sind. Das bedeutet, dass beim Einsatz von Gelatinelösung aus Rinderhaut im Vergleich zu Gelatine aus Schweineschwarte eine bessere Oberflächenbenetzung realisiert werden kann.

Im Allgemeinen wurden die Benetzungseigenschaften der Gelatinelösungen durch den Zusatz von Emulgatoren verbessert, d.h. die Kontaktwinkel wurden kleiner.

Der Zusatz von *Tween 80* hatte eine Verringerung des Kontaktwinkels und damit eine Verbesserung der Benetzung einer Edelstahloberfläche zur Folge. Für die Schweineschwartengelatinelösungen sowie die 10%ige Rinderhautgelatinelösung war der Effekt bei höherer Emulgatorkonzentration stärker ausgeprägt. Für die 20%igen Rinderhaut- bzw. Rinderspaltgelatinelösungen konnte der erreichte Effekt durch Erhöhung der Emulgatorkonzentration nicht weiter verstärkt werden.

Auch durch den Zusatz der Emulgatoren *Span 20* und *Span 60* wurde die Benetzung der Edelstahloberfläche mit Gelatinelösung verbessert. Jedoch wurde hier lediglich für die 20%ige Rinderspaltgelatinelösung eine weitere Verbesserung durch Erhöhung der Emulgatorkonzentration erreicht. Für die anderen untersuchten Lösungen konnte dieser Effekts nicht verstärkt werden.

4.3.2. Fließeigenschaften der Gelatinelösungen

Beispielhaft sind in Abbildung 4.3.4 die Fließkurven der Gelatinelösungen ohne Emulgatorzusatz dargestellt.

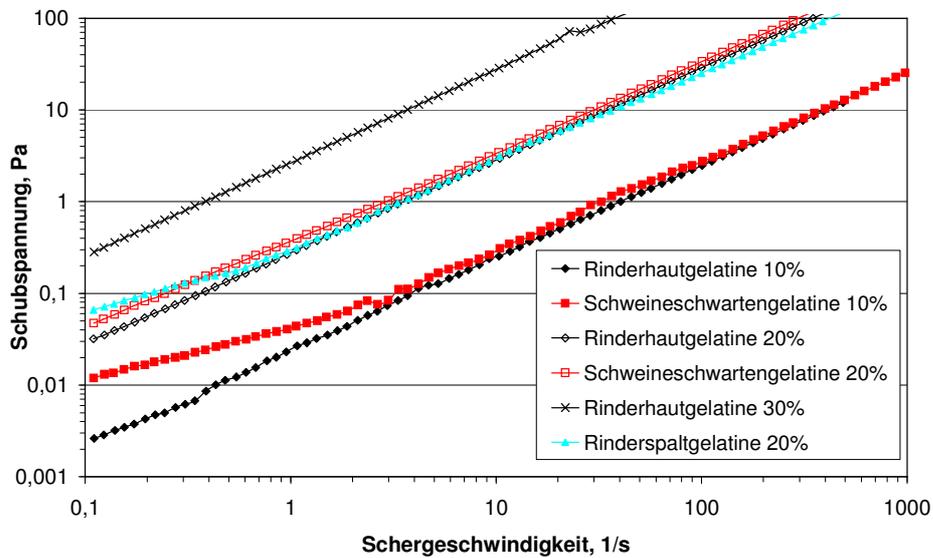


Abb. 4.3.4: Fließkurven von Gelatinelösungen mit unterschiedlichen Gelatinekonzentrationen ohne Emulgatorzusatz (gemessen bei 40 °C)

Die berechneten Fließkennwerte der Lösungen, sind in Tabelle 4.3.1 zusammengefasst. Dabei beschreibt der Konsistenzfaktor K die viskosen Eigenschaften der Lösung und der Fließindex n die Abweichung vom ideal-Newtonschen Fließverhalten, das durch den Wert $n = 1$ gekennzeichnet ist.

Tab. 4.3.1: Fließkennwerte der Gelatinelösungen

Gelatine		Emulgator		Konsistenzfaktor K	Fließindex n
Typ	Konz., %	Typ	Konz., %		
Rinderhautgelatine	10	ohne		0,024	1,010
		Tween 80	0,1	0,028	0,960
		Tween 80	0,2	0,029	0,949
		Span 20	0,1	0,031	0,922
		Span 20	0,2	0,026	0,993
		Span 60	0,1	0,037	0,924
		Span 60	0,2	0,059	0,881
	20	ohne		0,271	1,000
		Tween 80	0,1	0,243	1,001
		Tween 80	0,2	0,291	0,997
		Span 20	0,1	0,274	1,009
		Span 20	0,2	0,302	1,002
		Span 60	0,1	0,224	0,994
		Span 60	0,2	0,352	0,988
	30	ohne		2,783	0,985
Schweineschwartengelatine	10	ohne		0,044	0,877
		Tween 80	0,1	0,026	1,008
		Tween 80	0,2	0,029	0,999
		Span 20	0,1	0,029	0,975
		Span 20	0,2	0,023	1,013
		Span 60	0,1	0,049	0,918
		Span 60	0,2	0,036	0,921
	20	ohne		0,383	0,975
		Tween 80	0,1	0,430	0,986
		Tween80	0,2	0,332	0,991
Rinderspaltgelatine	20	ohne		0,366	0,916
		Tween 80	0,2	0,246	1,002
		Span 60	0,2	0,332	0,923

Die berechneten Fließindizes machen deutlich, dass alle untersuchten Gelatinelösungen annähernd bzw. ausgeprägtes Newtonsches Fließverhalten ($n = 1$) aufwiesen. Dementsprechend konnten die rheologischen Eigenschaften der Gelatinelösungen durch die Konsistenzfaktoren charakterisiert werden. Der Konsistenzfaktor stieg für Rinderhautgelatine und Schweineschwartengelatine exponentiell bei jeder Erhöhung der Gelatinekonzentration um 10% an. So vergrößerte sich der Konsistenzfaktor um zwei Dekaden bei der Zunahme des Gelatinegehalts der Lösungen von 10% über 20% auf 30%. Die Lösungen der Schweineschwartengelatine wiesen im Vergleich zu Rinderhautgelatine für die untersuchten Konzentrationen eine höhere Viskosität auf. Durch den Zusatz von Emulgatoren wurde dieser Effekt für die 10%igen Gelatinelösungen aufgehoben. Für die 20%igen Gelatinelösungen besaßen die Lösungen aus Schweineschwartengelatine bei vergleichbaren Emulgatorzusätzen jeweils die höchste Viskosität gefolgt von Rinderhautgelatine und Rinderspaltgelatine

Grundsätzlich wurde die Viskosität der Gelatinelösungen durch Zusätze von Emulgatoren unterschiedlich beeinflusst.

Durch den Zusatz von *Tween 80* wurde die Viskosität der Schweineschwartengelatinelösungen und der Rinderspaltgelatinelösung verringert, während für Rinderhautgelatinelösungen kein Einfluss auf den Konsistenzfaktor festgestellt werden konnte.

Der Zusatz von *Span 20* führte zu einer geringfügigen Erhöhung der Viskosität bei den Rinderhautgelatinelösungen und zur Verringerung der Viskosität bei Lösungen mit Schweineschwartengelatine.

Eine deutliche Erhöhung der Viskosität wurde für Rinderhautgelatinelösungen durch den Zusatz von *Span 60* erreicht. Bei Schweineschwartengelatine führte der Zusatz von *Span 60* sowohl zur Erhöhung als auch zur Verringerung des Konsistenzfaktors. Bezüglich der Viskosität von Rinderspaltgelatinelösung hatte der Zusatz dieser Emulgators keine Auswirkung.

In den Reinigungsversuchen im Technikumsmaßstab (Abschnitt 4.5.) konnte gezeigt werden, dass auch alle 20%igen Gelatinelösungen, die eine höhere Viskosität aufweisen, mit dem untersuchten Sprühsystem versprüht werden konnten. Das bedeutet, dass diese Lösungen eine gute Pump- und Sprühfähigkeit aufweisen.

4.3.3. Gelierverhalten der Gelatinelösungen

In Abbildung 4.3.5 ist beispielhaft der Temperaturverlauf während der ersten sechs Minuten des Oszillationstests für die Untersuchung des Gelierverhaltens dargestellt.

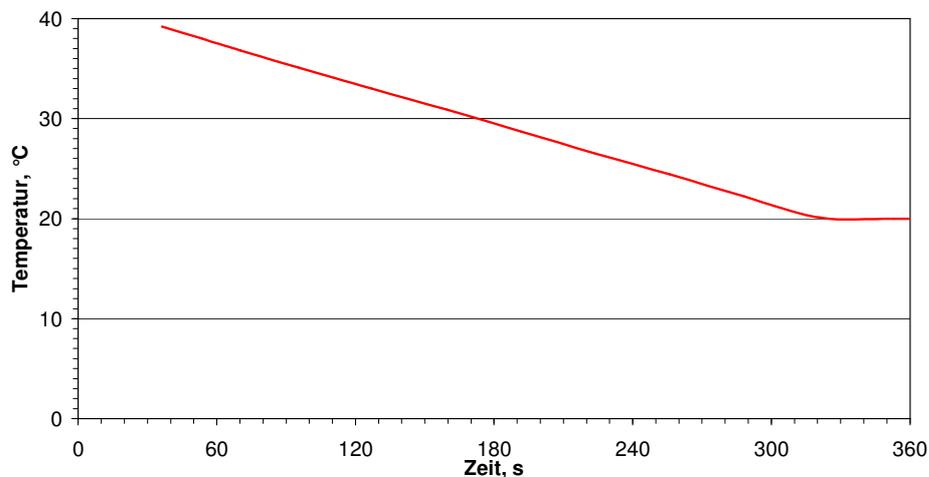


Abb. 4.3.5: Typischer Temperaturverlauf bei der Untersuchung des Gelierverhaltens Gelatinelösung

Für die Gelatinelösungen ist in den Abbildungen 4.3.6 bis 4.3.11 das Speichermodul, ein Maß für die Gelfestigkeit im unzerstörten Zustand, als Funktion der Messzeit dargestellt.

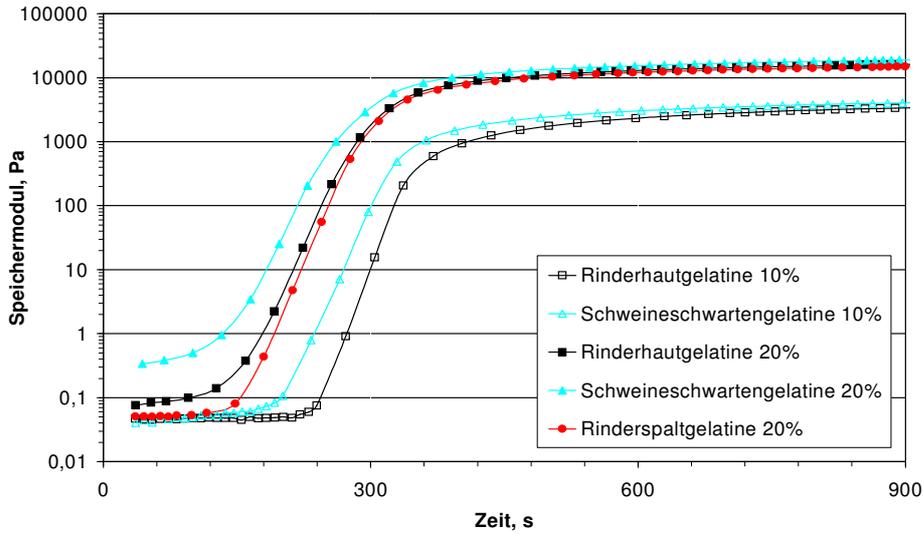


Abb. 4.3.6: Festigkeit von gelierenden Gelatinelösungen mit unterschiedlichen Gelatinekonzentrationen ohne Emulgatorzusatz als Funktion der Messzeit

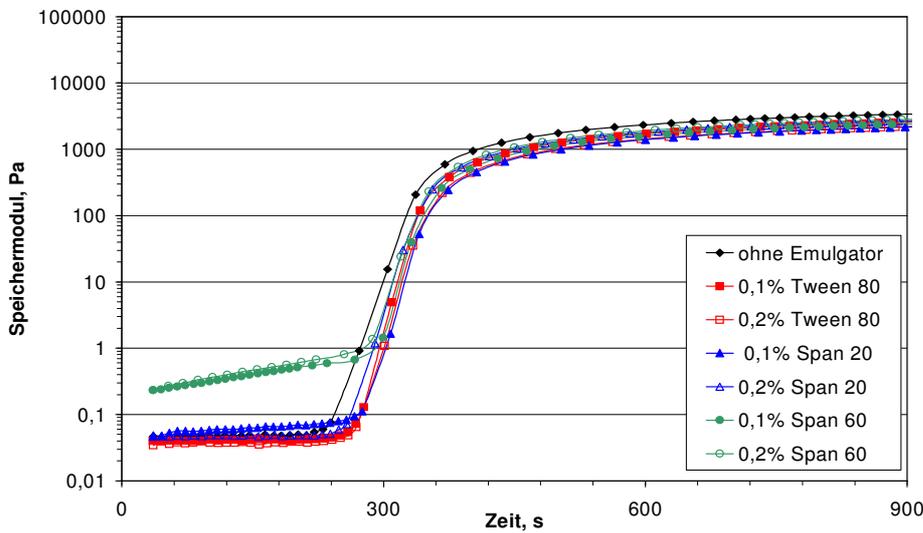


Abb. 4.3.7: Festigkeit von gelierenden 10%igen Rindermantelgelatinelösungen mit unterschiedlichen Emulgatorzusätzen als Funktion der Messzeit

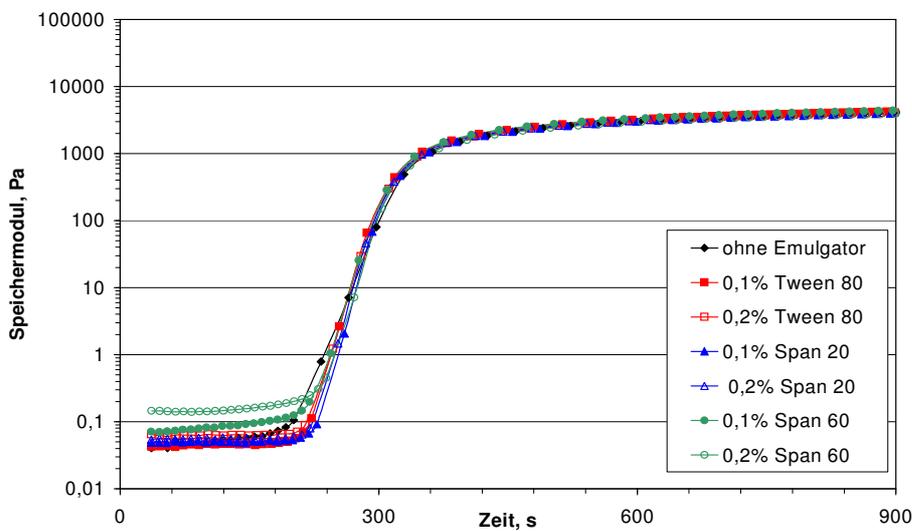


Abb. 4.3.8: Festigkeit von gelierenden 10%igen Schweineschwanzgelatinelösungen mit unterschiedlichen Emulgatorzusätzen als Funktion der Messzeit

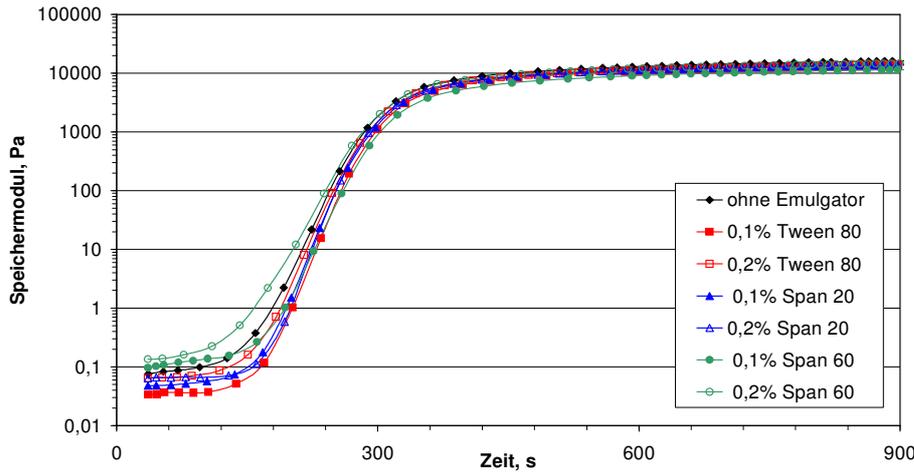


Abb. 4.3.9: Festigkeit von gelierenden 20%igen Rinderhautgelatinelösungen mit unterschiedlichen Emulgatorzusätzen als Funktion der Messzeit

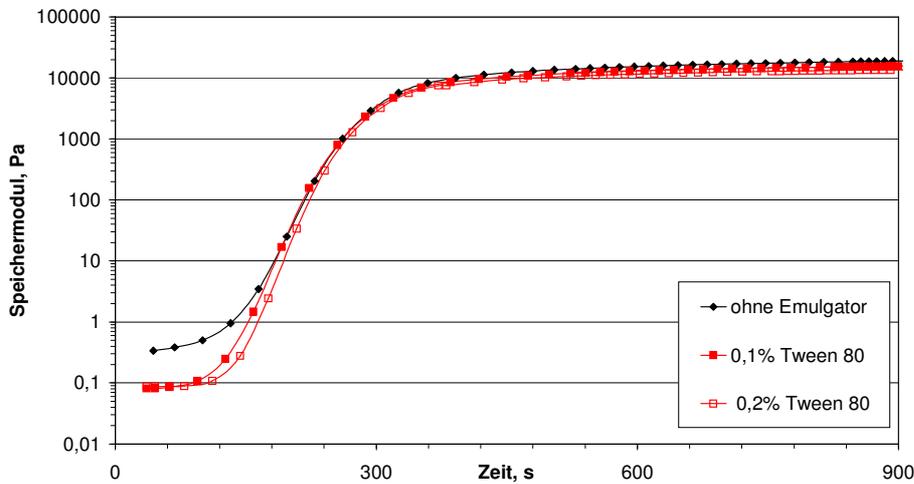


Abb. 4.3.10: Festigkeit von gelierenden 20%igen Schweineschwartengelatinelösungen mit unterschiedlichen Emulgatorzusätzen als Funktion der Messzeit

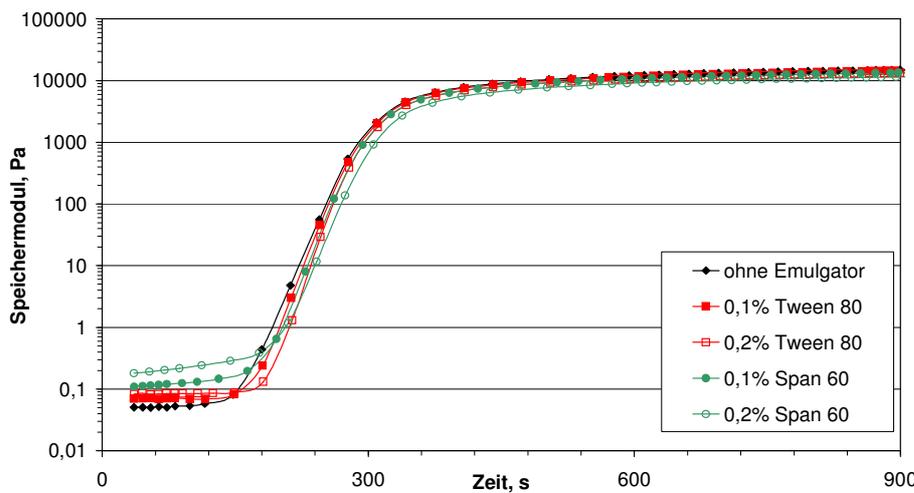


Abb. 4.3.11: Festigkeit von gelierenden 20%igen Rinderspaltgelatinelösungen mit unterschiedlichen Emulgatorzusätzen als Funktion der Messzeit

In Tab. 4.3.2 sind der Gelbildungsbeginn, die maximale Festigkeitszunahme sowie das maximale Speichermodul für die untersuchten Gelatinelösungen zusammengefasst.

Tab. 4.3.2: Charakterisierung der Gelbildung

Typ	Gelatine		Emulgator		Gelbildungsbeginn, s	max. Festigkeitszunahme, Pa/s	maximales Speichermodul, Pa
	Konz.,%	Typ	Konz.,%	Typ			
Rinderhautgelatine	10	ohne			304,6	0,084	3318
		Tween 80	0,1		309,5	0,105	2609
		Tween 80	0,2		301,1	0,097	2169
		Span 20	0,1		308,1	0,094	2219
		Span 20	0,2		290,2	0,094	2665
		Span 60	0,1		332,0	0,078	2506
		Span 60	0,2		319,6	0,079	2942
	20	ohne			223,9	0,071	16580
		Tween 80	0,1		234,8	0,081	13780
		Tween 80	0,2		215,3	0,075	14280
		Span 20	0,1		233,2	0,078	14160
		Span 20	0,2		225,0	0,086	14100
		Span 60	0,1		226,1	0,069	11640
		Span 60	0,2		238,2	0,060	14680
Schweineschwartengelatine	10	ohne			265,1	0,072	4008
		Tween 80	0,1		254,1	0,099	3988
		Tween 80	0,2		246,8	0,090	3880
		Span 20	0,1		260,0	0,103	3672
		Span 20	0,2		252,8	0,098	3830
		Span 60	0,1		276,8	0,086	4096
	20	ohne			197,1	0,064	19220
		Tween 80	0,1		191,1	0,073	15730
		Tween 80	0,2		208,4	0,074	13430
Rinderspaltgelatine	20	ohne			220,9	0,078	15075
		Tween 80	0,1		221,4	0,083	14565
		Tween 80	0,2		233,0	0,088	14000
		Span 60	0,1		223,9	0,079	14285
		Span 60	0,2		246,7	0,073	12005

In den Abbildungen ist zu erkennen, dass für alle Gelatinelösungen bis zu dem Zeitpunkt, an dem die Gelbildung anfangt, eine gleichbleibende Festigkeit gemessen wurde. Dabei startete die Gelbildung bei den Schweineschwartengelatinelösungen eher als bei den entsprechenden Rinderspalt- und Rinderhautgelatinelösungen (Abbildung 4.3.6 und Tabelle 4.3.2). Weiterhin war der Gelierungsbeginn von der Gelatinekonzentration abhängig. Die Lösungen mit einer Gelatinekonzentration von 20% gelierten deutlich eher als die Lösungen mit einer Gelatinekonzentration von 10%. Nach einer Messzeit von etwa 360 s, d.h. eine Minute nach Erreichen der Endtemperatur von 20°C, waren die Gele nahezu ausgebildet. Im weiteren Verlauf der Messung fand lediglich eine geringfügige weitere Verfestigung der Gele statt. Weiterhin wird deutlich, dass Schweineschwartengelatine im Vergleich zu Rinderhautgelatine bei einer Konzentration von 10% ein geringfügig festeres Gel bildete. Bei einer Gelatinekonzentration von 20% war die Festigkeit der flüssigen, nicht gelierten Schweineschwartengelatinelösung höher als die der entsprechenden Rinderspalt- und Rinderhautgelatine. Dies bestätigen die Daten zu den Fließeigenschaften der Gelatinelösungen (Abschnitt 4.3.2). Wie aus Tabelle 4.3.2 hervorgeht, war jedoch die Festigkeit des Gels aus Schweineschwartengelatinelösung ohne Emulgatorzusatz nur unwesentlich höher als das entsprechende Rinderspalt- bzw. Rinderhautgelatinegel. Dies wiederum entspricht den Produktspezifikationen der Gelatinemuster, in denen für Schweineschwartengelatine ein etwas höherer Bloom-Wert spezifiziert ist (Tab. 3.3.1). Durch den Zusatz von Emulgatoren wurde dieser Effekt aufgehoben.

Im Allgemeinen wurde die Festigkeit der Gelatinegele durch den Zusatz von Emulgatoren reduziert. Lediglich beim Zusatz von *Span 60* war eine Erhöhung der Festigkeit der flüssigen, nicht gelierten Gelatinelösungen zu erkennen.

Die Gelierdauer, die durch den Zeitpunkt der maximalen Festigkeitszunahme charakterisiert wird, lag für alle untersuchten Gelatinelösungen in einem vergleichbaren Bereich. Es sind keine Tendenzen hinsichtlich einer Veränderung der Festigkeitszunahme in Abhängigkeit von Gelatinekonzentration oder Emulgatorzusatz zu erkennen.

Für den Einsatz der Gelatine in der Reinigungslösung bedeutete dies, dass durch den Einsatz von Schweineschwartengelatine über eine höhere Gelfestigkeit bessere Ablöseigenschaften erwartet werden konnten. Durch den Zusatz von Emulgatoren zu den Gelatinelösungen wurde die Festigkeit der gebildeten Gele verringert. Allerdings war der Einsatz von Emulgatoren für das neue Reinigungsverfahren unter dem Aspekt vorteilhaft, dass die Benetzungseigenschaften der Gelatinelösungen, insbesondere bezüglich der Pulverpartikel, verbessert wurden und dadurch eine bessere Einbindung von Pulverpartikeln in dem Gelatinefilm erreicht werden konnte.

4.3.4. Trocknungsverhalten der Gelatinelösungen

Der Temperaturverlauf bis zur ersten Probenahme nach 15 min im ausgegossenen Gelatinepad ist in Abbildung 4.3.12 beispielhaft für die Untersuchung an 20%iger Rinderhautgelatinelösung gezeigt. Für alle untersuchten Gelatinelösungen waren die Temperaturverläufe in den Lagertests zur Bestimmung des Trocknungsverhaltens vergleichbar.

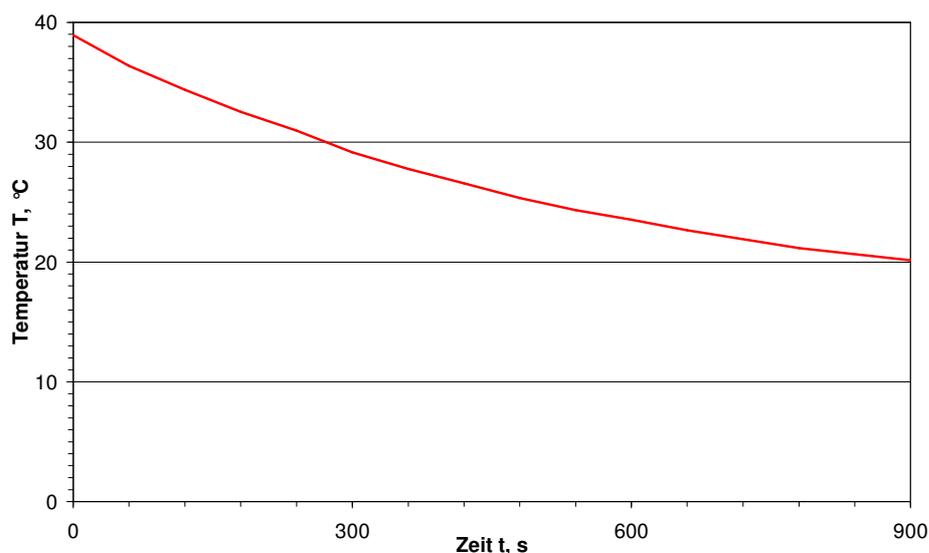


Abb. 4.3.12: Typischer Temperaturverlauf im Verlauf der Lagerung zur Bestimmung des Trocknungsverhaltens von Gelatinelösung

Es ist zu erkennen, dass die Lagertemperatur von 20°C in der ausgegossenen Gelatinelösung bis zur ersten Probenahme nach 15 min erreicht wurde. Bis zur vollständigen Ausbildung der Gelstruktur wäre dementsprechend eine längere Lagerung notwendig, wobei zu berücksichtigen ist, dass die für die Untersuchungen des Trocknungsverhaltens eingesetzten Gelatinepads eine Schichtdicke von etwa 3,5 mm aufwiesen. Beim Einsatz der Gelatinelösungen im Reinigungsprozess sind diese Schichtdicken, insbesondere an senkrechten Flächen, nicht zu realisieren, so dass die Temperatur hier schneller sinkt und dementsprechend eine Gelstruktur innerhalb einer kürzeren Trocknungszeit ausgebildet wird.

Die Untersuchungen zur Charakterisierung des Trocknungsverhaltens wurden in einem Klimaschrank bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von 50% durchgeführt. Aufgrund eines Geräteausfalls mussten einige Untersuchungen mit einer Luftfeuchtigkeit von 60% durchgeführt werden. Der Einfluss der Luftfeuchtigkeit auf den relativen Trocknungsverlust der Gelatinepad ist in Abbildung 4.3.13 dargestellt.

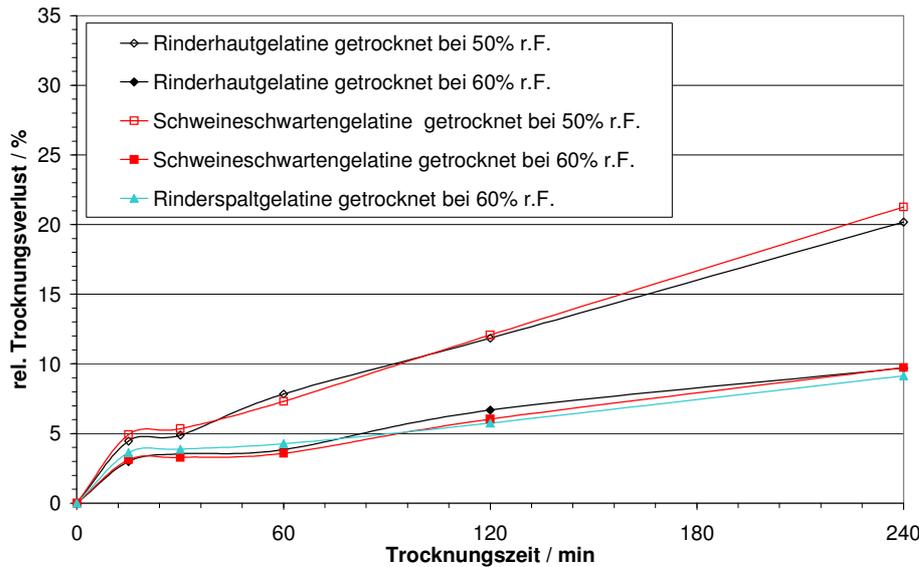


Abb. 4.3.13: Vergleich des relativen Trocknungsverlustes von 20%igen Gelatinelösungen ohne Emulgatorzusatz im Verlauf einer Lagerung bei 20°C und 50% r.F. bzw. 60% r.F.

Wie zu erwarten war, verlief die Trocknung bei einer niedrigen Luftfeuchtigkeit deutlich schneller, d.h. der relative Trocknungsverlust war über die gesamte Lagerzeit deutlich höher. Jedoch konnte kein Unterschied im Trocknungsverhalten der verschiedenen Gelatinemuster detektiert werden.

Die Ergebnisse aller Trocknungsuntersuchungen an ausgegossenen Gelatinelösungen sind in den Abbildungen 4.3.14 bis 4.3.19 zusammengefasst.

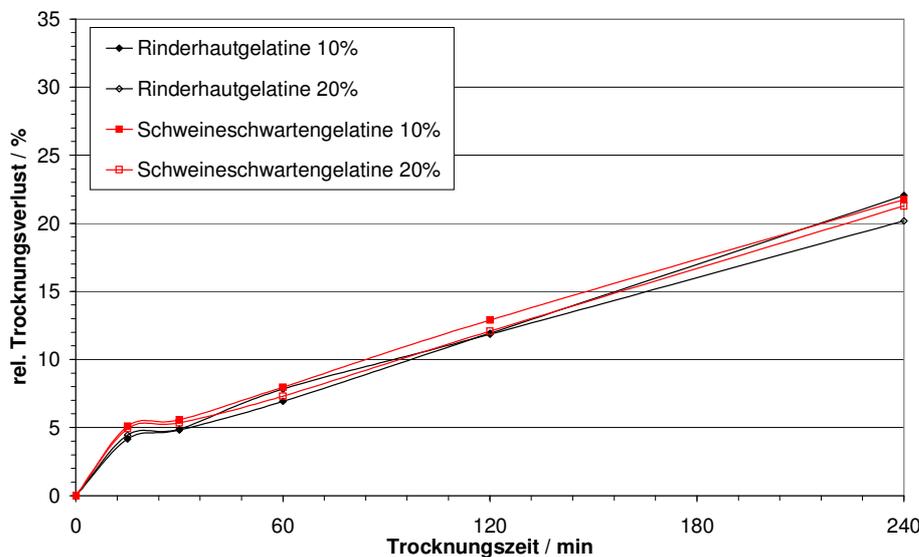


Abb. 4.3.14: Relativer Trocknungsverlust unterschiedlicher Gelatinelösungen ohne Emulgatorzusatz im Verlauf einer Lagerung bei 20°C und 50% r.F

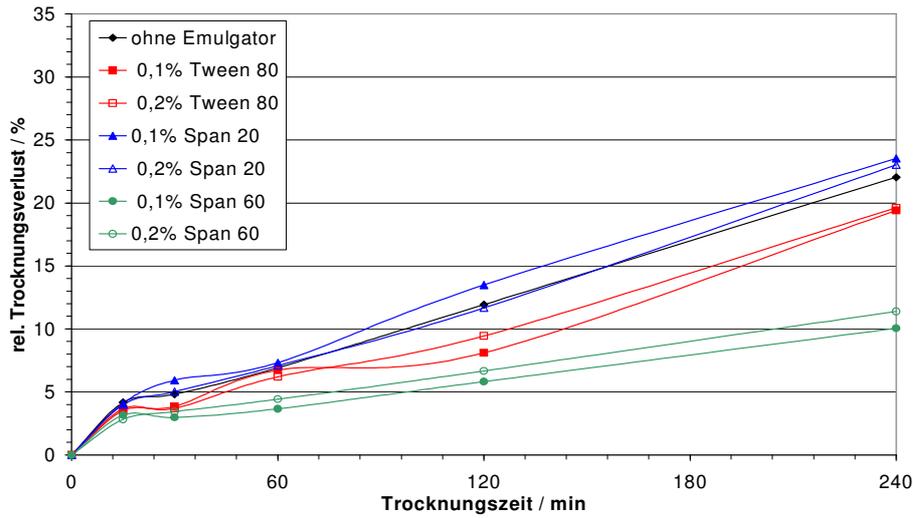


Abb. 4.3.15: Relativer Trocknungsverlust von 10%igen Rinderhautgelatinelösungen mit unterschiedlichen Emulgatorzusätzen im Verlauf einer Lagerung bei 20°C und 50% r.F.

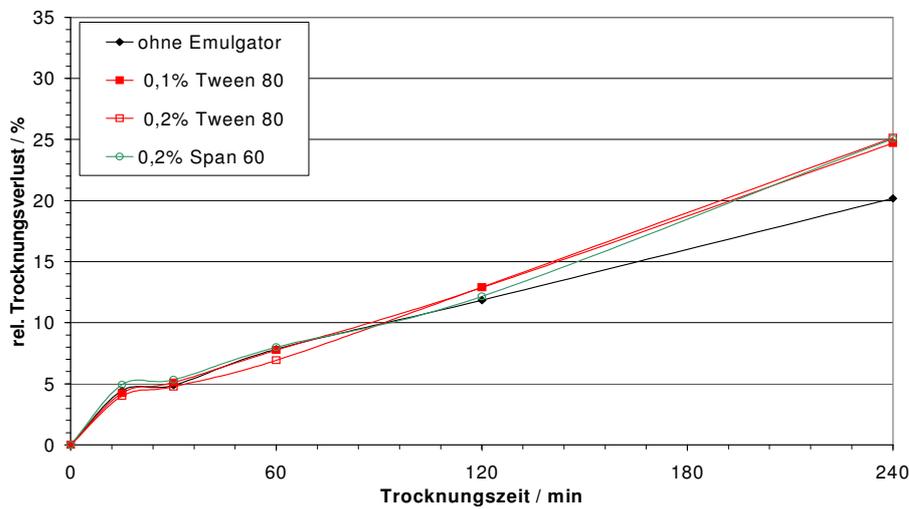


Abb. 4.3.16: Relativer Trocknungsverlust von 20%igen Rinderhautgelatinelösungen mit unterschiedlichen Emulgatorzusätzen im Verlauf einer Lagerung bei 20°C und 50% r.F.

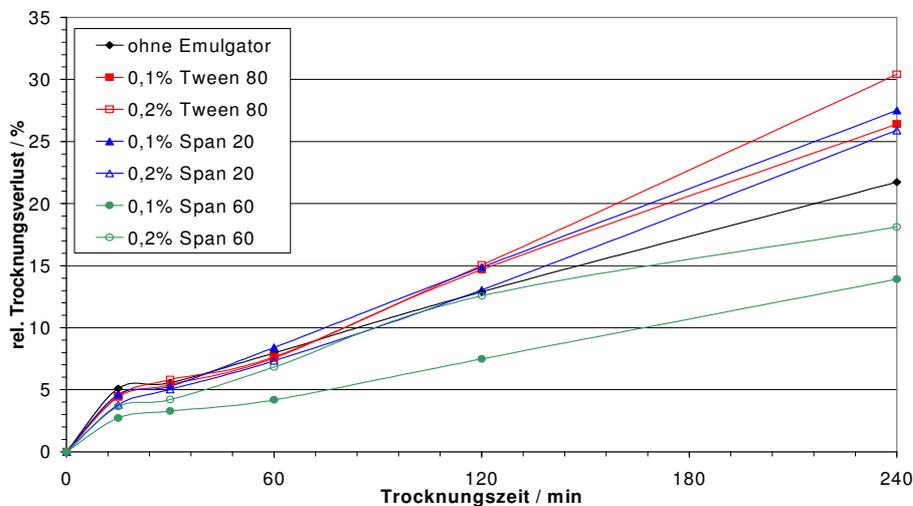


Abb. 4.3.17: Relativer Trocknungsverlust von 10%igen Schweineschwartengelatinelösungen mit unterschiedlichen Emulgatorzusätzen im Verlauf einer Lagerung bei 20°C und 50% r.F.

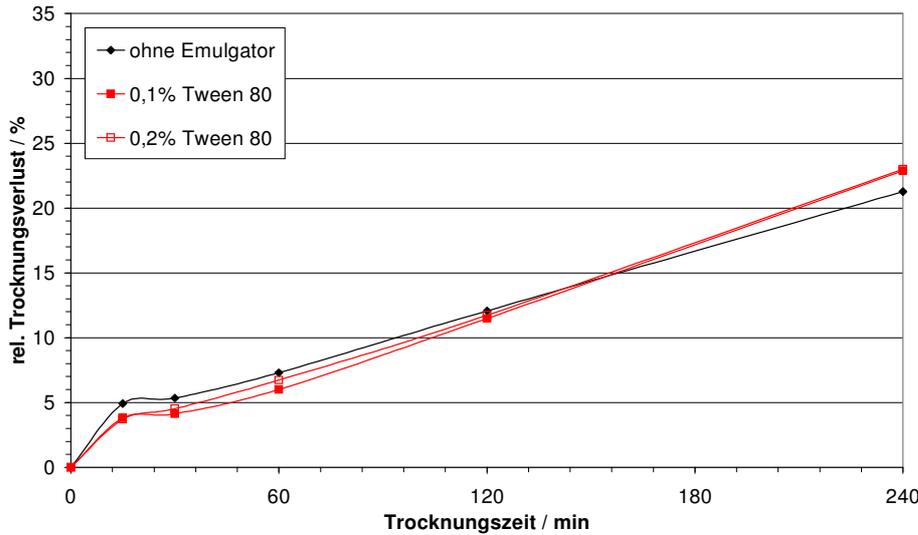


Abb. 4.3.18: Relativer Trocknungsverlust von 20%igen Schweineschwartengelatinelösungen mit unterschiedlichen Emulgatorzusätzen im Verlauf einer Lagerung bei 20°C und 50% r.F.

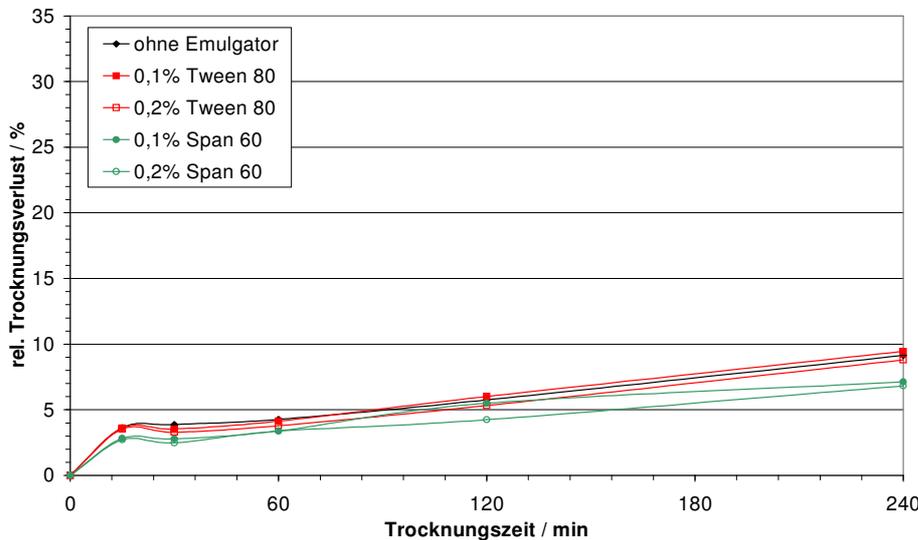


Abb. 4.3.19: Relativer Trocknungsverlust von 20%igen Rinderspaltgelatinelösungen mit unterschiedlichen Emulgatorzusätzen im Verlauf einer Lagerung bei 20°C und 60% r.F.

Die Ergebnisse zeigen, dass der relative Trocknungsverlust als Funktion der Lagerzeit für Rinderhaut- und Schweineschwartengelatine vergleichbar war, wenn der Gelatinelösung kein Emulgator zugesetzt wurde. Der relative Trocknungsverlust war dann auch unabhängig von der Gelatinekonzentration der Lösung.

Der Zusatz von Emulgatoren mit verschiedenen HLB-Werten beeinflusste die Trocknung in unterschiedlicher Weise.

Der Zusatz von *Tween 80*, einem relativ hydrophilen Emulgator, bewirkte eine geringfügige Reduzierung des relativen Trocknungsverlustes bei 10%iger Rinderhautgelatinelösung. Bei einem Zusatz dieses Emulgators zu höher konzentrierter Rinderhaut- bzw. Rinderspaltgelatinelösung oder zu Schweineschwartengelatinelösung war kein eindeutiger Effekt zu erkennen.

Durch *Span 20* wurde tendenziell eine Erhöhung des Trocknungsverlustes für Rinderhaut- und Schweineschwartengelatine erreicht.

Durch den Zusatz von *Span 60* wurde der Trocknungsverlust für Lösungen aller untersuchten Gelatinemuster reduziert.

Die Ergebnisse der rheologischen Untersuchungen an den getrockneten Gelatinepads werden in den Abbildungen 4.3.20 bis 4.3.26 gezeigt. Als charakteristisches Merkmal zur Beschreibung der Gelfestigkeit als Funktion der Trocknungszeit wurde dazu das im Oszillationstest bestimmte Speichermodul G' bei einer Oszillationsfrequenz von 1 Hz herangezogen.

