



Hochschule Neubrandenburg
University of Applied Sciences

Fachbereich Agrarwirtschaft und Lebensmittelwissenschaften
Studiengang Lebensmitteltechnologie

Diplomarbeit

Partikelstandardisierung mittels Rekrystallisation

im Rahmen eines Forschungsprojektes

vorgelegt von:

Lars Neuhaus

Zeitraum: 30.05.2009 - 31.08.2009

Erstbetreuer: Prof. Dr. Siegfried Bolenz

Zweitbetreuer: Dipl. Ing. (FH) André Manske

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	3
2	Theoretische Grundlagen	5
2.1	Saccharose	5
2.1.1	Chemische und physikalische Betrachtung	5
2.1.2	Löslichkeits- und Kristallisationsverhalten	7
2.2	Kakaobutter	11
2.2.1	Chemischer Aufbau	11
2.2.2	Rheologische Eigenschaften	11
2.3	Lecithin	12
2.4	Suspensionen und Emulsionen	13
2.5	Kristallisationsmerkmale und -arten	15
2.6	Partikelcharakterisierung	17
2.7	Zucker- und Fondantherstellung	21
2.7.1	Zuckerherstellung	21
2.7.2	Herstellung von Fondant	22
2.7.3	Vergleich der beiden Partikelsysteme	24
3	Material und Methoden	25
3.1	Rohstoffspezifikation	25
3.2	Prinzip, Geräte und Materialien, Durchführung	25
3.2.1	Partikelmessung	25
3.2.2	Bestimmung der Trockenmasse	27
3.2.3	Mikroskopische Begutachtung der Partikelform	28
3.3	Experimentelle Durchführung	29
3.3.1	Aufbau und Durchführung	29
3.3.2	Versuchsplan	34

4	<i>Gesamtübersicht der Ergebnisse und Auswertung</i>	40
4.1	Ergebnisprotokolle.....	40
4.2	Messwerte der Partikelgrößenbestimmung	71
4.3	Messwerte der Trockenmassebestimmung.....	84
4.4	Beschreibung der Partikelstrukturen	87
4.5	Reproduzierbarkeit.....	91
4.6	Abschlussdiskussion	94
5	<i>Zusammenfassung</i>	96
6	<i>Abstract</i>	98
7	<i>Literatur</i>	99
8	<i>Abbildungsverzeichnis</i>	102
9	<i>Tabellenverzeichnis</i>	104
10	<i>Anhang A</i>	106
11	<i>Anhang B</i>	107

1 Einleitung

In der Süßwarenindustrie spielt der Rohstoff Zucker eine besondere und wichtige Rolle zur Herstellung von verschiedenartigen Süßwaren. In den meisten Fällen wird der Zucker, speziell die Saccharose, nicht in seiner Ausgangsgröße (0,6 - 1,0 mm) beibehalten, sondern durch verschiedene mechanische Zerkleinerungsverfahren verändert. Die hauptsächlich eingesetzten Verfahren sind die Walzen- und die Kugelmühlenerkleinerung. Das Primärziel der Zerkleinerung ist, die Ausgangspartikel in eine erwünschten Endgröße zu verwandeln, in dem eine Alternative zur mechanischen Zerkleinerung gefunden werden sollte, um etwaige verbesserte sensorische und physikalische Eigenschaften zu erhalten.

In dieser Arbeit wird ein bekanntes thermisches Verfahren eingesetzt, um eine Zerkleinerung der Saccharosepartikel zu erzielen. Dieses Verfahren, das so genannte Kristallisationsverfahren, soll auf ihre Einsatzmöglichkeit in der Partikelzerkleinerung überprüft werden. Die Innovation liegt in dem Typ des Kristallisationsapparats, da er einer Labor-Mischconche entspricht, die mit einem Temperiergerät zusammengeschaltet ist. Anhand einiger selbstdefinierter Versuche sollen verschiedene Erkenntnisse gesammelt werden, die den eigentlichen Prozess durchleuchten. Das hauptsächlich Augenmerk liegt auf dem Teilprozess des Eindampfens, in dem die eigentliche Kristallisation stattfindet. Die folgenden eingestellten Parameter werden dokumentiert und entsprechende Bezüge werden zu den hergestellten Partikelgrößen gezogen: Temperatur, Zeit, Rohstoffzugabe, Mischart und Saccharosekonzentration. Der Ausgang ist eine wässrige Lösung aus Saccharose, Kakaobutter und Lecithin. Diese teils ungesättigte oder gesättigte Lösung wird in der Durchführung unter Vakuum eingedampft. Die Kakaobutter dient als Trennungsmittel, die verhindern soll, dass die rekristallisierten Saccharosepartikel sich aneinander setzen bzw. agglomerieren. Der Emulgator Lecithin besitzt die Aufgabe, die Ausgangslösung in einem homogenen Gefüge zu halten. Das Primärziel dieser Arbeit ist die Herstellung kleinstmöglicher Saccharosepartikel. Die maximal angestrebte Größe entspricht einem Wert von X_{90} von 40 μm d.h., dass 90 % aller entstandenen Partikel unter 40 μm liegen. Diese Partikel werden in Form und Struktur mikroskopisch untersucht. In dem Sekundärziel ist die Erzielung einer Trockensubstanz von über 99 %, dies entspricht einer Restfeuchte kleiner 1 %.

Die durchgeführten Versuche werden auf Wiederholbarkeit hin untersucht, indem einige Versuche nach dem Erstversuch hin verfahrensmäßig identisch wiederholt werden. Am Ende dieser Arbeit sollen grundsätzliche Erkenntnisse gewonnen sein, die für weiterführende Forschungen als Basisregeln festgelegt sind.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Saccharose

2.1.1 Chemische und physikalische Betrachtung

Die Saccharose gehört zur der Familie der Kohlenhydrate. Sie wird als ein Disaccharid, bestehend aus den beiden Monosacchariden Glukose und Fruktose, bezeichnet. Die beiden Einzelbausteinen D-Fruktose und D-Glukose liegen in Laktoform als heterozyklischer Sechsring (Pyran) bzw. Fünfring (Furan) vor und sind mit einer glykosidische Bindung verknüpft (Autorenkollektiv, 1984).

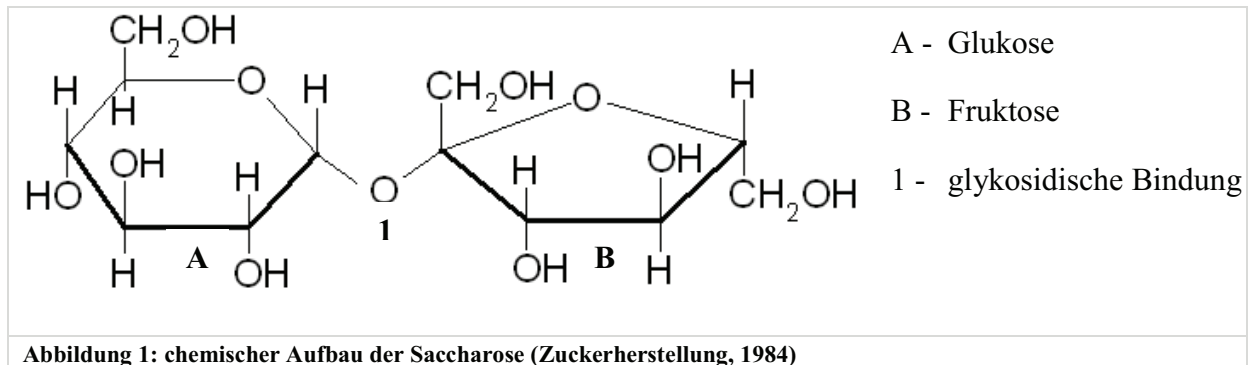


Abbildung 1: chemischer Aufbau der Saccharose (Zuckerherstellung, 1984)

Die Saccharose liegt in einer kristallinen farblosen Form vor. Die Kristalle besitzen eine scharfkantige kubische Struktur. Diese Struktur gehört zu der sphenodische Klasse des monoklinen Kristallsystems (Hoffmann, 2002). In Abbildung 2 sind einige Saccharosekristalle in einer 20-fachen Vergrößerung dargestellt.



Abbildung 2: Saccharose 20-fache Vergrößerung (Techpharm)

Die handelsüblichen Kristallgrößen von Saccharose sind in 4 Klassen eingeteilt. Die Klassen mit der dazugehörigen Kristallgröße sind in der nachfolgenden Tabelle aufgelistet.

Tabelle 1: KorngröÙeneinteilung verschiedener Zuckerarten (Kleinert, 1997)

Kennzeichnung	Korngrößen [mm]
1. Grobkörniger Zucker	1,0 – 2,5
2. Mittelfeiner Zucker	0,6 – 1,0
3. Feiner Zucker	0,1 – 0,6
4. Puderzucker	0,005 – 0,1

In dieser Arbeit wird mit dem mittelfeinen Zucker gearbeitet. Dies bedeutet, dass die groÙe AnfangsgröÙe der Kristalle von Saccharose zwischen 0,6 mm und 1,0 mm liegt. Diese Werte werden für die spätere Auswertung als Vergleichswerte fungieren, um eine Kristall- bzw. PartikelgröÙenzerkleinerung zu erfassen.

In der folgenden Tabelle sind weitere physikalische Werte und Bestandteilmengen der Saccharose dargestellt.

Tabelle 2: Physikalische Werte und Bestandteilmengen von Saccharose (Lipinski, 1991)

KenngröÙe	Allgemeine Werte
Bestandteile	
Reinheitsgrad	99,7 – 99,99 %
Wassergehalt	< 0,1 %
Raffinosegehalt	< 0,1 %
Polysaccharidgehalt	< 0,05 %
Anorganische Restbestandteile	< 0,02 %
Physikalische Messwerte	
Spezifische Wärmekapazität	1,09 – 1,6 kJ/kgK
Wärmeleitfähigkeit (Kristall)	2 kJ/m*h*K
Molmasse	342,303 g/mol
Schmelzpunkt	185 °C
Schmelzenthalpie	120 kJ/kg

Das Hauptaugenmerk der Werte aus der vorhergehenden Tabelle richtet sich auf die Mengen der einzelnen Bestandteile (Reinheitsgrad, Wassergehalt etc.). Diese Bestandteile können maßgebliche Einfluss- oder Störfaktoren sein. In Bezug auf den Reinheitsgrad werden sich alle Werte in den nachfolgenden Berechnungen auf 100%ige Reinheit beziehen. Dies bedeutet, dass die möglichen Verunreinigungen in den Berechnungen nicht berücksichtigt werden. Sie werden trotzdem in der Ergebnisdiskussion mit einfließen.

Weitergehende und ausführliche Beschreibungen der chemischen und physikalischen Begutachtung der Saccharose finden sie in Literaturen der *Lebensmittelchemie* (Belitz, 1992), *Handbuch Süßungsmittel* (Lipinski, 1991), *Handbuch der Schokoladenherstellung* (Kleinert,

1997) und der *Zuckerherstellung* (Autorenkollektiv, 1984). Nähere Beschreibungen der Bücher finden sie in dem Literaturverzeichnis.

2.1.2 Löslichkeits- und Kristallisationsverhalten

Einer der wichtigsten Voraussetzungen für die Rekristallisation der Saccharose ist die Herstellung einer Lösung. Das wirkungsvollste Lösungsmittel ist das Wasser, da die Saccharose eine sehr gute Löslichkeit in Wasser besitzt. Bei der Herstellung der wässrigen Saccharoselösung ist zu beachten, dass die Löslichkeit abhängig von der Temperatur der Lösung ist. Im Endeffekt heißt das, dass mit zunehmender Temperatur die Löslichkeit der Saccharose zunimmt und bei abnehmender Temperatur die Löslichkeit abnimmt. Ein weiterer Parameter der die Löslichkeit beeinflusst, sind die Nichtsaccharosestoffe bzw. Fremdstoffe. Diese Stoffe sind andere Saccharide, wie der Raffinosegehalt, der Polysaccharidgehalt oder andere anorganische Bestandteile. Die Nichtsaccharosestoffe sind in geringen Anteilen (kleiner 0,3 %) in dem Ausgangsprodukt (Saccharose) vorhanden und werden für die weiteren Berechnungen nicht berücksichtigt. Die Reinheit der Saccharose wird 100 % angenommen (Lipinski, 1991).

Die Löslichkeit wird mit der Löslichkeitszahl q_L angegeben. Sie sagt aus, wieviel g Saccharose in einem g Wasser löslich ist. Diese Kennzahl zeigt auf, wo der Punkt untersättigt / übersättigt sich befindet d.h. dies ist der Punkt an dem die maximale Löslichkeit der Saccharose im Lösungsmittel Wasser in Abhängigkeit der Temperatur erreicht ist (Hoffmann, 2002).

In der folgenden Tabelle sind die Löslichkeitskennzahlen und Trockensubstanzen in Abhängigkeit der Temperatur dargestellt.

Tabelle 3: Löslichkeit und Trockensubstanz von Saccharose nach Vavrincez (Reiser, 1995)

Temperatur	g Saccharose	Trocken- subs-	Temperatur	g Saccharose	Trocken- subs-
15	1,9443	66,04	60	2,8857	74,26
20	2,0047	66,72	65	3,0598	75,37
25	2,0741	67,47	70	3,2515	76,48
30	2,1535	68,29	75	3,4616	77,59
35	2,2435	69,17	80	3,6901	78,68
40	2,3450	70,10	85	3,9368	79,68
45	2,4589	71,09	90	4,2003	80,77
50	2,5863	72,12	95	4,4775	81,74
55	2,7282	73,18	100	4,7637	82,65

Die Löslichkeitswerte und Trockensubstanzen (nach Vavrenicz) können näherungsweise mit Hilfe der folgenden Gleichungen interpoliert bzw. extrapoliert werden. Für die Berechnungen sind folgende Koeffizienten (ermittelt von Vavrincz) mit einzubeziehen.

Tabelle 4: Art und Größe der Koeffizienten (Reiser, 1995)

Koeffizienten	Wert
a	0,0039102
b	148,86
A	255,74
B	404,6

Die Formeln für die Berechnung der Löslichkeit und der Trockensubstanz sind wie folgt:

$SW = \frac{A}{b - t}$ <p style="text-align: right;">SW - Löslichkeit Saccharose g/g Wasser</p>
$TS = \frac{100 * A}{B - t}$ <p style="text-align: right;">TS - Trockensubstanz [%]</p>
Formel 1: Berechnung der Löslichkeit

Die gewonnenen Ergebnisse aus diesen beiden Formeln spiegeln nahezu die wahren Werte wieder. Eine Abweichung von den wahren Werten ist meistens in der 2ten Dezimalstelle zu erkennen. Dieses ist für die Grundlagenforschung nicht von größerer Bedeutung und kann daher als vernachlässigt betrachtet werden. Nähere Berechnungsschritte und Informationen können in der Literatur von „Sucrose“ nachgeschlagen werden (Reiser, 1995).

Die Löslichkeitskennzahlen sind die Punkte an dem die Saccharose maximal gelöst werden kann. An diesen Punkten ist die Saccharose weder untersättigt noch übersättigt. Der untersättigte Bereich sagt aus, dass die maximale Löslichkeit noch nicht erreicht ist und diese Lösung immer noch Saccharose lösen kann. Der übersättigte Bereich muss erst in 2 Zonen aufgeteilt werden. Diese sind die metastabile und die labile Zone. In dem folgenden Diagramm sind die verschiedenen Sättigungsgebiete der Saccharose dargestellt.

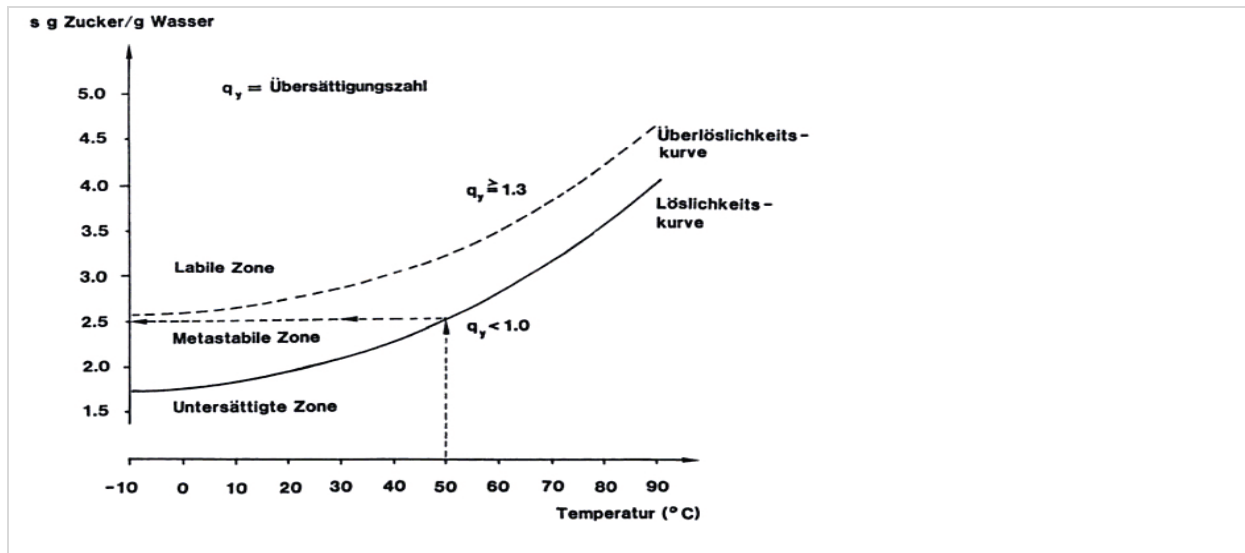


Abbildung 3: Sättigungskennlinien von Saccharose-Lösungen (Lipinski, 1991)

Aus diesem Diagramm ist zu erkennen, dass diese Zonen durch ihre Übersättigungszahlen charakterisiert werden können. Diese Zahlen geben Auskunft ob die Lösung untersättigt, gesättigt oder übersättigt ist. Ist die Lösung untersättigt, dann liegt die Übersättigungszahl unter 1 und bei übersättigter Lösung über 1. Eine gesättigte Lösung besitzt immer den Wert von 1 (Lipinski, 1991).

Mit Hilfe des folgenden Beispiels wird eine übersättigte Lösung beschrieben. In einer gesättigten reinen Saccharoselösung mit 60 °C sind nach der Tabelle 3 ca. 2,88 g Saccharose in 1 g Wasser gelöst. Besitzt man eine Lösung, in der 3,69 g Saccharose bei gleicher Temperatur von 60°C gelöst ist, dann spricht man von einer übersättigten Lösung, die sich in der metastabilen Zone ($q_y = 1,28$) befindet. Mit der folgenden Formel berechnet sich die Übersättigungszahl:

$$q_y = \frac{s_{\bar{u}}}{s_G}$$

c_1 Übersättigungszahl; $s_{\bar{u}}$ Masseverhältnis Saccharose zu Wasser in übersättigter Lösung; s_G Masserverhältnis Saccharose zu Wasser in gesättigter Lösung

Nach dem Beispiel :

$$q_y = \frac{3,69\text{g/g}}{2,88\text{g/g}} = \underline{\underline{1,28}}$$

Formel 2: Berechnung der Übersättigungszahl

Damit sich Saccharose aus dem gelösten Zustand wieder kristallisieren lässt, müssen folgende Parameter eingehalten werden. Im ersten Schritt muss beachtet werden, dass die gelöste Saccharose im übersättigten Gebiet kristallisiert. Da sich diese Arbeit mit der Herstellung von

sehr kleinen Saccharosepartikeln beschäftigt, wird nur die spontane Kristallbildung erklärt. Eine spontane Kristallbildung ohne jegliche Impfkristalle kann sich nur im labilen Bereich abspielen. Die Lösung muss um ein vielfaches übersättigt werden, um diesen Bereich zu erreichen. Dies kann nur durch eine schnelle Temperatur- und/oder eine Trockensubstanzänderung erreicht werden. Genaue Angaben, wie stark man die Lösung übersättigen muss, um kleine Partikel herzustellen, ist nicht genau zu ermitteln. Aus der Literatur der Zuckerherstellung (Autorenkollektiv, 1984) ist zu entnehmen, dass sich eine Spontanbildung von Kristallen im labilen Bereich ($qy > 1,3$) vollzieht (Siehe Abbildung 3).

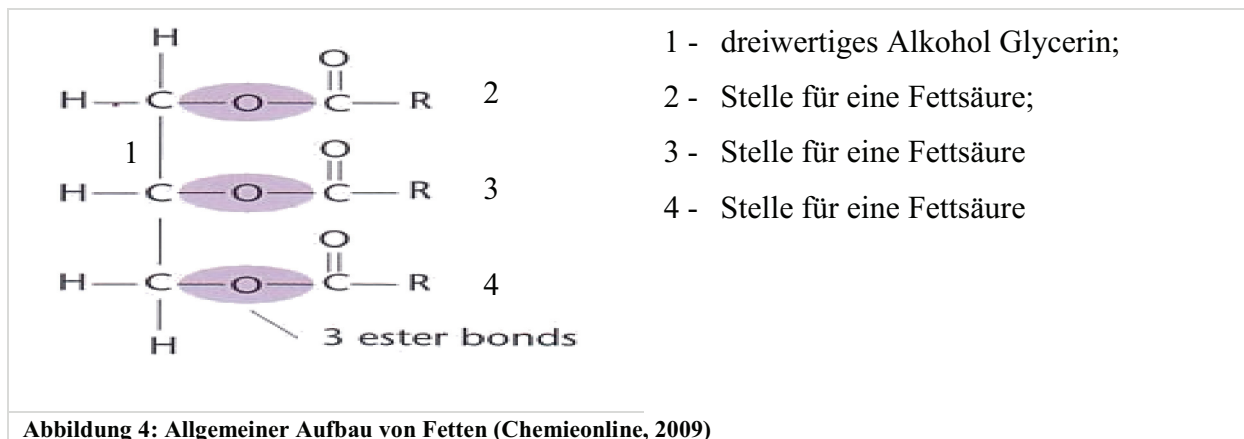
Weitere Informationen über das Löslichkeitsverhalten oder der Kristallisation von Saccharose ist der Literatur *Sucrose* (Reiser, 1995), *Zuckerherstellung* (Autorenkollektiv, 1984), *Zucker und Zuckerwaren* (Hoffmann, 2002) und dem *Handbuch Süßungsmittel* (Lipinski, 1991) zu entnehmen.

2.2 Kakaobutter

2.2.1 Chemischer Aufbau

Die Kakaobutter ist ein pflanzliches Fett, die zu den Samenfetten gezählt wird. Sie setzt sich aus einem dreiwertigen Alkohol, dem Glycerin und 3 Fettsäuren zusammen. Die hauptsächlichsten Fettsäuren, die in der Kakaobutter vorkommen, sind die Ölsäure, die Stearinsäure und die Palmitinsäure (Bockisch, 1993; Belitz, 1992).

In der folgenden Abbildung ist der allgemeine Aufbau eines Fettes dargestellt.



Die 3 Stellen für eine Fettsäure (Abbildung 4) können von den jeweiligen oben genannten Fettsäuren eingenommen werden. Insbesondere ist zu erwähnen, dass die Punkte 2 und 4 nur von einer gesättigten Fettsäure eingenommen werden können, wie z.B. die Stearin- oder die Palmitinsäure. Der Punkt 2 wird in 90 % aller Fälle von der Ölsäure eingenommen (Bockisch, 1993).

Nähere Informationen über die Chemie der Fette und Öle sind in der Literatur *Lebensmittelchemie* (Belitz, 1992) und dem Lehrbuch *Nahrungsfette/-Öle* (Bockisch, 1993) zu finden.

2.2.2 Rheologische Eigenschaften

In diesem Gliederungspunkt werden einige physikalische Daten der Kakaobutter festgehalten und insbesondere auf ihre Abhängigkeit von der Temperatur in Bezug auf ihre Kristallisationsneigung eingegangen. In der folgenden Tabelle sind einige wichtige physikalische Daten dargestellt.

Tabelle 5: Physikalische Daten der Kakaobutter (Bockisch, 1993)

Parameter	Daten
Relative Dichte bei 15 °C	0,945 – 0,976 m ³ /kg
Verseifungszahl	190 – 200 mg KOH/g Öl
Jodzahl nach Wijs	34 – 40
Unverseifbares	2 – 4 g/kg Öl
Schmelzpunkt	32 – 36 °C
Erstarrungspunkt	21 – 27 °C
Feststoffanteil bei 10 °C	82 %

Aus den physikalischen Daten sind insbesondere die einzelnen Werte der Feststoffanteile bei den verschiedenen Temperaturen näher zu beachten, da diese eine wichtige Rolle in der Kristallisation von Saccharose spielen. Die Feststoffanteile der Kakaobutter sind von der Temperatur stark abhängig. Die dabei entstehenden Feststoffe können als Impfkristalle bei der Rekristallisation ein starker Faktor für die Entstehung von sehr großen Saccharosepartikeln sein. Inwiefern einzelne Feststoffe oder die flüssige Kakaobutter die Kristallisation hemmen bzw. beeinflussen ist nicht wissenschaftlich festgehalten und kann dadurch nicht belegt werden.

Aus dem Wissen der Kristallisation von Saccharose (Siehe Kapitel 2.1.2 Löslichkeits- und Kristallisationsverhalten) können einzelne Fremdpartikel als Impfkristalle dienen, die zu einem wachsenden Saccharosekristall werden können. Dieser Impfkristall (z.B. Feste Kakaobutter) kann als Kern fungieren, an dem sich die gelösten Moleküle der Saccharose anlagern. Somit entsteht ein Kristall, das im Kern aus einem Teil Kakaobutter besteht und von außen von Saccharose umlagert ist.

Generell ist zu sagen, dass die Temperatur nicht unter 35 °C fallen sollte, um einer Feststoffbildung entgegen zu wirken. Dieser Einflussparameter wird in der experimentellen Durchführung beachtet. Die Viskosität der Kakaobutter besitzt für diese Arbeit keine große Rolle und findet daher keine weitere Beachtung.

2.3 Lecithin

Das Lecithin (insbesondere das Sojalecithin) zählt zu den Phospholipiden. Es besitzt einen hydrophilen (wasserliebend) und einen lipophilen (fettliebend) Teil. Der hydrophile Teil (polare Gruppe) kann Stoffe (in dem Fall das Wasser) anziehen und der lipophile Teil (unpolare Gruppe) stellt eine Verbindung zu den Fetten bzw. Ölen dar. Aus dieser Eigenschaft kann es Fett und Wasser zu einem System verbinden, da der Emulgator die Grenzflächenenergie (zwi-

schen apolaren und polaren Gruppen) sehr stark senken kann (bis zu 1/100). Dies hat den Vorteil, dass es zu keiner Entmischung des Fett-Wasser-Systems kommt. Dadurch ist ein homogenes Gefüge zweier unterschiedlicher Komponenten zu erreichen. In der Abbildung 5 ist eine schematische Darstellung für die Wirkungsweise des Lecithins aufgezeigt (Gunstone, 2007; Kleinert, 1997).

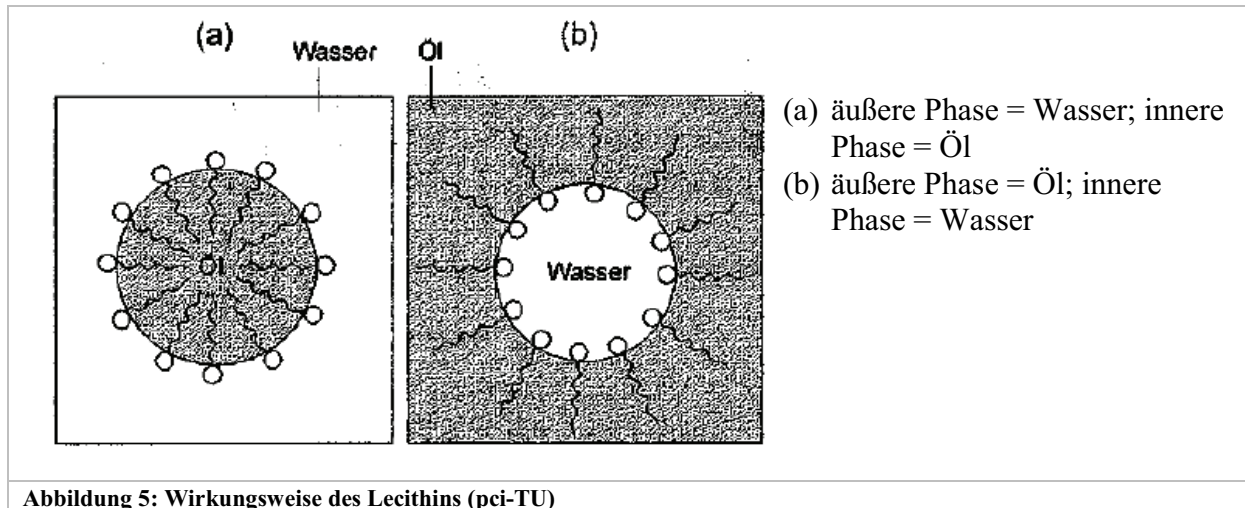


Abbildung 5: Wirkungsweise des Lecithins (pci-TU)

Wie aus der Abbildung zu erkennen ist, kann das Lecithin Wasser und Öl miteinander verbinden und so ein homogenes Gefüge eines Komplettsystems erreichen. Diese Funktionalität wird in der Durchführung der Versuche benötigt. Speziell beim Eindampfen wird ein homogenes Gefüge benötigt, um eine gleichmäßige Kristallisation zu garantieren.

2.4 Suspensionen und Emulsionen

Suspensionen sind im Allgemeinen gesehen Dispersionen, wo sich feste Bestandteile in einer flüssigen Phase befinden. Diese Suspensionen sind, durch ihre Dichteunterschiede, anfällig auf ein Absinken bzw. Sedimentieren ihrer festen Bestandteile. Dies bedeutet, dass sich das System nach einer starken mechanischen Einwirkung (z.B. Mischen mit einem Rührgerät) entmischt und die feste Phase, aufgrund ihrer Dichte, auf den Boden absinkt. Die flüssige Phase wird aufschwimmen. In der folgenden Abbildung ist die Phasentrennung durch Sedimentation dargestellt.

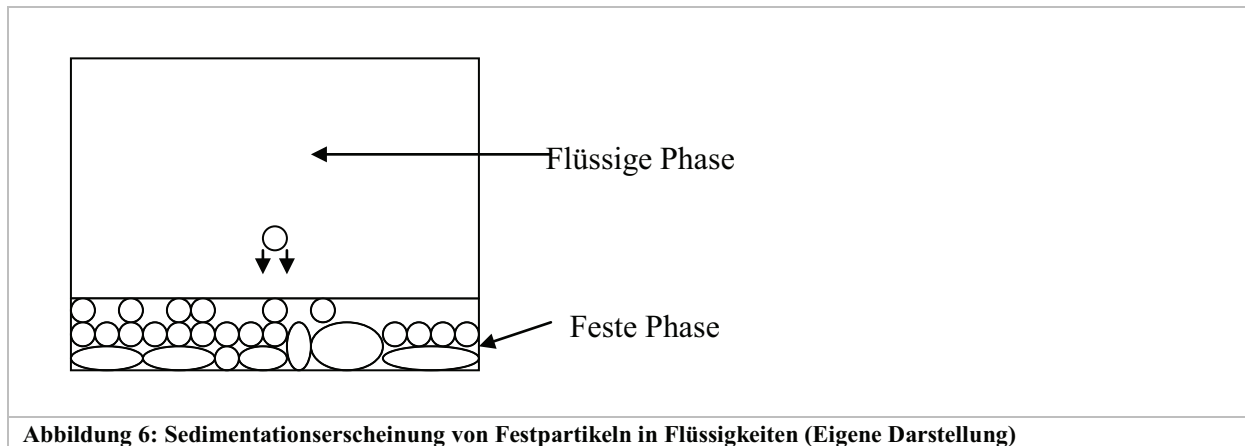


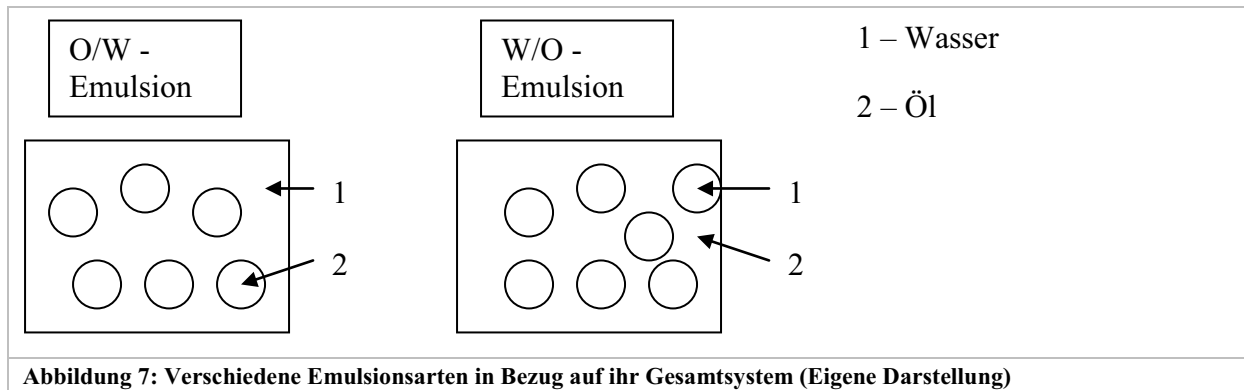
Abbildung 6: Sedimentationserscheinung von Festpartikeln in Flüssigkeiten (Eigene Darstellung)

In apolaren Stoffen (wie z.B. Saccharosekristalle in Kakaobutter) kann eine Stabilität nicht durch elektrostatische Wechselwirkungen erreicht werden, sondern nur durch Adsorptionsschichten nieder- oder hochmolekularer grenzflächenaktiver Stoffe. Diese wirken nur unter der Voraussetzung, dass zwischen den Adsorptionsschichten keine Wechselwirkungen zwischen den Komponenten auftreten und die Schichtdicke groß genug ist.

