



Hochschule Neubrandenburg
University of Applied Sciences

Fachbereich Agrarwirtschaft und Lebensmittelwissenschaften
Studiengang Lebensmitteltechnologie

Bachelorarbeit

Untersuchung des Einflusses amorpher und kristalliner Laktose in Milchpulver auf die Eigenschaften von Milchschokolade

Verfasser: Josefine Römisch
Matrikelnr.: 441906
Betreuer: Prof. Dr. Siegfried Bolenz
 Dipl. Ing. (FH) André Manske

Neubrandenburg, 10.03.2010

urn:nbn:de:gbv:519-thesis 2010-0105-0

Inhaltsverzeichnis

Abkürzungs- und Symbolverzeichnis	4
1 Einleitung	6
2 Theoretische Grundlagen und Stand der Technik	7
2.1 Milkschokolade	7
2.1.1 Rechtliche Vorgaben zur Milkschokolade	7
2.2 Charakterisierung des Stoffsystems Schokolade	8
2.3 Das Fließverhalten von Schokolade	8
2.4 Einfluss verschiedener Parameter auf die Fließeigenschaften von Schokolade	9
2.5 Betrachtungen zu Laktose und Milchpulver	13
2.5.1 Eigenschaften der Laktose	13
2.5.2 Herstellung von Milchpulver	15
2.5.3 Auswirkung der Trocknungsmethode auf die Eigenschaften von Milchpulver	15
2.5.4 Getrocknetes Milchpulver	17
2.6 Stand der Technik zur Herstellung von Schokolade	18
2.6.1 Konventionelles Herstellungsverfahren	18
2.6.2 Herstellung von Schokolade mittels Kugelmühle	20
2.6.2.1 Kugelmühlen	20
2.6.2.2 Rührwerkskugelmühle	20
2.6.2.3 Wiener Verfahren zur Herstellung von Schokoladenmassen	22
3 Material und Methoden	23
3.1 Versuchsplanung	23
3.2 Walzwerk	24
3.3 Rührwerkskugelmühle	25
3.4 Durchführung	26
3.4.1 Trocknung der Milchpulver	26
3.4.2 Schokolade im konventionellen Herstellungsverfahren	28
3.4.3 Herstellung der Schokoladen in der Kugelmühle	30
3.4.4 Nachscheren der mittels Kugelmühle hergestellten Schokoladen	32
3.5 Partikelgrößenmessung	33
3.5.1 Prinzip	34
3.5.2 Durchführung	35
3.6 Bestimmung der rheologischen Eigenschaften	35

3.6.1	Prinzip	36
3.6.2	Durchführung	37
3.6.3	Modellfunktionen zur Berechnung der Fließgrenzen und Grenzviskositäten	38
4	Ergebnisse und Auswertung	40
4.1	Partikelgrößenmessung	40
4.1.1	Partikelgrößenverteilungen der konventionell mit nicht nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladen	40
4.1.2	Partikelgrößenverteilungen der konventionell mit nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladen	42
4.1.3	Vergleich der konventionell hergestellten Schokoladen	45
4.1.4	Partikelgrößenverteilungen des in der Kugelmühle feinstzerkleinerten Milchpulver-Kakaomasse-Gemischs mit nachgetrocknetem Milchpulver	46
4.1.5	Vergleich der in der Kugelmühle feinstzerkleinerten Milchpulver-Kakaomasse-Gemische mit nachgetrocknetem Milchpulver	49
4.1.6	Partikelgrößenverteilungen der mittels Kugelmühle mit nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladen sowie der nachgescherten Schokoladen	50
4.1.7	Vergleich der mittels Kugelmühle hergestellten Schokoladen	56
4.2	Fließverhalten der Schokoladenschmelzmassen	56
4.2.1	Fließeigenschaften der konventionell mit nicht nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladen	57
4.2.2	Fließeigenschaften der konventionell mit nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladen	58
4.2.3	Fließeigenschaften der mittels Kugelmühle hergestellten Schokoladen	60
4.2.4	Fließeigenschaften der mittels Kugelmühle hergestellten, nachgescherten Schokoladen	62
5	Zusammenfassung	64
	Abstract	66
	Literaturverzeichnis	67
	Abbildungsverzeichnis	69
	Tabellenverzeichnis	71
	Anhang	73

Abkürzungs- und Symbolverzeichnis

AMP C90	konventionell hergestellte Schokolade mit amorphem nicht nachgetrocknetem Milchpulver, 90 Minuten conchiert
AMP (C) C30	konventionell hergestellte Schokolade mit amorphem in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver, 30 Minuten conchiert
AMP (T) C30	konventionell hergestellte Schokolade mit amorphem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver, 30 Minuten conchiert
AMP (C) DM	in der Kugelmühle fein zerkleinertes Milchpulver-Kakaomasse-Gemisch mit amorphem in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver
AMP (T) DM	in der Kugelmühle fein zerkleinertes Milchpulver-Kakaomasse-Gemisch mit amorphem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver
AMP (C) KM	in der Kugelmühle hergestellte Schokolade mit amorphem in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver
AMP (T) KM	in der Kugelmühle hergestellte Schokolade mit amorphem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver
AMP (C) KMN	in der Kugelmühle hergestellte, nachgescherte Schokolade mit amorphem in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver
AMP (T) KMN	in der Kugelmühle hergestellte, nachgescherte Schokolade mit amorphem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver
IOCCC	International Office of Cocoa, Chocolate and Sugar Confectionery
KMP C 90	konventionell hergestellte Schokolade mit kristallinem nicht nachgetrocknetem Milchpulver, 90 Minuten conchiert
KMP (C) C30	konventionell hergestellte Schokolade mit kristallinem in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver, 30 Minuten conchiert
KMP (T) C30	konventionell hergestellte Schokolade mit kristallinem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver, 30 Minuten conchiert
KMP (C) DM	in der Kugelmühle fein zerkleinertes Milchpulver-Kakaomasse-Gemisch mit kristallinem in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver
KMP (T) DM	in der Kugelmühle fein zerkleinertes Milchpulver-Kakaomasse-Gemisch mit kristallinem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver
KMP (C) KM	in der Kugelmühle hergestellte Schokolade mit kristallinem in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver
KMP (T) KM	in der Kugelmühle hergestellte Schokolade mit kristallinem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver
KMP (C) KMN	in der Kugelmühle hergestellte, nachgescherte Schokolade mit kristallinem in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver
KMP (T) KMN	in der Kugelmühle hergestellte, nachgescherte Schokolade mit kristallinem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver
Stabw.	Standardabweichung

UMP C90	konventionell hergestellte Schokolade mit „undefiniertem“ nicht nachgetrocknetem Milchpulver, 90 Minuten conchiert
UMP (C) C30	konventionell hergestellte Schokolade mit „undefiniertem“ in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver, 30 Minuten conchiert
UMP (T) C30	konventionell hergestellte Schokolade mit „undefiniertem“ im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver, 30 Minuten conchiert
UMP (C) DM	in der Kugelmühle fein zerkleinertes Milchpulver-Kakaomasse-Gemisch mit „undefiniertem“ in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver
UMP (T) DM	in der Kugelmühle fein zerkleinertes Milchpulver-Kakaomasse-Gemisch mit „undefiniertem“ im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver
UMP (C) KM	in der Kugelmühle hergestellte Schokolade mit „undefiniertem“ in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver
UMP (T) KM	in der Kugelmühle hergestellte Schokolade mit „undefiniertem“ im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver
UMP (C) KMN	in der Kugelmühle hergestellte, nachgescherte Schokolade mit „undefiniertem“ in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver
UMP (T) KMN	in der Kugelmühle hergestellte, nachgescherte Schokolade mit „undefiniertem“ im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver

F	Frequenz	[Hz]
I	Stromstärke	[A]
P	Leistung	[kW]
η	Viskosität	[Pas]
η_{CA}	Viskosität nach Casson	[Pas]
η_{∞}	Gleichgewichtviskosität	[Pas]
η_{str}	strukturbedingte Viskosität	[Pas]
τ	Schubspannung	[Pa]
τ_{CA}	Fließgrenze nach Casson	[Pa]
τ_0	Fließgrenze	[Pa]
x	Partikelgröße	[μm]
$\dot{\gamma}$	Scherrate	[s^{-1}]
$q(x)$	Partikelverteilungsdichte	
$Q(x)$	Partikelverteilungssumme	

1 Einleitung

Milchschokoladen erfreuen sich bei den Verbrauchern großer Beliebtheit. Aufgrund ihres Herstellungsprozesses sowie der Eigenschaften der eingesetzten Rohstoffe, gibt es viele Variationen.

Mit einem Anteil von teilweise bis zu 20 % stellt Milchpulver eine wichtige Komponente in einer Milchschokoladenrezeptur dar. Durch seine Eigenschaften wird dementsprechend das Verarbeitungsverhalten der Schokoladenmasse maßgeblich bestimmt (Franke, Heinzelmann, 2006).

Bisher wurde die Auswirkung der Laktosestruktur (kristallin oder amorph) im eingesetzten Milchpulver auf die Eigenschaften von Milchschokoladen noch wenig untersucht.

In dieser Bachelorarbeit werden Schokoladen mit Milchpulvern mit einem hohen Anteil an kristalliner Laktose sowie einem hohen Anteil an amorpher Laktose hergestellt, um diese Einflüsse näher zu untersuchen. Dabei werden die Magermilchpulver mit verschiedenen Trocknungsmethoden (Trockenschrank und Conche) nachgetrocknet und Schokoladen jeweils konventionell mittels Walzenzerkleinerung und Conchieren sowie in einer Rührwerkskugelmühle hergestellt.

2 Theoretische Grundlagen und Stand der Technik

2.1 Milkschokolade

2.1.1 Rechtliche Vorgaben zur Milkschokolade

Laut EG- Richtlinie 2000/36/EG vom 23.06.2000 des Europäischen Parlamentes und des Rates über Kakao- und Schokoladenerzeugnisse und der Kakaoverordnung vom 15.12.2003 ist Milkschokolade ein Produkt aus Kakaoerzeugnissen, Milch bzw. Milcherzeugnissen und Zuckerarten.

Die Richtlinie bzw. die Verordnung legen verschiedene Kriterien, wie die Mindestgehalte an Gesamtkakaotrockenmasse, fettfreier Kakaotrockenmasse, Gesamtfettgehalt, Milchtrockenmasse und Milchfett fest. Aufgrund dessen können Milkschokoladen in drei Qualitätsklassen eingeteilt werden. Beschreibungen durch Informationen über die Qualitätsmerkmale oder durch Deklaration von Qualitätsmerkmalen können ergänzt werden, sofern diese Erzeugnisse die Voraussetzungen der Verordnung erfüllen.

In der nachstehenden Tabelle ist die Zusammensetzung der verschiedenen Qualitätsklassen der Milkschokolade aufgeführt (Kakaoverordnung, 2003).

Tab. 1: Zusammensetzung der verschiedenen Qualitätsklassen der Milkschokolade

Anteil [%]	Haushaltmilchschokolade	Milkschokolade	Milkschokolade mit Qualitätsbezeichnung z.B. Voll-, Edel-
Gesamtkakaotrockenmasse (mind.)	20,0	25,0	30,0
fettfreie Kakaotrockenmasse (mind.)	2,5	2,5	2,5
Milchtrockenmasse (mind.)	20,0	14,0	18,0
Milchfett (mind.)	5,0	3,5	4,5
Gesamtfett (mind.)	25,0	25,0	25,0

Milkschokolade darf auch andere pflanzliche Fette als Kakaobutter enthalten. Es dürfen unter Beibehaltung der Mindestgehalte an Kakaobutter oder Gesamtkakaotrockenmasse nach Abzug des Gesamtgewichts weiterer fakultativer Zutaten (z.B. Nüsse, Rosinen, Molkenpulver) bis zu 5 % andere Pflanzenfette zugesetzt werden. Voraussetzung dafür ist, dass sie nicht laurinsäurehaltig, mit Kakaobutter in jedem Verhältnis mischbar und mit deren physikali-

schen Eigenschaften kompatibel sowie durch Raffination oder Fraktionierung gewonnen worden sind. Es können z.B. Palmöl, Sheabutter und Mangobutter eingesetzt werden.

Darüber hinaus ist der Zusatz weiterer Zutaten einschließlich von ausschließlich aus Milch gewonnenen tierischen Fetten jeglicher Zubereitungsart erlaubt, sofern diese 40 % des Gesamtgewichts des Erzeugnisses nicht überschreiten.

Weiterhin dürfen natürliche oder naturidentische Aromen zugesetzt werden, welche nicht den Geschmack von Schokolade oder Milchlaktose nachahmen.

Die Anteile für die Zutaten, für die ein Mindestgehalt vorgegeben ist, werden nach Abzug des Anteils der erlaubten fakultativen Zusätze berechnet (Kakaoverordnung, 2003).

2.2 Charakterisierung des Stoffsystems Schokolade

Geschmolzene Schokoladenmasse ist eine Suspension aus Flüssigkeit und darin dispergierter Feststoffteilchen, welche 65 bis 73 Gewichtsprozent ausmachen können (Weipert et al., 1993). Die kontinuierliche Flüssigkeitsphase besteht zum größten Teil aus Kakaobutter. Bei Milchsokoladen enthält sie außerdem Milchlaktose, welches entweder durch Vollmilchpulver in die Schokoladenmasse gelangt, oder, bei Einsatz von Magermilchpulver, als Butterreinfett hinzu gegeben wird.

Die Feststoffteilchen bestehen aus Zuckerpartikeln, Partikeln aus der Kakaomasse (Zellwandbruchstücke, Stärkekörner, Aleuronkörner) und bei Milchsokoladen auch aus Partikeln aus dem Milchpulver (Laktose, Molkenprotein, Casein) (Weipert et al., 1993).

Da Schokoladenmasse eine konzentrierte Suspension darstellt, ergeben sich vielfältige Einflüsse ihrer Bestandteile auf ihre Fließeigenschaften, was sich nicht nur auf die Verarbeitbarkeit (Pumpfähigkeit, Eignung zur Ummantelung), sondern auch auf die für den Konsumenten wichtigen sensorischen Eigenschaften der Schokolade (Schmelz, Sandigkeit) auswirkt.

Auf diese Einflüsse wird in den folgenden Abschnitten näher eingegangen.

2.3 Das Fließverhalten von Schokolade

Die Fließeigenschaften von Schokolade können mittels rheologischer Untersuchungsmethoden beschrieben werden. Die Rheologie ist ein Teilgebiet der Physik und beschäftigt sich mit dem Deformationsverhalten von Festkörpern und dem Fließverhalten von Flüssigkeiten.

Hier soll nur auf die für diese Arbeit benötigten Untersuchungen zum Fließverhalten eingegangen werden.

Flüssigkeiten lassen sich in newtonsche und nicht-newtonsche Flüssigkeiten einteilen. Schokoladenschmelzmassen gehören zu den nicht-newtonschen Flüssigkeiten, da sie aufgrund der

enthaltenen Feststoffe keine wahren Flüssigkeiten, wie z.B. Wasser, sind. Bei den wahren (newtonschen) Flüssigkeiten beginnt das Fließen, sobald eine Spannung auf sie einwirkt. Nicht-newtonsche Flüssigkeiten hingegen benötigen eine bestimmte Spannung, die mindestens aufgebracht werden muss, um sie zum Fließen zu bringen. Unterhalb dieser als Fließgrenze (τ_0) bezeichneten Mindestspannung erfolgt kein Fließen (Beckett, 2008).

Neben der Fließgrenze ist die Viskosität ein bestimmender Faktor für die rheologische Beschreibung von Schokoladenmassen. Die Viskosität (η) beschreibt eine Abhängigkeit zwischen Spannungen und Verformungsgeschwindigkeiten: $\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}}$ (Gehm, 1998).

In der Süßwarenindustrie sind rheologische Messungen zur Qualitätskontrolle und zur Prüfung der Verarbeitungseigenschaften weit verbreitet (Franke und Tscheuschner, 1995) (siehe Pkt. 3.6, S. 35).

Die Viskosität ist bei hohen Krafteinwirkungen (Scherraten) wie z.B. beim Pumpen der Schokoladenmasse durch Rohrleitungen von Bedeutung. Genaues Wissen über die Fließgrenze ist bei geringen Scherraten wie z.B. beim Ausformen (Mongia und Ziegler, 2000) wichtig.

Aber auch für den Konsumenten sind die Fließeigenschaften von Schokolade bedeutend, da sie das Schmelzverhalten der Schokolade im Mund und den Geschmack beeinflussen. Die menschliche Zunge weist bestimmte Geschmacksrezeptoren an unterschiedlichen Stellen auf. Die Zeit, die die Partikel der Schokolade benötigen, um diese Rezeptoren zu erreichen, hängt von der Viskosität ab (Beckett, 2008).

2.4 Einfluss verschiedener Parameter auf die Fließeigenschaften von Schokolade

Die Qualität einer Schokolade wird nicht nur durch die Art und Menge der verwendeten Rohstoffe, sondern auch durch den Herstellungsprozess beeinflusst.

Bei ihren Untersuchungen stellten Afoakwa et al. (2008) fest, dass insbesondere der Fettgehalt Auswirkungen auf die Fließeigenschaften hat, gefolgt vom Lecithingehalt und der Partikelgrößenverteilung.

Das Fett stellt die kontinuierliche Phase dar, in der die Feststoffteilchen dispergiert sind. Es macht den Fließvorgang erst möglich, indem es Zucker-, Kakao- und Milchpulverteilchen, umhüllt und so die Reibung der Teilchen untereinander vermindert und das aneinander vorbeigleiten erleichtert. Dabei kommt es nicht auf den in der Schokolade enthaltenen Gesamtfettgehalt an, sondern auf das frei vorliegende Fett, da nur dieses für den Fließvorgang zur Verfügung steht. So ist beispielsweise bei Milchpulver je nach Trocknungsart ein großer oder kleiner Freifettgehalt vorhanden. Zur Schokoladenherstellung werden hauptsächlich Walzenmilchpulver eingesetzt, im Gegensatz zu Sprühmilchpulvern. Die Trocknung auf Walzen

führt zu einem hohen Gehalt an Oberflächenfett, während bei sprühgetrockneten Pulvern das Fett in den Partikeln eingeschlossen ist. Ersteres lässt sich mit der kontinuierlichen Fettphase leicht mischen und steht somit für den Fließvorgang zur Verfügung (Beckett, 2008). Diese Tatsache ist besonders wichtig, wenn Vollmilchpulver eingesetzt wird. Untersuchungen zu verschiedenen Milchpulvern mit unterschiedlichem Anteil an freiem Oberflächenfett und deren Auswirkung auf die rheologischen Kennwerte, stellten unter anderem Bolenz et al. (2003a) und Dewetnick et al. (1996) an. Der Fettgehalt beeinflusst hauptsächlich die Viskosität und nicht die Fließgrenze, da die Fließgrenze in erster Linie von den Bindungskräften zwischen den Feststoffpartikeln abhängt (Beckett, 2008).

Eine weitere Beeinflussung des Freifettgehaltes ist durch die Oberflächenbeschaffenheit, die Porosität und die Größe der Schokoladenfeststoffe gegeben. Die Partikel weisen keine ideale kugelförmige Gestalt auf, sondern besitzen wie z.B. der Zucker viele scharfe Bruchkanten durch den Zerkleinerungsvorgang, oder liegen durch plastische Verformung als Plättchen vor (Weipert et al., 1993). Die unterschiedlichen Partikelformen benötigen unterschiedlich viel Fett, um ihre Oberfläche zu bedecken. Vor allem poröse Partikel wie sie z.B. im Milchpulver vorhanden sind, enthalten viele kleine Hohlräume, die mit Fett gefüllt werden müssen, um eine kontinuierliche Fettphase zu bilden. Dieses Fett ist somit immobilisiert und nicht mehr für den Fließvorgang verfügbar, so dass schlechtere Fließeigenschaften zu erwarten sind.

Untersuchungen dazu führten unter anderem Scheruhn et al. (2000) durch, die feststellten, dass sich die Fließeigenschaften mit zunehmender Porosität des Milchpulvers verschlechtern. Weiterhin sind die Partikelgröße sowie die Partikelgrößenverteilung für die Menge an für den Fließvorgang frei verfügbarem Fett von Bedeutung. Kleinere Partikel haben eine größere spezifische Oberfläche und benötigen deshalb mehr Fett als größere Partikel. Deshalb sind Teilchengrößen unter 5 µm unerwünscht (Weipert et al. 1993). Eine minimale Größe von 4 - 5 µm sollte ebenfalls nicht unterschritten werden, da diese zu einem klebrigen Mundgefühl führen kann.

Durch eine große Anzahl an kleinen Partikeln bzw. die große spezifische Oberfläche wird besonders die Fließgrenze erhöht, da somit die Anzahl der Berührungspunkte zwischen den Partikeln steigt. Dadurch wird eine lose Struktur gebildet, die aufgebrochen werden muss, bevor die Schokolade zu fließen beginnt. Dazu wird mehr Kraft benötigt, was zur Erhöhung der Fließgrenze führt (Becket, 2008).

Die größten Partikel einer Schokolade sollten den Bereich von 20 - 35 µm (Tscheuschner, 1996) nicht überschreiten, da größere Partikel sich negativ auf die sensorischen Eigenschaften auswirken, weil sie ein sandiges Mundgefühl verursachen.

Afoakwa et al. (2007) zeigten in ihren Versuchen, dass die Partikelgröße einen sehr großen Einfluss auf die rheologischen Eigenschaften hat. So weisen Proben mit einem X90 Wert von $50 \pm 1 \mu\text{m}$ niedrigere Viskositäten auf, als Proben, die z.B. einen X90 Wert von $18 \pm 1 \mu\text{m}$ annehmen (Afoakwa et al., 2007).

Da es, um ein sandiges Mundgefühl aufgrund zu großer Partikelgrößen zu vermeiden, dringend erforderlich ist, möglichst kleine Partikel zu haben, wird eine bimodale Verteilung der Partikelgrößen angestrebt. Das bedeutet, dass in der Verteilungsdichtekurve hinsichtlich der Partikelgrößen 2 Maxima auftreten. Somit kann ein gewisser Fülleffekt erzielt werden, in dem sich kleine Partikel in den Hohlräumen zwischen größeren Partikeln einlagern, welche sonst zusätzlich mit Fett gefüllt werden müssten. Dies ist bei einer monomodalen Partikelgrößenverteilung nicht hinreichend möglich. So kann der Anteil an freiem Fett erhöht werden, so dass dieses als „Schmiermittel“ zur Verfügung steht und die Fließeigenschaften der Schokolade verbessert. Gegebenenfalls kann so auch die eingesetzte Fettmenge bei gleichen Fließeigenschaften gesenkt werden (Beckett, 1999; Do et al., 2007; Hargreaves et al., 2007; Servais et al., 2002). Dieser Effekt kann durch eine trimodale Verteilung noch verstärkt werden, wie Abbildung 1 zeigt (Beckett, 2008).

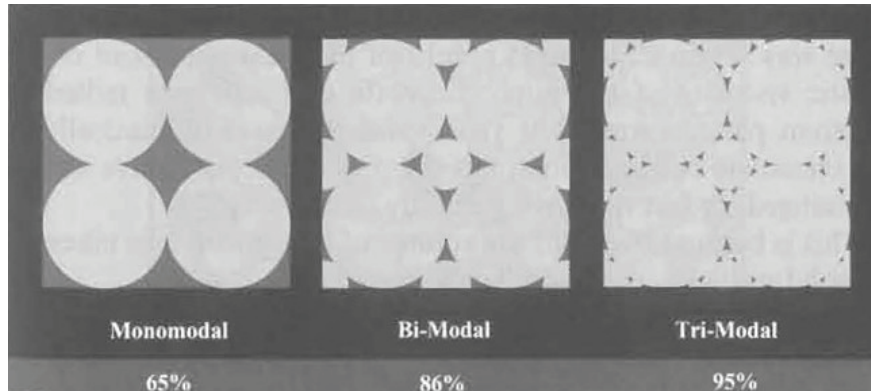


Abb. 1: Schematische Darstellung verschiedener Partikelgrößenverteilungen

Die Partikel einer monomodalen Verteilung füllen nur 65 % des gegebenen Volumens aus, wobei dies bei einer bimodalen Verteilung 86 % und bei einer trimodalen Verteilung sogar 95 % sind. Durch die bimodale und besonders die trimodale Verteilung wird die Packungsdichte der Partikel erhöht, was dazu führt, dass pro Volumen mehr freies Fett für den Fließvorgang zur Verfügung steht. Die Packungsdichte wiederum wird durch die Form der Partikel beeinflusst, die ihrerseits von der Zerkleinerungsart beeinflusst wird. Eine größere Verteilungsdichte als durch die trimodale Verteilung erreicht werden kann, bringt keine zusätzlichen Verbesserungen der Fließeigenschaften mehr (Servais et al., 2002).

Auch der Feuchtigkeitsgehalt übt einen wesentlichen Einfluss auf die Fließeigenschaften der Schokolade aus. Ein Wassereintrag erfolgt hauptsächlich durch das Milchpulver mit einem Wassergehalt von 4 - 5 % (Kleinert, 1997). Einen gewissen Anteil an Wasser tragen aber auch die Kakaomasse und das Lecithin mit jeweils ca. 1 % sowie das Butterreinfett mit ca. 0,1 % Wassergehalt in die Schokolade ein (Bolenz et al., 2008). Dieses Wasser wird während des Zerkleinerungsprozesses freigesetzt. Belegt wurde dieser Sachverhalt durch Studien von Lucisano et al. (2006) über den Einfluss von Rezeptur und Prozessparametern auf das Herstellen von Milkschokolade in einer Kugelmühle. Dabei wurde auch festgestellt, dass der Feuchtigkeitsgehalt durch das Einbringen von verschiedenen Milchpulvern unterschiedlich stark ansteigt. Dieses Wasser muss während des Herstellungsprozesses bis auf einen Endwassergehalt von 0,6 % aus der Schokolade entfernt werden, da Gehalte über 1 % die Viskosität erheblich erhöhen. Die hohe Viskosität wird durch die Ausbildung einer Sirupschicht auf der Oberfläche der Zuckerteilchen verursacht, welche die Reibung zwischen den Teilchen erhöht (Beckett, 2009).

Zudem verstärkt das Wasser die hydrophilen Wechselwirkungen zwischen den Teilchen, was in der Regel zur Agglomeration der hydrophilen Partikelkomponenten führt. Dies wiederum hat die verstärkte Immobilisierung von Fett im Innern der gebildeten Agglomerate und damit die Erhöhung der Viskosität zur Folge (Windhab, 2002).

So müsste zur Kompensation für jeweils 0,3 % Wasser über dem 1 % - Level zusätzlich 1 % Fett zugegeben werden. Allerdings bewirkt ein Wassergehalt unter 0,6 % keine zusätzliche Verbesserung der Fließeigenschaften. Hier liegt das Wasser gebunden vor und hat somit keine Auswirkung auf die Fließeigenschaften. Dennoch kann durch weiteren Wasserentzug eine Fetteinsparung bei gleicher Viskosität und Fließverhalten erfolgen (Beckett, 2009).

Um die Fließeigenschaften der Schokolade zu verbessern, kommen Emulgatoren, wie z.B. Lecithin, zum Einsatz. Die Wirkung des Emulgators beruht auf seinem dipolaren Charakter. Er bildet eine verbindende Schicht an der Grenzfläche von Fett zu Feststoffpartikeln aus, indem sich das hydrophile Ende des Emulgators mit den hydrophilen Komponenten verbindet und das lipophile Ende an die fettreichen Komponenten bindet, was die freie Energie der Grenzfläche reduziert. Dadurch werden die Wechselwirkungen zwischen den Feststoffpartikeln geschwächt und der Agglomerationsbildung vorgebeugt (Franke et al., 2001 und 2002). Die Studien von Lucisano et al. (2006) und Franke et al. (2002) bestätigen die Senkung der Viskosität nach einer Lecithinzugabe. Ein Teil Lecithin hat dieselbe Wirkung wie etwa 9 bis 10 Teile Kakaobutter, die dadurch eingespart werden können, was ein bedeutender wirtschaftlicher Faktor ist (Beckett, 2009).

