

Innovatives Inline-Rheometer zur Bestimmung des Stärkeabbaus im Extruder

Bernhard Hochstein^{1,*}, Zeynep Kizilbay¹, Mario Horvat², Heike P. Schuchmann² und Norbert Willenbacher¹

DOI: 10.1002/cite.201300111

In der Lebensmitteltechnik werden Cerealien oft durch Extrusion von Stärkeschmelzen hergestellt. Zur Charakterisierung der rheologischen Eigenschaften der Stärkeschmelze im Prozess wurde ein neues Inline-Rheometer entwickelt, das eine im Betrieb verstellbare Messgeometrie besitzt und dessen einstellbarer Druckverlust Rückwirkungen des Rheometers auf die Beanspruchung der Stärke im Extruder auszuschließen vermag. Mithilfe dieses Inline-Rheometers konnte gezeigt werden, dass aus der inline ermittelten Viskositätsfunktion Rückschlüsse auf die Molmassenverteilung der Stärke möglich sind.

Schlagwörter: Inline-Rheometrie, Kochextrusion, Molmassenverteilung, Stärkeabbau

Eingegangen: 03. Oktober 2013; *revidiert:* 04. Juni 2014; *akzeptiert:* 23. September 2014

Innovative Inline Rheometer for Determination of the Starch Degradation during Extrusion

In food technology, cereals based on starch melts are often manufactured by the process of extrusion cooking. To characterize the rheological behavior of the starch melt during the process, a new inline rheometer was developed. Special features of the rheometer are the adjustable pressure loss to avoid reactions to the starch stress in the extruder and variable measuring geometry, and therefore, shear rate during extrusion. Using this inline rheometer, it was possible to correlate the inline determined flow functions with the molecular weight distributions of the starch.

Keywords: Extrusion cooking, Inline rheometry, Molecular weight distribution, Starch degradation

1 Inline-Messung der rheologischen Eigenschaften extrudierter plastifizierter Stärke

Um die in einem Extruder auftretenden thermomechanischen Belastungen und den daraus resultierenden Abbau der Stärkemoleküle nachzustellen sowie deren Auswirkung auf die rheologischen Eigenschaften nachzuweisen, wurden spezielle Offline- [1,2] und Online- bzw. Inline- [3–5] Messsysteme entwickelt. Ein großer Nachteil der Offline-Messgeräte besteht darin, dass bei weitem nicht die bei der Kochextrusion auftretende Beanspruchung hinsichtlich spezifischem mechanischem Energieeintrag oder maximal auf-

tretender Spannung erreicht werden kann [1]. Die physikalischen, chemischen und strukturellen Eigenschaften der in der Laborapparatur hergestellten und charakterisierten Produkte sind daher mit denen kochextrudierter Produkte nicht vergleichbar [6]. Inline-Messsysteme werden daher für die Messung rheologischer Eigenschaften von Stärkeschmelzen bevorzugt. In der Regel arbeiten diese nach dem Kapillarrheometerprinzip. Dabei wird die Schmelze durch eine (Schlitz-)düse geleitet. Aus Volumen-(Masse-)strom, Druckabfall über der Düsenlänge und der Düsengeometrie kann dann die Viskosität ermittelt werden [7].

Inline-Messsysteme sind apparativ und in ihrer Handhabung aufwendig [8]. Durch spezielle Doppel- [9] oder mehrstufige Schlitzdüsen [10] kann zumindest der experimentelle Aufwand reduziert werden. Jedoch sind auch diese Konstruktionen in ihrem Messbereich eingeschränkt, so dass die Viskositätsfunktion nur bruchstückhaft erfasst wird. Eine deutliche Erweiterung des zugänglichen Scherratenbereiches kann, wie bei Schlitzdüsen mit nur einer Kanalgeometrie [11–14], nur durch Variation des Volumenstromes erreicht werden. Mit Variation des Volumenstromes wird jedoch gleichzeitig der Massedruck im Extruder und damit die thermomechanische Vorgeschichte der Stärke verändert.

¹Dr.-Ing. Bernhard Hochstein (bernhard.hochstein@kit.edu), Zeynep Kizilbay, Prof.-Dr. Norbert Willenbacher, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik, Gotthard-Franz-Straße 3, Geb. 50.31, 76131 Karlsruhe, Deutschland; ²Mario Horvat, Prof. Dr. Ing. Heike P. Schuchmann, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Institut für Bio- und Lebensmitteltechnik, Bereich I: Lebensmittelverfahrenstechnik, Kaiserstraße 12, 76131 Karlsruhe, Deutschland.