In polaren Stoffen (wie z.B. Saccharosekristalle in Wasser) wird die Stabilität allein durch die Auflösung des Feststoffes in einer wässrigen Phase erreicht. Dies begründet sich darin, dass der Feststoff (in dem Falle Saccharose) bis auf die Molekularebene gelöst wird und dadurch ein gleichmäßiges System ohne Dichteunterschiede oder andere Wechselwirkungen entsteht. In dem Falle, dass sich die Saccharose durch Entzug des Wassers rekristallisiert, unterliegt dem entstandenen System wieder die Schwerkraft und es kommt zu einer Sedimentation der Saccharosekristalle (Tscheuschner, 1996).

Emulsionen sind Systeme, die aus mindestens zwei nicht oder begrenzt löslichen Medien bestehen. Diese Systeme sind instabil gegenüber Koaleszenz (Entmischung). Einer Entmischung kann mit verschiedenen Emulgatoren (meistens Sojalecithin) entgegengewirkt werden, wie z.B. Senkung der Grenzflächenspannung (Siehe Kapitel 2.3 Lecithin). Es gibt verschiedene Typen von Emulsionen. Diese sind nachfolgend dargestellt:

- O/W = Öl in Wasser Emulsion (Siehe Abb.: 7)
- W/O = Wasser in Öl Emulsion (Siehe Abb.: 7)



Für das Brechen von entstandenem Emulsionen, kann es mehrere Ursachen geben. Eine mechanische Einwirkung und/oder eine Temperaturerhöhung können Gründe hierfür sein, um nur einige beispielhaft zu nennen (Tscheuschner, 1997).

2.5 Kristallisationsmerkmale und –arten

Die Kristallisation ist ein thermisches Trennverfahren, in dem mindestens eine feste kristalline Phase (Kristallit) aus dem amorphen, flüssigen oder gasförmigen Zustand durch Phasenumwandlung, aus einer Lösung erzeugt wird. Diese Phasenumwandlungen können weiter durch Kristallisation aus einer Schmelze oder durch Desublimation aus einer Dampfphase vollzogen werden (Sattler, 1995).

Diese Arbeit beschäftigt sich mit der Kristallisation aus Lösungen (d.h. Wasser und Saccharose). Diese Art von Kristallisation wird im Normalfall noch vorkonzentriert. Diese Vorkonzentrierung wird in dieser Arbeit mit der maximalen Löslichkeit der Saccharose bei einer bestimmten Temperatur erreicht. Das heißt, dass die Konzentrationen der Lösungen schon sehr hoch angesetzt werden, so dass keine Vorkonzentrierung mehr erfolgen muss.

Die konzentrierte Lösung wird dann durch Kühlen (Kühlungskristallisation), Abdampfen des Lösungsmittels (Verdampfungskristallisation) oder durch Entspannungsverdampfung (Vakuumkristallisation) übersättigt, die dann zur Kristallbildung und –wachstum weiterführen. Bei dem Abbau der Übersättigung fallen eine Vielzahl von Feststoffen an, die dann abgetrennt werden (z.B. durch Zentrifugation). Liegt die Wichtigkeit in der Herstellung einer bestimmten Korngrößenverteilung (Partikelgrößenverteilung), dann sind der Übersättigungsgrad, die Keimbildung und das Kristallwachstum im dann entsprechend zu gestaltenden Kristallisationsapparat durch Anpassung der Betriebsparameter wie Kühl – bzw. Abdampfgeschwindigkeit, Strömungsführung usw. zu kontrollieren.

Um eine Lösung in die Phase des Kristallisierens zu bringen, muss diese zuerst übersättigt werden d.h., der gelöste Stoff muss über seine maximale Löslichkeit gebracht werden. Dies wird durch die folgenden Verfahren erreicht. Bei großer Temperaturabhängigkeit der Löslichkeit wird die Übersättigung durch einfaches Abkühlen der gesättigten Lösung (von T_1 auf T_2) erreicht (Kühlungskristallisation). Ist die Abhängigkeit der Temperatur nur geringfügig, so wird die Übersättigung durch Abdampfen des Lösungsmittels erreicht (Verdampfungskristallisation). Liegt die Besonderheit auf einer schonenden Behandlung der Lösung, dann kommt es zu einer Kombination zwischen Kühlungs – und Verdampfungskristallisation. Ein Teil des Lösungsmittels verdampft unter Abkühlung der Lösung und der andere Teil wird durch das Eindampfen heraus gedampft. Im Endeffekt wird bei der Vakuumkristallisation die Übersättigung durch zwei parallel laufende Prozesse (Kühlen und Verdampfen) erzeugt (Sattler, 1995).

Um eine Kontrolle über die Kristallerzeugung zu besitzen, sind noch einige Faktoren der Kristallisationskinetik zu beschreiben. Wie schon im ersten Teilabschnitt beschrieben wurde, muss eine Lösung übersättigt sein, um Kristalle zu bilden. Dieser Übersättigungsabbau läuft in 2 Schritten ab. In dem ersten Schritt werden Kristallkeime gebildet und im zweiten Schritt fängt das Kristallwachstum an. Das Wachsen der Kristalle wird durch Aufnahme von Feststoff aus der übersättigten Lösung hervorgerufen. Es werden kleinste Bausteine (Feststoff) aus der Lösung an den Kristallkeim angebaut bzw. angelagert. Ein weiterer Parameter ist die Keimbildungsgeschwindigkeit, die vor allem von der Lösungsübersättigung abhängt. Weitere Einflussfaktoren können diverse Verunreinigungen, pH-Wert, Viskosität, Strömungszustand und Ausgangstemperatur sein. Kommt es zu einer Übersättigung über die zweite Löslichkeitskurve (labiles Gebiet), dann ist zu beobachten, dass sich sehr viele kleine Keime bilden (Sattler, 1995).

Nach der Keimbildung fangen die Kristalle an zu wachsen. Dies nennt man Kristallwachstumsgeschwindigkeit. Diese Geschwindigkeit nimmt mit der Lösungsübersättigung nahezu linear zu und wächst mit der Temperatur. Mit steigender Viskosität nimmt die Wachstumsgeschwindigkeit der Kristalle ab. Weitere Einflussfaktoren sind der pH-Wert und verschiedene Verunreinigungen. Spielt die Herstellung von kleinen Partikeln eine große Rolle, so sollte aus einer relativ großen Lösungsübersättigung kristallisiert werden (Sattler, 1995).

2.6 Partikelcharakterisierung

Die Partikel sind in der Regel Feststoffe und besitzen keine ideale Kugelform. Eine ideale Form wird für die Volumenberechnungen vorausgesetzt. Die Grundlage für die Berechnung ihres Volumens ist die Verwendung einer Äquivalentkugel (ideale und definierte Form). Die Form der Partikel kann individuell zwischen blattförmig, nadelförmig, kugelförmig, rhomboederförmig, pyramidenförmig, u.a. variieren (Kurzhaus, 2003).

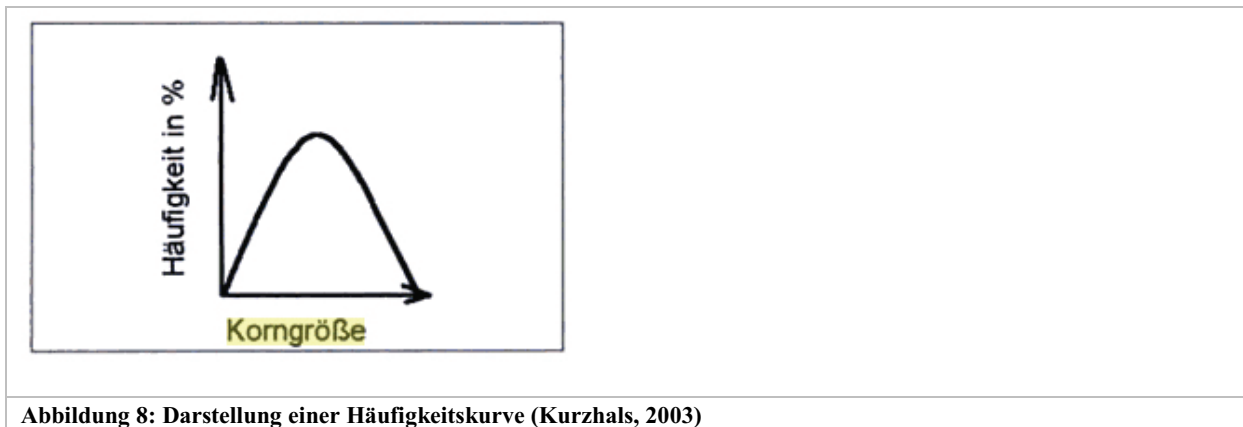
Die Korn- bzw. Partikelgrenze ist die Grenze zwischen Partikeln in polykristallinen Werkstoffen. Diese sind Hindernisse für die Versetzungsbewegungen (Gleiten). Daher nimmt die Viskosität bei feinkörnigen Systemen ab, während die Festigkeit zunimmt. Die Ermittlung der Partikelgrößen kann mit verschiedenen Messmethoden aufgeklärt werden. Diese sind wie folgt.

- Siebanalyse → Prüfsiebe mit unterschiedlichen Maschenweite
- Sedimentationsanalyse → Gemische mit unterschiedlichen Dichten werden mit Hilfe der Sinkgeschwindigkeit ermittelt
- Sichtanalyse → Durchführung im Schwerkraftfeld oder Zentrifugalfeld (Masseunterschiede)
- Optische Korngrößenmessung → mit Hilfe eines Mikroskops und mit der Laser-Beugungs-Spektroskopie, die Wertung der Klassen beruht sich auf der Grundlage des prozentualen Anteils der Teilchen in der jeweiligen Klasse an den Gesamtanzahlen der Teilchen
- Änderung der elektrischen Leitfähigkeit → Teilchen in einer Elektrolytlösung, in die Leitfähigkeit gemessen wird
- Streulichtanalytoren → Staubhaltiges Gas wird durch eine Lichtfeld eingeblasen und der gestreute Lichtanteil wird gemessen

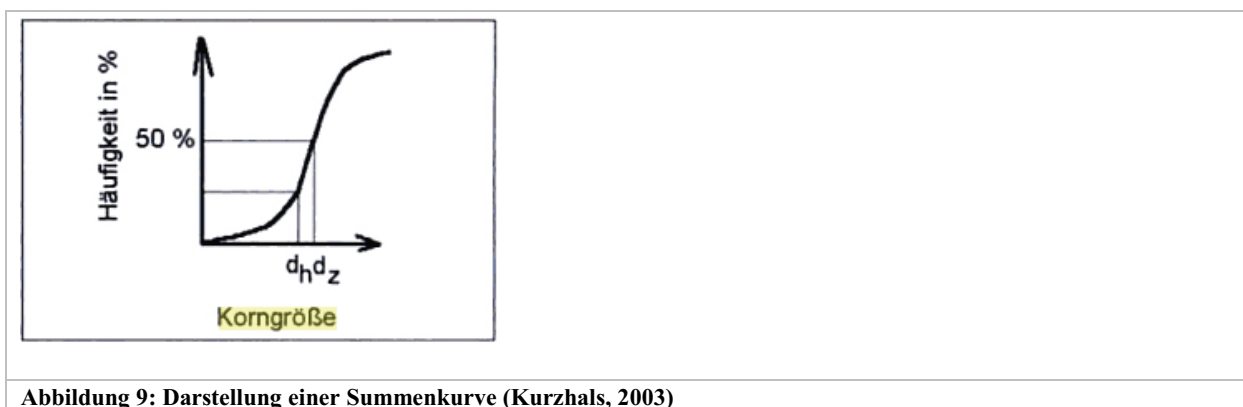
Die gewonnenen Ergebnisse aus diesen Messmethoden werden grafisch in Häufigkeits - und Summenkurven dargestellt.

In der Abbildung 8 ist eine Häufigkeitskurve dargestellt. Die Ergebnisse aus dieser Kurve sind Mengenanteile in den einzelnen Kornklassen, die sich in einem Balkendiagramm über der Korngröße darstellen lassen. Bei einer hohen Klassendichte kann das entstandene Balkendiagramm zu einer Kurve erweitert werden (sogen. Häufigkeitskurve). In dieser Kurve wird die Häufigkeitsdichte über der Korngröße aufgetragen. Die Menge in Prozent kann die Teilchenanzahl, das Teilchenvolumen oder –gewicht und die Teilchenfläche ausgeben. Diese

Diagramme stellen die Anzahldichteverteilung, die Flächendichteverteilung, die Volumendichteverteilung oder die Massendichteverteilung dar. Die Fläche unter der Kurve entspricht immer 100 % (Kurzhaus, 2003; Zogg, 1993).



Die Ergebnisse aus der Häufigkeitskurve können in einer Summenkurve dargestellt werden (Siehe Abbildung 9). Hier wird nicht der prozentuale Anteil der einzelnen Klasse an der Gesamtmenge dargestellt, sondern der Anteil der Teilchen, die unter oder über einer Korngrößen liegen. Die Variable d_H ist die häufigste Korngröße (Wendepunkt der Summenkurve) und d_z oder d_{50} ist die Korngröße, die 50 % aller Partikel beinhaltet.



Weitere Ausgaben sind die verschiedenen D – Werte (D10, D16, D84, D90, D99). Bei einem D90 von 170 μm ist die Aussage, dass 90 % aller Partikel unter oder gleich 170 μm liegen. Des Weiteren können die Partikelgrößenverteilungen eine

- unimodale Verteilung d.h., dass es nur einen Peak für die Partikel gibt
- bimodale Verteilung d.h., dass zwei Peaks vorhanden sind, die zwei unterschiedliche Partikelgrößen beschreiben
- oder eine tri- bzw. multimodale Verteilung d.h. hier sind drei oder mehr Peaks dargestellt, in der sich mehrere Partikelgrößen entnehmen lassen

besitzen.

Die verschiedenen Partikelgrößenverteilungen bewirken eine Änderung der spezifischen Oberfläche der Partikel. Diese Oberfläche sagt aus, wie viel Gesamtoberfläche alle Partikel in einem definierten Volumen einnehmen. Desto größer der Wert, desto größer der Anteil an kleineren Partikeln. Dieser erhöhte Anteil führt zu einer Viskositätserniedrigung in einer Suspension (z.B. Fett und Saccharose), in dem sich das Fett stärker verteilt, aufgrund der vergrößerten benetzbaren Oberfläche.

Ein weiterer Parameter zur Beurteilung der Partikelgrößenverteilung ist die Breite der Verteilungsfunktion („Span“) und die relative Breite (die Breite der Kurve), die aus den folgenden Formeln berechnet werden.

$\text{Span} = \frac{(D_{90} - D_{10})}{D_{50}}$ $\text{rel. Breite} = \frac{D_{90}}{D_{10}}$
Formel 3: Span und relative Breite

Alle vorher beschriebenen Parameter werden von der Software Sympatec HELOS automatisch nach der Partikelmessung (Laserbeugungsgerät Firma Sympatec) berechnet und ausgegeben. Mit diesem Gerät wird eine Messung von trockendispergierten und suspendierten Teilchen ermöglicht. Dieses Prinzip beruht sich auf der Fraunhofer – Beugung und/oder der Mie – Streuung der Einzelteilchen. In dieser Arbeit wird die Fraunhofer – Beugung angewandt, da sie einfacher in ihrer Handhabung und Funktion ist (Müller, 1996).

Beugung ist das Ablenken von Strahlungswellen (Licht) an einem Festkörper (z.B. Linse, Platte mit Spalt). Nach dem Hindernis breiten sich die Wellen weiter aus. Die Theorie von Fraunhofer besagt, dass das Licht an großen Partikeln mit kleinem Winkel (aber große Intensität) und kleine Partikel mit großem Winkel (aber kleine Intensität) gebeugt werden.

Unter der Streuung werden die Erscheinungen der Reflexion, der Brechung und der Beugung zusammengefasst. Das Prinzip beruht darauf, dass ein Lichtstrahl auf ein kugelförmiges Partikel auftrifft und dort gebeugt und reflektiert wird. An dem Partikel treten dann eine Vielzahl von Streuwinkeln auf. Die Mie – Theorie geht davon aus, dass elektromagnetische Wellen auf ein kugelförmiges Partikel treffen und diese gestreut werden. Im Gegensatz zur Fraunhofer – Theorie kann auch im engeren Feld hinter der Streuung betrachtet werden. Zusätzlich kann das verwendete Partikel auch kleiner oder größer sein als die verwendete Wellenlänge. Anhand des so genannten Mie – Parameters (α), kann der Durchmesser von Teilchen ermittelt werden (Müller, 1996).

$$\alpha = \frac{2 * \pi * r}{\lambda} \quad r = \text{Teilchenradius}$$

$$\lambda = \text{Wellenlänge des Lichtes}$$

Formel 4: Teilchendurchmesserberechnung

Der Größenbereich, in dem die Partikel gemessen werden, liegt zwischen 0,1 µm bis 875 µm. Bei der Auswahl des richtigen Messbereiches müssen verschiedene Einstellungen getätigt werden, wie z.B. die Küvettenstellung oder Linsenart.

Im Endeffekt ist zu sagen, dass das Messprinzip (Siehe Abbildung 10) auf die verschiedenen Beugungsmuster der einzelnen Partikel basiert.

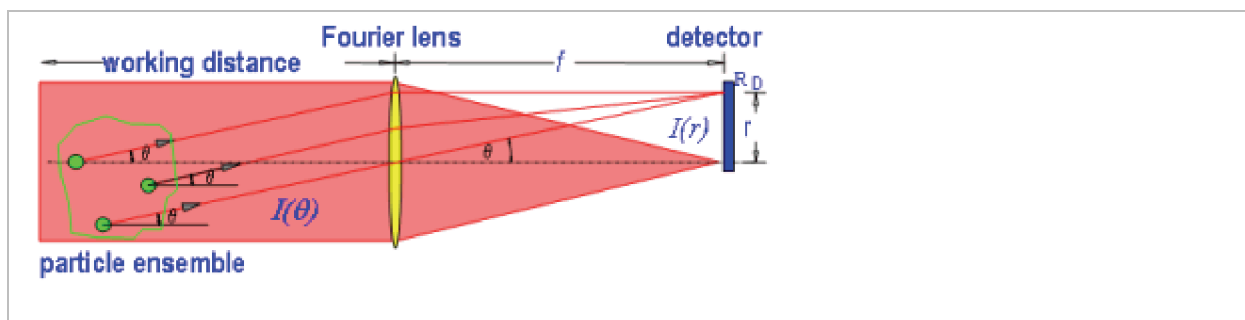


Abbildung 10: Prinzip der Messung (Sympatec)

Diese Muster werden in konzentrischen Ringen angegeben. Deren Intensität und Abstand wird durch die Größe der Partikel bestimmt. Desto kleiner das Partikel, desto weiter nach außen ist der erste dunkle Ring verschoben. Je größer das Partikel, desto enger sind die dunklen Ringe zum Zentrum verschoben (Siehe Abb.: 11)

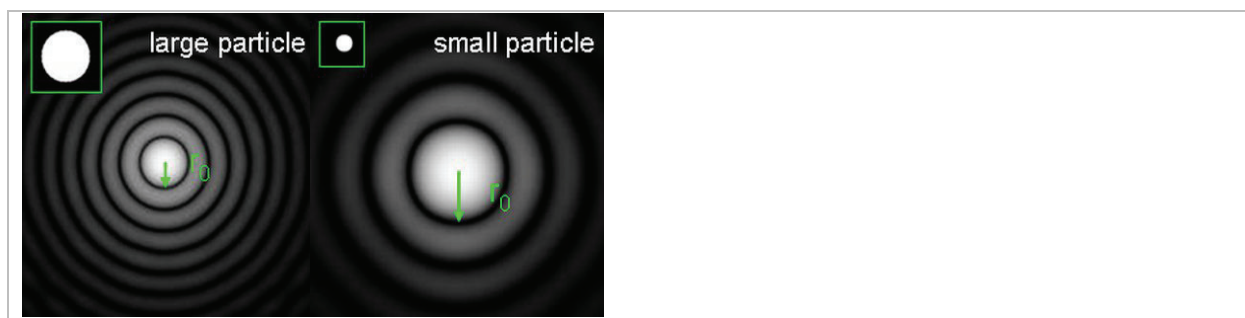


Abbildung 11: Ringanordnung der Partikelmessung von großen und kleinen Partikeln (Sympatec)

Die Voraussetzungen für die Messung mittels Laserbeugungsspektroskopie sind, dass immer angenommen wird, dass die zu untersuchenden Partikel kugelförmig und nicht transparent, seien. Des Weiteren muss die optische Konzentration (Trübung, optische Dichte der Suspension aus Öl und Feststoffpartikel) zwischen 18 und 25 % sein. Wenn die Konzentration zu hoch ist, kann es zu einer Doppelbeugung kommen und ist sie zu niedrig, kann es eventuell zu keiner Streuung kommen.

2.7 Zucker- und Fondantherstellung

2.7.1 Zuckerherstellung

Die Herstellung von Zucker aus Zuckerrüben ist ein komplexer Prozess und aufgrund der großen Komplexität werden einzelne Herstellungsschritte wie Rübenreinigung und Extraktion außen vorgelesen. Sind nähere Informationen über die Herstellung erwünscht, können diese der Fachliteratur der *Zuckerherstellung* (Autorenkollektiv, 1984) entnommen werden. Der Punkt an dem die Beschreibung ansetzt, ist nach der Dicksaftherstellung. Der Dicksaft ist der Ausgangsstoff für die Kristallisation der Saccharose. Dieser wird in Verdampfungskristallisatoren mittels Mehrfachverdampfung eingedampft. Die einzelnen Arbeitsschritte für die Kristallisation sind:

Der Dicksaft wird mittels Vakuum ($p_{abs} = 20 \text{ kPa}$), welches durch eine Vakkumpumpe und Brüdenkondensator erzeugt und aufrechterhalten wird, in die Verdampfungskristallisationstürme gezogen.

- (1) Die Lösung wird durch intensiven Wasserentzug übersättigt. Der Wasserentzug wird durch Verdampfen bei Siedetemperaturen zwischen $70 - 80 \text{ °C}$ erreicht.
- (2) Der erste Schritt um Feststoffpartikel (Kristalle) zu bilden, ist die Bildung von Kristallkeimen. Dies kann durch spontane Keimbildung im labilen Gebiet z.B. durch Druckstoß oder durch vorhandene Impfkristalle im metastabilen Gebiet vonstatten gehen. Der Vorgang der Keimbildung muss als zeitlich begrenzt und einmalig durchgeführt werden.
- (3) Der zweite Schritt ist das Kristallwachstum. Das Wachsen der Kristalle ist nur in dem metastabilen Bereich möglich und deshalb muss die Lösung in diesem Bereich gehalten werden (Verhinderung der Abnahme der Lösungskonzentration). Dies wird erreicht durch Zugabe von Frischlösung. Dieser Vorgang erfordert eine stetige und gute Zirkulation, um Ausmagerungen in der Flüssigkeitsgrenzschicht der Kristalloberfläche zu verhindern.
- (4) Im letzten Schritt wird ohne Frischgutzufuhr eingedampft und das entstandene Sirup-Kristall-Gemisch wird belüftet und entleert. Um eine erhöhte Zuckerausbeute zu erreichen, wird meistens noch eine Kühlungskristallisation nachgeschaltet. Darauf wird das Gemisch in Tellerzentrifugen eingegeben und von dem Restsirup getrennt (Kurzhaus, 2003).

Der entstandene Kristallzucker ist durch einige nichtabtrennbare Restsirupstoffe noch relativ qualitativ niedrig. Aus diesem Grund erfolgt ein letzter Verfahrensschritt, die Raffination. Diese zeichnet sich durch folgende Arbeitsschritte aus:

- Auflösen
- Filtrieren
- Entfärben
- Filtrieren
- Kristallisieren
- Zentrifugieren

Einige Arbeitsschritte können mehrmals wiederholt werden, um eine hohe Reinheit bzw. Qualität zu erreichen. Das Endprodukt ist die Raffinade (Kurzhaus, 2003; Autorenkollektiv, 1984; Hoffmann, 2002).

2.7.2 Herstellung von Fondant

Fondant leitet sich aus der französischen Sprache (*fondre* = schmelzen) ab. Es wird zwischen Fondantmasse, Fondanterzeugnissen, Trockenfondant und Knickebeinfüllungen unterschieden. In diesem Kapitel wird die Herstellung von Fondantmassen beschrieben. Die Fondantmasse ist ein Zwischenprodukt in der Lebensmittelverarbeitenden Industrie (z.B. Überzug von Backwaren).

Die Basis für die Herstellung bilden hauptsächlich die Komponenten Saccharose, Wasser, Glukosesirup, sowie Invertzucker oder Sorbit. Die Aufgabe von Invertzucker und Sorbit ist die Bindung von Feuchtigkeit. Diese Komponenten werden aufgelöst und durch Erhitzen (meist auch unter Vakuum) auf eine Trockensubstanz von 88 – 90 % aufkonzentriert. Diese Konzentration entspricht einem Siedebereich von 118 – 121 °C. Die entstandene heiße übersättigte Lösung wird unter starker Kühlung gerührt und intensiv gemischt, so dass eine Vielzahl von kleinen Saccharosekristallen entsteht. Dieser Prozess des Kühlens und Mischens wird als Tablieren bezeichnet. Der gesamte Herstellungsprozess erfolgt kontinuierlich in so genannten Tabliermaschinen (Siehe Abbildung 12):

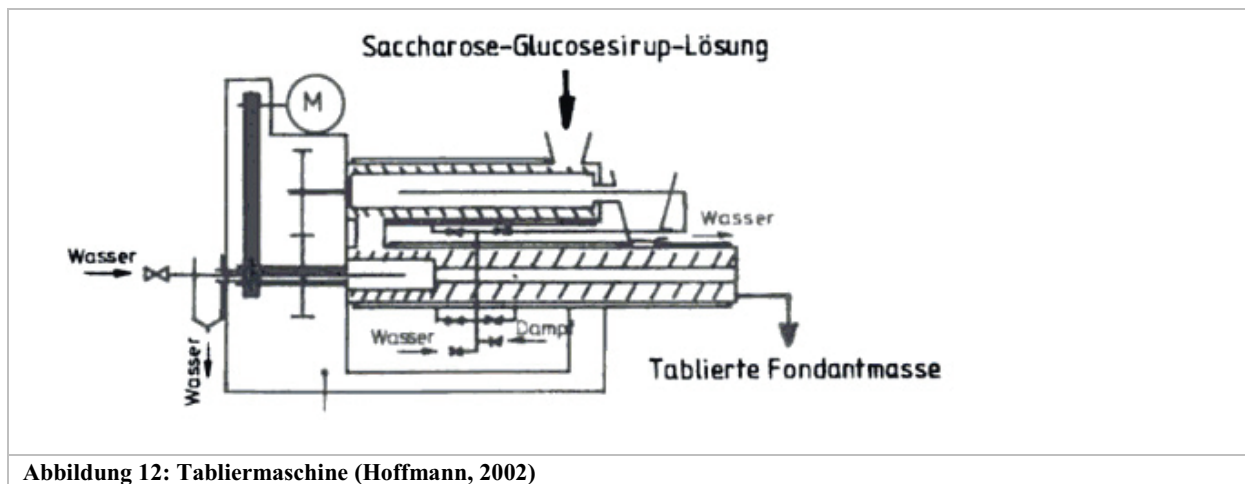


Abbildung 12: Tabliermaschine (Hoffmann, 2002)

Die Fondantmasse aus Zucker ist ein Zweikomponentensystem aus feinsten Saccharosekristallen (feste Phase) und einem gesättigten Zuckersirup (flüssige Phase). Der Anteil der flüssigen Phase liegt bei 35 – 50 % und der feste Anteil bei 50 – 65 %. Diese Anteile beeinflussen maßgebend die Konsistenz d.h., dass mit abnehmender Kristallgröße (Erhöhung der Kristalloberfläche) die Viskosität steigt. Dies beruht darauf, dass die Kristalle mehr Zuckersirup an ihrer Oberfläche lagern können.

Ein weiterer Einflussfaktor zur Größe der Kristalle ist die Ankühlgeschwindigkeit. Je schneller die Kristallisation eingeleitet wird, desto kleiner werden die Saccharosekristalle. Dieser Zusammenhang wird in der folgenden Tabelle verdeutlicht.

Tabelle 6: Darstellung des Zusammenhangs zwischen der Kristallisier-Temperatur und der Größe der Saccharosepartikel (Kleinert, 1997)

Kristallisier-Temperatur	Kristallstruktur im Zuckerfondant
103 °C	Es bilden sich große und uneinheitliche Kristalle
70 °C	Im Strukturgefüge ist der Zuckerfondant homogener, doch die Kristalle sind noch zu groß
60 °C	Die Kristalle sind mehrheitlich ziemlich klein, doch es finden sich noch einige Kristallnester
40 °C	Der Fondant weist sehr feine Saccharosekristalle auf und zeigt ein homogenes Strukturgefüge

Ein 8 %iger Zusatz von Sorbitolsirup wirkt sich auf die Stabilisierung der Feuchtigkeit und auch auf die Ausbildung von kleinen Saccharosekristallen positiv aus. Ein zu hoher Anteil an Sorbitol wirkt sich negativ auf die Feuchtigkeitsregulierung aus (Siehe Abbildung 13).

Saccharose %	Glukosesirup %	Sorbit %	Kristallgrößen µm	Sensorik
1. 84	16	0	14–16	Stark ausgetrocknet, hart und sandiges Strukturgefüge.
2. 80	12	8	4– 6	Glänzend, weißes u. homogenes Strukturgefüge.
3. 78	8	14	10–14	Glänzend, zu weich, homogenes Strukturgefüge.

Abbildung 13: Abhängigkeit des Sorbitanteils zu der Kristallgröße und Aussehen(Hoffmann, 2002)

Dem Zuckerfondant werden in der Regel noch weitere Komponenten, wie Eiweiß, Magermilchpulver, Natriumalginat, Agar-Agar, Pectine usw., zugesetzt (Hoffmann, 2002; Kleinert, 1997).

2.7.3 Vergleich der beiden Partikelsysteme

Im Allgemeinen fallen bei der Herstellung von Zucker die haushaltsüblichen mittleren Kristallgrößen an. Diese sind mit einer Größe von ca. 0,6 – 1,0 mm bemessen. Die Kristallgrößen sind optisch erkennbar und können leicht mit dem sensorischen Attribut Mundgefühl wahrgenommen werden. Das Kristallgefüge ist nahezu wasserfrei. Es sind nahezu keine weiteren Komponenten zwischen den einzelnen Kristallen vorhanden.

Im Gegensatz zum Kristallzucker liegt im Fondant eine große Anzahl an Komponenten vor. Die richtige Mischung dieser Zutaten bewirkt eine Herstellung von kleinen Saccharosekristallen. Die mittlere Kristallgröße beträgt dort ca. 10 µm. Die Partikelvolumenanteile für einen guten Fondant sind: 90,5 % aller Partikel liegen bei einer Größe von 0 – 10 µm, 7,0 % bei 11 – 20 µm und 2,5 % bei 21 – 30 µm. Im optimalen Falle ist der D₉₀ – Wert bei 25 µm (Hoffmann, 2002).

Im Vergleich der beiden Partikelsysteme ist zu erkennen, dass es eine Vielzahl an Einflussfaktoren für die Bildung kleiner Saccharosekristalle gibt. Auf der einen Seite sind die physikalischen Parameter und auf der anderen Seite die Zutatenrezeptur ausschlaggebend.

In der Arbeit wird das Grundsche ma für die Bildung von kleinen Saccharosekristallen aus der Fondantherstellung verfolgt. Inwiefern der Austausch des Glukosesirups und Teile von Sorbitol mit Kakaobutter bestimmend ist, wird durch die verschiedenen Versuche ermittelt. Gleichzeitig wird versucht die richtige Temperaturführung bei der Kristallisation zu erforschen.

3 Material und Methoden

3.1 Rohstoffspezifikation

In der folgenden Tabelle sind die einzelnen Rohstoffe, die in den Versuchen verwendet werden aufgelistet, mit ihren jeweiligen Herstellern.