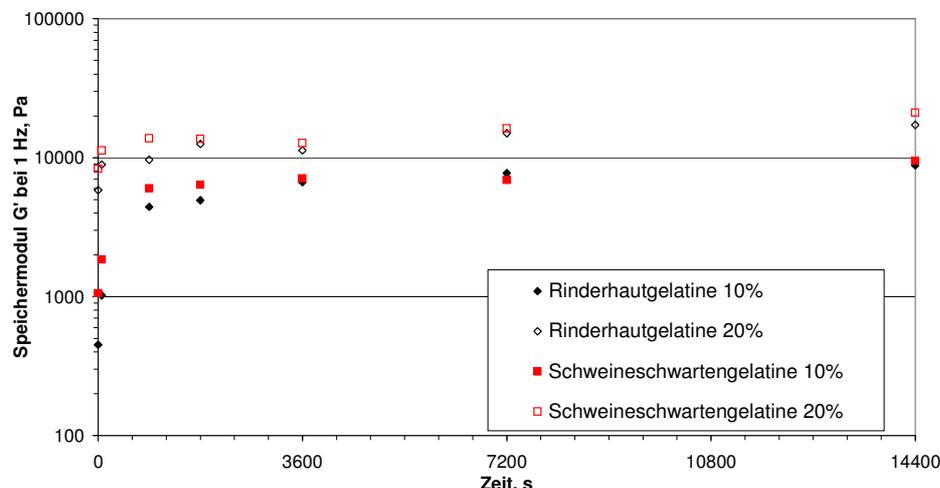


Abb. 4.3.20: Festigkeit von getrockneten Gelatinepads ohne Emulgatorzusatz als Funktion der Trocknungszeit bei einer Lagerung bei 20°C und 50% r.F.

Für Rinderhaut- und Schweineschwartengelatine wurde erwartungsgemäß bei einer Gelatinekonzentration von 20% eine deutlich höhere Gelfestigkeit erreicht als bei einer Konzentration von 10%.

Aus Abbildung 4.3.20 geht hervor, dass sich die Festigkeit der getrockneten Gelatinepads nach einer Lagerdauer von 60 min bis zum Ende der Lagerung nach 240 min annähernd konstant blieb. Dementsprechend ist die Darstellung der Ergebnisse der Gelfestigkeit während der ersten Stunde entscheidend, um Unterschiede zwischen den Proben herauszuarbeiten (Abbildungen 4.3.21 bis 4.3.27).

In Abbildung 4.3.21 wird der Einfluss der Luftfeuchtigkeit auf die Festigkeit der getrockneten Gelatinepads dargestellt. In den Abbildungen 4.3.22 bis 4.3.27 wird jeweils der Einfluss unterschiedlicher Emulgatoren auf die Festigkeit der getrockneten Gelatinepads gezeigt.

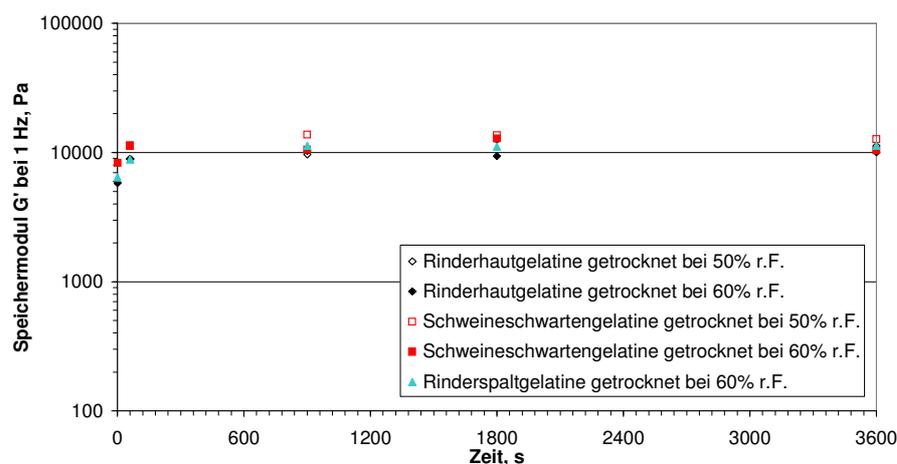


Abb. 4.3.21: Festigkeit von getrockneten Gelatinepads ohne Emulgatorzusatz als Funktion der Trocknungszeit bei unterschiedlichen Umgebungsbedingungen (Lagerung bei 20°C und 50% r.F. bzw. 60% r.F.)

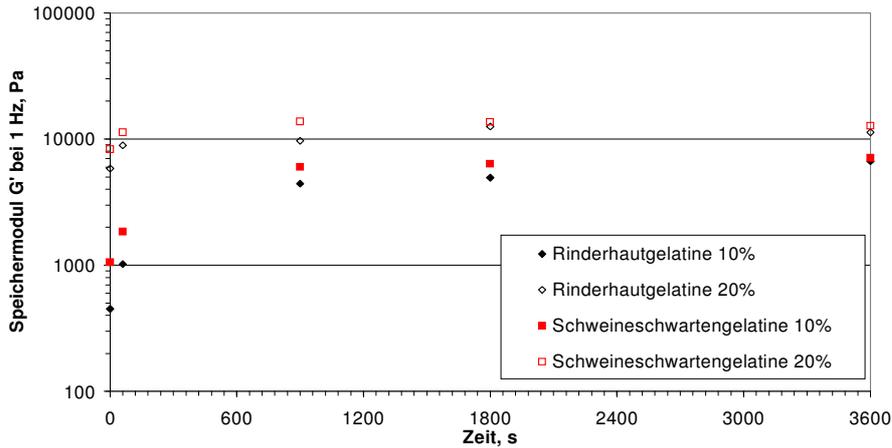


Abb. 4.3.22: Festigkeit von getrockneten Gelatinepads ohne Emulgatorzusatz als Funktion der Trocknungszeit (Lagerung bei 20 °C und 50% r.F.)

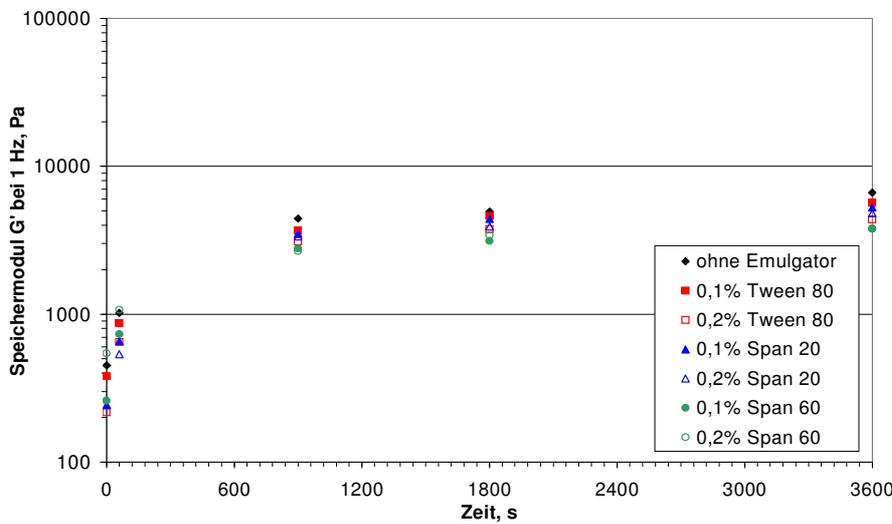


Abb. 4.3.23: Festigkeit von getrockneten Gelatinepads aus 10%igen Rinderhautgelatinelösungen mit unterschiedlichen Emulgatorzusätzen als Funktion der Trocknungszeit (Lagerung bei 20 °C und 50% r.F.)

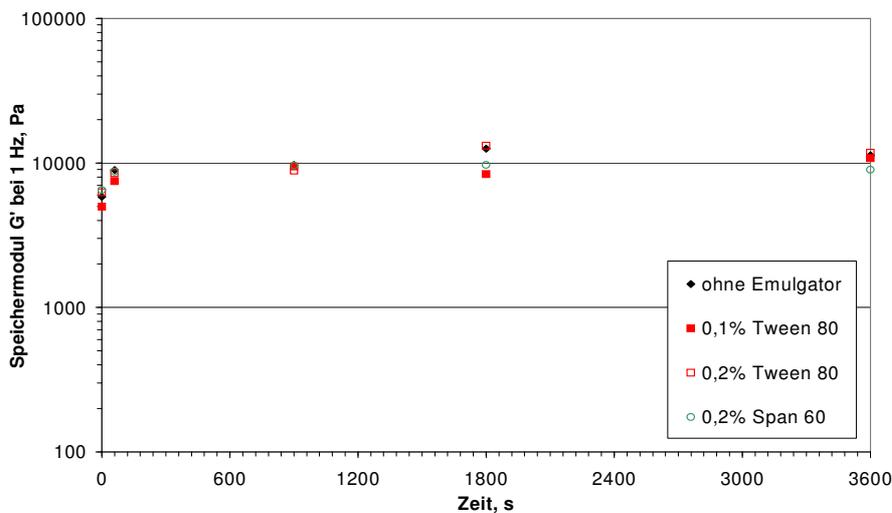


Abb. 4.3.24: Festigkeit von getrockneten Gelatinepads aus 20%igen Rinderhautgelatinelösungen mit unterschiedlichen Emulgatorzusätzen als Funktion der Trocknungszeit (Lagerung bei 20 °C und 50% r.F.)

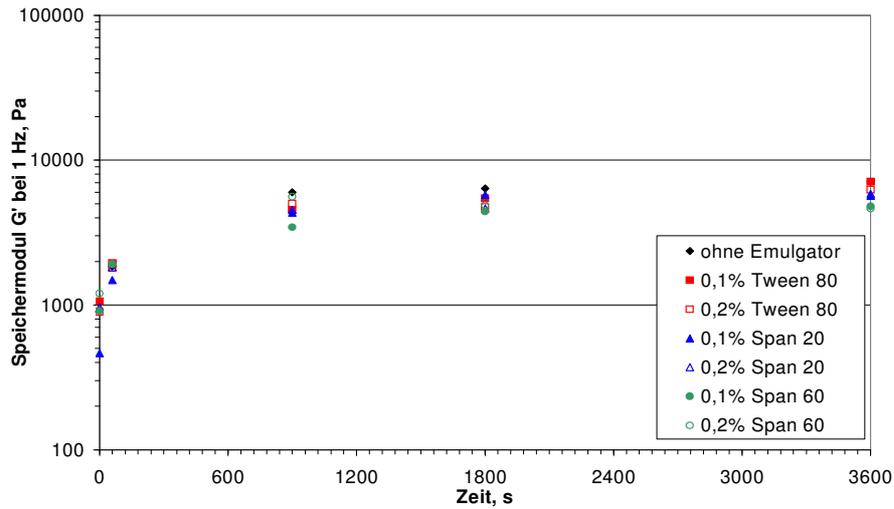


Abb. 4.3.25: Festigkeit von getrockneten Gelatinepads aus 10%igen Schweineschwartengelatine-lösungen mit unterschiedlichen Emulgatorzusätzen als Funktion der Trocknungszeit (Lagerung bei 20 °C und 50% r.F.)

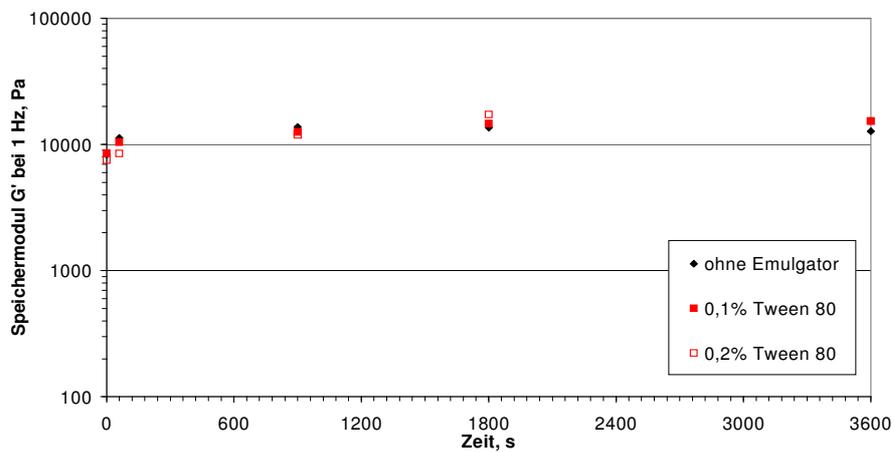


Abb. 4.3.26: Festigkeit von getrockneten Gelatinepads aus 20%igen Schweineschwartengelatine-lösungen mit unterschiedlichen Emulgatorzusätzen als Funktion der Trocknungszeit (Lagerung bei 20 °C und 50% r.F.)

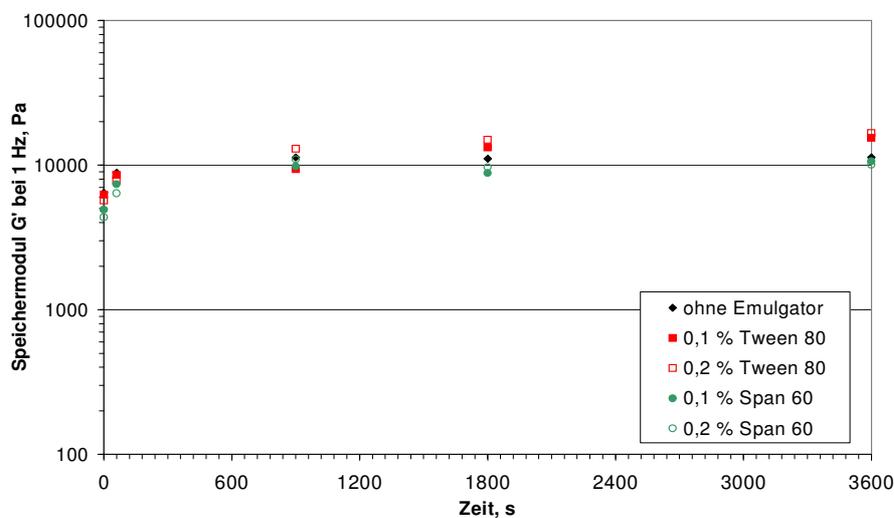


Abb. 4.3.27: Festigkeit von getrockneten Gelatinepads aus 20%igen Rinderspaltgelatinelösungen mit unterschiedlichen Emulgatorzusätzen als Funktion der Trocknungszeit (Lagerung bei 20 °C und 60% r.F.)

Es ist zu erkennen, dass die Lagerung der Gelatinepads bei einer Luftfeuchtigkeit von 50% im Vergleich zur Lagerung bei 60% r.F. zu geringfügig festeren Gelen führte. Dies ist auf den höheren Trockensubstanzgehalt dieser Gelatinepads, der aus einer stärkeren Austrocknung resultiert, zurückzuführen.

Weiterhin wird deutlich, dass Schweinschwartengelatine im Vergleich zu Rinderhaut- und Rinderspaltgelatine zu jedem Zeitpunkt der Lagerung Gele mit einer höheren Festigkeit bildete. Dieses Ergebnis entspricht den Produktspezifikationen (höherer Bloom-Wert). Über diese höhere Gelstabilität waren dementsprechend bessere Ablöseigenschaften zu erwarten.

Im Allgemeinen wurde die Festigkeit der Gele durch Zusätze von Emulgatoren reduziert. Dabei wurde durch den Zusatz von *Tween 80* die Festigkeit von Rinderhautgelatinegelen geringfügig verringert. Der Einfluss auf die Festigkeit von Schweineschwartengelatinegelen war jedoch nicht eindeutig. Für Rinderspaltgelatine hatte der Zusatz von *Tween 80* eine leichte Erhöhung der Gelfestigkeit zur Folge.

Die Zugabe von *Span 20* führte zu einer leichten Abnahme der Gelfestigkeit bei Rinderhaut- und Schweineschwartengelatine.

Die deutlichste Reduzierung der Gelfestigkeit wurde für alle untersuchten Gelatinemuster durch den Zusatz von *Span 60* erreicht.

Die Ergebnisse der Charakterisierung der rheologischen Eigenschaften der getrockneten Gelatinepads entsprechen weitgehend denen aus der Bestimmung des Gelierverhaltens, bei denen die Festigkeit der Gele ebenfalls durch den Zusatz von Emulgatoren reduziert wurde.

4.4. Optimierung der Aufbringung der Reinigungslösung

4.4.1. Voruntersuchungen

In Vorversuchen wurde untersucht, inwieweit ein aufgegonnener Gelatinefilm von einem zylindrischen Körper aus Edelstahl mit ebenem Boden abgelöst werden kann. Auch wenn diese Gießmethode in der Praxis nicht zur Filmbildung an senkrechten und überhängenden Flächen einsetzbar ist, liefern diese Untersuchungen grundlegende Aussagen zur praxisgerechten Entfernbarekeit der aufgetragenen Schichten. Die Auswahl der Rezepturen erfolgte gemäß der Erfahrungen aus den abgeschlossenen Projekten sowie den in Abschnitt 4.3 dargestellten Ergebnissen. Es fand sowohl eine Benetzung der horizontalen als auch der vertikalen Flächen bei Temperaturen zwischen 40°C und 60°C statt. Die Umgebungstemperatur betrug ca. 21°C. Das Gel wurde in unterschiedlichen Schichtdicken von etwa 1 mm, 2 mm und 3 mm bei Konzentrationen von 20 bis 40% aufgetragen.

Beim anschließenden Erkalten gelierte der die Oberflächen benetzende Film innerhalb der ersten halben Trocknungsstunde. Zu Beginn des Prozesses blieb er dabei elastisch, nach dem Ausgelieren und weiteren Trocknen konnte das Material in Abhängigkeit von der Filmdicke nach wenigen Stunden ausgehärtet sein. Bei ausgeleiteten Schichtdicken oberhalb ca. 1,5 mm ließ sich das elastische Material bereits nach wenigen Minuten ablösen, ohne dabei zu zerreißen, wie in Abbildung 4.4.1 dokumentiert. An den Randbereichen bzw. Kanten des Auftragbereiches lag der Film in geringerer Dicke vor. Hier verblieben nach Ablösen des Films Rückstände getrockneten Materials. Das Material erstarrte nach Trocknungszeiten von mehreren Stunden nahezu vollständig. In diesem Zustand konnte es nur mittels mechanischer Hilfsmittel entfernt werden oder löste sich nach mehr als 24 Stunden aufgrund von Schrumpfungsprozessen von den Oberflächen. Mechanische Hilfsmittel waren insbesondere zur Ablösung kleinerer, vollständig getrockneter tropfenförmiger Gelatinerückstände erforderlich.

Die Ergebnisse bestätigten die Aussagen der Vorversuche dahingehend, dass 10%ige und 15%ige Lösungen als Reinigungsfilm weniger geeignet sind. 30%ige sowie 40%ige Lösungen sind als elastischer Film gut zu entfernen, nach dem Aushärten jedoch nur sehr schwer von den Oberflächen zu lösen. Der Film sollte daher vor dem vollständigen Aushärten entfernt werden, um den Ablösungsaufwand zu begrenzen.



Abb. 4.4.1: links: Abziehen des Gelatinefilms aus einem zylindrischen Edelstahlgefäß; rechts: entfernter elastischer Film, abgelöst einige Minuten nach dem Auftragen

4.4.2. Sprühuntersuchungen

4.4.2.1. Untersuchungen mit Airless-Auftragverfahren, max. 50 bar

Im Abschnitt 3.4 wurde abgeleitet, dass Airless- und pneumatische Verfahren grundsätzlich geeignet sind, unter den gegebenen Randbedingungen eine Sprühauftragung vorzunehmen. Die theoretischen Betrachtungen decken sich mit den experimentellen Erfahrungen der abgeschlossenen Projekte, wonach das Airless-Verfahren sowie das pneumatische Verfahren geeignete Methode zur Behandlung großer Flächen darstellen (AiF-FORSCHUNGSBERICHT 9768, 1996, AiF-FORSCHUNGSBERICHT 99 ZN/2, 2006).

Im Zusammenhang mit den Untersuchungen dieses Vorhabens werden Systeme mit einem Arbeitsdruck oberhalb ca. 10 bar als Hochdrucksysteme bezeichnet und bei Arbeitsdrücken unterhalb 10 bar die Bezeichnung Niederdrucksystem verwendet.

Als einsetzbare Druckdüsen-Systeme (Niederdrucksysteme) werden folgende handelsüblichen Systeme untersucht:

- Hochdruck-Airless-Sprühsystem, 50 L-Vorratsgefäß, temperiert, maximaler Kompressor-druck 50 bar, Fächerstrahldüse 40°/Lochdüse, Durchmesser 0,28 mm
- Hochleistungs-Airless-Handsprühgerät, 5 L, Maximaldruck 6 bar, temperiert im Wasserbad, Hohlkegeldüse, Durchmesser 1 mm, Sprühkegel 55° (bei Wassereinsatz) (Fa. BRILL GLORIA Haus- und Gartengeräte GmbH, Witten)
- Aprikotier-Sprühsystem, 5 L, lebensmittelgeeignet, Maximaldruck 6 bar, Düsendurchmesser 1 mm (Fa. Boyens Backservice GmbH, Ibbenbüren)

Zur Durchführung der Untersuchungen wird die bevorratete 20%ige Gelatinelösung auf ca. 35 bis 45°C temperiert. Diese Temperatur wird gewählt, da bei Abkühlung nach dem Zerstäuben die Gelbildung unmittelbar einsetzt und ein Abtropfen bzw. Abfließen des Gels weitgehend vermieden wird.

Hochdrucksysteme

Die grundsätzliche Eignung der Hochdrucksysteme konnte bereits in der Vergangenheit erfolgreich zur Erzeugung von Gelatinenebel im 100 L-Maßstab unter Beweis gestellt werden. So konnten in den abgeschlossenen Projekten mittels Kompressoreinsatz große Mengen Gelatine oberhalb 25 bar versprüht werden. Die Sprüheinrichtung besteht aus einer entsprechenden Fass-Entnahmesonde, einem Kompressor sowie Verbindungselementen zum Anschluss von Materialschlauch und Sprühpistole sowie einem geeigneten mantelbeheizten Vorratsgefäß (vgl. Abbildung 4.4.2). Zur besseren Temperaturverteilung innerhalb des Vorratsgefäßes ist zusätzlich ein motorbetriebenes Rühraggregat eingebaut. Die Steuerung der Beheizung und der Rührerdrehzahl erfolgt mittels elektronischer Regeleinheit.

Eine Prüfung der vorhandenen Anlagenkomponenten ergab, dass die Anlage über große Totvolumina verfügt. Bei Verwendung in der Lebensmittelherstellung sind diese entsprechend der betrieblichen Anforderungen nach jedem Einsatz eingehend zu reinigen. Aufgrund des dazu erforderlichen, hohen Reinigungsaufwandes wird das Verfahren aus hygienischen und betriebsorganisatorischen Gründen als nur bedingt für die vorgesehene Anwendung geeignet angesehen. Darüber hinaus ist zu beachten, dass aufgrund der zum Einsatz des Systems erforderlichen Kompressortechnik, der Einsatz von Niederdrucksystemen, die über das betriebliche Druckluftnetz bis ca. 6 bar gespeist und betrieben werden können, seitens der Mitglieder der Lebensmittelverarbeitenden Industrie im Projektbegleitenden Ausschuss bevorzugt wird.



Abb. 4.4.2: Hochdruck-Sprühanlage

Niederdrucksystem (Hochleistungs-Airless-Handsprühsystem)

Entsprechend der in Abschnitt 3.4 abgeleiteten theoretischen Betrachtungen wurden Untersuchungen mit Airless-Handsprühgeräten mit Material-Vorrattanks von bis zu 5 L unter

Verwendung unterschiedlicher Düsendurchmesser (bis 0,6 mm) durchgeführt, welche handelsüblich bis etwa 6 bar Betriebsdruck zugelassen sind. Die Untersuchungsergebnisse zeigten auf, dass die mit diesen Systemen in der Düse aufgebrauchte Energiemenge zur Erzeugung eines feinen Sprays entgegen der theoretischen Betrachtungen nicht ausreicht (vgl. Abbildung 4.4.3).



Abb. 4.4.3: Gelatine-Applikation, Airless-Handsprühgerät (links: Betriebsdruck: 3 bar, Betriebstemperatur: ca. 40 °C, Hohlkegeldüse 1,0 mm, 20%ige Gelatinelösung; rechts: Betriebsdruck: 6 bar, Betriebstemperatur: ca. 40 °C, Hohlkegeldüse 1,0 mm, 20%ige Gelatinelösung)

Das Fluid trifft als Strahl auf die Oberflächen auf. Der Wärmeaustausch zur Atmosphäre ist aufgrund der geringen Oberfläche eingeschränkt und das Fluid kühlt nur wenig ab. In der Folge läuft das noch nicht ausgeleitete Gel an den Wandungen der benetzten Testflächen ab, wobei nur waagerechte Oberflächen in zur homogenen Filmbildung ausreichender Dicke benetzt werden. Von senkrechten Flächen und unterhalb überhängender Flächen läuft das Fluid tropfenförmig oder in Bahnen ab. Abbildung 4.4.4 zeigt ein typisches Versuchsergebnis. Man erkennt deutlich die unterschiedliche Schichtdicke aufgrund des zu tropfenartigen Strukturen zusammenlaufenden Fluids. Derartig beschichtete Flächen sind ggf. nur schlecht zu reinigen, da der Film trotz seiner Elastizität in den dünneren Bereichen reißen kann. Das Arbeiten bei geringerem Druckniveau führt gemäß der Ausführungen in Abschnitt 3.4.2 ebenfalls nicht zur Bildung des gewünschten Strahlzerfalls und feinen Tropfenspektrums. Die Filmdicke der erstarrten Gelschicht erreicht nur sehr kleinräumig eine zum manuellen Abziehen ausreichende Filmdicke von 1,5 mm. Die flächenbezogene Arbeitsgeschwindigkeit beim Einsatz dieser Geräte-Gel-Kombination ist sehr gering und ein großflächiges, rasches Arbeiten unmöglich.



Abb. 4.4.4: Tropfenbildung nach Aufsprühen auf überhängenden Flächen, Airless-Handsprühsystem (Betriebsdruck: 3 bar, Betriebstemperatur: ca. 40 °C, Hohlkegeldüse 1,0 mm, 20%ige Gelatinelösung)

In Voruntersuchungen konnte mit dem Hochleistungs-Airless-Handsprühgerät erfolgreich ein Gelatine-Sprühnebel erzeugt werden (AiF-FORSCHUNGSBERICHT 9768, 1996). Dabei wurde zur nicht reversiblen Einbindung von Oberflächenkontaminationen auf von oben besprühten, im wesentlichen waagerechten, strukturierten Flächen bei sehr hohen Temperaturen nahe der Zersetzungstemperatur der Gelatine bei niedrigeren Konzentrationen gearbeitet. Aufgrund der dann erforderlichen langen Erstarrungs- bzw. Trocknungszeiten kann unter diesen

Bedingungen nicht von der Bildung eines ausreichend dicken Gelfilms auf glatten, senkrechten und überhängenden Flächen ausgegangen werden.

Aprikotier-Sprühsystem

Für den Bäckereibedarf werden kleine, mobile Apparate zum Versprühen von Aspik, Gelatine, Butter, Schokolade oder auch Backtrennmitteln sowie zum Aprikotieren und Abglänzen von Backwaren angeboten. Diese besitzen meist regelbar beheizbare Vorratsbehälter zwischen 2 und 10 L sowie beheizbare Schlauchverbindungen. Die Sprühpistole ist nicht aktiv temperiert, sondern wird beim hier dargestellten System per Warmluft in einer sog. Wärmebox temperiert. Die Geräte arbeiten i.d.R. nach dem Airless-Prinzip. Darüber hinaus findet sich als Sonderbauform das druckluftunterstützte Airmix-Prinzip. Die Konstruktion dieser Geräte ist an einen hygienisch sensibleren Bereich angepasst, die fluidführenden Bauteile sind in Edelstahl ausgeführt oder gut zugänglich und leicht zu reinigen. Für den mobilen Einsatz werden die Apparate einschließlich eines kleinen Rolltisches bzw. mit Rollen ausgestattet angeboten. Die Kosten für diese Systeme liegen in der Größenordnung bis zu etwa 6.500 €. In Abbildung 4.4.5 ist beispielhaft ein solches System dargestellt.

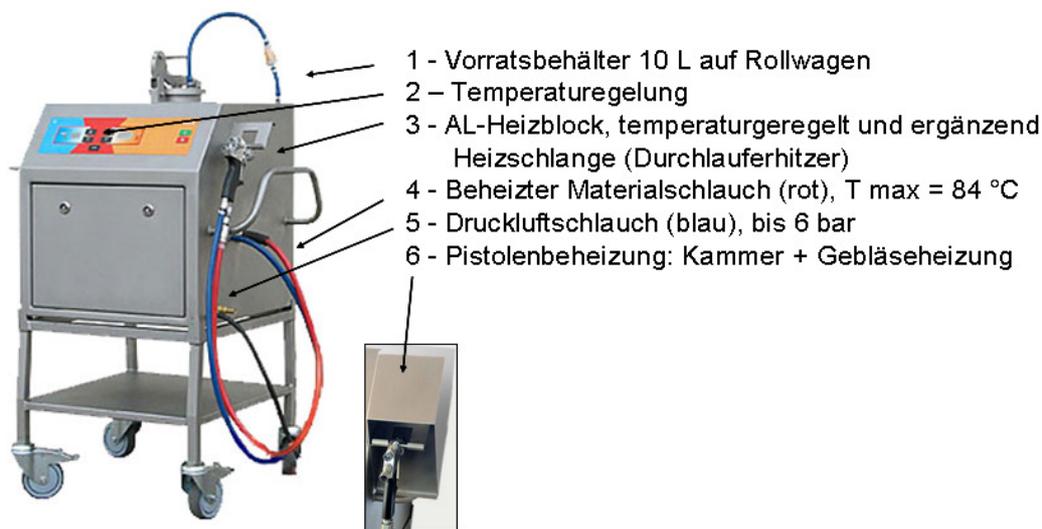


Abb. 4.4.5: Handelsübliches Sprühsystem für das Bäckereihandwerk (BOYENS-BACKSERVICE, 2009); kleines Bild: warmluft-temperierter Raum zur Aufbewahrung der Sprühpistole

Aufgrund der grundsätzlichen Eignung der mobilen, auf Robustheit entwickelten Systeme zum Versprühen von hochviskosen Medien, sowie ihrer für einen Einsatz in der Lebensmittelverarbeitung ausgelegten Konstruktion scheint die Sprüheinrichtung auch für den untersuchten Anwendungsbereich von Interesse zu sein, Sie wurde daher in die Untersuchungen einbezogen. Ein entsprechendes Gerät „Jelly Sprayer“ wurde seitens der Fa. Boyens Backservice GmbH, Ibbenbüren, freundlicherweise für Testzwecke zur Verfügung gestellt.

Die Ergebnisse der Sprühversuche mit dem Airless-Aprikotiergerät zeigten dann auf, dass bei einer Gelatinekonzentration oberhalb ca. 15% keine Zerstäubung des Fluids erreicht werden konnte. Während mit den oben genannten, im Bäckereihandwerk handelsüblich eingesetzten Produkten eine Zerstäubung des Materials und damit eine Filmbildung gelang, zeigte sich für den Einsatz von Gelatinelösung lediglich eine Strahlbildung und kein aus feinen Tropfen bestehendes Sprühbild, vergleichbar zur Hochleistungs-Handspritze. Hinsichtlich der Beschaffenheit des aufgetragenen Fluidmaterials, der Gelierung und der Arbeitsgeschwindigkeit sind obige Ausführungen ebenfalls gültig. Aufgrund der sich ausbildenden Strahlstruktur und fehlenden Sprühnebelbildung ist das Aufbringen eines homogenen Filmes außer auf waagerechten Flächen nicht möglich.

Es bestand im Rahmen des Vorhabens nicht die Möglichkeit, die ebenfalls angebotene Airmix-Variante des Gerätes, welche mit geringem Materialdruck und unterstützendem Luftdruck < 6 bar arbeitet, im Betrieb zu testen. Die dargestellten Erfahrungen mit pneumati-

schen Systemen lassen allerdings erwarten, dass das System für den untersuchten Anwendungsbereich geeignet ist.

4.4.2.2. Untersuchungen mit Zweistoff-Düsen (pneumatische Zerstäuber)

Zerstäuber-Bauformen

Wie die Ausführungen im Abschnitt 3.4 zeigen, sind pneumatische Zerstäubersysteme insbesondere zum flächigen Auftragen höherviskoser Fluide grundsätzlich gut geeignet (LEFEBVRE, 1989). Zur räumlich flexiblen Behandlung von Flächen bis zu ca. 1 m³ wird ein mobiles, pneumatisches Handsprühsystem mit externem, beheiztem Fluidtank bevorzugt. Ein solches System benötigt lediglich eine Druckluftversorgung sowie Stromversorgung zur Temperierung.

Auf dem Markt werden Geräte zu Lackierungs- und Beschichtungszwecken von unterschiedlichen Herstellern angeboten. Das Funktionsprinzip ist dabei gleich. Hinsichtlich der Strömungsführung innerhalb der Düsen, der Luft-Fluid-Verhältnisse und der mechanischen Ausführung existieren jedoch Unterschiede zwischen den Baureihen. Für Spezialanwendungen wie der Heißwachsaufrtragung bzw. zur Vermeidung systembedingter Nachteile wie Sprühnebelaustrag (Overspray) wurden Speziallösungen entwickelt. Eine Übersicht über handelsübliche Sprühsysteme ist in Abbildung 4.4.6 gezeigt.



Abb. 4.4.6: Bauformen handelsüblicher Sprühpistolen-Systeme (oben links: Fließbecher-Sprühpistole (Bild IUTA); oben rechts: Druckkessel-Sprühpistole (Fa. SATA GmbH, Kornwestheim); unten links: Sprühpistole mit beheizbarem Becher und Düsenkopf, Temperaturregler (Fa. Viseco GmbH, Aichach); unten rechts: Overspray-reduzierte Sprühpistole (Fa. Metacap GmbH, Lübeck))

Nach Ergebnissen von Marktrecherchen wurden folgende Systeme weiter untersucht:

- Standard-Fließbecherpistole, Volumen: 500 mL, Max. Betriebsüberdruck: 3 bar; Pistole und Fließbecher extern mittels Heizband beheizt
- Hochleistungs-Sprühpistole, SATA Jet K3 RP (Fa. SATA GmbH, Kornwestheim); Max. Überdruck: 3 bar; Luftvolumenstrom 430 L/min (i. N.); Düsendurchmesser: variabel

- (1,1 mm); digitale Druckmesseinrichtung; Fluid im Überdruck aus Vorratsgefäß zugeführt (für Parameterstudien genutzt)
- Temperierte Hochleistungs-Oberbecher-Sprühpistole, Typ O-A2, (Fa. Walther Spritz- und Lackiersysteme GmbH, Wuppertal); Max. Überdruck: 4 bar; Bechervolumen ca. 800 mL; Düsendurchmesser: variabel (1,1 mm); Fluid im Überdruck aus Vorratsgefäß zugeführt; Pistolenkopf sowie Vorratsgefäß elektrisch per Heizpatrone temperiert
 - Oberbecher-Sprühpistole (Fa. Metacap GmbH, Lübeck); Max. Überdruck: ca. 10 bar; Luftdruck: 3 bar; Bechervolumen ca. 500 mL; besonders nebelarme Auftragung durch angeaugte Schleierluft

Die Bauart dieser Zerstäuber entspricht im Wesentlichen den in Abschnitt 3.4 dargestellten Ausführungen. Bei allen Systemen lässt sich der Fluidstrom durch ein federgelagertes Nadelventil mit meist zusätzlich begrenzbarer Maximalstellung regulieren. Der Gasstrom wird ringförmig sowie über die externen Hornbohrungen zugeführt. Durch eine weitere Stellenschraube, die als digitales Manometer ausgeführt sein kann, wird der Luftdruck im Pistolenkopf reguliert.

Zur Heißwachs-Applikation entwickelte Systeme weisen eine Temperierung des Kopfes und des eventuell vorhandenen Bechers jeweils mittels geregelter Heizpatronen und wärmeleitender, die Patrone fixierender Ringmanschette auf. Die Pistolen besitzen entsprechend wärmeisolierende Griffe, der Becher kann in gewissem Rahmen zusätzlich druckbeaufschlagt werden.

Bei den meisten Systemen lässt sich der erzielbare Durchsatz und die erzielbare Tropfengröße durch einen einfachen Austausch der Düsensätze bzw. der Düsendurchmesser variieren. Beim Gerät der Fa. Metacap geschieht dies ohne Austausch der Düse, indem eine Veränderung der Düsengeometrie über eine Rändelschraube möglich ist. Wesentliche Besonderheit des Systems der Fa. Metacap stellt die sprühnebelfreie Konstruktion dar. Um dieses Ziel zu erreichen, wird ein weiterer Luftstrom als Schleierluft um das zerstäubte Fluid herum versprüht, welcher das Fluid führt und so die Bildung von Sprühnebel verhindert sowie ein randscharfes Arbeiten ermöglichen soll. Der bei diesem Verfahren erforderliche Gasvolumenstrom liegt mit 2000 L/min etwa um den Faktor vier bis fünf über dem der RP- oder HVLP-Pistolen.

Die Sprühuntersuchungen wurden größtenteils mit einer Kesselpistole durchgeführt. Diese war ebenso wie das Vorratsgefäß und die mitgelieferten Schläuche standardmäßig nicht beheizt. Zur Temperierung des Systems wurde folgende Lösung umgesetzt:

- Die Kesselpistole wird in eine zylindrische Kammer eingehängt, welche per Heißluftgebläse auf etwa 50 °C temperiert wird.
- Der Materialschlauch wird mittels selbstbegrenzendem Heizband auf ca. 60 °C temperiert. Dazu dient ein Heizband mit einer Leistung von 26 W/m, das parallel zum Schlauch innerhalb einer zylindrischen Isolierung (20 mm Wandstärke) verlegt wird. Abbildung 4.4.7 zeigt den so erzielten Temperaturverlauf im Heizschlauch.
- Das vorgewärmte Vorratsgefäß wird mit der auf etwa 55 °C temperierten Gelatine befüllt. Die Temperierung des Gefäßes erfolgt per elektrischer Begleitheizung (Heizband). Eine Beheizung per Heizmanschette ist ebenso möglich. Bei der ebenfalls eingesetzten Becherpistole erfolgt die Temperierung aufgrund der geringeren Vorratsmengen und damit kürzeren Einsatzdauer durch Vorwärmung und Isolierung des Mantels. Bei allen Lösungen zeigte sich, dass eine ausreichende Isolierung bzw. Mitbeheizung der häufig aus Metall ausgeführten Übergangsstücke zwischen Pistole und Schlauch bzw. Vorratsgefäß zu gewährleisten ist, um eine Verstopfung der Materialzufuhr zu vermeiden.

Nach dem Einsatz ist die Pistole zur erneuten Temperierung entweder direkt, oder nach Durchspülen der Sprühvorrichtung mit etwa 2 L etwa 50 °C warmen Wassers, in die Wärmekammer eingehängt worden. Einige Untersuchungen wurden mit einer Standard-Fließbecherpistole durchgeführt.

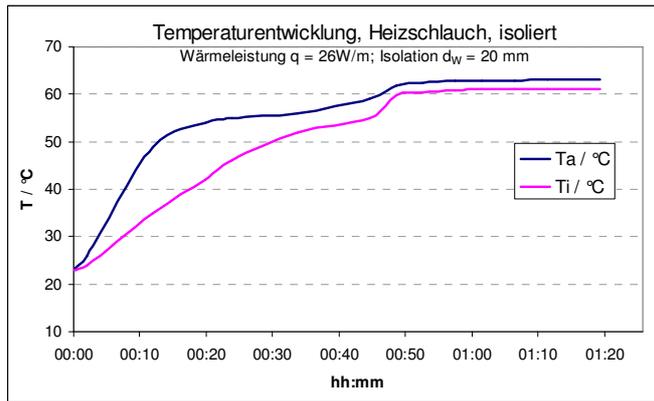


Abb. 4.4.7: Temperaturverlauf Heizschlauch

Ergebnisse der Sprühuntersuchungen - Oberflächenbeschichtung

Die Laborversuche zeigten auf, dass die Gelatinematrix in der gewünschten Konzentration deckend auf Oberflächen aufgetragen werden konnte. Die Geräte zeigten sich weitgehend robust hinsichtlich Parameterschwankungen, was ein für den Praxiseinsatz wichtiges Kriterium darstellt. Grundsätzlich können die Empfehlungen der Gerätehersteller als Anhaltspunkte für ein effektives Arbeiten auch mit Gelatinesolen angesehen werden. Nach Abschluss der experimentellen Untersuchungen wurden als typische Kenngrößen für das Versprühen mit unbeheizter Druckluft identifiziert:

- Gelatinetemperatur: 50 – 55 °C
- Materialdruck etwa 0,5 – 1 bar
- Luftdruck etwa 0,5 – 1 bar
- Sprühabstand: 20 – 30 cm
- Düsendurchmesser: 1,1 bis 1,7 mm

Beim Einsatz von Zweistoff-Düsen wird der Gelatinefilm unter Einschluss von Luftblasen erzeugt. Es liegt somit nicht als bernsteinfarbendes Fluid, sondern als dichte, weiße, schaumartige Struktur vor (vgl. das Sprühbild einer pneumatischen Becherpistole in Abbildung 4.4.8).



Abb. 4.4.8: Sprühbild einer pneumatischen Becherpistole (links: Zerstäuben der Gelatinelösung mittels Fließbecher-Pistole; rechts: aufgetragene Gelatinelösung, Fläche ca. 40 cm x 40 cm (Gelatine 20%ig, Emulgatorzusatz)

Becherpistolen sind für die angestrebte Anwendung allerdings grundsätzlich weniger geeignet, da in der Praxis auch innerhalb beengter Geometrien mit Einbauten gearbeitet werden muss und in diesen Fällen die größeren Abmessungen der Becherpistolen hinderlich sein können. Der Einsatz von Kesselpistolen mit temperierbarer Fluidführung ist daher für die hier entwickelte Applikation zu bevorzugen.

Die Untersuchungen mit dem sprühnebelreduzierten System wurden von der Fa. Metacap GmbH im eigenen Technikum durchgeführt und die Versuchsergebnisse berichtet. Demnach ließ sich das Material gut auftragen, wobei bei höheren Schichtstärken durch den Luftmantel dem aufgetragenen, noch fließfähigen Film eine wellenförmige Struktur aufgeprägt wurde. Aufgrund der fehlenden Beheizung traten beim verwendeten Testsystem Verstopfungen des Materialflusses auf, da der hohe Luftvolumenstrom und fehlende Isolierung des Vorratsgefäßes zu einer raschen Auskühlung des geförderten Materials führten und die Verstopfungen durch ausgeliertes Material die Folge waren. Als Lösungen bieten sich hier ein Einsatz vorgeheizter Druckluft oder die Verwendung von Pistolen-, und Kesselbeheizung an. Unter Einsatz der pneumatischen Kesselpistole konnten Flächen reproduzierbar beschichtet werden. Über einen weiten Parameterbereich konnten die Einstellungen am Gerät material-spezifisch derart gewählt werden, dass Testflächen vollständig beschichtet wurden. Abbildung 4.4.9 zeigt exemplarisch aufgesprühte Gelatinefilme, die mit variablem Materialdruck (0,4 bis 1 bar) und Luftdruck (0,5 bis 0,85 bar) erzeugt worden sind.



Abb. 4.4.9: Beschichtete Testflächen (20%ige Schweineschwartengelatine)

Gegenüber dem in Abbildung 4.4.8 dargestellten Sprühbild zeigt sich eine stärkere Neigung zur Ausbildung von so genannten Läufern, die entstehen, wenn aufgetragenes Solmaterial nicht erstarrt sondern entsprechend der Schwerkraft nach unten läuft. Vor Aufnahme des eigentlichen Beschichtungsvorganges kann an Testflächen (Papier, Pappe) die für ein optimales Sprühbild geeignete Wahl der Auftragparameter erfolgen.