Tscheuschner konnte nachweisen, dass die optimale Zugabe von Lecithin von der Partikelgröße abhängig ist. So erzielt eine Lecithinzugabe von 0,2 % bei einer groben Partikelfraktion einen größeren Effekt, als eine Zugabe von 0,4 %, wohingegen bei einer kleineren Partikelfraktion mit 0,4 % Lecithin eine größere Wirkung erzielt wird als mit einer Zugabe von 0,2 % Lecithin (Weipert et al., 1993).

Lecithin wirkt sich auf die Fließgrenze anders aus, als auf die Viskosität. Die Fließgrenze wird bereits bei geringeren Zusätzen minimiert als die Viskosität, sodass eine Kompromissentscheidung nötig ist (Weipert et al., 1993).

Der Zeitpunkt der Zugabe von Emulgatoren während des Herstellungsprozesses ist ebenfalls entscheidend für die Senkung der Viskosität. Der Zusatz von Lecithin am Ende des Herstellungsprozesses senkt die Viskosität in einem höheren Maße, als wenn es zu Beginn eingesetzt wird. Nach Minifie ist der Grund hierfür die Oberflächenwirkung des Lecithins, die gemindert wird, wenn es zu früh zur Masse gegeben wird, da einige Anteile davon durch längeres Mischen und Mahlen in den Kakaopartikeln absorbiert werden (Beckett, 2009).

2.5 Betrachtungen zu Laktose und Milchpulver

Da das besondere Augenmerk dieser Arbeit auf den Auswirkungen der Modifikationen von Laktose im in Milkschokoladen eingesetzten Milchpulver liegt, sollen hier einige Betrachtungen zu Milchpulver und Laktose erfolgen.

2.5.1 Eigenschaften der Laktose

Laktose ist ein Disaccharid bestehend aus Galaktose und Glukose. Die beiden Monosaccharide sind vom C1-Atom der Galaktose über eine β -O-glykosidische Bindung zum C4-Atom der Glukose miteinander verknüpft. Aufgrund der halbacetalischen Funktion der Hydroxylgruppe am C1-Atom der Glukose, die in der ringoffenen Form als Aldehydgruppe vorliegt, wirkt Laktose reduzierend.

Je nach Stellung der Hydroxylgruppe am C1-Atom der Glukose treten die zwei anomeren Formen α - und β -Laktose auf. Durch Mutarotation sind beide Anomere in wässriger Lösung ineinander umwandelbar. Dies führt bei 20 °C in der Wasserphase der Milch zu einem Verhältnis von β - zu α -Laktose von 1,68.

Feste Laktose kann in zwei unterschiedlichen Kristallmodifikationen, dem α -Laktose-Monohydrat und der wasserfreien β -Laktose auftreten. Durch Auskristallisieren aus übersättigten Laktoselösungen entsteht bei Temperaturen unterhalb von 93,5 °C das α -Laktose-Monohydrat, oberhalb dieser Temperatur bildet sich β -Laktose. Bei der Kristallisation von

α -Laktose-Monohydrat fallen hauptsächlich Prismen- und Tomahawk-Formen an, die bei entsprechender Größe für das „sandige“ Mundgefühl von Milchprodukten verantwortlich sind.

Des Weiteren tritt Laktose in einer amorphen Form auf, die bei einer sehr schnellen Trocknung (z.B. Sprühtrocknung, Gefriertrocknung) von laktosehaltigen Lösungen gebildet wird. Die amorphe Laktose setzt sich je nach Anomeren-Verhältnis aus dem stark hygroskopischen α -Laktose-Anhydrid und der nur geringfügig Wasser anziehenden β -Laktose zusammen. Die Hygroskopizität dieses Gemisches kann zu Verklumpungs- und Verbackungserscheinungen in Pulverprodukten führen, wobei hier durch Wasseraufnahme eine Umwandlung vom α -Laktose-Anhydrid zum nur gering hygroskopischen α -Laktose-Monohydrat erfolgt (Krömker, 2007).

2.5.2 Herstellung von Milchpulver

Die in der Industrie am weitesten verbreiteten Verfahren zur Herstellung von Milchpulvern sind Walzen- und Sprühtrocknung. Es werden je nach Fettgehalt der eingesetzten Milch verschiedene Milchpulverarten, wie Mager-, Vollmilchpulver und Sahnepulver hergestellt.

Zunächst erfolgt nach der Reinigung, ggf. Standardisierung, Homogenisierung und Pasteurisierung der Milch das Eindampfen zumeist mittels Fallstromverdampfer. Unter Vakuum wird Wasser bei Temperaturen von 45–75 °C schonend abgedampft bis eine Konzentration von 33–35 % bzw. 40–50 % an Milchtrockensubstanz erreicht wird. Der erste Bereich gilt für anschließende Walzentrocknung, der zweite für anschließende Sprühtrocknung.

Beim Sprühtrocknen wird das Konzentrat in einem turbulenten Heißluftstrom von 170 °C bis 250 °C im Sprühturm vernebelt. Die Vernebelung des Konzentrates kann durch Zentrifugalzerstäuber in Form einer rotierenden Flügelradscheibe mit 5000 U/min bis 25000 U/min erfolgen oder unter Hochdruck von 50 bar bis 300 bar mittels Düsenzerstäuber. Dabei kommt es zur Bildung feinsten Tröpfchen, was zu einer bis zu 1000 - fachen Vergrößerung der Oberfläche führt. Aufgrund der nur kurzen Einwirkungszeit der Heißluft auf die Tröpfchen und des hohen Verdunstungseffekts, steigt die Temperatur der Tropfen nicht über 100 °C an, was eine produktschonende Trocknung ermöglicht. Allerdings besitzt das Milchpulver nach dem Sprühtrocknen zumeist noch eine Restfeuchte von ca. 8 %, was ein Nachtrocknen erforderlich macht.

Der Sprühturm besteht zumeist aus einem isolierten Zylinder aus rostfreiem Stahl mit einem kegelförmigen Bodenteil mit Zellenradschleuse oder ebenem Boden mit speziellen Räumrichtungen. An der Innenwandung anhaftende Partikel werden durch seitlich außen angeord-

nete „Klopfräumer“ oder heiße „Spülluft“ im Inneren entfernt. Die Einspeisung des Konzentrates erfolgt vom Verdampfer kommend an der obersten Stelle des Turmes. Das getrocknete Milchpulver sedimentiert am Boden. Der Produktaustrag erfolgt entweder durch Nachrutschen zum konisch geformten Turmboden oder mit Hilfe von Besen- oder Flügelräumern bei ebenem Turmboden. Die Austragsrohre werden mit Zellenradschleusen abgedichtet.

Die sich eventuell anschließende Nachrocknung des Sprühmilchpulvers kann durch Wirbelschichtrockner erfolgen.

Beim Walzentrocknen wird das Milchkonzentrat auf mittels Dampf von innen auf 115 °C bis 130 °C beheizte, rotierende Stahlwalzen aufgetragen und die angetrocknete Milchschiicht (0,1 - 0,5 mm) nach ca. einer 3/4 Umdrehung (2 - 3 Sekunden) mit einem Schabemesser abgenommen. Walzentrocknungsanlagen können als Ein- oder Zweiwalzentrockner ausgelegt sein. Die Aufbringung des Milchkonzentrates kann durch Eintauchen der Walze in einen Nassguttrog oder durch das Auftragen mittels Nassgutwalzen, Sprühdüsenrechen oder Sprühscheiben erfolgen. Die getrocknete Walzenmilchschiicht wird in Hammermühlen zerschlagen, wodurch das Pulver entsteht.

Der Vorteil am Trocknen mittels Walzen liegt bei den geringeren Investitionskosten und platzsparender Bauweise gegenüber Sprühturmanlagen, sowie besonders für die Schokoladenherstellung im höheren Freifettanteil insbesondere bei Vollmilchpulvern.

Nachteile beim Walzentrocknen ergeben sich aus hygienischer Sicht in der offenen Bauweise, aber auch in der deutlich höheren Hitzebelastung des Milchpulvers und somit weniger produktschonenden Herstellungsweise, als das Sprühtrocknen. Weiterhin ist Walzenvollmilchpulver aufgrund seines hohen Freifettgehaltes anfällig für oxidative Ranzigkeit (http://www.dlwt.boku.ac.at/uploads/media/MTSkriptum_01.pdf).

2.5.3 Auswirkung der Trocknungsmethode auf die Eigenschaften von Milchpulver

In industriell hergestellten Milchsokoladen werden hauptsächlich Walzen- und Sprühmilchpulver als Voll- oder Magermilch- sowie Sahnepulver eingesetzt.

Die verschiedenen Milchpulver beeinflussen die Eigenschaften der mit ihnen hergestellten Schokoladen auf vielfältige Weise. So unterscheiden sie sich beispielsweise in ihrem Freifettanteil, der Partikelgröße und -dichte, der Porosität, der Farbe und dem Geschmack. Diese Faktoren wurden bereits mehrfach untersucht und sind u. A. bei Liang und Hartel (2004) nachzulesen.

Besonders wenn Vollmilchpulver eingesetzt wird, gilt dem Walzenmilchpulver bisher der Vorzug. Ein großer Vorteil des Walzenmilchpulvers gegenüber dem Sprühtrockneten ist,

dass es einen hohen Anteil an freiem Fett von bis zu über 95 % gegenüber unter 10 % bei Sprühmilchpulver, aufweist (Aguilar, Ziegler, 1994). Dies wirkt sich besonders auf die Fließeigenschaften der Schokolade aus, da das freie Milchfett zusammen mit der Kakaobutter in der Schokolade die kontinuierliche Fettphase bildet. Der hohe Freifettgehalt des Walzenmilchpulvers ist auf die scherende Wirkung während des Abschabens des Milchpulverfilms von der Walze durch die Messer sowie die Zerschlagung des Milchpulverfilms in der Hammermühle zurückzuführen (Liang et al., 2004).

Des Weiteren weist Walzenmilchpulver eine kompakte Struktur ohne Lufteinschlüsse mit scharfen Partikelkanten auf, so dass nur wenig Fett benötigt wird, um die Partikel zu umhüllen (Aguilar, Ziegler, 1994b).

Ein wesentlicher Bestandteil des Milchpulvers ist Laktose, die in Sprühmilchpulvern aufgrund des schnellen Wasserentzugs in der Regel in amorpher Form vorliegt. Sie bildet in Sprühmilchpulvern eine kontinuierliche Matrix aus, in der Fett, Proteine und Luftblasen eingeschlossen sind. Außerdem weisen die Milchpulverpartikel aufgrund des ungleichmäßigen Wasserentzuges von innen nach außen eine zerklüftete Oberflächenstruktur auf. Für die Verarbeitung in Milkschokolade ist dies eher ungünstig, da durch die Poren in den zerkleinerten Milchpulverpartikeln relativ viel Fett aus der kontinuierlichen Phase der Schokoladenmasse immobilisiert wird, so dass sich deren Fließeigenschaften verschlechtern. Zudem sorgt der niedrige Freifettanteil für schlechte Fließeigenschaften der Schokolade.

Durch die geringere Dichte der Milchpulverpartikel nehmen diese zudem bei gleichen Masseanteilen ein größeres Volumen ein, was sich ebenfalls ungünstig auf die Fließeigenschaften auswirkt (Aguilar, Ziegler, 1994a).

Bedeutend für die Anwendung in Schokolade ist auch die starke Hygroskopizität der amorphen Laktose, was zu einer verstärkten Wasseraufnahme der Schokoladenmasse führt.

Laktose kann während des Conchierens bei Temperaturen von 95 °C spontan rekristallisieren. In diesem Zustand wird das zuvor aufgenommene Wasser nicht mehr gebunden und deshalb wieder abgegeben. Das führt zur Ausbildung einer Sirupschicht an den Zuckerkristallen und aufgrund hydrophiler Wechselwirkung zur Agglomeration der Zuckerpartikel in der Schokoladenmasse und damit zu einer unerwünschten, grießigen Konsistenz (Franke, Heinzelmann, 2006; Ziegler, 1999).

Andererseits kommt es beim Übergang in die kristalline Struktur auch zur Freisetzung des zuvor eingeschlossenen Milchfetts sowie zu einer Verdichtung des Partikelvolumens, wodurch weniger Fett zur Umhüllung benötigt wird und gleichzeitig die kontinuierliche Fettpha-

se vergrößert wird, was zur Reduktion der Schokoladenviskosität führt (Jansen, Reimerdes, Franke, 2005; Aguilar, Ziegler, 1994b; Ziegler, 1999).

2.5.4 Getrocknetes Milchpulver

Das herkömmliche für die Herstellung von Milkschokoladen eingesetzte Milchpulver hat einen Wassergehalt von ca. 3-5 %. Aufgrund des negativen Einflusses eines zu hohen Wassergehalts auf die rheologischen Eigenschaften der Schokolade, muss dieses während des Herstellungsprozesses entfernt werden.

Bei dem traditionellen Herstellungsverfahren für Schokolade geschieht dies während des Conchierens (Beckett, 1999).

Bei der Untersuchung von Modellsuspensionen konnten Franke et al. (2002) feststellen, dass es keine Unterschiede bezüglich der Fließgrenzen gibt zwischen mit getrocknetem Milchpulver hergestellten Massen mit einem Wassergehalt von 1,5 % und Massen mit Standardmilchpulver, welche durch Conchieren nachbehandelt wurden.

In dieser Arbeit wird Schokolade sowohl konventionell mittels Walzenzerkleinerung und Conchieren als auch mittels Kugelmühle hergestellt. Soll auf das Conchieren völlig verzichtet bzw. die Conchierzeit verkürzt werden, ist es nicht möglich, den Wassergehalt der Schokolade in ausreichendem Maß zu senken. Dies macht es erforderlich, einen „Dry Mix“ nach Bolenz et al. (2007) einzusetzen. Damit ist es möglich, den Wassergehalt von Milchpulver auf unter 1 % abzusenken.

Die Herstellung des getrockneten Milchpulvers erfolgt diskontinuierlich in mehreren Schritten. Zunächst werden dem Milchpulver eine kleine Menge Kakaobutter und eventuell Zucker zugesetzt und diese Mischung getrocknet. Das Trocknen kann unter verschiedenen Bedingungen erfolgen, z.B. bei mittleren Temperaturen von 60 °C bzw. 70 °C unter Anlegen eines Vakuums oder bei hohen Temperaturen von 90 °C bzw. 100 °C mit Belüftung.

Nach dem Trocknungsprozess wird Kakaobutter oder eine Mischung aus Kakaobutter und Butterreinfett zugegeben, um der Hygroskopie des Milchpulvers entgegenzuwirken (Bolenz et al. 2007 u. 2008).

Durch das Trocknen des Milchpulvers kann nach Bolenz et al. (2008) die Conchierzeit stark verkürzt werden. Da die Trockenphase des Conchierens weggelassen werden kann, werden schon nach kurzer Zeit die Fließeigenschaften einer Milkschokolade mit Standardmilchpulver erreicht.

2.6 Stand der Technik zur Herstellung von Schokolade

2.6.1 Konventionelles Herstellungsverfahren

Das in der Industrie am weitesten verbreitete Verfahren zur Herstellung von Schokolade ist die Zerkleinerung der Zutaten mittels Walzenmühle und der anschließende Conchiervorgang (Tscheuschner, 2004).

Zunächst werden alle Rohstoffe abgewogen und mittels Spiralkneter vermenget. Danach erfolgen eine Vorzerkleinerung im Zweiwalzwerk und die Feinstzerkleinerung im Fünfwalzwerk (Heiss, 2004). Dabei dient das Zweiwalzwerk dazu, die Partikel, hauptsächlich Zucker, der Schokoladenmasse so weit vorzuzerkleinern, dass ein gleichförmiger Produktstrom auf das Fünfwalzwerk aufgegeben werden kann. Dadurch können der Durchsatz im Fünfwalzwerk um 10 % bis 25 % erhöht und ein Teil der benötigten Kakaobutter zur Einstellung der gewünschten Konsistenz des Walzgutes eingespart werden (Beckett, 1999).

Feinwalzwerke haben üblicherweise fünf hintereinander geschaltete hydraulisch gesteuerte und wasserkühlbare Walzen. Die untersten beiden Walzen dienen zur Bildung eines gleichmäßigen Produktfilms und zur Regulierung des Durchsatzes. Der hier durch Drehgeschwindigkeit oder Spaltbreite eingestellte Durchsatz der Schokoladenmasse hat einen großen Einfluss auf die Endpartikelfinheit.

Der Abstand der Walzen minimiert sich vom ersten Mahlpalt (Produktaufgabe) bis zum letzten kontinuierlich. Die unterste Walze läuft mit der niedrigsten Drehzahl, die nachfolgenden werden stufenweise erhöht, so dass der Walzgutfilm von der langsameren auf die schnellere Walze übertragen wird. Durch die zunehmende Drehzahl nimmt die Schichtdicke des Films von Walze zu Walze ab (Beckett, 1999).

Damit die Schokoladenmasse die richtige Konsistenz für die Verarbeitung in den Walzenmühlen hat, wird hier nur ein Teil des Fettes der Rezeptur zugegeben. Die Einhaltung einer bestimmten Konsistenz der Schokoladenmasse ist wichtig, um eine gleichmäßige Partikelgrößenverteilung zu erreichen. Dafür muss ein gleichmäßiger Auftrag der Masse auf die Walzen erfolgen. Dies kann z.B. durch die Plastizität der Masse erreicht werden. Ist die Masse zu weich, z.B. durch zu viel Fett, wird die Schokoladenmasse an die Seiten der Walze gedrückt. Dadurch kommt es zu einem Überlagern der Partikel was die Zerkleinerung erschwert. Eine zu trockene Masse wirkt sich jedoch ebenfalls negativ auf die Partikelgröße aus, da sich die Schokolade dabei in der Mitte der Walze ansammelt.

Auch der hydraulische Druck der Walzen ist entscheidend. Ist dieser zu hoch, werden die Walzen nur an den Enden zusammen gedrückt, wodurch die Zerkleinerungswirkung auf die

Partikel in der Mitte der Walze unzureichend ist. Ist der Druck zu gering, wird die Schokolade an den Außenseiten nicht abgewickelt (Bühler, 2006).

Durch die Walzenzerkleinerung sollen die Feststoffteilchen auf Partikelgrößen von 20-35 µm minimiert werden, wobei 40 µm als oberste Grenze gilt, die nicht überschritten werden sollte. Durch die Zerkleinerung tritt eine Vergrößerung der spezifischen Oberfläche der Partikel auf, weshalb die ursprünglich plastische Konsistenz der Schokoladenmasse in eine pulverförmige Struktur übergeht (Tscheuschner, 2004).

Obwohl durch Walzenzerkleinerung zufrieden stellende Partikelgrößen und Partikelgrößenverteilungen erreicht werden, hat dieses Verfahren Nachteile. Dazu gehören hohe Investitionskosten und die Tatsache, dass der verwendete Fettgehalt nicht zu hoch sein darf, da die Schokoladenmasse sonst zu flüssig ist und so nicht mitgeführt werden kann. Außerdem erfolgen der Materialtransport und auch die Mahlung offen, dies ist aus hygienischer Sichtweise ein weiterer Nachteil (Beckett, 1999).

Im sich anschließenden mehrstündigen Conchierprozess werden aus dem pulvrigen Walzgut unter intensiver Scherung überschüssige Feuchtigkeit, flüchtige Säuren und unerwünschte Aromastoffe entfernt und die Ausprägung erwünschter Aromen gefördert.

Weiterhin werden die beim Feinwalzen entstandenen Feststoffagglomerate aufgebrochen und durch Einbringen von Emulgatoren vor erneuter Agglomeration stabilisiert (Tscheuschner, 2004).

Hier wirkt sich der zunächst trockene Zustand der Schokoladenmasse positiv aus, da sich so das Wasser leichter aus der Masse entfernen lässt, weil die Diffusion des Wassers nicht so stark gehindert wird. Ist genug Wasser entfernt, kann das restliche Fett der Rezeptur hinzu gegeben werden.

Das Conchieren wirkt sich auf die Fließeigenschaften der Schokolade positiv aus, da sich ein zusammenhängendes Netz aus Fettbestandteilen bildet und immer mehr Partikel mit einem Fettfilm umhüllt werden und diese somit leichter aneinander vorbei gleiten können. Ein weiterer Grund für die Verbesserung der Fließeigenschaften ist die Reduzierung des Wassergehaltes der Schokolade (Beckett, 1999).

Im Anschluss an das Conchieren muss die Schokoladenmasse temperiert werden. Dadurch kommt es zur Vorkristallisation eines kleinen Anteils des Fettes, was erforderlich ist, um eine stabile Kristallmodifikation entstehen zu lassen. Durch einen Abkühl- und Erwärmungsprozess, sowie durch intensive Scherbeanspruchung werden die Bildung der stabilen β -Kristallkeime gefördert und die Fließeigenschaften der Schokoladenmasse verbessert. Nach

dem Temperieren kann die Schokolade in Kunststoff- oder Metallformen gefüllt, durch Rütteln eingetragene Luft entfernt und gekühlt werden (Tscheuschner, 2004; Kleinert, 1997).

2.6.2 Herstellung von Schokolade mittels Kugelmühle

2.6.2.1 Kugelmühlen

Mühlen gehören zu den wichtigsten Zerkleinerungsmaschinen in der Verfahrenstechnik. Da die Kugelmühle sowohl das Trockenmahlen spröder Stoffe beliebiger Härte als auch die Nassmahlung ermöglicht und für das Grobmahlen wie auch Feinst- und Kolloidmahlen harter bis mittelharter Stoffe geeignet ist, kann sie vielfältig eingesetzt werden.

In der Kugelmühle erfolgt die Zerkleinerung des Mahlgutes aufgrund von Reibung, Schlag- und Prallbeanspruchung.

Die Mahlkörper können je nach Zerkleinerungsgut aus verschiedenen Materialien bestehen und verschiedene Formen und Größen haben. Meistens werden Stahlkugeln eingesetzt, in Sonderfällen auch Kugeln aus Korund, Keramik oder Glas. Andere Formen sind Stäbe, Zylinder oder gerundete Partikel aus hartem Material (Kiesel, Sand). Der Energieeintrag kann durch die Schwingbewegung des Mahlrohres, durch ein Rührwerk in der Mühlenfüllung, sowie durch das Drehen in einem ausgeprägten Zentrifugalfeld erfolgen. (Schubert, 2003).

2.6.2.2 Rührwerkskugelmühle

Rührwerkskugelmühlen eignen sich gut für die nasse Feinst- und Mikrofeinmahlung weicher bis sehr harter Stoffe bzw. zur Zerteilung von Agglomeraten (Schubert, 2003).

In Abbildung 2 ist der schematische Aufbau einer vertikalen Rührwerkskugelmühle der Firma Lipp dargestellt.

Der zylinderförmige Mahlbehälter der Rührwerkskugelmühle enthält ein Rührwerk, das mit mehreren Rührelementen ausgestattet ist. Bei dieser Mühle von Lipp kommen zur Erzeugung der notwendigen Zwangsströmung Rührstifte zum Einsatz. Diese sorgen für den Energieeintrag und setzen die Mahlkörper und das Mahlgut in Bewegung. Es kommt zu einer turbulenten Rührströmung, durch die eine intensive Reibbeanspruchung des Mahlgutes hervorgerufen wird.

Die Suspension strömt axial von unten nach oben durch die bewegte Mahlkörperschüttung hindurch. Durch die Verdrängung ist die Bewegung der Mahlkörper unmittelbar am Rührorgan mit dessen Umfangsgeschwindigkeit maximal. An den Wänden oder an den Statorstiften werden die Mahlkörper abgebremst. Dazwischen sollen möglichst zahlreiche Mahlkörperkon-

takte mit möglichst großer Kontaktkraft stattfinden, um die Partikel in der Suspension zu zerkleinern (Hemming, 2004; Schubert, 2003; Stieß, 1994).

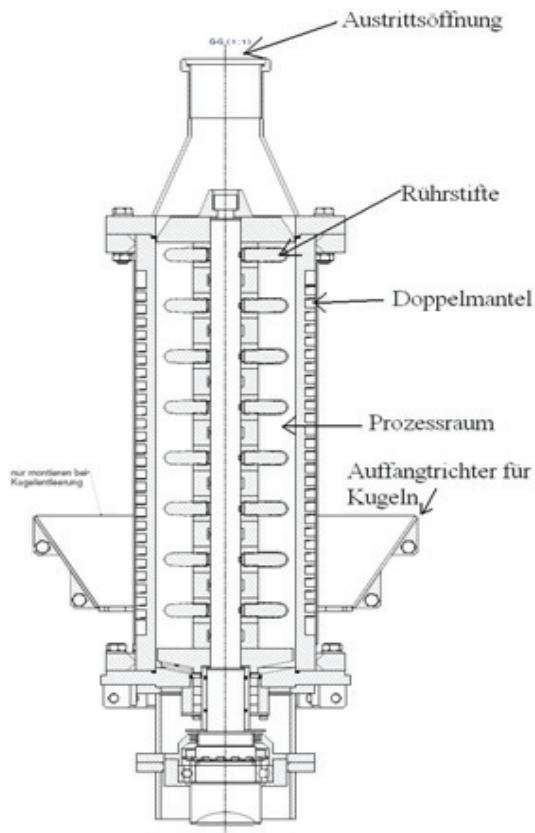


Abb. 2: Aufbau einer vertikalen Rührwerkskugelmühle der Firma Lipp

Der entstehenden Wärme kann durch die Anwendung eines Kühlmantels entgegengewirkt werden.

Der Füllgrad liegt im Bereich 70 bis 85 % des Mahlbehältervolumens. Die Mahlkörper können aus Stahl, Quarz, Glas oder Keramik bestehen und Durchmesser von 200 μm bis einige Millimeter haben.

Die Umlaufgeschwindigkeit der Rührelemente kann zwischen 2 und 20 m/s liegen (Zogg, 1993; Schubert, 2003).

Das Mahlgut wird dem Mahlbehälter durch eine Pumpe unten seitlich zugeführt. Dabei verhindert der Produktstrom den Austritt der Mahlkörper. Vor dem Anfahren verhindert ein zusätzlich eingebauter Ringspalt, dass die Kugeln in die Leitung gelangen. Um das gemahlene Gut aus der Mühle zu entnehmen, ohne dass die Mahlkugeln mit ausgetragen werden, sind an der Oberseite verschiedene Siebvorrichtungen angebracht. Der Austritt des Mahlgutes kann auch durch einen Ringspalt erfolgen, der schmaler ist, als der Durchmesser der Mahlkörper (Schubert, 2003).

Durch erneute Zuführung des entnommenen Mahlgutes in die Kugelmühle ist ein Kreislaufbetrieb möglich, bis die gewünschten Partikelgrößen erreicht sind (Vauck, Müller, 1994).

2.6.2.3 Wiener Verfahren zur Herstellung von Schokoladenmassen

Das Wiener Verfahren ist eine bewährte und preisgünstige Methode zur vollkontinuierlichen Schokoladenherstellung. Dabei erfolgt die Zerkleinerung der Schokoladenmasse mittels Kugelmühle.

Zunächst wird in einem Vormischer die Schokoladengrundmasse hergestellt und anschließend in den Mahlbehälter gepumpt. Nach jedem Mahlgang kann die Schokoladenmasse über so genannte Geschmackswandler in den Umwälzbehälter gefahren werden. In den Geschmackswandlern findet eine Zwangsbelüftung statt, die unter anderem Vorgänge des Conchierens imitieren soll und für die Abführung von Feuchtigkeit, flüchtigen Säuren und unerwünschten Aromastoffen sorgt (Beckett, 1999; Kleinert, 1997).

