

# **F&E**

## **Dokumentation**

**01IF22205N**

**„Schnelle und produktschonende  
Erwärmung und Gefriertrocknung von  
Lebensmitteln und biogenen Wirkstoffen  
mittels Solid-State-  
Mikrowellengeneratoren“**

**– Schlussbericht 2024 –**

**Projekt der Industriellen  
Gemeinschaftsforschung**



### **Forschungseinrichtung 1:**

Karlsruher Institut für Technologie (KIT)  
Institut für Bio- und Lebensmitteltechnik  
Teilinstitut I: Lebensmittelverfahrenstechnik  
Kaiserstraße 12  
76128 Karlsruhe  
Tel: +49 721 608-42497  
Fax: +49 721 608-45967  
E-Mail: volker.gaukel@kit.edu  
Internet: <http://lvt.blt.kit.edu/>

### **Projektleiter:**

Prof. Dr. Heike P. Karbstein/Prof. Dr. Ulrike van der Schaaf/Dr. Volker Gaukel

### **Projektbearbeiter:**

M.Sc. Till Sickert, Afshan Mehrabi

### **Forschungseinrichtung 2:**

Technische Universität München  
School of Life Sciences  
Forschungsdepartment Life Science Engineering  
Professur Food Process Engineering  
Weißenstephaner Berg 1  
85354 Freising  
Tel: +49 8161 71-4205  
Fax: +49 8161 71-4384  
E-Mail: petra.foerst@tum.de  
Internet: <https://www.wzw.tum.de/index.php?id=206>

### **Projektleiterin:**

Prof. Dr. Petra Först

### **Projektbearbeiterin:**

Isabel Kalinke

---

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

---

**Bewilligungszeitraum: 01.12.2021 – 31.12.2024**

***... ein Projekt der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF)***

Gefördert durch:



Bundesministerium  
für Wirtschaft  
und Klimaschutz

aufgrund eines Beschlusses  
des Deutschen Bundestages



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

Datum des Berichts: 08.05.2025

## Inhaltverzeichnis

1.	Zusammenfassung .....	3
2.	Durchgeführte Arbeiten und Ergebnisse im Berichtszeitraum .....	4
2.1.	Arbeitspaket 1: Modellsysteme und Bestimmung der Produkteigenschaften (TUM) ....	4
2.2.	Arbeitspaket 2: Weiterentwicklung und Kombination von Messmethoden zur Bestimmung der Temperatur- bzw. $\dot{q}/t$ -Verteilung (TUM).....	5
2.3.	Arbeitspaket 3: Experimentelle Untersuchung der MW-Erhitzung (TUM) .....	5
2.4.	Arbeitspaket 4: Entwicklung von MW-Steuerungskonzepten auf Basis elektromagnetischer Simulationen (KIT) .....	6
2.5.	Arbeitspaket 5: Bewertung der SS-MWGT im Vergleich zur konventionellen GT (KIT) 7	
2.6.	Arbeitspaket 6: Untersuchung des MW-unterstützten Gefriertrocknens (TUM) .....	9
2.7.	Arbeitspaket 7: Entwicklung Trocknungskonzepte für industrierelevante Produkte (KIT/TUM) .....	10
3.	Verwendung der Zuwendung.....	11
4.	Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit.....	12
5.	Wissenschaftlich-technischer und wirtschaftlicher Nutzen der erzielten Ergebnisse insbesondere für KMU sowie innovativer Beitrag und industrielle Anwendungsmöglichkeiten ..	13
6.	Patentanmeldungen.....	13
7.	Plan zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft .....	13
8.	Zusammenstellung aller Arbeiten, die im Zusammenhang mit dem Vorhaben veröffentlicht wurden oder in Kürze veröffentlicht werden sollen.....	16
9.	Einschätzung zur Realisierbarkeit des vorgeschlagenen und aktualisierten Transferkonzepts.....	18
10.	Förderhinweis .....	19
11.	Anlage: Ausführlicher wissenschaftlicher Bericht .....	19

## **1. Zusammenfassung**

In diesem Projekt wurden die Möglichkeiten der innovativen Halbleiter (SS)-Mikrowellen (MW)-Technologie hinsichtlich neuer Steuerungskonzepte der Anregungsfrequenz in Trocknungs- und Erwärmungsprozessen experimentell und simulativ untersucht. Die Prozesse der MW-Erwärmung, MW-Gefriertrocknung (MWGT) und der konventionellen Gefriertrocknung (GT) wurden anhand des Einsatzes verschiedener Modellsysteme untersucht, die die breite Produktpalette der Lebensmittel- und Pharmaindustrie abbilden. Dabei kamen Gellan- und Tylosegele sowie aufgeschäumte Zuckerlösungen zum Einsatz. Diese Modellsysteme wurden im Rahmen von AP 1 (TUM) hinsichtlich ihrer Produktparameter erfolgreich charakterisiert. Auf dieser Grundlage wurden elektromagnetische Simulationen der MWGT (KIT) durchgeführt. Die entwickelten Simulationsmodelle wurden dabei erfolgreich verifiziert und über experimentellen Daten der frequenzabhängigen Energieeffizienz validiert (AP 4 KIT). Darüber hinaus erfolgte eine umfangreiche Untersuchung des Einsatzes von SS-MW-Generatoren in der MW-Erhitzung (AP 3, TUM). Dabei konnten unter Einsatz der entwickelten Methoden und Quantifizierungsansätze (AP 2, TUM) neue Erkenntnisse hinsichtlich einer gezielten Verbesserung der Prozesshomogenität bei gesteigerter Energieeffizienz des MW-Prozesses gewonnen werden. Aus diesen Daten wurden Steuerungskonzepte abgeleitet, die vielversprechende Ergebnisse hinsichtlich der Erzielung einer homogenen, energieeffizienten MWGT unter Einsatz des innovativen SS-Generators zeigten. Im direkten Vergleich der beiden Generatorsysteme (Magnetron und SS-Generator) konnte zudem gezeigt werden, dass über eine gezielte Frequenzwahl und genauere Leistungsanpassung eine schnellere und damit auch energieeffizientere, homogene Trocknung durch den Einsatz des SS-Generators erzielt werden konnte. Zudem wies der SS-Generator ein signifikant niedrigeres Risiko zur ungewollten Plasmazündung in der MWGT auf (AP 6, TUM). In AP 5 (KIT) wurden unterschiedliche Steuerungskonzepte zur Anwendung in der MWGT simuliert und experimentell validiert. Der Einsatz mehrerer energieeffizienter Resonanzfrequenzen führte zu einer signifikanten Steigerung der Energieeffizienz, mit einer durchschnittlichen Umwandlung von elektromagnetischer Energie in Wärme von 64,63 %, was einer Steigerung von 24,51 % im Vergleich zu konstanten Frequenzen entspricht. Die Trocknung war dabei homogen und die Qualität vergleichbar mit der gefriergetrockneter Produkte. Diese Konzepte konnten erfolgreich auf industrielle relevante Produkte übertragen und ein grundsätzlicher Verfahrensleitfaden gegeben werden (AP 7 KIT). Dies hat die Einstiegshürde für KMU in Bezug auf die neue MW-Technologie stark gesenkt. Für KMU ist das Konzept zur wissensbasierten Verfahrens- und Produktentwicklung und zur Ermittlung von tatsächlichen Aufheiz- und Trocknungsprofilen besonders hilfreich.

TUM und KIT haben die Arbeitsziele erfolgreich innerhalb des vorgesehenen Zeitplans unter Berücksichtigung der bewilligten, ausgabenneutralen Verlängerung bearbeitet. Ein

Erkenntniszuwachs durch das Projekt wurde v. a. für KMU im Anlagenbau bzw. für Anlagenutzer in der Lebensmittel- und Pharmabranche realisiert. Ein weiterer Wissenstransfer soll über das Projektende hinaus erfolgen. **Das Forschungsziel wurde erreicht.**

## **2. Durchgeführte Arbeiten und Ergebnisse im Berichtszeitraum**

### **2.1. Arbeitspaket 1: Modellsysteme und Bestimmung der Produkteigenschaften (TUM)**

#### *Ziel*

Die Modellsysteme zur Untersuchung der MWGT, GT und MW-Erhitzung wurden hinsichtlich wichtiger Produktparameter charakterisiert.

#### *Durchgeführte Arbeiten:*

Entwicklung der Modellsysteme und Bestimmung der Produkteigenschaften von Seiten der TUM.

#### *Erzielte Ergebnisse*

Um die breite Produktpalette in der Lebensmittelindustrie abzubilden, wurden Tylose- und Gellangelproben als Modellsystem für feste Lebensmittel unterschiedlichen Wassergehalts untersucht. Dabei lag ein besonderer Fokus auf den dielektrischen Eigenschaften der Modellsysteme in Abhängigkeit der Temperatur und des Wassergehalts der Probe. Hierbei war eine stetige Abstimmung mit den Ergebnissen aus AP 2 notwendig, da die Modellsysteme entsprechend der in AP 2 eingeführten Markersubstanzen und Methodik angepasst werden mussten. Die in AP 1 bestimmten Produktparameter stellten zudem die Grundlage für die Simulation in AP 4 dar.

Neben den Gelen wurden Maltodextrin-Schäume stellvertretend für Zucker-Carrier-Systeme in der Pharma industrie untersucht. Die resultierenden Maltodextrinschäume ermöglichen einen hohen Dampftransport durch die bereits getrocknete Schicht ohne zu einer mechanischen Zerstörung der Probenstruktur zu führen, damit waren sie für Untersuchungen in einem weiten Prozessparameterbereich, wie in Arbeitspaket 6 angestrebt, sehr gut geeignet. In Abstimmung mit der Entwicklung einer neuen Methodik zur Identifizierung von Hot- und Cold-Spots in der Mikrowellengefriertrocknung im Rahmen von AP 2 wurde dieses Modellsystem um einen thermochromen Farbmarker erweitert und dessen Verfärbungsverhalten im Modellsystem erfolgreich charakterisiert.

Alle Modellsysteme wurden erfolgreich charakterisiert.

## **2.2. Arbeitspaket 2: Weiterentwicklung und Kombination von Messmethoden zur Bestimmung der Temperatur- bzw. 9/t-Verteilung (TUM)**

### *Ziel*

Methoden zur Charakterisierung der Prozesseinwirkung und zur Validierung der Simulationsmodelle stehen zur Verfügung.

### *Durchgeführte Arbeiten*

Entwicklung neuer Messmethodik zur Visualisierung der äußeren Mikrowellenfeldverteilung in der Mikrowellenkammer und Entwicklung einer neuen Methode zur einfachen Sichtbarmachung von sogenannten Hot- und Cold-Spots in der Mikrowellengefriertrocknung von Seiten der TUM.

### *Erzielte Ergebnisse:*

Methoden zur Bestimmung der äußeren Feldverteilung in der Mikrowellenkammer sowie zur Identifizierung kritischer Produktbereiche (Hot- und Cold-Spots) in der Mikrowellengefriertrocknung wurden erfolgreich entwickelt. Dazu wurde zum einen eine LED-Platine in das Mikrowellenfeld eingebracht und über lokale Anregungen von Leiterschleifen die lokale Feldintensität über einen induzierten Stromfluss bestimmt. Zum anderen wurde eine vielversprechende neue Methodik unter Einbringung von irreversibler, thermochromer Tinte in das Modellsystem entwickelt. Durch diese konnten im Anschluss an den Mikrowellengefriertrocknungsprozess kritische Produktbereiche identifiziert werden. Diese zeigten über die thermochrome Farbveränderung der Probe, an welchen Positionen die Probe während der Trocknung erhöhten Prozesstemperaturen ausgesetzt war. Diese neue Methode wurde mit etablierten Methoden kombiniert und so erfolgreich hinsichtlich ihrer Fähigkeit bewertet, Produktbereiche höherer bzw. niedrigerer maximaler Prozesstemperaturen anhand der resultierenden Farbintensität der Gefriertrocknungsprobe zu identifizieren.

## **2.3. Arbeitspaket 3: Experimentelle Untersuchung der MW-Erhitzung (TUM)**

### *Ziel*

Die Einflüsse von Anregungsfrequenz, Probenposition, MW-Erzeugung und Drehtellerrotation auf das Temperaturprofil sind charakterisiert und stehen für die Modellvalidierung zur Verfügung. Die Wirkung verschiedener Steuerungskonzepte auf Energieeffizienz und Homogenität ist bekannt.

### *Durchgeführte Arbeiten*

Experimentelle Untersuchung neu-entwickelter Solid-State-Frequenzkontrollstrategien in der Mikrowellen-Erhitzung von Seiten der TUM.

### *Erzielte Ergebnisse*

Mittels des Gellan-Gelsystems aus AP 1 mit zugesetzten Edukten der Maillard-Bräunung und über Wärmebildaufnahmen wurde die Gleichmäßigkeit des Mikrowellen-Erhitzenprozesses untersucht. Es wurden neue Frequenz-Kontrollstrategien entwickelt und mit etablierten Ansätzen verglichen. Strategien, die frequenzabhängige Feedbacksignale des Solid-State-Generators nutzten, erwiesen sich als besonders effektiv bei der Identifikation optimaler Anregungsfrequenzen für einen homogenen und energieeffizienten Mikrowellenerhitzungsprozess. Die Feedback-Signale ermöglichen es, lastspezifische Resonanzfrequenzen vor der Mikrowellenbehandlung zu identifizieren und so durch Einsatz der entwickelten Frequenz-Kontrollstrategien eine maximale Homogenität bei hoher Energieeffizienz zu erzielen.

## **2.4. Arbeitspaket 4: Entwicklung von MW-Steuerungskonzepten auf Basis elektromagnetischer Simulationen (KIT)**

### **AP 4.1. Validierung der Modelle auf Basis der MW-Erhitzung**

#### *Ziel*

AP 4.1: Die elektromagnetischen Modelle wurden für die MW-Erhitzung validiert und können für die Bewertung der Erwärmungshomogenität und Energieeffizienz genutzt werden.

#### *Durchgeführte Arbeiten*

AP4.1: Ein Modell der MW-Kavität und des Maillard-Gellan-Gelsystem aus AP 3 wurde für die elektromagnetischen Simulationen als CAD-Modell erstellt und Simulationen für die Frequenzanalyse durchgeführt. Elektromagnetische Simulationen wurden durchgeführt, um die Auswirkungen von Frequenzsteuerungskonzepten und verschiedenen Probegeometrien auf die Energieeffizienz und Erwärmungshomogenität während des Mikrowellentrocknens zu bewerten. Die Daten aus Simulation und Experiment wurde verglichen.

#### *Erzielte Ergebnisse:*

Die Ergebnisse zeigten eine signifikante Verbesserung der Energieeffizienz bei allen Geometrien durch den Einsatz der RF- und aRFs-Steuerungskonzepte. Darüber hinaus wurde bei der Analyse der Erwärmungshomogenität die Bedeutung der Auswahl des richtigen Steuerungskonzepts und der Geometrie hervorgehoben, um sowohl die Energieeffizienz als auch die Erwärmungshomogenität zu optimieren.

Das Simulationsmodell wurde erfolgreich validiert.

## **AP 4.2. Übertragung des Modells auf die MWGT**

### *Ziel*

Die elektromagnetischen Simulationen konnten zur Entwicklung eines frequenzbasierten Steuerungskonzeptes eingesetzt werden und zeigen eine Übereinstimmung mit den Trocknungsversuchen. Validierte Simulationen sind auf verschiedenen Geometrien/Skalen möglich und können daher als universelle Basis zur prädiktiven Erstellung eines Steuerungskonzeptes für die MWGT verwendet werden.

### *Durchgeführte Arbeiten*

Die elektromagnetischen Modelle und Steuerungskonzepte wurden auf die Mikrowellengefriertrocknung angewendet. Die Temperaturleitfähigkeit des Modellprodukts Tylosgel wurde ergänzend zu den Ergebnissen aus AP 1 temperaturabhängig gemessen. Dies ermöglichte die zukünftige Verknüpfung der elektromagnetischen Modelle mit thermodynamischen Modellgleichungen. Unter Verwendung der in AP 1 gemessenen dielektrischen Eigenschaften wurden elektromagnetische Simulationen der MWGT durchgeführt, verifiziert und validiert und konnten zur Bewertung der Erwärmungshomogenität und Energieeffizienz genutzt werden.

### *Erzielte Ergebnisse*

Die elektromagnetischen Simulationen wurden erfolgreich zur Entwicklung eines frequenzbasierten Steuerungskonzeptes eingesetzt. Bei der Validierung der Simulationsergebnisse zeigte sich lediglich eine qualitative Vergleichbarkeit zu den experimentellen Ergebnissen. Daher müssen die erzielten Ergebnisse in Konzeptnachweisen überprüft werden. Ein erster qualitativer Konzeptnachweis war erfolgreich, sowohl in Experimenten als auch in Simulationen konnte eine Verschiebung der resonanten Frequenzen zu höheren Frequenzen mit voranschreitender Trocknung festgestellt werden. In den elektromagnetischen Simulationen konnten hohe Energieeffizienzen bei der Anwendung resonanter Frequenzen und hohe Erwärmungshomogenität bei der Anwendung mehrerer Frequenzen festgestellt werden.

## **2.5. Arbeitspaket 5: Bewertung der SS-MWGT im Vergleich zur konventionellen GT (KIT)**

### **AP 5.1: Aufbau einer SS-MWGT Anlage in Labormaßstab**

### *Ziel*

Die Online-Sensorik ist im Demonstrator integriert und kann zur Prozessverfolgung genutzt werden. Grundlegende Versuche zur GT und MWGT konnten im Demonstrator durchgeführt werden.

### *Durchgeführte Arbeiten*

Es wurden alle Komponenten zum Betrieb einer MWGT an der Anlage zur MWGT im Labormaßstab installiert. Ein zweiter SSG und ein weiterer Taktgenerator wurden an den Verfahrensraum angeschlossen. Es erfolgte eine Umstellung der Kommunikationsprotokolle in Matlab. Weiterhin wurde der vorhandene Wärmeübertrager für die Inbetriebnahme der hybriden Gefriertrocknung umgerüstet

### *Erzielte Ergebnisse*

Die existierende Anlage zur konventionellen Gefriertrocknung wurde erfolgreich umgebaut. Alle Sensoren aus der Verwendung in der konventionellen Gefriertrocknung konnten erfolgreich auch in der MWGT eingesetzt werden. Alle relevanten Prozessparameter wiesen den erwarteten Verlauf auf.

## **AP 5.2: Auswirkung des elektromagnetischen Felds auf die GT**

### *Ziel*

Die Auswirkungen einer gezielten Anpassung der MW-Frequenz und –Leistung über den GT-Prozess auf Produktqualität und Verfahrensparameter sind bekannt. Die Modelle zur Beschreibung der MWGT sind validiert.

### *Durchgeführte Arbeiten*

Die Auswirkung der Mikrowellenleistung und Mikrowellenfrequenz auf den Prozess wurden zunächst anhand des entwickelten Konzeptes an der partiellen MWGT mit dem Modellprodukt Tylosegel untersucht. Hierbei wurden die in AP4 entwickelten frequenzbasierten Steuerungskonzepte und spezifische Vorwärtsleistungen von bis zu 0,167 W/g untersucht. Aufgrund der Verschiebung der resonanten Frequenzen während der Trocknung musste ein Algorithmus zur in-line Verfolgung dieser resonanten Frequenzen entwickelt werden. Dieser wurde erfolgreich zur Gesamtrocknung eingesetzt. Diese Konzepte wurden auf die MWGT angewendet.

### *Erzielte Ergebnisse*

Die wichtigsten Ziele, die erreicht wurden, umfassen die Validierung der frequenzbasierten Steuerungskonzepte, die Verbesserung der Energieeffizienz und die Erhöhung der Trocknungshomogenität. Der Einsatz Frequenzanpassung während des Trocknungsprozesses führte zu einer signifikanten Verbesserung der Energieeffizienz und einer Verkürzung der Prozesszeit im Vergleich zur konventionellen GT, während die Produktqualität beibehalten wurde.

Der Einsatz mehrerer energieeffizienter RFs im 6RFmax-Steuerungskonzept führte zu einer signifikanten Steigerung der Energieeffizienz, mit einer durchschnittlichen Umwandlung von elektromagnetischer Energie in Wärme von 64,63 %, was einer Steigerung von

24,51 % im Vergleich zu konstanten Frequenzen entspricht. Diese Verbesserung zeigte sich in einer erhöhten Temperatur des Modellprodukts Tylosegel, wobei die maximale Temperatur von 43,8 °C in MWGT mit der in GT gemessenen Temperatur von 44,0 °C vergleichbar war. Die höhere Energieeffizienz in Verbindung mit einer höheren dissipierten Leistung führte zu einer beschleunigten Trocknung und einer Verkürzung der Prozessdauer um 24,2 % im Vergleich zu GT. Alle MWGT-Steuerungskonzepte erreichten ähnliche Restfeuchte- und AA-Retention-Werte wie GT, wobei jedoch eine strukturelle Beeinträchtigung durch Aufblähung in 12,5 % der MWGT-Proben festgestellt wurde. Die Solid State Generator ermöglicht es, solche Beeinträchtigungen zu vermeiden, indem das Mikrowellenfeld gezielt angepasst wird, und bietet Potenzial für eine breitere Anwendung in anderen Prozessen, wenn die Steuerung genau auf produktspezifische Parameter wie Gewicht oder Temperatur abgestimmt wird.

### **AP 5.3: Untersuchung einer GT mit kombiniertem Energieeintrag**

#### *Ziel*

Ein GT-Prozess mit kombiniertem Energieeintrag aus MW-Strahlung, Konduktion und Infrarotstrahlung wurde gegenüber GT und MWGT eingeordnet.

#### *Durchgeführte Arbeiten*

Die Arbeiten in AP 5.2, die sich auf die Softwareprogrammierung für eine schnelle Frequenzsuche konzentrierten, waren eine kritische Voraussetzung für eine erfolgreiche Durchführung des APs. Diese waren jedoch sehr zeitaufwändig und weder vorhersehbar noch eingeplant. Aus diesem Grund war es nicht realisierbar, die Arbeiten in AP 5.3 durchzuführen.

#### *Erzielte Ergebnisse*

keine

## **2.6. Arbeitspaket 6: Untersuchung des MW-unterstützten Gefriertrocknens (TUM)**

#### *Ziel*

Optimierte Steuerungskonzepte für die Trocknung im SS-Betrieb sind entwickelt und auf Übertragbarkeit auf andere Anlagenkonzepte geprüft.

#### *Durchgeführte Arbeiten:*

Experimentelle Untersuchung der Mikrowellen-Gefriertrocknung wurden von Seiten der TUM durchgeführt. Mittels des in AP 1 entwickelten, neuen Modellsystems wurden, unter Einsatz der in AP 2 entwickelten neuen Methodik zur Beschreibung der Inhomogenität der Mikrowellen-Gefriertrocknung, Trocknungsversuche durchgeführt. Dabei wurde u.a.

der Einfluss des Generatorsystems (Magnetron oder Solid-State-Generator), der Inputleistung und der Anregungsfrequenz untersucht.

*Erzielte Ergebnisse:*

Die Ergebnisse aus AP 6 zeigten, dass es in dem zylindrischen Mikrowellengefrieretrockner der TUM zu keiner signifikante Verschiebung der Resonanzfrequenzen während des Trocknungsprozesses kam. Eine konstante Mikrowellenfrequenz führte zu einer gleichbleibenden Ausprägung des Erhitzungsmusters über den Trocknungsprozess. Diese beiden Aspekte erleichterten die Identifikation vielversprechender Frequenzen zur erfolgreichen Applikation der entwickelten Frequenz-Kontrollstrategien in der Mikrowellengefrier-trocknung. Geringfügige Unterschiede in den Anregungsfrequenzen führten zu unterschiedlichen Erhitzungsmustern, was eine Steigerung der Prozesshomogenität durch Frequenzvariation ermöglichte.

Durch Anregung bei der initial identifizierten Gesamt-Resonanzfrequenz konnte die Prozesszeit um 23 % gegenüber einem Magnetron-Generator und um 44 % gegenüber der ineffizientesten Mikrowellenfrequenz reduziert werden. Durch den Einsatz einer Frequenz-Kontrollstrategie konnte darüber hinaus eine weitere minimale Verkürzung der Trocknungszeit um 13 % gegenüber der Anregung bei der initial identifizierten Resonanzfrequenz erzielt werden. Entscheidend war, dass dies bei gleichzeitiger Reduktion der Temperaturinhomogenität um 49 % erreicht wurde. Die getestete Strategie kombinierte folglich die höchste Homogenität bei einer Einzelfrequenz mit der kürzesten erzielbaren Trocknungszeit.

## **2.7. Arbeitspaket 7: Entwicklung Trocknungskonzepte für industrierelevante Produkte (KIT/TUM)**

*Ziel*

Das entwickelte Konzept für die MWGT wurde erfolgreich über einen Leitfaden auf industrierelevante Produkte übertragen.

*Durchgeführte Arbeiten:*

Das in AP 4 und 5 entwickelte Konzept zur Steuerung der MWGT durch die Anpassung des Frequenzalgorithmus wurde auf die Trocknung von Apfel- und Schweinefleischproben angewendet. Diese Proben wurden speziell ausgewählt, um die Wirksamkeit des entwickelten Ansatzes bei der Optimierung des Trocknungsprozesses für verschiedene Produktkategorien zu demonstrieren.

### *Erzielte Ergebnisse*

Ein Ergebnis- und Wissenstransfer in die Wirtschaft ist über im Rahmen dieses Projekts entstandene Publikationen sowie in der Form von vier Projekttreffen erfolgt. Weiterführende Informationen in dem Plan zum Ergebnistransfer (s. Anlage) enthalten.

Die Implementierung mehrerer energieeffizienter RFs und der Echtzeit-Frequenzsteuerung im 6RFmax-Steuerungskonzept für reale Produkte hat zu einer signifikanten Steigerung der Energieeffizienz geführt, ähnlich den Ergebnissen für das Modellprobe Tylose-Gel. Zusätzlich zu den Änderungen im Temperaturprofil und der Trocknungsrate über die Trocknungszeit ergaben die Apfel- und Schweinefleischproben mit verschiedenen Frequenzplänen ähnliche Veränderungen wie im Tylose-Gel in AP5.2, was die Übertragbarkeit der vorgeschlagenen Methode für die industrielle Trocknung von Lebensmitteln zeigt.

Darüber hinaus zeigen die Ergebnisse der Echtzeit-Frequenzanpassung auf Produkteigenschaften wie Textur, sichtbare Farbe und Rehydrationseigenschaften bessere Ergebnisse im Vergleich zu anderen Steuerungskonzepten, was die Anwendbarkeit der vorgeschlagenen Methode unterstreicht.

### **3. Verwendung der Zuwendung**

#### **Forschungseinrichtung 1 (KIT)**

- wissenschaftlich-technisches Personal (Einzelansatz A.1 des Finanzierungsplans)

#### **Personenmonate (PM)**

A.1	Gem. Einzelfinanzierungsplan	bisher abgerechnet	2024	kumuliert
- HPA A	27	13,93	13	26,93

- Geräte (Einzelansatz B des Finanzierungsplans)

**2 Stück Solid State Mikrowellengeneratoren: 19.784,94 €:**

**Modellname HY2020 500 W (Trumpf Hüttinger GmbH)**

Auftrag erteilt am 18.02.2022; Zwei Teillieferungen am 27.04.2022 (8704,85 €) und am 11.08.2022 (11080,09 €); Einsatz in Anlage zur mikrowellengestützten Gefriertrocknung

- Leistungen Dritter (Einzelansatz C des Finanzierungsplans)

Es wurden keine Ausgaben für die Leistungen Dritter beantragt und bewilligt.

## Forschungseinrichtung 2 (TUM)

- wissenschaftlich-technisches Personal (Einzelansatz A.1 des Finanzierungsplans)

### Personenmonate (PM)

A.1	Gem. Einzelfinanzierungsplan	bisher abgerechnet	2024	kumuliert
- HPA A	30	18,5	11,5	30

- Geräte (Einzelansatz B des Finanzierungsplans)  
Es wurden keine Ausgaben für Geräte beantragt und bewilligt.
- Leistungen Dritter (Einzelansatz C des Finanzierungsplans)  
Es wurden keine Ausgaben für die Leistungen Dritter beantragt und bewilligt.

## **4. Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit**

Die geleistete Arbeit entspricht dem begutachteten und bewilligten Antrag und war daher für die Durchführung des Vorhabens notwendig und angemessen. AP 5.3 konnte aufgrund notwendiger Mehrarbeiten in AP 5.2 nicht durchgeführt werden. Dies hatte keinen Einfluss auf das Erreichen der grundsätzlichen Projektziele.

Bis zum Projektende wurden die im Finanzierungsplan vorgesehenen wissenschaftlichen Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter, technisches Personal und studentische Hilfskräfte (nur KIT) für den Projektverlauf eingestellt und bearbeiteten die vorgesehenen Arbeitspakete von Seiten des KIT und der TUM. Zu ihren Aufgaben gehörten eine eingehende und fortlaufende Literaturrecherche, Versuchsplanung und -durchführung, die Entwicklung von Methoden, Analytik, die Auswertung der erzielten Ergebnisse sowie der Anlagenaufbau. Darüber hinaus umfassten die Arbeiten Transfermaßnahmen zum PA und zur Öffentlichkeit, wie die Teilnahme an Konferenzen. Die durchgeführten Arbeiten entsprechen damit den im Forschungsantrag vereinbarten Aufgaben.

## **5. Wissenschaftlich-technischer und wirtschaftlicher Nutzen der erzielten Ergebnisse insbesondere für KMU sowie innovativer Beitrag und industrielle Anwendungsmöglichkeiten**

Aus dem Vorhaben wurden Erkenntnisse gewonnen, wie sich eine Prozessführung mit frequenzbasierter Modulation und Leistungsanpassung des elektromagnetischen Feldes in der MW-gestützten Erwärmung und Gefriertrocknung auf Erwärmungshomogenität, Prozessparameter, Produkteigenschaften sowie Energieeffizienz auswirkt. Im Rahmen des Projektes wurden neuartige Simulationsmodelle für die Erwärmung und Trocknung mit von Modellprodukten entwickelt und validiert. Damit wurden prädiktive Modelle für die Auslegung von Anlagensteuerungskonzepten bereitgestellt. Eine Übertragbarkeit der Modellergebnisse auf reale industrielle Lebensmittelanwendungen wurde gezeigt.

Abgeleitete Lösungskonzepte bieten Unternehmen nun die Möglichkeit zu einer zielgerichteten, produktspezifischen Prozessauslegung und -steuerung des physikalisch komplexen Trocknungsprozesses. Damit wurde für KMU ein Basiswissen bereitgestellt, welches die produktspezifische Auslegung des beschleunigten und schonenden Trocknungsprozesses beim gleichzeitigen Erhalt der Produktqualität ermöglicht. Hierbei ist v. a. der erfolgreiche Transfer der entwickelten Kontrollkonzepte auf industrierelevante Produkte zu betonen. Dieser hat die Einstiegshürde für KMU in Bezug auf die neue MW-Technologie stark gesenkt. Gerade für KMU ist das Konzept zur wissensbasierten Verfahrens- und Produktentwicklung und zur Ermittlung von tatsächlichen Aufheiz- und Trocknungsprofilen dabei besonders hilfreich. Die Projekterkenntnisse sind zudem für alle allgemeinen MW-Prozesse nutzbar.

Bestehende Anlagen können auf die neue MW-Technik umgerüstet werden, d. h. die Möglichkeit zur Umrüstung eines mit Magnetron ausgestatteten MW-Ofens auf Solid-State-(SS)-Generatoren besteht.

Die FE1 hat in Kooperation mit KMU und auf Basis des in diesem Projekt erlangten Wissens einen Antrag auf Förderung (KMU-Innovativ) zur Entwicklung eines industriellen Demonstrators gestellt.

## **6. Patentanmeldungen**

Eine Anmeldung von Schutzrechten ist nicht beabsichtigt.

## **7. Plan zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft**

Informationen zu den Inhalten und Ergebnissen des Projektes werden seitens des FEI und seitens der Forschungseinrichtung bereits während der Vorhabenlaufzeit sowie nach

Vorhabenabschluss über folgende Maßnahmen und Wege transferiert, um eine breitenwirksame Nutzung der Ergebnisse in der Wirtschaft sicherzustellen.

<b>1. Transfermaßnahmen des FEI</b>	<b>geplant</b>	<b>durchgeführt</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Einstellung von Projektinformationen auf der <b>FEI-Website*</b> und in die öffentlich zugängliche <b>FEI-Internet-Projektdatenbank*</b></li> </ul>	ab Start*	ab 1.12.2021
<ul style="list-style-type: none"> <li><b>Jährliche</b> Veröffentlichung (jeweils im 1. Quartal) von Projektinformationen im <b>FEI-Forschungsreport*</b> und <b>FEI-Jahresbericht*</b></li> </ul>	ab Start*	ab 1.12.2021 02/2022 03/2023 03/2024
<ul style="list-style-type: none"> <li><b>Jährliche</b> Veröffentlichung (jeweils im 1. Quartal) von <b>FEI-Projektkurzberichten*</b> und <b>FEI-Projektdokumentationen*</b></li> </ul>	ab Start*	ab 1.12.2021 02/2022 03/2023 03/2024
<ul style="list-style-type: none"> <li>Vorstellung der Ergebnisse im Rahmen der <b>FEI-Tagungen*</b></li> </ul>	ab Start*	ab 1.12.2021 09/2022 09/2023 09/2024
<ul style="list-style-type: none"> <li>Einbeziehung bzw. <b>Beteiligung folgenden Branchenfachverbands bzw. FEI-Mitgliedsverbands als Informationsmultiplikator</b> gegenüber der potenziellen Nutzergruppe (u. a. mit Projektberichterstattung in Gremien- und Arbeitskreissitzungen des Verbands): <ul style="list-style-type: none"> <li><b>Arbeitsgemeinschaft für pharmazeutische Verfahrenstechnik</b></li> <li><b>Bundesverband der Deutschen Eiprodukten-Industrie e. V.</b></li> <li><b>Kulinaria Deutschland e.V.; Verband der Hersteller kulinischer Lebensmittel</b></li> <li><b>Verband der deutschen Maschinen- und Anlagenbauer</b></li> <li><b>Verband forschender Arzneimittelhersteller e.V. (VFA)</b></li> <li><b>Vereinigung zur Förderung der Milchwissenschaftlichen Forschung an der TU-München e.V.</b></li> </ul> </li> </ul>	ab Start	ab 1.12.2021
<ul style="list-style-type: none"> <li>Erstellung ausführlicher (<b>kalenderjährlicher</b>) <b>Projekt(zwischen)berichte</b> und jährliche Weitergabe dieser Berichte* (jeweils im 1. Quartal) über den <u>o. g.</u> Branchenfachverband an alle interessierten Unternehmen*</li> </ul>	ab Start**	ab 1.12.2021 03/2023 02/2024
<ul style="list-style-type: none"> <li>Dauerhafte Bereitstellung aller relevanten Projektinformationen, Berichte und Sitzungsprotokolle für den beteiligten Branchenverband sowie die Unternehmen des Projektbegleitenden Ausschusses über den „<b>FEI-Service“ (FEI-Extranet)</b>“*</li> </ul>	ab Start*	ab 1.12.2021
<ul style="list-style-type: none"> <li>Regelmäßige (<b>mind. 1x jährliche</b>) Sitzungen des <b>Projektbegleitenden Ausschusses (PA)</b> des FEI und kontinuierliche Berichterstattung gegenüber den hierin vertretenen Unternehmen und Verbänden*</li> </ul>	ab Start**	<b>02.03.2022</b> <b>22.11.2022</b> <b>29.09.2023</b> <b>12.11.2024</b>
<b>2. Transfermaßnahmen der Forschungseinrichtung(en)</b>	<b>geplant</b>	<b>durchgeführt</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li><b>Publikation</b> der Ergebnisse in folgenden Fach- bzw. Branchenzeitschriften spätestens innerhalb von 6 Monaten nach Vorhabenende:</li> </ul>		

<ul style="list-style-type: none"> <li>- <b>TUM: Milchwiss. Jahresberichte der TU München 2021</b></li> <li>- <b>KIT + TUM: Processes</b></li> <li>- <b>TUM: Journal of Food Engineering</b></li> <li>- <b>TUM: Innovative Food Science and Emerging Technologies</b></li> <li>- <b>TUM: Milchwiss. Jahresberichte der TU München 2022</b></li> <li>- <b>TUM: FoodLab</b></li> <li>- <b>TUM: FoodLab International</b></li> <li>- <b>KIT: Processes</b></li> <li>- <b>KIT: Journal of Food Engineering</b></li> <li>- <b>TUM: Journal of Food and Bioprocess Technology</b></li> <li>- <b>TUM: Innovative Food Science and Emerging Technologies</b></li> <li>- <b>TUM: Journal of Food Engineering</b></li> <li>- <b>TUM: Milchwiss. Jahresberichte der TU München 2023</b></li> </ul>	ab 2022	<b>01.06.2022</b> <b>19.01.2023</b> <b>14.02.2023</b> <b>19.05.2023</b>  <b>01.06.2023</b> <b>01.09.2023</b> <b>01.09.2023</b> <b>30.09.2023</b> <b>06.06.2024</b> <b>01.06.2024</b> <b>30.08.2024</b>  <b>22.11.2024</b> <b>01.06.2024</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Vorstellung der Ergebnisse durch Vorträge/Präsentationen auf folgenden <b>Veranstaltungen</b>:</li> <li>- <b>TUM: Processnet Lebensmittelverfahrenstechnik</b></li> <li>- <b>TUM: Processnet Trocknung</b></li> <li>- <b>KIT: Processnet Trocknung</b></li> <li>- <b>TUM: 56th Annual Microwave Power Symposium (IMPI 56)</b></li> <li>- <b>KIT: 22<sup>nd</sup> International Drying Symposium (IDS 2022)</b></li> <li>- <b>TUM: 5th Food Structure and Functionality Symposium</b></li> <li>- <b>TUM: Weihenstephaner Milchwirtschaftliche Herbsttagung</b></li> <li>- <b>TUM: 57th Annual Microwave Power Symposium (IMPI 57)</b></li> <li>- <b>KIT: 57th Annual Microwave Power Symposium (IMPI 57)</b></li> <li>- <b>TUM: Weihenstephaner Milchwirtschaftliche Herbsttagung 2023</b></li> <li>- <b>KIT: Processnet Trocknung</b></li> <li>- <b>TUM: Processnet Trocknung</b></li> <li>- <b>TUM: Weihenstephaner Milchwirtschaftliche Herbsttagung 2024</b></li> <li>- <b>TUM: Processnet Lebensmittelverfahrenstechnik</b></li> <li>- <b>KIT: Processnet Lebensmittelverfahrenstechnik</b></li> </ul>	ab 2022	<b>10.03.2022</b> <b>11.03.2022</b> <b>11.03.2022</b> <b>16.06.2022</b>  <b>28.06.2022</b> <b>18-21.09.2022</b> <b>13-14.10.2022</b>  <b>29.06.2023</b>  <b>29.06.2023</b> <b>12.10.2023</b>  <b>10.03.2024</b> <b>10.03.2024</b> <b>10.10.2024</b>  <b>25-26.02.2025</b> <b>25-26.02.2025</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Fortbildungsveranstaltungen für die Industrie</li> <li>- <b>TUM: Weihenstephaner Milchwirtschaftliche Herbsttagung</b></li> </ul>	ab 2022	<b>13-14.10.2022</b> <b>12-13.10.2023</b> <b>10-11.10.2024</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Beratung interessierter Unternehmen durch Forschungseinrichtung</li> </ul>	nach Ende	
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Übernahme der Ergebnisse in die akademische Lehre bzw. berufliche Aus- und Weiterbildung, u.a. im Rahmen folgender Veranstaltungen:</li> <li>- <b>TUM: „Vertiefende Kapitel der Lebensmitteltechnologie“</b></li> <li>- <b>KIT: Profilfach Lebensmittelverfahrenstechnik</b></li> </ul>	ab 2022  ab 2022	<b>27.10.2022</b> <b>21.12.2023</b> <b>16.01.2025</b> <b>16.11.2022</b>

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

## **8. Zusammenstellung aller Arbeiten, die im Zusammenhang mit dem Vorhaben veröffentlicht wurden oder in Kürze veröffentlicht werden sollen**

### **8.1. Fachzeitschriften**

1. Sickert, T.; Kalinke, I.; Christoph, J.; Gaukel, V. (2023): Microwave-assisted freeze-drying with frequency-based control concepts via solid-state generators: A simulative and experimental study. In: *Processes* 11 (2), S. 327.
2. Sickert, T., Bergmann, R., Christoph, J., & Gaukel, V. (2023). A time-saving approach to parameter studies in microwave-assisted freeze drying. *Processes*, 11(10), 2886.
3. Kaysan, T., Zhou, X., & Gaukel, V. (2024). Process intensification of microwave-assisted freeze-drying by frequency adjustment in real-time using solid-state technology. *Journal of Food Engineering*, 383, 112221.
4. Kalinke, I. (2022): Neue Applikationen und Optimierung der Qualität und Produktsicherheit beim Behandeln von Lebensmitteln durch Einsatz neuer Mikrowellentechnologie. In: *Milchwissenschaftliche Forschung Weihenstephan* 2021.
5. Kalinke, I. (2023): Potential innovativer Solid-State-Mikrowellengeneratoren in der Mikrowellen-unterstützen Gefriertrocknung. Potentials of innovative solid-state microwave generators in microwave-assisted freeze drying. In: *Milchwissenschaftliche Forschung Weihenstephan* 2022.
6. Kalinke, I.; Hilmer, M.; Först, P. (2023): Efficient heating and drying using microwaves. A response to rising energy prices. In: *FoodLab International* (3).
7. Kalinke, I.; Hilmer, M.; Först, P. (2023): Energieeffiziente Erhitzung und Trocknung. Mikrowellen als Antwort auf steigende Energiepreise. In: *FoodLab* (3).
8. Kalinke, I.; Kulozik, U. (2023): Irreversible thermochromic ink in the identification of over- and under-processed product segments in microwave-assisted freeze drying. In: *Journal of Food Engineering*, S. 111470.
9. Kalinke, I.; Pusl, F.; Häderle, F.; Kulozik, U. (2023): A comparative study of frequency-shifting strategies for uniform and energy-efficient microwave heating in solid-state microwave systems. In: *Innovative Food Science & Emerging Technologies* 86, S. 103388.
10. Kalinke, I. (2024): Effiziente Mikrowellen-Gefriertrocknung: Steigerung der Prozesseffizienz durch die richtige Kammerform. Efficient microwave freeze drying: Increasing process efficiency with the right chamber shape. In: *Milchwissenschaftliche Forschung Weihenstephan* Jahresbericht 2023.
11. Kalinke, I.; Pusl, F.; Kulozik, U. (2024): Enhancing uniformity and energy efficiency of microwave heating for different cavity loads: Frequency-shifting strategies using feedback signals from solid-state microwave generators. In: *Innovative Food Science & Emerging Technologies* 97, S. 103814.
12. Kalinke, I.; Kulozik, U. (2024): Enhancing microwave freeze drying: Exploring maximum drying temperature and power input for improved energy efficiency and uniformity. In: *Food and Bioprocess Technology*.
13. Kalinke, I.; Röder, J.; Unterbuchberger, G.; Kulozik, U. (2024): Microwave-assisted freeze drying: The role of power input and temperature control on energy efficiency and uniformity. In: *Journal of Food Engineering* 390, S. 112410.

## 8.2. Proceedings

1. Kalinke, I.; Kulozik, U. (2022): Product-friendly heating and drying of model food using a solid-state microwave generator. In: *IMPI's 56<sup>th</sup> Annual Microwave Power Symposium (IMPI 56) 2022 Proceedings*.
2. Kalinke, I.; Först, P. (2023): Potentials of Solid-State Microwave Generators in Microwave-Assisted Freeze Drying. In: IMPI's 57th Annual Microwave Power Symposium (IMPI 57) 2023 Proceedings.

## 8.3. Vorträge

1. Kalinke, I: Innovative halbleiterbasierte Mikrowellensysteme zur Erhitzung und Trocknung von komplexen Lebensmitteln. *Jahrestreffen der ProcessNet-Fachgruppen Lebensmittelverfahrenstechnik und Trocknungstechnik, 10.03.-11.03.2022, Frankfurt/Main*
2. Kalinke, I: Prozessoptimierung mittels Visualisierung der Inhomogenität der Temperaturverteilung in der Mikrowellen-Gefriertrocknung. *Jahrestreffen der ProcessNet-Fachgruppen Lebensmittelverfahrenstechnik und Trocknungstechnik, 10.03.-11.03.2022, Frankfurt/Main*
3. Till Sickert, T.; Brunnenkant, M.; Christoph, J.; Gaukel, V.: Entwicklung eines Steuerungskonzeptes für die energieeffiziente und homogene mikrowellenunterstützte Gefriertrocknung von Lebensmitteln. *Jahrestreffen der ProcessNet-Fachgruppen Lebensmittelverfahrenstechnik und Trocknungstechnik, 10.03.-11.03.2022, Frankfurt/Main*
4. Kalinke, I.; Kulozik, U.: Product-friendly heating and drying of model food using a solid-state microwave generator. *56th Annual Microwave Power Symposium, Savannah, 14.-16.06.2022 Georgia, USA*,
5. Kalinke, I: Wie kann bei der Mikrowellenerhitzung ein gleichmäßiges Erhitzen von Lebensmitteln erreicht werden? – Verfahrenstechnische und analytische Ansätze. *Weihenstephaner Milchwirtschaftliche Herbsttagung, 13.-14.10.2022, Freising*
6. Sickert, T.; Gaukel, V.: Microwave-Assisted Freeze-Drying of Foodstuffs Using a Novel Frequency-Based Control Concept. *22nd International Drying Symposium, June 26 - June 29, 2022 Worcester, MA, USA*
7. Sickert, T.; Zhou, X.; Rudisile, N.; Gaukel, V.: Prozessoptimierung der mikrowellenunterstützten Gefriertrocknung durch Frequenzanpassung in Echtzeit. *Jahrestreffen der ProcessNet-Fachgruppen Abfallbehandlung und Wertstoffrückgewinnung und Trocknungstechnik 6. – 7.3.2023, Dresden*
8. Kalinke, I: Potentials of solid-state microwave generators in microwave-assisted freeze drying. *IMPI's 57th Annual Microwave Powder Symposium, 27.-29.06.2023, Denver, USA*  
**Preis für „honorable Mention“ (2. Platz)**
9. Sickert, T.; Zhou, X.; Gaukel, V.: Microwave-Assisted Freeze-Drying of Tylose Gel through Real-Time Frequency Modulation. *IMPI's 57th Annual Microwave Powder Symposium, 27.-29.06.2023, Denver, USA*
10. Kalinke, I: Mikrowellenunterstützte Gefriertrocknung - Schnelle und energieeffiziente Trocknung mittels innovativer Halbleiter-Mikrowellengeneratoren. *Weihenstephaner Milchwirtschaftliche Herbsttagung, 13.-14.10.2023, Freising*

11. Kalinke, I: Prozessintensivierung in der Mikrowellen-unterstützen Gefriertrocknung mittels innovativer Solid-State-Generatoren. *Jahrestreffen der DECHEMA Fachgruppen Abfallbehandlung und Wertstoffrück-gewinnung und Trocknungstechnik, 11.-13.03.2024, Magdeburg*  
**Vortragspreis 1. Platz**
12. Kalinke, Isabel, Hilmer, Mathias: Prozessoptimierung in der Mikrowellen-unterstützten Gefriertrocknung – Ansätze zur Verringerung der Prozessinhomogenität. *Weihenstephaner Milchwirtschaftliche Herbsttagung, 10.-11.10. 2024, Freising*
13. Kaysan, T.; Zhou, X.; Rudisile, N.; Gaukel, V: Potentials and Constraints in the Process Intensification of Microwave-Assisted Freeze-Drying. *17th European PhD Workshop on Food Engineering and Technology, April 23-24, 2024, Aachen, Germany*  
**Vortragspreis 1. Platz**

### **8.3. Poster**

1. Kalinke, I: Innovative solid-state microwave technology for the product-friendly and energy-efficient heating and drying of complex food products. *5th, Food Structure and Functionality Symposium, 18-21.09.2022, Cork, Irleand*  
**Posterpreis 2. Platz**
2. Mehrabi, A.; Gaukel, V.: Investigating the Impact of Sample Size and Microwave Frequency on Energy Efficiency and Heating Uniformity of Modell Samples by Electromagnetic Simulation. *Jahrestreffen der DECHEMA Fachgruppen Abfallbehandlung und Wertstoffrück-gewinnung und Trocknungstechnik, 11.-13.03.2024, Magdeburg*
3. Kalinke, I.: Prozessintensivierung in der Mikrowellen-Gefriertrocknung - Potential innovativer Mikrowellengeneratoren. *Jahrestreffen der DECHEMA/VDI-Fachgruppe: Lebensmittelverfahrenstechnik. 25. – 26. Februar 2025, Freising*  
**Best Poster Award 2025**
4. Mehrabi, A.; Gaukel, V.; Kaysan, T.: Process intensification of microwave-assisted freeze-drying by frequency adjustment in real-time using solid-state technology. *Jahrestreffen der DECHEMA/VDI-Fachgruppe: Lebensmittelverfahrenstechnik. 25. – 26. Februar 2025, Freising*

### **9. Einschätzung zur Realisierbarkeit des vorgeschlagenen und aktualisierten Transferkonzepts**

Die Ergebnisse des Projekts zeigen, dass die entwickelte MW-SS-Technologie und die Prozesssteuerungskonzepte in industriellen Anwendungen umsetzbar und anwendbar sind. Die erfolgreiche Anpassung der frequenzbasierten Modulation und Leistungsanpassung in der MW-unterstützten Erwärmung und Gefriertrocknung wurde durch experimentelle Aufbauten validiert und bietet eine solide Grundlage für die industrielle Implementierung.

Für KMU bietet das Projekt wichtige Erkenntnisse zur Optimierung von Trocknungsprozessen bei gleichzeitiger Wahrung der Produktqualität. Die Möglichkeit, bestehende MW-

Systeme mit SS-Generatoren nachzurüsten, erhöht die Realisierbarkeit des Technologietransfers. Darüber hinaus dienen die Versuchsanlagen an der TUM als Demonstratoren und unterstützen die Verfahrens- und Produktentwicklung für Unternehmen, die bisher keine MW-Technologie einsetzen. Der Transfer der Projektergebnisse in reale industrielle Anwendungen ist bereits durch bilaterale Kooperationen mit KMU in Gang gesetzt. Angesichts des aktuellen Interesses in der Industrie und der Verfügbarkeit spezialisierter Unternehmen, die MW-SS-Technologie kommerziell anbieten, sind Implementierungen innerhalb der nächsten 2–5 Jahre zu erwarten.

## **10. Förderhinweis**

Das IGF-Vorhaben 01IF22205 N der Forschungsvereinigung Forschungskreis der Ernährungsindustrie e.V. (FEI), Godesberger Allee 125, 53175 Bonn, wurde im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

## **11. Anlage**

Ausführlicher wissenschaftlicher Bericht

## ***Ausführlicher wissenschaftlicher Bericht zum Projekt IGF 01IF22205 N***

### **Inhalt**

1	Forschungsthema.....	21
2	Wirtschaftliche Relevanz für KMU .....	21
2.1	Wissenschaftlich-technische und wirtschaftliche Problemstellung (TUM) .....	21
2.2	Wirtschaftliche Bedeutung der angestrebten Forschungsergebnisse für KMU.....	23
3	Wissenschaftlich-technischer Ansatz.....	25
3.1	Stand der Forschung und Entwicklung .....	25
3.2	Forschungsziel und Arbeitshypothese.....	29
4	Lösungsweg und Kooperation der Forschungseinrichtungen .....	30
4.1	Bearbeitungsschritte.....	31
	AP 1: Modellsysteme und Bestimmung der Produkteigenschaften (TUM) .....	31
	AP 2: Weiterentwicklung und Kombination von Messmethoden zur Bestimmung der Temperatur- bzw. $\theta/t$ -Verteilung (TUM) .....	38
	AP 3: Experimentelle Untersuchung der MW-Erhitzung (TUM).....	47
	AP 4: Entwicklung von MW-Steuerungskonzepten auf Basis elektromagnetischer Simulationen (KIT).....	57
	AP 4.1: Validierung der Modelle auf Basis der MW-Erhitzung.....	58
	AP 4.2: Übertragung des Modells auf die MWGT.....	67
	AP 5: Bewertung der SS-MWGT im Vergleich zur konventionellen GT (KIT).....	76
	AP 5.1: Aufbau einer SS-MWGT Anlage in Labormaßstab .....	76
	AP 5.2: Auswirkung des elektromagnetischen Felds auf die GT .....	81
	AP 5.3: Untersuchung einer GT mit kombiniertem Energieeintrag .....	101
	AP 6: Untersuchung des MW-unterstützten Gefriertrocknens (TUM).....	102
	AP 7: Entwicklung Trocknungskonzepte für industrierelevante Produkte (KIT/TUM) .....	114
5	Literatur.....	123

## 1 Forschungsthema

Schnelle und produktschonende Erwärmung und Gefriertrocknung von Lebensmitteln und biogenen Wirkstoffen mittels Solid-State-Mikrowellengeneratoren

## 2 Wirtschaftliche Relevanz für KMU

### 2.1 Wissenschaftlich-technische und wirtschaftliche Problemstellung (TUM)

Die Gefriertrocknung (GT) stellt eines der wichtigsten Verfahren zur Haltbarmachung hitzesensitiver Biomoleküle (z. B. Impfstoffe, Injektionsmittel, Antikörper) [1], Mikroorganismen [2] und qualitativ hochwertiger Lebensmittel (z. B. Kaffee, Tee, Früchte) [3] dar. Sie basiert auf der Sublimationstrocknung, bei der das Produkt zunächst eingefroren wird und im Anschluss das Eis unter Umgehung des flüssigen Zustands direkt in den gasförmigen Zustand übergeht. Aufgrund der niedrigen Prozesstemperaturen, dem geringen oxidativen Stress und der Abwesenheit von freiem Wasser werden schädigende Reaktionen im Produkt unter Erhalt von Struktur, Farbe und Aktivität von Inhaltsstoffen (z. B. Vitamine, Aroma und Geschmack oder therapeutische Wirkung) minimiert. In der konventionellen GT wird die in der Primär trocknung zur Wasserentfernung benötigte Sublimationsenthalpie durch beheizte Stellflächen über Wärmeleitung und Wärmestrahlung in das Produkt eingebracht. Der GT-Prozess ist in der Summe sehr zeit- und energieaufwendig. Aufgrund der schlechten Wärmeleitfähigkeit der bereits getrockneten Produktteile, kann die GT mehrere Stunden bis Tage dauern [4].

