



Hochschule Neubrandenburg
University of Applied Sciences

Fachbereich Agrarwirtschaft und Lebensmitteltechnologie

Studiengang Lebensmittel- und Bioprodukttechnologie

SS 2018/2019

MASTERARBEIT

Technologische und analytische Aspekte von Traubenkernmehl- angereicherter Milchschokolade

Verfasser: Muad Almanasra

Betreuer: Prof. Dr. S. Bolenz
Prof. Dr. L. A. Garbe

Neubrandenburg, den 19.08.2019

URN: urn:nbn:de:gbv:519-thesis2019-0055-2

Danksagung

An diesem Zeitpunkt möchte ich mich bei allen bedanken, die mich bei der Fertigstellung dieser Arbeit unterstützt haben.

Vor allem möchte ich mich ganz herzlich bei Herrn Prof. Dr. Siegfried Bolenz und Herrn Prof. Dr. Leif-Alexander Garbe für die Bereitstellung des interessanten Thema und gute Betreuung bedanken.

Anschließend bedanke ich mich bei Frau Rita Schäpe und Rolf Kretzschmar für die Bereitstellung aller benötigte Geräten.

Weiterhin bedanke ich mich bei meinen Freunden für ihr Interesse und dauernde Unterstützung.

Nicht zuletzt gilt mein herzlicher, besonderer und tiefer Dank an meinen Eltern, die mich während der Masterarbeit und auch während meines gesamten Studium unvergessen und kräftig unterstützt, und viel bemüht haben.

Inhaltsverzeichnis

Danksagung.....	2
1. Abstrakt.....	5
2. Einleitung.....	6
3. Stand der Wissenschaft und Technik.....	8
3.1.Schokoladeherstellung mittels konventionellen Verfahrens.....	8
3.2.Schokoladeherstellung mittels Grobconchier-Verfahrens.....	9
3.2.1.Grobconchieren.....	9
3.2.2 Zerkleinerung mittels Kugelmühle.....	10
3.2.3.Traubenkerne und Gesundheit.....	11
3.2.4.Traubenkerne in Lebensmittelindustrie.....	12
3.2.5 Traubenkernmehl in Lebensmittelindustrie.....	12
4. Material und Methoden.....	13
4.1 Rezeptur.....	13
4.2 Rohstoffen und Maschinen.....	15
4.2.1 Schokoladeherstellung und physikalische Untersuchungen.....	15
4.2.2 Chemische Untersuchungen.....	16
4.3 Durchführung.....	17
4.3.1 Versuchsplanung.....	17
4.3.2 Zerkleinerungsvorversuche des TKMs.....	17
4.3.3 Versuchsdurchführung.....	19
4.3.3.1 Grobconchieren.....	19
4.3.3.2 Kugelmühle.....	19
4.3.3.3 Energieverbrauch.....	20
4.3.3.4 Nachmischung des TKMs.....	20
4.3.4 Physikalische Untersuchungen.....	21
4.3.4.1 Partikelgrößenmessung.....	21
4.3.4.2 Rheologieeigenschaften.....	23
4.3.5 Chemische Untersuchungen.....	24
4.3.5.1 Gesamtpolyphenolbestimmung.....	24
4.3.5.2 FRAP-Test.....	25
4.3.6 Auswertung.....	26
5.Ergebnisse.....	27
5.1 Vorzerkleinerungsversuche.....	27
5.2 Partikelgröße.....	28
5.3 Fließeigenschaften.....	33
5.4 Energieverbrauch.....	39
5.5 Gesamtpolyphenolbestimmung.....	40
5.6 FRAP-Test.....	42

6. Diskussion und weitere Vorgehensweise.....	45
6.1 Vorzerkleinerungsversuche.....	45
6.2 Partikelgröße der durchgeführten Versuche.....	45
6.3 Rheologieeigenschaften.....	46
6.4.Energieverbrauch.....	47
6.5.Gesamtpolyphenolbestimmung und FRAP-Test.....	47
7. Zusammenfassung.....	48
8. Tebbellensverueichnis.....	49
9. Abbildungsverzeichnis.....	50
10. Letiraturverzeichnis.....	51

1. Abstrakt

Das Ziel dieser Arbeit war die Herstellung von Milkschokolade mit verschiedenen Anteilen des zugesetzten TKMs. Die TKM-Zerkleinerung erfolgte durch neue Methode, indem sie vor der Zugabe zu den restlichen Zutaten mittels KM zerkleinert wurde. Die erwünschte Partikelgröße des sowohl TKMs als auch der Schokoladenmasse wurde erreicht. Der Einfluss von TKM auf Partikelgrößenverteilung, Fließeigenschaften, Polyphenolgehalt und FRAP-Test wurde getestet. Die Partikelgrößen wurden mittels eines Laserbeugungsspektrometers und die rheologische Eigenschaften mittels Rotationsviskosimeter bestimmt. Die Partikelgrößen der $d_{(0,99)}$ -Werte wurden auch ermittelt, die größere Anteil der Partikel beschreiben. Gemäß der Folin-Ciocalteu-Methode erfolgte die Gesamtpolyphenolbestimmung. Die erzielten Werte des Gesamtpolyphenolgehaltes bewiesen den Anstieg des Gehaltes in den Schokoladen, je mehr es TKM-Anteil gab. Der FRAP-Test erfolgte zur Bestimmung von löslichen Antioxidantien. Einige Teile der Abweichungen bei den durchgeführten Untersuchungen wurden als Ausnahmen betrachtet und auf Messfehler zurückgeführt. Daher könnten sie akzeptiert werden.