Bisher wurden die Viskositäten aus Inline-Messungen hauptsächlich zur Modellbildung genutzt. In diesen Modellen wird die Abhängigkeit der Viskosität von Wassergehalt, Temperatur, Scherrate sowie teilweise der Vorgeschichte des Materials beschrieben [15–19]. Die Möglichkeit, zusätzlich elastische Eigenschaften mit derartigen Inline-Messdüsen zu ermitteln, wird nur bei wenigen Untersuchungen erwähnt und erst in jüngster Vergangenheit quantitativ verfolgt [20–22].

Die Korrelation der Molekulargewichtsverteilung der Stärke mit den (inline ermittelten) rheologischen Eigenschaften wurde bisher nicht untersucht, obwohl die Molekulargewichtsverteilung wiederum eng mit den resultierenden Produkteigenschaften verknüpft ist.

2 Neue, innovative Inline-Messdüse

Im Rahmen einer von der AIF geförderten Arbeit (AIF 332 ZN) wurde eine neue, speziell an die Anforderungen der Stärkeextrusion angepasste, Inline-Messdüse entwickelt und gebaut (Abb. 1). Ziel war, bei konstantem Volumenstrom, einen möglichst großen Scherratenbereich abzudecken, um die Viskositätsfunktion der strukturviskosen Stärkeschmelzen zumindest annähernd von der Nullviskosität bis weit in den scherverdünnenden Bereich zu erfassen. Der Gesamtdruckabfall in der Messanordnung sollte sich dabei jedoch nicht verändern, um die thermomechanische Vorgeschichte der Stärkeschmelze im vorgeschalteten Extruder konstant zu halten. Aus den so ermittelten Viskositätsfunktionen wurden dann die Molmassenverteilungen der Stärke in Abhängigkeit vom spezifischen mechanischen Energieeintrag berechnet. Dabei wurde auf ein für Polymerschmelzen entwickeltes Konzept zurückgegriffen und in einem ersten Ansatz ohne weitere Modifikationen angewandt [23].

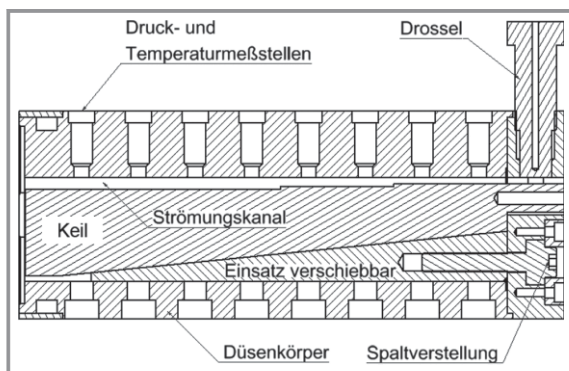


Abbildung 1. Querschnitt durch die neue, speziell an die Anforderungen der Stärkeextrusion angepasste Inline-Messdüse.

Die Messdüse arbeitet nach dem Kapillarrheometerprinzip und ist mehrstufig ausgelegt. In der Regel wird eine dreistufige Anordnung (Keil) verwendet. Damit sind bei konstantem Volumenstrom \dot{V} drei Scherraten $\dot{\gamma}$ direkt ver-

fügar. Der Keil steht über eine schiefe Ebene mit einem horizontal verschiebbaren Einsatz im Kontakt. Wird dieser Einsatz verschoben, bewegt sich der Keil vertikal. Dadurch verändert sich die Höhe H des Strömungskanals und damit die Scherraten $\dot{\gamma}$ in den drei Zonen (Gl. (1)).

$$\dot{\gamma} = \frac{6\dot{V}}{H^2 B} \quad (1)$$

Diese Veränderung der Spalthöhe H ist im Betrieb über einen von außen zugänglichen Gewindetrieb möglich und erlaubt eine signifikante Erweiterung des zugänglichen Scherratenbereiches. In einer ersten Umsetzung sind damit (theoretisch) Scherraten zwischen 30 s^{-1} und $20\,000 \text{ s}^{-1}$ realisierbar. Je nach untersuchtem Stoff begrenzen die Antriebsleistung des Extruders oder die auftretenden Drücke den zugänglichen Bereich hoher Scherraten und nicht mehr messbare Druckdifferenzen den Bereich zu kleinen Scherraten hin (Tab. 1).