Die Filmdicke lag etwa zwischen 1 mm und 2 mm in der Fläche und bis zu 4 mm für die Läufer. Eine Auswertung einer größeren Zahl von erfolgreichen Sprühuntersuchungen ergab eine flächenbezogene Auftragsmenge von $966 \pm 168 \text{ g/m}^2$. Vergleichbare Mengen wurden bei den Untersuchungen am Feststoffmischer in den Technikumsversuchen aufgetragen, so dass diese Mengen der Wirtschaftlichkeitsbetrachtungen zugrunde gelegt werden können.

Ergebnisse der Sprühuntersuchungen - Ablöseigenschaften aufgesprühter Gelatine

Die Abbildungen 4.4.10 bis 4.4.13 zeigen exemplarisch Ergebnisse der erzeugten Sprühbilder und der Filmentfernung.

Zur Untersuchung der Ablöseigenschaften von Schweineschwartengelatine wurde eine 20%ige Lösung bei 42°C mit der Fließbecherpistole auf eine Testfläche aufgesprüht und Teilflächen nach verschiedener Wartezeit manuell entfernt. Sollte die manuelle Ablösung nicht möglich sein, kamen mechanische Hilfsmittel (Spachtel) unterstützend zum Einsatz. In Tabelle 4.4.1 werden exemplarisch einige Untersuchungsergebnisse gezeigt.

Tab. 4.4.1: Ablöseigenschaften versprühter Gelatine (Schweineschwartengelatine, Ergebnisbeispiel)

Randbedingungen	Gelatine 20%	$T_u = 17\text{ °C}$	$T_g = 42\text{ °C}$	$p_g = 2,5\text{ bar}$
Wartezeit (min)	15	30	45	60
Ablösungscharakteristik, Fläche	+	++	++	++
Ablösecharakteristik, Einbauten	-	+	+	+

Randbedingungen	Gelatine 15%	$T_u = 17\text{ °C}$
	$T_g = 42\text{ °C}$	$p_g = 2,5\text{ bar}$
Wartezeit (min)	20	40
Ablösungscharakteristik, Fläche	+	+
Ablösecharakteristik, Einbauten	-	-

Randbedingungen	Gelatine 20% + 2% Tween	$T_u = 17\text{ °C}$
	$T_g = 42\text{ °C}$	$p_g = 2,5\text{ bar}$
Wartezeit (min)	20	40
Ablösungscharakteristik, Fläche	+	+
Ablösecharakteristik, Einbauten	-	-

T_u Umgebungstemperatur
 T_g Temperatur beverratete Gelatine
 p_g Luftdruck

++ sehr gut, Flächen $\geq 100\text{ cm}^2$ ablösbar
 + gut, Flächen $\geq 100\text{ cm}^2$ unter Einreißen ablösbar
 - eher schlecht, Gelatineschicht reißt stark ein



Abb. 4.4.10: Entfernen des aufgesprühten, elastischen Gelatinefilms vom Winkelblech



Abb. 4.4.11: Winkelblech, beschichtet und abgereinigt (links, Mitte); Restanhaftungen am hinter-schnittenen Flächenelement (rechts)



Abb. 4.4.12: Ablösen eines elastischen Gelatinefilms von einer ebenen Testfläche sowie von einer Kante



Abb. 4.4.13: Testflächen (ca. 40 cm x 38 cm), anhaftendes und abgelöstes Gelmaterial

Insgesamt zeigt sich, dass die aufgetragenen Gelatineschichten bereits nach 15 min als elastischer Film vorlagen. Nach 30 min war die Vernetzung der Gelatine soweit fortgeschritten, dass ein Abziehen von als ausreichend groß angesehener Flächen vorgenommen werden konnte. Bei scharfkantigen Einbauten erfolgte auch bei längeren Wartezeiten ein Einreißen des Films. Als problematisch hat sich auf den Oberflächen vorhandene Overspray-Gelatine beim erneuten Übersprühen erwiesen. Im rechten Teilbild in Abbildung 4.4.11 ist zu erkennen, dass am hinterschnittenen Bereich der Gelatinefilm nicht vollständig entfernt werden konnte. Vorhandene Tröpfchen von Gelatinelösung erstarren sehr rasch an der Oberfläche. Werden diese Flächen im Verlaufe eines Reinigungsvorganges erneut übersprüht, bilden die vorhandenen Tröpfchen und die neu aufgesprühte Schicht keine Einheit, sondern stellen aufgrund unterschiedlicher Materialstruktur einzelne Schichten oder Phasen dar. Beim Abziehen der aufgetragenen Schicht verbleibt der darunter befindliche, zuerst aufgetragene Sprühnebel auf der Edelstahloberfläche und wird nicht mit abgezogen. Es erweist sich sogar als äußerst schwierig, einzelne Tropfen von der Oberfläche zu entfernen, da diese sehr gut haften und nur mechanisch entfernt werden können.

Die hohe Elastizität der aufgesprühten Gelatinefilme zeigt sich auch in der Tatsache, dass Teststreifen des Gelfilms (Länge: 9 cm, breite 3 cm) durch Zugbeanspruchung um etwa 3 bis 5 cm (33 bis 55 %) gelängt werden konnten, bevor der Film abbriss.

4.4.2.3. Einbindung von Partikelmaterial in den Gelatinefilm

Es wurden Testverfahren unter Verwendung von Partikelmaterial entwickelt, mittels derer das Reinigungsvermögen technischer Systeme im Labormaßstab mit einfachen Mitteln qualitativ geprüft werden kann. Zu diesem Zweck wurden farbige Gewürzpartikel oder Fluoreszenzpartikel eingesetzt und der Reinigungserfolg visuell auf den gereinigten Flächen oder

exemplarisch mittels vor der Beschichtung im Testraum angebrachten, angeschmutzten Objektträgern, die nach der Reinigung unter dem Mikroskop ausgewertet wurden, beurteilt. Die Auswertung erfolgte direkt visuell oder per Mikroskop (Olympus BX41, Fa. Olympus Europa GmbH, Hamburg). Dazu wurden Objektträger aus Edelstahl bzw. Glas auf den Oberflächen befestigt und mit Partikelmaterial bestreut oder die Partikel direkt auf die zu untersuchenden Flächen aufgetragen.

Die mittleren Partikeldurchmesser der verwendeten Gewürzmischungen entsprachen dem mittleren Durchmesser von mehlbasierten Backmischungen (vgl. Tabelle 4.4.2 sowie Abbildung 4.4.14 und 4.4.15, Bildteile jeweils im gleichen Maßstab dargestellt).

Tab. 4.4.2: Gewürzpartikelmaterial (Untersuchung im Lichtmikroskop (OlympusBX41, Fa. Olympus Europa GmbH, Hamburg) Vergr. 10x)

	Bezeichnung	Beobachtete Clustergröße, max. Durchmesser (μm)	Beobachtete kleinster Einzelpartikel-durchmesser (μm)
1	Referenz: Weizenmehl, Typ 405 (weiß)	60	30
2	Curcuma-Pulver (gelb)	50	30
3	Kakao-Milchpulvermischung (braun)	50	30
4	China-Gewürzmischung (gelb)	10	40
5	Masala-Gewürzmischung (rot)	100	60

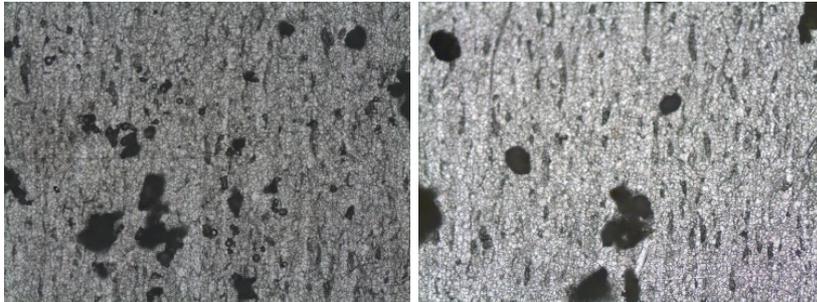


Abb. 4.4.14: Weizenmehl Typ 405 (links) und Masala-Gewürzmischung (rechts)



Abb. 4.4.15: Curcuma-Partikel eingebunden in den abgezogenen Gelatinefilm (Trocknungszeit: 45 min)

Die Materialien liegen auf den künstlich kontaminierten Oberflächen nicht nur als Einzelpartikel vor, sondern bilden meist unregelmäßige Cluster aus Einzelpartikeln. Als Vorabreinigung fand lediglich ein leichtes Abblasen der Partikel statt, die Flächen wurden nicht per Handfeger mechanisch vorgereinigt.

Die so beladenen Flächen wurden mit einem Gelatinefilm beschichtet und dieser nach dem Gelieren und Antrocknen abgezogen. Abbildungen 4.4.16 zeigt die erzielten Ergebnisse.

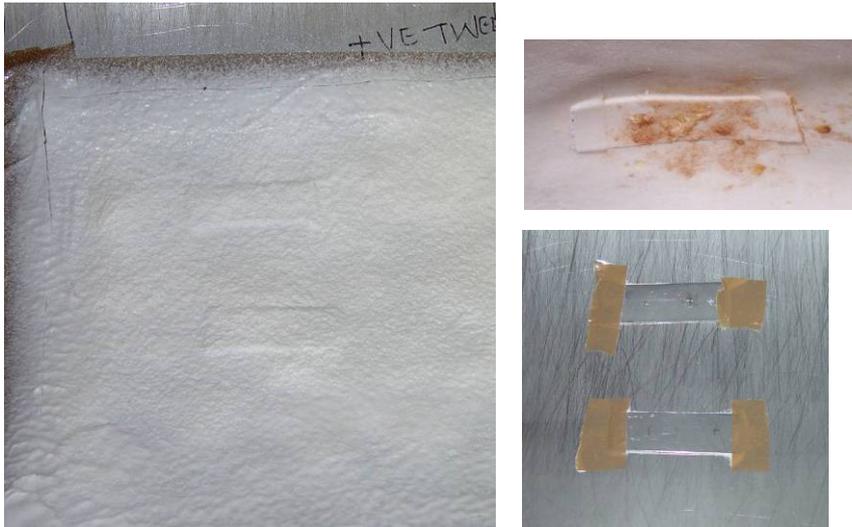


Abb. 4.4.16: Objektträger-Testverfahren (links: zwei Objektträger unter aufgetragenem Gelatinefilm; oben rechts: entfernter Film mit anhaftenden Testpartikeln (milchpulverhaltig); unten rechts: Objektträger nach Entfernung des Gels)

Der Film band das Partikelmaterial grundsätzlich gut ein und löste insbesondere flächig aufgetragenes Material von den Oberflächen. In Spalten und an Kantengeometrien zeigten sich aufgrund der großen Beladungsmengen Rückstände von nicht in den Film eingebundenen Pulverpartikeln.

Bei der Verwendung von fluoreszierendem Testpartikeln (Abbildung 4.4.17) ist zu beachten, dass die standardmäßig verwendeten Latexpartikel aufgrund ihrer Oberflächenstruktur, Form sowie Ladungseigenschaften von Ei-, Mehl- oder Nusspartikeln stark abweichende Haftigenschaften besitzen. Mit diesen Partikeln erzielte Reinigungserfolge sind daher nur bedingt auf real anzutreffendes Partikelmaterial übertragbar. Die nachträgliche Anfärbung von Mehlfraktionen als Testpartikel führte zu einer Verklumpung des Materials und damit zu gegenüber dem zu untersuchenden Ausgangszustand abweichenden Bedingungen.

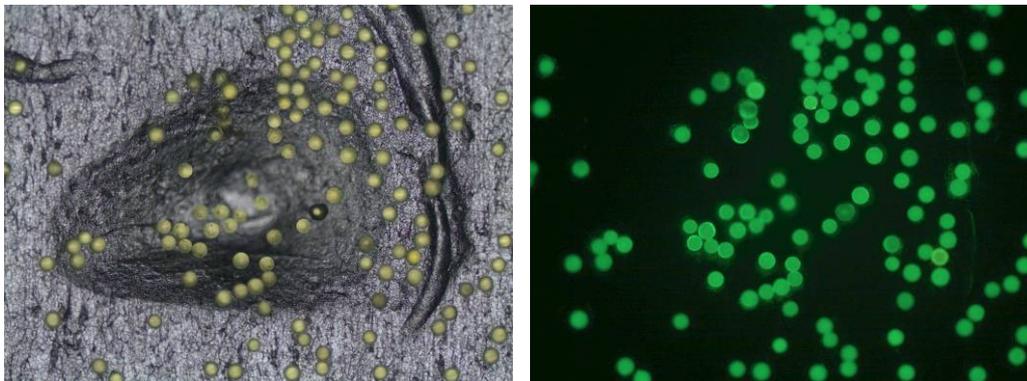


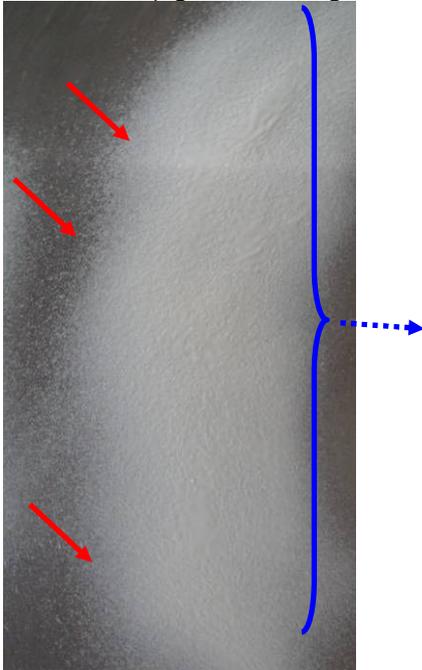
Abb. 4.4.17: Fluoreszierende Latexpartikel ($d_p = 40 \mu\text{m}$) auf Edelstahl-Objektträger

4.4.2.4. Besonderheit bei der reversiblen Filmauftragung

Während der Durchführung der Parameterstudien traten vereinzelt verschiedene Situationen auf, die ein zügiges Arbeiten behinderten und daher in der Praxis im Sinne eines effektiven Zeitmanagements nach Möglichkeit zu vermeiden sind. Im Einzelnen sollen folgende Effekte nachfolgend phänomenologisch beschrieben werden:

- Overspray
- Sprühauftrag in mehreren Schichten
- Mengenverhältnis Luft-/Fluidstrom
- Fluidtemperatur
- Schichtdicke
- poröse Schichtstrukturen

Wird Gelatinelösung durch langsame Bewegung der Sprühpistole aufgetragen, so zeigt sich unabhängig von Einsatz eines Pneumatikzerstäubers oder eines Druckzerstäubers ein der jeweiligen Spritzcharakteristik entsprechendes charakteristisches Sprühbild, welches durch zu den Rändern abnehmende Materialmenge pro Fläche charakterisiert ist. In den äußeren Bereichen zeigen sich immer einzelne Tropfen auf den Flächen (Overspray), wohingegen in den mittleren Bereichen durch kontinuierlichen Auftrag eine gleichmäßig dichte Schicht vorhanden ist (vgl. Abbildung 4.4.18).



Links: Sprühnebel; rechts: Arbeitsrichtung

Abb. 4.4.18: Sprühnebel am Ansatzort der Beschichtung

Overspray wird auch durch hohe Auftreffgeschwindigkeiten begünstigt, da Material von den zu beschichtenden Flächen abprallt und anderenorts unkontrolliert niedergeschlagen wird. Werden sehr kleine Tropfen erzeugt, besteht hier die Gefahr einer unkontrollierten Verteilung mit der Raumluftrömung bzw. durch diffusionskontrollierten Transport.

Um rotationssymmetrische Hohlkörper mantelseitig vollständig zu beschichten, wird die Sprühpistole an einem Punkt des Mantelumfanges angesetzt und bei fortwährendem Sprühvorgang unter Schwenkbewegungen in einer Ebenenrichtung senkrecht zur Schwenkrichtung gearbeitet, bis der Ausgangspunkt erneut erreicht ist. Der zu Beginn des Sprühvorganges erzeugte Sprühnebel wird zu diesem späteren Zeitpunkt erneut mit einer dann deckenden Gelatineschicht überschichtet. Beim Ablösen der Schichten kann der Effekt auftreten, dass der zum Startzeitpunkt erzeugte Nebel und die nach der Zeit t aufgesprühte Schicht keine vernetzte kohäsive Phase darstellen. Die Kraft, mit der die Tröpfchen des ursprünglichen Sprühnebels an den Metalloberflächen anhaften überwiegt dann die Adhäsion zum Gelfilm. Somit wird letzterer abgezogen, ohne die Bestandteile des Sprühnebels mit aufzunehmen. Die Overspray-Partikel lassen sich dann mit mechanischen Hilfsmitteln von den Oberflächen lösen.

Wird eine vollständige Schicht durch eine zweite vollständig überschichtet um beispielsweise größere Schichtdicken zu erzielen, kann der gleiche Effekt auftreten. Auch hier findet ggf. flächig keine Vernetzung mit der zweiten aufgesprühten Schicht statt und die Schichten lösen sich voneinander, vgl. Abbildung 4.4.19.



Abb. 4.4.19: Geringe Haftwirkung zwischen Gelatineschichten, rechts: Rinderspaltgelatine aufgetragen bei 50°C



Abb. 4.4.20: Overspray-Effekt und faden- bzw. netzartige Strukturen

In Einzelfällen wurde bei stark zur Luftseite verschobenem Verhältnis der Volumenströme von Fluid und Luft und nicht vollständig freiem, teilverklebtem Düsenkopf eine luftgetragene, fadenartige Struktur der Gelatine erreicht, wie sie ähnlich bei Zuckerwattestruktur angetroffen wird (Abbildung 4.4.20). Diese spinnwebartigen Strukturen erkalteten rasch netzartig und lagen dann locker auf den zu reinigenden Oberflächen auf. Derartige Fadenstrukturen bildeten sich meist am Rande des Sprühbildes. Beim fortschreitenden Arbeitsgang mit erneutem Übersprühen dieser Bereiche mit einer vollständigen Gelatineschicht, haftete diese nur auf dieser Gewebestruktur und nicht auf der zu reinigenden Oberfläche. Es fand in diesem Fall keine kontrollierte Abreinigung von anhaftendem Partikelmaterial durch den Gelatinefilm statt.

Werden Schichten in nicht ausreichender Stärke aufgebracht, so reißt die Schicht beim Abziehen leicht ein und ist nicht in großflächigen Stücken abzuziehen. Die kleineren Abschnitte sind nur unter Zuhilfenahme mechanischer Hilfsmittel entfernbar. Der Aufwand zur Reinigung steigt somit entsprechend an.

Wird das Fluid bei einer Temperatur aufgetragen, bei der die Erstarrung des Gels nicht beim Auftreffen auf die Oberflächen einsetzt, läuft die Gelatinelösung von den überhängenden bzw. senkrechten Flächen bis zum Erstarren ab und es zeigt sich eine Tropfenbildung. Die Filmdicke und die Reißfestigkeit nehmen ab, der Film ist dann oftmals nicht manuell zu entfernen.

Erfolgt das erste Auftragen einer Gelatineschicht mittels pneumatischem Verfahren in nicht ausreichender Dicke, können sich Luftwickel auf der Oberfläche ergeben. Damit ist nicht die gesamte Oberfläche mit Gelatine bedeckt. Die Wahrscheinlichkeit, dass Partikelmaterial nicht in den Film eingebunden wird, steigt somit an. Der Reinigungsgrad ist in diesen Fällen als eher unzureichend einzustufen.

4.4.2.5. Beeinflussung der Anwendungseignung des Reinigungsverfahrens durch die Rezeptur

Gelatine-Typ

Positive Untersuchungsergebnisse wurden sowohl mit Rinderspalt- (Typ B) als auch Schweineschwartengelatine (Typ A) in jeweils 20%iger wässriger Lösung erzielt.

Emulgatoren

Die Zugabe von Emulgatoren verbesserte die Elastizität der Filme und erleichterte so die manuelle Entfernbarkeit des Films. Nach Ergebnissen der rheologischen Untersuchungen sowie Untersuchungen zur Partikeleinbindevermögen erfolgte die Zugabe eines Emulgators (Tween 80) in unterschiedlicher Konzentration (0,1 und 0,2 %).

Weichmacher

Weichmacher verbesserten die Beweglichkeit der ausgebildeten Filme durch Unterbindung der Brückenbildungen zwischen den Molekülen. Zur Erhöhung der Flexibilität von Gelatinefilmen wurden Polyalkohole eingesetzt, z.B Glycerol. Typische Anwendungsbereiche sind die Papierrestaurierung. Ursache der verbesserten Flexibilität ist das erhöhte Wasserbindevermögen des Glykols (KOLBE, 2001), was die Flexibilität des Gelatinefilms auch im noch feuchten Zustand verbessert. Daher erfolgten Untersuchungen mit Rinderspaltgelatine entsprechend der Empfehlungen von Gelatineherstellern unter Zusatz von 3% Weichmachern. Das Gel wurde bei variablen Materialdrücken zwischen 0,2 bar und 0,6 bar aufgetragen, der Luftdruck betrug 0,5 bar. Der aufgesprühte Film ließ sich zusammenhängend stückig entfernen, riss dabei aber häufig ein. Das Material ließ sich bis auf vereinzelte Restanhaftungen gut ablösen. Von der ohne Weichmacherzusatz behandelten Fläche ließ sich der Film ebenfalls gut entfernen, es verblieben visuell weniger Rückstände. Die durch Weichmacherzusatz verbesserte Elastizität des Films bringt demnach keinen signifikanten Verfahrensvorteil, da die Kohäsionsfähigkeit des Films herabgesetzt wird und Rissbildung gegenüber einem Film ohne Weichmacherzusätze bereits bei geringerer Zugkraft einsetzt. In Abbildung 4.4.21 sind die Ergebnisse der Sprühversuche mit und ohne Weichmacherzusatz gezeigt.



Abb. 4.4.21: Sprühversuch, Flächen nach Sprühreinigung mittels Gelatine mit (links) und ohne (rechts) Weichmacherzusatz

4.4.3. Technische Umsetzung der Ergebnisse

Ausgehend von den Laboruntersuchungen lassen sich die nachfolgend dargestellten zentralen Erkenntnisse und Aussagen mit Bezug zur technischen Umsetzung des Sprühverfahrens in die betriebliche Praxis ableiten.

Auftragstechnologie

- Die eingesetzte Sprühtechnologie wird entsprechend der in der betrieblichen Praxis anzutreffenden Druckluftnetze mit maximal etwa 6 bar gespeist.

- Für den industriellen Einsatz vor Ort sind robuste, unkomplizierte Gerätesysteme mit ausreichender Vorratskapazität zu bevorzugen (2 L bis 5 L). Nach den vorliegenden Ergebnissen entsprechen pneumatisch unterstützte Kesselpistolen für die Gelatinelösung diesen Anforderungen. Darüber hinaus sind druckluftunterstützte Airmix-Aprikotier-Geräte im Bäckereihandwerk im Einsatz, die bereits über die erforderliche Temperiermöglichkeit der Materialströme verfügen und daher für die Anwendung ebenfalls geeignet scheinen.
- Zur Gewährleistung eines kontinuierlichen Materialflusses innerhalb der Sprüheinrichtung ist eine Temperierung aller materialführenden Geräteteile, insbesondere des Düsenkopfes und der Übergangsstücke aus Metall, zu gewährleisten. Die Solltemperatur liegt mit etwa 52°C etwa 10°C oberhalb der Sol-Gel-Übergangstemperatur. Obwohl der eigentliche Sprühvorgang bei Flächen von 1 Quadratmeter bereits nach etwa 10 bis 15 Minuten abgeschlossen ist, empfiehlt sich eine aktive Temperierung des Sprühsystems, da der zeitliche Aufwand zum erneuten Verflüssigen von im System ausgeleiteten Gel sowie zur Reinigung der Düsen im Pistolenkopf hoch sein kann.
- Zur Beheizung des Düsenkopfes der Pistole sind entweder Heizpatronen mit entsprechenden Wärmeleit-Manschetten oder geeignete warmluftbeheizte Kammern mit einer Halterung für die Pistole im Wärmestrom gleichermaßen geeignet. Bei den Materialschläuchen kann der apparative Aufwand bei der Verwendung von selbstbegrenzenden Heizbändern (z.B. Heizleistung 26W/m bei 20 mm starker, flexibler Rohrisolierung und 8 mm Schlauchinnendurchmesser) gegenüber geregelten Heizschläuchen reduziert werden, da hier auf Temperaturfühler und Regler verzichtet werden kann. Zur Temperierung des Materialvorratsbehälters sind Mantelheizungen geeignet, da die Heizleistung zur Verhinderung der Auskühlung ausreichend ist und der Reinigungsaufwand geringer als bei innenliegenden Heizstäben ist. Es ist eine ausreichende Temperierung der Anschluss- und Übergangselemente zu gewährleisten.

Filmhaftung und -entfernbarkeit

- Die Charakteristik der eingesetzten Gelatinelösung hat einen entscheidenden Einfluss auf die Anwendbarkeit des Verfahrens, da sie insbesondere den Aufwand zur Entfernung des Gelatinefilms von den behandelten Bauteilen beeinflusst. Die in den rheologischen Untersuchungen als geeignet identifizierten Substrate Schweineschwartengelatine und Rinderspaltgelatine lassen sich mit oder ohne Emulgatorzusatz mit den Sprühsystemen in geeigneter Weise auf den Oberflächen applizieren.
- Bei der Verarbeitung von 20%igen Lösungen wird eine Filmqualität erzielt, die mit vertretbarem Aufwand entfernt werden kann. Der aufgetragene Film weist nach 20 bis 30 min bereits eine elastische, kohäsive Qualität auf. Das Ablösen gelingt bei ausreichender Schichtdicke reproduzierbar in großen, zusammenhängenden Flächen und damit innerhalb einer vertretbaren Zeitspanne. Zusätzliche Trocknungsschritte des Films sind nicht erforderlich.
- Als Mindest-Filmdicke, oberhalb derer ein Film mit einfachen Mitteln rasch entfernbar ist, kann etwa 2 mm angesehen werden.
- Als bevorzugte Methode zum Ablösen des Films von der Oberfläche wird das manuelle Abziehen angesehen. Werden die Zugkräfte relativ langsam in flachem Winkel eingeleitet, löst sich der Film in fortschreitender Front stückig von der Oberfläche. Eine Unterstützung durch den Einsatz von Unterdruck (punktueller Saugen) bringt keine Vorteile, da der Film leicht zerreißt.
- Tropfengröße, Sprühbild sowie Filmbildung sind temperaturabhängige Größen. Da Umgebungs-, Druckluft- und Oberflächentemperaturen ebenso wie die Vorratstemperatur des Gels Schwankungen unterliegen, kann eine schwankende Auftragsqualität resultieren. Durch die Wahl geeigneter Parameter für den Luftdruck und den Material-Vordruck können i.d.R. die gewünschten Bedingungen konstant gehalten werden.
- Kleinflächige Restanhaftungen von Gel traten bei den Untersuchungen wiederholt auf. Diese konnten bei ausreichender Elastizität entweder manuell oder mechanisch mit Hilfsmitteln (Schaber) entfernt werden.

- In einigen Fällen sind nach erfolgter Ablösung des Films schwer entfernbare Gelatinerückstände an den Edelstahlplatten zurückgeblieben. Ursache könnten Vorkontaminationen auf der Fläche oder durch Overspray hervorgerufene Effekte sein. Erkalten kleine Tropfen oder eine dünne Schicht auf der Metalloberfläche sehr schnell, kann sich eine Oberflächenstruktur ausbilden, mit der unter ungünstigen Bedingungen eine anschließend aufgesprühte Gelatinephase nicht vernetzt. Wird die zweite Schicht dann im elastischen Zustand entfernt, reichen ihre kohäsiven Kräfte nicht zur Entfernung der gut anhaftenden Schicht aus und es kommt zur Trennung der Gelschichten und zurückbleibenden Anhaftungen. Diese lassen sich rein mechanisch oder durch Warmluft mobilisieren und entfernen.
- Erwartungsgemäß ist beim Sprühen mit Standard-Parametern für die Flächenbeschichtung die vollständige Benetzbarkeit schmaler, tiefer, gegebenenfalls hinterschnittener Spaltgeometrien, wie sie z.B. zwischen Pflug und Wandung auftreten, aufgrund der schlechten Zugänglichkeit nicht gegeben. Hier eingetragene, einzelne Tropfen des Gels (so genanntes Overspray) sind anschließend nur mechanisch zu entfernen. Durch eine weitgehende Drosselung der Luftzufuhr an der Pistole lässt sich ein eng begrenzter, eher strahlförmiger Austrag des Gels erreichen. Mit diesem lassen sich die schlanken Hohlräume gezielt mit Gelmaterial füllen und somit eine zur manuellen Entfernung ausreichende Schichtstärke erreichen. Werden diese Hohlräume mit Gelatinematrix ausgefüllt, kann dieses nach Einsetzen der Gelierung aufgrund der starken Kohäsionskräfte innerhalb des Gelatinefilms herausgezogen werden. Durch geeignete Teleskopdüsen, die bei einigen pneumatischen Pistolensystemen erhältlich sind, kann gegebenenfalls ein ähnlicher Effekt erreicht werden.
- Nach Ablösung des Gelatinefilms von den primär gut zugänglichen Oberflächen kann die Zugänglichkeit verdeckter Bereiche gegebenenfalls durch ein Versetzen der Mischerflügel verbessert werden. Hierzu ist ggf. das kurze Einschalten des Mischermotors ausreichend.
- Liegen in Ecken oder Kanten sehr hohe Partikelbeladungen vor, werden diese nicht vollständig von der Gelatine aufgenommen, sondern lediglich obere Anteile in die Gelmatrix eingebunden. Eine vorhergehende mechanische Reinigung ist in solchen Fällen empfehlenswert.
- Positive Untersuchungsergebnisse wurden sowohl mit Rinderspalt- als auch Schweineschwartengelatine in jeweils 20%iger wässriger Lösung erzielt. Die Zugabe von Emulgator kann die Elastizität der Filme verbessern und so die manuelle Entfernbarekeit des Films erleichtern. Eine Zugabe von Weichmacher (Glycerol) führt nicht zu signifikant besseren Ergebnissen.
- Eine konstruktive Ausgestaltung der Apparaturen zur Verarbeitung pulverförmiger Mischungen, die ggf. über mehreren Eingriffsöffnungen pro Apparat der Sprühvorrichtung die direkte Zugänglichkeit zu allen auch hinterschnittenen Flächen ermöglicht, ist für die Verfahrensanwendung hilfreich.

4.5. Charakterisierung des Reinigungseffekts

Zunächst wurden für Weizenmehl, Sprühvollmilchpulver und Hühnervolleipulver die Wiederfindungsraten für auf ein Edelstahlblech aufgetragene und mit einem Tupfer aufgenommene Pulverpartikel ermittelt. Dabei wurden zur Extraktion der Milch- sowie der Eipulverpartikel von den Tupfern vergleichend die zum ELISA-Testkit gehörenden Extraktionslösungen sowie eine im Rahmen dieses Projektes optimierte Lösung zur Extraktion der allergieauslösenden Proteine verwendet. In den Abbildungen 4.5.1 bis 4.5.4 sind die aus den Untersuchungsergebnissen berechneten Kalibriergeraden zur Ermittlung der Wiederfindung der unterschiedlichen Pulver dargestellt. Die Gerade, welche eine theoretische Wiederfindung von 100% darstellt, wurde aus dem ermittelten Allergengehalt des Pulvers und der Masse an aufgetragenem Pulver berechnet. Es wird dabei davon ausgegangen, dass das Pulver, welches auf das Edelstahlblech aufgebracht wurde, vollständig von dem Tupfer aufgenommen wird.

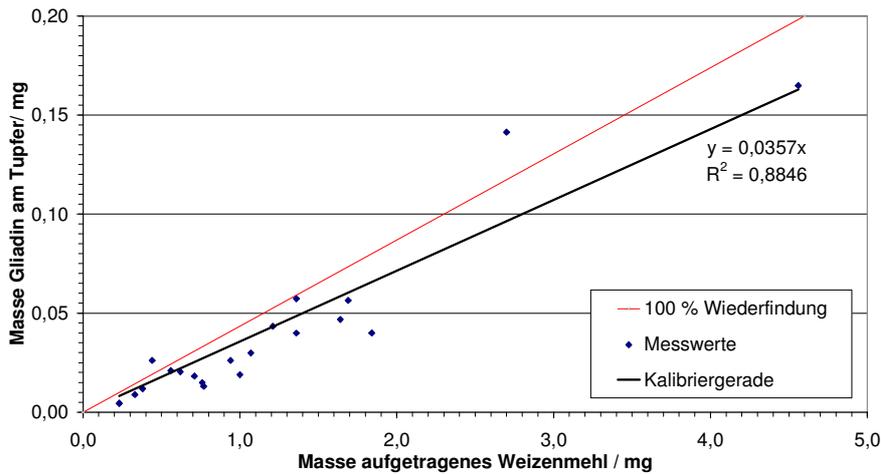


Abb. 4.5.1: Wiederfindung von Weizenmehl (Extraktion mit Testkit-Extraktionslösung)

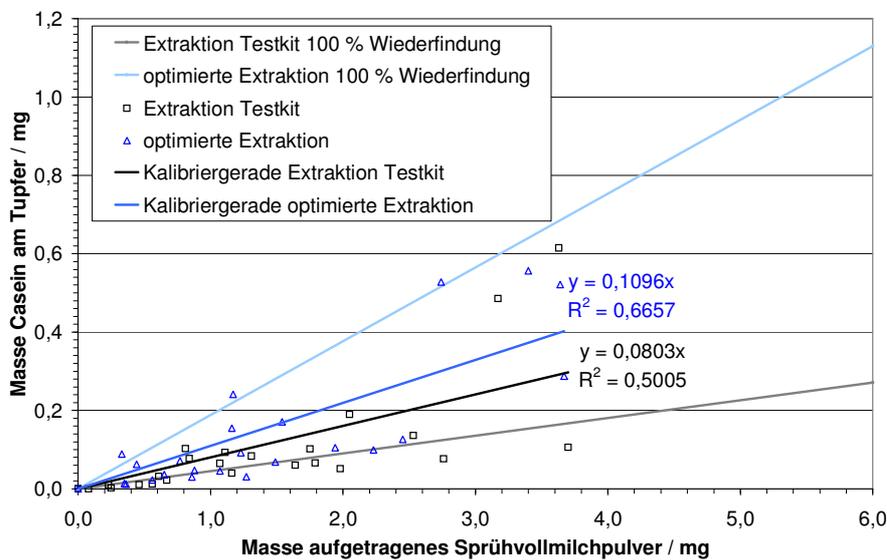


Abb. 4.5.2: Wiederfindung von Casein mit unterschiedlichen Extraktionen

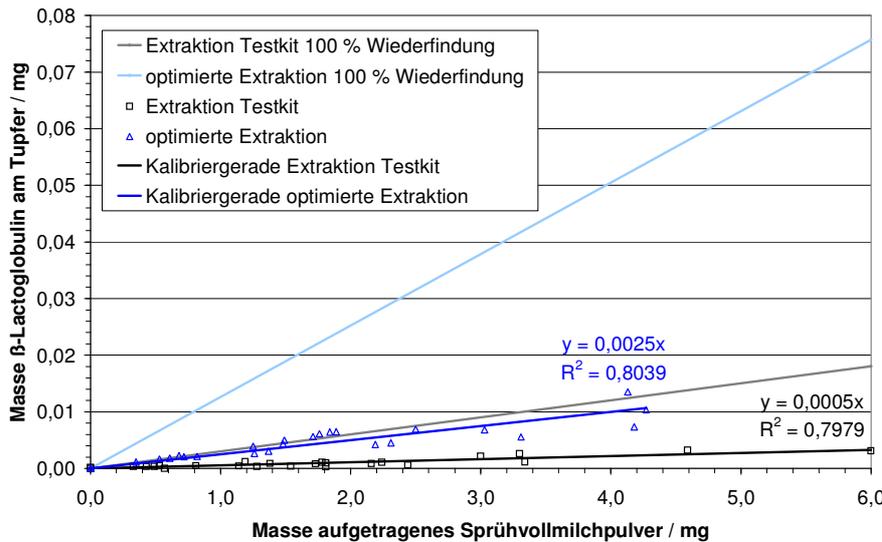


Abb. 4.5.3: Wiederfindung von β -Lactoglobulin mit unterschiedlichen Extraktionen

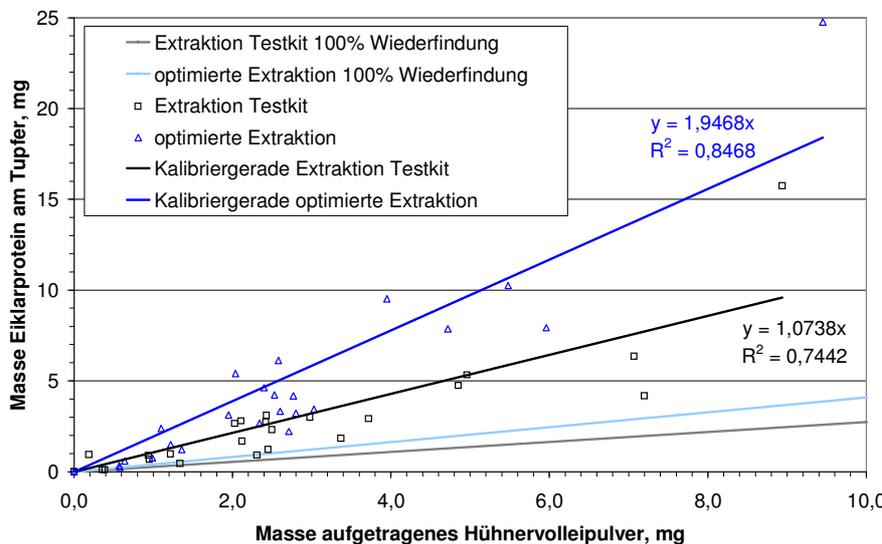


Abb. 4.5.4: Wiederfindung von Eiklarprotein mit unterschiedlichen Extraktionen

Bei der Wiederfindung von *Weizenmehl* ist zu erkennen, dass mit den Tupfern nicht 100% der Pulverpartikel aufgenommen wurden. Der Anteil aufgenommener Partikel lag im Bereich 40 bis 100%. Jedoch zeigt das Bestimmtheitsmaß von 0,885, dass die Masse der tatsächlich auf der gereinigten Fläche verbliebenen Weizenmehlpartikel relativ gut berechnet werden kann.

Die Wiederfindung von *Sprühvollmilchpulver* wurde anhand der beiden Parameter Casein und β -Lactoglobulin untersucht. Hier wird deutlich, dass über die Bestimmung von Casein im Vergleich zum Nachweis von β -Lactoglobulin eine niedrigere Nachweisgrenze für das Milchpulver erreicht werden konnte, da die Steigung der Kalibriergeraden für Casein deutlich steiler ist. Insgesamt waren die Messwerte für die Bestimmung des Milchpulverrückstands mit einer hohen Unsicherheit behaftet, da teilweise starke Abweichungen von der Kalibriergeraden auftraten. Am verlässlichsten (höchstes Bestimmtheitsmaß) waren die Messwerte aus der Bestimmung des β -Lactoglobulingehalts bei einer Extraktion mit der optimierten Extraktionslösung. Hier spricht jedoch die hohe Nachweisgrenze, mit der das Risiko von falsch negativen Ergebnissen verbunden ist, gegen die Verwendung dieses Parameters für die Beurteilung des Reinigungseffektes.

Hinsichtlich der Wiederfindung von *Hühnervolleipulver* ist festzustellen, dass die ELISA-Testkits sehr empfindlich reagierten und rechnerisch sogar mehr als die Gesamtmasse der

auf die Edelstahloberfläche aufgetragenen Eipulverpartikel nachgewiesen wurde. Dies ist mit der bekannten „Überempfindlichkeit“ einiger ELISA-Testkits zu begründen. Wiederum wurden beim Einsatz der optimierten Extraktionslösung verlässlichere Ergebnisse erzielt, mit denen die Masse der tatsächlich auf der Edelstahloberfläche verbliebenen Hühnervolleipartikel mit guter Genauigkeit berechnet werden konnte.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass die für den immunochemischen Nachweis optimierten Extraktionslösungen auch für die Quantifizierung der allergenen Komponenten mittels ELISA-Test besser als die zum Testkit gehörenden Extraktionslösungen geeignet sind. Mit den optimierten Extraktionslösungen wurde für alle untersuchten Allergene eine höhere Wiederfindung erreicht. Weiterhin waren die Abweichungen der Werte von der Kalibriergeraden geringer, so dass die berechneten Allergengehalte auf den Edelstahlblechen verlässlicher waren als bei einer Quantifizierung mit den Standardextraktionslösungen der ELISA-Testkits.

Für die Bewertung des Reinigungseffektes erfolgte die Bestimmung des Weizenmehlgehalts auf den Edelstahlblechen über die Untersuchung der Konzentration an Gliadin. Der Gehalt an Hühnervolleipulver wurde über die Eiklarproteinkonzentration ermittelt und zur Quantifizierung der Sprühvollmilchpulverpartikel wurde der Gehalt an Casein auf den Edelstahlblechen bestimmt.

4.5.1. Bewertung verschiedener Reinigungsverfahren

In Tabelle 4.5.1 sind die berechneten Reinigungseffizienzen für verschiedene Reinigungsverfahren, die für mit Weizenmehl verunreinigte Edelstahlbleche angewendet wurden, zusammengefasst.

Tab. 4.5.1: Reinigungseffizienz (RE) verschiedener Reinigungsverfahren

	Abkippen durch Senkrecht halten des Blechs	Abblasen mit Druckluft	Abfegen mit Handfeger	Immobilisierung der Verunreinigung durch Gelatinelösung
RE Versuch 1	78,9	99,3	99,8	100,0
RE Versuch 2	94,7	99,9	100,0	100,0
RE Versuch 3	90,2	99,6	100,0	99,8
RE Versuch 4	88,4	100,0	99,9	100,0
RE MW	88,1	99,7	99,9	100,0
RE Stabw.	6,65	0,32	0,10	0,10

Ein einfaches Abkippen der Verunreinigung, so dass die Weizenmehlpartikel lediglich durch die Schwerkraft vom Blech entfernt wurden, stellt nur eine unzureichende Reinigungsmethode dar. Auf den Edelstahlblechen verblieben nach der Reinigung beträchtliche Pulverrückstände.

Deutlich bessere Reinigungsergebnisse wurden durch die anderen Reinigungsverfahren erzielt, mit denen nahezu die gesamten Pulverpartikel von dem Edelstahlblech entfernt werden konnten. Dabei ist allerdings zu beachten, dass mit dem Abblasen der Pulverpartikel mit Druckluft zwar eine weitgehende Entfernung der Partikel realisiert werden konnte, jedoch waren auf drei von vier gereinigten Oberflächen geringfügige Partikelrückstände nachweisbar. Für die Reinigung des Edelstahlblechs war die Einbindung der Pulverpartikel in eine Gelatinematrix (20%ige Rinderhautgelatinelösung ohne Emulgatorzusatz) besonders geeignet. Hier wurde nur auf einem Edelstahlblech ein geringer Weizenmehlrückstand nachgewiesen.

