

Diplomarbeit

Thema:

Zur Ursache des Verderbs von Schokoladen – Toffees aus
konventionellem bzw. biologischem Anbau

Unternehmen:

Toffee Tec GmbH

Verfasser:

Ulrike Klien

Betreuer:

Prof. Dr. Mark Rüschen gen. Klaas, Hochschule Neubrandenburg
Dipl. Ing. (FH) Normann Wagner, Toffee Tec GmbH

Datum:

13.05.2008

URN:

urn:nbn:de:gbr:519-thesis 2008-0069-7

Inhaltsverzeichnis

	Seite
Verzeichnis der verwendeten Abkürzungen	4
1 Einleitung	5
2 Theoretische Grundlagen	6
2.1 <i>Toffees</i>	6
2.2 <i>Mindesthaltbarkeitsdatum</i>	6
2.3 <i>Vergleich und Ziele des konventionellen und biologischen Anbaus</i>	7
3 Fette	8
3.1 <i>Begriffsbestimmung</i>	8
3.2 <i>Bausteine der Fette</i>	9
3.2.1 Glycerin	9
3.2.2 Fettsäuren	9
3.3 <i>Struktur der Fettmoleküle</i>	10
3.4 <i>Herstellung von Fetten</i>	12
3.4.1 Gewinnung von Palmöl	12
3.4.2 Raffination von Rohfetten	13
3.4.3 Fraktionierung	15
3.5 <i>Fettverderb</i>	15
3.5.1 Oxidation	16
3.5.2 Hydrolyse	17
4 Herstellung der Schokoladen – Toffees	19
5 Methoden	20
5.1 <i>Chemische Kennzahlen</i>	20
5.1.1 Säurezahl DGF-Einheitmethode C-V 2 (81)	21
5.1.2 Iodzahl nach Wijs DGF-Einheitmethode C-V 11d (02)	24
5.1.3 Anisidinzahl DGF-Einheitmethode C-VI 6e (84)	28
5.1.4 Peroxidzahl nach Wheeler DGF-Einheitmethode C-VI 6a – Teil 1 (02)	30
5.1.5 Oxidationsneigung	33
5.1.6 Totoxzahl	34
5.2 <i>Bestimmung der Wasseraktivität (a_w-Wert)</i>	35
5.3 <i>Härtemessung durch Penetrometer</i>	36

5.4	<i>Lipasenaktivitätstest mit Tributyrin – Hydrolyse am pH – Stat nach Roche</i>	37
5.5	<i>Schaukeltest mit Sensorik</i>	41
6	Ergebnisse und Diskussion	44
6.1	<i>Chemische Kennzahlen</i>	44
6.2	<i>Bestimmung der Wasseraktivität (a_w – Wert)</i>	46
6.3	<i>Härtemessung durch Penetrometer</i>	46
6.4	<i>Lipasenaktivitätstest mit Tributyrin – Hydrolyse am pH – Stat nach Roche</i>	48
6.5	<i>Schaukeltest mit Sensorik</i>	49
7	Ausblick	51
8	Zusammenfassung	52
9	Abstract	53
10	Literaturverzeichnis	54
	Verzeichnis der Abbildungen und Tabellen	56
	Verzeichnis der Anlagen	56
	<i>Anlage 1: Rohstoffe der Schokoladen - Toffees</i>	57
	<i>Anlage 2: Berechnungen der chemischen Kennzahlen</i>	61
	<i>Anlage 3: Ausdrucke für Lipasenaktivitätstest mit Tributyrin – Hydrolyse am pH – Stat</i>	64
	<i>Anlage 4: Bogen für Sensorikpanel</i>	70
	<i>Anlage 5: Zusammenfassung der sensorischen Prüfung des Schaukeltests</i>	71
	Erklärung über die selbstständige Anfertigung der Arbeit	76

Verzeichnis der verwendeten Abkürzungen

§7 LMKV	- §7 der Lebensmittel – Kennzeichnungsverordnung
AnZ	- Anisidinzahl
CIP	- Cleaning In Place, Verfahren zur automatisierten Reinigung von verfahrenstechnischen Apparaten
DGF	- Deutsche Gesellschaft für Fettwissenschaft
DIN	- Deutsche Industrielle Norm
IZ	- Iodzahl
POZ	- Peroxidzahl
SZ	- Säurezahl
TotZ	- Totoxzahl
Verordnung (EWG)	- Verordnung der Europäischen Wirtschaftsgemeinschaft
ZDS	- Zentralfachschule der Deutschen Süßwarenwirtschaft

1 Einleitung

Kundenbindung ist heutzutage eines der wichtigsten Kriterien, um langfristig Erfolg zu haben. Durch Rückrufaktionen oder mangelnde Qualität wenden sich die Kunden anderen Herstellern der Lebensmittelindustrie zu.

Die Qualität von Produkten nimmt deshalb einen immer größeren Stellenwert ein. Sowohl die eingesetzten Rohstoffe als auch die Haltbarkeit sind dem Kunden wichtig. Kann ein Produkt überzeugen, wird es regelmäßig erworben. Treten aber, trotz richtiger Lagerung, qualitativ negative Veränderungen vor dem Ende des Mindesthaltbarkeitsdatums auf, geht die Nachfrage zurück, und es können sogar Kundenbeschwerden auftreten.

Bei Problemen der Haltbarkeit ist es wichtig die Ursachen zu erforschen. Die Suche kann sich sehr komplex gestalten und meist mehr als nur eine Ursache haben.

In dieser Arbeit soll es um Schokoladen – Toffees aus konventionellem bzw. biologischem Anbau gehen und es haben sich folgende Probleme ergeben:

- Bei den konventionellen Schokoladen – Toffees, in einer Toffee – Mischung mit insgesamt 7 Sorten (zweimal Karamell, Kaffee, Schokolade, Minze, Vanille und Banane), traten vor Ende des Mindesthaltbarkeitsdatums Geschmacksveränderungen auf, die zu Unzufriedenheitsbekundungen der Kunden führten. Die sensorische Veränderung wurde als „seifig“ beschrieben. Die wahrscheinliche Ursache war das eingesetzte Fett, ein gehärtetes laurisches Palmkernfett, und es wurde durch ein neues ungehärtetes Fett auf Palmölbasis (Chocotan Special 150) ausgetauscht. Die Auswirkungen mit dem neuen Fett sind bis zum Ende des Mindesthaltbarkeitsdatums noch nicht bekannt.
- Die biologischen Schokoladen – Toffees sind eine Neuentwicklung und konnten noch nicht auf ihre Beständigkeit gegenüber dem Mindesthaltbarkeitsdatum getestet werden. Hierbei sind die Auswirkungen bis zum Ende des Mindesthaltbarkeitsdatums ebenfalls nicht bekannt.

Das Ziel dieser Arbeit ist es, eine Ursachenanalyse mit Hauptaugenmerk auf die eingesetzten Fette und deren möglichen Fettverderb durchzuführen. Es soll eine Abschätzung bezüglich der Haltbarkeit, aber auch qualitätsbezogene Aspekte der Schokoladen – Toffees erfolgen.

Zuvor werden theoretische Grundlagen, die Einführung zum Thema der Fette und die Herstellung von Schokoladen – Toffees geklärt.

2 Theoretische Grundlagen

In diesem Kapitel sollen Grundlagen der weiteren Kapitel geschaffen werden.

2.1 Toffees

Toffees sind Weichkaramellen und stammen aus Kanada. Im 17. Jahrhundert kochte die Kanadierin Marguerite Bourgeoys aus Melasse und Butter Karamell – Toffees. Bis heute werden ihr zu Ehren in Québec jedes Jahr am St. Catherine's Day, den 25. November, die traditionellen Toffees von heiratswilligen Frauen zubereitet, die diese ihren zukünftigen Ehemännern übergeben. (ZDS Skript)

Weichkaramellen kennzeichnen sich durch ihre mehr oder weniger zähplastische und kaufähige Konsistenz sowie einem erhöhten Restwassergehalt von 6 – 10 % aus. Neben den Hauptbestandteilen Saccharose, Glucosesirup und Fetten enthalten sie wert- und/oder strukturbestimmende Zusätze wie Milch und Milchdauerwaren, Lakritz, Kakaoerzeugnisse u.a. (ZDS Skript)

Man unterscheidet zähe und mürbe Toffees. Bei den mürben Toffees wird Luft in die Toffee-masse eingeblasen und es findet eine Rekrystallisation statt, d.h. das Toffee stirbt ab und besitzt nur noch einen Teil seiner zähen Eigenschaften. Das Merkmal der Rekrystallisation besitzen ebenfalls die konventionellen und biologischen Schokoladen – Toffees. (ZDS Skript)

2.2 Mindesthaltbarkeitsdatum

Das Mindesthaltbarkeitsdatum ist das Datum, bis zu dem das Lebensmittel unter angemessenen Aufbewahrungsbedingungen seine spezifischen Eigenschaften behält (§ 7 LMKV). Zu den Aufbewahrungsbedingungen gehören Verpackungs-, Lager- und Transportbedingungen, Lagertemperatur und gegebenenfalls Schutz vor Licht. Das Mindesthaltbarkeitsdatum ist kein letztes Verkaufs- oder Verkehrsdatum, das Lebensmittel sollte jedoch nach Ablauf des Datums sorgfältig auf Verkehrs- bzw. Verzehrbarkeit geprüft werden. (Frede, 2006)

Das Mindesthaltbarkeitsdatum der konventionellen Schokoladen – Toffees wird nach 13 Monaten der Produktion und der biologischen Schokoladen – Toffees nach 11 Monaten der Produktion festgelegt.

2.3 Vergleich und Ziele des konventionellen und biologischen Anbaus

Der konventionelle Anbau ist die bei weitem häufigste Wirtschaftsweise. Je nach den landwirtschaftliche Standortgegebenheiten werden chemische Pflanzenschutzmittel (gegen Krankheiten und Schädlingen) und neben Wirtschaftsdünger (z.B. Kuhmist) auch Kunstdünger eingesetzt. Dadurch werden bei konventioneller Landwirtschaft in der Regel höhere Ernteerträge erzielt als bei anderen Wirtschaftsweisen. Folgeprodukte wie Lebensmittel können Geschmacksverstärker und Aromen enthalten, um die sensorischen Eigenschaften zu erhöhen. (Leitzmann u.a., 2005)

Ziel des konventionellen Anbaus ist die effiziente Herstellung von Nahrungsmitteln und anderen landwirtschaftlichen Erzeugnissen. Ökologische Zielsetzungen nehmen keine herausragende Stellung ein und werden nur im Rahmen rechtlicher Vorgaben, wie Umweltschutzauflagen, befolgt. (Leitzmann u.a., 2005)

Während der konventionelle Anbau durch seinen offenen Betriebskreislauf alle Komponenten der Bewirtschaftung zukaufen kann, wird beim biologischen Anbau das Leitbild des geschlossenen Kreislaufs zu Grunde gelegt. Durch den Anbau von Futterpflanzen wird das benötigte Futter betriebsintern erzeugt. Eine flächengebundene Tierhaltung und die Verwendung des betriebseigenen Wirtschaftsdüngers schließen den Kreislauf. Abwechslungsreiche Fruchtfolgen sollen die Bodenfruchtbarkeit langfristig schützen. (Leitzmann u.a., 2005; Verordnung (EWG) 2092/91)

Das Ziel der biologischen Landwirtschaft ist die Herstellung von Nahrungsmitteln und anderen landwirtschaftlichen Erzeugnissen auf möglichst naturschonende Produktionsmethoden unter Berücksichtigung von Erkenntnissen der Ökologie und des Umweltschutzes. (Leitzmann u.a., 2005)

Mit dem Vorsorgeprinzip werden potentielle Risiken in Zusammenhang mit der Erzeugung und Verarbeitung von Lebensmitteln vermieden. Wegen dieser Risiken wird auf den Einsatz chemisch – synthetischer Pflanzenschutzmittel, synthetischer Wachstumsförderer, synthetischer Düngemittel, auf Gentechnik und auf Bestrahlung von Bio – Lebensmitteln verzichtet. (Europ. Kommission, 2000; Verordnung (EWG) 2092/91; Leitzmann u.a., 2005; Biosiegel Homepage)

3 Fette

3.1 Begriffsbestimmung

Fette (Naturalfette) bilden die Hauptgruppe der Lipide, ein Sammelbegriff für wasserunlösliche organische Verbindungen unterschiedlicher Struktur, welche sich gut in unpolaren Lösungsmitteln, wie z.B. Methanol oder Chloroform, lösen und in allen Zellen vorkommen. (Franzke, 1996; Christen u.a., 2005)

Fette sind bei 20 °C fest oder halbfest, währenddessen Öle bei 20 °C flüssig und im Allgemeinen klar und oft von gelblicher oder grünlicher Farbe sind. Geruch und Geschmack sind neutral bis arteigen, jedoch nicht bitter, tranig, ranzig oder fischig und wirken als Geschmacksträger. (BAnz. Nr. 199 oder GMBI Nr. 38, 2001)

Laut den Leitsätzen stammen Fette und Öle, die für die Nahrung verwendet werden, aus den Samen oder Früchten von Pflanzen, aus dem als tauglich beurteilten Fettgewebe von Schlachttieren und Schlachtgeflügel sowie aus Fischen. (BAnz. Nr. 199 oder GMBI Nr. 38, 2001)

Von der Weltfetterzeugung entfielen 1990 etwa drei Viertel auf pflanzliche Fette (Kokosfett, Palmkernfett) und Öle (Olivenöl, Sojabohnenöl, Sonnenblumenöl, Palmöl) und etwa ein Viertel auf tierische Fette (Butter, Talg, Schweinschmalz, Waltran). (Franzke, 1996)

Unter ernährungsphysiologischer Hinsicht sind Fette besonders wichtig. Die Versorgung des menschlichen Organismus mit einer ausreichenden Menge an essentiellen Fettsäuren sowie mit fettlöslichen Vitaminen ist sehr bedeutend. Darüber hinaus sind Fette auf Grund ihres hohen physiologischen Brennwertes (1 g Fett = 38,9 kJ bzw. 9,319 kcal) ein wichtiger Energielieferant. (Franzke, 1996)

Im chemischen Sinn sind Fette Ester mehr oder weniger langkettiger Fettsäuren mit dem dreiwertigen Alkohol Glycerin, daher auch die Bezeichnung Triglycerid. Unter 3.2 werden diese Bestandteile der Fette näher erklärt.

3.2 Bausteine der Fette

3.2.1 Glycerin

Glycerin (Propantriol), unter Abbildung 1 dargestellt, ist wie erwähnt der symmetrisch gebaute, dreiwertige Alkohol im Fettaufbau.

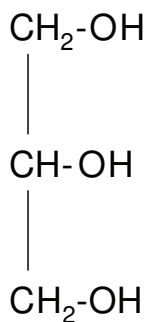


Abbildung 1: Dreiwertiges Alkohol Glycerin

Lebewesen können Glycerin aus Hexosen synthetisieren. Da die Synthese schneller geschieht als die Synthese der Fettsäuren, steht es immer in ausreichender Menge zur Verfügung, um Fette aufzubauen. (Bockisch, 1993)

1783 beim experimentieren von Olivenöl entdeckt, wurde der Name der süßlich schmeckenden Substanz an das griechische Wort für süß angelehnt. (Bockisch, 1993)

Dem Glycerin kommt zwar die Bedeutung als Basisbestandteil zu, da es aber den unveränderlichen Teil der Fette darstellt, ist es für die Technologie und die Eigenschaften der Nahrungsfette unwichtig. (Bockisch, 1993)

3.2.2 Fettsäuren

Fettsäuren liegen in Fetten überwiegend in gebundener Form (Ester) vor. Der Anteil an freien Fettsäuren ist bei frischen Naturalfetten meist sehr gering (< 1 %), kann aber bei ungünstiger Lagerung auf mehr als 10 % ansteigen. Der Anteil an freien Fettsäuren lässt sich über die Säurezahl (5.1.1) ermitteln. (Bockisch, 1993)

Die in den Nahrungsfetten vorkommenden Fettsäuren sind fast ausschließlich geradzahlige, unverzweigte Monocarbonsäuren unterschiedlichen Sättigungsgrades mit 2 – 26 Kohlenstoffatomen. (Franzke, 1996)

Wie beschrieben kann man zwischen der Länge der Fettsäuren (a) und dem Sättigungsgrad (b) unterscheiden:

- a. **Kurzkettige Fettsäuren** haben 3 bis 6 Kohlenstoffatome im Molekül. Sie sind in Wasser löslich und deshalb gut verdaulich. Die häufigste kurzkettige Fettsäure ist die Buttersäure (C_3H_7-COOH) und kommt vor allem in Milchfett vor, ist aber auch ein Reaktionsprodukt des in 5.4 beschriebenen Lipasenaktivitätstests.

Mittelkettige Fettsäuren besitzen 7 bis 13 Kohlenstoffatome. Sie sind nur schwer wasserlöslich. Die häufigste mittelkettige Fettsäure ist die Caprylsäure ($C_7H_{15}-COOH$) und befindet sich vor allem im Kokosfett.

Langkettige Fettsäuren haben 14 und mehr Kohlenstoffatome. Zu den langkettigen Fettsäuren gehören Palmitin- ($C_{15}H_{31}-COOH$) und Stearinsäure ($C_{17}H_{35}-COOH$) und kommen praktisch in allen fettreichen Lebensmitteln vor. Sie sind nicht wasserlöslich und schwer verdaulich, denn sie können nur mit Hilfe von Gallensäuren im Darm resorbiert werden.

- b. **Gesättigte Fettsäuren** haben nur Einfachbindungen und liefern harte Fette mit einem hohen Schmelzpunkt, wie z.B. Talg.

Einfach ungesättigte Fettsäuren enthalten eine Doppelbindung zwischen den Kohlenstoffatomen ($C=C$) der Fettsäureketten. **Mehrfach ungesättigte Fettsäuren** haben mehrere Doppelbindungen in einem Molekül. Zu den ungesättigten Fettsäuren gehören u.a. Ölsäure ($C_{17}H_{33}-COOH$ oder C18:1) mit einer Doppelbindung und Linolsäure ($C_{17}H_{31}-COOH$ oder C18:2) mit zwei Doppelbindungen. Für die Ernährung besitzen ungesättigte Fettsäuren einen höheren physiologischen Wert.

3.3 Struktur der Fettmoleküle

Das physikalische, chemische und ernährungsphysiologische Verhalten eines Fettes hängt von der Art und Menge der mit Glycerin veresterten Fettsäuren ab. (Franzke, 1996)

Tabelle 1: Fettsäurezusammensetzung einiger Fette tierischer und pflanzlicher Herkunft
(Franzke, 1996)

C- Atome	Name	Butter	Olivenöl	Kokos- fett	Leinöl	Sonnen- blumenöl	Palmöl
C4:0, C6:0, C8:0, C10:0	Buttersäure, Capronsäure, Caprylsäure, Caprinsäure	9 %	0 %	16 %	0 %	0 %	0 %
C12:0	Laurinsäure	4 %	0 %	46 %	0 %	0 %	0 %
C14:0	Myristinsäure	12 %	0 %	17 %	0 %	0 %	1,5 %
C16:0	Palmitinsäure	25 %	14 %	9 %	7 %	6 %	40 %
C16:1	Palmitoleinsäure	4 %	1 %	0 %	0 %	0 %	0 %
C18:0	Stearinsäure	9 %	2 %	2 %	4 %	4 %	5 %
C18:1	Ölsäure	30 %	75 %	7 %	18 %	25 %	45 %
C18:2	Linolsäure	3 %	10 %	2 %	19 %	62 %	10 %
C18:3	Linolensäure	0 %	0 %	0 %	51 %	0 %	0 %
C20:4	Arachidonsäure	0 %	0 %	0 %	0 %	0 %	0 %

In Tabelle 1 sind die Fettsäuremuster einiger Fette tierischer und pflanzlicher Herkunft dargestellt. Daraus ist ersichtlich, dass im Vergleich zu den pflanzlichen Fetten die tierischen Fette (Butter) höhere Konzentrationen an gesättigten und kurzkettigen Fettsäuren besitzen.

Mit steigender Kettenlänge und abnehmender Anzahl an Doppelbindungen zwischen den Kohlenstoffatomen der Kette steigt die Schmelztemperatur. Die festen Produkte enthalten hohe Anteile langer und gesättigter Fettsäuren (z.B. Palmöl), wohingegen die Fettsäuren in den flüssigen Ölen überwiegend einfach oder mehrfach ungesättigt sind (z.B. Leinöl und Sonnenblumenöl).