Ein Vorteil gegenüber anderen Anlagen besteht darin, dass sich das Produkt in geschlossenen Reaktionsräumen befindet. Dies verbessert die Hygiene und vermindert die Möglichkeiten der Verunreinigung. Des Weiteren ist das Verfahren schneller, Platz sparender und weist geringere Energiekosten auf.

Die Fähigkeit, das Aroma und die Fließeigenschaften der Schokolade zu steuern ist jedoch begrenzt (Beckett, 1999). So ist beispielsweise der Fettgehalt der Schokoladenmasse zu hoch, um eine ausreichende Trocknung zu erzielen.

Abbildung 3 zeigt eine schematische Darstellung einer solchen Wiener Anlage.

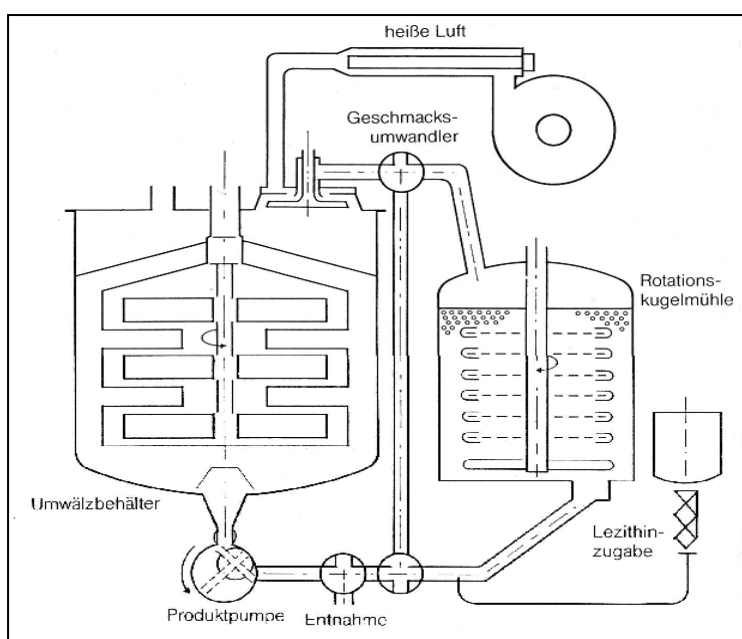


Abb. 3: Wiener Anlage mit einer Umwälzung durch die Kugelmühle

3 Material und Methoden

3.1 Versuchsplanung

Ziel dieser Arbeit ist es, die Einflüsse der Laktosestruktur im für Milkschokoladen eingesetzten Milchpulver auf die Schokoladeneigenschaften zu untersuchen. Deshalb werden Schokoladen mit Magermilchpulvern mit hohem kristallinen und hohem amorphen Laktoseanteil, sowie mit einem Referenzmilchpulver mit „undefinierter“ Laktosestruktur, d.h. unbekanntem kristallinen und amorphen Anteil hergestellt.

Das „amorphe“ sowie das „kristalline“ Magermilchpulver wurden von der Firma Nordmilch AG durch Sprühtrocknung hergestellt.

Dabei erfolgte zur Herstellung des „amorphen“ Milchpulvers nach der Eindampfung der Milch bei 75 °C auf 40 – 50 % Wassergehalt sofort die Sprühtrocknung. Das so hergestellte Milchpulver enthält ca. 75 % amorphe Laktose und 4 % Restfeuchte.

Zur Herstellung des „kristallinen“ Milchpulvers wurde bei 55 °C auf 40 – 50 % Wassergehalt eingedampft und anschließend eine Vorkristallisation des Konzentrates mittels Abkühlung von 55 °C auf 8 °C innerhalb von 6 Stunden durchgeführt. Nach der sich anschließenden Sprühtrocknung wird ein Milchpulver mit ca. 80 % kristalliner Laktose und 4 % Restfeuchte erhalten.

Das „undefinierte“ Magermilchpulver ist von der Firma Lactoland GmbH durch Walzentrocknung hergestellt worden.

Um gegebenenfalls weitere Beeinflussungen durch die Nachtrocknung der Milchpulver auf unter 1 % Feuchtigkeitsgehalt feststellen zu können, wurden zwei verschiedene Trocknungsmethoden ausgewählt. So wurde im Trockenschrank und in der Conche getrocknet.

Weiterhin wurden als Standards Schokoladen hergestellt, in denen die 3 Milchpulver jeweils im Zustand der Gleichgewichtsfeuchte eingesetzt wurden.

Aus diesen Überlegungen ergibt sich das nachfolgende Versuchsschema.

Tab. 2: Versuchsübersicht

Milchpulvertyp	Trocknungsmethode	Methode der Schokoladenherstellung	Bezeichnung
kristallin	Trockenschrank	Walzen + 30 min. Conchieren	KMP (T) C30
		Kugelmühle	KMP (T) KM
	Conche	Walzen + 30 min. Conchieren	KMP (C) C30
		Kugelmühle	KMP (C) KM
	nicht nachgetrocknet	Walzen + 90 min. Conchieren	KMP C90
	amorph	Trockenschrank	Walzen + 30 min. Conchieren
Kugelmühle			AMP (T) KM
Conche		Walzen + 30 min. Conchieren	AMP (C) C30
		Kugelmühle	AMP (C) KM
nicht nachgetrocknet		Walzen + 90 min. Conchieren	AMP C90
undefiniert		Trockenschrank	Walzen + 30 min. Conchieren
	Kugelmühle		UMP (T) KM
	Conche	Walzen + 30 min. Conchieren	UMP (C) C30
		Kugelmühle	UMP (C) KM
	nicht nachgetrocknet	Walzen + 90 min. Conchieren	UMP C90

Die im Rahmen dieser Arbeit hergestellten Schokoladen enthalten Kakaomasse, Kakaobutter, Zucker, Milchpulver, Butterreinfett sowie Lecithin. Die Rezeptur der Schokolade ist in Tabelle 3 angegeben.

Tab. 3: Rezeptur der Milchschokolade

Zutat	Anteil [%]	Fett [%]	Feuchtigkeit [%]
Zucker	50,37	0,00	~ 0,00
Milchpulver	13,70	1,00	3-4
Kakaomasse	13,04	55,00	0,5-1
Kakaobutter	17,37	100,00	0,00
Butterreinfett	4,82	99,80	0,20
Lecithin	0,70	94,00	
	100,00		

3.2 Walzwerk

Das Walzen der Schokoladenmasse wurde mit dem Labordreiwalzwerk WDLH 300 der Firma F.B. Lehmann Maschinenfabrik GmbH durchgeführt.

Der Druck an den Walzen kann mit Hilfe von Handrädern über Zahnräder eingestellt und zwischen 10 bar und 120 bar variiert werden. Zur Druckeinstellung werden nur die Walzen eins und drei genutzt, während die Mittlere unverändert bleibt. Zu beachten ist, dass der Druck im Stillstand, sowie beim Ein- und Ausschalten des Walzwerks nicht über 60 bar liegt. Aus Erfahrungswerten hat sich ein Druckunterschied von 20 bar zwischen der ersten und dritten Walze als vorteilhaft erwiesen.

Die Walzentemperatur wird mit Hilfe eines Thermostaten reguliert.

Die Drehgeschwindigkeit bzw. Frequenz der Walzen kann eingestellt werden, indem am Potentiometer die entsprechende Stufe eingestellt wird. Dabei stehen am Potentiometer die Stufen von 0 bis 10 zur Verfügung, was Frequenzen von 10 bis 50 Hz entspricht.

Abbildung 4 zeigt das Technikums-Dreiwalzwerk.



Abb. 4: Technikums-Dreiwalzwerk

3.3 Rührwerkskugelmühle

Es wurde die Rührwerkskugelmühle Impactor 5, der Firma Lipp Mischtechnik eingesetzt. Eine Aufbauzeichnung ist in Abb. 2 auf S.21 dargestellt.

Diese Kugelmühle hat ein Behältervolumen von 8 l, kann mit Temperaturen bis zu 98 °C und mit einem Druck von maximal 5 bar beaufschlagt werden.

Die Regulierung der Temperatur erfolgt mit Hilfe eines Doppelmantels mit 1,5 l Volumen, der mit bis zu 3 bar belastet werden kann.

Im Versuchsaufbau ist die Rührwerkskugelmühle mit einer Excenterschneckenpumpe verbunden, die das Produkt von unten nach oben vertikal durch die Mühle pumpt. Dadurch, dass

das Produkt wieder in den Vorratsbehälter der Pumpe zurückgeführt wird, ist ein Kreislaufbetrieb möglich.

Bevor das Produkt in die Mühle gelangen kann, müssen zunächst die Kugeln in den Mahlraum gegeben und die Mühle so abgedichtet werden, dass die Kugeln nicht mit dem Produkt austreten. Bei den durchgeführten Versuchen wurden Kugeln aus ungehärtetem rostfreiem Edelstahl mit 2,7 mm Durchmesser sowie Kugeln aus gehärtetem Stahl mit 6 mm Durchmesser eingesetzt.

Die Rührerwelle der Kugelmühle ist mit einem Motor verbunden. Über ein Schaltpult können die Drehzahl über die Einstellung der gewünschten Frequenz gesteuert und die Leistung aufgenommen werden.

Der beschriebene Versuchsaufbau ist in der Abbildung 5 dargestellt.

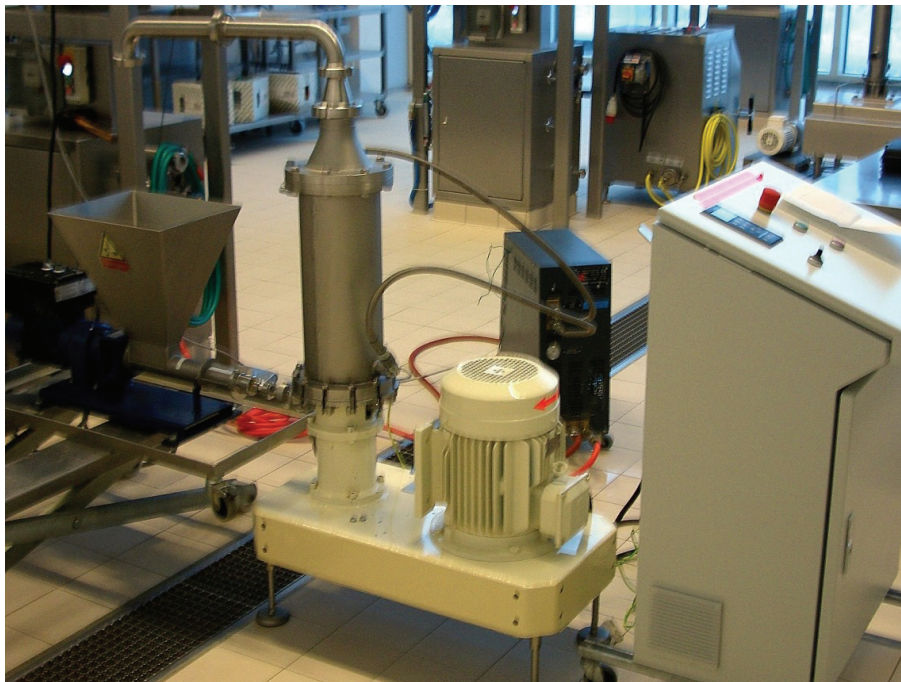


Abb. 5: Versuchsaufbau zur Zerkleinerung mittels Kugelmühle

3.4 Durchführung

3.4.1 Trocknung der Milchpulver

Das amorphe und kristalline sowie das „undefinierte“ Milchpulver weisen ohne Nachtrocknen erfahrungsgemäß einen Wassergehalt von 3 % bis 5 % auf, der sich als Gleichgewichtsfeuchte aufgrund der Umgebungsbedingungen einstellt.

Wie oben bereits erläutert, wirkt sich ein Wassergehalt über 0,6 % in der Schokolade negativ auf die Fließeigenschaften aus. Da in dieser Arbeit unter Anderem Schokoladen in der Ku-

gelmühle, wo ein nachträglicher Wasserentzug aus der Schokoladenmasse nicht möglich ist, sowie mit dem Schnellconchiervorgang nach Bolenz et al. (2008) hergestellt werden, ist es notwendig den Feuchtigkeitsgehalt der Milchpulver unter 1 % zu senken.

Zur Trocknung wurden zwei verschiedene Methoden angewandt. Somit kann ebenfalls der Einfluss der Trocknungsmethode auf ihre Auswirkungen auf die Milchpulvereigenschaften untersucht werden.

Zum Einen wurden die Milchpulver in dünnen Schichten auf Blechen über 12 Stunden bei 80 °C im Trockenschrank getrocknet, so dass der Feuchtigkeitsgehalt unter 1 % lag.

Als zweites Verfahren wurde das Trocknen in der Conche gewählt. Dabei wurden die Milchpulver jeweils mit 1 % Kakaobutter in der Conche vermischt, um zu große Staubentwicklung zu vermeiden, und bis unter 1 % Feuchtigkeit getrocknet. Die Temperatur der Milchpulver betrug während der gesamten Trocknungszeit 54 °C bis 57 °C.

In der Tabelle 4 sind die Trocknungsparameter in der Conche angegeben.

Für die Trocknung in der Conche zeigte sich das kristalline Milchpulver am besten geeignet, da es hier am wenigsten zu Staubentwicklungen und Klumpenbildung kam. Am schwierigsten ließ sich das amorphe Milchpulver handhaben, welches am meisten zu Staubentwicklung und Klumpenbildung neigte und die längste Trocknungszeit benötigte. Vermutlich kann durch Zugabe von Zucker die Klumpenbildung reduziert werden.

Der Feuchtigkeitsgehalt aller nachgetrockneten Milchpulver wurde jeweils durch drei Messungen mittels eines Schnellfeuchtebestimmers der Firma Ohaus ermittelt.

Tab. 4: Trocknungsparameter in der Conche

T Thermostat [°C]	T Wasser [°C]	U/min	Ventilator
75	70	80	an

Nach dem Trocknen wurden die Milchpulver für die konventionell hergestellten Schokoladenmassen mit Zucker und Kakaobutter vermischt. Diese Mischung wird nachfolgend als Dry Mix bezeichnet. Die Rezeptur des Dry Mix ist in Tabelle 5 dargestellt.

Da eine stufenweise Zerkleinerung der Zutaten der mittels Kugelmühle hergestellten Schokoladenmassen erfolgen sollte, wurden die hier eingesetzten Milchpulver nicht mit Zucker, sondern ausschließlich mit Kakaobutter vermischt.

Tab. 5: Rezeptur für den Dry Mix

Zutat	Anteil im Mix [%]	Fett [%]	Fett im Mix [%]	Anteil an Schokolade [%]
Milchpulver	42,54	1,00	0,43	13,70
Kakaobutter	35,25	100,00	35,25	11,35
Zucker	22,21	0,00	0,00	7,15
Gesamt	100,00		35,68	32,20

3.4.2 Schokolade im konventionellen Herstellungsverfahren

Alle mit dem konventionellen Herstellungsverfahren hergestellten Schokoladenmassen, sowohl im 30 minütigen als auch im 90 minütigen Conchierverfahren veredelt, wurden unter gleichen Bedingungen zerkleinert.

Da bei einem eher trockenen Produkt ein besserer Zerkleinerungseffekt mittels Walzenmühle erzielt wird, wurde zunächst für die Walzenzerkleinerung eine Masse mit 23 % Fett hergestellt. Dazu wurden Kakaomasse, „Dry Mix“, Zucker, sowie ein Teil der Kakaobutter entsprechend den Angaben in Tabelle 6 eingewogen und homogenisiert. Bei einem Fettgehalt von 23 % wurden das Vor- sowie Feinwalzen vorgenommen. Anschließend wurde der Fettgehalt mit Kakaobutter und Butterreinfett für das Feinstwalzen auf 26 % erhöht.

Die noch ausstehenden Mengen an Butterreinfett und Lecithin wurden erst während des Conchierens zugegeben.

Die schrittweise Zugabe der einzelnen Rezepturbestandteile ist Tabelle 6 zu entnehmen.

Die Schokoladenmasse wurde mittels Technikums-Dreiwalzwerk unter den in Tabelle 7 angegebenen Einstellungen zerkleinert.

Tab. 6: Rezeptur der konventionell hergestellten Schokolade

Zutaten für Vor- und Feinwalzen	Anteil im Mix [%]	Fett [%]	Fett im Mix [%]
Kakaomasse	13,04	55,00	7,17
Kakaobutter	4,35	100,00	4,35
Zucker	43,22	0,00	0,00
Dry Mix	32,20	35,68	11,49
Gesamt	92,81		23,01
Zugaben zum Feinstwalzen			
Kakaobutter 2	1,67	100,00	1,67
Butterreinfett	1,35	99,80	1,35
Gesamt	95,83		26,03
Zugaben beim Conchieren			
Butterreinfett 2	3,47	99,80	3,46
Lecithin 1	0,15	94,00	0,14
Lecithin 2	0,55	94,00	0,52
Gesamt	100,00		30,15

Tab. 7: Einstellungen an der Walze

	Druck 1. Walze [bar]	Druck 3. Walze [bar]	Frequenz [Hz]
Vorwalzen	10	30	40
Feinwalzen	100	120	40
Feinstwalzen	100	120	40

Zunächst wurden die Walzen mittels Thermostat auf 45 °C temperiert. Das Anfahren des Walzwerkes erfolgte für die jeweilige Zerkleinerungsstufe bei 50 bar. Danach wurden die Drücke an der 1. und 3. Walze mittels Handrädern wie in Tabelle 7 angegeben, eingestellt.

Es wurde jeweils eine kleine Menge der Schokoladenmasse gleichmäßig auf den ersten Mahlpalt aufgegeben, um ein gleichmäßiges Mahlergebnis zu erhalten.

Zum Ausschalten des Walzwerkes wurden die Drücke an den Walzen wieder auf 50 bar eingestellt.

Das Walzgut wurde in der Conche weiter veredelt. Das Conchieren erfolgte bei Einsatz von getrocknetem Milchpulver nach dem von Bolenz et al. (2008) entwickelten 30 minütigen Verflüssigungsverfahren. Die mit nicht nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladenmassen wurden nach dem von Bolenz et al. (2003a) optimierten 90 minütigen Conchierverfahren hergestellt.

Ein Schema der beiden Verfahren ist in den Tabellen 8 und 9 dargestellt.

Die Conche wurde zunächst mittels Thermostat auf 65 °C vorgewärmt. Anschließend wurde das Walzgut in die Conche gegeben. Das Conchieren erfolgte unter Einhaltung der in den Tabellen 8 und 9 angegebenen Einstellungen und Zutatenzugaben. Nach dem Conchieren wurde die Schokoladenmasse im Klimaraum bei 50 °C gelagert.

Tab. 8: 30 minütiges Verflüssigungsverfahren

t [min]	T Wasser [°C]	Drehzahl [U/min]	Deckelstellung	Ventilator	Zusätze
0	80	0	geschlossen	aus	Feinwalzgut, Lecithin 1
9	85	200	geschlossen	aus	
16	82	200	geschlossen	aus	Butterreinfett
21	40	200	geschlossen	aus	Lecithin 2
30	40	0	geschlossen	aus	

Tab. 9: 90 minütiges Conchierschema

t [min]	T Wasser [°C]	Drehzahl [U/min]	Deckelstellung	Ventilator	Zusätze
0	80	80	offen	an	Feinwalzgut
10	80	120	offen	an	
25	80	140	offen	an	Lecithin 1
45	80	120	geschlossen	aus	Butterreinfett
60	80	200	geschlossen	aus	
70	85	210	geschlossen	aus	Lecithin 2
80	40	210	geschlossen	aus	
90	40	0	geschlossen	aus	

3.4.3 Herstellung der Schokoladen in der Kugelmühle

Die für die Zerkleinerung in der Kugelmühle eingesetzten Schokoladenmassen wurden auf die gleiche Weise hergestellt. In der Tabelle 10 ist die Rezeptur der Schokoladenmassen angegeben. Es fanden zwei Zerkleinerungsdurchgänge statt, um die für die Fließeigenschaften der Schokolade günstige bimodale Partikelgrößenverteilung zu erreichen. Dabei wurden im ersten Durchgang ausschließlich Kakao- und Milchpulverpartikel so fein wie möglich und im Anschluss die Zuckerpartikel auf eine Größe, gemessen mit der Bügelmessschraube von ca. 23 µm zerkleinert.

Tab. 10: Rezeptur der Schokoladenmassen für die Zerkleinerung in der Kugelmühle

Zutaten für 1. Zerkleinerung mit 2,7 mm Kugeln	Anteil im Mix [%]	Fett [%]	Fett im Mix [%]	Anteil an Schokolade [%]
Kakaomasse	33,18	55,00	18,25	13,04
Kakaobutter	31,95	100,00	31,95	12,55
Milchpulver	34,87	1,00	0,35	13,70
Gesamt	100,00		50,55	39,29
Zugaben für 2. Zerkleinerung mit 6 mm Kugeln				
Kakaobutter	7,94	100,00	7,94	4,82
Butterreinfett	7,94	99,80	7,29	4,82
Zucker	82,97	0,00	0,00	50,37
Lezithin	1,15	94,00	1,08	0,70
Gesamt	100,00		16,95	60,71
Schokolade			30,15	100,00

Zunächst wurden die Zutaten der Schokoladenmasse für den ersten Zerkleinerungsvorgang wie in Tabelle 10 angegeben gemischt.

Um auch nach fortgeschrittener Zerkleinerung eine ausreichend pumpfähige Masse zu haben, wurde ein Fettgehalt von 50,55 % gewählt, da sich bei dem ersten Mahlversuch mit ca. 40 % Fett herausstellte, dass die Masse sich schon nach kurzer Zerkleinerungszeit nicht mehr pumpen lässt.

Für die Feinstzerkleinerung wurde die Kugelmühle mit 16,14 kg ungehärteten rostfreien Edelstahlkugeln mit 2,7 mm Durchmesser gefüllt, welche ca. $\frac{3}{4}$ des Volumens des Mahlraumes einnehmen.

Die Schokoladenmasse wurde in den Vorratsbehälter der Excenterschneckenpumpe gefüllt. Die Excenterschneckenpumpe fördert die Schokoladenmasse von unten nach oben durch die Kugelmühle. Die zerkleinerte Masse wird wieder in den Vorratsbehälter der Pumpe zurückgeführt, um einen Kreislaufbetrieb zu ermöglichen.

Während des Zerkleinerungsprozesses musste die Kugelmühle mittels Heizmantel so temperiert werden, dass sich die Schokoladenmasse nicht über 60 °C erwärmt, da es sonst zu unerwünschten Struktur- und Geschmacksveränderungen in der Schokolade kommen kann (Bolenz et al., 2008). Bei Temperaturen von 60 °C bis 70 °C, dem Bereich des Glasübergangs, ändert sich die amorphe Struktur der Laktose so, dass das Milchpulver gummiartig und klebrig wird (Beckett, 2009).

Der Zerkleinerungsprozess in der Kugelmühle wurde mittels Bügelmessschraube überwacht

und die Schokoladenmasse so fein wie möglich zerkleinert. Diese Schokoladenmasse wurde der Kugelmühle entnommen und nach der Rezeptur in Tabelle 10 mit den restlichen Zutaten für die Schokolade gemischt.

Anschließend erfolgte ein weiterer Zerkleinerungsvorgang in der Kugelmühle. Hierbei wurden 15 kg gehärtete Stahlkugeln mit 6 mm Durchmesser eingesetzt, was einer volumengleichen Füllung wie im ersten Mahlgang entspricht.

Es wurde bis auf eine Endpartikelgröße von 23 μm , gemessen mit der Bügelmessschraube, zerkleinert. Dieser Wert entspricht erfahrungsgemäß einem X90 - Wert von 28 μm bei der Messung mittels Laserbeugungsspektrometer, welcher eine ausreichende Zerkleinerung der Partikel darstellt, um nicht als sandig wahrgenommen zu werden. An dieser Stelle wurde die Drehzahl der Rührerwelle der Kugelmühle durch Einstellen einer Frequenz von 6 Hz herabgesenkt, damit keine weitere Zerkleinerung stattfindet und die erreichte Partikelgröße mittels Laserbeugungsspektrometer genauer ermittelt. Anhand des dort erhaltenen X90-Wertes, welcher bei 28 μm liegen sollte, wurde entschieden, ob und wie lange noch weiter zerkleinert werden muss.

Die so hergestellten Schokoladenmassen wurden im Wärmerraum bei 50 °C gelagert.

Alle während der Zerkleinerungsvorgänge aufgenommenen Prozessparameter sind den Tabellen 35 bis 46 im Anhang ab S. 73 zu entnehmen.

3.4.4 Nachscheren der mittels Kugelmühle hergestellten Schokoladen

Zum Nachscheren der in der Kugelmühle hergestellten Schokoladen wurde der Hochschermischer Reflector® der Firma Lipp Mischtechnik eingesetzt.

Die Schokoladenmasse wird im Reflector® axial zwangsgefördert und bildet aufgrund der zentrifugalen Beschleunigung der Rotorblätter in der Scherzone einen turbulent rotierenden Ring aus, in dem sich die schweren Agglomerate und größeren Partikel am äußeren Rand anordnen. In dieser Zone findet die größte Schereinwirkung statt, da die gezahnten Enden der Rotorblätter dort in die Aussparungen der Ringe im zylindrischen Stator greifen (Bolenz et al., 2005).

Aufgrund der hohen Schereinwirkung werden die Partikel „geschliffen“, weshalb ihre Oberfläche weniger „zerklüftet“ ist. Dadurch wird die Packungsdichte der Partikel verbessert und mehr freies Fett für den Fließvorgang zur Verfügung gestellt, was die Viskosität senkt (Servais et al., 2002).

Die Fließgrenze steigt hingegen, weil die Partikel durch die verbesserte Packungsdichte näher zusammen liegen und mehr Berührungspunkte vorhanden sind. Somit muss mehr Kraft auf-

gebracht werden, um das Gefüge der Partikel zu lockern und den Fließvorgang in Gang zu setzen.

Zum Nachscheren mittels Reflector® wurde eine Drehzahl von 6000 U/min gewählt und die Schokoladenmasse jeweils dreimal geschert.

3.5 Partikelgrößenmessung

Anhand der Messung der Partikel mit dem Laserbeugungsspektrometer Helos der Firma Sympatec erhält man Aufschluss über die mit dem Zerkleinerungsverfahren erzielten Partikelgrößen und deren Verteilung.

Es erfolgt eine computergestützte Auswertung der Messdaten mit dem Programm Helos. Dabei wird ein Journal erstellt, welches tabellarisch u.a. die Partikelgrößen entsprechend ihrer Volumenanteile in der Probe und die spezifische Oberfläche angibt. Aus diesen Daten können Partikelgrößen-, Summen- und Dichteverteilungskurven erstellt werden.

In der Dichteverteilungskurve ist auf der Abszisse die Partikelgröße logarithmisch aufgetragen, auf der Ordinate befindet sich dementsprechend die logarithmische Dichteverteilung der Volumenanteile der Partikel. Dieses Modell ist laut Tscheuschner (2004) zur Darstellung von bi- und multimodalen Verteilungen geeigneter als das Modell mit einfacher Dichteverteilung. Formelmäßig ist die logarithmische Dichteverteilung wie folgt definiert: $\lg q(x) = \lg \frac{Q(x_2) - Q(x_1)}{x_2 - x_1}$. Dabei bezeichnet $Q(x_2) - Q(x_1)$ den Mengenanteil im Intervall $x_2 - x_1$ (Tscheuschner, 2004).

Zur Darstellung der Verteilungsdichtefunktion wird über der Partikelgröße der gewichtete Anteil i der im vorherigen Partikelgrößenintervall enthaltenen Teilchen dargestellt. Ebenfalls im selben Diagramm ist die Summenverteilungskurve dargestellt. Bei der Summenverteilung wird über der Partikelgröße x der prozentuale Volumenanteil X der Partikel aufgetragen, welchen diejenigen Partikel einnehmen, die kleiner als x sind.