Ein Lösungsansatz zur Prozessbeschleunigung stellt der Einsatz von Mikrowellen (MW) zur Einbringung der Sublimationsenthalpie dar. In der Literatur sind dabei Verkürzungen der Trocknungszeiten von 36 – 96 % gegenüber der konventionellen GT beschrieben [2, 5–7]. Dies ermöglicht insbesondere in Vakuum- oder GT-Prozessen eine deutliche Steigerung der Produktionskapazität und allein durch die Prozesszeitverkürzung eine Verringerung der Kosten. Allerdings sind die generierbaren Vorteile des MW-Einsatzes in den genannten Prozessen noch nicht voll ausgeschöpft. Inhomogene Feldverteilung und produktspezifische Eigenschaften begünstigen die Bildung von über- und unterprozessierten Produktbereichen (hot spots/cold spots) [8, 9]. Diese sind sowohl produkt- als auch prozessspezifisch und stehen einem breiten industriellen Einsatz entgegen, da sie die Produktsicherheit, Reproduzierbarkeit und Qualitätssicherung industrieller Produktionsketten beeinträchtigen. Darüber hinaus besteht bei MW-unterstützten GT-Prozessen die Gefahr der Plasmabildung durch elektrische Feldspitzen.

Um den Auswirkungen einer inhomogenen Feldverteilung entgegenzuwirken, werden daher in konventionellen (mit Magnetrons betriebenen) MW-Anwendungen bspw. Drehteller

oder sogenannte Modenrührer (mode stirrer) eingesetzt. Trotz dieser technischen Möglichkeiten zur Feldhomogenisierung ist die Einführung neuer MW-Verfahren weiterhin mit Unwägbarkeiten und hohen Kosten verbunden, da die genannten Anpassungsmöglichkeiten des Prozesses auf ein spezifisches Produkt limitiert und aufwendig sind. In der GT sind die mechanischen Eingriffsmöglichkeiten in den Prozess aufgrund der Vakuumtechnik besonders begrenzt. Daher existieren bislang keine großtechnischen Installationen von Anlagen zur Mikrowellengefriertrocknung (MWGT).

Sogenannte MW-Solid-State-Generatoren auf Halbleiterbasis (kurz SS-Technik) stellen eine vielversprechende Alternative zum Erzeugen der MW mit einem Magnetron (MG) dar. Allerdings machen erst die günstigen Preis-/Leistungsentwicklungen der letzten Jahre deren Einsatz in industriellen Anwendungen denkbar. Daher ist diese MW-SS-Technologie für den industriellen Einsatz in verschiedenen Grundprozessen wie dem Erhitzen und v. a. dem Trocknen, gerade im Lebensmittel- oder Pharmabereich, noch nicht umfassend untersucht. Die SS-MW-Technologie ermöglicht im Vergleich zu konventionellen Magnetrons eine gleichmäßige Feldverteilung, da Anregungsfrequenz, Phase und Leistungseintrag direkt und ohne zusätzliche mechanische Komponenten eingestellt werden können und keinem Verschleiß unterliegen [10]. Dadurch kann flexibel auf wechselnde Produktparameter und die Ausbildung einer inhomogenen Temperaturverteilung im laufenden Prozess reagiert werden. Dies ermöglicht neben einer homogeneren Prozessierung auch eine Vermeidung der Plasmabildung.

Während die MW-SS-Technik bereits in ersten kommerziellen Anwendungen zum Erhitzen und Auftauern im Haushalts- und Gastronomiebereich eingesetzt wird (Miele, IBEX, Goji), findet sie in der industriellen Trocknungstechnik bisher nur im Pilotmaßstab Anwendung. Es liegen daher keine vertieften wissenschaftlichen Erkenntnisse zur Anwendung im Lebensmittel- und Pharmabereich vor, die einen gezielten Einsatz zur Optimierung von Produkteigenschaften oder Prozessen untermauern könnten. Ziel ist es daher, eine wissenschaftliche Datengrundlage dafür zu schaffen, wie mit der neuen MW-Technologie ein zeit- und energieeffizientes Erwärmen und Gefriertrocknen erreicht werden kann. Durch die Vermeidung von Hot- und Cold-Spots soll dies auch zu einer Steigerung der Qualität und Produktsicherheit führen. Dies macht eine Applikation der SS-MWGT in weiten Bereichen der Lebensmittel- und Pharmaindustrie zur energieeffizienten und schnellen Prozessierung hitzesensitiver Produkte denkbar. Zielproduktsegmente sind Therapeutika und hochwertige Lebensmittel.

## 2.2 Wirtschaftliche Bedeutung der angestrebten Forschungsergebnisse für KMU

In diesem Vorhaben kommt wegen der o. g. Vorteile die MW-unterstützte Prozessierung über innovative SS-Generatoren als Alternative zur klassischen MG-Technologie zum Einsatz. Besonders in der MW-SS-unterstützten GT kann durch eine optimierte Prozessführung Prozesszeit und Plasmabildung reduziert und dadurch Engpässen der Produktionskapazität sowie hohen Prozesskosten entgegengewirkt werden. Nachteilig an der SS-Technologie sind die derzeit noch hohen Investitionskosten. Diese belaufen sich zurzeit schätzungsweise auf 10.000 € für einen Generator mit einer Leistung von 1 kW. Für eine typische Anlage mit einer Produktionsmenge von z. B. 225 kg getrockneten Erdbeeren pro Tag (Anschaffungspreis ca. 1 - 2 Mio. €) entstehen mit einer benötigten Leistung von 100 kW Kosten von ca. 1 Mio. €. In den nächsten Jahren ist aufgrund der Entwicklungen in der SS-Industrie, insbesondere durch die steigenden Stückzahlen im Bereich der Haushaltsanwendungen, mit einem deutlichen Sinken der Preise für SS-Generatoren zu rechnen. Gelingt es zudem, die in Forschungsapparaturen erzielten Trocknungszeitverkürzungen von bis zu 70 % [11] auch in industriellen Anwendungen umzusetzen, könnten Anlagen mit gleichem Durchsatz etwa um zwei Drittel kleiner ausfallen, was sich positiv auf Investitionskosten und Platzbedarf auswirkt. Außerdem kann nach Berechnungen eines Mitglieds des PA durch den Einsatz von SS-Generatoren in Prozessen industriellen Maßstabs potenziell 15 % der aufgewandten Energie gegenüber der konventionellen GT eingespart werden.

Das Produktionsvolumen getrockneter Lebensmittel hat in den letzten Jahren stetig zugenommen. Nach einer Marktforschungsstudie wird das jährliche Wachstum im Bereich getrockneter verarbeiteter Lebensmittel in der BRD von 2020 bis 2027 auf 2,8 % p.a. geschätzt [12]. Für den Weltmarkt beläuft sich die Schätzung der Wachstumsrate auf 4,6 % pro Jahr bei einem Gesamtvolume von 284,4 Mrd. US-\$ in 2020 [12]. Für die exportorientierte deutsche Lebensmittelindustrie bestehen gute Chancen, daran teilzuhaben. Für gefriergetrocknete Produkte sagen Marktprognosen ein noch höheres Wachstum voraus. Hier beträgt die Wachstumsprognose für den Weltmarkt 8 % p.a. [13].

Die Ernährungsindustrie profitiert durch die drastische Senkung der Prozesszeit mit Einsatz der MW-SS-Technik. Mit den dadurch sinkenden Kosten wird auch die wirtschaftliche Herstellung eines breiteren Produktspektrums möglich. Durch die überlegene Qualität der Produkte aus der GT gegenüber Produkten aus anderen Trocknungsverfahren können sich Unternehmen damit einen Marktvorteil sichern. In Deutschland ist die Ernährungsindustrie stark mittelständisch geprägt. Die Branche beschäftigte 2017 als viergrößter Industriezweig rund 600 000 Menschen, von denen 60 % in KMUs arbeiteten [14].

2019 wurde ein Umsatz von 185 Mrd. € erwirtschaftet und 94 % der Unternehmen beschäftigten < 250 Mitarbeiter, 77 % der Unternehmen < 100 Mitarbeiter [15, 16]. Ein Schwerpunkt der Verwendung getrockneter Produkte liegt auf dem Markt der Fertigerichte. Allein dieser Bereich machte 2019 einen Umsatz von 4 Mrd. € [17]. Im Jahr 2017 gaben außerdem 31 % aller Deutschen an, mindestens einmal pro Woche MW-/Fertigprodukte zu verzehren [18]. Die vier größten Unternehmen halten im Bereich der Fertigerichte einen gemeinsamen Marktanteil von 37 %, was eine geringe Marktkonzentration in der Fertigerichtbranche zeigt. Gleichzeitig sind mit 32 % in den meisten Betrieben der Branche weniger als 50 Mitarbeiter beschäftigt. Zudem beläuft sich die durchschnittliche Anzahl der Beschäftigten auf nur 78 Mitarbeiter. [19]

Die sichere Prozessierung sensibler Biomoleküle bzw. von Naturstoffen unter Energie-, Zeit- und Kostenersparnis sowie die Erweiterung der Prozesskapazitäten durch MW-unterstützte GT hat außerdem für die pharmazeutische Industrie ein großes wirtschaftliches Potenzial. Die Trocknung gilt hier als sehr teurer Prozessabschnitt, der zudem wegen der langen Trocknungsdauer als Engpass die Durchsatzkapazität die gesamte Produktionskette limitiert. Die deutsche pharmazeutische Industrie erwirtschaftete 2019 einen Umsatz von 198 Mrd. €. Sie ist mit einem Anteil von 91 % der Unternehmen ebenfalls stark mittelständisch geprägt [15, 20].

Hersteller von Trocknungsanlagen und von MW-Equipment profitieren über den Anlagenbau ebenfalls von den Projektergebnissen. Der Maschinenbau in Deutschland ist mit einem Anteil der KMU von 85 % überwiegend mittelständisch geprägt. Er erwirtschaftete bei 258 Mrd. € Gesamtvolumen allein mit Nahrungsmittelmaschinen und –anlagen 2019 einen Umsatz von 6 Mrd. €. [15, 21, 22] Gerade KMU sind auf den Erkenntniszuwachs aus dem geplanten Vorhaben angewiesen, da sie ihn in vergleichbarer Weise nicht selbst erarbeiten können. Über die Projektergebnisse können KMU flexibler auf Marktanforderungen reagieren und sich so von großen Unternehmen abgrenzen.

Der zu generierende Erkenntniszuwachs ist demnach branchenübergreifend für verschiedene stark mittelständisch geprägte Industriezweige relevant. Darüber hinaus ist die entwickelte Technologie prinzipiell für alle MW-unterstützten Prozesse relevant, woraus sich ein nicht präzise abzuschätzendes, aber sehr großes Marktpotential ergibt.

### 3 Wissenschaftlich-technischer Ansatz

#### 3.1 Stand der Forschung und Entwicklung

MW sind elektromagnetische Wellen im Frequenzbereich von 300 MHz bis 300 GHz. In MW-unterstützen Erhitzungsanwendungen werden jedoch nur definierte Frequenzbereiche zur Erwärmung des Produkts genutzt. In Haushalts-MW-Öfen werden MW fast ausschließlich bei  $2450 \pm 50$  MHz [23, 24] eingesetzt, in industriellen Anwendungen wird auch häufig eine Frequenz von  $915 \pm 13$  MHz verwendet. Die verschiedenen Frequenzbereiche unterscheiden sich in der Eindringtiefe der entsprechenden MW. Als MW-Generatoren werden i. d. R. konventionelle MGs eingesetzt. Diese unterliegen in ihrem Frequenzspektrum aus technischen Gründen zufälligen Schwankungen. Weitere technische Einschränkungen des MGs stellen die Abhängigkeit der Frequenz von der Betriebstemperatur und dem Verschleißzustand dar. [25–27]

Durch diese Limitationen des MG sowie seine eingeschränkte Lebensdauer (ca. 8000 Betriebsstunden p. a.) [28] stellt der SS-Generator eine vielversprechende Alternative zum MG dar [29]. Als neuartige MW-Generatoren können sie elektrisch angesteuert werden, um Frequenz, Phasenverschiebung und Leistung kontinuierlich zu verändern. Insbesondere durch die Modulation der Frequenz können Feldmaxima und –minima verschoben werden, wodurch die elektromagnetischen Felder zeitlich gemittelt homogenisiert werden und eine homogener Erhitzung des Produkts erzielt wird [30]. Der SS-Generator als Leistungstransistor wird über eine Standard-Koaxial-Verbindung mit der Produktkammer verbunden. Isolatoren schützen ihn vor einer Beschädigung durch eine zu hohe reflektierte MW-Leistung, welche über den Detektor als Return-Loss erfasst wird. Über eine Anregung bei minimalem Return-Loss, also bei resonanter Anregungsfrequenz, wird eine Steigerung der Energieeffizienz des Prozesses möglich. Für den erfolgreichen industriellen Einsatz des SS-Generators ist jedoch auch hier die Ausbildung einer homogenen Temperaturverteilung im Produkt notwendig [7, 31]. Ungleichmäßige Erwärmungsprofile sind grundsätzlich auf die Inhomogenität des MW-Feldes, inhomogene dielektrische Eigenschaften des Produktes, Ofendesign, Größe, Geometrie und Position des Produkts zurückzuführen [32, 33].

Die dielektrischen Eigenschaften beschreiben die Fähigkeit des Materials, elektrische Energie zu speichern (Dielektrizitätskonstante  $\epsilon'$ ) und diese gespeicherte, elektrische Energie in thermische Energie umzuwandeln (Verlustfaktor  $\epsilon''$ ). Der Zusammenhang dieser Produktparameter wird gemäß Gl. (1) über den Verlustwinkel  $\delta$  zusammengefasst.

Die dielektrischen Eigenschaften sind je nach Produkt abhängig von Produkttemperatur und -zusammensetzung, der Anregungsfrequenz und in besonderem Maß vom Aggregatzustand und der Menge des Wassers im Produkt [34, 35]. Insbesondere während des Trocknens und Auftauens treten daher über den Prozess große Unterschiede in den dielektrischen Eigenschaften auf [36]. Die dielektrischen Eigenschaften des Produkts bestimmen gemäß Gl. (2) den volumenspezifischen Leistungseintrag  $P_V$  im MW-Feld.

$$\tan \delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} \quad (1)$$

$$P_V = 2 \pi f \epsilon_0 \epsilon'' |E|^2 \quad (2)$$

In Gl. (2) bezeichnet  $f$  die Frequenz des MW-Feldes,  $\epsilon_0$  die Dielektrizitätskonstante im Vakuum und  $E$  die elektrische Feldstärke. Ungetrocknete Bereiche im Trockengut weisen in der Regel einen wesentlich höheren relativen dielektrischen Verlustfaktor  $\epsilon''$  als getrocknete Bereiche auf, weshalb die elektromagnetische Leistung überwiegend in den ungetrockneten Bereichen dissipiert. Aufgrund dieser quasi-selbstregulierenden Eigenschaft und der volumetrischen Erhitzung ist der Einsatz von MW besonders für Trocknungsprozesse geeignet [37, 38]. Während der konventionellen GT zieht sich die Sublimationsfront zurück, und es bleibt eine poröse, isolierende Produktmatrix bestehen, die den Wärmetransport zur Sublimationsfront erschwert. Gleichzeitig wird der gebildete Wasserdampf durch die poröse Produktstruktur abtransportiert. Die daraus resultierenden Widerstände gegen Stoff- und Wärmetransport führen zu den langen Trocknungszeiten in der konventionellen GT. Für die GT von Lebensmitteln liegen die Stellplattentemperaturen typischerweise im Bereich 30 – 45 °C und der Druck unter 1 mbar [39–41]. In Abhängigkeit der Produktbeschaffenheit ergeben sich daraus Trocknungszeiten von ca. 12–24 h [39–41] bzw. von mehreren Tagen für Pharmazeutika aufgrund der noch geringeren Prozesstemperaturen [42]. Bei ungeeigneter Prozessführung steigt der Druck an der Sublimationsfront an, und das gefrorene Wasser schmilzt lokal auf. Dies kann zu Produktschädigungen führen [43], die als Produktkollaps bezeichnet werden. In der industriellen GT wird dies durch eine empirische Begrenzung der Stellplattentemperatur vermieden. In der MWGT muss dem mit einer Leistungsbegrenzung und einer möglichst homogenen Temperaturverteilung begegnet werden.

Über die Frequenz der eingekoppelten MW wird neben dem Anteil der dissipierten MW-Leistung auch das ausgebildete MW-Feld, also die aus Superposition der stehenden Wellen resultierende Feldverteilung selbst, in der Produktkammer beeinflusst [44]. Dabei werden die Positionen hoher bzw. geringer Feldstärke in der Kammer räumlich verschoben. Zeitlich gesehen hat eine Variation der Anregungsfrequenz folglich eine Variation der Feldverteilung an jeder Kammerposition zur Folge, wodurch das Produkt zeitlich gemittelt

einem homogeneren MW-Feld ausgesetzt wird. Über den Einsatz innovativer SS-Generatoren ist im Gegensatz zu MGs eine flexible Anpassung der Anregungsfrequenz während des Prozesses möglich, was eine höhere Energieeffizienz und gesteigerte Homogenität der Temperaturverteilung im Produkt gegenüber MG-Betrieb ermöglicht [29]. Bei SS-Generatoren kann dafür das gesamte Frequenzband ( $2450 \pm 50$  MHz und  $915 \pm 13$  MHz) gezielt genutzt werden. Durch den Einsatz mehrerer MW-SS-Generatoren kann die Anzahl der möglichen Anregungszustände erhöht werden, was wiederum eine homogenere Temperaturverteilung im Produkt begünstigt [45].

Die dreidimensionale Feldverteilung kann auch in elektromagnetischen Modellen beschrieben werden. Die Modelle im dreidimensionalen Raum beruhen auf einer numerischen Lösung der Maxwell-Gleichungen. Die Wechselwirkung der im Verfahrensraum enthaltenen dielektrischen Materialien mit dem elektromagnetischen Feld wird in den Modellen durch Gl. (2) beschrieben. Ein Review von Yakovlev [46] bietet einen Überblick über geeignete kommerzielle Programme zur Modellierung in der Mikrowellenenergietechnik. In Simulationen der Mikrowellenerwärmung konnte eine hohe Übereinstimmung zwischen den Vorhersagen aus elektromagnetischen Modellen und experimentellen Ergebnissen gezeigt werden [30, 47–50]. Elektromagnetische Simulationen unter Verwendung von SS-Generatoren zeigen in der Frequenzanpassung des MW-Felds ein großes Potential zur Steigerung der Erwärmungshomogenität und Energieeffizienz [30, 51, 52]. Allerdings handelt es sich bei der Abwägung der beiden Größen um ein Optimierungsproblem, in dem ein Kompromiss zwischen diesen getroffen werden muss [52]. Außerdem wurden bereits validierte Simulationen durchgeführt, die zu einer Optimierung der Erwärmungshomogenität bei einer hohen Energieeffizienz verwendet werden können [30]. Auch die Kopplung elektromagnetischer Modelle mit thermischen Modellen wurde für die MW-Erwärmung untersucht, wobei die Abhängigkeit der dielektrischen Eigenschaften von der Temperatur berücksichtigt wurde [47]. In der Trocknung müssen neben Gleichungen für den Wärmetransport jedoch auch gekoppelte Gleichungen für den Stofftransport gelöst werden. Da auch die stoffliche Zusammensetzung der Dielektrika die dielektrischen Eigenschaften beeinflusst, wird die Kopplung thermodynamischer und elektromagnetischer Modelle wesentlich komplexer. Den Autoren ist keine Literatur bekannt, die diese Problemstellung simulativ behandelt.

Eigene Vorarbeiten mittels elektromagnetischer Simulationen weisen ebenfalls die grundsätzliche Eignung frequenzbasierter Steuerungsverfahren für eine Steigerung der Erwärmungshomogenität und Energieeffizienz nach. Abbildung 1 zeigt die Auswirkungen äqui-

distanter (Frequenzen in gleichem Abstand gewählt) und resonanter (Frequenzen bei Absorptionsmaxima gewählt) Steuerungskonzepte in der Erwärmung von gefrorenem Tylosegel auf Energieeffizienz und Erwärmungshomogenität, wie sie in Gl. (3) [49] und Gl. (4) definiert sind.

$$\eta = 1 - \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N |\Gamma_i|^2 \quad (3)$$

$$\zeta = \frac{\bar{P}_V}{P_{V,max}} \quad (4)$$

Bei N handelt es sich um die Anzahl der MW-Ports in der Kavität und  $\Gamma_i$  ist ein proportionaler Faktor zum Anteil der eingestrahlten MW-Leistung, die zum jeweiligen Port zurückgeworfen wird.  $\bar{P}_V$  ist der durchschnittliche volumetrische Leistungseintrag, während  $P_{V,max}$  das Maximum dieser Größe im Trockengut darstellt.

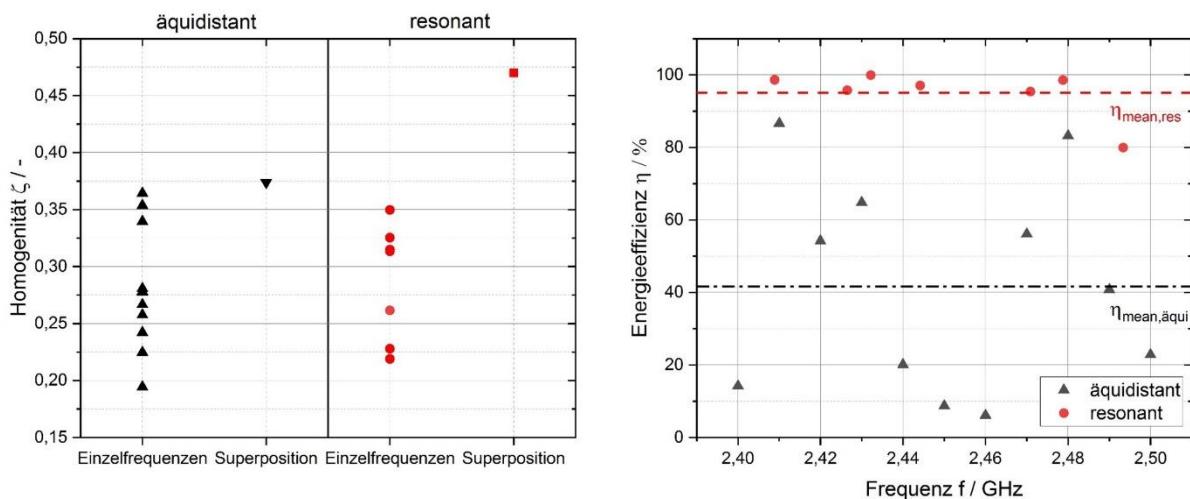


Abbildung 1: Erwärmungshomogenität (links) und Energieeffizienz (rechts) bei frequenzbasierten äquidistanten und resonanten Steuerungsverfahren zur Erwärmung von gefrorenem Tylosegel

Durch Überlagerung der Erwärmungsprofile bzw. Superposition im Rahmen eines Frequenzsweeps konnte für beide Steuerungskonzepte eine Steigerung der Erwärmungshomogenität gegenüber dem Betrieb bei Einzelfrequenzen erreicht werden. Das resonante Steuerungskonzept weist eine höhere Erwärmungshomogenität und Energieeffizienz auf. Beide Konzepte können nur mittels SS-Generatoren umgesetzt werden. Die Bedeutung einer Erhöhung der Erwärmungshomogenität ist von der thermischen Stabilität des Produktes und seiner Inhaltsstoffe abhängig, die im Rahmen der elektromagnetischen Simulationen nicht berücksichtigt werden kann. Daher sollten zur Bewertung der praktischen Signifikanz dieser Ergebnisse experimentelle Daten herangezogen werden.

Der Einsatz von MW und insbesondere der Einsatz von SS-Generatoren ist daher ein vielversprechender Ansatz zur Prozessbeschleunigung. Dass dies mit MW grundsätzlich möglich ist, wurde schon in den 1970er Jahren in der Literatur beschrieben [37, 53, 54]. In der MWGT kann eine Verkürzung der Trocknungszeit gegenüber der konventionellen GT von 36 - 96 % erzielt werden [2, 5–7]. Die prinzipielle Eignung des Einsatz von MW-

Technologie in der GT wurde auch schon für verschiedene Lebensmittel [55–63], Starterkulturen [2] und pharmazeutische Antikörper [64] gezeigt. Eine weitere Prozessbeschleunigung in der MWGT konnte durch den kombinierten Einsatz von geschäumten Produktmatrizen mit der MWGT erzielt werden [65, 66], jedoch wurden diese Arbeiten noch mit den konventionellen MG-Generatoren mit ihren o. g. Schwächen durchgeführt. Patente zum optimierten Einsatz von SS-Generatoren u. a. zum schnellen Trocknen, Erwärmen oder darüber hinaus gehenden Behandeln von Materialien sowie zum Einsatz resonanter Anregungsfrequenzen in MW-Systemen sind zum jetzigen Zeitpunkt bereits ausgelaufen [67–74]. Aktuell laufende Patente schützen Steuerungskonzepte beim Einsatz mehrerer SS-Generatoren [75, 76] bzw. deren räumliche Verteilung in der Produktkammer [77] oder beziehen sich auf die Optimierung der MW-Erhitzung und den Prozess des Auftauens in MW-Öfen v. a. in der Zubereitung von Fertigprodukten [78–80]. Daher ist der Einsatz von SS-Generatoren in der MWGT zur Trocknung von Lebensmitteln und Pharmazeutika mit einer Frequenz- und Leistungsmodulation patentrechtlich möglich. Da in diesem Projekt der grundlegende Zusammenhang der Modulation der MW-Frequenz mit deren Auswirkung auf die MWGT untersucht wird, stellen diese Patente ebenfalls keine Barriere zur Ergebnisverwertung dar.

### **3.2 Forschungsziel und Arbeitshypothese**

Ziel des Projekts ist die Untersuchung der innovativen MW-SS-Technologie in Bezug auf die Möglichkeiten der flexiblen Frequenzanpassung zum Erzielen einer homogeneren Temperaturverteilung beim Erhitzen und eines gleichmäßigen Phasenübergangs bei geringer Temperaturbelastung in der MWGT. Dabei wird u. a. die elektronische Steuerbarkeit des MW-Feldes über die reflektierte MW-Leistung genutzt, die vom Trocknungszustand abhängt. Neben Frequenz und MW-Leistung wird der Einfluss der Bewegung des Produkts im Verfahrensraum und der Einfluss verschiedener Energiequellen (Magnetron, SS, Stellplatte) auf die MWGT untersucht, um die Vorteile der SS-Technologie bewerten zu können. Darüber hinaus wird ein Modell zur Vorhersage der Feldhomogenität und Energieeffizienz des Prozesses etabliert, mit dem geeignete Steuerungskonzepte produktspezifisch vorhergesagt werden können. Es ergeben sich die folgenden Arbeitshypothesen (AH) bzw. Lösungsansätze:

AH 1: Über die MW-Erhitzung mittels SS- gegenüber MG-Generatoren kann im Produkt eine homogenere Temperaturverteilung erzielt werden, da SS-Generatoren eine gezielte Modulation des MW-Felds ermöglichen. Zeitlich gemittelt kann so eine homogenere Prozessierung des Produkts realisiert werden als bei der Anregung über MG-Generatoren.

AH 2: Über die Variation der MW-Frequenz und –Leistung ist eine produktsschonende MWGT mit verkürzten Prozesszeiten und hoher Energieeffizienz möglich, da über die gezielte Modulation das MW-Feld hinsichtlich Prozesshomogenität und Steigerung der Energieeffizienz beeinflusst werden kann. In SS-Generatoren kann eine Plasmabildung über kontinuierliche Leistungsregelung vermieden werden, indem das Auftreten hoher Einschaltpeaks und eine diskrete Leistungsregelung wie im MG-Betrieb umgangen wird.

AH 3: Geeignete Variationen von MW-Frequenz und –Leistung für eine produktsschonende MWGT können mit Simulationsmodellen zur MWGT vorhergesagt werden.

AH 4: Eine Bewegung des Trockenguts im Prozessraum und die Kombination mehrerer Energiequellen bzw. Frequenzbänder erzielen eine homogener Produktqualität und kürzere Prozesszeiten, indem das auf das Produkt wirkende MW-Feld bei einer Produktbewegung bzw. Anregung bei 915 MHz über den Einfluss der Frequenzmodulation bei 2450 MHz hinaus variiert werden kann.

## 4 Lösungsweg und Kooperation der Forschungseinrichtungen

KIT und TUM haben bereits mehrere Vorhaben gemeinsam durchgeführt, davon eines zur MW-Trocknung [11]. In diesem Vorhaben widmet sich KIT im Schwerpunkt der Simulation der MW-Erhitzung und MW-Trocknung sowie experimentell der Untersuchung der klassischen GT im Vergleich zur SS-MWGT. TUM entwickelt neue Methoden und Kombinationen davon zur Erfassung von Produkteigenschaften im Querschnitt der Proben und untersucht experimentell das Erhitzen und Trocknen von Modellsystemen mittels MW-Technik mit direktem Vergleich der SS- und MG-Techniken. TUM und KIT arbeiten zusammen bei der Entwicklung und Validierung der Simulationsmodelle zum Erhitzen, wobei KIT die Daten zu den dielektrischen Eigenschaften von TUM nutzt. Sie ziehen gemeinsam Schlüsse aus dem Vergleich der klassischen GT und der MWGT, was bei TUM anlagentechnisch nicht leistbar ist. Die analytischen Methoden zur Ermittlung von Erhitzungsprofilen bzw. Temperatur-/Zeit-Effekten von TUM kommen bei KIT zum Einsatz, um die Voraussagen aus der Simulation zu überprüfen und aus den Ergebnissen die Simulationsmodelle iterativ zu erweitern. Je nach technischen Fähigkeiten der Versuchsanlagen bei KIT bzw. TUM werden Versuchsanleitungen übermittelt, nach deren Vorgaben TUM für KIT bzw. vice versa Experimente durchführt, sodass die gesamte Anlagenkompetenz voll zum Einsatz kommt. Es ist weiter geplant, dies phasenweise durch Präsenz der Projektleiter an der Partner-FS zu ergänzen. Auf den Versuchsanlagen an beiden FS werden Experimente zur gegenseitigen experimentellen Validierung und zum Vergleich

unterschiedlicher Produktmengen durchgeführt. Die Zusammenarbeit der beiden Forschungseinrichtungen ist in Abbildung 2 schematisch zusammengefasst.

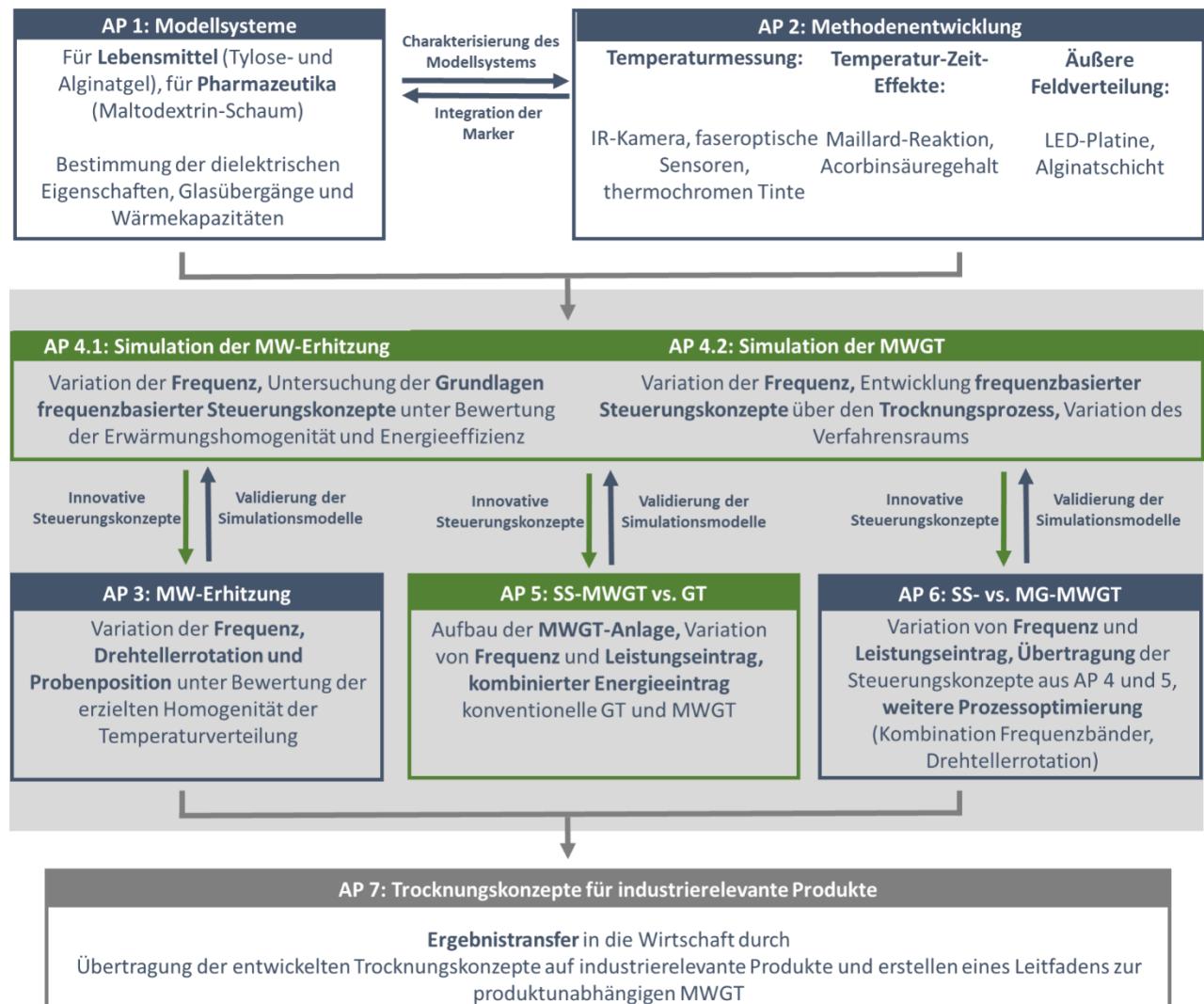


Abbildung 2: Schematischer Projektablauf (im Schwerpunkt von KIT durchgeführte APs sind grün, von TUM blau dargestellt)

## 4.1 Bearbeitungsschritte

### AP 1: Modellsysteme und Bestimmung der Produkteigenschaften (TUM)

Um die breite Produktpalette in der Lebensmittel- und pharmazeutischen Industrie abzubilden, müssen charakteristisch unterschiedliche Modellsysteme zur Untersuchung des Einflusses der Anregungsfrequenz auf das Erhitzungs- und Trocknungsverhalten in MW-Prozessen entwickelt werden. In AP 1 werden diese in ihren dielektrischen Eigenschaften, Glasübergangstemperaturen und ihrer Wärmekapazität charakterisiert. Dies ist u. A. die Voraussetzung zur Berechnung und Simulation der MW-Erhitzung, GT und MWGT in AP 4 (KIT). Die Modellsysteme werden außerdem auf ihre Eignung zur Untersuchung der im Weiteren geplanten MW-Prozesse verglichen, die geeignete Konzentration an

Markersubstanzen (Ascorbinsäure, Maillard-Reaktionskomponenten,  $\beta$ -Galactosidase, thermochrome Tinte) gemäß AP 2 ermittelt und die Modellsysteme um diese erweitert.

Als Modellsysteme sollen Tylose- bzw. Alginatgele untersucht werden, um an Vorarbeiten anzuknüpfen und, um das Verhalten fester Lebensmittel unterschiedlichen Wassergehalts (vorkonzentriert, wasserarm: ca. 77 %; verdünnte Systeme: 95 % w/w) abbilden zu können. Ein Einsatz von Tylosegel zur Untersuchung der GT ist weit verbreitet, was eine umfassende Einordnung der Versuchsergebnisse in den aktuellen Stand des Wissens ermöglicht [81–83]. Für ein Alginatgelsystem spricht der geplante Einsatz hitzesensitiver Markersubstanzen zur Quantifizierung der Temperaturverteilung und  $\phi/t$ -Effekte. Durch die kaltvernetzende Gelbildung von Alginat mit zweiwertigen Metallionen ( $\text{Ca}^{2+}$ ) kann der Einfluss der Gelherstellung auf hitzesensitive Marker minimiert werden.

Neben festen Gelen sollen geschäumte Maltodextrin-(MD)-Lösungen untersucht werden. Schäume sind gegenüber Gelen als charakteristisches Modellsystem von Relevanz. Diese Systeme stehen stellvertretend für die Zucker-Carrier-Systeme in der Pharma- und Lebensmittelindustrie, wo hochwertige, sensitive Biomoleküle in einer Umgebung von Schutzstoffen (Zucker) und in vorgeschaumter Struktur getrocknet werden. MD fungiert als Viskositätsbildner und als molekularer Schutzstoff. Um zu trocknungsstabilen Schäumen zu gelangen, muss die bestgeeignete Kombination aus Emulgatoren und MD festgelegt werden. Zur Auswahl stehen Polysorbate, Tween® und Poloxamere, Pluronic®. Diese bilden unterschiedliche Grenzflächeneigenschaften ab.

Die Bestimmung der dielektrischen Eigenschaften der Modellsysteme ist grundlegend, um die absorbierte MW-Leistung und Verteilung der dissipierten Energie während des MW-Prozesses abschätzen zu können. Die Stoffdaten sind Grundlage für die Simulation. Beim Trocknen verändern sich diese Eigenschaften in Abhängigkeit von Produkttemperatur und Wassergehalt. Sie werden deshalb bei zu trocknenden Modellsystemen bei -20 - 90 °C und bei unterschiedlichen Wassergehalten mittels eines temperierbaren Micro-wave Dielectric Measurement Kits (Püschnner, Schwanewede, Deutschland) bestimmt. Diese Analytik wurde bei der TUM im Rahmen des AiF-Projekts 18819 N bereits etabliert [84]. Darüber hinaus werden die Glasübergangstemperaturen und Wärmekapazitäten der Modellsysteme über modulierte dynamische Differenzkalorimetrie (mDSC) (Advanced TzeroTM Q1000, TA Instruments, New Castle, USA) im getrockneten, vermahlenen Endzustand und im Ausgangszustand des zu trocknenden Modellprodukts ermittelt.

Für den geplanten Einsatz eines MD-Schaums wird darüber hinaus die Blasengrößenverteilung über die Messung mittels Licht-Mikroskop (Axiovert 135, Anton Paar, Graz,

Österreich) und die Schaumbildungskapazität über den sog. Overrun bestimmt. Die Blasengrößenverteilung hat in Kombination mit dem Overrun einen signifikanten Einfluss auf die Trocknungskinetik [66, 85]. Sie charakterisiert den Diffusionsweg für den entstehenden Wasserdampf und ermöglicht darüber Rückschlüsse auf den Trocknungswiderstand.

**Ziel:** Die Modellsysteme zur Untersuchung der MWGT, GT und MW-Erhitzung wurden hinsichtlich wichtiger Produktparameter charakterisiert.

### **Durchgeführte Arbeiten im Jahr 2022**

Aufgrund ihres einfachen Handlings und ihrer Inertheit gegenüber den untersuchten chemischen Markern aus AP 2, wurden Tylosegele und Gellan-Gele als besonders geeignet für die weiteren Untersuchungen im Rahmen von AP 3-5 festgesetzt. Dabei dienten die Gellan-Gelproben zur Untersuchung der MW-Erhitzung (AP 3), wohingegen die Tylosegelproben zur experimentellen und simulations-basierten Untersuchung der MWGT von Gelproben in AP 4 und 5 verwendet wurden. Auf die Herstellung der Proben und wesentliche Produktparamater für die weiteren Versuche wird im Folgenden kurz eingegangen:

#### *Gellan-Gel-Proben zur Untersuchung der MW-Erhitzung (AP 3)*

Die Gellan-Gel-Proben wurden entsprechend eines etablierten Herstellungsverfahrens vorbereitet. Das genaue Vorgehen ist dabei Taghian Dinani et al. [86] zu entnehmen. Die Gele wurden dabei aus einem Gemisch aus L-Lysin (2,00 Gew.-%, Sigma-Aldrich Chemie GmbH, St. Louis, MO, USA), D-Ribose (2,00 Gew.-%, Glenthiam Life Sciencs Ltd, Corsham, UK), Gellangummi (1,50 Gew.-%, GelzanTM CM, Sigma-Aldrich Chemie GmbH, St. Louis, MO, USA), Calciumchloridhydrat (0,59 Gew.-%, Sigma-Aldrich Chemie GmbH, St. Louis, MO, USA), Anatas-Titandioxid (0,01 Gew.-%, Sigma-Aldrich Chemie GmbH, St. Louis, MO, USA) und doppelt deionisiertem Wasser (93,9 Gew.-%) hergestellt. Die Gelierung wurde durch gezielte Temperaturbehandlung initiiert [86]. Das Gemisch wurde anschließend in zylindrische Formen mit einem Innendurchmesser von 125 mm gegossen, sodass eine Gelhöhe von 10 mm, einem Volumen von 122,7 cm<sup>3</sup> und einem Gewicht von 130 g der Einzelgelproben gegeben war. Die Probenhöhe von 10 mm wurde auf der Grundlage von Vorstudien gewählt [86]. Sie wurde so gewählt, dass die Erwärmung nicht durch die Eindringtiefe limitiert wird und gleichzeitig die Stabilität des Gels für eine gute Handhabung der Proben ausreichend ist.

Anschließend an den Herstellungsprozess der Gellan-Gel-Proben wurden diese bis zum Verarbeitungszeitpunkt bei 4 °C gelagert (4 ±1 h). Diese Gelbildungs- bzw. Lagerzeit wurde so ausgewählt, dass es in diesem Zeitraum zu keiner signifikanten Veränderung

des pH-Werts, der Gelfestigkeit bzw. der Gesamtgrundverfärbung der Gelproben kam. Dies kann aus den Ergebnissen in Tabelle 1 abgeleitet werden. Die Gesamtgrundverfärbung ( $\Delta E$ ) beschreibt dabei den Farbunterschied zwischen der Referenzprobe nach 3 h und den zu untersuchenden Proben (4, 5, 6 und 24 h). Die Formel zur Berechnung von  $\Delta E$  ist dabei in Gl. 5 angegeben, wobei hier der Index i die Lab-Farbwerte der zu untersuchenden Probe kennzeichnet, der Index R die Lab-Farbwerte der Referenzprobe nach 3 h. Eine Mindestzeit von 3 h war dabei erforderlich, um eine vollständige Ausbildung des Gelnetzwerks zu gewährleisten (Ergebnisse nicht gezeigt).

*Tabelle 1: Einfluss des Alters der Probe nach der Herstellung auf die Produktparameter pH-Wert, Gelfestigkeit und die Veränderung der Grundverfärbung ( $\Delta E$ ). Hochgestellte Buchstaben kennzeichnen die Signifikanz des Unterschieds zwischen den Mittelwerten innerhalb einer Zeile (ANOVA mit Post-Hoc Bonferroni Test,  $p < 0.05$ ).*

Gel-eigenschaften	Alter der Probe [h]				
	3	4	5	6	24
pH-Wert	9,86 ± 0,02 <sup>a</sup>	9,76 ± 0,13 <sup>a</sup>	9,84 ± 0,02 <sup>a</sup>	9,85 ± 0,01 <sup>a</sup>	9,75 ± 0,02 <sup>a</sup>
Gelfestigkeit [N]	106,0 ± 3,2 <sup>a</sup>	124,9 ± 2,9 <sup>a</sup>	111,9 ± 8,0 <sup>a</sup>	105,6 ± 6,3 <sup>a</sup>	114,8 ± 2,9 <sup>a</sup>
$\Delta E$ [-]	Anfangsfarbe	1.9 ± 1.9 <sup>a</sup>	2.6 ± 2.6 <sup>a</sup>	2.7 ± 2.6 <sup>a</sup>	4.9 ± 5.3 <sup>a</sup>

Dass es zu keiner signifikanten Veränderung dieser Produktparameter kam, war Voraussetzung für die Wiederholbarkeit der Ergebnisse aus AP 3 (MW-Erhitzung). Denn D-Ribose, als reduzierender Zucker, und L-Lysin, als freie Aminosäure, dienen als Vorstufen für die Temperatur-induzierte Maillard-Reaktion im Rahmen der MW-Erhitzungsversuche. Dabei handelt es sich um eine etablierte chemische Markermethode zur Untersuchung der Inhomogenität der Mikrowellenerwärmung basierend auf der räumlich aufgelösten Analyse der Maillard-Bräunung [87–89]. Im Rahmen dieser Methodik dient die lokale Intensität der Verfärbung als Untersuchungsgrundlage der räumlichen Verteilung von Zeit-/Temperatureffekten während der MW-Erhitzung. Da die Maillard-induzierte Bräunungsreaktion abhängig vom pH-Wert der Probe ist, ist der Erhalt des pH-Werts im Untersuchungszeitraum (4 ± 1 h) entscheidend, um sicherzustellen, dass es zu keiner Beeinflussung des Erhitzungsergebnisses aufgrund des expliziten Verwendungszeitpunkts kommt.  $\Delta E$  und Gelfestigkeit können bei starker zeitlicher Abhängigkeit ebenfalls aufgrund einer veränderten Grundfarbe der Gele bzw. ihrer Handhabbarkeit und Wasser-

rückhaltevermögens in der Erhitzung zu einer Beeinflussung der MW-Erhitzungsergebnisse führen. Dieser Einfluss konnte jedoch über die Ergebnisse aus Tabelle 1 ausgeschlossen werden.

*Tylose-Gel-Proben zur experimentellen und simulationsbasierten Untersuchung der MWGT (AP 4 und 5)*

Für die Simulationsversuche wurde mit dem Modellsystem des Tylosegels gearbeitet. Daher wird im Folgenden v.a. auf die dielektrischen Eigenschaften im frischen bzw. getrockneten Zustand des Tylosegelsystems eingegangen. Denn diese Ergebnisse aus AP 1 dienten als Grundlage der in AP 4 vorgestellten Ergebnisse zur Verbesserung der Homogenität und Energieeffizienz in der MWGT. Das Tylosegel (Methyl-2-Hydroxyethylcellulose) zur Untersuchung der MWGT wurde dabei, wie in [90] im Detail beschrieben hergestellt. Das Tylosegel besteht aus 76,23 Gew.-% demineralisiertem Wasser, 22,77 Gew.-% Tylose MH1000 (Kremer Pigmente, Aichstetten, DE) und 1,00 Gew.-% L-(+)-Ascorbinsäure (Carl Roth, Karlsruhe, DE). Je Einzelprobe wurden 12,50 g des Tylosegels abgewogen und über entsprechende Formen zu Quadern von ca. 25 mm × 25 mm × 20 mm geformt. Anschließend wurden die Einzelproben bei -30 °C für mindestens 14 h eingefroren. Um Wasserverlust im gefrorenen Zustand zu vermeiden, wurde das Produkt bis zur Trocknung bei -30 °C luftdicht gelagert.

Als Grundlage für die Simulation aus AP 4 wurden die dielektrischen Eigenschaften der frischen und gefriergetrockneten Tylosegelproben mit einem µWaveAnalyser (Püschnner, Schwanewede, DE) bestimmt. Diese wurden in einem typischen Temperaturbereich der MWGT von -20 °C bis 45 °C bestimmt. Die Probe wurde dabei vor der Messung auf -20 °C temperiert. Die Temperatur des Messkopfes wurde mit einem angeschlossenen externen Kühlsystem (Unistat 161 W, Huber, Offenburg, DE) auf -20 °C eingestellt. Die vortemperierte Probe wurde in den µWaveAnalyser eingesetzt und 1 h lang äquilibriert. Anschließend wurde die Temperatur kontinuierlich mit 0,1 K/min auf 45 °C erhöht. Die Messungen der dielektrischen Eigenschaften wurden bei einer Frequenz von  $2,45 \pm 0,05$  GHz durchgeführt und alle 30 s mit der Software µWaveAnalyser 3.2.0 (Püschnner, Schwanewede, DE) aufgezeichnet. Die Messung eines leeren Vials diente dabei als Referenz. Die Temperatur wurde mit der Software SpyControl 2.0 (Huber, Offenburg, DE) und einem Temperatursensor (PT100, Huber, Offenburg, DE) aufgezeichnet, der in den Messkopf eingesetzt wurde. Alle Messungen wurden in Doppelbestimmung durchgeführt. Zeitabhängige dielektrische Messdaten und zeitbezogene Temperaturdaten wurden in Matlab R2019a (MathWorks, Natick, MA, USA) verarbeitet. [90]

Die Ergebnisse der dielektrischen Untersuchungen des Tylosegels sind dabei in Abbildung 3 dargestellt. Diese sowie die folgende Interpretation wurde angepasst von der aus diesem Projekt hervorgegangenen Publikation [90] entnommen:

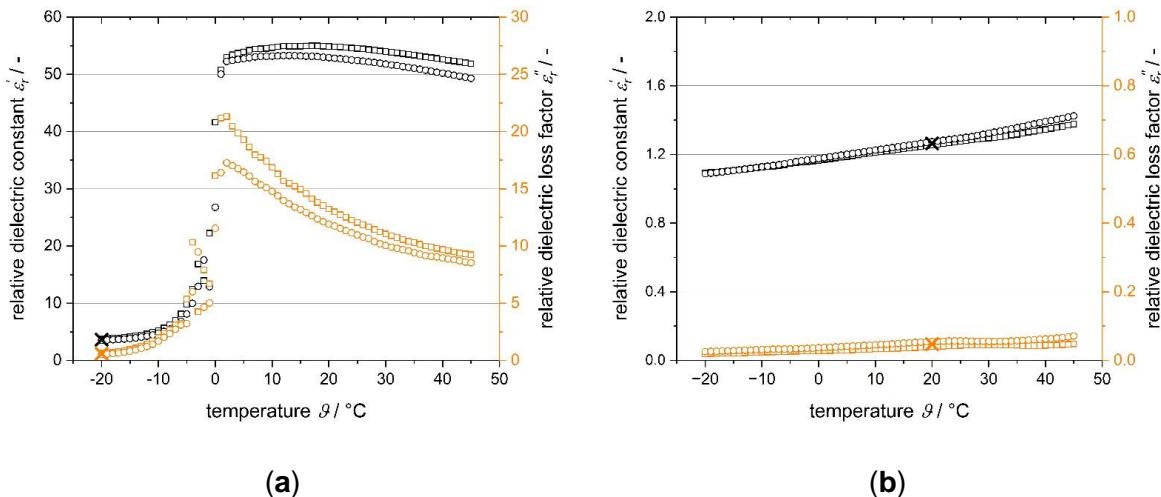


Abbildung 3: (a) Dielektrische Eigenschaften von frischem Tylosegel; (b) Dielektrische Eigenschaften von gefriergetrocknetem Tylosegel.

Die Ergebnisse wurden in zweifacher Ausfertigung erhalten. Die arithmetischen Mittelwerte der dielektrischen Eigenschaften, die in den Simulationen verwendet wurden, sind mit einem x gekennzeichnet. [90] Die in Abbildung 3a dargestellten dielektrischen Eigenschaften von frischem Tylosegel variieren im untersuchten Temperaturbereich erheblich. Dieses temperaturabhängige Verhalten der dielektrischen Eigenschaften  $\varepsilon'_r$  und  $\varepsilon''_r$  von frischem Tylosegel entspricht bereits publizierten Werten [91]. Der größte Anstieg der dielektrischen Eigenschaften tritt im Bereich von  $-10^\circ\text{C}$  bis  $2^\circ\text{C}$  auf. Dieses Verhalten lässt sich durch das Schmelzen von gefrorenem Wasser in diesem Temperaturbereich erklären. Da die dielektrischen Eigenschaften von Wasser bei Mikrowellenfrequenzen [92] viel höher sind als die von Eis [93], führt das teilweise Schmelzen von gefrorenem Wasser ab etwa  $-5^\circ\text{C}$  zu einem deutlichen Anstieg der dielektrischen Eigenschaften. Der leichte Anstieg bei niedrigeren Temperaturen, d. h.  $-20^\circ\text{C}$  bis  $-5^\circ\text{C}$ , ist wahrscheinlich auf einen mit steigender Produkttemperatur zunehmenden Anteil an flüssigem Wasser im Tylosegel zurückzuführen, wie in früheren Studien auf der Grundlage der Differential-Scanning-Kalorimetrie von Tylosegel festgestellt wurde [94]. Der höhere  $\varepsilon''_r$ -Wert des Tylosegels in der vorliegenden Studie im Vergleich zu den veröffentlichten Daten über reines Tylosegel [91] ist vermutlich auf die Unterschiede in der Zusammensetzung des getesteten Materials (u. a. Zugabe des Ascorbinsäure-Markers) zurückzuführen. Denn es ist bekannt, dass bereits geringe Veränderung der Zusammensetzung des Tylosegels

zu Veränderungen der dielektrischen Eigenschaften führen, z. B. bei Zugabe von Natriumchlorid [36, 91] und Sucrose [36]. Darüber hinaus basieren publizierten Daten auf einem anderen Messequipment sowie einem veränderten Messaufbau.