Table 1. Zugänglicher Scherratenbereich bei einem (typischen) Massstrom von $Q = 20 \text{ kg h}^{-1}$ und einer Schmelzedichte von 1150 kg m^{-3} .

Stufe	Breite B [mm]	Länge L [mm]	Höhe H [mm]	Scherrate $\dot{\gamma}$ [s^{-1}]
1	15	30, 60, 90	8,0–3,0	30–215
2	15	30	6,5–1,5	45–860
3	15	30	5,0–0,0	77– ∞

Die Düse kann mit maximal acht Drucksensoren bestückt werden. In der Regel werden in jeder Zone (konstante Höhe) zwei Drucksensoren betrieben. Die Einbaupositionen für die Sensoren sind in einem Abstand von 30 mm angeordnet. Daher ergeben sich für die Längen L zwischen zwei Sensoren vielfache von 30 mm. Die Querschnittsprünge im Strömungskanal sind dabei so angeordnet, dass das Strömungsprofil an den Druckmessstellen bereits voll ausgebildet ist. Die Druckverluste liefern, zusammen mit der Spaltgeometrie, die Schubspannung τ (Gl. (2)), diese zusammen mit der Scherrate $\dot{\gamma}$ die Viskosität η (Gl. (3)).

$$\tau = \frac{\Delta p H}{2L \left(1 + \frac{H}{B}\right)} \quad (2)$$

$$\eta(\dot{\gamma}) = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (3)$$

Eine Änderung der Spaltgeometrie bewirkt eine Änderung des Gesamtdruckverlustes in der Messdüse. Um die thermomechanische Vorgeschichte, die die Schmelze im Extruder erfährt, unbeeinflusst von der Spaltgeometrie zu erhalten, kann über die Drossel am Ausgang der Messdüse der Gesamtdruckverlust einjustiert werden (Abb. 2a).

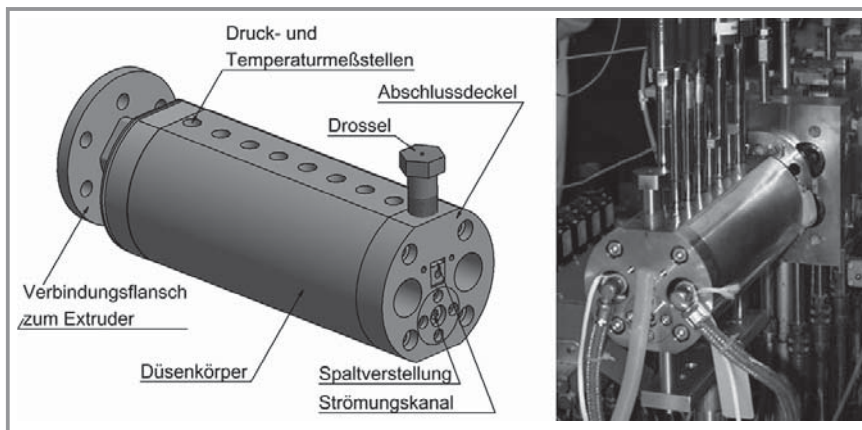


Abbildung 2. Neue Inline-Messdüse mit Drosselschraube und Spaltverstellung.

Der Düsenkörper ist elektrisch beheizbar und im Innern zusätzlich mit Kühlkanälen versehen. Dadurch kann die Messdüse wahlweise rein elektrisch, mittels Flüssigthermostat, oder, zur Erhöhung der Temperaturkonstanz, elektrisch beheizt und zusätzlich flüssig temperiert werden.

Der zugängliche Temperaturbereich liegt bei der elektrischen Heizung zwischen der Temperatur mit der das Material den Extruder verlässt und ca. 500 °C. Die Flüssigtemperierung deckt, durch den Einsatz eines Thermoöls, Temperaturen zwischen -20 °C und 170 °C ab.

3 Berechnung der Molmassenverteilung aus der Viskositätsfunktion

Der thermomechanische Energieeintrag beim Extrusionsprozess führt zu einer Degradation der Stärkemoleküle. Die Änderung der Molmassenverteilung seinerseits resultiert in einer Änderung der Viskositätsfunktion der Stärkeschmelze (Abb. 3).