Zur Charakterisierung einer Partikelgrößenverteilung werden die Werte X_{10} , X_{50} und X_{90} verwendet. Damit lassen sich Rückschlüsse auf die Breite der Verteilungsdichtekurve der Partikelgrößen ziehen.

Die relative Breite einer Partikelgrößenverteilung wird nach folgender Formel berechnet:
Relative Breite = X_{90} / X_{10} .

Die Gewichtung der Differenz von X_{90} und X_{10} mit dem X_{50} -Wert ergibt den Span der Verteilung: Span = $(X_{90} - X_{10}) / X_{50}$.

Die spezifische Oberfläche einer Partikelgrößenverteilung gibt Auskunft über die Höhe des Anteils feinsten Partikel, da diese bezogen auf ihr Volumen eine größere Oberfläche aufwei-

sen, als grobe Partikel. Allerdings nimmt das Messsystem alle Partikel als Kugel an, wodurch kleine Abweichungen zur tatsächlichen spezifischen Oberfläche entstehen, da Zucker-, Kaka- und Milchpulverpartikel zerklüftete oder poröse vielfältig geformte Oberflächen aufweisen.

Um unterschiedliche Schokoladenproben anhand der spezifischen Oberfläche vergleichen zu können, müssen diese insgesamt ein ähnliches Partikelgrößenspektrum aufweisen.

3.5.1 Prinzip

Das Prinzip der Messung beruht auf der Lichtstreuung, die durch die Partikel hervorgerufen wird. Dazu wird das von einem Helium-Neon-Laser erzeugte Licht durch einen Filter zu einem parallelen Analysenstrahl geformt. Dieser wird von den Partikeln gebeugt. Große Partikel beugen den Strahl stärker als kleinere. Das gestreute Licht wird von einer Sammellinse gebündelt und auf einem nachstehenden Detektor abgebildet. Ein Receiver berechnet dann die Partikelgrößenverteilung aufgrund der Intensitätsverteilung der gemessenen Strahlung. Diese Methode stellt alle Partikel als Kugel dar, wodurch ein kleiner, aber tolerierbarer Fehler auftritt (SympaTEC, 2008).

Pro Probe werden 3 Messungen durchgeführt, die Ergebnisse zeigt der Computer mit den Werten X10, X16, X50, X84, X90 und X99 an. Diese Werte geben den prozentualen Volumenanteil der Partikel an. Ein Wert von X90 mit 30 μm beispielsweise sagt aus, dass 90 Volumen- % der Partikel kleiner oder gleich 30 μm groß sind.

Die Abbildung 6 zeigt den schematischen Aufbau eines Laserbeugungsspektrometers.

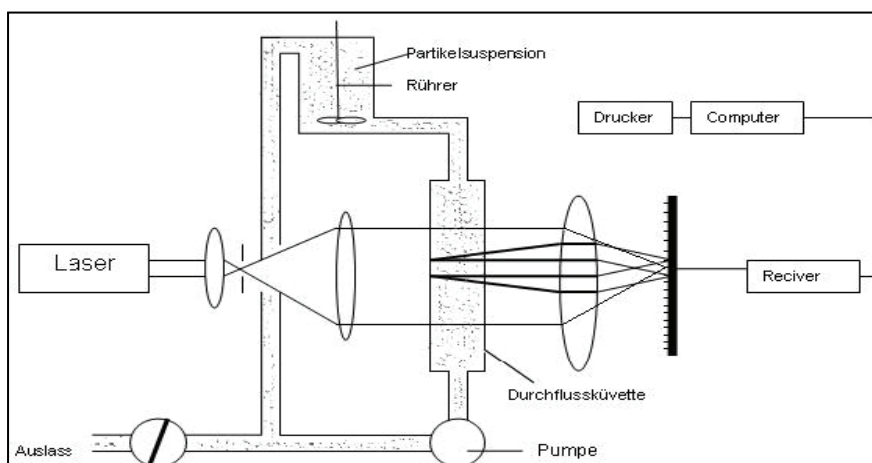


Abb. 6: Schematische Darstellung des Messprinzips eines Laserbeugungsspektrometers

3.5.2 Durchführung

Der Arbeitsbereich des Lasers wurde für Schokoladenproben auf R2, d.h. einen Messbereich von 0,25/0,45 μm bis 87,5 μm eingestellt.

Zur Probenvorbereitung wurden ca. 4 g der auf 50 °C temperierten Schokoladenmasse in ca. 20 ml Pflanzenöl suspendiert. Das Pflanzenöl wurde zuvor auf etwa 50 °C erwärmt. Die Probe wurde dann zur Doppelbestimmung auf 2 Reagenzgläser aufgeteilt, welche mit dem erwärmten Öl aufgefüllt wurden. Die Reagenzgläser wurden verschlossen, geschüttelt und für 15 min bei 30 °C in ein Ultraschallbad gestellt. Dies sorgt für die gleichmäßige Verteilung der Probe im Öl und zerstört eventuell vorhandene Agglomerate.

Vor Zugabe der Probe, wurde eine Referenzmessung der optischen Konzentration im mit Pflanzenöl gefüllten Vorratsbehälter des Gerätes durchgeführt, um das Laserbeugungsspektrometer zu kalibrieren. Anschließend wurde die Probe tröpfchenweise in das Öl gegeben. Ein Rührwerk sorgt für die optimale Verteilung der Probe. Das Helosauswertsystem zeigt die optische Konzentration der Probe im Öl an. Sie sollte im Bereich von 20 - 30 % liegen. Das Partikelmessgerät führt zunächst nochmals eine Ultraschallbehandlung von 30 Sekunden aus, bevor es die Messung startet.

Nach jeder Messung wurde der Vorratsbehälter mit reinem Pflanzenöl gereinigt und anschließend wieder aufgefüllt.

3.6 Bestimmung der rheologischen Eigenschaften

Die Rheologie ist eine Wissenschaft, die sich mit den Verformungseigenschaften von Körpern unter Einwirkung äußerer Kräfte beschäftigt. Dabei werden Festkörper, Flüssigkeiten und Gase als Körper betrachtet. Ideale Fluide, wie Flüssigkeiten und Gase können durch bestimmte äußere Kräfte irreversibel verformt werden, sie fließen.

Das dafür notwendige Verhältnis von Kraft zur Flüssigkeitsfläche wird als Schubspannung (τ) bezeichnet. Lässt man durch eine bestimmte Schubspannung eine Flüssigkeit im Spalt fließen, ergibt sich ein Geschwindigkeitsabfall in der laminaren Schichtenströmung zwischen zwei ebene Platten, der je nach der Art der betreffenden Flüssigkeit unterschiedlich ist. Dieser wird auch als Scherrate ($\dot{\gamma}$) bezeichnet.

Der Zusammenhang zwischen Schubspannung und Scherrate, beschreibt das Fließverhalten von Flüssigkeiten. Trägt man in einem Diagramm die Schubspannung über der Scherrate auf, ergibt sich eine für die jeweilige Flüssigkeit charakteristische Kurve, welche als „Fließkurve“ bezeichnet wird (Schramm, 2000).

Die rheologischen Eigenschaften beeinflussen wesentlich die Verarbeitbarkeit der Schokoladenschmelzmassen sowie die Sensorik, z. B. das Schmelzverhalten des Endproduktes.

Um das Fließverhalten der Schokoladenschmelzmassen zu untersuchen, wurden Messungen mit dem scherraten gesteuerten Rotationsrheometer Rheolab MC 100 der Firma Physica durchgeführt. Zu diesem System gehört ein Temperiergerät VT 2 und ein computergestütztes Auswertprogramm (Physica US 200). Als Messsystem für dieses Produkt wurde die koaxiale Zylindermesseinrichtung Z3 nach DIN 53019/ISO3219 eingesetzt.

3.6.1 Prinzip

Das Prinzip der Messung beruht darauf, dass viele Substanzen, unter Einwirkung bestimmter Scherkräfte und der daraus resultierenden Deformation, zu fließen beginnen. Dazu gibt die Software dem Motor die gewünschten Scherraten ($\dot{\gamma}$ = Umdrehung pro Zeiteinheit) vor. Der Motor ist mit einer Achse verbunden, an der die Messeinrichtung befestigt ist. Diese wird in die Probe eingetaucht. Die Achse setzt die Kraft des Motors in Drehmomente um. Der Widerstand, den die Probe dem Drehmoment entgegensetzt, wird an der Achse als Schubspannung (τ = Kraft pro Fläche) gemessen.

Die Abbildung 7 veranschaulicht den Aufbau eines solchen Systems.

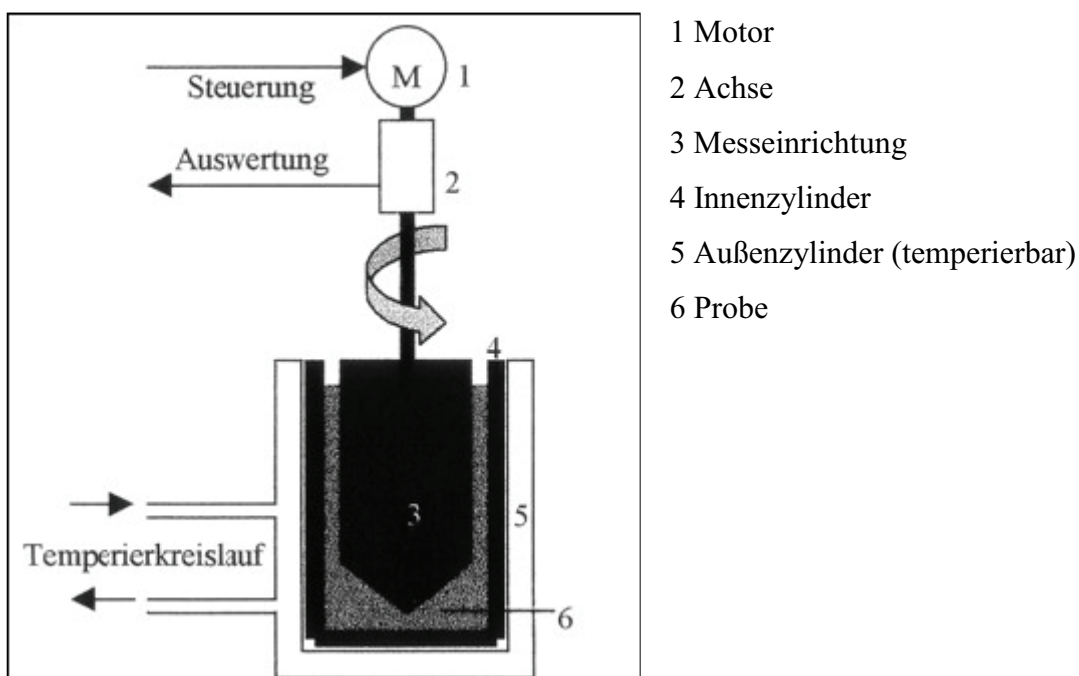


Abb. 7: Aufbau eines koaxialen Rheometers

Die Software wertet die erhaltenen Messwerte aus und berechnet die Ergebnisse nach unterschiedlichen Auswertmethoden.

Die Methode nach Casson wurde für die Beurteilung von Farben entworfen, wird aber seit 1973 nach einer Festlegung des IOCCC für die Beurteilung von Schokoladenschmelzmassen angewendet und ist in der Süßwarenindustrie die am weitesten verbreitete Methode.

Die Methode nach Tscheuschner wurde speziell für Schokolade entwickelt und kann alternativ eingesetzt werden.

Ein weiteres Modell ist die Berechnung nach Windhab, die seit dem Jahr 2000 von der IOCCC für die Anwendung von Schokoladenschmelzmassen empfohlen wird.

Die Messung erfolgt in 12 Abschnitten, in welchen vom Auswertungssystem bei unterschiedlichen Scherraten an bestimmten Messpunkten die resultierenden Schubspannungen dokumentiert werden.

In der Tabelle 11 sind die vom Auswertungsprogramm vorgegebenen Scherphasen und dabei aufgenommenen Messpunkte angegeben.

Tab. 11: vorgegebene Scherphasen und Messpunktaufnahme

Abschnitt	Scherrate [s⁻¹]	Anzahl der Messpunkte
1	0 – 30	0
2	30	0
3	30 – 5	0
4	5	10
5	5 – 20	0
6	20	10
7	20 – 40	0
8	40	10
9	40 – 60	0
10	60	30
11	60 – 3	150
12	3 – 1	25

Die in den Abschnitten 11 und 12 aufgenommenen Schubspannungen sind wichtig für die Berechnung der Viskosität und der Fließgrenze, nach den verschiedenen Modellen, die die Software automatisch vornimmt.

Als weitere Auswertmethode wird von der IOCCC die Betrachtung der bei konstanter Scherrate in den Abschnitten 4, 6 und 8 aufgenommenen Messwerte empfohlen.

3.6.2 Durchführung

Zunächst wurde der Messzylinder mit Hilfe des Temperiergerätes auf 40 °C erwärmt. Die auf 50 °C temperierten Schokoladenschmelzmassen wurden mit einem Löffel durchgerührt, um sie zu homogenisieren und anschließend bis zur Markierung in den Innenzylinder gefüllt.

Dieser wurde in den Außenzylinder gestellt und eingespannt. Die Messeinrichtung wird in das Gerät eingesetzt und der Messschlitten heruntergefahren bis die Messeinrichtung vollständig in die Probe eingetaucht ist. Die Messung wurde über die Software gestartet. Von jeder Schokoladenprobe wurde eine Doppelbestimmung durchgeführt.

3.6.3 Modellfunktionen zur Berechnung der Fließgrenzen und Grenzviskositäten

Die Fließkurven der Schokoladenschmelzmassen lassen sich darstellen, wenn die jeweils gemessenen Schubspannungen über den entsprechenden Scherraten aufgetragen werden.

Dabei stellt die für die niedrigste Scherrate durch Extrapolation der Messdaten ermittelte Schubspannung die Fließgrenze der Schokoladenprobe dar. Hierbei handelt es sich um die Kraft, die auf die Fläche einwirken muss, um einen Stoff zum Fließen zu bringen. Sie muss größer sein als die internen Strukturkräfte des Stoffes, damit dieser zu fließen beginnen kann. Bei einer bestimmten hohen Scherrate stellt sich eine für jede Schokoladenschmelzmasse spezifische konstante Schubspannung ein, mit der sich nach $\eta_{\infty} = \frac{\tau}{\dot{\gamma}}$ die Grenzviskosität berechnen lässt.

Die Fließgrenzen und Grenzviskositäten von Schokoladenmassen können nach den verschiedenen bereits genannten Modellen berechnet werden.

Das ursprünglich für Farben entwickelte Modell von Casson wurde 1973 durch den IOCCC-Standard zur Auswertung von Schokoladenschmelzmassen im Bereich von $\dot{\gamma} = 5$ bis 60 s^{-1} festgelegt.

Dem Fließkurvenmodell nach Casson liegt folgende Formel zugrunde:

$$\tau^{\frac{1}{2}} = \tau_{CA}^{\frac{1}{2}} + (\eta_{CA} \cdot \dot{\gamma})^{\frac{1}{2}}$$

mit

τ = Schubspannung

τ_{CA} = Fließgrenze nach Casson

η_{CA} = Viskosität nach Casson

$\dot{\gamma}$ = Schergeschwindigkeit

Seit 2000 wird durch die IOCCC für Schokoladenschmelzmassen bei 40 °C und Scherraten von 2 bis 50 s⁻¹ das Modell nach Windhab empfohlen:

$$\tau = \tau_0 + \eta_\infty \cdot \dot{\gamma} + (\tau_1 - \tau_0) \left(1 - e^{\left[-\frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}^*}\right]}\right)$$

mit

τ = Schubspannung

τ_0 = Fließgrenze

τ_1 = Schubspannung, die zur maximalen scherinduzierten Umstrukturierung führt

η_∞ = Gleichgewichtsviskosität bei hohem Schergefälle

$\dot{\gamma}$ = Schergeschwindigkeit

$$\dot{\gamma}^* = \text{Scherrate bei } \tau^* = \tau_0 + (\tau_1 - \tau_0) \left(1 - \left(\frac{1}{e}\right)\right)$$

Weiterhin entwickelte Tscheuschner ein Modell, welches speziell für Schokoladenmassen gilt:

$$\tau = \tau_0 + \eta_\infty \cdot \dot{\gamma} + \eta_{\text{str}1} \cdot \dot{\gamma}_r^{-n} \cdot \dot{\gamma}$$

mit

τ = Schubspannung

τ_0 = Fließgrenze

$\dot{\gamma}$ = Schergeschwindigkeit

$\eta_{\text{str}1}$ = Strukturbedingte Viskosität bei $\dot{\gamma} = 1 \text{ s}^{-1}$

η_∞ = Gleichgewichtsviskosität

(Mezger, 2000; Weipert et al., 2003)

4 Ergebnisse und Auswertung

4.1 Partikelgrößenmessung

In den Abbildungen 8 bis 25 sind die mittels Laserbeugungsspektrometer erhaltenen Partikelgrößenverteilungs- und Summenverteilungskurven der einzelnen Schokoladenmassen sowie zur besseren Vergleichbarkeit in der Liniendarstellung als Dichteverteilungskurven dargestellt. Eine genauere Erläuterung zum Aufbau der Diagramme ist unter Pkt. 3.5 auf S. 33 nachzulesen.

4.1.1 Partikelgrößenverteilungen der konventionell mit nicht nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladen

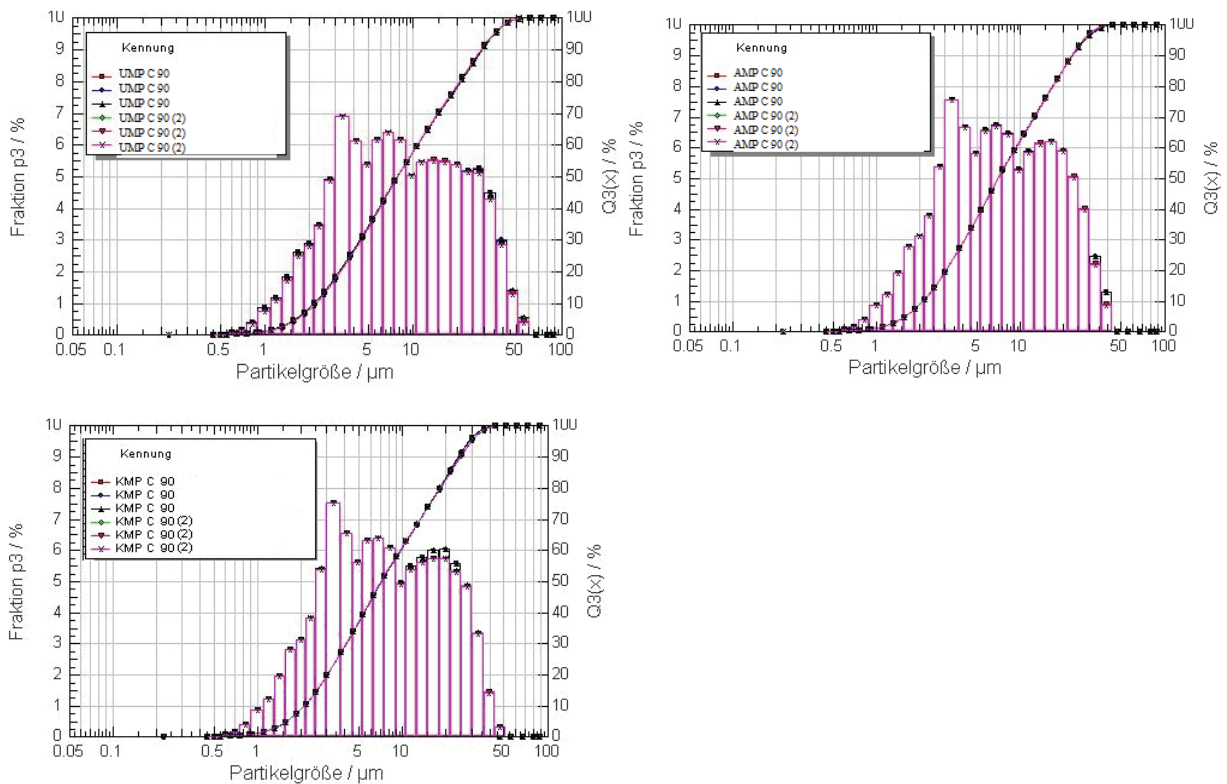


Abb. 8: Partikelgrößenverteilungs- und Summenkurven der konventionell mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem nicht nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladen

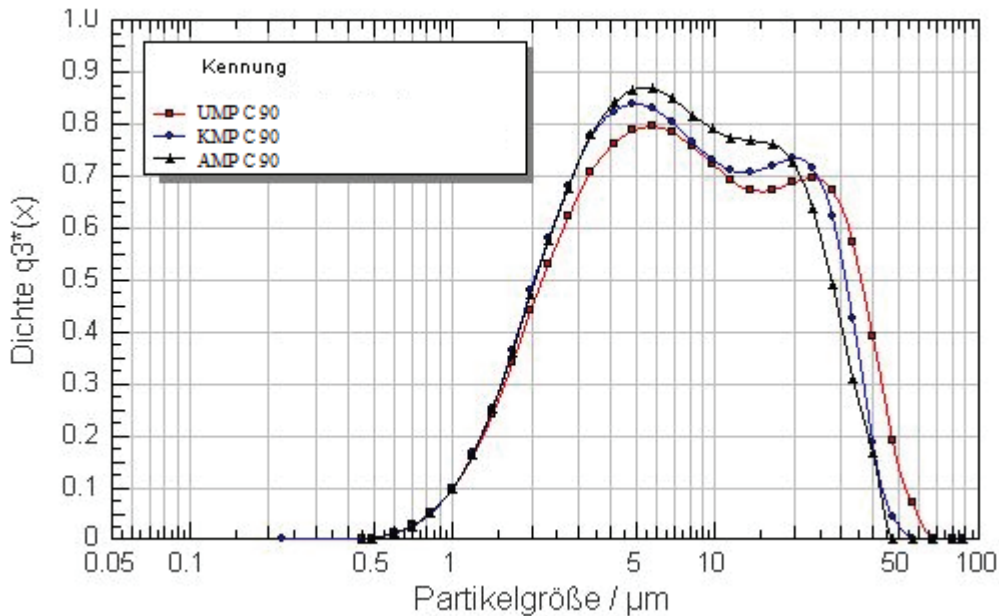


Abb. 9: Dichteverteilungskurven der konventionell mit nicht nachgetrockneten Milchpulvern hergestellten Schokoladen

Anhand der Abbildungen 8 und 9 lässt sich eindeutig erkennen, dass alle Schokoladen, wie bei der Walzenzerkleinerung zu erwarten, eine bimodale Partikelgrößenverteilung aufweisen. Diese ist bei der mit amorphem Milchpulver hergestellten Schokoladenmasse am wenigsten ausgeprägt. Bei den kristallinen und „undefiniertes“ Milchpulver enthaltenden Schokoladenmassen ist die Bimodalität in etwa gleich ausgeprägt.

Alle Schokoladen weisen ihren höchsten Peak bei ca. 3-4 µm auf, wobei dieser bei AMP C90 und KMP C90 jeweils etwa einen Anteil von 7,5 % und bei UMP C 90 7 % erreicht.

Im Gegensatz zu den beiden anderen Schokoladen ist bei UMP C90 das 2. Maximum relativ breit gefächert, was auf einen höheren Anteil grober Partikel schließen lässt.

Wie aus den Tabellen 12 und 13 ersichtlich, weist AMP C90 insgesamt bei Partikelgrößen, relativer Breite und Span die geringsten Werte auf. Die spezifische Oberfläche hingegen ist bei AMP C90 aufgrund des höchsten Feinanteils am größten. UMP C90 ist die größte der drei Schokoladen und hat somit deutlich die niedrigste spezifische Oberfläche. Auch die relative Breite und der Span sind am größten.

Möglicherweise zeigt sich hier auch der Einfluss der unterschiedlichen Herstellungsweise der Milchpulver. Bei der Walzentrocknung werden die Partikel durch die Walzen eher kompakter und verdichtet, während bei der Sprühtrocknung aufgrund der Diffusion des Wassers von innen nach außen poröse Partikel entstehen, welche bei der Zerkleinerung leichter in feine Partikel zerfallen.

Tab. 12: Mittelwerte und Standardabweichungen der Partikelgrößen der konventionell mit nicht nachgetrockneten Milchpulvern hergestellten Schokoladen

Probe	X10 [μm]	Stabw.	X16 [μm]	Stabw.	X50 [μm]	Stabw.	X84 [μm]	Stabw.	X90 [μm]	Stabw.	X99 [μm]	Stabw.
UMP C90	2,20	0,03	2,81	0,04	7,91	0,03	24,08	0,26	29,56	0,26	48,28	0,42
AMP C90	2,12	0,00	2,68	0,01	7,03	0,02	19,13	0,03	23,24	0,15	37,02	1,03
KMP C90	2,12	0,01	2,67	0,01	7,18	0,03	20,74	0,21	25,00	0,37	38,72	1,24

Tab. 13: Spezifische Oberfläche, relative Breite und Span der konventionell mit nicht nachgetrockneten Milchpulvern hergestellten Schokoladen

Probe	Spez. Oberfl. [m ² /cm ³]	Stabw.	rel. Breite	Span
UMP C90	1,18	0,01	13,43	3,46
AMP C90	1,27	0,01	10,96	3,00
KMP C90	1,25	0,00	11,81	3,19

4.1.2 Partikelgrößenverteilungen der konventionell mit nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladen

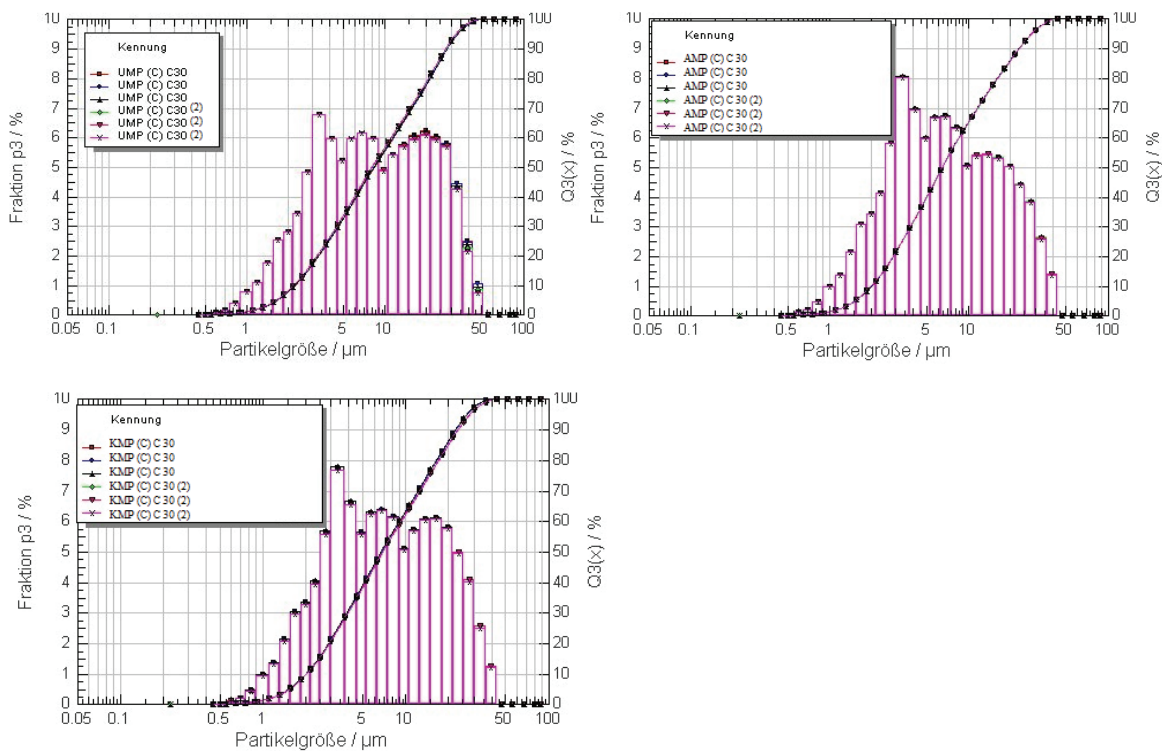


Abb. 10: Partikelgrößenverteilungs- und Summenkurven der konventionell mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokolade

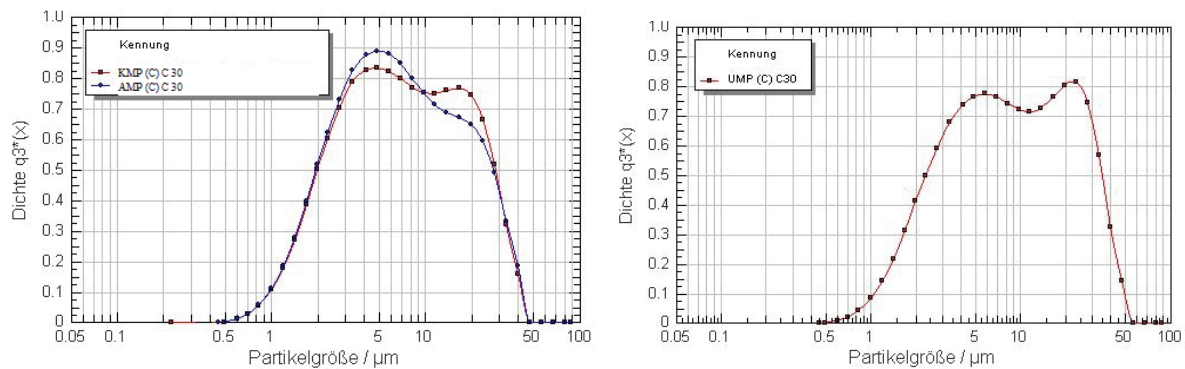


Abb. 11: Dichteverteilungskurven der konventionell mit kristallinem, amorphem und „undefiniertem“ in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladen

Die drei in den Abbildungen 10 und 11 dargestellten Schokoladenmassen weisen sehr verschieden ausgeprägte bimodale Partikelgrößenverteilungen auf. Bei AMP (C) C30 ist mit einem sehr hohen Anteil feiner Partikel schon fast ein Übergang in die monomodale Verteilung zu erkennen. Bei UMP (C) C30 ist die Bimodalität am meisten ausgeprägt, wobei dort der Anteil an groben Partikeln überwiegt.