Die dielektrischen Eigenschaften des gefriergetrockneten Tylosegels sind niedriger als die des frischen Gels, wie in Abbildung 3b dargestellt. Die dielektrischen Eigenschaften nehmen mit der Temperatur leicht zu, was vermutlich auf die zunehmende Mobilität der Moleküle zurückzuführen ist, die mit dem elektromagnetischen Feld wechselwirken. Da es im Inneren des Materials aufgrund des Fehlens von freiem Wasser zu keinem Phasenübergang kommt, tritt keine starke Veränderung der dielektrischen Eigenschaften mit steigender Temperatur auf.

In Eis wird die Mikrowellenenergie aufgrund der geringen dielektrischen Eigenschaften nur in geringem Maße dissipiert [93]. In Verbindung mit den geringen dielektrischen Eigenschaften des gefriergetrockneten Tylosegels deutet dies darauf hin, dass die Mikrowellenenergie im gefrorenen Produkt vorwiegend durch Wechselwirkung der Mikrowellen mit ungefrorenem, gebundenem Wasser dissipiert wird. Dieses ist v.a. im gefrorenen, jedoch nur noch in geringem Umfang im getrockneten Produkt enthalten. Diese Vermutung wird durch vorhandene Literatur gestützt [95].

Für die Simulation aus AP 4 wurden aufgrund der unbekannten, zeitabhängigen Temperaturverteilung in der Probe während der MWGT, dem Produkt konstante dielektrischen Eigenschaften zugewiesen. Für das gefrorene Produkt wurden die dielektrischen Eigenschaften des frischen Gels bei -20 °C und für das getrocknete Produkt die dielektrischen Eigenschaften des getrockneten Gels bei 20 °C festgelegt. Die dielektrischen Eigenschaften des frischen Gels bei -20 °C wurden gewählt, da die MWGT bei 0,5 mbar und damit bei einer Sublimationstemperatur von reinem Wasser von ca. -27 °C durchgeführt wurde. Eine Bestimmung der dielektrischen Eigenschaften unterhalb von -20 °C war zudem messtechnisch nicht möglich. Unterhalb von -20 °C ist kein signifikanter Einfluss einer weiteren Temperaturabsenkung auf die dielektrischen Eigenschaften mehr zu erwarten. Für die Simulation des trockenen Produktanteils wurden die dielektrischen Eigenschaften bei Raumtemperatur gewählt, da es im untersuchten Temperaturbereich zu keinem signifikanten Einfluss der Temperatur auf die dielektrischen Eigenschaften gekommen ist. Die dielektrischen Eigenschaften bei den jeweiligen Temperaturen wurden als arithmetisches Mittel der Doppelbestimmungen berechnet und sind in Abbildung 3 durch ein x hervorgehoben. Sie dienten als Grundlage für die Simulation im Rahmen von AP 4.

### **Durchgeführte Arbeiten im Jahr 2023**

### *Maltodextrinschaum-Proben zur Untersuchung der MWGT (AP 6)*

In den experimentellen Untersuchungen im Rahmen von AP 5 und 6 zeigte sich, dass Tylosegele äußerst empfindlich auf frequenzinduzierte Veränderungen der absorbierten Mikrowellenleistung reagierten. Anpassungen der Anregungsfrequenz und Inputleistung führten zu einem Phänomen, das als "Puffing" der Probe bezeichnet wird und mit einer mechanischen Zerstörung der Probenstruktur einhergeht. Dies begrenzte die Möglichkeit einer detaillierten Untersuchung unterschiedlicher Prozessparameter in der MWGT, wie sie in AP 6 angestrebt wurde. Für die in AP 6 angestrebten MWGT-Versuche zur Untersuchung des Einflusses der MW-Inputleistung, der Frequenz und des Generatorsystems wurden daher Maltodextrinschäume eingesetzt. Durch den Einsatz einer aufgeschäumten Probe wurden hohen Trocknungsrraten ermöglicht ohne zu einer mechanischen Zerstörung der Probenstruktur zu führen [96, 97], so waren die Proben für Untersuchungen in einem weiten Prozessparameterbereich geeignet. Maltodextrinschäume waren daher besonders geeignet für die geplanten Untersuchungen im Rahmen von AP 6.

Zur Herstellung des Maltodextrinschaums wurde zunächst eine Maltodextrinlösung von 200 g hergestellt, indem 6,0 % w/w Polysorbat 80 (Tween 80, Gerbu Biotechnik GmbH, Heidelberg, Deutschland), 25 % w/w Maltodextrin DE-6 (Nutricia GmbH, Erlangen, Deutschland) und 69 % w/w deionisiertes Wasser verwendet wurden. Zur vollständigen Hydratisierung wurde die Lösung über Nacht bei 4 °C schonend gerührt. 150 g der Lösung wurden bei 220 U/min für 15 Minuten in einem kommerziellen Rotor-Stator-System (KitchenAid ARTISAN 5KSM150, Whirlpool Corp., Greenville, USA; Geometrie: K45WW, Whirlpool Corp., Greenville, USA) aufgeschäumt. Unmittelbar nach dem Aufschäumen wurden 120 g der Lösung in eine Glas-Petri-Schale (Duran, Merck, Darmstadt, Deutschland) mit einem Durchmesser von 22,5 cm übertragen und bei -80 °C über Nacht eingefroren (Freeze BF-U538, Buchner Labortechnik, Pfaffenhofen, Deutschland). Für die Trocknungsversuche wurden die gefrorenen Maltodextrinschäume aus dem Gefrierschrank entnommen, in die MWGT-Anlage überführt und die Trocknung gestartet.

Zusammenfassung: Alle im Rahmen des Projekts eingesetzten Modellsysteme zur Untersuchung der MW-Erhitzung und MW-Gefriertrocknung wurden vollständig hinsichtlich ihrer relevanten Produktparameter charakterisiert.

### **AP 2: Weiterentwicklung und Kombination von Messmethoden zur Bestimmung der Temperatur- bzw. 9/t-Verteilung (TUM)**

Die umfassende Ermittlung von Temperatur- bzw. 9/t-Effektverteilungen im Produkt erfordert unterschiedliche, sich gegenseitig ergänzende MW-kompatible Messmethoden.

Die Methoden müssen örtlich aufgelöste Daten exakt und bevorzugt online liefern sowie 9/t-Effekte entlang des Prozesses erfassen. Einzelne Messtechniken leisten dies nicht. V. a. Veränderungen der Produktstruktur und Zusammensetzung im Prozessverlauf sowie niedrige Temperaturbereiche schränken den Einsatz etablierter Methoden ein [98, 99]. Der Einsatz von Wärmebildaufnahmen auf der Produktaußenseite sowie der Einsatz von faseroptischen Sensoren zur Punktmessung sind in der MW-Erhitzung bereits etabliert [100–102]. Wasserentzug und Einfrierprozesse sowie niedrige Prozesstemperaturen bei der GT stellen jedoch neue Ansprüche an Methodenauswahl und –entwicklung.

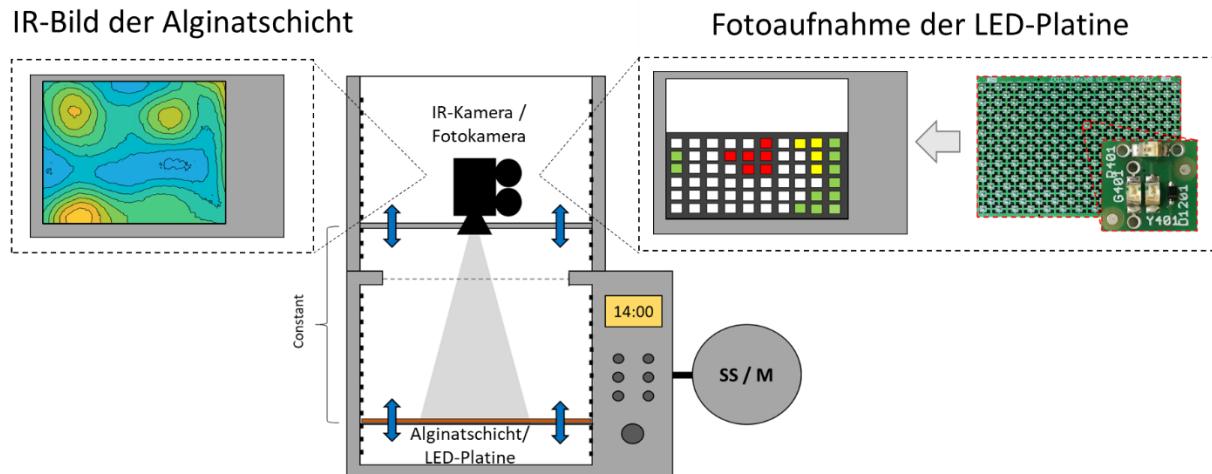
Daher werden in AP 2 neue Methoden entwickelt sowie bzgl. Eignung und Aussage verglichen. Dies umfasst die Messung der Temperaturverteilung im Produkt sowie Methoden zur Ermittlung der äußeren Feldverteilung. Für die Bestimmung der Temperaturverteilung im Produkt werden die Ergebnisse von Infrarot (IR)-Kameraaufnahmen (Flir E53, Flir Systems, Wilsonville, USA) mit quantitativen Punktmessungen über faseroptische Sensoren (TS4, Optocon Weidmann Technologies, Dresden) und mit der Verfärbung der Probe über Markersubstanzen örtlich und zeitlich aufgelöst verglichen. Als Markersubstanzen werden u. a. L-Lysin und D-Ribose als Maillard-Reaktanden und irreversible, thermochrome Tinte (Cheerful Kaki CO, Taoyuan, Taiwan) eingesetzt. Die Verfärbung soll räumlich aufgelöst, fotografisch dokumentiert und über eine Bildauswertung mittels der Software MATLAB (The MathWorks, Inc, Natick, USA) quantifiziert werden. Dabei soll die räumliche Verteilung der Farbkomponenten  $L^*$ ,  $a^*$  und  $b^*$  über die Probenoberfläche ausgewertet und somit die Homogenität des Erhitzungszustands bzw. der Temperaturverteilung über den Gesamtfarbunterschied nach GI. (5) beschrieben werden. Die Inhomogenität innerhalb einer Probe kann dabei über die maximale Differenz der Farbe innerhalb der Probe beschrieben werden, mit dem Index  $i$  für den maximal verfärbten Produktbereich und  $R$  für den minimal verfärbten Bereich einer Probe.

$$\Delta E = \sqrt{(L_i - L_R)^2 + (a_i - a_R)^2 + (b_i - b_R)^2} \quad (5)$$

Referenzfarbmessungen des Kamerasystems sollen über Chromametermessung (Chroma-Meter CR-200, Konica Minolta, Tokio, Japan) erhoben werden. In der MWGT der MD-Proben wird zudem die Inaktivierung eines Modellenzyms stellvertretend für biogene Wirkstoffe (Opti-Lactase LX2, Optiferm, Oy-Mittelberg) sowie in Tylosegel der Erhalt der Ascorbinsäure über jodometrische Titration untersucht. Der Einsatz dieser Messtechniken zur Erfassung der Temperaturprofile zeigt auf, in welcher räumlichen Auflösung die Produktteile separiert und Marker einzeln vermessen werden.

IR-Bildaufnahmen sind wegen der Erfassung über den gesamten Querschnitt der Probe besonders für die Detektion inhomogener Temperaturverteilungen auf der Produktoberfläche geeignet. Über das Schneiden der Gel- bzw. Schaumprobe in einzelne Schichten sofort nach Entnahme der Probe mit direkter Aufnahme des Wärmebildes wird aus den Einzelaufnahmen die 3D-Temperaturverteilung schichtenweise ermittelt. Aufgrund des Wasserentzugs, Veränderungen der Oberflächenstruktur sowie von niedrigen Prozesstemperaturen ist die Genauigkeit der IR-Messung in der Vakuum- und Gefriertrocknung über eine Veränderung der Messparameter (v. a. der Emissivität) im Rahmen des Trocknungsprozesses limitiert. IR-Aufnahmen eignen sich dennoch besonders zur Identifikation kritischer Produktbereiche, deren quantitative Temperatur wiederum über faseroptische Sensoren genau bestimmt werden kann. Das Schneiden der behandelten Probe in Schichten bietet weiter die Möglichkeit, über die Verfärbung bzw. Aktivität von Markersubstanzen auf die erreichten lokalen Maximaltemperaturen (beim Einsatz irreversibler, thermochromer Markersubstanzen) bzw. auf den  $\vartheta/t$ -Effekt (beim Einsatz von Maillard-Reaktanden und Modellenzymen) schließen zu können. Dies ist leistbar, wenn das Schneiden und Messen mit minimalem Zeitverzug erfolgt, um die Abkühlung auf ein geringes Maß zu begrenzen. Hierzu wird auf Vorarbeiten zurückgegriffen, die eine Routine zu dieser Messmethodik entwickelt haben [31, 86, 103].

Über die innere Charakterisierung der Probe hinaus ist die Entwicklung einer Methode zur Erfassung der äußeren Feldverteilung geplant, weil dies für das Verständnis des Einflusses des MW-Feldes auf den Prozess sowie die Entwicklung und Validierung der Simulationsmodelle (AP 4) entscheidend ist. Daher soll die Methodenentwicklung zur Erfassung der Proben-Temperaturverteilung durch die Methodik zur Visualisierung der äußeren Feldverteilung im unbeladenen Ofenzustand erweitert werden. Dazu soll der Ansatz der Visualisierung der Feldvektoren über die Anregung von LEDs auf einer Feldmuster-Detektorplatine verfolgt und über MATLAB ausgewertet werden [28]. Außerdem wird die Feldverteilung in der Kavität über das Erhitzungsmuster einer in variabler vertikaler Positionen eingebrachten Alginatschicht visualisiert. Der geplante Versuchsaufbau zur Visualisierung der äußeren Feldverteilung ist in Abbildung 4 schematisch dargestellt.



*Abbildung 4: Schematischer Versuchsaufbau zur Visualisierung der äußeren Feldverteilung*

**Ziel:** Methoden zur Charakterisierung der Prozesseinwirkung und zur Validierung der Simulationsmodelle stehen zur Verfügung.

### Durchgeführte Arbeiten im Jahr 2022

Wie in der Beschreibung des AP 2 angegeben, erfolgte die Bewertung der Homogenität der MW-Erhitzungsversuche in AP 3 über IR-Kameramessungen und eine räumlich aufgelöste Auswertung der resultierenden Verfärbungsmuster des Maillard-Gellangelsystems aus AP 1. Die Methoden wurden dabei in engem Zusammenspiel mit der Entwicklung der Modellsysteme aus AP 1 erprobt. Sie werden im Rahmen der im weiteren geschilderten MW-Versuche genauer vorgestellt.

Zur vereinfachten Quantifizierung der Inhomogenität der Temperaturverteilung wurde zudem ein Inhomogenitätsparameter eingeführt, der sogenannte Variationskoeffizient (coefficient of variance, kurz COV-Wert). Dieser geht als etablierter Homogenitätsparameter zur Bestimmung der Inhomogenität der Temperaturverteilung aus der Literatur hervor [104–106]. Er beschreibt die normierte Streuung aller gemessener Temperaturwerte, die aus einer Wärmebildaufnahmen der Probe erhoben wurden. Die Berechnung des COV-Werts erfolgte entsprechend Gl. 6. Ein hoher COV-Wert beschreibt folglich eine hohe Inhomogenität der untersuchten Temperaturverteilung, ein geringer COV-Wert eine niedrige Inhomogenität der Temperaturverteilung. Die Ermittlung einzelner Temperaturparameter (Standardabweichung aller Temperaturwerte der Probenoberfläche, maximale, minimale, mittlere Temperatur und Spanne der Temperatur einer Einzelprobe) erfolgte dabei mittels automatisierter Bildverarbeitung der Wärmebildaufnahmen in Matlab R2019a (MathWorks, Natick, MA, USA).

$$COV [-] = \frac{\text{Standardabweichung der Temperatur [K]}}{\text{Mittelwert der Temperatur [K]}} \quad (6)$$

## **Durchgeführte Arbeiten im Jahr 2023**

### ***MW-Erhitzung***

Zusätzlich wurde eine Analyse der äußeren Feldverteilung (i.e. die Feldverteilung außerhalb der Probe) in der MW-Erhitzung gemäß der oben beschriebenen LED-Methodik durchgeführt. Diese Methode lieferte aufschlussreiche Informationen zur äußeren Feldverteilung. Es konnte gezeigt werden, dass eine räumlich aufgelöste, zweidimensionale Visualisierung der äußeren MW-Feldverteilung möglich ist. Im Vergleich mit den in AP 3 beschriebenen Versuchsergebnissen zur MW-Erhitzung zeigte sich jedoch eine eingeschränkte Vergleichbarkeit der Ergebnisse. Aufgrund der hohen erforderlichen Inputleistung in der MW-Erhitzung (0.7 W/g Probe) konnten Erhitzungsversuche nicht gleichzeitig mit der LED-Methode in einem Mikrowellenprozess durchgeführt werden. Da die Inputleistung zu hoch für das elektrische Bauteil war, wurden entsprechende Versuche der LED-Platine bei 10 W Inputleistung durchgeführt. Die niedrigere Inputleistung hatte dabei keinen Einfluss auf die Ausbildung der äußeren Feldverteilung, da in Solid-State-Systemen, in denen die Anregungsfrequenz definiert vorgegeben werden kann, die Anregungsfrequenz nicht abhängig von der Inputleistung ist. Es zeigte sich, dass die Platzierung der LED-Platine im Feld die Ausbreitung des MW-Feldes und vor allem die Frequenzbereiche der resultierenden Feldmodi beeinflusste, sodass mit und ohne LED-Platine bei ansonsten gleicher Ofenbeladung nicht die gleichen Frequenzbereiche für die Einzelmodi identifiziert werden konnten. Ein Feldmodus wurde dabei definiert als ein Anregungsfrequenzbereich, innerhalb dessen sich die räumliche Ausbreitung des MW-Feldes nicht stark ändert. Einzelne Feldmodi werden durch sogenannte Modensprünge abgegrenzt, die mit einer sprunghaften Veränderung der MW-Feldverteilung einhergehen. Der Messung lag dabei die Annahme zugrunde, dass bei ausreichender Beladung der Kammer, der invasive Einfluss der LED-Methodik auf die Ausbreitung des äußeren Feldes zu vernachlässigen sei. Diese Annahme traf für die von uns in AP 3 untersuchten Probe (130 g Gellan Gel) jedoch nicht zu. Aufgrund des Einflusses der LED-Platine auf das Auftreten verschiedener Feldmodi war daher ein uneingeschränkter Vergleich der erhobenen Ergebnisse zur äußeren Feldverteilung mit den Erkenntnissen aus AP 3 nicht möglich. Im Folgenden wird daher unter AP 3 nicht vertiefend auf die Versuchsergebnisse zur LED-Platine eingegangen, und es wird auch hier auf eine ausführlichere Erläuterung der Versuchseinzelergebnisse verzichtet.

Die Umsetzbarkeit der LED-Methodik konnte folglich im Rahmen der durchgeführten Versuche gezeigt werden, jedoch lieferte die Methodik keine neuen Erkenntnisse zu den in

AP 3 angestrebten Forschungszielen, die über die geschilderten Ergebnisse in AP 3 hinausgehen.

#### *MWGT*

Die Bewertung der Inhomogenität der Temperaturverteilung bei der MWGT erfolgte mittels unterschiedlicher Ansätze. Zum einen wurde eine Online-IR-Kameramessung über den zeitlichen Verlauf der MWGT durchgeführt, gefolgt von der Quantifizierung der Inhomogenität anhand des COV-Werts, wie im Abschnitt über die MW-Erhitzung genauer erläutert. Zusätzlich kamen, wie bereits kurz in der Beschreibung von AP 2 ausgeführt, ein thermochromer Farbmarker zum Einsatz, i.e. irreversible, thermochrome Tinte (kurz ITC; Cheerful Kaki CO, Taoyuan, Taiwan). Die Fähigkeit beider Methoden, sogenannte Hot- und Cold-Spots bzw. über- und unterprozessierte Bereiche in der Probe zu identifizieren, wurde durch räumlich aufgelöste Messungen der Restenzymaktivität eines enzymatischen Markers ( $\beta$ -Galactosidase; Opti-Lactase LX2, OptiFerm, Oy-Mittelberg) validiert. Im Folgenden wird dabei genauer auf die Methodenentwicklung zur Farbmarkermethode unter Einsatz der irreversible, thermochrome Tinte (kurz ITC; irreversible, thermochrome color-component) eingegangen.

Zunächst sollte untersucht werden, ob ITC verwendet werden kann, um räumlich aufgelöste Temperaturinformationen in der MWGT zu erhalten. Dies war erforderlich, da ein Einsatz von ITC in der MWGT zuvor noch nicht bekannt war. Zunächst wurde daher untersucht, ob nach dem Gefriertrocknungsprozess, d.h. nach dem Einfrieren, dem Wasserentzug und nach der Mikrowellenbehandlung im Rahmen der MWGT, die thermochromen Eigenschaften der ITC intakt blieben. Es sollte folglich sichergestellt werden, dass die ITC nach bzw. im Laufe der MWGT funktionsfähig blieb, bevor weiterführende Versuche durchgeführt wurden.

Für diese Untersuchung wurde eine zuvor schonend bei 20 °C maximaler Trocknungs-temperatur mikrowellengefriergetrocknete Maltodextrinprobe für 10 Minuten verschiedenen Temperaturen (20 - 90 °C) ausgesetzt und die durch temperatur-induzierte Farbin-tensität dokumentiert. Der zuvor stattgefundene MWGT-Prozess wurde dabei bei 220 W (i.e. 1,83 W/g Anfangsprobengewicht), 0.1 mbar und einer maximalen Produkttemperatur von 20 °C unter Drehtellerbetrieb (1,5 U/min) durchgeführt. Bei einer maximalen Trocknungstemperatur von 20 °C kam es zu keiner vorherigen Farbreaktion des ITC. Die Temperaturbehandlung der getrockneten Probe (20 - 90 °C) erfolgte in einem Wasserbad unter Verwendung von vakuumversiegelten Beuteln, die 2 g Probe enthielten (2 mm Pro-bendicke). Dies führte zu einer gleichmäßigen, temperatur-induzierten Verfärbung über

die gesamte Probe. Die resultierenden L<sup>\*</sup>a<sup>\*</sup>b<sup>\*</sup>-Farbwerte im CIELab-Farbraum wurden unter Verwendung eines Farbmessgeräts (CR-200, Konica Minolta, Tokyo, Japan) gemessen.

Abbildung 5 zeigt die temperaturinduzierte Änderung der Farbintensität der ITC-Probe resultierend aus einer fortschreitenden ITC-Farbreaktion von farblos zu Magenta, diese wurde über die absolute bzw. relative Änderung des a<sup>\*</sup>-Farbwerts im CIELab-Farbraum beschrieben.

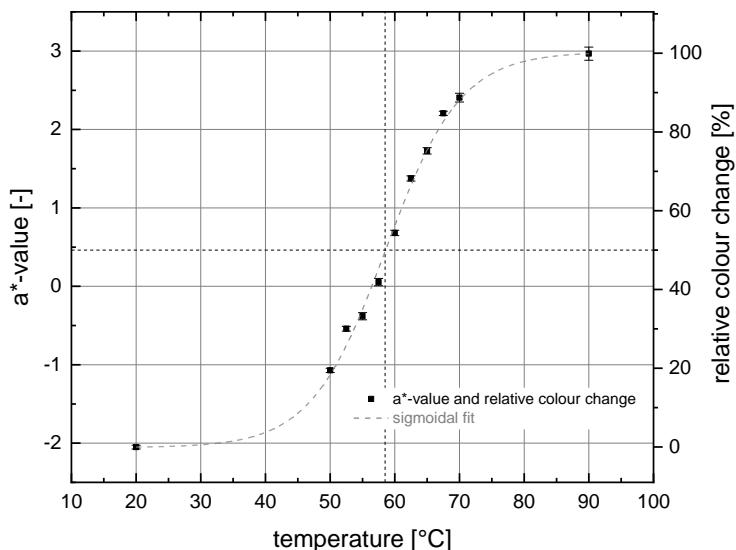


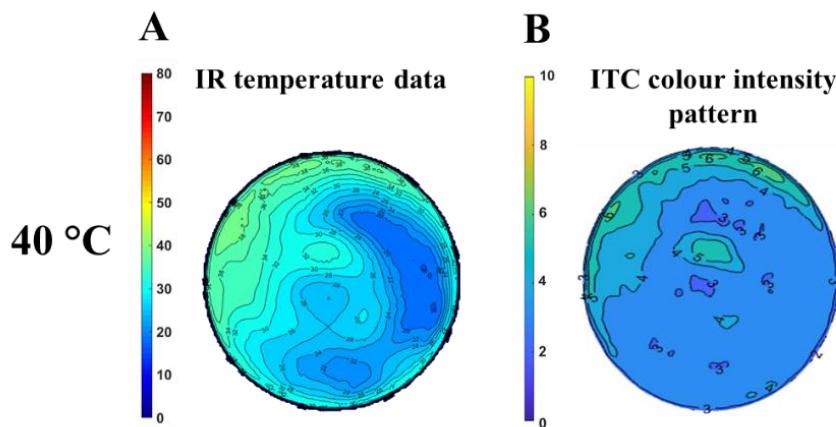
Abbildung 5: Auftragung der absoluten und relativen Änderung des a<sup>\*</sup>-Farbwert als Funktion der Behandlungstemperatur einer ITC-enthaltenden, mikrowellengefriergetrockneten Probe nach der Hitzeeinwirkung. Die Aktivierungstemperatur, i.e. die Temperatur bei 50 % relativer Farbänderung, wurde durch gestrichelte Linien im Graph hervorgehoben.

Eine Erhöhung der Behandlungstemperatur führte zu einem zunehmenden sigmoidalen Trend des a<sup>\*</sup>-Werts. Die Beziehung des a<sup>\*</sup>-Werts zur Behandlungstemperatur zwischen 50 und 70 °C konnte dabei als linear angenähert werden ( $R^2 = 0,99$ ). Die relative Farbänderung erreichte 50 % bei 58,5 °C (95 % Konfidenzintervall: 58,0 bis 59,0 °C). Dies bedeutet, dass die Farbintensität bei 58,5 °C zu 50 % des maximal erreichbaren Farbwechsels führte. Dies stimmte mit den Herstellerinformationen überein, die  $60 \pm 5$  °C als Aktivierungstemperatur der verwendeten ITC angaben. Der Temperaturbereich, der durch eine Änderung des a<sup>\*</sup>-Werts angezeigt werden konnte, erstreckte sich über ein breites Temperaturintervall von ca. 40 bis 80 °C.

Es konnte folglich festgestellt werden, dass ITC trotz vorherigem Einfrieren, Trocknen und MW-Behandlung die thermochrome Funktionalität behält und damit vielversprechende Voraussetzungen für einen erfolgreichen Einsatz in der Identifikation von Temperaturspitzen innerhalb der MWGT erfüllt.

Im Anschluss wurde untersucht, ob der graduelle thermochrome Farbumschlag der ITC, der in Abbildung 5 gezeigt wurde, aufgrund der Inhomogenität der Temperaturverteilung in der MWGT in der Lage ist in einem räumlich aufgelösten Farbintensitätsmuster auf der Probe zu resultieren, das es ermöglicht, sogenannte Hot- und Cold-Spots in der MWGT zu identifizieren. Darüber hinaus sollte untersucht werden, ob dieses Farbintensitätsmuster mit der Verteilung der maximalen Temperatur, die die Probe erfahren hat, übereinstimmt. Um dies zu untersuchen, wurde eine MWGT unter Drehtellerbetrieb (1,5 U/min) bei 220 W (i.e. 1,83 W/g Anfangsprobengewicht) und 0,1 mbar durchgeführt. Die MWGT wurde dabei im gezeigten Versuch (s. Abbildung 6) zum Zeitpunkt des exponentiellen Temperaturanstiegs am Ende der MWGT bei Erreichen der maximalen Produkttemperatur von 40 °C (Inline-Pyrometermessung) beendet. So konnte sichergestellt werden, dass die höchsten Temperaturen innerhalb der Probe am Ende des Trocknungsprozesses vorherrschten. Bei Entnahme der Probe nach der Trocknung konnte dann das räumlich aufgelöste Verfärbungsprofil der ITC mit einem Infrarot-Wärmebild der Probenoberfläche verglichen werden. In Abb. 6 ist exemplarisch ein resultierendes ITC-Farbintensitätsmuster (Abbildung 6 B) mit der entsprechenden Temperaturverteilung der IR-Kameramessung (Abbildung 6A) dargestellt. Die Temperatur und der a\*-Wert auf der Probenoberfläche wurden, wie auf der Farbskala neben dem jeweiligen Konturplot angegeben, auf einer Pseudofarbskala von Blau über Grün und Gelb bis Rot ausgedrückt.

Diese Ergebnisse zeigten, dass die ITC-Methode zu einer räumlichen Verteilung der Farbintensität (Abbildung 6B) führte, die mit der räumlichen Temperaturverteilung der IR-Kameramessung (Abbildung 6A) vergleichbar ist. Weiterhin wurde gezeigt, dass die IR-Temperaturdaten und das ITC-Farbintensitätsmuster dieselben Produktbereiche als Bereiche erhöhter Temperatur identifizierten. Es zeigten der linke obere Rand der Probe und ein kleiner, leicht exzentrischer zweiter Bereich in der thermographischen Aufnahme eine erhöhte Temperatur (Abbildung 6A). Diese Probenbereiche stimmten mit den Bereichen erhöhter Farbintensität in Abbildung 6B überein. Diese räumliche Übereinstimmung von ITC-Muster und IR-Bild war entscheidend, um zu bestätigen, dass die ITC-Methode in Kombination mit einem Bildanalyseverfahren genutzt werden kann, um Hot- und Cold-Spots in der MWGT zu identifizieren.



*Abbildung 6: Konturplot der IR-Temperaturverteilung auf der Probenoberfläche (A) und des  $a^*$ -Farbintensitätsmusters auf der Probenoberfläche (B) nach der MWGT bei einer maximalen Trocknungstemperatur von 40 °C. Die Temperatur und der  $a^*$ -Wert auf der Probenoberfläche wurden, wie auf der Farbskala neben dem jeweiligen Konturplot angegeben, auf einer Pseudofarbenskala von Blau über Grün und Gelb bis Rot ausgedrückt.*

Im Rahmen der ITC-Methodik ist es entscheidend, dass diese Vorteile gegenüber bestehenden Methoden wie der Thermografie bietet, da sie die räumliche Verteilung der maximalen Prozesstemperatur in der MWGT unabhängig von Abkühleffekten visualisiert. Unabhängig von Abkühleffekten bedeutet, eine Aufnahme der Farbintensitätsmuster kann nach der Abkühlung der Probe ohne zeitliche Limitationen erfolgen. Dies vereinfacht die Applikation der Methodik und erweitert den Anwendungsbereich. Zudem erfordert die ITC-Methodik keine speziellen Labor- oder Messgeräte, stellt keine speziellen Anforderungen für die Einbindung in ein bestehendes Trocknerdesign und bietet folglich die Möglichkeit zur Erhebung von Temperaturverteilungsdaten im Anschluss an einen MWGT-Prozess. Dies macht diese Methode weitreichend anwendbar, insbesondere für die Entwicklung neuer Verfahrenskonzepte oder die Anpassung bestehender Prozesse, zur Identifizierung unbekannter kritischer Produktbereiche oder zur Reduzierung von Inhomogenitäten durch gezieltes Prozessdesign, gerade in Anlagen, die nur über eine beschränkte integrierte Messtechnik zur Evaluierung der Inhomogenität der MWGT verfügen.

Die hier gezeigten Versuchsergebnisse sollen lediglich einen kurzen Überblick über die Kernergebnisse aus diesem Arbeitspaket liefern. Detailliertere Ausführungen zur Validierung der ITC-Methode, auch mittels Restenzymaktivitätsuntersuchungen des enzymatischen Markers sowie zahlreichen MWGT-Validierungsversuchen, sind darüber hinaus Kalinke und Kulozik (2023a) zu entnehmen [107].

**Zusammenfassung:** Eine erfolgreiche Entwicklung und Validierung einer neuartigen Methodik zur Identifizierung von Hot und Cold Spots in der MWGT ist erfolgt. Bei dieser wird

eine irreversible thermochrome Farbkomponente (ITC) mit einem spezifischen Farbintensitätsprofil in der Probe eingesetzt. Die thermochrome Farbkomponente ändert ihre Farbintensität in Abhängigkeit von der örtlichen Probentemperatur und ermöglicht so die Visualisierung der Temperaturverteilung innerhalb der Probe während der Gefriertrocknung.

### **AP 3: Experimentelle Untersuchung der MW-Erhitzung (TUM)**

In AP 3 soll die MW-Erhitzung mittels der in AP 1.1 festgelegten Gelsysteme erfolgen. Über die in AP 1.2 entwickelten Methoden für MW-Erhitzung und MWGT soll der Einfluss der Frequenzvariation auf das sich ausbildende Temperaturprofil sowie die daraus resultierenden 9/t-Effekte untersucht werden. Dazu soll die Anregung bei konstanten Einzelfrequenzen (2400-2500 MHz in 10 MHz Schritten), bei zufälliger Variation der Anregungsfrequenz zwischen 2400-2500 MHz über den Erhitzungsprozess (sog. Frequenzsweep) und bei resonanter Anregungsfrequenz (sog. Impedance-Matching) untersucht werden. Dazu werden die äußere Feldverteilung sowie Temperatur- und 9/t-Verteilung räumlich aufgelöst ausgewertet und der Return-Loss erfasst. Die Versuchsplanung wird auf die Ergebnisse aus den Simulationen zur MW-Feldverteilung unter den oben genannten Prozessbedingungen für ein ruhendes Produkt (AP 4) abgestimmt. Darüber hinaus sollen im SS-System Versuchsergebnisse mit Drehtellerrotation und bei Position des Produkts am äußeren Rand bzw. in der Mitte des Drehtellers verglichen werden sowie einer Anregung im MG-System gegenübergestellt werden. MW-Leistung und Zeit der Erhitzung sollen so gewählt werden, dass eine Prozessierung im Temperaturbereich 20-90 °C erfolgt und der Wassergehalt der Probe nicht beeinflusst wird. Unter Einbeziehung dieser Untersuchungen und der im Folgenden (AP 4.1) entwickelten Simulationsmodelle sollen verschiedene (3) Steuerungskonzepte für die MW-Erhitzung entwickelt und experimentell auf Energieeffizienz und v. a. Homogenität des Erhitzungsprozesses überprüft werden. Experimentelle Untersuchungen zur MW-Erhitzung werden dabei in zwei umgebauten MW-Öfen handelsüblicher Bauart (NN-SD27 H SGTG Stand-Solo, Panasonic, Kadoma, Japan) durchgeführt, wobei einer an einen MW-SS-Generator (Fricke & Mallah, Peine, Deutschland) und der andere an ein konventionelles Magnetron angekoppelt ist.

**Ziel:** Die Einflüsse von Anregungsfrequenz, Probenposition, MW-Erzeugung und Drehtellerrotation auf das Temperaturprofil sind charakterisiert und stehen für die Modellvalidierung zur Verfügung. Die Wirkung verschiedener Steuerungskonzepte auf Energieeffizienz und Homogenität ist bekannt.

## **Durchgeführte Arbeiten im Jahr 2022**

Im Folgenden soll ein kurzer Überblick über die wesentlichen Versuchsergebnisse sowie deren Bedeutung im Gesamtkontext des Projekts gegeben werden. Hierbei handelt es sich über eine komprimierte Darstellung. Weiterführende Versuchsergebnisse sind darüber hinaus in Kalinke et al. [108, 109] zu finden.

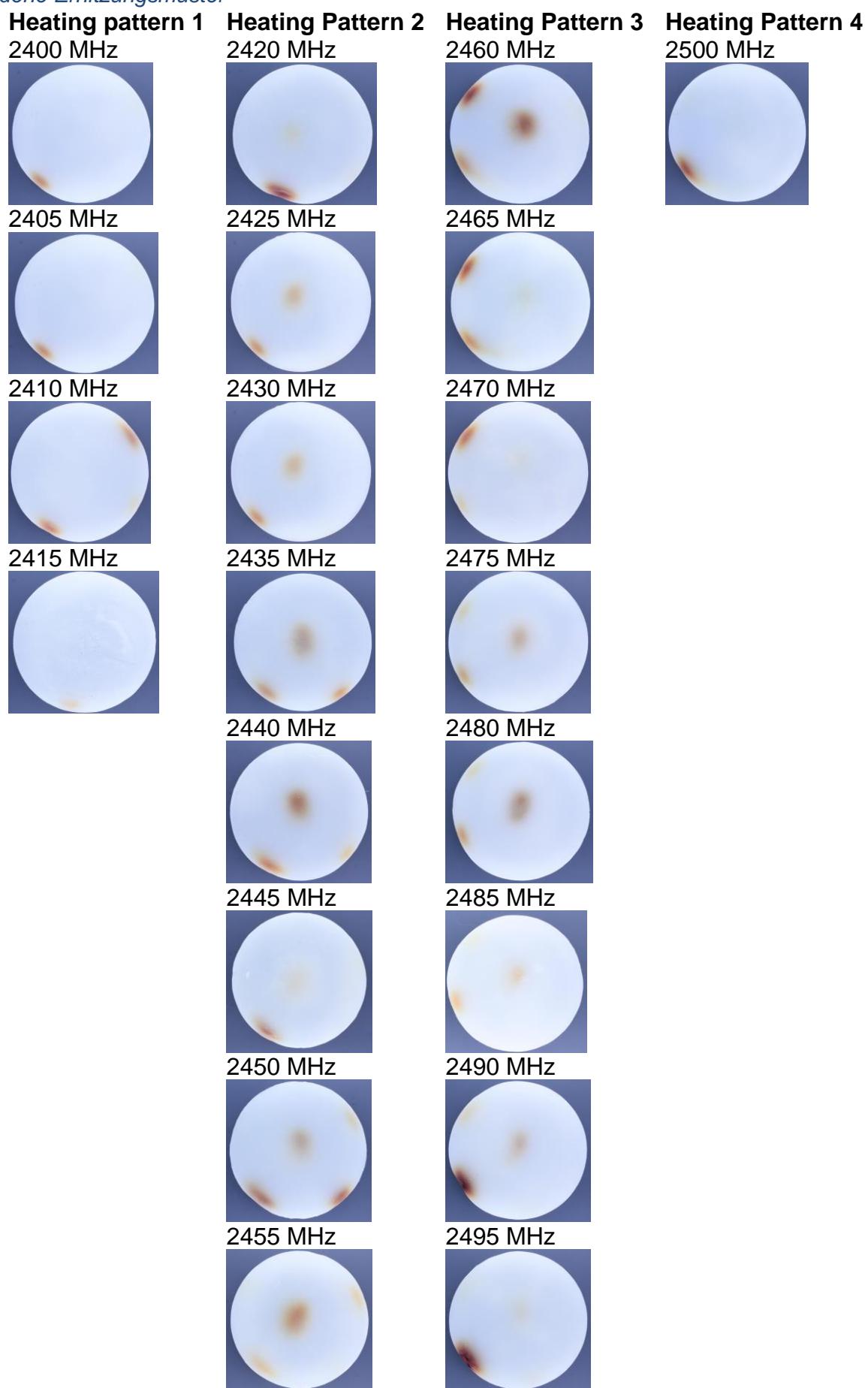
### *Frequenzabhängige Ausbildung verschiedener Erhitzungsmustern:*

Auf die Ergebnisse der in AP 3 aufgeführten Versuche zur MW-Erhitzung wird im Folgenden genauer eingegangen. Sie wurden basierend auf den Ergebnissen aus AP 1 und 2 mit dem beschriebenen Maillard-Gellan-Gelsystem durchgeführt. Verschiedene Erhitzungsmuster wurden dabei über die Ausbildung verschiedener Maillard-induzierter Bräunungsmuster identifiziert.

Tabelle 2 zeigt die Auswirkungen verschiedener fester Frequenzeinstellungen auf die resultierenden Bräunungsmuster der Maillard-Gel-Proben. Es ist dabei zu erkennen, dass die Bildung von Hot- und Coldspots bei der MW-Erwärmung von der Mikrowellenanregungsfrequenz abhängt, wie bereits für verschiedene Modellsysteme und Produktgeometrien beschrieben [27, 86, 110]. Zusätzlich zu diesen bereits veröffentlichten Daten wird deutlich, dass Proben, die bei benachbarten Frequenzen behandelt wurden, ähnliche Bräunungsmuster zeigten. Über den gesamten Frequenzbereich ( $2450 \pm 50$  MHz) sind zudem, signifikante Veränderungen des Bräunungsmusters zu beobachten. Daher haben wir vier verschiedene Bräunungsmuster identifiziert, die so genannten Erhitzungsmuster 1 bis 4. Bei Erhitzungsmuster 1, von 2400 MHz bis 2415 MHz, trat die Bräunung am Rand der Probe in der südwestlichen Position auf, bei 2410 MHz zusätzlich in der nordöstlichen Position. In der Mitte der Probe trat keine Braunfärbung auf. Bei 2420 MHz war ein fließender Übergang zum zweiten Erhitzungsmuster zu erkennen.

Dieses zeichnete sich durch das Auftreten einer zusätzlichen leichten Braunfärbung in der Mitte der Probe aus. Ein weiterer leichter Hotspot in der südöstlichen Randposition wurde bei steigenden Frequenzen im Bereich von 2435 MHz – 2450 MHz deutlich. Die Bräunungsmuster bei 2450 MHz und 2455 MHz zeigten zusätzlich eine leichte Braunfärbung in der nordöstlichen Randposition. Erhitzungsmuster 3 trat bei 2460 – 2495 MHz auf. Beim Erhitzungsmuster 3 trat die Braunfärbung weiterhin in der mittleren und südwestlichen Randposition auf. Allerdings verlagerte sich die Randbräunung von der südöstlichen in die nordwestliche Position.

Tabelle 2: Unterteilung der Bräunungsmuster der untersuchten Einzelfrequenzen in vier verschiedene Erhitzungsmuster



Im Gegensatz dazu zeigte das Erhitzungsmuster 4 bei Frequenzeinstellungen über 2495 MHz keine Bräunung in der Mitte. Die Braunfärbung trat ausschließlich in der süd-westlichen Position auf, wo sie über den gesamten Frequenzbereich ( $2450 \pm 50$  MHz) zu beobachten war. Obwohl sich die Bräunungsmuster zwischen benachbarten festen Frequenzen nicht stark unterschieden, waren die Veränderungen der Bräunungsmuster beim Übergang von 2415 MHz auf 2420 MHz, von 2455 MHz auf 2460 MHz und von 2495 MHz auf 2500 MHz besonders ausgeprägt.

Abgesehen von der Anregungsfrequenz wurden in dieser Untersuchung alle Produkt- und Verarbeitungsfaktoren konstant gehalten. Daher müssen Änderungen bei den genannten Frequenzeinstellungen auf die Wirkung der Frequenzvariation auf das Stehwellenmuster innerhalb des Produkts zurückzuführen sein. Daraus schließen wir, dass die Änderung der Frequenz von 2415 MHz auf 2420 MHz (2455 MHz auf 2460 MHz und 2495 MHz auf 2500 MHz) zu einer sprunghaften Änderung des Stehwellenmusters innerhalb der Kavität geführt haben muss und damit, zu einem sogenannten Modensprung.

#### *Frequenzabhängige Energieeffizienz der Mikrowellenanregung*

Die Energie-Effizienz des MW-Prozesses wird über die relative reflektierte Mikrowellenleistung, den sogenannten Return-Loss, beschrieben. Diese gibt den relativen Anteil der MW-Leistung an, die nicht vom Produkt absorbiert und demnach in den Generator zurückreflektiert wird. Sie ist eine Funktion der Anregungsfrequenz. Diese wird durch das Ofendesign, die Position des Ports und die Beladung der MW-Kammer beeinflusst, da diese Parameter einen erheblichen Einfluss auf die Verteilung des Mikrowellenfeldes ausüben [24, 44, 106]. Im Gegensatz zur Erfassung des Mikrowellenfeldes ist die frequenzabhängige Erfassung des Return-Loss über Solid-State-MW-Generatoren leicht umsetzbar. Dabei wird die reflektierte Mikrowellenleistung kontinuierlich vom Solid-State-MW-Generatoren aufgezeichnet. Der Return-Loss der Maillard-Gelprobe ist dabei in Abb. 5 dargestellt. Aus dem dargestellten Verlauf in Abhängigkeit der Anregungsfrequenz wird dabei ersichtlich, dass der Return Loss stark von der Frequenzeinstellung beeinflusst wird und bei 2404 MHz der maximale Return Loss von 38,0 % und bei 2460 MHz der minimale Return Loss von 0,0 % aufgetreten ist. Die Frequenz, bei der der Return-Loss am geringsten ist, wird dabei als Resonanzfrequenz bezeichnet. Aus Abbildung 7 lassen sich zwei weitere Resonanzfrequenzen erkennen, nämlich 2419 MHz (Return Loss von 7,5 %) und 2494 MHz (Return Loss von 8,0 %). Die verschiedenen Resonanzfrequenzen sind dabei in Abbildung 7 durch gestrichelte Linien hervorgehoben. Dabei ist zu betonen, dass diese Resonanzfrequenzen den Frequenzschritten entsprechen, die auch entsprechend Tab. 2 zu einer Änderung des Erhitzungsmusters geführt haben (2415-2420 MHz,

2455-2460 MHz und 2495-2500 MHz). Somit könnte eine Anregung in der Nähe der Resonanzfrequenzen zu einer Änderung der äußeren Feldverteilung und damit des Resonanzmodus führen, wobei sich Resonanzfrequenzen durch einen Frequenzsweep und die gleichzeitige Erfassung des frequenzabhängigen Return Loss leicht über den Solid-State-Generator selbst identifizieren lassen.

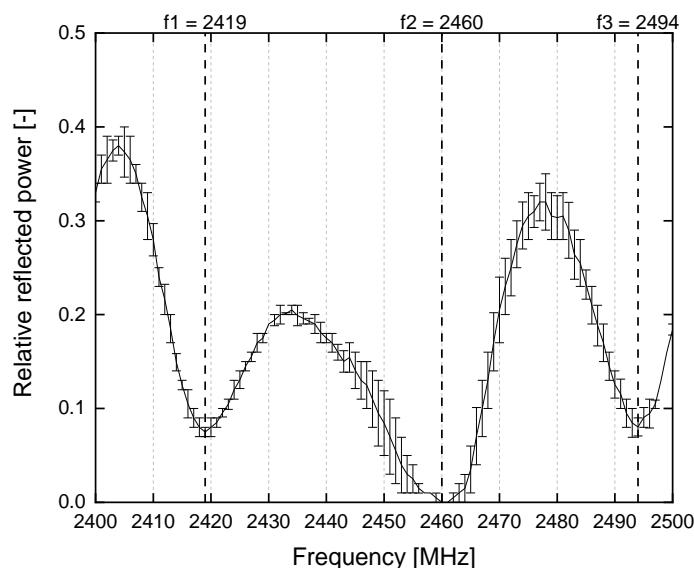


Abbildung 7: Frequenzabhängige relative reflektierte Mikrowellenleistung als Funktion der Anregungsfrequenz ( $2450 \pm 50$  MHz); Resonanzfrequenzen wurde durch gestrichelte Gitterlinien hervorgehoben.

Der frequenzabhängige Return Loss wird hauptsächlich zur Ermittlung von Resonanzfrequenzen und damit als Hilfsmittel für eine energieeffiziente MW-Erhitzung verwendet. Der Zusammenhang zwischen dem frequenzabhängigen Return Loss und dem Erhitzungsmuster könnte jedoch ein wertvolles Instrument zur Verbesserung der Prozesshomogenität darstellen. So ist eine gleichmäßige Erhitzung in Solid-State-MW-Systemen das Ergebnis der Überlagerung einzelner inhomogener Erhitzungsmuster, die aus unterschiedlichen Anregungsfrequenzen resultieren. So ist bekannt, dass die Anregung mit mehreren festen Einzelfrequenzen in einem MW-Erhitzungsprozess zu einer gleichmäßigeren Prozessierung im Vergleich zu einer Erhitzung bei einer festen Einzelfrequenz führt [86, 88]. Diese Optimierung geht jedoch oft zu Lasten der Energieeffizienz des MW-Prozesses. Aus den oben beschriebenen Ergebnissen aus Tabelle 2 und Abbildung 7 lässt sich ableiten, dass nicht jede Einzelfrequenz gleichermaßen zu einer gleichmäßigeren Prozessierung beiträgt. Frequenzen, die zu einem ähnlichen Erhitzungsmuster führen, tragen aufgrund von Überlagerungen nur in geringem Maße zu einer gleichmäßigeren Erhitzung

bei. Im Gegensatz dazu tragen Frequenzen, die zu einem unterschiedlichen Erhitzungsmuster führen, in größerem Umfang zur Erhöhung der Gleichmäßigkeit durch Überlagerung beider Einzelfrequenzmuster bei.

Diese neuen Erkenntnisse sollen im Weiteren genutzt werden, um ein neues Steuerungskonzept zu entwickeln, das eine gleichmäßige Verarbeitung bei gleichzeitig hoher Energieeffizienz des MW-Erhitzungsprozesses ermöglicht. Die Homogenität des MW-Prozesses soll dabei über den COV-Wert (AP 2) quantifiziert und so eine subjektive Bewertung neu entwickelter Verfahrenskonzepte gegenüber etablierten, aber wenig erforschten Konzepten (d. h. zufällige Frequenzvariation, Anregung bei Resonanzfrequenz, äquidistante Frequenzanpassung) durchgeführt werden.

## **Durchgeführte Arbeiten im Jahr 2023**

### *Entwicklung neuer Optimierungsstrategien:*

Basierend auf den neuen Erkenntnissen zur Beziehung zwischen der frequenzabhängigen Energieeffizienz und der Bildung von Erwärmungsmustern wurde angenommen, dass Optimierungsstrategien, die auf der frequenzabhängigen Return-Loss-Kurve basieren (wie in Abbildung 7 dargestellt), als Grundlage für eine gezielte Frequenzauswahl genutzt werden können, um eine hohe Homogenität der Erwärmung bei gleichzeitig hoher Energieeffizienz zu erzielen. Dies liegt daran, dass die Return-Loss-Kurve der Probe dazu verwendet werden kann, Frequenzbereiche zu identifizieren, die zu ähnlichen Erwärmungsmustern führen, d. h. die Bereiche zwischen zwei Resonanzfrequenzen zu identifizieren. Gleichzeitig gibt der frequenzabhängige Return-Loss Aufschluss darüber, bei welcher Frequenz innerhalb jedes identifizierten Frequenzbereichs die höchste Energieeffizienz (d. h. der niedrigste Return Loss) erzielt wird. Aus praktischer Sicht sollte betont werden, dass im Gegensatz zur Untersuchung von Erwärmungsmustern, wie sie zu Beginn der Ausführungen zu AP 3 durchgeführt wurde, die Identifizierung der frequenzabhängigen Return-Loss-Kurve durch einen Frequenz-Sweep zu Beginn des Erwärmungsprozesses und eine gleichzeitige Erfassung der frequenzabhängigen reflektierten Mikrowellenleistung leicht und schnell (unter 1 Minute) durchführbar ist.

Aufgrund dieser Überlegungen wurden zwei Optimierungsstrategien, die auf einer vorbereitenden frequenzabhängigen Return-Loss-Messung beruhen, entwickelt. Diese werden als RFS und aRFS bezeichnet.

Für die RFS-Strategie (Resonanzfrequenzstrategie) wurden alle in Abbildung 7 identifizierten Resonanzfrequenzen im Frequenzbereich nacheinander angeregt, um eine homogene Erhitzung bei hoher Energieeffizienz zu erzielen, da die Resonanzfrequenz die Übergangsfrequenz von einem Erhitzungsmuster zum anderen beschreibt.

Da jedoch im oberen Abschnitt zu Tabelle 2 vier verschiedene Erhitzungsmuster identifiziert wurden, könnte eine Anregung bei drei einzelnen Frequenzeinstellungen, wie in RFS angestrebt, nicht zu maximaler Homogenität führen. Daher wurde ein zusätzlicher Ansatz getestet, der als aRFS (angepasste Resonanzfrequenzstrategie) bezeichnet wird. Hierbei wurde die Anregungsfrequenz so gewählt, dass sie  $\pm 2$  MHz von den aus der frequenz-abhängigen Return-Loss-Kurve identifizierten Resonanzfrequenzen abweicht. Dies führte zur Auswahl von sechs verschiedenen Frequenzeinstellungen in direkter Nähe zu den Resonanzfrequenzen. Die Frequenzen wurden so gewählt, dass sie alle potenziellen Erhitzungsmuster im Bereich von 2400 – 2500 MHz bei gleichzeitig niedrigem Return-Loss anregen. Durch die Verschiebung von der Resonanzfrequenz um 2 MHz war es möglich sicherzustellen, dass die Erhitzungsmuster unterhalb und oberhalb der Resonanzfrequenz angeregt wurden. Dieses einfache Kriterium der Frequenzauswahl (Resonanzfrequenz  $\pm 2$  MHz) wurde gewählt, um eine einfache Übertragbarkeit des Optimierungsansatzes auf bestehende und zukünftige SS-MW-Systeme zu ermöglichen.