Entsteht ein Fett durch die Veresterung von Glycerin und Fettsäuren, kann die Stellung der Fettsäuren variieren, d.h. es werden unterschiedliche Fettsäuren in verschiedener Reihenfolge gebunden. Unter einem solchen Gemisch gibt es keinen direkten Schmelzpunkt, sondern einen Schmelzbereich. Relativ selten sind drei gleiche Fettsäuren mit dem Glycerin verestert, denn Naturfette sind in der Regel Gemische. Nach dieser These müsste es eine Vielzahl von Kombinationsmöglichkeiten der Fettsäuren geben. Die Bildung der Fette in der Natur erfolgt aber nach einem Bauplan, der im genetischen Material der Lebewesen und Pflanzen verankert ist und durch äußere Einflüsse nur innerhalb bestimmter Grenzen variieren kann. Bevorzugt in das Fettmolekül werden Palmitin- und Stearinsäure eingebaut. (Bockisch, 1993)

3.4 Herstellung von Fetten

Die Gewinnung der Öle und Fette ist abhängig von der Rohware. Für die Produkte von konventionellen Schokoladen – Toffees wird das Fett Chocotan Special 150 benutzt, welches die Grundsorte eines raffinierten, ungehärteten Palmöls enthält. Da es sich hier um eine Fettmischung handelt und die restlichen Bestandteile nicht bekannt sind, wird nur das Palmöl näher behandelt. Demnach werden die Gewinnung von Palmöl (3.4.1) und die Behandlung des Rohöls, sprich Raffination (3.4.2), beschrieben. Für die Produkte von biologischen Schokoladen – Toffees wird das Fett Bio Palmstearin benutzt, welches vom Palmöl fraktioniert wurde. Hierfür wird die Fraktionierung (3.4.3) von Palmöl beschrieben.

3.4.1 Gewinnung von Palmöl

Zu den bedeutenden Ölpflanzen, die Nutzung ist im ständigen Anstieg, gehört die Ölpalme, die hauptsächlich in West – Malaysia, Nigeria und Indonesien kultiviert wird. Das Palmöl wird aus dem Fruchtfleisch gewonnen. Bei dem Fruchtfleisch setzen unmittelbar nach der Ernte enzymatische Abbaureaktionen ein, die die Qualität sehr schnell erheblich verschlechtern. Deshalb wird das Palmöl vor Ort gewonnen. (Bockisch, 1993)

Die Fruchtstände (3000 bis 6000 Früchte) der Ölpalmen werden zur Fermentation drei bis vier Tage gelagert. Danach erfolgen die Inaktivierung der hohen Lipaseaktivitäten und die Abtrennung des Fruchtfleisches von den Kernen, durch eine Stunde heißem Dampf im Autoklaven. (Bockisch, 1993; Belitz u.a., 2008)

Nach der Sterilisation wird das Fruchtfleisch zerkleinert und das Öl herausgepresst. Die abgepresste Flüssigkeit enthält etwas mehr als ein Drittel Palmöl und der Rest besteht aus Wasser, Trübstoffen und Verunreinigungen, wie z.B. Sand. Das Öl kann mit Zentrifugen abgetrennt werden und für bessere Abtrennergebnisse sollte man das Wasser – Öl – Gemisch vorher auf 100 °C erwärmen. (Belitz u.a., 2008)

Es entsteht ein Rohprodukt, das durch den hohen Carotingehalt gelb bis rot gefärbt ist. Der nächste Schritt ist die Raffination. (Belitz u.a., 2008)

3.4.2 Raffination von Rohfetten

Rohfette müssen, bis auf schonend kalt gepresste Fette, raffiniert werden und sind vorher nicht für den Verzehr geeignet. Es sind unerwünschte Begleitstoffe enthalten, die den Geschmack, den Geruch und das Aussehen negativ beeinflussen, die aber auch bei der Weiterverarbeitung stören können. Weiter können gesundheitsschädliche Stoffe, wie Pestizide, Herbizide und Schwermetalle enthalten sein, die es zu beseitigen gilt. Aber auch Fettverderbs fördernde Bestandteile, wie freie Fettsäuren, können mit der Raffination entfernt werden. (Belitz u.a., 2008)

Außerdem sollte zur Vermeidung von Autoxidation folgendes beachtet werden:

- Abwesenheit von Sauerstoff (auch beim Transport und bei der Lagerung),
- Verhinderung einer Kontamination mit Schwermetallen und
- Arbeitstemperatur so niedrig und die Dauer der thermischen Belastung so kurz wie möglich halten. (Belitz u.a., 2008)

In der Regel finden folgende Verfahrensschritte bei einer Raffination statt:

- Entschleimen (Entlecithinieren), hier werden Schleimstoffe (Phosphatiden) und als Nebeneffekt Metalle entfernt,
- Entsäuern (Neutralisieren), hier werden freie Fettsäuren und als Nebeneffekt Metalle und Schleimstoffe entfernt,

- Bleichen, hier werden unerwünschte Farbstoffe und als Nebeneffekt Seifenreste entfernt,
- Dämpfen (Desodorieren), hier werden unerwünschte Geruchs-/Geschmacksstoffe und als Nebeneffekt freie Fettsäuren, Pestizide sowie Herbizide entfernt. (Osteroth, 1991)

Je nach Qualität und den speziellen Bestandteilen des Rohöls, wie Carotine im Palmöl, wird der Umfang der Raffination eingestellt.

Die Entschleimung schließt sich meist direkt an die Rohfettgewinnung an, um Lagerschäden zu vermeiden, da einige Begleitstoffe den hydrolytischen Abbau bei der Lagerung fördern. Die Entschleimungs – Methode richtet sich nach Art des Fettes und der Schleimstoffe. Ein Großteil der Phosphatide lässt sich mit Hydratation entfernen, wobei das Fett mit Heißwasser oder mit Dampf in Kontakt gebracht und über eine gewisse Haltezeit gehalten wird, dadurch werden die Phosphatide unlöslich im Fett und lassen sich anschließend durch das Zentrifugieren abtrennen. Durch Zusatz von mineralischen oder organischen Säuren lässt sich die Reaktion verstärken. Palmöl kann mit einer verdünnten Säure behandelt (gleichzeitiges Neutralisieren) und dann direkt der Bleichung zugeführt werden. (Osteroth, 1991)

Bei der Entsäuerung werden üblicherweise mit Natronlauge die freien Fettsäuren, die als Seifen ausfallen, sowie andere störende Begleitstoffe (u.a. oxidierte Fettsäuren, Phenole) entfernt. (Osteroth, 1991)

In der Bleichungsstufe werden Farbstoffe entfernt. Das Fett wird im Vakuum bei 90 °C mit Aluminiumsilikaten, die durch Salzsäure und Wasser sowie anschließender Trocknung aktiviert wurden, bis zu 30 Minuten gerührt. Das Gemisch wird dann mittels Filter abgetrennt, wobei Luftkontakt zu vermeiden ist. Fettrückstände im Filterkuchen können mit Heißwasser oder Hexan extrahiert werden. (Osteroth, 1991)

Ziel der Dämpfung ist es, Geruchs- und Geschmacksstoffe zu entfernen und dem Fett Lagerstabilität zu geben. Es ist der letzte Schritt der Raffination und wirkt sich prägend auf die Qualität des Endproduktes aus. Durch eine Wasserdampfdestillation im Vakuum werden mit den flüchtigen Verbindungen auch unerwünschte Aromastoffe abgetrennt. Der Vorgang kann eine Dauer von 20 Minuten bis hin zu 6 Stunden haben. (Belitz u.a., 2008)

Bei Fetten, die wenige Begleitstoffe besitzen bzw. bei denen sie durch Entschleimung und Bleichung abgetrennt worden sind, kann man die Desodorisierung mit einer destillativen Entsäuerung kombinieren. Da Fettsäuren schwerer wasserdampflich sind als die Geruchsstoffe, werden höhere Temperaturen als bei der Desodorisierung erreicht. Carotinoide werden dabei zersetzt, so dass z.B. Palmöl thermisch gebleicht wird. (Belitz u.a., 2008)

3.4.3 Fraktionierung

Durch fraktionierte Kristallisation können unerwünschte Bestandteile entfernt werden. Die Fraktionierung von Palmöl hat mit dem erhöhten Angebot stark zugenommen. (Belitz u.a., 2008)

Palmöl bietet sich zur Fraktionierung an, weil es etwa gleich große Anteile an niedrig- und hochschmelzenden Triglyceriden enthält. Es kann in ein Olein und ein Stearin getrennt werden. (Belitz u.a., 2008)

Das Fett wird so langsam gekühlt, dass die hochschmelzenden Triglyceride (Stearin) möglichst selektiv kristallisieren, d.h. ohne Bildung von Mischkristallen aus niedrig- und hochschmelzenden Triglyceriden. Voraussetzung für eine ausreichend scharfe Trennung der Fraktionen ist eine Schmelzpunktdifferenz von mindestens 10 °C. Die Kristalle werden anschließend abfiltriert. (Belitz u.a., 2008)

3.5 Fettverderb

Ob durch Schädigung bei der Produktion, der Verarbeitung oder der Lagerhaltung von Fetten oder fetthaltigen Lebensmitteln kann es unter Einfluss von Sauerstoff, höheren Temperaturen und bestimmten Enzymen zu Veränderungen der Fette kommen. Schon in außerordentlich geringen Konzentrationen können durch Abbauprodukte gebildete Geruchs- und/oder Geschmacksveränderungen zu erheblichen Qualitätsminderungen führen.

Im Wesentlichen für einen Fettverderb verantwortlich sind:

Oxidation, Polymerisation und Hydrolyse

Die Polymerisation ist hierbei auszuschließen, da ein Verderb nur bei hohen Temperaturen (über 200 °C), meist bei Frittier- oder Bratfetten, stattfindet.

3.5.1 Oxidation

Der oxidative Fettverderb (Autoxidation) beginnt durch eine Reaktion des Fettes mit Sauerstoff, das die Doppelbindungen der ungesättigten Fettsäuren als Radikal ($R\cdot$) angreift. Um eine Umsetzung mit Fettsäuren zu ermöglichen, müssen besonders aktivierte Wasserstoff – Atome zwischen den Doppelbindungen unter Entstehung eines ungebundenen Elektrons abgespalten werden, siehe (1) in Abbildung 2. (Belitz u.a., 2008)

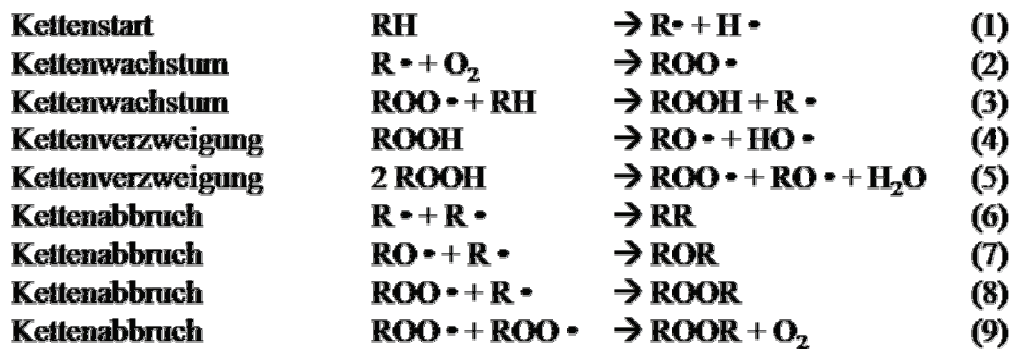


Abbildung 2: Elementarschritte der Radikalkette (Franzke, 1996)

Diese Reaktion, auch Induktionsphase (siehe Verlauf in Abbildung 3) genannt, verläuft sehr langsam und richtet sich bei der Oxidationsgeschwindigkeit nach der Fettsäurezusammensetzung der Fette. D.h. je mehr Doppelbindungen in einem Fettmolekül vorkommen, umso kürzer ist die Induktionsperiode und desto schneller verläuft die Reaktion. (Belitz u.a., 2008)

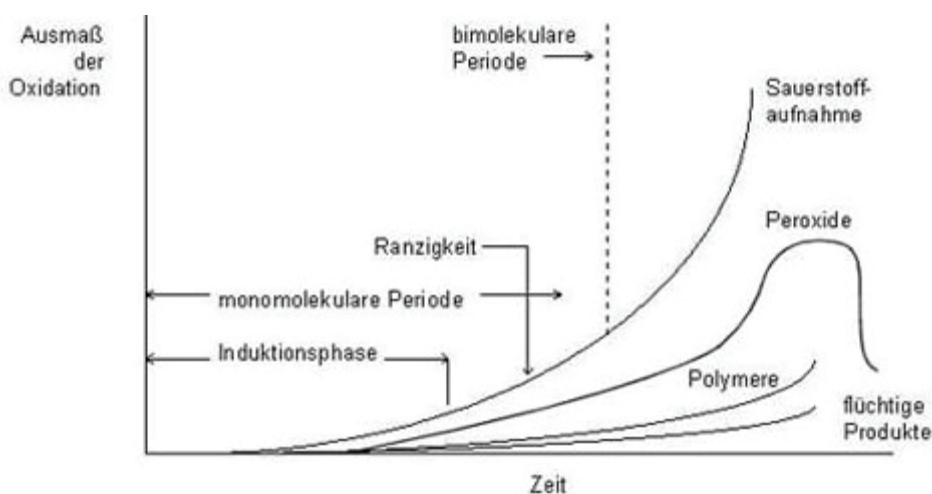


Abbildung 3: Zeitlicher Ablauf einer Fettoxidation (Margarine Institut, Internet)

Während des Wachstums, (2) bis (3) in Abbildung 2, entstehen in schneller Zeit instabile Hydroperoxide, wobei die freiwerdende Energie, bei der Hydroperoxidbildung, erheblich größer sein muss als die Energie, die zur Wasserstoff – Ablösung, aus einer Fettsäure aufgebracht wird. (Franzke, 1996)

Durch die Bildung der Hydroperoxide entstehen noch keine flüchtigen Wertmindernden Reaktionsprodukte.

Die Peroxidation der ungesättigten Fettsäuren beschleunigt sich in der Verzweigungsphase, (4) bis (5) in Abbildung 2, autokatalytisch, da Radikale durch einen monomolekularen Zerfall der Hydroperoxide entstehen. Es treten Abbauprodukte (wie z.B. Kohlenwasserstoffe, Aldehyde, Alkohole, Ketone) auf, die eine sensorische Wertminderung bedingen. Diese Reaktion wird u.a. durch vorhandene Schwermetallionen begünstigt. (Franzke, 1996)

Bei den Kettenabbruchreaktionen (siehe Abbildung 2) spielen (6) bis (8) eine Rolle, wenn z.B. die inneren Partien eines fetthaltigen Lebensmittels an Sauerstoff verarmt sind. Tritt keine Sauerstoffverarmung auf, dürfte (9) überwiegen. (Belitz u.a., 2008; Franzke, 1996)

Die in Abbildung 2 dargestellten Elementarschritte der Radikalkette, sind nur für die Anfangsphase der Autooxidation gültig. Mit zunehmender Reaktionszeit wird der Prozess immer unübersichtlicher, da neben den Hydroperoxiden Sekundärprodukte auftreten, die teilweise weiter zu Tertiärprodukten autooxidiert werden könnten. (Belitz u.a., 2008)

Eine Autoxidation kann gehemmt werden, bei

- Ausschluss von Sauerstoff (z.B. Verpackung im Vakuum),
- Vermeidung der Berührung mit Buntmetallen (unedle Metalle),
- Lagerung unter niedrigen Temperaturen in der Dunkelheit: Die Geschwindigkeit der Autoxidation wird herabgesetzt und
- Zusatz von Antioxidantien.

3.5.2 Hydrolyse

Man kann zwischen alkalischer (Verseifung) und enzymatischer Hydrolyse unterscheiden.

Die Verseifung kann nur in einem basischen Milieu ablaufen und ist daher sehr selten. Hierbei werden die Esterbindungen der Fettmoleküle mit einer Lauge aufgespalten und es entstehen

Glycerin und Natronseifen (Abbildung 4). Die entstandenen Natronseifen sind für den seifigen Geschmack verantwortlich. (Franzke, 1996)

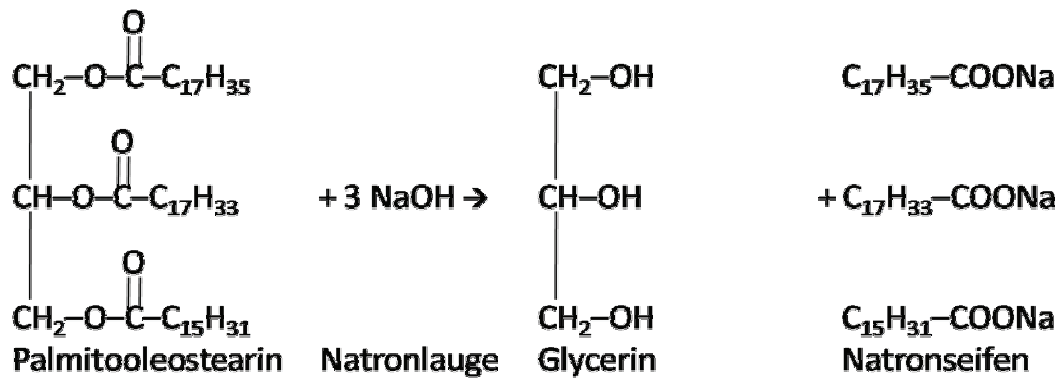


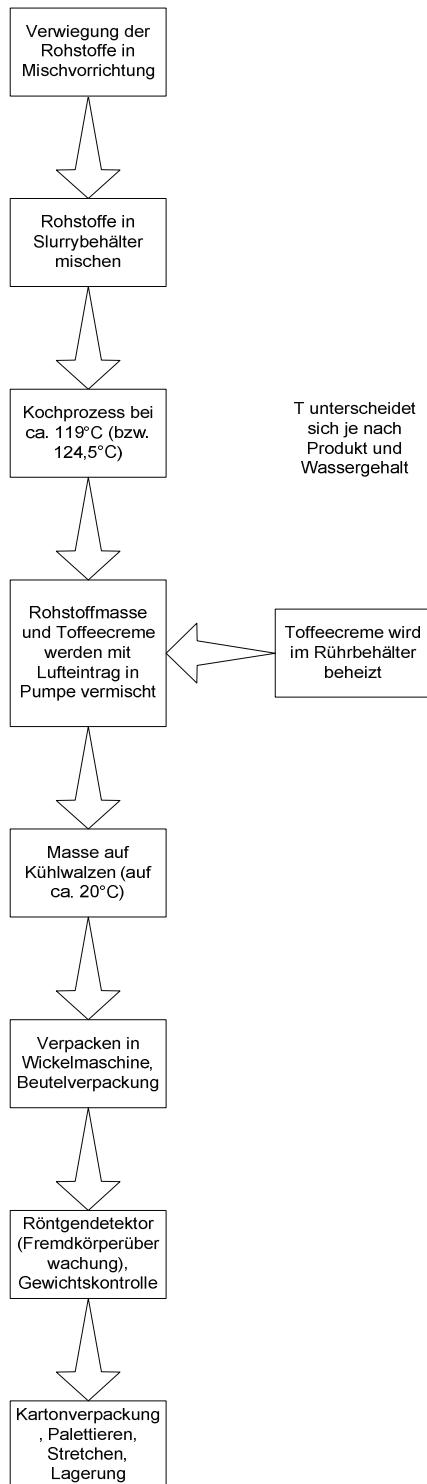
Abbildung 4: Alkalische Hydrolyse eines Fettmoleküls

Durch ihre produktspezifischen Eigenschaften kann die enzymatische Hydrolyse von Triglyceriden durch Lipasen sowohl durch zelleigene Enzyme als auch durch Fremdlipasen (z.B. durch Befall von Mikroorganismen, deren Lipasen meist sehr hitzestabil sind) ausgelöst werden. Die dabei als Reaktionsprodukte auftretenden freien Fettsäuren können die sensorische Qualität negativ beeinflussen, vor allem wenn kurzkettige Fettsäuren entstehen. (Franzke, 1996)

Die Lipasen setzen die Aktivierungsenergie herunter und spalten Fettsäuren aus den Fettmolekülen ab. Wie in den Gleichungen 6, 7 und 8 zur Bestimmung der Lipasenaktivität in 5.4 dargestellt ist, ist Wasser als Reaktionspartner notwendig, denn Lipasen wirken an der Grenzfläche Wasser/Fett. Je größer die Grenzfläche Wasser/Fett, d.h. je kleiner die Fetttröpfchen, umso aktiver sind die Lipasen. (Belitz u.a., 2008)

4 Herstellung der Schokoladen – Toffees

In diesem Kapitel soll die Herstellung (Abbildung 5) der konventionellen bzw. biologischen Schokoladen – Toffees näher beleuchtet werden. Wie aus 3.5 ersichtlich, können viele Faktoren bei möglichen Kontaminationen zu einem Fettverderb führen.