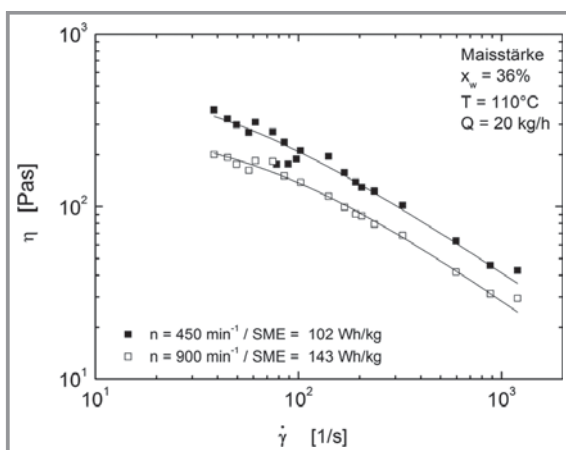


Abbildung 3. Inline ermittelte Viskositätsfunktionen einer Maisstärkeschmelze bei zwei spezifischen mechanischen Energieeinträgen (102 Wh kg⁻¹ bzw. 143 Wh kg⁻¹).

Aus den inline gewonnenen Viskositätsfunktionen wurden dann die Molmassenverteilungen der Stärke, z. B. in Abhängigkeit vom spezifischen mechanischen Energieeintrag, berechnet. Dabei wurde auf ein für Polymerschmelzen entwickeltes Konzept [23, 24] zurückgegriffen und in einem ersten Ansatz ohne Modifikationen auf Stärkeschmelzen angewandt, um die grundsätzliche Tauglichkeit des Konzeptes auch für Stärkeschmelzen aufzuzeigen.

Im Vergleich zu GPC-Analysen (Gel-Permeations-Chromatographie) hat diese Methode den Vorteil, dass die Änderung der Molmassenverteilung

ohne Zeitverzug direkt im Prozess, d. h. im Verarbeitungszustand der Schmelze gewonnen wird. Bei der GPC-Analyse möglicherweise auftretende Änderungen der Verteilung durch Wechselwirkungen der Stärke mit dem Lösungsmittel können hier von vornherein ausgeschlossen werden.

Das Konzept zur Bestimmung der Molmassenverteilung aus der Viskositätsfunktion ist im Folgenden in stark komprimierter Form dargestellt:

Das Röhrenmodell von Doi und Edwards 1978 [25] stellt für monodisperse Polymerschmelzen einen Zusammenhang zwischen der Relaxationszeit λ und der Molmasse M des Polymermoleküls sowie der Nullviskosität η_0 und dem Plateaumodul G_N der Schmelze her (Gl. (4) und (5)).

$$\lambda \sim M^\alpha \quad (4)$$

$$\eta_0 = \frac{\pi^2}{12} G_N \lambda \quad (5)$$

Nach Nielsen besteht ein Zusammenhang zwischen der Nullviskosität η_0 und der Molmasse M einer Polymerschmelze (Gl. (6)) [26].

$$\eta_0 = aM^\alpha \quad (6)$$

Der Exponent α in Gl. (6) entspricht dabei dem von Doi und Edwards [25] theoretisch hergeleiteten Exponenten α in Gl. (4). Für unendlich lange Moleküle, also unter Vernachlässigung der an den Röhren auftretenden Endeffekte, ergibt er sich zu 3, unter Berücksichtigung der Endeffekte zu 3,4.

Aus den Gln. (4)–(6) erhält man – mit der Annahme, dass eine lineare Superposition zulässig ist – für polydisperse Polymerschmelzen:

$$M_i = \sqrt[\alpha]{\frac{G_N \pi^2}{12a}} \sqrt[\alpha]{\lambda_i} \quad (7)$$

$$W(M_i) = 1 - \frac{\sum_{j=1}^i g_j}{G_N} \quad (8)$$

Darin entspricht M_i der Molmasse und $W(M_i)$ dem Gewichtsanteil der Fraktion i . Der Plateaumodul errechnet sich nach dem Maxwell-Modell zu:

$$G_N = \sum_i g_i \quad (9)$$

Die in den Gln. (7) – (9) auftretenden Wertepaare (g_i/λ_i) stellen das diskrete Relaxationszeitspektrum dar; mit den Relaxationszeiten λ_i und den Relaxationsstärken g_i . Das diskrete Relaxationszeitspektrum kann mithilfe der 1. Gleissle-Gleichung (Gl. (10)) [27] aus der Viskositätsfunktion und unter Beachtung der Äquivalenz der Relaxationszeitspektren aus dynamisch mechanischer Analyse (g_i/λ_i) und stetiger Scherung $(\eta_i/\dot{\gamma}_i)$ berechnet werden (Gl. (11) und (12)).