#### *Vergleich von Energieeffizienz und Homogenität der verschiedenen Optimierungsstrategien*

Im Folgenden wurden diese neu entwickelten Optimierungsstrategien mit etablierten Ansätzen zur Erhöhung der Homogenität (EF, d. h. äquidistante Frequenzen-Strategie und RND, d. h. zufällige Frequenzen-Strategie) und zur Steigerung der Energieeffizienz (RF; d. h. Resonanzfrequenzstrategie mit Anregung bei der Resonanzfrequenz niedrigsten Return-Losses) verglichen. Hierbei wurde die Energieeffizienz als Differenz zwischen Return Loss und 100 % definiert. Die Inhomogenität der Erhitzung wurde mittels  $T_{span}$ - und COV-Wert quantifiziert. Die entsprechenden Ergebnisse wurden in Tabelle 3 aufgetragen.  $T_{span}$  beschreibt dabei den absoluten Temperaturbereich von der kältesten bis zur heißesten Stelle auf der Probenoberfläche. Der COV-Wert gibt die temperaturbedingte Abweichung normiert auf die mittlere Produkttemperatur an. Letzteres war ein wichtiger Aspekt für die subjektive Bewertung der Temperaturhomogenität von Einstellungen mit unterschiedlichem Return-Loss und somit unterschiedlichem Anstieg der mittleren Temperatur während der Erhitzung. Der COV-Wert berücksichtigt folglich diese verschiedenen Niveaus der absorbierten Mikrowellenenergie in verschiedenen Optimierungsansätzen.

Aus Tabelle 3 geht hervor, dass Optimierungsstrategien eine Zunahme des Return-Loss mit zunehmender Anzahl individueller Frequenzeinstellungen zeigten, wie zuvor bereits für verschiedene EF-Strategieeinstellungen beobachtet [86, 88]. Es muss jedoch betont werden, dass RF, RFS und aRFS als Teilziel eine Steigerung der Energieeffizienz bzw. die Reduzierung des Return-Loss anstreben, während EF- und RND-Strategie ausschließlich auf die Erhöhung der Prozesshomogenität abzielen. Der niedrigste Return-Loss-Wert (0,2 %) wurde bei Anregung bei der effizientesten Resonanzfrequenz (RF-Strategie) erreicht. RFS und aRFS zeigten ebenfalls einen niedrigen Return-Loss mit 4,4 % bzw. 5,0 %. Im Vergleich dazu stieg der Return-Loss bei denjenigen Optimierungsansätzen signifikant an, die in der Vorauswahl der Frequenzeinstellungen kein Augenmerk auf die Auswahl energieeffizienter Frequenzeinstellungen legten, nämlich EF- und RND-Strategie. Dies entsprach folglich unseren Erwartungen.

*Tabelle 3: Ergebnisse des Return-Loss und der Homogenitätsmessung ( $T_{span}$  und COV) der untersuchten Optimierungsstrategien. Hochgestellte Buchstaben zeigen statistische Unterschiede ( $p < 0,05$ ) zwischen allen Werten einer Spalte an.*

Strategie		Anzahl Frequenzen	Return-Loss [%]	$T_{span}$ [K]	COV [ $10^{-3}$ ]
Resonanzfrequenz	RF	1	$0,2 \pm 0,0^A$	$53,7 \pm 0,5^A$	$37,5 \pm 1,1^A$
Resonante Frequenzen	RFS	3	$4,4 \pm 0,3^B$	$52,6 \pm 0,7^{AB}$	$32,2 \pm 1,5^{AB}$
Angepasste resonante Frequenzen	aRFS	6	$5,0 \pm 0,5^B$	$49,4 \pm 0,3^B$	$27,9 \pm 2,4^B$
Äquidistante Frequenzen (10 MHz Schritte)	EF	11	$11,9 \pm 0,9^C$	$49,4 \pm 1,3^B$	$28,2 \pm 1,4^B$
Zufällige Frequenzen	RND	101	$14,9 \pm 1,1^C$	$50,6 \pm 0,4^{AB}$	$29,1 \pm 1,5^B$

Hinsichtlich der absoluten und relativen Homogenität identifizierten  $T_{span}$  und der COV-Wert dieselben Optimierungsstrategien als homogen bzw. inhomogen. RF zeigte von allen Strategien die inhomogenste Erhitzung. Dies stimmte gut mit unseren Erwartungen überein, da es sich um eine FF-Strategie (Feste-Frequenzen-Strategie) handelte, d.h. über den Mikrowellenprozess lediglich bei einer einzigen, konstanten Frequenz angeregt wurde. Dieser Ansatz der Anregung bei einer einzigen, konstanten Frequenz ist dafür bekannt, im Vergleich zu Mehrfrequenzansätzen zu einer ungleichmäßigen Erhitzung zu führen [86, 88]. Im Gegensatz zur RF-Strategie führte die RFS-Strategie zu einer leichten Zunahme der Homogenität. Die besten Ergebnisse hinsichtlich der Homogenität wurden

jedoch für die aRFS- und EF-Strategie erzielt, die statistisch die gleiche Homogenität bei einem  $T_{span}$  von 49 °C und einem COV-Wert von 0,028 [-] zeigten. Für die RND-Strategie (101 individuelle Frequenzen) nahm die Homogenität leicht ab im Vergleich zur EF-Strategie (11 Frequenzen) und aRFS-Strategie (6 Frequenzen). Obwohl dieser Abfall nicht signifikant war, unterstützt dies die Schlussfolgerung, dass eine zunehmende Anzahl von Frequenzen im Allgemeinen nicht zu einer homogeneren Erwärmung führt, entgegen dem aktuellen Stand des Wissens [51, 86, 88, 111]. Der leichte Abfall der Homogenität für die RND-Strategie könnte darauf zurückzuführen sein, dass die Frequenzen jede Sekunde zufällig, neu ausgewählt wurden. Über einen Zeitraum von 10 Minuten wurde somit jede Frequenz statistisch 5,9 Mal angeregt. Eine zufällige Auswahl von Frequenzen gewährleistet jedoch weder eine gleich häufige Anregung einzelner Frequenzen noch eine gleich häufige Anregung aller individuellen Erhitzungsmuster, wie in Tabelle 2 untersucht. Unserer Meinung nach könnte dies zu einer Überrepräsentation von Frequenzen oder individuellen Erhitzungsmustern geführt haben, was zu dem beobachteten leichten Abfall der Homogenität für die RND-Strategie führte.

Wenn man den COV-Wert als Kriterium betrachtet, führten alle Optimierungsstrategien, die jedes der vier Erhitzungsmuster anregten, zu der höchsten Homogenität, die durch Frequenzvariation erreicht werden konnte (d.h. aRFS, EF und RND). Dies unterstützt unsere Hypothese, dass eine hohe Homogenität bei gleichzeitig hoher Energieeffizienz erreicht werden kann, indem die energieeffizientesten Frequenzeinstellungen auswählt werden, die jeweils zu einem der signifikant unterschiedenen Erhitzungsmustern führen. Der Beitrag jeder zusätzlichen Frequenz hat dabei keinen signifikanten Einfluss auf eine zunehmende Homogenität. Die Integration von Frequenzen darüber hinaus geht jedoch auf Kosten einer hohen Energieeffizienz bzw. eines niedrigen Return-Loss.

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass diese Versuche nicht nur vielversprechende neue Optimierungsansätze (aRFS, RFS) hervorgebracht haben, sondern auch einen umfassenden systematischen Vergleich verschiedener frequenzbasierter Optimierungsstrategien hinsichtlich Temperaturhomogenität und Energieeffizienz aufzeigten. Die RFS- und die aRFS-Strategie erfüllten das Gesamtziel, die Homogenität zu erhöhen und gleichzeitig eine hohe Energieeffizienz des MW-Erhitzungsprozesses zu erreichen. Beide Strategien erreichten höhere Energieeffizienzwerte als die anderen untersuchten Ansätze für eine gleichmäßige Erwärmung, d. h. eine Energieeffizienz von 95,6 % und 95,0 % bei maximaler Homogenität des Prozesses. Die Erzielung einer hohen Homogenität bei hoher Energieeffizienz stellt folglich keinen Widerspruch dar.

Darüber hinaus stützten sich beide Strategien, aRFS und RFS, auf vorläufige, experimentelle Untersuchungen der frequenzabhängigen Return-Loss-Kurve als Grundlage für die Frequenzwahl als einen neuen Ansatz, der durch SS-Generatoren ermöglicht wird. Die gute Performance dieser beiden Strategien hinsichtlich Gleichmäßigkeit und Energieeffizienz ist insofern von besonderer Relevanz, als sie die Möglichkeit einer gezielten Frequenzwahl als Antwort auf die individuelle Erhitzungssituation des Anwenders bieten könnte. Strategien, die für eine gezielte Frequenzwahl auf der frequenzabhängigen Return-Loss-Kurve basieren, greifen auf das individuelle Feedback der jeweiligen Erhitzungssituation in der jeweiligen verwendeten MW-Anlage zurück. Dies liegt daran, dass die frequenzabhängige Return-Loss-Kurve ein individuelles Feedback über das jeweilige Erhitzungsszenario gibt [9, 51], das z. B. aus dem individuellen Kavitätsdesign, der Position des Ports oder der Kavitätsbeladung resultiert. Somit haben beide entwickelten Strategien das Potenzial, eine gute Übertragbarkeit auf andere MW-Erhitzungsanwendungen zu bieten.

Auf die Übertragbarkeit dieser Ergebnisse auf andere Probenkonfigurationen wird hier nicht vertiefend eingegangen. Entsprechende, im Rahmen des Projekts generierte Ergebnisse zeigen jedoch eine zuverlässige Übertragbarkeit der Erzielung einer hohen Homogenität und Energieeffizienz für RFS und aRFS für unterschiedliche Probendimensionen, unterschiedliche Probenmengen, mit und ohne Drehtellerrotation sowie für unterschiedliche Probenpositionierungen in der Mikrowellenkammer. Auf die entsprechende Versuchsergebnisse soll hier jedoch nicht vertiefend eingegangen werden, da diese den Rahmen dieses Berichts sprengen würden. Weiterführende Informationen dazu sind jedoch in Kalinke et al. [109] zu finden bzw. sollen noch publiziert werden. Eine umfassende Interpretation und Darstellung der gezeigten Ergebnisse ist zudem Kalinke und Kulozik [108] zu entnehmen.

**Zusammenfassung:** Es wurden neue Frequenz-Kontrollstrategien entwickelt. Diese wurden im Vergleich zu etablierten Ansätzen bei unterschiedlichen Kammerbeladungen untersucht. Strategien, die die frequenzabhängigen Return-Loss-Signale des Mikrowellengenerators nutzten, erwiesen sich als besonders effektiv bei der Identifikation optimaler Anregungsfrequenzen in allen untersuchten Erhitzungsszenarien. Diese Return-Loss-Signale ermöglichten es, lastspezifische Resonanzfrequenzen bereits vor der Mikrowellenbehandlung zu erkennen. Dadurch konnte eine Anregung bei allen Resonanzfrequenzen und eine maximale Homogenität bei hoher Energieeffizienz zuverlässig erzielt werden. Zudem konnten solche Return-Loss-Signale auch genutzt werden, um das energie-

effizienteste Produkt für eine Mikrowellenbehandlung zu identifizieren. Zusammenfassend erlaubt die Erfassung von Return-Loss-Signalen vor der Erhitzung mittels Solid-State-Generatoren eine maßgeschneiderte Anpassung an individuelle Erwärmungsaufgaben des Mikrowellenofen-Nutzers.

#### **AP 4: Entwicklung von MW-Steuerungskonzepten auf Basis elektromagnetischer Simulationen (KIT)**

In AP 4 werden elektromagnetische Modelle zur Bewertung MW-unterstützter Prozesse hinsichtlich Homogenität und Energieeffizienz etabliert. Die Simulationen der elektromagnetischen Feldverteilung werden mit der Software CST Microwave Studio (Dassault Systèmes SE, Vélizy-Villacoublay, Frankreich) durchgeführt, die über eine akademische Lizenz zu Forschungszwecken am KIT verfügbar ist. Eine Definition der Geometrie des Verfahrensraums sowie der enthaltenen Produkte und Einbauten mittels CAD stellt den ersten Schritt in der Erstellung eines Modells dar. Anschließend werden die dielektrischen Eigenschaften (Dielektrizitätskonstante  $\epsilon'$  und Verlustwinkel  $\delta$ ) der Materialien im Prozessraum sowie die Randbedingungen an den Wänden des Verfahrensraums und den Mikrowellenports festgelegt. Zuletzt erfolgt in Simulationen die numerische Lösung des Gleichungssystems innerhalb eines festgelegten Frequenzbereichs über den ausgewählten Solver. Hierfür stehen unter anderem Solver in der Zeit- und Frequenzdomäne zur Verfügung. Zur Auswertung der Simulationsergebnisse stehen im Post-Processing diverse Tools zu Verfügung, über die bspw. Energieeffizienz und Leistungsverluste in ausgewählten Materialien über den untersuchten Frequenzbereich aufgezeichnet werden können. Des Weiteren können bei ausgewählten Frequenzen Monitore gesetzt werden, die eine räumlich aufgelöste Darstellung des elektromagnetischen Felds und der dissipierten Leistung im Produkt ermöglichen. Hier bietet CST eine Schnittstelle zu MATLAB (The MathWorks, Inc, Natick, USA), wo Auswerteroutinen zur Bewertung der Erwärmungshomogenität bei einzelnen Frequenzen und einer Superposition mehrerer Frequenzen durchgeführt werden können. Dies ermöglicht eine Vorhersage der Feld- und Leistungsverteilungen bei Anwendung verschiedener Steuerungskonzepte (Konstante Einzelfrequenzen bzw. Impedance-Matching).

Da die Feldverteilung der Mikrowellen die Basis für die Produkterwärmung ist, kann mit dem entwickelten elektromagnetischen Modell eine Bewertung der Steuerungskonzepte hinsichtlich Erwärmungs-/Trocknungshomogenität und Energieeffizienz durchgeführt werden. Während der Trocknung verändern sich aber die dielektrischen Eigenschaften

des Trockenguts und damit auch die Verteilung des MW-Felds in Produkt und Verfahrensraum. Daher werden Simulationen mit unterschiedlichen dielektrischen Eigenschaften des Trockenguts durchgeführt, um Erwärmungshomogenität und Energieeffizienz im Trocknungsprozess bewerten zu können. Es wird dafür auf die dielektrischen Eigenschaften der gefrorenen und getrockneten Produkte aus AP 1 zurückgegriffen.

#### ***AP 4.1: Validierung der Modelle auf Basis der MW-Erhitzung***

Zunächst werden Simulationen mit der Geometrie der Produkte und MW-Kavität sowie der entsprechenden MW-Leistung aus AP 3 durchgeführt, um das Modell für die MW-Erwärmung bei konstanten dielektrischen Eigenschaften der Produkte zu validieren. Analog zur Versuchsbeschreibung in AP 3 werden die Frequenzen im Bereich 2,4 – 2,5 GHz in Schritten von 10 MHz für die in AP 1 festgelegten Modellprodukte untersucht. Zusätzlich wird das MW-Feld bei Frequenzen charakterisiert, an denen Maxima des Return Loss auftreten und die MW-Energie somit zu einem hohen Anteil dissipiert (Impedance-Matching). Erwärmungshomogenität und Energieeffizienz können über die volumenspezifische dissipierte Leistung und Streuparameter werden anschließend für einzelne Frequenzen oder eine Superposition der Frequenzen, wie sie bei Frequenzsweeps vorliegt, ausgewertet. Die Validierung des Modells erfolgt über den Vergleich der Simulationsergebnisse mit den Versuchsergebnissen aus AP 3. Als Parameter für den Vergleich werden der Return Loss im Frequenzbereich 2,4 – 2,5 GHz sowie ein Vergleich der experimentell ermittelten Erwärmungsprofile mit den simulativ ermittelten dissipierten Leistungen in den Dielektrika verwendet. Dafür werden auch die in AP 2 entwickelten Methoden zur Visualisierung der Temperaturverteilung im Modellsystem herangezogen.

**Ziel:** Die elektromagnetischen Modelle wurden für die MW-Erhitzung validiert und können für die Bewertung der Erwärmungshomogenität und Energieeffizienz genutzt werden.

#### **Durchgeführte Arbeiten im Jahr 2022**

Es wurden keine Arbeiten zu AP 4.1 durchgeführt.

#### **Durchgeführte Arbeiten im Jahr 2023**

Als Modell für die elektromagnetischen Simulationen wurden die Geometrie der MW-Kavität und das Maillard-Gellan-Gelsystem aus AP 3 verwendet, um eine Vergleichbarkeit der Simulationen mit experimentellen Ergebnissen zu ermöglichen. Zunächst wurden CAD-Modelle des Verfahrensraums, des Glastellers und Laufrings in die Software CST Microwave Studio implementiert. In Abbildung 8 ist die Geometrie des Modells exemplarisch für eine Probengeometrie dargestellt.

Anschließend wurde in mehrere Simulationen mit Modellprodukten gleichen Volumens und fünf verschiedenen Abmessungen durchgeführt, um die Auswirkungen der Probengeometrien zu untersuchen. Die entsprechenden Abmessungen lassen sich Tabelle 4 entnehmen.

Aufgrund des Wechsels des Projektbearbeiters an der FS1 und der Notwendigkeit, die Simulationsoftware zu aktualisieren, konnten im Berichtsjahr 2023 noch keine Ergebnisse der Simulation erzielt werden. Die Simulationen werden im Projektjahr 2024 durchgeführt.

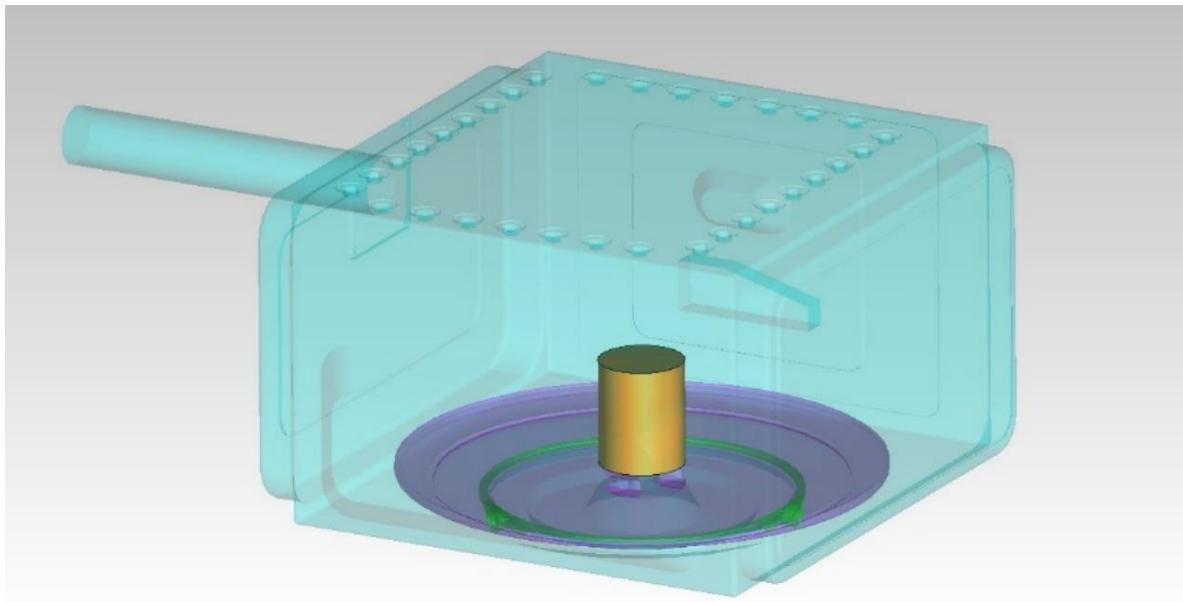


Abbildung 8: Exemplarische Geometrie des Modells zur Simulation der MW-Erhitzeung in Anlehnung an AP3 mit Probengeometrie 1. Türkis - Verfahrensraum; Orange – Maillard-Gellan-Gelsystem; Lila - Glasteller; Grün – Laufring

Tabelle 4: Abmessungen des Maillard-Gellan-Gelsystems als Modellprodukt in den elektromagnetischen Simulationen.

Probe	Durchmesser $d$ / mm	Höhe $h$ / mm
G1	50	62
G2	100	16
G3	125	10
G4	150	7
G5	200	4

## Durchgeführte Arbeiten im Jahr 2024

### *Frequenzanalyse der Geometrien*

Abbildung 9 zeigt beispielhaft den S-Parameter  $S_{11}$  im untersuchten Frequenzbereich von 2,4 GHz bis 2,5 GHz für Geometrie 1, wie von CST-Studio bereitgestellt. Diese S-Parameter-Daten dienen als grundlegende Ausgabe, die weitere Berechnungen und Analysen zusätzlicher Parameter ermöglicht.

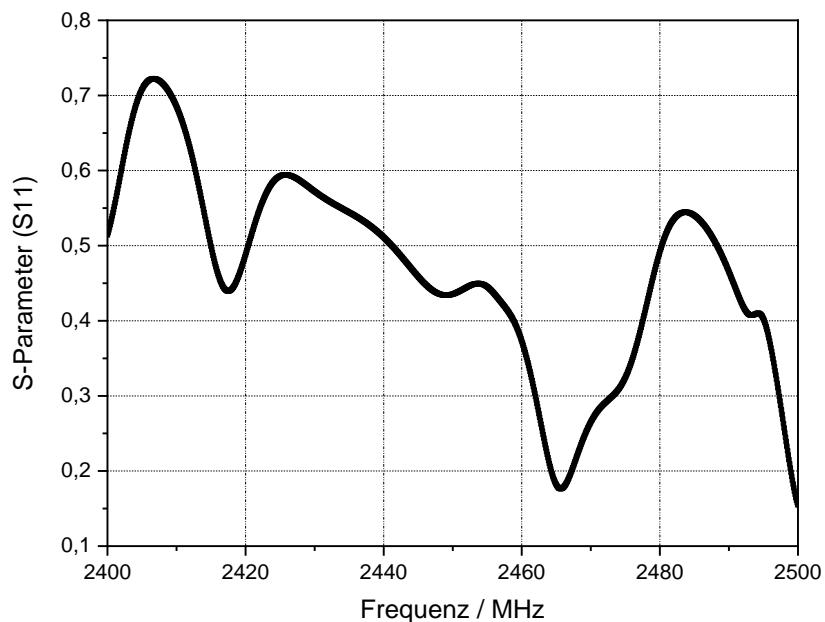


Abbildung 9: S-Parameter im Frequenzbereich von 2,4 GHz bis 2,5 GHz, ermittelt aus den elektromagnetischen Simulationen für Geometrie 1.

Die Energieeffizienz für ein Einport-System wurde unter Verwendung des S-Parameters gemäß der Formel von Wieckowski et al. berechnet. Daher wurde bei der Berechnung der Energieeffizienz  $\eta$  nur die Umwandlung elektromagnetischer Energie in Wärme berücksichtigt. Die Effizienz der Mikrowellenerzeugung wurde nicht einberechnet.

$$\eta = 1 - |S_{11}|^2 \quad (7)$$

Abbildung 10 zeigt die berechnete Energieeffizienz  $\eta$  für jede Geometrie in Abhängigkeit von der Frequenz.

Jede Geometrie weist innerhalb des genannten Frequenzbereichs ein spezifisches Verhalten auf, was darauf hinweist, dass die Geometrie der Probe die Effizienz des Trocknungsprozesses erheblich beeinflussen kann. Die Simulationsergebnisse zeigen ausgeprägte Spitzen bei bestimmten Frequenzen, die als Resonanzfrequenzen bezeichnet werden.

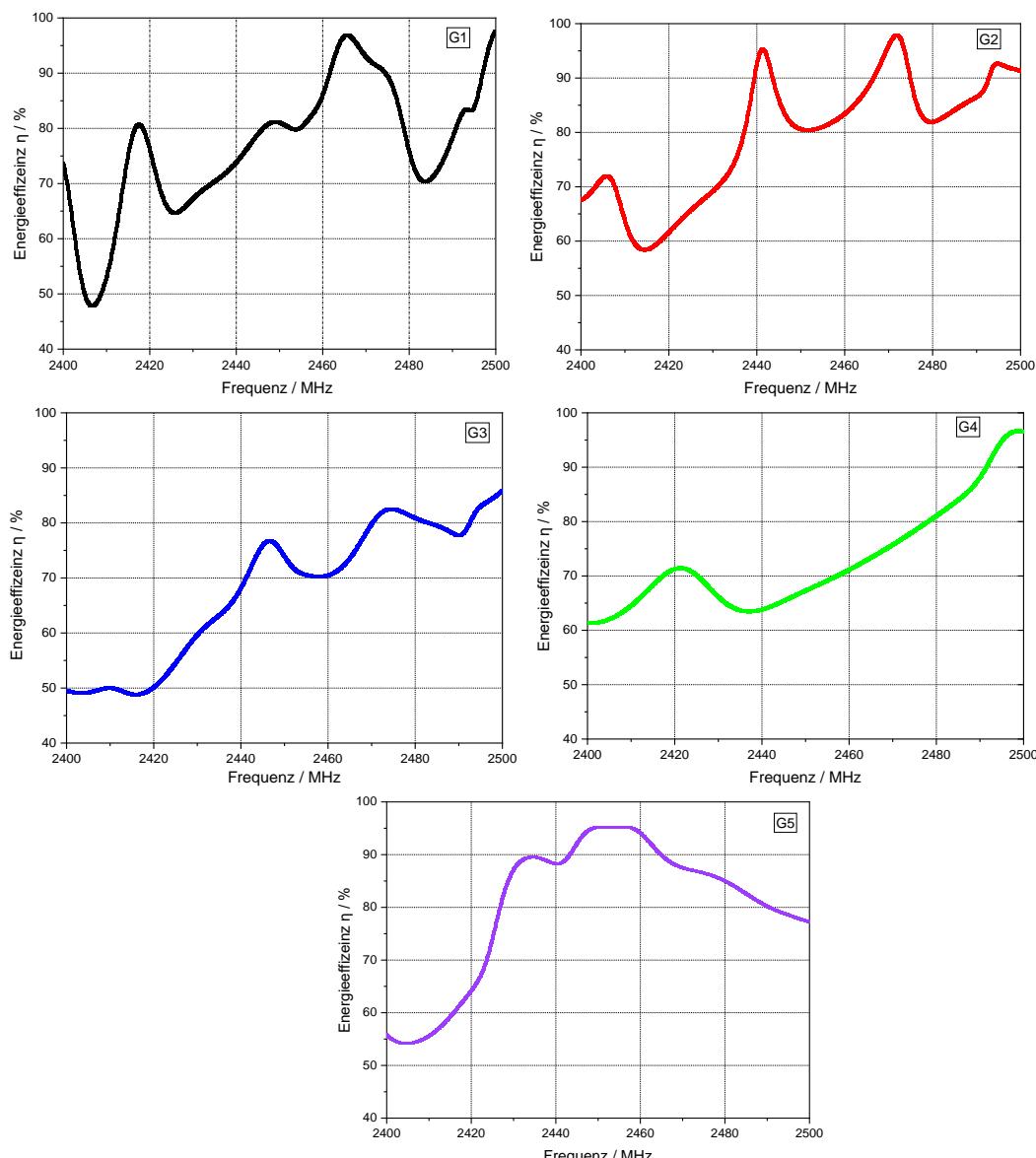


Abbildung 10: Energieeffizienz im Frequenzbereich von 2,4 GHz bis 2,5 GHz, ermittelt aus der elektromagnetischen Simulation, untersucht für verschiedene Probengeometrien in derselben Mikrowellenkammer mit unterschiedlichen Durchmessern von 50 mm (G1), 100 mm (G2), 125 mm (G3), 150 mm (G4) und 200 mm (G5).

#### Energieeffizienz und Erwärmungshomogenität auf Basis unterschiedlicher Steuerungskonzepte

Basierend auf den in AP3 angewandten Steuerungsstrategien wurden folgende Steuerungskonzepte mit den Simulationsdaten berechnet:

- **Sechs äquidistante Frequenzen (EF):** 6 feste Frequenzen im Bereich von 2,4 GHz bis 2,5 GHz mit einem Intervall von 0,02 GHz
- **Einzelne Resonanzfrequenz (RF):** Die Frequenz, bei der die Energieeffizienz ihr globales Maximum erreicht.
- **Alle Resonanzfrequenzen (aRF):** Alle Frequenzen, die lokale Maxima der Energieeffizienz aufweisen.

Tabelle 5 stellt die Steuerungskonzepte und deren jeweiligen angewendeten Frequenzen für fünf unterschiedliche Geometrien (G1 bis G5) dar. Jede Geometrie weist unter den Steuerungskonzepten aRF1 und aRF4 eine unterschiedliche Anzahl von Resonanzfrequenzen auf.. Zum Beispiel zeigt Geometrie 1 (G1) sechs Resonanzfrequenzen unter dem aRF1-Konzept. Im Gegensatz dazu weist Geometrie 4 (G4) nur zwei Resonanzfrequenzen unter dem aRF4-Konzept auf. Diese Variation in der Anzahl der Resonanzfrequenzen bei verschiedenen Geometrien ist entscheidend, um ihr dynamisches Verhalten zu verstehen und entsprechende Steuerungsstrategien zu optimieren.

*Tabelle 5: Der Wert der Steuerungskonzepte basierend auf den Simulationsergebnissen für die fünf Geometrien.*

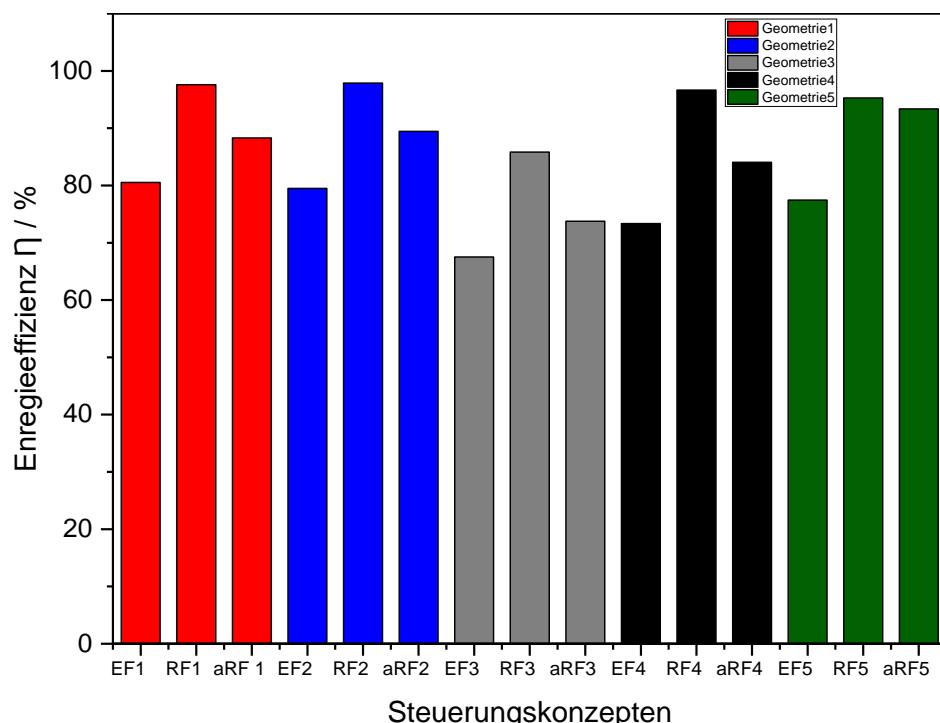
Steuerungskonzepte Geometrie	EF	RF	aRF
G1	2400, 2420, 2440, 2460, 2480, 2500	2500	2400,2415,1450,2465,2495,2500
G2	2400, 2420, 2440, 2460, 2480, 2500	2495	2405,2420,2471,2495
G3	2400, 2420, 2440, 2460, 2480, 2500	2500	2410, 1445, 2475, 2500
G4	2400, 2420, 2440, 2460, 2480, 2500	2495	2420, 2495
G5	2400, 2420, 2440, 2460, 2480, 2500	2445	2435,2450, 2445

Abbildung 11 zeigt die durchschnittliche Energieeffizienz während eines angenommenen Trocknungsprozesses in Abhängigkeit von den angewandten frequenzbasierten Steuerungskonzepten. Ein Vergleich der Energieeffizienz zwischen den Steuerungskonzepten für jede Probengeometrie zeigt, dass RF mit Werten zwischen 95 % und 97 % erwartungsgemäß durchweg bessere Ergebnisse liefern als die anderen Steuerungskonzepte.,

Die Nutzung aller Resonanzfrequenzen (aRF) führt zu variierenden Energieeffizienzwerten, die zwischen 73 % und 93 % liegen. Diese Schwankung kann auf die unterschiedliche Effizienz der genutzten Resonanzfrequenzen in den jeweiligen Geometrien zurückgeführt werden (siehe Abbildung 10).Im EF Konzept ergeben sich wie erwartet niedrigere Effizienzen, zwischen 67,51 % und 80,52 %, da hier keine resonanten Frequenzen angesteuert wurden.

Die Untersuchung der Energieeffizienzwerte in Bezug auf die Probengeometrie zeigt dass bestimmte Geometrien über alle Steuerungskonzepte hinweg stärker profitieren als andere. Beispielsweise zeigen G1 und G2 für jedes Steuerungskonzept höhere Energieeffizienzwerte als dieselben Konzepte bei den anderen Geometrien. Die Geometrie G3 weist die geringsten Effizienzen auf.

Diese Erkenntnisse belegen die Notwendigkeit einer gezielten Frequenzanpassung, die sowohl das Steuerungskonzept als auch die Probengeometrie während des gesamten Trocknungsprozesses berücksichtigt, um eine effiziente Energiezufuhr sicherzustellen und Ineffizienzen, insbesondere gegen Ende der Trocknung, zu vermeiden.



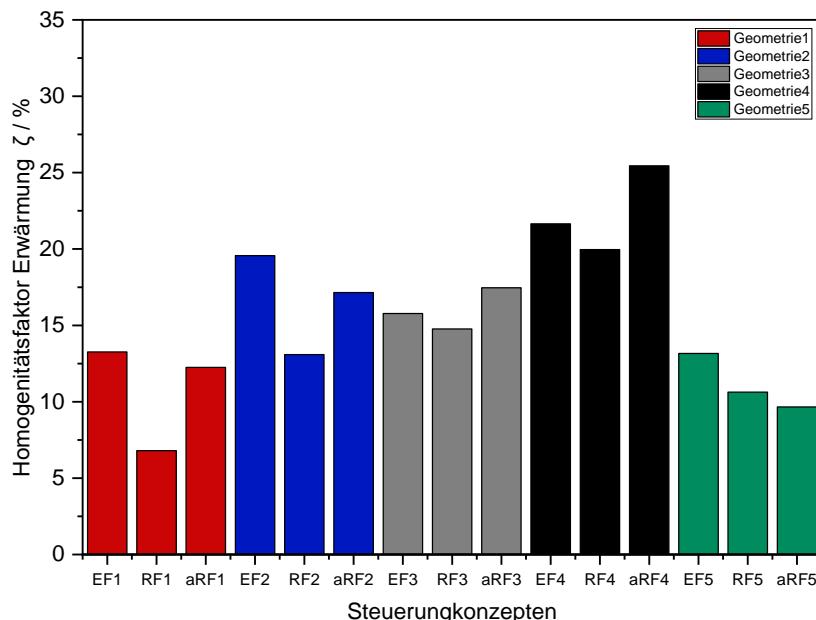
*Abbildung 11: Berechnete Energieeffizienz  $\eta$ , für verschiedene Steuerungskonzepte und Probengeometrien*

Um die Homogenität der Simulationsergebnisse zu bewerten, wurde der Homogenitätsfaktor  $\zeta$  wie folgt bestimmt: Der Power-Loss-Wert wurde für jedes Mesh-Element mit einer Größe von 2x2x2 mm aus den Simulationsergebnissen extrahiert. Anschließend wurde der Homogenitätsfaktor anhand der folgenden Gleichung berechnet:

$$\zeta = P_{d,z \text{ avg}} / P_{d,z \text{ max}} \quad (8)$$

Somit wird  $\zeta$  als das Verhältnis der mittleren Leistungsdichte  $P_{\text{Loss},\text{avg}}$  die über alle Mesh-Zellen der Probe dissipiert wird, zur maximalen dissipierten Leistungsdichte  $P_{\text{Loss},\text{max}}$  innerhalb der Probe definiert. Wenn mehrere Frequenzen im Steuerungskonzept angewendet wurden, wurde der Homogenitätsfaktor aus einer gleichgewichteten Superposition aller beteiligten Leistungsverlustmuster berechnet.

Abbildung 12 zeigt den Homogenitätsfaktor für verschiedene Regelungskonzepte (EF, RF, aRF) und unterschiedliche Probengeometrien (G1 bis G5). Jedes Regelungskonzept weist einen spezifischen Homogenitätsfaktor auf, der die Wirksamkeit jedes Ansatzes zur Erzielung einer gleichmäßigen Erwärmung hervorhebt. Für eine optimale Gleichmäßigkeit würde der Homogenitätsfaktor bei 100 % liegen.



*Abbildung 12: Homogenitätsfaktor der Erwärmung für untersuchte Steuerungskonzepte und Geometrien der Probe, ermittelt aus der elektromagnetischen Simulation.*

In den meisten Fällen führt die Anwendung nur einer Frequenz (RF), wie erwartet, zu den schlechtesten Homogenitätswerten. Die Anwendungen mehrerer Frequenzen führt in der Regel zu besserer Erwärmungshomogenität. Eine Ausnahme stellt Geometrie 5 dar. Dies könnte an dem vergleichsweise unspezifischen Frequenzspektrum von Geometrie 5 liegen, siehe Abbildung 10. Beim Vergleich verschiedener Geometrien wird deutlich, dass der Homogenitätsfaktor über die verschiedenen Geometrien hinweg variiert, was den Einfluss der geometrischen Konfigurationen auf die Erwärmungsgleichmäßigkeit widerspiegelt. Geometrie 4 zeigt allgemein höhere Homogenitätsfaktoren bei allen Regelungskonzepten im Vergleich zu anderen Geometrien. Die besten Werte werden bei aRF erreicht, mit gut 25 %. Im Gegensatz dazu haben Geometrie 1 und Geometrie 5 insgesamt die niedrigsten Homogenitätsfaktoren von bis zu gut 6 % bei sehr ungünstigen Steuerungskonzepten, wie der Anwendung nur einer Resonanzfrequenz (RF).

Die Analyse zeigt die erhebliche Auswirkung sowohl der Regelungskonzepte als auch der geometrischen Konfigurationen auf die Homogenität der Erwärmung. Optimale Regelungsstrategien, kombiniert mit gut gestalteten Geometrien, können die Gleichmäßigkeit der Erwärmung erheblich verbessern, was zu verbesserten Prozessergebnissen führt, wie bei Geometrie 4 zu beobachten ist.

### *Vergleich der Erwärmung aus Simulation und Experiment*

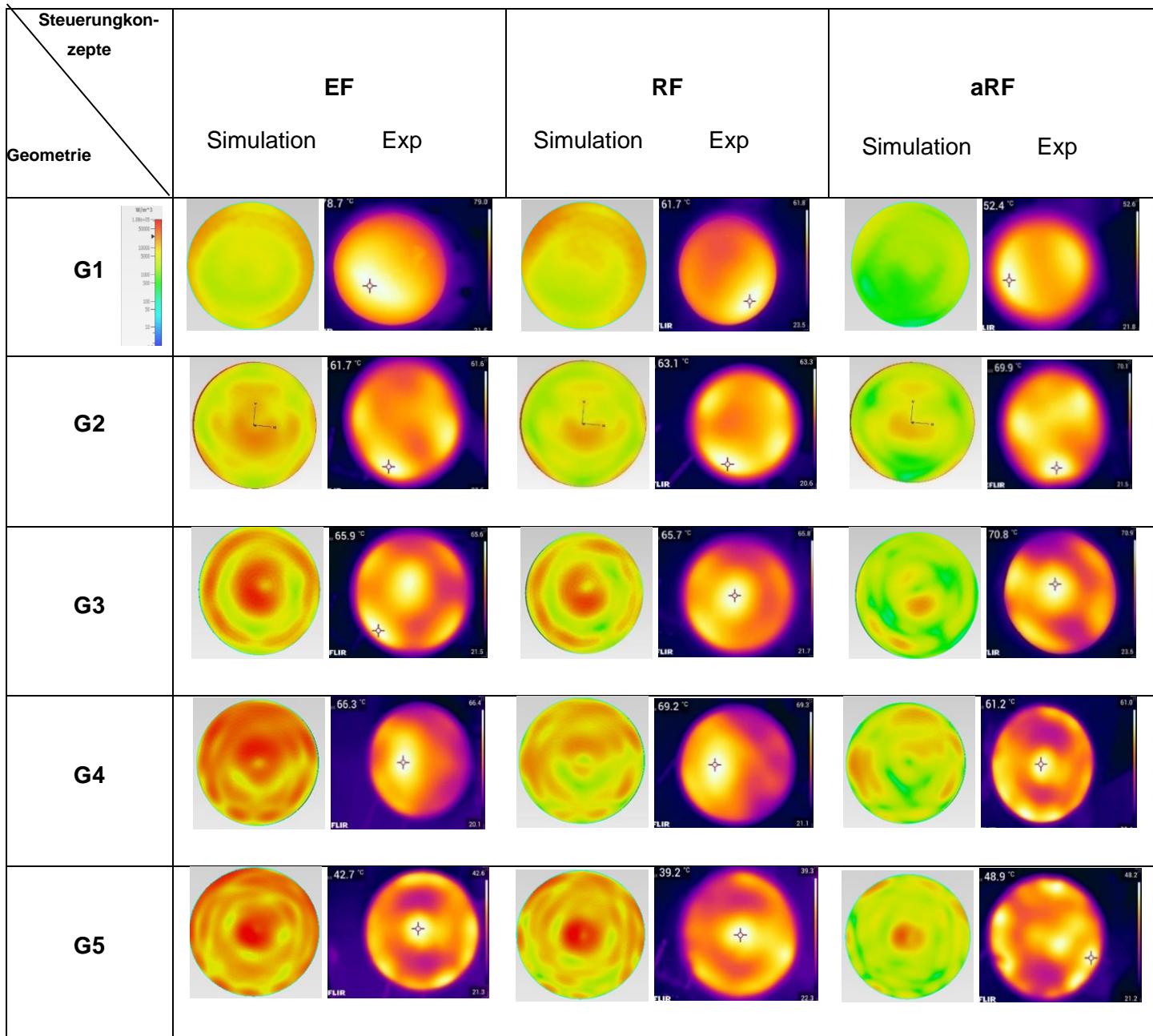
Tabelle 6 zeigt die Erwärmungsmuster an der Oberfläche der Produktprobe aus den Simulationsergebnissen und aus den experimentellen Ergebnissen im Vergleich. Die Simulationsergebnisse basieren auf der Leistungsverteilung, während die experimentellen Ergebnisse auf der Temperaturverteilung beruhen. Die Abhängigkeit des Erwärmungsmusters von der Geometrie und den Steuerungskonzepten ist deutlich erkennbar.

Sowohl bei den experimentellen Ergebnissen als auch bei den Simulationsergebnissen zeigt das der Vergleich zwischen den Geometrien, dass von G1 zu G5 in allen Steuerungskonzepten scheinbar immer mehr Hotspots auftreten. Zu beachten ist hierbei allerdings, dass die betrachtete Oberfläche von G1 zu G5 immer größer wird. Dadurch können sich in der betrachteten Querschnittsebene immer mehr Moden ausbilden. In allen Geometrien bilden sich Hotspots aus. Bei G1 sind diese in Simulation und Experiment eher am Rand zu finden. Ab G2 (bis G5) gibt es ausgeprägte Hotspots in der Mitte der Porben, was auch von der Simulation gut wiedergegeben wird.

Auch beim spezifischeren Vergleich der Simulationsergebnisse mit den experimentellen Ergebnissen lassen sich generell ähnliche Hotspot-Muster in Proben und Simulation erkennen. Beispielsweise tritt in der Simulation ein Hotspot im Zentrum der Probe in G3 auf, der in G4 und G5 noch intensiver wird. Dieser zentrale Hotspot ist auch in den experimentellen Ergebnissen für G3 bis G5 sichtbar. Im EF-Steuerungskonzept für G3 zeigen die experimentellen Ergebnisse einen Hotspot in der Mitte und vier zusätzliche Hotspots um die Probe herum. Dieses Muster bestätigt die Simulationsergebnisse zur Leistungsverteilung in G3, da beide ein ähnliches Verteilungsmuster aufweisen.

Es kann daher geschlossen werden, dass die Simulationsergebnisse gut mit den experimentellen Daten übereinstimmen, was die Genauigkeit der vom Modell vorhergesagten Leistungsverteilungsmuster bestätigt. Die experimentellen Ergebnisse stützen die Zuverlässigkeit der Simulationen bei der Vorhersage des Heizverhaltens in verschiedenen Geometrien und Steuerungskonzepten.

*Tabelle 6: Verteilungen der Leistungsaufnahme aus der elektromagnetischen Simulation und der Temperaturverteilung in experimentellen Proben in Abhängigkeit von der Probengeometrie und den Steuerungskonzepten an der Oberfläche der Probe.*



Zusammenfassung: Elektromagnetische Simulationen wurden durchgeführt, um die Auswirkungen von Frequenzsteuerungskonzepten und verschiedenen Probegeometrien auf die Energieeffizienz und Erwärmungshomogenität während des Mikrowellentrocknens zu bewerten. Die Ergebnisse zeigten, dass die Energieeffizienz durch den Einsatz der RF- und aRFs-Steuerungskonzepte über alle Geometrien hinweg signifikant verbessert wurde. Darüber hinaus zeigte die Analyse des Erwärmungshomogenitätsfaktors, dass Geometrie 4 in Kombination mit dem aRFs-Steuerungskonzept die beste Erwärmungs-

homogenität bot. Diese Ergebnisse unterstreichen die Bedeutung der Auswahl des geeigneten Frequenzsteuerungskonzepts und der Geometrie, um sowohl die Energieeffizienz als auch die Erwärmungshomogenität in Mikrowellentrocknungsanwendungen zu optimieren.

#### ***AP 4.2: Übertragung des Modells auf die MWGT***

Die elektromagnetischen Simulationen zur Darstellung der MWGT werden für jeweils elf Zeitpunkte in der Trocknung durchgeführt, die durch unterschiedliche dielektrische Eigenarten des Produktes (vom gefrorenen Produkt bis zum vollständig getrockneten Produkt) nachgebildet werden. Dabei wird angenommen, dass sich das Produkt als Kombination aus einer getrockneten äußeren Schicht und einem gefrorenen Kern darstellen lässt und sich die Sublimationsfront über den Trocknungsprozess gleichmäßig zurückzieht. Auf Grundlage der Simulationsergebnisse ist eine Bewertung der Erwärmungshomogenität und der Energieeffizienz über den Trocknungsprozess hinweg möglich.

Es wird mit Simulationen mit der Geometrie des Verfahrensraums aus AP 5 begonnen, bei der es sich um eine kleine Kavität mit einer relativ geringen Modenanzahl handelt. Die Untersuchung der Frequenzen im Bereich 2,4 – 2,5 GHz erfolgt für jeden Zeitschritt in der Trocknung analog der Beschreibung in AP 4.1. Zunächst wird nur die Erwärmung über einen angeschlossene MW-Feed betrachtet, daraufhin wird auch der Effekt zweier gleichzeitig aktiver MW-Feeds untersucht. Die MW-Feeds stellen im Modell das Äquivalent zu den SS-Generatoren in den Experimenten dar. Aus den Simulationsergebnissen werden frequenzbasierte Steuerungskonzepte für den Prozess über die gesamte Trocknungsduer abgeleitet. Besonderer Fokus liegt dabei auf einer Nutzung der Frequenzen, die sich im Rahmen des Impedance-Matching als besonders energieeffizient erweisen. Die Simulationen werden für alle Modellprodukte aus AP 1 durchgeführt.

In weiteren Simulationen wird außerdem überprüft, inwieweit das für die Anlage aus AP 5 entwickelte frequenzbasierte Steuerungskonzept auf Verfahrensräume mit Unterschieden in Geometrie, Maßstab und Anzahl der MSS-Generatoren anwendbar ist. Dafür werden auch für die Anlage aus AP 6 Simulationen der MWGT mit den Modellprodukten durchgeführt und bezüglich Energieeffizienz und Erwärmungshomogenität verglichen. Des Weiteren werden für die Anlage aus AP 6 Simulationen der MW-Feldverteilung im Frequenzband  $915 \pm 13$  MHz durchgeführt, um die Erwärmung in diesem Frequenzbereich mit der Erwärmung bei  $2450 \pm 50$  MHz zu vergleichen und das Potential einer Kombination der beiden Frequenzbänder abzuschätzen. Validierungen der Simulationsergebnisse erfolgen über den in AP 5 und AP 6 aufgezeichneten Return Loss.

**Ziel:** Die elektromagnetischen Simulationen konnten zur Entwicklung eines frequenzbasierten Steuerungskonzeptes eingesetzt werden und zeigen eine Übereinstimmung mit den Trocknungsversuchen. Validierte Simulationen sind auf verschiedenen Geometrien/Skalen möglich und können daher als universelle Basis zur prädiktiven Erstellung eines Steuerungskonzeptes für die MWGT verwendet werden.

### **Durchgeführte Arbeiten im Jahr 2022**

Als Resultat der Arbeitsergebnisse aus AP 1 wurden die elektromagnetischen Simulationen der MWGT in AP 4.2 mit dem Modellprodukt Tylosegel durchgeführt. Es wurde mit den Arbeiten aus AP 4.2 vor AP 4.1 begonnen, da die Geometrie des Verfahrensraums und die dielektrischen Eigenschaften des Produkts schon frühzeitig nach dem Projektbeginn bekannt waren. Im Folgenden wird kurz auf die ergänzende Charakterisierung des Tylosegels zu den Untersuchungen in AP 1 und die Ergebnisse aus den Simulationen eingegangen.

#### *Charakterisierung Modellprodukt Tylosegel*

Ergänzend zu den Arbeiten zur Charakterisierung der Modellprodukte an der TUM in AP 1 wurde am KIT über Laser-Flash-Analyse in einem LFA 467 HyperFlash (NETZSCH Gerätebau, Selb, Deutschland) die Temperaturleitfähigkeit gefriergetrockneten Tylosegels in Abhängigkeit der Temperatur gemessen. Die Messdaten sind in Abbildung 13 dargestellt.

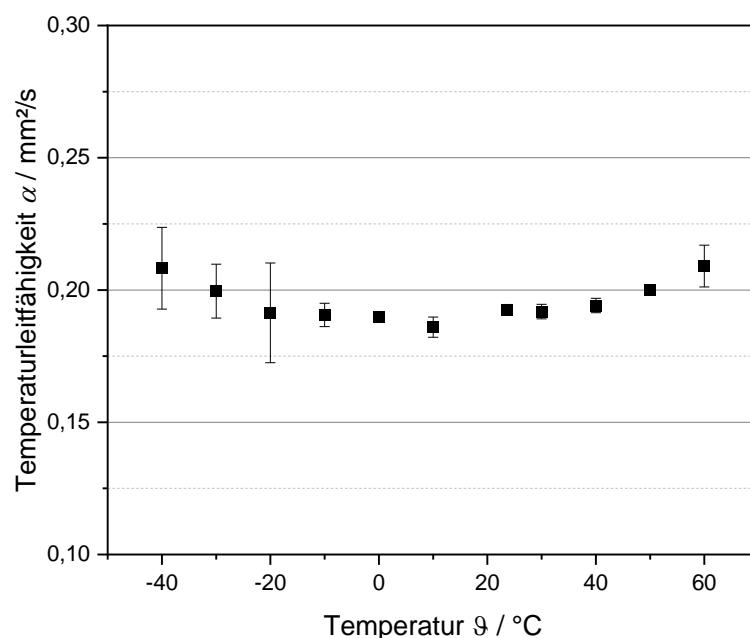


Abbildung 13: Temperaturleitfähigkeit des gefriergetrockneten Tylosegels in Abhängigkeit der Temperatur.

Die Temperaturleitfähigkeit der gefriergetrockneten Schicht über den Temperaturbereich -40 °C bis 60 °C nicht signifikant verändert. Daher könnte in zukünftigen Simulationen, in

denen ein thermodynamisches mit einem elektromagnetischen Modell gekoppelt wird, eine konstante Temperaturleitfähigkeit von  $\alpha = 0,20 \text{ mm}^2/\text{s}$  angenommen werden.

### *Elektromagnetische Simulationen*

Der Einfluss des Trocknungsfortschrittes auf das elektromagnetische Feld wird durch die Simulation mehrerer diskreter Trocknungszuständen der MWGT dargestellt. Der Trocknungszustand  $z = 0\%$  entspricht einem vollständig gefrorenen Produkt, während  $z = 100\%$  einem vollständig getrockneten Produkt entspricht. Die Trocknungszustände von 0 % bis 100 % werden in einem Intervall von 10 % in separaten elektromagnetische Modelle simuliert. Der Verlauf der Trocknung wird durch ein gleichmäßiges Zurückziehen des gefrorenen Volumens von allen Seiten in das Innere der Probe simuliert, wobei eine getrocknete Außenschicht zurückbleibt.