Tabelle 7: Liste der verwendeten Rohstoffe

Kennzeichnung	Hersteller
Zucker (Saccharose) mittelfeine Körnung	Nordzucker
Kakaobutter	Kakao Verarbeitung Berlin
Lecithin (Sojalecithin E322)	K & S Service Hockenheim
Fondantmasse	Bachwarenhersteller de Mäkleborger

Die Besonderheit der Fondantmasse liegt in ihrer Zusammensetzung. Die Trockenmasse liegt bei 89,0 – 90,0 %. Sie besteht laut der Produktspezifikation von de Mäkleborger aus 86 % Saccharose und 14 % Glukosesirup mit einer Toleranz von 1 %.

3.2 Prinzip, Geräte und Materialien, Durchführung

3.2.1 Partikelmessung

Das Prinzip beruht im Allgemeinen auf der Wechselwirkung zwischen Partikel und Licht. Die dabei entstehenden Beugungserscheinungen sind abhängig von den Größen der einzelnen Partikel. Diese Streulichtintensitäten werden nach der Fraunhofer Theorie und der Mie Theorie ausgewertet. Nähere Detailbeschreibungen sind in dem Kapitel 2.6 (Seite 17) ausführlich beschrieben.

Die verwendeten Materialien und Geräte sind wie folgt:

- Laserbeugungsspektrometer der Firma Sympatec
- Ultraschallbad vom Typ Sonorex RK255 H
- Softwareprogramm Windox Helos
- Reines Rapsöl (Verwendung aufgrund, dass keine Fremdpartikel im Öl sind und es nicht verharzt)
- Pastille und Mörser
- Probematerial aus Saccharose und Kakaobutter (eventuell Lecithin)

Das Laserbeugungsspektrometer wird für die Messung der Partikelgrößenverteilung eingesetzt. Der Arbeitsbereich des Gerätes wird auf 0,5 µm bis 875 µm eingestellt. Dies wird durch die Versetzung des Detektors (nach ganz rechts bis zum Farbstrich), die Küvettenstellung auf f20 und den Einbau der 500 µm Linse erreicht. Die Standardabweichung des Gerätes ist unter 0,3 % und eignet sich daher besonders gut für Aerodispersionen, Suspensionen und Sprays. Die eigentliche Messzone besteht aus einer Durchflußküvette, die über eine Schlauchpumpe ständig mit Probenmaterial aus dem Vorlagebecken versorgt wird. In dieser Küvette wird das Licht an den Partikeln gebeugt. Dieses Licht wird durch eine Fourier-Linse immer auf den Messkopf des Detektors gelenkt, um eine Sicherstellung der Intensitätsmessung zu garantieren. Diese Intensitäten werden dann durch die eine entsprechende umgerechnet und grafisch dargestellt.

Der erste Schritt bei der Probenvorbereitung (einmal je Probe) ist (die Sicherstellung über) eine bestmögliche Verteilung der einzelnen Partikel zu garantieren. Die Standards, die für eine Messung von Schokoladenproben festgelegt wurden, können aufgrund des weißen Probenmaterials und der Messung in einem höheren Messbereich nicht angewandt werden. Es wird eine Änderung der Probenvorbereitung durchgeführt. Dazu wird ca. 30 ml Rapsöl auf 40 – 50 °C erwärmt. Zwei gestrichene Teelöffel der Probe werden mit einem Teelöffel Rapsöl vermengt und eventuelle Agglomerate mit dem Mörser zerstört. Dieser Anteil der Probe wird dann mit einem gleichgroßen Anteil an Rapsöl weiter suspendiert und mit Hilfe eines Ultraschallbades 15 min behandelt, um jeglicher Klumpenbildung entgegen zu wirken. Das Öl in der Nassdispersionzelle wird mit vorgewärmtem Öl angewärmt, um Luftbläschen aus dem Öl auszutragen. Nach der Bestimmung des Referenzwertes (Leerprobe) wird die Probe in die Nassdispersionzelle, bis zu einer optischen Konzentration von 18 bis 25 %, zugemengt. Mittels der Software kann die Messung nun gestartet werden. Nach jeder Messung muss die Nassdispersionseinheit mit neuem Öl gespült bzw. gereinigt werden. Einige feste Bestandteile, die sich auf den Boden der Zelle abgelegt haben, müssen mittels Kunststoffschaber entfernt werden. Einzelne Proben, die einen erhöhten Wassergehalt besitzen (ca. > 2 %) können nicht gemessen werden, da sie nicht in Öl dispergierbar sind. Alle Messungen wurden unter den folgenden Parametern durchgeführt.

- Gleichgroße Probenmengen
- 15 min Ultraschallbad
- Rührerdrehzahl 300 U/min
- Messöl vorgewärmt
- Messdauer von 3*30 sec und vorherigen 30 sec Ultraschallbad

Die Doppelbestimmung ist von dem Laserbeugungsspektrometer jeweils 3mal gemessen worden. Die gewonnenen Ergebnisse (aus der Doppelbestimmung) aus der Software werden nun in Excel übertragen und speziellen statistischen Auswertungen unterzogen, wie z.B. Standardabweichung, Mittelwerte.

3.2.2 Bestimmung der Trockenmasse

Die Restwasserbestimmung in dem erhaltenden Produkt wird nach der vorgegebenen Methode OICCC (Office international du cacao, du chocolat et de la confiserie) durchgeführt. Anhand derer wird der restliche Wasseranteil durch Trocknen entfernt und prozentual durch Differenzwägung vor und nach dem Trocknen bestimmt.

Die zu verwendeten Geräte sind:

- Vakuumtrockenschrank Heraeus VT 6025
- Vakuumpumpe
- Wärmeschrank Heraeus UT 20
- Exsikkator mit Blaugel
- Waage Sartorius BP 210s
- Seesand (in Salzsäure gewaschen)
- Becherglas (Typ Teeglas) mit Spatel

In Vorbereitung auf die Messung muss der Seesand in dem Wärmeschrank von Heraeus vorgeglüht (entfeuchtet) werden. Dies geschieht bei einer Temperatur von 110 °C. Danach muss er eine halbe Stunde in einem Exsikkator abkühlen. Der vorgeglühte Seesand mit der abgewogenen Probe wird in den Vakuumschrank mit 0 bar Normaldruck laut Messanzeige (1 bar Unterdruck) gefahren. Bei diesem Druck verflüchtigen sich alle Restfeuchtigkeiten, da das Wasser schon bei 70 °C verdunstet.

Die Probenvorbereitung erfolgt mit den Materialien Seesand, Teeglas mit Spatel sowie einer Analysewaage und einem Exsikkator. Im ersten Schritt werden 20 g Seesand (mit Teeglas und Spatel) abgewogen und im zweiten ca. 5 g Probenmaterial abgemessen und zugegeben. Anschließend werden die Materialien leicht vermengt bis eine homogene Masse gebildet wird. Je Probe wird eine 3-fach-Bestimmung durchgeführt. Die vorbereiteten Proben werden dann in dem Vakuumtrockenschrank (bis zur Massekonstanz) für 2 – 3 h bei 1 bar Unterdruck getrocknet. Im Anschluss daran werden sie dann noch weitere 30 min in einem Exsikkator abgekühlt. Die Berechnung erfolgt durch die Differenzmassen vor und nach dem Trocknen.

$$\text{Wassergehalt}[\%] = \frac{m_1 - m_2}{m_2} * 100$$

m_1 = Masse vor der Trocknung

m_2 = Masse nach der Trocknung

Formel 5: Bestimmung des Wassergehaltes

Die Vorbereitung und Bereitung der einzudampfenden Probe muss sehr genau und sauber durchgeführt werden. Dies wird durch den Einsatz von Einweghandschuhe zum Schutz vor Feuchtigkeit und Fremdpartikel erreicht. Alle Vorbereitungsmaßnahmen und Durchführungsschritte sind unter gleichen Bedingungen erfolgt.

3.2.3 Mikroskopische Begutachtung der Partikelform

Die Mikroskopie ist eine allgemeine Anwendung zur Darstellung kleiner Objekte. Sie dient zur analytischen Auswertung, in denen Substrukturen und kleine Partikel erkannt werden. Die Leistungsfähigkeit eines Lichtmikroskops wird durch ihr Auflösungsvermögen bestimmt. Sie ist durch die numerische Apertur festgelegt. Die numerische Apertur ist das Produkt des Sinus des halben maximalen Öffnungswinkel (Kurzhaus, 2003).

Die Durchführung der Mikroskopie dient in erster Linie der Darstellung von erzeugten Saccharosepartikeln. Des Weiteren sollen eventuelle strukturelle Erkenntnisse gewonnen werden (z.B. Partikelform/ -größe oder Partikelzusammenschlüsse).

Die Geräte und Materialien sind:

- Mikroskop Nikon Eclipse E 400
- Software NIS Elements D 3.0
- Objektträger
- Deckgläser
- Plastikspatel
- Linse mit 10-facher und 20-facher Vergrößerung
- Rapsöl

In Vorbereitung auf die Messdurchführung wird Rapsöl auf ca. 50 °C vorgewärmt. Dieses Öl dient zur Verdünnung des Probematerials, um vereinzelte Partikel (ohne Überlagerungen) in dem Mikroskop sichtbar zu machen.

Mit Hilfe des Spatels wird ein Tropfen der Probe auf dem Objektträger aufgetragen und mit 3 – 4 Tropfen Öl vermengt. Darauf wird ein Deckglas auf die verdünnte Probe gelegt und sofort unter das Mikroskop untergebracht. Nach dem Einstellen der richtigen Auflösung (10-fach

oder 20-fach) wird die Bildschärfe geregelt. Dieses eingestellte Bild ist mit Hilfe der Software einzufrieren und abzuspeichern.

Ein wichtiger Hinweis für die Durchführung ist, dass die Messung schnell durchgeführt werden muss, um eventuelle Auskristallisierungserscheinungen der Kakaobutter nicht zu erhalten. Des Weiteren muss sehr sauber gearbeitet werden z.B. sollte direktes fassen auf die Objektträger und Deckglas vermieden werden.

3.3 Experimentelle Durchführung

3.3.1 Aufbau und Durchführung

Der Aufbau erfolgt im Technikumsmaßstab. Mit einer Ausnahme sind alle Versuche, die im Versuchsplan dargestellt sind, nach dem gleichen Verfahrensaufbau durchgeführt worden. In der folgenden Abbildung ist der hauptsächliche Aufbau des Gesamtprozesses dargestellt.

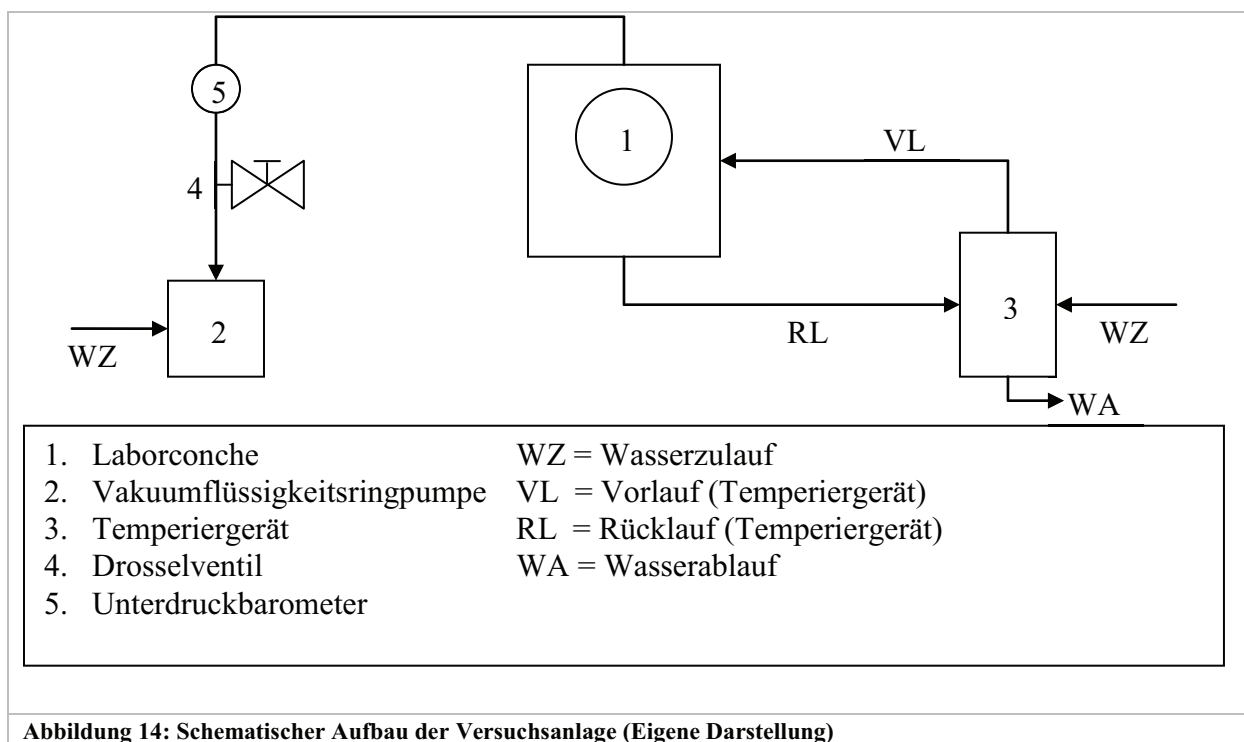


Abbildung 14: Schematischer Aufbau der Versuchsanlage (Eigene Darstellung)

Die Labor – Mischconche der Firma Lipp (Siehe Abbildung 15) ist ein Gerät, welches genutzt wird, um den Endveredlungsprozess von Schokolade zu verfolgen. Die Ziele sind eine vollständige Aromaentwicklung und eine Umwandlung von pulverförmigen, krümeligen Walzgütern in eine fließfähige Suspension aus Zucker-, Kakao- und Milchpulverteilchen in Kakaobutter. Diese werden durch die mechanische Beanspruchung (Scherung) zwischen den Rührwerkschaufeln und der Wand erreicht. Der doppelwandige Conchenraum kann mit Wasser, Öl

oder Dampf beheizt werden. Es kann separat eine Lüftung zu dem Raum angeschlossen werden. In der folgenden Abbildung ist die Labor – Mischconche dargestellt.

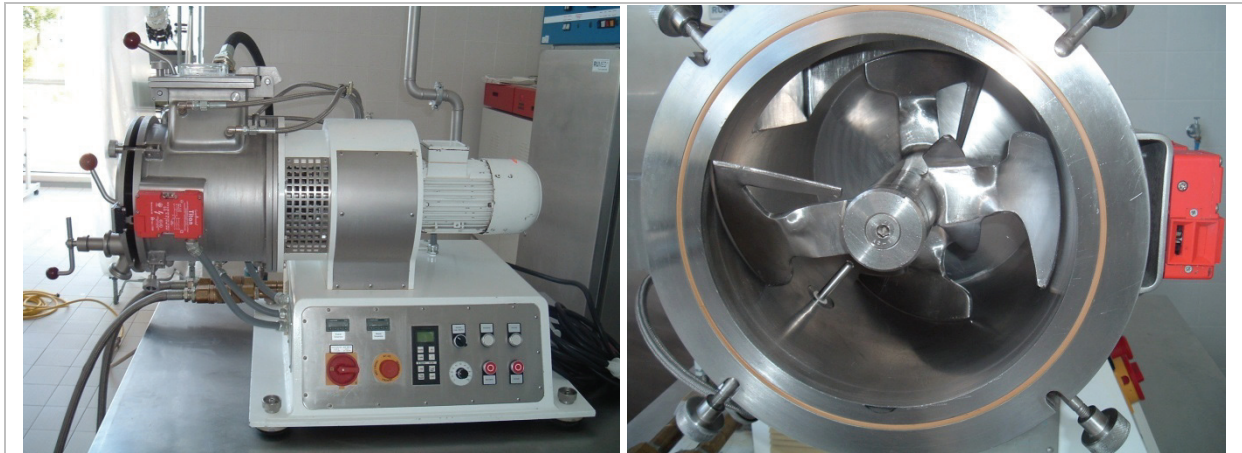


Abbildung 15: Labor – Mischconche IMC-E10, Firma Lipp Mischtechnik, Mannheim, Deutschland

In der der folgenden Tabelle sind die wichtigsten Betriebsparameter der Labor – Mischconche aufgelistet.

Tabelle 8: Betriebsparameter Labor- Mischconche

Parameter	Wert
Betriebstemperatur	Max. 95 °C
Drehzahl (stufenlos)	0 – 200 U/min

Des Weiteren kann der gesamte Prozess im Conchenraum in Vakuumbetrieb gefahren werden. Die Messwerte Produkt-, Wassertemperatur und Leistung können der festeingebauten Anzeige an der Conche entnommen werden. In dieser Arbeit wird die Conche als Kristallisationsapparat fungieren. Sie wird mit dem Heizmedium Wasser gefahren. Das Rührwerk wird für eine gute Zirkulation des Probenmaterials angewandt.

Die Aufgabe der Vakuumflüssigkeitsringpumpe ist ein Vakuum zu erzeugen, um den Conchenraum nahezu luftleer zu machen. Sie gehört zu den Verdrängerverdichtern, die ein zu förderndes Gas (z.B. Luft) mit Hilfe eines periodisch veränderten Volumens über Ein- und Auslassventile ansaugt, verdichtet und ausstößt.



Abbildung 16: Wasserringvakuumpumpe Typ 35000374 – 244, Siemens Hinsch GmbH, Battenberg, Deutschland

In der folgenden Abbildung ist das Temperiergerät dargestellt, das die Aufgabe besitzt das Heiz- bzw. Kühlmediums zu erhitzen oder abzukühlen.



Abbildung 17: Temperiergerät P141, Firma Regloplas, St. Gallen, Schweiz

Die weiteren Bauteile Drosselventil und Unterdruckbarometer werden in den folgenden Abbildungen veranschaulicht.

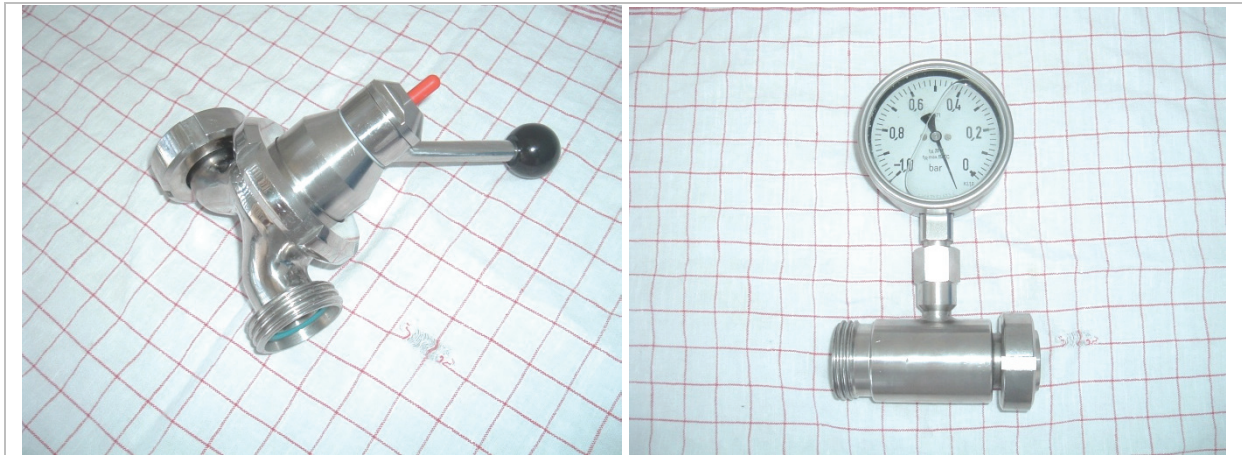


Abbildung 18: Drosselventil und Unterdruckbarometer

Das Drosselventil dient als Falschluffventil, das den Druck regelt. Ist das Ventil vollkommen verschlossen, wird auf dem gesamten geschlossenen System (Conchenraum) ein maximales Vakuum ausgeübt.

Das Unterdruckbarometer ist eine Druckanzeige, die den Unterdruck (unter 1 bar Normaldruck bzw. Atmosphärendruck) darstellt. Ihr Anzeigenbereich reicht von 0 bar (entspricht 1 bar Normaldruck) bis minus 1 bar (entspricht 0 bar Normaldruck).

In weiteren speziellen Untersuchungen wurde der Ultra Turrax T-50 benutzt. Dieses Gerät kann niedrig- und hochviskose Medien mischen und dispergieren. Es wird auch als Hochschermischer bezeichnet. Der Scherspalt zwischen Rotor und Stator beträgt 250 μm .



Abbildung 19: Darstellung Ultra Turrax T-50 und dazugehöriger Scherkopf G45, IKA Werke, Staufen, Deutschland

Die zum Anfang des Kapitels erwähnte Ausnahme ist, dass in dem ersten Versuch nur der „Kleine Stephan“ (Stephan UM/SK-5, Stephan Machinery GmbH, Hameln, Deutschland) benutzt wurde. Dieses Gerät beinhaltet alle Elemente des oben beschriebenen Technikumsmaßstabes. Er wurde aufgrund eines Sichtfensters, indem das Verhalten des Probematerials beim Vakuumverdampfen erforscht wird, benutzt. Die Vorteile des Gerätes sind durch die kompakte Bauweise (alle wichtigen Bauteile Rührwerk, geschlossener Produktraum, Vakuumpumpe sind integriert) und durch bessere Prozessbeobachtung (Sichtfenster) zu beschreiben. Der Nachteil ist das Rührwerk (erhöhte Schneidfunktion).

Im Folgenden werden die einzelnen Schritte der allgemeinen Prozessführung beschrieben. In dem ersten Schritt wird die Conche mit der jeweils erwünschten Temperatur vorgeheizt. Das Vorheizen begründet sich darauf, dass dadurch eine Zeitersparnis der Prozesszeit erzielt wird. In die vorgeheizte Conche wird das gut durchgemischte Probegut hinein gegeben und bei definierter Drehzahl bis zur vollständigen Löslichkeit gemischt (im geschlossenen System). Der Löslichkeitsstatus wird mit einer Mikrometer-Schraube gemessen. Zeigt die Schraube keine Partikelgröße an (also 0 μm), ist die erwünschte Auflösung der Partikel erreicht und es kann der Eindampfbeginn starten. Eventuell wird der Prozess vor Eindampfbeginn noch hochgeheizt oder abgekühlt. Dies wird durch Einstellen der gewünschten Temperatur an dem Temperiergerät erreicht. Ist diese Temperatur erreicht wird überprüft ob alle Verschlüsse fest verschlossen sind. Danach wird die Vakuumpumpe zugeschaltet. Der Eindampfprozess wird unter Vakuum solange fortgesetzt bis die gewünschte Restfeuchte des Produktes unter 1 % gefallen ist.

Wichtige Regeln für die Durchführung des gesamten Prozesses sind:

- Sauberkeit des Conchenraumes
- Sicherstellung guten Zustand der Dichtungen
- Verschließen des Ablaufhahns
- Kontrolle der Wasserzuläufe für die Vakuumpumpe und Heizgerät

Alle geplanten Prozessparameter sind der Versuchsplanübersicht zu entnehmen. Die Durchführung kann von Versuch zu Versuch abweichen, dies hängt mit der Optimierung des Prozessablaufes zusammen.

3.3.2 Versuchsplan

In dem Versuchsplan sind alle Versuche aufgelistet, die im Rahmen der Grundlagenforschung als wichtig angesehen werden. Der Plan unterteilt sich in der Rezepturaufstellung, der Vorgehensweise des Mischens und der künftigen Einstellung der Verfahrensparameter. Jeder Einzelversuch muss in erster Linie als ein eigenständiges Fragment der Untersuchung behandelt werden. Eventuelle Rückschlüsse oder Vergleiche können erst in der Ergebnispräsentation festgestellt werden.

In der Tabelle 9 sind einige Parameter, die für alle Versuche festgelegt sind.

Tabelle 9: Werte von Gesamtfett und Lecithin mit den jeweiligen Bezügen

Parameter	festgelegter Wert	in Bezug auf
Gesamtfettanteil [%]	40 %	Trockenmasse
Lecithinanteil [%]	0,5 %	Trockenmasse

Die einzelnen Rezepturen für jeden Versuch sind in der folgenden Tabelle niedergeschrieben. Alle eingesetzten Rohstoffe sind prozentual auf die Gesamtmenge berechnet. Bei den Berechnungen sind alle Ausgangswerte der Rohstoffe idealisiert d.h., geringe Spuren von Wasser (z.B. Saccharose gleich 100 % Trockenmasse) und Nichtfettbestandteile fließen nicht in die Berechnung mit ein. Des Weiteren sind die absoluten Werte der gesamten eingesetzten Proben verzeichnet.

Der Versuch 27 muss gesondert angesehen werden, da es sich um einfaches Eindampfen einer Fondantmasse handelt. Es ist nicht möglich ein Vergleich zur Löslichkeit und Sättigung zu treffen. Eine besondere Ausnahme in diesem Versuch ist, dass der Gesamtfettgehalt auf die Gesamtmasse bezogen ist und nicht wie bei den anderen Versuchen auf die Trockenmasse. Der Grund liegt in der Zusammensetzung des Fondants (Glukosesirupanteil).

Tabelle 10: Rezepturen aller Versuche in Bezug auf die Mengen, Trockensubstanz und absolute Gesamtmenge vor dem Eindampfen

Versuch Nr.	Menge Rohstoffe [%]				Gesamt TM [%]	Gesamt [%]	Gesamt [g]
	Saccha- rose	Wasser	Kakao- butter	Lecithin			
V1	49,67	17,21	32,70	0,41	82,79	100	1811,9
V2	49,67	17,21	33,11	0,00	82,79	100	1811,9
V3	49,67	17,21	32,70	0,41	82,79	100	1811,9
V4	49,67	17,21	32,70	0,41	82,79	100	1811,9
V5	49,67	17,21	32,70	0,41	82,79	100	1811,9
V6	49,67	17,21	32,70	0,41	82,79	100	1811,9
V7	49,67	17,21	32,70	0,41	82,79	100	1811,9
V8	49,67	17,21	32,70	0,41	82,79	100	1811,9
V9	49,67	17,21	32,70	0,41	82,79	100	1811,9
V10	49,67	17,21	32,70	0,41	82,79	100	1811,9
V11	49,67	17,21	32,70	0,41	82,79	100	1811,9
V12	51,82	13,63	34,11	0,43	86,37	100	1736,8
V13	50,79	15,35	33,44	0,42	84,65	100	1771,9
V14	49,50	17,50	32,59	0,41	82,50	100	1818,1
*V15	76,80	23,20	0,00	0,00	76,80	100	1953,2
V16	49,67	17,21	32,70	0,41	82,79	100	1811,9
V17	50,79	15,35	33,86	0,00	84,65	100	2953,2
V18	50,79	15,35	33,44	0,42	84,65	100	1771,9
V19	50,79	15,35	33,86	0,00	84,65	100	2953,2
V20	50,79	15,35	33,44	0,42	84,65	100	1771,9
V21	50,79	15,35	33,44	0,42	84,65	100	1771,9
V22	50,79	15,35	33,44	0,42	84,65	100	1771,9
V23	50,79	15,35	33,44	0,42	84,65	100	1771,9
V24	50,79	15,35	33,44	0,42	84,65	100	2953,2
V25	50,79	15,35	33,44	0,42	84,65	100	2953,2
V26	50,79	15,35	33,44	0,42	84,65	100	1771,9
**V27	53,40	6,60	39,50	0,50	93,40	100	1500,0
V28	50,79	15,35	33,44	0,42	84,65	100	1771,9

TM = Trockenmasse, k.a. = keine Angabe; * = 0 % Fett in Trockenmasse, ** = Abweichung der Rezeptur aufgrund Fondanteinsatz (40 % F.i.Tr., 0,5 % Lecithin in Tr.)

In der folgenden Tabelle sind die Mischweisen der einzelnen Versuche dargestellt.

Tabelle 11: Mischreihenfolge mit den dazugehörigen Temperaturen

Versuch Nr.	Rohstoffe (Vorbehandlung)				Zugabe	Besonderheit
	Saccharose	Wasser	Kakaobutter	Lecithin	Reihenfolge	
V1	20 °C	20 °C	50 °C	50 °C	S,W,K,L	
V2	vorgem. 20°C		50 °C	k.Z.	S+W,K	
V3	vorgem. 20°C		vorgem. 50 °C		S+W,K+L	
V4	vorgem. 20°C		vorgem. 50 °C		S+W,K+L	
V5	vorgem. 20°C		vorgem. 50 °C		S+W,K+L	
V6	vorgem. 20°C		vorgem. 50 °C		S+W,K+L	
V7	vorgem. 20°C		vorgem. 50 °C		S+W,K+L	
V8	vorgem. 20°C		vorgem. 50 °C		S+W,K+L	
V9	vorgem. 20°C		vorgem. 50 °C		S+W,K+L	
V10	vorgem. 20°C		vorgem. 50 °C		S+W,K+L	
V11	vorgem. 20°C		vorgem. 50 °C		S+W,K+L	
V12	20°C	20°C	vorgem. 50 °C		S+K+L,W	Wasserzugabe bei 80°C
V13	20°C	20°C	vorgem. 50 °C		S+K+L,W	Wasserzugabe bei 80°C
V14	20°C	20°C	vorgem. 50 °C		S+K+L,W	Wasserzugabe bei 60°C
V15	vorgem. 20°C		k.Z.	k.Z.	S+W	
V16	70°C	20 °C	vorgem. 70 °C		S+K+L,W	Wasserzugabe bei 60°C
V17	vorgem. 70°C		70°C		S+W,K	Kakaobutterzugabe bei min. Eindampftemp.
V18	vorgem. 70°C				S+K+L+W	
V19	vorgem. 70°C			k.Z.	S+W+K	
V20	vorgem. 70°C				S+W+K+L	
V21	vorgem. 70°C				S+W+K+L	
V22	vorgem. 70°C				S+W+K+L	
V23	vorgem. 70°C				S+W+K+L	
V24	vorgem. 50°C				S+W+K+L	
V25	vorgem. 50°C				S+W+K+L	
V26	vorgem. 50°C				S+W+K+L	
V27	Mischen von Fondant und Kabu+Lecithin 50 °C					
V28	vorgem. 50°C				S+K+L+W	

S = Saccharose, W = Wasser, K = Kakaobutter, L = Lecithin, vorgem. = vorgemischt, k.Z. = keine Zugabe

In der Tabelle 10 sind jeweils zu allen Versuchen die Ausgangstemperaturen der einzelnen Rohstoffe aufgelistet. Ein Rohstoff der eine Temperatur von 20 °C besitzt ist bei Raumtemperatur eingesetzt worden. Alle anderen Temperaturen (50, 70 °C) wurden mit Hilfe des Klimaschranks Typ KBWF 240 (Firma wtB Binder) erzeugt, in dem die Rohstoffe gelagert worden sind. Diese Temperaturen sind gleichzeitig die Starttemperaturen in dem Mischprozess.

Des Weiteren ist die Reihenfolge der Rohstoffzugabe während des Mischens aufgezeigt. Eine Kombination aus S+W, K+L heißt, dass Saccharose mit Wasser und Kakaobutter mit Lecithin vorgemischt wurden. Die Reihenfolge sagt demzufolge noch aus, dass die fertigen Gemische von links nach rechts zugegeben wurden d.h., dass das Gemisch S+W zuerst und dann das Gemisch K+L in den Mischprozess hinein gegeben wurde. Das Vormischen der einzelnen Rohstoffe wurde per Schneebesen in einzelnen Schüsseln durchgeführt. Der eigentliche Mischvorgang wird in der Labor – Mischconche vorgenommen. Die Besonderheiten in den Versuchen 12, 13, 14 und 16 sind die Zugabetemperaturpunkte des Wassers beim Misch- und Aufheizprozess in der Labor – Mischconche. In dem Versuch 17 wurde die Kakaobutter während Vakuumeindampfphase (bei minimaler Temp.) hinein gegeben.

Um eine erhöhte Verständlichkeit zu erzeugen wird die Durchführungsweise anhand des Versuchs V 10 beschreiben. Die Ausgangstemperaturen sind 20 °C (für Saccharose, Wasser) und 50 °C (für Kakaobutter, Lecithin). Die Saccharose und Wasser werden mit dem Schneebesen vorgemischt. Dies Gleiche geschieht mit der Kakaobutter und dem Lecithin. Das Gemisch Saccharose/Wasser wird zuerst in die Conche gegeben und danach das Gemisch Kakaobutter/Lecithin. Beides wird dann miteinander gemischt und bis auf die gewählte Ausgangstemperatur (Siehe Tabelle 11) hochgeheizt. Nach dem Mischen wird kontrolliert, ob sich alle Saccharosepartikel in dem Wasser aufgelöst haben.

Die geplanten Verfahrenparameter für den gesamten Misch- und Eindampfprozess sind in der folgenden Tabelle aufgelistet.