2. Einleitung

In den meisten Teilen der Welt ist die Schokolade als eine sehr gewünschte Süßigkeit betrachtet. Der Pro-Kopf-Verbrauch beträgt etwa 8,7 Kg vielfältiger Schokoladenwaren pro Jahr in Deutschland (Statista, 2019). Trotz des hohen Verbrauchs von der Schokolade, Cholesterin und gesättigten Fettsäuren wurden die Herzkrankheiten und Mortalitäten niedriger beobachtet (French Paradox). Ein Grund dafür kann sich auf den hohen Konsum vom Wein beziehen, der hohen Polyphenolgehalt hat. Diese Substanzen sind weitverbreitet und finden sich in Obst, Gemüse, Tee und Kakao. Die Polyphenole in der Weinherstellung werden haufenweise aus Traubentrester gewonnen. Der Traubentrester ist ein vermeintliches Abfall mit wertvollem Inhalt. Er ergibt sich daher heutzutage interessante Produktionsverfahren. Dieser Trester beinhaltet Traubenschalen, Kerne und Stängel. Die Kerne können als Hauptstoffe in der Traubenkernölherstellung verwendet werden. Der Trester kann jedoch nicht nur für Düngemittel oder Biogas verarbeitet sondern auch zur Extraktion eingesetzt werden. Die Wertstoffe können nämlich aus dem Trester extrahiert und in Lebensmitteln als natürliche Inhaltstoffe zugesetzt werden. Da die Färbung von Lebensmitteln durch synthetische Farbstoffe mit der Entstehung des Aufmerksamkeitsdefizit-Hyperaktivitäts-Syndroms bei Kindern in Verbindung gebracht wird (BfR, 2007) (Diezi, 2011), ist die Gewinnung von natürlichen Farbstoffen (Anthocyane) für den Einsatz in der Lebensmittelproduktion wichtig, die auch aus dem Trester gewonnen werden können. Während der Weinherstellung entsteht 20-30% Verlust an Traubentrester. Aus diesen Gründen ist der Einsatz des Tresters und TKMs in der Schokoladeherstellung als zusätzliche Lebensmittel interessant. In dieser Arbeit wurde den Einsatz von TKM geprüft. In einer parallel durchgeführten Masterarbeit „Weiterentwicklung des Verfahrens zur Herstellung einer Milkschokolade unter Verwendung von Traubentrester“ von Frau Glöde wurde Einstaz von gemischten Trestern (Schalen und Kerne) ausgewertet. Milkschokolade ist eine als dunkle Schokolade betrachtet, die wegen ihrem ausreichenden Inhalt von den Polyphenolen positiven Einfluss auf menschliche Gesundheit haben. Die Polyphenole haben nämlich einen antioxidativen Einfluss. Außerdem haben sie einen Zusammenhang mit der Prävention der Tumorentwicklung und Herz-Kreislaufferkrankung.

Die Schokoladeprodukte können gemäß der europäischen Kakaoverordnung bis zu 40% zusätzliche Lebensmittel enthalten. Infolgedessen kann TKM in der Schokolade eingesetzt werden, um den Polyphenolgehalt zu erhöhen, und somit erzielen gesundheitliche Vorteile. Das TKM beinhaltet den antioxidativen Wirkstoff OPC, das die Körperzellen durch die Neutralisierung der freien Radikale schützt (Fructum Vitis). Dementsprechend wurde das Verhalten der Polyphenole, und inwieweit das TKM in der Schokolade den Polyphenolgehalt erhöht, untersucht.

Dazu wurde die Polyphenolbestimmung gemessen. Der FRAP-Assay (Ferric Ion Reducing Antioxidant Power) wurde auch durchgeführt, um die lösliche Antioxidantien zu bestimmen. Der FRAP-Assay bietet einen mutmaßlichen Index des antioxidativen Potenzials von den im TKM Antioxidantien.

Vor allem wurde die Partikelgröße der hergestellten Schokolade gemessen, da sie unter 30 µm sein soll, ansonsten wird die Schokolade als grobkörnig betrachtet (Bolenz, 2000). Die Partikelgröße ist ein wertschöpfender Aspekt bei der Schokoladenherstellung, den berücksichtigt werden muss, um eine positive Wahrnehmung durch die Verbraucher zu erreichen. Durch die Zerkleinerungsverfahren müssen die gewünschte Partikelgröße bzw. bestimmte Geschmacks- und Mundgefühlseigenschaften erreicht werden. Diese Eigenschaften beziehen sich auch auf die Fließeigenschaften der flüssigen Schokoladenmasse (Beckett, 2009). Diese hängen in starkem Maße vom Fett-, Wassergehalt und Emulgatoren ab (Afoakwa, 2007). Der Wassergehalt muss während der Herstellung unter 0,6% gesenkt werden.

3. Stand der Wissenschaft und Technik

3.1. Schokoladeherstellung mittels konventionellen Verfahrens

Die Nutzung von den Walzen und Conchieren ist in der Schokoladeherstellung als konventionelles Verfahren bezeichnet. Mittels dieses Verfahrens werden zuerst Ausgangsmaterialien wie Zucker, Kakaomasse, Magermilchpulver, Lactose und ein Teil der Kakaobutter in einem Knetmischer gemischt. Die Trockenbestandteile davon müssen genug feinzerkleinert werden, damit das Endprodukt nicht sandig wäre. Die Schokoladezerkleinerung erfolgt mittels dieses Verfahrens in zwei Stufen (Vor- und Feinzerkleinerung).

Die Vorzerkleinerung wird mit Zweiwalzwerk durchgeführt. Im Laufe des Prozesses wird die Massenkonsistenz wegen der Vergrößerung der Oberflächen von den zerkleinerten Feststoffen verfestigt. Das führt zur Feststoffagglomerate und größeren Partikel, die zwischen zwei Walzen durch Druck und Scherkräfte zerkleinert werden (Bühler). Die Feinzerkleinerung befindet sich bei der Nutzung von 5-Walzwerken. Durch die Kontrolle des Drucks und der Geschwindigkeit der Walzen erzeugt ein Schergefälle im Spalt, und mit der Rotation der Walzen schwindet ihre Abstand regelmäßig, was zur Zerkleinerung führt (Kos, 2018). Die Masse wird bei kontinuierlicher Erhöhung der Walzengeschwindigkeit zwischen den Walzen übertragen, und die Walzen werden nicht überhitzt, weil die übersteigende Wärme mit Kühlwasser-System verbunden ist (Tscheuschner, 2017). Die Walzen sind nämlich temperaturgeregelt und im Bereich 40-60°C gehalten (Beckett, 1995).

Sowohl der Fettgehalt als auch die Temperatur sind wichtig in diesem Prozess, weil die beiden Parameter einen Einfluss auf die Eigenschaften der Schokolade und Zerkleinerungsprozess haben. Das hat nämlich mit der passenden Konsistenz zu tun, die für die Übertragung des Produktes durch den richtigen Fettgehalt beibehalten wird. Die optimale Zerkleinerung wäre beim geringem Fettgehalt wie möglich, besonders im Bereich von 24%-27% (Beckett, 1999).