4.5.2. Bewertung des Reinigungseffektes verschiedener Gelatinelösungen

Nachdem in den vorangegangenen Versuchen gezeigt werden konnte, dass die Immobilisierung pulverförmiger Substanzen mit Hilfe eines Gelatinefilms ein geeignetes Reinigungsverfahren darstellt, wurde in dieser Versuchsreihe untersucht, ob das Reinigungsergebnis durch

eine Modifizierung der Zusammensetzung der Reinigungslösung (anderer Gelatinetyp, Zusatz von Emulgatoren) verbessert werden kann. Für verschiedene Gelatinelösungen wurde die Reinigungswirkung bezüglich Weizenmehl, Sprühvollmilchpulver und Hühnervolleipulver untersucht.

Im Allgemeinen war eine Trocknungszeit von 30 min vorgesehen, um den erstarrten Gelatinefilm von den Edelstahlblechen abzulösen. Jedoch reichte in einigen Fällen diese Zeit nicht aus, um an den senkrechtstehenden Flächen einen stabilen, ablösbaren Film auszubilden. Dementsprechend wird die Trocknungszeit über die Anzahl an senkrechtstehenden Flächen, bei denen der Gelatinefilm nicht nach 30 min abzulösen war, charakterisiert. Je höher die Anzahl an senkrechtstehenden Flächen mit einer längeren Trocknungszeit war, desto länger war allgemein die Trocknungszeit bis zum Ablösen des Films für diese Gelatinelösung. Die Ergebnisse der Reinigungsversuche sind in den Tabellen 4.5.2 bis 4.5.4 dargestellt. Dabei sind sowohl die Anzahl an Flächen, auf denen Pulverrückstände nachgewiesen wurden, als auch die Anzahl an Flächen mit einer Trocknungszeit >30 min bezogen auf die Gesamtanzahl an Flächen, an denen der entsprechende Reinigungsversuch durchgeführt wurde.

Tab. 4.5.2: Reinigungsergebnisse für die Einbindung von Weizenmehlparkeln in unterschiedliche Gelatinematrizes (20%ige Lösungen)

Gelatinelösung	Anzahl Flächen mit Mehrrückstand	Reinigungseffizienz	Anzahl Flächen mit längerer Trocknungszeit
Rinderhautgelatine	0 / 13	100,0%	5 / 13
Rinderhautgelatine + 0,1% Tween 80	0 / 13	100,0%	5 / 13
Rinderhautgelatine + 0,1% Span 60	4 / 13	99,5%	4 / 13
Schweineschwartengelatine	5 / 13	99,0%	1 / 13
Schweineschwartengelatine + 0,1% Tween 80	2 / 13	99,1%	0 / 13
Schweineschwartengelatine + 0,1% Span 60	7 / 13	93,3%	0 / 13

Tab. 4.5.3: Reinigungsergebnisse für die Einbindung von Sprühvollmilchpulverpartikeln in unterschiedliche Gelatinematrizes (20%ige Lösungen)

Gelatinelösung	Anzahl Flächen mit Milchrückstand	Reinigungseffizienz	Anzahl Flächen mit längerer Trocknungszeit
Rinderhautgelatine	9 / 13	82,7%	4 / 13
Rinderhautgelatine + 0,1% Tween 80	8 / 13	84,5%	2 / 13
Rinderhautgelatine + 0,1% Span 60	6 / 13	95,2%	8 / 13
Schweineschwartengelatine	7 / 13	88,6%	1 / 13
Schweineschwartengelatine + 0,1% Tween 80	8 / 13	93,8%	0 / 13
Schweineschwartengelatine + 0,1% Span 60	8 / 13	83,6%	0 / 13

Tab. 4.5.4: Reinigungsergebnisse für die Einbindung von Hühnervolleipulverpartikeln in unterschiedliche Gelatinematrizes

Gelatinelösung	Anzahl Flächen mit Eirückstand	Reinigungseffizienz	Anzahl Flächen mit längerer Trocknungszeit
Rinderhautgelatine	6 / 13	84,3%	4 / 13
Rinderhautgelatine + 0,1% Tween 80	7 / 13	81,3%	2 / 13
Rinderhautgelatine + 0,1% Span 60	3 / 13	97,2%	8 / 13
Schweineschwartengelatine	10 / 13	94,0%	1 / 13
Schweineschwartengelatine + 0,1% Tween 80	8 / 13	96,2%	0 / 13
Schweineschwartengelatine + 0,1% Span 60	10 / 13	93,2%	0 / 13

Generell war zu beobachten, dass Schweineschwartengelatine schneller stabile Filme bildete als Rinderhautgelatine. Somit können beim Einsatz von Schweineschwartengelatine in dem neuen Reinigungsverfahren kürzere Filmbildungszeiten realisiert werden.

Durch den Zusatz von 0,1% *Tween 80* wurde die Bildung stabiler Filme für beide untersuchten Gelatinemuster beschleunigt. Dieses Ergebnis entspricht nicht den Ergebnissen der Untersuchungen des Gelierverhaltens, bei denen ein Zusatz von Tween 80 zu Gelatinelösung tendenziell eine Verringerung der Gelfestigkeit bewirkte.

Der Zusatz von 0,1% *Span 60* erhöhte die Filmbildungszeit für Rinderhautgelatinelösungen. Für die Schweineschwartengelatinelösungen dagegen wurde die Filmbildungszeit geringfügig reduziert. Auch für den Zusatz von Span 60 gibt es keine vollständige Übereinstimmung zum Gelierverhalten der Gelatinelösungen. Bei den Untersuchungen des Gelierverhaltens zeigte sich, dass der Zusatz von Span 60 zu Gelatinelösung zu einer deutlichen Reduzierung der Gelfestigkeit führte.

Bezüglich der Einbindung von Pulverpartikeln wird deutlich, dass die Reinigung für Weizenmehl mit einem besseren Ergebnis zu realisieren war, als für Sprühvollmilchpulver und Hühnervolleipulver. Bei den gereinigten Oberflächen, die vorher mit Weizenmehl verunreinigt worden waren, war für alle untersuchten Gelatinelösungen die Reinigungseffizienz besser als bei den mit Milchpulver oder Eipulver verunreinigten Flächen. Auch war bei diesem Pulver die Anzahl der Flächen, auf denen nach der Reinigung ein Pulverrückstand nachweisbar war, geringer als bei den anderen Pulvern.

Der Zusatz von *Tween 80* führte tendenziell zu einer Verbesserung der Partikeleinbindung bei beiden untersuchten Gelatinemustern. Dieser Effekt konnte für alle in den Reinigungsversuchen eingesetzten Pulver festgestellt werden.

Durch den Zusatz von 0,1% *Span 60* wurde die Partikeleinbindung bei der Reinigung mit Rinderhautgelatinelösung für alle drei Pulver tendenziell verbessert. Dagegen führte der Zusatz von Span 60 bei Schweineschwartengelatinelösung zu einer geringfügigen Verschlechterung der Partikeleinbindung.

4.6. Ergebnisse der Reinigungsversuche im Technikumsmaßstab

Zunächst wurden die für die Reinigungsversuche eingesetzten Rohstoffe mittels ELISA-Test hinsichtlich ihres Eiklarproteingehaltes analysiert. Die Ergebnisse der Analysen sind in Tabelle 4.6.1 zusammengefasst.

Tab. 4.6.1: Eiklarproteingehalt der für die Reinigungsversuche im Technikumsmaßstab verwendeten Rohstoffe

Probe	Eiklarproteingehalt
Backmischung mit 25% (w/w) Hühnervolleipulver	10,4%
Weizenmehl Typ 550	< 1,0 ppm
Reinigungszucker	< 1,0 ppm

Der gemessene Gehalt an Eiklarprotein in der Backmischung mit 25% Volleipulver entspricht dem erwarteten Wert. Sowohl der Eiklargehalt des Weizenmehls als auch der des Reinigungszuckers waren unterhalb der Nachweisgrenze. Damit war auszuschließen, dass durch diese Matrices selbst eine Kontamination mit Eiklarproteinen erfolgen konnte. Sie sind daher als „Reinigungsmittel“ (Zucker) bzw. als Nachfolgeprodukt nach einer eihaltigen Backmischung für Verschleppungsuntersuchungen geeignet.

Die Eigehalte im Weizenmehl nach unterschiedlichen Reinigungsverfahren, denen der Mischer nach der Verarbeitung einer eihaltigen Backmischung unterzogen wurde, sind in Tabelle 4.6.2 zusammengefasst. Dabei erfolgte die Untersuchung der Weizenmehlproben sowohl mittels ELISA-Test (DIL) als auch mittels SDS-PAGE und anschließendem Western-Blotting (UHH). Für die SDS-PAGE wurden jeweils 2 g Probe mit 20 mL SDS-Lösung über Nacht bei RT extrahiert.

Dabei wurde der Mischer bei allen Reinigungsverfahren zunächst mit einem Handfeger gereinigt (vergl. Abschnitt 3.6). Bis auf den ersten Versuch (nur Ausfegen) wurde der Mischer bei allen Verfahren abschließend mittels handelsüblichem Haushaltsstaubsauger abgesaugt.

Tab. 4.6.2: Eiklarproteingehalt von Weizenmehl und Reinigungszucker nach unterschiedlichen Reinigungen des Mischers

Beschreibung Reinigungsverfahren	Eiklarproteingehalt (ELISA)	Befund SDS-PAGE gefolgt von Western-Blotting
ohne weitere Reinigung	16,1 ppm	n.n.
	19,1 ppm	
	15,2 ppm	
nur Aussaugen des Mischers	7,51 ppm	n.n.
	12,7 ppm	
	7,22 ppm	
Spülen mit Reinigungszucker	< 1,0 ppm	n.n.
	< 1,0 ppm	
	< 1,0 ppm	
Spülen mit Reinigungszucker (Eiklarproteingehalt im Zucker)	9,6 ppm	n.n.
	9,4 ppm	
	10,2 ppm	
Reinigung mit 20%iger Rinderhautgelatinelösung	4,34 ppm	n.n.
	4,29 ppm	
	4,83 ppm	
Reinigung mit 20%iger Rinderhautgelatinelösung mit einem Zusatz von 0,1% Tween 80	1,35 ppm	n.n.
	1,38 ppm	
	3,26 ppm	
Reinigung mit 20%iger Rinderhautgelatinelösung mit einem Zusatz von 0,1% Span 60	1,51 ppm	n.n.
	1,44 ppm	
	2,10 ppm	
Reinigung mit 20%iger Schweineschwartengelatinelösung	< 1,0 ppm	n.n.
	< 1,0 ppm	
	2,91 ppm	
Reinigung mit 20%iger Schweineschwartengelatinelösung mit einem Zusatz von 0,1% Tween 80	3,87 ppm	n.n.
	1,07 ppm	
	< 1,0 ppm	
Reinigung mit 20%iger Schweineschwartengelatinelösung mit einem Zusatz von 0,1% Span 60	2,49 ppm	n.n.
	2,37 ppm	
	3,20 ppm	

n.n.: nicht nachweisbar

Aus den Ergebnissen der Weizenmehluntersuchungen geht hervor, dass die alleinige Reinigung des Mischers mit einem Handfeger nicht ausreichend war. Mit dem ELISA-Nachweisverfahren wurden erhebliche Rückstände an Eiklarprotein im Nachfolgeprodukt Weizenmehl nachgewiesen. Das bedeutet, dass für den Einsatz einer solchen Reinigung bei Produktwechseln mit erheblichen Verschleppungen in das Nachfolgeprodukt gerechnet werden muss.

Das zusätzliche Aussaugen des Mischers hatte eine Verringerung der Eirückstände zur Folge. Jedoch wurden auch nach dieser Reinigung in allen aus dem entsprechenden Nachfolgeprodukt entnommenen Proben mit dem ELISA-Test nicht zu vernachlässigende Eirückstände nachgewiesen.

Das Spülen mit Reinigungszucker war eine sehr effektive Reinigung. Eine Verschleppung von Eiklarprotein konnte vermieden werden. Die Eiklarproteingehalte aller aus dem nachfolgend verarbeiteten Weizenmehl entnommenen Proben waren unterhalb der Nachweisgrenze. Dementsprechend waren die Eiklarproteingehalte des Zuckers nach der Reinigung relativ hoch, so dass davon ausgegangen werden kann, dass die Eirückstände in dem Zucker gebunden und aus dem Mischer entfernt wurden. Wie aus Abbildung 4.6.1 hervorgeht, konnte der zur Reinigung eingesetzte Reinigungszucker jedoch nicht vollständig aus dem Mischer entfernt werden. Es sind ein leichter Zuckerschleier im gesamten Mischbehälter, sowie stellenweise Anhäufungen von Zuckerpartikeln, die durch die Pfeile verdeutlicht werden, zu erkennen.



Abb. 4.6.1: Pflugscharmischer nach der Reinigung mit Reinigungszucker

Die Abbildung macht deutlich, dass in das nachfolgend verarbeitete Weizenmehl Spuren von Saccharose eingetragen wurden. Für die Herstellung von Backmischungen für süße Produkte stellt dies kein Problem dar, da Zucker in diesen Backmischungen ein Hauptbestandteil ist. Für den Herstellungsprozess von pulverförmigen Mischungen mit herzhaftem Geschmack ist die Reinigung mit Reinigungszucker dagegen kritisch zu betrachten.

Die Reinigung durch Immobilisierung der Pulverpartikel in einem Gelatinefilm führte zu unterschiedlichen Ergebnissen.

Die Reinigung durch Aufsprühen von 20%iger Rinderhautgelatinelösung führte zu einer weiteren Reduzierung der Eirückstände im Vergleich zur Reinigung mittels Handfeger und Staubsauger. Jedoch können mittels ELISA-Nachweismethode noch Eiklarproteinspuren im Nachfolgeprodukt bestimmt werden.

Eine Verbesserung der Reinigungswirkung wurde durch den Zusatz von Emulgatoren erreicht. So konnte die Verschleppung der Eipulverkomponenten sowohl durch den Zusatz von 0,1% Tween 80 als auch durch den Zusatz von 0,1% Span 60 deutlich reduziert werden.

Durch die Reinigung des Mixers mit 20%iger Schweineschwartengelatine konnte die Verschleppung der Eibestandteile in das nachfolgend verarbeitete Weizenmehl nahezu vollständig vermieden werden. Für Schweineschwartengelatine führte der Zusatz von Emulgatoren nicht zu einer Verbesserung der Reinigungswirkung.

Für alle Reinigungsverfahren konnten mittels SDS-PAGE gefolgt vom Western-Blotting-Verfahren mit tierischen Antikörpern keine Eirückstände im Weizenmehl, welches nach der Verarbeitung einer eihaltigen Backmischung sowie anschließender Reinigung in dem Pflugscharmischer gemischt wurde, nachgewiesen werden. Auch in diesen Untersuchungen wurde deutlich, dass sich Patientenserum zum Nachweis von geringen Mengen Protein im Kontext einer proteinreichen Matrix weniger eignen als tierische Antikörper. Es wurden falsch

positive Reaktionen hervorgerufen, die in der bereits oben erwähnten in-vitro-Reaktion von Antikörpern hoch sensibilisierter Allergiker begründet liegen.

Neben den Pulverimmobilisierungseigenschaften der Gelatinematrizes müssen für den Einsatz im neuen Reinigungsverfahren die Verarbeitungseigenschaften, insbesondere das Ablöseverhalten, berücksichtigt werden. In Tabelle 4.6.3 sind die Beschreibungen der Ablöse-eigenschaften der unterschiedlichen Gelatinefilme im eingesetzten Mischer zusammengefasst.

Tab. 4.6.3: Beschreibung der Ablöse-eigenschaften der Gelatinefilme

Reinigungslösung	Beschreibung Ablöseverhalten
20%ige Rinderhautgelatinelösung	<ul style="list-style-type: none"> • Gelatinefilm lässt sich leicht ablösen • Overspray ist nur schwer oder gar nicht ablösbar, fühlbare (nicht sichtbare) Rückstände
20%ige Rinderhautgelatinelösung + 0,1% Tween 80	<ul style="list-style-type: none"> • Gelatinefilm lässt sich leicht ablösen, fällt in senkrechten und Überkopfbereichen allein durch die Schwerkraft ab • stabiler, elastischer Film
20%ige Rinderhautgelatinelösung + 0,1% Span 60	<ul style="list-style-type: none"> • Gelatinefilm lässt sich leicht ablösen • Overspray ist nur sehr schwer oder gar nicht ablösbar
20%ige Schweineschwartengelatinelösung	<ul style="list-style-type: none"> • Gelatinefilm lässt sich leicht ablösen • stabiler Film auch in Bereichen mit geringer Schichtdicke • Overspray ablösbar, wenn getrocknete Spraytropfen nicht zu sehr vereinzelt sind
20%ige Schweineschwartengelatinelösung + 0,1% Tween 80	<ul style="list-style-type: none"> • Gelatinefilm lässt sich leicht ablösen, fällt in senkrechten und Überkopfbereichen allein durch die Schwerkraft ab • sehr stabiler Film
20%ige Schweineschwartengelatinelösung + 0,1% Span 60	<ul style="list-style-type: none"> • Gelatinefilm lässt sich leicht ablösen • stabiler Film auch in Bereichen mit geringer Schichtdicke • Overspray klebt sehr fest am Einfüllstutzen

Bezüglich der Ablöse-eigenschaften zeigte sich, dass die Filme aus Schweineschwartengelatine stabiler, als die entsprechenden Filme aus Rinderhautgelatine waren. Dies entspricht den Ergebnissen aus der Charakterisierung des Trocknungsverhaltens und der Geliereigenschaften. Dementsprechend ließen sich diese Filme besser großflächig ablösen, ohne dass sie zerrissen.

Auffällig war, dass ein Zusatz von 0,1% Tween 80 zu den Gelatinelösungen das Ablöseverhalten deutlich verbesserte, so dass die Gelatinefilme dann sehr einfach, teilweise ohne manuelles Einwirken, aus dem Mischer zu entfernen waren.

Kontrolle der Entfernbarkeit

In den Reinigungsversuchen mit 20%iger Rinderhautgelatinelösung und einem Zusatz von 0,1% Tween 80 sowie mit 20%iger Schweineschwartengelatinelösung mit einem Zusatz von 0,1% Span 60 wurden die Gelatinelösungen mit Conchenillerot angefärbt. So sollte durch eine optische Kontrolle des nachfolgend verarbeiteten Weizenmehls ermittelt werden, ob Gelatinerückstände während des nachfolgenden Mischprozesses in das Nachfolgeprodukt gelangt waren.

Das nach dem Mischen abgefüllte Weizenmehl wurde mit einem handelsüblichen Haushalts-sieb gesiebt, um die Gelatinerückstände aus dem Weizenmehl abzutrennen. In Abbildung 4.6.2 sind die aus den beiden Weizenmehlproben abgetrennten Gelatinerückstände gezeigt.

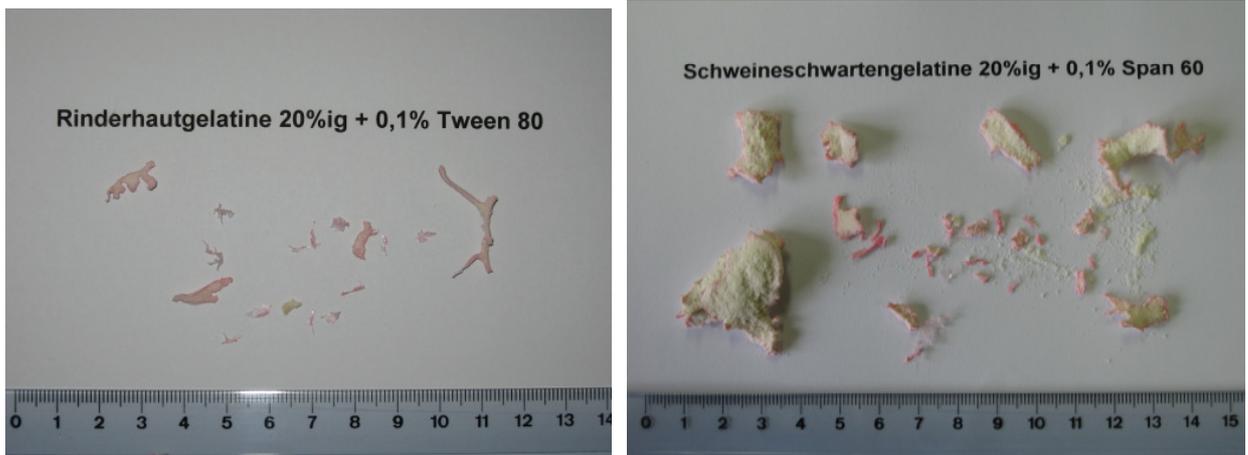


Abb. 4.6.2: Gelatinerückstände nach einer Reinigung mit 20%iger Rinderhautgelatine + 0,1% Tween 80 bzw. 20%iger Schweineschwartengelatine + 0,1% Span 60

Es wird deutlich, dass der Gelatinefilm nach einer Reinigung mit Gelatinelösung an unzugänglichen Stellen offensichtlich nicht vollständig entfernt werden konnte. Bei der Verarbeitung des Weizenmehls wurden die teilweise sehr großen Gelatinerückstände allerdings gelöst und gelangten in das Nachfolgeprodukt.

Möglicherweise waren die Rückstände des Gelatinefilms im Nachfolgeprodukt dafür verantwortlich, dass hier noch Spuren von Eiklarproteinen aus der vorher verarbeiteten Backmischung nachgewiesen werden konnten.

Hier muss eine Lösung, die eine vollständige Entfernung des Gelatinefilms ermöglicht, gefunden werden. Gegebenenfalls müssen zur Entfernung von unzugänglichen Gelatineresten weitere Hilfsmittel (z.B. Bürsten) eingesetzt werden.

4.7. Ergebnisse der Erprobung alternativer Reinigungslösungen

4.7.1. Rheologische Eigenschaften der alternativen Reinigungslösungen

Die Untersuchungen zur Bestimmung des Fließverhaltens der alternativen Reinigungslösungen zeigten, dass Agarlösungen andere rheologische Eigenschaften als Gelatinelösungen aufwiesen. Beispielhaft sind in Abbildung 4.7.1 die Fließkurven von unterschiedlich konzentrierten Agarlösungen im Vergleich zu verschiedenen Gelatinelösungen dargestellt.

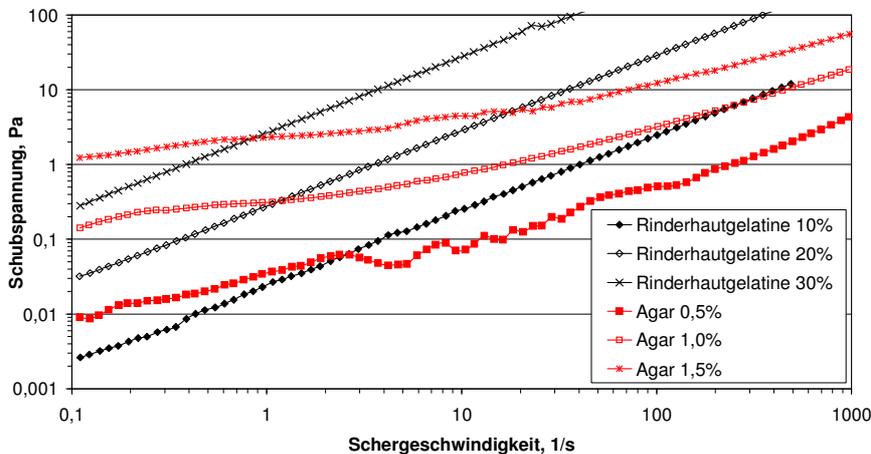


Abb. 4.7.1: Fließkurven von Agarlösungen mit unterschiedlichen Agarkonzentrationen im Vergleich zu verschiedenen Rinderhautgelatinelösungen (gemessen bei 40 °C)

Die berechneten Fließkennwerte der Agarlösungen, die aus der Auswertung der Fließkurven nach dem Modell von Ostwald-de-Waele resultierten, sind in Tabelle 4.7.1 zusammengefasst.

Tab. 4.7.1: Fließkennwerte der Agarlösungen

Probe	Konsistenzfaktor K	Fließindex n
Agarlösung 0,5%ig	0,020	0,721
Agarlösung 1,0%ig	0,357	0,501
Agarlösung 1,5%ig	2,412	0,368

Es ist zu erkennen, dass die untersuchten Agarlösungen, im Gegensatz zu den Gelatinelösungen, ein stark strukturviskoses Fließverhalten aufwiesen (Fließindex $n < 1$). Dabei wurde die Ausprägung des strukturviskosen Verhaltens bei steigender Agarkonzentration stärker. Bei vergleichbaren Konsistenzfaktoren war die Konzentration an Agar dabei deutlich kleiner als die Konzentration an Gelatine in den entsprechenden Gelatinelösungen. Der Konsistenzfaktor stieg exponentiell bei jeder Erhöhung der Agarkonzentration um 0,5%. Dementsprechend kann für Agarlösungen über geringe Variationen der Agarkonzentration ein weiter Bereich an rheologischen Eigenschaften abgedeckt werden.

Die Ergebnisse der Bestimmung des Geliervhaltens der untersuchten Agarlösungen im Vergleich zu Rinderhautgelatinelösungen ohne Emulgatorzusatz sind in Abbildung 4.7.2 und Tabelle 4.7.2 dargestellt.

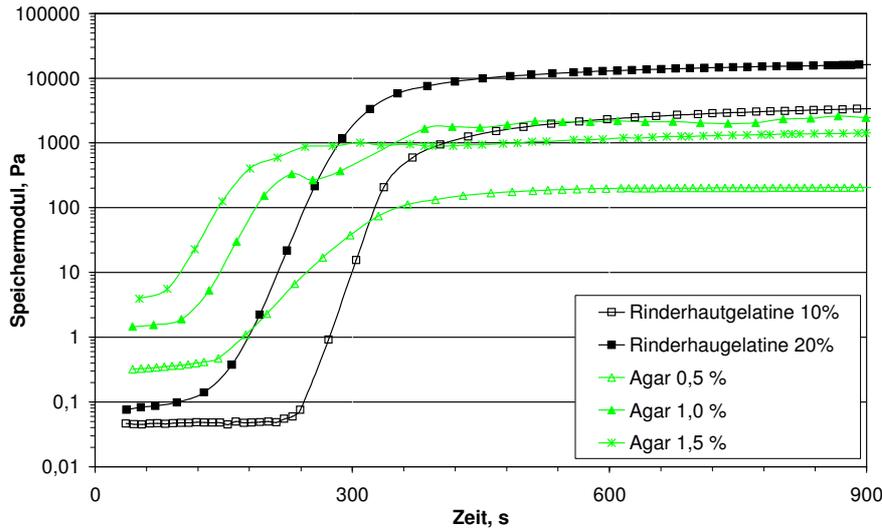


Abb. 4.7.2: Gelierverhalten von Agarlösungen im Vergleich zu Rinderhautgelatinelösungen ohne Emulgatorzusatz

Tab. 4.7.2: Charakterisierung der Gelbildung für Agarlösungen im Vergleich zu Rinderhautgelatinelösungen

Probe	Gelbildungsbeginn, s	max. Festigkeitszunahme, Pa/s	maximales Speichermodul, Pa
Rinderhautgelatine 10%ig	304,6	0,084	3318
Rinderhautgelatine 20%ig	223,9	0,071	16580
Agar 0,5%ig	229,9	0,035	4141
Agar 1,0%ig	142,6	0,058	1353
Agar 1,5%ig	122,9	0,067	1430

Es zeigte sich, dass die Gelbildung der Agarlösungen im Vergleich zu den untersuchten Gelatinelösungen zu einem früheren Zeitpunkt und dementsprechend bei höheren Temperaturen begann.

Jedoch war die Festigkeit der gelierten Matrices im untersuchten Konzentrationsbereich geringer als für Gelatine. Die Abnahme der Gelfestigkeit bei steigender Agarkonzentration ist jedoch eher unwahrscheinlich. Möglicherweise führten hier Gleiteffekte, die während der Messung der Gelfestigkeit im Oszillationstest auftraten zu verfälschten Messergebnissen. Das bedeutet für den Einsatz von Agar in der Reinigungslösung, dass der Film im Vergleich zu Gelatine zwar schneller ausgebildet wird, aber auch weniger stabil ist, so dass das Ablösen des Agars problematischer sein könnte.

4.7.2. Hafteigenschaften der alternativen Reinigungslösungen

Im Labormaßstab wurden mit einer 1,5%igen Agarlösung Untersuchungen zu Haftung und Ablösbarkeit anhand von gewinkelten Edelstahlblechen durchgeführt. In den Abbildungen 4.7.3a bis 4.7.3c werden die Haft- und Ablöseigenschaften der Agarlösung anhand von Fotos dargestellt.



Abb. 4.7.3a: 1,5%ige Agarlösung direkt nach Aufbringen auf ein gewinkeltes Edelstahlblech



Abb. 4.7.3b: Ablösen von geliertes 1,5%iger Agarlösung von einem gewinkelten Edelstahlblech



Abb. 4.7.3c: Rückstände von geliertes 1,5%iger Agarlösung an der senkrechtstehenden Fläche eines gewinkelten Edelstahlblech nach dem Ablösevorgang

Es zeigte sich, dass Agarlösung nicht gut an senkrechtstehenden Flächen haftete und nahezu vollständig von diesen Bereichen ablief. Dementsprechend wurde in den senkrechtstehenden Bereichen der Edelstahlbleche kein durchgehender Agarfilm ausgebildet (Abbildung 4.7.3a), so dass ein vollständiges Ablösen nicht möglich war. An diesen Bereichen verblieben Rückstände, die nach einiger Zeit komplett trockneten und dann extrem stark am Blech hafteten (Abbildung 4.7.3c).

Zur weiteren Charakterisierung der Verarbeitungseigenschaften von Agarlösung in dem neuen Reinigungsverfahren wurde mit einer 1,5%igen Agarlösung analog zu Abschnitt 3.6 im Technikumsmaßstab ein Sprühversuch an einem Pflugscharmischer durchgeführt. In den Abbildungen 4.7.4a bis 4.7.4c sind die Ergebnisse dieses Sprühversuchs gezeigt.



Abb. 4.7.4a: Sprühbild von 1,5%iger Agarlösung nach Aufbringung in einem Pflugscharmischer

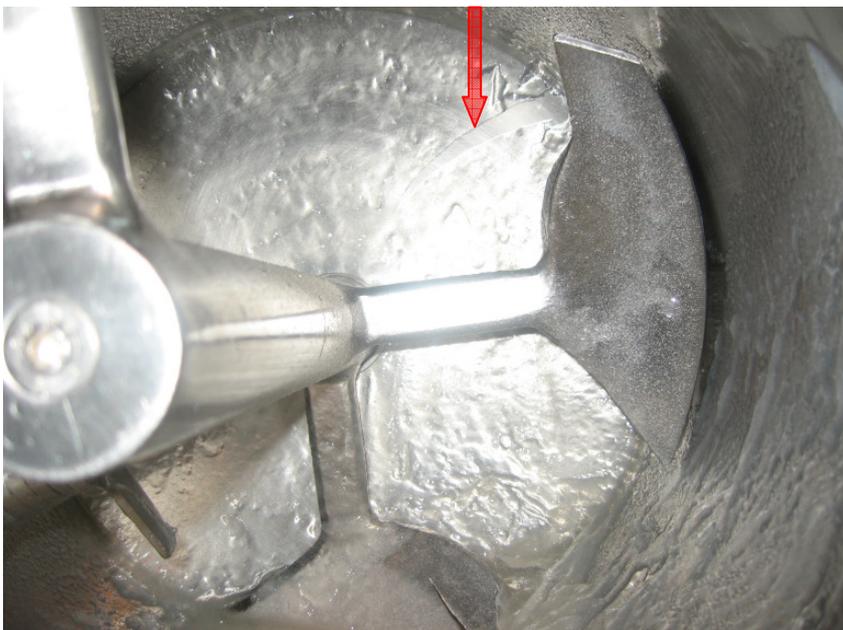


Abb. 4.7.4b: Einzelheiten des Sprühbild von 1,5%iger Agarlösung nach Aufbringung in einem Pflugscharmischer



Abb. 4.7.4c: Rückstände nach Ablösen des gelierten Agarfilms aus einem Pflugschermischer

Auch in dem Sprühversuch mit 1,5%iger Agarlösung im Technikumsmaßstab wurde deutlich, dass Agarlösung nicht die für eine Einbindung von Pulverpartikeln in einem stabilen Film benötigten Eigenschaften aufwies.

Beim Auftreffen der erwärmten Agarlösung auf die kühlen Elemente im Mischerinnenraum (Behälterwand, Rührorgan) gelierte die Agarlösung sofort allerdings nur mit geringer Festigkeit. Durch den Druck der anschließend aufgesprühten Agarlösung wurde der gelierte Agar wieder abgelöst, so dass nahezu die gesamte Agarmasse im unteren Bereich des Mixers zusammenlief (Abbildung 4.7.4a) und die Ausbildung eines Agarfilms, der den gesamten Mischerinnenraum bedeckt, nicht realisiert werden konnte (Abbildung 4.7.4b).

Anhand des Agarfilms an der hinteren Behälterwand wird die fehlende Stabilität des Films verdeutlicht. Es ist zu erkennen, dass durch die Eigenmasse des Films ein Riss auftrat. Dementsprechend war auch das Ablösen des Agars als vollständiger Film nicht möglich. Die fehlende Elastizität und Stabilität führten dazu, dass der erstarrte Agar in einzelne Fragmente zerriss und die Entfernung aus dem Mischer sehr aufwendig war. Zusätzlich hafteten vereinzelte Fragmente sehr fest an der Behälterwand oder am Rührorgan, so dass eine vollständige Entfernung dieser Bruchstücke nicht möglich war.

5. Zusammenfassung

Nach Auswertung der im ersten Projektschritt durchgeführten **Istzustandsanalyse** bezüglich Reinigung und Verschleppung in den Unternehmen, die pulverförmige Mischungen herstellen, konnte festgestellt werden, dass eine Vielzahl von verarbeiteten Rohstoffen und hergestellten Endprodukten mindestens einen allergenen Bestandteil enthielt. Alle Anlagen, die in den befragten Unternehmen zur Herstellung von pulverförmigen Mischungen eingesetzt wurden, dienten zur Produktion von Mischungen sowohl mit als auch ohne allergene Bestandteile. Die Reinigung der Anlagen erfolgte überwiegend trocken, um einen möglichen Wassereintrag in die Pulvermischung sicher zu vermeiden. Die Ergebnisse der Befragung der im Projektbegleitenden Ausschuss vertretenen Unternehmen bestätigten, dass die Problematik der Verschleppung allergener Lebensmittelbestandteile nach Produktwechseln noch aktuell war und bis zu diesem Zeitpunkt keine Lösung vorhanden war. Dies zeigten auch die Untersuchungen an Proben pulverförmiger Mischungen, die von den Unternehmen zur Verfügung gestellt wurden. So konnten in den untersuchten Mustern Spuren allergener Komponenten, die durch Verschleppungen aus dem Vorgängerprodukt in die Produkte gelangt waren, nachgewiesen werden.

Beim **Nachweis von allergenen Komponenten** in pulverförmigen Mischungen stellt die Extraktion des Materials zur Isolierung der allergenen Komponenten den entscheidenden Schritt dar. Ist die Ausbeute durch das verwendete Extraktionsmittel bezüglich der relevanten Proteine zu gering, werden Proteine nicht umfassend sondern selektiv extrahiert oder verändert das Extraktionsmittel deren antigene Eigenschaften, können bei immunochemischen Nachweisen falsch negative Ergebnisse die Folge sein. Nach Auswertung der einschlägigen Literatur wurden zur Extraktion der Milch-, Ei- und Haselnussmaterialien elf Extraktionsmittel ausgewählt, deren Zusammensetzung ein möglichst umfassendes Spektrum an unterschiedlichen extraktionswirksamen Substanzen repräsentierte. Neben NaCl-Lösungen mit geringer Ionenstärke wurden auch Lösungen verwendet, die eine höhere Salzkonzentration aufwiesen. Des Weiteren wurden detergenzienhaltige Extraktionsmittel und solche, die organische Komponenten enthielten, verwendet. Insgesamt deckte die Auswahl der Extraktionsmittel einen weiten pH-Bereich ab. Im qualitativen als auch quantitativen Vergleich der Extraktionsmittel zeigten bei der Extraktion von Milch- und Eimaterialien die 4%ige SDS-Lösung und der „Extraction Buffer“ sowohl die höchsten Proteinausbeuten als auch die besten Ergebnisse bezüglich der Extraktqualität. In entsprechender Weise wurden die 4%ige SDS-Lösung und Ammoniumcarbonat-Lösung als geeignete Extraktionsmittel zur Isolierung von Haselnussproteinen ermittelt.

Zur Untersuchung, inwieweit die Extrahierbarkeit bzw. die Antigenität der Milch-, Ei- und Haselnussproteine durch den pH-Wert des Extraktionsmittels und die Extraktionstemperatur beeinflusst werden, wurden unter Variation dieser beiden Extraktionsparameter Extrakte hergestellt und beurteilt. Die pH-Wert Optimierung bzw. die Anpassung der Extraktionstemperatur erfolgte für Milch- und Eiprodukte unter Verwendung von „Extraction Buffer“ (pH 7,4, 9,4 und 11,4) und 4%iger SDS-Lösung (pH 8,5, 10,5 und 12,5) als Extraktionsmittel, während für die Extraktionen der Haselnussmaterialien neben SDS-Lösung Ammoniumcarbonat-Lösung verwendet wurde. Um zu untersuchen, inwiefern eine Variation der Temperatur Einfluss auf die Ausbeute bzw. auf die Extraktionsqualität haben kann, wurden diese Versuche bei 4 °C, bei Raumtemperatur (RT) und bei 40 °C durchgeführt. Um zu ermitteln, ob die Extraktion allergenen Materials aus einer komplexen Matrix heraus eine Erwärmung erfordert, wurden entsprechende Extraktionsversuche mit einem Zusatz an Matrix durchgeführt. Bei der Extraktion von Milch- bzw. Eimaterialien mit SDS-Lösung pH 12,5 bzw. „Extraction Buffer“ pH 11,4 trat eine alkalische Hydrolyse ein. Diese Extraktionsmittel werden als nicht geeignet zur Extraktion von Ei- bzw. Milchprodukten beurteilt, da sowohl die proteinogene als auch die antigene Struktur während der Extraktion zerstört wurden. Bei der Beurteilung der Extraktionsmittel SDS-Lösung pH 8,5 und 10,5 bzw. „Extraction Buffer“ pH 7,4 und 9,4 bezüglich der Extraktionsfähigkeit von Milch- und Ei-proteinen bzw. -allergenen zeigte sich keine positive Beeinflussung der Extraktqualität durch Erhöhung des pH-Wertes. Die Ergebnisse der Extraktionen von Milch- und Eiprodukten ohne Matrixzusatz bestätigten sich in denen der entsprechenden Extrakte unter Zusatz einer nachempfundenen Backmischung. Eine Ver-

schiebung der pH-Werte der beiden hier verwendeten Extraktionsmittel ist bei der Extraktion von Milch- und Ei-Proteinen als nicht sinnvoll zu beurteilen. Bei der Extraktion von Haselnussgrieß mit SDS-Lösungen unterschiedlicher pH-Werte konnte bis auf eine stattfindende alkalische Hydrolyse bei pH 12,5 keine Beeinflussung von Ausbeute oder Extraktzusammensetzung festgestellt werden. Bei den vergleichbaren Extraktionen mit Ammoniumcarbonat-Lösung konnte hingegen insofern eine tendenzielle Abhängigkeit vom pH-Wert abgeleitet werden, als dass sich mit steigendem pH-Wert Haselnussallergene mit geringeren Ausbeuten extrahieren ließen. Dieses Ergebnis ließ sich in der Immunfärbung bestätigen. Bei der Extraktion von Milch- bzw. Ei-Produkten konnte unter Zusatz von Backmischung kein Einfluss der Extraktionstemperatur nachgewiesen werden. Für die Extrakte aus Haselnussgrieß war hingegen ein Temperatureinfluss festzustellen, da sich die Allergene Cor a 8 und Cor a 9 am besten bei einer Temperatur von 4°C extrahieren ließen. Unter Verwendung von Fettpulver als Matrix bei der Extraktion von Haselnussgrieß konnten die Ergebnisse insgesamt bestätigt werden.

Bezogen auf eine effektive aber schonende Probenaufarbeitung stellt die Extraktionsdauer eine wichtige Größe bei der Extraktion von allergenhaltigem Material dar. Bei der Optimierung der Extraktion gilt es zum Einen, mit einer ausreichend Dauer, eine maximale Ausbeute an Allergenen sicherzustellen. Zum Anderen ermöglicht eine kurze Extraktionsdauer eine schnelle und effiziente Probenaufarbeitung, die einer mechanischen, physikochemischen oder enzymatischen Beanspruchung der Analyten entgegenwirkt. Ausgehend von einer Extraktion über Nacht (ca. 14 Stunden), die eine maximale Extraktionsausbeute gewährleistet, wurden Extraktionszeiten von 0 bis 8 Stunden bzw. 0 bis 30 Minuten bezüglich Proteinausbeute und Extraktqualität untersucht. Entsprechende Extraktionsansätze wurden ebenfalls mit einem Zusatz an Matrix durchgeführt, um zu ermitteln, ob der Kontext einer komplexen Matrix eine längere Extraktionsdauer erforderlich macht. Wird die Proteinkonzentrationen der Extrakte aller untersuchten Produkte bei etwa 30 min mit den Wiederfindungsraten nach 8 Stunden verglichen, waren in diesen Extrakten vergleichbare Gehalte an Protein enthalten. Davon ausgehend, dass nach einer Extraktionsdauer von 8 Stunden oder länger das jeweilige Extraktionsmittel eine maximale Ausbeute an Protein isoliert, wurde dieser Wert schon nach weniger als 30 min erreicht. Eine veränderte Extraktionstemperatur hatte weder einen Einfluss auf Höhe der nach 8 Stunden erreichten Proteinausbeute noch auf die Zeit, innerhalb der diese maximale Ausbeute erreicht werden konnte. Auch bei einem Zusatz von Backmischung werden nach etwa 30 min die maximalen Wiederfindungsraten ermittelt.

Die Extraktion im Rahmen eines Allergennachweises muss die Isolierung relevanter Proteine aus komplexen Matrices sicherstellen. Bei pulverförmigen Mischungen handelt es sich u.a. um Backmischungen auf der Basis von Weizenmehl, das eine proteinreiche Matrix darstellt. Während kohlenhydratreiche Matrices wie Weizenstärke oder fettreiche Matrices wie Fettpulver in einer pulverförmigen Mischung keinen nennenswerten Einfluss auf den Allergennachweis zeigten, setzte eine proteinreiche Matrix die Trennschärfe im Immunoblot-Verfahren erheblich herab. Ein eindeutiger Nachweis von Milch-, Ei- bzw. Haselnussproteinen in einer proteinreichen Matrix war mit dieser Methode nicht möglich, da das charakteristische Bandenmuster der elektrophoretisch getrennten Milch-, Ei- bzw. Haselnussproteine neben den weiteren Proteinen nicht zu erkennen war. Eine Verdünnung der Extrakte zur Verbesserung der Trennschärfe bedeutet gleichermaßen eine Verdünnung der allergenen Proteine, was eine Erhöhung der Nachweisgrenze mit sich bringt. Gehalte von 50 ppm allergenem Protein und weniger können mittels Detektion durch tierische Antikörper im Immunoblot nicht nachgewiesen werden. Reagieren tierische Antikörper hoch spezifisch auf die in den Proben enthaltenen Milch-, Ei- bzw. Haselnussproteine, zeigen die Seren der sensibilisierten Patienten auch Reaktion auf weitere Proteine in der Probe. Erfolgt die Anwendung von Patientenserum auf Extrakte komplexer Matrices im Immunoblot, werden aufgrund der starken in-vitro-Reaktion der Antikörper von hoch sensibilisierten Allergikern auf Proteine der Matrix falsch positive Ergebnisse erhalten.