Abbildung 14 zeigt die Geometrie des Verfahrensraums und der Proben aus Tylosegel in den elektromagnetischen Modellen. Diese ähneln den Versuchsanordnungen in der Prozesskammer, die im Rahmen von AP 5 verwendet wird. Die Prozesskammer ist ein quaderförmiger Hohlraum mit Abmessungen von 612 mm  $\times$  400 mm  $\times$  300 mm. Ein WR340 Hohlleiter ist in der Mitte der Oberseite des Hohlraums angebracht. Mittig auf dem Boden der Kavität befindet sich eine Platte aus Polyetheretherketon (PEEK) mit einer Grundfläche von 200 mm  $\times$  200 mm zur Positionierung der Proben. Die Platte ist über zwei Zylinder aus PEEK mit dem Boden der Kavität verbunden. Zylindern aus PEEK verbunden. Ein Satz von 24 gefrorenen Proben aus Tylosegel (25 mm  $\times$  25 mm  $\times$  20 mm) ist mittig auf dem Produktträger in einer 6  $\times$  4-Anordnung mit einem Abstand von jeweils 5 mm angeordnet. Den getrockneten und gefrorenen Bereichen des Produkts wurden die dielektrischen Eigenschaften des getrockneten bzw. des gefrorenen Tylosegels zugeordnet. Der verbleibende Raum innerhalb der Kavität wurde auf die dielektrischen Eigenschaften eines perfekten Vakuums eingestellt. Die dielektrischen Eigenschaften der Materialien sind in Tabelle 7 aufgeführt.

*Tabelle 7: Dielektrische Eigenschaften der Materialien in den elektromagnetischen Simulationen.*

Material	Relative dielektrische Konstante $\epsilon_r' / -$	Relativer dielektrischer Verlustfaktor $\epsilon_r'' / -$	Quelle
PEEK	3,142	0,0085	[112]
Tylosegel, trocken	1,264	0,0473	Messungen AP 1
Tylosegel, gefroren	3,649	0,5807	Messungen AP 1
Vakuum	1,000	0,0000	per Definition

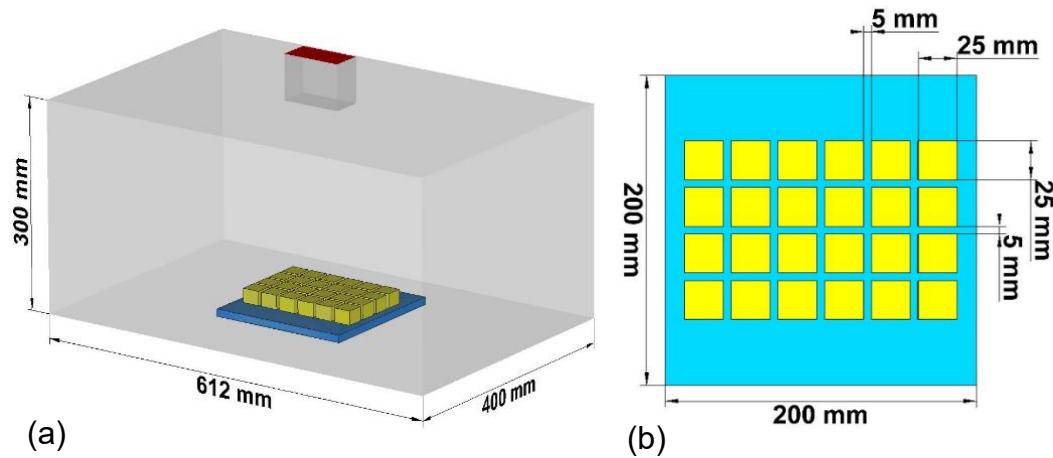


Abbildung 14: (a) Geometrie des Verfahrensraums in den elektromagnetischen Simulationen; (b) Geometrie der einzelnen Produkte und der Produkthalterung in den elektromagnetischen Simulationen. Gelb - Tylosegel; blau - Produktträger aus PEEK; rot - Einlass Wellenleiter. [90]

Die Simulationen für jeden Trocknungszustand mussten mehrfach durchgeführt werden, da sich die resonanten Frequenzen in den Simulationen leicht verschoben. Zur Aufzeichnung der Parameter des elektromagnetischen Feldes mussten jedoch Monitore genau bei den resonanten Frequenzen gesetzt werden. Daher war ein iteratives Vorgehen erforderlich, in dem immer weiter zusätzliche Monitore gesetzt werden mussten, bis die ein Monitor bei allen resonanten Frequenzen gesetzt war. Exemplarisch finden sich in Tabelle 8 die Verschiebungen der resonanten Frequenzen für die vier benötigten Simulationsdurchläufe des Trocknungszustands 70 %.

Die Geometrie des Tylosegels wurde im Verlauf des Projektes angepasst. Erste Durchläufe der MWGT wurden zunächst zwölf Proben der Abmaße 25 mm x 25 mm x 10 mm durchgeführt und auch elektromagnetisch simuliert. Die minimal mögliche Leistung des Mikrowellengenerators von 50 W war allerdings zu hoch für diese Probengeometrie. Die Proben wurden vom entstehenden Wasserdampf auseinandergerissen. Da somit kein Vergleich der Simulationen mit Experimenten möglich war mussten auch die Simulationsergebnisse verworfen werden.

Tabelle 8: Resonante Frequenzen für die vier durchgeführten Simulationsdurchläufe des Trocknungszustandes 70 %.

	Resonante Frequenz $f_r$ / MHz			
	Run 1	Run 2	Run 3	Run 4
$f_{r1}$	2415,8	2415,8	2415,8	2415,8
$f_{r2}$	2421,3	2421,3	2421,2	2421,3
$f_{r3}$	2427,7	2427,7	2427,7	2427,7
$f_{r4}$	2440,9	2440,9	2440,8	2440,9
$f_{r5}$	2450,4	2450,4	2450,4	2450,4
$f_{r6}$	2453,2	2453,1	2453,1	2453,1
$f_{r7}$	2468,1	2468,1	2468,1	2468,1
$f_{r8}$	2471,4	2471,4	2471,4	2471,4
$f_{r9}$	2482,2	2481,3	2481,3	2481,3

In den elektromagnetischen Simulationen wurde die normierte Leistungsabsorption *NPA* nach Pitchai et al. [48] genutzt, um die elektromagnetischen Modelle zu verifizieren. Der *NPA* wird mit

$$NPA = \frac{P_d}{P_{ein}} \quad (9)$$

als das Verhältnis der Vorwärtsleistung  $P_{ein}$  in den Simulationen bei 2,45 GHz zur dissipierten Leistung  $P_d$  bei dieser Frequenz berechnet. Ändert sich der *NPA* bei einer Erhöhung der Zellzahl nur noch wenig, kann die Lösung als netzunabhängig betrachtet werden. Abbildung 15 a zeigt den *NPA* in Abhängigkeit der Zellenzahl für die Trocknungszustände 0 %, 10 % und 100 %. Diese repräsentieren den Beginn und das Ende der Trocknung sowie einen Trocknungszustand, in dem die getrocknete Produktschicht vergleichsweise dünn ist, was eine Herausforderung für die Diskretisierung darstellt.

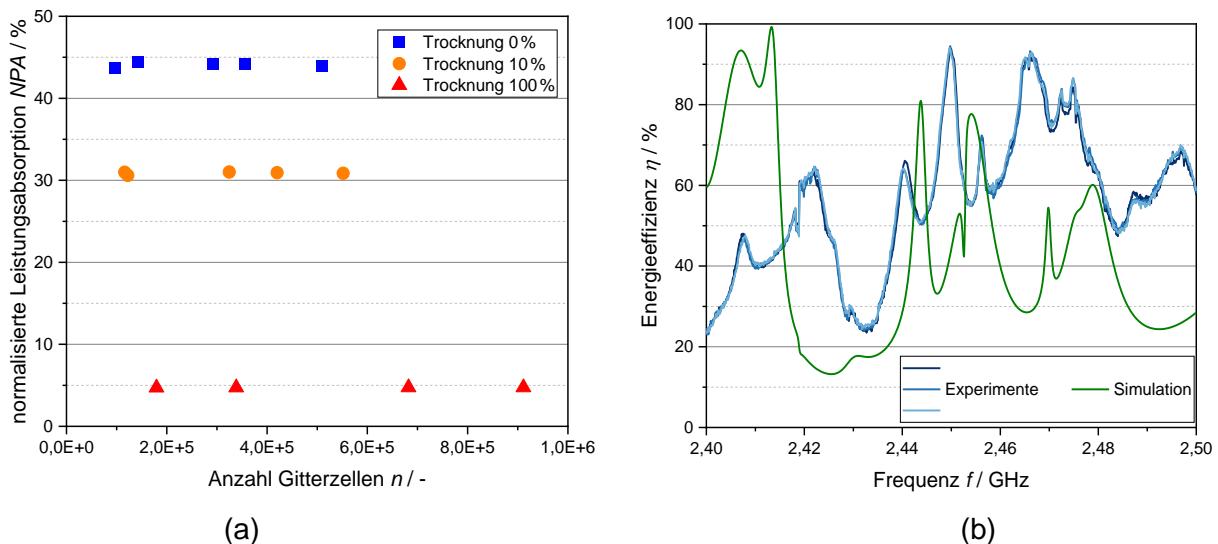


Abbildung 15: (a) Normalisierte Leistungsabsorption in Abhängigkeit der Anzahl der Gitterzellen zur Verifikation der elektromagnetischen Modelle; (b) Ergebnisse der Validierung des Modells über die Energieeffizienz in Abhängigkeit der Frequenz aus Frequenzsweeps in Experimenten und dem elektromagnetischen Modell des Trocknungszustandes 0 %. [90]

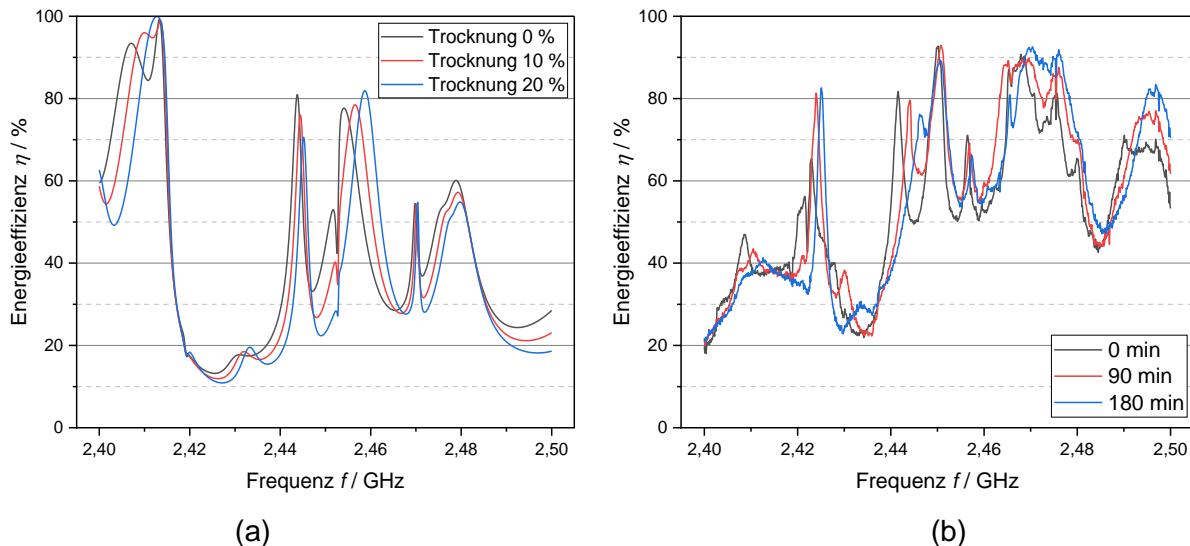
Die Gitter mit der geringsten Zellenzahl der einzelnen Trocknungszustände wurden mit den gleichen Einstellungen des Programms zur Gittergenerierung erzeugt. Das Gleiche gilt für die Einstellungen für die nachfolgenden höheren Zellenzahlen. Die Zellenzahlen unterscheiden sich für die Trocknungszustände, weil die interne Netzgenerierung der Software von der Zusammensetzung der dielektrischen Eigenschaften der Materialien abhängt. Für den Trocknungszustand 100% wurden nur Simulationen mit vier statt fünf Netzen durchgeführt, da der Rechenaufwand für das fünfte Netz den verfügbaren Speicherplatz überstieg. Ab der Netzfeinheit mit der dritt niedrigsten Zellenzahl ergeben sich nur geringe Änderungen des *NPA*. Die absolute Abweichung vom Netz mit der höchsten Zellenzahl beträgt nur 0,207 %, 0,153 % und 0,002 % für die Trocknungszustände 0 %,

10% bzw. 100 %. Daher ist bei diesen Solver-Einstellungen eine netzunabhängige konvergente Lösung zu erwarten. Die Einstellungen für diese Netzgenerierung werden auf die Modelle aller Trocknungszustände übertragen.

In Abbildung 15 b ist die Energieeffizienz in Abhängigkeit der Frequenz im Bereich von 2,4 GHz bis 2,5 GHz dargestellt. Die Daten stammen aus einem experimentellen Frequenzsweep mit dem SSG und dem Post-Processing der elektromagnetischen Simulation des Trocknungszustands 0 %. Die Simulationsergebnisse zeigen klar definierte Spitzen bei den Resonanzfrequenzen, während die Ergebnisse aus den Experimenten zu Beginn der Trocknung sowohl klar definierte Spitzen als auch breitere Spitzen mit Schwankungen der Energieeffizienz aufweisen. Vermutlich werden diese Schwankungen durch mehrere, eng beieinanderliegende Resonanzfrequenzen verursacht. Abgesehen vom generellen Vorhandensein von Maxima und Minima in vergleichbarer Größenordnung lässt sich keine detaillierte Übereinstimmung zwischen der Energieeffizienz aus der Simulation und den experimentellen Frequenzsweeps feststellen. Die experimentellen Daten hingegen sind reproduzierbar.

Offensichtlich liefert das elektromagnetische Modell keine genaue Reproduktion des elektromagnetischen Feldes in Abhängigkeit der Frequenz. Für eine genaue Darstellung des Mikrowellenfeldes müsste das elektromagnetische Modell weiter überarbeitet und validiert werden. Solange jedoch Minima und Maxima in beiden Fällen in vergleichbarer Anzahl und Größe auftreten, können die elektromagnetischen Modelle zur Entwicklung frequenzabhängiger Steuerungskonzepte in Abhängigkeit von der Energieeffizienz der anzuwendenden Frequenzen verwendet werden. Die Modelle können als Werkzeug für die zeiteffiziente Untersuchung der qualitativen Auswirkungen von Regelungskonzepten in der Trocknung angesehen werden. Allerdings sollten die Experimente immer in einem Konzeptnachweis überprüft werden.

In Abbildung 16 a sind die Simulationsergebnisse der Energieeffizienz in Abhängigkeit der Frequenz dargestellt, während in Abbildung 16 b die frequenzabhängige Energieeffizienz aus den Simulationen gezeigt ist. Tendenziell ist in beiden Abbildung eine Verschiebung resonanter Frequenzen zu höheren Frequenzen zu beobachten. Dieses Verhalten deckt sich mit theoretischen Berechnungen aus der Literatur [113]. Damit konnte über die Verschiebung der resonanten Frequenzen ein erster Hinweis auf die qualitative Vergleichbarkeit zwischen experimentellen und simulativen Arbeiten erbracht werden.



*Abbildung 16: (a) Prozesscharakterisierung aus den elektromagnetischen Simulationen der Trocknungszustände 0 %, 10 % und 100 %. (b) Experimentelle Frequenzsweeps in der mikrowellenunterstützten Gefriertrocknung zu den Trocknungszeiten 0 min, 90 min und 180 min.*

Die durchschnittliche Energieeffizienz in den Simulationen der mikrowellenunterstützten Gefriertrocknung wird für jeden Trocknungszustand nach Gleichung 10 berechnet. Der Homogenitätsfaktor Erwärmung  $\zeta$  zur Bewertung der Erwärmungshomogenität zwischen den Proben wird in den Experimenten mit

$$\zeta = \frac{P_{d,max}}{\bar{P}_d} \quad (10)$$

als das Verhältnis der maximal dissipierten Leistung in einem Produkt  $P_{d,max}$  zur durchschnittlich dissipierten Leistung in allen Produkten  $\bar{P}_d$  berechnet.

Die Auswirkungen der folgenden frequenzbasierten Steuerungskonzepte wurden in der Nachbearbeitung für jeden Trocknungszustand untersucht:

Einzelne Mindestfrequenz (1MF) – die einzelne Frequenz mit dem globalen Minimum der Energieeffizienz;

Einzelne Resonanzfrequenz (1RF) – die einzelne Frequenz mit dem globalen Maximum der Energieeffizienz;

Sechs äquidistante Frequenzen (6EF) – Frequenzen von 2,4 GHz bis 2,5 GHz im Intervall von 0,02 GHz;

Sechs Resonanzfrequenzen (6RF) – sechs Frequenzen mit den höchsten lokalen Maxima der Energieeffizienz.

Abbildung 17 zeigt die durchschnittliche Energieeffizienz in Abhängigkeit des Trocknungszustandes für die untersuchten Steuerungskonzepte, die im Rahmen von AP 4.1 verwendet wurden und im entsprechenden Kapitel definiert sind.

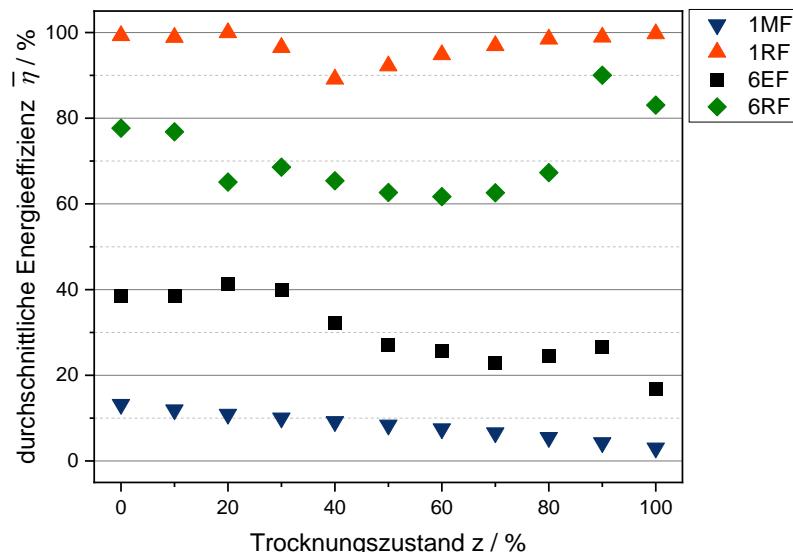


Abbildung 17: Durchschnittliche Energieeffizienz in Abhängigkeit des Trocknungszustands für die untersuchten frequenzbasierten Steuerungskonzepte aus den elektromagnetischen Simulationen. [90]

Die Steuerungskonzepte 1MF und 6EF zeigen eine Tendenz zu abnehmender Energieeffizienz mit voranschreitender Trocknung. Im Gegensatz dazu nimmt die Energieeffizienz von 1RF und 6RF bei mittleren Trocknungszuständen ab und kehrt gegen Ende der Trocknung zu hohen Energieeffizienzwerten zurück. Dies ist auf das Verhalten der einzelnen Resonanzfrequenzen während der Trocknung zurückzuführen, deren Energieeffizienz mit voranschreitender Trocknung steigen oder sinken kann. Die steigende Energieeffizienz des 6RF gegen Ende der Trocknung kann zumindest teilweise auf eine neue Resonanzfrequenz zurückgeführt werden, die in den Frequenzbereich von 2,4 GHz bis 2,5 GHz eintritt, da sich die Resonanzmoden zu höheren Frequenzen verschieben, vergleiche Abbildung 16. Elektromagnetische Simulationen in der Literatur zeigten ebenfalls hohe Werte der dissipierten Energie bei der Anwendung von Resonanzfrequenzen, die auf der Grundlage von Streuparametern gewählt wurden [114].

In Abbildung 18 ist der Homogenitätsfaktor der Erwärmung über den Trocknungszustand für die verschiedenen Steuerungskonzepte dargestellt, was eine Bewertung der Homogenität zwischen den Proben ermöglicht. Bei Verwendung mehrerer Frequenzen in 6EF und 6RF ergibt sich bei fast allen Trocknungszuständen ein höherer Homogenitätsfaktor im Vergleich zu Einzelfrequenzen. Dieser Trend steht im Einklang mit der homogeneren mikrowellenunterstützten Erwärmung in elektromagnetischen Modellen für die Anwendung mehrerer Frequenzen [51, 115]. Die höchste Homogenität des 6EF ist vermutlich auf weniger dominante individuelle Erwärmungsmuster zurückzuführen. Andererseits könnten einige wenige, sehr energieeffiziente Heizmuster mit ähnlichen Heizmustern die Homogenität des 6RF verringern.

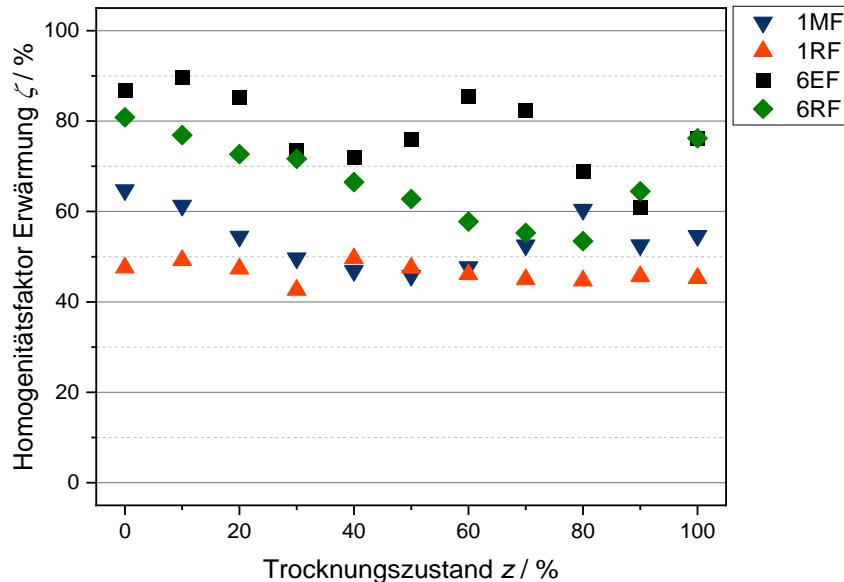


Abbildung 18: Homogenitätsfaktor der Erwärmung in Abhängigkeit des Trocknungszustands für die untersuchten frequenzbasierten Steuerungskonzepte aus den elektromagnetischen Simulationen. [90]

Abbildung 19 zeigt den Anteil  $y_{gef}$  der Verlustleistung in der gefrorenen Schicht geteilt durch die gesamte Verlustleistung in einer exemplarischen Probe. Die Verteilung der Leistung im Produkt hängt stark vom Trocknungszustand ab. Im Vergleich dazu hat das verwendete Steuerungskonzept nur einen geringen Einfluss.

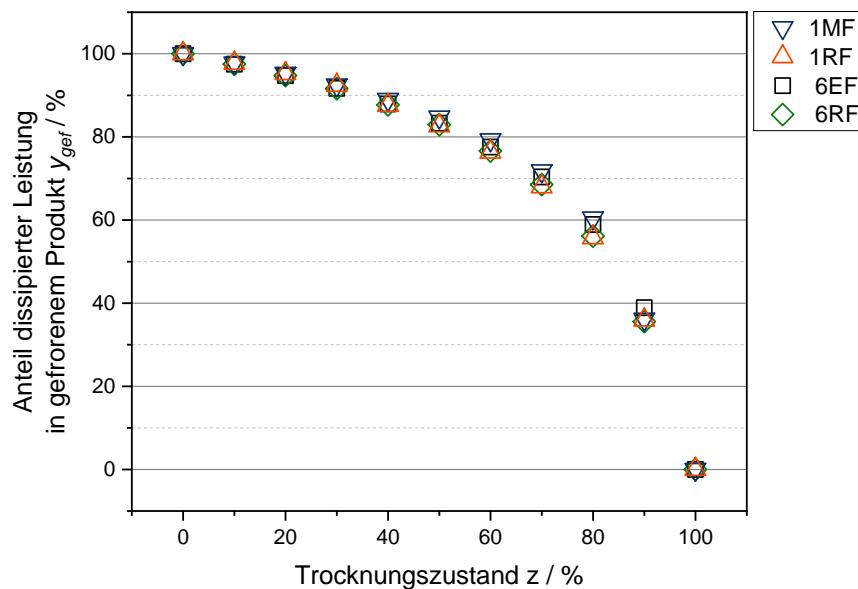


Abbildung 19: Verteilung der dissipierten elektromagnetischen Leistung zwischen gefrorenem und getrocknetem Bereich eines exemplarischen Würfels aus Tylosegel in Abhängigkeit des Trocknungszustands für die untersuchten Steuerungskonzepte aus den elektromagnetischen Simulationen. [90]

Dieses Ergebnis verdeutlicht den aus der Literatur bekannten selektiven Charakter der mikrowellenunterstützten Prozessierung [37]. Dies ist bei der MWGT besonders vorteilhaft, da die Energie direkt in den gefrorenen Bereich eingebracht wird, wo die Energie zur Sublimation benötigt wird. Gegen Ende der Trocknung findet ein hoher Energieeintrag in einem relativ kleinen gefrorenen

Volumen statt. Wenn eine konstante Leistungsdichte in den gefrorenen Bereichen gewünscht wird, sollte die Leistung gegen Ende des Prozesses reduziert werden.

**Zusammenfassung:** Die Temperaturleitfähigkeit des Modellprodukts Tylosgel wurde ergänzend zu den Ergebnissen aus AP 1 temperaturabhängig gemessen. Dies ermöglicht die zukünftige Verknüpfung der elektromagnetischen Modelle mit thermodynamischen Modellgleichungen. Unter Verwendung der in AP 1 gemessenen dielektrischen Eigenschaften wurden elektromagnetische Simulationen der MWGT durchgeführt, verifiziert und validiert. Bei der Validierung der Simulationsergebnisse zeigte sich lediglich eine qualitative Vergleichbarkeit zu den experimentellen Ergebnissen. Daher müssen die erzielten Ergebnisse in Konzeptnachweisen überprüft werden. Ein erster qualitativer Konzeptnachweis war erfolgreich, sowohl in Experimenten als auch in Simulationen konnte eine Verschiebung der resonanten Frequenzen zu höheren Frequenzen mit voranschreitender Trocknung festgestellt werden. In den elektromagnetischen Simulationen konnten hohe Energieeffizienzen bei der Anwendung resonanter Frequenzen und hohe Erwärmungshomogenität bei der Anwendung mehrerer Frequenzen festgestellt werden.

## **AP 5: Bewertung der SS-MWGT im Vergleich zur konventionellen GT (KIT)**

In AP 5 werden die in AP 4 und AP 3 erarbeiteten Konzepte zur Steuerung des MW-Feldes zusammengeführt und eine SS-MWGT etabliert. Dazu wird eine Anlage aufgebaut, in der neben einer SS-MWGT auch eine konventionelle GT im direkten Vergleich durchgeführt werden kann. So kann das neue SS-MWGT Verfahren hinsichtlich der erreichbaren Prozess- und Produkteigenschaften mit der konventionellen GT verglichen werden. Erst diese Bewertung ermöglicht die Quantifizierung des Anwendungspotentials des neuen Verfahrens. Darüber hinaus kann in dieser Anlage das Potenzial einer Kombination des Energieeintrags aus der konventionellen GT mit MW bezüglich Produkt- und Prozessqualität untersucht werden.

### **AP 5.1: Aufbau einer SS-MWGT Anlage in Labormaßstab**

Eine existierende Anlage zur konventionellen GT im Labormaßstab wird auf den MW-unterstützten Prozess umgerüstet, so dass beide Prozesse separat und zeitgleich im selben Verfahrensraum durchgeführt werden können. Über eine Vakuumpumpe E1M40 (Edwards, Burgess Hill, England) soll im Verfahrensraum für beide Verfahren ein Druck  $< 0,1$  mbar eingestellt werden. Als Kondensator soll eine Kältefalle (Martin Christ, Osterode, Deutschland) verwendet werden. Die Stellplattentemperatur kann über einen Thermostat Haake G50 (Thermo Fisher Scientific, Waltham, USA) im Bereich -25 – 80 °C

geregelt werden. In der Anlage sind zur Prozessverfolgung bereits fiberoptische Temperatursensoren Z1 (Rugged Monitoring Inc, Quebec City, Kanada), ein Pirani-Vakuumeter VCP63MV (Thyracont Vacuum Instruments, Passau, Deutschland), ein kapazitiver Drucksensor CMR 363 (Pfeiffer Vacuum, Aßlar, Deutschland) und eine Wägezelle PW4M-OP (Hottinger Brüel & Kjaer, Naerum, Dänemark) vorhanden. Die Messsignale werden zentral in einem Computer über eine MATLAB-Routine aufgezeichnet. Zur Umrüstung werden an bereits vorhandenen Anschlusspunkten zwei SS-Generatoren HY2020 (HBH Microwave, Stutensee, Deutschland) an den Demonstrator angeschlossen. Auf Basis eines üblichen Energieeintrags während der MWGT von bis zu 2 W/g<sub>Produkt</sub> können damit Produktmengen von bis zu 500 g in der MWGT getrocknet werden können.

**Ziel:** Die Online-Sensorik ist im Demonstrator integriert und kann zur Prozessverfolgung genutzt werden. Grundlegende Versuche zur GT und MWGT konnten im Demonstrator durchgeführt werden.

### **Durchgeführte Arbeiten im Jahr 2022**

Die existierende Anlage zur konventionellen Gefriertrocknung wurde erfolgreich umgebaut, so dass im Verfahrensraum, der in Abbildung 20 dargestellt ist, neben einer konventionellen GT ebenfalls eine MWGT durchgeführt werden kann. Dazu wurde die Anlage zunächst über metallische Gaze gegen das Austreten von Mikrowellen abgeschirmt. Die vorhandene Sensorik wurde über Cutoff-Waveguides gegen Mikrowellen abgeschirmt. Es wurde eine Produkthalterung aus dem mikrowellenresistenten Kunststoff Polyetheretherketon (PEEK) gefertigt und mit der Wägezelle verbunden. Des Weiteren wurde über das Modul in der Decke der Kavität zunächst ein SS-Generator HY2020 über einen Wellenleiter WR340 mit dem Prozessraum verbunden. Ein Anschluss für einen weiteren SS-Generator HY2020 ist bereits an der Seitenwand des Verfahrensraums vorhanden. Im Laufe der Arbeit wurde jedoch die Notwendigkeit des Einsatzes eines externen Taktgebers deutlich, damit zwei Mikrowellengeneratoren mit einer definierten Phasenverschiebung betrieben werden können. Die Beschaffung eines solchen Taktgebers konnte bislang nicht durchgeführt werden, ist aber für 2023 geplant.



Abbildung 20: Verfahrensraum der modularen Anlage zur mikrowellenunterstützten Gefriertrocknung.

In Abbildung 21 ist der schematische Aufbau der aufgebauten Anlage zur MWGT dargestellt.

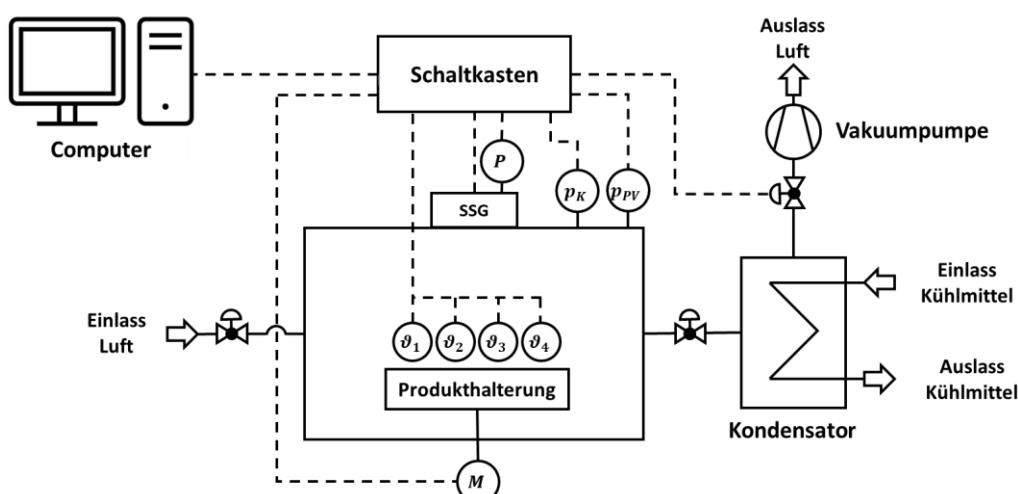


Abbildung 21: Schematische Darstellung der Anlage zur Mikrowellengestützten Gefriertrocknung im Labormaßstab. Informationsflüsse sind als gepunktete Linien dargestellt. P - Leistungen Solid State-Generator, p<sub>K</sub> - Druck Verfahrensraum kapazitiver Sensor, p<sub>PV</sub> – Druck Pirani-Vakuummeter,  $\vartheta_i$  – Temperatur fiberoptische Sensoren, M – Masse Wägezelle, SSG – Solid State-Generator.

Aufgrund eines Schadens an der Vakuumpumpe E1M40 ist nun eine Vakuumpumpe NEO D 65 3PH (Leybold, Köln, Deutschland) an den Verfahrensraum angeschlossen. Diese musste neu beschafft werden. Zusätzlich waren Arbeiten zur Abdichtung des Verfahrensraums notwendig, die aufgrund der speziellen Anforderungen an Geräte und Fachwissen extern von der Firma Martin Christ Gefriertrocknungsanlagen (Osterode im Harz, Deutschland) durchgeführt wurden. Bei der verwendeten Kühlafalle handelt es sich um einen Prototyp, der auf eine Solltemperatur von -60 °C eingestellt ist. Auch diese wurde während der Projektlaufzeit neu beschafft, da die ursprünglich installierte Kühlafalle nicht leistungsfähig genug war.

Alle Sensoren aus der Verwendung in der konventionellen Gefriertrocknung konnten erfolgreich auch in der MWGT eingesetzt werden. Dazu ist in Abbildung 22a die Produktmasse in Abhängigkeit der Prozesszeit in einem Versuch zur Inbetriebnahme der Anlage dargestellt, die den typischen Trocknungsverlauf einer Probe in der MWGT zeigt. Abbildung 22b zeigt für den gleichen Versuch die Temperaturen, gemessen über fiberoptische Temperatursensoren in drei Proben, die an Mitte, Kante und Ecke der Probenanordnung platziert sind. Auch der Verlauf der Temperaturen zeigt einen typischen Verlauf auf, die Proben in der Mitte der Anordnung trocknen langsamer als jene an der Kante und Ecke der Anordnung. Dies ist vermutlich unter anderem auf einen erhöhten Energieeintrag durch thermische Strahlung am Rande der Anordnung zurückzuführen.

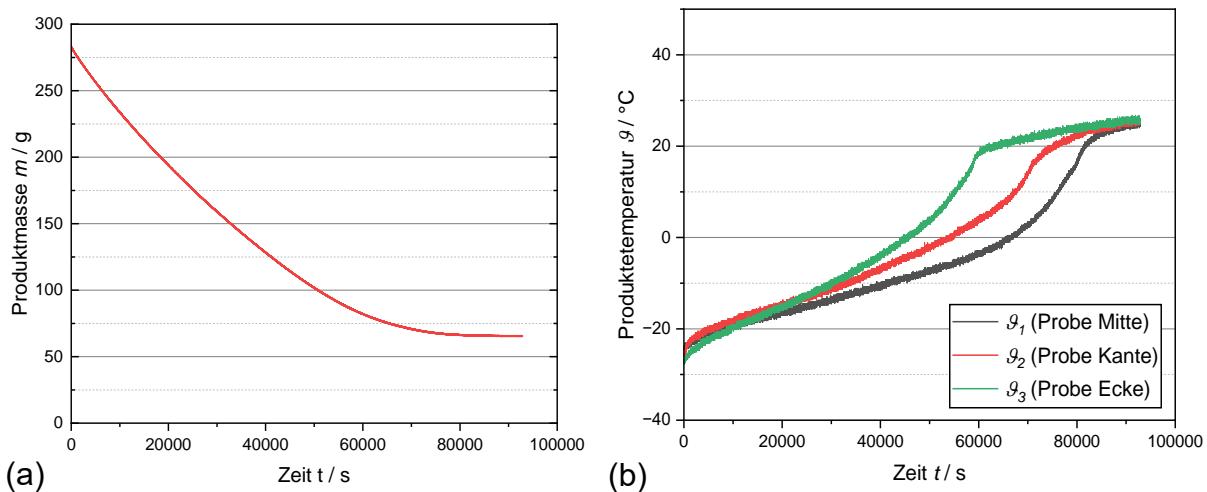
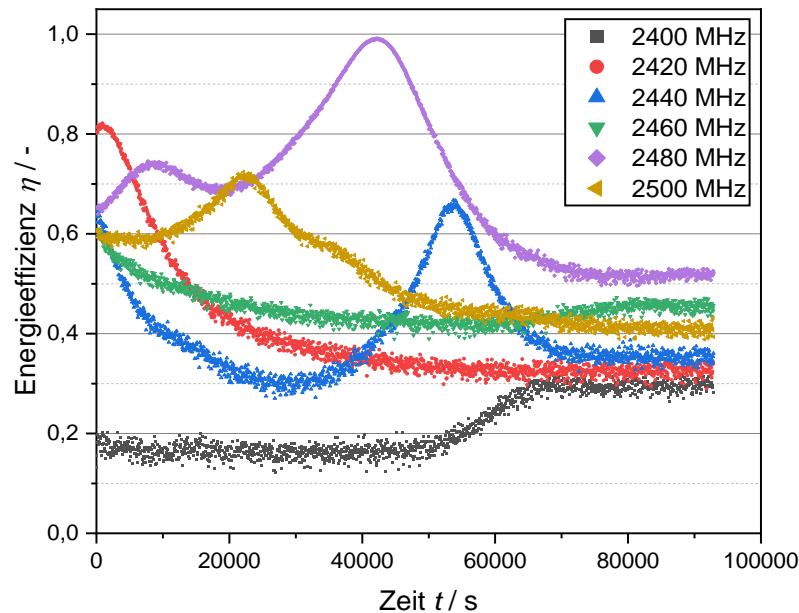


Abbildung 22: (a) Produktmasse in Abhängigkeit der Prozesszeit aus experimentellem Durchlauf; (b) Temperatur in drei Proben (Position in Mitte, Kante und Rand) in Abhängigkeit der Prozesszeit. Die Ergebnisse stammen aus einem Experiment mit einem Probengewicht von 300 g (24 x 12,5 g) sowie den Spezifikationen  $p = 0,5 \text{ mbar}$ ,  $P = 50 \text{ mbar}$ ,  $r_{on} = 50\%$  und 6EF.

Zusätzlich ist über die SSG eine Aufzeichnung der ausgesandten und reflektierten Leistung möglich. Dies ermöglicht über die Formel

$$\eta = 1 - \frac{P_r}{P_f} \quad (11)$$

die Berechnung der Energieeffizienz  $\eta$  aus der reflektierten Leistung  $P_{ref}$  und der Vorwärtsleistung  $P_{ein}$ . In Abbildung 23 ist beispielhaft die Energieeffizienz in Abhängigkeit der Trocknungszeit für die sechs angewandten äquidistanten Frequenzen im 6EF dargestellt.



*Abbildung 23: Energieeffizienz in Abhängigkeit der Trocknungszeit unterteilt nach den applizierten Frequenzen des 6EF. Die Ergebnisse stammen aus einem Experiment mit den Spezifikationen  $p = 0,5 \text{ mbar}$ ,  $P = 50 \text{ W}$ ,  $r_{on} = 50\%$  und 6EF.*

Es zeigen sich für einige Frequenzen lokale Maxima und Minima der Energieeffizienz. Dieses Ergebnis ist ein weiterer experimenteller Hinweis auf die Vermutung aus den elektromagnetischen Simulationen, dass sich die resonanten Moden mit fortschreitender Trocknung zu höheren Frequenzen verschieben. So ist zu vermuten, dass sich die resonanten Moden bei den Maxima der Energieeffizienz gerade bei den konstanten Frequenzen im 6EF befinden. Gegen Ende der Trocknung sind alle Energieeffizienzen näherungsweise konstant. Dieses Verhalten deckt sich mit den Ergebnissen aus der Trocknungskurve, vergleiche Abbildung 22a. In diesem Abschnitt der Trocknung verändert sich das Probengewicht kaum noch, daher verschieben sich auch die resonanten Moden nur geringfügig.

### **Durchgeführte Arbeiten im Jahr 2023**

Im Kalenderjahr 2023 wurde ein zweiter SSG an den Verfahrensraum angeschlossen. Um einen Betrieb der zwei SSG mit einer definierten Phasenverschiebung zu ermöglichen, wurde außerdem ein externer Taktgenerator in das Steuerungssystem mit eingebunden. Die Installation des Taktgenerators war mit einer Umstellung der Netzwerktechnik von Ethernet auf EtherCAT verbunden. Neben der Installation einer zusätzlichen PCI-Karte erforderte dies die Umstellung der Kommunikationsprotokolle in Matlab.

Weiterhin wurde der vorhandene Wärmeübertrager für die Inbetriebnahme der hybriden Gefriertrocknung in AP 5.3 umgerüstet. Dies umfasste den Einbau einer vakuumkompatiblen, metallischen Abschirmung des Kühlmittelkreislaufs sowie einer Modifikation der Kühlmittelführung.

Zusammenfassung: Es wurden alle Komponenten zum Betrieb einer MWGT an der Anlage zur MWGT im Labormaßstab installiert. Erste Versuche zur Inbetriebnahme der Anlage wurden durchgeführt und relevante Prozessparameter wiesen den erwarteten Verlauf auf. Im Jahr 2023 wurde die Umrüstung der Anlage durch die Installation des zweiten SSG, eines externen Taktgebers und einem Wärmeübertrager für die hybride GT vervollständigt.

### ***AP 5.2: Auswirkung des elektromagnetischen Felds auf die GT***

Auf den Demonstrator aus AP 5.1 werden die Konzepte zur Frequenzmodulation auf Grundlage der APs 3 und 4 auf die MWGT übertragen. Unter Rücksichtnahme auf die Ergebnisse aus AP 4.2 werden Versuche zu den folgenden drei Konzepten zur Frequenzmodulation im ISM-Band 2,4-2,5 GHz bei einem zunächst konstanten Leistungseintrag von 2 W/g<sub>Produkt</sub> untersucht: (I) Konstante Frequenzen, (II) äquidistante Frequenzsweeps mit unterschiedlichen Frequenzintervallen und (III) resonante Frequenzen auf Basis des Impedance-Matching. Die Ergebnisse aus AP 4.2 bilden zudem die Grundlage für eine Parameterstudie, in der untersucht wird, zu welchen Zeitpunkten des Trocknungsprozesses ein Impedance-Matching sinnvoll ist. Weiterhin wird die Variation der Leistung im Bereich 0,5-2 W/g<sub>Produkt</sub> untersucht. Die Prozessführungen werden bzgl. Trocknungszeit, Energieeffizienz und Temperaturhistorie über die installierte Sensorik verglichen.

Darüber hinaus wird die Produktqualität anhand ausgewählter Parameter charakterisiert. Als solche sollen die Inhaltsstoffretention von L-Ascorbinsäure über iodometrische Titration, die Bestimmung der Restfeuchte über eine Karl-Fischer-Titration (701 KF Titrino, Metrohm Schweiz, Zürich, CH), der aw-Wert (AW-Sprint, Novasina, Kempen) und die Bewertung der Mikrostruktur über mikro-CT-Aufnahmen (Xradia 520 Versa, Carl Zeiss, Jena), die sich in Vorversuchen als geeignet erwiesen haben. Zudem werden weitere Produktanalysen in Abhängigkeit der Ergebnisse aus AP 2 durchgeführt. Um eine Vergleichsbasis für Prozessparameter und Produktqualität zu schaffen, wird die konventionelle GT bzgl. der Prozessbedingungen auf eine hohe Produktqualität bzw. eine kurze Prozesszeit optimiert. Die optimierten Prozesse werden als Referenzen für die SS-MWGT herangezogen und für Versuche mit geeigneten Modellprodukten eingesetzt.

Ziel: Die Auswirkungen einer gezielten Anpassung der MW-Frequenz und –Leistung über den GT-Prozess auf Produktqualität und Verfahrensparameter sind bekannt. Die Modelle zur Beschreibung der MWGT sind validiert.

## **Durchgeführte Arbeiten im Jahr 2022**

Es wurden keine Arbeiten zu AP 5.2 durchgeführt

## **Durchgeführte Arbeiten im Jahr 2023**

Um ausführliche Parameterstudien der Mikrowellenleistung und –frequenz zu ermöglichen wurde der Ansatz der partiellen MWGT entwickelt. In diesem wird der Prozess beendet, nachdem 20 gew-% des enthaltenen Wassers entfernt wurden, anstatt die MWGT komplett durchzuführen. Die Erwartung ist, dass nach diesen kurzen Prozesszeiten bereits Aussagen über Energieeffizienz und Trocknungshomogenität möglich sind ohne den Prozess bis zum Ende durchzuführen. Dies ermöglicht ein schnelleres Paramerscreening. In Abbildung 24 sind die Trocknungskinetiken der partiellen und vollständigen MWGT über die Trocknungszeit aufgetragen. Hier braucht die die vollständige MWGT entgegen der Erwartung etwas länger bis zum Erreichen des Abbruchkriteriums als die partiellen Trocknungen. Eine mögliche Ursache ist eine Rekalibrierung des SSG vor der vollständigen MWGT, die zu einer etwas höheren durchschnittlichen spezifischen Vorwärtsleistung von 0,098 W/g im Vergleich zu 0,072 W/g im Durchschnitt für die partielle MWGT geführt hat. Nichtsdestotrotz, sind die Trocknungskinetiken der partiellen MWGT repräsentativ für den ersten Teil der kompletten MWGT. Ein weiterer Vorteil der partiellen MWGT ist die Möglichkeit zur Evaluierung der Trocknungshomogenität. Dies ist für die komplette MWGT nicht möglich, da die Restfeuchte gegen Ende der Trocknung gegen den Wert im Gleichgewicht konvergiert.

Die partielle MWGT kann demnach verwendet werden, um Parameterstudien bezüglich des Einflusses von Mikrowellenleistung und Mikrowellenfrequenz durchzuführen, da die Repräsentativität der partiellen MWGT für den vollständigen Prozess gezeigt wurde.

Vorversuche zeigten, dass für das Modellprodukt Tylosegel lediglich spezifische Vorwärtsleistungen im Bereich von bis zu 0,167 W/g möglich waren, in dem die Leistung dann variiert wurde. Abbildung 25 zeigt die Trocknungskinetiken für die Variation der spezifischen Vorwärtsleistung, die proportional in spezifischen dissipierten Leistungen im Bereich 0,047 W/g bis 0,143 W/g resultiert. Die durchschnittliche spezifische dissipierte Leistung korreliert direkt mit der eingestellten Vorwärtsleistung, da die durchschnittliche Energieeffizienz relativ konstant bei 77,7 % bis 80,3 % lag. Die Tendenz zu kürzerer Trocknungszeit bzw. höherer Trocknungsrate mit steigender dissipierter Leistung ist deutlich zu erkennen. Dies deckt sich mit der Literatur zur Variation der Mikrowellenleistung in der MWGT [54, 2].

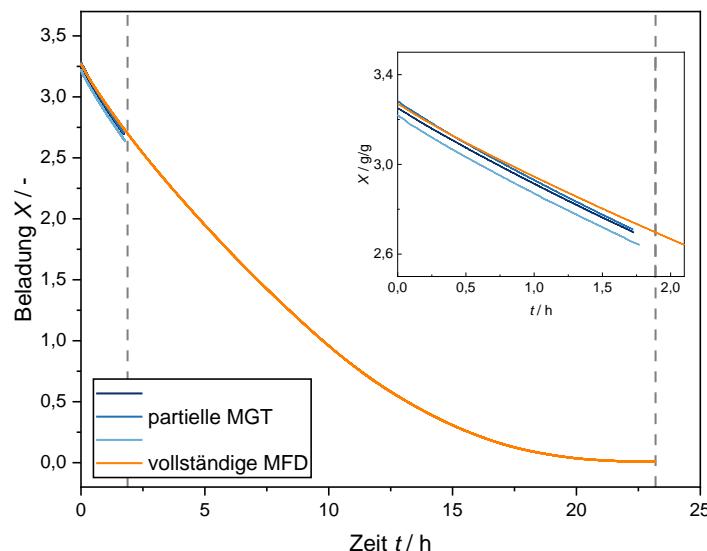


Abbildung 24: Trocknungskinetik der partiellen MWGT im Vergleich zur vollständigen MWGT mit dem Kontrollkonzept 6EF. Die gestrichelten Linien markieren den Zeitpunkt, an dem die vollständige MWGT die Abbruchkriterien  $\frac{m_{H_2O}}{m_{H_2O,0}} = 0,8$  und  $m < 0,25 \text{ g/h}$ . erreicht. Die eingefügte Grafik zeigt die ersten beiden Stunden der MWGT.

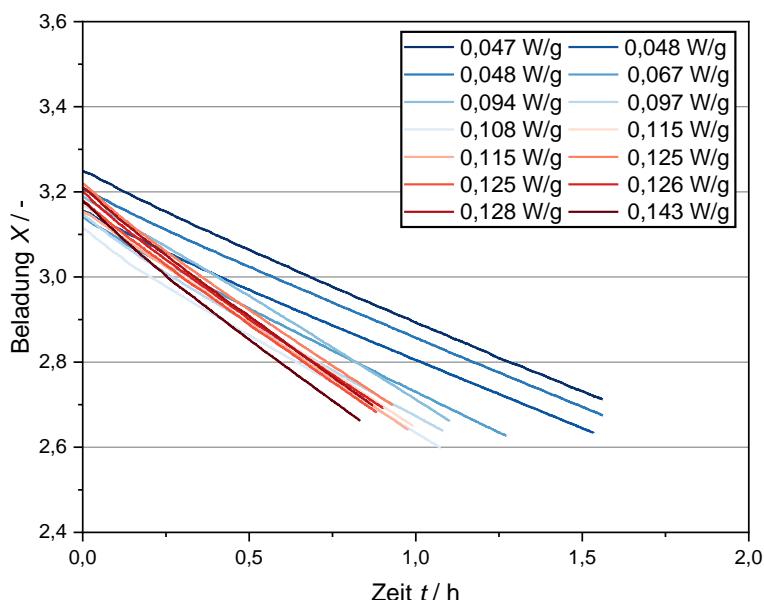


Abbildung 25: Trocknungskinetiken zu den Experimenten der Parameterstudie zur Mikrowellenleistung. Die Beladung  $X$  gibt die vorhandene Wassermasse pro Trockenmasse an. Die angegebenen Leistungen in der Legende sind die durchschnittliche spezifische dissipierte Leistung für jedes Experiment.

In Abbildung 26 ist die Prozesszeit (für die Teiltrocknung) in Abhängigkeit der durchschnittlichen spezifischen dissipierten Leistung dargestellt. Neben den experimentellen Daten sind isenthalpe Linien aufgetragen. Die entsprechende rote Linie markiert die Sublimationsenthalpie, während die blaue Linie zusätzlich die Enthalpien für die Erwärmung der trockenen Produktmatrix und des Wasserdampfs auf Umgebungstemperatur berücksichtigt. Alle gemessenen Datenpunkte sollten sich in dem grau markierten Bereich zwischen den Isenthalpen befinden, wenn man davon ausgeht, dass die Energie nur durch

Mikrowellen zugeführt wird und die gesamte Energie zur Bereitstellung der Sublimationsenthalpie oder zur Erwärmung des Produkts verwendet wird. Diese Annahmen sind offensichtlich nicht erfüllt, da sich kein Datenpunkt innerhalb des grauen Bereichs befindet. Bei niedrigen Leistungen wird in der Prozesskammer weniger elektromagnetische Energie abgeführt, als für die Sublimation erforderlich ist. Andererseits wird bei mittlerer bis hoher Leistung mehr Energie in der Prozesskammer abgeleitet, als zur Erwärmung des Wasserdampfs und der trockenen Produktmatrix zusätzlich zur Bereitstellung der Sublimationsenthalpie erforderlich ist. Die Ursachen sind wahrscheinlich der Energieeintrag durch thermische Strahlung bei niedrigen dissipierten Leistungen und die Dissipation von Mikrowellenleistung außerhalb des Produktes bei hohen Feldstärken, bspw. als induzierte Wandströme, als Leckstrahlung oder in der Produkthalterung und Dichtungen.

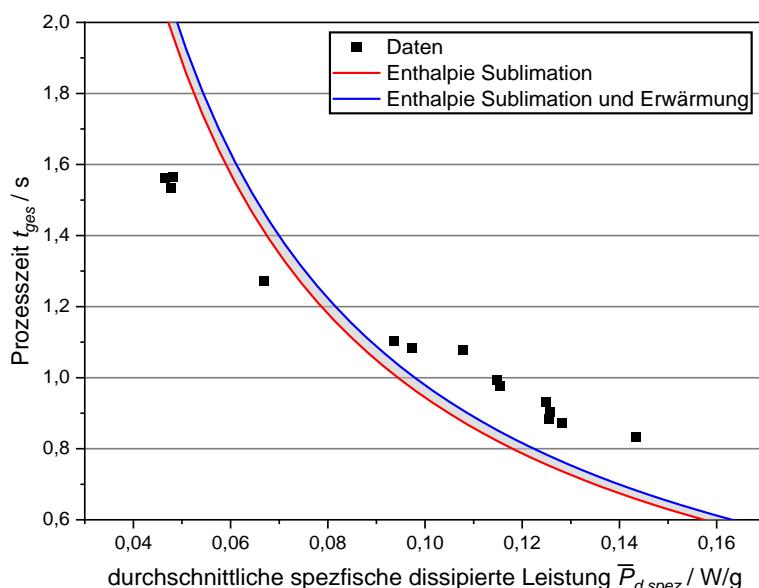


Abbildung 26: Prozesszeit der MWGT in Abhängigkeit der durchschnittlichen spezifischen dissipierten Leistung. Die rote Linie markiert die Position, an der die durchschnittlich erforderliche Sublimationsenthalpie durch Mikrowellen bereitgestellt wird. Die blaue Linie berücksichtigt zusätzlich die Energie, die im Durchschnitt für die Erwärmung der getrockneten Produktmatrix und des Wasserdampfs auf Raumtemperatur erforderlich ist und nur durch Mikrowellen bereitgestellt wird.