Zusammentreffend mit der Zerkleinerung der Partikel ist ein wesentlicher Anteil der Aromatisierung von der Schokoladenmasse vorzukommen, der für eine optimale Conchierung vorbereitet (Bühler). Das Hauptziel der Conchierung ist nicht nur die Bestandteile gut miteinander zu mischen, sondern auch die Feuchtigkeit und unerwünschte Aromastoffen aus der Walze zu kontrollieren. Dabei werden die Feststoffagglomerate zerstört, bessere Aromen gestaltet und die Fließeigenschaften optimiert (Tscheuschner, 2017).

Die Conchierungsprozess befindet sich in drei Phasen: die trockene, pastöse und flüssige Phase. Bei der ersten Phase werden die flüchtige Bestandteile entfernt und das Fett Schrittweise

freigesetzt, als die Temperatur zunimmt und gleichzeitig die Frischluft zuführt (Kos, 2018). In der zweiten Phase erfolgt die Zugabe eines Anteils der Kakaobutter. Die Masse wird in dieser Phase pastös, welche intensive Scherung und Luftung erzeugt. Deswegen gibt es einen weiteren Verlust von den flüchtigen Stoffen, die zu einer Geschmacksentwicklung führt (Beckett, 1995). Diese Phase dauert bis die Feuchtigkeit auf 0,6% zu erreichen. Bei der letzten Phase erfolgt die Zugabe der restlichen Kakaobutter und Lecithin, um die Masse zu stabilisieren (Kos, 2018). Die Masse muss in dieser Phase gut conchiert und gemischt werden, da es die sensorischen Eigenschaften, Fließ- und Schmelzverhalten beeinflusst (Kleinert, 1997). Das beeinflusst auch die Qualität des Endproduktes (Tscheuschner, 2017).

3.2. Schokoladeherstellung mittels Grobconchier-Verfahrens

Zwar kann das konventionelle Verfahren eine gute Partikelgrößenverteilung, Feuchtigkeitsaustrag und leichtere Aromaentwicklung erfüllen, aber es dauert lange Zeit und starke Kosten (Bolenz, 2014). Es wurde daher ein neues Verfahren durchgeführt, so dass die Zeit und Energiekosten gesenkt und infolgedessen die Produktionskosten reduziert werden. Die Voraussetzung des Grobconchier-Verfahrens ist die Conchierung als bevorzugter Schritt durchzuführen. Nachfolgend ist die Zerkleinerung mithilfe der Kugelmühle anstatt die Walze erfolgreich. Die Kugelmühle braucht nämlich geringere Zeit, um die erwünschte Partikelgröße zu erreichen.

3.2.1. Grobconchieren

In diesem Verfahren werden normalerweise grobe Kristallzucker verwendet, so dass es als Grobconchier-Verfahren bezeichnet (Bolenz, 2014). Das Conche-Gerät besteht aus einer Wirbelkammer, die nicht nur die Energie und Massentransfer verstärkt, sondern auch die Partikelgröße des Kristallzuckers von > 1.000 bis ungefähr $300\mu\text{m}$ reduziert (Bolenz, 2014). Die Wirbelkammer ist mit einem Scherapparat verbunden, der als Metalblätter aussieht, und die Grobzerkleinerung erfüllt. Die



Abbildung 1: Wirbelkammer der Conche IMC 30 (Lipp Mischtechnik)

Wirbelkammer ist am Mischbehälter der Conche daneben eingebaut, da gibt es große erzeugte Scherkräfte im Vergleich zur Raumgröße. Wenn das Gerät angemacht wird, ist die Rotationsbewegung vorzukommen, welche die Masse in der Mitte der Kammer saugt. Dieser Prozess passiert regelmäßig, und somit wird die Masse kontinuierlich ausgetauscht. Dadurch wird die Temperatur in der Wirbelkammer angepasst und die untersagte Erwärmung des Produktes vermieden (Kos, 2018). Die Conche wird mit einem Thermostat verbunden, die auf hohe Temperatur bis zu 80°C gestellt wird, um die beim Conchieren entstehende Agglomerate wie möglich aufzulösen. Das Grobconchieren erfolgt durch drei Phasen. Bei der ersten Phase (trockene Phase) werden die getrocknete Zutaten zusammengemischt, und einen Anteil vom Kakaobutter, um die enorme Staubentwicklung zu vermeiden. Die Feuchtigkeit ist mithilfe eines Feuchtemessgerätes regelmäßig zu messen, bis die Feuchte auf 1,0-1,5% zu erreichen. Bei der zweiten Phase (patöse Phase) erfolgt die Zugabe der Kakaomasse. Da können einigen Aromen vorkommen, das benötigt aber große Partikeloberfläche (Bolenz et al, 2010). Die unerwünschte Stoffen werden auch besser verflüchtigt (Bolenz, 2014). In der letzten Phase ist die Zugabe der restlichen Zutaten (reste Kakaobutter, Milschfett und Vanillin) erfolgreich. So wird die Schokolade flüssig und bereit zur Zerkleinerung mittels Kugelmühle.

3.2.2. Zerkleinerung mittels Kugelmühle

Die Zerkleinerung der Schokoladenmasse erfolgt durch eine im Behälter Kugeldrehung. Der Behälter ist mit einem Doppelmantel zur Heizung oder Kühlung ausgeführt. Im Behälter befindet sich eine Antriebswelle, auf der Aktivierungsstifte angebracht sind. Sie bringen die Kugeln in Bewegung, und somit ermöglichen sie eine hohe Scherwirkung im Mahlraum überall, sowie eine gleichmäßige Verteilung der Kugeln und des Produktes (Lippmischtechnik). Mithilfe einer Exzentrerschneckenpumpe wird die Masse zur Kugelmühle gelangen, und mit der kontinuierlichen Befüllung und rotierenden Bewegung gehievt. Dieses Prozess geschieht mehrmals. Viele Faktoren können zur Zerkleinerung führen, z.B. die