Die Rohstoffe (Anlage 1) der konventionellen Schokoladen – Toffees werden für Kontaminationen unzugänglich, trocken, kühl und lichtundurchlässig gelagert. Für die Produktion werden diese entweder über regelmäßig gereinigte Rohrleitungen (CIP) oder manuell in einer Mischvorrichtung eingewogen.

Während des Kochprozesses werden sehr hohe Temperaturen erreicht, wodurch Mikroorganismen und Enzyme weitgehend abgetötet werden.

Im Anschluss wird die nicht gekochte Toffeecreme mittels Lufteintrag mit der gekochten Rohstoffmasse vermischt. Die Temperaturen sinken. Die Toffeecreme könnte Mikroorganismen und Enzyme enthalten, die oxidative oder hydrolytische Reaktionen hervorrufen. Außerdem ist der Lufteintrag ein möglicher Autoxidationsbeschleuniger.

Nach der Verpackung werden die Toffees in Kartons auf Paletten dunkel, kühl und trocken gelagert.

Die Produktion der biologischen Schokoladen – Toffees erfolgt wie die Herstellung der konventionellen Schokoladen – Toffees. Ausnahme ist das Zuführen der biologischen Rohstoffe (Anlage 1), denn diese werden mit anderen Zuleitungen oder manuell eingewogen.

Die Reinigung der Produktionsanlagen findet immer im Anschluss an die Produktion statt und die Vermischung der konventionellen und biologischen Massen wird vermieden.

Abbildung 5: Herstellschema

5 Methoden

Im folgenden Kapitel sollen alle Methoden erfasst werden, die zur Abschätzung der Produktqualität dienen und wenn möglich einen Vergleich zwischen den konventionellen und biologischen Schokoladen – Toffees anstellen lassen. Beim Einsatz von Chemikalien sollte beachtet werden, ausschließlich analysenreine Substanzen zu verwenden.

Bei der Hauptbetrachtung, der Fettverderb, sind die eingesetzten Fette Chocotan Special 150 und Bio Palmstearin auf ihre Stabilität zu testen. Des Weiteren befinden sich eiweißhaltige Rohstoffe (Anlage 1) in den Schokoladen – Toffee, die möglicherweise Enzyme mit katalytischer Wirkung enthalten können.

Die in 5.1 beschriebenen Verfahren sind nur für die Untersuchung von Speisefetten bestimmt, in 5.2, 5.3 sowie 5.5 wird die Qualität der Schokoladen – Toffees getestet und in 5.4 werden proteinhaltige Rohstoffe untersucht.

5.1 Chemische Kennzahlen

Um herauszufinden, in welchem Zustand die eingesetzten Fette sind, werden die chemischen Kennzahlen benutzt. Einige von ihnen sind Einheitsmethoden der Deutschen Gesellschaft für Fettwissenschaft (DGF).

Die DGF wurde 1936 gegründet und verfolgt die Ziele, auf dem Gebiet der Fettwissenschaft und -technologie

- Fachleute aus Wissenschaft, Technik und Wirtschaft zu einer Gemeinschaftsarbeit zu vereinigen,
- wissenschaftliche und anwendungsorientierte Forschungsarbeiten zu fördern und eventuell eigene Forschungseinrichtungen zu unterhalten,
- die fachliche Ausbildung zu fördern,
- der Öffentlichkeit unabhängige Gutachten zu bieten und als Informationsquelle zu Fragen der Fettwissenschaft und -technologie zu dienen,
- Normen vorzubereiten, zu prüfen und Einheitsmethoden zu erstellen.

Dadurch fördert die Gesellschaft eine Zusammenarbeit der naturwissenschaftlichen, medizinischen, technologischen, landwirtschaftlichen und ökologischen Forschung über Fette und Öle, Fettprodukte und -begleitstoffe sowie Rohstoffe. (DGF Informationsbroschüre, 2001)

5.1.1 Säurezahl DGF-Einheitmethode C-V 2 (81)

- Definition und Prinzip

Die Säurezahl ist ein Maß für den in Fetten und Fettsäuren auftretenden Gehalt an freien Säuren; dabei können neben Fettsäuren auch eventuell vorliegende Mineralsäuren erfasst werden. Der Gehalt an freien Fettsäuren dient zur Reinheitsprüfung und lässt in bestimmten Fällen Rückschlüsse auf die Vorbehandlung oder stattfindende Zersetzungsprozesse zu. (Matissek u.a., 1992)

Die Methode ist anwendbar auf raffinierte und nicht raffinierte pflanzliche und tierische Fette sowie auf Raffinationsfettsäuren und technische Fette. Da sie völlig unspezifisch ist, kann nicht zwischen Mineralsäuren, freien Fettsäuren und anderen organischen Säuren unterschieden werden. Sie erfasst daher auch etwa anwesende Mineralsäuren, die gesondert bestimmt werden können. (DGF, 1981)

Die Säurezahl gibt die Menge Kaliumhydroxid in Milligramm an, die notwendig ist, um die in 1 Gramm Fett oder Fettsäuren enthaltenen freien Säuren zu neutralisieren. Freie Fettsäuren entstehen durch hydrolytische Spaltungen. Durch steigende Gehalte an freien Fettsäuren im Fett nimmt die Oxidationsstabilität ab, da die freien Fettsäuren weniger oxidationsstabil sind, als wenn sie im Triglycerid gebunden wären. (Frede, 2006)

Die Proben werden in einem geeigneten Lösungsmittel gelöst und die anwesenden Säuren werden mit Kaliumhydroxid – Maßlösung gegen einen Indikator titriert. (Matissek u.a., 1992)

Zur Einschätzung der ermittelten Säurezahl können Literaturangaben des Buches „Lebensmittelanalytik“ (Matissek u.a., 1992) herangezogen werden, die in Tabelle 2 dargestellt sind.

Tabelle 2: Vergleichsangaben der Säurezahl aus der Literatur (Matissek u.a., 1992)

Art des Fettes	Raffinierte Speisefette und -öle	Native und nicht raffinierte Speisefette und -öle	Verdorbene Speisefette und -öle
Säurezahl in <i>mg KOH/g Probe</i>	Bis zu 0,2	Bis zu 10	Über 10

- Chemikalien

- Ethanol: 96 *Vol.-%ig*
- Toluol
- Ethanol – Toluol – Gemisch (Lösungsmittelgemisch): Ethanol mit Toluol im Verhältnis 1:1 mischen und mit 0,1 *N* Kaliumhydroxid – Maßlösung gegen Indikator neutralisieren
- Kaliumhydroxid – Maßlösung: 0,1 *N* bzw. 0,5 *N* (siehe Tabelle 3)
- Phenolphthalein- Lösung (Indikator): 1 *%ig* in Ethanol

- Geräte

- Analysenwaage: 0,0001 *g* genau
- Erlenmeyerkolben: 200 *ml* Inhalt, weithalsig
- Bürette: 10 *ml* Inhalt, geteilt in 0,02 *ml* (siehe Tabelle 3)
- Bürette: 25 *ml* Inhalt, geteilt in 0,05 *ml* (siehe Tabelle 3)
- Bürette: 50 *ml* Inhalt, geteilt in 0,10 *ml* (siehe Tabelle 3)
- Messzylinder: 50 *ml* Inhalt

- Durchführung

Zur Bestimmung der Säurezahl werden das konventionelle Fett (Chocotan Special 150) und das biologische Fett (Bio Palmstearin) eingesetzt.

Die Proben werden aufgeschmolzen (nur bei festen Proben) und bei Anwesenheit von Trübungen filtriert. Es ist darauf zu achten, dass die Aufschmelztemperatur die Schmelztemperatur nicht mehr als 10 °C überschreitet.

Je nach Höhe der zu erwartenden Säurezahl sollten folgende Einwaagen und Laugenkonzentrationen (Tabelle 3: Empfohlene Einwaagen und Laugenkonzentrationen) gewählt werden:

Tabelle 3: Empfohlene Einwaagen und Laugenkonzentrationen (DGF, 1981)

Öl / Fett - Probe	Erwartete Säurezahl	Einwaage in g	Normalität der Kaliumhydroxid-Maßlösung	Bürette in ml Inhalt
Raffinierte Pflanzenöle; tierische Speisefette	0,2-1	10-20	0,1	10
Rohe Pflanzenöle; technische tierische Fette	1-10	3-10	0,1	25
Raffinationsfettsäuren	80-180	2-6	0,5	50
Technische Fettsäuren	160-260	1-4	0,5	50

Es werden je 2 Proben der beiden Fette auf 0,1 % genau in 200 ml – Erlenmeyerkolben eingewogen.

Mit einem 50 ml – Messzylinder werden je 50 ml des neutralisierten Lösungsmittelgemisches abgemessen und in die Erlenmeyerkolben hinzugegeben und die Proben, wenn nötig unter leichtem Erwärmen, gelöst.

Nach Zusatz der Indikator – Lösung unter ständigem Umschwenken mit Kaliumhydroxid – Maßlösung bis zum bleibenden Farbumschlag titrieren.

- Berechnung

Die Säurezahl (SZ) wird nach folgender Formel berechnet:

$$SZ = \frac{a \cdot N \cdot 56,1}{E}$$

Einheit: [mg KOH/g Probe]

mit

a Verbrauch an Kaliumhydroxid – Maßlösung in ml

N Titer (Normalität) der Kaliumhydroxid – Lösung

E Einwaage in g

56,1 Molare Masse von Kaliumhydroxid

- Wiederholbarkeit

Die Ergebnisse zweier im selben Laboratorium hintereinander ausgeführter Bestimmungen sollen keine größeren Differenzen aufweisen, als in der Tabelle 4 angegeben ist:

Tabelle 4: Maximale Differenzen bei Säurezahlen (DGF, 1981)

Säurezahl in mg KOH/g Probe	200	100	10	1	0,2
Differenz	0,7	0,4	0,06	0,06	0,03

5.1.2 Iodzahl nach Wijs DGF-Einheitmethode C-V 11d (02)

- Definition und Prinzip

Die Iodzahl ist ein Maß für den ungesättigten Charakter der in Fetten vorkommenden Verbindungen. Sie ist umso größer, je höher die Anzahl der Kohlenstoff – Kohlenstoff – Doppelbindungen (C=C) pro Einheit Fett ist, und kann daher zur Reinheits- und Identitätsprüfung von Fetten dienen. Neben Doppelbindungen der ungesättigten Fettsäuren werden auch die ungesättigten Fettbegleitstoffe wie z.B. Sterine mitefassen. Hohe Konzentrationen solcher Begleitstoffe können deshalb einen höheren Ungesättigtheitsgrad des Fettes vortäuschen. (Matissek u.a., 1992; DGF, 2002)

Die Bestimmung basiert auf der Fähigkeit von Halogenen und bestimmten Halogenverbindungen sich an die Doppelbindungen der Fettsäuren bzw. Fettsäurereste zu addieren. Die Höhe der Halogenanlagerung hängt neben der Konstitution des Fettes, der Art des Halogens und des Lösungsmittels auch von den äußeren Parametern wie Reaktionszeit, Temperatur und Belichtung ab. (DGF, 2002)

Die Iodzahl gibt an, wie viel Gramm Halogen, berechnet als Iod, von 100 g Probenmaterial unter den vorgeschriebenen Bedingungen gebunden werden. (DGF, 2002)

Die Methode ist auf alle pflanzlichen und tierischen Fette und Öle, Fettsäuren und Wachse sowie Mischungen dieser Stoffe untereinander anwendbar. Dabei wird eine bestimmte Einwaage der Probe in Cyclohexan und Eisessig gelöst und mit Wijs – Reagenz versetzt. Das in der Wijs – Lösung enthaltene Chlor lagert sich an die Doppelbindungen an (Gleichung 1). Nach einer festgelegten Zeit werden Kaliumiodid und Wasser hinzugegeben, wobei sich die nicht verbrauchte Chlormenge die Iodid – Lösung zu Iod oxidiert (Gleichung 2) und das freigesetzte Iod mit Natriumthiosulfat – Lösung zurücktitriert wird (Gleichung 3). (DGF, 2002)

Die Additionsreaktion wird im Dunkeln ausgeführt, um lichtinduzierte radikalische Nebenreaktionen (und dadurch einen vorgetäuschten Mehrverbrauch an Halogen) auszuschließen. (Matissek u.a., 1992)



Zur Einschätzung des konventionellen bzw. biologischen Fettes dienen die Bereiche der Herstelleruntersuchungen (Anlage 1) als Vergleichswerte. Für Chocotan Special 150 sollte der Bereich bei 42 – 45 g *Iod/100 g Probe* und für Bio Palmstearin bei 36 – 39 g *Iod/100 g Probe* liegen.

- Chemikalien

- Kaliumiodid – Lösung, $\rho = 100 \text{ g/l}$: frei von Iodat und freiem Iod
- Stärke – Lösung, $\rho = 5 \text{ g/l}$: 5 g wasserlösliche Stärke mit 30 ml Wasser vermischen und zu 1 l kochendem Wasser geben. Anschließend 3 Minuten lang am Sieden halten und abkühlen. Die Lösung ist stets frisch herzustellen
- Natriumthiosulfat – Maßlösung: 0,1 mol/l
- Cyclohexan
- Essigsäure (Eisessig)
- Cyclohexan – Eisessig – Gemisch (Lösungsmittelgemisch): Eisessig mit Cyclohexan im Verhältnis 1:1 mischen
- Wijs – Reagenz: enthält Iodmonochlorid in Eisessig

- Geräte

- Analysenwaage: 0,001 g genau
- Erlenmeyerkolben (Iodzahlkolben): NS 29 mit Stopfen, 500 ml Inhalt, vollständig trocken
- Vollpipetten: 20 ml und 25 ml Inhalt
- Bürette mit Schellbachstreifen: 50 ml Inhalt, geteilt in 0,1 ml
- Messzylinder: 100 ml Inhalt

- Durchführung

Zur Bestimmung der Iodzahl werden das konventionelle Fett (Chocotan Special 150) und das biologische Fett (Bio Palmstearin) eingesetzt.

Die Proben werden sorgfältig homogenisiert, möglichst ohne sie zu erwärmen und ohne Luft einzurühren. Feste Proben werden vorsichtig auf maximal 10 °C über ihren Schmelzpunkt erwärmt und falls erforderlich, sind die Proben zu filtrieren.

Es werden je 2 Proben der beiden Fette in Iodzahlkolben auf 0,001 g genau eingewogen. Die Größe der Einwaage richtet sich dabei nach der zu erwartenden Iodzahl und kann der Tabelle 5 entnommen werden. Dabei ist die Einwaage so zu wählen, dass der Überschuss an Wijs – Reagenz zwischen 50 % und 60 % der zugegebenen Menge liegt, d.h. 100 % bis 150 % der gebundenen Menge. Bei einer erwartenden Iodzahl zwischen 40 und 60 g Iod/100 g Probe sollte die Einwaage so gewählt werden, wie in Tabelle 5 markiert ist.

Tabelle 5: Einwaage bei zu erwartender Iodzahl (DGF, 2002)

Erwartete Iodzahl in g Iod/100 g Probe	Einwaage in g bei 150 % Überschuss	Einwaage in g bei 100 % Überschuss	Einwaage-Genauigkeit ± g	Lösungsmittelgemisch in ml
< 3	10	10	0,001	25
3	8,4613	10,5760	0,001	25
5	5,0770	6,3460	0,001	25
10	2,5384	3,1730	0,001	20
20	0,8461	1,5865	0,001	20
40	0,6346	0,7935	0,001	20
60	0,4321	0,5288	0,001	20
80	0,3173	0,3966	0,001	20
100	0,2538	0,3173	0,0005	20
120	0,2115	0,2644	0,0005	20
140	0,1813	0,2266	0,0005	20
160	0,1587	0,1983	0,0005	20
180	0,1410	0,1762	0,0005	20
200	0,1269	0,1586	0,0005	20

Das Lösungsmittelgemisch gemäß Tabelle 5 zugeben. Mit einer 25 ml – Vollpipette je genau 25 ml Wijs – Reagenz zusetzen, die Iodzahlkolben verschließen, umschütteln und 1 Stunde an einem dunklen Platz aufbewahren.

Der Blindversuch wird in gleicher Weise mit dem Lösungsmittelgemisch und Wijs – Reagenz wie oben beschrieben angesetzt, jedoch ohne die Probeneinwaage.

Am Ende der Reaktionszeit werden je 20 ml Kaliumiodid – Lösung und 150 ml Wasser hinzugefügt. Das freigesetzte Iod wird sofort mit der 0,1 mol/l Natriumthiosulfat – Maßlösung zunächst bis zur Gelbfärbung und nach Zusatz von einigen Tropfen Stärkelösung von violett nach farblos, unter kräftigem Schütteln, titriert.

In gleicher Weise wird auch der Blindversuch durchgeführt.

- Berechnung

Die Iodzahl (*IZ*), ausgedrückt in *Gramm Iod pro 100 g Probe*, wird nach folgender Formel berechnet:

$$IZ = \frac{12,69 \cdot c \cdot (V_1 - V_2)}{m} \quad \text{Einheit: [g Iod/100 g Probe]}$$

mit

- c* Molarität der Natriumthiosulfat – Maßlösung in mol/l
- V₁* Verbrauch an Natriumthiosulfat – Maßlösung in ml für den Blindversuch
- V₂* Verbrauch an Natriumthiosulfat – Maßlösung in ml für den Hauptversuch
- m* Masse der eingewogenen Probe in g.

Die Angabe der Iodzahl erfolgt unter Rundung der Ergebnisse gemäß den Angaben in Tabelle 6.

Tabelle 6: Rundung der Ergebnisse (DGF, 2002)

Iodzahl in g Iod/100 g Probe	Runden auf
< 20	0,1
20 bis 60	0,5
> 60	1

5.1.3 Anisidinzahl DGF-Einheitmethode C-VI 6e (84)

- Definition und Prinzip

Die Anisidinzahl ergibt mit konjugierten Dialdehyden, die während der Oxidation gebildet werden, einen gelben Komplex, dessen Extinktion anschließend gemessen wird. Für die Beurteilung der Haltbarkeit von Fetten ist es von Bedeutung, dass die Anisidinzahl im Gegensatz zur Peroxidzahl auch während der Raffination ansteigt. Dadurch lassen sich während der Herstellung oxidativ geschädigte Fette auch nach der Raffination noch erkennen. (Frede, 2006)

Die Methode ist anwendbar auf pflanzliche und tierische, raffinierte und nicht raffinierte Fette sowie auf Fettsäuren. (DGF, 1984)

Die Anisidinzahl wird definiert als der 100fache Betrag der bei der Absorption 350 nm gemessenen Extinktion einer Lösung von 1 *Gramm Fett in 100 ml* eines Gemisches aus Lösungsmittel und Anisidinreagenz. (DGF, 1984)

Die Probe wird in Isooctan gelöst und mit einer Lösung von p – Anisidin in Eisessig versetzt. Nach 10 Minuten Stehen bei Zimmertemperatur wird die Extinktion der Mischung bei 350 nm gemessen. (DGF, 1984)

Ein gutes Fett sollte die ermittelte Anisidinzahl von 10 nicht überschreiten, da sonst das zu untersuchende Fett als verdorben gilt. (Frede, 2006)

- Chemikalien

- p – Anisidin: etwa 98 %
- Isooctan: mindestens 99 %
- Essigsäure (Eisessig)
- Anisidinreagenz: Lösung von p – Anisidin in Eisessig, ρ (Massenkonzentration)= 0,25 %
- Natriumsulfat: wasserfrei, reinst

- Geräte

- Analysenwaage: 0,001 g genau
- Messkolben: 25 ml Inhalt
- Reagenzgläser mit Schliffstopfen: 10 ml Inhalt
- Vollpipetten oder Kolbenhubpipetten: 1 ml und 5 ml Inhalt
- Glasküvette: 1 cm Schichtdicke, mit Deckel
- Spektralphotometer: Spekol 1300, geeignet für Extinktionsmessungen bei 350 nm

- Umkristallisierung von p – Anisidin

Das käufliche p – Anisidin ist häufig braun gefärbt. Zur Reinigung wird das braune p – Anisidin bis zur Sättigung in 70 °C warmen Wasser (mit Thermometer messen) gelöst und anschließend mit Filterpapier filtriert. Das im Filtrat gelöste p – Anisidin wird über Nacht im Kühlschrank gelagert (kühl) und zur Kristallisation gebracht. Eventuell kann man durch Reiben mit einem Glasstab an der Wandung der Filtrierschale die Kristallbildung fördern. Nach der kühlen Lagerung sollten farblose Kristallnadeln zu sehen sein. Diese Lösung wird über eine Filternutsche mit einer Vakuumpumpe abgesaugt und im Exsikkator lichtgeschützt aufbewahren.