Der höchste Peak in allen Verteilungen ist bei 3-4 μm auszumachen. Dieser Peak ist bei AMP (C) C30 mit einem Anteil von 8,25 % der höchste und bei UMP (C) C30 mit nur 6,75 % der eindeutig niedrigste.

Wie auch den Tabellen 14 und 15 zu entnehmen ist, weisen AMP (C) C30 und KMP (C) C30 bezüglich Feinheit, spezifischer Oberfläche und relativer Breite in etwa gleiche Werte auf. Dahingegen besitzt UMP (C) C30 aufgrund der gröberen Zerkleinerung eine deutlich niedrigere spezifische Oberfläche.

Somit zeigt sich auch hier die bereits geäußerte Vermutung, dass die porösen Milchpulverpartikel aus der Sprühtrocknung feiner zerkleinert werden können, als jene aus der Walzentrocknung mit kompakterer Struktur.

Tab. 14: Mittelwerte und Standardabweichungen der Partikelgrößen der konventionell mit in der Conche nachgetrockneten Milchpulvern hergestellten Schokoladen

Probe	X10 [μm]	Stabw	X16 [μm]	Stabw	X50 [μm]	Stabw	X84 [μm]	Stabw	X90 [μm]	Stabw	X99 [μm]	Stabw
UMP (C) C30	2,24	0,03	2,87	0,04	8,28	0,16	23,61	0,30	28,29	0,36	43,14	0,53
AMP (C) C30	2,01	0,01	2,53	0,01	6,47	0,02	18,77	0,08	23,43	0,07	38,38	0,09
KMP (C) C30	2,04	0,02	2,57	0,02	6,87	0,10	19,16	0,37	23,24	0,50	36,70	1,15

Tab. 15: Spezifische Oberfläche, relative Breite und Span der konventionell mit in der Conche nachgetrockneten Milchpulvern hergestellten Schokoladen

Probe	Spez. Oberfl. [m^2/cm^3]	Stabw.	rel. Breite	Span
UMP (C) C30	1,16	0,02	12,66	3,15
AMP (C) C30	1,34	0,00	11,63	3,31
KMP (C) C30	1,31	0,01	11,42	3,09

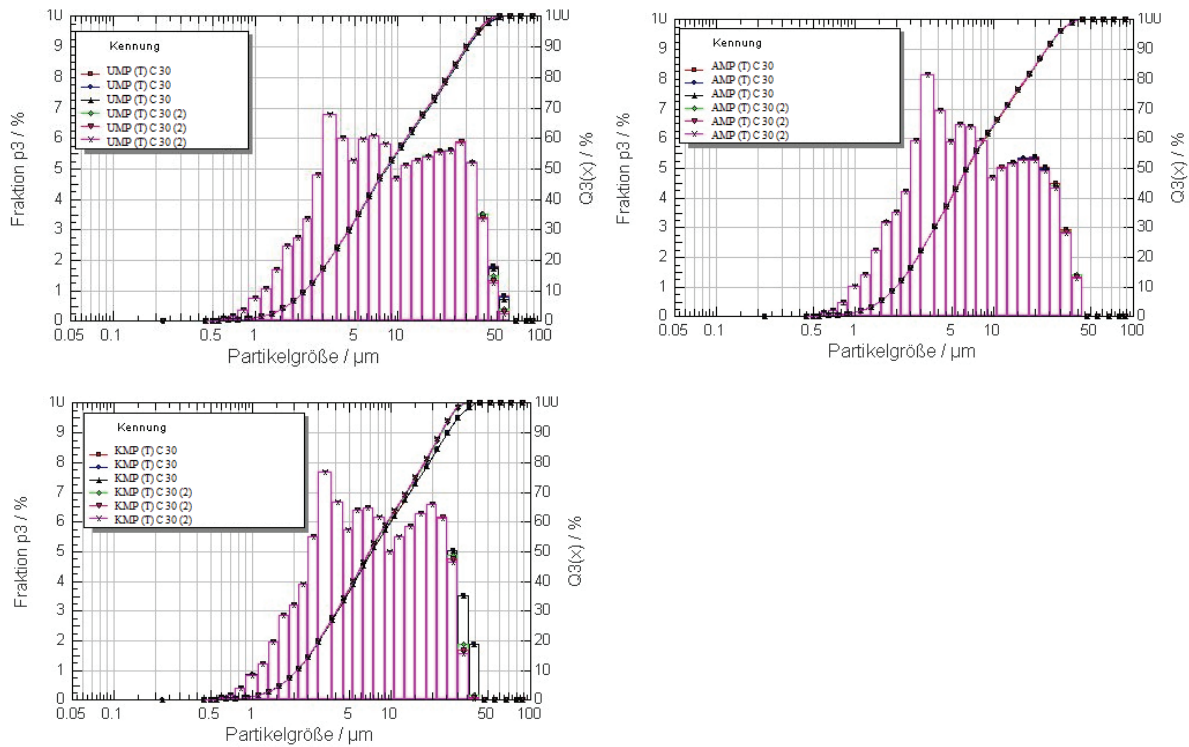


Abb. 12: Partikelgrößenverteilungs- und Summenkurven der konventionell mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokolade

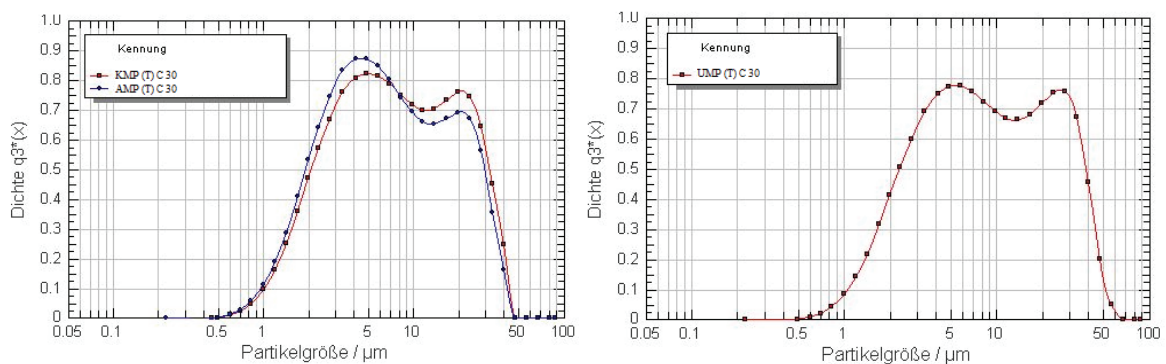


Abb. 13: Dichteverteilungskurven der konventionell mit kristallinem, amorphem und „undefiniertem“ im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladen

Die Abbildungen 12 und 13 zeigen bei allen Schokoladen eine ausgeprägte bimodale Verteilung.

Auch hier befindet sich bei allen Schokoladen der höchste Peak bei 3-4 µm und ist ebenfalls bei AMP (T) C30 mit einem Anteil von ca. 8,25 % am höchsten und bei UMP (T) C30 mit 6,75 % am niedrigsten.

Die Partikelgrößenverteilungsdichtekurve von AMP (T) C30 weist im Bereich der feinsten Partikel bis ca. 9 µm deutlich die höchsten Anteile auf, was sich auch in der mit Abstand höchsten spezifischen Oberfläche der drei Schokoladen zeigt. Dahingegen ist, wie aus den Tabellen 16 und 17 zu entnehmen, UMP (T) C30 mit einem bis zu 9,21 µm höheren X90-Wert deutlich zu grob und besitzt dementsprechend die niedrigste spezifische Oberfläche. UMP (T) C30 ist in diesem Fall mit einem X90-Wert von 33,46 µm insgesamt sehr grob zerkleinert, so dass sich hier der Einfluss der Walzentrocknung und damit der niedrigere Feinanteil gegenüber den anderen beiden Schokoladen nicht eindeutig belegen lässt.

Tab. 16: Mittelwerte und Standardabweichungen der Partikelgrößen der konventionell mit im Trockenschrank nachgetrockneten Milchpulvern hergestellten Schokoladen

Probe	X10 [µm]	Stabw	X16 [µm]	Stabw	X50 [µm]	Stabw	X84 [µm]	Stabw	X90 [µm]	Stabw	X99 [µm]	Stabw
UMP (T) C30	2,24	0,00	2,86	0,00	8,00	0,04	26,70	0,27	33,46	0,66	53,23	2,59
AMP (T) C30	1,99	0,00	2,50	0,00	6,43	0,03	19,76	0,11	24,25	0,11	38,05	0,24
KMP (T) C30	2,12	0,01	2,68	0,02	7,18	0,14	20,54	0,95	24,52	1,46	36,46	3,60

Tab. 17: Spezifische Oberfläche, relative Breite und Span der konventionell mit im Trockenschrank nachgetrockneten Milchpulvern hergestellten Schokoladen

Probe	Spez. Oberfl. [m ² /cm ³]	Stabw.	rel. Breite	Span
UMP (T) C30	1,15	0,00	14,92	3,90
AMP (T) C30	1,35	0,00	12,17	3,46
KMP (T) C30	1,25	0,01	11,59	3,12

4.1.3 Vergleich der konventionell hergestellten Schokoladen

Bei allen mittels Walzenzerkleinerung hergestellten Schokoladen fällt auf, dass die amorphes Milchpulver enthaltenden Schokoladen den höchsten Feinanteil aufweisen. Dahingegen sind der niedrigste Feinanteil und mit Abstand höchste Grobanteil bei den mit „undefiniertem“ Milchpulver hergestellten Schokoladen zu verzeichnen. Auffällig ist außerdem, dass obwohl alle Schokoladen mit den gleichen Walzeneinstellungen und Fettgehalten zerkleinert wurden, nur bei den amorphes und kristallines Milchpulver enthaltenden Schokoladen jeweils ähnliche

X90-Werte erreicht wurden, während die „undefiniertes“ Milchpulver enthaltenden Schokoladen immer deutlich gröber waren. Aufgrund dessen lässt sich vermuten, dass das „undefinierte“ Walzenmilchpulver aufgrund der stärker verdichteten Partikel nicht so fein gemahlen werden kann, wie die porösen Milchpulverpartikel aus den amorphen und kristallinen Sprühmilchpulvern. Bei den amorphes Milchpulver enthaltenden Schokoladen fällt auf, dass die mit in der Conche getrocknetem Milchpulver hergestellte Schokolade weniger grobe Partikel über 30 μm aufweist, als die mit Milchpulver aus dem Trockenschrank. Insgesamt verlaufen alle Partikelgrößenverteilungskurven der Schokoladen, welche Milchpulver aus dem Trockenschrank enthalten deutlich bimodaler, als jene der Schokoladen mit in der Conche getrocknetem Milchpulver.

4.1.4 Partikelgrößenverteilungen des in der Kugelmühle feinstzerkleinerten Milchpulver-Kakaomasse-Gemischs mit nachgetrocknetem Milchpulver

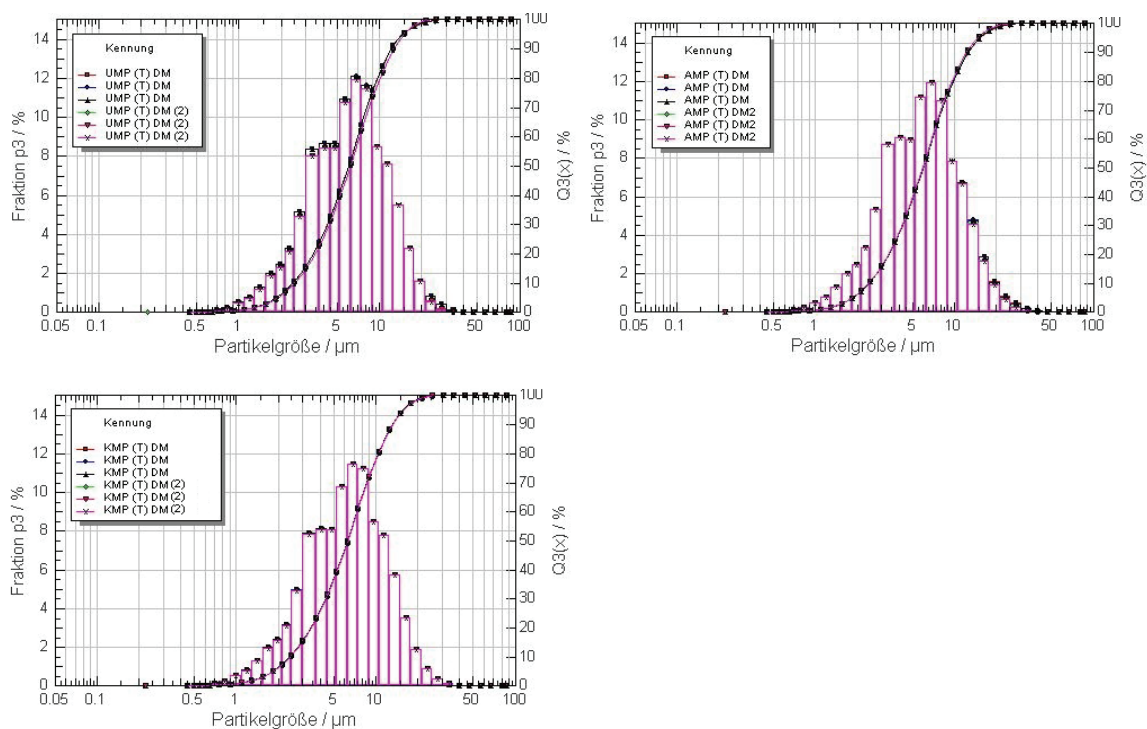


Abb. 14: Partikelgrößenverteilungs- und Summenkurven der in der Kugelmühle feinstzerkleinerten Milchpulver-Kakaomasse-Gemische mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver

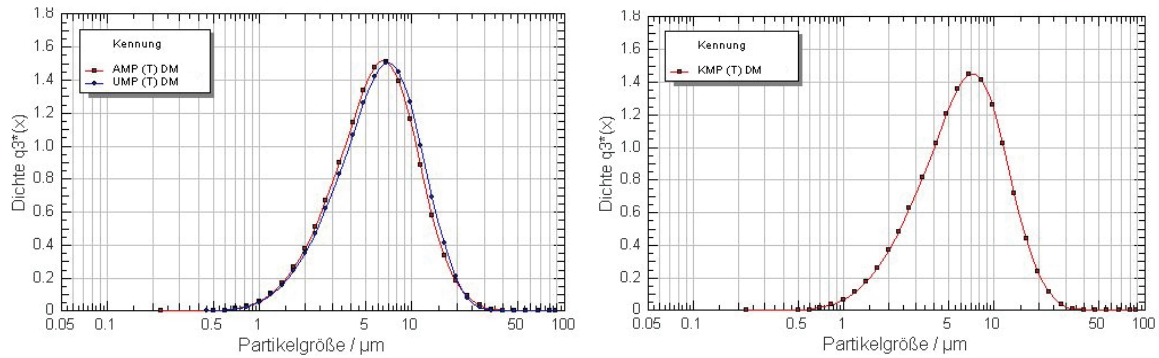


Abb. 15: Dichteverteilungskurven der in der Kugelmühle feinstzerkleinerten Milchpulver-Kakaomasse-Gemische mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver

Die Abbildungen 14 und 15 zeigen eine sehr enge monomodale Partikelgrößenverteilung für alle Milchpulver-Kakaomasse-Gemische.

AMP (T) DM weist im Bereich von 3 – 5 µm mit ca. 9 % die höchsten Anteile auf und besitzt somit auch die größte spezifische Oberfläche der drei Gemische. Nach ihrer Feinheit, entsprechend der X90-Werte von 12,58 µm, 12,52 µm und 13,43 µm, sind die Milchpulver-Kakaomasse-Gemische gut miteinander vergleichbar.

Auffällig ist, dass KMP (T) DM am größten ist, obwohl insgesamt 120 Minuten bei 30 Hz und ab der 70. Minute bei 35 Hz zerkleinert, im Gegensatz zu AMP (T) DM und UMP (T) DM, welche nur 90 und 80 Minuten Zerkleinerungszeit bei 30 Hz hatten (siehe Tab. 37, 41 u. 45 im Anhang ab S. 73).

Tab. 18: Mittelwerte und Standardabweichungen der Partikelgrößen der in der Kugelmühle feinstzerkleinerten Milchpulver-Kakaomasse-Gemische mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver

Probe	X10 [µm]	Stabw	X16 [µm]	Stabw	X50 [µm]	Stabw	X84 [µm]	Stabw	X90 [µm]	Stabw	X99 [µm]	Stabw
UMP (T) DM	2,51	0,04	3,10	0,05	6,17	0,10	10,84	0,31	12,58	0,33	21,70	1,12
AMP (T) DM	2,47	0,01	3,04	0,01	5,98	0,03	10,67	0,17	12,52	0,21	22,17	1,07
KMP (T) DM	2,48	0,02	3,09	0,02	6,34	0,02	11,49	0,03	13,43	0,05	22,29	0,42

Tab. 19: Spezifische Oberfläche, relative Breite und Span der in der Kugelmühle feinstzerkleinerten Milchpulver-Kakaomasse-Gemische mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver

Probe	Spez. Oberfl. [m ² /cm ³]	Stabw.	rel. Breite	Span
UMP (T) DM	1,26	0,02	5,02	1,63
AMP (T) DM	1,29	0,01	5,07	1,68
KMP (T) DM	1,25	0,01	5,42	1,73

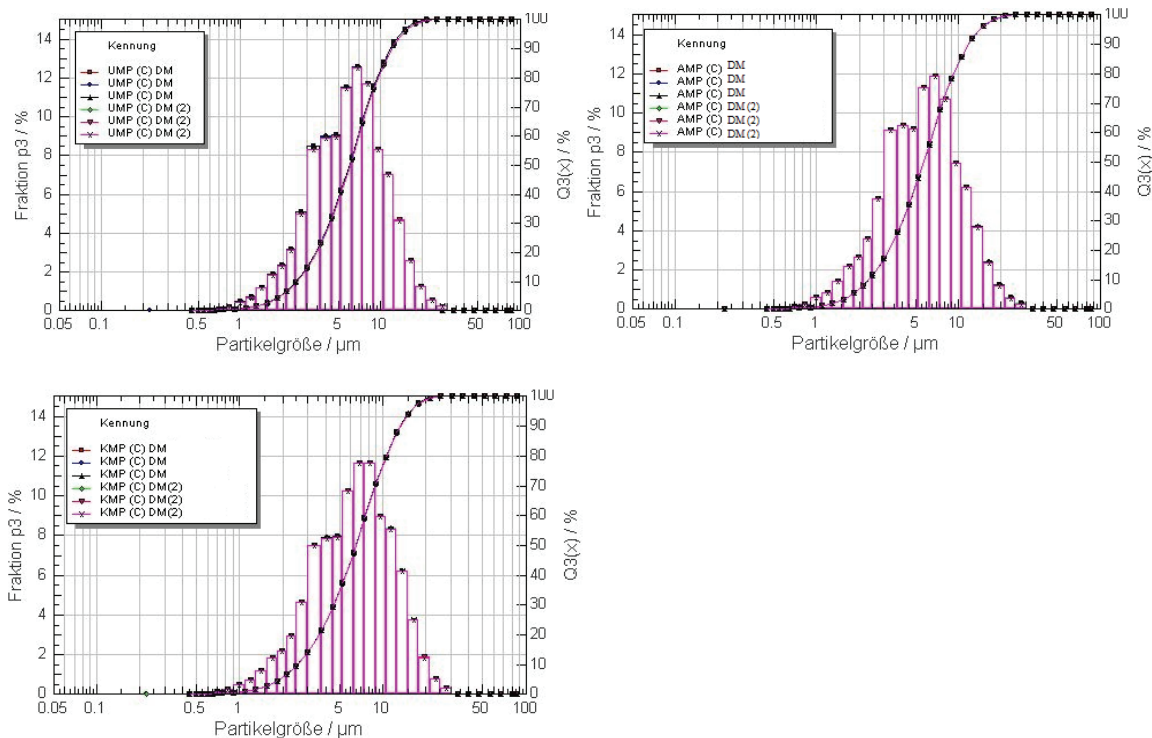


Abb.16: Partikelgrößenverteilungs- und Summenkurven der in der Kugelmühle feinstzerkleinerten Milchpulver-Kakaomasse-Gemische mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver

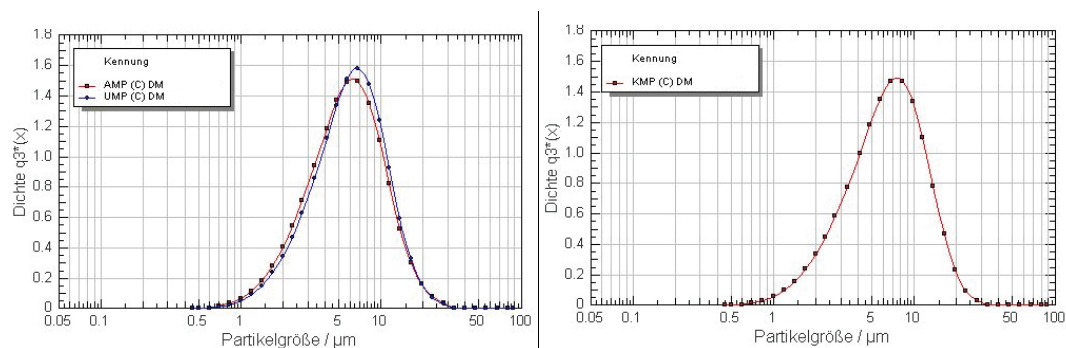


Abb. 17: Dichteverteilungskurven der in der Kugelmühle feinstzerkleinerten Milchpulver-Kakaomasse-Gemische mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver

Die Abbildungen 16 und 17 zeigen eine sehr enge monomodale Partikelgrößenverteilung für alle Milchpulver-Kakaomasse-Gemische.

AMP (C) DM weist in den Bereichen von 2,5-3 μm mit 5,5 % und von 3-5 μm mit ca. 9,5 % deutlich die höchsten Anteile auf und besitzt somit auch mit Abstand die größte spezifische Oberfläche.

Auch hier fällt, wie oben bereits erwähnt, auf, dass KMP (C) DM bei 120 Minuten Zerkleinerungszeit bei 30 Hz und ab der 97. Minute bei 35 Hz, diesmal sogar den geringsten Feinanteil und insgesamt die größten Partikel aufweist. AMP (C) DM und UMP (C) DM

wurden 115 und 120 Minuten mit Drehzahlen entsprechend 30 Hz zerkleinert (siehe Tab. 35, 39 u. 43 im Anhang ab S. 73).

Tab. 20: Mittelwerte und Standardabweichungen der Partikelgrößen der in der Kugelmühle feinstzerkleinerten Milchpulver-Kakaomasse-Gemische mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver

Probe	X10 [µm]	Stabw	X16 [µm]	Stabw	X50 [µm]	Stabw	X84 [µm]	Stabw	X90 [µm]	Stabw	X99 [µm]	Stabw
UMP (C) DM	2,55	0,02	3,13	0,03	6,07	0,04	10,41	0,09	12,09	0,14	19,87	0,69
AMP (C) DM	2,38	0,01	2,93	0,01	5,75	0,00	10,21	0,01	11,98	0,02	20,78	0,07
KMP (C) DM	2,58	0,01	3,22	0,01	6,56	0,01	11,65	0,03	13,52	0,05	21,32	0,20

Tab. 21: Spezifische Oberfläche, relative Breite und Span der in der Kugelmühle feinstzerkleinerten Milchpulver-Kakaomasse-Gemische mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver

Probe	Spez. Oberfl. [m ² /cm ³]	Stabw.	rel. Breite	Span
UMP (C) DM	1,26	0,01	4,74	1,57
AMP (C) DM	1,34	0,01	5,04	1,67
KMP (C) DM	1,21	0,01	5,23	1,67

4.1.5 Vergleich der in der Kugelmühle feinstzerkleinerten Milchpulver-Kakaomasse-Gemische mit nachgetrocknetem Milchpulver

Mit Ausnahme von AMP (C) DM, welches von allen Milchpulver-Kakaomasse-Gemischen den mit Abstand höchsten Anteil feinsten Partikel und damit auch die höchste spezifische Oberfläche aufweist, liegen die Werte aller Verteilungskurven sehr dicht beieinander.

Dennoch ist der Trend festzustellen, dass sich das Gemisch mit amorphem Milchpulver am feinsten und das mit kristallinem Milchpulver am wenigsten fein zerkleinern lässt.

Möglicherweise lässt sich die strukturlose amorphe Laktose durch die Schlag-, Prall- und Reibbeanspruchung in der Kugelmühle leichter zerkleinern, als die kristalline Laktose.

Weiterhin spricht für diese Annahme die Tatsache, dass trotz höherer Krafteinwirkung aufgrund der zeitweise höheren Drehzahl bei der Zerkleinerung des Milchpulver-Kakaomasse-Gemischs mit kristalliner Laktose, insgesamt am größten ist und im Fall von KMP (C) DM auch den geringsten Feinanteil aufweist.

Dieser Trend zeigt sich auch bei den Walzenschokoladen, wo die amorphes Milchpulver enthaltenden Schokoladen die höchsten Feinanteile aufweisen.