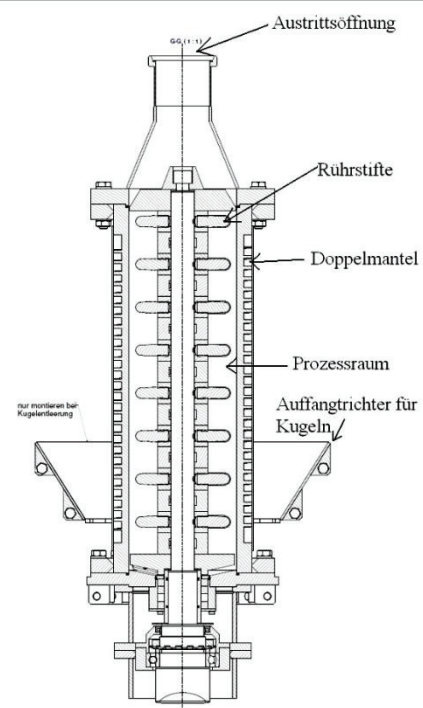


Abbildung 2: Aufbau der Rührwerkskugelmühle IMP (Lipp Mischtechnik)

Geschwindigkeit der Rotation, Verweilzeit der Masse in der Mühle, das Gewischt der Kugeln und die Reibung der Schokoladenmasse zwischen den Kugeln und der Behälterwand oder den Aktivierungsstiften. Dadurch resultiert Massenerwärme, die durch Kühlsystem über den Doppelmantel abgeführt wird, deswegen ist die Antriebswelle mit einer Wendel zur Führung von Heiz- und Kühlwasser versehen.

Während des gesamten Zerkleinerungsprozesses verfestigt sich die Schokoladenmasse, so dass die Zugabe der Lecithine erfolgreich ist, um den flüssigen Zustand zu halten. Es muss aber in Betracht genommen werden, dass Lecithine einen Einfluss auf die Viskosität des Endproduktes hat, und somit erfolgt die Zugabe der Lecithine schrittweise im Bezug auf den Massenzustand.

Nachteilhaft kann mit dieser Methode keine genau gewünschte Partikelgrößenverteilung im Vergleich zum Walzen erreicht werden. Vorteilhaft aber kann die hygienische Verarbeitung bei dieser Methode versichert, und Kontamination verhindert werden (Bolenz, 2014).

3.2.3. Traubenkerne und Gesundheit

Während die Trauben von vielen Menschen geliebtes Obst ist, stoßen sich einige allerdings an den Kernen, die je nach Sorte mehr oder weniger groß und bitter sind. Aus diesem Grund sind die kernlosen Trauben mehr im Trend. Als ihr Konsum in den letzten Jahren angestiegen hat, hat sich auch die Produktionsfläche mit dem steigenden Absatz in vielen Gebieten vergrößert. Dadurch haben sie Preise. Trotzdem ist es vergessen, dass die Traubenkerne über ein ungeheures Potenzial verfügen. Neuere Studien haben nämlich bewiesen, dass sie Viren bekämpfen, Krebs auslösende Substanzen entgiften und somit verlängern sie das Leben. Die Traubenkerne sind daher ein echtes Naturheilmittel. Sie spielen eine gute Rolle mit der Hormonbehandlung, die für die menschliche Gesundheit nicht schädlich ist. Die Traubenkerne beinhalten einen antioxidativen Wirkstoff, das sogenannte Oligomere Procyanidine (OPC), welches hauptsächlich im Traubenkern vorkommt. Es befindet sich auch in Rinde, Nadeln der Pinie, in der Erdnuss und vor allem in roten Beeren wie Johannisbeeren. Jedoch ist das aus dem Kern der Weintraube gewonnene OPC 18,4-fach stärker in seiner antioxidativen bzw. zellschützenden Wirkung als Vitamin C, und 50-fach stärker als Vitamin E (Wigena). Diese Substanz stützt die menschlichen Körperzellen, indem die freien Radikale neutralisiert werden, die sich im Körper stets bilden und auf die Gesundheit schädlich auswirken. Die wichtigen Zellen im Körper werden zerstört. Heutzutage werden diese freien Radikale mit vielen Gesundheitsproblemen in Verbindung gebracht. Aus diesen Gründen wird der Konsum von Traubenkernen, da ihr Wirkstoff der Zellerneuerung dient. Die Traubenkerne können auch vorzeitige Alterung der Organe, Zellen und Gewebe vorbeugen und halten damit den Körper

jung. Sie verbessern die Durchblutung, indem sie das Blut nach übermäßigen Alkohol- oder Medikamentenkonsum reinigen. Sie wirken antiallergisch wie Antihistaminikum und helfen gegen Geschwüre (Fructum Vitis).

3.2.4. Traubenkerne in Lebensmittelindustrie

Da der Wirkstoff der Traubenkerne hitzeresistent ist, können die Traubenkerne in vielen Produkten verarbeitet werden. Daher ist es möglich, dass Traubenkernprodukte wie TKM oder Traubenkernöl in der Schokoladeherstellung oder fürs Kochen verwendet werden, ohne gesundheitliche Werte verloren zu gehen. Die Anwendung des kaltgepressten Traubenkernöls ist sehr vielfältig. Das Traubenkernöl dient im Wellness-Bereich als Schönheitsmittel. Der Wirkstoff OPC kann die Hautalterung beeinflussen, infolgedessen schützt und regeneriert er die Haut. Daher wird das Traubenkernöl in Gesicht- oder Hautcreme verwendet.

3.2.5. Traubenkernmehl in Lebensmittelindustrie

Als der Verarbeitung von TKM sehr einfach ist, kann es als Zutat für verschiedene Backwaren wie Brot, Pizza, Spätzli und Müsli verwendet werden. Ca. 7-10% des herkömmlichen Mehls wird durch TKM ersetzt. Es kann auch in der Fleisch- und Fischpanade eingesetzt werden, da das Gebratene besonders saftig und gut kross bleibt. Das führt dazu, dass das Produkt mit hohem Ballaststoffanteil eine schlankmachende Alternative betrachtet werden kann (Fructum Vitis). Durch den hohen Ballaststoffanteil des TKMs gilt es eine ausgewogene Ernährung. Das TKM kann auch in den dunklen und Kräftigen Soßen.