Tabelle 12: geplante Prozessparameter bei den Teilprozessen Mischen und Eindampfen

Versuch Nr.	Mischen		Eindampfen		
	Produkttemperatur [°C]	Drehzahl [U/min]	Produkttemperatur Beginn [°C]	Drehzahl [U/min]	Druck [mbar]
V1	60	200	60	200	minimal
V2	60	50	80	200	minimal
V3	60	50	80	200	minimal
V4	50	50	80	50	minimal
V5	60	50	80	50	minimal
V6	50	50	80	50	minimal
V7	50	50	80	50	minimal
V8	50	50	80	100	minimal
V9	70	50	80	100	minimal
V10	60	50	80	50	minimal

Versuch Nr.	Mischen		Eindampfen		
	Produkttemperatur [°C]	Drehzahl [U/min]	Produkttemperatur Beginn [°C]	Drehzahl [U/min]	Druck [mbar]
V11	60	50	80	100	800
V12	80	50	80	50	minimal
V13	80	50	80	50	minimal
V14	60	50	60	50	minimal
V15	70	50	70	100	minimal
V16	60	50	60	0	minimal
V17	70	50	70	100	minimal
V18	70	50	70	50	minimal
V19	70	50	70	100	minimal
V20	70	50	70	50	minimal
V21	70	50	70	50	minimal
V22	70	50	50	50	minimal
V23	70	50	50	50	minimal
V24	70	50	50	50	minimal
V25	70	50	50	50	minimal
V26	70	50	70	50	minimal
V27	70	50	70	50	minimal
V28	70	50	70	50	minimal

Alle Werte aus der Tabelle 11 sind geplante Werte und können in der praktischen Durchführung sich verändern. Die „minimal“ Bezeichnung des Druckes ist der maximal erreichte Unterdruck beim Eindampfprozess. Diese Einstellungen werden während der beiden Prozesse Mischen und Verdampfen nicht geändert.

Die theoretischen Löslichkeitswerte gegenüber der Rohstoffzugabe und der zu führenden Produkttemperatur beim Eindampfbeginn sind in der folgenden Tabelle niedergeschrieben. Alle Werte der Eindampftemperatur sind anhand der Temperaturen ausgezeichnet, an dem der gesättigte Zustand einer Lösung (theoretisch nach Vavrenicz bzw. Reiser, 1995) besteht.

Tabelle 13: Theoretische Löslichkeiten und Sättigungsstadien

Versuch Nr.	Löslichkeitszahl in Bezug auf die Rohstoffe	Löslichkeitszahl in Bezug auf die Eindampftemperatur	Sättigungsstatus
V1	2,886	2,8857	1,00
V2	2,886	3,6901	0,78
V3	2,886	3,6901	0,78
V4	2,886	3,6901	0,78
V5	2,886	3,6901	0,78
V6	2,886	3,6901	0,78
V7	2,886	3,6901	0,78
V8	2,886	3,6901	0,78
V9	2,886	3,6901	0,78
V10	2,886	3,6901	0,78
V11	2,886	3,6901	0,78
V12	3,801	3,6901	1,03
V13	3,310	3,6901	0,90
V14	2,829	2,8857	0,98
V15	3,310	3,2515	1,02
V16	2,886	2,8857	1,00
V17	3,310	3,2515	1,02
V18	3,310	3,2515	1,02
V19	3,310	3,2515	1,02
V20	3,310	3,2515	1,02
V21	3,310	3,2515	1,02
V22	3,310	2,5863	1,28
V23	3,310	2,5863	1,28
V24	3,310	2,5863	1,28
V25	3,310	2,5863	1,28
V26	3,310	3,2515	1,02
V27	k.a.	3,2515	k.a.
V28	3,310	3,2515	1,02

k.A. = keine Angabe

Aus diesen Löslichkeitskennwerten sind allgemeine Erkenntnisse über den Sättigungsstatus der einzelnen Lösungen theoretisch zu erkennen. Diese Sättigungsstadien sind aus der Division, Löslichkeit Rohstoff durch Löslichkeitsverhalten Eindampfen, berechnet. Alle Werte die über 1 liegen, sind übersättigt und unter 1 untersättigt. (Siehe Kapitel 2.1.2)

4 Gesamtübersicht der Ergebnisse und Auswertung

4.1 Ergebnisprotokolle

Die Protokolle sind in vier verschiedene Bereiche aufgeteilt. In dem ersten Bereich sind die einzelnen Ziele beschrieben, die in jedem Einzelversuch verfolgt werden. Unter Anderem sind in diesen Zielen einige Bezüge auf andere Versuche verknüpft oder theoretische Punkte beschrieben. In dem nächsten Bereich werden Besonderheiten genannt, die eine Abweichung von dem normalen Versuchsplan beinhalten. In dem darauf folgenden dritten Bereich werden die kompletten aufgenommenen Verfahrensparameter aufgezeichnet und tabellarisch festgehalten. Diese Tabelle wird in die zwei Prozesse Mischen und Eindampfen unter Vakuum eingeteilt. In dieser sind die Heiztemperaturen (Heizgerät), Wassertemperaturen (Conchenwand), Produkttemperaturen, Drücke, Drehzahlen und die Zeiten aufgezeichnet. Der Prozess Eindampfen wird nochmals unterteilt in Eindampfbeginn, Eindampfende und die minimale erreichte Produkttemperatur. Alle Beobachtungen, die während und nach dem Prozess gemacht wurden, sind in Bereich 4 beschrieben und eventuelle Empfehlungen bzw. Optimierungspunkte festgehalten. Der Ablauf eines Protokolls ist wie folgt aufgebaut.

1. Ziel
2. Besonderheit/Abweichungen
3. Verfahrenswerteaufzeichnung
4. Beobachtung/Optimierung

Die Nummerierung der Versuche ist fortlaufend. Spezielle Untersuchungen sind zeitmäßig dem zu optimierenden Versuch angefügt. Alle restlichen ermittelten Werte der Partikelmessung, Trockensubstanz, Mikroskopie und Reproduzierbarkeit werden separat in den nachfolgenden Kapiteln ausgewertet und diverse Bezüge zu den Versuchen genommen.

Versuch 1

Im Allgemeinen soll untersucht werden, wie sich das Produkt beim Eindampfen verhält bzw. bei welchem Druck und Temperatur das Gemisch siedet.

Besonderheit/Abweichungen:

In diesem Versuch wurde statt der Conche der Kleine Stephan verwendet. In diesem ist ein zusätzlicher Wandabschaber eingebaut, welcher mit einer Drehzahl von 37 U/min betrieben wurde.

Verfahrenswerteaufzeichnung:

Tabelle 14: Prozesswerte Versuch 1

Parameter	Prozess			
	Mischen	Eindampfen		
		Beginn	min. Temp.	Ende
Heiztemp.	70 °C	80 °C	87	87 °C
Heizmantel	70 °C	80 °C	87	87 °C
Produkttemp.	62 °C	62 °C	76,7	84,2 °C
Druck [mbar]	1000	300	280	100
Umdrehung	200 U/min	200 U/min		
Dauer	10 min	90 min		

Beobachtung/Fazit:

Aus diesem Versuch ist zu erkennen, dass das Produkt bei einem Druck von 280 mbar und einer Temp. von 80,5 °C siedet. Diese Siedebblasen steigen sehr schnell in dem Kessel an, so dass die Gefahr besteht, dass die Vakuumpumpe Produkt in sich reinzieht. Zur Sicherung, dass sich kein Produkt in die Vakuumpumpe ziehen lässt, ist ein Feststoffabscheider zwischengeschaltet. Nach 60 min wurde keine Dampfbildung mehr beobachtet.

Die Farbe des Endproduktes ist gelblich. Die Konsistenz ist breiig und die eingegebene Kakaobutter ist homogen verteilt. Die vorhandenen Partikel sind fühlbar und sie zerfallen zwischen den Fingern in kleinere Partikel.

Dieses Gerät wird für die folgenden Versuche nicht weiter verwendet.

Versuch 2

Die eingestellten Parameter aus dem Versuch 1 (Kl. Stephan) werden auf die Conche übertragen.

Besonderheit/Abweichungen:

Es wird kein Lecithin in das Probegut mit zu gegeben. Der Siedepunkt aus dem Versuch 1 wird bei der Conche angenommen, weil keine optische Prozesskontrolle vorhanden ist.

Verfahrenswerteaufzeichnung:

Tabelle 15: Prozesswerte Versuch 2

Parameter	Prozess			
	Mischen	Eindampfen		
		Beginn	min. Temp.	Ende
Heiztemp.	70 °C	90 °C	90 °C	90 °C
Heizmantel	63 °C	81 °C	81 °C	83 °C
Produkttemp.	62 °C	80 °C	68 °C	83 °C
Druck [mbar]	1000	300	300	280
Umdrehung	50 U/min	200 U/min		
Dauer	60 min	70 min		

Beobachtung/Fazit:

Da die Conche nicht vorgeheizt wird, hat sich die Zeit für den Erhalt der Produkttemp. beim Mischen auf 60 min verlängert. Bei einem Mischen von 200 U/min ist das Produkt an den Conchendeckel gespritzt. Deshalb wird das Mischen zukünftig bei max. 50 U/min festgelegt. Die Produkttemperatur vor Beginn des Eindampfens musste auf 80 °C erhöht werden, da sich die Partikel nicht vollständig bei 65 °C gelöst haben. Der Grund liegt in dem Wasserverlust der sich beim Aufheizen eingestellt hat. Es ist Kondensationswasser an dem Conchendeckel (beim Mischen) zu beobachten. Wie viel Wasser in die Luft im Conchenraum übergeht, ist derzeit nicht zu ermitteln. Die minimale Produkttemperatur. ist in diesem Fall 68 °C. Dieser Temperaturabfall ist darauf zu begründen, dass durch das Vakuumziehen eine Siede- (Verdampfungs)punkterniedrigung des Wassers eingetreten ist. Dies bedeutet, dass bei einer Temperatur von 68 °C und einem Druck von 280 mbar das vorhandene Wasser aus dem Produkt verdampft und dem System durch das Vakuumziehen entzogen wird. Dies stimmt mit dem Wert ($68\text{ °C} = 0,2856\text{ bar}$) aus der Dampf tafel des Wassers nahezu überein.

Die Farbe des Endproduktes ist gelblich. Die Konsistenz ist breiig und die eingegebene Kakaobutter ist homogen verteilt. Die vorhandenen Partikel sind fühlbar und sie zerfallen zwischen den Fingern in kleinere Partikel.

Versuch 3

In diesem Versuch wird überprüft, inwiefern der Rohstoff Lecithin Einfluss auf das Gemisch bzw. die Partikel besitzt. Der Versuch 2 wird wiederholt, mit der Ausnahme, das Lecithin in das Produkt gebracht wird.

Besonderheit/Abweichungen:

In dieser Rezeptur wird Lecithin als Emulgator verwendet.

Verfahrenswerteaufzeichnung:

Tabelle 16: Prozesswerte Versuch 3

Parameter	Prozess			
	Mischen	Eindampfen		
		Beginn	min. Temp.	Ende
Heiztemp.	70 °C	95 °C	95 °C	89 °C
Heizmantel	63 °C	83 °C	83 °C	83 °C
Produkttemp.	60 °C	80 °C	69 °C	82 °C
Druck [mbar]	1000	300		
Umdrehung	50 U/min	200U/min		
Dauer	15 min	35 min		

Beobachtung/Fazit:

Durch das Vorheizen der Conche ist die Mischzeit gegenüber V2 von 60 min auf 15 min verringert worden. Die Farbe des Endproduktes ist gelblich. Die Konsistenz ist breiig und die eingegebene Kakaobutter ist homogen verteilt. Die vorhandenen Partikel sind fühlbar und sie zerfallen zwischen den Fingern in kleinere Partikel.

Das Lecithin wird aufgrund der X_{90} Werte nicht als einflusskräftig angesehen (keine große Änderung in den Partikelgrößen). Es besitzt aber eine große Wichtigkeit für die Homogenität des Ausgangsgemischs aus Wasser, Fett und Saccharose.

Das Ende des Eindampfens wird aus dem Temperaturverlauf ermittelt. Ist die Endtemperatur gleich der Ausgangstemperatur beim Eindampfen, so ist der Prozess beendet, weil kein Wasser mehr verdampft. Die Festlegung beruht darauf, dass das Wasser unter Vakuum eine Siedepunktniedrigung erfährt und sich dadurch die Temperatur erniedrigt. Ist nicht mehr genug Wasser in dem Produkt, dann fängt die Temperatur an zu steigen bis sie sich einstellt.

Versuch 4

In diesem Versuch wird untersucht, ob eine 15 minütige Prozesslänge beim Eindampfen ausreicht.

Besonderheit/Abweichungen: keine

Verfahrenswerteaufzeichnung:

Tabelle 17: Prozesswerte Versuch 4

Parameter	Prozess			
	Mischen	Eindampfen		
		Beginn	min. Temp.	Ende
Heiztemp.	60 °C	95 °C	95 °C	95 °C
Heizmantel	54 °C	90 °C	90 °C	90 °C
Produkttemp.	53 °C	80 °C	74 °C	74 °C
Druck [mbar]	1000	300		
Umdrehung	50 U/min	50 U/min		
Dauer	15 min	15 min		

Beobachtung/Fazit:

Das entstandene Produkt sieht noch sehr flüssig aus und besitzt ein gelbliches durchsichtiges Aussehen. In dem Produkt sind keine Partikel festzustellen. Weitere Aussagen werden über die Messergebnisse der Trockensubstanz ermittelt.

Versuch 5

In diesem Versuch wird eine Erhöhung des Wassergehaltes beim Mischen untersucht. Diese soll als Sicherheit dienen, um die Saccharose 100 %ig in Lösung zu bringen. Die Problematik mit dem Wasser an dem Conchendeckel wird untersucht. (Siehe V2)

Besonderheit/Abweichungen:

Dem Versuch wird gegenüber der Standardrezeptur ein Wassergehalt von 150 g extra zugegeben. Eine Messung für den Löslichkeitsstatus wird mithilfe einer Mikrometerschraube ermittelt.

Verfahrenswertaufzeichnung:

Tabelle 18: Prozesswerte Versuch 5

Parameter	Prozess			
	Mischen	Eindampfen		
		Beginn	min. Temp.	Ende
Heiztemp.	65 °C	95 °C	95 °C	95 °C
Heizmantel	60 °C	89 °C	89 °C	89 °C
Produkttemp.	59 °C	79 °C	60 °C	84 °C
Druck [mbar]	1000	300		
Umdrehung	50 U/min	50 U/min		
Dauer	15 min	30 min		

Beobachtung/Fazit:

Mit Hilfe der Mikrometerschraube konnten keine Partikel in dem Endprodukt festgestellt werden. Die Erhöhung des Wasseranteils hat mit großer Wahrscheinlichkeit eine vollständige Auflösung der Saccharose bewirkt. Die Kontrolle mit der Mikrometerschraube, ob sich alle Saccharosekristalle vor dem Eindampfbeginn aufgelöst haben, wird für alle nachfolgenden Versuche weiterverwendet.

Die Farbe des Endproduktes ist gelblich. Die Konsistenz ist breiig und die eingegebene Kakaobutter ist homogen verteilt. Die vorhandenen Partikel sind fühlbar und sie zerfallen zwischen den Fingern in kleinere Partikel.

Eine Empfehlung für den Prozessaufbau liegt in einem Einbau eines Sichtfensters auf dem Conchendeckel, um das Produkt zu begutachten.

Versuch 6

Der Einfluss des Lösungsmittels Wasser wird untersucht. Das Wasser (Trinkwasser) wird ersetzt durch destilliertes Wasser. Der Versuchablauf wird wie Versuch 5 behandelt.

Besonderheit/Abweichungen:

An Stelle von Trinkwasser wird destilliertes Wasser verwendet. Dem Versuch wird gegenüber der Standardrezeptur ein Wassergehalt von 150 g extra zugegeben.

Verfahrenswerteaufzeichnung:

Parameter	Prozess			
	Mischen	Eindampfen		
		Beginn	min. Temp.	Ende
Heiztemp.	60 °C	95 °C	95 °C	95 °C
Heizmantel	55 °C	89 °C	89 °C	89 °C
Produkttemp.	51 °C	79 °C	60 °C	81 °C
Druck [mbar]	1000	300		
Umdrehung	50 U/min	50 U/min		
Dauer	15 min	35 min		

Beobachtung/Fazit:

Der Versuch 6 wird im nächsten Versuch wiederholt. Der Grund dafür ist, dass bei der Schnellüberprüfung der Endpartikel mit Hilfe der Mikrometerschraube eine sehr kleine Fraktion gemessen wurde, die sehr unwahrscheinlich war. Die Größen lagen unter 40 µm.

Die Farbe des Endproduktes ist gelblich. Die Konsistenz ist breiig und die eingegebene Kakaobutter ist homogen verteilt. Die vorhandenen Partikel sind fühlbar und sie zerfallen zwischen den Fingern in kleinere Partikel.

Versuch 7

Dieser Versuch ist die Wiederholung von Versuch 6.

Besonderheit/Abweichungen:

An Stelle von Trinkwasser wird destilliertes Wasser verwendet. Dem Versuch wird gegenüber der Standardrezeptur ein Wassergehalt von 150 g extra zugegeben.

Verfahrenswerteaufzeichnung:

Tabelle 19: Prozesswerte Versuch 7

Parameter	Prozess			
	Mischen	Eindampfen		
		Beginn	min. Temp.	Ende
Heiztemp.	60 °C	95 °C	95 °C	90 °C
Heizmantel	55 °C	88 °C	88 °C	83 °C
Produkttemp.	51 °C	79 °C	60 °C	81 °C
Druck [mbar]	1000	300		
Umdrehung	50 U/min	50 U/min		
Dauer	15 min	35 min		

Beobachtung/Fazit:

Die Wiederholung des Versuchs ergab keine 100 %ige Übereinstimmung mit den Messwerten der Mikrometerschraube zu V6. Aus diesem Grund wird eine Schnellbestimmung der Partikel mit der Mikrometerschraube nicht mehr durchgeführt. Stattdessen wird die Partikelgrößenbestimmung nur noch mit dem Laserbeugungsspektrometer eingesetzt.

Die Farbe des Endproduktes ist gelblich. Die Konsistenz ist breiig und die eingegebene Kakaobutter ist homogen verteilt. Die vorhandenen Partikel sind fühlbar und sie zerfallen zwischen den Fingern in kleinere Partikel.

Des Weiteren ist beim Vakuumverdampfen zu beobachten, dass sich die Vakuumpumpe Produkt zieht. Das ziehende Produkt macht sich bemerkbar durch eine weißliche Verfärbung im Sperrwasser der Vakuumpumpe, aber auch durch vereinzelte weiße Fettklumpchen.

Es wird der Einsatz von destilliertem Wasser für alle weiteren Untersuchungen fortgesetzt, da es weniger Störfaktoren (Inhaltstoffe) besitzt.

Versuch 8

In diesem Versuch soll untersucht werden, ob sich durch Erhöhung der Drehzahl des Rührers der Siedeschaum verhindern lässt und die Partikelgrößen kleiner werden. Des Weiteren wird bei Beginn des Eindampfens das Falschluffventil geöffnet und verschlossen (3malige Durchführung), um zu überprüfen ob die Problematik des Siedeschaums dadurch zu lösen ist.

Besonderheit/Abweichungen:

Dem Versuch wird gegenüber der Standardrezeptur ein Wassergehalt von 150 g extra zugegeben.

Verfahrenswerteaufzeichnung:

Tabelle 20: Prozesswerte Versuch 8

Parameter	Prozess			
	Mischen	Eindampfen		
		Beginn	min. Temp.	Ende
Heiztemp.	60 °C	95 °C	95 °C	95 °C
Heizmantel	55 °C	88 °C	88 °C	87 °C
Produkttemp.	51 °C	79°C	64 °C	84 °C
Druck [mbar]	1000	320		
Umdrehung	50 U/min	100 U/min		
Dauer	15 min	25 min		

Beobachtung/Fazit:

Die Farbe des Endproduktes ist gelblich. Die Konsistenz ist breiig und die eingegebene Kakaobutter ist homogen verteilt. Die vorhandenen Partikel sind fühlbar und sie zerfallen zwischen den Fingern in kleinere Partikel.

Die Erhöhung der Drehzahl und das Betätigen des Falschluffventils (Druckausgleich) sind nicht stark ausschlaggebend für die Siedeschaumverhinderung. Es ist immer noch Produkt im Sperrwasser der Vakuumpumpe zu beobachten.

Versuch 9

In diesem Versuch wird gegenüber V 8 geprüft, ob die zusätzliche Wasserzugabe von 150 g eine Beeinflussung auf die Partikelgrößen hat. Des Weiteren wird bei Beginn des Eindampfens das Falschluffventil 3mal auf und zu gemacht.

Besonderheit/Abweichungen:

Keine zusätzliche Menge an dest. Wasser wird zu gegeben.

Verfahrenswerteaufzeichnung:

Tabelle 21: Prozesswerte Versuch 9

Parameter	Prozess			
	Mischen	Eindampfen		
		Beginn	min. Temp.	Ende
Heiztemp.	60 °C	95 °C	95 °C	95 °C
Heizmantel	55 °C	88 °C	88 °C	87 °C
Produkttemp.	51 °C	79°C	64 °C	84 °C
Druck [mbar]	1000	320		
Umdrehung	50 U/min	100 U/min		
Dauer	15 min	25 min		

Beobachtung/Fazit:

Der Einfluss des Falschluffventils auf den Siedeschaum konnte nicht erkannt werden. Die Wassermenge ist aber ausschlaggebend für den Siedeschaum. Desto höher die Wassermenge, desto stärker der Siedeschaum, also mehr Produkt im Sperrwasser. Da bei diesem Versuch kein Produkt im Sperrwasser beobachtet werden konnte.

Die Farbe des Endproduktes ist gelblich. Die Konsistenz ist breiig und die eingegebene Kakaobutter ist homogen verteilt. Die vorhandenen Partikel sind fühlbar und sie zerfallen zwischen den Fingern in kleinere Partikel.

Versuch 10

Der Einfluss des Falschluffventils wird an dieser Stelle untersucht. Es wird 3mal auf und zu gemacht. Die Abhängigkeit der Umdrehungen auf die Partikel soll festgestellt werden.

Besonderheit/Abweichungen:

Dem Versuch wird gegenüber der Standardrezeptur ein Wassergehalt von 150 g extra zugegeben.

Verfahrenswerteaufzeichnung:

Tabelle 22: Prozesswerte Versuch 10

Parameter	Prozess			
	Mischen	Eindampfen		
		Beginn	min. Temp.	Ende
Heiztemp.	70 °C	95 °C	95 °C	95 °C
Heizmantel	66 °C	91 °C	91 °C	90 °C
Produkttemp.	59 °C	81 °C	62 °C	84 °C
Druck [mbar]	1000	380		
Umdrehung	50 U/min	50 U/min		
Dauer	15 min	25 min		

Beobachtung/Fazit:

Es konnte kein Einfluss des Falschluffventils festgestellt werden. Das Vakuum konnte sich nur bei einer Größe von 380 mbar einstellen. Der Grund dafür könnte ein Defekt bei Einem der Rohrdichtungsringe sein.

Die Farbe des Endproduktes ist gelblich. Die Konsistenz ist breiig und die eingegebene Kaobutter ist homogen verteilt. Die vorhandenen Partikel sind fühlbar und sie zerfallen zwischen den Fingern in kleinere Partikel.

Versuch 11

In diesem Versuch soll untersucht werden, wie sich die Kristallisation verhält bzw. erfolgt bei einer Prozesszeit von 60 min und einem Druck von 280 mbar.

Besonderheit/Abweichungen:

Eine zusätzliche Wassermenge von 150g wird wieder zugegeben.

Verfahrenswerteaufzeichnung:

Tabelle 23: Prozesswerte Versuch 11

Parameter	Prozess			
	Mischen	Eindampfen		
		Beginn	min. Temp.	Ende
Heiztemp.	70 °C	95 °C	95 °C	95 °C
Heizmantel	66 °C	91 °C	90 °C	90 °C
Produkttemp.	59 °C	81 °C	81 °C	86 °C
Druck [mbar]	1000	800		
Umdrehung	50 U/min	100 U/min		
Dauer	15 min	60 min		

Beobachtung/Fazit:

Der Versuch wurde nach einer Stunde abgebrochen. Der Druck ist nicht ausreichend gewesen, um das Produkt siedend zu lassen.

Es sind keine Partikel zu erkennen. Das Endprodukt sieht gelblich flüssig aus.

Versuch 12

In diesem Versuch ist zu klären, ob sich eine Sättigungszahlerniedrigung durch die Temperatur (und Druck) positiv auf die Partikelgrößen auswirkt. Dies heißt, dass durch eine Temperaturniedrigung ein Einengen des Produktes entsteht und die Löslichkeit abnimmt. Es wird die Einmischtemp. von 80 °C gewählt, die einer Löslichkeitszahl von 3,8 g/g entspricht und es wird bis zur einer Temperatur von 65 °C (entspricht 3,11 g/g) eingengt. Die Verhältniszahl entspricht theoretisch 1,22. Theoretisch wird das Produkt schnell durch den metastabilen in den labilen Bereich gebracht (Verhältnis > 1,2).

Besonderheit/Abweichungen:

Dest. Wasser wird bei einer Produkttemp. von 80 °C eingemischt.

Verfahrenswerteaufzeichnung:

Tabelle 24: Prozesswerte Versuch 12

Parameter	Prozess			
	Mischen	Eindampfen		
		Beginn	min. Temp.	Ende
Heiztemp.	90 °C	90 °C	90 °C	90 °C
Heizmantel	86 °C	86 °C	86 °C	86 °C
Produkttemp.	81 °C	81 °C	49 °C	81 °C
Druck [mbar]	1000	220		
Umdrehung	50 U/min	50 U/min		
Dauer	15 min	35 min		

Beobachtung/Fazit:

Es ist festzustellen, dass sich die Zugabe des Wassers erst bei 80 °C positiv auf die Löslichkeit der Saccharose auswirkt. Es ist nicht eindeutig zu sagen, ob sie sich 100 % gelöst hat. Das Zumischen des Wassers wird für den Folgeversuch bei der gewünschten Einmischtemperatur durchgeführt. Da das Produkt sehr stark eingengt wurde d.h. stark in den labilen Bereich (>1,2) gebracht wurde, kann daraus geschlossen werden, dass sich kleinere Partikel in diesem Bereich durch Spontankristallisation ergeben haben.

Es ist schwierig gewesen die minimale Temp. von 65 °C einzuhalten, aufgrund einer schwierigeren Handhabung des Falschlufventils (langsame Einstellung des Druckes).

Die Farbe des Endproduktes ist gelblich. Die Konsistenz ist breiig und die eingegebene Kakaobutter ist homogen verteilt. Die vorhandenen Partikel sind fühlbar und sie zerfallen zwischen den Fingern in kleinere Partikel.

Versuch 13

Der Versuch 12 wird wiederholt mit der Änderung, dass die Löslichkeit von 70 °C gewählt wurde (Grund: Sicherung der Löslichkeit), die einer Löslichkeitszahl von 3,31 g/g entspricht. Es wird bis zur minimalen Temperatur 49 °C (aus V12) eingengt. Die Verhältniszahl entspricht 1,27.

Das Produkt soll schnell in den labilen Bereich gebracht werden.

Besonderheit/Abweichungen:

Dest. Wasser wird bei einer Produkttemp. von 80 °C eingemischt.

Verfahrenswerteaufzeichnung:

Tabelle 25: Prozesswerte Versuch 13

Parameter	Prozess			
	Mischen	Eindampfen		
		Beginn	min. Temp.	Ende
Heiztemp.	95 °C	95 °C	95 °C	95 °C
Heizmantel	85 °C	85 °C	85 °C	85 °C
Produkttemp.	80 °C	80 °C	45 °C	80 °C
Druck [mbar]	1000	210		
Umdrehung	50 U/min	50 U/min		
Dauer	15 min	40 min		

Beobachtung/Fazit:

Es gibt im Vergleich zu V 12 keine Unterschiede. Die Beobachtungen und Ergebnisse sind nahezu identisch.

Versuch 14

In diesem Versuch ist zu bewerten, wie sich die Partikelgrößen verhalten, wenn die Einmischtemp. und Eindampftemp. von 60 °C gewählt werden, die einer Löslichkeitszahl von 2,93 g/g entspricht. Es wird bis zu einer Temperatur von 48 °C (entspricht 2,57 g/g) eingeenigt (Wert aus dem Versuch 12). Die Verhältniszahl entspricht 1,14. Es wird in den metastabilen Bereich gebracht und durch TMänderung in die labile Zone eingedampft.

Theoretisch soll das Produkt schnell von den metastabilen in den labilen Bereich gebracht werden (Verhältnis 1,0 – 1,2).

Besonderheit/Abweichungen:

Dest. Wasser wird bei einer Produkttemp. von 60 °C eingemischt. Des Weiteren wird 2 % mehr Wasser zum Lösen der Saccharose benutzt.

Verfahrenswerteaufzeichnung:

Tabelle 26: Prozesswerte Versuch 14

Parameter	Prozess			
	Mischen	Eindampfen		
		Beginn	min. Temp.	Ende
Heiztemp.	70 °C	70 °C	70 °C	70 °C
Heizmantel	65 °C	65 °C	65 °C	65 °C
Produkttemp.	61 °C	61 °C	31 °C	61 °C
Druck [mbar]	1000	220		
Umdrehung	50 U/min	50 U/min		
Dauer	25 min	25 min		

Beobachtung/Fazit:

Die Besonderheit des Versuches liegt darin, dass sich die Produkttemperatur auf 31 °C gesenkt hat (bei min. Druck). Dies kann an einem Messgerätefehler liegen.

Die Farbe des Endproduktes ist gelblich. Die Konsistenz ist breiig und die eingegebene Kakaobutter ist homogen verteilt. Die vorhandenen Partikel sind fühlbar und sie zerfallen zwischen den Fingern in kleinere Partikel.

Versuch 15

Es soll nachgewiesen werden, ob sich Partikelgrößen kleiner 30 µm (Handbuch Süßungsmittel) „feines Kristallinat“ herstellen lassen durch schnelle Erhöhung der Trockenmasse. In diesem Versuch wird nur dest. Wasser mit Saccharose vermischt und aufgelöst. Die Rohstoffe werden vorgewärmt, um einem geringen Wasserverlust während des Mischens und Aufheizens entgegen zu wirken.

Besonderheit/Abweichungen:

Eine Zeit von ca. 30 min wurde für das Vorwärmen der Rohstoffe im Klimaschrank bei 50 °C gebraucht.

Verfahrenswerteaufzeichnung:

Tabelle 27: Prozesswerte Versuch 15

Parameter	Prozess			
	Mischen	Eindampfen		
		Beginn	min. Temp.	Ende
Heiztemp.	80 °C	80 °C	80 °C	80 °C
Heizmantel	73 °C	73 °C	73 °C	73 °C
Produkttemp.	69 °C	69 °C	38 °C	68 °C
Druck [mbar]	1000	220		
Umdrehung	50 U/min	100 U/min		
Dauer	15 min	30 min		

Beobachtung/Fazit:

Das Endprodukt ähnelt der Gestalt von Puderzucker. Es ist zu beobachten, dass sich Aerosole beim Öffnen der Conche gebildet haben. Beim Abfüllen sind optisch Agglomeratbildungen zu erkennen. Der Grund liegt vermutlich in der hygroskopischen Eigenschaft des Endproduktes.

Das Vorwärmen der Rohstoffe hat in der Optimierung der Mischzeit keine großen Fortschritte gebracht. Dies lag in der geringen Zeit des Vorwärmens. Es müsste eine Zeit von 12 h Vorwärmen eingestellt werden, um die gewünschte Temperatur zu erhalten.

Es wird ein Versuch geplant, der nahezu wahre Verlustwerte des Wassers im Conchenraum und -deckel beim Aufheizen aufzeigt. Dieser ist nachfolgend erklärt und die gemessenen Werte grafisch dargestellt.

Versuch zum Wasserverlust

Das Ziel des Versuches ist die Ermittlung der Wasserverluste, die während des Mischprozesses aus dem Produkt verloren gehen. Dies wird näherungsweise mittels eines selbstentwickelten Schnelltest bestimmt. Die verwendeten Materialien und Geräte sind die Labor – Mischconche, Heizgerät, Analysewaage Sartorius, Schüsseln und destilliertes Wasser. In der Vorbereitung der Versuche werden die Probeschüsseln auf ihre Leergewichte kontrolliert und abgewogen. Die Probengrößen sind auf ca. 1500 g eingestellt. Diese werden dann jeweils bei den Produkttemperaturen 50, 60, 70 und 80 °C gemischt. Die Mischzeit ist auf 15 min eingestellt. Diese beginnt, wenn die jeweilige Produkttemperatur erreicht ist. Nach den 15 min wird das nicht verdampfte Wasser durch den Ablauf an der Conche abgelassen und mit der Analysewaage zurück gewogen.

Alle Versuche sind per 3-fach-Bestimmung durchgeführt. In der folgenden Tabelle sind alle Versuche aufgelistet und mittels Mittelwertberechnung ein Standard ermittelt.

Tabelle 28: Messwerte der Wasserverlustuntersuchung

Mischtemperatur [°C]	Schüsselgewicht [g]	Probengewicht [g]	Gewicht nach 15min	Verlust [g]	Mittelwert [g]
50	413,2	1501,0	1890,5	23,7	24,1
	411,7	1500,8	1886,3	26,2	
	555,4	1503,6	2036,7	22,3	
60	413,2	1500,5	1887,0	26,7	26,2
	411,7	1500,7	1888,0	24,4	
	555,4	1500,9	2028,8	27,5	
70	413,2	1501,3	1883,3	31,2	31,3
	411,7	1501,5	1881,6	31,6	
	555,4	1501,0	2025,2	31,2	
80	413,2	1499,0	1872,7	39,5	40,1
	411,7	1500,0	1873,2	38,5	
	555,4	1502,3	2015,5	42,2	

Diese Mittelwerte dienen zur näherungsweisen Abschätzung des Wasserverlustes im Conchenraum und an der Conchenoberfläche (nicht vom Produkt benetzte Fläche).