4.1.6 Partikelgrößenverteilungen der mittels Kugelmühle mit nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladen sowie der nachgescherten Schokoladen

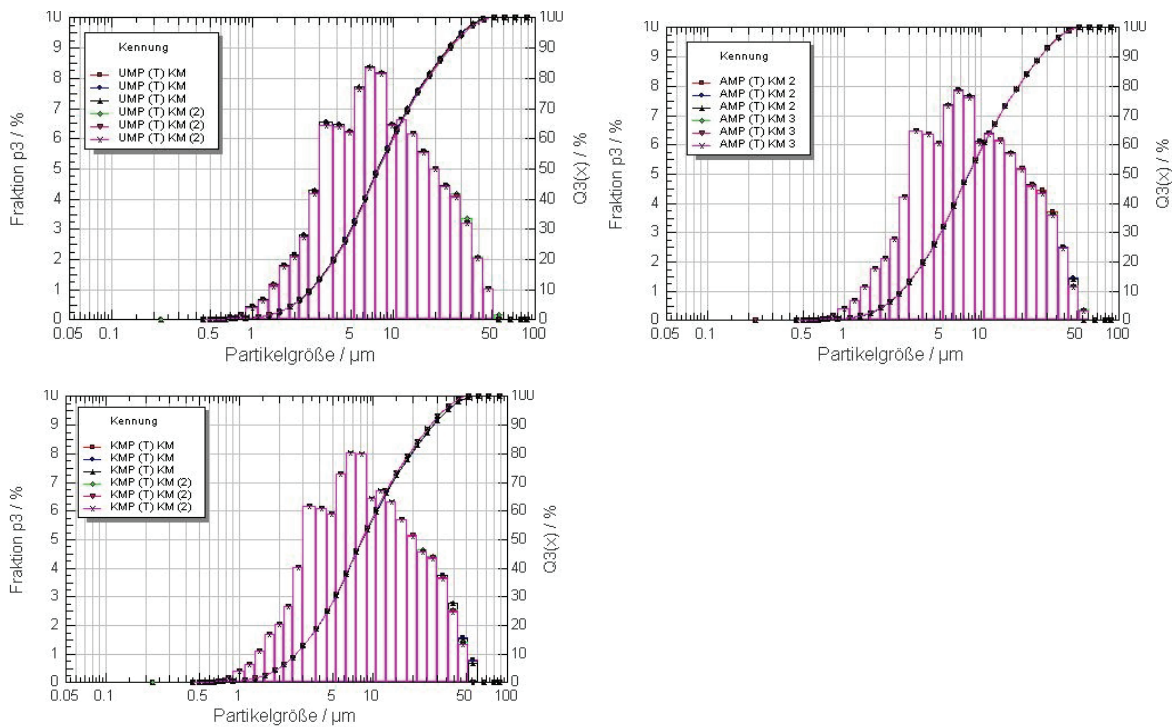


Abb. 18: Partikelgrößenverteilungs- und Summenkurven der in der Kugelmühle mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokolade

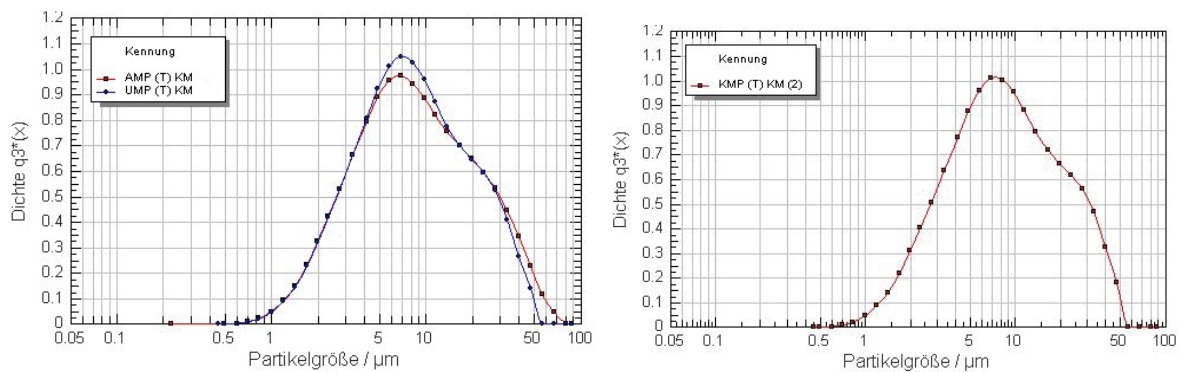


Abb. 19: Dichteverteilungskurven der in der Kugelmühle mit amorphem, „undefiniertem“ und kristallinem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladen

Wie aus den Abbildungen 18 und 19 ersichtlich, konnte bei der Zerkleinerung der Schokoladenmassen in der Kugelmühle trotz Durchführung einer zweistufigen Zerkleinerung nicht die gewünschte bimodale Partikelgrößenverteilung erzielt werden. Lediglich eine leichte Wölbung der Kurve ist erreicht worden. Dies bedeutet jedoch, dass zu wenig feine und grobe, dafür aber zu viele mittlere Partikel vorhanden sind.

Alle drei Schokoladen weisen den höchsten Peak bei 6-7 μm auf, welcher bei UMP (T) KM einen Anteil von 8,5 % und bei AMP (T) KM und KMP (T) KM jeweils von ca. 8 % erreicht. KMP (T) KM weist die breiteste und gröbste Verteilung auf. Die engste Partikelgrößenverteilung sowie insgesamt die feinste Zerkleinerung ist bei UMP (T) KM zu verzeichnen. Da diese Schokolade in der zweiten Zerkleinerungsstufe versehentlich mit 17,5 kg, statt 15 kg großen Kugeln gemahlen wurde, kann hier die Ursache für den höheren Feinanteil sowie die engere Partikelverteilungsbreite liegen.

Die Zerkleinerungszeit war bei AMP (T) KM und KMP (T) KM mit 45 und 46 Minuten bei einer Drehzahl entsprechend 25 Hz fast gleich. Für UMP (T) KM wurden aufgrund der höheren Kugelmenge nur 25 Minuten bei 25 Hz zur Zerkleinerung benötigt (siehe Tab. 38, 42 u. 46 im Anhang ab S. 73).

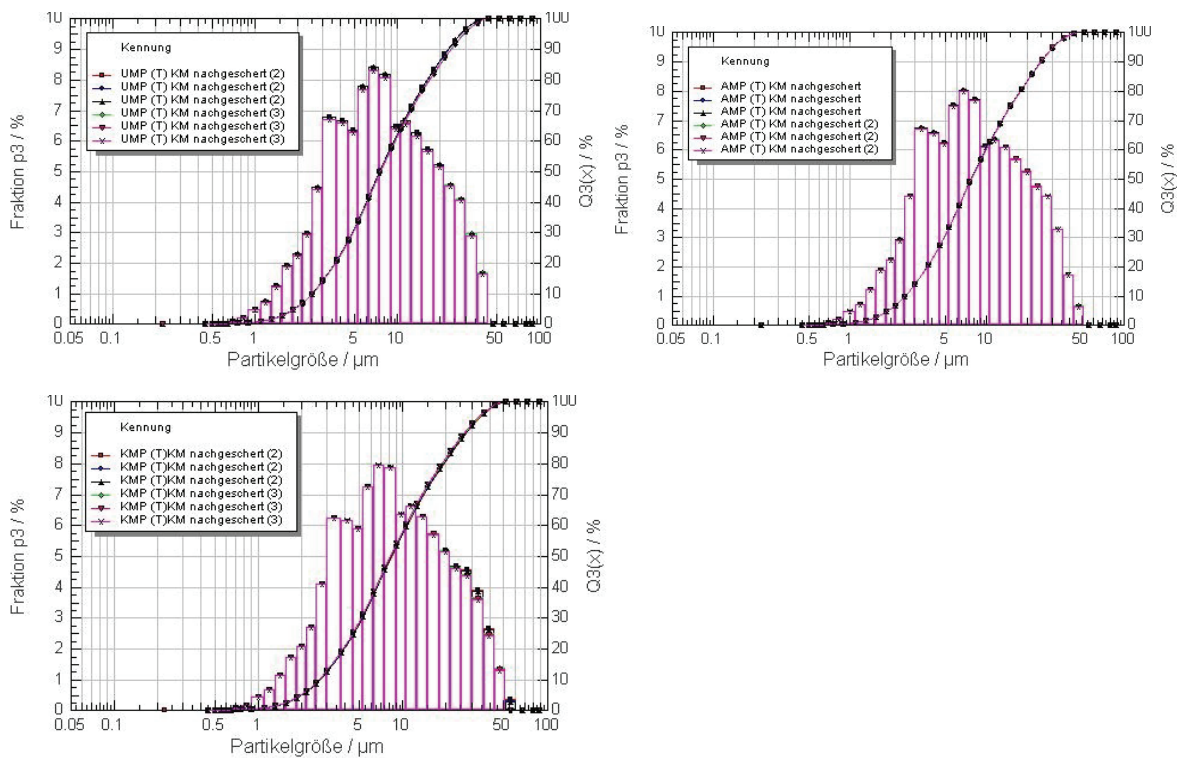


Abb. 20: Partikelgrößenverteilungs- und Summenkurven der in der Kugelmühle mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchkpulver hergestellten, nachgescherten Schokolade

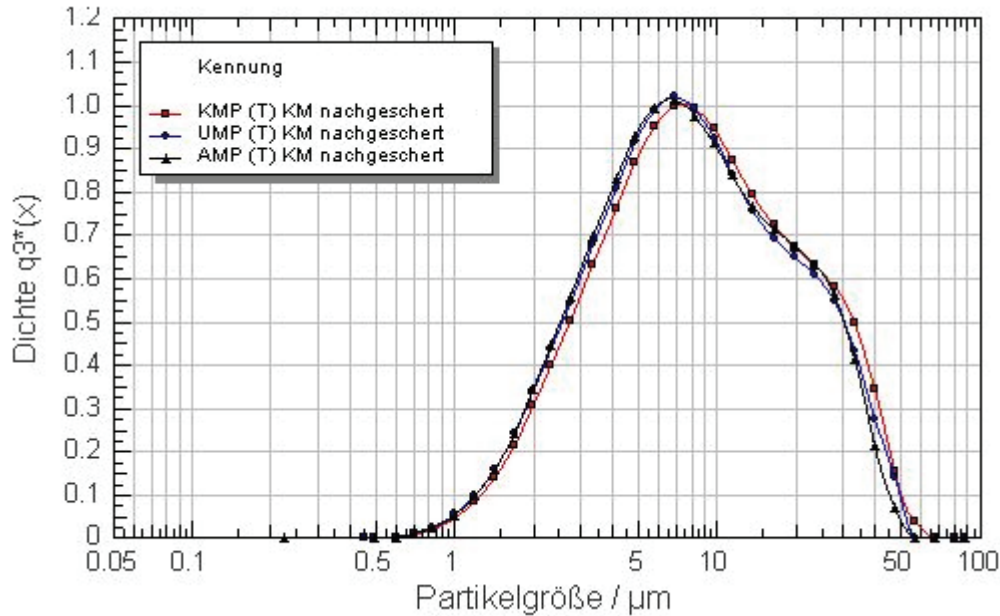


Abb. 21: Dichteverteilungskurven der in der Kugelmühle mit kristallinem, „undefiniertem“ und amorphem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten, nachgescherten Schokoladen

Wie in den Abbildungen 20 und 21 erkennbar, wurden die Partikel bei allen Schokoladen durch das Nachscheren weiter zerkleinert, bzw. eventuell bestehende Agglomerate aufgebrochen, sodass sich die spezifischen Oberflächen erhöht haben. Außerdem wurde die Verteilungsbreite der Partikel enger.

Der Nachschereffekt war bei UMP (T) KM und AMP (T) KM in etwa gleich groß, wobei sich die spezifische Oberfläche jeweils um $0,04 \text{ m}^2/\text{cm}^3$ vergrößert hat, was den Tabellen 22 und 23 entnommen werden kann. Auf KMP (T) KM war die Auswirkung des Nachscherens nur sehr gering.

Tab. 22: Mittelwerte und Standardabweichungen der Partikelgrößen der mit im Trockenschrank nachgetrockneten Milchpulvern in der Kugelmühle hergestellten Schokoladen

Probe	X10 [µm]	Stabw	X16 [µm]	Stabw	X50 [µm]	Stabw	X84 [µm]	Stabw	X90 [µm]	Stabw	X99 [µm]	Stabw
UMP (T) KM*	2,63	0,02	3,34	0,03	7,87	0,07	20,28	0,31	25,44	0,46	42,79	0,73
UMP (T) KM _n	2,55	0,01	3,23	0,02	7,59	0,07	19,09	0,43	23,69	0,58	38,10	1,20
AMP (T) KM	2,65	0,01	3,36	0,01	8,14	0,03	21,75	0,07	27,49	0,08	46,00	0,74
AMP (T) KM _n	2,57	0,00	3,25	0,00	7,77	0,02	20,46	0,09	25,30	0,10	41,66	0,25
KMP (T) KM	2,69	0,00	3,44	0,01	8,37	0,06	22,31	0,58	28,26	0,79	47,75	2,48
KMP (T) KM _n	2,69	0,03	3,43	0,04	8,35	0,09	22,08	0,39	27,81	0,43	45,94	0,72

* wurde mit 17,5 kg großen Kugeln zerkleinert

Tab. 23: Spezifische Oberfläche, relative Breite und Span der mit im Trockenschrank nachgetrockneten Milchpulvern in der Kugelmühle hergestellten Schokoladen

Probe	Spez. Oberfl. [m^2/cm^3]	Stabw.	rel. Breite	Span
UMP (T) KM	1,06	0,01	9,67	2,90
UMP (T) KM n	1,10	0,01	9,29	2,78
AMP (T) KM	1,04	0,00	10,38	3,05
AMP (T) KM n	1,08	0,00	9,84	2,93
KMP (T) KM	1,02	0,01	10,50	3,06
KMP (T) KM n	1,03	0,01	10,36	3,01

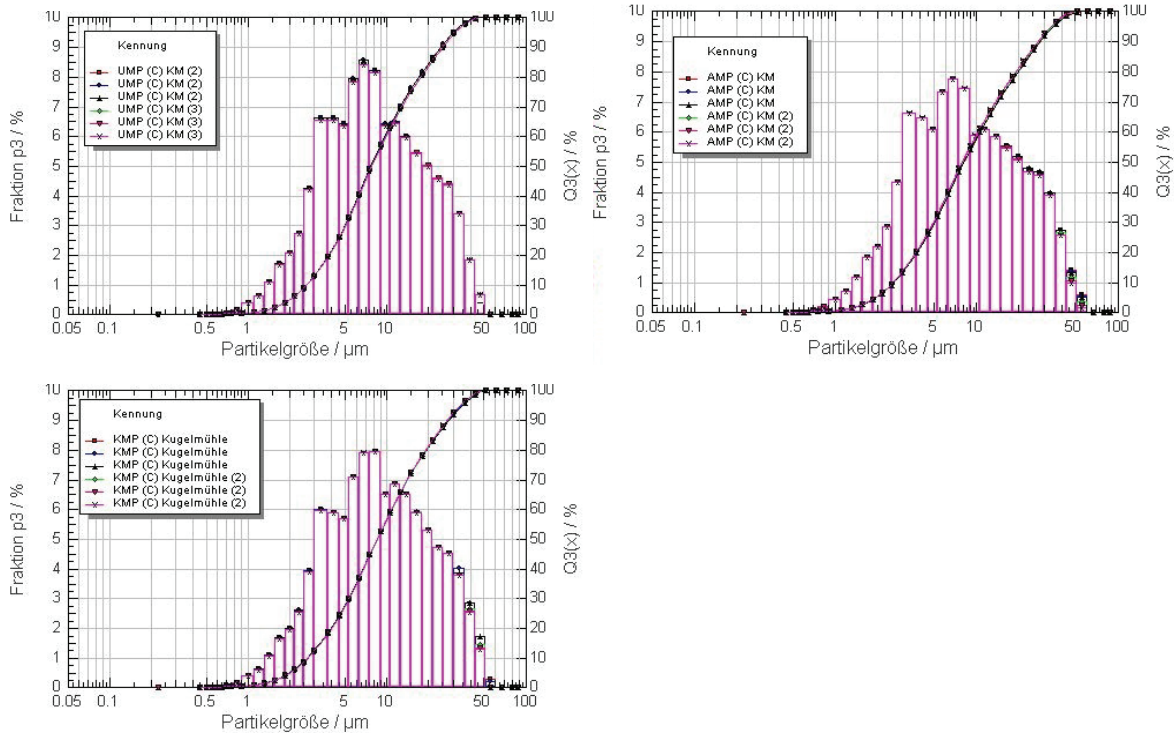


Abb. 22: Partikelgrößenverteilungs- und Summenkurven der in der Kugelmühle mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokolade

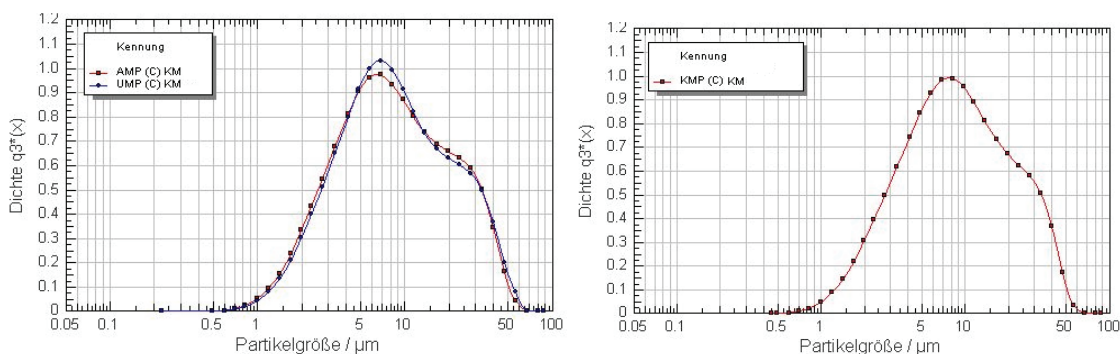


Abb. 23: Dichteverteilungskurven der in der Kugelmühle mit amorphem, „undefiniertem“ und kristallinem in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladen

Anhand der Abbildungen 22 und 23 ist zu erkennen, dass im Gegensatz zu den mit im Trockenschrank nachgetrockneten Milchpulvern in der Kugelmühle zerkleinerten Schokoladenmassen bei den mit in der Conche nachgetrockneten Milchpulvern hergestellten Schokoladen schon ein etwas ausgeprägterer bimodaler Ansatz vorhanden ist.

Der höchste Peak bei allen Schokoladen liegt ebenfalls bei 6-7 μm und erreicht bei UMP (C) KM 8,5 % und bei AMP (C) KM und KMP (C) KM ca. 8 %.

Auch hier weist UMP (C) KM die engste Partikelgrößenverteilung auf, ist jedoch auch insgesamt etwas feiner.

Bei Partikelgrößen unter 4 μm ist bei AMP (C) KM der Anteil am höchsten, jedoch ab 4 μm weist UMP (C) KM einen höheren Anteil bei den feinen Partikeln auf und besitzt somit auch die größte spezifische Oberfläche.

Mit 40 und 43 Minuten bei 25 Hz für KMP (C) KM und AMP (C) KM ist die Zerkleinerungszeit hier nur geringfügig kürzer, als bei den Schokoladen mit Milchpulver aus dem Trockenschrank. Für UMP (C) KM wurde mit 32 Minuten bei 25 Hz mit Abstand am wenigsten Zerkleinerungszeit benötigt (siehe Tab. 36, 40 u. 44 im Anhang ab S. 73).

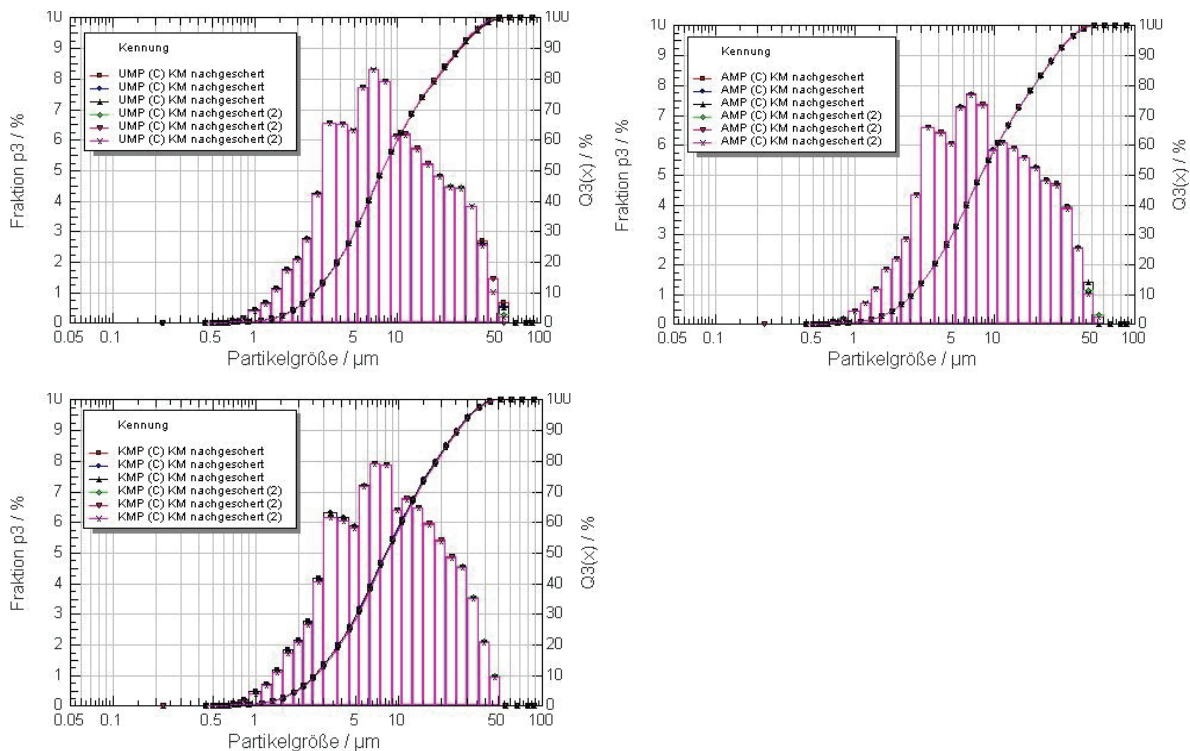


Abb. 24: Partikelgrößenverteilungs- und Summenkurven der in der Kugelmühle mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten, nachgescherten Schokolade

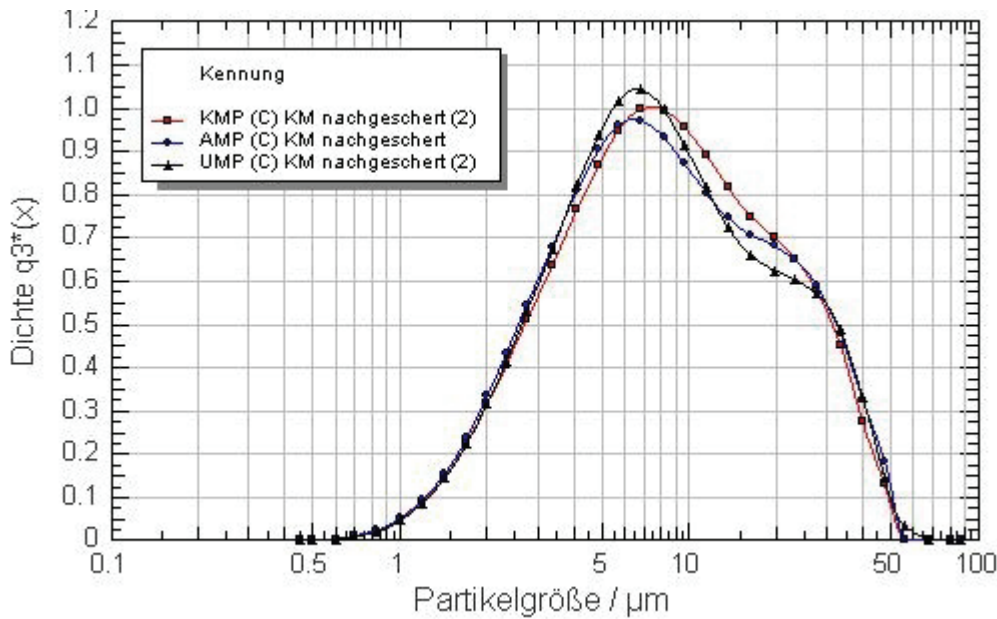


Abb. 25: Dichteverteilungskurven der in der Kugelmühle mit amorphem, „undefiniertem“ und kristallinem in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten, nachgescherten Schokoladen

Der Einfluss des Nachscherens auf die Partikelgrößenverteilung dieser drei Schokoladen war ziemlich verschieden. Bei AMP (C) KM zeigt sich die geringste Auswirkung. Dahingegen sind bei UMP (C) KM teilweise höhere Partikelgrößen, eine Senkung der spezifischen Oberfläche um $0,01 \text{ m}^2/\text{cm}^3$ und eine breitere Verteilung der Partikel zu verzeichnen. Im Bereich der feinen Partikel bis ca. $9 \mu\text{m}$ ist die Auswirkung des Nachscherens bei KMP (C) KM am größten sowie auch die Zunahme der spezifischen Oberfläche um $0,03 \text{ m}^2/\text{cm}^3$.

Tab. 24: Mittelwerte und Standardabweichungen der Partikelgrößen der mit in der Conche nachgetrockneten Milchpulvern in der Kugelmühle hergestellten Schokoladen

Probe	X10 [µm]	Stabw	X16 [µm]	Stabw	X50 [µm]	Stabw	X84 [µm]	Stabw	X90 [µm]	Stabw	X99 [µm]	Stabw
UMP (C) KM	2,67	0,01	3,37	0,01	7,77	0,07	20,26	0,36	25,29	0,41	41,52	0,55
UMP (C) KM n	2,65	0,01	3,36	0,02	7,88	0,02	21,95	0,26	27,99	0,42	47,11	1,93
AMP (C) KM	2,61	0,02	3,31	0,03	8,11	0,12	22,66	0,47	28,41	0,53	47,10	1,97
AMP (C) KM n	2,60	0,01	3,29	0,00	8,06	0,02	22,30	0,14	27,86	0,16	45,21	0,71
KMP (C) KM	2,72	0,02	3,49	0,02	8,56	0,02	22,40	0,22	28,19	0,35	45,98	0,60
KMP (C) KM n	2,64	0,04	3,37	0,05	8,26	0,10	21,15	0,21	26,23	0,35	42,84	0,42

Tab. 25: Spezifische Oberfläche, relative Breite und Span der mit in der Conche nachgetrockneten Milchpulvern in der Kugelmühle hergestellten Schokoladen

Probe	Spez. Oberfl. [m^2/cm^3]	Stabw.	rel. Breite	Span
UMP (C) KM	1,06	0,01	9,48	2,91
UMP (C) KM n	1,05	0,00	10,56	3,22
AMP (C) KM	1,05	0,01	10,89	3,18
AMP (C) KM n	1,06	0,00	10,73	3,13
KMP (C) KM	1,01	0,01	10,36	2,97
KMP (C) KM n	1,04	0,02	9,96	2,86

4.1.7 Vergleich der mittels Kugelmühle hergestellten Schokoladen

Bei den in der Kugelmühle zerkleinerten Schokoladen weisen die amorphen und kristallinen Milchpulver enthaltenden Schokoladen mit X90-Werten von 28,41 μm , 27,49 μm , 28,19 μm und 28,26 μm fast die gleiche Feinheit auf, während die „undefiniertes“ Milchpulver enthaltenden Schokoladen mit X90-Werten von 25,29 μm und 25,44 μm feiner zerkleinert sind. Damit zeigt sich hier ein starker Gegensatz zur Walzenzerkleinerung, wo die mit „undefiniertem“ Milchpulver hergestellten Schokoladen immer deutlich am größten waren.