Nach erfolgter Anpassung der relevanten Methoden zur **Erfassung der physikalischen Eigenschaften der Reinigungslösungen auf Gelatinebasis** wurden verschiedene Lösungen aus Rinderhaut- bzw. Rinderspalt- und Schweineschwartengelatine mit unterschied-

lichen Emulgatorzusätzen hinsichtlich ihrer Grenzflächeneigenschaften, ihrer rheologischen Eigenschaften und des Gelier- sowie Trocknungsverhaltens charakterisiert. Es zeigte sich, dass Lösungen aus Rinderhautgelatine bessere Benetzungseigenschaften als die entsprechenden Lösungen aus Schweineschwartengelatine aufwiesen. Durch den Zusatz von Emulgatoren im HLB-Bereich von 4,7 bis 15 wurden die Benetzungseigenschaften aller untersuchten Gelatinelösungen verbessert.

Die Gelatinelösungen zeigten annähernd Newtonsches Fließverhalten. Die Viskosität der Lösungen konnte über die Änderung der Gelatinekonzentration in einem weiten Bereich variiert werden. Bei gleichem Gelatineanteil wiesen die Lösungen mit der Schweineschwartengelatine eine höhere Viskosität als die entsprechenden Lösungen aus Rinderhautgelatine auf. Der Effekt des Zusatzes unterschiedlicher Emulgatoren auf die rheologischen Eigenschaften der Gelatinelösungen war nicht eindeutig, d.h. durch den Zusatz wurde die Viskosität sowohl erhöht als auch verringert, wobei es keine einheitliche Tendenz für die unterschiedlichen Emulgatoren gab.

In den Sprühversuchen wurde jedoch gezeigt, dass alle Lösungen mit einer Gelatinekonzentration von 20% und unterschiedlichen Emulgatorzusätzen mit dem eingesetzten Sprühsystem verarbeitet werden konnten.

Bezüglich der Gelbildungseigenschaften wurde nachgewiesen, dass Lösungen aus Schweineschwartengelatine eher als Rinderhautgelatinelösungen erstarrten. Zudem waren die aus Schweineschwartengelatine gebildeten Gele stabiler als die entsprechenden Gele aus Rinderhautgelatine. Durch den Zusatz von Emulgatoren zu den Gelatinelösungen wurde die Festigkeit der gebildeten Gele leicht verringert.

Zusammenfassend ist festzustellen, dass die Schweineschwartengelatinelösungen eine höhere Viskosität als die entsprechenden Lösungen aus Rinderhautgelatine hatten und die gebildeten Gele fester waren. Dagegen waren die Benetzungseigenschaften von Rinderhautgelatinelösung besser im Vergleich zu Schweineschwartengelatine. Durch den Zusatz von Emulgatoren wurden für beide Gelatinemuster die Benetzungseigenschaften verbessert und die Gelstabilität leicht verringert.

Das bedeutet, dass die Eigenschaften der Reinigungslösungen nicht in der gleichen Richtung optimiert werden können. Die Verbesserung der Partikeleinbindung hat eine Verschlechterung der Filmstabilität und damit der Ablöseigenschaften zur Folge und umgekehrt wird durch eine Erhöhung der Filmstabilität die Partikeleinbindung verschlechtert.

Im Rahmen der Arbeiten zur **Optimierung des Reinigungsverfahrens** wurde ein entsprechendes Verfahren zur Reinigung von Apparateoberflächen, das auf der Einbindung pulverförmiger Verunreinigungen in eine Gelmatrix basiert, entwickelt und an die Anforderungen bei der Reinigung von Anlagen, in denen pulverförmige Mischungen verarbeitet werden, angepasst. Wesentliche Kriterien der Verfahrensentwicklung waren die Benetzung kritischer Analgenteile (senkrechte und hinterschnittene Flächen), die schnelle Bildung eines ausreichend dicken und reißfesten Gelfilms für die anschließende mechanische Entfernung des Films, die ausreichende Adhäsion der Produktreste zu ihrer Entfernbarkeit über den Film sowie zeitliche Aspekte bei der Materialverarbeitung und Verfahrensanwendung. Die technische Verfahrensentwicklung stand dabei in direkter Wechselwirkung mit der Charakterisierung der rheologischen Kenngrößen des Hydrokolloids und der Untersuchung der Grenzflächeneigenschaften, welche die Partikeleinbindung charakterisieren.

Unterschiedliche technische Systeme wurden hinsichtlich ihrer Eignung zur effektiven und reversiblen Filmauftragung charakterisiert. Unter den geforderten Randbedingungen einer Begrenzung des max. Betriebsdruckes auf etwa 6 bar waren Airless-Geräte nicht geeignet, da mit ihnen kein adäquates flächiges Sprühbild erzeugt und damit keine ausreichende Arbeitsgeschwindigkeit erreicht wurde. Als geeignet waren im Wesentlichen druckluftunterstützte HVLP- und RP-Sprühsysteme bzw. bei höherem Materialdruck arbeitende Airmix-Systeme anzusehen. Die Systeme setzten sich im Wesentlichen aus Kesselpistole, Material- und Druckluftzuleitungen, druckluftbeaufschlagter Vorratsbehälter sowie einer Temperierung bzw. Isolierung der materialführenden Bauteile zur Vermeidung von Verstopfungen zusammen. Für das Bäckereigewerbe werden vergleichbare, temperierbare Komplettsysteme u.a.

für Aprikotieranwendungen angeboten. Becherpistolen waren aufgrund ihrer Abmessungen und der niedrigen Vorratsvolumina für die vorgesehene Anwendung weniger geeignet.

Parameterstudien an Edelstahloberflächen dienten der eingehenden Prüfung verschiedener Sprühsysteme zur Identifikation praxisnaher Bedingungen. Dabei wurden Auftragbedingungen sowie Gelbasis variiert. Untersucht wurde die Verarbeitung von sowohl Schweineschwarten- als auch Rinderspaltgelatine. Seitens der Auftragsysteme wurden Düsendurchmesser, Massenströme (Material und Gas) sowie Auftragtemperaturen variiert.

Die Untersuchungen zeigten, dass mit handelsüblichen, nach dem RP-Prinzip arbeitenden Kesselpistolen über einen breiten Parameterbereich eine geeignete Beschichtung der Oberflächen vorgenommen werden konnte. Voraussetzung für den problemlosen Betrieb war die vollständige Temperierung der materialführenden Apparateile etwa 10 °C oberhalb der Gelbildungstemperatur der Gelatine. Hinsichtlich der Gelatinelösung konnte mit 20%igen Schweineschwarten- oder Rinderspaltgelatinelösungen, versprüht mit diesem Zweistoffsystem bei max. 1 bar Luft- bzw. Materialdruck, ein sehr gutes Auftrags- und Abreinigungsverhalten für partikuläres Material erzielt werden. Der Zusatz von Emulgator verbesserte die Ablösbarkeit des Gels, ein Weichmacherzusatz brachte keine signifikante Verbesserung der Verfahrensleistung. Das Ausfegen der Apparate vor Anwendung der Sprühreinigung reduzierte effektiv die Partikel-Resthaftungen nach erfolgter Gelreinigung in Kanten und Ecken.

Hinsichtlich der **Bewertung des Reinigungseffekts** der Gelatinefilme wurden im Labormaßstab Reinigungsversuche an gewinkelten Edelstahlblechen durchgeführt. Die Ergebnisse bestätigten teilweise die Erwartungen, welche aus den physikalischen Eigenschaften der Gelatinelösungen abgeleitet werden konnten. Dementsprechend bildete Schweineschwartengelatine stabilere Filme als Rinderhautgelatine. Jedoch wurde durch den Zusatz eines sehr hydrophilen Emulgators (Tween 80, HLB-Wert: 15) die Bildung stabiler Gelatinefilme für beide Gelatinemuster beschleunigt, so dass diese sich schneller abziehen ließen.

Es zeigte sich, dass Verunreinigungen aus Weizenmehl besser als Sprühvollmilchpulver und Hühnervolleipulver zu reinigen waren. Für die beiden letztgenannten Pulver bewirkte das darin enthaltene Fett ein stärkeres Anhaften der Partikel an den Edelstahloberflächen. Zwischen den beiden Gelatinemustern war kein eindeutiger Unterschied bezüglich der Partikeleinbindung zu erkennen. Durch den Zusatz des hydrophilen Emulgators Tween 80 konnte für beide untersuchten Gelatinemuster die Partikeleinbindung für alle pulverförmigen Verunreinigungen verbessert werden.

Zusätzlich wurden spezielle Testverfahren unter Verwendung von Partikelmaterial entwickelt, mittels derer das Reinigungsvermögen technischer Systeme in Labor geprüft werden kann. Zu diesem Zweck wurden farbige Gewürzpartikel oder Fluoreszenzpartikel eingesetzt und der Reinigungserfolg visuell auf den gereinigten Flächen beurteilt oder exemplarisch im Testraum angebrachte Objektträger unter dem Mikroskop ausgewertet. Bei der Verwendung von fluoreszierendem Testpartikeln ist zu beachten, dass die standardmäßig verwendeten Latexpartikel aufgrund ihrer Oberflächenstruktur, Form sowie Ladungseigenschaften von Ei-, Mehl- oder Nusspartikeln stark abweichende Hafteigenschaften besitzen. Mit diesen Partikeln erzielte Reinigungserfolge sind nur bedingt auf reale Produktreste übertragbar.

Bezüglich der **Optimierung des Reinigungsverfahrens im Technikumsmaßstab** wurde mit dem Projektbegleitenden Ausschuss vereinbart, dass Reinigungsversuche an einem Pflugscharmischer, wie er typischerweise in der Herstellung von Pulvermischungen eingesetzt wird, durchgeführt werden sollten. Der Reinigungserfolg wurde anhand der Verschleppung von Eiklarprotein aus einer eihaltigen Backmischung in eine nachfolgend verarbeitete Weizenmehlcharge bewertet. Zwischen den Verarbeitungen der beiden Produkte wurde der Mischer mit den unterschiedlichen Reinigungsverfahren gereinigt.

Mit den Reinigungsverfahren, wie sie momentan in den Unternehmen, welche pulverförmige Mischungen verarbeiten, angewendet werden (Ausfegen, Aussaugen), konnte nur eine unzureichende Reinigung realisiert werden. Bei der Anwendung dieser Reinigungsmethoden kam es in erheblichem Maße zu Verschleppungen allergener Komponenten in das nachfolgend verarbeitete Produkt. Eine Reinigung durch Spülen des Mixers mit Reinigungszucker war

bezüglich der Vermeidung einer Verschleppung allergener Komponenten erfolgreich. Allerdings gelangten aufgrund der schlechten Reinigbarkeit des Reinigungszuckers Zuckerrückstände in das Nachfolgeprodukt.

Als alternatives Verfahren bot sich eine Reinigung der Anlage durch Einbindung der Pulverrückstände in eine Gelatinematrix an. Die Reinigungslösungen ließen sich dabei gleichmäßig auf der Mantelfläche und den Einbauten auftragen, gelierten rasch zum elastischen Film aus und konnten bereits nach weniger als einer halben Stunde abgelöst werden. Das Ablösen war bei ausreichender Schichtdicke oberhalb etwa 2 mm auch von den Einbauten reproduzierbar in großen, zusammenhängenden Flächen und damit innerhalb einer vertretbaren Zeitspanne möglich. Kleinflächige Restanhaftungen traten jedoch wie auch in den Laboruntersuchungen wiederholt auf. Erwartungsgemäß war die Benetzung schmaler, tiefe Spaltgeometrien, wie sie z.B. zwischen Pflug und Behälterwand auftreten, durch eine Sprayauftragung nicht vollständig gegeben. In die Spalten eingetragene, einzelne Tropfen der Reinigungslösung gelierten dort aus und waren anschließend nur mit erhöhtem Aufwand zu entfernen. Für derartige Bereiche empfiehlt sich daher eine Behandlung per Fluidstrahl, indem diese Spalten gezielt mit flüssiger Reinigungslösung und nicht per Sprühnebel gefüllt werden.

Durch den Einsatz von Rinderhautgelatinelösung als filmbildende Reinigungslösung wurde die Verschleppung von Eibestandteilen in das Nachfolgeprodukt weitgehend reduziert. Eine weitere Verbesserung der Reinigungswirkung wurde durch den Zusatz von Emulgatoren zu der Rinderhautgelatinelösung erreicht.

Bei der Anwendung von Schweineschwartengelatinelösung im neuen Reinigungsverfahren, konnte die Verschleppung nahezu vollständig vermieden werden. Durch einen Zusatz von Emulgatoren konnte bei der Schweineschwartengelatinelösung die Reinigungswirkung nicht weiter verbessert werden. Hinsichtlich des Ablöseverhaltens wurde gezeigt, dass Schweineschwartengelatine besser als Rinderhautgelatine für die Anwendung in dem neuen Reinigungsverfahren geeignet ist. Die Filme aus Schweineschwartengelatine waren stabiler und ließen sich leichter aus dem Mischer entfernen. Für beide Gelatinemuster resultierte der Zusatz von Tween 80 in einer deutlichen Verbesserung der Ablöseeigenschaften.

Nach der Reinigung mit dem neuen Reinigungsverfahren wurden im nachfolgend verarbeiteten Weizenmehl Gelatinerückstände nachgewiesen. Folglich muss das Ablösen des Gelatinefilms weiter optimiert werden. Gegebenenfalls sind weitere Hilfsmittel zur Entfernung von Gelatinerückständen an unzugänglichen Stellen der Apparatur zu verwenden. Auf diese Weise sollte auch der Reinigungserfolg des neuen Verfahrens weiter verbessert werden können.

Damit steht ein als geeignet anzusehendes Verfahren zur Flächenreinigung zur Verfügung, welches gegenüber dem derzeit standardmäßig praktizierten Verfahren deutliche Verbesserungen der Reinigungsleistung aufweist.

Die verfahrensspezifischen Kosten der Reinigungsanwendung liegen einschließlich Abschreibung der Investitionskosten sowie Betriebskosten, ohne Lohnkosten in der Größenordnung von etwa 17,- Euro für eine Anwendung auf einem Quadratmeter.

Als **alternative Reinigungslösungen auf pflanzlicher Basis**, die auf Anregung des Projektbegleitenden Ausschuss ebenfalls einbezogen werden sollten, wurden Agarlösungen mit unterschiedlichen Agargehalten hinsichtlich ihres Fließverhaltens, ihrer Geliereigenschaften und der Auftragungs-, Haftungs- und Ablöseeigenschaften charakterisiert.

Im Allgemeinen erstarrte Agarlösung bei einer höheren Temperatur als Gelatine. Jedoch war die Festigkeit des gebildeten Gels geringer als bei Gelatine.

Die Haftung der Agarlösung an senkrechtstehenden Flächen war unzureichend, so dass ein durchgehender stabiler Films, der gut aus dem Mischbehälter zu entfernen war, nicht gebildet wurde. Weiterhin riss die Agarmatrix aufgrund fehlender elastischer Eigenschaften sehr schnell, so dass die Entfernung der Bruchstücke aus dem Mischer sehr aufwendig bzw. durch starke Anhaftung nicht möglich war.

Zusammenfassend wiesen die untersuchten Agarlösungen nicht die, für den Einsatz in dem neuen Reinigungsverfahren benötigten Eigenschaften von Gelatinelösung auf.

6. Gegenüberstellung von Projektziel und erreichten Ergebnissen

Ziel des Projektes ist die Erarbeitung der Grundlagen für die Entwicklung/Adaption von innovativen Reinigungstechnologien, die bei der Herstellung von trockenen Lebensmitteln eine neue Qualität in der Vermeidung von Verschleppungen allergener Lebensmittelbestandteile ermöglichen. Grundsätzlich wird dabei die Minimierung der Verschleppung der relevanten Komponenten in Bereiche unterhalb der jeweiligen Schwellenwerte der einzelnen allergenen Lebensmittelbestandteile angestrebt, so dass das Auftreten von allergischen Reaktionen weitestgehend auszuschließen ist. In diesem Zusammenhang ist ebenfalls die entsprechende Analytik unter Beachtung von Matrixeffekten und der Veränderung der Allergenität durch vorherige technologische Verarbeitungsprozesse (z.B. Sprühtrocknung) zu berücksichtigen und entsprechend zu validieren.

Im Rahmen des Forschungsvorhabens wurde ein neues Reinigungsverfahren entwickelt und entsprechend den Anforderungen für die Herstellung und Verarbeitung trockener, pulverförmiger Mischungen adaptiert. Die neuartige Reinigungsmethode basiert auf der Einbindung pulverförmiger Verunreinigungen in einen in der Anlage versprühten und anschließend gelierenden Gelatinefilm. Mit diesem Reinigungsverfahren konnte die Verschleppung von allergenen Komponenten in das nachfolgend verarbeitete Produkt deutlich reduziert werden. Beim Einsatz einer Lösung aus hochbloomiger Schweineschwartengelatine wurde nachgewiesen, dass die Verschleppung von Komponenten aus dem Vorgängerprodukt nahezu vollständig vermeidbar ist. Bei der Anwendung des neuen Reinigungsverfahrens wird der Eintrag von freiem Wasser in die Anlage sicher vermieden, so dass im Anschluss an die Reinigung keine Wasserreste vorliegen und eine nachfolgende Trocknung nicht erforderlich ist. Obwohl der Gelatinefilm prinzipiell nach ca. 15 min weitgehend ablösbar war, muss diese Ablösung von den Oberflächen der Anlage unter dem Aspekt einer vollständigen Entfernung aller Reste weiter optimiert werden, da nach der Reinigung mit Gelatinelösung Rückstände des Gelatinefilms im Nachfolgeprodukt gefunden wurden. Daher ergibt sich hier die Notwendigkeit im Zuge der Anpassung des neuen Reinigungsverfahrens auf spezielle Anlagen, die vollständige Entfernung des Gelatinefilms, insbesondere an unzugänglichen Stellen, weiter zu verbessern.

Beim Nachweis von allergenen Komponenten in pulverförmigen Mischungen stellt die Extraktion des Materials zur Isolierung der allergenen Komponenten den entscheidenden Schritt dar. Ist die Ausbeute durch das verwendete Extraktionsmittel bezüglich der relevanten Proteine zu gering oder verändert dieses deren antigene Eigenschaften, können bei immunochemischen Nachweisen falsch negative Ergebnisse die Folge sein. Mit dem „Extraction Buffer“ (pH 7,4) und der 4%igen SDS-Lösung (pH 8,5) wurden Extraktionslösungen ermittelt, die zum Einen hohe Ausbeuten an Milch- bzw. Eiproteinen sicherstellen, und zum Anderen deren Antigenität nicht negativ beeinflussen. 4%ige SDS-Lösung (pH 8,5) erwies sich auch geeignet, Haselnussproteine zu isolieren. Die Extraktionsmethode wurde bezüglich der Extraktionstemperatur und der Extraktionsdauer optimiert. Eine Extraktion bei Raumtemperatur mit einer Dauer von nur 30 Minuten gewährleistet eine maximale Proteinausbeute.

Im Rahmen des Projektes werden folgende Ergebnisse angestrebt:

- 1. Wesentliches Forschungsergebnis soll die Vermeidung der Verschleppung von allergenen Lebensmittelbestandteilen im Zuge der Herstellung trockener, pulverförmiger Produkte, wie z.B. Backmischungen, durch eine neue Reinigungstechnologie sein. Auf diese Weise kann eine deutlich höhere Qualität in der Produktion von Backmischungen erreicht werden, so dass eine überdurchschnittliche Verbesserung gegenüber dem aktuellen Stand der Technik in diesem Bereich angestrebt wird.*

Die zu Beginn des Projekts durchgeführte Istzustandsanalyse zeigte den aktuellen Stand der Technik auf. Demzufolge werden Anlagen für die Verarbeitung pulverförmiger Mischungen bisher vorwiegend durch Ausfegen oder Aussaugen gereinigt. Mit diesen momentan angewendeten Reinigungsverfahren lässt sich die Verschleppung allergener Komponenten aus einem Produkt in das nachfolgend verarbeitete Produkt

nicht vermeiden. Muster, die nach einem Produktwechsel aus der Produktionslinie entnommen wurden, enthielten noch in erheblichem Maße Komponenten aus dem Vorgängerprodukt.

Auch in den Reinigungsversuchen im Rahmen des Projektes zeigte sich, dass die Reinigung durch Ausfegen und Ausaugen im Hinblick auf die Vermeidung der Verschleppung allergener Bestandteile nur unzureichend ist.

Bei einer Reinigung mit Reinigungszucker wird die Verschleppung allergener Komponenten in das Nachfolgeprodukt vermieden. Allerdings gelangen Rückstände des Reinigungszuckers in das nachfolgend verarbeitete Produkt.

Durch die Reinigung mit Gelatinelösung kann die Verschleppung allergener Komponenten, je nach Zusammensetzung der Reinigungslösung, weitgehend reduziert oder sogar nahezu vollständig vermieden werden. Das Ablösen und Entfernen des Gelatinefilms muss hier jedoch noch weiter optimiert werden.

- 2. Im Zuge dieser Entwicklungen werden Lösungen zur optimierten Zusammensetzung des Reinigungsfilms, zur Auftragung, Trocknung und Ablösung des Films erarbeitet. Diese Ergebnisse sind eine wesentliche Grundlage für die Anwendung der Technologie, die auch über den Bereich der Backmischungen hinaus von Bedeutung ist.*

Es zeigt sich, dass die Einstellungen für eine verbesserte Partikeleinbindung und gute Ablöseigenschaften zum Teil gegenläufig sind.

Daher muss eine Optimierung der Zusammensetzung der Reinigungslösung je nach Aufgabenstellung über einen Kompromiss beider Eigenschaften erfolgen und es können dementsprechend keine verallgemeinerbaren Daten gegeben werden.

Die Ergebnisse aus dem Projekt zeigen aber die grundlegenden Zusammenhänge auf, so dass eine Optimierung durch den Anwender entsprechend den jeweiligen Randbedingungen auf einfache Weise möglich ist.

3. *Weiterhin werden Fragen bezüglich der Beeinflussung des analytischen Nachweises von allergenen Proteinen durch Matrixbestandteile genauer untersucht. Die Ergebnisse dieser Arbeiten sind nicht nur für die Hersteller von Backmischungen im Zusammenhang mit der Reinigung relevant, sondern sind darüber hinaus auch in anderen Bereichen der Lebensmittelwirtschaft, in denen trockene Produkte verarbeitet werden, von Bedeutung.*

Die Extraktion im Rahmen eines Allergennachweises muss die Isolierung relevanter Proteine aus komplexen Matrizes sicherstellen. Bei pulverförmigen Mischungen handelt es sich u.a. um Backmischungen auf der Basis von Weizenmehl, das eine proteinreiche Matrix darstellt. Während kohlenhydratreiche Matrizes wie Weizenstärke oder fettreiche Matrizes wie Fettpulver in einer pulverförmigen Mischung keinen nennenswerten Einfluss auf den Allergennachweis zeigen, setzt eine proteinreiche Matrix die Trennschärfe im Immunoblot-Verfahren erheblich herab. Ein eindeutiger Nachweis von Milch-, Ei- bzw. Haselnussproteinen in einer proteinreichen Matrix ist mit dieser Methode nicht möglich, da das charakteristische Bandenmuster der elektrophoretisch getrennten Milch-, Ei- bzw. Haselnussproteine neben den weiteren Proteinen nicht zu erkennen ist. Eine Verdünnung der Extrakte zur Verbesserung der Trennschärfe bedeutet gleichermaßen eine Verdünnung der allergenen Proteine, was eine Erhöhung der Nachweisgrenze mit sich bringt. Gehalte von 50 ppm allergenem Protein und weniger können mittels Detektion durch tierische Antikörper im Immunoblot nicht nachgewiesen werden. Reagieren tierische Antikörper hoch spezifisch auf die in den Proben enthaltenen Milch-, Ei- bzw. Haselnussproteine, zeigen die Seren der sensibilisierten Patienten auch Reaktion auf weitere Proteine in der Probe. Erfolgt die Anwendung von Patientenseren auf Extrakte komplexer Matrizes im Immunoblot, werden aufgrund der starken in-vitro-Reaktion der Antikörper von hoch sensibilisierten Allergikern auf Proteine der Matrix falsch positive Ergebnisse erhalten.

7. Wirtschaftliche Bedeutung der Projektergebnisse für kleine und mittlere Unternehmen

Im Rahmen des Projekts wurde eine neue Reinigungstechnologie entwickelt und an die Anforderungen bei der Verarbeitung von pulverförmigen Mischungen angepasst. Mit diesem innovativen Reinigungsverfahren steht den kleinen und mittelständischen Verarbeitern pulverförmiger Mischungen eine Reinigungsmethode zur Verfügung, mit der Verschleppungen aus einem Produkt in das nachfolgend verarbeitete Produkt vermieden werden können. Daraus resultiert eine erhöhte Produktsicherheit, so dass Fehlchargen oder Rückrufaktionen stark reduziert werden können.

Auch die analytischen Methoden zum Nachweis allergener Komponenten konnten im Rahmen des Projekts optimiert werden. Durch diese verbesserten Bestimmungsmethoden für allergieauslösende Substanzen werden die Qualitätssicherungssysteme in den kleinen und mittelständischen Unternehmen stabilisiert und die Produktsicherheit erhöht.

Die Anwendung des neuen Reinigungsverfahrens ermöglicht die vollständige Vermeidung einer Verschleppung allergieauslösender Komponenten. Mit dieser Möglichkeit öffnen sich für kleine und mittelständische Hersteller pulverförmiger Mischungen neue Absatzmärkte im Personenkreis der Allergiker.

Die Praxistauglichkeit der entwickelten Methode wird natürlich maßgeblich durch Kosten-Nutzen-Aspekte beeinflusst. Eine erste Abschätzung der materialspezifischen Reinigungskosten wurden für einen zylindrischen Apparat mit einem Volumen von ca. 1 m³ (Durchmesser: 1 m, Länge: ca. 1,3 m) vorgenommen. Bei der Flächenabschätzung sind Einbauten im ersten Ansatz nicht berücksichtigt. Die Berechnungen basieren auf der Verwendung wässriger Gelatinelösungen in unterschiedlicher Konzentration und unterschiedlicher Filmdicken. Für 20%ige Lösungen und Schichtdicken von 2 mm ergeben sich pro Anwendung rechnerisch Gesamtkosten von ca. 19,- € bei Materialkosten pro Reinigungsvorgang in Höhe von ca. 11,- €. Dabei sind Gelatinekosten mit 5,- €/kg angesetzt, was nach Herstellerankunft für die verwendete hochwertige Gelatine als realistisch angesehen werden muss. Weitere Materialkosten für Wasser, Reinigungsmittel sowie Energie zur Temperierung und Druckluftbereitstellung können mit etwa 2,- bis 5,- € abgeschätzt werden. Die fallspezifischen Reinigungskosten reduzieren sich um 10% auf ca. 17,- €, wenn unter ansonsten gleichen Bedingungen die doppelte Fallzahl im Abschreibungszeitraum behandelt wird. Ist aufgrund größerer Apparateabmessungen eine doppelt so große Fläche zu behandeln, betragen die Reinigungskosten ca. 30,- € pro Anwendung.

Investitionskosten umfassen die Aufwendungen für ein Komplettsystem oder aber Kosten für ein zusammengestelltes System, in Kern bestehend aus Sprühpistole, temperierbarem Vorratsgefäß sowie beheizten Material- und Druckluftschläuchen. Die Bauteile werden jeweils separat angeboten, zusätzlicher Anpassungsaufwand besteht zur Temperierung der Anschluss- und Übergangsstücke zwischen den Baueinheiten. Komplettsysteme werden nach Recherchen für etwa 6.500,- € angeboten, die Zusammenstellung eines Systems aus Einzelelementen liegt in einer vergleichbaren Größenordnung ab etwa 5.000,- €. Dabei machen Kosten für die spezifische Beheizung des Systems den größeren Anteil aus.

Bei einer Abschreibungszeit von 5 Jahren und einer geschätzten täglichen Reinigungsanzahl von etwa einer Reinigung aufgrund eines Produktwechsels betragen die anteiligen Apparatkosten pro Reinigungsvorgang etwa 3,60 € und damit etwa 20% der Reinigungskosten. Demgegenüber stehen bei einer alternativen Reinigungsmethode die Kosten für den eingesetzten Reinigungszucker.

Ein zusätzlicher Ausfall von Produktionszeiten aufgrund möglicherweise verlängerter Stillstands- und Revisionszeiten mit der Anwendung der Methode ist nach den vorliegenden Erfahrungen nicht gegeben. Die in der durchgeführten Produzentenumfrage genannten Zeitspannen sind zur Anwendung der Methode ausreichend. Lohnkosten sind in der Bilanzierung nicht berücksichtigt, da diese bei allen Verfahren aufgrund des in etwa vergleichbaren Aufwandes unabhängig voneinander anfallen.

Tab. 7.1: Abschätzung der verfahrensspezifischen Reinigungskosten

Gerätekosten gesamt				
Abschreibungszeit	5	Jahre		
Anzahl Produktwechsel	1	pro Tag	doppelte Fallzahl	doppelte Fläche/Fall
Gerätekosten	6.500,00 €			
Anzahl Reinigungsvorgänge	1825	pro 5 Jahre	3650	1825
Kosten pro Reinigungsvorgang:				
Gerätekosten	3,56 €	19%	1,78 €	3,56 €
Materialkosten, Gelatine	11,14 €	d= 2 mm 60%	11,14 €	22,28 €
Betriebs-Zusatzkosten (Elektrizität, Wasser...)	4,00 €		4,00 €	4,00 €
Summe	18,70 €		16,92 €	29,84 €
	1 Faktor		0,90	1,60

8. Literaturverzeichnis

1. Aalberse, R. C. (2000) Structural biology of allergens, *J Allergy Clin Immunol*, **106**, 228-238
2. AiF-Forschungsbericht 9768 (1996) Entwicklung eines Verfahrens zur verbesserten Entsorgung von leicht gebundenen Asbest-Fasern und Stäuben durch Einsatz biologischer Quellstoffe, Institut für Energie- und Umwelttechnik e. V., Duisburg, Deutsches Institut für Lebensmitteltechnik e. V., Quakenbrück
3. AiF-Forschungsbericht 99 ZN/2 (2006) Entwicklung eines Verfahrens zur physikalischen Einbindung von Zytostatika und anderen hochwirksamen Arzneimitteln mithilfe von Gelen und Schäumen zur Dekontamination und Beprobung von Oberflächen, Institut für Energie- und Umwelttechnik e. V., Duisburg, Deutsches Institut für Lebensmitteltechnik e. V., Quakenbrück
4. Aulepp, H., Vieths, S. (1992) Probleme der Nahrungsmittelallergie. *Dtsch. Lebensm. Rundsch.*, **88**, 171-179
5. Baltes, W. (2000) Lebensmittelchemie, 5. Auflage, Berlin, Heidelberg, New York, Springer Verlag
6. Baumgartner, S., Steiner, I., Kloiber, S., Hirman, D., Krska, R., Yeung, J. (2002) Towards the development of a dipstick immunoassay for the detection of trace amounts of egg proteins in food, *Eur Food Res and Technol*, **214**, 168-170
7. Belitz, H.-D., Grosch, W., Schieberle, P. (2001) Lehrbuch der Lebensmittelchemie, 5. Auflage, Berlin, Heidelberg, New York, Springer Verlag
8. Bernhisel-Broadbent, J., Dintzis, H.M., Dintzis, R.Z., Sampson, H.A. (1994) Allergenicity and antigenicity of chicken egg ovomucoid (Gal d III) compared with ovalbumin (Gal d I) in children with egg allergy and in mice, *J Allergy Clin Immunol*, **93**, 1047-59
9. Besler, M., Steinhart, H., Paschke, A. (2001) Stability of food allergens and allergenicity of processed foods. *J Chrom B Biomed Sci Appl*, **756** (1-2) 207-28
10. Besler, M., Eigenmann, P., Schwartz, R.H. (2002a) Allergen Data Collection - Update: cow's milk (*Bos domesticus*) [<http://www.food-allergens.de>] *Internet Symposium on Food Allergens*, **4**, 19-106
11. Besler, M., Kasel, U., Wichmann, G. (2002b) Determination of Hidden Allergens in Food by Immunoassays. [<http://www.food-allergens.de>] *Internet Symposium on Food Allergens*, **4**, 1-18
12. Beyer, K., Grishina, G., Bardina, L., Grishin, A., Sampson, H.A. (2002) Identification of an 11S globulin as a major hazelnut food allergen in hazelnut-induced systemic reactions, *J Allergy Clin Immunol*, **110**, 517-523
13. Bleumink, E., Young, E. (1968) Identification of the atopic allergen in cow milk, *Int Arch Allergy Appl Immunol*, **34**, 521-43
14. BLL (Bund für Lebensmittelrecht und Lebensmittelkunde e.V.) Stellungnahme zum Vorschlag für eine Richtlinie des Europäischen Parlaments und des Rates zur Änderung der Richtlinie 2000/13/EG hinsichtlich der Angabe der in Lebensmitteln enthaltenen Zutaten. [http://www.bll.de/04_infob/04_thema/images/stellungn_bll.pdf]
15. Bobe, U. (2008) Die Reinigbarkeit technischer Oberflächen im immmergierten System, TU München, Dissertation
16. Boyens-Backservice (2009). Firmeninformationen zum Lieferprogramm, Geräte „Thermo Sprayer und "Thermo Sprayer Airless“. B. B. GmbH, Ibbenbüren
17. Bradford, M.M. (1976) A rapid and sensitive method for the quantitation of microgram quantities of protein utilizing the principle of protein-dye binding, *Anal Biochem*, **72**, 248-54
18. Bredehorst, R., David, K. (2001) What establishes a protein as an allergen?, *J Chromatogr B Biomed Sci Appl*, **756**, 33-40

19. Burks, W., Bannon, G., Sicherer, S. (1999) Peanut-induced anaphylactic reactions. *Int Arch Allergy Immunol*, **119**, 165-172
20. Coca, A.F. (1922) Studies in specific hypersensitiveness. V. The preparation of fluid extracts and solutions for use in the diagnosis and treatment of the allergies with notes on the collection of pollens, *J Immunol*, **7**, 163-78
21. Crespo, J.F., Pascual, C., Burks, A.W., Helm, R.M., Esteban, M.M. (1995) Frequency of food allergy in a pediatric population from Spain, *Pediatr Allergy Immunol*, **6**, 39-43
22. DIN 10503 (1999) Lebensmittelhygiene - Begriffe, Ausgabe:1999-12, Beuth-Verlag, Berlin
23. Docena, G., Rozenfeld, P., Fernandez, R., Fossati, C.A. (2002) Evaluation of the residual antigenicity and allergenicity of cow's milk substitutes by in vitro tests, *Allergy*, **57**, 83-91
24. Fernandez, S.S., Padilla, A.P., Mucciarelli, S. (1999) Protein extraction from Atriplex lampa leaves: potential use as forage for animals used for human diets, *Plant Foods for Human Nutrition* (Dordrecht, Netherlands), **54**, 251-259
25. Franke, K., Tscheuschner, H.-D. (1995), Auswertung rheologischer Messungen, *Zucker- und Süßwarenwirtschaft* **48** (5) 44-47
26. Freimuth, U. Krause, W. (1981) Alkali treatment of proteins Part IV. Deamidation and hydrolytic decomposition, *Nahrung* **25**, 397-403
27. GME (Gelatin Manufacturers of Europe) Gelatine infocenter - Gelatine-Kompass. [http://www.gelatine.org/de/press/basic/207_516.htm]
28. Goldschmidt, A., Streitberger, H.-J (2002) BASF-Handbuch Lackiertechnik, Vincentz-Verlag, Hannover
29. Goodwin, P.R. (2004) Food allergen detection methods: a coordinated approach, *J AOAC Int*, **87**, 1383-1390
30. Götzinger, M., Peukert, W. (2003) Haftkraftverteilungen von rauhen Haftsyste men am Beispiel Kugel-Platte, *Chem. Ing. Tech.* **75**, 1848-1852
31. Gremmel, S., Paschke, A. (2007) Reducing allergens in egg and egg products, *Managing Allergens in Food*, 178-189
32. Groot, H.D., de Jong, N.W., Vuijk, M.H., Gerth van Wijk, R. (1996) Birch pollinosis and atopy caused by apple, peach, and hazelnut; comparison of three extraction procedures with two apple strains, *Allergy*, **51**, 712-718
33. Guttman, A. (1996) Capillary sodium dodecyl-sulfate gel electrophoresis of proteins, *Elektrophoresis*, **17**, 1333-1341
34. Häcker (2008) Fritz Häcker GmbH & Co.KG, Technische Informationen Gelatine
35. Hefle, S.L., Christie, L., Sicherer, S.H., Althage, K., Burks, A.W., Sampson, H.A., Mofidi, S., Noone, S.A., Michaelis, L., Strobel, S., Hourihane, J., Eigenmann, P., Nordlee, J.A., Taylor, S.L. (2003) Threshold dose for egg allergy determined by oral challenge. Proceedings of the Institute of Food Technology Annual Meeting, Chicago, IL
36. Hefle, S.L., Lambrecht, D.M. (2004) Validated sandwich enzyme-linked immunosorbent assay for casein and its application to retail and milk-allergic complaint foods, *J Food Prot*, **67**, 1933-1938
37. Hefle, S.L., Taylor, S.L. (2004) Food allergy and the food industry, *Curr Allergy Asthma Rep*, **4**, 55-9
38. Hird, H., Pumphrey, R., Wilson, P., Sunderland, J., Reece, P. (2000) Identification of peanut and hazelnut allergens by native two-dimensional gel electrophoresis
39. Hirose, J., Kitabatake, N., Kimura, A., Narita, H. (2004) Recognition of native and/or thermally induced denatured forms of the major food allergen, ovomucoid, by human IgE and mouse monoclonal IgG antibodies, *Biosci Biotechnol Biochem*, **68**, 2490-2497
40. Hirschwehr, R., Valenta, R., Ebner, C., Ferreira, F., Sperr, W.R., Valent, P., Rohac, M., Rumpold, H., Scheiner, O., Kraft, D. (1992) Identification of common allergenic

- structures in hazel pollen and hazelnuts: a possible explanation for sensitivity to hazelnuts in patients allergic to tree pollen, *J Allergy Clin Immunol*, **90**, 927-36
41. Holen, E., Elsayed, S. (1990) Characterization of four major allergens of hen egg-white by IEF/SDS-PAGE combined with electrophoretic transfer and IgE-immunoautoradiography, *Int Arch Allergy Appl Immunol*, **91**, 136-41
 42. Holzhauser, T., Vieths, S. (1999) Quantitative Sandwich ELISA for Determination of Traces of Hazelnut (*Corylus avellana*) Protein in Complex Food Matrixes, *J Agric Food Chem*, **47**, 4209-4218
 43. Holzhauser, T., Stephan, O., Vieths, S. (2002) Detection of Potentially Allergenic Hazelnut (*Corylus avellana*) Residues in Food: A Comparative Study with DNA PCR-ELISA and Protein Sandwich-ELISA, *J Agric Food Chem*, **50**, 5808-5815
 44. Hori, H., Hattori, S., Inouye, S., Kimura, A., Irie, S., Miyazawa, H., Sakaguchi, M. (2002) Analysis of the major epitope of the $\alpha 2$ chain of bovine type I collagen in children with bovine gelatin allergy, *J Allergy Clin Immunol*, **110** (4) 652-657
 45. Hourihane, J.O.B., Kilburn, S., Nordlee, J. (1997) An evaluation of the sensitivity of subjects with peanut allergy to very low doses of peanut protein: A randomised, double-blind placebo -controlled food challenge study. *J Allergy Clin Immunol*, **100**, 596-600
 46. IBR-Zerstäubungstechnik. (2008). from <http://www.duesen.biz/>
 47. Jäger, L., Wüthrich, B. (2002) Nahrungsmittelallergien und -intoleranzen. Immunologie - Diagnostik - Therapieprophylaxe. **2. Auflage**, Urban & Fischer-Verlag, Ulm Stuttgart Jena Lübeck
 48. Kakalis, L.T., Regenstein, J.M. (1986) Effect of pH and salts on the solubility of egg white protein, *J Food Sci*, **51**, 1445-7, 1455
 49. Kato, Y., Oozawa, E., Matsuda, T. (2001) Decrease in antigenic and allergenic potentials of ovomucoid by heating in the presence of wheat flour: dependence on wheat variety and intermolecular disulfide bridges, *J Agric Food Chem*, **49**, 3661-3665
 50. Keenan, T. R. (1994) Gelatin. In: Encyclopedia of Chemical Technology, Vol. 12, Hrsg. R. E. Kirk, R.E., Othmer, D. F., **4. Auflage**, Wiley & Sons, New York, 406-416
 51. Kelso, J.M., Jones, R.T., Yunginger, J.W. (1993) Anaphylaxis to measles, mumps, and rubella vaccine mediated by IgE to gelatin, *J Allergy Clin Immunol*, **91** (4) 867-872
 52. Kelso, J.M. (1999) The gelatin story, *J Allergy Clin Immunol*, **103**, 200-2022
 53. Kessler, H.G. (1996) Lebensmittel- und Bioverfahrenstechnik, Molkereitechnik, Freising-Weihenstephan: Verlag A. Kessler
 54. Kim, T.-E., Park, S.-W., Cho, N.-Y., Choi, S.-Y., Yong, T.-S., Nahrn, B.-H., Lee, S.S., Noh, G. (2002) Quantitative measurement of serum allergen-specific IgE on protein chip, *Exp Mol Med*, **34**, 152-158
 55. Klein, E., Baudner, S., Guenther, H.O. (1985) Immunochemical determination of hazelnut proteins by the electroimmunodiffusion method of Laurell. I. Optimized methodology, *Z Lebensm Unters Forsch*, **180**, 30-35
 56. Klein, E., Guenther, H.O. (1985) Determination of protein (Corylin) in hazelnuts by the electroimmunodiffusion of Laurell. II. Dependence of protein yield on the degree of roasting, *Z Lebensm Unters Forsch*, **180**, 36-40
 57. Kleinhans, D. (1987) Speisegelatine: Ein Allergen in Gummibärchen, *Allergologie*, **10** (6) 242-244
 58. Knight, M.I., Chambers, P.J. (2003) Problems associated with determining protein concentration: a comparison of techniques for protein estimations, *Mol Biotechnol*, **23**, 19-28
 59. Kohlmann, J. (2004). Mechanische Verfahrenstechnik – Umweltverfahrenstechnik; Skriptum