4. Material und Methoden

4.1. Rezeptur

In dieser Arbeit haben alle hergestellten Milkschokoladen gleiche Rezeptur, damit die Ergebnisse nachher verglichen werden können. Sie besteht aus 15% Kakaomasse, 17% Kakaobutter, 27,19% Zucker, 8% lactose, 7,5% Magermilchpulver, 4,4% Milchfett und 20,91% als zusätzliche Lebensmittels. Davon sind 0,7% Licithine und verschiedene Menge von TKM in Bezug auf den Versuch, und der Rest ist ein Anteil von Permeatpulver. Die Herstellung der Schokoalder und Kakaoerzeugnisse müssen basierend auf der Kakaoverordnung (KVO) sein. Alle Berechnungen sind laut KVO 2003 auf Basis der Trockensubstanz. „Die Milkschokolade ist ein Erzeugnis aus Kakaoerzeugnissen, Zuckerarten und Milch bzw. Milcherzeugnissen: mindestens 25 Prozent Gesamtkakaotrockenmasse enthält, mindestens 14 Prozent Milchtrockenmasse aus teilweise oder vollständig dehydratisierter Vollmilch, teil- oder vollentrahmter Milch, teilweise oder vollständig dehydratisiert, Sahne, teilweise oder vollständig dehydratisierter Sahne, Butter oder Milchfett enthält, mindestens 2,5 Prozent fettfreie Kakaotrockenmasse enthält, mindestens 3,5 Prozent Milchfett enthält, und einen Gesamtfettgehalt aus Kakaobutter und Milchfett von mindestens 25 Prozent aufweist“ (KVO 2003).

Diese Arbeit ist eine der laufenden Arbeiten bzw. Projekten für die Herstellung von Milkschokolade, die mit Traubentrester angereichert ist. In dieser Arbeit wurde es mit TKM durchgeführt, um einige der früheren Projekten zu vervollständigen (Nentwig, 2017, Hayani, 2018, Almanasra, 2018). Der Anteil der Zutaten, die für ausschließlich aus Milch gewonnene Zubereitungen verwendet werden, darf laut KVO 2003 40 Prozent insgesamt nicht überschreiten, bezogen auf das Gesamtgewicht des Erzeugnisses. Bei dieser Arbeit wurde die Schokolade mit bis 7% TKM hergestellt. Die rheologische Eigenschaften der Schokolade werden nämlich mit 10% TKM beeinflusst (Hayani, 2018, Almanarsa, 2018). Es wurden daher drei Schokoladen bezogen auf den TKM-Anteil angesetzt und hergestellt. Die 3,5% Versuche wurden als Mischungen der alten und neuen hergestellten Schokolade angesetzt. Die 5% und 7% Versuche wurden ganz neu hergestellt. Vor allem wurde eine ohne TKM Schokolade (standard) hergestellt, um die Ergebnisse nachher ausgewertet werden zu können. Die Tabelle 1 zeigt die Hauptrezeptur aller Versuche.

Tabelle 1: Hauptrezeptur aller Versuche

Rohstoff	Menge [%]	Fett [%]	Fett in Mix [%]	TM [%]	Menge TM [%]	Menge TM auf 100%
Kakaomasse	15,00	55,00	8,25	99,00	14,85	15,09
Kakaobutter	17,00	100,00	17,00	100,00	17,00	17,27
Zucker	27,19	0,00	0,00	100,00	27,19	27,63
Lactose	8,00	0,00	0,00	96,00	7,68	7,80
Milchfett	4,40	99,80	4,39	99,80	4,39	4,46
Magermilchpulver	7,50	1,00	0,08	96,00	7,20	7,32
Permeatpulver	*	0,02	-	96,00	-	-
Traubenkernmehl	*	0	0	95,50	-	-
Vanillin	0,01	0,00	0,00	100,00	0,01	0,01
Lecithine	0,70	94,00	0,66	100,00	0,70	0,71

*Die Menge der beiden Rohstoffen beträgt 20,20 %, und sind in den Versuchen unterschiedlich.

Das Rezeptur wurde gemäß Kakaoverordnung berechnet, und nach den Berechnungen von Strasser 2018 ermittelt.

Aus der Tabelle ist es zu merken, dass alle Rohstoffen Trockenmasse haben. Wegen des verschiedenen Anteils des TKMs bei allen Rezepturen wird das Permeatpulver als „Füllstoff“ eingesetzt, damit die gewünschte Menge des zugesetztem Lebensmittels auf 20,2% erreicht. Das Permeatpulver hat nämlich positiven Einfluss auf die rheologischen Eigenschaften der Schokoladenmasse (Strasser, 2018). Auch wegen der in jeder Phase zugegebenden Fettmenge muss beim Grobconchieren darauf beachtet werden, dass einen Rest von der Kakaobutter nach der Zerkleinerung zugegeben wird. Das wäre besonders bei den Versuchen, bei denen die restliche Kakaobutter und das TKM am Ende des Prozess mit der fertigen Schokolade gemischt werden. Aus diesem Grund muss eine bestimmte Fettmenge in jeder Phase angepasst werden. Ein Beispiel dafür ist in den Anhängen 1 und 2 dargestellt.

4.2. Rohstoffen und Maschinen

4.2.1. Schokoladeherstellung und physikalische Untersuchungen

Die Tabelle 2 stellt die in der Herstellung verwendeten Rohstoffe und deren Hersteller dar, und die Tabelle 3 stellt die verwendeten Maschinen dar.

Tabelle 2: Die verwendeten Rohstoffe und deren Hersteller

Rohstoff	Hersteller
Kakaomasse	Gargill GmbH, Berlin, Deutschland
Kakaobutter	Olam cocoa Deutschland GmbH, Mannheim, Deutschland
Zucker	Nordzucker AG, Braunschweig, Deutschland
Lactose	Wheyco GmbH, Altentreptow, Deutschland
Milchfett	Uelzena eG, Uelzen, Deutschland
Magermilchpulver	DMK GmbH, Zeven, Deutschland
Permeatpulver	Wheyco GmbH, Altentreptow, Deutschland
Traubenkernmehl	Adalbert Brian, Schwaigern, Deutschland
Vanillin	Silesia Gerhard Hanke GmbH & Co. KG, Neuss, Deutschland
Lecithine	Lipoid GmbH, Ludwigshafen, Deutschland

Tabelle 3: Die verwendeten Maschinen und deren Hersteller

Maschine	Hersteller
Wirbellkammer-Conche	Lipp Mischtechnik, Mannheim, Detschland
Feuchtemessgerät	Sartorius MA 40, Göttingen, Germany
Rührwerkskugelmühle IMPACTOR [®] IMP5	Lipp Mischtechnik, Mannheim, Detschland
Thermostat	Regloplas, St. Gallen, Schweiz
Exzentrerschneckenpumpe	Seepex, Bottrop, Deutschland
Bügelmessschraube	Vogel, Kevalear, Deutschland
Laserbeugungsspektrometer	Malvern Instruments Ltd, Worcestershire, UK
Rotationsrheometer Rheolab MC 100	
Knetmischer 200 Typ A	Hobert, Offenburg, Deutschland

4.2.2. Chemische Untersuchungen

Die in der Arbeit verwendeten Chemikalien und Geräte sind in den folgenden Tabellen dargestellt.