Abbildung 27 zeigt die standardisierte Restfeuchte zu den Versuchen in der MWGT für die Experimente zur Parameterstudie der Mikrowellenleistung. In Abbildung 27A ist die Abhängigkeit von der spezifischen dissipierten Leistung dargestellt, während Abbildung 27B die Abhängigkeit von der Probenposition gezeigt ist. Die Leistungsstufen lassen keinen Einfluss der Mikrowellenleistung auf die Spanne der standardisierten Restfeuchte in Abbildung 27A erkennen. Auffällig ist, dass es ab einer Leistung von 0,075 W/g zu Ausreißern in der standardisierten Restfeuchte kommt, die mit einem so genannten Puffing einzelner Proben verbunden ist.

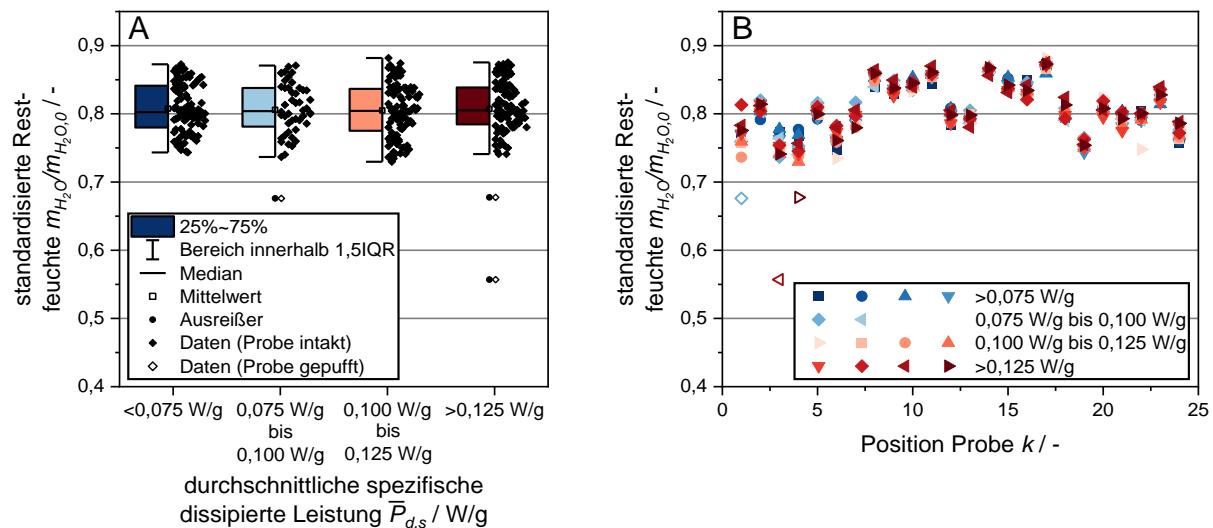


Abbildung 27: (A) Standardisierte Restfeuchte in Abhängigkeit der durchschnittlichen spezifischen dissipierten Leistung für die Experimente der Parameterstudie zur Mikrowellenleistung. (B) Standardisierte Restfeuchte aufgetragen gegen die Position der Proben, gruppiert nach den Werten der durchschnittlichen spezifischen dissipierten Leistung. Leere Symbole markieren Proben, deren makroskopische Struktur durch Puffing beeinträchtigt wurde. Die Probenposition  $k$  beschreibt die Platzierung der Proben in der  $6 \times 4$  Anordnung, beginnend mit der oberen linken Position und fortschreitend durch die Spalten der aufeinanderfolgenden Reihen.

Exemplarisch ist eine intakte und eine gepuffte Probe in Abbildung 28 dargestellt.

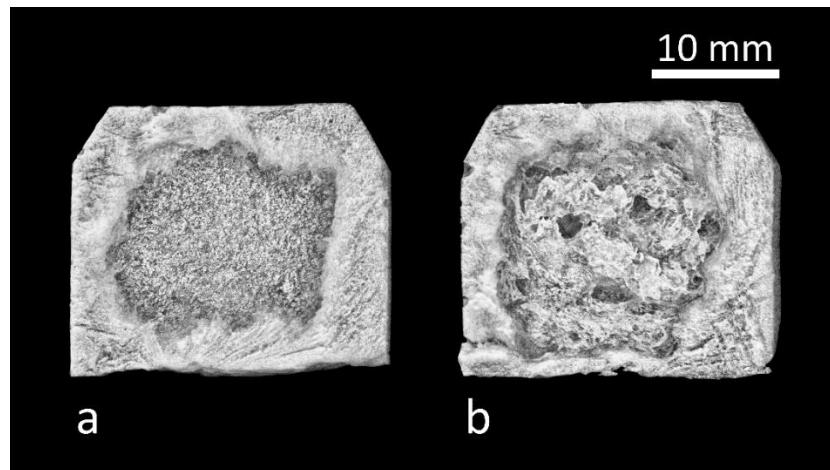
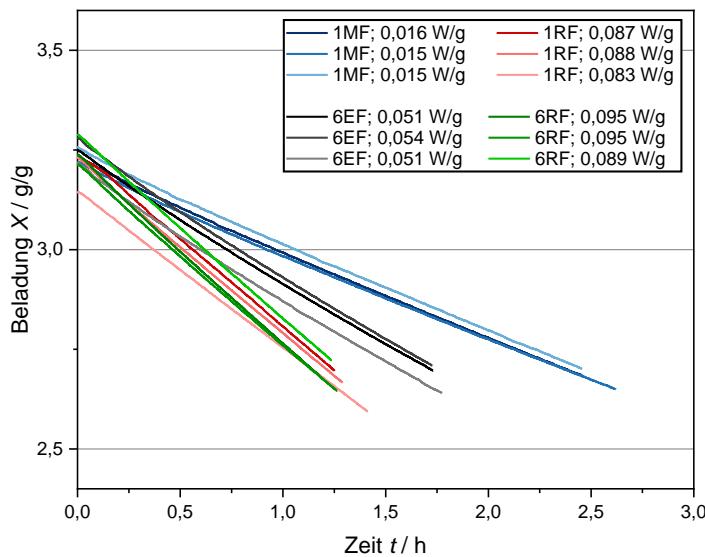


Abbildung 28: Exemplarische Bilder von Tylosegelproben in Graustufen: (a) intakte Probe (b) gepuffte Probe. Während beide Proben eine feinporige Struktur in der getrockneten äußeren Schicht aufweisen, sind nur bei der gepufften Probe große Poren im Zentrum zu erkennen.

Bei einer hohen dissipierten Mikrowellenleistung in einzelnen Proben kommt es vermutlich zu einem Schmelzen des ausgefrorenen Wassers. Aufgrund der relativ hohen dielektrischen Eigenschaften des flüssigen Wassers im Vergleich zu Eis wird im Anschluss vermehrt Mikrowellenenergie absorbiert, was zu einem Anstieg des Dampfdrucks im Inneren der Proben führt. Wenn die Produktmatrix dem steigenden Dampfdruck nicht standhalten kann, kommt es zu makroskopischen Schäden der Produktstruktur, die als Puffing bezeichnet werden. In den Experimenten kommt es speziell bei hohen spezifischen dissipierten Leistungen >0,125 W/g zu Puffing, was im Einklang mit der vermuteten

Ursache eines Aufschmelzens der Proben steht. Wie aus Abbildung 27b zu erkennen, kommt es ausschließlich in den Proben 1 bis 4 zu Puffungen, was einen zeitlich gemittelten Hotspot in diesem Bereich nahelegt.

Die Trocknungskinetiken der Studie zur Frequenzmodulation sind in Abbildung 29 dargestellt. Es zeigt sich ein erheblicher Einfluss der genutzten frequenzbasierten Steuerungskonzepte auf die Trocknungskinetik. Generell gilt für die Trocknungsarten  $\dot{m}_{1MF} < \dot{m}_{6EF} < \dot{m}_{1RF} \approx \dot{m}_{6RF}$ . Die Reihenfolge zwischen den Steuerungskonzepten ist analog zu der durchschnittlichen spezifischen dissipierten Leistung  $\bar{P}_{d,s,1MF} < \bar{P}_{d,s,6EF} < \bar{P}_{d,s,1RF} \approx \bar{P}_{d,s,6RF}$ , die ebenfalls in Abbildung 29 dargestellt ist. Dies weist auf eine Korrelation dieser beiden Prozessparameter hin. Es scheint so, als ob durch die Steuerungskonzepte wesentlicher Einfluss auf die durchschnittliche spezifische dissipierte Leistung genommen werden kann, die wiederum in einer höheren Trocknungsrate resultiert. Die Beeinflussung der dissipierten Leistung hing für die frequenzbasierten Steuerungskonzepte mit der durchschnittlichen Energieeffizienz zusammen. Für die Steuerungskonzepte 1MF, 6EF, 1RF und 6RF belief sich diese respektive auf 24,6 %, 52,1 %, 92,4 %, und 83,6 %.



*Abbildung 29: Trocknungskinetiken der frequenzbasierten Regelungskonzepte in der Parameterstudie zur Mikrowellenfrequenz. Die Legende enthält die frequenzbasierten Regelungskonzepte und die durchschnittliche spezifische dissipierte Leistung für jedes Experiment.*

Als alternative Darstellung zu Abbildung 29 ist in Abbildung 30 die Prozesszeit bis zum Abbruchkriterium über den angewandten Steuerungskonzepten aufgetragen. Die Blasengröße im Diagramm korreliert mit der durchschnittlichen spezifischen dissipierten Leistung. Es lassen sich die gleichen Zusammenhänge bezüglich Trocknungsrate bzw. Prozesszeit und der spezifischen dissipierten Leistung erkennen.

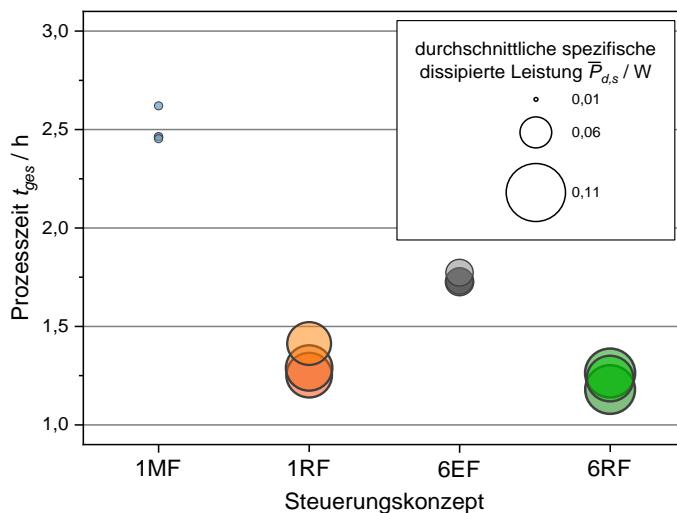
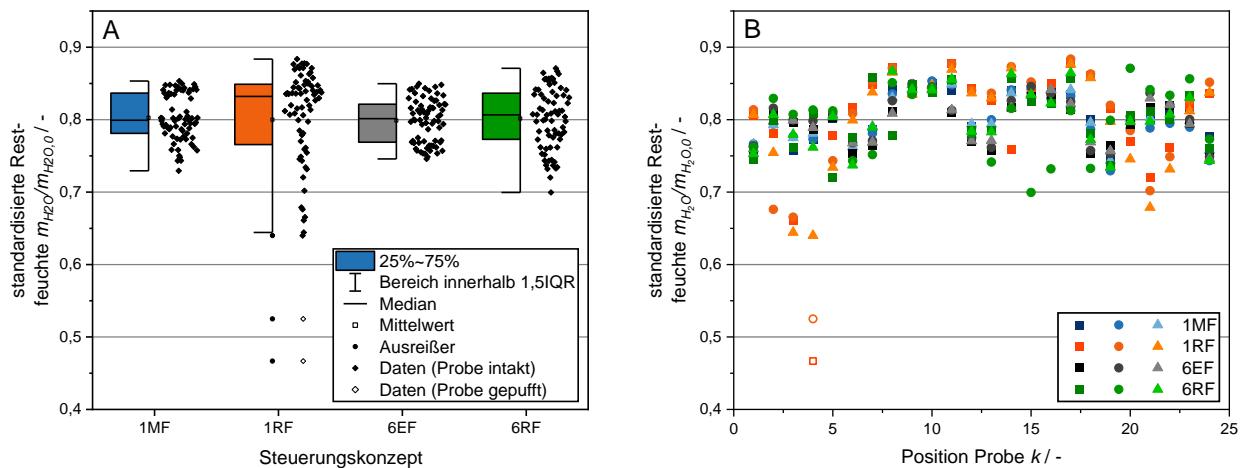


Abbildung 30: Prozesszeiten der MWGT in Abhängigkeit des angewandten frequenzbasierten Steuerungskonzepts. Die Blasengröße gibt die durchschnittliche spezifische dissipierte Leistung an.

In Abbildung 31 ist die standardisierte Restfeuchte zu den Versuchen in der Experimente in der Parameterstudie zur Parameterstudie der Mikrowellenfrequenz dargestellt, in Abbildung 31A in Abhängigkeit des Steuerungskonzeptes und in Abbildung 31B in Abhängigkeit der Position der Proben. Im Gegensatz zur Mikrowellenleistung wirkt sich die Mikrowellenfrequenz erheblich auf die Spanne der Restfeuchten aus. Die Anwendung mehrerer Frequenzen anstelle einer Frequenz führte bei ähnlicher dissipierter Leistung zu einer höheren Trocknungshomogenität. Genauer sind dies 1MF im Vergleich zu 6EF und 1RF im Vergleich zu 6RF. Ausschließlich bei 1RF trat in den Experimenten Puffing auf, obwohl die dissipierte Mikrowellenleistung geringer war als bei 6RF (vgl. Abbildung 30). Dies deutet auf eine gleichmäßigere Leistungsabgabe im zeitlichen Mittel hin, wenn mehrere Frequenzen verwendet werden. Auffällig ist die geringere Spanne der Restfeuchten für 1MF im Vergleich zu 6RF, obwohl beim 6RF mehrere Frequenzen genutzt werden, was zu einer höheren Trocknungshomogenität führen sollte. Ursache für diesen Unterschied ist wahrscheinlich die erheblich längere Trocknungszeit für 1MF, in der sich ein Gleichgewicht zwischen den Proben durch thermische Strahlung zu einem höheren Maß einstellen kann.



*Abbildung 31: (A) Standardisierte Restfeuchte in Abhängigkeit der durchschnittlichen spezifischen dissipierten Leistung für die Experimente der Parameterstudie zur Mikrowellenfrequenz. (B) Standardisierte Restfeuchte aufgetragen gegen die Position der Proben, gruppiert nach den Werten der durchschnittlichen spezifischen dissipierten Leistung. Leere Symbole markieren Proben, deren makroskopische Struktur durch Puffing beeinträchtigt wurde. Die Probenposition  $k$  beschreibt die Platzierung der Proben in Analogie zu Abbildung C5.*

### Durchgeführte Arbeiten im Jahr 2024

Um die Funktion der Mikrowellen-Gefriertrocknung (MWGT) zu verbessern, wurde ein Steueralgorithmus für die Frequenzanpassung beim Trocknen von Modell-Lebensmittel-samples (Tylosegel) entwickelt und die Ergebnisse wurden mit der konventionellen Gefriertrocknung (GT) verglichen. Zu diesem Zweck wurden MWGT und GT-Prozesse in der Prozesskammer durchgeführt, die in AP 5.1 beschrieben wurde.

#### *Frequenzregulationsalgorithmus*

Im Arbeitspaket 5.2 wurde ein Frequenz-Sweep im Bereich von 2,4 bis 2,5 GHz durchgeführt, 10 Minuten nachdem Vakuum auf die Prozesskammer angewendet wurde, um die Resonanzfrequenzen für den weiteren Trocknungsprozess zu identifizieren. Anschließend begann der Trocknungsprozess mit den ermittelten Resonanzfrequenzen für eine Dauer von 20 Minuten. Basierend auf den Ergebnissen dieser Untersuchung wurde festgestellt, dass Frequenzanpassungen in Intervallen von weniger als 30 Minuten erforderlich sind (siehe Abbildung 16). Da ein vollständiger Frequenz-Sweep jedoch 10 Minuten dauert, würde dessen Durchführung alle 30 Minuten zu erheblichen Unterbrechungen des Trocknungsprozesses führen und die Effizienz erheblich beeinträchtigen. Um diese Einschränkung zu überwinden, wurde ein neuer Algorithmus zur Frequenzanpassung entwickelt, der sich ausschließlich auf die Nachverfolgung und Anpassung innerhalb des Bereichs der Resonanzfrequenzen konzentriert. Dieser Ansatz ermöglicht eine schnelle Frequenzdetektion, minimiert Prozessunterbrechungen und gewährleistet eine optimale Trocknungsleistung.

Die Ergebnisse eines beispielhaften Frequenzsweeps sind auf der linken Seite in Abbildung 32 dargestellt. Alle Prozesscharakterisierungen wurden dreimal wiederholt. Die endgültigen RFs wurden als arithmetisches Mittel der drei erhaltenen RFs berechnet.

Die Anwendung von Mikrowellen markierte den Beginn der Prozesszeit. Die für alle Experimente festgelegten Prozessspezifikationen waren eine Vorwärtsleistung von 50 W und ein Aktivierungsverhältnis von 0,5. Letzteres beschreibt das Zeitverhältnis, in dem das SSG aktiv war, wenn jede Frequenz für 10 s angewendet wurde. Wenn mehrere Frequenzen verwendet wurden, wurden die Frequenzen in einer Schleife in aufsteigender Reihenfolge angewendet. Die folgenden frequenzbasierten Steuerkonzepte wurden untersucht:

- Einzelne Konstante Frequenz (**1CF**) – konstante Frequenz von 2420 MHz,
- Sechs Äquidistante Frequenzen (**6EF**) – sechs konstante Frequenzen von 2400 MHz bis 2500 MHz in einem Intervall von 20 MHz,
- Sechs Minimale Resonante Frequenzen (**6RFmin**) – sechs RFs, die die niedrigsten Energieeffizienzen anzeigen, gezielt während der MFD angepasst,
- Sechs Maximale Resonante Frequenzen (**6RFmax**) – sechs RFs, die die höchsten Energieeffizienzen anzeigen, gezielt während der MFD angepasst.

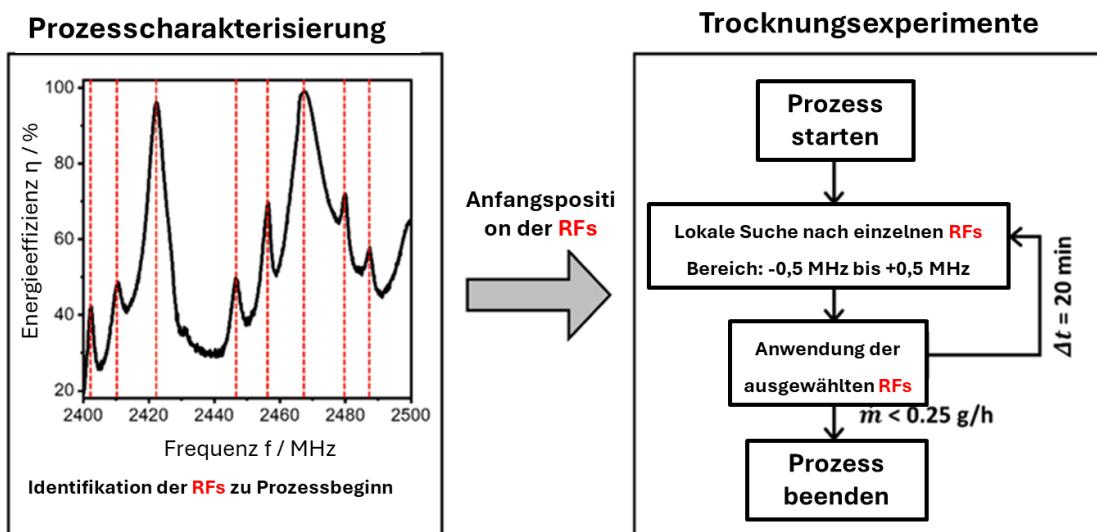


Abbildung 32: Flussdiagramm der Frequenzanpassung während MFD-Experimenten im Kontext der Prozesscharakterisierung.

Der Hauptfokus der Untersuchungen lag auf den Steuerungskonzepten 6RFmin und 6RFmax, bei denen die Mikrowellenfrequenz in Echtzeit basierend auf dem Produktzustand moduliert wurde. In AP 4.2 haben elektromagnetische Simulationen die potentiellen Vorteile ähnlicher Steuerungskonzepte gezeigt, die auf der Anwendung mehrerer RFs basieren.

Die verbleibenden Steuerungskonzepte, 1CF und 6EF, behielten während des gesamten Trocknungsprozesses konstante Frequenzen bei, was Vergleiche mit Benchmark-Prozessen ermöglichte. Insbesondere wurde 6EF aufgrund seiner Entsprechung in der Anzahl der angewendeten Frequenzen zu 6RFmin und 6RFmax ausgewählt, während 1CF die einfachste Anwendung der Mikrowellenfrequenz darstellt. Darüber hinaus ermöglichte der erhebliche Unterschied in der Energieeffizienz zwischen 6RFmin und 6RFmax die Bewertung des Einflusses auf die Energieeffizienz oder dissipierte Leistung innerhalb der Steuerungskonzepte, die eine Echtzeitfrequenzmodulation verwenden. MWGT wurde beendet, wenn die Trocknungsrate  $m'$  weniger als 0,25 g/h betrug, berechnet über 1 Stunde.

Abbildung 32 zeigt einen Ansatz zur Echtzeit-Frequenzanpassung, der für 6RFmin und 6RFmax entwickelt wurde, um eine regelmäßige Aktualisierung der Resonanzfrequenzen (RFs) während des Trocknungsprozesses auf effiziente Weise zu ermöglichen.

Die initialen RFs, die in der Prozesscharakterisierung ermittelt wurden, dienten als Eingabewerte für den Regelungsalgorithmus. Zu Beginn des Prozesses wurde der Frequenzbereich um alle RFs lokal auf maximale Energieeffizienz untersucht. Dieser Bereich erstreckte sich von -0,5 MHz bis +0,5 MHz um jede RF in einem Intervall von 0,1 MHz. Die Frequenzen mit der höchsten Energieeffizienz wurden als neue RFs gespeichert. Anschließend wurden die aktuellen RFs für den Trocknungsprozess ausgewählt.

Die sechs RFs mit der geringsten Energieeffizienz wurden für das Regelungskonzept 6RFmin angewendet, während die sechs RFs mit der höchsten Energieeffizienz für 6RFmax genutzt wurden. Alle 20 Minuten wurde die Frequenzsuche wiederholt und die aktualisierten RFs erneut in den Prozess integriert, analog zur Vorgehensweise zu Beginn des Trocknungsprozesses.

### *Trocknungsverfahren*

Die Prozesscharakterisierung der MWGT wurde durchgeführt, um die anfänglichen RFs zu bestimmen, die die Energiezufuhr aller RFs kombinieren. RFs werden hier als Frequenzen definiert, die ein lokales Maximum in der Energieeffizienz aufweisen. Vierundzwanzig gefrorene Quader aus Tylosegel wurden zentral auf der Produktunterstützung mit einem Abstand von 5 mm platziert, wie in Abb. 28 dargestellt. Faseroptische Temperatursensoren wurden zentral in den Proben 4, 6 und 10 positioniert, in denen während der Probenvorbereitung Löcher gebohrt wurden.

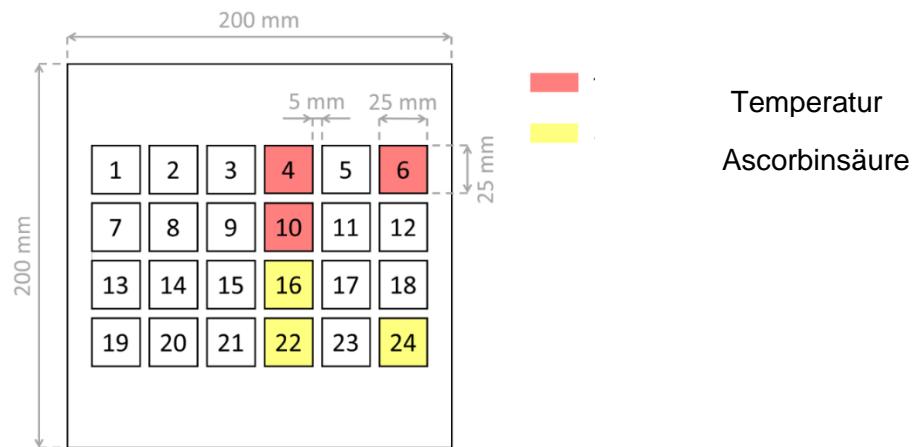


Abbildung 33: Anordnung der Proben auf der Produktunterstützung für MFD. Proben, die mit faseroptischen Temperatursensoren ausgestattet sind, sind rot markiert, und Proben zur Bestimmung des Ascorbinsäuregehalts sind gelb markiert. Die Proben in der untersten Reihe befinden sich neben der vorderen Tür der Prozesskammer. Die Proben wurden zentral auf dem Wärmetauscher in derselben Anordnung für die CFD platziert.

Anschließend wurde die Prozesskammer luftdicht versiegelt und das Ventil zur Vakuumpumpe geöffnet. Die Anwendung der Mikrowellen begann 10 Minuten nach der Vakumanwendung. Ein Frequenzsweep im Bereich von 2400 MHz bis 2500 MHz wurde mit einem Intervall von 0,1 MHz und der minimal erreichbaren Vorwärtsleistung von 50 W durchgeführt. Aus der reflektierten Leistung  $P_r$  und der Vorwärtsleistung  $P_f$ , die durch das SSG überwacht wurden, wurde die Energieeffizienz  $\eta$  berechnet mit Formula 11.

Die Spezifikationen für CFD wurden in Vorversuchen unter Verwendung der Kriterien für eine vollständige und schnelle Trocknung ohne Beeinträchtigung der Produktqualität festgelegt. Die Thermostattemperatur wurde anfänglich auf -5 °C als minimal geeignete Temperatur eingestellt, um das Schmelzen der Proben durch Kontakt mit dem heißen Regal zu verhindern. Die Proben wurden zentral auf dem Wärmetauscher platziert, wobei die Positionen der Probe und der Temperatursensoren in Abbildung 33 dargestellt sind. Nach einer Vakumanwendung von 10 Minuten wurde das Thermostat auf 70 °C eingestellt, was den Beginn der Prozesszeit anzeigen sollte. Sobald alle Temperatursensoren über einen Zeitraum von 20 Minuten eine Temperaturdifferenz von weniger als 2 K/h erreichten, wurde der Prozess um 20 % der aktuellen Prozessdauer verlängert, bevor er beendet wurde. Alle Trocknungsversuche wurden mindestens doppelt durchgeführt.

## Energieeffizienz

Abbildung 34a zeigt die Energieeffizienz in Abhängigkeit von der Zeit, um die Übertragbarkeit dieser Ergebnisse auf den gesamten MWGT-Prozess zu bewerten. In allen Experimenten nahm die Energieeffizienz während der Trocknung tendenziell ab. Die höchsten Energieeffizienzen wurden mit 6RFmax und 6RFmin erreicht, die durchschnittlich 64,63 % bzw. 43,62 % betragen. Die Kontrollkonzepte 6EF und 1CF folgten mit 40,12 % bzw. 37,49 %.

Die gezielte Anwendung von Frequenzen durch die Echtzeit-Anpassung bei 6RFmax führte zu einer absoluten Steigerung der Energieeffizienz um 24,51 % im Vergleich zu 6EF, bei dem die gleiche Anzahl von Frequenzen verwendet, aber konstant gehalten wurde. Bei den Kontrollkonzepten mit Frequenzanpassung, 6RFmin und 6RFmax, traten periodische Sprünge in der Energieeffizienz auf – jeweils alle 20 Minuten direkt nach der RF-Suche. Kleine Sprünge resultierten vermutlich aus geringfügigen Frequenzanpassungen, während größere Sprünge durch die Anwendung eines geänderten RF-Sets verursacht wurden. Dies trat insbesondere auf, wenn lokale Maxima der Energieeffizienz verloren gingen oder erneut erkannt wurden. Der Austausch zuvor genutzter RFs durch andere mit deutlich höherer oder niedrigerer Energieeffizienz führte vermutlich zu diesen stärkeren Schwankungen.

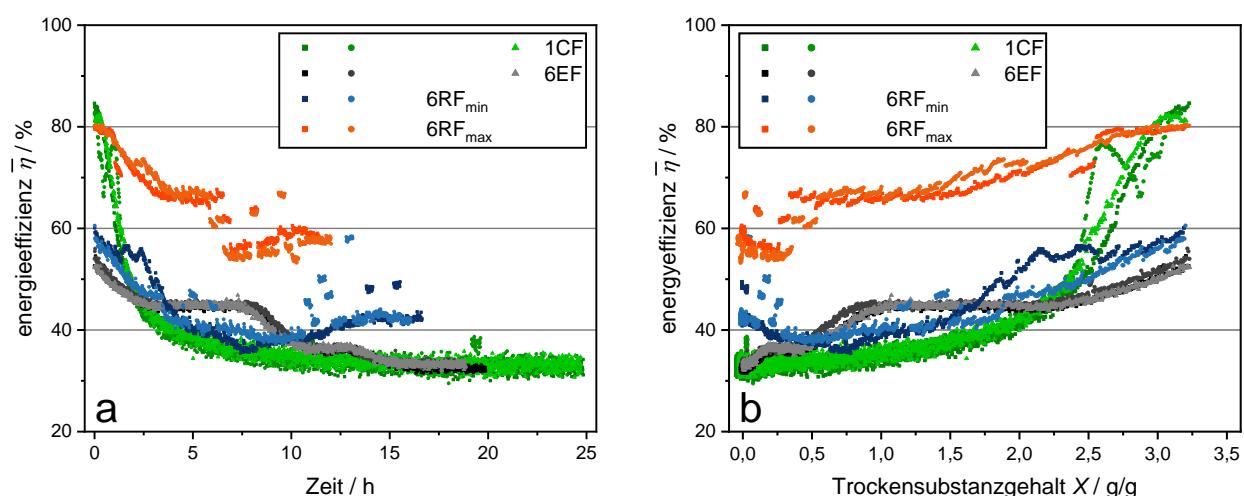


Abbildung 34: (a) Energieeffizienz in Abhängigkeit von der Prozesszeit für die angewendeten Kontrollkonzepte in MFD. (b) Energieeffizienz in Abhängigkeit vom Trockensubstanzgehalt. Die Energieeffizienz der Frequenzyzyklen in 6EF, 6RF<sub>min</sub> und 6RF<sub>max</sub> wurde als Durchschnitt der einzelnen Frequenzen berechnet.

Abbildung 34b zeigt die durchschnittliche Energieeffizienz in Abhängigkeit vom Trockensubstanzgehalt, um die Abhängigkeit der Energieeffizienz vom Produktzustand zu verdeutlichen. Die Anwendung von 6RFmax führte generell zur höchsten Energieeffizienz während des gesamten MWFT-Prozesses, insbesondere bei einem Feuchtegehalt von

weniger als 2,5 g/g. Im Gegensatz dazu erreichte 6RFmin eine ähnliche Gesamtenergieeffizienz wie die Kontrollkonzepte ohne Frequenzanpassung. Ein Vergleich zwischen 6RFmax und 6RFmin zeigt, dass die Anwendung von Resonanzfrequenzen die Energieeffizienz über einen weiten Bereich während des Trocknungsprozesses anpassen kann. Dies ist besonders am Ende der Trocknung bei niedrigem Feuchtegehalt vorteilhaft. In diesem Stadium ist die Energieeffizienz am niedrigsten, wenn konstante Frequenzen in 1CF und 6EF verwendet werden. Die besonders geringe Energieeffizienz ist wahrscheinlich auf die niedrigen dielektrischen Eigenschaften des getrockneten Tylosegels im Vergleich zum gefrorenen Zustand zurückzuführen, wie in AP 4.2 beschrieben. Die flexible Festkörpertechnologie kann zur weiteren Feinabstimmung genutzt werden, um die Energieeffizienz gezielt zwischen den Werten von 6RFmin und 6RFmax einzustellen, indem unterschiedliche Kombinationen von RFs verwendet werden. Beispielsweise könnte die Anwendung einer maximalen Anzahl von RFs zu einem besonders homogenen Trocknungsprozess führen. Eine weitere Steigerung der Energieeffizienz wäre zudem durch eine stärkere Gewichtung der hoch energieeffizienten RFs möglich, indem diese Frequenzen über einen längeren Zeitraum aktiviert werden.

Im Vergleich zur durchschnittlichen Energieeffizienz von 43,6 % bei MWGT mit 6RFmin erreichte der Prozess mit 6EF einen ähnlichen Wert von 40,1 %, was einer relativen Abweichung von 8,7 % entspricht. Die Prozessdauer variierte zwischen 16,32 h für den 6RFmin-Prozess und 18,97 h für den 6EF-Prozess, was einer Abweichung von 14 % entspricht. Diese Diskrepanz kann teilweise durch unterschiedliche Vorwärtsleistungen bei verschiedenen Frequenzen erklärt werden, da die multiplizierte Vorwärtsleistung mit der Energieeffizienz die dissipierte Leistung ergibt. Studien zeigen eine Korrelation zwischen der dissipierten Leistung und der Heizleistung bei mikrowellenunterstütztem Erhitzen sowie mit der Trocknungskinetik bei MWGT [90, 111]. Leider lieferte das verwendete SSG eine frequenzabhängige Vorwärtsleistung, was zu unterschiedlichen Leistungsverlusten in den Experimenten führte. Abbildung 35 zeigt die dissipierte Leistung, normiert auf das Probengewicht zu Beginn des MWGT-Prozesses, in Abhängigkeit von der Prozesszeit. Die Unterschiede in der relativen Position der Experimente zwischen Abbildung 35 und Abbildung 34a lassen sich auf Schwankungen der Vorwärtsleistung während der Experimente zurückführen. Abgesehen von der Energieeffizienz ist die Vorwärtsleistung der einzige Parameter, der die dissipierte Leistung beeinflusst.

Um die Wechselwirkungen zwischen den Mikrowellenparametern weiter zu untersuchen, sind in Tabelle 9 die durchschnittliche spezifische Vorwärtsleistung, die durchschnittliche

Energieeffizienz und die durchschnittliche spezifische dissipierte Leistung für alle Experimente aufgeführt. Sowohl die spezifische dissipierte Leistung als auch die Energieeffizienz variieren je nach Regelungskonzept. Die spezifische Vorwärtsleistung ist zwischen 1CF und 6EF sowie zwischen 6RFmin und 6RFmax vergleichbar. Daher muss der Unterschied in der Vorwärtsleistung bei der Analyse der Auswirkungen auf den Prozess berücksichtigt werden, insbesondere beim Vergleich der beiden Gruppen von angepassten und nicht angepassten Regelungskonzepten. Beispielsweise sind die unterschiedlichen Prozessdauern von 6RFmin und 6EF bei ähnlicher Energieeffizienz auf Unterschiede in der Vorwärtsleistung zurückzuführen. Trotz dieser Einschränkungen zeigt der deutliche Unterschied in der Energieeffizienz zwischen 6RFmax und den übrigen Regelungskonzepten, dass die Mikrowellenfrequenz die Umwandlung elektromagnetischer Energie in Wärme beeinflusst und somit den Trocknungsprozess beeinflusst.

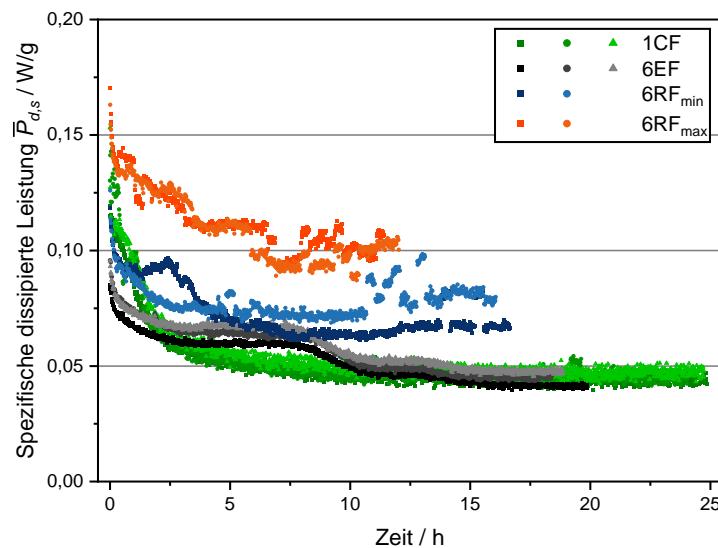


Abbildung 35: Dissipierte Leistung, normiert auf die Probenmasse zu Beginn der MWGT, als Funktion der Prozesszeit für die angewandten Regelungskonzepte in der MWGT. Die spezifische dissipierte Leistung der Frequenzschleifen in 6EF, 6RFmin und 6RFmax wurde als Durchschnitt der einzelnen Frequenzen berechnet.

Tabelle 9: Durchschnittswerte der mikrowellenbezogenen Prozessparameter in allen Experimenten der MWGT

Steuerkonzept	Durchschnittliche spezifische Vorwärtsleistung $\bar{P}_{f,s}$ / W	Durchschnittliche Energieeffizienz $\bar{\eta}$ / %	Durchschnittliche spezifische dissipierte Leistung $\bar{P}_{d,s}$ / W
1CF	0.135; 0.137; 0.143	37.1; 37.6; 37.7	0.050; 0.052; 0.054
6EF	0.126; 0.133; 0.140	39.6; 40.8; 40.1	0.052; 0.057; 0.059
6RF <sub>min</sub>	0.173; 0.188	43.3; 44.0	0.073; 0.079
6RF <sub>max</sub>	0.181; 0.180	64.9; 64.3	0.112; 0.109

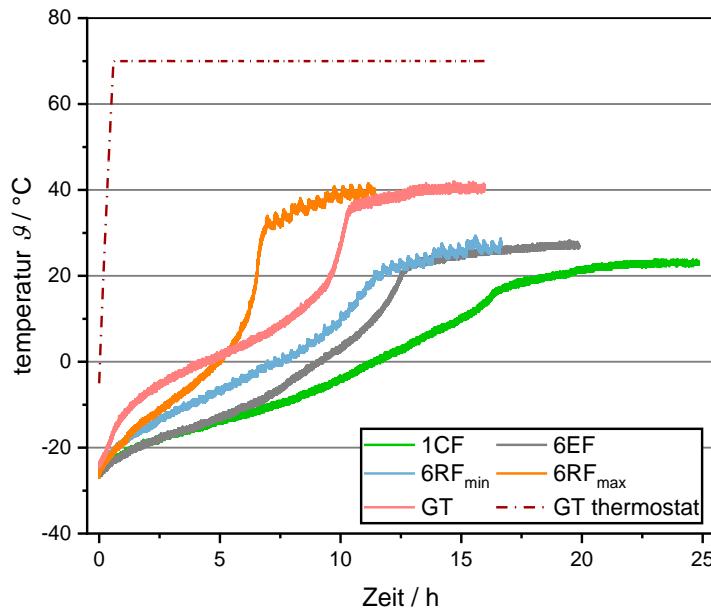
### *Probentemperatur*

Erwartet wird, dass eine höhere dissipierte Mikrowellenleistung zu höheren Temperaturen der Proben führt. Abbildung 36 zeigt die Temperatur der Probe 6 in der Ecke der Anordnung in Abhängigkeit von der Prozesszeit. Die vermutliche Ursache ist die Wärmestrahlung von den Wänden der Prozesskammer, wie in früheren Arbeiten angegeben [90]. Zur besseren Übersichtlichkeit wird nur ein Experiment jedes Prozesses gezeigt. Die Proben in der GT zeigten die größten Abweichungen zwischen den experimentellen Wiederholungen, vermutlich aufgrund der variierenden Kontaktfläche zwischen den leicht unebenen Proben und dem Wärmetauscher. Die Temperaturverläufe sind typisch für MWGT [2]. Die Temperatur steigt zunächst relativ schnell an, sobald Mikrowellenenergie angewendet wird. Es folgt eine Phase mit langsam ansteigender Temperatur aufgrund der Energie, die für die Bereitstellung der latenten Sublimationsenthalpie benötigt wird. Danach nimmt die Temperaturänderungsrate zu, da die abnehmende Sublimation weniger Energie erfordert, bevor die trockenen Proben eine Gleichgewichtstemperatur erreichen. In diesem Zustand sind die dissipierte Mikrowellenleistung und die Wärmeverluste aufgrund von Wärmestrahlung und Wärmeleitung etwa gleich.

Es wurden periodische Temperatursprünge beobachtet, als die Frequenzen in 6RFmin oder 6RFmax angepasst wurden, die den beobachteten Sprüngen in der Energieeffizienz entsprachen. Daher führte die Erhöhung der Energieeffizienz zu einem höheren Leistungsverlust innerhalb der Proben – die Leistung wurde nicht einfach anderswo dissipiert, z. B. im Koaxialkabel oder als Wandverluste.

Die dissipierte Leistung, standardisiert auf die Masse der Proben zu Beginn der MWGT und über die jeweiligen Experimente gemittelt, nimmt in der Reihenfolge 1CF, 6EF, 6RFmin und 6RFmax zu und beträgt 0,052 W/g, 0,056 W/g, 0,076 W/g und 0,111 W/g. Entsprechend den Erwartungen korrelierte eine höhere spezifische Leistungsabsorption mit einer höheren Produkttemperatur während der gesamten MWGT, wie in Abbildung 36 gezeigt. Die maximalen Proben-Temperaturen aller MFD-Experimente betrugen 23,7 °C, 29,0 °C, 33,6 °C und 43,8 °C für 1CF, 6EF, 6RFmin und 6RFmax. Daher ist die maximale Temperatur auch mit der spezifischen dissipierten Leistung korreliert. Die maximale Temperatur trat jedoch in der letzten Phase der MWGT in allen Experimenten auf. Daher wird erwartet, dass sie nur durch die Leistungsabsorption in dieser Phase beeinflusst wird. Die maximale Temperatur für GT betrug 44,0 °C, was etwas höher war als die 43,8 °C für MWGT mit 6RFmax. Daher können wärmeempfindliche Produkte sowohl mit GT als auch mit MWGT aufgrund einer ähnlichen Temperaturbelastung behandelt wer-

den. Das endgültige Trocknen bei niedrigeren Temperaturen wird möglich, wenn die spezifische dissipierte Leistung in dieser Phase reduziert wird, wie das Verhalten der anderen MWGT-Kontrollkonzepte zeigt.



*Abbildung 36: Temperatur der Probe 6 in Abhängigkeit von der Prozesszeit für MFD- und CFD-Experimente. Ein Experiment ist für jeden Prozess gezeigt. Die durchgezogenen Linien markieren die Temperaturen, die innerhalb der Proben gemessen wurden. Die gestrichelt-punktierte Linie markiert die Thermostat-Temperatur im CFD.*

### Trocknungskinetik

Abbildung 37 zeigt die Trocknungsrate, normalisiert auf die Trockenmasse der Proben über die Zeit. Alle Kinetiken zeigen die höchste Trocknungsrate in den ersten Phasen, gefolgt von einem Rückgang über die Prozesszeit. Dieses Verhalten der Trocknungskinetik ist qualitativ konsistent mit der MWGT von Bananenscheiben [116] und Milchsäurebakterien [2].

Wie erwartet zeigt 6RFmax die höchsten Trocknungsrationen, da es der Prozess mit der höchsten durchschnittlichen spezifischen dissipierten Leistung ist. Die gestrichelten Linien in Abbildung 37 zeigen die Prozessdauer an, bei der die MWGT- und GT-Abbruchkriterien erfüllt wurden. Der Abschluss der GT dauerte im Durchschnitt 15,41 Stunden. Der einzige MWGT-Prozess mit kürzerer Dauer war 6RFmax mit 11,68 Stunden. 1CF, 6EF und 6RFmin führten zu längeren Dauern von 24,47 Stunden, 18,97 Stunden und 16,32 Stunden. Daher reduzierte 6RFmax die Prozesszeit um 24,2 % im Vergleich zu CGT und um 38,4 % im Vergleich zu 6EF, wobei die gleiche Anzahl von Frequenzen angewendet wurde, aber während der gesamten Trocknung konstant gehalten wurde. Somit wurde MWGT erfolgreich durch Frequenzmodulation intensiviert, um Trocknungszeiten unterhalb des Benchmark-Prozesses von GT zu erreichen.

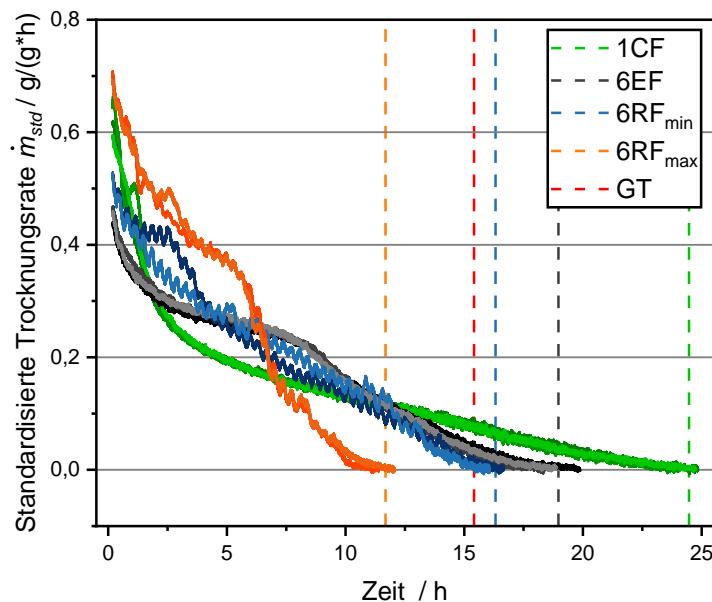


Abbildung 37: Trocknungsrate, standardisiert auf die Trockensubstanz der Proben, in Abhängigkeit von der Prozesszeit der MWGT für die angewendeten frequenzbasierten Steuerkonzepte. Gepunktete Linien markieren die durchschnittliche Dauer des Trocknungsprozesses für MWGT und GT, während die durchgezogenen Linien in den entsprechenden Farben die jeweiligen Trocknungskinetiken zeigen

Die periodischen Sprünge in der Trocknungsrate für 6RFmax und 6RFmin zeigen, dass die gesteigerte Energieeffizienz mit jeder Frequenzanpassung direkt zu einer Erhöhung des Massenübergangs führte. Die Beziehung zwischen Energieeffizienz, Produkttemperatur und Trocknungsrate, basierend auf den wiederkehrenden Schwankungen aller drei Parameter mit Frequenzanpassungen alle 20 Minuten, ist offensichtlich. In der Literatur kann eine höhere Proben-Temperatur in MWGT ebenfalls mit einer höheren Trocknungsrate in Verbindung gebracht werden [2].

#### Produktstruktur

Das vollständige MWGT in dieser Arbeit führte zum gleichen Effekt in mehreren Proben. Abbildung 38a zeigt tomografische Bilder von exemplarischen Proben mit und ohne strukturelle Beeinträchtigung. Im Folgenden werden diese als intakt und gepufft bezeichnet. Der Begriff „gepufft“ bezieht sich in diesem Kontext auf die innere Struktur der Proben. Das Probenvolumen wird durch das Puffen nicht beeinflusst. Die intakte Probe zeigt die typische lamellenartige Struktur eines gefriergetrockneten Produkts, wie sie in Karotten nachgewiesen wurde [119]. Die gleiche lamellenartige Struktur ist in der äußeren Schicht der gepufften Probe sichtbar. Im Gegensatz dazu ist das Innere der gepufften Probe durch relativ große Poren mit optisch dichten Strukturen dazwischen gekennzeichnet, typisch für gepuffte Produkte, z. B. gepuffter Reis. Abbildung 38b zeigt ein 3D-Segment der gepufften Probe, das die strukturellen Unterschiede innerhalb der Probe veranschaulicht.

Die gepuffte Struktur wird wahrscheinlich durch das Schmelzen von gefrorenem Wasser in einzelnen Proben aufgrund der hohen dissipierten Mikrowellenleistung während des MWGT verursacht. Das Auftreten von flüssigem Wasser führt zu noch höherer dissipierter Leistung in den Proben, da Wasser im Vergleich zu Eis relativ hohe dielektrische Eigenschaften aufweist. Dieser Effekt spiegelt sich im Sprung der Energieeffizienz während eines MGT-Experiments mit 1CF bei einem Feuchtigkeitsgehalt von etwa 2,5 g/g wider, möglicherweise aufgrund einer geschmolzenen Probe.

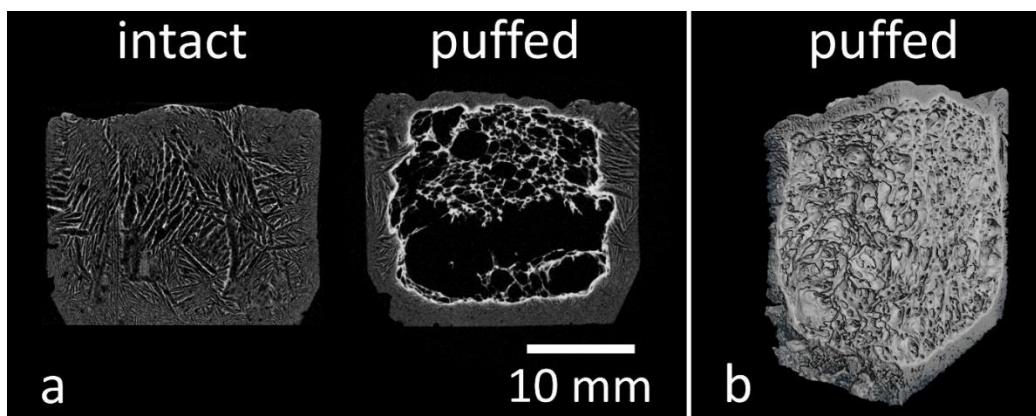


Abbildung 38: (a) Tomografische Bilder von getrockneten Tylose-Gel-Proben im intakten und aufgeblähten Zustand. (b) Segment aus der 3D-Rekonstruktion einer aufgeblähten Tylose-Gel-Probe.

Die Verhältnisse der aufgeblähten Proben aus GT und MWGT sind in Tabelle 8 dargestellt. In GT trat kein Aufblähen auf, während in mindestens einem MWGT-Experiment für jedes Steuerungskonzept das Aufblähen auftrat. Die Trocknung mit 6RFmax führte zum höchsten durchschnittlichen Anteil an aufgeblähten Proben von 10,4 %, wobei das Aufblähen in jedem Experiment auftrat. Die Ergebnisse stimmen mit dem vorgeschlagenen Mechanismus für das Aufblähen überein, da 6RFmax auch die höchste durchschnittliche dissipierte spezifische Leistung aufweist (siehe Tabelle 10).

Tabelle 10: Verhältnis und Durchschnittsverhältnis der aufgeblähten Proben aller GT-Experimente. Ein Auftreten von Aufblähen in 24 Proben entspricht einem Verhältnis der aufgeblähten Proben von etwa 4,2 %.

Prozess	GT	MWGT-1CF	MWGT-6EF	MWGT-6RF <sub>min</sub>	MWGT-6RF <sub>max</sub>
gepufftes Probenverhältnis y/%	0,0; 0,0; 0,0	0,0; 8,3; 0,0	0,0; 4,2; 0,0	8,3; 4,2	12,5; 8,3
durchschnittliches Verhältnis der gepufften Proben $\bar{y}$ /%	0,0	2,8	1,4	4,2	10,4

Das Aufblähen der Proben wurde verringert, wenn RFs mit niedrigerer Energieeffizienz in 6RFmin angewendet wurden. Das Aufblähen könnte auch durch eine Variation der Gewichtung einzelner Frequenzen oder eine Reduzierung der Mikrowellenleistung verringert werden. Diese Maßnahmen dürften jedoch Kompromisse in Bezug auf die Prozessleistung mit sich bringen.

#### *Restfeuchte*

Abbildung 39 zeigt einen Überblick über die Restfeuchtigkeit auf Trockenmassebasis für die einzelnen Proben aus allen GT-Prozessen. Die Restfeuchtigkeit aller Proben liegt unter 0,020 g/g, mit Ausnahme einer Probe aus 6EF, bei der die Feuchtigkeit 0,029 g/g beträgt. Die Restfeuchtigkeitsbereiche ohne statistische Ausreißer sind für alle Prozesse relativ ähnlich und reichen von 0,005 g/g bis 0,012 g/g bei 6RFmax bis 0,004 g/g bis 0,018 g/g bei 1CF. Die Überlappungen der Bereiche aller Prozesse deuten auf eine ähnliche Produktstabilität der mit GT und MWGT bearbeiteten Proben hin.