Diese Wasserzusätze werden als Extrazugabe zu den Versuchen auf die Standardrezeptur aufgerechnet und für die weiteren Versuche in die Ausgangslösung zugegeben. Die Sättigungs-

stadien bleiben von einer Änderung unberührt, da sie nicht in dem Produkt vor dem Eindampfen verbleiben.

Diese ermittelten Werte sind nicht zu 100 % genau und sollten in weiteren Versuchen näher untersucht werden.

Versuch 16

In diesem Versuch soll geklärt werden, inwiefern die Rührerleistung einen Einfluss auf die Partikelrekristallisation besitzt. Die Prozessgrößen werden aus dem Versuch 14 entnommen und angewandt. Der Rührer bleibt während des ganzen Eindampfprozesses außer Betrieb.

Besonderheit/Abweichungen:

Dest. Wasser wird bei einer Produkttemp. von 60 °C eingemischt. Dem Versuch wird gegenüber der Standardrezeptur ein Wassergehalt von 26,2 g extra zugegeben. Der Conchendeckel ist durch eine Umbaumaßnahme mit einem Sichtfenster ausgestattet worden.

Verfahrenswerteaufzeichnung:

Tabelle 29: Prozesswerte Versuch 16

Parameter	Prozess			
	Mischen	Eindampfen		
		Beginn	min. Temp.	Ende
Heiztemp.	70°C	70°C	70°C	70°C
Heizmantel	62°C	62°C	62°C	62°C
Produkttemp.	60°C	60°C	40°C	55°C
Druck [mbar]	1000	230		
Umdrehung	50 U/min	0		
Dauer	18 min	35 min		

Beobachtung/Fazit:

Es ist zu erkennen, dass der Rührereinsatz einen starken Einfluss auf den gesamten Prozess hat. Dieser Einfluss ist durch die folgende Beobachtung belegbar, dass sich die Verdampfungsdauer des Wassers mit Anstieg der Drehzahl verkürzt hat. Im Großen und Ganzen ist zu sagen, dass die Rührerdrehzahl eine große Abhängigkeit auf die Verdampfungsleistung besitzt.

Das Sichtfenster ist durch die Anfangsphase des Eindampfens mit einem starken Kondensationsfilm überzogen, so dass anfänglich geringe Erkenntnisse über den Prozess gewonnen werden können.

Das Endprodukt ist flüssig und die Farbe ist gelblich. Es sind keine Partikel in dem Produkt zu erkennen.

Versuch 17

In diesem Versuch wird der Versuch 15 wiederholt mit der Ausnahme, dass die Kakaobutter bei der minimalen Eindampftemperatur zugegeben wird. Es sollen die Partikel von der Kakaobutter eingeschlossen werden, um eine starke Agglomeration entgegen zu wirken.

Besonderheit/Abweichungen:

Es wird eine Unterbrechung beim Eindampfen bei min. Temperatur unternommen, um die Kakaobutter hinzu zugeben. Dem Versuch wird gegenüber der Standardrezeptur ein Wassergehalt von 31,3 g extra zugegeben.

Verfahrenswerteaufzeichnung:

Tabelle 30: Prozesswerte Versuch 17

Parameter	Prozess			
	Mischen	Eindampfen		
		Beginn	min. Temp.	Ende
Heiztemp.	80°C	80°C	80°C	80°C
Heizmantel	72°C	72°C	72°C	72°C
Produkttemp.	68°C	69°C	38°C	68°C
Druck [mbar]	1000	250		
Umdrehung	50U/min	100U/min		
Dauer	20 min	30 min		

Beobachtung/Fazit:

In diesem Versuch sollte die Kakaobutter im Vergleich zu V15 bei der minimalen Temperatur zugegeben werden. Dieser Zeitpunkt muss als wenig effektiv eingestuft werden, da große Verklumpungen in dem Produkt zu erkennen waren. Dies lässt die Vermutung zu, dass die Kristallisation der Saccharose schon zu weit fortgeschritten war und die Kakaobutter nur noch die großen Agglomerate umschließen konnte.

Die Farbe des Endproduktes ist gelblich. Die Konsistenz ist breiig und die eingegebene Kakaobutter ist homogen verteilt. Die vorhandenen Partikel sind fühlbar und sie zerfallen zwischen den Fingern in kleinere Partikel.

Versuch 18

In diesem Versuch soll der Einfluss des Kühlens während des Eindampfens (5min nach Eindampfbeginn) untersucht werden. Die Prozessparameter werden dem Versuch 17 entnommen und angewandt.

Besonderheit/Abweichungen:

Es wird eine Kühlung während des Eindampfprozesses (5 min nach Eindampfbeginn) unter Vakuum durchgeführt. Dem Versuch wird gegenüber der Standardrezeptur ein Wassergehalt von 31,3 g extra zugegeben.

Verfahrenswerteaufzeichnung:

Tabelle 31: Prozesswerte Versuch 18

Parameter	Prozess			
	Mischen	Eindampfen		
		Beginn→Kühlen*	min. Temp.	Ende
Heiztemp.	80°C	80→60°C	60°C	60°C
Heizmantel	71°C	71→52°C	52°C	52°C
Produkttemp.	68°C	68→50°C	44°C	50°C
Druck [mbar]	1000	280		
Umdrehung	50U/min	50U/min		
Dauer	15 min	90 min		

*Die Dauer der Kühlung ist 5 min.

Beobachtung/Fazit:

Das Kühlen hatte eine Verlängerung der Eindampfdauer bzw. der Entfeuchtung des Produktes zur Folge. Dies bedeutet, dass eine geringe Temperatur eine Verlängerung der Prozesszeit begünstigt.

Die Farbe des Endproduktes ist gelblich. Die Konsistenz ist breiig und die eingegebene Kakaobutter ist homogen verteilt. Die vorhandenen Partikel sind fühlbar und sie zerfallen zwischen den Fingern in kleinere Partikel.

Versuch 19

Es wird hier der optimale Zugabezeitpunkt der Kakaobutter ohne Lecithin ermittelt. Nach 2 minütigem Eindampfen wird die Kakaobutter zugegeben. Es werden die Prozessparameter aus dem Versuch 17 entnommen und verwendet.

Besonderheit/Abweichungen:

Dem Versuch wird gegenüber der Standardrezeptur ein Wassergehalt von 31,3 g extra zugegeben. Die Zugabe der Kakaobutter erfolgt nach 2 min des Eindampfbeginns. Keine Zugabe von Lecithin.

Verfahrenswerteaufzeichnung:

Tabelle 32: Prozesswerte Versuch 19

Parameter	Prozess			
	Mischen	Eindampfen		
		Beginn	min. Temp.	Ende
Heiztemp.	80°C	80°C	80°C	80°C
Heizmantel	75°C	75°C	75°C	74°C
Produkttemp.	71°C	71°C	44°C	69°C
Druck [mbar]	1000	250		
Umdrehung	50U/min	100U/min		
Dauer	20 min	30min		

Zugeben der Kakaobutter bei Produkttemperatur 53°C und nach 2 minütigem Eindampfen

Beobachtung/Fazit:

Es sind keine Verklumpungen in dem Produkt festzustellen. Daraus ist zu erkennen, dass eine frühere Zugabe (gegenüber V17) der Kakaobutter zu keiner großen Agglomeratanhäufung geführt hat.

Die Farbe des Endproduktes ist gelblich. Die Konsistenz ist breiig und die eingegebene Kakaobutter ist homogen verteilt. Die vorhandenen Partikel sind fühlbar und sie zerfallen zwischen den Fingern in kleinere Partikel.

Versuch 20

Die Werte aus dem Versuch V18 werden für diesen Versuch verwendet. Es soll der Einfluss des Kühlens während des Eindampfens untersucht werden. Anstatt der 5 min aus dem Versuch 18 wird das Kühlen nach 2 min durchgeführt.

Besonderheit/Abweichungen:

Das Produkt wird nach 2 min Eindampfen herunter gekühlt. Dem Versuch wird gegenüber der Standardrezeptur ein Wassergehalt von 31,3 g extra zugegeben.

Verfahrenswerteaufzeichnung:

Tabelle 33: Prozesswerte Versuch 20

Parameter	Prozess			
	Mischen	Eindampfen		
		Beginn→Kühlen*	min. Temp.	Ende
Heiztemp.	80°C	80→60°C	60°C	60°C
Heizmantel	75°C	75→57°C	52°C	56°C
Produkttemp.	71°C	71→49°C	38°C	54°C
Druck [mbar]	1000	250		
Umdrehung	50U/min	50U/min		
Dauer	15 min	95 min		

*Kühlungsdauer ist 2 min.

Beobachtung/Fazit:

Die Prozesszeit dauerte über 95 min und daraus ist festzustellen, dass die Eindampftemperatur starken Einfluss auf die Prozesszeit bzw. Eindampflänge hat.

Die Farbe des Endproduktes ist gelblich. Die Konsistenz ist breiig und die eingegebene Kakaobutter ist homogen verteilt. Die vorhandenen Partikel sind fühlbar und sie zerfallen zwischen den Fingern in kleinere Partikel.

Aus diesem Versuch kann noch festgestellt werden, dass eine 15 minütige Mischzeit ausreicht, um die Saccharosepartikel vollständig zu lösen. Um eine höchstmögliche Sicherstellung zu erreichen, werden die Mischzeiten auf ca. 15 - 20 min festgelegt. Eine längere Mischzeit wäre technisch nicht sinnvoll.

Versuch 21

In diesem Versuch wird wieder der Einfluss des Kühlens untersucht. Es wird gegenüber V20 die Kühlung sofort nach dem Beginn des Eindampfens durchgeführt.

Besonderheit/Abweichungen:

Dem Versuch wird gegenüber der Standardrezeptur ein Wassergehalt von 31,3 g extra zugegeben.

Verfahrenswerteaufzeichnung:

Tabelle 34: Prozesswerte Versuch 21

Parameter	Prozess			
	Mischen	Eindampfen		
		Beginn→Kühlen*	min. Temp.	Ende
Heiztemp.	80°C	80→60°C	60°C	60°C
Heizmantel	75°C	75→56°C	56°C	56°C
Produkttemp.	69°C	71→51°C	40°C	54°C
Druck [mbar]	1000	280		
Umdrehung	50U/min	50U/min		
Dauer	20 min	60 min		

Beobachtung/Fazit:

Die Farbe des Endproduktes ist gelblich. Die Konsistenz ist breiig und die eingegebene Kaobutter ist homogen verteilt. Die vorhandenen Partikel sind fühlbar und sie zerfallen zwischen den Fingern in kleinere Partikel.

Es ist zu beobachten, dass die Prozesszeit des Eindampfens sich gegenüber von V 20 verkürzt hat. Der Grund könnte in dem Kühlzeitpunkt liegen oder ein Fehler in der Messeinheit der Conche sein.

Versuch 22

Der Einfluss des Kühlens wird hier weiter untersucht. Im Gegensatz zu den vorherigen Versuchen wird hier ein Abkühlen beim Mischende (nach 20 min Vormischen) durchgeführt.

Besonderheit/Abweichungen:

Dem Versuch wird gegenüber der Standardrezeptur ein Wassergehalt von 31,3 g extra zugegeben.

Verfahrenswerteaufzeichnung:

Tabelle 35: Prozesswerte Versuch 22

Parameter	Prozess			
	Mischen	Eindampfen		
		Beginn	min. Temp.	Ende
Heiztemp.	80→60°C	60 °C	60 °C	60 °C
Heizmantel	75→56°C	56 °C	56 °C	56 °C
Produkttemp.	71→56°C	56 °C	41 °C	56 °C
Druck [mbar]	1000	280		
Umdrehung	50U/min	50U/min		
Dauer	20 min	55 min		

Beobachtung/Fazit:

Es sind keine Besonderheiten zu erkennen. Die Farbe des Endproduktes ist gelblich. Die Konsistenz ist breiig und die eingegebene Kakaobutter ist homogen verteilt. Die vorhandenen Partikel sind fühlbar und sie zerfallen zwischen den Fingern in kleinere Partikel.

Versuch 23

In diesem Versuch wird der Einfluss von Kühlen und Aufheizen untersucht. Dieser Versuch läuft wie V22 ab. Das Kühlen bleibt gleich und das Aufheizen wird nach 5 min Eindampfen durchgeführt.

Besonderheit/Abweichungen:

Dem Versuch wird gegenüber der Standardrezeptur ein Wassergehalt von 31,3 g extra zugegeben.

Verfahrenswerteaufzeichnung:

Tabelle 36: Prozesswerte Versuch 23

Parameter	Prozess			
	Mischen	Eindampfen		
		Beginn → Aufheizen*	min. Temp.	Ende
Heiztemp.	80 → 60 °C	60 → 80 °C	80 °C	80 °C
Heizmantel	75 → 56 °C	56 → 75 °C	75 °C	75 °C
Produkttemp.	71 → 56 °C	56 → 53 °C	42 °C	71 °C
Druck [mbar]	1000	280		
Umdrehung	50U/min	50U/min		
Dauer	20 min	35 min		

*Aufheizen nach 5 min Eindampfen

Beobachtung/Fazit:

In diesem Versuch sind keine besonderen Veränderungen des Prozesses oder des Endproduktes im Vergleich zu Versuch 22 zu verzeichnen.

Versuch 24

In dem Versuch wird der Einfluss der Antriebsrichtung untersucht. Es wird die Antriebsrichtung rechts gewählt d.h., dass die Rührerrichtung links läuft. Der Versuch übernimmt die Prozesswerte von Versuch 15. Das Abkühlen wird am Mischende durchgeführt. Eine Entspannung nach 2 min wird wegen der Kakaobutterzugabe vorgenommen.

Besonderheit/Abweichungen:

Dem Versuch wird gegenüber der Standardrezeptur ein Wassergehalt von 31,3 g extra zugegeben. Es wird Lecithin mit zu gegeben.

Verfahrenswerteaufzeichnung:

Tabelle 37: Prozesswerte Versuch 24

Parameter	Prozess			
	Mischen→Kühlen	Eindampfen		
		Beginn	min. Temp.	Ende
Heiztemp.	80→60°C	60°C	60°C	60°C
Heizmantel	75→55°C	55°C	55°C	55°C
Produkttemp.	71→55°C	55°C	38°C	55°C
Druck [mbar]	1000	210		
Umdrehung	50U/min	50U/min		
Dauer	20 min	40 min		

Beobachtung/Fazit:

Eine Aussage über den Antrieb kann erst in dem nächsten Versuch getroffen werden. In diesem Versuch sind keine besonderen Veränderungen des Prozesses oder des Endproduktes zu verzeichnen.

Die Farbe des Endproduktes ist gelblich. Die Konsistenz ist breiig und die eingegebene Kakaobutter ist homogen verteilt. Die vorhandenen Partikel sind fühlbar und sie zerfallen zwischen den Fingern in kleinere Partikel.

Versuch 25

In diesem Versuch wird die Antriebsrichtung links genommen (Rührerichtung rechts). Dieser Versuch wird nach den gleichen Parametern wie in V24 durchgeführt.

Besonderheit/Abweichungen:

Dem Versuch wird gegenüber der Standardrezeptur ein Wassergehalt von 31,3 g extra zugegeben.

Verfahrenswerteaufzeichnung:

Tabelle 38: Prozesswerte Versuch 25

Parameter	Prozess			
	Mischen→Kühlen	Eindampfen		
		Beginn	min. Temp.	Ende
Heiztemp.	80→60°C	60°C	60°C	60°C
Heizmantel	75→53°C	53°C	55°C	54°C
Produkttemp.	71→53°C	53°C	38°C	54°C
Druck [mbar]	1000	210		
Umdrehung	50U/min	50U/min		
Dauer	20 min	40 min		

Beobachtung/Fazit:

Es sind keine besonderen Veränderungen des Prozesses oder des Endproduktes zu erkennen. Im Vergleich zu V 24 ist nahezu alles identisch verlaufen.

Versuch 26

In dem Versuch wird untersucht, wie viel Wasser bei der Erreichung der minimalen Temperatur verdampft ist. Die Durchführung lehnt sich an den Versuch 23 an.

Besonderheit/Abweichungen:

Dem Versuch wird gegenüber der Standardrezeptur ein Wassergehalt von 31,3 g extra zugegeben.

Verfahrenswerteaufzeichnung:

Tabelle 39: Prozesswerte Versuch 26

Parameter	Prozess			
	Mischen	Eindampfen		
		Beginn	min. Temp.*	Ende
Heiztemp.	80°C	80°C	80°C	80°C
Heizmantel	74°C	74°C	74°C	74°C
Produkttemp.	71°C	71°C	44°C	71°C
Druck [mbar]	1000	220		
Umdrehung	50U/min	50U/min		
Dauer	20min	30min		

*Entnahme einer Probe

Beobachtung/Fazit:

An diesem Punkt (minimale Temp.) ist optisch zu erkennen, dass das Produkt sich verfestigt. Dies könnte bedeuten, dass die Kristallisation an diesem Punkt größtenteils abgeschlossen ist.

Die Farbe des Endproduktes ist gelblich. Die Konsistenz ist breiig und die eingegebene Kakaobutter ist homogen verteilt. Die vorhandenen Partikel sind fühlbar und sie zerfallen zwischen den Fingern in kleinere Partikel.

Versuch 27

Ein Fondant wird hier mit Kakaobutter und Lecithin nach den Prozessparametern von V26 eingedampft. In diesem Versuch sollen Erkenntnisse gewonnen werden, wie sich dieses Ausgangsprodukt beim Eindampfen verhält. Es wird ohne Entspannung durchgeführt.

Besonderheit/Abweichungen: keine

Verfahrenswerteaufzeichnung:

Tabelle 40: Prozesswerte Versuch 27 Fondant

Parameter	Prozess			
	Mischen	Eindampfen		
		Beginn	min. Temp.	Ende
Heiztemp.	80°C	80°C	80°C	80°C
Heizmantel	74°C	74°C	74°C	74°C
Produkttemp.	70°C	70°C	40°C	70°C
Druck [mbar]	1000	250		
Umdrehung	50U/min	50U/min		
Dauer	20min	25min		

Beobachtung/Fazit:

Das entstandene Endprodukt ist sehr fest. Es besitzt eine streuselartige Form. Diese können nicht mit der Hand zerdrückt werden. Der Grund für die erhöhte Festigkeit liegt wahrscheinlich in der Zusammensetzung des Fondants. Vermutlich verklebt der Stoff Glukosesirup die Partikel an einander, so dass sie ohne Hilfe von mechanischen Zerkleinerungsgeräten nicht auseinander zu bringen sind.

Versuch 28

In dem letzten Versuch wird die Abhängigkeit der Druckeinstellung festgestellt. Die Durchführung lehnt sich an den Versuch 18 an.

Besonderheit/Abweichungen:

Dem Versuch wird gegenüber der Standardrezeptur ein Wassergehalt von 31,3 g extra zugegeben.

Verfahrenswerteaufzeichnung:

Tabelle 41: Prozesswerte Versuch 28

Parameter	Prozess			
	Mischen	Eindampfen		
		Beginn→Kühlen*	min. Temp.	Ende
Heiztemp.	80°C	80→60°C	60°C	60°C
Heizmantel	74°C	74→56°C	56°C	56°C
Produkttemp.	70°C	70→48°C	34°C	55°C
Druck [mbar]	1000	210		
Umdrehung	50U/min	50U/min		
Dauer	15min	35min		

* Kühlen nach 5 min Eindampfen

Beobachtung/Fazit:

Es ist festzustellen, dass es eine eindeutige Abhängigkeit zwischen der Druckhöhe und der Prozesszeit gibt. Bei dem Vergleich der beiden Größen ist zu erkennen, dass durch den Unterschied von 70 mbar die Prozesszeit auf ein Drittel gesunken ist.

Die Farbe des Endproduktes ist gelblich. Die Konsistenz ist breiig. Die vorhandenen Partikel sind fühlbar und sie zerfallen zwischen den Fingern in kleinere Partikel.

4.2 Messwerte der Partikelgrößenbestimmung

In diesem Abschnitt werden die kompletten Ergebnisse der Partikelgrößenverteilung dargestellt und diskutiert. Die Werte sind mittels eines Laserbeugungsspektrometers gemessen worden (Siehe Kapitel 3.2.1). In den folgenden Tabellen sind die Mengen der einzelnen Partikelfractionen festgehalten. Die zusätzlichen Parameter spezifische Oberfläche, Span und relative Breite sind mit aufgenommen, um etwaige Effekte zu erklären oder zu diskutieren. Die einzelnen Fractionen sind jeweils in einem Balkendiagramm dargestellt, dass in dem folgenden Diagramm gezeigt wird.

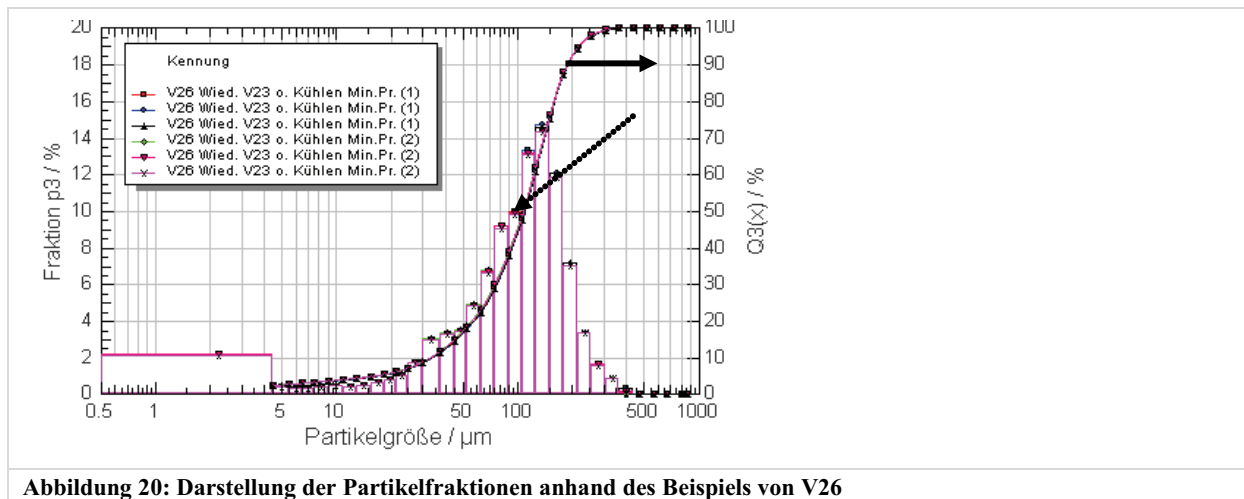


Abbildung 20: Darstellung der Partikelfractionen anhand des Beispiels von V26

Dieses Diagramm ist logarithmisch angeordnet und besitzt 3 verschiedene Achsen. Die x-Achse ist in die verschiedenen Partikelgrößen (in μm) aufgeteilt. Die y-Achse (Fraktion p3) ist die prozentuale Angabe der Mengenanteile der einzelnen Partikelgrößen. Zum Beispiel ist der Mengenanteil der Fraktion 90 – 100 μm ca. 10 % groß (gestrichelter Pfeil). Die andere Seite der y-Achse ($Q3(x)$) ist der prozentuale Maßstab der Gesamtmenge (100 %). Dort können die Werte X_{99} , X_{90} , X_{84} , X_{50} , X_{16} , X_{10} und zwischen diesen Werten (X_{56} , X_{25} usw.) abgelesen werden. In dem Beispiel von V 26 ist der X_{90} bei ca. 190 μm (durchgezogener Pfeil) d.h., 90 % aller Partikel liegen unter 190 μm .

Alle Diagramme (aller Versuche) dieser Art sind im Anhang B der CD-ROM zu entnehmen. Die Werte werden in dieser Auswertung tabellarisch verglichen. In den folgenden Tabellen sind alle Partikelgrößenverteilungen (in Bezug auf Conchenwerte) der einzelnen durchgeführten Versuche.

Tabelle 42: Partikelgrößenverteilungen Conche V1 bis V28

	Mittelwert									
Fraktion	V1	V2	V3	V4	V5	V6	V7	V8	V9	V10
X10 [μm]	18,79	21,53	10,17	k.A.	18,69	27,58	15,96	3,29	10,04	26,39
X50 [μm]	94,20	118,92	133,80	k.A.	89,18	75,56	89,75	60,69	169,83	109,16
X90 [μm]	175,83	223,12	267,77	k.A.	207,28	169,58	207,29	164,33	405,16	238,21
X99 [μm]	334,09	347,93	384,05	k.A.	338,51	296,09	343,85	265,04	534,31	357,67
Fraktion	V11	V12	V13	V14	V15 (u)	V15 (o)	V16	V17	V18	V19
X10 [μm]	k.A.	25,29	21,76	21,81	2,74	11,72	k.A.	35,46	19,27	24,15
X50 [μm]	k.A.	75,44	73,30	75,51	20,03	45,97	k.A.	72,16	74,03	122,26
X90 [μm]	k.A.	157,05	145,14	139,33	112,12	202,76	k.A.	209,86	135,98	252,96
X99 [μm]	k.A.	342,58	288,34	234,52	187,22	343,83	k.A.	384,54	182,67	357,40
Fraktion	V20	V21	V22	V23	V24	V25	V26	V27	V28	
X10 [μm]	19,54	26,62	29,83	30,02	34,68	35,50	34,11	6,00	26,24	
X50 [μm]	86,93	99,01	96,28	107,31	102,07	137,32	107,91	51,45	106,51	
X90 [μm]	176,01	202,62	180,03	209,63	170,55	268,96	193,03	269,86	204,71	
X99 [μm]	264,64	298,06	276,97	306,62	258,27	374,75	300,72	440,69	325,84	

k.A. = keine Angabe

Die Bezeichnung in der Tabelle „k.A.“ bedeutet, dass diese Messung nicht durchgeführt werden konnte. Der Grund lag in der hohen Restfeuchte des Probegutes. Dies hatte zur Folge, dass es in der Probenvorbereitung nicht dispergierbar in Öl war. Eine weitere Besonderheit ist der Versuch 15 (Siehe Seite 55), da dieser zweimal gemessen wurde. Die erste Messung wurde mit einer Probe aus der Mitte der Gesamtprobe genommen und die zweite Messung eine Probe von der Probenoberfläche. Dies wurde aufgrund der Beobachtung, dass das Produkt (ohne Kakaobutter) eine starke hygroskopische Neigung besitzt, durchgeführt. Dieser wasseranziehende Charakter verursachte eine starke Verklumpung des Produktes an der Oberfläche. In der Mitte besaß das Produkt noch eine sehr pulvrige Form.

In der Auswertung der Partikelgrößenanalyse rücken nur die X_{90} Werte und die spezifische Oberfläche in den Vordergrund. Die X_{99} Werte fallen aus der Bewertung raus, weil in der Mikroskopischen Begutachtung (Siehe Kapitel 4.4) eine große Anzahl an Agglomeraten erkannt wurde. Diese Agglomerate können mit hoher Wahrscheinlichkeit die Messungen beeinflussen haben, da das Agglomerat als Einzelpartikel gewertet werden könnte. Diese Werte spiegeln daher nicht die wahren Werte der Einzelpartikel wieder. Die X_{10} und X_{50} Werte fallen aus der Betrachtung heraus, da das Ziel der Arbeit die Herstellung von kleinstmöglichen Partikeln ist. Es wird nur die obere Grenze der Partikelgrößen durchleuchtet.

Die X_{90} Werte aus der Tabelle 41 sind zur besseren Visualisierung in dem folgenden Diagramm zusammen dargestellt.

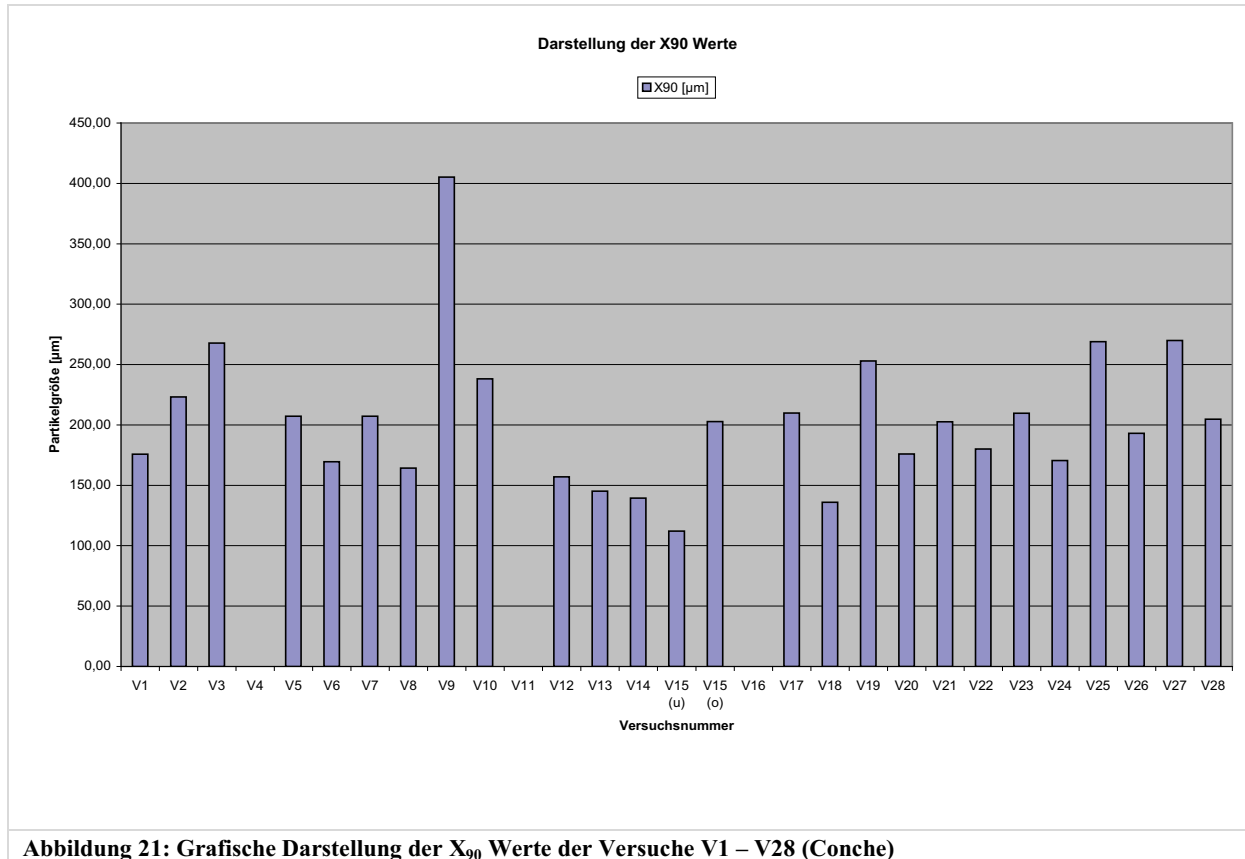


Abbildung 21: Grafische Darstellung der X_{90} Werte der Versuche V1 – V28 (Conche)

Anhand des Diagramms sind die Unterschiede zwischen den Werten besser zu erkennen. Der beste Versuch ist V 15 (u) (Siehe Seite 55). Dieser besitzt ein X_{90} Werte von 112,12 µm. Der schlechteste Versuch ist V 9 (Siehe Seite 49) mit einem X_{90} Wert von 405,16 µm. Der Großteil der X_{90} Werte liegt zwischen 100 und 200 µm.

In dem nächsten Diagramm sind die spezifischen Oberflächen gegenübergestellt.