Tabelle 4: Chemikalien der Gesamtpolyphenolbestimmung und des FRAP-Testes

Chemikalien	Hersteller
Hexan	Carl Roth GmbH+CO. KG, Karlsruhe, Deutschland
Methanollösung (80% Methanol, 19% D.W., 1% Essigsäure)	
10% Folin-Ciocalteu-Reagenz	
Natriumcarbonat (60g/l)	
TPTZ Lösung 0,01M	
Acetat Buffer 0,3M	
EisenIII Chlorid 0,02M	
Standardreihe von Gallensäure	
Standardreihe von Trolox	Sigma-Aldrich Chemie GmbH, Taufkirchen, Deutschland

Tabelle 5: Geräte der Gesamtpolyphenolbestimmung und des FRAP-Testes

Geräte	Hersteller
Senorex-Super-Ultraschallbad	Bandelin electronic GmbH & CO. KG, Berlin, Deutschland
Zentrifuge	SIGMA Laborzentrifuge GmbH, Osterode am Harz, Deutschland
Überkopfschüttler	Heidolph Instruments GmbH & CO. KG, Schwabach, Deutschland
Spektralphotometer	VWR International Europe BVBA, Leuven, Belgium

4.3. Durchführung

4.3.1. Versuchsplanung

Im Rahmen dieser Masterarbeit wurden insgesamt 12 Versuche durchgeführt. Davon ist die Hälfte als Misch-Schokolade eingesetzt, während die andere Hälfte ganz neue hergestellte Schokolade ist. Die Tabelle 6 stellt die gesamte untersuchte Versuche auf.

Tabelle 6: Versuchsplanung

Versuch	Beschreibung	Erklärung
M1	Misch-Schokolade 3,5% TKM	Aus MPr. 3,5% [(V1+V2)50%]
7%_V1*	TKM 7%	Versuche von MPr. übernommen
10%_V2*	TKM 10%	
Standard	TKM 0%	
M2	Misch-Schokolade 3,5% TKM	Std. + 10%_V2* (65%:35%)
M3	Misch-Schokolade 7% TKM	Std. + 10%_V2* (30%:70%)
4,3%	TKM 4,3%	Ungeplant, nicht betrachtet
5%	TKM 5%	
5%_N1	TKM 5%	TKM-Zugabe am Ende des Prozesses
5%_N2	TKM 5%	TKM-Zugabe am Ende des Prozesses (Wiederholungsversuch)
7%	TKM 7%	
M4	Misch-Schokolade 3,5% TKM	Std. + 7% (50%:50%)
M5	Misch-Schokolade 5% TKM	Std. + 7% (28,6%:71,4%)
M6	Misch-Schokolade 5% TKM	Std. + 10%_V2* (50%:50%)

*Versuche aus MPr. Von Almanasra 2018, Hayani 2018 übernommen

4.3.2. Zerkleinerungsvorversuche des TKMs

In dieser Arbeit wurde eine neue Methode hinsichtlich des TKMs durchgeführt, dass das TKM vor der Zugabe zu den anderen Zutaten zerkleinert werden sollte. Zuerst wurde das TKM mittels Walze zerkleinert. Die mittels Walze zerkleinernde Masse sollte nass sein, um die Masse miteinander gut geklebt zu werden. Ansonsten verteilt sich die Masse fernab von der Spalte der Walze. Die KaBu wurde zur Anfeuchtung der Masse verwendet. In vorherigem Praktikum von Modul Prozessentwicklung wurde 21-25% Fettanteil als weiteres Vorgehen der Trestervermahlung vorgeschlagen. Da das TKM viel feiner als Trester ist, wurde die TKM-Zerkleinerung in dieser

Arbeit mit 21% Fettanteil angefangen. Es wurde daher Mittels Walze sollen die Bedingungen der Vermahlung Schritt für Schritt gesteigert werden. Die Tabelle 7 fasst die verfolgte Bedingungen zusammen.

Tabelle 7: die Bedingungen der Walze

Bedingung	Vorwalzen	Feinwalzen	Feinstwalzen 1	Feinstwalzen 2
Anpressdruck für Mahlspace 1 [bar]	40	100	100	100
Anpressdruck für Mahlspace 2 [bar]	50	120	120	120
Frequenz [Hz]	40	40	40	40
Fettgehalt [%]	21	21	25	27
Partikelgröße [µm]	207, 209	167, 169	116, 113	76, 69, 69

Die Partikelgröße wurde während der Vermahlung mittels Bügelmessschraube gemessen. Als die Partikelgröße nicht wie erwünscht war, sollte andere Methode zur TKM-Zerkleinerung durchgeführt werden. In einem anderen Praktikum wurde TKM mittels KSM zerkleinert. Die Masse war auch nass, sie wurde aber mit Speiseöl in Prozentsatz von 50% gemischt. Die Zerkleinerung wurde mit Spalt 0/+1 gestartet, und die Drehzahl auf 15 Hz eingestellt. Bei jedem Durchlauf wurde den Spalt um 5 Teilstriche verringert. Ab dem sechsten Durchlauf wurde die Drehzahl auf 12 Hz reduziert. So erfolgte die Zerkleinerung, bis die Teilstriche auf -60 erreicht wurde. Dann wurde das TKM mittels KM zerkleinert. Es wurde 5 Kg TKM abgewogen und mit KaBu in Prozentsatz von 50% gemischt. Für die KM wurden die Standard-Kugeln (6 mm) genutzt, und die Drehzahl auf 25 Hz eingestellt. Während der Zerkleinerung wurden Faktoren wie Temperatur der Masse, die Leistung des Gerätes, den Stromverbrauch und die Drehzahl beobachtet. Die Temperatur sollte nicht mehr als 60°C werden. Als sie höher als 60°C geworden ist, wurde die Drehzahl reduziert und auf 23 Hz eingestellt.