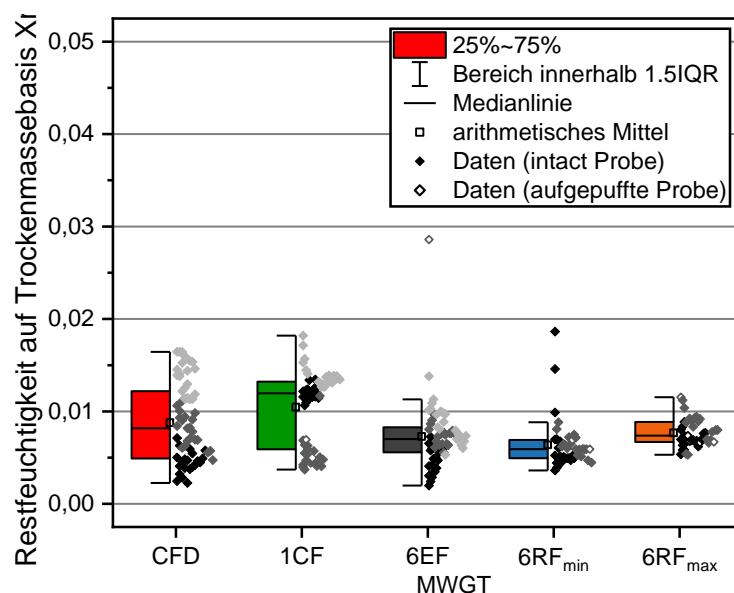


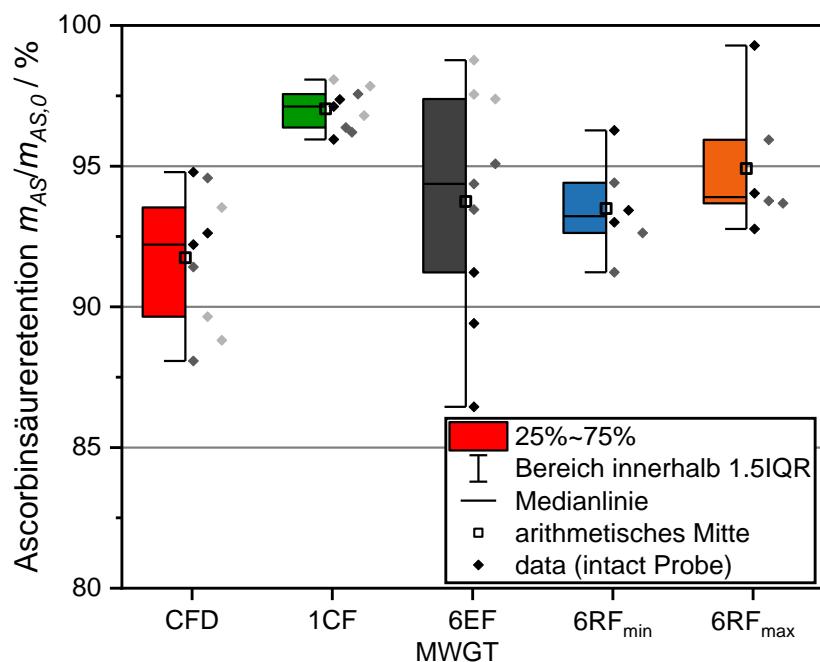
Abbildung 39: Restfeuchtigkeit auf Trockenmassebasis der Proben aus CFD und MFD mit den angewandten Regelkonzepten. Die Proben jedes Experiments innerhalb der verschiedenen Prozesse sind in unterschiedlichen Grautönen dargestellt.

Obwohl keine nennenswerten Unterschiede in der Restfeuchtigkeit zwischen den Steuerungskonzepten bestehen, scheinen Abweichungen zwischen den Experimenten für einzelne Steuerungskonzepte vorzuliegen. Diese Abweichungen sind insbesondere bei 1CF offensichtlich, wo die Restfeuchtigkeiten von zwei Experimenten um 0,013 g/g gruppiert sind und die Restfeuchtigkeiten des dritten Experiments um 0,005 g/g gruppiert sind. Die Ansammlungen könnten durch Schwankungen der Luftfeuchtigkeit oder durch Puffen im Experiment mit niedrigerer Restfeuchtigkeit verursacht worden sein. Die Restfeuchtigkeit

der gepufften Proben weicht jedoch nicht systematisch von den Werten der intakten Proben ab, wie bei den Proben von 6RFmax beobachtet. Nur eine gepuffte Probe bei 6EF weist eine deutlich höhere Restfeuchtigkeit auf als ihre intakten Gegenstücke.

#### Ascorbinsäureretention

Abbildung 40 zeigt die Ascorbinsäure-Retention in den Proben 16, 22 und 24 aller Trocknungsprozesse. Alle Ascorbinsäure-Retentionswerte der MWGT liegen im Bereich von 86,4% bis 99,3%, wobei die meisten Werte über 90% liegen. GT zeigt eine Ascorbinsäure-Retention von 88,1% bis 94,8%. Die Bereiche der MWGT-Prozesse überschneiden sich mit dem GT-Bereich. Die einzige Ausnahme ist das Kontrollkonzept 1CF, das eine höhere Retention von 96,0% bis 98,1% aufweist. Alle MWGT-Prozesse zeigen somit eine hohe Ascorbinsäure-Retention, die mit der Retention bei GT vergleichbar oder sogar höher ist. Die Streuung der Ascorbinsäure-Retention scheint in den einzelnen Experimenten von MWGT und GT höher zu sein als zwischen den Prozessen. Die erwartete Korrelation einer niedrigeren Ascorbinsäure-Retention mit einer höheren Produkttemperatur wurde nicht beobachtet.



*Abbildung 40: Ascorbinsäure-Retention der Proben 16, 22 und 24 aus den durchgeführten Experimenten in MFD und CFD. Die Proben jedes Experiments innerhalb der verschiedenen Prozesse sind in unterschiedlichen Grautönen dargestellt.*

Zusammenfassung: Die Auswirkung der Mikrowellenleistung und Mikrowellenfrequenz auf den Prozess wurden anhand des entwickelten Konzeptes der partiellen MWGT mit dem Modellprodukt Tylosegel untersucht. Hierbei wurden die in AP4 entwickelten frequenzbasierten Steuerungskonzepte und spezifische Vorwärtsleistungen von bis zu 0,167 W/g untersucht. Bezuglich der Restfeuchten hatte Mikrowellenleistung keine

Einfluss auf die Spanne, während diese durch die Mikrowellenfrequenz erheblich beeinflusst wurde. Mehrere Frequenzen führten hier bei einer vergleichbaren spezifischen dissipierten Leistung zu einer erhöhten Trocknungshomogenität. Aufgrund der Verschiebung der resonanten Frequenzen während der Trocknung musste ein Algorithmus zur inline Verfolgung dieser resonanten Frequenzen entwickelt werden. Dieser wurde erfolgreich zur Gesamtrocknung eingesetzt. Der Einsatz mehrerer energieeffizienter RFs im 6RFmax-Steuerungskonzept führte zu einer signifikanten Steigerung der Energieeffizienz, mit einer durchschnittlichen Umwandlung von elektromagnetischer Energie in Wärme von 64,63 %, was einer Steigerung von 24,51 % im Vergleich zu konstanten Frequenzen entspricht. Diese Verbesserung zeigte sich in einer erhöhten Temperatur des Modellprodukts Tylosegel, wobei die maximale Temperatur von 43,8 °C in MWGT mit der in GT gemessenen Temperatur von 44,0 °C vergleichbar war. Die höhere Energieeffizienz in Verbindung mit einer höheren dissipierten Leistung führte zu einer beschleunigten Trocknung und einer Verkürzung der Prozessdauer um 24,2 % im Vergleich zu GT. Alle MWGT-Steuerungskonzepte erreichten ähnliche Restfeuchte- und AA-Retention-Werte wie GT, wobei jedoch eine strukturelle Beeinträchtigung durch Aufblähung in 12,5 % der MWGT-Proben festgestellt wurde. Die Solid State Generator ermöglicht es, solche Beeinträchtigungen zu vermeiden, indem das Mikrowellenfeld gezielt angepasst wird, und bietet Potenzial für eine breitere Anwendung in anderen Prozessen, wenn die Steuerung genau auf produktspezifische Parameter wie Gewicht oder Temperatur abgestimmt wird.

#### ***AP 5.3: Untersuchung einer GT mit kombiniertem Energieeintrag***

Im Zentrum dieses Arbeitspakets steht die Untersuchung eines kombinierten Energieeintrags aus MW und aus einer konventionellen Stellplatte. Einerseits wird untersucht, ob eine Produktkühlung über die Stellplatte eine höhere MW-Leistung und damit schnellere Trocknung bei Erhalt der Produktqualität ermöglicht. Weiterhin wird eine Kombination des Wärmeeintrags über MW und Konduktion bzw. Strahlung auf eventuelle Vorteile bezüglich Trocknungszeit und Produktqualität getestet. Dazu wird eine Kombination eines effektiven Konzeptes zur Frequenzmodulation aus AP 5.2 mit dem Energieeintrag aus konventionellen Wärmeüberträgern untersucht. Die Stellplattentemperatur wird im Bereich -20-30 °C variiert. Anschließend werden die Prozesse bezüglich Produktqualität und Verfahrensparametern gegenüber GT und MWGT eingeordnet. Die Versuche werden exemplarisch an einem geeigneten Modellprodukt durchgeführt.

**Ziel:** Ein GT-Prozess mit kombiniertem Energieeintrag aus MW-Strahlung, Konduktion und Infrarotstrahlung wurde gegenüber GT und MWGT eingeordnet.

### **Durchgeführte Arbeiten im Jahr 2022**

Es wurden keine Arbeiten zu AP 5.3 durchgeführt.

### **Durchgeführte Arbeiten im Jahr 2023**

Es wurden keine Arbeiten zu AP 5.3 durchgeführt.

### **Durchgeführte Arbeiten im Jahr 2024**

Die Arbeiten in AP 5.2, die sich auf die Softwareprogrammierung für eine schnelle Frequenzsuche konzentrierten, waren eine kritische Voraussetzung für eine erfolgreiche Durchführung des APs. Diese waren jedoch sehr zeitaufwändig und weder vorhersehbar noch eingeplant. Aus diesem Grund war es nicht realisierbar, die Arbeiten in AP 5.3 durchzuführen. Die grundsätzlichen Ziele des Projektes wurden dennoch erreicht. Das ein kombinierter Energieeintrag die Trocknung beschleunigt ist hochplausibel, allein eine Quantifizierung des Effektes ist nicht möglich.

### **AP 6: Untersuchung des MW-unterstützten Gefriertrocknens (TUM)**

Für den direkten Vergleich der MW-Erzeugungsarten in der MWGT sollen die Ergebnisse der Untersuchungen aus AP 4 und AP 5 auf eine bei TUM vorhandene Pilotanlage mit bis zu 5 kg Fassungsvermögen übertragen werden (ca. 3.2 kg Wasseraustrag/h). Die MWGT der Modellsysteme wird bei 0.1 mbar, konstantem Leistungseintrag (0.5-2 W/g) und Drehtellerbetrieb unter Einsatz der verschiedenen Frequenzregelungskonzepte bei konstanter Anregungsfrequenz (2400-2500 MHz bei 25 MHz Schritten), bei Frequenzsweep über den Trocknungsprozess sowie über Impedance-Matching durchgeführt.

Die Trocknungsprozesse werden hinsichtlich Temperatur- und  $\vartheta/t$ -Verteilung über die entwickelten Methoden aus AP 2, den Gehalt an Markersubstanz sowie der Wasseraktivität (aw-Sprint Novasina, Pedak, Heythuysen, NL) und dem Wassergehalt ausgewertet. Der Restwassergehalt wird über Karl-Fischer Titration (V20S Volumetric KF Titrator, Mettler Toledo, Gießen) bzw. gravimetrische Trockenmassebestimmung (SMART 6 Turbo, CEM, Kamp-Lintfort) ermittelt. Der Trocknungsprozess wird zudem verfahrenstechnisch hinsichtlich Trocknungsgeschwindigkeit (Primär- und Sekundärtrocknung), Trocknungsdauer, Energieeffizienz (über Return-Loss) sowie des Verlaufs der Proben temperatur und des Massenverlusts differenziert beschrieben. Insbesondere soll der SS-Prozess hinsichtlich des Erzielens einer homogenen Temperatur bzw.  $\varphi/t$ -Verteilung im Trockengut bewertet sowie der entsprechenden Anregung mittels MG-Generator (ca. 2450 MHz) gegenübergestellt werden. Außerdem soll bei höherem Leistungseintrag das Risiko zur Plasmabildung in SS-Systemen gegenüber MG-Systemen beurteilt werden.

Die in AP 5 im Demonstrator entwickelten Steuerungskonzepte zum Erzielen einer hohen Produkthomogenität und Energieeffizienz werden weiter auf die MWGT-Anlage der TUM angewendet und die Übertragbarkeit der Forschungsergebnisse auf eine Anlage anderen Designs geprüft. Die MWGT-Anlage der TUM sollte eine höhere Produkthomogenität begünstigen, da sie gegenüber dem Demonstrator bei KIT u. A. eine Produktkammer größerer Dimension und eine höhere Anzahl an MW-Feeds (4 statt 2 beim KIT) bei 2450 MHz und somit eine höhere Anzahl möglicher Modi aufweist.

Im letzten Abschnitt von AP 6 soll eine weitere Optimierung des Trocknungsprozesses vorgenommen werden, indem eine kombinierte Anregung bei  $2450 \pm 50$  MHz (4 SS-Generatoren) mit  $915 \pm 13$  MHz (1 SS-Generator) erfolgt. Darüber hinaus wird geprüft, ob hinsichtlich Homogenität der Trocknung über die optimierten Steuerungskonzepte auf eine Probenbewegung im SS-Betrieb verzichtet werden kann bzw. ob sich damit eine weitere Prozessverbesserung erreichen lässt.

**Ziel:** Optimierte Steuerungskonzepte für die Trocknung im SS-Betrieb sind entwickelt und auf Übertragbarkeit auf andere Anlagenkonzepte geprüft.

### **Durchgeführte Arbeiten im Jahr 2022**

Es wurden keine Arbeiten zu AP 6 durchgeführt.

### **Durchgeführte Arbeiten im Jahr 2023**

Im Rahmen des AP 6 wurden zunächst Versuche zum Vergleich der beiden Generator-systeme innerhalb derselben MWGT-Anlage bei unterschiedlichen MW-Inputleistungen (2, 4, 6, 8 W/g) unter Drehtellerrotation (6,5 U/min) durchgeführt. Die MW-Inputleistung wurde dabei laufend an das aktuelle Probengewicht in der Kammer angepasst. Die Versuche wurden unter Betrieb des Magnetrons (ML 1100 NNL-B-S, Fricke&Mallah, Peine, Deutschland) bzw. des SS-Generators (05kW245MHZ, Fricke&Mallah, Peine, Deutschland) durchgeführt. Dabei hatte das Magnetron eine Nennfrequenz von 2450 MHz, der SS-Generator wurde bei einer Anregungsfrequenz von 2450 MHz bzw. bei der entsprechend explizit im Text angegebenen Anregungsfrequenz betrieben.

Abbildung 41 zeigt die Trocknungszeiten der jeweiligen MWGT-Versuche unter MG- und SS-Betrieb. Die Trocknung galt als beendet, wenn der Massenverlust über 10 min unter einen Wert von 0.05 g sank. Eine MWGT bei 8 W/g unter MG-Betrieb war dabei nicht möglich, da dies zu einem vorzeitigen Stillstand der Anlage aufgrund unerwünschter Plasmabildung führte. Im Gegensatz dazu war unter SS-Betrieb eine MWGT bei 8 W/g

möglich, was zu einer signifikanten Reduzierung der Trocknungszeit im Vergleich zur schnellstmöglichen Trocknung im MG-System bei 6 W/g führte.

Das MG-System war folglich anfälliger für unerwünschte Plasmabildung. Dies lag daran, dass der hohe Einschaltpeak des MG dazu führte, dass der Feldstärken-Schwellenwert für eine Plasmazündung bei 8 W/g und MG-Betrieb überschritten wurde, während dies im SS-Betrieb nicht der Fall war. Somit war aufgrund eines Set-Power-Overshoots während des MG-Betriebs das Trocknen bei 8 W/g nur im SS-System möglich, wo Set- und Ist-Leistung aufgrund präziser Leistungssteuerung übereinstimmten. Daher ermöglichte das SS-System eine höhere Leistungsaufnahme der Probe, was zu einer schnelleren Trocknungszeit führte.

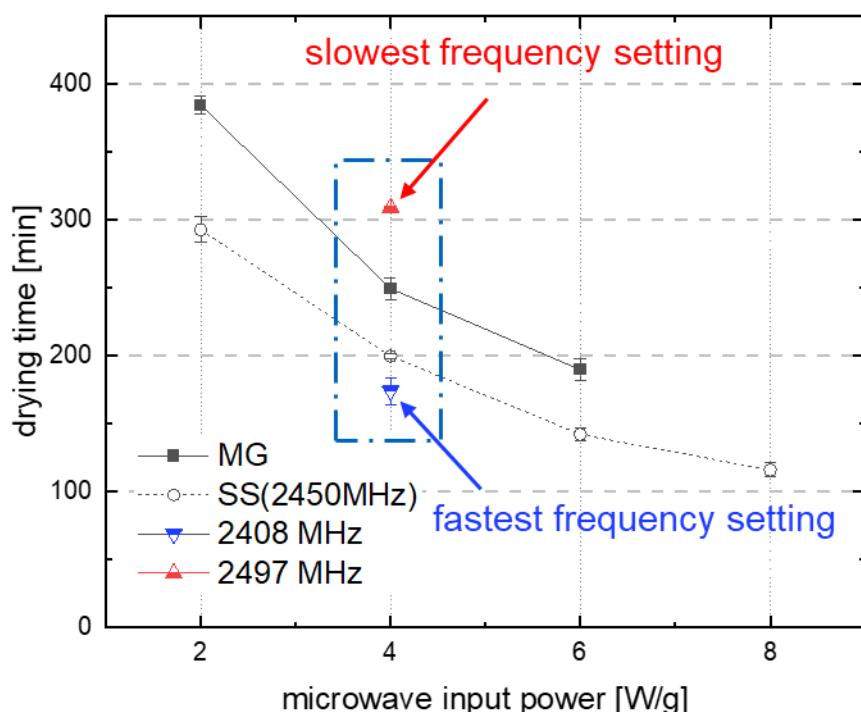


Abbildung 41: Trocknungszeit des MWGT-Prozesses bei verschiedenen MW-Leistungseinstellungen innerhalb einer MWGT-Anlage für den Einsatz der beiden unterschiedlichen Generator-systeme, d.h. Magnetron (MG) und Solid-State (SS) Generator. Für den SS-Generator sind neben einer Anregung bei 2450 MHz für 4 W/g zudem die Trocknungszeiten für die Anregungsfrequenz niedrigsten Return-Losses (d.h. bei Resonanzfrequenz, 2409 MHz) und höchsten Return-Losses (2497 MHz) angegeben.

Des Weiteren zeigt Abbildung 41, dass die MWGT im SS-Betrieb bei gleicher nomineller Leistungseinstellung zu einer signifikant reduzierten Trocknungszeit im Vergleich zum MG-Betrieb führte. Bei 4 W/g führte dies zu einer Reduzierung der Trocknungszeit um 20 % im Vergleich zum MG-Betrieb bei gleicher nomineller Anregungsfrequenz (2450 MHz).

Dieser positive Effekt des SS-Betriebs bei gleicher nomineller Anregungsfrequenz (d. h. 2450 MHz) kann ebenfalls über die präzise einstellbare MW-Leistung im SS-Generator-

System erklärt werden. MG-Generatoren zeigen nicht nur einen Set-Level-Overshoot beim Einschalten, sondern haben auch Schwierigkeiten, die Eingangsleistung genau entsprechend einem kontinuierlich abnehmenden Produktgewicht während des Trocknens anzupassen. Dies führte zu einer Diskrepanz zwischen Set- und Ist-Leistung im MG-Betrieb (Daten nicht gezeigt), was zu einer signifikant längeren Gesamtrocknungsduer bei gleicher Set-Inputleistung im MG-System führte.

Aufbauend auf den Versuchen zu AP 3 zeigt Abbildung 41 zudem exemplarisch den Effekt der Anregungsfrequenz auf die Trocknungszeit in der MWGT, hier exemplarisch nur für die Frequenz höchsten Return-Losses (i.e. 2497 MHz) und niedrigsten Return-Losses (also Resonanzfrequenz, i.e. 2408 MHz) bei 4 W/g aufgetragen. Eine gezielte Anregung bei Resonanzfrequenz führte dabei gegenüber der Frequenz höchsten Return-Losses zu einer Trocknungszeitverkürzung um 135 min.

Dieser frequenzbedingte, beschleunigende Effekt der Trocknung bei Frequenzen niedrigeren Return-Losses ist auf einen höheren Anteil an absorbiertener MW-Leistung bei nominell gleicher MW-Inputleistung zurückzuführen. Aufgrund des höheren Anteils an absorbieter Leistung konnte so ohne zusätzlichen Energieaufwand der MWGT-Anlage allein durch passende Frequenzwahl eine signifikante Beschleunigung der Trocknung erzielt werden, die auf einen höheren Wärmetransfer in die Probe zurückzuführen ist.

Gegenüber des MG-Betriebs resultierte die Anregung bei Resonanzfrequenz bei 4 W/g zu einer Trocknungszeitverkürzung um 23 %. Diese Verkürzung setzte sich aus dem verlangsamenden Effekt der Ist-Set-Diskrepanz im MG-System und geschickter Frequenzwahl im SS-System zusammen.

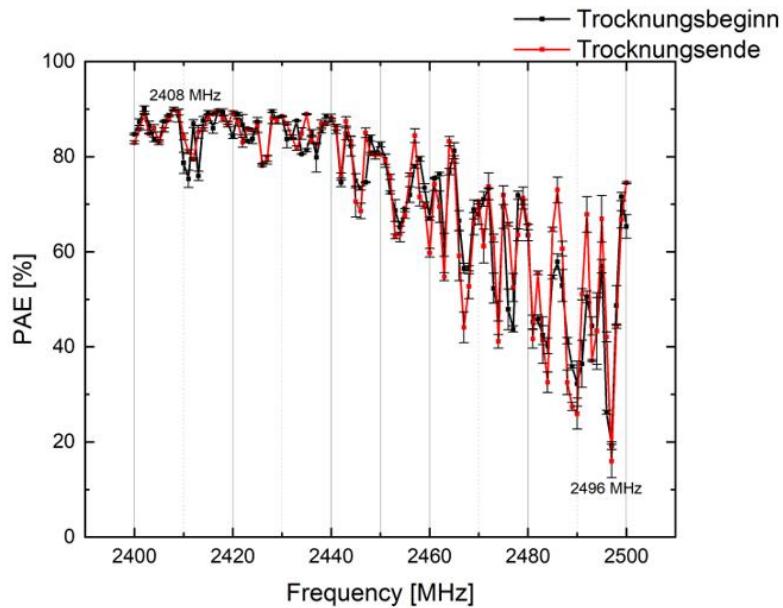
Diese Ergebnisse zeigen, dass die Verwendung von SS-MW-Generatoren in der MWGT das Risiko unerwünschter Plasmabildung im Vergleich zu einem herkömmlichen MG-Generator sowie durch geschickte Frequenzwahl und genaue Leistungsregelung die Trocknungszeit signifikant reduzierte. In diesem Zusammenhang sollte betont werden, dass die Reduzierung der Trocknungszeit auch zu einer signifikanten Verringerung des Gesamtenergieverbrauchs des MWGT-Prozesses führte. Die signifikante Trocknungszeitverkürzung entsprach auch einer äquivalenten Reduzierung der Betriebszeit der Anlagenperipherie des MWGT-Systems, u. A. der Vakuumpumpe und des Eiskondensators (-90 °C). Da der Energiebedarf dieser Verbraucher gegenüber dem Energiebedarf des Generatorsystems den größten Anteil am Gesamtenergiebedarf in der MWGT ausmacht [2, 116, 117], zeigen diese Ergebnisse folglich auch das Potential der SS-Generatoren, den Gesamtenergiebedarf in der MWGT signifikant zu reduzieren.

## **Durchgeführte Arbeiten im Jahr 2024**

Für die oben beschriebenen Ergebnisse zur Verkürzung der Trocknungszeit durch eine optimierte Frequenzwahl (Abbildung 41) wurde die Trocknungszeit für einen Prozess angegeben, der bei einer konstanten Anregungsfrequenz durchgeführt wurde. Die Frequenz für die schnellste Trocknung, 2408 MHz, wurde als die Frequenz mit dem niedrigsten Return-Loss und der höchsten Energieeffizienz aus dem anfänglichen Frequenz-Sweep vor Beginn der Trocknung ermittelt. Abbildung 42 zeigt den Verlauf der frequenz-abhängigen Energieeffizienz zu Beginn und am Ende der Maltodextrin-Schaumtrocknung, im Folgenden wird dieses frequenzabhängige Rückkopplungssignal als Feedback bezeichnet.

In Abbildung 42 wird gezeigt, dass bei der zylindrischen Bauform der verwendeten MWGT-Anlage keine systematische Verschiebung der Resonanzfrequenzen während des Trocknungsprozesses auftrat. Trotz abnehmender Korrelation während des Trocknungsprozesses blieb die Korrelation zwischen Anfangs- und Endfeedback hoch (Pearson-Korrelationskoeffizient 0,93). Abweichungen im Feedback traten lediglich im Frequenzbereich von 2450–2500 MHz auf. Dieser Bereich spielte jedoch keine Rolle für die Auswahl energieeffizienter Frequenzen, da dieser Bereich ohnehin niedrigere Energieeffizienzen aufwies.

Dies widerspricht den Beobachtungen in einer quaderförmigen Mikrowellenkammer, in der eine entsprechende Verschiebung der Resonanzfrequenzen im Verlauf der Trocknung festgestellt wurde. Das Fehlen einer signifikanten Verschiebung in der hier untersuchten MWGT-Kammer wurde für mehrere Probenkonfigurationen und -mengen bestätigt. In einer weiteren zylindrischen MWGT-Anlage anderer Bauform an der TUM konnte ebenfalls keine signifikante Verschiebung der Resonanzfrequenzen über den Trocknungsfortschritt festgestellt werden. Daher besteht die Möglichkeit, dass dieser Effekt hauptsächlich der Bauform der Mikrowellenkammer zuzuschreiben ist. Eine andere Möglichkeit wäre, dass die Beladungsverhältnisse in den Behandlungskammern (Verhältnis Wassermenge zu Kamervolumen) sehr unterschiedlich waren und der Effekt darauf zurückzuführen sind. Die genauen Gründe für die Unterschiede konnten im Projekt leider nicht ermittelt werden.



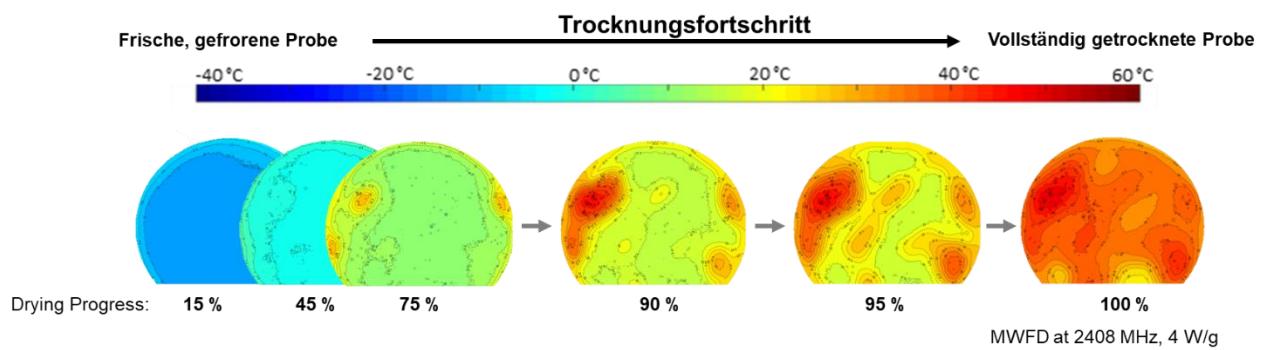
*Abbildung 42: Frequenzabhängige Energieeffizienz (PAE) der Mikrowellenabsorption vor und nach der Trocknung der Maltodextrin-Probe*

Es bleibt aber festzuhalten, dass eine einmalige Frequenzabstimmung während des Prozesses regelungstechnisch einfacher ist und daher Vorteile bietet. Die Möglichkeit der Identifikation resonanter Frequenzen zu Beginn der Trocknung und die fehlende Notwendigkeit, die Frequenzen während des gesamten Trocknungsprozesses anzupassen, verringert das Plasmarisiko und ermöglicht einen einfachen Transfer der entwickelten Frequenzanpassungskonzepte auf anderen Probenkonfigurationen in der Kammer. Dies sollte beim Anlagendesign beachtet werden.

#### *Ausbildung des Erhitzungsmuster in der MWGT*

Der in Abbildung 42 gezeigte Effekt, dass das Feedbacksignal der Probe über den Trocknungsprozess konstant bleibt, legt die Annahme nahe, dass die Verringerung der Beladung durch die Trocknung das Mikrowellenfeld nicht signifikant beeinflusste. Diese Annahme wird auch durch die während der MWGT ausgebildeten Erhitzungsmuster gestützt. Diese sind in Abbildung 43 exemplarisch für den Verlauf einer MWGT bei 2408 MHz bei 4 W/g aktuelles Probengewicht angegeben. Diese Auftragung zeigt die Entwicklung der Temperaturverteilung auf der Probenoberfläche mit zunehmendem Trocknungsfortschritt. Der Trocknungsfortschritt gibt an, zu welchem Anteil das austrocknenbare Wasser der Probe zum jeweiligen Trocknungszeitpunkt bereits ausgetragen wurde. Die Temperaturdaten wurden über die integrierte Wärmebildkamera in der MWGT-Anlage erhoben und sind als Konturplot in Pseudofarben mit einheitlicher Farbskalierung von -40 bis 60 °C dargestellt.

Aus Abbildung 43 geht hervor, dass sich mit zunehmendem Trocknungsfortschritt zunehmend Hot und Cold Spots auf der Probenoberfläche ausbildeten. Entscheidend ist dabei, dass sich die allgemeine Ausprägung des Erhitzungsmusters während des Trocknungsprozesses nicht grundlegend änderte. Das bedeutet, die Positionen der Hot und Cold Spots blieben weitgehend erhalten. Es änderten sich lediglich die mittlere Gesamttemperatur der Probe und die absolute Ausprägung der Temperaturspitzen. Folglich war die durch einen zunehmenden Trocknungsfortschritt bedingte Veränderung der Beladung nicht bedeutend genug, um zu einem sogenannten Modensprung zu führen. Dieser hätte zu einer substanziellen Veränderung der Feldausbreitung in der Kammer bzw. im Produkt bei gleichbleibender Anregungsfrequenz geführt.

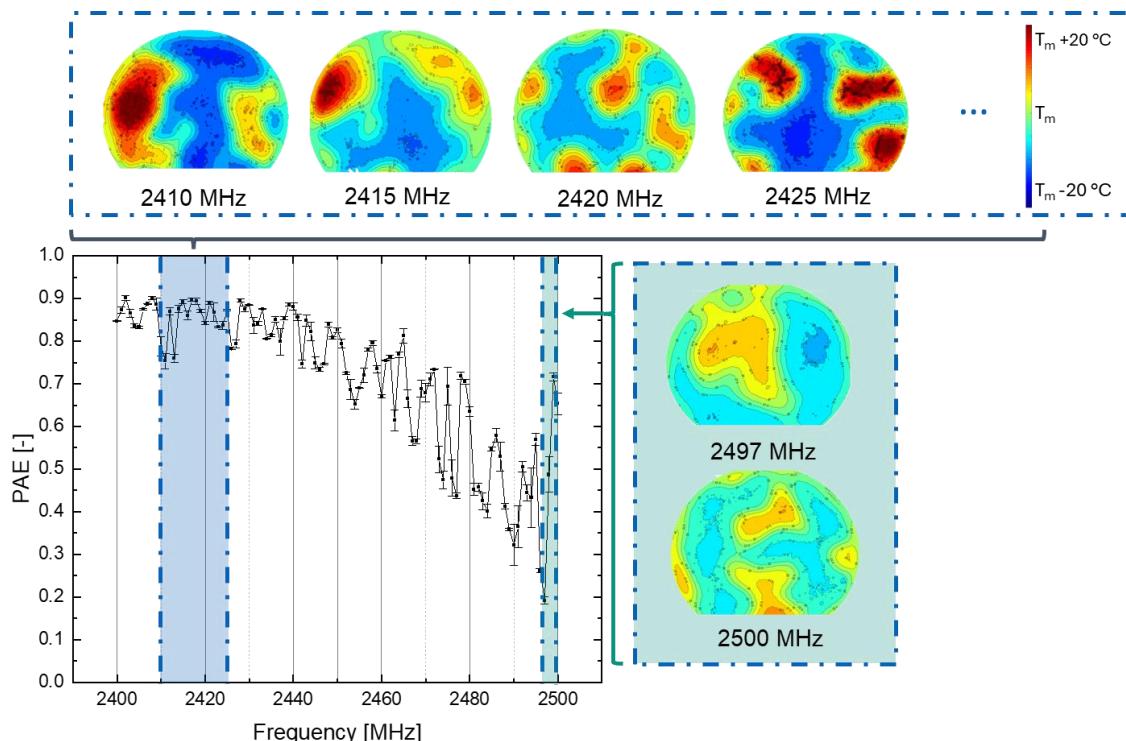


*Abbildung 43: Entwicklung des Erhitzungsmusters der MWGT-Probe mit zunehmendem Trocknungsfortschritt, dargestellt als Konturplot der Temperaturverteilung auf der Probenoberfläche in Pseudofarben*

Auch bei Trocknungen mit anderen konstanten MW-Frequenzen kam es zu keiner Veränderung des allgemeinen Erhitzungsmusters über den Trocknungsprozess. Die Anregung bei verschiedenen Mikrowellenfrequenzen führte jedoch zur Ausbildung unterschiedlicher Erhitzungsmuster, wie bereits für die Mikrowellenerhitzung (AP 3) diskutiert und hier für die MWGT gezeigt. Diese Ausbildung unterschiedlicher Erhitzungsmuster in der MWGT von Maltodextrin-Schaum ist in Abbildung 44 dargestellt. Um den Rahmen des Berichts nicht zu sprengen, sind hier lediglich die Kontourplots bei 95 % Trocknungsfortschritt und bei sechs verschiedenen MW-Frequenzeinstellungen ohne Drehtellerrotation gegeben. Die Darstellung bei 95 % Trocknungsfortschritt basierte darauf, dass bei diesem Trocknungsfortschritt das Erhitzungsmuster bereits deutlich ausgeprägt war und es sich im weiteren Verlauf nicht mehr grundlegend änderte.

Abbildung 44 zeigt, dass die MWGT-Anlage der TUM eine hohe Anzahl möglicher Feldmodi aufwies. Dies wird durch die hohe Anzahl lokaler Maxima im PAE-Wert des Anfangsfeedbacks verdeutlicht und, dass bereits geringfügige Veränderungen in der Anregungsfrequenz zur Ausbildung eines anderen Erhitzungsmusters führten.

Dieser Zusammenhang war für den Transfer der vom KIT entwickelten Frequenzkontrollkonzepte auf das Anlagensetup der TUM positiv zu bewerten. Denn dies war die grundlegende Voraussetzung, um über eine Frequenzvariation während des Prozesses eine Steigerung der Prozesshomogenität mittels Superposition verschiedener Erwärmungsmuster anzustreben.



*Abbildung 44 Darstellung der verschiedener Erwärmungsmuster in Abhängigkeit ihrer Anregungsfrequenz; Frequenzbereiche der dargestellten Anregungsfrequenzen wurden zur besseren Übersichtlichkeit im Feedbacksignal farblich hervorgehoben.*

#### *Applikation der Optimierungsstrategien*

Zur Ausnutzung der Möglichkeiten, die die Solid-State-Generatoren mit sich bringen, wurden verschiedene Frequenzkontrollkonzepte einander gegenübergestellt. Das Ziel war es, durch eine optimierte Frequenzsteuerung einen zeit- und energieeffizienten Trocknungsprozess mit gesteigerter Temperaturhomogenität zu erzielen.

Dafür wurden folgende Szenarien gegenübergestellt:

Trocknung bei der effizientesten Resonanzfrequenz (2408 MHz)

Trocknung bei der ineffizientesten Frequenz (2497 MHz)

Trocknung bei weiteren sehr effizienten Einzelfrequenzen (2420, 2430, 2440 MHz)

Kombinationen der effizientesten Resonanzfrequenz mit jeweils einer weiteren effizienten Einzelfrequenz aus c) (z.B.: 2408 + 2420 MHz), wie unten genauer ausgeführt.

Kombination elf verschiedener Einzelfrequenzen (2400, 2410,...,2500 MHz) in einem Trocknungsprozess, wie unten genauer ausgeführt.

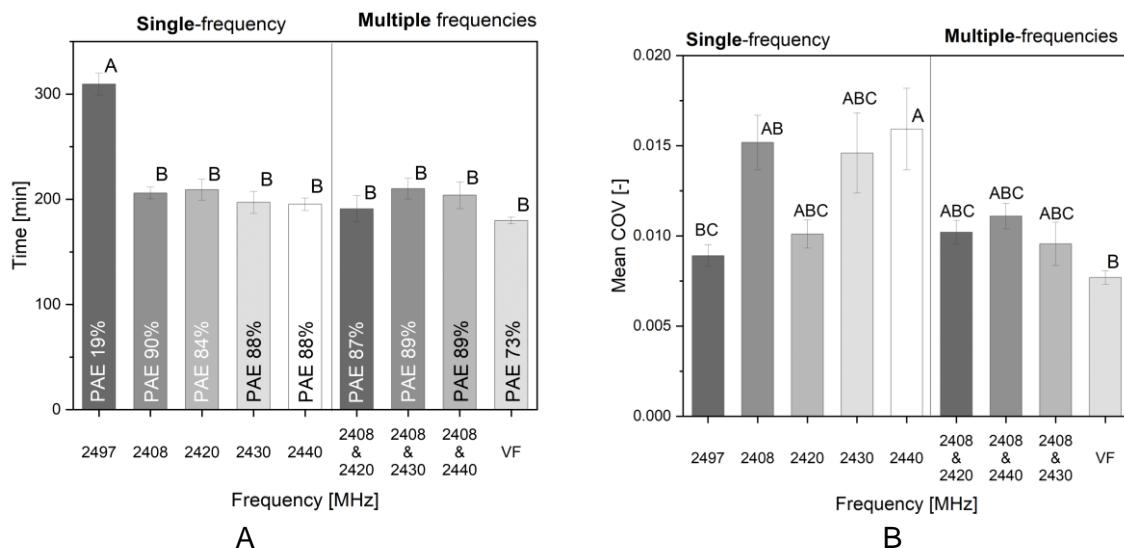
Die Frequenzsettings von **a)** und **b)** wurden ausgewählt, da sie die schnellste und langsamste Trocknung bedingten, wie oben bereits genauer erläutert. **c)** Die Trocknungsergebnisse der angegebenen Einzelfrequenzen 2420, 2430 und 2440 MHz wurden ebenfalls angegeben, da diese Frequenzeinstellungen bei der Kombinationstrocknung in d) erneut aufgegriffen wurden.

**d)** Bei den Kombinationen aus zwei Einzelfrequenzen wurde die effizienteste Resonanzfrequenz 2408 MHz bis zu 75 % Trocknungsfortschritt beibehalten. Anschließend wurde alle 10 min alternierend mit einer der gegebenen Einzelfrequenzen (2420, 2430, 2440 MHz) und 2408 MHz getrocknet. Die 75 % Trocknungsfortschritt resultierten aus den Ergebnissen zur Untersuchung der Erhitzungsmuster bei fixen Einzelfrequenzen (Abbildung 30). Erst bei 75 % Trocknungsfortschritt bildete die Probe ein deutliches, inhomogenes Erhitzungsmuster aus, zuvor war das Erhitzungsmuster der Trocknung sehr homogen. Um die hohe Energieeffizienz der Resonanzfrequenz möglichst lange zu nutzen, wurde erst dann, also bei auftretender Inhomogenität, mit der alternierenden Frequenzwahl begonnen. Die Frequenzen 2420, 2430 und 2440 MHz wurden ausgewählt, da diese im Frequenzbereich von 2400-2450 MHz liegen. Einem Bereich, bei dem durchgängig und für alle Untersuchungsfälle sehr hohe Energieeffizienzen aus dem Anfangsfeedback ermittelt werden konnten und aus denen zudem unterschiedliche Erhitzungsmuster resultierten. Ab einschließlich 2450 MHz nahmen die Energieeffizienzen anhand des Anfangsfeedbacks bereits ab. Auf 2410 MHz wurde aufgrund der Nähe zu 2408 MHz ebenfalls, im hier geschilderten Kontext, nicht vertiefend eingegangen.

**e)** Bei der Kombinationstrocknung bei elf verschiedenen Einzelfrequenzen (kurz VF-Strategie) wurden alle zur Verfügung stehenden Frequenzen im Frequenzbereich 2400 – 2500 MHz in 10 MHz Intervallen genutzt. Insgesamt umfasste dies elf Einzelfrequenzen mit einer Haltezeit von je 15 Minuten. Anders als bei der klassischen äquidistanten Frequenzen-Strategie wurden die elf Einzelfrequenzen entsprechend ihrer PAE-Werte aus dem Anfangsfeedback sortiert in den Prozess eingebracht. Zu Beginn wurde bei der Frequenz mit dem höchsten aus dem Anfangsfeedback hervorgegangenen PAE-Wert getrocknet. Später im Trocknungsprozess wurden die weniger effizienten Einzelfrequenzen eingesetzt. Dieses Vorgehen wurde aus unseren Vorarbeiten abgeleitet. Diese hatten gezeigt, dass sich ein hoher Energieeintrag zu Beginn der Trocknung und ein geringerer Energieeintrag am Ende der Trocknung positiv auf die Trocknungszeit, Energieeffizienz und Homogenität der Trocknung auswirkte.

Ziel aller Kombinationsstrategien (Multi-Frequenz Strategien) war es, die Inhomogenität über den gesamten Trocknungsprozess hinweg zu reduzieren, ohne einen Kompromiss

hinsichtlich einer möglichst schnellen Trocknung und einer möglichst hohen Energieeffizienz einzugehen. Abbildung 45 zeigt die Gegenüberstellung der verschiedenen MWGT-Kontrollstrategien hinsichtlich Trocknungszeit (A) und hinsichtlich der mittleren, während der Trocknung aufgetretenen Inhomogenität der Temperaturverteilung, (B) angegeben als mittlerer COV-Wert.



*Abbildung 45 Auftragung der aus den verschiedenen Kontrollstrategien resultierende Trocknungszeit (A) und mittlere Inhomogenität der Trocknung (B); in A sind zudem die PAE-Werte der jeweiligen Einzelfrequenzen gegeben, die aus dem Anfangsfeedback der Probe ermittelt wurden.*

Hinsichtlich der Einzelfrequenztrocknungen a, b und c) war zu beobachten, dass die Trocknung bei der Einzelfrequenz mit dem geringsten anfänglich bestimmten PAE-Wert in der langsamsten Trocknung resultierte. Die Trocknung bei den effizienten Einzelfrequenzen hohen anfänglichen PAE-Werts war dieser Trocknung gegenüber signifikant schneller. Die effizienteste Resonanzfrequenz 2408 MHz unterschied sich nicht signifikant von den anderen effizienten Einzelfrequenzen, wobei sich diese auch nicht wesentlich hinsichtlich ihres anfänglichen PAE-Werts unterschieden. Diese Ergebnisse waren in Anbetracht der oben bereits diskutierten Ergebnisse aus Abbildung 41 erwartbar: Der frequenzbedingte, beschleunigende Effekt der Trocknung bei Frequenzen hohen PAE-Werts war auf einen höheren Anteil an absorbiertener MW-Leistung bei nominell gleicher MW-Inputleistung zurückzuführen.

Vielversprechend hinsichtlich Abbildung 45A war auch, dass alle Multi-Frequenz Strategien in einer gleich schnellen Trocknung wie bei der effizientesten Resonanzfrequenz 2408 MHz resultierten. Dies war besonders hinsichtlich der VF-Strategie interessant, da diese einen deutlich reduzierten PAE-Wert aufwies. Auf die Ursachen dieses Effekts wird unten noch vertiefend eingegangen.

Hinsichtlich der Inhomogenität aus Abbildung 45B zeigte sich, dass eine Anregung bei der ineffizientesten Einzelfrequenz 2497 MHz in einer sehr geringen Inhomogenität, d.h. in einem niedrigen COV-Wert resultierte. Dies war vermutlich einem zunehmenden "*equillibration effect*" durch die mit Abstand langsamste Trocknung zuzuschreiben. Dieser homogenitätssteigernde *equillibration effect* ist darauf zurückzuführen, dass Temperaturspitzen während einer langsameren Trocknung mehr Zeit haben, sich durch interne Wärmeleitung und Wärmestrahlung abzuschwächen bzw. equilibrieren. Dies führt zu einer höheren Homogenität langsamer Trocknungen. Dieser Effekt wird ausführlicher in den aus diesem Projekt hervorgegangenen Veröffentlichungen diskutiert [117, 119].

Die mittleren COV-Werte der effizienten Einzelfrequenzen waren demgegenüber sehr variierend. Dies lag daran, dass diese Trocknungen zum einen gleich schnell waren. Zum anderen wurde die Inhomogenität bei einem sich ausbildenden Erhitzungsmuster durch die Inhomogenität des Erhitzungsmusters selbst, also in gewissem Sinne durch den Zufall, bestimmt. Dieser Effekt wurde bereits bei den Erhitzungsversuchen aus AP 3 beobachtet und vertiefend diskutiert [108, 109].

Positiv auf die Homogenität der Trocknung wirkten sich die Kombinationstrocknungen aus. Wie hypothetisiert, zeigte die Superposition verschiedener Erhitzungsmuster im Rahmen der Multi-Frequenz-Strategien einen positiven Effekt auf die Homogenität der örtlichen Temperatur. Auch auf diesen Effekt wurde im Rahmen der vorangegangenen Diskussion bereits vertiefend eingegangen [108, 109].

Die besten Ergebnisse hinsichtlich Energiebedarf und Trocknungsdauer sowie gesteigerter Prozesshomogenität wurden mit der VF-Strategie erzielt. Im Vergleich zur langsamsten Trocknung bei 2497 MHz kam es zu einer leichten, aber nicht signifikanten Reduktion der Inhomogenität um 10 %. Gleichzeitig verkürzte sich die Trocknungszeit um 42 %. Im Vergleich zur effizientesten Resonanzfrequenztrocknung bei 2408 MHz gab es eine leichte, aber nicht signifikante Verkürzung der Trocknungszeit um 13 % und eine Reduktion der Inhomogenität um 49 %. Diese Reduktion des COV-Wertes war mit einer Verringerung der Temperaturspanne zwischen wärmsten und kältesten Punkt auf der Schaumoberfläche von 26,7 K auf 15,0 K gleichzusetzen. Die VF-Strategie kombinierte die höchste Homogenität bei einer Einzelfrequenz mit der schnellsten Trocknungszeit.

Dies lag daran, dass die höchste Anzahl an Einzelfrequenzen und damit die meisten verschiedenen Erhitzungsmuster überlagert wurden. Dies führte zu einem großen Superpositionseffekt und einer deutlichen Homogenitätssteigerung. Gleichzeitig ermöglichte die

gezielte Reihung der Einzelfrequenzen entsprechend ihrer PAE-Werte eine sehr energieeffiziente und zeitsparende Trocknung. Bereits in früheren Versuchen (Daten nicht gezeigt) wurde festgestellt, dass ein höherer Leistungseintrag zu Beginn der Trocknung und ein reduzierter Leistungseintrag am Ende der Trocknung sich positiv auf den Energieverbrauch, die Trocknungszeit und die Temperaturhomogenität in der MWGT auswirken.

Im letzten Abschnitt dieses Arbeitspakets sollte eine kombinierte Anregung bei  $2450 \pm 50$  MHz mit  $915 \pm 13$  MHz erfolgen. Darauf wurde jedoch verzichtet, da Vorversuche gezeigt hatten, dass aufgrund des höheren Plasmarisikos, der generell niedrigeren Energieeffizienz und der langen Trocknungszeiten die Nutzung des Frequenzbandes 915 MHz für die hier untersuchten MWGT-Anwendungen nicht sinnvoll war.

Die Ergebnisse aus den Abbildung 42-45 beziehen sich auf die MWGT ohne Drehtellerrotation. Es war folglich möglich, die Homogenität der Trocknung so weit zu steigern, dass auf die Bewegung der Probe während der MWGT verzichtet werden konnte.

Zusammenfassung: Die bisherigen Ergebnisse aus AP 6 waren insofern sehr aufschlussreich, da festgestellt wurde, dass es in dem verwendeten zylindrischen MWGT-System zu keiner signifikanten Verschiebung der Resonanzfrequenzen über den Trocknungsprozess kam. Durch Anregung bei der über einen initialen Frequenz-Sweep identifizierten Resonanzfrequenz konnte ohne kontinuierliche Frequenzanpassung über den Trocknungsprozess im gezeigten Anwendungsfall 23 % der Prozesszeit gegenüber einem MG-Generator und 44 % gegenüber der Anregung bei der ineffizientesten MW-Frequenz eingespart werden.

Im Einklang mit diesen Beobachtungen blieb auch die grundlegende Ausprägung des ausgebildeten Erhitzungsmusters bei einer konstanten MW-Frequenz über den Trocknungsprozess konstant. Dies war für den Transfer der entwickelten Frequenzkontrollkonzepte auf unser Anlagensetup aus AP 6 positiv zu bewerten, da es zur vereinfachten Identifikation energieeffizienter Frequenzen führte. Dieser Zusammenhang komensierte die Notwendigkeit der kontinuierlichen Frequenzanpassung über den Trocknungsprozess.

Die Anregung bei nur geringfügig unterschiedlichen Anregungsfrequenzen führte zur Ausbildung deutlich unterschiedlicher Erhitzungsmuster. Dies war ebenfalls positiv zu bewerten, denn dieser Zusammenhang war die Grundlage dafür, über eine Frequenzvariation mittels Superposition verschiedener Erhitzungsmuster eine Steigerung der Prozess-

homogenität erzielen zu können. Die VF-Strategie lieferte hierbei die vielversprechendsten Ergebnisse, nämlich die schnellste Trocknung bei maximaler Temperaturhomogenität.

#### **AP 7: Entwicklung Trocknungskonzepte für industrierelevante Produkte (KIT/TUM)**

Die in AP 4, AP 5 und AP 6 ausgearbeiteten Konzepte zur Steuerung der MWGT über eine Modulation des MW-Felds werden auf die Trocknung industrierelevanter Produkte übertragen. Das im Rahmen des Projekts erarbeitete Steuerungskonzept zur Erzielung einer hohen Prozesshomogenität und Energieeffizienz soll auf verschiedene industrierelevante Produkte appliziert werden, dabei soll stellvertretend für die Lebensmittelindustrie Kaffee, Mango und Fleisch getrocknet werden. Zur Demonstration der Übertragbarkeit der Ergebnisse der MD-Lösung bzw. MD-Schaumes auf weitere Produkte der pharmazeutischen Branche sollen hier Carrier-Systeme gewählt werden, die geringere Glasübergangstemperaturen als MD aufweisen und somit stärker zum Kollaps neigen (z. B. Maltose, Saccharose). Die erzielte Produktqualität soll hinsichtlich des Erhalts wertgebender Eigenschaften (z.B. Vitamin C Gehalt für Mangos, Enzymaktivität der  $\beta$ -Galactosidase, Aktivität von Immunoglobulinen im Carriersystem), der Farbe, der Schrumpfung, der Rehydrierbarkeit, des Return-Loss und der Trocknungsdauer bewertet werden.

Die daraus generierten Ergebnisse sollen im Rahmen eines Leitfadens zur produktunabhängigen Steuerung für die MWGT der Wirtschaft zugänglich gemacht werden. Parallel finden die im Plan zum Ergebnistransfer beschriebenen Maßnahmen zum Wissenstransfer in die Wirtschaft statt bzw. werden vorbereitet.

**Ziel:** Das entwickelte Konzept für die MWGT wurde erfolgreich über einen Leitfaden auf industrierelevante Produkte übertragen.

#### **Durchgeführte Arbeiten im Jahr 2022**

Es wurden keine Arbeiten zu AP 7 durchgeführt.

#### **Durchgeführte Arbeiten im Jahr 2023**

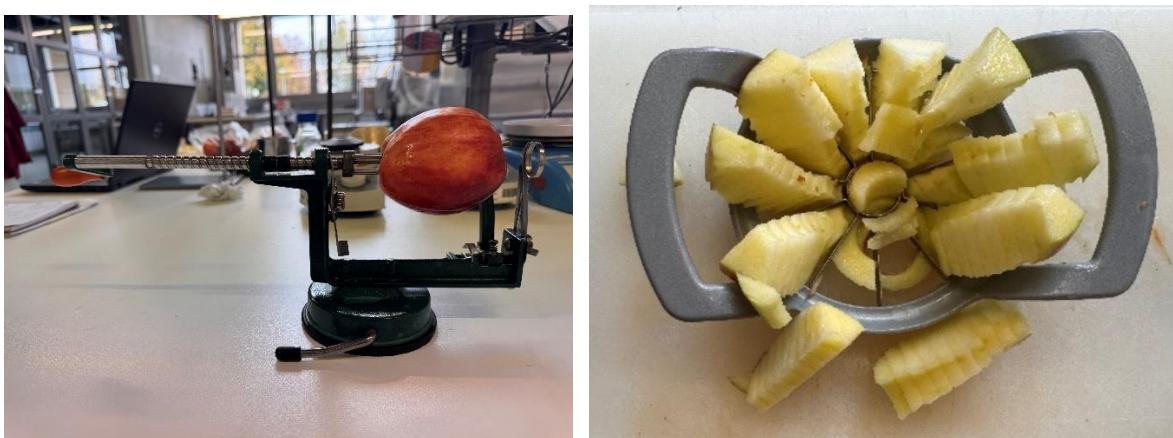
Ein Ergebnis- und Wissenstransfer in die Wirtschaft ist bereits über einige im Rahmen dieses Projekts entstandene Publikationen erfolgt, diese wurden z. T. in Wissenschaftszeitschriften und z. T. in Branchenzeitschriften der Wirtschaft zugänglich gemacht. Genaue Informationen sind dem Plan zum Ergebnistransfer (s. Anlage) zu entnehmen.