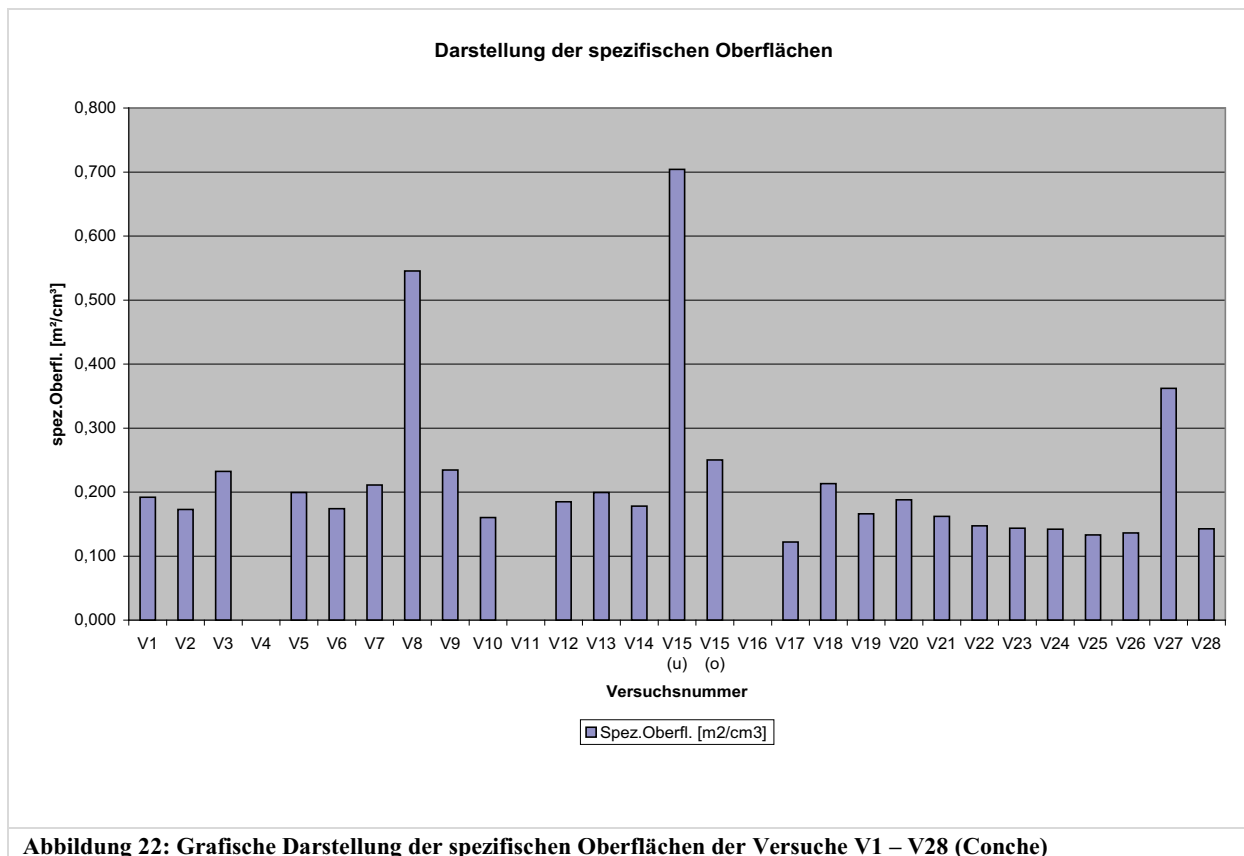


Abbildung 22: Grafische Darstellung der spezifischen Oberflächen der Versuche V1 – V28 (Conche)

Der größte Teil der Werte der spezifischen Oberflächen liegen in dem Bereich 0,1 und 0,2 m²/cm³. Die Versuche 8, 15 (u) und 27 stechen stark hervor. Der Versuch 27 ist mit einer Oberfläche von 0,362 m²/cm³, V 8 von 0,546 m²/cm³ und V15 (u) von 0,704 m²/cm³ versehen. Der schlechteste Versuch ist V 17, der eine spezifische Oberfläche von 0,122 m²/cm³ besitzt. Anhand dieser Oberflächen ist eine Erkenntnis zu gewinnen, ob sich viele Kleinstpartikel in dem Produkt befinden oder nicht. Desto größer die Oberfläche, desto größer ist der Anteil an kleinen Partikeln.

Die Daten der X₉₀ Werte und der spezifischen Oberfläche wurde mit eine Korrelationsanalyse (linearer Zusammenhang) verglichen. Die Korrelation wurde mit der folgenden Formel berechnet.

$$r = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x}) \times (y_i - \bar{y})}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \times \sqrt{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}}$$

Formel 6: Berechnung der Korrelation

Aus dieser Formel wurde eine Korrelationkoeffizient von 0,21 ermittelt. Dieses Ergebnis zeigt, dass kein linearer Zusammenhang zwischen den Werten der X₉₀ und der spezifischen Oberflächen.

In der Versuchsdurchführung wurden bei einigen Versuchen die Standardrezepturen, durch etwaige Extra-Zugaben von Wasser, geändert. Aus diesem Grund muss eine erneute Berechnung der Sättigungen beim Eindampfbeginn getätigt werden. Diese Berechnung wird an dem Beispiel von V 1 erklärt. In der folgenden Tabelle sind die benötigten Werte für die Berechnung.

Tabelle 43: Beispielwerte (V1) für die Berechnung der Sättigung beim Eindampfbeginn

Mischen							
Produkttemp. [°C]	Löslichkeit	Wasser [g]	Extra-Wasser [g]	Ermittelter Wasserverlust [g]	Saccharose [g]	IST Löslichkeit	Sättigungsstatus
62	2,94	311,9	0	26,2	900	3,15	1,07
Eindampfen							
Produkttemp. [°C]	Löslichkeit	Sättigungsstatus					
62	3,00	1,05					

Anhand der Produkttemperatur wird die Löslichkeit ermittelt, die bei dieser Temperatur herrscht. Diese ist die theoretische Löslichkeit von Saccharose in Wasser. Die Löslichkeiten sind aus der Tabelle (Kapitel 2.1.2) entnommen oder durch die dazu beschriebene Formel interpoliert. Im weiteren Vorgehen werden die einzelnen Rohstoffe Wasser und Saccharose mit ihren jeweiligen Anteilen gegenübergestellt. Eine Division aus dem Anteil von Saccharose durch den Anteil vom Gesamtwasser in dem Produkt vor dem Anfang des Eindampfens (Wasser plus Extra Wasser minus ermitteltem Wasserverlust gleich die Gesamtwassermenge) ergibt den IST-Wert der Löslichkeit. Die IST - Löslichkeit wird durch die theoretische Löslichkeit dividiert ($3,15/2,94$) und dieses Ergebnis beschreibt den Sättigungsstatus am Ende des Mischens. Dieser Status sagt aus, in welchem Bereich sich die Lösung befindet (Siehe Kapitel 2.1.2).

Im weiteren Schritt wird die theoretische Löslichkeit anhand der Eindampftemperatur ermittelt. Die IST – Löslichkeit (Mischen) wird durch die theoretische Löslichkeit (Eindampfbeginn) dividiert. Dieses Ergebnis gibt Auskunft, wie stark das Produkt untersättigt oder übersättigt ist.

Alle Ausgangswerte, die für die Berechnungen notwendig waren, sind in der Tabelle (Anhang A) zu finden. Die ermittelten Ergebnisse sind in der folgenden Tabelle aufgelistet.

Tabelle 44: Ist – Sättigung beim Eindampfbeginn

Versuch Nr.	Sättigungsstatus	Versuch Nr.	Sättigungsstatus	Versuch Nr.	Sättigungsstatus	Versuch Nr.	Sättigungsstatus
V1	1,05	V8	0,55	V15	1,09	V22	1,18
V2	0,83	V9	0,84	V16	0,98	V23	1,18
V3	0,83	V10	0,54	V17	1,01	V24	1,19
V4	0,82	V11	0,54	V18	1,02	V25	1,18
V5	0,55	V12	1,20	V19	0,99	V26	0,99
V6	0,55	V13	1,02	V20	0,99	V27	k.A.
V7	0,55	V14	1,04	V21	1,00	V28	1,00

k.a. = keine Angabe

Aus diesen gewonnenen Datensätzen werden einige Zusammenhänge ermittelt und versucht sie mit theoretischen Materialien oder den Ergebnisprotokollen zu belegen.

Der Versuch 1 (Seite 41) wird in der Erkenntnisgewinnung keine große Rolle spielen, weil es kaum Zusammenhänge (Gerät „Kleiner Stephan“) zu den restlichen Versuchen gibt. Alle Erkenntnisse werden aus dem Vergleich der X_{90} Werte und/oder der spezifischen Oberflächen gebildet.

In den Versuchen 2 (Seite 42) und 3 (Seite 43) wurde das Ziel verfolgt, ob eine oder keine Zugabe von Lecithin einen Einfluss auf die Partikelgrößen verursacht. Die Probe mit dem Lecithin ist größer (in Bezug auf X_{90}) als die Probe ohne Lecithin. Es ist schwierig zu deuten, ob die Zugabe so einen starken Einfluss besitzt. Da sich die Prozessparameter beider Versuche sehr stark unterscheiden. Dies wird beispielsweise an den unterschiedlichen Prozesszeiten von 70 min und 35 min deutlich. Der Versuch 2 mit der Prozesszeit von 70 min könnte durch die erhöhte Zeit eine höhere und längere Scherzeit (Brechen der Partikel an der Unterkante des Rührwerks) ausgesetzt worden sein.

Aus dem Versuch 4 (Seite 44) ist zu erkennen, dass eine Prozesszeit (Eindampfen) von 15 min nicht ausreicht, um das Endprodukt unter 1 % TS zu entfeuchten. Aus diesem Grund ist keine Partikelmessung möglich gewesen.

In dem Versuch 6 (Seite 46) wird das Leitungswasser mit destilliertem Wasser ausgetauscht. In Bezug auf die Partikelgrößen ist zu beobachten, dass die X_{90} Werte bei V 5 (Seite 45) größer sind als bei V 6. Es wurde mit V 7 (Seite 47) der Versuch nochmals wiederholt. Aus der Wiederholung sind keine großen Unterschiede der Partikelgrößen zu erkennen. Es ist nicht eindeutig zu klären, ob der Austausch von Leitungswasser zu destilliertem Wasser vorteilhafter ist. Aufgrund theoretischer Gründe (wenige Störfaktoren z.B. Mineralstoffe) wird der Einsatz für die Folgeversuche (ab V 7) weiter geführt.

In dem Versuch 8 (Seite 48) wird der Einfluss der Drehzahl ermittelt. Zum Vergleich kann der Versuch 7 herangezogen werden, da dieser fast identische Prozessparameter besitzt. Es ist eindeutig zu erkennen, dass die Erhöhung der Drehzahl eine Verkleinerung der Partikelgrößen verursacht. Dies ist durch die X_{90} Werte (von 207,29 μm auf 164,33 μm) und durch die spez. Oberfläche (von 0,211 m^2/cm^3 auf 0,546 m^2/cm^3) belegt. Eine Besonderheit ist, dass die Partikelgrößenverteilung bimodal ist d.h., es gibt zwei große Fraktionen an Partikel. Es gibt keine weiteren Erklärungen dafür, warum die bimodale Verteilung entstanden ist.

Die Ziele im Versuch 9 (Seite 49) sind, inwiefern das Falschluffventil (3mal das Produkt während der Eindampfphase entspannen) und wenn die 150 g Extramenge an Wasser nicht mehr zugegeben wird, einen Einfluss auf die Partikelgrößen besitzen. Die Partikelgrößen haben sich gegenüber Versuch 8 extrem stark verschlechtert. Der X_{90} Wert ist von 164,33 μm auf 405,16 μm angestiegen. Es ist zu vermuten, dass das Entspannen des Produktes eine negative Auswirkung auf die Herstellung von kleinen Partikeln hat oder eine Agglomeration stattfand. Inwiefern die Ausgangssättigung von 0,85 dazu beiträgt, ist derzeit nicht zu erkennen. Die Vermutung aus dem Ergebnisprotokoll, dass die Saccharose nicht komplett aufgelöst war, hat sich aufgrund der wahren Sättigung von 0,85 nicht bestätigt.

Inwiefern das Betätigen des Falschluffventils einen Einfluss besitzt (Versuch 10 auf Seite 50), ist nicht eindeutig zu beweisen, da kein Versuch die gleichen Parameter aufweist. Da die Partikel im Mittelfeld aller Partikelgrößen sich befinden, kann vermutet werden, dass die Höhe des Druckes ein einflussgebender Parameter ist.

Der Versuch 11 (Seite 51) wurde nach 60 min angebrochen. Es konnten keine Werte ermittelt werden.

Im Vergleich der X_{90} Werte zwischen den Versuchen 12 (Seite 52) und 13 (Seite 53) sind keine Unterschiede zu erkennen. Die unterschiedlichen Sättigungen liefern keine Bestätigung als Einflussgröße. Es ist aber zu erwähnen, dass die Prozessparameter untereinander ein wenig abweichen.

Im Versuch 14 auf Seite 54 ist das Ziel die Einflussgrößen Mischtemperatur und Eindampftemperatur bei 60 °C zu halten. Der X_{90} Wert hat sich gegenüber den Versuche 12 (157,05 μm) und 13 (145,14 μm) auf 139,33 verbessert. Es lässt derzeit eine geringe Abhängigkeit der beiden Temperaturen vermuten.

In dem Versuch 15 (Seite 55) ist nur eine Lösung aus Saccharose und Wasser eingedampft. Die Messwerte der Partikelmessung und spez. Oberfläche sind die besten aus der ganzen Versuchsreihe. Die Problematik in dem Versuch war, dass das Endprodukt zu hygroskopisch war

und sich dadurch sehr schnell verfestigt (Verklumpungen) hat. Es wird vermutet, dass die Zugabe der Kakaobutter 40 % zu hoch angesetzt war und dadurch schlechte Partikelgrößen hergestellt wurden.

Der Versuch 16 (Seite 58) wurde nach 35 min abgebrochen. Es konnte aufgrund der hohen Endfeuchte keine Partikel gemessen werden.

Der Einflussfaktor im Versuch 17 auf Seite 59 ist die Kakaobutter. Der Versuch 15 wurde wiederholt und die Zugabe der Kakaobutter war am Punkt der minimalen Eindampftemperatur. Die Partikelgrößen haben sich derart verschlechtert (von 112,12 μm zu 209,86 μm). Dies könnte durch eine zu späte Zugabe der Kakaobutter entstanden sein, weil das Produkt schon an diesem Punkt kristallisiert ist und durch die Entspannung Wasser aus der Umgebung gezogen (Grund: Hygroskopie) hat. Es sind auch einzelne kleine Verklumpungen zu erkennen. Das Ziel, die hygroskopische Neigung zu verhindern, ist misslungen. Sie wurde nur abgeschwächt.

In dem Versuch 18 (Seite 60) wird überprüft, ob ein Abkühlen (Löslichkeitsänderung) während des Eindampfens (nach 5 min) sich positiv auf die Partikelgrößen auswirkt. Es können keine Vergleichswerte herangezogen werden. Der X_{90} Wert (135,98 μm) sagt aus, dass die Partikelgrößen schon sehr klein sind und ist dadurch der zweitbeste Versuch. Es könnte an der Abkühlung des Produktes liegen. Da durch die Abkühlung die Löslichkeit sich in die übersättigten Gebiete schiebt. Eine weitere Vermutung ist, dass die erhöhte Prozesszeit von 90 min ausschlaggebend war, in dem das Produkt einer längeren Scherung unterworfen war.

Eine Änderung von V 17 wird in dem Versuch 19 (Seite 61) unternommen, indem die Zugabe der Kakaobutter (ohne Lecithin) nach 2 min Eindampfen erfolgt. Im Vergleich beider X_{90} Werte (209,86 μm zu 252,96 μm) ist zu erkennen, dass eine Verschiebung des Zugabepunktes der Kakaobutter sich negativ auf die Bildung kleiner Partikel auswirkt. Es könnte auch die Nichtzugabe des Lecithins als Ursache sein.

Der Versuch 20 auf der Seite 62 beschäftigt sich mit dem Einflussfaktor des Abkühlens während des Eindampfens. Im Gegensatz zu V 18 wird der Start des Abkühlens nach 2 min durchgeführt. Aufgrund der ermittelten Messwerte (X_{90} Werte von 135,98 μm zu 176,01 μm) der Partikelgrößen ist festzustellen, dass der Zugabezeitpunkt nach 2 min noch schlechtere Werte geliefert hat.

In dem Versuch 21 (Seite 63) wird gegenüber dem Versuch 20 das Abkühlen sofort mit dem Beginn des Eindampfens gestartet. Hierbei ist eindeutig zu erkennen, dass das Abkühlen weitere schlechte Werte aufzeigt. Die X_{90} Werte stiegen von 135,98 μm (V18) über 176,01 μm

(V20) auf 202,62 μm . Desto weiter der Startpunkt des Abkühlens an den Punkt des Eindampfstarts gebracht wird, desto schlechter werden die Partikelgrößen.

Der Versuch 22 (Seite 64) beschäftigt sich mit dem Abkühlen am Ende des Mischprozesses. Es kann erkannt werden, dass durch dieses Abkühlen nahezu die gleichen X_{90} Werte erreicht, wie aus dem Versuch 20. Es ist keine große positive Auswirkung zu vermerken.

Im Gegensatz zu Versuch 22 wird in dem Versuch 23 (Seite 65) noch eine Aufheizphase am Beginn des Eindampfens erfolgen. Der gemessene X_{90} Wert beträgt 209,63 μm . Dieser ist im Gegensatz zu dem Wert von 180,03 μm bei V 22 höher. Ein Aufheizen hat keine weiteren positiven Auswirkungen für eine Erniedrigung der Partikelgrößen.

Die Versuche 24 und 25 (Seite 66 und 67) beschäftigen sich mit dem Einfluss der Antriebsrichtung bzw. Rührerrichtung. Die Versuchsdurchführung beider Versuche lehnt sich an den Prozessparametern von V 15 an. Mit den Besonderheiten, dass nach 2 min Eindampfen die Kakaobutter zugegeben wird und das ein Kühlen am Mischzeitende durchgeführt wird. Aus dem Vergleich beider Versuche ist festzustellen, dass die Antriebsrichtung eine große Auswirkung besitzt. Dies sind durch die X_{90} Werte zu belegen. Mit der Antriebsrichtung rechts liegt der Wert bei 170,55 μm und mit Antriebsrichtung links bei 268,96 μm . Dies könnte durch die unterschiedliche Scherrate (in Bezug auf die Rührergeometrie) oder durch den Wechsel der Zirkulationsart des Produktes entstanden sein d.h., dass das Umwälzen stärker vonstatten ging.

In Versuch 26 (Seite 68) wurde die Höhe der Trockensubstanz bei der minimalen Temperatur erforscht. Es ging nicht primär um die Partikelgrößen. Die Erkenntnis aus diesem Versuch ist, dass eine Entspannung keine großen Unterschiede in den Partikelgrößen zu dem Versuch 23 ergab.

Beim Fondanteindampfen (V 27 auf Seite 69) ist der X_{90} Wert bei 269,86 μm . Es eine große Anzahl an große stabile Agglomerate entstanden, die die Werte von X_{90} in die Höhe schnellen ließen. Diese Agglomerate sind vermutlich durch die Anwesenheit von Glukosesirup entstanden, die ein Verkleben der kleinen Partikel verursacht hat. Es ist aber im gesamten Bereich der Partikel zu erkennen, dass sich 50 % aller Partikel unter 51,45 μm befinden.

Im letzten Versuch (in V28 auf Seite 70) ist die Abhängigkeit des Druckes untersucht worden. Ein Vergleich kann zu dem Versuch V18 gezogen werden. Die Werte von X_{90} sind 135,98 μm (bei V 18) und 204,71 μm (V28). Die Erniedrigung des Druckes auf 210 mbar hat die Partikelkristallisation nicht positiv beeinflusst. Dies stärkt die Vermutung, dass eine höhere

Prozesszeit mit den gleichen Parametern aus diesem Versuch kleinere Partikel erzeugen, aufgrund der erhöhten und längeren Scherung auf die entstandenen Saccharosepartikel.

Aus den Ergebnissen der Mikroskopischen Begutachtung der einzelnen Proben ist zu erkennen, dass sich eine Vielzahl von Agglomeraten in allen Versuchen befunden haben (Siehe Kapitel 4.3). Aus diesem Grund wurden alle Versuche mit dem Ultra Turrax T-50. Mit Hilfe des Gerätes sollen die einzelnen Agglomerate aufgelöst werden, um die zu entstehenden Einzelpartikel wahrheitsgemäß zu messen. Die verwendete Probe wurde mit einer Drehzahl von 6000 U/min und eine Dauer von 3 min lang geschert.

Nachdem die Proben geschert wurden, werden sie nun mit Hilfe des Laserbeugungsspektrometers auf ihre Partikelgrößenverteilung gemessen. Diese Werte sind in der folgenden Tabelle dargestellt.

Tabelle 45: Partikelgrößenverteilung Turrax V1 bis V28

	Mittelwert									
Fraktion	V1-T	V2-T	V3-T	V4-T	V5-T	V6-T	V7-T	V8_T	V9-T	V10-T
X10 [μm]	6,31	12,91	3,25	k.A	4,29	5,14	3,92	9,20	19,74	13,56
X50 [μm]	73,84	83,21	37,56	k.A	42,38	45,05	38,18	38,56	60,75	59,97
X90 [μm]	156,31	175,08	138,43	k.A	125,56	110,09	117,43	141,07	209,36	149,88
X99 [μm]	285,71	278,07	244,66	k.A	240,71	180,20	245,50	237,73	341,08	247,16
Fraktion	V11-T	V12-T	V13-T	V14-T	V15(u) -T	V15(o) -T	V16-T	V17-T	V18-T	V19-T
X10 [μm]	k.A	4,15	8,24	7,72	k.A	k.A	k.A	27,16	10,70	5,80
X50 [μm]	k.A	37,20	66,56	61,13	k.A	k.A	k.A	60,98	68,67	98,80
X90 [μm]	k.A	101,40	144,82	122,12	k.A	k.A	k.A	161,81	139,55	245,32
X99 [μm]	k.A	211,55	246,32	178,09	k.A	k.A	k.A	359,09	228,17	346,12
Fraktion	V20-T	V21-T	V22-T	V23-T	V24-T	V25-T	V26-T	V27-T	V28-T	
X10 [μm]	5,42	6,23	7,47	4,70	4,65	9,29	3,70	k.A	6,75	
X50 [μm]	55,49	78,84	72,54	54,69	50,88	113,06	37,15	k.A	71,51	
X90 [μm]	142,15	185,81	159,09	145,13	121,71	240,68	110,81	k.A	175,13	
X99 [μm]	214,80	274,54	242,94	237,54	181,50	354,74	175,82	k.A	263,77	

k.A. = keine Angabe möglich

Die Versuche in denen keine Angabe möglich war, konnten aufgrund ihren Restfeuchten nicht gemessen werden. Insbesondere konnten die Versuche 15 (u), 15 (o) und V 27, aufgrund ihrer einzelnen festen Produktverklumpungen, nicht gemessen werden. Zur Auswertung werden die X_{90} Messwerte herangezogen. In der folgenden grafischen Abbildung sind die kompletten X_{90} Werte aus Turrax Behandlung dargestellt.

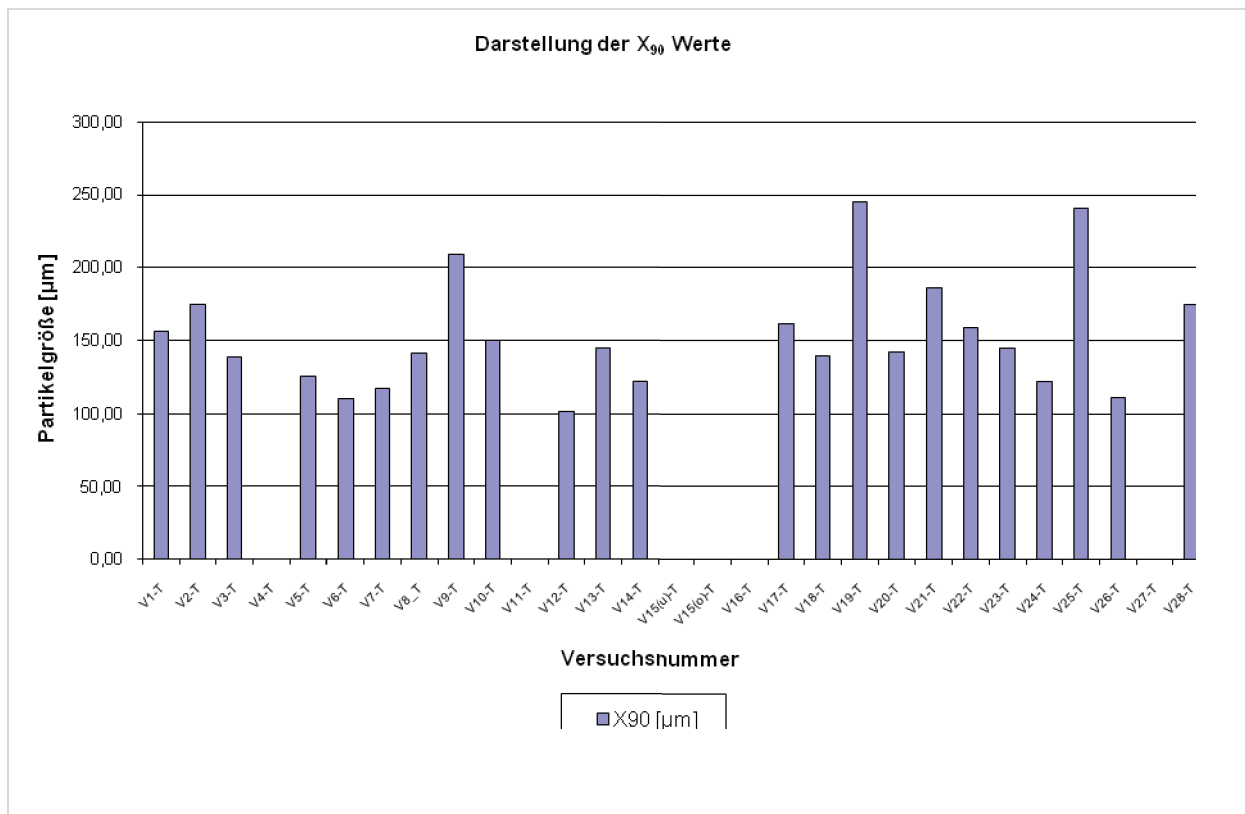


Abbildung 23: Grafische Darstellung der X_{90} Werte der Versuche V1 – V28 (Turrax)

Aus der Abbildung 23 ist festzustellen, dass der beste X_{90} -Wert bei dem Versuch 12 mit $101,40 \mu\text{m}$ liegt und der schlechteste X_{90} -Wert bei dem Versuch 19 mit $245,32 \mu\text{m}$ liegt. Die meisten Versuche liegen in dem X_{90} -Bereich von $100 \mu\text{m}$ bis $200 \mu\text{m}$. In der folgenden Grafik sind die kompletten Werte der spezifischen Oberflächen abgebildet.

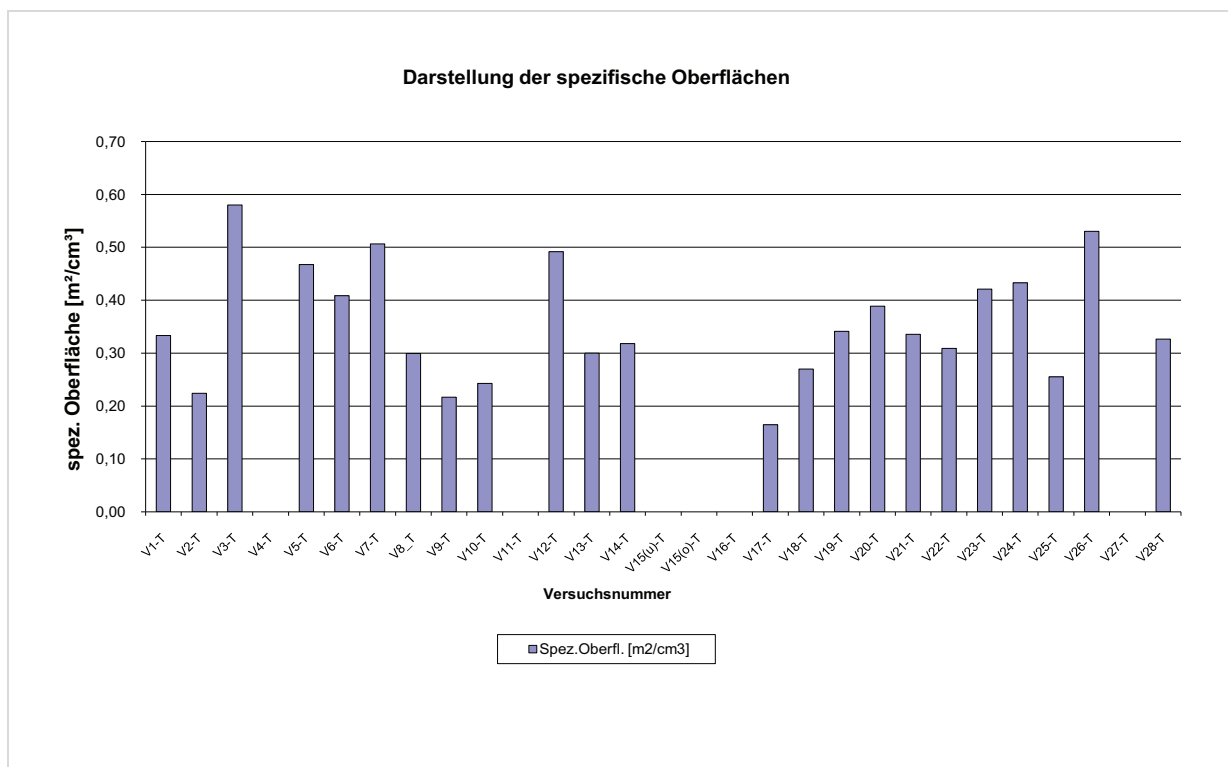


Abbildung 24: Grafische Darstellung der spezifischen Oberflächen der Versuche V1 – V28 (Turrax)

Der größte Teil der Versuche liegt in dem Wertebereich (spez. Oberflächen) $0,2 \text{ m}^2/\text{cm}^3$ und $0,4 \text{ m}^2/\text{cm}^3$. Der beste Versuch ist V 3 mit einer spezifischen Oberfläche von $0,58 \text{ m}^2/\text{cm}^3$ und der schlechteste Versuch ist V 17 mit $0,16 \text{ m}^2/\text{cm}^3$. Der Korrelationskoeffizient der beiden Datensätze von den X_{90} Werten und spezifischen Oberfläche beträgt $-0,56$. Dies bedeute, dass hier kein linearer Zusammenhang zwischen den Datensätzen besteht.

In den folgenden Abbildungen sind die X_{90} Werte und die Werte der spezifischen Oberfläche von der Conche und dem Turrax gegenübergestellt.

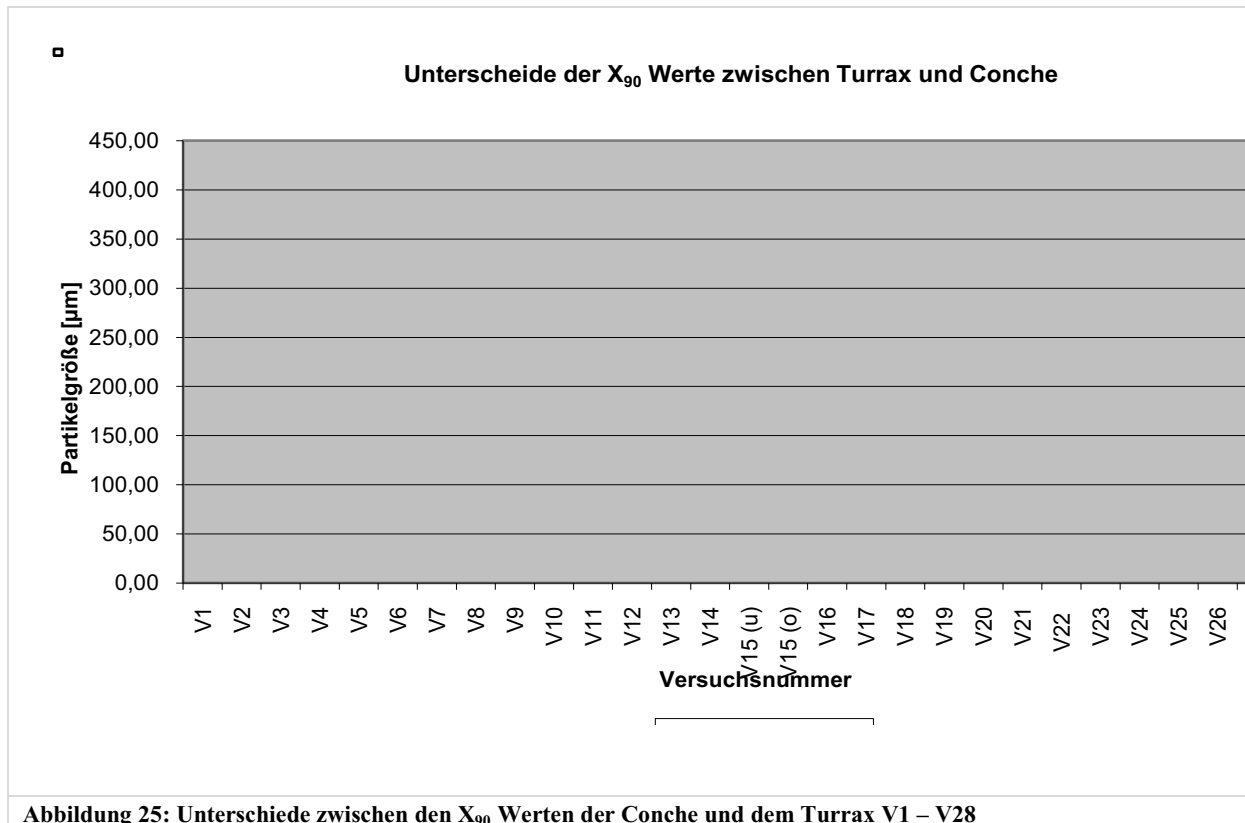


Abbildung 25: Unterschiede zwischen den X_{90} Werten der Conche und dem Turrax V1 – V28

Anhand der Abbildung 25 ist zu erkennen, dass alle X_{90} Werte (Turrax) gegenüber den Werte der Conche abgenommen haben. Des Weiteren ist zu beobachten, dass die Größe der Abstände zwischen den Balken (Conche und Turrax) Aussagen über den Gehalt der aufgelösten Agglomerate zu lassen d.h., desto größer der Abstand zwischen den Balken, desto größer war die Anzahl an aufgelösten Agglomeraten. Aus den mikroskopischen Daten (Siehe Kapitel 4.4) sind weitere Erkenntnisse (über die Agglomerate) zu gewinnen.