4.3.3. Versuchsdurchführung

4.3.3.1 Grobconchieren

Bevor die Zutaten in die Conche aufgefüllt wurden, musste die Conche durch den Doppelmantel erwärmt bzw. auf 80°C temperiert werden. Dies diente dazu, um sich die Zutaten wie KaBu, KaMa und Fett nicht wieder zu verhärten. Als erste trockene Phase wurden alle pulverigen Zutaten und einen Teil der KaBu zur Verhinderung der Staubentwicklung in die Conche gefüllt. Bei den Versuchen 5%_N1 und 5%_N2 wurde das TKM nicht mitgefüllt, da seine Zugabe am Ende des Prozesses war. Hier zu beachten, dass das TKM mit KaBu gemischt war, deswegen sollte die während des Prozesses zugegebene KaBu neu berechnet werden. Dann wurde die Conche bei mittlerer Misch-Drehzahl (37 Hz), hoher Wirbelkammer-Drehzahl (60 Hz) und mit wenig Luftzufuhr (3,7) angemacht. Während des Conchierens wurde die Conche offengelassen und mithilfe einem sauberen Tuch zur Vermeidung der Verschmutzung von Fremdstoffen gedeckt. Mittels Feuchtemessgerät wurde die Feuchte beobachtet und je 20 min gemessen, bis sie auf 1,5 % erreicht wurde. Dann erfolgte die zweite Phase durch Fettzugabe von KaMa (pastöse Phase). Bei dieser Phase wurden alle Bedingungen außer der Luftzufuhr wie in der ersten Phase gehalten. Die Luftzufuhr wurde erhöht und auf 10,1 umgestellt. Bei dieser Phase wurde die Feuchte auch kontrolliert. Bis sie auf 0,5 % erreicht wurde, war die Phase zu Ende. In der letzten flüssigen Phase erfolgte die Zugabe der restlichen fettreichen Zutaten und die Masse durch den Doppelmantel auf 50°C abgekühlt. Diese Phase hat ca. 30 min gedauert, bis alle Zutaten gut zusammen gemischt. Bei allen Phasen wurden die Temperatur und Stromzähler beobachtet und aufgenommen. Durch das Ablaufventil der Conche wurde die Masse in einem Behälter entleert und in die KM gebracht. Bei einigen Versuchen erfolgte die KM-Zerkleinerung in einem anderen Tag, sodass die Masse in einem geschlossenen Behälter im Wärmeraum bei 50°C gelagert.

4.3.3.2 Kugelmühle

Vor allem wurde die KM mittels einem Thermostat auf 50°C temperiert. Dann erfolgte das Befüllen der Masse in die Exzentrerschneckenpumpe bei niedriger Drehzahl von der KM (5 Hz). Bis alle Masse in der Pumpe war, wurde die Drehzahl erhöht und auf 25 Hz umgestellt. Die Pumpegeschwindigkeit wurde auf 80% eingestellt. Hier war zu beachten, dass die erste 500g aus der Mühle herauskommende Masse bei einigen Versuchen, vor denen neue Reinigungsmethode durchgeführt wurde, weggeworfen werden sollte. Das war nur um sicher zu stellen, dass die Reinigungsrückstände sich mit der Schokolade nicht vermischt wurde, wenn es Rückstände ursprünglich gab. Die Zerkleinerung erfolgte mit 15Kg 6mm Stahlkugeln. Sie war zu Ende, als die erwünschte Partikelgröße (22-25µm) erreicht wurde. Während des Prozesses waren viele Faktoren

wie Partikelgröße, Temperatur der Masse, Figur der Masse und Stromzähler zu beobachten. Die Partikelgröße wurde während der Zerkleinerung mittels Bügelmessschraube beachtet, bis sie gegen 20µm war. Dann wurde die echte Partikelgröße mittels Laserbeugungsspektrometer gemessen. Laut Bolenz 2010 wird der D90-Wert von ca. 30µm erreicht, wenn die mittels Bügelmessschraube gemessene Partikelgröße 21µm entspricht. Die Temperatur der Masse darf 60°C nicht überschreiten, sonst kann Laktose rekristallisiert werden. Die Kontrolle der Figur der Masse erfolgte durch Lecithin-Zugabe. Während der Zerkleinerung vergrößert sich nämlich die Partikeloberfläche, und somit wird die Masse viskoser. Mit der Lecithin-Zugabe kann die Schokoladenmasse flüssig gehalten und die KM nicht blockiert werden. Die Zugabe erfolgte portionsweise während der Prozesses.

4.3.3.3 Energieverbrauch

Der Energieverbrauch wurde bei allen hergestellten Schokoladen während der unterschiedlichen Prozessstufen beobachtet und aufgenommen, um mit den anderen Herstellungsmethoden von den vorherigen und gleichzeitig durchgeführten Arbeiten zu vergleichen, und den Energieverbrauch wie möglich zu reduzieren. Bei der Conche und KM wurde ein Stromzähler verwendet. Aus der Differenz der aufgenommenen Stromzählwerte ergibt sich die Energieaufnahme, die am Anfang, während und am Ende des Prozesses notiert wurde.

4.3.3.4 Nachmischung des TKMs

Bei den Versuchen 5%_N1 und 5%_N2 wurde das TKM am Ende des Prozesses mit der Schokoladenmasse. Da das TKM mit KaBu im Prozentsatz von 50% gemischt war, wurde der Verlust der zerkleinerten Masse und der KaBu berechnet, um neu zu rechnen, wie viel mit KaBu gemischtes TKM dazugeben musste. Nach der Berechnung erfolgte die Nachmischung bei dem ersten Versuch mit dem Hand. Da bei den Ergebnissen unerwartete Werte bemerkt wurden, erfolgte ein Knetmischer bei dem zweiten Versuch zur Nachmischung. Die Masse wurde nämlich viel besser homogenisiert und die KaBu hat sich besser verteilt.

4.3.4. Physikalische Untersuchungen

4.3.4.1 Partikelgrößenmessung

Als die Partikelgröße während der Zerkleinerung mittels KM beobachten musste, wurde zu diesem Ziel eine Bügelmessschraube verwendet, um die Größe der Partikel schneller zu bestimmen und zu erkennen, wie sich die Werte der Partikelgröße orientieren. Die Abbildung (***) zeigt, wie die Bügelmessschraube aussieht.