60. Kolbe, G. (2001) Gelatine - Eigenschaften und Auswahlkriterien in der Papierrestaurierung, Papierrestaurierung - Mitteilungen der IADA **2** (JAHRBUCH / SUPPLEMENT)
61. Koppelman, S.J., Knulst, A.C., Koers, W.J., Penninks, A.H., Peppelman, H., Vlooswijk, R., Pigmans, I., van Duijn, G., Hessing, M. (1999) Comparison of different immunochemical methods for the detection and quantification of hazelnut proteins in food products, *J Immunol Methods*, **229**, 107-120
62. Kopper, R.A., Odum, N.J., Sen, M., Helm, R.M., Stanley, J.S., Burks, A.W. (2005) Peanut Protein Allergens: The Effect of Roasting on Solubility and Allergenicity, *Int Arch Allergy Immunol*, **136**, 16-22
63. Kreft, D., Bauer, R., Goerlich, R. (1995) Nahrungsmittelallergene - Charakteristika und Wirkungsweisen, de Gruyter Verlag, Berlin, New York
64. Krupp, H. (1967) Particle adhesion: Theorie and experiment, *Advances in Colloid and Interface Science* **81** (2) 111-239
65. Ladisch, G. (2007) NUBILOSA Molekularzerstäubung GmbH + Co KG [<http://www.nubilosa.com>]
66. Lagaly, G., Schulz, O., Zimehl, R. (1997) Dispersionen und Emulsionen: Eine Einführung in die Kolloidik feinverteilter Stoffe einschließlich der Tonminerale, Steinkopff Verlag, Darmstadt
67. Langeland, T. (1982a) A clinical and immunological study of allergy to hen's egg white. II. Antigens in hen's egg white studied by crossed immunoelectrophoresis (CIE), *Allergy*, **37**, 323-33
68. Langeland, T. (1982b) A clinical and immunological study of allergy to hen's egg white. III. Allergens in hen's egg white studied by crossed radio-immunoelectrophoresis (CRIE), *Allergy*, **37**, 521-30
69. Lauer, I., Foetisch, K., Kolarich, D., Ballmer-Weber, B.K., Conti, A., Altmann, F., Vieths, S., Scheurer, S. (2004) Hazelnut (*Corylus avellana*) vicilin Cor a 11: molecular characterization of a glycoprotein and its allergenic activity, *Biochem J*, **383**, 327-334
70. Lechtenfeld, M. (2001) Auswertung der rheologischen und optischen Untersuchungen während der Gelierung des Systems Gelatine / Wasser mit Hilfe der Perkolationstheorie. Dissertation, Gerhard-Mercator-Universität Duisburg
71. Leduc, V., Demeulemester, C., Polack, B., Guizard, C., Le Guern, L., Peltre, G. (1999) Immunochemical detection of egg-white antigens and allergens in meat products, *Allergy (Copenhagen)*, **54**, 464-472
72. Lehninger, A.L. (1977) *Biochemie*, **2. Auflage**, Verlag Chemie, Weinheim, New York
73. Lefebvre, A.H. (1989) *Atomization and Sprays.*, Hemisphere Publishing Corporation, New York u.a.
74. Lifshitz, E.M. (1956) The Theory of Molecular Attractive Forces between Solids, *Soviet Physics* **2**, 2, 73-83
75. Lin, S. P.; Reitz, R. D. (1998) Drop and Spray Formation from a Liquid Jet. *Annual Review of Fluid Mechanics*, **30**, 85-105
76. Lorenz, A.R., Reese, G., Haustein, D., Vieths, S. (2001a) Versteckte Allergene in Lebensmitteln - noch immer ein Problem. *Bundesgesundheitsbl. - Gesundheitsforsch. - Gesundheitsschutz*, **44**, 466-675
77. Lorenz, A. R., Scheurer, S., Haustein, D., Vieths, S. (2001b) Recombinant food allergens, *J Chromatogr B*, **756**, 255-279
78. Lowry, O.H., Rosebrough, N.J., Farr, A.L., Randall, R.J. (1951) Protein measurement with the Folin phenol reagent, *Journal of Biological Chemistry*, **193**, 265-75
79. Maleki, S.J. (2004) Food processing: Effects on allergenicity, *Curr Opin Allergy Clin Immunol*, **4**, 241-245

80. Malmheden Yman, I. (1999) Hidden allergens in food detected and quantitated by specific antibodies. The 5th International Conference Agri-Food Antibodies '99, Norwich, UK, 14-17 September, Vortrag
81. Matissek, R., Schnepel, F.-M., Steiner, G. (1992) *Lebensmittelanalytik*, **2. Auflage**, Berlin, Heidelberg, New York, Springer Verlag
82. Maubois, J.L., Ollivier, G. (1997) Extraction of milk proteins, *Food Sci Technol*, **80**, 579-595
83. Meng, H. (2003) Gestaltung einer flexiblen Lebensmittelproduktion unter Berücksichtigung der Marktdynamik am Beispiel der Snack-Herstellung, Dresden: Technische Universität, Fakultät für Maschinenwesen, Dissertation
84. Monaci, L., Tregoat, V., van Hengel, A.J., Anklam, E. (2006) Milk allergens, their characteristics and their detection in food: A review, *Eur Food Res Technol*, **223**, 149-179
85. Nakayama, T., Aizawa, C., Kuno-Sakai, H. (1999) A clinical analysis of gelatin allergy and determination of its causal relationship to the previous administration of gelatin-containing acellular pertussis vaccine combined with diphtheria and tetanus toxoids, *J Allergy Clin Immunol*, **103** (2, part 1) 321-325
86. Natarajan, S., Xu, C., Caperna, T.J., Garrett, W.M. (2005) Comparison of protein solubilization methods suitable for proteomic analysis of soybean seed proteins, *Anal Biochem*, **342**, 214-220
87. Niggemann, B., Binder, C., Klettke, U., Wahn, U. (1999) In vivo and in vitro studies on the residual allergenicity of partially hydrolysed infant formulae, *Acta Paediatr*, **88**, 394-398
88. Norgaard, A., Skov, P.S., Bindslev-Jensen, C. (1992) Egg and milk allergy in adults: comparison between fresh foods and commercial allergen extracts in skin prick test and histamine release from basophils, *Clin Exp Allergy*, **22**, 940-947
89. Pastorello, E.A., Trambaioli, C. (2001) Isolation of food allergens, *J Chromatogr B*, **756**, 71-84
90. Pastorello, E.A., Vieths, S., Pravettoni, V., Farioli, L., Trambaioli, C., Fortunato, D., Luttkopf, D., Calamari, M., Ansaloni, R., Scibilia, J., Ballmer-Weber, B.K., Poulsen, L.K., Wutrich, B., Hansen, K.S., Robino, A.M., Ortolani, C., Conti, A. (2002) Identification of hazelnut major allergens in sensitive patients with positive double-blind, placebo-controlled food challenge results, *J Allergy Clin Immunol*, **109**, 563-570
91. Podzeck, F., Newton, J.M., James, M.B. (1985) Adhesion and Friction between Powders and Polymer or Aluminium Surfaces Determined by a Centrifuge Technique, *Powder Technology* **83** 201-209
92. Poms, R.E., Anklam, E. (2004) Effects of chemical, physical, and technological processes on the nature of food allergens, *J AOAC Int*, **87**, 1466-1474
93. Poms, R.E., Klein, C.L., Anklam, E. (2004a) Methods for allergen analysis in food: A review, *Food Additives and Contaminants*, **21** (1) 1-31
94. Poms, R.E., Capelletti, C., Anklam, E. (2004b) Effect of roasting history and buffer composition on peanut protein extraction efficiency, *Mol Nutr Food Res*, **48**, 459-464
95. Pool, V., Braun, M.M., Kelso, J.M., Mootrey, G., Chen, R.T., Yunginger J.W., Jacobson, R.M., Gargiullo, P. M., and the VAERS Team (2002) Prevalence of Anti-Gelatin IgE Antibodies in People With Anaphylaxis After Measles-Mumps-Rubella Vaccine in the United States, *Pediatrics*, **110** (6) 71-80
96. Reed, J. (1988) The adhesion of small particles to surfaces. *Particles on surfaces 2: Detection, adhesion, and removal*, Plenum Press, K. L. H. Mittal. New York
97. Resano, A., Crespo, E., Fernandez Benitez, M., Sanz, M.L., Oehling, A. (1998) Atopic dermatitis and food allergy. *Journal of Investigational Allergology and Clinical Immunology*, **8**, 271-276
98. Richter, T. (2004). *Zerstäuben von Flüssigkeiten*, Expert-Verlag, Renningen

99. Richtlinie 2000/13/EG des Europäischen Parlaments und des Rates zur Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedstaaten über die Etikettierung zur und Aufmachung von Lebensmitteln sowie die Werbung hierfür vom 20. März 2000
100. Richtlinie 2003/89/EG des Europäischen Parlaments und des Rates zur Änderung der Richtlinie 2000/13/EG hinsichtlich der Angabe der in Lebensmitteln enthaltenen Zutaten vom 10. November 2003
101. Ring, J. (1988) Klinik und Einteilung allergischer Erkrankungen. In: Angewandte Allergologie, Medizin Verlag GmbH, München
102. Rippberger, S. (2008) Disperse Stoffsysteme - Arten, Charakterisierung, spezifische Eigenschaften, Anwendungen, Kaiserslautern
103. Roosen, G. A. (1991) Untersuchungen zur Beweglichkeit von Wassermolekülen in den Biopolymeren Stärke und Gelatine, Dissertation, Universität Hamburg
104. Roux, K.H., Teuber, S.S., Sathe, S.K. (2003) Tree Nut Allergens, *Int Arch Allergy Immunol*, **131**, 234-244
105. Rumpf, H. (1974) Die Wissenschaft des Agglomerierens, *Chem.-Ing.-Tech.* **46** (1) 1-11
106. Sakaguchi, M., Ogura, H., Inouye, S. (1995) IgE antibody to gelatin in children with immediate-type reactions to measles and mumps vaccines, *J Allergy Clin Immunol*, **96**, 563-565
107. Sakaguchi, M., Nakayama, T., Inouye, S. (1996) Food allergy to gelatin in children with systemic immediate-type reactions, including anaphylaxis, to vaccines, *J Allergy Clin Immunol*, **98**, 1058-1061
108. Schäppi, G. (2002) Methoden zum Nachweis von Allergenen in Lebensmitteln. Anforderungen, Grenzen und Möglichkeiten, *Mitt. Lebensm. Hyg.*, **93**, 550-559
109. Scheibe, B., Weiss, W., Rueff, F., Przybilla, B., Gorg, A. (2001) Detection of trace amounts of hidden allergens: hazelnut and almond proteins in chocolate, *J Chromatogr B Biomed Sci Appl*, **756**, 229-237
110. Schocker, F., Luttkopt, D., Muller, U., Thomas, P., Vieths, S., Becker, W.M. (2000) IgE binding to unique hazelnut allergens: Identification of non pollen-related and heat-stable hazelnut allergens eliciting severe allergic reactions, *Eur J Nutr*, **39**, 172-180
111. Schocker, F., Becker, W.M. (2001) Optimization of electrophoresis for the identification of low molecular mass allergens in hazelnuts, *J Chromatogr B Biomed Sci Appl*, **756**, 105-111
112. Schrieber, R., H. Gareris, H. (2007). *Gelatine Handbook - Theory and Industrial Practice*. Weinheim, WILEY-VCH-Verlag, Weinheim
113. Schubert, H. (1979) Grundlagen des Agglomerierens, *Chem.-Ing.-Tech.* **51** (4) 266-277
114. Schubert, H. (2003a) *Handbuch der mechanischen Verfahrenstechnik.*, Wiley-VCH-Verlag, Weinheim
115. Schubert, S. (2003b) Charakterisierung und Isolierung von Allergenen der Tomate (*Lycopersicon lycopersicum* (L.) Karst. ex Farw.), Dissertation, Universität Hamburg, Institut für Biochemie und Lebensmittelchemie
116. Senti, G., Ballmer-Weber, B.K., Wuthrich, B. (2000) Nüsse, Samen und Kerne aus allergologischer Sicht, *Schweiz Med Wochenschr*, **130**, 1795-1804
117. *Spraying Systems* (2008). *Düsen und Zerstäuber für die Industrie - Katalog D55M*. Hamburg, *Spraying Systems Deutschland GmbH*
118. Takana, N., Utsumi, I. (1963) A Study of the Sol-Gel Transformation of gelatin Solutions., *Bulletin of the Chemical Society of Japan* **63** (1) 63-66
119. Taylor, S.L., Hefle, S.L., Bindslev-Jensen, C., Bock, S.A., Burks, A.W. Jr., Christie, L., Hill, D.J., Host, A., Hourihane, J.O., Lack, G., Metcalfe, D.D., Moneret-Vautrin, D.A., Vadas, P.A., Rance, F., Skrypec, D.J., Trautman, T.A., Yman, I.M., Zeiger, R.S. (2002) Factors affecting the determination of threshold doses for allergenic foods: How much is too much? *Journal of Allergy and Clinical Immunology*, **109**, 24-30

120. van Oss, C.J., Wu, W., Giese, R.F. (1998) Lifshitz-van der Waals, Lewisacid-base and electrostatic interactions in adhesion in aqueous media. First International congress on adhesion science and technology; Ed.: Mittal, K. L., Van Ooij, W. J., Anderson, H. R.
121. Vervolet, D., Senft, M., Dugue, P., Arnaud, A., Charpin, J. (1983) Anaphylactic reactions to modified fluid gelatins, *J Allergy Clin Immunol*, **71**, 535-540
122. Vieluf, I., Besler, M., Paschke, A., Steinhart, H., Vieluf, D. (2002) Practical approach to adverse food reactions, *New Trends in Allergy V*, 5th, Davos, Switzerland, Sept. 15-17, 2000, 190-202
123. Vieths, S., Schöning, B., Brockmann, S., Aulepp, H.. (1992) Plant-derived food allergies. Preparation and characterisation of fruit and vegetable extracts for serological investigations; *Dtsch Lebensmitt Rundsch*, **88**, 239-243
124. Vieths, S., Jankiewicz, A., Holzhauser, T. (1999) Characterization of allergens and detection of potentially allergenic constituents in processed foods, *Analytiker-Taschenbuch*, **20**, 3-44
125. Vieths, S., Meyer, A.H., Ehlers, I., Fuchs, T., Kleine-Tebbe, J., Lepp, U., Niggemann, B., Saloga, J., Sennekamp, J., Vieluf, I., Werfel, T., Zuberbier, T., Jäger, L. (2001) Zur Deklaration „versteckter Allergene“ in Lebensmitteln. *Allergo J*, **10**, 130-136
126. Vieths, S., Scheurer, S., Ballmer-Weber, B. K. (2002) Current understanding of cross-reactivity of food allergens and pollen, *Ann N Y Acad Sci*, **964**, 47-68
127. Visser, J. (1972) On Hamaker Constants: A Comparison between Hamaker Constants and Lifshitz-van der Waals Constants. In: Overbeek, J., Prins, W., Zettelmayer, A. C. (Hrsg.): *Advances in Colloid and Interface Science*, Elsevier, Amsterdam
128. Visser, J. (1995) Particle adhesion and removal: a review, *Particulate science and technology : an international journal* **13**, 169-196
129. Wahl, R., Kleinhans, D. (1989) IgE-mediated allergic reactions to fruit gums and the investigation of cross-reactivity between gelatine and modified gelatine-containing products, *Clinical and experimental Allergy*, **19**, 77-80
130. Wal, J.-M. (2004) Bovine milk allergenicity, *Ann Allergy Asthma Immunol*, **93**, 2-11
131. Wang, J., Sicherer, S.H. (2005) Anaphylaxis following ingestion of candy fruit chews, *Annals of Allergy, Asthma & Immunology*, **94**, 530-533
132. Weigl, B. (2004) Trennkräfte zwischen Mikroorganismen, Partikeln und Oberflächen. Dissertation, TU München
133. Wensing, M., Penninks, A., Hefle, S.L., Akkerdaas, J.H., van Ree, R., Koppelman, S.J., Buijnzeel-Koomen, C.A., Knulst, A.C. (2002) The range of minimum provoking doses in hazelnut-allergic patients as determined by double-blind, placebo-controlled food challenges. *Clinical and Experimental Allergy*, **32**, 1757-1762
134. Westphal, C.D., Pereira, M.R., Raybourne, R.B., Williams, K.M. (2004) Evaluation of extraction buffers using the current approach of detecting multiple allergenic and nonallergenic proteins in food, *J AOAC Int*, **87**, 1458-1465
135. Wigotzki, M., Steinhart, H., Paschke, A. (2000) Influence of varieties, storage and heat treatment on IgE-binding proteins in hazelnuts (*Corylus avellana*), *Food Agric Immunol*, **12**, 217-229
136. Wildbrett, G. (Hrsg.) (1997) *Reinigung und Desinfektion in der Lebensmittelindustrie*, Behr's Verlag, Hamburg
137. Williams, J. (2004) Food allergens: effectively managing processing risks. *Food Protection Trends*, **24** (1) 20-22
138. Wozniak, G. (2002) *Zerstäubungstechnik. Prinzipien, Verfahren, Geräte.*, Springer-Verlag, Berlin, ISBN: 3540411704
139. Wüthrich, B. (1993) Nahrungsmittelallergie. *Allergologie*, **16**, 280-287
140. Wüthrich, B. (1996) Zur Nahrungsmittelallergie: Begriffsbestimmungen, Diagnostik, *Epidemiologie, Klinik, Schweizerische medizinische Wochenschrift*, **126**, 770-776

141. Wüthrich, B. (2000) Lethal or life-threatening allergic reactions to food. *Investig Allergol Clin Immunol*, **10** (2) 59-65
142. Yeung, J.M., Newsome, W.H., Abbott, M.A. (2000) Determination of egg proteins in food products by enzyme immunoassay, *J AOAC Int*, **83**, 139-143

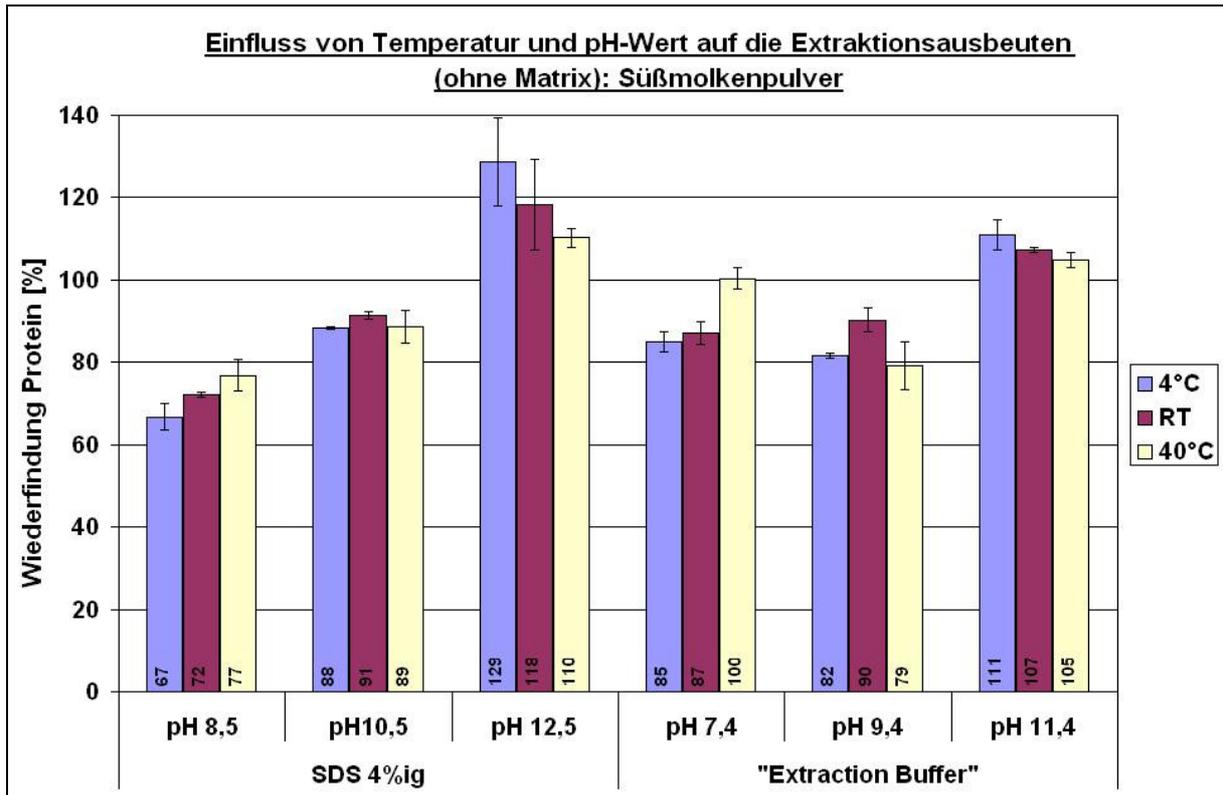


Abb. A 1: Prozentuale Proteinausbeuten der Extraktion von Süßmolkenpulver mit 4 %iger SDS - Lösung (pH 8.5, pH 10.5 und pH 12.5) und „Extraction Buffer“ (pH 7.4, pH 9.4 und pH 11.4) bei Extraktionstemperaturen von 4 °C, RT und 40 °C.

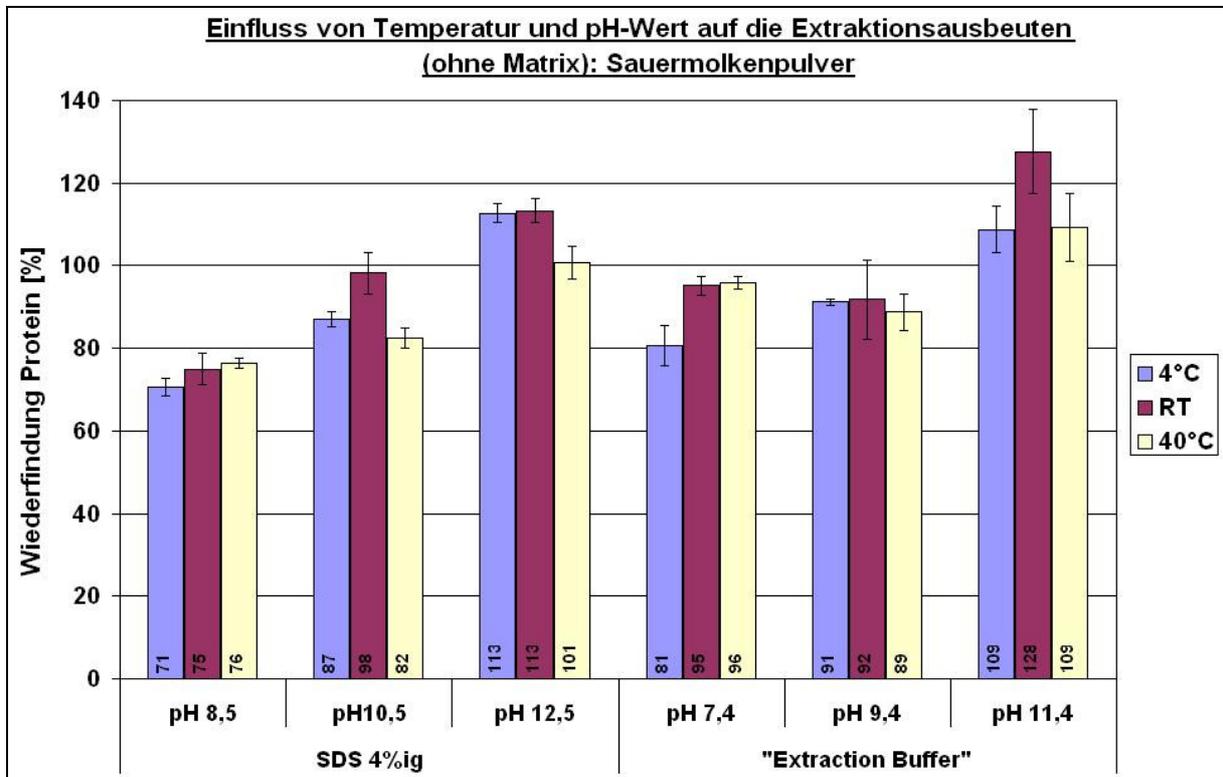


Abb. A 2: Prozentuale Proteinausbeuten der Extraktion von Sauermolkenpulver mit 4 %iger SDS - Lösung (pH 8.5, pH 10.5 und pH 12.5) und „Extraction Buffer“ (pH 7.4, pH 9.4 und pH 11.4) bei Extraktionstemperaturen von 4 °C, RT und 40 °C.

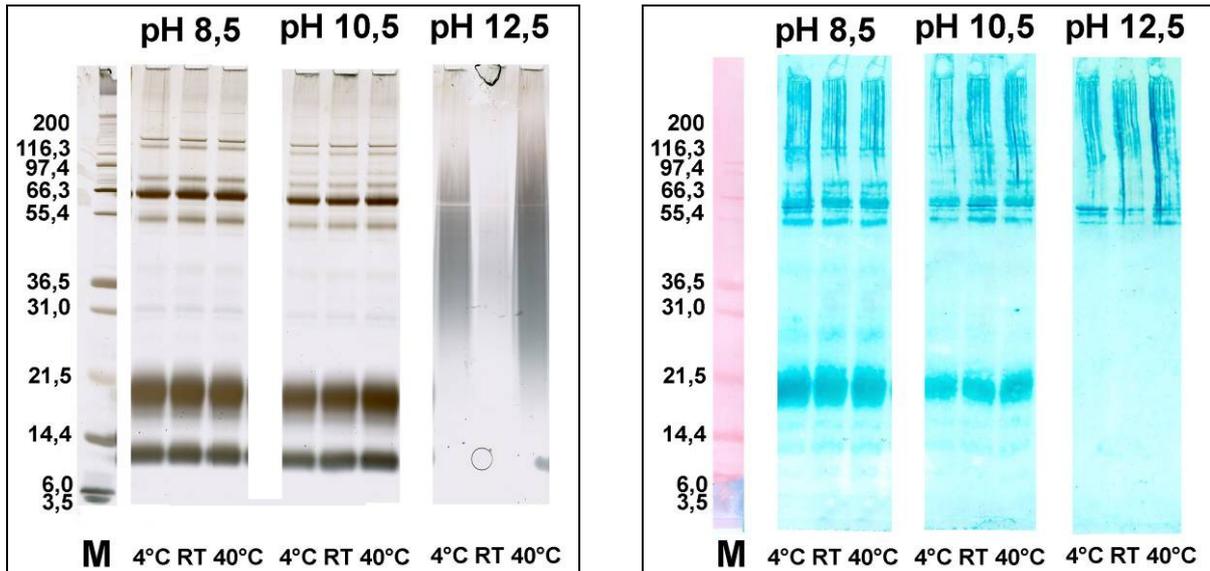


Abb. A 3: **links:** Unspezifische Silberfärbung des Elektropherogrammes der SDS - Extrakte von Süßmolkenpulver (pH 8.5, pH 10.5 und pH 12.5) hergestellt bei 4 °C, RT und 40 °C (ohne Matrixzusatz); **rechts:** Spezifischer Immunoblot der SDS - Extrakte von Süßmolkenpulver (pH 8.5, pH 10.5 und pH 12.5) hergestellt bei 4 °C, RT und 40 °C (ohne Matrixzusatz);

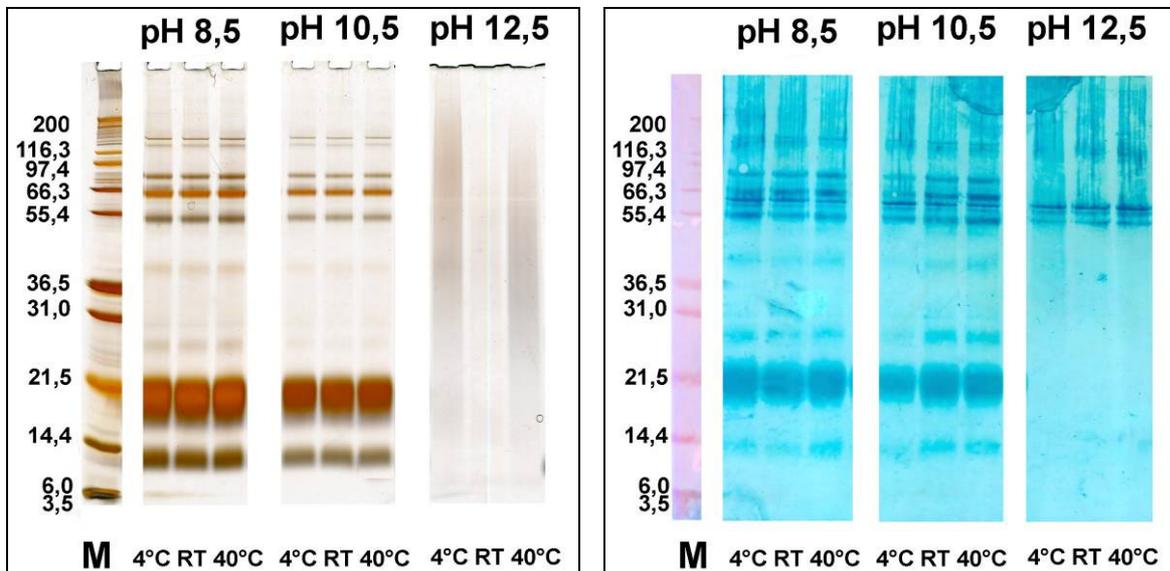


Abb. A 4: **links:** Unspezifische Silberfärbung des Elektropherogrammes der SDS - Extrakte von Sauermolkenpulver (pH 8.5, pH 10.5 und pH 12.5) hergestellt bei 4 °C, RT und 40 °C (ohne Matrixzusatz); **rechts:** Spezifischer Immunoblot der SDS - Extrakte von Sauermolkenpulverpulver (pH 8.5, pH 10.5 und pH 12.5) hergestellt bei 4 °C, RT und 40 °C (ohne Matrixzusatz);

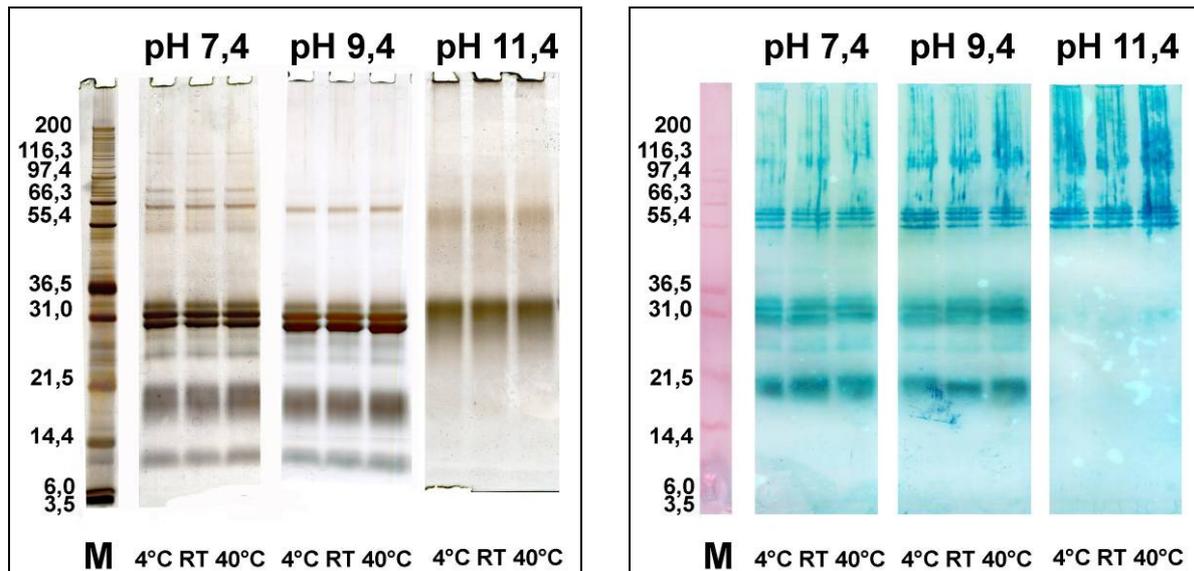


Abb. A 5: **links:** Unspezifische Silberfärbung des Elektropherogrammes der „Extraction Buffer“ - Extrakte von Magermilchpulver (pH 7.4, pH 9.4 und pH 11.4) hergestellt bei 4 °C, RT und 40 °C (ohne Matrixzusatz); **rechts:** Spezifischer Immunoblot der „Extraction Buffer“ - Extrakte von Magermilchpulver (pH 7.4, pH 9.4 und pH 11.4) hergestellt bei 4 °C, RT und 40 °C (ohne Matrixzusatz);

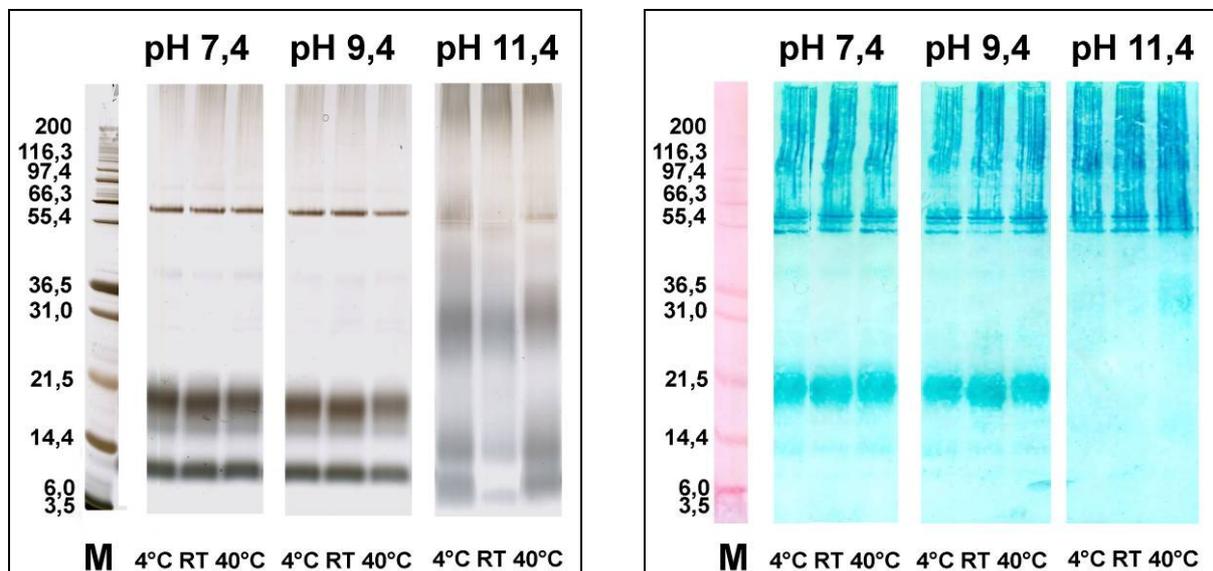


Abb. A 6: **links:** Unspezifische Silberfärbung des Elektropherogrammes der „Extraction Buffer“ - Extrakte von Süßmolkenpulver (pH 7.4, pH 9.4 und pH 11.4) hergestellt bei 4 °C, RT und 40 °C (ohne Matrixzusatz); **rechts:** Spezifischer Immunoblot der „Extraction Buffer“ - Extrakte von Süßmolkenpulverpulver (pH 7.4, pH 9.4 und pH 11.4) hergestellt bei 4 °C, RT und 40 °C (ohne Matrixzusatz);

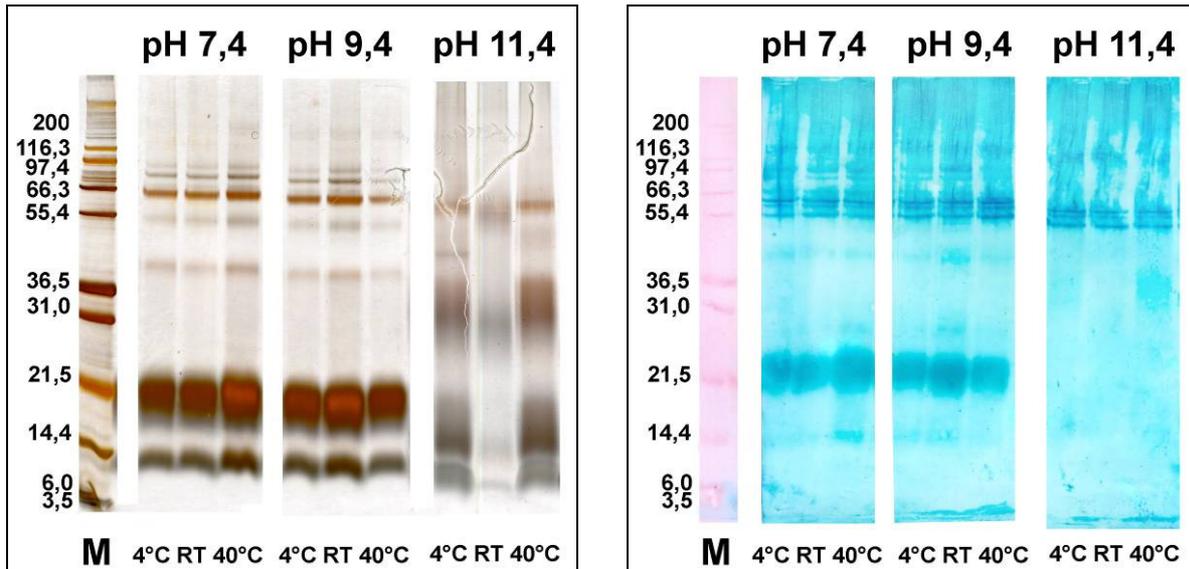


Abb. A 7: **links:** Unspezifische Silberfärbung des Elektropherogrammes der „Extraction Buffer“ - Extrakte von Sauermolkenpulver (pH 7.4, pH 9.4 und pH 11.4) hergestellt bei 4 °C, RT und 40 °C (ohne Matrixzusatz); **rechts:** Spezifischer Immunoblot der „Extraction Buffer“ - Extrakte von Sauermolkenpulver (pH 7.4, pH 9.4 und pH 11.4) hergestellt bei 4 °C, RT und 40 °C (ohne Matrixzusatz);

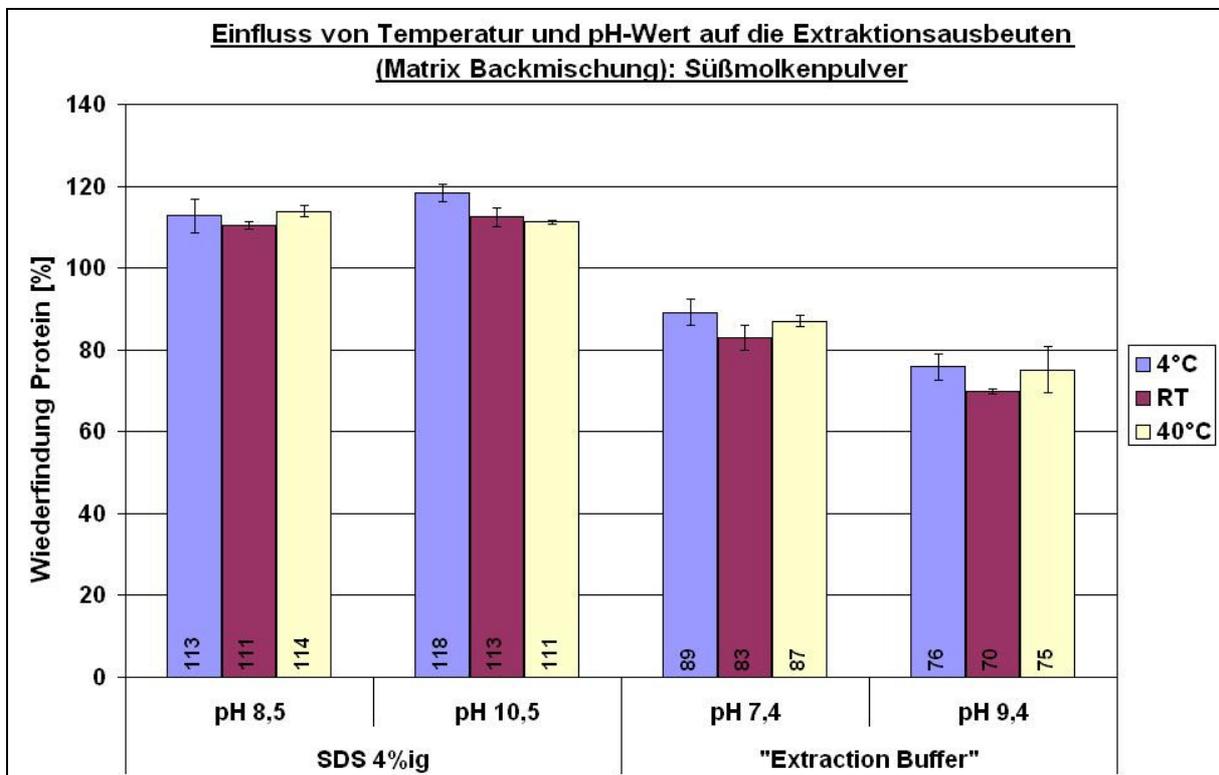


Abb. A 8: Prozentuale Proteinausbeuten der Extraktion von Süßmolkenpulver mit 4 %iger SDS - Lösung (pH 8.5, pH 10.5 und pH 12.5) und „Extraction Buffer“ (pH 7.4, pH 9.4 und pH 11.4) unter Zusatz von Backmischung bei Extraktionstemperaturen von 4 °C, RT und 40 °C.

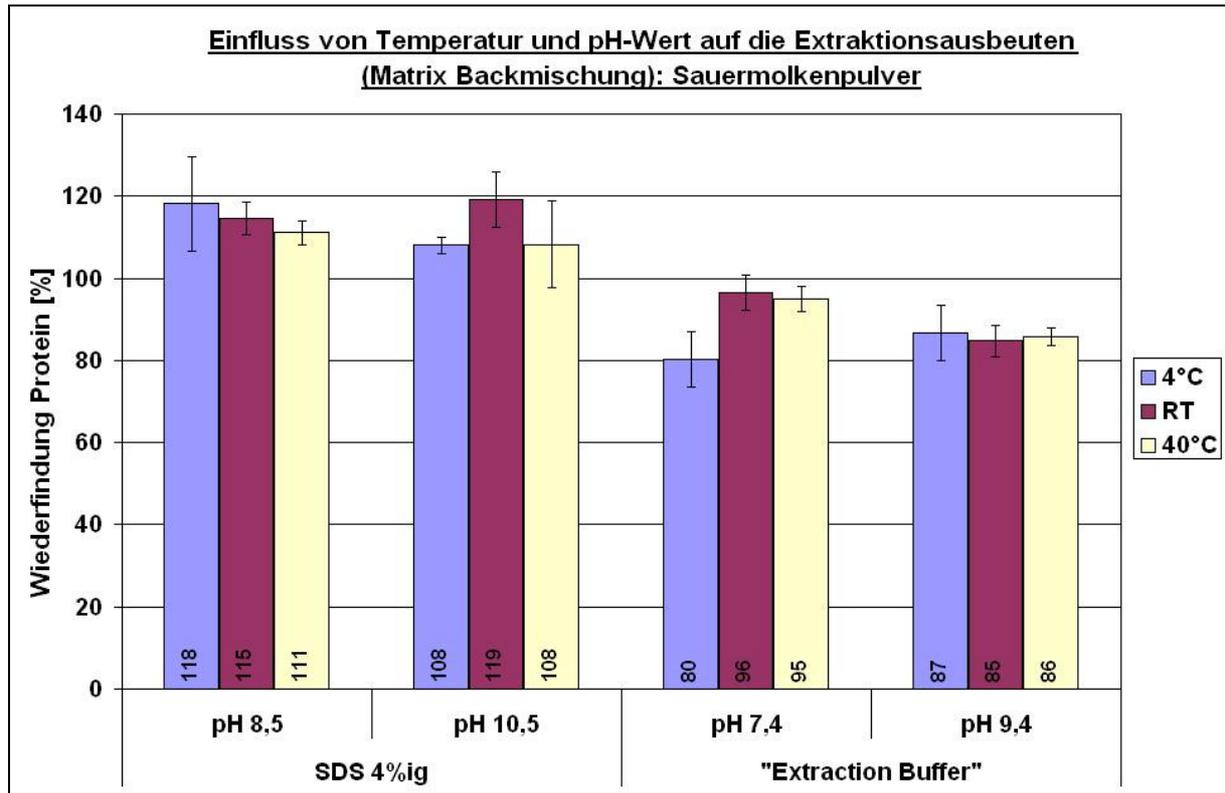


Abb. A 9: Prozentuale Proteinausbeuten der Extraktion von Sauermolkenpulver mit 4 %iger SDS - Lösung (pH 8.5, pH 10.5 und pH 12.5) und „Extraction Buffer“ (pH 7.4, pH 9.4 und pH 11.4) unter Zusatz von Backmischung bei Extraktionstemperaturen von 4 °C, RT und 40 °C.