- Durchführung

Zur Bestimmung der Anisidinzahl werden das konventionelle Fett (Chocotan Special 150) und das biologische Fett (Bio Palmstearin) eingesetzt.

Die Proben werden, wenn fest, vorsichtig auf maximal 10 °C über ihren Schmelzpunkt erwärmt. Zur Senkung des Wassergehaltes werden die Proben mit wasserfreiem Natriumsulfat wie folgt getrocknet: Zu je 10 g der Probe sind 1 bis 2 g Natriumsulfat zuzugeben, kräftig umzurühren und zu filtrieren.

Es werden je 2 Proben der beiden Fette zwischen 0,5 bis 4,0 g auf 0,001 g genau in 25 ml – Messkolben eingewogen.

Die Fettproben werden in den Messkolben mit Isooctan gelöst und mit dem gleichen Lösungsmittel (Isooctan) bis zur Marke aufgefüllt.

Die so hergestellten Lösungen werden in 1 cm – Küvetten gegeben und die Extinktion bei 350 nm bestimmt. Als Bezugsflüssigkeit wird das reine Lösungsmittel verwendet.

5 ml der Fettlösungen werden in Reagenzgläser, 5 ml des Lösungsmittels in ein weiteres Reagenzglas pipettiert.

Mit einer Vollpipette werden je 1 ml Anisidinreagenz in jedes zuvor befüllte Reagenzglas pipettiert, verschlossen, durchgeschüttelt und im Dunkeln stehen gelassen.

Nach genau 10 Minuten werden die Extinktionen der Fett – Anisidin – Lösungen gegen die Lösungsmittel – Anisidin – Lösung unter Verwendung von 1 cm – Küvetten bei 350 nm bestimmt.

- Berechnung

Die Anisidinzahl (AnZ) wird nach folgender Formel berechnet:

$$AnZ = \frac{25 \cdot (1,2 \cdot E_a - E_b)}{p}$$

mit

E_a nach 10minütiger Inkubation gemessene Extinktion der Fett – Anisidin – Lösung gegen Lösungsmittel – Anisidin – Lösung

E_b vor der Inkubation gemessene Extinktion der Fett – Lösung gegen Lösungsmittel

p Fetteinwaage in g

5.1.4 Peroxidzahl nach Wheeler DGF-Einheitmethode C-VI 6a – Teil 1 (02)

- Definition und Prinzip

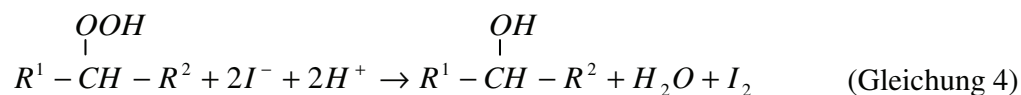
Die Peroxidzahl ist eine dynamische Größe, die stark von der Vorgeschichte des Untersuchungsmaterials abhängt und ein Maß für den peroxidisch gebundenen Sauerstoff in Fetten. Als primäre Oxidationsprodukte entstehen insbesondere Hydroperoxide neben geringen Mengen anderer Peroxide als eine Folge von Oxidationsvorgängen (Autoxidation). Während der Oxidation entstehen aus ungesättigten Fettsäuren Hydroperoxide, deren Abbauprodukte (z.B. Ketone, Kohlenwasserstoffe, Aldehyde, Alkohole) ergeben eine sensorische Wertminderung. Es sollte beachtet werden, dass bei einer fortschreitenden Oxidation ein zunehmender Zerfall der Peroxide auftritt und somit die Peroxidzahl wieder abnimmt. (Matissek u.a., 1992)

Die Methode ist auf alle pflanzlichen und tierischen Fette und Öle, Fettsäuren sowie auf Mischungen dieser Stoffe untereinander anwendbar. Sie kann auch bei Margarine- und Mischfetterzeugnisse mit unterschiedlichem Wassergehalt eingesetzt werden. Sie ist nicht anwendbar auf Lecithine. (DGF, 2002)

Die Peroxidzahl gibt die in 1 kg Probe enthaltene Menge an aktivem Sauerstoff an, die Kaliumiodid oxidiert. (DGF, 2002)

Die Probe wird in Isooctan und Eisessig gelöst und dann mit einer Kaliumiodid – Lösung ver-

setzt. Die durch Reaktion mit den Peroxidgruppen freigesetzte Iodmenge (Gleichung 4), wird durch Titration mit Natriumthiosulfat – Maßlösung bestimmt (Gleichung 5). (Matissek u.a., 1992)



Für native und nicht raffinierte Speisefette und -öle sollte die Peroxidzahl $10,0 \text{ meq } O_2/\text{kg Probe}$ und für raffinierte Speisefette und -öle $5,0 \text{ meq } O_2/\text{kg Probe}$ nicht überschritten werden. (BAnz. Nr. 199 oder GMBI Nr. 38, 2001)

- Chemikalien

- Essigsäure (Eisessig)
- Isooctan: reinst
- Eisessig – Isooctan – Gemisch (Lösungsmittelgemisch): Eisessig mit Isooctan im Verhältnis 3:2 mischen
- Kaliumiodid, frei von Iod und Iodaten
- Gesättigte Kaliumiodid – Lösung: ca. 14 g Kaliumiodid in ca. 8 g abgekochtem Wasser bei Raumtemperatur lösen
- Natriumthiosulfat – Lösung: 0,01 mol/l bzw. 0,002 mol/l (Verdünnungen aus 0,1 mol/l Maßlösung)
- Stärke – Lösung: 10 g/l, Stärke in wenig kaltem Wasser aufschlännen und unter Rühren in kochendes Wasser überführen, einige Sekunden lang kochen lassen und dann sofort abkühlen.

- Geräte

- Analysenwaage: 0,0001 g genau
- Erlenmeyerkolben (Iodzahlkolben): NS 29 mit Stopfen, 500 ml Inhalt
- Bürette mit Schellbachstreifen: 10 ml Inhalt, geteilt in 0,01 ml
- Vollpipette oder Kolbenhubpipetten: 0,5 ml und 1 ml Inhalt
- Messzylinder: 50 ml Inhalt

- Reinigung der Glasgeräte

Die Glasgeräte, die zur Bestimmung der Peroxidzahl benutzt werden, müssen einwandfrei sauber sein. Ein unsichtbarer Ölfilm, Metallspuren sowie Reinigungsmittelrückstände auf der Oberfläche können zu völlig falschen Resultaten führen. Um sicher zu gehen, dass die Erlenmeyerkolben keine oxidierenden bzw. reduzierenden Substanzen enthält, sollten die Kolben vor der Analyse mit dem Lösungsmittelgemisch gespült werden.

- Verdünnung der Natriumthiosulfat – Lösung

Mit abgekochtem Wasser wird die 0,1 *mol/l* Natriumthiosulfat – Maßlösung mit einer 10fachen Verdünnung zu einer 0,01 *mol/l* Natriumthiosulfat – Lösung und mit einer 50fachen Verdünnung zu einer 0,002 *mol/l* Natriumthiosulfat – Lösung gebracht. Diese Lösungen sind nicht lange stabil und sollten frisch verbraucht werden.

Um eine Zersetzung durch Kohlensäure zu vermeiden, wird zur Herstellung Wasser verwendet, das durch vorheriges Abkochen kohlendioxidfrei gemacht worden ist.

- Durchführung

Zur Bestimmung der Anisidinzahl werden das konventionelle Fett (Chocotan Special 150) und das biologische Fett (Bio Palmstearin) eingesetzt.

Die Proben sollten möglichst ohne zu erwärmen und ohne Luft einzurühren gemischt werden. Direkte Sonneneinstrahlung ist zu vermeiden. Feste Proben vorsichtig auf maximal 10 °C über ihren Schmelzpunkt erwärmen. Proben mit sichtbaren Verunreinigungen sind zu filtrieren.

Bei je 2 Proben der beiden Fette werden 5 g pro Probe 0,1 mg genau in den mit Lösungsmittelgemisch gespülten Erlenmeyerkolben eingewogen.

Die Proben in 50 ml Lösungsmittelgemisch unter Umschwenken lösen. Im Falle von schwerlöslichen Fetten (Hartfetten und tierische Fette) sollten die Proben zügig in 20 ml Isooctan unter Umschwenken gelöst und dann sofort 30 ml Eisessig hinzugefügt werden.

Mit der Vollpipette 0,5 ml gesättigte Kaliumiodid – Lösung zusetzen, die Erlenmeyerkolben verschließen und genau 60 Sekunden lang kräftig schütteln.

Nach Ablauf der Zeit sofort 30 ml Wasser hinzufügen und umschwenken.

Das freigesetzte Iod sofort mit 0,01 *mol/l* oder 0,002 *mol/l* Natriumthiosulfat – Maßlösung von gelborange nach hellgelb und nach Zusatz von 0,5 ml Stärke – Lösung von violett nach farblos

titrieren. Der Farbumschlag tritt bei Verwendung der 0,01 mol/l und 0,002 mol/l Natriumthiosulfat – Maßlösungen mit einer 15 bis 30 Sekunden langen Verzögerung auf. Die Titration ist beendet, sobald die Farblosigkeit 30 Sekunden lang bestehen bleibt.

Parallel dazu wird ein Blindversuch ohne Fetteinwaage durchgeführt, bei dem nicht mehr als 0,1 ml der 0,01 mol/l Natriumthiosulfat – Maßlösung verbraucht werden darf. Ein zu hoher Blindwert deutet auf eine nicht mehr brauchbare Kaliumiodid – Lösung hin.

- Berechnung

Die Peroxidzahl (POZ) wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$POZ = \frac{(a - b) \cdot N \cdot 100}{E} \quad \text{Einheit: [meq O}_2\text{/kg Probe]}$$

mit

a Verbrauch an Natriumthiosulfat – Maßlösung beim Hauptversuch in ml

b Verbrauch an Natriumthiosulfat – Maßlösung beim Blindversuch in ml

N Molarität der Natriumthiosulfat – Maßlösung in mol/l

E Masse der eingewogenen Probe in g

Das Ergebnis der Bestimmung Peroxidzahl wird mit einer Dezimalstelle angegeben.

5.1.5 Oxidationsneigung

- Definition und Prinzip

Aussagen über die Haltbarkeit bzw. Lagerfähigkeit eines Fettes können über eine beschleunigte, künstliche Alterung unter definierten Bedingungen (Zeit, Temperatur usw.) gewonnen werden. (Matissek u.a., 1992)

Als Maß für die Oxidationsneigung eines Fettes wird nach 48stündiger Einlagerung in einem Wärmeschrank bei 50 °C die Peroxidzahl bestimmt und im Vergleich zur Peroxidzahl unter normalen Bedingungen kann die oxidative Neigung eines Fettes erkannt werden.

Auch nach künstlicher Alterung sollte ein hochwertiges Fett die Literaturangaben der Peroxidzahl unter normalen Bedingungen nicht überschreiten (wie unter 5.1.4).

- Chemikalien
 - wie unter 5.1.4

- Geräte
 - wie unter 5.1.4

- Durchführung

Zur Bestimmung der Oxidationsneigung werden das konventionelle Fett (Chocotan Special 150) und das biologische Fett (Bio Palmstearin) für 48 Stunden bei 50 °C in einem Wärmeschrank gelagert.

Danach wird die Peroxidzahl wie unter 5.1.4 beschrieben bestimmt.

- Berechnung

Wie unter 5.1.4

5.1.6 Totoxzahl

- Definition und Prinzip

Die Totoxzahl gibt die Gesamtoxidation eines Fettes an. Diese Kennzahl wird nicht analytisch bestimmt, sondern mit Hilfe der Anisidinzahl und der Peroxidzahl, wie in Berechnung beschrieben, berechnet. Für Raffinate sollte die Totoxzahl maximal bei 10 liegen und bei über 30 muss ein Fett als ungenießbar beurteilt werden. (Frede, 2006)

- Berechnung

Die Totoxzahl (*TotZ*) wird wie folgt berechnet:

$$TotZ = AnZ + 2 \cdot POZ$$

5.2 Bestimmung der Wasseraktivität (a_w - Wert)

- Definition und Prinzip

Die Wasseraktivität, auch a_w – Wert genannt, ist ein Maß für das frei verfügbare (ungebundenes und locker gebundenes) Wasser, das für viele von Enzymen katalysierte Reaktionen und vor allem für das Wachstum von Mikroorganismen von entscheidender Bedeutung ist. (Physik Skript)

Die Wasseraktivität eines Lebensmittels wird durch folgende Faktoren bestimmt:

- a. Gesamtwassergehalt
- b. Art und Menge der gelösten Stoffe, z.B. Zucker, Elektrolyte
- c. Art und Weise, in der das Wasser strukturell in Lebensmitteln gebunden ist, z.B. durch Adsorption an Eiweißstoffen.

Der a_w – Wert wird im Bereich zwischen 0 (kein Wasser verfügbar) und 1 (Kondenswasserbildung) angegeben und gibt den Anteil des frei verfügbaren Wassers in der betrachteten Probe an. Der a_w – Wert wird z.B. als Kennzahl für die Verderblichkeit von Lebensmitteln verwendet. Bakterien benötigen in der Regel eine Wasseraktivität von über 0,98 und Enzyme können schon ab 0,2 (Optimum ab 0,55) zunehmend katalysieren. (Physik Skript)

Die Wasseraktivität einer Probe ist proportional zur relativen Feuchte der direkt mit der Probe in Kontakt stehenden Luft, was für die Messung des a_w – Wertes verwendet wird. (Physik Skript)

- Geräte

- Aqualab CX-2 (Messgenauigkeit 0,003 a_w ; Messbereich: 0,03 - 1,0 a_w)
- Probeschalen

- Durchführung

Zur Bestimmung der Wasseraktivität werden Proben der konventionellen Schokoladen – Toffees und der biologischen Schokoladen - Toffees benutzt.

Die zu untersuchenden Proben der beiden Toffee – Arten werden entsprechend zerkleinert, um die Oberfläche zu vergrößern, in eine Probeschale gegeben und in das Aqualab CX-2 eingesetzt. Das Gerät bestimmt mittels Infrarotsensoren den a_w – Wert und zeigt ihn mit einem akustischen Signal an. Es wird eine Doppelbestimmung durchgeführt.

5.3 Härtemessung durch Penetrometer

- Definition und Prinzip

Die Penetrometrie ist eine Möglichkeit zur Messung der Härte und Elastizität von Stoffen. Das Penetrometer ist ein Messinstrument, bei dem ein Prüfkörper durch sein Eigengewicht in das zu untersuchende Material eindringt. Gemessen wird die Eindringtiefe in *mm* oder Penetrationseinheiten ($1 PE = 0,1 mm$). (Physik Skript)

Die Härtemessung soll aufzeigen, ob es zwischen konventionellen und biologischen Schokoladen – Toffees Unterschiede in ihrer Eindringtiefe gibt und ob mögliche Vertrocknungen an Schokoladen – Toffees durch längere Lagerung (Rückstellmuster) zu einer geringeren Eindringtiefe führen. (Physik Skript)

Verwendet werden unterschiedliche Prüfkörper genormter Geometrie und Masse. Eindringzeit und Temperatur der Probe sind weitere Größen, die eine Variation des Messverfahrens zulassen. Es lassen sich neben der Härte Hinweise auf weitere rheologische Eigenschaften wie Plastizität, Thixotropie oder Relaxation ableiten. (Physik Skript)

Plastizität: irreversible Formveränderung fester Körper unter Einwirkung äußerer, deformierender Kräfte

Thixotropie: dynamische Viskosität nimmt mit Erhöhung der Geschwindigkeit zu

Relaxation: Abfall der inneren Spannung nach der Deformation eines Körpers

- Geräte
 - Penetrometer: Petrotest PNR 10
 - Prüfkörper: Normalnadel 2,5 g (DIN 18 – 0063) und Kegelnadel 2,5 g (DIN 18 – 0081)
 - Fallstab 47,5 g
 - Zusatzgewicht 50 g

- Durchführung

Der Fallstab, welcher mit einem Prüfkörper verbunden ist, wird mittels eines Magneten befestigt und das Zusatzgewicht ist als Beschwerung anzuhängen. Es werden zwei Varianten von Prüfkörpern (Normalnadel und Kegelnadel) verwendet und miteinander verglichen.

Zur Penetrometrie werden Proben der konventionellen, der biologischen sowie Rückstellmuster der konventionellen Schokoladen – Toffees mit beiden Prüfkörpern benutzt und es werden je 5 Wiederholungen durchgeführt.

Die Proben werden so gelegt, dass diese nicht verrutschen, wenn der Prüfkörper in die Probe eindringt. Der Fallstab mit Prüfkörper kann so in der Höhe verstellt werden, dass der Prüfkörper die Probe gerade nicht berührt.

Ist alles eingestellt, kann der Fallstab fallengelassen werden und der Prüfkörper dringt 5 Sekunden in die Probe ein. Am Penetrometer kann die Eindringtiefe direkt abgelesen werden.

5.4 Lipasenaktivitätstest mit Tributyrin – Hydrolyse am pH – Stat nach Roche

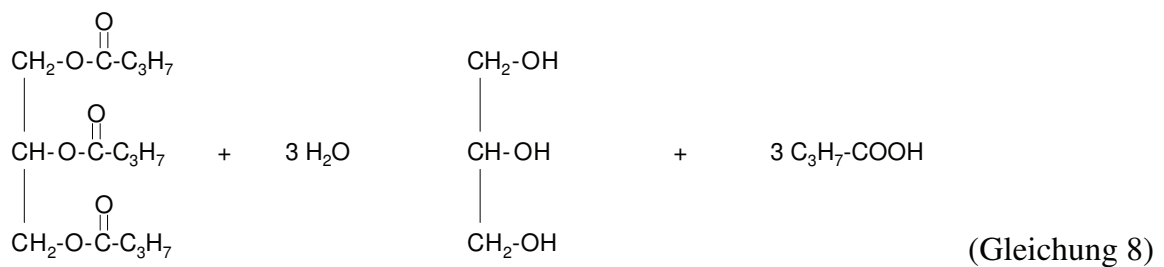
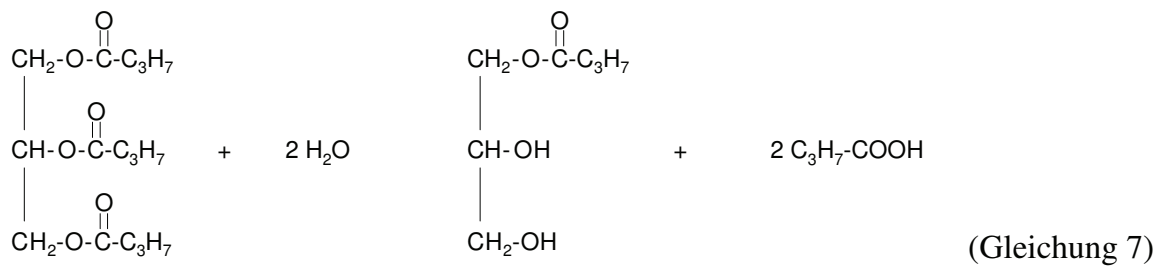
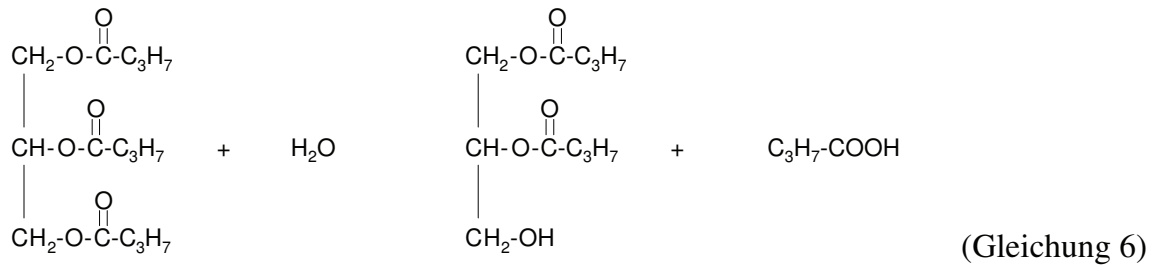
- Definition und Prinzip

Enzyme, wie Lipasen, können Fette in seine Hauptbestandteile, Glycerin und deren Fettsäuren, aufspalten. Sie sind Proteine und können in proteinhaltigen Rohstoffen vorhanden sein, wenn diese nicht ausreichend vorbehandelt werden.