4.2 Fließverhalten der Schokoladenschmelzmassen

Aufgrund der bei der Zerkleinerung der Partikel erreichten Partikelgrößen und der sich daraus ergebenden Packungsdichte der Teilchen, was die Menge des frei verfügbaren Fettes beeinflusst, weisen die Schokoladen jeweils spezifische Fließgrenzen und Viskositäten auf. In der nachstehenden Tabelle sind die jeweils erreichten Fließgrenzen und Viskositäten angegeben.

Die nachfolgenden Abbildungen zeigen die Fließkurven der Schokoladenschmelzmassen, welche sich durch das Auftragen der gemessenen Schubspannungen über den wachsenden Scherraten von 1 bis 60 s^{-1} ergeben.

4.2.1 Fließeigenschaften der konventionell mit nicht nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladen

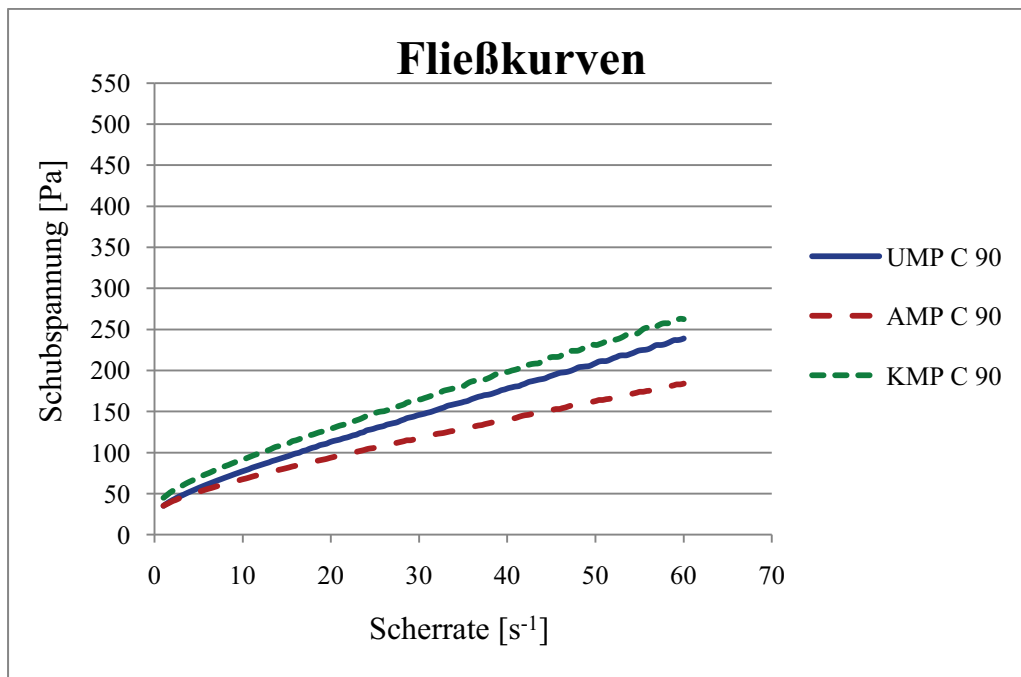


Abb. 26: Fließkurven der mit amorphem, kristallinem und „undefiniertem“ nicht nachgetrocknetem Milchpulver konventionell hergestellten Schokoladen

Tab. 26: Fließgrenzen und Viskositäten der konventionell mit nicht nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladenmassen berechnet nach verschiedenen Modellen

Modell	X90	Casson		Windhab		Tscheuschner	
		Fließgrenze τ_{CA} [Pa]	Grenzviskosität η_{CA} [Pas]	Reale Fließgrenze τ [Pa]	Grenzviskosität η [Pas]	Fließgrenze τ [Pa]	Grenzviskosität η [Pas]
UMP C 90	29,56	19,63	1,98	29,81	3,18	12,39	2,80
AMP C 90	23,24	22,24	1,28	31,22	2,25	20,66	1,83
KMP C 90	25,00	27,46	1,76	38,69	3,35	9,31	2,92

Tab. 27: Schubspannungen der konventionell mit nicht nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladenmassen bei konstanten Scherraten

Scherrate [s ⁻¹]	Schubspannung [Pa]		
	UMP C90	AMP C90	KMP C90
5	57,12	52,01	70,68
40	177,75	140,25	199,0

Alle in Abbildung 26 dargestellten Fließkurven weisen einen relativ flachen Verlauf auf, was für Schokoladen mit einer bimodalen, relativ breiten Partikelgrößenverteilung zu erwarten ist. Hier besteht die Möglichkeit, dass sehr feine Partikel die Zwischenräume zwischen groben

Partikeln ausfüllen und somit mehr freies Fett für den Fließvorgang zur Verfügung steht. Allerdings weist in diesem Fall die mit amorphem Milchpulver hergestellte Schokolade die am flachsten verlaufende Fließkurve auf, was im Gegensatz zu den Ergebnissen aus der Partikelgrößenverteilung steht. Danach hat AMP C90 den höchsten Feinanteil, die größte spezifische Oberfläche und die engste Partikelgrößenverteilung der drei Schokoladen und müsste demnach bei gleichem Fettgehalt auch die schlechtesten Fließeigenschaften aufweisen. Hier ist zu vermuten, dass versehentlich zu viel Fett in die Schokolade gelangt ist.

4.2.2 Fließeigenschaften der konventionell mit nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladen

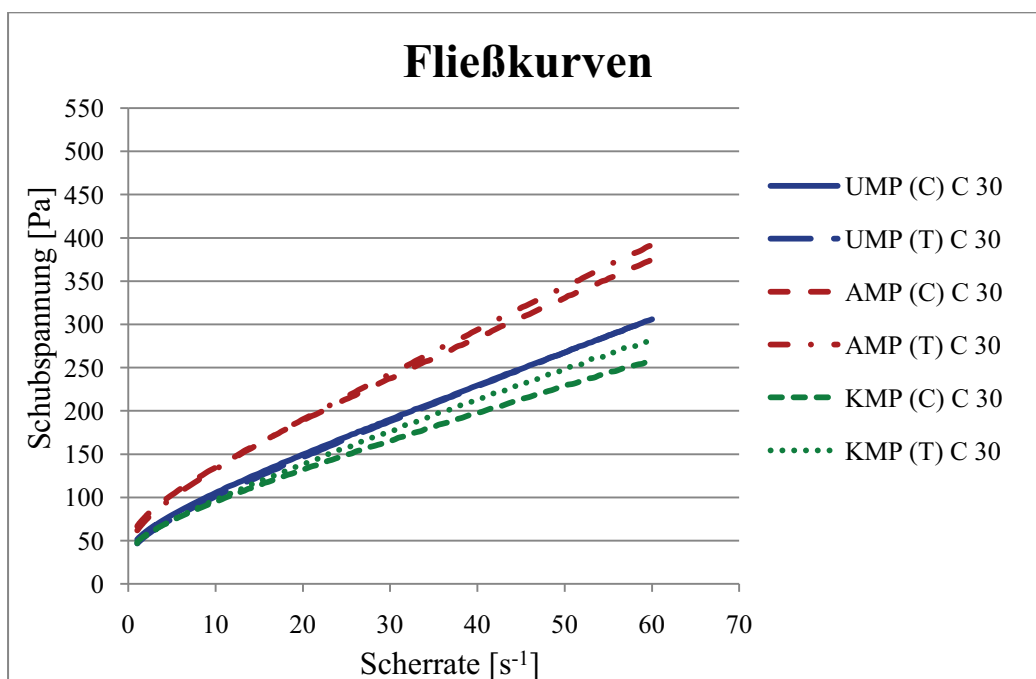


Abb. 27: Fließkurven der mit amorphem, kristallinem und „undefiniertem“ im Trockenschrank oder in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver konventionell hergestellten Schokoladen

Tab. 28: Fließgrenzen und Viskositäten der konventionell mit nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladenmassen berechnet nach verschiedenen Modellen

Modell	X90	Casson		Windhab		Tscheuschner	
		Fließgrenze τ_{CA} [Pa]	Grenzviskosität η_{CA} [Pas]	Reale Fließgrenze τ [Pa]	Grenzviskosität η [Pas]	Fließgrenze τ [Pa]	Grenzviskosität η [Pas]
UMP (C) C 30	28,29	30,87	2,31	44,56	3,90	20,47	3,35
UMP (T) C 30	33,46	23,18	2,65	35,82	4,19	6,50	3,78
AMP (C) C 30	23,43	41,78	2,71	57,69	4,64	26,30	3,87
AMP (T) C 30	24,25	36,43	3,09	52,30	5,09	10,07	4,47
KMP (C) C 30	23,24	31,31	1,78	43,72	3,08	31,85	2,81
KMP (T) C 30	24,52	28,14	2,15	40,83	3,58	23,74	2,99

Tab. 29: Schubspannungen der konventionell mit nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladenmassen bei konstanten Scherraten

Scherrate [s ⁻¹]	Schubspannung [Pa]					
	UMP (C) C30	UMP (T) C30	AMP (C) C30	AMP (T) C30	KMP (C) C30	KMP (T) C30
5	80,28	74,56	103,10	98,87	72,73	73,40
40	231,20	227,15	283,50	292,50	191,85	210,10

Die im Schnellconchierverfahren veredelten, mit amorphem Milchpulver hergestellten Schokoladen weisen deutlich den steilsten Verlauf der Fließkurven auf. Demgegenüber stehen die kristallinen Milchpulver enthaltenden Schokoladen, welche trotz vergleichbarer X90-Werte, spezifischer Oberfläche und Verteilungsbreite (vergl. Tab. 14-17 ab S. 43) deutlich bessere Fließeigenschaften aufweisen.

Dabei kann KMP (C) C30 trotz höherer spezifischer Oberfläche die gleiche niedrige Viskosität aufweisen, wie KMP C90 (vergl. Tab. 12-15 ab S. 42 u. Tab. 26 S. 57), während KMP (T) C30 einen etwas steileren Kurvenverlauf besitzt.

Die mit „undefiniertem“ Milchpulver hergestellten, schnellconchierten Schokoladen zeigen beide einen fast identischen Kurvenverlauf und weisen etwas schlechtere Fließeigenschaften auf, als die im Langconchierverfahren veredelte. Diese müssten jedoch aufgrund der hohen X90-Werte deutlich bessere Fließeigenschaften aufweisen. Hier zeigt sich eine Parallele zu den Ergebnissen von Bolenz et al. (2003b), wo ebenfalls eine mit Walzenmagermilchpulver hergestellte Schokolade schlechtere Fließeigenschaften zeigte, als solche mit Sprühmagermilchpulver.

Außer bei UMP (T) C30 zeigt sich ein Trend, dass die im Trockenschrank nachgetrocknetes Milchpulver enthaltenden Schokoladen schlechtere Fließeigenschaften aufweisen, als Schokoladen mit in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver.

4.2.3 Fließeigenschaften der mittels Kugelmühle hergestellten Schokoladen

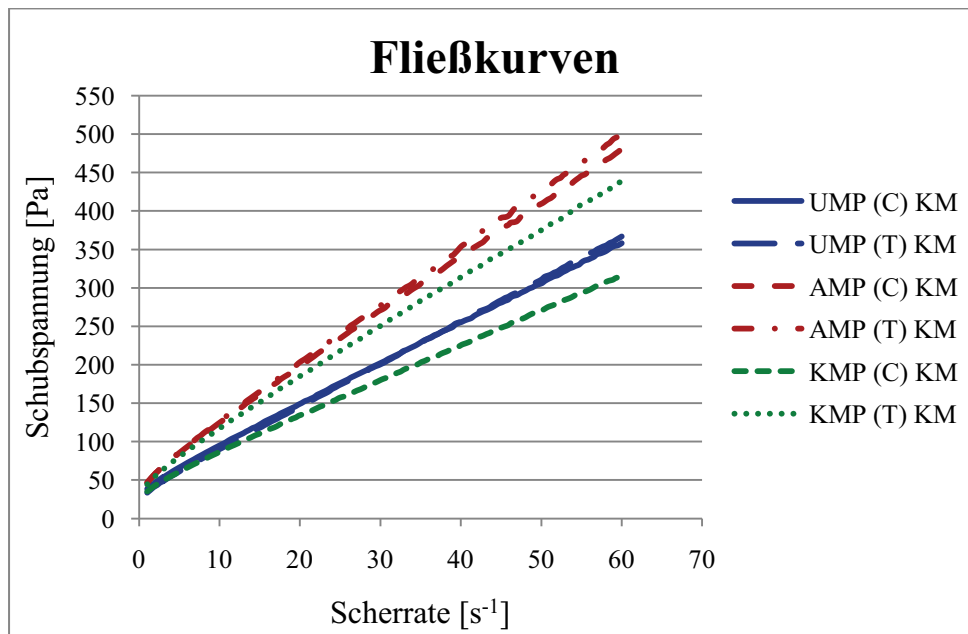


Abb. 28: Fließkurven der mit amorphem, kristallinem und „undefiniertem“ Milchpulver in der Kugelmühle hergestellten Schokoladen

Tab. 30: Fließgrenzen und Viskositäten der in der Kugelmühle hergestellten Schokoladenmassen berechnet nach verschiedenen Modellen

Modell	X90	Casson		Windhab		Tscheuschner	
		Fließgrenze τ_{CA} [Pa]	Grenzviskosität η_{CA} [Pas]	Reale Fließgrenze τ [Pa]	Grenzviskosität η [Pas]	Fließgrenze τ [Pa]	Grenzviskosität η [Pas]
UMP (C) KM	25,29	16,21	3,55	29,87	5,28	~	5,10
UMP (T) KM	25,44	12,51	3,88	24,37	5,55	~	5,40
AMP (C) KM	28,41	18,94	4,95	36,38	7,12	~	6,89
AMP (T) KM	27,49	18,04	5,25	34,84	7,49	~	7,24
KMP (C) KM	28,19	15,67	3,06	27,54	4,59	~	4,41
KMP (T) KM	28,26	18,68	4,46	35,43	6,36	23,23	5,90

~ konnte nicht berechnet werden

Tab. 31: Schubspannungen der in der Kugelmühle hergestellten Schokoladenmassen bei konstanten Scherraten

Scherrate [s ⁻¹]	Schubspannung [Pa]					
	UMP (C) KM	UMP (T) KM	AMP (C) KM	AMP (T) KM	KMP (C) KM	KMP (T) KM
5	67,18	60,61	84,78	85,43	61,14	97,83
40	257,00	256,60	339,80	351,65	227,85	312,40

Anhand der Abbildung 28 wird im Vergleich zu den Fließkurven in den Abbildungen 26 und 27 (ab S. 57) deutlich, dass die in der Kugelmühle zerkleinerten Schokoladenmassen schlechtere Viskositäten aufweisen, als die mittels Walzenzerkleinerung hergestellten Schokoladen. Dies ist vor allem darauf zurückzuführen, dass bei dieser Art der Zerkleinerung keine bimodale Partikelgrößenverteilung erzielt werden konnte. Deshalb fehlt hier der Vorteil des Fülleffektes der feinen Partikel in den Zwischenräumen der Grobfraction, sodass diese mit Fett gefüllt werden müssen, welches dann für den Fließvorgang nicht mehr zur Verfügung steht. Die Bedeutung dieses Fülleffektes für gute Fließigenschaften wird umso deutlicher, wenn berücksichtigt wird, dass bei engerer Partikelgrößenverteilung deutlich geringere spezifische Oberflächen vorliegen, wodurch der Fließvorgang begünstigt wird.

Weiterhin zeigt sich der positive Fülleffekt deutlich, wenn man die Kugelmühlenschokoladen untereinander betrachtet. Hier weisen UMP (C) KM und UMP (T) KM trotz niedrigster X90-Werte und größter spezifischer Oberfläche mit Ausnahme von KMP (C) KM die niedrigsten Viskositäten auf (vergl. Tab. 30).

Aus den Abbildungen 19 und 23 auf den S. 50 und 53, welche die Dichteverteilungskurven dieser Schokoladen darstellen, ist ersichtlich, dass die „undefiniertes“ Milchpulver enthaltenden Schokoladen den stärksten bimodalen Ansatz aufweisen. Die Schokoladen mit amorphem Milchpulver weisen die schlechtesten Fließigenschaften auf.

Der Trend, dass die Schokoladen, welche im Trockenschrank nachgetrocknetes Milchpulver enthalten, schlechtere Fließigenschaften aufweisen, lässt sich auch hier wieder erkennen.

Aufgrund der geringeren spezifischen Oberflächen der Kugelmühlenschokoladen sind die Fließgrenzen bei allen Proben niedriger, als bei den Walzenschokoladen, da sich so weniger Kontaktmöglichkeiten der Partikel untereinander ergeben und es weniger zur Ausbildung von Strukturen kommt, die für den Fließbeginn aufgebrochen werden müssen.

4.2.4 Fließeigenschaften der mittels Kugelmühle hergestellten, nachgescherten Schokoladen

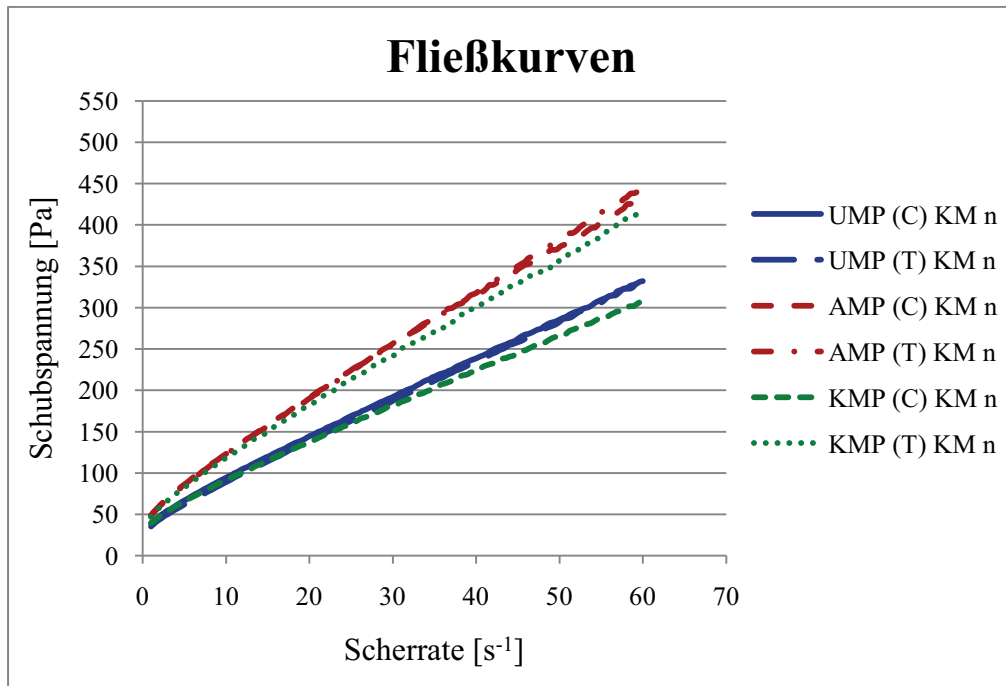


Abb. 29: Fließkurven der mit amorphem, kristallinem und „undefiniertem“ Milchpulver in der Kugelmühle hergestellten, nachgescherten Schokoladen

Tab. 32: Fließgrenzen und Viskositäten der in der Kugelmühle hergestellten, nachgescherten Schokoladenmassen berechnet nach verschiedenen Modellen

Modell	X90	Casson		Windhab		Tscheuschner	
		Fließgrenze τ_{CA} [Pa]	Grenzviskosität η_{CA} [Pas]	Reale Fließgrenze τ [Pa]	Grenzviskosität η [Pas]	Fließgrenze τ [Pa]	Grenzviskosität η [Pas]
UMP (C) KM n	27,99	18,60	3,14	31,13	4,77	~	4,54
UMP (T) KM n	23,69	15,26	3,28	27,32	4,86	~	4,68
AMP (C) KM n	27,86	22,77	4,28	38,07	6,11	33,11	4,80
AMP (T) KM n	25,30	21,65	4,42	35,37	6,51	~	6,18
KMP (C) KM n	26,23	19,32	2,81	31,80	4,29	18,13	3,91
KMP (T) KM n	27,81	21,84	4,08	35,79	5,98	8,27	5,63

~ konnte nicht berechnet werden

Tab. 33: Schubspannungen der in der Kugelmühle hergestellten, nachgescherten Schokoladenmassen bei konstanten Scherraten

Scherrate [s ⁻¹]	Schubspannung [Pa]					
	UMP (C) KM n	UMP (T) KM n	AMP (C) KM n	AMP (T) KM n	KMP (C) KM n	KMP (T) KM n
5	70,04	63,02	91,24	91,14	65,88	87,74
40	249,60	242,05	334,60	338,55	229,25	323,80

Tab. 34: Auswirkungen des Nachscherens auf die Fließeigenschaften der Schokoladen

Modell	Casson		Windhab		Tscheuschner	
	Δ Fließgrenze τ_{CA} [Pa]	Δ Grenzviskosität η_{CA} [Pas]	Δ Reale Fließgrenze τ [Pa]	Δ Grenzviskosität η [Pas]	Δ Fließgrenze τ [Pa]	Δ Grenzviskosität η [Pas]
UMP (C) KM	2,39	-0,41	1,26	-0,51	-	-0,56
UMP (T) KM	2,75	-0,60	2,95	-0,69	-	-0,72
AMP (C) KM	3,83	-0,67	1,69	-1,01	-	-2,09
AMP (T) KM	3,61	-0,83	0,53	-0,98	-	-1,06
KMP (C) KM	3,65	-0,25	4,26	-0,30	-	-0,50
KMP (T) KM	3,16	-0,38	0,36	-0,38	-14,96	-0,27

- keine Werte zur Berechnung vorhanden

In der Abbildung 29 sind die nachgescherten Kugelmühlenschokoladen dargestellt.

Ein Vergleich mit Abbildung 28 (S. 60) macht deutlich, dass durch das Nachscheren die Fließeigenschaften der Schokoladen verbessert werden konnten.

In der Tabelle 34 ist die Änderung der Werte für die Fließgrenzen und Viskositäten durch das Nachscheren angegeben. Die Fließgrenzen werden um 2,39 – 3,83 Pa erhöht und die Viskositäten können um 0,25 – 0,83 Pas gesenkt werden (Casson-Werte).

Es zeigt sich, dass die Viskosität der amorphen Milchpulver enthaltenden Schokolade am meisten und die Viskosität der Schokolade mit kristallinem Milchpulver am wenigsten abgesenkt wird. Eventuell zeigen sich kristalline Laktosepartikel stabiler gegen Schereinwirkungen, als amorphe.

Das Nachscheren führt aufgrund der hohen mechanischen Beanspruchung der Partikel zu abgerundeteren, glatteren Partikeloberflächen sowie zur weiteren Zerkleinerung bzw. zur Trennung von Agglomeraten. Dadurch kann die Packungsdichte der Partikel erhöht werden, wodurch mehr freies Fett für den Fließvorgang zur Verfügung steht, was die Viskosität senkt.

Es ergibt sich ein leichter Anstieg der Fließgrenze, da aufgrund der höheren Packungsdichte Strukturbildungen der Partikel untereinander gefördert werden, die mit höherer Krafteinwirkung aufgelöst werden müssen, bevor die Schokolade zu fließen beginnt. Des Weiteren wird durch den leichten Zerkleinerungseffekt die spezifische Oberfläche etwas erhöht.

5 Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurde der Einfluss der Laktosestruktur (amorph oder kristallin) im für die Milkschokoladenherstellung eingesetzten Milchpulver untersucht.

Dafür wurden Schokoladen mit der konventionellen Walzenzerkleinerung und anschließendem Conchieren sowie in der Kugelmühle hergestellt.

Dabei wurden zwei Sprühmagermilchpulver mit 75 % amorpher sowie mit 80 % kristalliner Laktose und ein Walzenmagermilchpulver mit unbekanntem Gehalten an amorpher und kristalliner Laktose eingesetzt.

Das für die im Schnellconchierverfahren veredelten und in der Kugelmühle zerkleinerten Schokoladen benötigte, auf unter 1 % Feuchtigkeit getrocknete Milchpulver wurde im Trockenschrank oder in der Conche nachgetrocknet.

Somit ergaben sich für die drei Milchpulver jeweils zwei Trocknungsverfahren und drei verschiedene Methoden der Schokoladenherstellung (Langconchieren, Schnellconchieren und Kugelmühle), sodass insgesamt 15 Schokoladen hergestellt wurden.

Die Herstellungsbedingungen wurden für alle auf die gleiche Weise hergestellten Schokoladen so identisch wie möglich gehalten, um eine gute Vergleichbarkeit zu erzielen. Dennoch ist darauf hinzuweisen, dass alle Schokoladen nur ein Mal hergestellt wurden und es keine Erkenntnisse über die Wiederholbarkeit der hier erzielten Ergebnisse gibt.

Erwartungsgemäß ergab sich bei der Walzenzerkleinerung bei allen Schokoladen eine bimodale Partikelgrößenverteilung, welche tendenziell bei der amorphes Milchpulver enthaltenden Schokolade am wenigsten ausgeprägt war. Unter allen konventionell hergestellten Schokoladen weisen jeweils die Schokoladen mit amorphem Milchpulver die höchsten Feinanteile und somit die höchsten spezifischen Oberflächen auf. Die mit dem „undefinierten“ Milchpulver hergestellten Schokoladen dahingegen sind am größten. Hier wird ein Einfluss der Walzentrocknung des „undefinierten“ Milchpulvers angenommen, welches im Gegensatz zur Sprühtrocknung der beiden anderen Milchpulver eher zu verdichteten Partikeln, anstelle poröser führt, so dass diese durch die Walzenzerkleinerung nicht mehr so fein gemahlen werden können.

Bei den Fließeigenschaften weisen die kristallines Milchpulver enthaltenden Schokoladen die niedrigsten Viskositäten auf, während Schokoladen mit amorphem Milchpulver die höchsten haben. Hier zeigt sich außerdem eine Tendenz, dass im Trockenschrank nachgetrocknete Milchpulver zu steileren Fließkurven führen können.

Die in der Kugelmühle hergestellten Schokoladen weisen trotz des zweistufigen Mahlverfahrens, wobei zunächst Milchpulver- und Kakaopartikel so fein wie möglich und anschließend die Zuckerpartikel auf eine Endgröße von ca. 28 μm zerkleinert wurden, nicht die gewünschte bimodale Partikelgrößenverteilung, sondern höchstens einen leichten Ansatz auf. Dementsprechend tritt auch der gewünschte „Fülleffekt“ der Zwischenräume von groben Partikeln mit Feinen nicht ein, sodass die Viskositäten dieser Schokoladen höher sind, als die der konventionell hergestellten Schokoladen.

Die Kugelmühlenschokoladen weisen jedoch aufgrund der geringeren spezifischen Oberflächen niedrigere Fließgrenzen auf, als die Walzenschokoladen.

In der ersten Stufe der Kugelmühlengerückverfeinerung bei der Mahlung der Milchpulver-Kakaomasse-Gemische ergeben sich die höchsten Feinanteile bei den Mischungen mit amorphem Milchpulver, während die Mischungen mit kristallinem Milchpulver etwas gröber sind, als die mit „undefiniertem“ Milchpulver.

Nach der zweiten Zerkleinerungsstufe weisen die Schokoladen mit „undefiniertem“ Milchpulver den höchsten Feinanteil auf, haben jedoch auch einen um ca. 3 μm niedrigeren X90-Wert, als die anderen Schokoladen.

Bei den nach dem X90-Wert gut miteinander vergleichbaren Schokoladen mit amorphem und kristallinem Milchpulver weisen die amorphes Milchpulver enthaltenden Schokoladen die höheren Feinanteile auf.