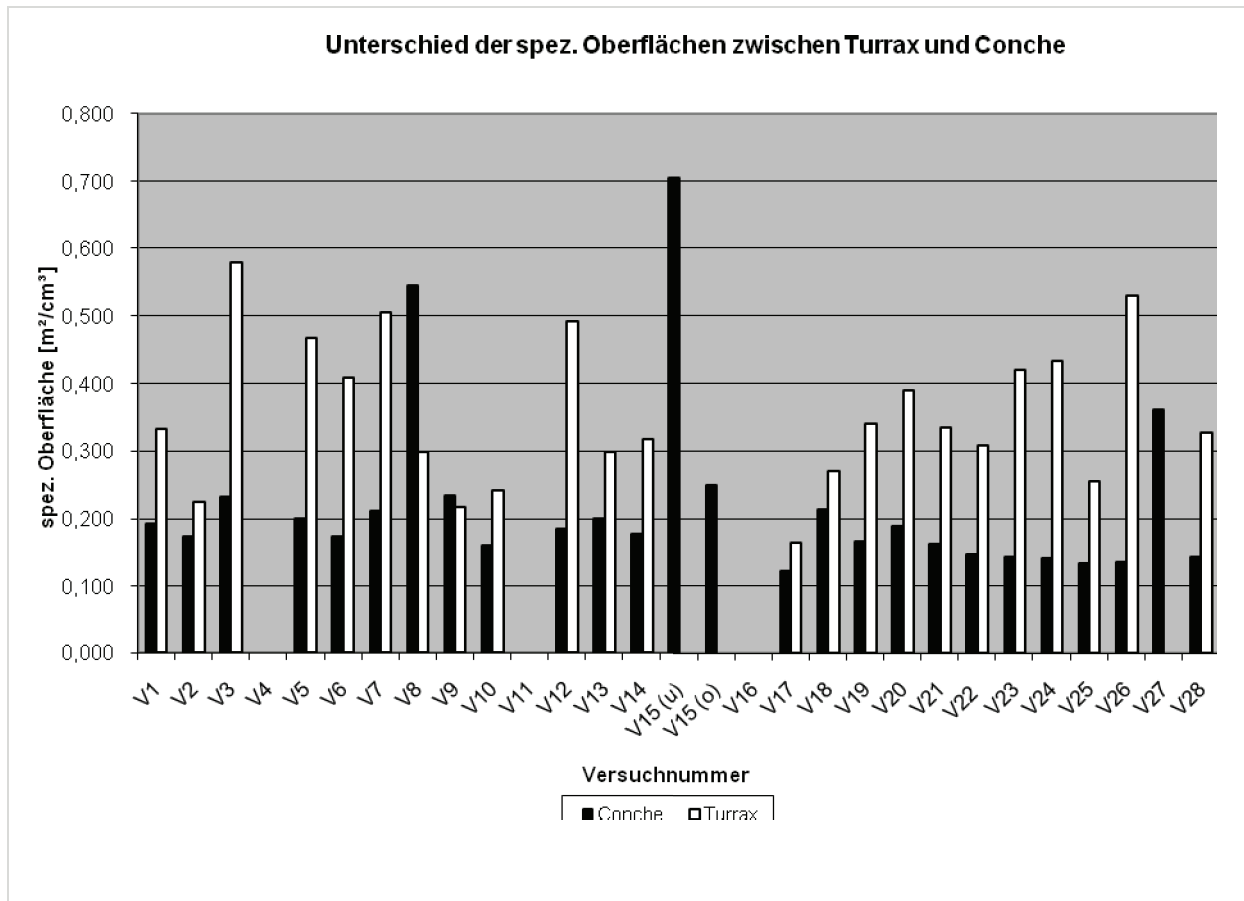


Abbildung 26: Unterschiede zwischen den spezifischen Oberflächen der Conche und dem Turrax V1 – V28

Aus der Gegenüberstellung in der Abbildung 26 ist festzuhalten, dass größtenteils eine Steigerung der spezifischen Oberfläche durch die Turrax Behandlung erfolgte. Die Versuche V 8 und V 9 sind die Ausnahme. Diese Beiden verringern ihren spez. Oberfläche nach der Behandlung mit dem Ultra Turrax. Die einzige Vermutung könnte sein, dass ein nachhaltiger Zusammenschluss von feinen Partikeln zu einem Agglomeratgebilde geführt hatte (aufgrund zu hoher Zufuhr an thermischer Energie in das Produkt). Diese Vermutung beruht sich auf die Ergebnisse der Mikroskopischen Begutachtung der Partikelformen, da in den Versuche vereinzelt Agglomerate zu erkennen waren.

Den größten Sprung machte der Versuch 26 auf Seite 68, da dieser von einer spez. Oberfläche 0,136 m²/cm³ auf 0,530 m²/cm³ geklettert ist.

Die kompletten Datensätze (Partikelgrößenverteilung) können dem Anhang B der CD-ROM entnommen werden.

4.3 Messwerte der Trockenmassebestimmung

Die gesamten Messwerte der Trockenmassen sind, wie schon erläutert wurde (Siehe Material und Methoden), in der folgenden Tabelle dargestellt. Diese Werte sind in Prozent angegeben und zeigen die Gesamttrockenmasse der Endprodukte auf. Der restliche Anteil ist die Restfeuchte, die in dem Produkt zurück geblieben ist.

Tabelle 46: Gesamtübersicht der Trockmasseergebnisse von V1 – V28

Versuchsnummer	Trocken-Masse [%]	Versuchsnummer	Trocken-Masse [%]	Versuchsnummer	Trocken-Masse [%]	Versuchsnummer	Trocken-Masse [%]
V1	100,07	V9	99,96	V17	98,67	V25	99,94
V2	100,03	V10	100,01	V18	99,90	V26	99,93
V3	100,02	V11	84,99	V19	99,92	V26 min	93,53
V4	89,74	V12	99,83	V20	99,97	V27	99,78
V5	100,04	V13	99,81	V21	99,94	V28	99,89
V6	99,74	V14	99,74	V22	99,91		
V7	100,03	V15	k.B.m.	V23	99,93		
V8	100,00	V16	93,68	V24	99,96		

k.B.m. = keine Bestimmung möglich

Aus diesen Werten ist zu erkennen, dass die meisten Versuche nahezu entfeuchtet wurden bzw. besitzen eine sehr geringe Restfeuchte unter 0,5 %. Alle Ausgangsfeuchtanteile sind dem Versuchsplan (Siehe Tabelle 10, Kapitel 3.3.2) zu entnehmen. Der Versuch V15 konnte nicht gemessen werden, da das entstandene Endprodukt eine starke Hygrospie aufwies. Es hat sich in kurzer Zeit mit Wasserdampfpartikel aus der Luft vollgezogen, so dass eine wahrheitsgemäße Bestimmung nicht durchgeführt werden konnte.

Für die hohe Restfeuchte in den jeweils oben genannten Versuchen sind mehrere Gründe ausschlaggebend. In dem Versuch 4 (Seite 44) ist die Prozesslänge von 15 min der ausschlaggebende Parameter gewesen. Diese Prozesslänge ist dem Versuch zu kurz gewählt worden. Der Grund bei V 11 (Seite 51) ist, dass der Prozess nach einer Stunde abgebrochen wurde. Der vorliegende Druck von 800 mbar hat die Prozesszeit des Eindampfens stark verlängert. Im Falle von Versuch 16 (Seite 58) ist der entscheidende Parameter die Drehzahl des Rührwerks der Laborconche. Es wurde keine Umdrehung des Rührers eingestellt. Dieser Versuch lehnt sich an den Ablaufplan von dem Versuch 14 (Seite 54) an. Dadurch ist zu erkennen, dass die Verdampfungsleistung des Wassers, mit Zunahme der Drehzahl, dementsprechend auch zunimmt. Aus dieser Erkenntnis ist schlusszufolgern, dass die Drehzahl ein entscheidender Parameter für die schnelle Trockensubstanzänderung von großer Bedeutung ist. Warum in dem Versuch 17 (Seite 59) noch eine geringe Restfeuchte vorhanden ist, ist nur zu vermuten. Die

Gründe könnten einer fehlerhaften Messdurchführung sein oder das Endprodukt entzog aus der Umgebung Wasser. Die Probe V 26 min aus Versuch 26 (Seite 68) ist mit Absicht bei der minimalen Eindampftemperatur entzogen worden, um Herauszufinden wie hoch dort die Restfeuchte bzw. die Trockenmasse ist. Der gelieferte Wert ist 6,47 % Restfeuchte. Die Anfangsfeuchte lag bei 15,35 %. Dies bedeutet, dass ca. die Hälfte des Wassers bei der minimalen Temperatur entzogen wurde.

Alle erfolgreich entfeuchteten Probengüter liefern Erkenntnisse über Einflussfaktoren, die das Produkt schnell oder langsam entwässern. Diese Faktoren sind die Temperaturen beim Eindampfen, die Druckhöhe und die Drehzahl. In der folgenden Tabelle sind die Einflussfaktoren, mit den jeweiligen Ausgangsfeuchten und Prozesszeiten, der einzelnen erfolgreichen Versuche aufgelistet.

Tabelle 47: Überblick der Einflussfaktoren mit ihren jeweiligen Werten

Versuchsnummer	Wassergehalt Anf. [%]	Eindampf-Temp. [°C]	Druck [mbar]	Drehzahl [U/min]	Prozesszeit [min]
V1	17,21	62	230	200	90
V2	17,21	80	300	200	70
V3	17,21	80	300	200	35
V5	17,21	79	300	50	30
V6	17,21	79	300	50	35
V7	17,21	79	300	50	35
V8	17,21	79	320	100	25
V9	17,21	79	320	100	25
V10	17,21	81	380	50	25
V12	13,63	81	220	50	35
V13	15,35	80	210	50	40
V14	17,50	61	220	50	25
V15	23,20	59	220	100	30
V17	15,35	69	250	100	30
V18	15,35	68->50	280	50	90
V19	15,35	71	260	100	30
V20	15,35	71->49	260	50	95
V21	15,35	70->51	280	50	60
V22	15,35	56	280	50	55
V23	15,35	56->53	280	50	35
V24	15,35	55	210	50	40
V25	15,35	53	210	50	40
V26	15,35	71	220	50	30
V27	6,60	70	250	50	25
V28	15,35	70->48	210	50	35

Aus den Einflussgrößen Eindampftemperatur, Druck und Drehzahl können einige grundlegende Feststellungen gegenüber der Trockenmasse gemacht werden. Im Vergleich eine Ab-

hängigkeit des Druckes können die Versuche 18 und 28 herangezogen werden. Diese beiden Versuche sind nahezu identisch durchgeführt worden. Die Erkenntnis aus diesen Versuchen ist, dass ein Unterschied von 70 mbar eine Prozesszeitverkürzung von 90 min auf 30 min erreicht wurde. Es ist aus diesem Ergebnis eine eindeutige Abhängigkeit der Prozesszeit von dem Druck zu erkennen. Der Hintergrund liegt darin, dass der Siedepunkt des Wassers durch eine Erhöhung des Druckes erniedrigt wurde und dadurch eine höhere Verdampfungsleistung erreicht wurde.

Des Weiteren ist zu beobachten, dass eine hohe Eindampftemperaturen ($< 70\text{ °C}$) die Prozesszeiten in der Regel gering halten. Optimale Vergleiche sind den Versuchen 9 und 26 zu entnehmen. Diese These begründet sich auf die Energiezufuhr. Dies bedeutet, dass eine sehr hohe Zufuhr von thermischer Energie in das Produkt zu einer starken Verdampfung des Wassers aus dem Produkt führte. Einige Abweichungen zu dieser Aussage sind in Tabelle 46 zu erkennen, die aber auf eine vermutliche Ungenauigkeit der Temperatureinheit der Conche zurückzuführen ist.

Der Einflussfaktor Drehzahl ist dem Versuch 16 zu entnehmen. Dieser sagt aus, dass eine niedrige Einstellung der Drehzahl die Prozesszeit stark erhöht. Ein Umwälzen durch das Rührwerk der Conche ist sehr wichtig, um eine geringe Prozesszeit zu erhalten.

Inwiefern der Anfangsgehalt des Wassers auf die Prozesszeit Einfluss nimmt, ist aus den durchgeführten Versuchen nicht eindeutig heraus zu finden. Es lässt sich vermuten, dass eine hohe Menge an Wasser länger zum Verdampfen braucht als eine geringe Menge an Wasser. Außer es werden die Parameter Temperatur und Druck bei dem hohen Anteil an Wasser stärker erhöht als bei dem geringen Anteil.

Es erfolgte eine Sondermessung an dem gelieferten Fondant. Der Wert belief sich auf 86,89 % Trockensubstanz. Aus der Rohstoffspezifikation ist der theoretische Wert bei 89 – 90 %. Es ist eine Abweichung von diesem Wert von 2,11 % zu verzeichnen. Eine Korrektur der Rezeptur muss dadurch vorgenommen werden. Dies heißt, dass die Anteile von Saccharose-Glukose bei 52,13 % und der Wassergehalt bei 7,87 % liegen.

4.4 Beschreibung der Partikelstrukturen

Anhand von mikroskopischen Abbildungen sind die verschiedenen Erkenntnisse in Form und Zusammenschluss der Partikel der einzelnen Versuche erhalten worden. Wie in dem Kapitel 3.2.3 schon beschrieben, wurden die Fotos mit Hilfe des Nikon Mikroskops festgehalten. Jeder Versuch ist mit einer 10- und 20-fachen Vergrößerung fotografiert wurden. Anhand dieser Fotos sind die Strukturen eindeutig zu erkennen. In der folgenden Tabelle sind die Versuche mit den jeweiligen Partikelbeschreibungen Conche und Turrax niedergeschrieben.

Tabelle 48: Partikelbeschreibungen der Proben Conche und Turrax

Versuchsnr.	Conche	Turrax
V1	klare Abgrenzungen (Kristallform), viele Agglomerate, zahlreiche große Partikel (<100µm)	wenige Agglomerate, großer Anteil an feine Partikel
V2	Viele Agglomerate, großer Anteil an feine Partikel, viele undefinierte Formstrukturen	vereinzelt feine Partikel, wenige knäuelartige Agglomerate
V3	großer Anteil an feine Partikel, stark agglomeriert, knäuelartige Struktur	viele feine Partikel, wenige knäuelartige Agglomerate
V4	zahlreiche große Partikel (<100µm), viele Agglomerate, tropfenförmige Strukturen	kleine Agglomeratbildungen
V5	knäuelartige Struktur, vereinzelt klare Abgrenzungen,	wenige Agglomerate, großer Anteil an feine Partikel
V6	knäuelartige Struktur, vereinzelt klare Abgrenzungen,	vereinzelt große Agglomerate, viele kleine Partikel
V7	knäuelartige Struktur, vereinzelt klare Abgrenzungen,	vereinzelt große Agglomerate, viele kleine Partikel
V8	großer Anteil an feine Partikel, vereinzelt große Agglomerate	viele feine Partikel, wenige knäuelartige Agglomerate
V9	sehr große Agglomerate in Knäuelform	vereinzelt große Agglomerate, klare Abgrenzungen, vereinzelt feine Partikel
V10	breitgefächerte Agglomerate, vereinzelt klare Abgrenzungen	vereinzelt große Agglomerate, klare Abgrenzungen, vereinzelt feine Partikel
V11	keine Partikel zu erkennen	tropfenförmige Gebilde
V12	vereinzelt klare Abgrenzungen, knäuelartige Struktur, großer Anteil an feine Partikel	keine Agglomerate, viele feine Partikel
V13	vereinzelt große Agglomerate, vereinzelt feine Partikel	vereinzelt große Agglomerate, viele kleine Partikel
V14	knäuelartige Struktur, vereinzelt klare Abgrenzungen, vereinzelt feine Partikel	vereinzelt große Agglomerate, viele kleine Partikel
V15	Sehr große Agglomerate in Knäuelform	keine Turraxbehandlung
V16	zahlreiche große Partikel (<100µm), viele Agglomerate, tropfenförmige Strukturen	viele Agglomerate mit kleinen Partikel umschlossen

Versuchsnr.	Conche	Turrax
V17	Sehr große Agglomerate in Knäuelform, keine feinen Partikel	Viele kleine Agglomerate mit kleinen Partikel umschlossen
V18	vereinzelt große Agglomerate, klare Abgrenzungen, vereinzelt feine Partikel	Keine Agglomerate, viele feine Partikel
V19	Sehr große Agglomerate in Knäuelform, keine feinen Partikel	Keine Agglomerate, viele feine Partikel, vereinzelt große Partikel (100µm)
V20	vereinzelt große Agglomerate, vereinzelt klare Abgrenzungen, vereinzelt feine Partikel	keine Agglomerate, viele feine Partikel,
V21	vereinzelt große Agglomerate, keine feinen Partikel, vereinzelt klare Abgrenzungen	vereinzelt große knäuelartige Agglomerate, viele kleine Partikel
V22	Sehr große Agglomerate in Knäuelform, keine feinen Partikel	viele große Partikel, kaum Agglomerate
V23	Sehr große Agglomerate in Knäuelform, vereinzelt feine Partikel	vereinzelt große Agglomerate, viele kleine Partikel
V24	klare Abgrenzungen, wenig Agglomerate	wenig große Partikel, keine Agglomerate, viele feine Partikel
V25	vereinzelt große Agglomerate, vereinzelt klare Abgrenzungen	wenig große Partikel, keine Agglomerate, viele feine Partikel
V26	knäuelartige Struktur, vereinzelt klare Abgrenzungen, vereinzelt große Agglomerate	wenig große Partikel, keine Agglomerate, viele feine Partikel
V27	Viele kleine Partikel, die sich zu einem großen Agglomerat gebildet haben	Keine Turraxbehandlung
V28	vereinzelt klare Abgrenzungen, große Agglomerate in Knäuelform	viele große Partikel, kaum Agglomerate

Aus den Beschreibungen ist zu erkennen, dass die Versuchproben der Conche einen hohen Anteil an kleinen und großen Agglomeraten besitzen. Diese Agglomerate sind durch das Vakuumverdampfen bzw. Vakuumtrocknen entstanden. Am Ende des Verdampfprozesses wird die restliche Feuchte aus der Probe herausgezogen. Diese Restfeuchte ist auf der Oberfläche der jeweiligen Saccharosepartikel angelagert. Durch das schnelle Verdampfen des angelagerten Wassers sind die Partikel durch molekulare Bindungskräfte zusammen verbunden. Anhand dieser Ursache ist die Agglomeratbildung geschehen.

Die Partikelformen sind teils knäuelartig und teils mit klaren definierten Abgrenzungen. Welche Ursache diese Erscheinungen haben, sind nicht eindeutig zu beweisen. Einige Möglichkeiten können die hohen Eindampftemperaturen oder der hohe Unterdruck sein. Diese Vermutungen beruhen sich auf die Theorie des Vakuumsverdampfens, da es bei dem Verdampfen zu einer Krustenbildung des Produktes an beliebiger Oberfläche kommen kann, die dann als undefinierte Partikelform in das Produkt hineinkommen (Sattler, 1995).

Um eindeutige Aussagen über die Partikelbeschaffenheit zu machen, ist es nötig einige Versuche mehrmals zu wiederholen, um eine eventuelle Bildungsabhängigkeit von den Prozessparametern zu schaffen.

In der folgenden Abbildung sind die mikroskopischen Bilder (Conche und Turrax) des Versuches V 26, auf die sich die Beschreibungen beruhen. In diesen Bildern ist eindeutig zu erkennen, dass die Behandlung mit dem Turrax einen Agglomerataufschluss vollzieht. Es ist im Gegenzug nicht eindeutig zu klären, ob die Behandlung eine mechanische Zerkleinerung der Basispartikel bewirkt. Diese Vermutung beruht sich auf den Scherspalt (Abstand zw. Rotor und Stator 250 μm) des Dispergierkopfes.

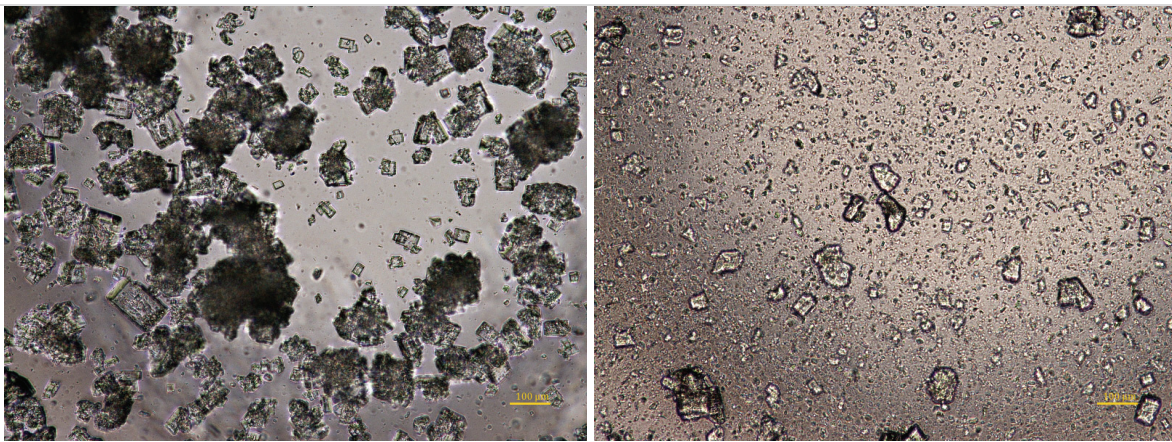


Abbildung 27: 10-fache Vergrößerung V 26 von der Conche (links) und Turrax (rechts)

Der Rohfondant ist der Abbildung 28 dargestellt. Aus diesem Foto ist zu erkennen, dass der Fondant eine gleichmäßige Verteilung seiner Saccharosepartikel in der Masse besitzt. Es sind keine Agglomerate und diverse undefinierte Formen zu beobachten. Diese Struktur des Rohfondants ist nahezu bei den Versuchen Turrax identisch. Es sind starke Abweichungen in den Strukturen (z.B. Agglomerate) gegenüber den Versuchen Conche (z.B. Agglomerate) festzustellen.

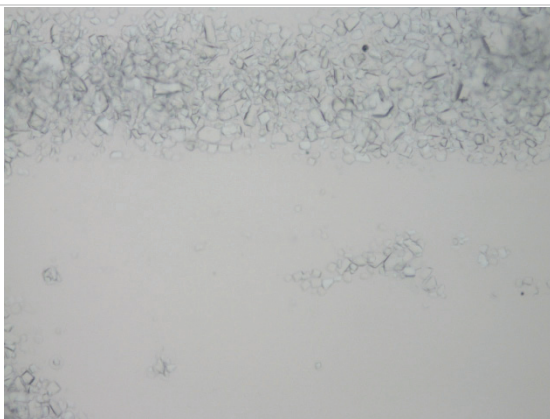


Abbildung 28: 10-fache Vergrößerung Rohfondant

Dieser Rohfondant wurde nach den Versuchsparametern von V26 mit Kakaobutter versetzt und eingedampft. Dieses entstandene Produkt ist sehr stark agglomeriert. Es sind kleine Partikel, die sich aneinander gehaftet haben und eine runde knäuelartige Form aufweisen. Die entstandene Struktur könnte auf die Anwesenheit von Glukosesirup beruhen. Dieser Sirup ist auf den Oberflächen des Saccharosepartikels vorhanden, der sich beim Eindampfen entwässert und dadurch eine Art von Verklebung verursacht. In der Abbildung 29 ist diese Beschreibung dargestellt.

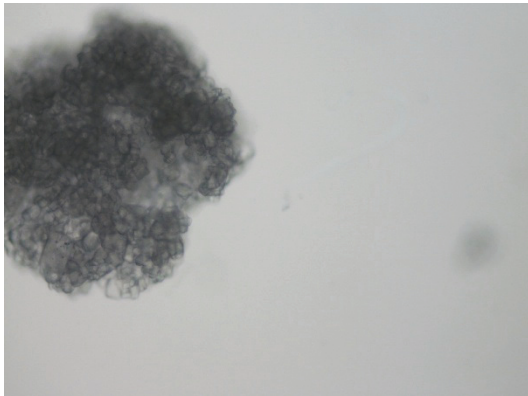


Abbildung 29: 10-fache Vergrößerung vom eingedampften Fondant und Kakaobutter

Es sind spezielle Untersuchungen durchgeführt worden, die Unterschiede zwischen Turrax-Behandlung und einer Ultraschallbadbehandlung aufzeigen sollen. Diese Unterschiede sollen Erkenntnisse liefern, ob die Ultraschallbehandlung einen positiven Einfluss auf den Agglomerataufschluss besitzt. Beim Turrax sind die Ergebnisse schon positiv gewertet worden. Der Versuch 19 und Versuch 26 dienen als Versuchsgut. Wie schon in Kapitel 4.2 beschrieben sind die Proben beim Turrax einer Drehzahl von 6000 U/min und einer Zeit von 3 min ausgesetzt worden. Im Ultraschallbad werden die Proben eine Behandlungszeit von 15 min unterzogen. In den folgenden Abbildungen sind die Gegenüberstellungen von Turrax und Ultraschallbad dargestellt.

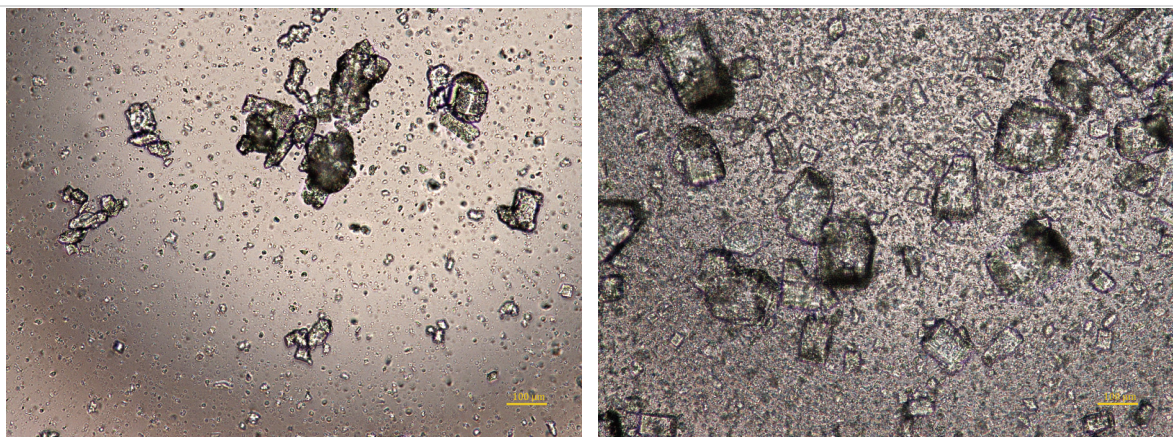


Abbildung 30: 10-fache Vergrößerung V19 Ultraschall (links) und Turrax (rechts)

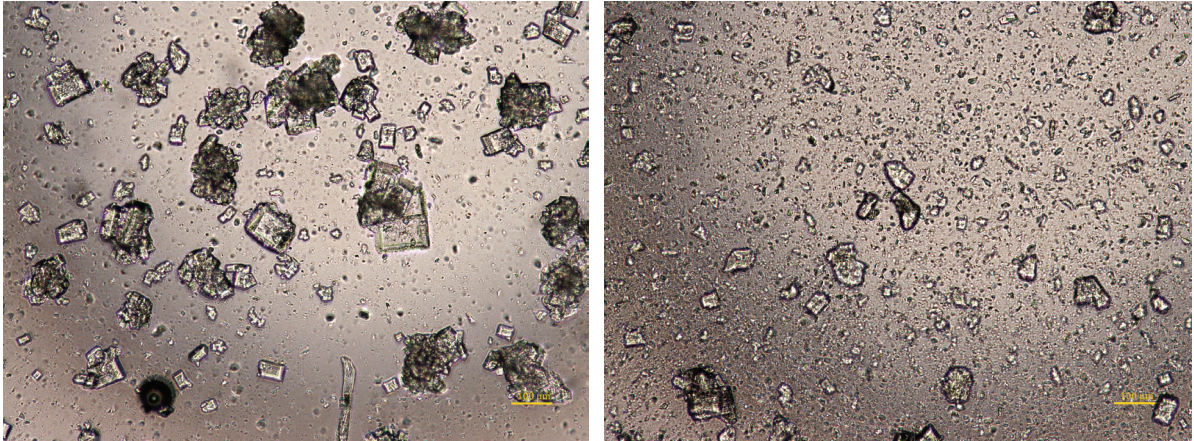


Abbildung 31: 10-fache Vergrößerung V26 Ultraschall (links) und Turrax (rechts)

Anhand dieser fotografischen Gegenüberstellung ist eindeutig schlusszufolgern, dass eine Behandlung mit dem Ultraschallbad nicht ausreicht, um hundertprozentig die vorhandenen Agglomerate aufzuschließen. Dies hat zur Folge, dass bei der Partikelbestimmung (Conchenwerte) nicht die wahren Einzelpartikelgrößen erfasst wurden, sondern zahlreiche Agglomerate gemessen wurden. Aus diesem Grund sind die Werte von X_{99} als fragwürdig ansehbar.

Alle ermittelten Fotos der Mikroskopischen Untersuchung sind im Anhang B zusammengefasst.

4.5 Reproduzierbarkeit

Um eine Aussage über die Produzierbarkeit der Versuche zu machen, ist es nötig Versuche zu wiederholen. Die Versuche 12, 13, 14, 18 und 26 sind wiederholt worden. Diese Versuche entsprechen einer guten Partikelgrößenverteilung (in Bezug auf D_{90} – Werte bzw. X_{90} – Werte). Dies bedeutet, dass diese die besten erreichten Ergebnisse sind. Alle Versuche sind nach den gleichen Parametern aus den Ergebnisprotokollen durchgeführt worden. Sie sind fast alle einmalig wiederholt worden. Mit einer Ausnahme, dass der Versuch 12 zweimal gemacht wird. In der folgenden Tabelle sind die jeweiligen Anfangsgrößen mit den Wiederholungen der Werte aus der Conche gegenübergestellt. Es sind die Werte der Trockensubstanzen, Partikelgrößen mit den jeweiligen spezifischen Oberflächen, Span und relative Breite aufgelistet.

Tabelle 49: Gegenüberstellung der Messwerte der Ausgangsmessung und Wiederholungsmessung Conche

Versuch Nr.	12	12 - 1	Versuch Nr.	14	14 - 1
Trockensubstanz [%]	99,83	99,94	Trockensubstanz [%]	99,74	99,93
X ₁₀ [µm]	25,29	20,49	X ₁₀ [µm]	21,81	25,67
X ₅₀ [µm]	75,44	82,69	X ₅₀ [µm]	75,51	81,22
X ₉₀ [µm]	157,05	163,79	X ₉₀ [µm]	139,33	141,37
X ₉₉ [µm]	342,58	360,09	X ₉₉ [µm]	234,52	225,09
spez. Oberfl. [m ² /cm ³]	0,18	0,18	spez. Oberfl. [m ² /cm ³]	0,18	0,16
Span ((X ₉₀ -X ₁₀)/X ₅₀)	1,75	1,73	Span ((X ₉₀ -X ₁₀)/X ₅₀)	1,56	1,42
Rel. Breite (X ₉₀ /X ₁₀)	6,21	7,99	Rel. Breite (X ₉₀ /X ₁₀)	6,39	5,51
Versuch Nr.	12	12 - 2	Versuch Nr.	18	18 - 1
Trockensubstanz [%]	99,83	99,97	Trockensubstanz [%]	99,90	99,96
X ₁₀ [µm]	25,29	29,87	X ₁₀ [µm]	19,27	29,14
X ₅₀ [µm]	75,44	83,97	X ₅₀ [µm]	74,03	106,41
X ₉₀ [µm]	157,05	147,48	X ₉₀ [µm]	135,98	221,40
X ₉₉ [µm]	342,58	360,58	X ₉₉ [µm]	182,67	341,33
spez. Oberfl. [m ² /cm ³]	0,18	0,16	spez. Oberfl. [m ² /cm ³]	0,21	0,14
Span ((X ₉₀ -X ₁₀)/X ₅₀)	1,75	1,40	Span ((X ₉₀ -X ₁₀)/X ₅₀)	1,58	1,81
Rel. Breite (X ₉₀ /X ₁₀)	6,21	4,94	Rel. Breite (X ₉₀ /X ₁₀)	7,06	7,60
Versuch Nr.	13	13 - 1	Versuch Nr.	26	26 - 1
Trockensubstanz [%]	99,81	99,90	Trockensubstanz [%]	99,93	99,90
X ₁₀ [µm]	21,76	34,80	X ₁₀ [µm]	34,11	30,82
X ₅₀ [µm]	73,30	121,77	X ₅₀ [µm]	107,91	104,23
X ₉₀ [µm]	145,14	231,98	X ₉₀ [µm]	193,03	189,91
X ₉₉ [µm]	288,34	356,91	X ₉₉ [µm]	300,72	292,29
spez. Oberfl. [m ² /cm ³]	0,20	0,13	spez. Oberfl. [m ² /cm ³]	0,14	0,14
Span ((X ₉₀ -X ₁₀)/X ₅₀)	1,68	1,62	Span ((X ₉₀ -X ₁₀)/X ₅₀)	1,47	1,53
Rel. Breite (X ₉₀ /X ₁₀)	6,67	6,67	Rel. Breite (X ₉₀ /X ₁₀)	5,66	6,16

In der Gegenüberstellung der Messwerte ist zu erkennen, dass bei allen Versuchen die vorangegangene Trockensubstanz erreicht wurde. Die geringen Abweichungen in der zweiten Dezimalstelle werden nicht berücksichtigt.