Um die mögliche Anwesenheit von Enzymen in proteinhaltigen Rohstoffen festzustellen, wird ein Lipasenaktivitätstest durchgeführt.

Das für die Analyse eingesetzte Fett Tributyrin ist aus Glycerin und Buttersäure zusammengesetzt. (Roche, 1999)

Lipasen hydrolysieren Tributyrin zu Dibutyryn (Gleichung 6), Monobutyryn (Gleichung 7) und Glycerin (Gleichung 8). (Roche, 1999)



Der Aktivitätstest misst die Freisetzung von Buttersäure, durch automatischer Titration mit Natriumhydroxid, unter konstanten pH – Bedingungen (pH 7,0). Das heißt, dass bei der Freisetzung von Buttersäure der pH – Wert sinkt und um diesen wieder auf 7,0 auszugleichen wird durch ein pH – Stat – System (Abbildung 6) automatisch Natriumhydroxid hinzugegeben.

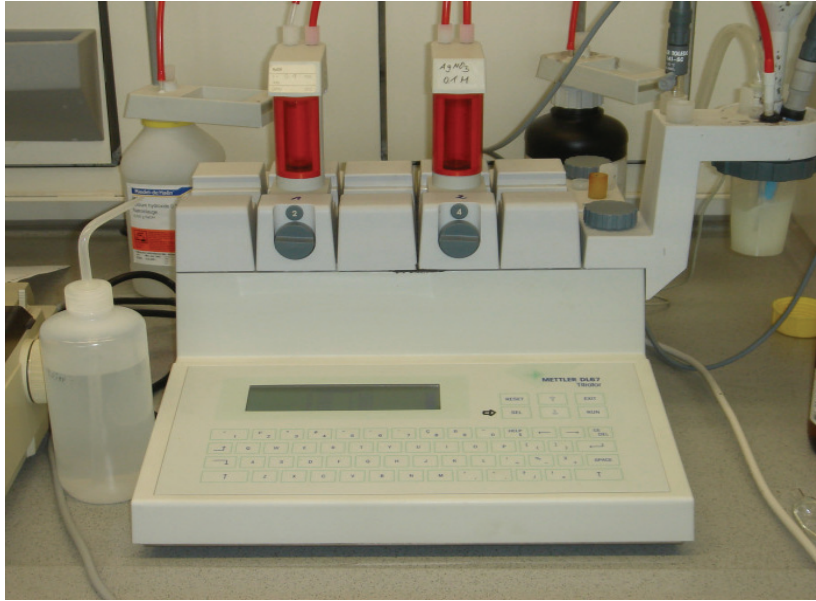


Abbildung 6: pH – Stat – System (Mettler DL67 Titrator)

- Chemikalien

- Enzym: Lipase (Sigma), 1,15 U/mg Feststoff
- Kaliumphosphatpuffer: 10 mmol/l, pH 7,0 (siehe Herstellung eines 10 mmol/l Kaliumphosphatpuffers)
- Kaliumdihydrogenphosphat: in Lösung 1 des Kaliumphosphatpuffers
- Dikaliumhydrogenphosphat: in Lösung 2 des Kaliumphosphatpuffers
- Natriumhydroxid: 0,1 mol/l
- Tributyrin

- Geräte

- Analysenwaage: 0,001 g genau
- Messkolben: 100 ml bzw. 1000 ml Inhalt
- pH – Stat – System: Mettler DL 67 Titrator
- Probebecher
- Kolbenhubpipette: einstellbar auf 1,47 ml
- Messzylinder: 50 ml Inhalt

- Herstellung eines 10 *mmol/l* Kaliumphosphatpuffers

Für die Lösung 1 des Kaliumphosphatpuffers werden 1,36 g Kaliumdihydrogenphosphat mit destilliertem Wasser in einem 100 *ml* – Messkolben aufgelöst und bis auf die 100 *ml* – Marke aufgefüllt. Für die Lösung 2 des Kaliumphosphatpuffers werden 0,87 g Dikaliumhydrogenphosphat mit destilliertem Wasser in einem weiteren 100 *ml* – Messkolben aufgelöst und bis auf die 100 *ml* – Marke aufgefüllt.

Der pH – Wert der Lösung 1 wird durch Zugabe von Lösung 2 auf 7,0 eingestellt und es entsteht der Kaliumphosphatpuffer.

Anschließend findet mit destilliertem Wasser eine 10fache Verdünnung der 100 *mmol/l* starken Lösung des Kaliumphosphatpuffers statt.

- Durchführung

Zur Bestimmung einer Lipasenaktivität werden alle proteinhaltigen Rohstoffe (siehe Anlage 1) untersucht. Bei konventionellen und biologischen Schokoladen – Toffees sind die in Tabelle 7 aufgeführten Rohstoffe eiweißhaltig.

Tabelle 7: Proteinhaltige Rohstoffe bei Schokoladen – Toffees

<i>Konventionelle Schokoladen – Toffees</i>	<i>Biologische Schokoladen – Toffees</i>
– Toffeecreme	– Bio Toffeecreme
– Milchpremix	– Bio Sprühmagermilchpulver
	– Bio Sprühsüßmolkepulver

Laut der Firmenvorschrift von Roche werden in die Probebecher 48,5 *ml* Kaliumphosphatpuffer und 1,47 *ml* Tributyrin gegeben und in das pH – Stat – System, das mit einem Propellerrührer ausgerüstet ist, eingesetzt. Beim Start der Analyse sollte sich der pH – Wert bei 7,0 einpegeln, erst dann wird die Probe, eine Einwaage von 1 g (bei Feststoffen), hinzugegeben. Da das pH – Stat – System automatisch läuft, sollte der eigentliche Startpunkt auf dem Ausdruck (siehe Anhang: Ausdrücke des pH – Stat – Systems) vermerkt werden. Alle 10 Sekunden werden der pH – Wert und der mögliche Natriumhydroxid – Verbrauch aufgezeichnet. Das Programm beendet die Analyse, wenn 10 *ml* der Natriumhydroxidlösung verbraucht wurde oder nach 20 Minuten bei geringerem Verbrauch.

Bei den Rohstoffen Toffeecreme, Bio Toffeecreme und Milchpremix wird vor der Analyse

eine Aufschlammung vorgenommen. Die Trockenmasse beträgt ungefähr 70 %, was bei der Aufschlammung angerechnet werden sollte, um die Ergebnisse direkt ablesen zu können. Es werden 13 g Rohstoff eingewogen und mit erwärmten Kaliumphosphatpuffer bis auf 100 ml aufgefüllt, das entspricht 10 g Feststoff auf 100 ml.

Im Vergleich zu der Analyse mit den Feststoffen, verändert sich die Vorgehensweise bei der Aufschlammung geringfügig. Es werden 38,5 ml Kaliumphosphatpuffer und 1,47 ml Tributyrin in die Probebecher gegeben und nach Einstellung des pH – Wertes werden 10 ml der Aufschlammung hinzugesetzt, das entspricht 1 g Feststoff und das fehlende Volumen des Puffers. Der anschließende Verlauf ist gleich.

Bei allen untersuchten Rohstoffen werden eine Doppelbestimmung und ein Blindversuch (ohne Tributyrin) durchgeführt. Beim Blindversuch soll festgestellt werden, ob mit den eventuell vorhandenen Lipasen und möglichen vorhandenen Fremdfetten, eine gewisse Fremdfettreaktion stattfindet, die den Aktivitätstest verfälschen könnte.

Als Vergleichswert wird zusätzlich zu den Rohstoffen, auch das Verhalten des Natriumhydroxid – Verbrauchs mit dem Einsatz einer Lipase getestet. Hierbei wird 1 mg Lipase anstatt 1 g Feststoffprobe oder 10 ml Aufschlammungsprobe zum Kaliumphosphatpuffer und Tributyrin hinzugegeben.

5.5 Schaukeltest mit Sensorik

- Definition und Prinzip

Als Schaukeltest bezeichnet man einen Dauertest zur Abschätzung der Haltbarkeit, wobei in festgelegten und wiederkehrenden Abständen (Zyklen) ein Temperaturwechsel erfolgt. Es findet eine künstliche Alterung unter Extrembedingungen statt.

- Geräte
 - Klimaschrank: WtB Binder ATPline

- Vortest

Ein Vortest dient als Hilfe, um die Zyklusdauer zu bestimmen. Der Klimaschrank wird auf die maximale Lagertemperatur gestellt und es wird die Zeit gemessen, indem der Klimaschrank die Lagerproben auf die maximale Temperatur und anschließend wieder auf die normale Lagertemperatur bringen kann. Die Dauer kann sich je nach Klimaschrank und seiner Wärm- bzw. Kühlleistung ändern. Um zu gewährleisten, dass die Lagerproben auch wirklich auf die entsprechende Temperatur gebracht werden, ist es ratsam eine Haltezeit der Temperatur einzubauen.

- Berechnung

Als Faustregel gilt: Jeder Zyklus entspricht einem Tag und zusätzlich gilt zwischen normaler Lagertemperatur und mittlerer Lagertemperatur, dass sich die Alterungsgeschwindigkeit pro 15 °C Temperaturerhöhung verdoppelt. (Frede, 2006)

Die Lagerproben sollen von 20 °C normaler Lagertemperatur auf 50 °C maximale Lagertemperatur (in Anlehnung der Methode 5.1.5) erwärmt werden. In 90 Minuten sind die Lagerproben bei 42,5 °C angelangt und besitzen schätzungsweise nach 180 Minuten die maximale Lagertemperatur von 50 °C. Bei der Abkühlungsphase auf 20 °C verhält es sich ähnlich und nach 180 Minuten sollte die normale Lagertemperatur erreicht sein. Zusammen ergibt das eine Zyklusdauer von 6 Stunden, wobei 3 Stunden erwärmt und 3 Stunden gekühlt wird.

Bei einer normalen Lagertemperatur von 20 °C und einem Maximum von 50 °C beträgt die mittlere Lagertemperatur 35 °C. Die Temperaturerhöhung zwischen normaler und mittlerer Lagertemperatur liegt bei 15 °C und es erfolgt eine Verdopplung der Alterungsgeschwindigkeit.

In einem Zyklus wird die Temperatur 3 Stunden auf 50 °C gehalten und dann erfolgt ein Temperaturwechsel auf 20 °C, wiederum 3 Stunden. Anschließend wird der Zyklus beliebig oft wiederholt. (Abbildung 7)

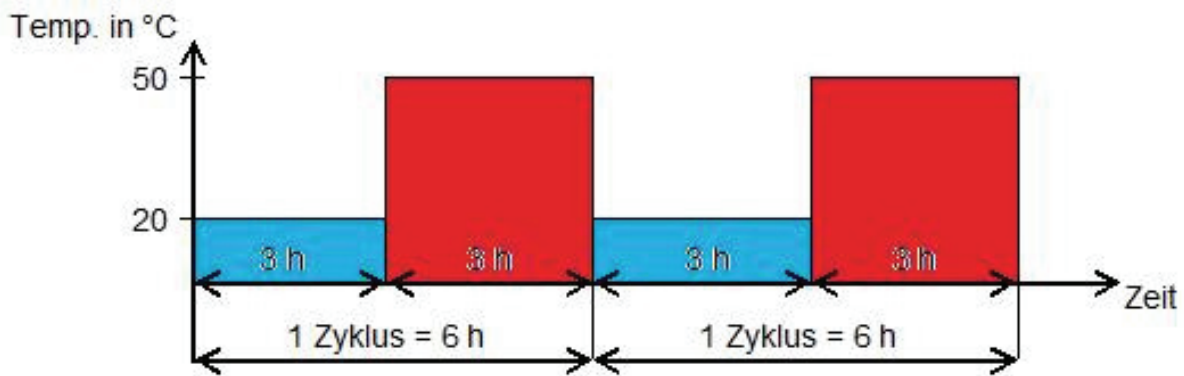


Abbildung 7: Zyklus im Schaukeltest und dessen Temperaturverlauf

Bei einer Zyklusdauer von 6 Stunden können an einem Tag 4 Zyklen durchgeführt werden und bei einer Verdopplung der Alterungsgeschwindigkeit ergibt sich eine achtfache Alterung der Lagerproben pro Tag im Klimaschrank gegenüber der normalen Lagerung.

- Durchführung

Zuerst wird eine Akklimatisierung der Lagerproben auf normale Lagertemperatur vorgenommen, um den Start des Schaukeltests zu standardisieren. Anschließend wird der Schaukeltest gestartet und je nach Mindesthaltbarkeitsdatum durchgeführt.

Es werden 5 Varianten der Schokoladen – Toffees künstlich gealtert, um die Wirkung der Temperaturwechsel und mögliche Austauschreaktionen herauszufinden. Bei den konventionellen Toffees sind es die Toffee – Mischung in der Verpackung, die Schokoladen – Toffees in der Verpackung und die Schokoladen – Toffees ohne Verpackung. Bei den biologischen Toffees werden die Schokoladen – Toffees in der Verpackung und die Schokoladen – Toffees ohne Verpackung gealtert.

Bei einem Mindesthaltbarkeitsdatum von 13 Monaten (396 Tage) dauert der Schaukeltest bei achtfacher Alterung pro Tag 49,5 Tage im Klimaschrank.

Die Sensorik spielt bei der Auswertung des Schaukeltests die wesentliche Rolle, um mögliche negative Veränderungen, speziell der Fettverderb, zu untersuchen. Zur Verkostung werden Proben aus allen Varianten nach simulierten 8, 9, 10, 11, 12 und 13 Monaten genommen. Mit einem sensorisch erprobten Panel werden die Proben nach Aussehen, Geruch, Geschmack und Mundgefühl beurteilt (siehe Anlage 4). Jeder Teilnehmer des Panels schreibt seine Eindrücke präzise auf, wobei auch ein Austausch untereinander erfolgen kann.

6 Ergebnisse und Diskussion

6.1 Chemische Kennzahlen

Die chemischen Kennzahlen zur Beurteilung von Fetten wurden, wie unter 5.1 beschrieben, durchgeführt. In Tabelle 8 sind die Ergebnisse zusammengefasst. Die Berechnungen zu den einzelnen Methoden ist in der Anlage 2 zu finden.

Tabelle 8: Zusammengefasste Ergebnisse der chemischen Kennzahlen

Chemische Kennzahlen	Konventionelles Fett (Chocotan Special 150)	Biologisches Fett (Bio Palmstearin)	Grenzwerte aus der Literatur
Säurezahl	0,132 bzw. 0,132 mg <i>KOH/g Probe</i>	0,175 bzw. 0,187 mg <i>KOH/g Probe</i>	– bei raffinierten Speisefetten/ -ölen bis 0,2 mg <i>KOH/g Probe</i> – bei nativen und nicht raffinierten Speisefetten/ -ölen bis 10 mg <i>KOH/g Probe</i> – bei verdorbenen Fetten über 10 mg <i>KOH/g Probe</i>
Iodzahl	44,172 bzw. 44,210 g <i>Iod/100 g Probe</i>	38,352 bzw. 38,965 g <i>Iod/100 g Probe</i>	– bei Chocotan Special 150: 42 – 45 g <i>Iod/100 g Probe</i> – bei Bio Palmstearin: 36 – 39 g <i>Iod/100 g Probe</i>
Anisidinzahl	0,599 bzw. 0,493	0,314 bzw. 0,280	– bei guten Fetten bis 10 – bei verdorbenen Fetten über 10
Peroxidzahl	0,201 bzw. 0,265 meq <i>O₂/kg Probe</i>	2,081 bzw. 2,016 meq <i>O₂/kg Probe</i>	– bei raffinierten Speisefetten/ -ölen bis 5 meq <i>O₂/kg Probe</i> – bei nativen und nicht raffinierten Speisefetten/ -ölen bis 10 meq <i>O₂/kg Probe</i> – bei verdorbenen Fetten über 10 meq <i>O₂/kg Probe</i>
Oxidationsneigung	3,113 bzw. 3,211 meq <i>O₂/kg Probe</i>	4,585 bzw. 4,839 meq <i>O₂/kg Probe</i>	– bei raffinierten Speisefetten/ -ölen bis 5 meq <i>O₂/kg Probe</i> – bei nativen und nicht raffinierten Speisefetten/ -ölen bis 10 meq <i>O₂/kg Probe</i> – bei verdorbenen Fetten über 10 meq <i>O₂/kg Probe</i>
Totoxzahl	1,001 bzw. 1,023	4,476 bzw. 4,312	– bei raffinierten Speisefetten/ -ölen bis 10 – bei verdorbenen Fetten über 30

Für die Auswertung der chemischen Kennzahlen ist zu sagen, dass kein Wert einen Grenzwert annähernd erreicht hat.

Mit den Säurezahlen 0,132 bzw. 0,132 *mg KOH/g Probe* für das konventionelle Fett Chocotan Special 150 und mit 0,175 bzw. 0,187 *mg KOH/g Probe* für das biologische Fett Bio Palmstearin sind die in Tabelle 8 aufgeführten Grenzwerte nicht erreicht worden d.h. es wurden geringe Mengen an freien Fettsäuren gemessen und diese weisen eine hohe Oxidationsstabilität auf.

Ebenfalls die ermittelten Iodzahlen waren in den Bereichen der Hersteller: Die Iodzahlen des konventionellen Fettes lagen mit 44,172 bzw. 44,210 *g Iod/100 g Probe* im Bereich von 42 – 45 *g Iod/100 g Probe* und die Iodzahlen des biologischen Fettes lagen mit 38,352 bzw. 38,965 *g Iod/100 g Probe* im Bereich von 36 – 39 *g Iod/100 g Probe*. Das bedeutet, dass sich die in den Fetten Chocotan Special 150 und Bio Palmstearin vorhandenen Kohlenstoff – Kohlenstoff – Doppelbindungen nicht verändert haben, d.h. es fanden während der bisherigen Lagerung keine oxidativen Veränderungen an den Fetten statt.

Zu der Auswertung der Anisidinzahl ist zu sagen, dass für Chocotan Special 150 mit 0,599 bzw. 0,493 und für Bio Palmstearin mit 0,314 bzw. 0,280 ein Nachweis für Oxidation ausgeschlossen werden kann. Zur Bestätigung ist zu sagen, dass während der Untersuchung keine Gelbfärbung erkennbar war und ebenfalls ein Beweis auf eine oxidationsfreien Herstellung der Fette ist.

Auch die Peroxidzahlen der Fette Chocotan Special 150 und Bio Palmstearin überschreiten die Grenzwerte nicht, aber im Vergleich untereinander gibt es größere Unterschiede. Ein Grund ist wahrscheinlich die längere Lagerung des Bio Palmstearin.

Nach 48stündiger Lagerung bei 50 °C wurde die Peroxidzahl noch einmal bestimmt, um die Oxidationsneigung der Fette einschätzen zu können. Wie schon bei der Peroxidzahl, war abzusehen, dass die Werte des biologischen Fettes etwas höher sein werden als die des konventionellen Fettes. Die Ergebnisse der Oxidationsneigung (Tabelle 8) bestätigten die Annahme, aber die Grenzwerte wurden knapp unterschritten und liegen in einem Bereich, der das Fett als vollständig genusstauglich ausweist.

Die Einschätzung zur Gesamtoxidation fällt im gleichen Sinn aus, wie die anderen Bestimmungen zuvor. Mit den Ergebnissen der Doppelbestimmung des konventionellen Fettes von 1,001 bzw. 1,023 und des biologischen Fettes von 4,476 bzw. 4,312 liegen alle ermittelten Werte unter den Literaturangaben, wobei die Totoxzahlen des Bio Palmstearins

erhöht sind. Durch die erhöhten Peroxidzahlen des biologischen Fettes ergeben sich die höheren Werte.