Die besten Fließeigenschaften besitzen die mit in der Conche getrocknetem kristallinem Milchpulver hergestellten Schokoladen, die schlechtesten weisen die amorphes Milchpulver enthaltenden Schokoladen auf. Ebenfalls zeigt sich hier, dass die im Trockenschrank nachgetrocknetes Milchpulver enthaltenden Schokoladen steilere Fließkurven aufweisen.

Es lässt sich anhand der Versuche gut erkennen, dass die Struktur der Laktose im Milchpulver einen Einfluss auf die Partikelgrößenverteilung und die Fließeigenschaften einer Schokolade hat. Amorphes Milchpulver in Schokoladen führt zu höheren Feinanteilen, sowie hohen Viskositäten und Fließgrenzen. Außerdem zeigt sich, dass das kristalline Milchpulver durchaus zu besseren Ergebnissen bei Viskosität und Fließgrenze führt, als das „undefinierte“.

Abstract

The objective of this research work is to investigate the effect of the structure of lactose (amorphous or crystalline) in milk powder for chocolates on their particle size distribution and flow properties.

Three milk powders with high amounts of amorphous and high amounts of crystalline lactose, both spray-dried, as well as a powder with unknown amounts, which is roller-dried, were used to process chocolates on the roller mill and in the ball mill.

To process the chocolates in the fast conching process and in the ball mill the milk powders were dried in the conche as well as in the drying oven, to prove whether the method of drying has an impact on the chocolate properties.

It turned out that the chocolates which contained the amorphous milk powder reached the highest amount of fine particles while those with crystalline milk powder were least fine.

The research revealed that chocolates with crystalline milk powder show the best flow properties, while for chocolates with amorphous milk powder they are worst.

Furthermore there is a tendency, that flow properties of chocolates that contain milk powders which were dried in the drying oven are worse than those of chocolates with milk powder that was dried in the conch.

Literaturverzeichnis

- Afoakwa, E. O.; Paterson A.; Fowler, M.: Effects of particle size distribution and composition on rheological properties of dark chocolate. European Food Research and Technology: 2007
- Aguilar, C. A.; Ziegler, G. R.: Physical and Microscopic Characterization of Dry Whole Milk with Altered Lactose Content. Effect of Lactose Crystallization. Journal of Dairy Science: 1994
- Beckett, S.T.: Industrial Chocolate Manufacture and Use. 3. Aufl. Malden: Blackwell, 1999
- Beckett, S.T.: Industrial Chocolate Manufacture and Use. 4. Aufl. Malden: Blackwell, 2009
- Beckett, S.T.: Moderne Schokoladentechnologie: Rohstoffe, Verfahrenstechnik, Qualitätskontrolle, Marketing. 76. Aufl. Hamburg: Behrs, 1990
- Beckett, S.T.: The science of chocolate. 2. Aufl. Cambridge: RSC Publishing, 2008.
- Belitz, H.D.; Grosch, W.; Schieberle, P.: Lehrbuch der Lebensmittelchemie. 6. Aufl. Berlin: Springer, 2007
- Bolenz, S.; Amtsberg, K; Lipp, E.: New concept for fast continuous conching of milk chocolate. European Food Research and Technology: 2005
- Bolenz, S.; Kutschke E.; Lipp, E.: Using extra dry milk ingredients for accelerated conching of milk chocolate. European Food Research and Technology: 2008
- Bolenz, S.; Kutschke E.: Verfahren zur Schokoladenherstellung mit Aufbereitung von Milchpulver. EP 1 880 615 A2: 2007
- Bolenz, S.; Thiessenhusen, T; Schäpe, R.: Fast conching for milk chocolate. European Food Research and Technology: 2003a
- Bolenz, S.; Thiessenhusen, T; Schäpe, R.: Influence of milk components on properties and consumer acceptance of milk chocolate. European Food Research and Technology: 2003b
- Franke, K.; Heinzelmann, K.; Tscheuschner, H. D.: Strukturbildungsprozesse bei der Schokoladenherstellung: Feststoffkomponente Milchpulver als Feuchtelieferant. Zucker- und Süßwarenwirtschaft: 2002
- Franke, K.; Heinzelmann, K.: Optimierung der Eigenschaften von Sprühmilchpulvern für die Anwendung in Schokolade - Teil I. Süßwaren, Technik und Wirtschaft: 2006
- Heiss R.: Lebensmitteltechnologie : biotechnologische, chemische, mechanische und thermische Verfahren der Lebensmittelverarbeitung. 6. völlig überarbeitete Aufl. Berlin: Springer, 2004
- Hemming, W.: Verfahrenstechnik. 9.Aufl. Würzburg: Vogel Buchverlag, 2004
- Heuer, A.: 2. Studienarbeit: Flüssigzerkleinerung von Schokoladenmasse mittels Kugelmühle. HS Neubrandenburg: 2008

Jakob, J.: 2. Studienarbeit: Zerkleinerung von Senf und Schokolade mittels Kugelmühle. HS Neubrandenburg: 2008

Kleinert, J.: Handbuch der Kakaoverarbeitung und Schokoladenherstellung. 1. Aufl. Hamburg: Behrs, 1997

Krömker, V. (Hrsg.): Kurzes Lehrbuch Milchkunde und Milchhygiene. 1. Aufl. Stuttgart: Parey, 2007

Krüger, M.: 2. Studienarbeit: Zerkleinerung von Milkschokolade mittels Laborkugelmühle. HS Neubrandenburg: 2007

Liang, B.; Hartel, R. W.: Effects of Milk Powders in Milk Chocolate. Journal of Dairy Science: 2004

Lucisano, M.; Casiraghi, E.; Mariotti, M.: Influence of formulation and processing variables on ball mill refining of milk chocolate. European Food Research and Technology: 2006

Mezger, T.: Das Rheologie-Handbuch: Für Anwender von Rotations- und Oszillations-Rheometern. Hannover: Vincentz, 2000

Nowak, M.: 2. Studienarbeit: Abhängigkeit der Partikelgrößenverteilung von bitterer Schokolade. HS Neubrandenburg: 2008

Schramm G.: Einführung in die Rheologie. 2. Aufl. Karlsruhe: Haake, 2000

Schubert, H.: Handbuch der Mechanischen Verfahrenstechnik- Band 1. 1.Aufl. Weinheim: Wiley-VHC, 2003

Schwedt, G.: Analytische Chemie: Grundlagen, Methoden und Praxis. Stuttgart: Thieme, 1995

Stieß, M.: Mechanische Verfahrenstechnik 2. 1.Aufl. Heidelberg: Springer, 1994

Tscheuschner, H.-D.: Grundzüge der Lebensmitteltechnik. 4. Aufl. Hamburg: Behrs, 2004
Verband der Lebensmitteltechnologien e.V.: Sauergemüse und Feinkost. 1. Aufl. Filderstadt: VLT e.V., 1986

Weipert, D.; Tscheuschner H. D.; Windhab, E.: Rheologie der Lebensmittel. 1. Aufl. Hamburg: Behrs, 1993

Wiener & Co: Verfahren und Vorrichtung zum Mischen von Material und Zerkleinern seiner Bestandteile im Umlauf. DT 1902778 Amsterdam: 1970

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

Internetquellen

http://www.dlwt.boku.ac.at/uploads/media/MTSkriptum_01.pdf; 18.12.2009

Abbildungsverzeichnis

Abb. 1:	Schematische Darstellung verschiedener Partikelgrößenverteilungen	11
Abb. 2:	Aufbau einer vertikalen Rührwerkskugelmühle der Firma Lipp	21
Abb. 3:	Wiener Anlage mit einer Umwälzung durch die Kugelmühle	22
Abb. 4:	Technikums-Dreiwalzwerk	25
Abb. 5:	Versuchsaufbau zur Zerkleinerung mittels Kugelmühle	26
Abb. 6:	Schematische Darstellung des Messprinzips eines Laserbeugungsspektrometers	34
Abb. 7:	Aufbau eines koaxialen Rheometers	38
Abb. 8:	Partikelgrößenverteilungs- und Summenkurven der konventionell mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem nicht nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladen	40
Abb. 9:	Dichteverteilungskurven der konventionell mit nicht nachgetrockneten Milchpulvern hergestellten Schokoladen	41
Abb. 10:	Partikelgrößenverteilungs- und Summenkurven der konventionell mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokolade	42
Abb. 11:	Dichteverteilungskurven der konventionell mit kristallinem, amorphem und „undefiniertem“ in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladen	43
Abb. 12:	Partikelgrößenverteilungs- und Summenkurven der konventionell mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokolade	44
Abb. 13:	Dichteverteilungskurven der konventionell mit kristallinem, amorphem und „undefiniertem“ im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladen	44
Abb. 14:	Partikelgrößenverteilungs- und Summenkurven der in der Kugelmühle feinstzerkleinerten Milchpulver-Kakaomasse-Gemische mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver	46
Abb. 15:	Dichteverteilungskurven der in der Kugelmühle feinstzerkleinerten Milchpulver-Kakaomasse- Gemische mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver	47
Abb. 16:	Partikelgrößenverteilungs- und Summenkurven der in der Kugelmühle feinstzerkleinerten Milchpulver-Kakaomasse-Gemische mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver	48
Abb. 17:	Dichteverteilungskurven der in der Kugelmühle feinstzerkleinerten Milchpulver-Kakaomasse- Gemische mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver	48
Abb. 18:	Partikelgrößenverteilungs- und Summenkurven der in der Kugelmühle mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokolade	50
Abb. 19:	Dichteverteilungskurven der in der Kugelmühle mit amorphem, „undefiniertem“ und kristallinem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladen	50

Abb. 20:	Partikelgrößenverteilungs- und Summenkurven der in der Kugelmühle mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten, nachgescherten Schokolade	51
Abb. 21:	Dichteverteilungskurven der in der Kugelmühle mit kristallinem, „undefiniertem“ und amorphem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten, nachgescherten Schokoladen	52
Abb. 22:	Partikelgrößenverteilungs- und Summenkurven der in der Kugelmühle mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokolade	53
Abb. 23:	Dichteverteilungskurven der in der Kugelmühle mit amorphem, „undefiniertem“ und kristallinem in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladen	53
Abb. 24:	Partikelgrößenverteilungs- und Summenkurven der in der Kugelmühle mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten, nachgescherten Schokolade	54
Abb. 25:	Dichteverteilungskurven der in der Kugelmühle mit amorphem, „undefiniertem“ und kristallinem in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten, nachgescherten Schokoladen	55
Abb. 26:	Fließkurven der mit amorphem, kristallinem und „undefiniertem“ nicht nachgetrocknetem Milchpulver konventionell hergestellten Schokoladen	57
Abb. 27:	Fließkurven der mit amorphem, kristallinem und „undefiniertem“ im Trockenschrank oder in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver konventionell hergestellten Schokoladen	58
Abb. 28:	Fließkurven der mit amorphem, kristallinem und „undefiniertem“ Milchpulver in der Kugelmühle hergestellten Schokoladen	60
Abb. 29:	Fließkurven der mit amorphem, kristallinem und „undefiniertem“ Milchpulver in der Kugelmühle hergestellten, nachgescherten Schokoladen	62

Tabellenverzeichnis

Tab. 1:	Zusammensetzung der verschiedenen Qualitätsklassen der Milkschokolade	7
Tab. 2:	Versuchsübersicht	24
Tab. 3:	Rezeptur der Milkschokolade	24
Tab. 4:	Trocknungsparameter in der Conche	27
Tab. 5:	Rezeptur für den Dry Mix	28
Tab. 6:	Rezeptur der konventionell hergestellten Schokolade	29
Tab. 7:	Einstellungen an der Walze	29
Tab. 8:	30 minütiges Verflüssigungsverfahren	30
Tab. 9:	90 minütiges Conchierschema	30
Tab. 10:	Rezeptur der Schokoladenmassen für die Zerkleinerung in der Kugelmühle	31
Tab. 11:	vorgegebene Scherphasen und Messpunktaufnahme	37
Tab. 12:	Mittelwerte und Standardabweichungen der Partikelgrößen der konventionell mit nicht nachgetrockneten Milchpulvern hergestellten Schokoladen	42
Tab. 13:	Spezifische Oberfläche, relative Breite und Span der konventionell mit nicht nachgetrockneten Milchpulvern hergestellten Schokoladen	42
Tab. 14:	Mittelwerte und Standardabweichungen der Partikelgrößen der konventionell mit in der Conche nachgetrockneten Milchpulvern hergestellten Schokoladen	43
Tab. 15:	Spezifische Oberfläche, relative Breite und Span der konventionell mit in der Conche nachgetrockneten Milchpulvern hergestellten Schokoladen	44
Tab. 16:	Mittelwerte und Standardabweichungen der Partikelgrößen der konventionell mit im Trockenschrank nachgetrockneten Milchpulvern hergestellten Schokoladen	45
Tab. 17:	Spezifische Oberfläche, relative Breite und Span der konventionell mit im Trockenschrank nachgetrockneten Milchpulvern hergestellten Schokoladen	45
Tab. 18:	Mittelwerte und Standardabweichungen der Partikelgrößen der in der Kugelmühle feinstzerkleinerten Milchpulver-Kakaomasse-Gemische mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver	47
Tab. 19:	Spezifische Oberfläche, relative Breite und Span der in der Kugelmühle feinstzerkleinerten Milchpulver-Kakaomasse-Gemische mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem im Trockenschrank nachgetrocknetem Milchpulver	47
Tab. 20:	Mittelwerte und Standardabweichungen der Partikelgrößen der in der Kugelmühle feinstzerkleinerten Milchpulver-Kakaomasse-Gemische mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver	49
Tab. 21:	Spezifische Oberfläche, relative Breite und Span der in der Kugelmühle feinstzerkleinerten Milchpulver-Kakaomasse-Gemische mit „undefiniertem“, amorphem und kristallinem in der Conche nachgetrocknetem Milchpulver	49
Tab. 22:	Mittelwerte und Standardabweichungen der Partikelgrößen der mit im Trockenschrank nachgetrockneten Milchpulvern in der Kugelmühle hergestellten Schokoladen	52
Tab. 23:	Spezifische Oberfläche, relative Breite und Span der mit im Trockenschrank nachgetrockneten Milchpulvern in der Kugelmühle hergestellten Schokoladen	53

Tab. 24:	Mittelwerte und Standardabweichungen der Partikelgrößen der mit in der Conche nachgetrockneten Milchpulvern in der Kugelmühle hergestellten Schokoladen	55
Tab. 25:	Spezifische Oberfläche, relative Breite und Span der mit in der Conche nachgetrockneten Milchpulvern in der Kugelmühle hergestellten Schokoladen	56
Tab. 26:	Fließgrenzen und Viskositäten der konventionell mit nicht nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladenmassen berechnet nach verschiedenen Modellen	57
Tab. 27:	Schubspannungen der konventionell mit nicht nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladenmassen bei konstanten Scherraten	57
Tab. 28:	Fließgrenzen und Viskositäten der konventionell mit nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladenmassen berechnet nach verschiedenen Modellen	59
Tab. 29:	Schubspannungen der konventionell mit nachgetrocknetem Milchpulver hergestellten Schokoladenmassen bei konstanten Scherraten	59
Tab. 30:	Fließgrenzen und Viskositäten der in der Kugelmühle hergestellten Schokoladenmassen berechnet nach verschiedenen Modellen	60
Tab. 31:	Schubspannungen der in der Kugelmühle hergestellten Schokoladenmassen bei konstanten Scherraten	61
Tab. 32:	Fließgrenzen und Viskositäten der in der Kugelmühle hergestellten, nachgescherten Schokoladenmassen berechnet nach verschiedenen Modellen	62
Tab. 33:	Schubspannungen der in der Kugelmühle hergestellten, nachgescherten Schokoladenmassen bei konstanten Scherraten	63
Tab. 34:	Auswirkungen des Nachscherens auf die Fließeigenschaften der Schokoladen	64
Tab. 35:	Prozessparameter der Zerkleinerung des UMP (C) Dry Mix /Kakaomasse-Gemischs	73
Tab. 36:	Prozessparameter der Zerkleinerung der Schokoladenmasse mit UMP (C)	73
Tab. 37:	Prozessparameter der Zerkleinerung des UMP (T) Dry Mix /Kakaomasse-Gemischs	73
Tab. 38:	Prozessparameter der Zerkleinerung der Schokoladenmasse mit UMP (T)	73
Tab. 39:	Prozessparameter der Zerkleinerung des AMP (C) Dry Mix /Kakaomasse-Gemischs	74
Tab. 40:	Prozessparameter der Zerkleinerung der Schokoladenmasse mit AMP (C)	74
Tab. 41:	Prozessparameter der Zerkleinerung des AMP (T) Dry Mix /Kakaomasse-Gemischs	74
Tab. 42:	Prozessparameter der Zerkleinerung der Schokoladenmasse mit AMP (T)	74
Tab. 43:	Prozessparameter der Zerkleinerung des KMP (C) Dry Mix /Kakaomasse-Gemischs	75
Tab. 44:	Prozessparameter der Zerkleinerung der Schokoladenmasse mit KMP (C)	75
Tab. 45:	Prozessparameter der Zerkleinerung des KMP (T) Dry Mix /Kakaomasse-Gemischs	76
Tab. 46:	Prozessparameter der Zerkleinerung der Schokoladenmasse mit KMP (T)	76

Anhang

Tab. 35: Prozessparameter der Zerkleinerung des UMP (C) Dry Mix /Kakaomasse-Gemischs

T [min]	F [Hz]	I [A]	P [kW]	Auslastung [%]	T [°C]	PG [µm]	Bemerkung
0	30,0	5,8	1,2	58,5	44,6	87	
10	30,1	6,7	1,8	57,9	47,6	30	
20	30,1	7,3	2,1	57,6	46,9	20	
30	30,2	7,5	2,2	57,6	51,4	20	
40	30,2	7,5	2,3	57,6	51,0	16	
50	30,2	7,6	2,3	57,6	51,8	16	
60	30,2	7,5	2,3	57,6	51,8	12	
70	30,2	7,6	2,3	57,6	52,2	11	
80	30,2	7,6	2,4	57,6	52,0	9	
90	30,2	7,6	2,3	57,6	52,4	7	
100	30,2	7,7	2,4	57,6	53,0	7	
110	30,3	7,7	2,4	57,6	50,2	7	
120	30,3	7,7	2,4	57,6	51,2	7	

Tab. 36: Prozessparameter der Zerkleinerung der Schokoladenmasse mit UMP (C)

T [min]	F [Hz]	I [A]	P [kW]	Auslastung [%]	T [°C]	PG [µm]	Bemerkung
0	25,3	7,4	1,8	47,8	42,0	233	
10	25,4	7,9	2,1	47,8	42,6	56	
20	25,5	8,1	2,2	47,8	45,4	31	
25	25,5	8,2	2,2	47,8	46,2	27	
30	25,5	8,1	2,2	47,8	46,6	25	
32	25,5	8,2	2,2	47,8	46,4	23	

Tab. 37: Prozessparameter der Zerkleinerung des UMP (T) Dry Mix /Kakaomasse-Gemischs

T [min]	F [Hz]	I [A]	P [kW]	Auslastung [%]	T [°C]	PG [µm]	Bemerkung
0	30,1	5,8	1,2	58,7	44,2	44	
10	30,4	6,5	1,7	58,7	47,3	44	
20	30,6	7,0	2,0	58,7	47,3	23	
30	30,6	7,2	2,1	58,8	52,3	13	
40	30,6	7,2	2,1	58,7	52,8	15	
50	30,7	7,2	2,1	58,8	54,3	12	
60	30,3	7,6	2,3	58,7	50,9	7	
70	30,3	7,8	2,4	58,6	49,1	8	
80	30,3	7,8	2,4	58,6	45,1	7	

Tab. 38: Prozessparameter der Zerkleinerung der Schokoladenmasse mit UMP (T)

T [min]	F [Hz]	I [A]	P [kW]	Auslastung [%]	T [°C]	PG [µm]	Bemerkung
0	25,1	7,9	2,0	47,2	45,7	244	Es wurde mit 17,5 kg großen Ku- geln zerklei- nert
10	25,5	9,3	2,6	47,2	51,6	40	
15	25,0	9,3	2,6	46,2	51,8	32	
20	25,0	9,2	2,7	46,2	52,4	27	
22	25,1	9,2	2,7	47,2	53,2	24	
25	25,1	9,0	2,6	47,2	53,4	23	

Tab. 39: Prozessparameter der Zerkleinerung des AMP (C) Dry Mix /Kakaomasse-Gemischs

T [min]	F [Hz]	I [A]	P [kW]	Auslastung [%]	T [°C]	PG [µm]	Bemerkung
0	30,3	5,7	1,2	59,2	46,3	57	
10	30,0	6,1	1,4	58,1	53,0	56	
20	30,3	7,1	2,0	58,1	54,0	45	
30	30,1	8,4	2,7	56,9	50,8	22	
40	30,2	8,6	2,8	56,9	50,4	21	
50	30,2	8,7	3,0	56,9	51,7	16	
60	30,2	8,7	2,0	56,9	51,4	10	
70	30,2	8,7	2,9	56,9	50,9	10	
80	30,2	8,8	2,8	56,9	51,8	10	
90	30,2	8,8	2,9	56,9	50,1	8	
100	30,2	8,6	2,8	56,9	49,4	8	
110	30,2	8,8	2,9	56,9	51,9	9	
115	30,2	8,8	2,9	56,9	50,4	7	

Tab. 40: Prozessparameter der Zerkleinerung der Schokoladenmasse mit AMP (C)

T [min]	F [Hz]	I [A]	P [kW]	Auslastung [%]	T [°C]	PG [µm]	Bemerkung
0	25,1	7,7	2,0	47,2	40,7	362	
10	25,2	8,1	2,1	47,2	44,3	90	
20	25,1	8,5	2,4	46,8	49,2	40	
25	25,1	8,5	2,3	46,9	46,4	35	
30	25,1	8,5	2,3	46,8	51,6	32	
40	25,1	8,5	2,3	46,8	50,6	23	
43	25,2	8,5	2,3	46,8	50,3	20	

Tab. 41: Prozessparameter der Zerkleinerung des AMP (T) Dry Mix /Kakaomasse-Gemischs

T [min]	F [Hz]	I [A]	P [kW]	Auslastung [%]	T [°C]	PG [µm]	Bemerkung
0	30,0	5,8	1,2	58,5	44,7	73	
10	30,2	6,4	1,6	58,5	44,6	48	
20	30,4	7,0	2,0	58,3	52,0	25	
30	30,5	7,2	2,1	58,3	51,1	18	
40	30,5	7,2	2,1	58,3	53,4	15	
50	30,6	7,6	2,3	58,3	52,8	12	
60	30,6	7,6	2,3	58,3	52,3	10	
70	30,6	7,5	2,3	58,3	52,0	8	
80	30,6	7,5	2,2	58,3	52,2	8	
90	30,6	7,5	2,3	58,3	52,3	8	

Tab. 42: Prozessparameter der Zerkleinerung der Schokoladenmasse mit AMP (T)

T [min]	F [Hz]	I [A]	P [kW]	Auslastung [%]	T [°C]	PG [µm]	Bemerkung
0	25,0	7,5	1,9	47,1	41,3	323	
10	25,2	8,3	2,3	47,0	48,6	58	
20	25,2	8,4	2,3	47,0	49,5	33	
25	25,2	8,5	2,3	47,0	50,1	28	
30	25,2	8,3	2,4	47,0	50,1	32	
35	25,2	8,6	2,3	47,0	50,2	24	
40	25,3	8,6	2,4	47,0	52,4	25	
45	25,3	8,5	2,4	47,0	52,6	19	

Tab. 43: Prozessparameter der Zerkleinerung des KMP (C) Dry Mix /Kakaomasse-Gemischs

T [min]	F [Hz]	I [A]	P [kW]	Auslastung [%]	T [°C]	PG [µm]	Bemerkung
0	30,6	7,4	2,3	58,5	46,6	151	
10	31,5	12,6	4,7	57,3	58,6	121	
20	28,4	13,9	4,9	50,5	65,0	42	1 kg Kabu zugegeben
30	29,9	8,6	2,7	56,2	54,8	40	
40	30,3	9,9	3,5	56,2	52,6	34	
50	30,2	9,7	3,3	56,2	53,6	17	
60	30,0	9,3	3,1	56,2	53,4	16	
70	30,0	9,1	3,0	56,2	53,8	14	
75	30,0	9,0	3,0	56,2	53,8	10	
80	30,0	9,0	3,0	56,2	53,8	9	
85	30,0	9,0	3,0	56,2	54,8	8	
90	29,9	8,9	2,9	56,2	55,2	8	
95	29,9	8,9	2,9	56,2	53,2	8	1 kg Kabu zugegeben
97	35,1	6,2	1,8	68,7	53,0	8	
100	35,3	6,8	2,3	68,3	47,0	7	
105	35,4	7,0	2,3	68,3	44,0	6	
110	35,5	7,3	2,5	68,3	45,4	6	
115	35,5	7,3	2,5	68,3	45,4	6	
120	35,4	7,0	2,3	68,3	45,8	6	

Tab. 44: Prozessparameter der Zerkleinerung der Schokoladenmasse mit KMP (C)

T [min]	F [Hz]	I [A]	P [kW]	Auslastung [%]	T [°C]	PG [µm]	Bemerkung
0	25	7,3	1,8	47,4	40	485	
10	25,1	7,7	2,0	47,4	42,4	69	
15	25,2	7,9	2,1	47,4	44,2	50	
20	25,2	8,0	2,1	47,4	45,0	35	
25	25,2	8,0	2,1	47,4	45,0	30	
30	25,2	8,0	2,1	47,4	45,0	28	
33	25,2	8,0	2,1	47,4	45,0	24	
36	25,2	8,0	2,1	47,4	45,2	20	PSD: x90 = 31 µm
40	25,2	8,0	2,1	47,4	45,4	18	

Tab. 45: Prozessparameter der Zerkleinerung des KMP (T) Dry Mix /Kakaomasse-Gemischs

T [min]	F [Hz]	I [A]	P [kW]	Auslastung [%]	T [°C]	PG [µm]	Bemerkung
0	30,0	7,6	2,2	56,9	45,6	142	
10	29,4	6,3	1,5	56,9	53,0	82	
20	29,9	7,8	2,4	56,9	47,2	62	
30	30,1	8,5	2,7	56,9	51,4	41	
40	29,3	6,0	1,3	56,9	50,0	27	
50	29,4	6,3	1,6	56,9	44,4	22	
60	30,0	6,1	1,5	58,2	50,1	20	
70	35,0	6,6	1,9	67,8	50,0	10	
75	35,0	6,8	2,2	67,8	50,2	13	
80	35,0	6,8	2,1	67,8	47,1	11	
85	35,0	6,9	2,1	67,8	50,3	11	
90	35,0	6,8	2,1	67,8	52,2	10	
95	35,0	6,9	2,2	67,8	52,7	12	
100	35,0	6,9	2,2	67,8	52,7	7	
105	35,0	7,1	2,3	67,8	50,3	9	
110	35,0	7,2	2,4	67,8	50,8	8	
115	35,0	7,2	2,4	67,8	50,4	8	
120	35,1	7,2	2,4	67,8	51,3	8	

Tab. 46: Prozessparameter der Zerkleinerung der Schokoladenmasse mit KMP (T)

T [min]	F [Hz]	I [A]	P [kW]	Auslastung [%]	T [°C]	PG [µm]	Bemerkung
0	25,1	7,5	1,9	47,4	40	389	
10	25,1	8,3	2,2	46,8	42,4	73	
20	25,1	8,5	2,3	46,8	44,2	55	
30	25,1	8,6	2,4	46,8	45,0	24	
35	25,1	8,8	2,4	46,7	45,0	25	
40	25,1	8,7	2,4	46,7	45,0	25	
43	25,1	8,4	2,3	46,7	45,0	24	
46	25,1	8,5	2,2	46,7	45,2	23	

Selbstständigkeitserklärung

Hiermit versichere ich, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig angefertigt habe und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe.

Ort, Datum

Unterschrift