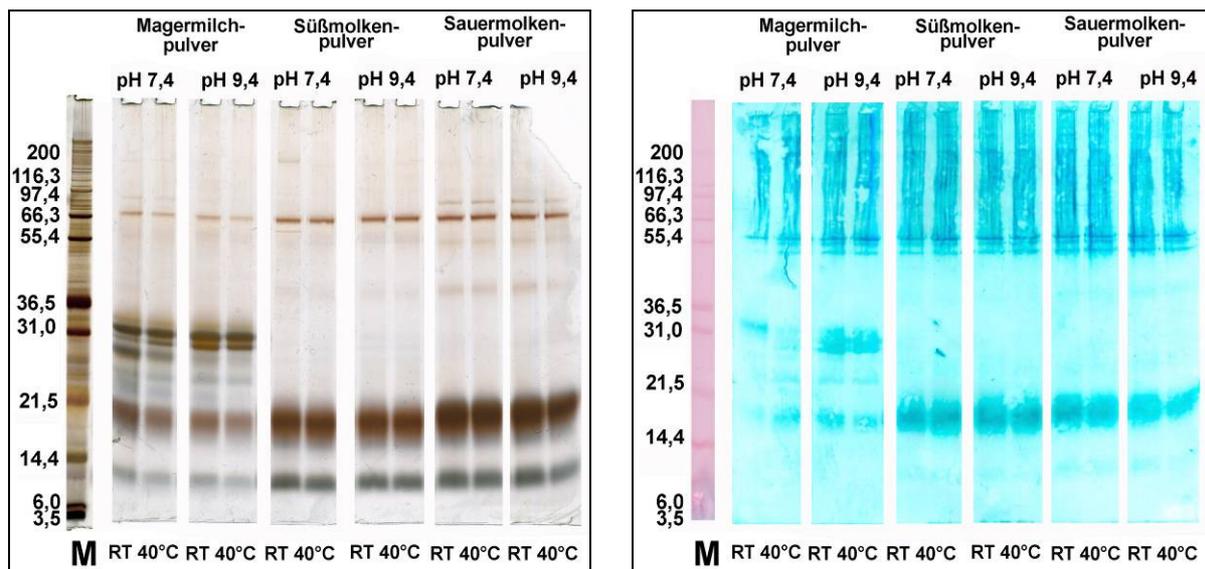


Abb. 10: **links:** Unspezifische Silberfärbung des Elektropherogrammes der „Extraction Buffer“ - Extrakte (pH 7.4 und pH 9.4) der Milchprodukte hergestellt bei RT bzw. 40 °C mit Backmischungs - Zusatz; **rechts:** Spezifischer Immunoblot der „Extraction Buffer“ - Extrakte (pH 7.4 und pH 9.4) der Milchprodukte hergestellt bei RT bzw. 40 °C mit Backmischungs - Zusatz;

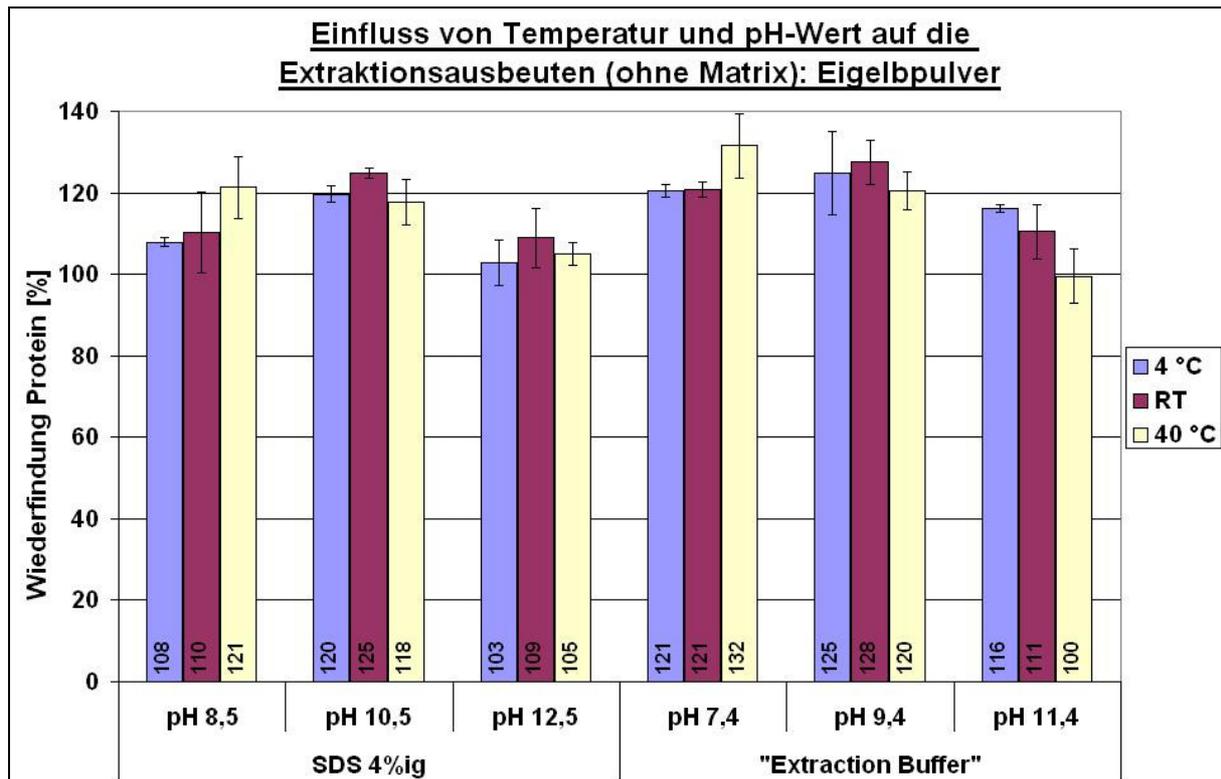


Abb. A 11: Prozentuale Proteinausbeuten der Extraktion von Eigelbpulver mit 4 %iger SDS - Lösung (pH 8,5, pH 10,5 und pH 12,5) und „Extraction Buffer“ (pH 7,4, pH 9,4 und pH 11,4) bei Extraktionstemperaturen von 4 °C, RT und 40 °C.

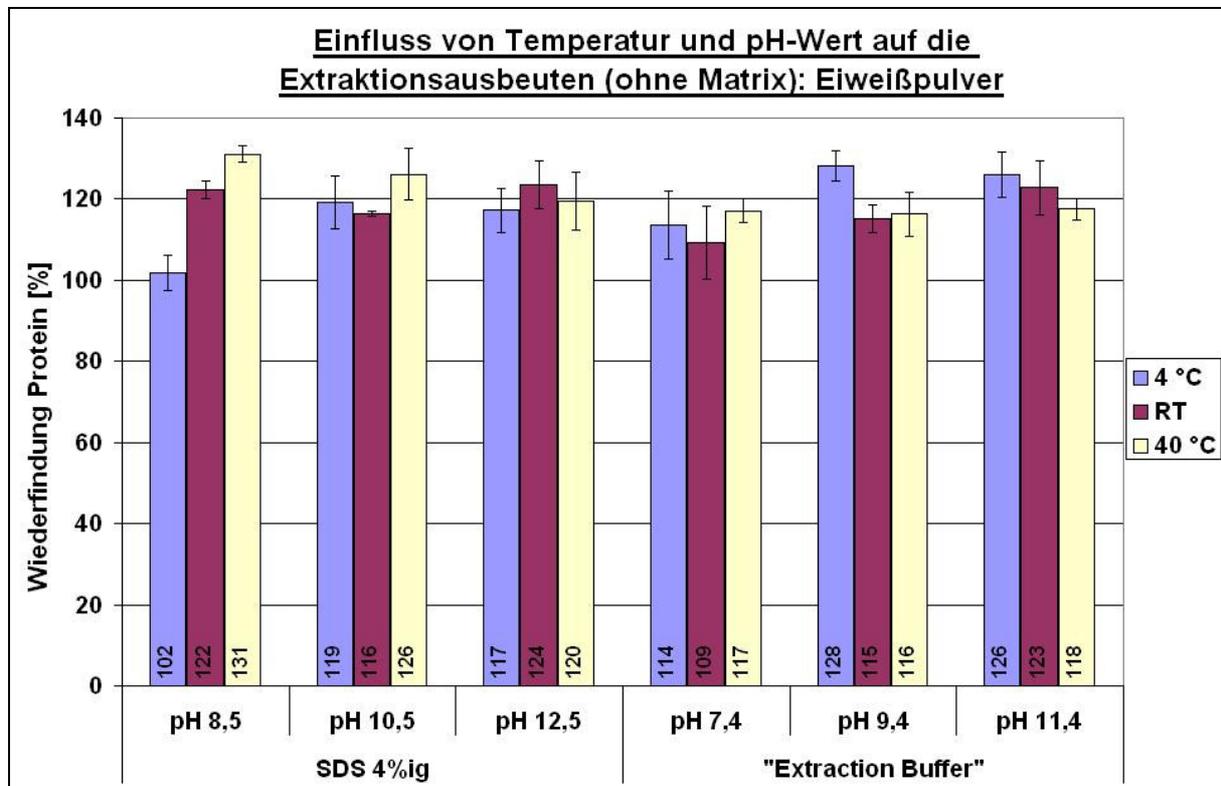


Abb. A 12: Prozentuale Proteinausbeuten der Extraktion von Eiweißpulver mit 4 %iger SDS - Lösung (pH 8,5, pH 10,5 und pH 12,5) und „Extraction Buffer“ (pH 7,4, pH 9,4 und pH 11,4) unter Zusatz von Backmischung bei Extraktionstemperaturen von 4 °C, RT und 40 °C.

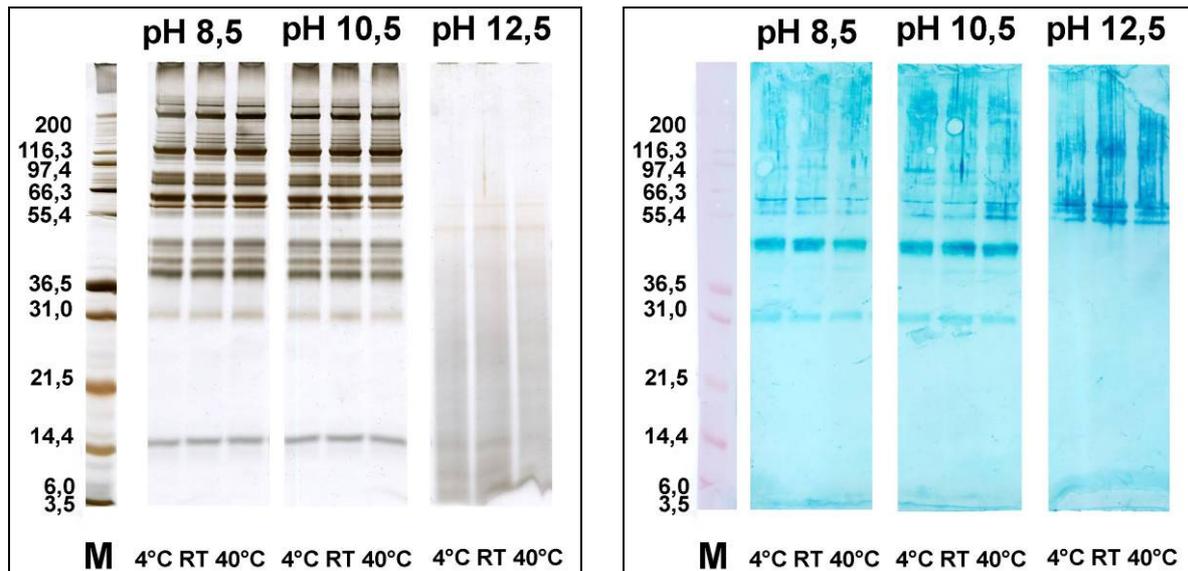


Abb. 13: **links:** Unspezifische Silberfärbung des Elektropherogrammes der SDS - Extrakte von Eigelbpulver (pH 8.5, pH 10.5 und pH 12.5) hergestellt bei 4 °C, RT und 40 °C (ohne Matrixzusatz); **rechts:** Spezifischer Immunoblot der SDS - Extrakte von Eigelbpulver (pH 8.5, pH 10.5 und pH 12.5) hergestellt bei 4 °C, RT und 40 °C (ohne Matrixzusatz);

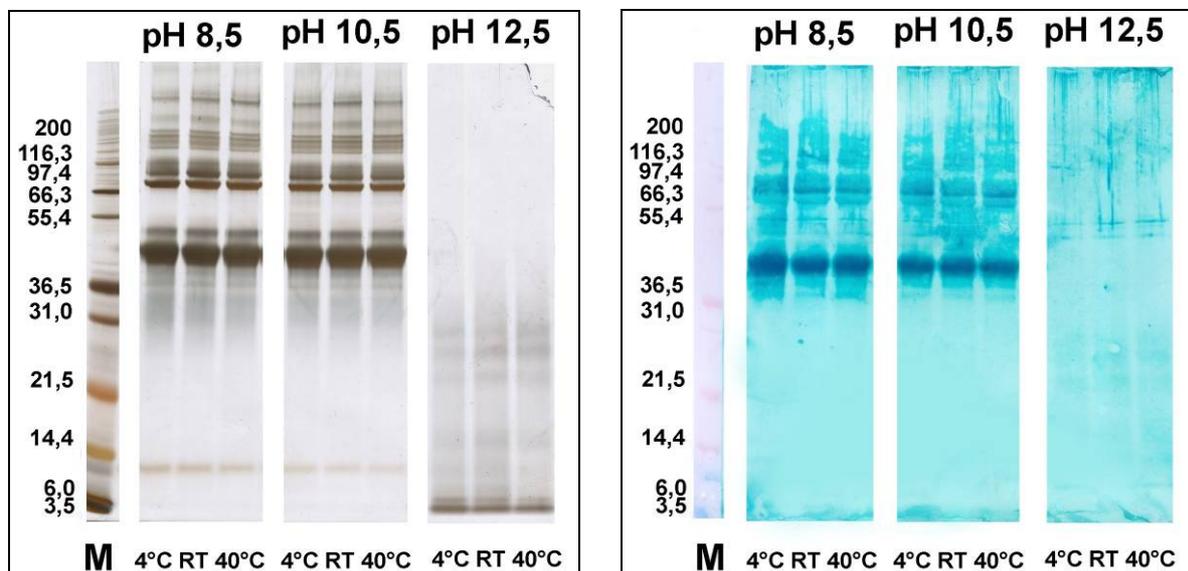


Abb. 14: **links:** Unspezifische Silberfärbung des Elektropherogrammes der SDS - Extrakte von Eiweißpulver (pH 8.5, pH 10.5 und pH 12.5) hergestellt bei 4 °C, RT und 40 °C (ohne Matrixzusatz); **rechts:** Spezifischer Immunoblot der SDS - Extrakte von Eiweißpulver (pH 8.5, pH 10.5 und pH 12.5) hergestellt bei 4 °C, RT und 40 °C (ohne Matrixzusatz);

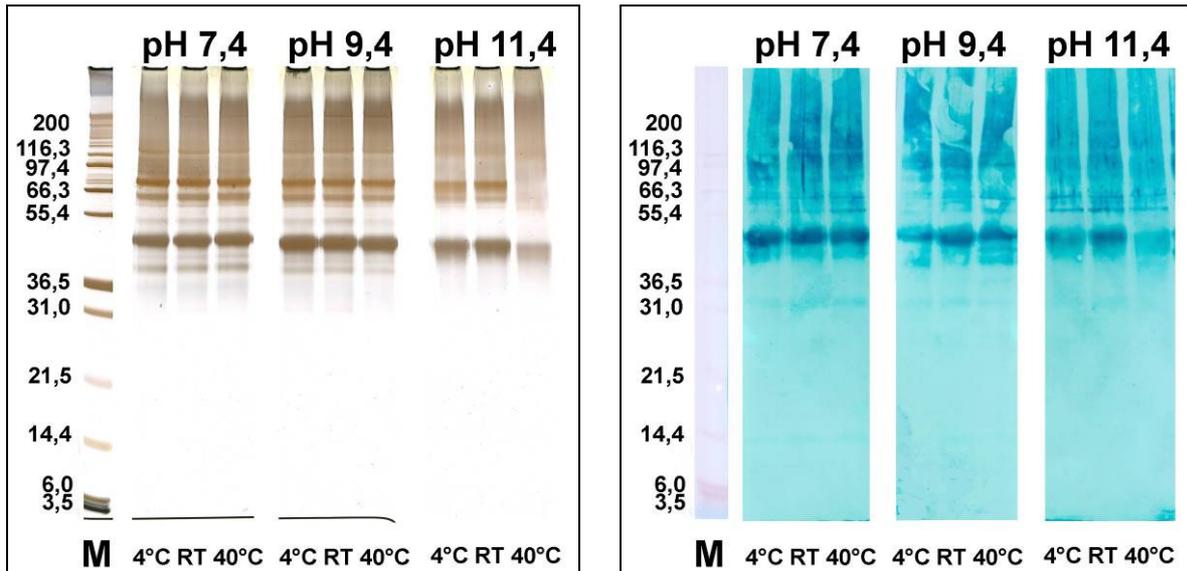


Abb. 15: **links:** Unspezifische Silberfärbung des Elektropherogrammes der „Extraction Buffer“ - Extrakte von Volleipulver (pH 7.4, pH 9.4 und pH 11.4) hergestellt bei 4 °C, RT und 40 °C (ohne Matrixzusatz); **rechts:** Spezifischer Immunoblot des Elektropherogrammes der „Extraction Buffer“ - Extrakte von Volleipulver (pH 7.4, pH 9.4 und pH 11.4) hergestellt bei 4 °C, RT und 40 °C (ohne Matrixzusatz);

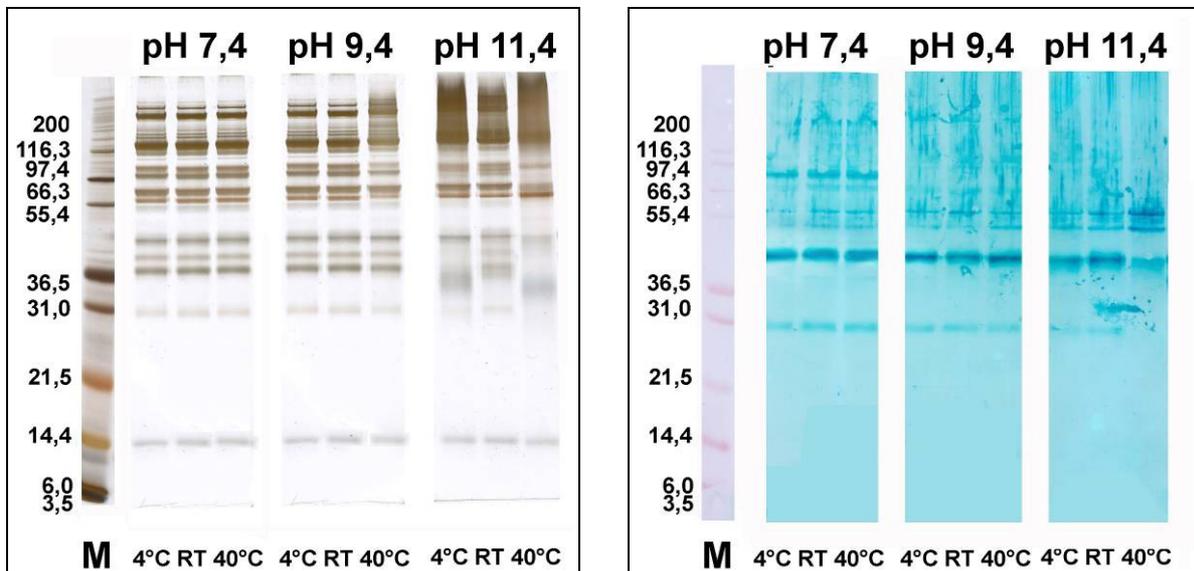


Abb. 16: **links:** Unspezifische Silberfärbung des Elektropherogrammes der „Extraction Buffer“ - Extrakte von Eigelbpulver (pH 7.4, pH 9.4 und pH 11.4) hergestellt bei 4 °C, RT und 40 °C (ohne Matrixzusatz); **rechts:** Spezifischer Immunoblot des Elektropherogrammes der „Extraction Buffer“ - Extrakte von Eigelbpulver (pH 7.4, pH 9.4 und pH 11.4) hergestellt bei 4 °C, RT und 40 °C (ohne Matrixzusatz);

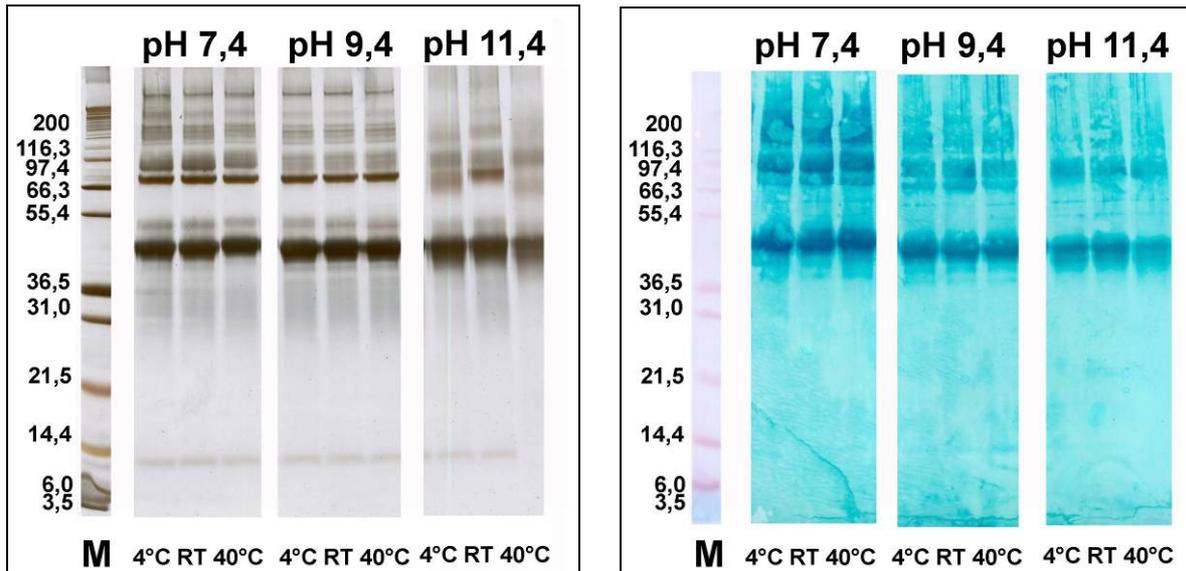


Abb. 17: **links:** Unspezifische Silberfärbung des Elektropherogrammes der „Extraction Buffer“-Extrakte von Eiweißpulver (pH 7.4, pH 9.4 und pH 11.4) hergestellt bei 4 °C, RT und 40 °C (ohne Matrixzusatz); **rechts:** Spezifischer Immunoblot des Elektropherogrammes der „Extraction Buffer“-Extrakte von Eiweißpulver (pH 7.4, pH 9.4 und pH 11.4) hergestellt bei 4 °C, RT und 40 °C (ohne Matrixzusatz);

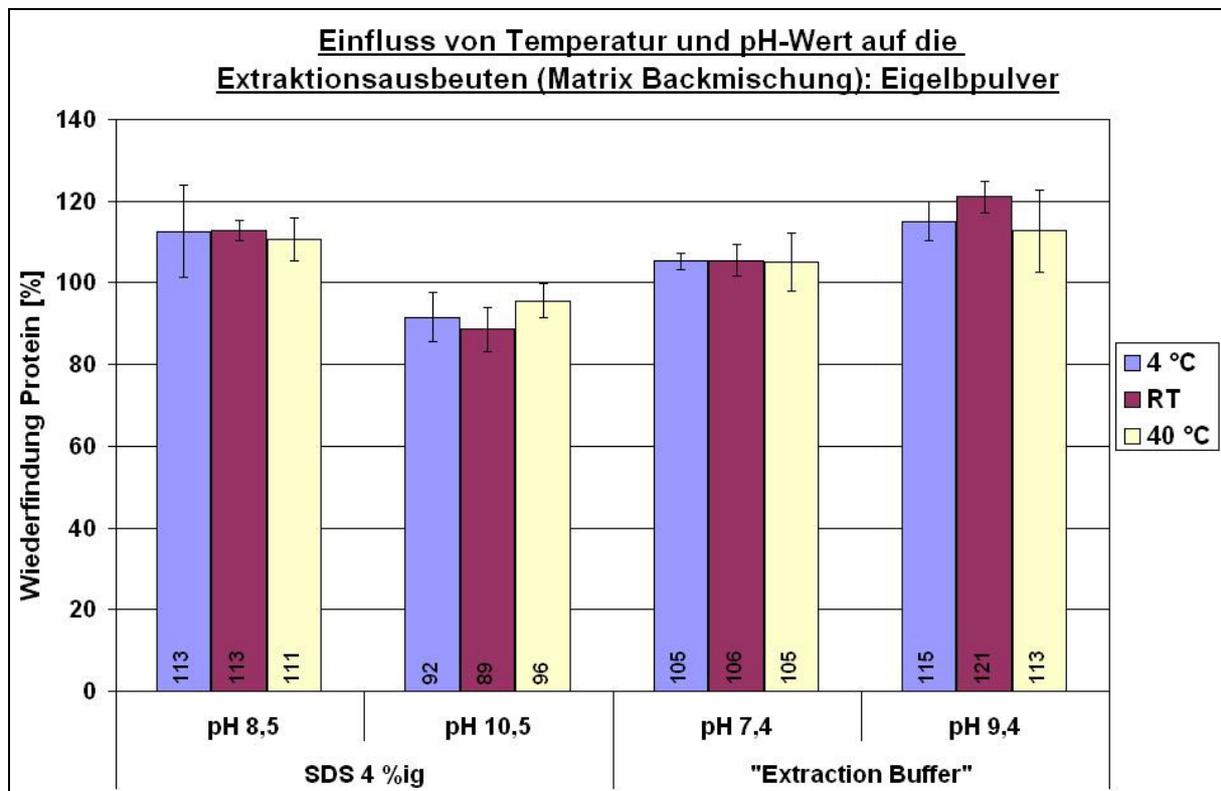


Abb. A 18: Prozentuale Proteinausbeuten der Extraktion von Eigelbpulver mit 4 %iger SDS - Lösung (pH 8.5, pH 10.5 und pH 12.5) und „Extraction Buffer“ (pH 7.4, pH 9.4 und pH 11.4) unter Zusatz von Backmischung bei Extraktionstemperaturen von 4 °C, RT und 40 °C.

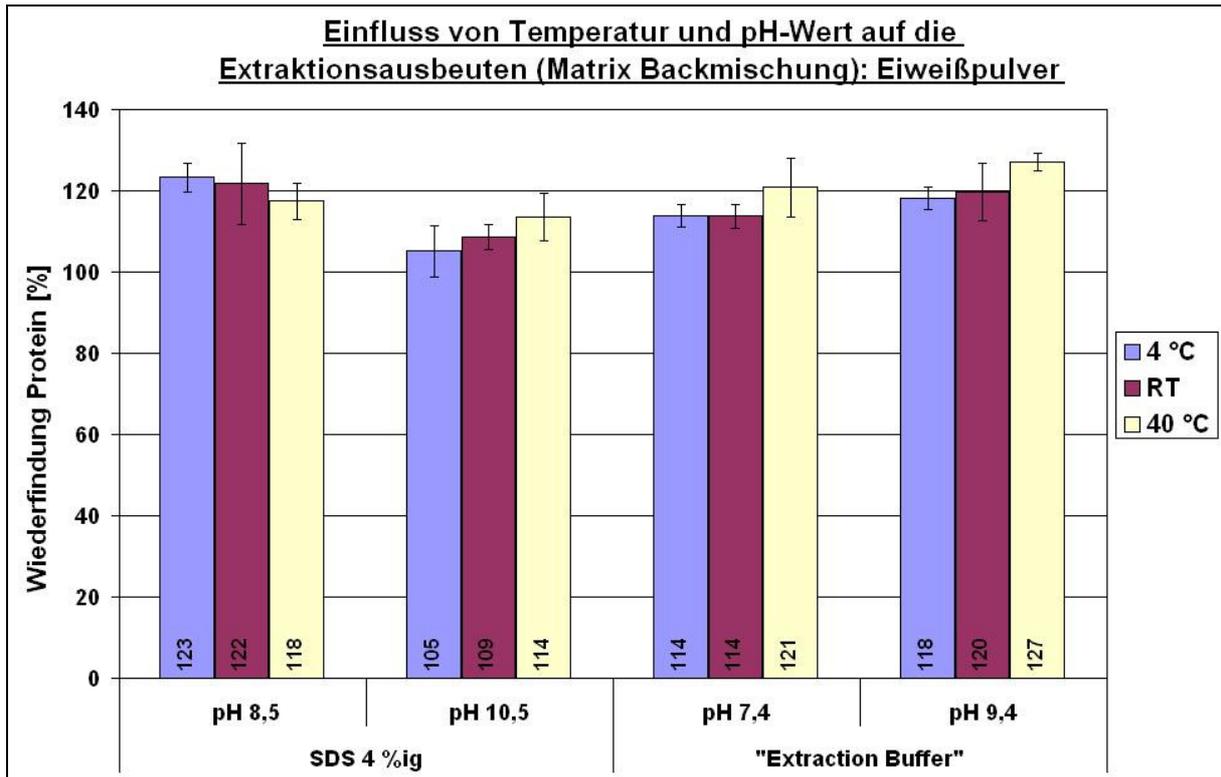


Abb. A 19: Prozentuale Proteinausbeuten der Extraktion von Eiweißpulver mit 4 %iger SDS - Lösung (pH 8,5, pH 10,5 und pH 12,5) und „Extraction Buffer“ (pH 7,4, pH 9,4 und pH 11,4) unter Zusatz von Backmischung bei Extraktionstemperaturen von 4 °C, RT und 40 °C.

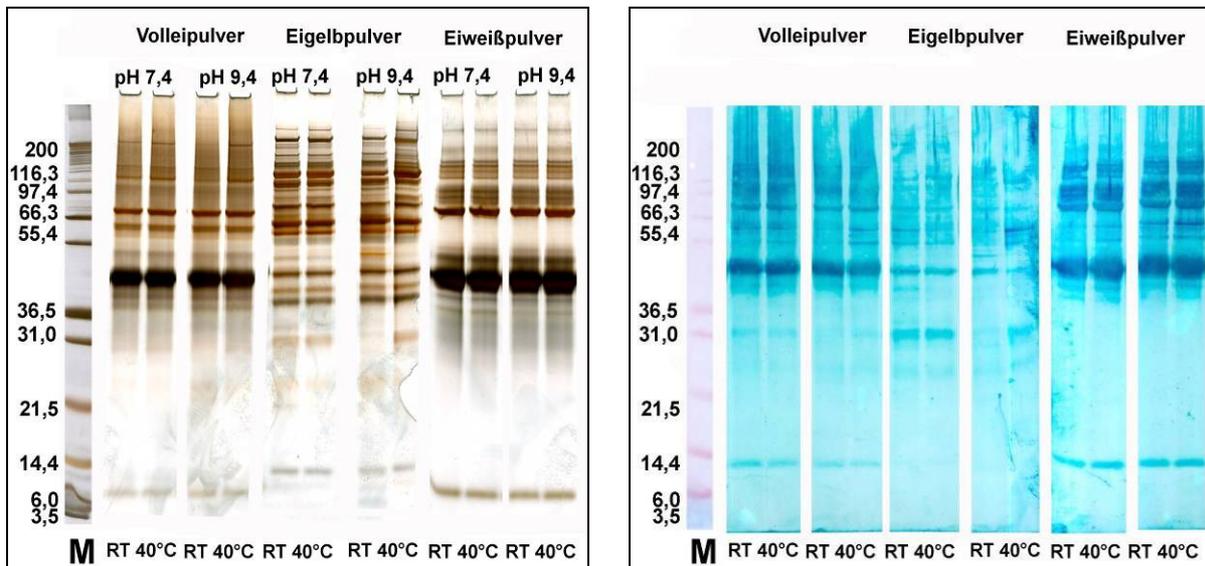


Abb. 19: **links:** Unspezifische Silberfärbung des Elektropherogrammes der „Extraction Buffer“ - Extrakte (pH 7,4 und pH 9,4) der Eiprodukte hergestellt bei RT bzw. 40 °C mit Backmischungs - Zusatz; **rechts:** Spezifischer Immunoblot der „Extraction Buffer“ - Extrakte (pH 7,4 und pH 9,4) der Eiprodukte hergestellt bei RT bzw. 40 °C mit Backmischungs - Zusatz;

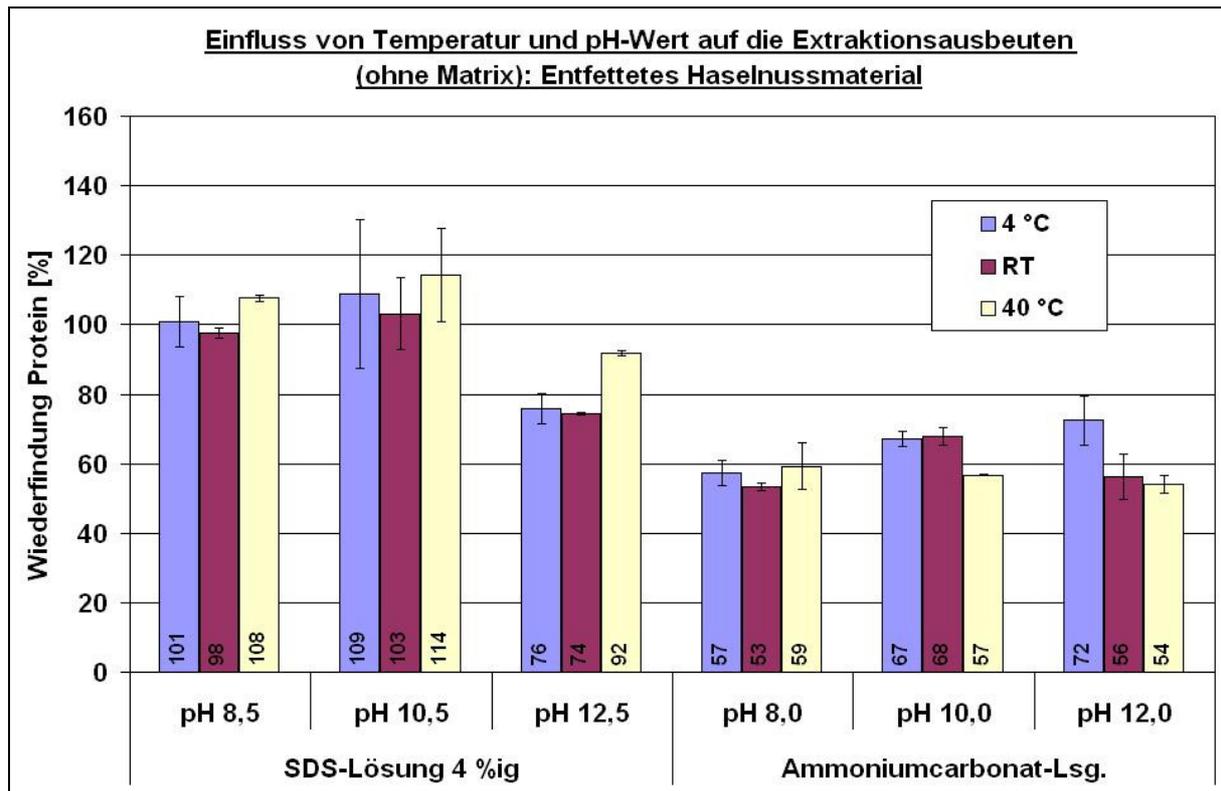


Abb. A 20: Prozentuale Proteinausbeuten der Extraktion entfetteten Haselnuss - Materials mit 4 %iger SDS - Lösung (pH 8.5, pH 10.5 und pH 12.5) und Ammoniumcarbonat - Lsg. (pH 8.0, pH 10.0 und pH 12.0) bei Extraktionstemperaturen von 4 °C, RT und 40 °C.

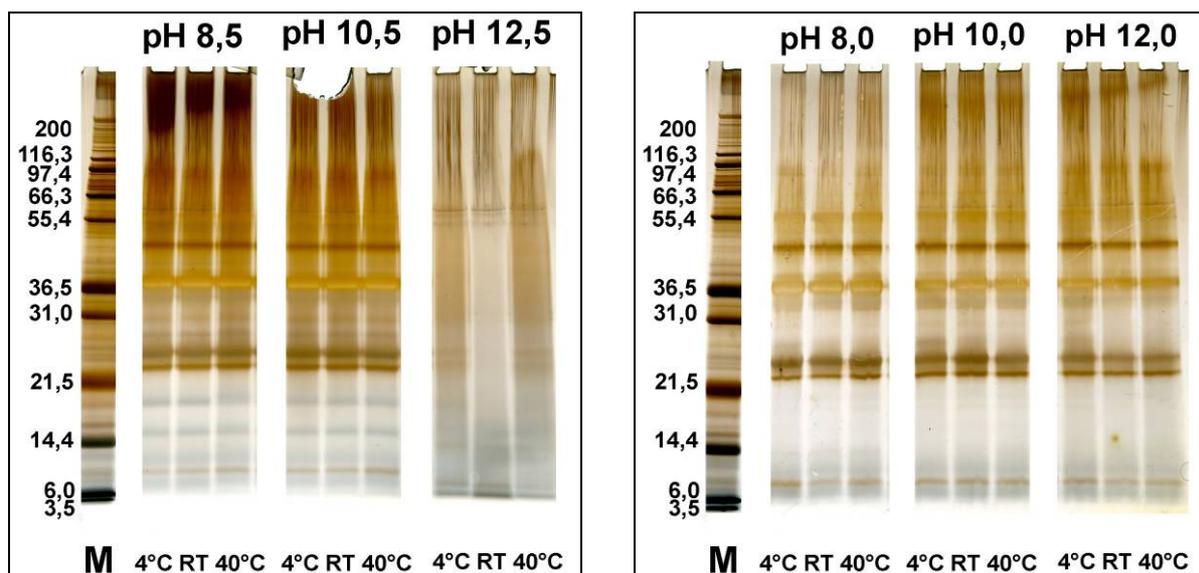


Abb. A 21: **links:** Unspezifische Silberfärbung des Elektropherogrammes der SDS - Extrakte von entfettetem Haselnussgriess (pH 8.5, pH 10.5 und pH 12.5) hergestellt bei 4 °C, RT und 40 °C (ohne Matrixzusatz); **rechts:** Unspezifische Silberfärbung der Ammoniumcarbonat - Lsg. - Extrakte von entfettetem Haselnussgriess (pH 8.0, pH 10.0 und pH 12.0) hergestellt bei 4 °C, RT und 40 °C (ohne Matrixzusatz);

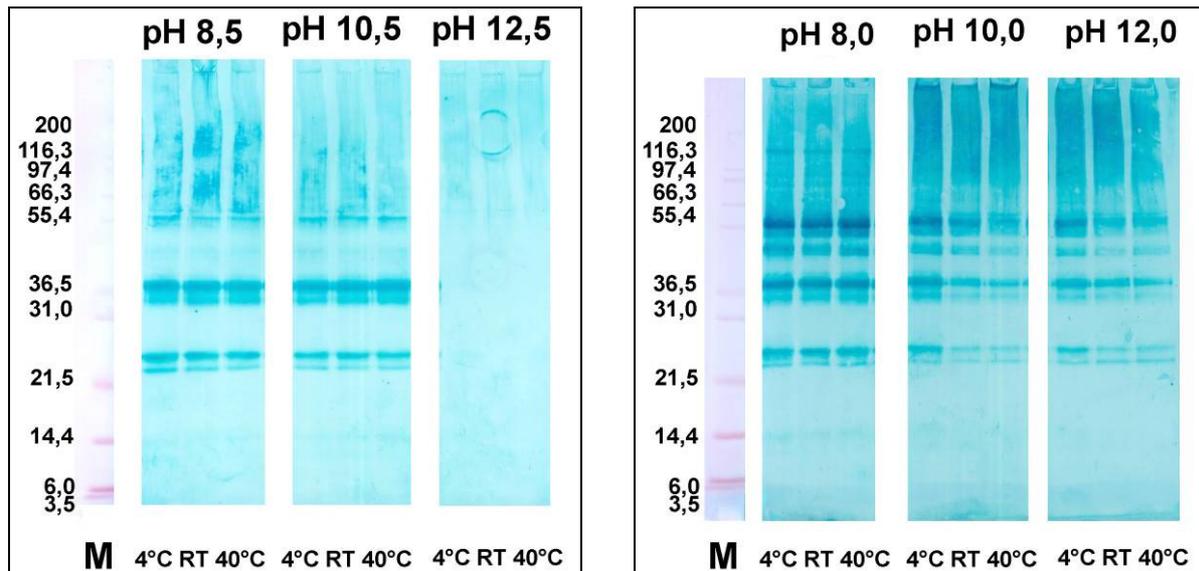


Abb. A 22: **links:** Spezifische Immunfärbung des Elektropherogrammes der SDS - Extrakte von entfettetem Haselnussgriess (pH 8.5, pH 10.5 und pH 12.5) hergestellt bei 4 °C, RT und 40 °C (ohne Matrixzusatz); **rechts:** Spezifische Immunfärbung der Ammoniumcarbonat - Lsg. - Extrakte von entfettetem Haselnussgriess (pH 8.0, pH 10.0 und pH 12.0) hergestellt bei 4 °C, RT und 40 °C (ohne Matrixzusatz);

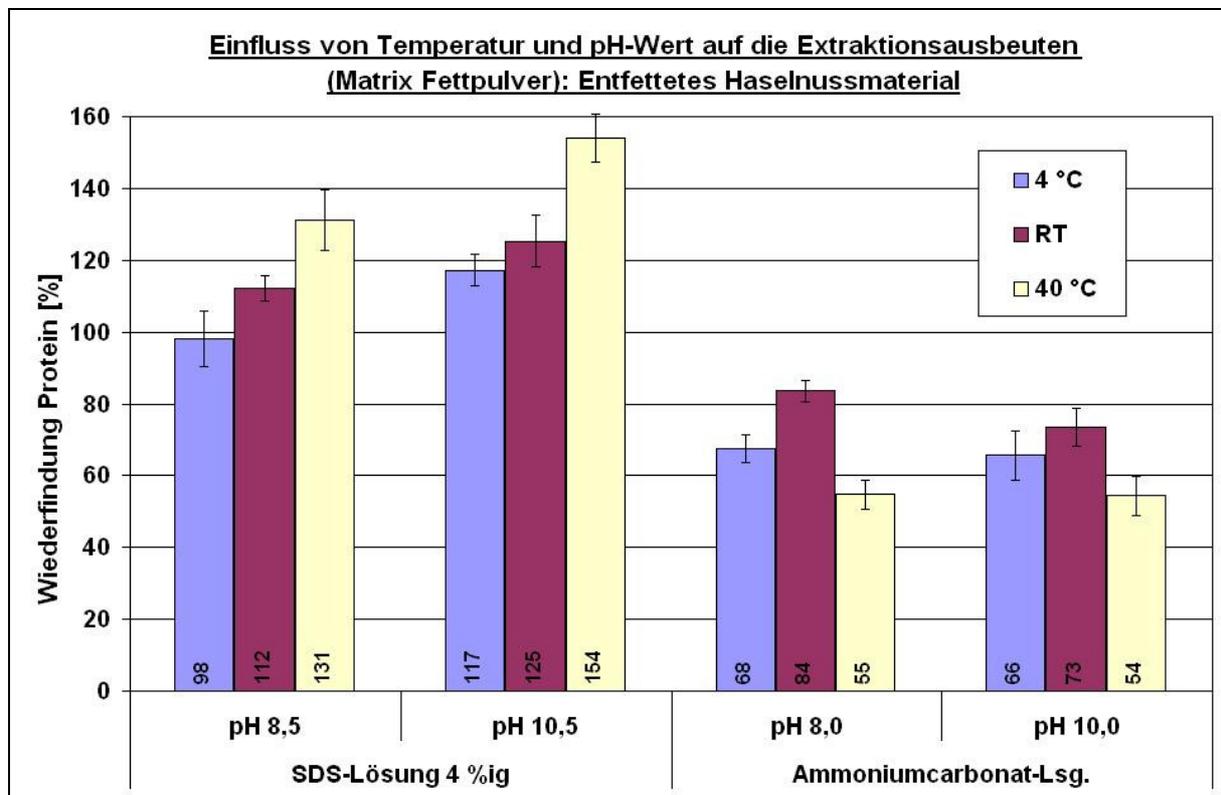


Abb. A 23: Prozentuale Proteinausbeuten der Extraktion von entfettetem Haselnuss - Material mit 4 %iger SDS - Lösung (pH 8.5, pH 10.5 und pH 12.5) und Ammoniumcarbonat - Lsg. (pH 8.0, pH 10.0 und pH 12.0) unter Zusatz von Fettpulver bei Extraktionstemperaturen von 4 °C, RT und 40 °C.