In Bezug auf die Partikelgrößen sind starke Abweichungen von über 10 µm in den Versuchen 13 und 18 zu verzeichnen. Die Gründe dafür sind nicht zu erkennen, da sie ja unter gleichen Bedingungen durchgeführt wurden. Eine Vermutung könnte sein, dass während des Prozesses einige kleine Schwankungen im Temperatur- oder Druckfeld entstanden sind. Desweiteren könnte eine erhöhte Scherwirkung des Rührwerks diese Abweichungen hervorgerufen haben oder es sind verschiedenartige Agglomeratgebilde entstanden. Um diese zu belegen sind noch einige weitere Wiederholungen der oben genannten Versuche weiter zu führen. Die restlichen Versuche (V12, V14, V26) sind nahezu identisch (Abweichung unter 10 µm) und sind daher als reproduzierbar ansehbar. Die nahezu identischen Ähnlichkeiten spiegeln sich auch in den Werten der spez. Oberfläche, Span und der relativen Breite wieder.

Wie schon im Kapitel 4.2 beschrieben, sind die Versuchsproben einer Behandlung mit dem Ultra Turrax unterzogen wurden, um etwaige Agglomerate auf zu lösen. Dies wird wie im ersten Teil des Kapitels verglichen, außer dass die Trockensubstanzwerte nicht mehr verglichen werden. Es sind jetzt nicht die Werte der Conche ausschlaggebend, sondern die Werte der Turrax-Behandlung, die in der folgenden Tabelle dargestellt sind.

Versuch Nr.	12	12 - 1	Versuch Nr.	14	14 - 1
X ₁₀ [µm]	4,15	5,70	X ₁₀ [µm]	7,72	8,16
X ₅₀ [µm]	37,20	57,35	X ₅₀ [µm]	61,13	66,34
X ₉₀ [µm]	101,40	139,27	X ₉₀ [µm]	122,12	127,08
X ₉₉ [µm]	211,55	331,84	X ₉₉ [µm]	178,09	191,46
spez. Oberfl. [m ² /cm ³]	0,49	0,38	spez. Oberfl. [m ² /cm ³]	0,32	0,30
Span ((X ₉₀ -X ₁₀)/X ₅₀)	2,61	2,33	Span ((X ₉₀ -X ₁₀)/X ₅₀)	1,87	1,79
Rel. Breite (X ₉₀ /X ₁₀)	24,45	24,42	Rel. Breite (X ₉₀ /X ₁₀)	15,83	15,58
Versuch Nr.	12	12 - 2	Versuch Nr.	18	18 - 1
X ₁₀ [µm]	4,15	6,09	X ₁₀ [µm]	10,70	4,86
X ₅₀ [µm]	37,20	50,96	X ₅₀ [µm]	68,67	61,96
X ₉₀ [µm]	101,40	118,93	X ₉₀ [µm]	139,55	152,67
X ₉₉ [µm]	211,55	323,16	X ₉₉ [µm]	228,17	245,75
spez. Oberfl. [m ² /cm ³]	0,49	0,37	spez. Oberfl. [m ² /cm ³]	0,27	0,41
Span ((X ₉₀ -X ₁₀)/X ₅₀)	2,61	2,21	Span ((X ₉₀ -X ₁₀)/X ₅₀)	1,88	2,39
Rel. Breite (X ₉₀ /X ₁₀)	24,45	19,52	Rel. Breite (X ₉₀ /X ₁₀)	13,04	31,44
Versuch Nr.	13	13 - 1	Versuch Nr.	26	26 - 1
X ₁₀ [µm]	8,24	4,48	X ₁₀ [µm]	3,70	5,01
X ₅₀ [µm]	66,56	62,52	X ₅₀ [µm]	37,15	62,05
X ₉₀ [µm]	144,82	151,83	X ₉₀ [µm]	110,81	141,44
X ₉₉ [µm]	246,32	244,94	X ₉₉ [µm]	175,82	224,15
spez. Oberfl. [m ² /cm ³]	0,30	0,42	spez. Oberfl. [m ² /cm ³]	0,53	0,40
Span ((X ₉₀ -X ₁₀)/X ₅₀)	2,05	2,36	Span ((X ₉₀ -X ₁₀)/X ₅₀)	2,88	2,20
Rel. Breite (X ₉₀ /X ₁₀)	17,57	33,88	Rel. Breite (X ₉₀ /X ₁₀)	29,94	28,24

Anhand dieser Werte ist zu beobachten, dass der Versuch 14 nahezu ähnliche Partikelgrößenverteilung (kleiner 10 µm Abweichung) zum ersten Versuch besitzt. Die restlichen Versuche sind sehr unterschiedlich in allen Werten.

Die Schwierigkeit lag in der Durchführung. Es konnte keine gleichmäßige Behandlung mit dem Turraxscherkopf gewährleistet werden d.h., dass die Führung des Scherkopfes durch das Produkt keine gleichmäßige genaue Bewegung war. Dadurch sind verschiedene Werte aufgetreten. Die Behandlung muss genau vorher nach identischen Parametern festgelegt werden, um eine reproduzierbare Durchführung zu erhalten.

4.6 Abschlussdiskussion

In diesem Kapitel werden wichtige Erkenntnisse dieser Abhandlung zusammengefasst und eine Ursachenforschung durchgeführt.

In der Partikelmessung ist der Versuch 15 mit dem X_{90} Wert von 112,12 μm die kleinste hergestellte Partikelgrößenverteilung. Die Gründe für die unzureichenden Ergebnisse sind die starken Agglomeratbildungen zwischen Partikeln und mit hoher Wahrscheinlichkeit die Produktkrustenbildung während des Vakuumseindampfens in der Labor – Mischconche. Die Agglomerate sind in der Messung als große Partikel von dem Laserbeugungsspektrometer irrtümlich identifiziert worden. Die Verkrustungen können, wie bei den Agglomeraten, als große Partikel erkannt worden sein. Aus diesem Grund wurden die Proben aus der Conche mit dem Turrax behandelt, um etwaige Agglomerate oder Verkrustungen aufzulösen. Anhand der neuen Werte ist zu erkennen, dass die Agglomerate aufgeschlossen wurden und sich die Partikelgrößen verringert haben. Bei einigen Versuchen fiel die Verringerung deutlicher aus. Insbesondere der Versuch 12 belegt die Agglomerat-Vermutung, da sich der X_{90} Wert von 157,05 μm auf 101,40 μm verbessert hat. Anhand dieser Erkenntnis ist zu schlussfolgern, dass die Differenz vom X_{90} Wert der Conche und dem Turrax den Grad der Agglomeration beschreibt. Im Gegenzug ist dennoch zu sagen, dass der Turrax einige Partikel in ihrer Basis gebrochen haben könnte. Dies lässt sich aus den Informationen der Firma IKA, die auf eine Spaltbreite von 250 μm zwischen Rotor und Stator hingewiesen haben, schließen. Die Spaltbreite von 250 μm könnte theoretisch einzelne große Partikel über 250 μm zerkleinert haben, die eine fehlerhafte Begutachtung der Partikelgrößen zur Folge haben könnte.

Das Ende der Prozesszeit wurde definiert durch den Temperaturverlauf des Eindampfens. Ist die Temperatur am Ende des Eindampfens gleich der Anfangstemperatur, dann hat das Produkt unter 1 % Restfeuchte und das Eindampfen ist beendet. An welchem Punkt die Saccharose kristallisiert ist nicht eindeutig bestimmbar. Aus den Beobachtungen während der Eindampfphase ist eine Veränderung der Konsistenz des Produktes (von flüssiger zu hochviskoser bis breiiger Form) bei der minimalen Temperatur festzustellen. Hier könnte der Punkt sein an dem die Saccharose größtenteils (über 90 %) auskristallisiert ist. An dieser Stelle ist eine Restfeuchte von ca. 6 – 7 % gemessen worden.

Zusammenfassend ist zu den Einflussgrößen zu sagen, dass die Drehzahl einen sehr großen Einfluss auf die Partikelherstellung und die Prozesszeit besitzt (Siehe V 8 und V 7). Eine hohe Drehzahl verringert hierbei deutlich die Prozesszeit. Die Drehrichtung des Antriebs hat eben-

falls einen sehr großen Einfluss auf die Größe einzelner Partikel. Eine Rechtsdrehung lässt kleinere Partikel entstehen als die Linksdrehung.

Kakaobutter, als Bestandteil der Rezeptur, hat hierbei den deutlichsten Einfluss auf die Saccharose-Kristallisation. Dies könnte sich darauf begründen, dass ein hoher Anteil an Kakaobutter die entstehenden Partikel zu stark einbettet und dass sie sich dadurch gegenseitig in ihrem Kristallwachstum nicht stören. Das Lecithin bewirkt eine Homogenität des Ausgangsprodukts. Sie ist die Voraussetzung für eine kontrollierte und gleichmäßige Kristallisation. Das destillierte Wasser kann nicht zu den wichtigen Einflussgrößen gezählt werden. Es wird aber aufgrund seiner niedrigen Störfaktoren (Inhaltsstoffe) empfohlen, es weiter zu verwenden.

In den Versuchen (V 17, V 20, V 21, V 22) wurde der Einfluss des Abkühlens bzw. Aufheizens untersucht. Aus diesen Ergebnissen ist zu erkennen, dass ein Abkühlen nach 5 min Eindampfen das beste Ergebnis erzielt hat. Wird ein Abkühlen vor oder nach den 5 min vollzogen, werden die Partikel größer. Das Kühlen in der Mischphase und das Aufheizen vor dem Eindampfen erzielte auch negative Erkenntnisse in Bezug auf die Partikelgrößen.

Die Parameter Entspannung (Vakuumbuch), Eindampftemperatur und die Sättigung vor dem Eindampfen können anhand der gewonnenen Ergebnisse nicht als Einflussparameter festgestellt werden. Um einen Ausschluss dieser Faktoren zu erhalten, müssen noch einige weitere Versuche mit diesen Parametern fortgeführt werden.

Das Fazit der Reproduzierbarkeit ist, dass einige Versuche wiederholt werden konnten, andere nicht. Es ist nicht eindeutig zu erkennen, ob die Versuche wiederholt werden können. Die Gründe könnten im technischen Prozessablauf (Druck, Temperatur, Scherrate etc.) und/oder in der Probenbehandlung (Turraxanwendung) liegen. Zu empfehlen ist, dass weitere Untersuchungen bzw. Wiederholungen durchgeführt werden müssen, um eine repräsentative statistische Wahrscheinlichkeit zu ermitteln.

5 Zusammenfassung

Das Ziel der Arbeit war es grundlegende Erkenntnisse zu gewinnen, die das Verfahren des Kristallisierens beschreiben und deren Gesetzmäßigkeiten untersuchen. Dies sollte einerseits anhand von Dokumentationen und Beobachtungen der Verfahrensparameter geschehen und andererseits aus den Ergebnissen der Partikelmessung, Mikroskopie und Trockensubstanzbestimmung erforscht werden.

Eine Lösung aus Saccharose, Wasser, Kakaobutter und Lecithin wird in einer Labor-Mischconche unter Vakuum eingedampft. Hierbei wurden die Parameter Druck, Drehzahl, Mischtemperaturen, Eindampftemperaturen und die Prozesszeit variiert. Aus den gesamten Ergebnissen ist festzustellen, dass die Drehzahl des Rührwerks an der Conche als Parameter einen großen Einfluss auf die Partikelherstellung hat.

Des Weiteren konnte die Prozesszeit als wichtige Einflussgröße nicht eindeutig ausgemacht werden. Es ist nur zu erkennen, dass eine längere Eindampfzeit bessere bzw. kleinere X_{90} Werte ergeben.

Inwiefern die weiteren Einflussparameter Rohstoffmengen, Löslichkeitsstatus vor dem Eindampfen und der Druck beim Eindampfen für die Kristallisation eine Rolle spielen, ist nicht zu ermitteln. Der einzige Zusammenhang zwischen Druck, Drehzahl und Prozesszeit ist, dass ein niedriger Druck und hohe Drehzahl die Prozesszeit verringert.

Eine Erkenntnis über den Kristallisationspunkt der Saccharose konnte nicht eindeutig gewonnen werden. Es ist zu vermuten, dass der Punkt bei der minimal erreichten Temperatur des Eindampfens liegt.

Aus den Ergebnissen der Mikroskopie ist eine Problematik der Endprodukte zu erkennen. Diese Problematik zeichnet sich durch eine große Anzahl an Agglomeraten (meist knäuelartige Struktur) aus. Die Reproduzierbarkeit der einzelnen Versuche ist nur teilweise gegeben. Hierbei konnten keine Zusammenhänge von Versuchsparametern und Reproduzierbarkeit ausgemacht werden.

Das Primärziel, Partikel von $40\ \mu\text{m}$ (X_{90} Wert) herzustellen, ist nicht erreicht worden. Das Sekundärziel der Arbeit, die Saccharose mittels Rekrystallisation zu verkleinern (von minimaler Ausgangsgröße von $600\ \mu\text{m}$ bis zur Endgröße kleiner als $150\ \mu\text{m}$) und dadurch einige grundlegende Erkenntnisse darzulegen, wurde erreicht. Diese Grundkenntnisse müssen noch weiter untersucht werden, um genaue und eindeutige Einflüsse usw. zu bestimmen. In den nächsten Punkten werden einzelne Aussichten bzw. weiterführende Thematiken beschrieben.

- (1) Weitere Untersuchungen in der Problematik des Wasserverlustes, dass während des Mischens aus dem Produkt in den Conchenraum und an die –oberfläche übergeht. Messen der Restfeuchteunterschiede aus dem Produkt und daraus Erkenntnisse gewinnen.
- (2) In Wiefern die Menge der Kakaobutter im Produkt ausschlaggebend ist, für die Herstellung von kleinen Saccharosepartikel ist.
- (3) Die Optimierung der Prozesskontrolle in den Punkten der genaueren Temperaturkontrolle, in der Kontrolle über den Auflösungsstatus der Saccharose (z.B. Kristalloskop) beim Mischen und besseren Einstellung der Drücke (z.B. Nadelventil).
- (4) Des Weiteren muss untersucht werden, in wiefern die Sättigung am Anfang des Eindampfens einen Einfluss auf die Partikelgrößen besitzt.
- (5) Der Versuch 15 sollte als Basis für weitere Versuche fungieren.
- (6) Die besten Versuche sollten mehrmals wiederholt werden und dort einige vorher beschriebene Parameter geändert werden, um eindeutige Ergebnisse zu erhalten.
- (7) Ein weiterer Vorschlag wäre einen Austausch von Rohstoffen vorzunehmen. Wie ein Wechsel von Lecithin oder Kakaobutter.
- (8) Der Teilprozess des Zusammenmischens der Rohstoffe sollte weiter, in Bezug auf der Zugabereihenfolge, Art des Vormischens (maschinell oder per Hand) und Art des Vorwärmens der Rohstoffe.
- (9) Eine Optimierung des Zeitpunktes der Abkühlung des Produktes während des Eindampfens muss weiter erforscht werden.

Nach dem Abarbeiten dieser genannten Vorschläge besteht die Möglichkeit eindeutige Aussagen über einer erfolgreichen Partikelstandardisierung mittels Rekristallisation von Saccharose zu tätigen.

6 Abstract

The aim of this scientific work is to analyse the size reduction of sugar particles by crystallization, a thermal separation process. A solution of saccharose, water, cocoa butter and lecithin is vacuum evaporated in a laboratory mixing conche. The series of experiments are tested with fixed parameters. After every experiment the particle size distribution is determined by laser diffraction, the dry substance is measured by vacuum drying and the shape of the particles is scanned by optical microscopy. From these results basic conclusions are drawn. In addition the test parameters pressure, rotation speed, evaporation temperature and solubility behaviour are investigated. Possibilities of replications were considered by repeating the significant experiments.

The result of this scientific method is successful, but the aimed particle size of smaller than 40 μm was not achieved. It is possible to reduce particle size of saccharose by re-crystallization. This disquisition is able to be a basic research for further intensive investigations in this field.

7 Literatur

- Autorenkollektiv: Die Zuckerherstellung. 3. Auflage. Leipzig: VEB Fachbuchverlag, 1984
- Belitz, H.; Grosch, W.: Lehrbuch der Lebensmittelchemie. 4. Auflage. Berlin: Springer-Verlag, 1992
- Bockisch, M.: Nahrungsfette und -öle. Aufl. 1. Stuttgart: Ulmer, 1993
- Chemieonline: ChemieOnline; Sascha Mertens;
<http://www.chemieonline.de/forum/showthread.php?p=392571>. 12.07.2009
- Dietzel, F.: Technische Wärmelehre. Ausgabe 6. Würzburg: Vogel, 1992
- Doering, E.; Schedwill, H.: Grundlagen der Technischen Thermodynamik. Auflage 4. Stuttgart: Teubner, 1994
- Döhl, M.: Herstellung hochtrockenmassehaltiger Milchprodukte. Auflage 1. Saarbrücken: VDM Verlag Dr. Müller, 2007
- Gehrmann, D.; Esper, G.; Schuchmann, H.: Trocknungstechnik in der Lebensmittelindustrie. 1. Auflage. Hamburg: Behr`s Verlag, 2009
- Gnielinski, V.; Mersmann, A.; Thurner, F.: Verdampfung, Kristallisation, Trocknung. Auflage 1. Berlin: Springer Verlag, 2000
- Gunstone, F.; Harwood, J.; Dijkstra, A.: The Lipid Handbook. 3. Auflage. Boca Raton: CRC Press Inc., 2007
- Hahn, A.; Behle, B.; Lischewski, D.; Rein, W.: Produktionstechnische Praxis. Aufl. 1. Weinheim: WILEY-VCH Verlag, 2003
- Heiss, R.: Lebensmitteltechnologie: Biotechnologische, chemische, mechanische und thermische Verfahren der Lebensmittelverarbeitung. 6. Auflage. Berlin: Springer-Verlag, 2003
- Hoffmann, H.; Mauch, W.; Untze, W.: Zucker und Zuckerwaren. Auflage 2. Hamburg: Behr`s Verlag, 2002
- Karel, M.; Lund, D.: Physical principles of food preservation. 2 edition. New York: Marcel Dekker Inc., 2003
- Kleinert, J.: Handbuch der Kakaoverarbeitung und Schokoladenherstellung. Aufl. 1. Hamburg: Behr`s Verlag, 1997
- Kurzhals, H.: Lexikon Lebensmitteltechnik A-K. Aufl. 1. Hamburg: Behr`s Verlag, 2003

Kurzhaus, H.: Lexikon Lebensmitteltechnik L-Z. Aufl. 1. Hamburg: Behr's Verlag, 2003

Lipinski, R.; Schiweck, H.: Handbuch Süßungsmittel. Auflage 1. Hamburg: Behr's Verlag, 1991

Mersmann, A.; Kind, M.; Stichlmair, J.: Thermische Verfahrenstechnik. Aufl. 2. Berlin: Springer Verlag, 2005

Müller, H.; Schumann, R.: Teilchengrößenmessung in der Laborpraxis. Stuttgart: Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft, 1996

pci-TU: Institut für Physikalische und Theoretische Chemie; Dr. R. Tuckermann;
<http://www.pci.tu-bs.de/aggericke/PC5-Grenzfl/Tenside.pdf>. 12.08.2009

Reiser, P.; Mathlouthi, M.: Sucrose, Properties and Applications. Aufl. 1. Berlin: Springer Verlag, 1995

Sattler, K.: Thermische Trennverfahren. 2. Auflage. Weinheim: VCH Verlag, 1995

Schuchmann, H.; Schuchmann, H.: Lebensmittelverfahrentchnik. Auflage 1. Weinheim: WILEY-VCH Verlag, 2005

Segebrecht, U.: Flüssigkeitsringpumpen und Flüssigkeitsringkompressoren. Aufl. 1. Landsberg: verlag moderne industrie, 1993

Sympatec: Sympatec GmbH System-Partikel-Technik; Dr.-Ing. E.h. Stephan Röthele, Dr. rer. nat. Wolfgang Witt;
<http://www.sympatec.com/DE/LaserDiffraction/LaserDiffraction.html>. 21.07.2009

Techpharm: Technische Dienste Chemie & Pharma TECHPharm® Technical Services Chemistry & Pharma; Dr. Wolfgang Woiwode,
www.techpharm.de/Wissenschaft/Zucker/Zucker.htm. 18.07.2009

Ternes, W.; Täufel, A.; Tunger, L.; Zobel, M.: Lebensmittellexikon. 4. Auflage. Hamburg: Behr's Verlag, 2005

Tscheuschner, H.: Grundzüge der Lebensmitteltechnik. 2. Auflage. Hamburg: Behr's Verlag, 1996

Weigand, B.; Köhler, J.; von Woltersdorf, J.: Thermodynamik kompakt. Auflage 1. Berlin: Springer-Verlag, 2008

Weipert, D.; Tscheuschner, H.; Windhab, E.: Rheologie der Lebensmittel. Aufl. 1. Hamburg: Behr's Verlag, 1993

Wendt, T.: Herstellung flüssigkeitshaltiger pulverförmiger Komposite durch ein Hochdruck-sprühverfahren für Anwendungen im Lebensmittelbereich. 1. Auflage. Göttingen: Cuvillier Verlag, 2007

Zogg, M.: Einführung in die Mechanische Verfahrenstechnik. Auflage 3. Stuttgart: Teubner, 1993

8 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: chemischer Aufbau der Saccharose (Zuckerherstellung, 1984).....	5
Abbildung 2: Saccharose 20-fache Vergrößerung (Techpharm)	5
Abbildung 3: Sättigungskennlinien von Saccharose-Lösungen (Lipinski, 1991).....	9
Abbildung 4: Allgemeiner Aufbau von Fetten (Chemieonline, 2009).....	11
Abbildung 5: Wirkungsweise des Lecithins (pci-TU)	13
Abbildung 6: Sedimentationserscheinung von Festpartikeln in Flüssigkeiten (Eigene Darstellung)	14
Abbildung 7: Verschiedene Emulsionsarten in Bezug auf ihr Gesamtsystem (Eigene Darstellung)	15
Abbildung 8: Darstellung einer Häufigkeitskurve (Kurzhaus, 2003)	18
Abbildung 9: Darstellung einer Summenkurve (Kurzhaus, 2003).....	18
Abbildung 10: Prinzip der Messung (Sympatec)	20
Abbildung 11: Ringanordnung der Partikelmessung von großen und kleinen Partikeln (Sympatec).....	20
Abbildung 12: Tabliermaschine (Hoffmann, 2002).....	23
Abbildung 13: Abhängigkeit des Sorbitanteils zu der Kristallgröße und Aussehen(Hoffmann, 2002)	24
Abbildung 14: Schematischer Aufbau der Versuchsanlage (Eigene Darstellung).....	29
Abbildung 15: Labor – Mischconche IMC-E10, Firma Lipp Mischtechnik, Mannheim, Deutschland	30
Abbildung 16: Wasserringvakuumpumpe Typ 35000374 – 244, Siemen Hinsch GmbH, Battenberg, Deutschland	31
Abbildung 17: Temperiergerät P141, Firma Regloplas, St. Gallen, Schweiz.....	31
Abbildung 18: Drosselventil und Unterdruckbarometer	32
Abbildung 19: Darstellung Ultra Turrax T-50 und dazugehöriger Scherkopf G45, IKA Werke, Staufen, Deutschland	32
Abbildung 20: Darstellung der Partikelfractionen anhand des Beispiels von V26.....	71
Abbildung 21: Grafische Darstellung der X_{90} Werte der Versuche V1 – V28 (Conche)	73
Abbildung 22: Grafische Darstellung der spezifischen Oberflächen der Versuche V1 – V28 (Conche).....	74
Abbildung 23: Grafische Darstellung der X_{90} Werte der Versuche V1 – V28 (Turrax).....	81

Abbildung 24: Grafische Darstellung der spezifischen Oberflächen der Versuche V1 – V28 (Turrax).....	81
Abbildung 25: Unterschiede zwischen den X_{90} Werten der Conche und dem Turrax V1 – V28	82
Abbildung 26: Unterschiede zwischen den spezifischen Oberflächen der Conche und dem Turrax V1 – V28.....	83
Abbildung 27: 10-fache Vergrößerung V 26 von der Conche (links) und Turrax (rechts).....	89
Abbildung 28: 10-fache Vergrößerung Rohfondant	89
Abbildung 29: 10-fache Vergrößerung vom eingedampften Fondant und Kakaobutter.....	90
Abbildung 30: 10-fache Vergrößerung V19 Ultraschall (links) und Turrax (rechts)	90
Abbildung 31: 10-fache Vergrößerung V26 Ultraschall (links) und Turrax (rechts)	91

9 Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Korngrößeneinteilung verschiedener Zuckerarten (Kleinert, 1997)	6
Tabelle 2: Physikalische Werte und Bestandteilmengen von Saccharose (Lipinski, 1991)	6
Tabelle 3: Löslichkeit und Trockensubstanz von Saccharose nach Vavrinecz (Reiser, 1995). 7	
Tabelle 4: Art und Größe der Koeffizienten (Reiser, 1995)	8
Tabelle 5: Physikalische Daten der Kakaobutter (Bockisch, 1993).....	12
Tabelle 6: Darstellung des Zusammenhangs zwischen der Kristallisier-Temperatur und der Größe der Saccharosepartikel (Kleinert, 1997)	23
Tabelle 7: Liste der verwendeten Rohstoffe.....	25
Tabelle 8: Betriebsparameter Labor- Mischconche	30
Tabelle 9: Werte von Gesamtfett und Lecithin mit den jeweiligen Bezügen	34
Tabelle 10: Rezepturen aller Versuche in Bezug auf die Mengen, Trockensubstanz und absolute Gesamtmenge vor dem Eindampfen.....	35
Tabelle 11: Mischreihenfolge mit den dazugehörigen Temperaturen.....	36
Tabelle 12: geplante Prozessparameter bei den Teilprozessen Mischen und Eindampfen	37
Tabelle 13: Theoretische Löslichkeiten und Sättigungsstadien	39
Tabelle 14: Prozesswerte Versuch 1	41
Tabelle 15: Prozesswerte Versuch 2	42
Tabelle 16: Prozesswerte Versuch 3	43
Tabelle 17: Prozesswerte Versuch 4	44
Tabelle 18: Prozesswerte Versuch 5	45
Tabelle 19: Prozesswerte Versuch 7	47
Tabelle 20: Prozesswerte Versuch 8	48
Tabelle 21: Prozesswerte Versuch 9	49
Tabelle 22: Prozesswerte Versuch 10	50
Tabelle 23: Prozesswerte Versuch 11	51
Tabelle 24: Prozesswerte Versuch 12	52
Tabelle 25: Prozesswerte Versuch 13	53
Tabelle 26: Prozesswerte Versuch 14	54
Tabelle 27: Prozesswerte Versuch 15	55
Tabelle 28: Messwerte der Wasserverlustuntersuchung	56
Tabelle 29: Prozesswerte Versuch 16	58
Tabelle 30: Prozesswerte Versuch 17	59

Tabelle 31: Prozesswerte Versuch 18	60
Tabelle 32: Prozesswerte Versuch 19	61
Tabelle 33: Prozesswerte Versuch 20	62
Tabelle 34: Prozesswerte Versuch 21	63
Tabelle 35: Prozesswerte Versuch 22	64
Tabelle 36: Prozesswerte Versuch 23	65
Tabelle 37: Prozesswerte Versuch 24	66
Tabelle 38: Prozesswerte Versuch 25	67
Tabelle 39: Prozesswerte Versuch 26	68
Tabelle 40: Prozesswerte Versuch 27 Fondant	69
Tabelle 41: Prozesswerte Versuch 28	70
Tabelle 42: Partikelgrößenverteilungen Conche V1 bis V28.....	72
Tabelle 43: Beispielwerte (V1) für die Berechnung der Sättigung beim Eindampfbeginn	75
Tabelle 44: Ist – Sättigung beim Eindampfbeginn.....	76
Tabelle 45: Partikelgrößenverteilung Turrax V1 bis V28.....	80
Tabelle 46: Gesamtübersicht der Trockmasseergebnisse von V1 – V28.....	84
Tabelle 47: Überblick der Einflussfaktoren mit ihren jeweiligen Werten	85
Tabelle 48: Partikelbeschreibungen der Proben Conche und Turrax.....	87
Tabelle 49: Gegenüberstellung der Messwerte der Ausgangsmessung und Wiederholungsmessung Conche.....	92
Tabelle 50: Übersicht variabler Kenngrößen für die Sättigung (Eindampfbeginn).....	106

Formelverzeichnis

Formel 1: Berechnung der Löslichkeit.....	8
Formel 2: Berechnung der Übersättigungszahl.....	9
Formel 3: Span und relative Breite	19
Formel 4: Teilchendurchmesserberechnung	20
Formel 5: Bestimmung des Wassergehaltes.....	28
Formel 6: Berechnung der Korrelation	74

10 Anhang A

Tabelle 50: Übersicht variabler Kenngrößen für die Sättigung (Eindampfbeginn)

Versuch Nr.	Mischen								Eindampfen		
	Produkttemp.	Löslichkeit	Wasser [g]	Extra Wasser	Ermittelter Wasser-verlust	Saccharose [g]	IST Löslichkeit	Sättigungs-status	Produkttemp.	Löslichkeit	Sättigungs-status
V1	62	2,94	311,9	0	26,2	900	3,15	1,07	62	3,00	1,05
V2	62	2,94	311,9	0	26,2	900	3,15	1,07	80	3,80	0,83
V3	60	2,89	311,9	0	26,2	900	3,15	1,09	80	3,80	0,83
V4	53	2,67	311,9	0	24,1	900	3,13	1,17	80	3,80	0,82
V5	59	2,89	311,9	150	26,2	900	2,07	0,71	79	3,74	0,55
V6	51	2,61	311,9	150	24,1	900	2,06	0,79	79	3,74	0,55
V7	51	2,61	311,9	150	24,1	900	2,06	0,79	79	3,74	0,55
V8	51	2,61	311,9	150	24,1	900	2,06	0,79	79	3,74	0,55
V9	51	2,61	311,9	0	24,1	900	3,13	1,20	79	3,74	0,84
V10	59	2,85	311,9	150	26,2	900	2,07	0,72	81	3,80	0,54
V11	59	2,85	311,9	150	26,2	900	2,07	0,72	81	3,80	0,54
V12	81	3,77	236,8	0	40,1	900	4,58	1,21	81	3,80	1,20
V13	80	3,69	271,9	0	40,1	900	3,88	1,05	80	3,80	1,02
V14	61	2,91	318,1	0	26,2	900	3,08	1,06	61	2,96	1,04
V15	69	3,20	453,2	0	31,5	1500	3,56	1,11	69	3,27	1,09
V16	60	2,89	311,9	26,2	26,2	900	2,89	1,00	60	2,93	0,98
V17	68	3,16	453,2	31,5	31,5	1500	3,31	1,05	69	3,27	1,01
V18	68	3,16	271,9	31,5	31,5	900	3,31	1,05	68->50	3,23	1,02
V19	71	3,28	453,2	31,5	31,5	1500	3,31	1,01	71	3,35	0,99
V20	71	3,28	271,9	31,5	31,5	900	3,31	1,01	71->49	3,35	0,99
V21	69	3,20	271,9	31,5	31,5	900	3,31	1,03	70->51	3,31	1,00
V22	71->56	3,28	271,9	31,5	31,5	900	3,31	1,01	56	2,80	1,18
V23	71->57	3,28	271,9	31,5	31,5	900	3,31	1,01	56->53	2,80	1,18
V24	68->55	3,16	453,2	31,5	31,5	1500	3,31	1,05	55	2,77	1,19
V25	69->53	3,20	453,2	31,5	31,5	1500	3,31	1,03	53	2,80	1,18
V26	71	3,28	271,9	31,5	31,5	900	3,31	1,01	71	3,35	0,99
V27	keine Abgaben möglich										
V28	70	3,25	271,9	31,5	31,5	900	3,31	1,02	70->48	3,31	1,00

11 Anhang B

Erklärung

Ich erkläre, dass ich die vorliegende Diplomarbeit selbstständig angefertigt habe und nur die im Anhang aufgeführten Hilfsmittel benutzt wurden.

Neubrandenburg, den 07.09.2009

Lars Neuhaus