Werden alle Ergebnisse der chemischen Kennzahlen als Ganzes betrachtet, kann man bis auf geringe Unterschiede zwischen den untersuchten Fetten eine hochwertige Qualität und Oxidationsbeständigkeit feststellen.

6.2 Bestimmung der Wasseraktivität (a_w - Wert)

Im Kapitel 5.2 wurde eine Methode aufgeführt, wie frei verfügbares Wasser bestimmt werden kann. Der Anleitung entsprechend wurden je 2 Messungen von konventionellen und biologischen Schokoladen – Toffees mit dem Aqualab CX-2 ermittelt. Die angezeigten Werte der zerkleinerten Proben der konventionellen Schokoladen – Toffees, waren 0,571 bei 19,1 °C und 0,559 bei 19,5 °C. Ähnlich auch die Werte der biologischen Schokoladen – Toffees: 0,622 bei 19,8 °C und 0,598 bei 20,0 °C.

Ab einem a_w – Wert von 0,55 ist genügend ungebundenes und locker gebundenes Wasser in einem Produkt enthalten, dass Enzyme optimal katalysiert werden können. Die gesamten Ergebnisse lagen in diesem Bereich und unter der Annahme, dass Enzyme in den untersuchten Schokoladen – Toffees vorhanden sind, könnten hydrolytische Reaktionen zu einem Fettverderb führen.

6.3 Härtemessung durch Penetrometer

Mit der Härtemessung durch einen Penetrometer wurden je 5 Proben der konventionellen, der biologischen und Rückstellmuster der konventionellen Schokoladen – Toffees mit zwei Prüfkörpern im Vergleich auf ihre Eindringtiefen überprüft. Die direkt abgelesenen Werte sind in Tabelle 9 zu finden.

Für die Einschätzung der ermittelten Werte wurden zu den 6 Messungsreihen (z.B. 5 Messungen der konventionellen Schokoladen – Toffees mit der Normalnadel) jeweils der Mittelwert und die Standardabweichung berechnet.

Tabelle 9: Eindringtiefen der konventionellen, der biologischen und Rückstellmuster der konventionellen Schokoladen – Toffees mit zwei Prüfkörpern

Messungen in <i>mm</i>		1	2	3	4	5	\bar{x}	s
Konventionelle Schokoladen – Toffees	Normalnadel	1,61	2,02	1,81	1,06	2,05	1,71	0,404
	Kegelnadel	1,58	1,48	2,29	1,13	0,94	1,48	0,520
Biologische Schokoladen – Toffees	Normalnadel	0,90	1,78	2,08	1,06	1,61	1,49	0,495
	Kegelnadel	1,43	0,98	1,25	1,76	2,01	1,49	0,408
Rückstellmuster von konventionellen Schokoladen – Toffees	Normalnadel	1,08	1,77	1,81	1,08	1,78	1,50	0,387
	Kegelnadel	2,15	0,94	1,38	1,12	1,01	1,32	0,493

In jeder Messreihe gab es starke Schwankungen der Messungen. Um die Ergebnisse miteinander vergleichen zu können, wurden die Mittelwerte (\bar{x}) und die Standardabweichungen (s) berechnet. Wie in Tabelle 9 zu sehen ist, findet man den höchsten Mittelwert bei den Messungen der konventionellen Schokoladen – Toffees mit der Normalnadel bei 1,71 *mm* und den niedrigsten Mittelwert bei den Rückstellmustern mit der Kegelnadel bei 1,32 *mm*. Bei Betrachtung der Streuungen der Werte bezüglich deren Mittelwerte haben die Rückstellmuster mit der Normalnadel die niedrigste Standardabweichung bei 0,387 *mm* und die konventionellen Schokoladen – Toffees mit der Kegelnadel die höchste Standardabweichung bei 0,52 *mm*.

Durch die Schwankungen der Messwerte lässt sich ein genaues Ergebnis der Härtebestimmung nicht nachvollziehen. Mit Vorsicht kann man sagen, dass die Rückstellmuster der konventionellen Schokoladen – Toffees leichte Austrocknungen vorweisen und die frischen konventionellen Schokoladen – Toffees die Weichsten sind.

Diese Methode hatte zu hohe Schwankungen, um präzise Aussagen über mögliche Vergleiche zwischen konventionellen und biologischen Schokoladen – Toffees anzustellen und um mögliche Vertrocknungen an Schokoladen – Toffees durch längere Lagerung herauszufinden.

Andere Prüfkörper könnten eingesetzt werden, um eindeutigere Aussagen zu treffen, oder es müsste eine andere Methode gefunden werden.

6.4 Lipasenaktivitätstest mit Tributyrin – Hydrolyse am pH – Stat nach Roche

Lipasen können Fette in Glycerin und seine Fettsäuren aufspalten und somit den Verderb beschleunigen. Um in den proteinhaltigen Rohstoffen der konventionellen und biologischen Schokoladen – Toffees Enzyme ausschließen zu können, wurde ein Enzymnachweis mit der Hydrolyse von Tributyrin an einem automatischen Titriersystem durchgeführt.

Wie unter 5.4 beschrieben wurden die Proben als Doppelbestimmung untersucht. Des Weiteren fand jeweils ein Blindversuch (ohne Zugabe von Tributyrin) statt, um sicherzustellen, dass kein anderes Fett in den Proben zu finden ist, mit möglichen Lipasen Fremdfettreaktionen eingehen könnte und somit den Test verfälschen könnte. In Abbildung 8 ist der Verbrauch an Natriumhydroxid aufgezeigt, der beim entstehen von Buttersäure den pH – Wert bei 7,0 hält.

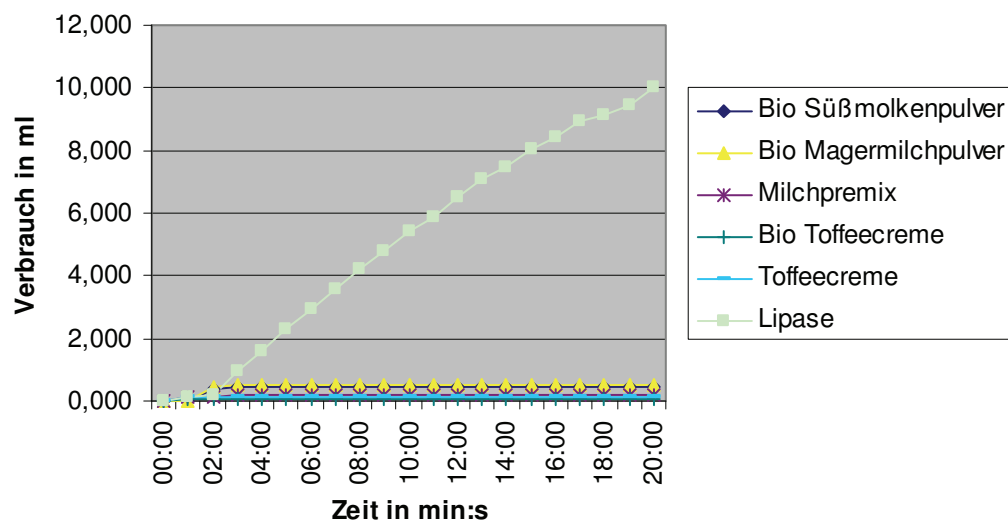


Abbildung 8: Verbrauch an NaOH – Lösung von proteinhaltigen Rohstoffen und einer Lipase

Zu sehen ist, dass bei den proteinhaltigen Rohstoffen (Bio Süßmolkepulver, Bio Magermilchpulver, Bio Toffeekreime, Milchpremix und Toffeekreime), mit Ausnahme bei der Pro-

benzugabe, kein nennenswerter Verbrauch an Natriumhydroxid verzeichnet wurde. (siehe Anlage 3)

Ebenfalls bei der Überprüfung der Blindwerte fand kein Natronlauge – Verbrauch statt, der eventuelle Fremdfettreaktionen bei Vorhandensein von Lipasen hervorgebracht hätte.

Zur Überprüfung der Aktivitätstests wurde anstatt 1 g Probe das Enzym Lipase mit 1 mg Einwaage dem pH – System zugeführt. Das Ergebnis war ein stetiger Verbrauch an Natriumhydroxid, d.h. es wurde regelmäßig Buttersäure gebildet und der pH – Wert musste ausgeglichen werden.

Der mögliche Fettverderb durch Hydrolyse unter Mitwirkung von Enzymen kann nicht bestätigt werden, da der Lipasenaktivitätstest negativ ausgefallen ist.

6.5 Schaukeltest mit Sensorik

Der Grund für den Schaukeltest war es Schokoladen – Toffees einer künstlichen Alterung zu unterziehen. In einem Klimaschrank wurde durch ständigen Temperaturwechsel die Haltbarkeit eingeschätzt.

Über eine sensorische Prüfung sollte der Zustand der gealterten Produkte bestimmt werden. In der Anlage ist eine Zusammenfassung der durchgeführten Verkostung (siehe Anlage 5) zu finden.

Allgemein ist zu sagen, dass bei der Verkostung aller Proben kein Verderb herausgefunden wurde. Die Proben verloren bis zum Ende der Verkostung zunehmend an Schokoladen – Aroma und bekamen zunehmend einen nach Papier schmeckenden Beigeschmack. Wegen dem höheren Kakaoanteil der Bio Toffeecreme besaßen die biologischen Schokoladen – Toffees, auch beim Verlust der Geschmacksintensität, das größere Schokoladen – Aroma. Die spezifischen Eigenschaften der Schokoladen – Toffees, wie z.B. den schokoladigen Geschmack und die mürbe Konsistenz, wurden weitgehend beibehalten.

Unterschiedliche Rohstoffe (siehe Anlage 1), zwischen den konventionellen und biologischen Schokoladen – Toffees, waren für optische Unterschiede verantwortlich. Die konventionellen Schokoladen – Toffees wirkten glänzend, wogegen die biologischen eine matte optische Erscheinung besaßen.



Abbildung 9: Ablösbarkeit der Wickler bei konventionellem (links) und biologischem Schokoladen – Toffee (rechts)

Der größte Unterschied zwischen den konventionellen und biologischen Schokoladen – Toffees war das Ablösen der Wickler von den Toffees. Der Wickler der konventionellen Toffees ließ sich nur sehr schwer bzw. gar nicht ablösen und löste sich sogar in seine Einzelteile auf. Der Wickler der biologischen Toffees löste sich immer optimal vom Toffee ab (Abbildung 9). Das unterschiedliche Material der beiden Wickler – Arten war der Hauptgrund für dieses Problem.

Durch die Materialunterschiede gab es wahrscheinlich auch Unterschiede in der Austrocknung an den Randschichten der Toffees. Der Wickler der konventionellen Schokoladen – Toffees ließ eine größere Austrocknung als der Wickler der biologischen Schokoladen – Toffees zu. Durch gleichen Materialeinsatz könnte ein besserer Vergleich angestrebt werden. Bei der normalen Lagerung der Toffees trat nie so eine starke Austrocknung wie im Schaukeltest auf. Das könnte ein Hinweis auf eine zu hoch gewählte Temperaturdifferenz zwischen normaler Lager-temperatur und maximaler Lagertemperatur sein.

Zwischen den verschiedenen Lagerungsarten der Toffees wurden ebenfalls Unterschiede festgestellt: In der Verpackung gelagerte Schokoladen – Toffees trockneten nicht so stark aus wie ohne Verpackung gelagert. Durch ein gewisses Luftpolster in der Verpackung konnten die extremen Temperaturwechsel gedämpft werden und die Austrocknung an den Randschichten verringert werden und die Schokoladen – Toffees ließen sich leichter zerteilen.

Bei der Verkostung eines Rückstellmusters der Toffee – Mischung wurde ein Schwärmverhalten des Minze – Aromas beobachtet und führte zu einem unangenehmen Nachgeschmack. Dieses Verhalten hatte sich in der sensorischen Überprüfung des Schaukeltests nicht bestätigt.

Letztendlich hat der biologische Schokoladen – Toffee wegen seiner Geschmacksintensität und den geringeren Austrocknungserscheinungen besser abgeschnitten.

7 Ausblick

Die Methoden zur Abschätzung der Produktqualität von Schokoladen – Toffees (Kapitel 5) könnten nach der Auswertung der Ergebnisse (Kapitel 6) und der Weiterführung des Themas erweitert oder verändert werden. Für die weitere Vorgehensweise sind folgende Versuche möglich:

- Die Parameter des Schaukeltests müssten neu ausgelotet werden. Es könnte eine Angleichung der Temperaturdifferenz der Lagerung erfolgen, um mögliche Austrocknungen zu verringern. Außerdem ist es sinnvoll während der künstlichen Alterung eine gleiche Ausgangsposition der Toffees zu gewährleisten und die Schokoladen – Toffees in einheitliche Wickler zu verpacken.
- Es kann getestet werden, ob die Möglichkeit besteht, das in den Schokoladen – Toffees enthaltene Fett, ohne Aufschluss zu extrahieren und anschließend mit der Fettmenge der Toffeerezeptur zu vergleichen. Sind keine Verluste zu verzeichnen, kann erneut ein Schaukeltest mit neuen Parametern durchgeführt werden. Aus den künstlich gealterten Schokoladen – Toffees wird das ebenfalls gealterte Fett extrahiert und kann mittels der chemischen Kennzahlen (Kapitel 5.1) analysiert werden. Die Analyseergebnisse können dann mit den in Kapitel 6.1 ausgewerteten Ergebnissen verglichen werden.
- Weiter kann die Bestimmung der Oxidationsneigung (siehe 5.1.5) erweitert werden. Indem die Inkubationszeit von 48 Stunden auf 96 Stunden erhöht wird, ist es möglich längerfristige Aussagen über das Verhalten des eingesetzten Fettes zu machen. In den 96 Stunden können in festgelegten Abständen Proben genommen und die Oxidationsneigung bestimmt werden. Durch mehrere Messpunkte lässt sich eine Messkurve erstellen, die Aufschluss auf den Oxidationszustand des untersuchten Fettes geben kann.
- Zur Verbesserung der Härtemessung (siehe 5.3) und um deren Ergebnisse (siehe 6.3) aussagekräftiger zu machen, können andere Prüfkörper eingesetzt oder eine ganz andere Methode zur Härtemessung beschrieben werden.
- Durch die Beobachtung des Schwärmverhaltens von Aromen, in der unter normalen Parametern stattfindende Lagerung der Toffee – Mischungen, ist es möglich diesem Verhalten auf den Grund zu gehen und einen Verderb der Schokoladen – Toffees unter diesen Gesichtspunkten auszuschließen.

8 Zusammenfassung

Das Ziel dieser Arbeit war es herauszufinden, ob die eingesetzten Fette Chocotan Special 150 und Bio Palmstearin zur Herstellung der konventionellen und biologischen Schokoladen – Toffees die ausreichende Qualität besitzen, um ein Erreichen der Mindesthaltbarkeitsdaten der Schokoladen – Toffees zu gewährleisten.

Eine Eingrenzung, über die Möglichkeiten des Fettverderbs, wurde vorgenommen und danach entschieden, welche Methoden zu einer Einschätzung der Qualität der Fette, zu einem Nachweis der Rohstoffe auf beschleunigte Eigenschaften des Verderbs und zur einem Gesamturteil der Produkte führen.

Die Ergebnisse der durchgeführten Methoden zeigten, dass die eingesetzten Fette durch ihre Qualität kurzfristig keinen Verderb hervorrufen, die proteinhaltigen Rohstoffe keine katalytischen Enzyme besaßen und bei den Schokoladen – Toffees in einem durchgeführten Schaukeltest kein Verderb stattgefunden hat. Bei einer ordnungsgemäßen Lagerung sollte es keine, dem Verderb ähnlichen, Anzeichen für das nicht genießbare Verzehren geben.

Ursachen zu finden ist sehr zeitaufwendig und kann zur Folge haben, dass nicht alle Aspekte erfasst werden können. Z.B. ist zu beachten, dass sich die Methoden zur Einschätzung der Rohstoffe nicht vollständig auf das Endprodukt beziehen können, denn Einzelkomponenten besitzen meist andere Zwischenreaktionen als Komponentenmischungen.

9 Abstract

The spoilage of chocolate toffees from conventional or biological farming is probably taken back to the used fats. The spoilage of fats has many reasons, for example autoxidation and hydrolyses with enzymes. The fats have to be analysing to guarantee their quality and that the chocolate toffees will reach the end of the minimum durability date. The quality of fats will be examined by chemical indices of the DGF. Other analyses are the activity of enzymes, especially lipases, and a storage test which arranges the durability of the chocolate toffees.

Literaturverzeichnis

Belitz, H.-D.; Grosch, W.; Schieberle, P.: Lehrbuch der Lebensmittelchemie. 6. Aufl. Berlin: Springer, 2008.

Bockisch, M.: Nahrungsfette und -öle: Handbuch der Lebensmitteltechnologie. 1. Aufl. Stuttgart: Ulmer, 1993.

Christen, P.; Jaussi, R.: Biochemie: Eine Einführung mit 40 Lehreinheiten. 1. Aufl. Berlin: Springer, 2005.

Deutsche Gesellschaft für Fettwissenschaft e.V.: Informationsbroschüre: Organisation, Ziele, Initiativen. 6. Aufl. Frankfurt/Main, 2001.

DGF – Einheitsmethoden: C – V 2 (81): Säurezahl, 1984.

DGF – Einheitsmethoden: C – V 11 d (02): Iodzahl nach Wijs, 2002.

DGF – Einheitsmethoden: C – VI 6a – Teil 1 (02): Peroxidzahl (Methode nach Wheeler), 2002.

DGF – Einheitsmethoden: C – VI 6e (84): Anisidinzahl, 1984.

EG – Öko – Verordnung: Verordnung (EWG) Nr. 2092/91 des Rates vom 24. Juni 1991 über den ökologischen Landbau und die entsprechende Kennzeichnung der landwirtschaftlichen Erzeugnisse und Lebensmittel (ABl. Nr. L 198 vom 22.07.1991, S. 1), Stand: April 2007.

Europäische Kommission Generaldirektion Landwirtschaft: Der ökologische Landbau: Ein Leitfaden zur EU – Gesetzgebung. Luxemburg, 2000.

Franzke, C.: Allgemeines Lehrbuch der Lebensmittelchemie. 3. Aufl. Hamburg: Behr, 1996.

Frede, W.: Taschenbuch für Lebensmittelchemiker: Lebensmittel – Bedarfsgegenstände – Kosmetika – Futtermittel. 2. Aufl. Berlin: Springer, 2006.

Leitsätze für Speisefette und Speiseöle geändert am 2. 10. 2001 (BAnz. Nr. 199 vom 24. 10. 2001, GMBI Nr. 38 S. 754 ff vom 30. 10. 2001), Stand: 2001.

Leitzmann, C.; Beck, A.; Hamm, U.; Hermanowski, R.: Praxishandbuch Bio – Lebensmittel. 4. Aktualisierungslieferung. Hamburg: Behr, 2005.

Matissek, R.; Schnepel, F.-M.; Steiner, G.: Lebensmittelanalytik: Grundzüge – Methoden – Anwendungen. 2. Aufl. Berlin:Springer, 1992.

Osteroth, D.: Taschenbuch für Lebensmittelchemiker und -technologien – Band 2. 1. Aufl. Berlin: Springer, 1991.

Physik Skript: Praktikumskript von Prof. Dr. Eckhard Schulz, Neubrandenburg.

Roche Molecular Biochemicals: CHIRAZYME: Lipases & Esterases Screening Set 2. 3. Version. Mannheim, 1999.

ZDS Skript: Lehrskript der Zentralfachschule der Deutschen Süßwarenwirtschaft, Solingen.