$$\eta(\dot{\gamma}) = \sum_i \eta_i \left[1 - \exp\left(-\frac{\dot{\gamma}_i}{\dot{\gamma}}\right) \right] \quad (10)$$

$$\eta_i = g_i \lambda_i \quad (11)$$

$$\lambda_i = \frac{1}{\dot{\gamma}_i} \quad (12)$$

Einzig, nicht aus der Viskositätsfunktion berechenbare Größe ist der Proportionalitätsfaktor a zwischen der Nullviskosität η_0 und der Molmasse M (Gl. (6)). Dieser ist stoffspezifisch und muss, z. B. aus Kalibriermessungen, bekannt sein. Anpassungsparameter sind in diesem Verfahren nicht enthalten!

Die Information über die Molmassenverteilung findet sich in der Viskositätsfunktion im Übergang zwischen der Nullviskosität und dem scherverdünnenden Bereich, d. h. für die Anwendung dieses Verfahrens ist es unumgänglich, die Viskositätsfunktion in diesem Scherratenbereich zu erfassen.

4 Ergebnisse

Die in Abschn. 3 beschriebene neue Inline-Messdüse wurde an einen gleichsinnig laufenden Doppelschnecken-Hochgeschwindigkeitsextruder (ZSK 26 Mc, Coperion W&P, Stuttgart) angeschlossen und die Viskositätsfunktionen für eine Stärkeschmelze (Maisstärke, 36 % Wasser) bei verschiedenen spezifischen mechanischen Energieeinträgen (SME) ermittelt (Abb. 3). Eingesetzt wurde dabei ein dreistufiger Keil. Durch vertikale Verschiebung des Keiles während des Betriebes wurde die Spalthöhen H zwischen 8,0 mm und 1,2 mm und somit die Scherraten zwischen 30 s^{-1} und 1500 s^{-1} variiert.

Mit steigendem mechanischen Energieeintrag wird die Viskositätsfunktion über den gesamten Scherratenbereich zu kleineren Werten verschoben. Dies steht im Einklang mit der Erwartung, dass ein höherer Energieeintrag, bzw. die damit korrelierten höheren Spannungen, die Stärkemoleküle stärker degradieren. Dies wiederum resultiert in einer geringeren Viskosität der Schmelze.

Nach der in Abschn. 4 beschriebenen Methode wurden aus den Viskositätsfunktionen die Molmassenverteilungen berechnet und mit GPC-Messungen der Fa. Malvern Instruments GmbH verglichen. Bei den GPC-Messungen wurde ein Steulicht- und zusätzlich ein Brechungsindexdetektor verwendet. Abb. 4 zeigt die Molmassenverteilungen aus den inline ermittelten Viskositätsmessungen und den GPC-Analysen im Vergleich.

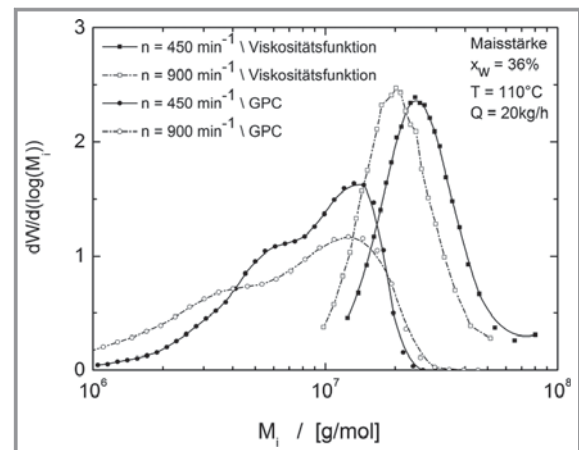


Abbildung 4. Vergleich der Molmassenverteilungen der Maisstärke (36 % Wasser)-Schmelze aus Viskositäts- und GPC-Messungen bei zwei spezifischen mechanischen Energieeinträgen.