## **Durchgeführte Arbeiten im Jahr 2024**

Das in AP 5.2 durch die Anpassung des Frequenzalgorithmus entwickelte Konzept zur Steuerung der MWGT wird auf die Trocknung von Apfel- und Schweinefleischproben angewendet, die als repräsentative Beispiele für reale Industrieprodukte dienen. Diese Proben wurden gezielt ausgewählt, um die Effektivität des entwickelten Ansatzes bei der Optimierung des Trocknungsprozesses für verschiedene Produktkategorien zu demonstrieren. Zu diesem Zweck wurden die gleiche Trocknungskammer und die gleichen Bedingungen verwendet, wie in Arbeitspaket 5.2 beschrieben.

### *Probenvorbereitung*

Äpfel für die MWGT-Experimente wurden direkt auf die Probengröße (Länge 2,5 cm und Dicke 0,5 cm) verarbeitet, vakuumversiegelt in Plastiktüten und mindestens 24 Stunden lang eingefroren. Abbildung 46 zeigt die Verarbeitung der Äpfel zu Probenstücken. Der Prozess bestand aus Schälen, Entfernen des Kerns, Schneiden, Zerteilen, Sortieren und Waschen. Das Schälen, Entfernen des Kerns und Schneiden wurde mit einem Apfelverarbeitungsgerät (Abbildung 46, links) durchgeführt, das eine geschälte Spirale aus Apfelmus ohne Kern erzeugt. Anschließend wurde die erzeugte Spirale mit einem speziellen Schneidegerät (Abbildung 46, rechts) in 10 etwa gleich große Stücke zerteilt. Um enzymatische Braunfärbung zu vermeiden, wurden die frisch geschnittenen Proben für einige Sekunden in Wasser eingetaucht. Um überschüssiges Oberflächenwasser zu entfernen, durfte das Wasser für 60 Sekunden abgetropft, gefolgt von einer sanften Behandlung mit Druckluft für 50 Sekunden.



*Abbildung 46: Apfelverarbeitung vor der Trocknung. Links: Schälen, Entfernen des Kerns und Schneiden; rechts: Zerteilen.*

Vierundzwanzig gefrorene Apfelproben wurden zentral auf der Produktunterstützung platziert, wie in Abbildung 47A gezeigt. Faseroptische Temperatursensoren wurden zentral in den Proben 4, 6 und 10 positioniert, in denen während der Probenvorbereitung Löcher gebohrt wurden.

Die Schweinefleischproben wurden in Würfelform mit den Maßen 1,5 x 1,5 x 1 cm geschnitten, wie in Abbildung 47B gezeigt. Die Proben wurden, ähnlich wie die Äpfel, vaku umversiegelt in Plastiktüten und mindestens 24 Stunden lang eingefroren. Für den weiteren Trocknungsprozess wurden die Schweinefleischproben, ebenso wie die Apfelproben, in der Kammer positioniert.

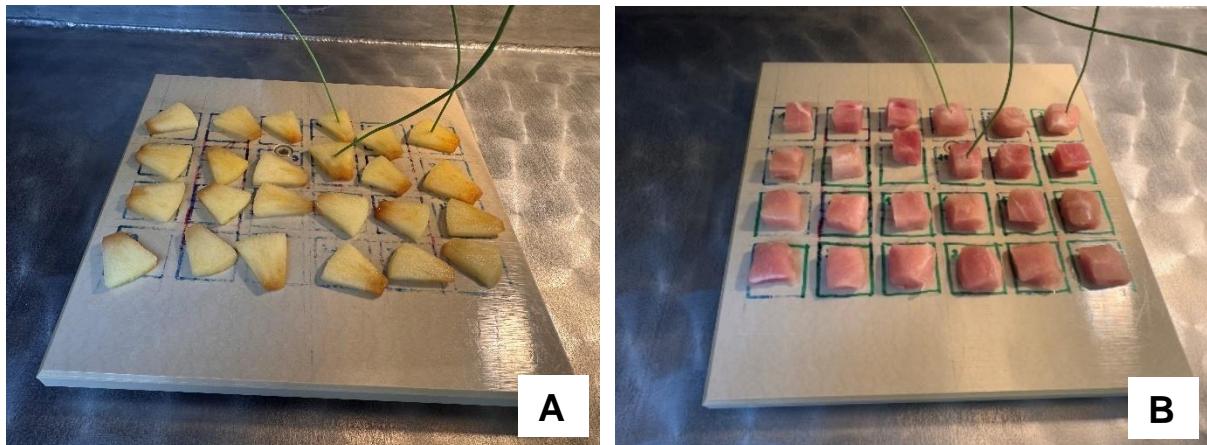


Abbildung 47: Gefrorene Proben (A) Apfel, (B) Schweinefleisch in der Mikrowellenkammer vor dem Trocknungsprozess

### Trocknungsprozess

Die Prozesscharakterisierung der MWGT wurde durchgeführt, um die anfänglichen RFs zu bestimmen, die die Energiezufuhr aller RFs kombinieren. RFs werden hier als Frequenzen definiert, die ein lokales Maximum in der Energieeffizienz aufweisen, wie in den zu AP 5.2. Die Prozesskammer wurde dann luftdicht versiegelt, und das Ventil zur Vakuumpumpe wurde geöffnet. Die Mikrowellenanwendung begann 10 Minuten nach der Vakuumanwendung. Ein Frequenzsweep im Bereich von 2400 MHz bis 2500 MHz wurde mit einem Intervall von 0,1 MHz und der minimal erreichbaren Vorwärtsleistung von 50 W durchgeführt.

Die folgenden frequenzbasierten Steuerkonzepte wurden untersucht:

Resonant Frequenz (**RF**) – die Frequenz mit der höchsten Energiemenge,

Sechs Äquidistante Frequenzen (**EF**) – sechs konstante Frequenzen von 2400 MHz bis 2500 MHz in einem Intervall von 20 MHz,

Sechs Maximale Resonante Frequenzen (**6RFmax**) – sechs RFs, die die höchsten Energieeffizienzen anzeigen, gezielt während der MFD angepasst.

### Energieeffizienz

Abbildung 48 zeigt die Entwicklung der Energieeffizienz mit der Zeit für die unterschiedlichen Steuerungskonzepte. Sowohl bei Apfel- als auch bei Schweinefleischproben zeigte

die Energieeffizienz in 6RFmax und EF während des Trocknungsprozesses eine abnehmende Tendenz. Obwohl auch bei RF insgesamt eine Abnahme der Energieeffizienz auftrat, gab es hier einen plötzlichen Anstieg in einer frühen Phase des Prozesses auf. Dies kann auf ein mögliches Schmelzen der Probenoberfläche zurückzuführen sein. Die höchsten durchschnittlichen Energieeffizienzen für Äpfel wurden bei 6RFmax mit 78,77 % erreicht. Danach folgen RF und EF mit Durchschnittswerten von 59,31 % und 32,04 %. Für die Schweinefleischproben lagen die mittleren Energieeffizienzen der Kontrollkonzepte bei 70,08 %, 54,45 % und 31,81 %. Die gezielte Anwendung von Frequenzen durch Echtzeit-Anpassung bei 6RFmax führte zu einer absoluten Steigerung der Energieeffizienz um 46,73 Prozentpunkte für Äpfel und 38,27 für Schweinefleisch im Vergleich zu EF.

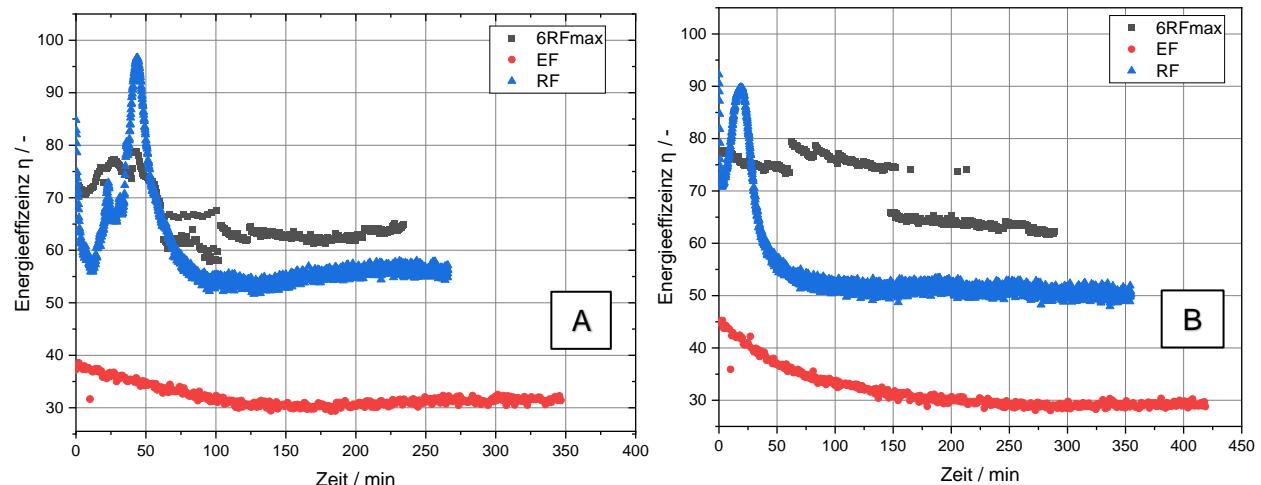


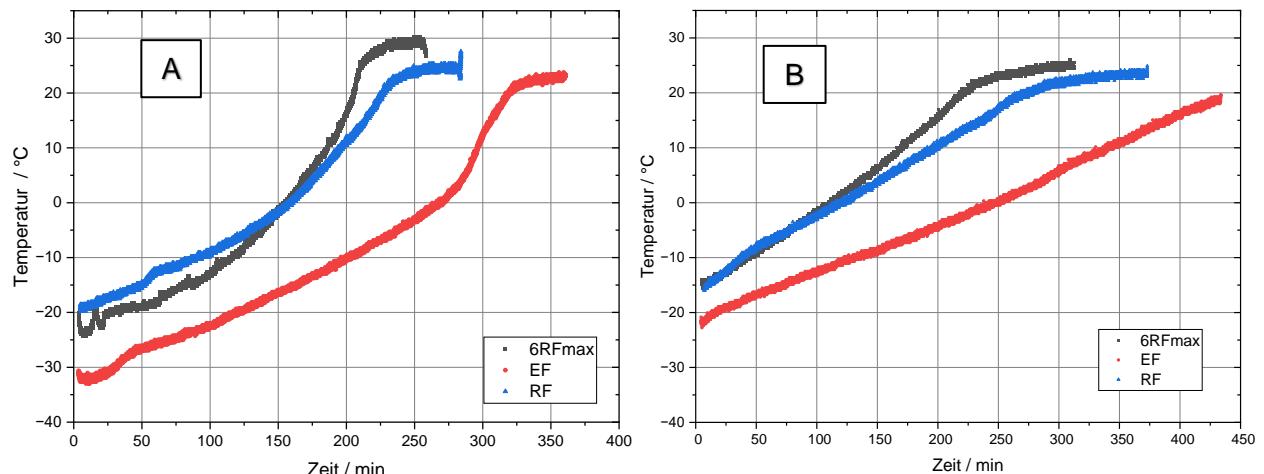
Abbildung 48: Energieeffizienz in Abhängigkeit von der Prozesszeit für die angewendeten Steuerungskonzepte in MWGT für Apfelproben (A) und Schweinefleischproben (B).

Im Vergleich der Ergebnisse wurden die besten Ergebnisse mit der Frequenzalgorithmus-Anpassung bei 6RFmax erzielt, gefolgt von RF und dann EF. Dieser Trend ist ähnlich zu den Ergebnissen des Tylose Gel in AP 5.2.

#### Probentemperatur

Abbildung 49 zeigt die Temperatur der Probe 4 in der Mitte der Anordnung in Abhängigkeit von der Prozesszeit. Zur besseren Übersichtlichkeit wird nur ein Experiment jedes Prozesses dargestellt. Zu Beginn steigt die Temperatur relativ schnell an, wenn Mikrowellenenergie auf die Probe angewendet wird, da die Probe die Energie aufnimmt. Dieser schnelle Anstieg wird gefolgt von einer Phase mit langsamerer Temperaturzunahme, da ein erheblicher Teil der Energie für die Bereitstellung der latenten Sublimationsenthalpie verwendet wird, die für den Trocknungsprozess erforderlich ist. In dieser Phase wird die Energie hauptsächlich für den Phasenwechsel genutzt, was zu einer Verringerung der Temperaturzunahme führt.

Danach nimmt die Rate der Temperaturänderung wieder zu, da der Sublimationsprozess langsamer wird und weniger Energie benötigt. Im weiteren Verlauf erreicht die Probe schließlich eine Gleichgewichtstemperatur, bei der die Rate der Energieaufnahme und -abgabe ausgeglichen ist.



*Abbildung 49: Temperatur der Probe 6 in Abhängigkeit von der Prozesszeit für MFD-Experimente. Ein Experiment ist für jeden Prozess für Apfelproben (A) und Schweinefleischproben (B) dargestellt.*

Die maximalen Probentemperaturen in allen MFD-Experimenten lagen bei 27,52 °C, 23,74 °C und 30,16 °C für RF, EF und 6RFmax bei Apfelproben sowie bei 24,87 °C, 19,58 °C und 26 °C für Schweinefleischproben. Diese Werte zeigen, dass die Temperatur der Probe in Reaktion auf die spezifischen Prozessparameter jeder Methode ansteigt. Besonders hohe Temperaturen wurden bei der Anwendung von 6RFmax beobachtet, was mit der erhöhten Energiedissipation in diesem Prozess übereinstimmt. Die Variation der Proben-Temperatur spiegelt die Unterschiede in der Energieübertragungseffizienz und den Prozessdynamiken der verschiedenen Kontrollkonzepte wider. Das Verständnis dieser Temperaturprofile ist entscheidend, um die Effizienz und Eignung jeder Methode für die Trocknung empfindlicher Materialien zu bewerten, bei denen die Temperaturkontrolle entscheidend ist, um die Produktqualität zu erhalten.

### Trocknungszeit

Abbildung 50 zeigt die die Veränderung der Gesamtmasse über der Prozesszeit für Apfel (A) und Schweinefleisch (B). Die hohe Änderung der Masse an Anfang zeigt die höchste Trocknungsrate in den Anfangsstadien, gefolgt von einem Rückgang über die Prozesszeit. Dieses Trocknungsverhalten ist qualitativ konsistent mit dem MWGT der Tylose-Gel-Probe in WP5.2.

Wie erwartet zeigt 6RFmax die kürzeste Trocknungszeit, da es der Prozess mit der höchsten durchschnittlichen Energieeffizienz ist. Abbildung 50A zeigt die Prozessdauer

der MWGT der Apfelprobe und Abbildung 50B für die Schweinefleischprobe. Die Trocknungszeiten betrugen bei 6RFmax 4,16 Stunden für die Apfelproben und 5,3 Stunden für die Schweinefleischprobe. RF und EF führten zu längeren Trocknungszeiten von 4,66 Stunden bzw. 6,08 Stunden für Äpfel. Ein ähnliches Ergebnis wurde für die Schweinefleischprobe mit Trocknungsdauern von 6,25 Stunden und 8,08 Stunden für RF bzw. EF erhalten.

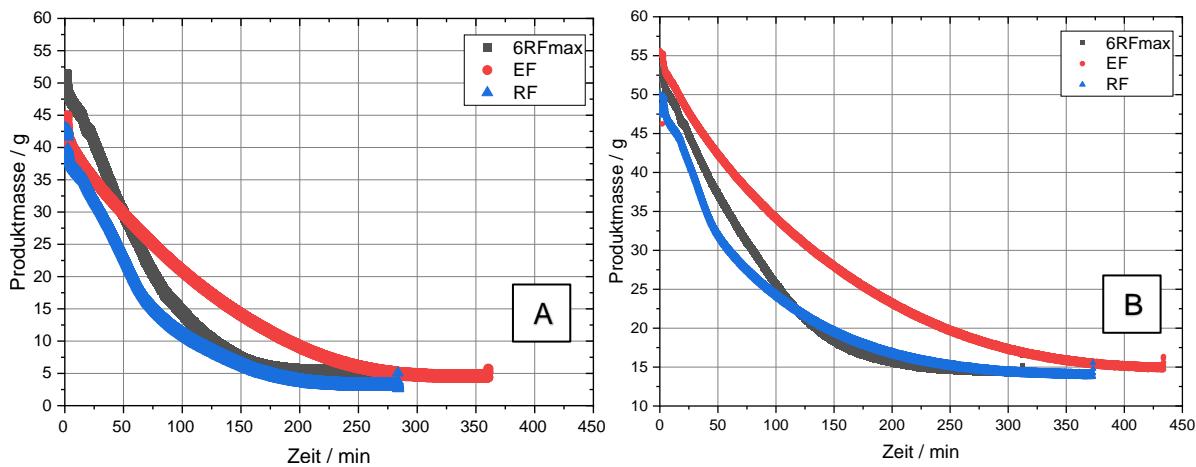


Abbildung 50: Änderung der Gesamtmasse des Produkts A. Apfel, und B. Schweinfleisch bei MWGT.

Folglich reduzierte 6RFmax die Prozesszeit um 31,58% bei Äpfeln und 34,40% bei Schweinefleisch im Vergleich zu 6EF, bei dem die gleiche Anzahl an Frequenzen angewendet wurde, jedoch während des gesamten Trocknungsprozesses konstant gehalten wurde. Somit wurde die MWGT erfolgreich durch Frequenzmodulation intensiviert, um Trocknungszeiten zu erreichen, die denen der Modellversuche in WP 5.2 entsprechen, was die Übertragbarkeit der Echtzeit-Frequenzanpassung im MWGT von realen Lebensmitteln zeigt.

#### *Visualisierung der getrockneten Apfelproben*

Abbildung 51 zeigt die getrockneten Apfelproben, die unterschiedlichen Frequenzsteuerungsmethoden im MWGT unterzogen wurden. Die mit EF getrockneten Äpfel, wie in Abbildung 51A dargestellt, zeigen unterschiedliche Grade von Bräunung was auf eine ungleichmäßige Trocknung hinweist. Dies deutet darauf hin, dass die fixierten Frequenzen in dieser Methode keine optimale Trocknungsumgebung für die Äpfel bereitstellten. Im Gegensatz dazu zeigen die mit RF getrockneten Äpfel (Abbildung 51B) einen gleichmäßigeren Trocknungsprozess mit weniger Bräunung, was darauf hinweist, dass die Verwendung der energieeffizientesten Frequenz zu einem besseren Trocknungsergebnis führt. Dies war so nicht unbedingt zu erwarten, da bei Anwendung nur einer RF in allen vorherigen Untersuchungen eine inhomogenere Erwärmung erzielt wurde. In diesem

speziellen Fall könnte es zum Einen an der Probengröße liegen und daran, dass sich die RF während der Trocknung ändert, was dazu führt, dass die Apfelproben tatsächlich nicht bei durchgängig hoher Effizienz getrocknet wurden. Außerdem scheint es bei dieser Trocknung ein Problem mit dem Auftauen der oberen Probeneschicht gegeben zu haben (Abbildung 48). Der Probenstruktur ist dies jedoch nicht direkt anzusehen. Die mit 6RFmax getrockneten Proben (Abbildung 51C) zeigen aber die gleichmäßigste Trocknung mit minimaler Bräunung. Dies deutet darauf hin, dass die Verwendung mehrerer Frequenzen mit höherer Energieeffizienz die Gesamtqualität der Trocknung erheblich verbessert.

Insgesamt lässt sich durch den Vergleich der finalen getrockneten Proben schließen, dass 6RFmax ein besseres Trocknungsergebnis bei besserem Qualitätserhalt erzielen kann und eine bessere Leistung im Vergleich zur EF-Methode zeigt.

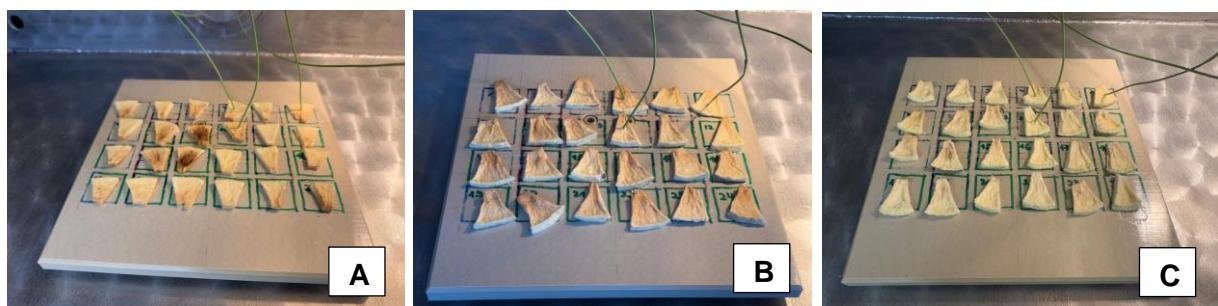


Abbildung 51: Apfelproben nach MWGT-Behandlung: EF (A), RF (B) und 6RFmax (C)

#### Rehydrierungseigenschaften

Um die Rehydrierungseigenschaften zu bewerten, wurden neun getrocknete Apfelproben gewogen und in ein 500-ml-Glas mit heißem, entmineralisiertem Wasser konstanter Temperatur ( $t_{\text{Wasser}} = 80^{\circ}\text{C}$ ) eingetaucht. Die vollständige Eintauchung wurde durch die Verwendung eines Teesiebs sichergestellt und für unterschiedliche Rehydrationszeiten ( $t_r = 1, 2, 3, 6, 10, 15, 20, 32$  und 60 Minuten) aufrechterhalten. Anschließend wurden die Apfelstücke aus dem Wasserbad entnommen und für eine Minute im Teesieb belassen, um überschüssiges Oberflächenwasser abtropfen zu lassen. Schließlich wurden die Proben erneut gewogen und der Wasserabsorptionskoeffizient (WAC) berechnet. Dieser beschreibt das Verhältnis der während der Rehydrierung aufgenommenen Wassermenge zur während der Trocknung verlorenen Wassermenge. Somit gibt er an, wie viel des während der Trocknung verlorenen Wassers wieder in die getrocknete Probe aufgenommen werden kann.

Das Rehydrationsverhalten ausgewählter Apfelproben ist in Abbildung 52 als WAC über die Rehydrationszeit dargestellt. Nach 10 Minuten hatten die mit 6RFmax getrockneten Apfelproben etwa 50 % ihres ursprünglichen Feuchtigkeitsgehalts wieder aufgenommen.

Die Hauptunterschiede zwischen den Proben verschiedener Steuerungskonzepte liegt in der Rehydrationsgeschwindigkeit und den maximal erreichten Endwerten (Rehydrationskapazität). Hierbei zeigten die 6RFmax-Proben sowohl eine höhere Rehydrationsgeschwindigkeit als auch eine höhere Rehydrationskapazität als jene, die mit EF und RF getrocknet wurden. Damit ergab die 6RFmax-Trocknungsmethode die beste Option zur Erhaltung der Rehydrationsfähigkeit von getrockneten Äpfeln.

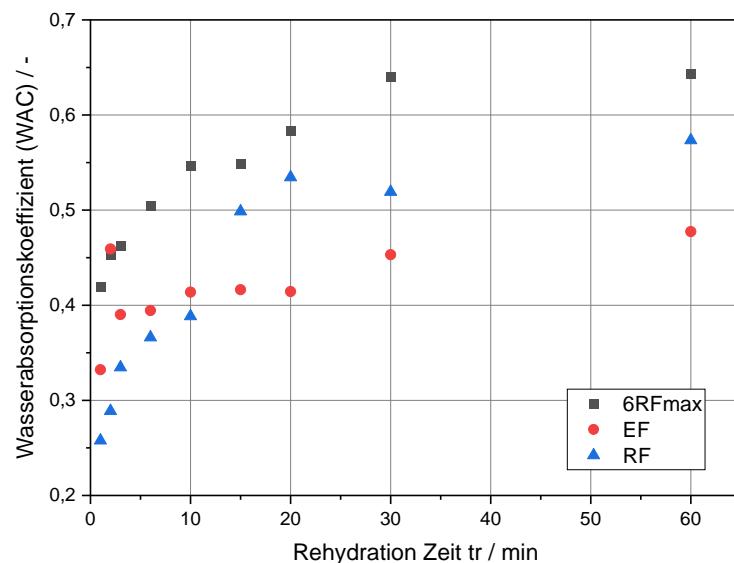


Abbildung 52: Rehydrationsverhalten getrockneter Apfelstücke, dargestellt als WAC über die Rehydrationszeit.

#### Ascorbinsäureretention

Der Ascorbinsäuregehalt wurde mit den in AP 5.2 beschriebenen Methoden gemessen. Nach Auswertung der Ergebnisse musste leider festgestellt werden, dass die Ascorbinsäurekonzentration der verwendeten Äpfel sich zu nahe an der Nachweigrenze des Tests befand. Daher konnten zum Ascorbinsäuregehalt während der Trocknung keine Aussagen getroffen werden.

**Zusammenfassung:** Dieses Arbeitspaket konzentriert sich auf die Anwendung der bereitgestellten Steuerungskonzepte zur Modulation des Mikrowellenfelds, die in AP 4 und AP 5 entwickelt wurden, auf die Trocknung von realen Lebensmitteln wie Äpfel und Schweinefleisch. Die Implementierung mehrerer energieeffizienter RFs und der Echtzeit-Frequenzsteuerung im 6RFmax-Steuerungskonzept hat zu einer signifikanten Steigerung der Energieeffizienz geführt, ähnlich den Ergebnissen für das Modellprobe Tylose-Gel. Zusätzlich zu den Änderungen im Temperaturprofil und der Trocknungsrate über die Trocknungszeit ergaben die Apfel- und Schweinefleischproben mit verschiedenen Frequenzplänen ähnliche Veränderungen wie im Tylose-Gel in AP5.2, was die Übertragbarkeit der vorgeschlagenen Methode für die industrielle Trocknung von Lebensmitteln zeigt.

Darüber hinaus zeigen die Ergebnisse der Echtzeit-Frequenzanpassung auf Produkteigenschaften wie Textur, sichtbare Farbe und Rehydrationseigenschaften bessere Ergebnisse im Vergleich zu anderen Steuerungskonzepten, was die Anwendbarkeit der vorgeschlagenen Methode unterstreicht.

## 5 Literatur

- [1] Sarciaux, J. M.; Mansour, S.; Hageman, M. J. et al.: Effects of buffer composition and processing conditions on aggregation of bovine IgG during freeze-drying. *Journal of pharmaceutical sciences* 88 (1999), Heft 12, S. 1354–1361.
- [2] Ambros, S.; Mayer, R.; Schumann, B. et al.: Microwave-freeze drying of lactic acid bacteria: Influence of process parameters on drying behavior and viability. *Innovative Food Science & Emerging Technologies* 48 (2018), S. 90–98.
- [3] Sagara, Y.; Ichiba, J.-i.: Measurement of transport properties for the dried layer of coffee solution undergoing freeze drying. *Drying Technology* 12 (1994), Heft 5, S. 1081–1103.
- [4] Kessler, H.-G.: Lebensmittel- und Bioverfahrenstechnik. Molkereitechnologie. Verl. A. Kessler, München, 2006.
- [5] Abbasi, S.; Azari, S.: Novel microwave-freeze drying of onion slices. *International Journal of Food Science & Technology* 44 (2009), Heft 5, S. 974–979.
- [6] Wang, R.; Zhang, M.; Mujumdar, A. S.: Effects of vacuum and microwave freeze drying on microstructure and quality of potato slices. *Journal of Food Engineering* 101 (2010), Heft 2, S. 131–139.
- [7] Ozcelik, M.; Heigl, A.; Kulozik, U. et al.: Effect of hydrocolloid addition and microwave-assisted freeze drying on the characteristics of foamed raspberry puree. *Innovative Food Science & Emerging Technologies* 56 (2019).
- [8] Li, Z. Y.; Wang, R. F.; Kudra, T.: Uniformity issue in microwave drying. *Drying Technology* 29 (2011), Heft 6, S. 652–660.
- [9] Atuonwu, J. C.; Tassou, S. A.: Quality assurance in microwave food processing and the enabling potentials of solid-state power generators: A review. *Journal of Food Engineering* 234 (2018), S. 1–15.
- [10] Chang, K. K.: Solid state microwave heating apparatus, 1972. <https://patents.google.com/patent/US3691338A/en> (Abruf: 24.02.2021).
- [11] AIF 17477: Entwicklung eines energieeffizienten, mikrowellenunterstützten Vakuumtrocknungsverfahrens zur schonenden Herstellung von mikrobiellen Kulturen. AIF 17477 N 5140486.
- [12] Global Industry Analysts, I.: Dried Processed Food - Global Market Trajectory & Analytics. <https://www.researchandmarkets.com/reports/4804761/dried-processed-food-global-market-trajectory> (Abruf: 24.02.2021).
- [13] Mordor Intelligence: Freeze Dried Food Market - Growth, Trends, COVID-19 Impact, and Forecasts (2021 - 2026). <https://www.mordorintelligence.com/industry-reports/freeze-dried-food-market> (Abruf: 24.02.2021).
- [14] Bundesvereinigung der Deutschen Ernährungsindustrie: BVE-Jahresbericht 2019. <https://www.bve-online.de/presse/infothek/publikationen-jahresbericht/bve-jahresbericht-ernaehrungsindustrie-2019> (Abruf: 24.02.2021).
- [15] Statistisches Bundesamt: Umsätze der wichtigsten Industriebranchen in Deutschland in den Jahren von 2017 bis 2019 (in Milliarden Euro). <https://de.statista.com/statistik/daten/studie/241480/umfrage/umsaetze-der-wichtigsten-industriebranchen-in-deutschland/> (Abruf: 24.02.2021).
- [16] Statistisches Bundesamt: Anzahl der Betriebe in der Lebensmittelindustrie in Deutschland nach Beschäftigtengrößenklassen in den Jahren 2015 bis 2019. <https://de.statista.com/statistik/daten/studie/321346/umfrage/betriebe-in-der-lebensmittelindus-in-deutschland-nach-be-schaeftigtengroessenklassen/> (Abruf: 24.02.2021).
- [17] Statistisches Bundesamt: Umsatz in der Herstellung von Fertiggerichten in Deutschland in den Jahren 2009 bis 2019. <https://de-statista-com.eaccess.ub.tum.de/statistik/daten/studie/298343/umfrage/umsatz-der-hersteller-von-fertiggerichten-in-deutschland/> (Abruf: 24.02.2021).

- [18] Statistisches Bundesamt: Wie häufig konsumieren Sie durchschnittlich Mikrowellen-/Fertigprodukte? <https://de.statista.com/statistik/daten/studie/717266/umfrage/haeufigkeit-des-konsums-von-mikrowellen-fertigprodukten-in-deutschland/> (Abruf: 24.02.2021).
- [19] IBISWorld: Herstellung von Fertiggerichten in Deutschland. Marktforschung, Kennzahlen, Statistiken, Studien und Analysen. <https://www.ibisworld.com/de/branchenreporte/herstellung-fertiggerichten/408/> (Abruf: 24.02.2021).
- [20] Bundesverband der Pharmazeutischen Industrie e.V.: Pharma-Daten 2020. [https://www.bpi.de/fileadmin/user\\_upload/Downloads/Publikationen/Pharma-Daten/Pharma-Daten\\_2020\\_DE.pdf](https://www.bpi.de/fileadmin/user_upload/Downloads/Publikationen/Pharma-Daten/Pharma-Daten_2020_DE.pdf) (Abruf: 31.05.2021).
- [21] VDMA: Maschinenbau in Zahl und Bild 2019. <https://de-statista-com.eaccess.ub.tum.de/statistik/daten/studie/6374/dokument/maschinenbau-statista-dossier/> (Abruf: 24.02.2021).
- [22] Statistisches Bundesamt: Umsatz im deutschen Maschinenbau nach ausgewählten Sektoren in den Jahren 2018 und 2019. <https://de-statista-com.eaccess.ub.tum.de/statistik/daten/studie/173637/umfrage/branchenumsatz-des-maschinenbaus-in-deutschland-nach-sektoren/> (Abruf: 24.02.2021).
- [23] Metaxas, A. C.; Meredith, R. J.: Industrial microwave heating. IEE power engineering series, Heft 4. The Institution of Engineering and Technology, London, 2008.
- [24] Tang, J.: Unlocking Potentials of Microwaves for Food Safety and Quality. Journal of Food Science 80 (2015), Heft 8, 76–93.
- [25] Soltysiak, M.; Erle, U.; Celuch, M.: Influence of the magnetron operating frequency on the results of microwave heating. 2010 IEEE/MTT-S International Microwave Symposium (2010), S. 1436–1439.
- [26] Soltysiak, M.; Celuch, M.; Erle, U.: Measured and simulated frequency spectra of the household microwave oven. IEEE MTT-S International Microwave (2011), S. 1.
- [27] Luan, D.; Wang, Y.; Tang, J. et al.: Frequency Distribution in Domestic Microwave Ovens and Its Influence on Heating Pattern. Journal of Food Science 82 (2017), Heft 2, S. 429–436.
- [28] Wesson, R.: RF Solid State Cooking White Paper. <https://www.ampleon.com/documents/white-paper/Ampleon-RF-Solid-State-Cooking-Whitepaper.pdf>.
- [29] Atuonwu, J. C.; Tassou, S. A.: Energy issues in microwave food processing: A review of developments and the enabling potentials of solid-state power delivery. Critical reviews in food science and nutrition 59 (2018), Heft 9, S. 1392–1407.
- [30] Neumaier, D.; Sanseverino, S.; Link, G. et al.: Homogeneous Dielectric Heating in large Microwave ovens by excitation of multiple eigenmodes at their resonance frequencies (2019).
- [31] Taghian Dinani, S.; Kubbutat, P.; Kulozik, U.: Assessment of heating profiles in model food systems heated by different microwave generators: Solid-state (semiconductor) versus traditional magnetron technology. Innovative Food Science & Emerging Technologies 63 (2020), S. 102376.
- [32] Peyre, F.; Datta, A.; Seyler, C.: Influence of the dielectric property on microwave oven heating patterns: application to food materials. Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy 32 (1997), Heft 1, S. 3–15.
- [33] Ali, I. A.: Effect of load on the heating efficiency and temperature uniformity in multi-mode cavity applicators. Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy 50 (2016), Heft 2, S. 123–137.
- [34] Zhang, W.; Luan, D.; Tang, J. et al.: Dielectric properties and other physical properties of low-acyl gellan gel as relevant to microwave assisted pasteurization process. Journal of Food Engineering 149 (2015), S. 195–203.
- [35] Wang, J.; Tang, J.; Park, J. W. et al.: Thermal gelation of Pacific whiting surimi in microwave assisted pasteurization. Journal of Food Engineering 258 (2019), S. 18–26.
- [36] Wang, R.; Zhang, M.; Mujumdar, A. S. et al.: Effect of salt and sucrose content on dielectric properties and microwave freeze drying behavior of re-structured potato slices. Journal of Food Engineering 106 (2011), Heft 4, S. 290–297.

- [37] Clark, D. E.; Sutton, W. H.: Microwave Processing of Materials. *Annual Review of Materials Science* 26 (1996), Heft 1, S. 299–331.
- [38] Gaukel, V.; Siebert, T.; Erle, U.: Microwave-assisted drying. In: *The Microwave Processing of Foods*, S. 152–178. Elsevier, 2005.
- [39] Shishehgarha, F.; Makhlof, J.; RATTI, C.: Freeze-drying characteristics of strawberries. *Drying Technology* 20 (2002), Heft 1, S. 131–145.
- [40] Marques, L. G.; Ferreira, M. C.; Freire, J. T.: Freeze-drying of acerola (*Malpighia glabra* L.). *Chemical Engineering and Processing - Process Intensification* 46 (2007), Heft 5, S. 451–457.
- [41] Krokida, M. K.; Karathanos, V. T.; Maroulis, Z. B.: Effect of freeze-drying conditions on shrinkage and porosity of dehydrated agricultural products. *Journal of Food Engineering* 35 (1998), Heft 4, S. 369–380.
- [42] Pikal, M. J.; Mascarenhas, W. J.; Akay, H. U. et al.: The nonsteady state modeling of freeze drying: in-process product temperature and moisture content mapping and pharmaceutical product quality applications. *Pharmaceutical Development and Technology* 10 (2005), Heft 1, S. 17–32.
- [43] Hilmer, M.; Gruber, S.; Foerst, P.: Development of a Freeze-Drying Stage for In-Situ  $\mu$ -CT Measurements. *Processes* 8 (2020), Heft 7, S. 869.
- [44] Monteiro, J.; Costa, L. C.; Valente, M. A. et al.: Simulating the electromagnetic field in microwave ovens. 2011 SBMO/IEEE MTT-S International Microwave and Optoelectronics Conference (IMOC 2011) (2011), S. 493–497.
- [45] Bianchi, C.; Schmid, R.; Frick, D. et al.: Microwave assisted vacuum drying processing: magnetron vs solid state. Case study: apple drying. *Comsol Conference* (2018).
- [46] Yakovlev, V. V.: Examination of Contemporary Electromagnetic Software Capable of Modeling Problems of Microwave Heating. In: *Advances in microwave and radio frequency processing. 8th International Conference on Microwave and High-Frequency Heating*, S. 178–190. Springer, Berlin, 2006.
- [47] Knoerzer, K.; Regier, M.; Schubert, H.: A computational model for calculating temperature distributions in microwave food applications. *Innovative Food Science & Emerging Technologies* 9 (2008), Heft 3, S. 374–384.
- [48] Pitchai, K.; Birla, S. L.; Subbiah, J. et al.: Coupled electromagnetic and heat transfer model for microwave heating in domestic ovens. *Journal of Food Engineering* 112 (2012), 1-2, S. 100–111.
- [49] Korpas, P.; Wieckowski, A.; Krysicki, M.: Effects of applying a frequency and phase-shift efficiency optimisation algorithm to a solid-state microwave oven. 2014 20th International Conference 2014-06-16 - 2014-06-18 (2014), S. 1–4.
- [50] Yang, F.; Wang, W.; Yan, B. et al.: Sweep Frequency Heating based on Injection Locked Magnetron. *Processes* 7 (2019), Heft 6, S. 341.
- [51] Yakovlev, V. V.: Effect of frequency alteration regimes on the heating patterns in a solid-state-fed microwave cavity. *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy* 52 (2018), Heft 1, S. 31–44.
- [52] Bianchi, C.; Bonato, P.; Dughiero, F. et al.: Enhanced power density uniformity for microwave catalytic reactions adopting solid-state generators: Comparison with magnetron technology. *Chemical Engineering and Processing - Process Intensification* 120 (2017), S. 286–300.
- [53] Sunderland, J. E.: Microwave freeze drying. *Journal of food process engineering* 4 (1980), Heft 4, S. 195–212.
- [54] Duan, X.; Zhang, M.; Mujumdar, A. S. et al.: Microwave freeze drying of sea cucumber (*Stichopus japonicus*). *Journal of Food Engineering* 96 (2010), Heft 4, S. 491–497.
- [55] Cohen, J. S.; Yang, T. C.S.: Progress in food dehydration. *Trends in Food Science & Technology* 6 (1995), Heft 1, S. 20–25.

- [56] Cao, X.; Zhang, M.; Mujumdar, A. S. et al.: Effect of microwave freeze-drying on microbial inactivation, antioxidant substance and flavor quality of Ashitaba leaves (*Angelica keiskei* Koidzumi). *Drying Technology* 12 (2018), S. 1–8.
- [57] Wang, Y.; Duan, X.; Ren, G. et al.: Comparative study on the flavonoids extraction rate and antioxidant activity of onions treated by three different drying methods. *Drying Technology* 37 (2018), Heft 3, S. 1–8.
- [58] Cao, X.; Zhang, M.; Mujumdar, A. S. et al.: Effect of microwave freeze drying on quality and energy supply in drying of barley grass. *Journal of the science of food and agriculture* 98 (2018), Heft 4, S. 1599–1605.
- [59] Duan, X.; Zhang, M.; Li, X. et al.: Microwave freeze drying of sea cucumber coated with nanoscale silver. *Drying Technology* 26 (2008), Heft 4, S. 413–419.
- [60] Duan, L.; Duan, X.; Ren, G.: Evolution of pore structure during microwave freeze-drying of Chinese yam. *International Journal of Agricultural and Biological Engineering* 11 (2018), Heft 6, S. 208–212.
- [61] Duan, X.; Liu, W. C.; Ren, G. Y. et al.: Effects of different drying methods on the physical characteristics and flavor of dried hawthorns (*Crataegus* spp.). *Drying Technology* 35 (2017), Heft 11, S. 1412–1421.
- [62] Huang, L.-l.; Zhang, M.; Mujumdar, A. S. et al.: Comparison of four drying methods for restructured mixed potato with apple chips. *Journal of Food Engineering* 103 (2011), Heft 3, S. 279–284.
- [63] Jiang, H.; Zhang, M.; Mujumdar, A. S. et al.: Comparison of drying characteristic and uniformity of banana cubes dried by pulse-spouted microwave vacuum drying, freeze drying and microwave freeze drying. *Journal of the science of food and agriculture* 94 (2014), Heft 9, S. 1827–1834.
- [64] Ratti, C.: Hot air and freeze-drying of high-value foods: a review. *Journal of Food Engineering* 49 (2001), Heft 4, S. 311–319.
- [65] Ozcelik, M.; Ambros, S.; Heigl, A. et al.: Impact of hydrocolloid addition and microwave processing condition on drying behavior of foamed raspberry puree. *Journal of Food Engineering* 240 (2019), S. 83–91.
- [66] Kubbutat, P.; Tauchnitz, A.; Kulozik, U.: Water Vapor Pathways during Freeze-Drying of Foamed Product Matrices Stabilized by Maltodextrin at Different Concentrations. *Processes* 8 (2020), Heft 11, S. 1463.
- [67] Chang, K. K.: Solid State Microwave Heating Apparatus. US3691338. <https://patents.google.com/patent/US3691338>.
- [68] McAvoy, B. R.: Solid State Microwave Oven. US3557333. <https://patentimages.storage.googleapis.com/31/19/f3/e7834609d13611/US3557333.pdf> (Abruf: 19.05.2021).
- [69] Minakawa, H.; Higashiosaka-shi, O.: Microwave Oven with impedance matching control function. EP0552807B1. <https://patentimages.storage.googleapis.com/86/f0/a3/a5a60a71ca573f/EP0552807B1.pdf> (Abruf: 19.05.2021).
- [70] Kingma, Y. J.; Vaneldik, J. F.: Microwave Impedance Matching System. US3617953. <https://patents.google.com/patent/US3617953> (Abruf: 19.05.2021).
- [71] MacKay, A. B.; Tinga, W. R.; Voss, W. A. G.: Controlled heating microwave ovens, 1980. <https://patents.google.com/patent/US4196332A/en> (Abruf: 24.02.2021).
- [72] Nobue, T.; Kusunoki, S.: Microwave oven having controllable frequency microwave power source, 1983. <https://patents.google.com/patent/US4415789A/en> (Abruf: 24.02.2021).
- [73] Cuomo, J. J.; Guarneri, C. R.; Whitehair, S.: Solid state microwave powered material and plasma processing systems, 1993. <https://patents.google.com/patent/US5179264A/en> (Abruf: 24.02.2021).
- [74] Okatsuka, H.; Taniguchi, K.; Konno, M. et al.: Microwave heating apparatus with solid state microwave oscillating device, 1985. <https://patents.google.com/patent/US4504718A/> (Abruf: 24.02.2021).

- [75] Kaplan, K.: High-Power Solid-State Microwave Generator for RF Energy Applications. US2019/0080886 A1. <https://patents.google.com/patent/US20190080886A1/en?assignee=cellencor&oq=cellencor> (Abruf: 19.05.2021).
- [76] Lima, J. A.: Microwave oven using solid-state amplifiers and antenna array. US20150136760A1. <https://patents.google.com/patent/US20150136760A1/en> (Abruf: 19.05.2021).
- [77] Hadinger, P. J.: Microwave Heating using distributed Semiconductor Sources. US20040206755A1. <https://www.freepatentsonline.com/20040206755.pdf> (Abruf: 19.05.2021).
- [78] Nordh, U. E.; Niklasson, O. S.; Hallgren, F. et al.: Microwave Oven Switching Between predifened Modes. US 20100155392. <https://www.freepatentsonline.com/20100155392.pdf> (Abruf: 19.05.2021).
- [79] Ben-Shmuel, E.; Bilchinsky, A.; Damari, U. et al.: Food Preparation. US2011/0031236 A1. <https://patents.google.com/patent/US20110031236> (Abruf: 19.05.2021).
- [80] Dhawan, S.; Erle, U. J.; Heinze, E.: Packaged food product for solid state microwave oven. WO 2017/092913 A1. <https://patents.google.com/patent/WO2017092913A1/en> (Abruf: 19.05.2021).
- [81] Lombreria, J. I.; Izkara, J.: Experimental Estimation of Effective Transport Coefficients in Freeze Drying for Simulaton and Optimization Purposes. Drying Technology 14 (1996), 3-4, S. 743–763.
- [82] Lombrana, J. I.; Elvira, C. de; Villaran, M. C.: Analysis of operating strategies in the production of special foods in vials by freeze drying. International Journal of Food Science & Technology 32 (1997), Heft 2, S. 107–115.
- [83] Mulot, V.; Benkhelifa, H.; Pathier, D. et al.: Experimental and numerical characterization of food dehydration during freezing. Journal of Food Engineering 263 (2019), Heft 5, S. 13–24.
- [84] AIF 18819: Mikrowellenunterstützte Vakuum- und Gefriertrocknung zur schnellen Konserverung von sensitiven Biomolekülen in einer Schaummatrix. AIF 18819 N 5140705.
- [85] Mounir, S.: Foam Mat Drying FMD, 2017.
- [86] Taghian Dinani, S.; Feldmann, E.; Kulozik, U.: Effect of heating by solid-state microwave technology at fixed frequencies or by frequency sweep loops on heating profiles in model food samples. Food and Bioproducts Processing 127 (2021), S. 328–337.
- [87] Wang, J.; Tang, J.; Liu, F. et al.: A New Chemical Marker-Model Food System for Heating Pattern Determination of Microwave-Assisted Pasteurization Processes. Food and Bioprocess Technology 11 (2018), Heft 7, S. 1274–1285.
- [88] Du, Z.; Wu, Z.; Gan, W. et al.: Multi-physics modeling and process simulation for a frequency-shifted solid-state source microwave oven. IEEE Access 7 (2019), S. 184726–184733.
- [89] Zhang, W.; Tang, J.; Liu, F. et al.: Chemical marker M2 (4-hydroxy-5-methyl-3(2H)-furanone) formation in egg white gel model for heating pattern determination of microwave-assisted pasteurization processing. Journal of Food Engineering 125 (2014), S. 69–76.
- [90] Sickert, T.; Kalinke, I.; Christoph, J. et al.: Microwave-Assisted Freeze-Drying with Frequency-Based Control Concepts via Solid-State Generators. A Simulative and Experimental Study. Processes 11 (2023), Heft 2, S. 327.
- [91] Llave, Y.; Mori, K.; Kambayashi, D. et al.: Dielectric properties and model food application of tylose water pastes during microwave thawing and heating. Journal of Food Engineering 178 (2016), Heft 2, S. 20–30.
- [92] Kaatze, U.; Uhendorf, V.: The Dielectric Properties of Water at Microwave Frequencies. Zeitschrift für Physikalische Chemie 126 (1981), Heft 2, S. 151–165.
- [93] Matzler, C.; Wegmuller, U.: Dielectric properties of freshwater ice at microwave frequencies. Journal of Physics D: Applied Physics 20 (1987), Heft 12, S. 1623–1630.
- [94] Chamchong, M.; Datta, A. K.: Thawing of foods in a microwave oven: I. Effect of power levels and power cycling. Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy 34 (1999), Heft 1, S. 9–21.

- [95] Park, J.; Cho, J. H.; Braatz, R. D.: Mathematical modeling and analysis of microwave-assisted freeze-drying in biopharmaceutical applications. *Computers & Chemical Engineering* 153 (2021), S. 107412.
- [96] Ambros, S.; Dombrowski, J.; Boettger, D. et al.: The Concept of Microwave Foam Drying Under Vacuum: A Gentle Preservation Method for Sensitive Biological Material. *Journal of Food Science* 84 (2019), Heft 7, S. 1682–1691.
- [97] Qadri, O. S.; Srivastava, A. K.; Yousuf, B.: Trends in foam mat drying of foods: Special emphasis on hybrid foam mat drying technology. *Critical reviews in food science and nutrition* 60 (2020), Heft 10, S. 1667–1676.
- [98] Knoerzer, K.; Regier, M.; Schubert, H.: Microwave Heating: A New Approach of Simulation and Validation. *Chemical Engineering & Technology* 29 (2006), Heft 7, S. 796–801.
- [99] Regier, M.; Knoerzer, K.; Schubert, H.: *Microwave Processing of Foods*. Woodhead Publishing Series in Food Science, Technology and Nutrition. Elsevier Science & Technology, Cambridge, 2016.
- [100] Ryynänen, S.; Ohlsson, T.: Microwave Heating Uniformity of Ready Meals as Affected by Placement, Composition, and Geometry. *Journal of Food Science* 61 (1996), Heft 3, S. 620–624.
- [101] Koskineni, C. B.; Truong, V.-D.; Simunovic, J. et al.: Improvement of heating uniformity in packaged acidified vegetables pasteurized with a 915MHz continuous microwave system. *Journal of Food Engineering* 105 (2011), Heft 1, S. 149–160.
- [102] Ferrão, T. S.; Tischer, B.; Menezes, M. F. S. C. et al.: Effect of Microwave and Hot Air Drying on the Physicochemical Characteristics and Quality of Jelly Palm Pulp. *Food Science and Technology Research* 23 (2017), Heft 6, S. 835–843.
- [103] Taghian Dinani, S.; Hasić, M.; Auer, M. et al.: Assessment of uniformity of microwave-based heating profiles generated by solid-state and magnetron systems using various shapes of test samples. *Food and Bioproducts Processing* 124 (2020), S. 121–130.
- [104] Geedipalli, S.S.R.; Rakesh, V.; Datta, A. K.: Modeling the heating uniformity contributed by a rotating turntable in microwave ovens. *Journal of Food Engineering* 82 (2007), Heft 3, S. 359–368.
- [105] Zhang, Z.; Su, T.; Zhang, S.: Shape effect on the temperature field during microwave heating process. *Journal of Food Quality* 2018 (2018), S. 1–24.
- [106] Soto-Reyes, N.; Temis-Pérez, A. L.; López-Malo, A. et al.: Effects of shape and size of agar gels on heating uniformity during pulsed microwave treatment. *Journal of Food Science* 80 (2015), Heft 5, E1021–5.
- [107] Kalinke, I.; Kulozik, U.: Irreversible thermochromic ink in the identification of over- and under-processed product segments in microwave-assisted freeze drying. *Journal of Food Engineering* (2023), S. 111470.
- [108] Kalinke, I.; Pusl, F.; Häderle, F. et al.: A comparative study of frequency-shifting strategies for uniform and energy-efficient microwave heating in solid-state microwave systems. *Innovative Food Science & Emerging Technologies* 86 (2023), S. 103388.
- [109] Kalinke, I.; Pusl, F., Kulozik, U.: Enhancing uniformity and energy efficiency of microwave heating for dynamic cavity loads: Frequency-shifting strategies using feedback signals of solid-state-microwave-generators. (submitted). *Food Research International* (2024).
- [110] Yang, R.; Fathy, A. E.; Morgan, M. T. et al.: Development of online closed-loop frequency shifting strategies to improve heating performance of foods in a solid-state microwave system. *Food research international* (Ottawa, Ont.) 154 (2022), S. 110985.
- [111] Sickert, T.; Kalinke, I.; Christoph, J. et al.: Microwave-assisted freeze-drying with frequency-based control concepts via solid-state generators: A simulative and experimental study. *Processes* 11 (2023), Heft 2, S. 327.
- [112] Guan, Y.; Nikawa, Y.: Measurement of temperature-dependent complex permittivity for materials using cylindrical resonator under microwave irradiation. *Electronics and Communications in Japan (Part II: Electronics)* 90 (2007), Heft 11, S. 1–8.

- [113] Pozar, D. M.: *Microwave engineering*. John Wiley & Sons Inc, Hoboken, NJ, 2012.
- [114] Tang, Z.; Hong, T.; Liao, Y. et al.: Frequency-selected method to improve microwave heating performance. *Applied thermal engineering* 131 (2018), S. 642–648.
- [115] Antonio, C.; Deam, R. T.: Comparison of linear and non-linear sweep rate regimes in variable frequency microwave technique for uniform heating in materials processing. *Journal of Materials Processing Technology* 169 (2005), Heft 2, S. 234–241.
- [116] Jiang, H.; Zhang, M.; Liu, Y. et al.: The energy consumption and color analysis of freeze/microwave freeze banana chips. *Food and Bioproducts Processing* 91 (2013), Heft 4, S. 464–472.
- [117] Kalinke, I.; Kulozik, U.: Enhancing microwave freeze drying: Exploring maximum drying temperature and power input for improved energy efficiency and uniformity. (submitted). *Food and Bioprocess Technology* (2024).
- [118] 5103088 BLE: Energieeffiziente und produktschonende Erhitzungs- und Trocknungsverfahren für Lebensmittel durch Einsatz neuartiger Mikrowellentechnologie (NEWWAVE).
- [119] Siebert T, Gall V, Karbstein HP, Gaukel V. Serial combination drying processes: A measure to improve quality of dried carrot disks and to reduce drying time. *Drying Technology*. (2018) 3;36(13):1578-91.





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

Weiterführende Informationen:  
**[www.fei-bonn.de](http://www.fei-bonn.de)**