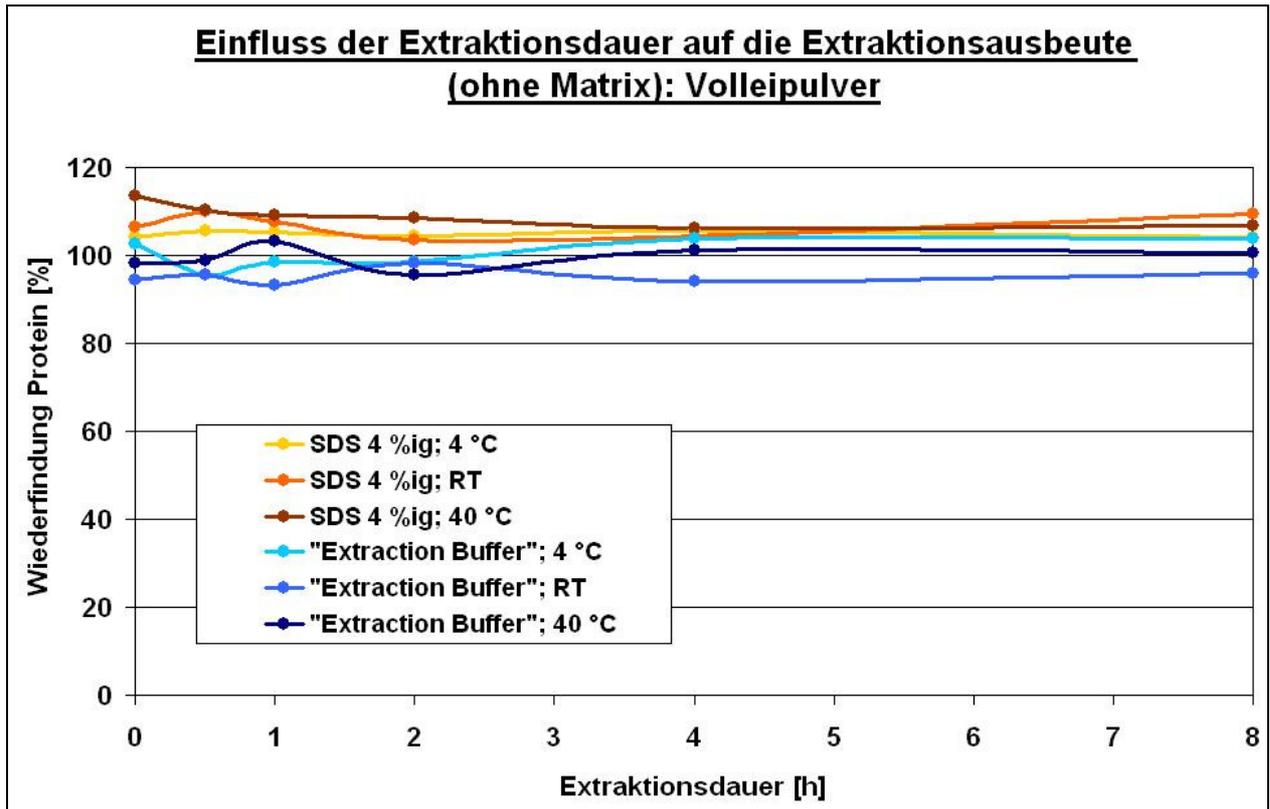


Abb. A 24: Proteinausbeuten der Extraktionen von Volleipulver mit und ohne Backmischungs - Zusatz mit 4 %iger SDS - Lösung und „Extraction Buffer“ bei unterschiedlichen Temperatur und variiertes Extraktionsdauer (0 – 8 h) ermittelt per Lowry

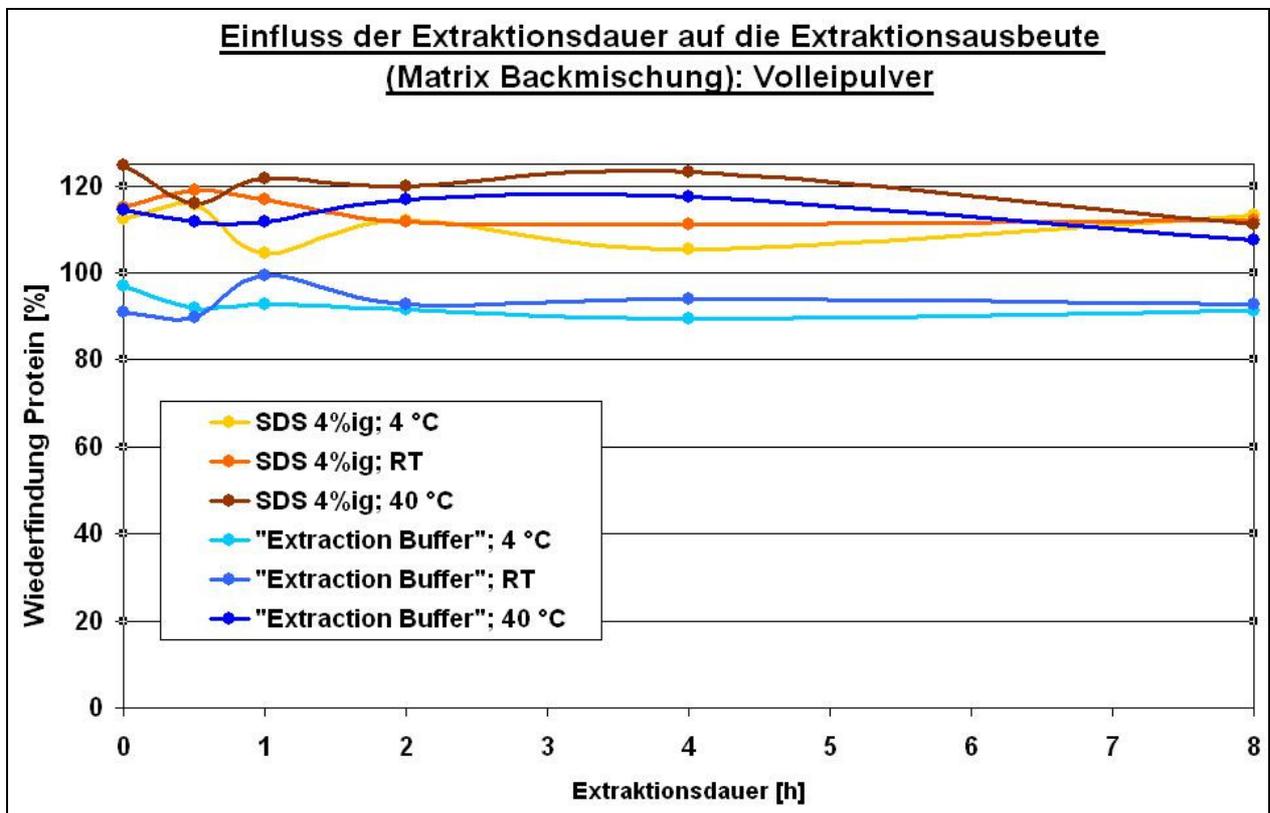


Abb. A 25: Proteinausbeuten der Extraktionen von Volleipulver mit Backmischungs - Zusatz mit 4 %iger SDS - Lösung und „Extraction Buffer“ bei unterschiedlichen Temperatur und variiertes Extraktionsdauer (0 – 8 h) ermittelt per Lowry

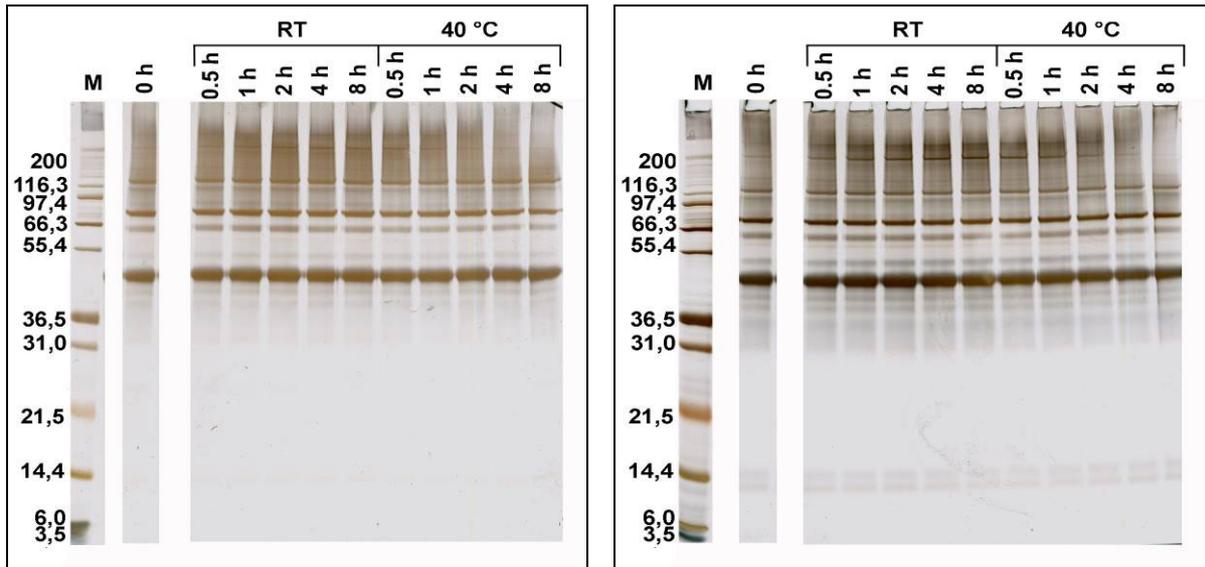


Abb. A 26: **links:** Unspezifische Silberfärbung des Elektropherogrammes der SDS - Extrakte aus Volleipulver unterschiedlicher Extraktionszeiten (ohne Matrixzusatz); **rechts:** Unspezifische Silberfärbung des Elektropherogrammes der Magermilchpulver - Extrakte unterschiedlicher Extraktionszeiten mit Backmischungszusatz;

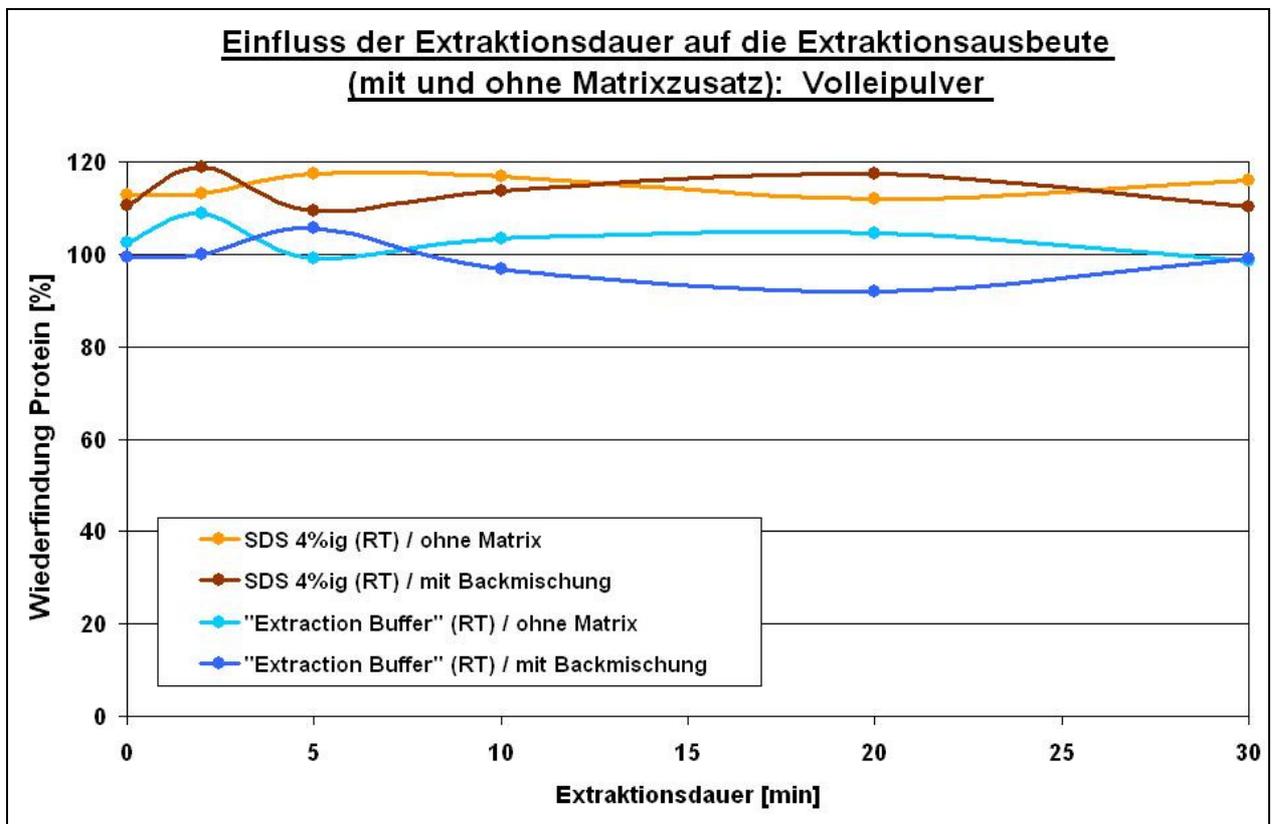


Abb. A 27: Proteinausbeuten der Extraktionen von Volleipulver mit und ohne Backmischungs - Zusatz mit 4 %iger SDS - Lösung und „Extraction Buffer“ bei unterschiedlichen Temperatur und variierter Extraktionsdauer (0 – 30 min) ermittelt per Lowry

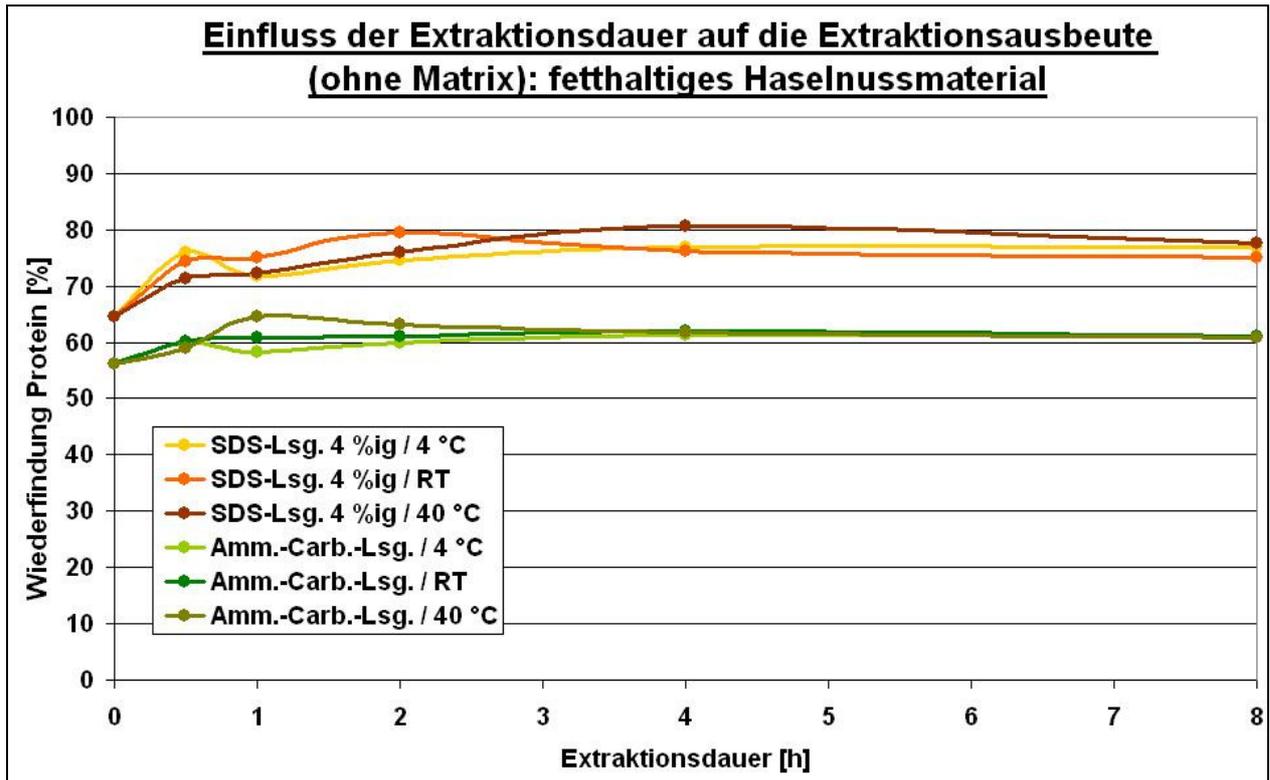


Abb. A 28: Proteinausbeuten der Extraktionen von fettigem Haselnussmaterial ohne Matrix - Zusatz mit 4 %iger SDS - Lösung und Ammoniumcarbonat - Lsg. bei unterschiedlichen Temperatur und variiertes Extraktionsdauer (0 – 8 h) ermittelt per Lowry

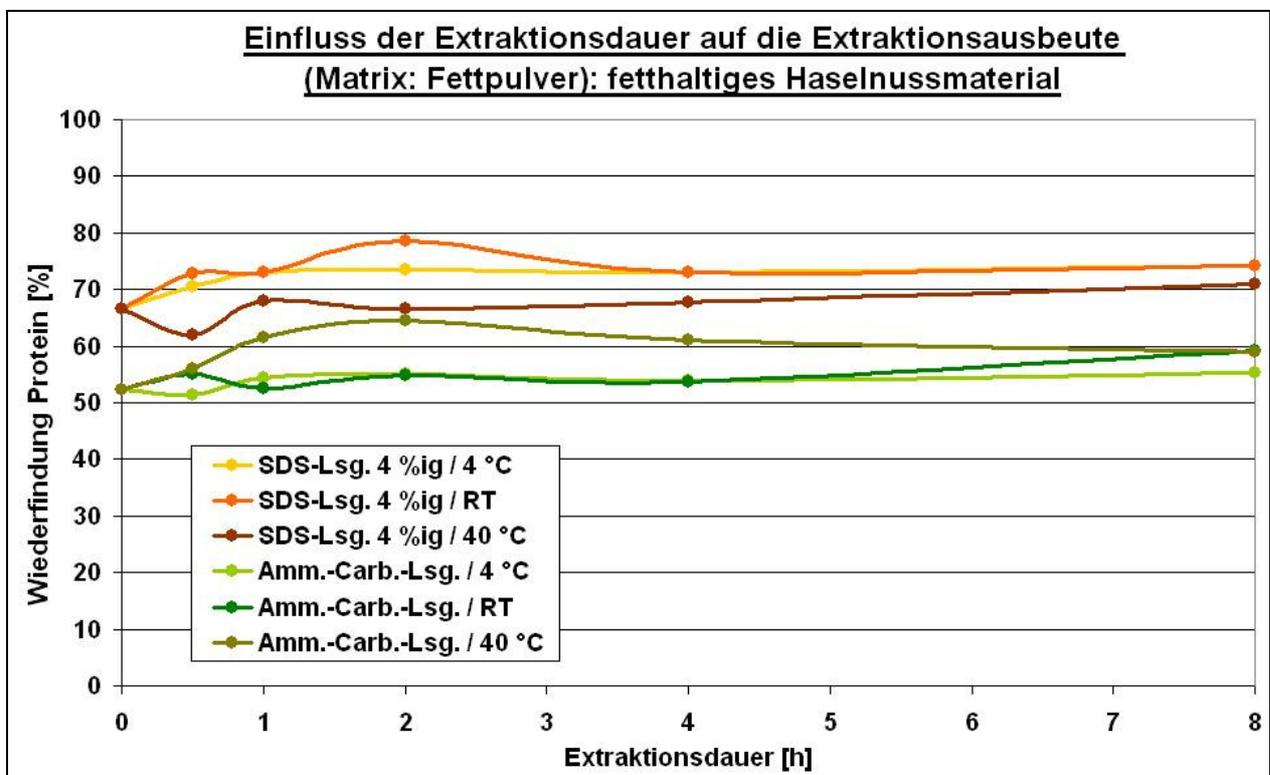


Abb. A 29: Proteinausbeuten der Extraktionen von fettigem Haselnussmaterial mit Fettpulver - Zusatz mit 4 %iger SDS - Lösung und Ammoniumcarbonat - Lsg. bei unterschiedlichen Temperatur und variiertes Extraktionsdauer (0 – 8 h) ermittelt per Lowry

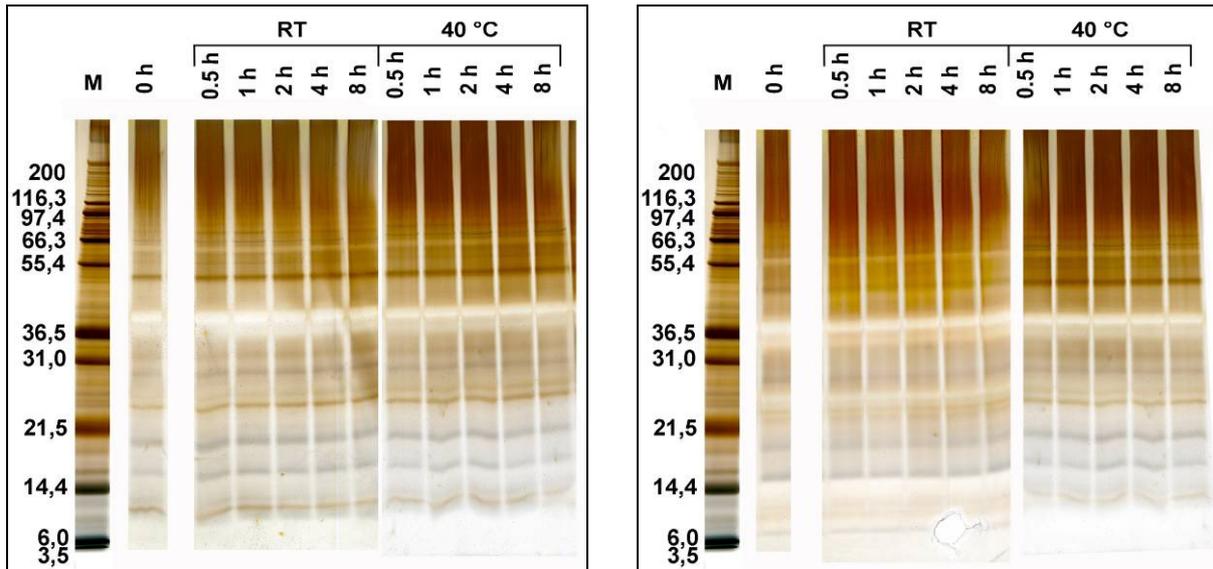


Abb. 30: **links**: Unspezifische Silberfärbung des Elektropherogrammes der Haselnussgriess - Extrakte unterschiedlicher Extraktionszeiten (ohne Matrixzusatz); **rechts**: Unspezifische Silberfärbung des Elektropherogrammes der Magermilchpulver - Extrakte unterschiedlicher Extraktionszeiten mit Backmischungszusatz; **Farbschlüssel**:

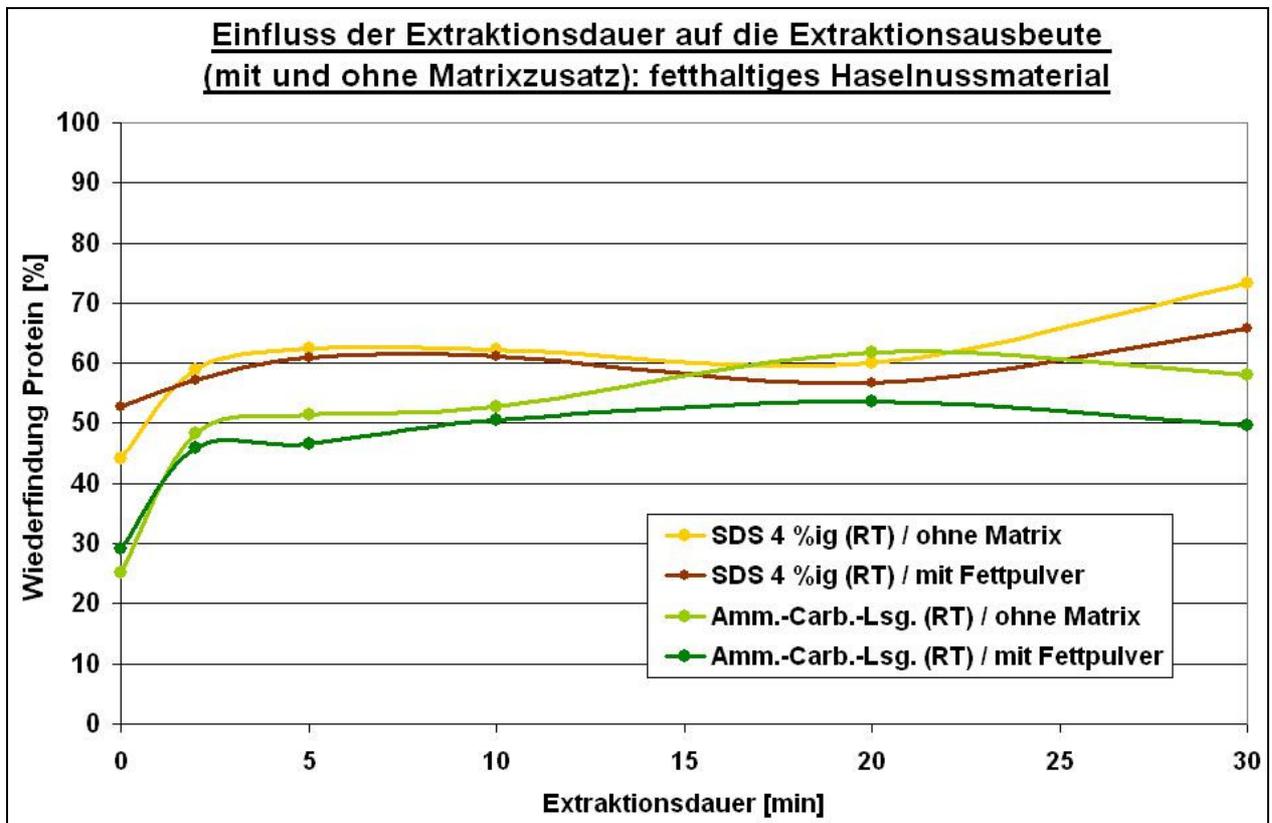


Abb. A 31: Proteinausbeuten der Extraktionen von fettigem Haselnussmaterial mit und ohne Fettpulver - Zusatz mit 4 %iger SDS - Lösung und Ammoniumcarbonat - Lsg. bei unterschiedlicher Temperatur und variiertes Extraktionsdauer (0 - 30 min) ermittelt per Lowry

Fragebogen zur Analyse des Ist-Zustands (Reinigung, Verschleppung) in den Unternehmen des Projektbegleitenden Ausschusses

im Rahmen des AiF/FEI-Forschungsvorhabens

Entwicklung/Adaption einer speziellen Anlagen-Reinigungstechnologie für pulverförmige Produkte zur Vermeidung der Verschleppung allergener Lebensmittelbestandteile

1. Rohstoffe / Wareneingang

a) Erfassung und Beschreibung der verarbeiteten Rohstoffe, die allergieauslösende Komponenten enthalten, gemäß Anhang 1 (Rohstoffe)

b*) *Wird in Ihrem Unternehmen Rework verarbeitet? (Bitte markieren Sie die zutreffende Antwort mit einem Kreuz.)*

<i>ja</i>	
-----------	--

<i>nein</i>	
-------------	--

c*) *Wie erfolgt die Lagerung der Rohstoffe? (Bitte markieren Sie die zutreffende Antwort mit einem Kreuz.)*

<i>Gemeinsame Lagerung aller Rohstoffe in einem Lagerraum</i>	
<i>Lagerung aller Rohstoffe in einem Lagerraum mit getrennten Bereichen für Rohstoffe mit allergieauslösenden Bestandteilen und Rohstoffen ohne allergieauslösende Bestandteile</i>	
<i>Lagerung von Rohstoffen mit allergieauslösenden Bestandteilen und Rohstoffen ohne allergieauslösende Bestandteile in unterschiedlichen Lagerräumen</i>	

d) *Wie ist der Zustand der Verpackungen während der Lagerung der Rohstoffe? (Bitte markieren Sie die zutreffende Antwort mit einem Kreuz.)*

<i>Lagerung der Rohstoffe nur in verschlossenen Originalverpackungen</i>	
<i>Lagerung der Rohstoffe in angebrochenen, offenen und in nicht angebrochenen Originalverpackungen</i>	
<i>Lagerung der Rohstoffe in angebrochenen, wieder verschlossenen und in nicht angebrochenen Originalverpackungen</i>	
<i>Lagerung der Rohstoffe in anderen, offenen Behältern</i>	
<i>Lagerung der Rohstoffe in anderen, verschlossenen Behältern</i>	

d-1*) *Diese Frage ist nur zu beantworten, wenn Rohstoffe für die Lagerung in andere Behälter umgefüllt werden. Wo wird der Rohstoff umgefüllt? (Bitte markieren Sie die zutreffende Antwort mit einem Kreuz.)*

<i>Umfüllen der Rohstoffe außerhalb des Lagerraums, außerhalb des Firmengebäudes</i>	
<i>Umfüllen der Rohstoffe außerhalb des Lagerraums, innerhalb des Firmengebäudes</i>	
<i>Umfüllen der Rohstoffe im Lagerraum an einem abgetrennten Platz</i>	
<i>Umfüllen der Rohstoffe im Lagerraum, direkt am Lagerplatz</i>	

d-2*) *Diese Fragen sind nur zu beantworten, wenn Rohstoffe für die Lagerung in andere Behälter umgefüllt werden. Wie werden die Behälter, in die Rohstoffe umgefüllt werden, beschriftet? Werden Maßnahmen ergriffen, um eine Kontamination von anderen Rohstoffen (z.B. Staub) zu vermeiden?*

d-3) *Diese Frage ist nur zu beantworten, wenn Rohstoffe für die Lagerung in andere Behälter umgefüllt werden. Wie werden die Behälter, in die Rohstoffe umgefüllt werden, verwendet? (Bitte markieren Sie die zutreffende Antwort mit einem Kreuz.)*

Alle Behälter werden für alle unterschiedlichen Rohstoffe verwendet.	<input type="checkbox"/>
Für bestimmte Rohstoffe werden nur genau bezeichnete Behälter verwendet.	<input type="checkbox"/>
Für alle Rohstoffe werden nur genau bezeichnete Behälter verwendet. (In einen Behälter werden nicht zwei verschiedene Rohstoffe umgefüllt.)	<input type="checkbox"/>

d-4) *Diese Frage ist nur zu beantworten, wenn Rohstoffe für die Lagerung in andere Behälter umgefüllt werden. Wie werden die Behälter, in die Rohstoffe umgefüllt werden, gereinigt? (Bitte markieren Sie die zutreffende Antwort mit einem Kreuz.)*

Die Behälter werden trocken gereinigt, bevor ein anderer Rohstoff eingefüllt wird.	<input type="checkbox"/>
Die Behälter werden nass gereinigt, bevor ein anderer Rohstoff eingefüllt wird.	<input type="checkbox"/>
Für alle Rohstoffe werden nur genau bezeichnete Behälter verwendet, daher werden die Behälter nur bei Bedarf gereinigt.	<input type="checkbox"/>

e) *Welche Utensilien / Werkzeuge (z.B. Schaufeln, Kellen) werden für das Handling der Rohstoffe verwendet? (Bitte markieren Sie die zutreffende Antwort mit einem Kreuz.)*

Handling aller Rohstoffe mit denselben Utensilien (keine Trennung der Utensilien für Handling von verschiedenen Rohstoffen)	<input type="checkbox"/>
Handling gewisser Rohstoffe nur mit genau bezeichneten Utensilien	<input type="checkbox"/>
Handling jedes Rohstoffs nur mit genau bezeichneten Utensilien (kein Handling von verschiedenen Rohstoffen mit einem Werkzeug)	<input type="checkbox"/>

f*) *Welches Personal wird für das Handling der Rohstoffe eingesetzt? (Bitte markieren Sie die zutreffende Antwort mit einem Kreuz.)*

Das gesamte Personal kann für das Handling aller Rohstoffe eingesetzt werden.	<input type="checkbox"/>
Für das Handling gewisser Rohstoffe sind die Mitarbeiter genau benannt.	<input type="checkbox"/>
Für das Handling jedes Rohstoffs sind die Mitarbeiter genau benannt.	<input type="checkbox"/>

g*) *Wie erfolgt der Transport der Rohstoffe vom Lager zur Verarbeitung (Bitte markieren Sie die zutreffende Antwort mit einem Kreuz. Mehrfachantworten sind möglich.)*

<i>Transportwege von Rohstoffen mit allergieauslösenden Bestandteilen kreuzen Transportwege von Rohstoffen ohne allergieauslösende Bestandteile</i>	
<i>Transportwege der Rohstoffe mit allergieauslösenden Bestandteilen sind getrennt von Transportwegen der Rohstoffe ohne allergieauslösende Bestandteile</i>	
<i>Transport der Rohstoffe durch Rohrleitungen (z.B. pneumatische Förderung des Rohstoffs vom Vorratssilo direkt zur Weiterverarbeitungsanlage)</i>	
<i>Transport der Rohstoffe nur in verschlossenen Originalverpackungen</i>	
<i>Transport der Rohstoffe in angebrochenen und in verschlossenen Originalverpackungen</i>	
<i>Transport der Rohstoffe nach Umfüllen in andere, offene Behälter</i>	
<i>Transport der Rohstoffe nach Umfüllen in andere, geschlossene Behälter</i>	

2. Produktion

- h) Erfassung und Beschreibung der Produkte, die in Apparaturen verarbeitet werden, welche sowohl für die Herstellung von Produkten mit allergenen Bestandteilen als auch für die Herstellung von Produkten ohne allergene Bestandteile Verwendung finden, gemäß Anhang 2 (Produkte)
- i) Erfassung und Beschreibung der Apparate und Anlagen, die für die Herstellung Ihrer Produkte eingesetzt werden, gemäß Anhang 3 (Anlagen)
- j) Wie viele unterschiedliche Produkte werden auf den verschiedenen Prozesslinien produziert? Wie häufig finden Produktwechsel statt? (Bitte beschreiben Sie für jede Prozesslinie die Anzahl an verschiedenen Produkten, die auf dieser Linie hergestellt werden, und wie häufig die Produktion von einem Produkt auf ein anderes Produkt umgestellt wird. Markieren Sie durch ein Kreuz, ob auf der jeweiligen Prozesslinie sowohl Produkten mit allergieauslösenden Bestandteilen als auch Produkte ohne allergieauslösende Bestandteile verarbeitet werden.)

Prozesslinie	Anzahl Produkte	Anzahl Produktwechsel pro Tag	Verarbeitung von Produkten mit Allergenen und Produkten ohne Allergen

k) Wie wird das Personal für die Herstellung der Produkte eingesetzt? (Bitte markieren Sie die zutreffende Antwort mit einem Kreuz.)*

<i>Das gesamte Personal kann untereinander ausgetauscht werden.</i>	
<i>Für die Herstellung gewisser Produkte sind die Mitarbeiter genau benannt.</i>	
<i>Für die Herstellung jedes Produkts sind die Mitarbeiter genau benannt.</i>	

l) Wie sind die verschiedenen Prozesslinien angeordnet? (Bitte markieren Sie die zutreffende Antwort mit einem Kreuz. Mehrfachantworten sind möglich.)*

<i>Prozesslinien für verschiedene Produkte befinden sich in einer Halle.</i>	
<i>Prozesslinien für verschiedene Produkte befinden sich in einer Halle, sind aber räumlich und zusätzlich durch Stellwände o.ä. voneinander getrennt.</i>	
<i>Prozesslinien für verschiedene Produkte befinden sich in unterschiedlichen Hallen.</i>	

p) Wie werden die Utensilien / Werkzeuge zur Reinigung der Prozesslinien eingesetzt? (Bitte markieren Sie die zutreffende Antwort mit einem Kreuz.)

Alle Reinigungsutensilien können zur Reinigung aller Anlagen verwendet werden.	
Für die Reinigung einiger Prozesslinien werden nur genau definierte Utensilien verwendet.	
Jede Prozesslinie wird nur mit den dafür bestimmten Reinigungsutensilien gereinigt. Die Reinigungsutensilien werden nicht untereinander ausgetauscht.	

q) Welche Anforderungen stellen Sie an die Reinigung? (Nennen Sie bitte alle Anforderungskriterien, wenn die Anforderungen für unterschiedliche Prozesslinien bzw. Produkte verschieden sind.)

r) Wie kontrollieren Sie den erzielten Reinigungseffekt? (Bitte markieren Sie die zutreffende Antwort mit einem Kreuz. Ist die von Ihnen angewendete Kontrollmethode nicht genannt, nutzen Sie bitte die letzte Zeile der Tabelle zur Beschreibung Ihrer Reinigungskontrolle.)

Untersuchung der Reinigungsflüssigkeit	
Bestimmung der Rückstände auf den gereinigten Flächen (optische Kontrolle)	
Bestimmung der Rückstände auf den gereinigten Flächen (Wischtest)	
analytischen Prüfung des Nachfolgeproduktes	
sensorische Prüfung des Nachfolgeproduktes	

4. Personal

s*) *Wie sind die Kenntnisse des Personals bezüglich der Arbeiten mit allergieauslösenden Komponenten (Verschleppung, Kontamination,...)? (Bitte markieren Sie die zutreffende Antwort mit einem Kreuz. Mehrfachantworten sind möglich.)*

<i>Das Personal erhält keine besondere Unterweisung für das Arbeiten mit allergieauslösenden Komponenten.</i>	
<i>Mitarbeiter, welche in der Herstellung von Produkten mit allergieauslösenden Bestandteilen eingesetzt werden, erhalten vor der Aufnahme der Tätigkeiten eine Unterweisung für Arbeiten mit allergieauslösenden Komponenten.</i>	
<i>Mitarbeiter, welche in der Herstellung von Produkten ohne allergieauslösenden Bestandteilen eingesetzt werden, erhalten vor der Aufnahme der Tätigkeiten eine Unterweisung für Arbeiten mit allergieauslösenden Komponenten (Vermeidung von Verschleppung).</i>	
<i>Alle Mitarbeiter erhalten vor der Aufnahme der Tätigkeiten eine Unterweisung für Arbeiten mit allergieauslösenden Komponenten.</i>	
<i>Mitarbeiter, welche in der Herstellung von Produkten mit allergieauslösenden Bestandteilen eingesetzt werden, besuchen regelmäßig Schulungen zum Thema Arbeiten/Umgang mit allergieauslösenden Komponenten.</i>	
<i>Mitarbeiter, welche in der Herstellung von Produkten ohne allergieauslösenden Bestandteilen eingesetzt werden, besuchen regelmäßig Schulungen zum Thema Arbeiten/Umgang mit allergieauslösenden Komponenten (Vermeidung von Verschleppung).</i>	
<i>Alle Mitarbeiter besuchen regelmäßig Schulungen zum Thema Arbeiten/Umgang mit allergieauslösenden Komponenten.</i>	

t*) *Welche Arbeitskleidung tragen die Mitarbeiter während der Herstellung der Produkte und wie oft wird die Arbeitskleidung gewechselt? (Bitte markieren Sie die zutreffende Antwort mit einem Kreuz. Mehrfachantworten sind möglich.)*

<i>Arbeitskleidung</i>	<i>Wechsel der Arbeitskleidung</i>			
	<i>einmal pro Tag</i>	<i>einmal pro Woche</i>	<i>nach Produktwechsel</i>	<i>anderes Intervall mit Beschreibung der Intervalllänge</i>
<i>Kopfschutz</i>				
<i>Mundschutz</i>				
<i>Arbeitshemd</i>				
<i>Kittel</i>				
<i>Schürze</i>				
<i>Schutzanzug</i>				
<i>Arbeitschase</i>				
<i>Arbeitschuhe</i>				

Anhang 2 (Produkte)

Produkt:.....

Wie häufig wird das Produkt produziert?.....

Wie ist die Dauer für die Produktion von einer Charge des Produkts?.....

Welches Produkt wird auf derselben Prozesslinie für gewöhnlich vor bzw. nach diesem Produkt produziert?

vorher:..... nachher:.....

Beschreibung des Produkts (Bitte markieren Sie die zutreffende Beschreibung mit einem Kreuz.)

pulverförmig	
grobkörnig	
enthält große Partikel (d>10 mm)	

Beschreibung der Produkteigenschaften (Bitte tragen Sie bekannte Werte der Produkteigenschaften in der Tabelle ein.)

Wassergehalt / Feuchte	
mittlere Partikelgröße	
Adhäsionseigenschaften (stark anhaftend - weniger stark anhaftend)	

Welche Rohstoffe werden in dem Produkt verarbeitet? (Bitte geben Sie zusätzlich ungefähr den Anteil des jeweiligen Rohstoffs im Endprodukt an.)

.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....

In welche Verpackung wird das Produkt abgefüllt?

Anhang 3 (Anlagen)

Bitte benennen Sie die genaue Typenbezeichnung für die in der Produktion eingesetzten Vorratsbehälter, Ventile / Weichen, Förderaggregate, Mischer, Siebe, Agglomerationseinheiten und Coatingapparate etc. Bitte beschreiben Sie weiterhin das Produktvolumen innerhalb der Apparatur, das produktseitige Oberflächenmaterial und Problemzonen der Aggregate bezüglich Reinigung.

Prozessschritt	Beschreibung der eingesetzte Apparatur (Typenbezeichnung, Größe, Oberflächenmaterial auf Produktseite, Problemzonen bzgl. Reinigung)
Vorratsbehälter	<hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/>
Ventile / Weichen	<hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/>
Fördern	<hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/>
Mischen	<hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/>
Prozessschritt	Beschreibung der eingesetzte Apparatur (Typenbezeichnung, Größe, Oberflächenmaterial auf Produktseite, Problemzonen bzgl. Reinigung)

	chenmaterial auf Produktseite, Problemzonen bzgl. Reinigung)
Zwischenlagerung	<hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/>
Sieben	<hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/>
Agglomerieren	<hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/>
Abfüllen	<hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/>
sonstiges	<hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/> <hr/>