Internet:

Bio Siegel: Bio Siegel Homepage. 2006. <http://www.bio-siegel.de/index.php?id=5>, 06.05.2008

Margarine Institut: Margarine Institut Homepage. <http://www.margarine-institut.de/presse2/index.php3?rubrik=1&id=95>, 06.05.2008

Verzeichnis der Abbildungen und Tabellen

	Seite
Abbildung 1: Dreiwertiges Alkohol Glycerin	9
Abbildung 2: Elementarschritte der Radikalkette (Franzke, 1996)	16
Abbildung 3: Zeitlicher Ablauf einer Fettoxidation (Margarine Institut, Internet)	16
Abbildung 4: Alkalische Hydrolyse eines Fettmoleküls	18
Abbildung 5: Herstellschema	19
Abbildung 6: pH – Stat – System (Mettler DL 67 Titrator)	39
Abbildung 7: Zyklus im Schaukeltest und dessen Temperaturverlauf	43
Abbildung 8: Verbrauch an NaOH – Lösung von proteinhaltigen Rohstoffen und einer Lipase	48
Abbildung 9: Ablösbarkeit der Wickler bei konventionellem (links) und biologischem Schokoladen – Toffee (rechts)	50
Tabelle 1: Fettsäurezusammensetzung einiger Fette tierischer und pflanzlicher Herkunft (Franzke, 1996)	11
Tabelle 2: Vergleichsangaben der Säurezahl aus der Literatur	21
Tabelle 3: Empfohlene Einwaagen und Laugenkonzentration	23
Tabelle 4: Maximale Differenzen bei Säurezahlen	24
Tabelle 5: Einwaage bei zu erwartender Iodzahl	26
Tabelle 6: Rundung der Ergebnisse	27
Tabelle 7: Proteinhaltige Rohstoffe bei Schokoladen – Toffees	40
Tabelle 8: Zusammengefasste Ergebnisse der chemischen Kennzahlen	44
Tabelle 9: Eindringtiefen der konventionellen, der biologischen und Rückstandsmuster der konventionellen Schokoladen – Toffees mit zwei Prüfkörpern	47

Verzeichnis der Anlagen

Anlage 1: Rohstoffe der Schokoladen – Toffees	57
Anlage 2: Berechnungen der chemischen Kennzahlen	61
Anlage 3: Ausdrucke für Lipasenaktivitätstest mit Tributyrin – Hydrolyse	64
Anlage 4: Bogen für Sensorikpanel	70
Anlage 5: Zusammenfassung der sensorischen Prüfung des Schaukeltests	71

Anlagen

Anlage 1: Rohstoffe der Schokoladen - Toffees

- Rohstoffe und Herstelleruntersuchungen für konventionelle Schokoladen – Toffees

Rohstoff	Untersuchung
Zucker (weiß)	<ul style="list-style-type: none"> - Feuchtigkeit: max. 0,06 % - Invertzucker: max. 0,04 % - $C_{12}H_{22}O_{11}$ (M= 342,3 g) - $T_{\text{Schmelz}} = 160-180 \text{ } ^\circ\text{C}$
Glucosesirup	<ul style="list-style-type: none"> - Brechungsindex (bei 20 °C): 1,4948 – 1,4976 <i>dim</i> - Dextrose: 14,0 – 16,0 % - Maltose (Dp2): 13,5 – 16,5 % - Maltotriose (Dp3): 12,0 – 14,5 % - höhere Zucker (Dp4+): 53,0 – 60,5 %
Sorbitol	<ul style="list-style-type: none"> - nicht kristallisierbarer Sorbitsirup - Brechungsindex (bei 20 °C): 1,455 – 1,465 - Trockensubstanz: 68,0 – 72,0 % - Spezifisches Gewicht: $\geq 1,29$ - D- Sorbit: 70,0 – 80,0 % <i>TS</i> - reduzierende Zucker: $\leq 0,2 \text{ } \%$ - Gesamtzucker: $\leq 15,0 \text{ } \%$ - pH (10,0 % <i>m/v</i>): 5,0 – 7,0 - Proteine: $N < 0,5 \text{ } \%$ <i>on DS</i>
Milchpremix (Süßmolkepulver, Magermilchpulver & Vollmilchpulver)	<ul style="list-style-type: none"> - fettfreie Milchtrockenmasse: 17,0 % - Saccharose: 45,0 – 47,0 % - Süßmolke: 6,0 % - Salz: 3,0 % - Wasser: 28,0 % - pH: 5,8 – 6,2 - Trockensubstanz: 71,0 – 73,0 %

Schokoladen – Aroma	<ul style="list-style-type: none"> - Brechungsindex (bei 20 °C): 1,405 – 1,425 <i>dim</i> - Ethylalkohol: 15,4 % - Maltol: 2,0 < c < 5,0 % - Dichte: 1,01 ± 0,05 g/cm³ - Flammpunkt: 36 °C - Löslichkeit in Wasser: ja - Löslichkeit in Öl: nein - Löslichkeit in Ethanol: ja - Löslichkeit in Propylenglykol: ja
Sojalecithin (Emulgator)	<ul style="list-style-type: none"> - Acetonunlöslicher Teil: min. 62,0 % - Toluolunlöslicher Teil: max. 0,1 % - Wassergehalt: max. 1,0 % - Peroxidzahl: max. 5 meq/kg - Säurezahl: max. 30,0 mg KOH/g - Viskosität: max. 12,5 Pa s - Eisengehalt: < 50 ppm
Toffeecreme	<ul style="list-style-type: none"> - 50,0 % Kakao, 40,0 % pflanzliches Fett, 10,0 % pflanzliches Öl (Palmöl) - Proteine: 9,1 g - Gesamtkohlenhydrate: 22,6 g - Fett: 60,5 g
Chocotan Special 150	<ul style="list-style-type: none"> - Grundsorte: raffiniertes, ungehärtetes Palmöl - Tropfpunkt: 39,0 – 42,0 °C - Iodzahl: 42 – 45 g Iod/100 g Probe - Peroxidzahl: max. 0,5 meq O₂/ kg - Fettsäurenprofil: <li style="padding-left: 20px;">C 14:0 0,8 – 1,3 % <li style="padding-left: 20px;">C 16:0 46,0 – 52,0 % <li style="padding-left: 20px;">C 18:0 4,0 – 6,0 % <li style="padding-left: 20px;">C 18:1 33,0 – 39,0 % <li style="padding-left: 20px;">C 18:2 6,0 – 9,0 % <li style="padding-left: 20px;">andere FS: max. 3,0 % <li style="padding-left: 20px;">Trans FS: max. 1,0 % <li style="padding-left: 20px;">SAFA: 52,0 – 58,0 % <li style="padding-left: 20px;">MUFA: 33,0 – 39,0 % <li style="padding-left: 20px;">PUFA: 6,0 – 9,0 %

- Rohstoffe und Herstelleruntersuchungen für biologische Schokoladen – Toffees

Rohstoff	Untersuchung
Bio Rohrohrzucker	<ul style="list-style-type: none"> - Feuchtigkeit: 0,1 – 0,2 % - Saccharose: > 99,5 % - Asche: 0,1 – 0,2 % - Kristallgröße: 0,4 – 0,8 mm - Protein: 0,5 %
Bio Glucosesirup	<ul style="list-style-type: none"> - Brechungsindex (bei 20 °C): 79,0 – 81,0 °Bx - pH: 4,0 – 6,0 - Glucose: 6,5 – 7,0 % <i>in TM</i> - Maltose: 16,6 – 20,0 % <i>in TM</i> - Maltotriose: 22,0 % <i>in TM</i> - Rest: Oligosaccharide - DE: ca. 41 Gew. % <i>in TM</i> - Fett/ Protein: in Spuren
Bio Invertzuckersirup	<ul style="list-style-type: none"> - Trockensubstanz: 73,0 % - Brechungsindex (bei 20 °C): 71,4 – 72,4 °Bx - pH: 3,5 – 6,0 - Fructose: 32,1 % <i>in T.S.</i> - Dextrose: 37,5 % <i>in T.S.</i> - Dp2: 30,2 % <i>in T.S.</i> - Dp3: 0,1 % <i>in T.S.</i> - Dp3+: 0,1 % <i>in T.S.</i>
Bio Sprühsüßmolkepulver	<ul style="list-style-type: none"> - Protein: 34,0 – 38,0 % - Fett: ≤ 1,25 % - Wassergehalt: max. 4,0 % - pH: 6,5 – 6,7
Bio Sprühmagermilchpulver	<ul style="list-style-type: none"> - Protein: 12,5 % - Lactose: 77,0 % - Fett: 1,2 % - Wassergehalt: 1,05 % - Asche: 7,6 % - pH (1:10): 6,3
Bio Toffeecreme	<ul style="list-style-type: none"> - 60,0 % Kakao, 40,0 % pflanzliches Fett/ Öl (Palmöl)

Bio Palmstearin	<ul style="list-style-type: none">- Steigschmelzpunkt: 51,1 °C- Säurezahl: 0,1 mg KOH/g Probe- Jodzahl: 36 – 39 g Iod/100 g Probe- Fettsäurenprofil:<ul style="list-style-type: none">C 12:0 0,2 – 0,5 %C 14:0 1,1 – 1,3 %C 16:0 51,0 – 54,1 %C 17:0 0,1 %C 18:0 4,7 %C 18:1 32,0 – 34,4 %C 18:2 6,6 – 7,4 %C 18:3 < 0,1 %C 20:0 < 0,4 %C 20:1 0,1 %C 22:0 0,1 %C 24:0 0,1 %sonstige: 0,1 %
-----------------	--

Anlage 2: Berechnungen der chemischen Kennzahlen

- Säurezahl

$$SZ = \frac{56,1 \cdot a \cdot N}{E}$$

	Chocotan Special 150		Bio Palmstearin	
	1. Probe	2. Probe	1. Probe	2. Probe
<i>N</i> in mol/l	0,1	0,1	0,1	0,1
<i>a</i> in ml	0,24	0,24	0,24	0,24
<i>E</i> in g	10,172	10,168	10,250	10,193
SZ in mg KOH/g Probe	0,132	0,132	0,175	0,187

- Iodzahl nach Wijs

$$IZ = \frac{12,69 \cdot c \cdot (V_1 - V_2)}{m}$$

	Chocotan Special 150		Bio Palmstearin	
	1. Probe	2. Probe	1. Probe	2. Probe
<i>c</i> in mol/l	0,1	0,1	0,1	0,1
<i>V₁</i> in ml	48,5	48,5	48,1	48,1
<i>V₂</i> in ml	24,9	32,3	27,7	33,3
<i>m</i> in g	0,678	0,465	0,675	0,482
IZ in g Iod/100 g Probe	44,172	44,210	38,352	38,965

- Anisidinzahl

$$AnZ = \frac{25 \cdot (1,2 \cdot E_a \cdot E_b)}{p}$$

	Chocotan Special 150		Bio Palmstearin	
	1. Probe	2. Probe	1. Probe	2. Probe
<i>p</i> in g	1,246	1,019	1,490	1,146
<i>E_a</i>	0,220	0,182	0,147	0,115
<i>E_b</i>	0,113	0,092	0,106	0,093
<i>AnZ</i>	0,599	0,493	0,314	0,280

- Peroxidzahl nach Wheeler

$$POZ = \frac{(a - b) \cdot N \cdot 100}{E}$$

	Chocotan Special 150		Bio Palmstearin	
	1. Probe	2. Probe	1. Probe	2. Probe
<i>N</i> in mol/l	0,002	0,002	0,01	0,01
<i>a</i> in ml	5,0	6,8	10,4	10,1
<i>b</i> in ml	0	0	0	0
<i>E</i> in g	4,987	5,134	4,998	5,011
<i>POZ</i> in meq O ₂ /kg Probe	0,201	0,265	2,081	2,016

- Oxidationsneigung (*POZ* nach 48 h bei 50 °C)

$$POZ = \frac{(a - b) \cdot N \cdot 100}{E}$$

	Chocotan Special 150		Bio Palmstearin	
	1. Probe	2. Probe	1. Probe	2. Probe
<i>N</i> in mol/l	0,002	0,002	0,01	0,01
<i>a</i> in ml	78,7	81,7	23,2	24,4
<i>b</i> in ml	0	0	0	0
<i>E</i> in g	5,057	5,088	5,060	5,042
<i>POZ</i> in meq O ₂ /kg Probe	3,113	3,211	4,585	3,839

- Totozahl

$$TotZ = AnZ + 2 \cdot POZ$$

	Chocotan Special 150		Bio Palmstearin	
	1. Probe	2. Probe	1. Probe	2. Probe
<i>AnZ</i>	0,599	0,493	0,314	0,280
<i>POZ</i> in meq O ₂ /kg Probe	0,201	0,265	2,081	2,016
<i>TotZ</i>	1,001	1,023	4,476	4,312

Anlage 3: Ausdrücke für Lipasenaktivitätstest mit Tributyrin – Hydrolyse am pH – Stat

Bio Süßmolkepulver 1. Probe

Zeit in min.:s	Volumen in ml	pH-Wert
00:00	0,000	7,046
01:00	0,000	7,005
01:20	0,010	7,016
02:00	0,370	6,977
03:00	0,458	7,000
04:00	0,464	7,003
05:00	0,464	7,003
06:00	0,466	7,002
07:00	0,466	7,000
08:00	0,466	7,003
09:00	0,468	7,003
10:00	0,468	7,002
11:00	0,468	7,003
12:00	0,468	7,002
13:00	0,468	7,002
14:00	0,468	7,003
15:00	0,470	7,000
16:00	0,470	7,002
17:00	0,472	7,003
18:00	0,472	7,001
19:00	0,472	7,002
20:00	0,472	7,004

Zugabe der Probe

Bio Süßmolkepulver 2. Probe

Zeit in min.:s	Volumen in ml	pH-Wert
00:00	0,000	7,073
01:00	0,008	7,008
01:20	0,008	7,005
02:00	0,299	6,962
03:00	0,469	6,998
04:00	0,471	7,002
05:00	0,473	7,003
06:00	0,473	7,003
07:00	0,473	7,002
08:00	0,473	7,002
09:00	0,477	7,002
10:00	0,479	7,003
11:00	0,479	7,003
12:00	0,479	7,003
13:00	0,479	7,004
14:00	0,485	7,005
15:00	0,485	7,004
16:00	0,485	7,004
17:00	0,485	7,004
18:00	0,485	7,004
19:00	0,485	7,003
20:00	0,485	7,002

Zugabe der Probe

Bio Süßmolkepulver Blindwert ohne Tributyrin

Zeit in min.:s	Volumen in ml	pH-Wert
00:00	0,000	7,004
01:00	0,034	6,999
01:20	0,042	7,002
02:00	0,431	6,988
03:00	0,473	7,002
04:00	0,475	7,002
05:00	0,479	7,002
06:00	0,483	7,003
07:00	0,483	7,003
08:00	0,483	7,000
09:00	0,487	7,003
10:00	0,487	7,002
11:00	0,487	7,002
12:00	0,487	7,002
13:00	0,493	7,000
14:00	0,493	7,003
15:00	0,493	7,002
16:00	0,495	7,003
17:00	0,495	7,004
18:00	0,497	7,004
19:00	0,499	7,002
20:00	0,499	7,003

Zugabe der Probe

Bio Magermilchpulver 1. Probe

Zeit in min:s	Volumen in ml	pH-Wert
00:00	0,000	7,003
01:00	0,024	7,000
01:20	0,028	7,002
02:00	0,438	6,980
03:00	0,502	7,008
04:00	0,502	7,013
05:00	0,502	7,018
06:00	0,502	7,018
07:00	0,502	7,023
08:00	0,502	7,024
09:00	0,502	7,024
10:00	0,502	7,027
11:00	0,502	7,027
12:00	0,502	7,029
13:00	0,502	7,031
14:00	0,502	7,031
15:00	0,502	7,031
16:00	0,502	7,032
17:00	0,502	7,032
18:00	0,502	7,031
19:00	0,502	7,034
20:00	0,502	7,034

Zugabe der Probe

Bio Magermilchpulver 2. Probe

Zeit in min:s	Volumen in ml	pH-Wert
00:00	0,000	7,018
01:00	0,024	7,021
01:30	0,042	6,949
02:00	0,405	6,972
03:00	0,501	7,008
04:00	0,501	7,012
05:00	0,501	7,015
06:00	0,501	7,018
07:00	0,501	7,019
08:00	0,501	7,023
09:00	0,501	7,024
10:00	0,501	7,026
11:00	0,501	7,027
12:00	0,501	7,027
13:00	0,501	7,030
14:00	0,501	7,030
15:00	0,501	7,031
16:00	0,501	7,030
17:00	0,501	7,032
18:00	0,501	7,032
19:00	0,501	7,032
20:00	0,501	7,035

Zugabe der Probe

Bio Magermilch Blindwert ohne Tributyrin

Zeit in min:s	Volumen in ml	pH-Wert
00:00	0,000	6,993
00:50	0,060	7,002
01:00	0,099	6,928
02:00	0,675	7,026
03:00	0,675	7,035
04:00	0,675	7,038
05:00	0,675	7,045
06:00	0,675	7,046
07:00	0,675	7,048
08:00	0,675	7,050
09:00	0,675	7,051
10:00	0,675	7,053
11:00	0,675	7,053
12:00	0,675	7,054
13:00	0,675	7,056
14:00	0,675	7,056
15:00	0,675	7,059
16:00	0,675	7,059
17:00	0,675	7,059
18:00	0,675	7,062
19:00	0,675	7,061
20:00	0,675	7,061

Zugabe der Probe

Bio Toffecreme 1. Probe

Zeit in min.:s	Volumen in ml	pH-Wert
00:00	0,000	7,014
01:00	0,082	7,000
02:00	0,084	7,160
03:00	0,084	7,171
04:00	0,084	7,176
05:00	0,084	7,177
06:00	0,084	7,178
07:00	0,084	7,181
08:00	0,084	7,182
09:00	0,084	7,184
10:00	0,084	7,186
11:00	0,084	7,184
12:00	0,084	7,186
13:00	0,084	7,186
14:00	0,084	7,186
15:00	0,084	7,187
16:00	0,084	7,188
17:00	0,084	7,188
18:00	0,084	7,190
19:00	0,084	7,189
20:00	0,084	7,189

Zugabe der Probe

Bio Toffecreme 2. Probe

Zeit in min.:s	Volumen in ml	pH-Wert
00:00	0,000	6,961
00:30	0,114	6,997
01:00	0,128	7,005
02:00	0,148	7,165
03:00	0,148	7,178
04:00	0,148	7,193
05:00	0,148	7,201
06:00	0,148	7,211
07:00	0,148	7,215
08:00	0,148	7,217
09:00	0,148	7,219
10:00	0,148	7,221
11:00	0,148	7,222
12:00	0,148	7,222
13:00	0,148	7,222
14:00	0,148	7,225
15:00	0,148	7,226
16:00	0,148	7,226
17:00	0,148	7,226
18:00	0,148	7,226
19:00	0,148	7,228
20:00	0,148	7,227

Zugabe der Probe

Bio Toffecreme Blindwert ohne Tributyrin

Zeit in min.:s	Volumen in ml	pH-Wert
00:00	0,000	7,003
01:00	0,080	7,002
01:30	0,096	6,983
02:00	0,100	7,163
03:00	0,100	7,162
04:00	0,100	7,166
05:00	0,100	7,175
06:00	0,100	7,178
07:00	0,100	7,187
08:00	0,100	7,190
09:00	0,100	7,194
10:00	0,100	7,193
11:00	0,100	7,194
12:00	0,100	7,197
13:00	0,100	7,200
14:00	0,100	7,201
15:00	0,100	7,201
16:00	0,100	7,204
17:00	0,100	7,205
18:00	0,100	7,204
19:00	0,100	7,206
20:00	0,100	7,205

Zugabe der Probe

Milchpremix 1. Probe

Zeit in min.:s	Volumen in ml	pH- Wert
00:00	0,000	6,969
01:00	0,098	7,007
02:00	0,098	7,019
02:10	0,098	7,020
03:00	0,200	7,010
04:00	0,200	7,010
05:00	0,200	7,003
06:00	0,200	7,015
07:00	0,200	7,014
08:00	0,200	7,014
09:00	0,200	7,014
10:00	0,200	7,014
11:00	0,200	7,014
12:00	0,200	7,013
13:00	0,200	7,015
14:00	0,200	7,014
15:00	0,200	7,014
16:00	0,200	7,014
17:00	0,200	7,015
18:00	0,200	7,014
19:00	0,200	7,013
20:00	0,200	7,013

Zugabe der Probe

Milchpremix 2. Probe

Zeit in min.:s	Volumen in ml	pH- Wert
00:00	0,000	7,059
01:00	0,018	7,000
02:00	0,146	6,999
03:00	0,150	7,002
04:00	0,152	7,004
05:00	0,152	7,002
06:00	0,152	7,002
07:00	0,152	7,003
08:00	0,158	7,004
09:00	0,158	7,004
10:00	0,158	7,004
11:00	0,158	7,005
12:00	0,158	7,005
13:00	0,158	7,005
14:00	0,158	7,005
15:00	0,158	7,004
16:00	0,158	7,005
17:00	0,158	7,003
18:00	0,158	7,007
19:00	0,158	7,004
20:00	0,158	7,007