Sowohl die Molmassenverteilung aus der GPC-Analyse, als auch die aus der Viskositätsfunktion berechneten sind mit steigendem Energieeintrag zu kleineren Werten hin verschoben. Dies bestätigt, dass die Moleküle durch die eingebrachte Energie degradiert werden. Die Verteilungen aus der GPC-Analyse sind im Vergleich zu den Verteilungen aus den Viskositätsfunktionen breiter und liefern kleinere Mittelwerte. Letzteres liegt daran, dass die Viskositätsfunktionen in diesem Fall nicht im kompletten Bereich zwischen unterer newtonscher Grenzviskosität und Glasbereich vorlagen. Qualitativ liefern jedoch GPC- und rheologische Analyse übereinstimmende Aussagen. Die grundsätzliche Anwendbarkeit der Methode ist damit gezeigt. Eine Verbesserung bzw. Erweiterung der inline Viskositätsmessung ist jedoch ebenso erforderlich wie eine kritische Betrachtung des Einflusses des Wassergehaltes oder des Verkleisterungsgrades der Stärke.

5 Zusammenfassung

Speziell für die Anforderungen der Stärkeextrusion wurde ein neues, innovatives Inline-Rheometer realisiert. Das nach dem Prinzip des Kapillarrheometers arbeitende Gerät erlaubt, über eine im Betrieb verstellbare Spaltgeometrie die Abdeckung eines großen Scherratenbereiches, typischerweise zwischen ca. 10 s^{-1} und $20\,000 \text{ s}^{-1}$. Je nach untersuchtem Stoff wird der Bereich in der Praxis durch die Antriebs-

leistung des Extruders und die Messbarkeit der auftretenden Drücke limitiert. Die einfach zu fertigenden und leicht auszuwechselnden Einbauten erlauben darüber hinaus die flexible Gestaltung des Strömungskanals. Eine Drossel am Ausgang des Rheometers ermöglicht den Gesamtdruckabfall im Rheometer, unabhängig von der eingestellten Spaltgeometrie, konstant zu halten. Damit wird eine Rückwirkung der Messung auf den thermomechanischen Energieeintrag im Extruder ausgeschlossen. Das Rheometer ist elektrisch beheizt- und zusätzlich flüssig temperierbar.

Das Rheometer wurde benutzt, um nachzuweisen, dass verschiedene spezifische mechanische Energieeinträge über den dadurch verursachten Abbau der Stärkemoleküle zu unterschiedlichen Viskositätsfunktionen führen. Aus diesen Viskositätsfunktionen wurden in einem ersten Ansatz durch Übertragung eines für Polymerschmelzen entwickelten Konzeptes die Molmassenverteilungen der extrudierten Stärken berechnet und mit GPC-Analysen verglichen. Sowohl die Viskositätsfunktionen als auch die GPC-Messungen zeigen den extrusionsbedingten Abbau der Stärkemoleküle. Qualitativ ergeben die GPC- und die rheologische Analyse dabei übereinstimmende Aussagen.

Das Forschungsvorhaben (AiF 15617 N) wurde im Programm zur Förderung der „Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF)“ vom Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie (via AiF) über den Forschungskreis der Ernährungsindustrie e.V. (FEI) gefördert.

Formelzeichen

a	[Pas/(kg/mol) ^{α}]	experimentell zu ermittelnder Faktor
B	[m]	Breite des Strömungskanals
G_N	[Pa]	Plateaumodul
$g_{i,j}$	[Pa]	Relaxationsstärke
H	[m]	Höhe des Strömungskanals
i, j	[-]	Laufindex
L	[m]	Abstand zweier Druckmessstellen im Strömungskanal
M	[kg mol ⁻¹]	Molmasse
\bar{M}_W	[kg mol ⁻¹]	massenmittlere Molmasse
M_i	[kg mol ⁻¹]	Molmasse der Klasse i
Δp	[Pa]	Druckdifferenz
Q	[kg h ⁻¹]	Massestrom
T	[°C]	Temperatur
\dot{V}	[m ³ s ⁻¹]	Volumenstrom
$W(M_i)$	[-]	Gewichtsanteil
x_W	[%]	Wassergehalt

Griechische Symbole

α	[-]	Exponent
$\dot{\gamma}$	[s ⁻¹]	Scherrate
$\dot{\gamma}_i$	[s ⁻¹]	diskrete Scherrate
η	[Pa s]	dynamische Viskosität
η_0	[Pa s]	Null- oder untere newtonsche Grenzviskosität
η_i	[Pa s]	diskrete Viskosität
λ	[s]	Relaxationszeit
λ_i	[s]	diskrete Relaxationszeit
τ	[Pa]	Schubspannung

Literatur

- [1] R. M. van den Eijnde et al., *Carbohydr. Polym.* **2004**, *55*, 57 – 63.
- [2] B. Vergnes, J. P. Villemaire, P. Colonna, J. Tayeb, *J. Cereal Sci.* **1987**, *5*, 189 – 202.
- [3] P. X. Li, O. H. Campanella, A. K. Hardacre, *Cereal Chem.* **2004**, *81*, 70 – 76.
- [4] C. Millauer, *Dissertation*, TU Berlin **1994**.
- [5] B. Vergnes, G. Della Valle, J. Tayeb, *Rheol. Acta* **1993**, *32*, 465 – 476.
- [6] J. L. Kokini, C. N. Chang, L. S. Lai, *The Role of Rheological Properties on Extrudate Expansion, Food Extrusion Science and Technology* (Eds: J. L. Kokini, C. T. Ho, M. V. Karwe), Marcel Dekker, New York **1992**, 631 – 653.
- [7] C. C. Collier, D. W. Clegg, *Rheological Measurement*, Springer, Berlin **1998**, 190 – 209.
- [8] J. F. Steffe, R. G. Morgan, *J. Food Process Eng.* **1987**, *10*, 21 – 26.
- [9] F. Robin et al., *Chem. Eng. Technol.* **2010**, *33*, 1672 – 1678.
- [10] C. Millauer, *Dissertation*, TU Berlin **1994**.
- [11] S. I. Fletcher, T. J. McMaster, P. Richmond, A. C. Smith, *Chem. Eng. Commun.* **1985**, *32*, 239 – 262.
- [12] L. S. Lai, J. L. Kokini, *J. Rheol.* **1990**, *34*, 1245 – 1266.
- [13] P. X. Li, O. H. Campanella, A. K. Hardacre, *Cereal Chem.* **2004**, *81*, 70 – 76.
- [14] W. Bindzus, G. Fayard, B. van Lengerich, F. Meuser, *Starch/Staerke* **2002**, *54*, 252 – 259.
- [15] F. Berzin, A. Tara, L. Tighzert, *Appl. Rheol.* **2007**, *17*, 1 – 7.
- [16] K. L. Mackey, R. Y. Ofoli, *J. Food Sci.* **1990**, *55*, 417 – 423.
- [17] A. Senouci, A. C. Smith, *Rheol. Acta* **1988**, *27*, 546 – 554.
- [18] B. Vergnes, J. P. Villemaire, *Rheol. Acta* **1987**, *26*, 576.
- [19] S. M. Wang, J. M. Bouvier, M. Gelus, *Int. J. Food Sci. Technol.* **1990**, *25*, 129 – 139.
- [20] F. Robin et al., *J. Food Eng.* **2012**, *109* (3), 417 – 423.
- [21] M. Horvat et al., *Carbohydr. Polym.* **2013**, *93* (2), 492 – 498.
- [22] M. Horvat et al., *J. Food Eng.* **2013**, *116*, 398 – 403.
- [23] B. Hochstein, *Ermittlung der Molmassenverteilung von Polymeren aus deren Viskositätsfunktion mit Hilfe der 1. Spiegelrelation, Polymeranalytik-Charakterisierung von Polymeren und makromolekularen Strukturen* (Ed: W.-M. Kulicke), Shaker Verlag, Aachen **1997**.
- [24] B. Hochstein, in *Proc. of the 5th European Rheology Conference*, Steinkopff Verlag, Darmstadt **1998**, 230 – 231.
- [25] M. Doi, S. F. Edwards, *J. Chem. Soc.* **1978**, *74*, 1789 – 1832.
- [26] L. E. Nielsen, *Polymer Rheology*, Marcel Dekker, New York **1977**.
- [27] W. Gleißle, *Dissertation*, Universität Karlsruhe **1978**.

DOI: 10.1002/cite.201300111

Innovatives Inline-Rheometer zur Bestimmung des Stärkeabbaus im Extruder

B. Hochstein, Z. Kizilbay, M. Horvat, H. P. Schuchmann, N. Willenbacher*

Der Abbau der Stärke bei der Extrusion beeinflusst die rheologischen Eigenschaften der Stärkeschmelze und die des fertigen Produktes. Die Viskositätsfunktionen der Schmelzen wurden mittels eines neuen, innovativen Inline-Rheometers bestimmt und daraus die Molmassenverteilungen der Stärke berechnet und mit Gel-Permeations-Chromatographie-Analysen verglichen.