Zugabe der Probe

Milchpremix Blindwert ohne Tributyrin

Zeit in min.:s	Volumen in ml	pH- Wert
00:00	0,000	6,988
00:50	0,092	7,003
01:00	0,110	6,967
02:00	0,198	7,005
03:00	0,198	7,007
04:00	0,198	7,009
05:00	0,198	7,010
06:00	0,198	7,013
07:00	0,198	7,016
08:00	0,198	7,016
09:00	0,198	7,014
10:00	0,198	7,016
11:00	0,198	7,016
12:00	0,198	7,018
13:00	0,198	7,019
14:00	0,198	7,019
15:00	0,198	7,019
16:00	0,198	7,020
17:00	0,198	7,020
18:00	0,198	7,020
19:00	0,198	7,021
20:00	0,198	7,021

Zugabe der Probe

Toffeecreme 1. Probe

Zeit in min:s	Volumen in ml	pH-Wert
00:00	0,000	6,972
01:00	0,114	7,007
02:00	0,122	7,176
03:00	0,122	7,172
04:00	0,122	7,175
05:00	0,122	7,177
06:00	0,122	7,181
07:00	0,122	7,188
08:00	0,122	7,189
09:00	0,122	7,194
10:00	0,122	7,198
11:00	0,122	7,201
12:00	0,122	7,205
13:00	0,122	7,206
14:00	0,122	7,209
15:00	0,122	7,210
16:00	0,122	7,211
17:00	0,122	7,210
18:00	0,122	7,215
19:00	0,122	7,214
20:00	0,122	7,216

Zugabe der Probe

Toffeecreme 2. Probe

Zeit in min:s	Volumen in ml	pH-Wert
00:00	0,000	6,972
00:50	0,096	7,002
01:00	0,098	6,994
02:00	0,108	7,171
03:00	0,108	7,168
04:00	0,108	7,170
05:00	0,108	7,172
06:00	0,108	7,176
07:00	0,108	7,179
08:00	0,108	7,184
09:00	0,108	7,186
10:00	0,108	7,192
11:00	0,108	7,195
12:00	0,108	7,198
13:00	0,108	7,200
14:00	0,108	7,204
15:00	0,108	7,204
16:00	0,108	7,206
17:00	0,108	7,210
18:00	0,108	7,209
19:00	0,108	7,210
20:00	0,108	7,210

Zugabe der Probe

Toffeecreme Blindwert ohne Tributyrin

Zeit in min:s	Volumen in ml	pH-Wert
00:00	0,000	6,972
01:00	0,118	7,008
02:00	0,118	7,168
03:00	0,118	7,167
04:00	0,118	7,171
05:00	0,118	7,173
06:00	0,118	7,181
07:00	0,118	7,176
08:00	0,118	7,181
09:00	0,118	7,186
10:00	0,118	7,188
11:00	0,118	7,192
12:00	0,118	7,193
13:00	0,118	7,194
14:00	0,118	7,199
15:00	0,118	7,197
16:00	0,118	7,201
17:00	0,118	7,200
18:00	0,118	7,205
19:00	0,118	7,205
20:00	0,118	7,208

Zugabe der Probe

Lipase-Versuch

Zeit in <i>min:s</i>	Volumen in <i>ml</i>	pH- Wert
00:00	0,000	6,960
00:30	0,116	6,997
01:00	0,152	6,996
02:00	0,200	6,983
03:00	0,933	6,978
04:00	1,579	6,948
05:00	2,290	6,953
06:00	2,962	6,955
07:00	3,577	6,954
08:00	4,191	6,954
09:00	4,775	6,955
10:00	5,420	6,956
11:00	5,874	6,961
12:00	6,486	6,958
13:00	7,072	6,960
14:00	7,481	6,960
15:00	8,037	6,959
16:00	8,421	6,960
17:00	8,947	6,960
18:00	9,107	6,960
19:00	9,474	6,961
19:50	10,000	6,962

Zugabe der Probe

Anlage 4: Bogen für Sensorikpanel

Verkostung für Dauertest				
Proben vom XX.XX.2008			Name (Kürzel): _____	
Proben	Aussehen	Geruch	Geschmack	Mundgefühl
Konventionelle Toffee – Mi- schung in Ver- packung				
Konventionelle Schokoladen – Toffees in Ver- packung				
Biologische Schokoladen – Toffees in Ver- packung				
Konventionelle Schokoladen – Toffees ohne Verpackung				
Biologische Schokoladen – Toffees ohne Verpackung				

Anlage 5: Zusammenfassung der sensorischen Prüfung des Schaukeltests

- Konventionelle Toffee – Mischung in der Verpackung

Probennahme	Aussehen	Geruch	Geschmack	Mundgefühl
Nach 8 Monaten	- Wickler klebt unablösbar am Toffee - Alu-Kaschierung hat sich gelöst - Toffee außen hart, innen weich - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen braun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig	- schokoladig - unauffällig süßlich - nach Kakao - kräftig - herb	- süß - schokoladig (vom Aroma eher flacher) - nach Kakao - alt - kein Fremdgeschmack - kein Verlust - leicht salzig **	- sandig - außen (Seiten) trocken - mürbe - leicht krisselig - Ränder fest, Mitte weich - leicht klebend in größere Stückchen - lang schmelzend
Nach 9 Monaten	- Wickler klebt unablösbar am Toffee - Alu-Kaschierung hat sich gelöst - Toffee außen hart, innen weich - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen braun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig	- leicht schokoladig - nach Kakao - süßlich - flach - alt	- süß - leicht schokoladig - wenig Aroma - nach Kakao - alt - fahl *	- sandig - Rand ist ausgetrocknet, Mitte weich - knusprig - bröselig - krisselig - mürbe - leicht klebend in größere Stückchen - lang schmelzend
Nach 10 Monaten	- Wickler klebt unablösbar am Toffee - Alu-Kaschierung hat sich gelöst - Toffee außen hart, innen weich - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen braun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig	- schokoladig - nach Kakao - süßlich	- süß - leicht schokoladig - nach Kakao - alt *	- sandig - außen stark ausgetrocknet - innen mürbe - rekristallisiert - sehr bröselig - leicht klebend in größere Stückchen - lang schmelzend
Nach 11 Monaten	- Wickler klebt unablösbar am Toffee - Alu-Kaschierung hat sich gelöst - Toffee außen hart, innen weich - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen braun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig	- leicht schokoladig - flach - wenig Aroma - nach Kakao - süßlich	- süß - leicht schokoladig - leichter Fremdgeschmack - flach - wenig Aroma - nach Kakao - alt - nach Papier *	- sandig - außen stark ausgetrocknet - innen mürbe - rekristallisiert - sehr bröselig - leicht klebend in größere Stückchen - lang schmelzend - trocken
Nach 12 Monaten	- Wickler klebt unablösbar am Toffee - Alu-Kaschierung hat sich gelöst - Toffee außen hart, innen weich - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen hellbraun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig	- leicht schokoladig - flach - wenig Aroma - nach Kakao - süßlich	- süß - leicht schokoladig - nach Kakao - Nachgeschmack - alt - nach Papier *	- sandig - außen stark ausgetrocknet - innen mürbe - rekristallisiert - bröselig - leicht klebend in größere Stückchen - lang schmelzend
Nach 13 Monaten	- Wickler klebt unablösbar am Toffee - Alu-Kaschierung hat sich gelöst - Toffee außen hart, innen weich - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen braun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig	- schwach schokoladig - flach - nach Papier - süßlich - schwach nach Kakao	- süß - wenig schokoladig - wenig Aroma - nach Papier - schwach nach Kakao - Beigeschmack - abweichend -	- sandig - außen stark ausgetrocknet - innen sehr mürbe - leicht klebend in größere Stückchen - lang schmelzend

- Konventionelle Schokoladen – Toffees in der Verpackung

Probennahme	Aussehen	Geruch	Geschmack	Mundgefühl
Nach 8 Monaten	<ul style="list-style-type: none"> - Wickler klebt unablösbar am Toffee - Alu-Kaschierung hat sich gelöst - Toffee außen sehr hart, innen weich - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen braun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig 	<ul style="list-style-type: none"> - schokoladig - süßlich - schwach nach Kakao 	<ul style="list-style-type: none"> - süß - erst flach - leicht salzig - schokoladig - wenig Aroma - alt - fahl * 	<ul style="list-style-type: none"> - sandig - außen ausgetrocknet - leicht krisselig - innen sehr mürbe - leicht klebend in größere Stückchen - lang schmelzend
Nach 9 Monaten	<ul style="list-style-type: none"> - Wickler klebt unablösbar am Toffee - Alu-Kaschierung hat sich gelöst - Toffee außen sehr hart, innen weich - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen braun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig 	<ul style="list-style-type: none"> - schokoladig - wenig Aroma - süßlich - alt - flach 	<ul style="list-style-type: none"> - süß - leicht schokoladig - wenig Aroma - wenig nach Kakao - alt - fahl * 	<ul style="list-style-type: none"> - sandig - außen ausgetrocknet - innen sehr mürbe - knusprig - bröselig - krümelig - leicht klebend in größere Stückchen - lang schmelzend
Nach 10 Monaten	<ul style="list-style-type: none"> - Wickler klebt unablösbar am Toffee - Alu-Kaschierung hat sich gelöst - Toffee außen sehr hart, innen weich - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen braun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig 	<ul style="list-style-type: none"> - schokoladig - süßlich - flach 	<ul style="list-style-type: none"> - süß - kaum schokoladig - nach Kakao - etwas salzig - wenig Aroma - alt * 	<ul style="list-style-type: none"> - sandig - außen stark ausgetrocknet - innen sehr mürbe - keksartig - rekristallisiert - sehr bröselig - leicht klebend in größere Stückchen - lang schmelzend
Nach 11 Monaten	<ul style="list-style-type: none"> - Wickler klebt unablösbar am Toffee - Alu-Kaschierung hat sich gelöst - Toffee außen sehr hart, innen weich - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen braun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig 	<ul style="list-style-type: none"> - schokoladig - süßlich - flach - alt 	<ul style="list-style-type: none"> - süß - schokoladig - flach - fade - kaum nach Kakao - alt - nach Papier o 	<ul style="list-style-type: none"> - sandig - außen stark ausgetrocknet - innen sehr mürbe - keksartig - leicht klebend in größere Stückchen - lang schmelzend
Nach 12 Monaten	<ul style="list-style-type: none"> - Wickler klebt unablösbar am Toffee - Alu-Kaschierung hat sich gelöst - Toffee außen sehr hart, innen weich mit weißen Punkten - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen hellbraun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig 	<ul style="list-style-type: none"> - leicht schokoladig - flach - nach Papier - süßlich - alt 	<ul style="list-style-type: none"> - süß - kaum schokoladig - nach Papier - alt - kaum nach Kakao - 	<ul style="list-style-type: none"> - sandig - außen sehr stark ausgetrocknet - innen sehr mürbe - rekristallisiert - bröselig - leicht klebend in größere Stückchen - lang schmelzend
Nach 13 Monaten	<ul style="list-style-type: none"> - Wickler klebt unablösbar am Toffee - Alu-Kaschierung hat sich gelöst - Toffee außen sehr hart, innen weich - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen hellbraun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig 	<ul style="list-style-type: none"> - leicht schokoladig - flach - nach Papier - süßlich - schwach nach Kakao 	<ul style="list-style-type: none"> - süß - kaum schokoladig - nach Papier - kaum nach Kakao - 	<ul style="list-style-type: none"> - sandig - außen sehr stark ausgetrocknet - innen sehr mürbe - leicht klebend in größere Stückchen - lang schmelzend

- Biologische Schokoladen – Toffees in der Verpackung

Probennahme	Aussehen	Geruch	Geschmack	Mundgefühl
Nach 8 Monaten	- Toffee insgesamt hart - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen braun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig	- schokoladig - kräftig nach Kakao - sehr herb	- süß - schokoladig - nach Kakao ***	- leicht sandig - fest - mürbe - leicht angetrocknet - zerfällt im Mund in gleichmäßige Textur - schnell schmelzend
Nach 9 Monaten	- Toffee insgesamt hart - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen braun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig	- schokoladig - herb	- süß - schokoladig - nach Kakao **	- leicht sandig - mürbe - rekristallisiert - leicht angetrocknet - zerfällt im Mund in gleichmäßige Textur - schnell schmelzend
Nach 10 Monaten	- Toffee insgesamt hart - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen braun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig	- schokoladig - süßlich - nach Kakao	- süß - schokoladig - nach Kakao **	- leicht sandig - mürbe - leicht bröselig - leicht angetrocknet - zerfällt im Mund in gleichmäßige Textur - schnell schmelzend
Nach 11 Monaten	- Toffee insgesamt hart - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen braun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig	- schokoladig - süßlich - flach - alt - leichte Kakaonote	- süß - schokoladig - flach - fade - alt - leicht abweichender Beigeschmack *	- leicht sandig - außen angetrocknet, innen weicher - zerfällt im Mund in gleichmäßige Textur - schnell schmelzend
Nach 12 Monaten	- Toffee insgesamt hart - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen braun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig	- schokoladig - flach - süßlich - nach Kakao	- süß - schokoladig - flach - nach Kakao - leichter Beigeschmack - nach Papier **	- leicht sandig - außen angetrocknet, innen weicher - mürbe - rekristallisiert - zerfällt im Mund in gleichmäßige Textur - schnell schmelzend
Nach 13 Monaten	- Toffee insgesamt hart - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen braun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig	- schokoladig - flach - nach Papier - süßlich - nach Kakao	- süß - schokoladig - nach Papier - nach Kakao - flach - leichter Beigeschmack *	- leicht sandig - außen angetrocknet, innen weicher - mürbe - rekristallisiert - zerfällt im Mund in gleichmäßige Textur - schnell schmelzend

- Konventionelle Schokoladen – Toffees ohne Verpackung

Probennahme	Aussehen	Geruch	Geschmack	Mundgefühl
Nach 8 Monaten	<ul style="list-style-type: none"> - Wickler klebt unablösbar am Toffee - Alu-Kaschierung hat sich gelöst - Toffee außen sehr hart, innen weich - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen braun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig 	<ul style="list-style-type: none"> - leicht schokoladig - wenig ausgeprägt - unauffällig süßlich - nach Kakao 	<ul style="list-style-type: none"> - süß - leicht schokoladig - flach - wenig Aroma - sehr alt - pappig * 	<ul style="list-style-type: none"> - sandig - außen sehr stark ausgetrocknet - innen sehr mürbe - leicht klebend in größere Stückchen - lang schmelzend
Nach 9 Monaten	<ul style="list-style-type: none"> - Wickler klebt unablösbar am Toffee - Alu-Kaschierung hat sich gelöst - Toffee außen sehr hart, innen weich - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen hellbraun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig 	<ul style="list-style-type: none"> - leicht schokoladig - flach - alt - süßlich 	<ul style="list-style-type: none"> - süß - kaum schokoladig - flach - wenig Aroma - alt - fahl - nach Kakao * 	<ul style="list-style-type: none"> - sandig - außen sehr stark ausgetrocknet - innen sehr mürbe - bröselig - leicht klebend in größere Stückchen - lang schmelzend
Nach 10 Monaten	<ul style="list-style-type: none"> - Wickler klebt unablösbar am Toffee - Alu-Kaschierung hat sich gelöst - Toffee außen sehr hart, innen weich - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen braun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig 	<ul style="list-style-type: none"> - kaum schokoladig - süßlich 	<ul style="list-style-type: none"> - süß - kaum schokoladig - alt - nach Papier - flach - fade o 	<ul style="list-style-type: none"> - sandig - außen sehr stark ausgetrocknet - innen sehr mürbe - sehr bröselig - leicht klebend in größere Stückchen - lang schmelzend
Nach 11 Monaten	<ul style="list-style-type: none"> - Wickler klebt unablösbar am Toffee - Alu-Kaschierung hat sich gelöst - Toffee außen sehr hart, innen weich - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen braun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig 	<ul style="list-style-type: none"> - leicht schokoladig - flach - alt - süßlich 	<ul style="list-style-type: none"> - süß - kaum schokoladig - flach - alt - nach Papier - fade o 	<ul style="list-style-type: none"> - sandig - außen sehr stark ausgetrocknet - innen sehr mürbe - knirschend (wie Zuckerkristalle) - leicht klebend in größere Stückchen - lang schmelzend
Nach 12 Monaten	<ul style="list-style-type: none"> - Wickler klebt unablösbar am Toffee - Alu-Kaschierung hat sich gelöst - Toffee außen sehr hart, innen weich - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen hellbraun mit weißen Punkten - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig 	<ul style="list-style-type: none"> - kaum schokoladig - flach - schwach süßlich 	<ul style="list-style-type: none"> - süß - kaum schokoladig - kaum Aroma - nach Papier - Beigeschmack - 	<ul style="list-style-type: none"> - sandig - außen sehr stark ausgetrocknet - innen sehr mürbe - bröselig - leicht klebend in größere Stückchen - lang schmelzend
Nach 13 Monaten	<ul style="list-style-type: none"> - Wickler klebt unablösbar am Toffee - Alu-Kaschierung hat sich gelöst - Toffee außen sehr hart, innen weich - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen braun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig 	<ul style="list-style-type: none"> - wenig schokoladig - flach - nach Papier - süßlich - alt 	<ul style="list-style-type: none"> - süß - kaum schokoladig - kaum Aroma - nach Papier - alt - 	<ul style="list-style-type: none"> - sandig - außen sehr stark ausgetrocknet - innen sehr mürbe - rekristallisiert - leicht klebend in größere Stückchen - lang schmelzend

- Biologische Schokoladen – Toffees ohne Verpackung

Probennahme	Aussehen	Geruch	Geschmack	Mundgefühl
Nach 8 Monaten	- Toffee insgesamt sehr hart - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen braun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig	- schokoladig - kräftig nach Kakao - herb - süßlich	- süß - schokoladig - nach Kakao ***	- leicht sandig - außen angetrocknet, innen weicher - mürbe - krümelig - zerfällt im Mund in gleichmäßige Textur - schnell schmelzend
Nach 9 Monaten	- Toffee insgesamt sehr hart - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen braun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig	- schokoladig - herb - nach Kakao - süßlich	- süß - schokoladig - kräftig nach Kakao **	- leicht sandig - außen angetrocknet, innen weicher - mürbe - rekristallisiert - bröselig - zerfällt im Mund in gleichmäßige Textur - schnell schmelzend
Nach 10 Monaten	- Toffee insgesamt sehr hart - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen braun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig	- schokoladig - leicht flach - süßlich - nach Kakao	- süß - schokoladig - flach **	- leicht sandig - außen angetrocknet, innen weicher - mürbe - zerfällt im Mund in gleichmäßige Textur - schnell schmelzend
Nach 11 Monaten	- Toffee insgesamt sehr hart - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen braun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig	- schokoladig - flach - alt - süßlich - leicht nach Kakao	- süß - schokoladig - flach - alt - fade - wenig Aroma - Beigeschmack nach Papier *	- leicht sandig - außen angetrocknet, innen weicher - zerfällt im Mund in gleichmäßige Textur - schnell schmelzend
Nach 12 Monaten	- Toffee insgesamt sehr hart - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen braun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig	- schokoladig - flach - schwach süßlich	- süß - schokoladig - nach Papier - schwach nach Kakao - alt - flach *	- leicht sandig - außen angetrocknet, innen weicher - rekristallisiert - zerfällt im Mund in gleichmäßige Textur - schnell schmelzend
Nach 13 Monaten	- Toffee insgesamt sehr hart - Farbe außen dunkelbraun - Farbe innen braun - Struktur i.O. - Form i.O. - quaderförmig	- leicht schokoladig - flach - nach Papier - süßlich - schwach nach Kakao	- süß - schokoladig - nach Papier - schwach nach Kakao - alt -	- leicht sandig - außen angetrocknet, innen weicher - mürbe - zerfällt im Mund in gleichmäßige Textur - schnell schmelzend

Sternbewertung:

- ***: sensorisch einwandfrei
- ** : sensorisch einwandfrei mit leichten Abstufungen
- * : sensorisch akzeptabel
- o : sensorisch neutral mit größeren Abstufungen
- : sensorisch unbrauchbar

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

Ort, Datum

Unterschrift