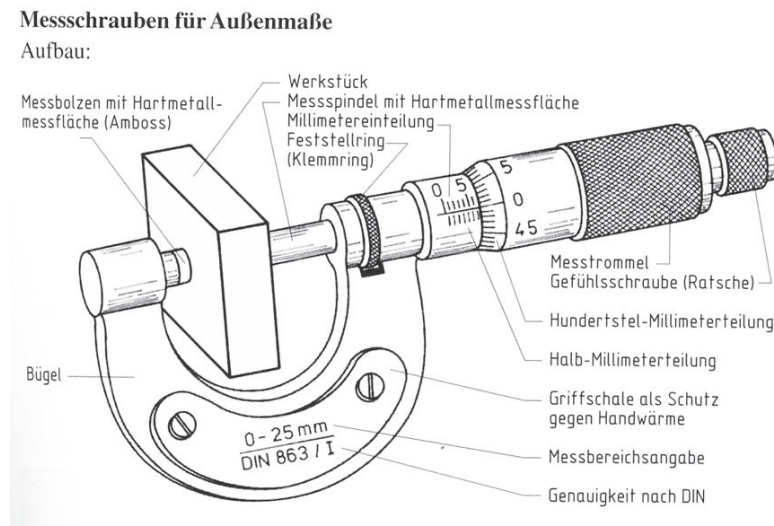


Abbildung 3: Aufbau einer Bügelmessschraube (Pfeffer)

Die Messung mittels der Bügelmessschraube erfolgt so, dass eine kleine Menge der Schokoladenmasse auf dem Messspindel aufgetragen wird, und bis zum Widerstandpunkt zuge dreht. Die Partikelzerbrechung wird durch den Drehmomentwiderstand vermieden. Endlich wird die genaue Bestimmung der Partikelgröße bestimmt, die mittels Laserbeugungsspektrometer erfolgte. Die Genauigkeit der Messung mittels der Bügelmessschraube nimmt nämlich mit der Zerkleinerung ab (Feldkeller, 2014).

Um die Partikelgröße mittels Laserbeugungsspektrometer zu messen, musste eine Probe der Schokolade vorbereitet werden. Zuerst wird 4g der auf 50°C temperierten Schokolade abgewogen, und mit 1,5g auf 40°C aufgewärmten Pflanzenöl in einem Mörser vermischt und vorzerkleinert. Von dieser Vermischung wurde 0,4g abgewogen und mit 20ml aufgewärmten Öl gut vermischen. Die suspendierte Masse wurde in einem Reagenzglas aufgefüllt, und für 15 min bei 30°C im Ultraschallbad gestellt. Die Probe wurde im Ultraschallbad homogenisiert. Das bedeutet, dass die Probe gleichmäßig im Öl verteilt wurde, und die entstehende Agglomerate zerschlagen wurden. Bevor die Messung durchzuführen, musste das Laserbeugungsspektrometer kalibriert werden,

indem eine Referenzmessung mit reinem Öl durchgeführt wurde. Dann erfolgte die Messung durch sorgfältige Zugabe der Probe, bis die Konzentration im Bereich von 18-25% ist. Dann wurde das Rührwerk, das mit dem Laserbeugungsspektrometer angeschlossen ist, schrittweise auf Drehzahl von 3000 rpm eingestellt, um die Probe gleichmäßig verteilt zu werden. Hier war zu beachten, dass der Vorratsbehälter zwischen den einzelnen Messungen entleert, und frischem Öl gereinigt werden musste, um die nächste Messung nicht zu verfälschen. Für jede Probe erfolgte eine Doppelbestimmung.

Mittels des Laserbeugungsspektrometers werden die Partikelgrößen nach der Fraunhofer-Theorie gemessen (Kleinert, 1997). Die Lichtquelle erzeugt einen Laserstrahl. Durch eine Linse wird das Licht ausgeweitet und durch das Messvolumen geleitet. Dann wird das Licht an dem Partikel gebeugt und am Linse gebrochen. Dieses gebeugte Licht wird dann am Detektor aufgetroffen. Die Software rechnet zuletzt die Veränderungen und gibt die Partikelgröße an. Die Auswertung nach Fraunhofer-Prinzip beruht auf der unterschiedlichen Beugung von Licht an dem Einzelpartikel, beruhend auf Partikelgröße. Die Software führt eine Dreifachbestimmung, trotzdem erfolgte die Messung zwei Mal, um zu bestätigen. Die Ergebnisse werden mit den Werten $d(0,1)$, $d(0,5)$ und $d(0,9)$ ermittelt. Diese Werte geben die Partikelgrößen bzw. ihrer Volumenanteile in der Probe an. Beispielsweise sind 10%, 50% oder 90% der gemessenen Partikel gleich groß oder kleiner als der angegebene Wert. Spezifische Oberfläche und Span werden aus der Partikelgrößenverteilung von der Software berechnet. Die relative Breite wird aus der Formel berechnet:

Relative Breite = $d(0,9)/d(0,1)$ (Bolenz, 2013).

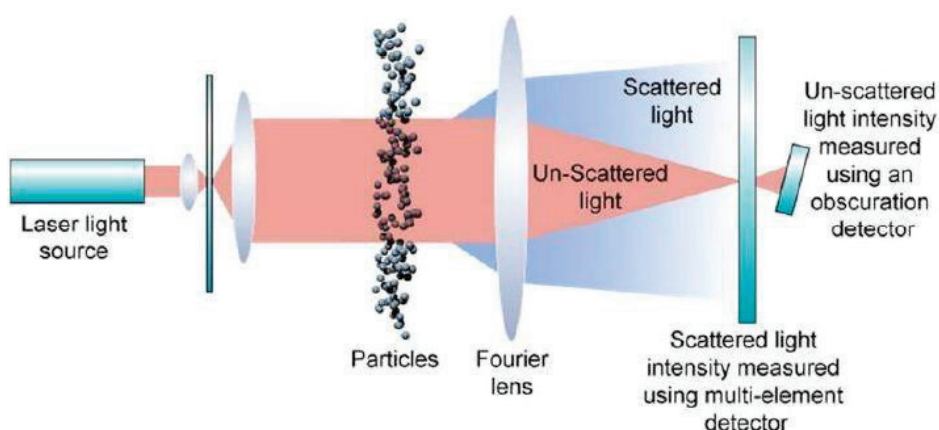


Abbildung 4: Schematische Darstellung des Messprinzips des Laserbeugungsspektrometers

4.3.4.2 Rheologieeigenschaften

Das Rotationsrheometer Rheolab MC 100 und seine zugehörige Auswertungssoftware Rheolab UDS 200 wurde zur Bestimmung der Fließeigenschaften verwendet. Die Abbildung *** stellt den Aufbau eines coaxialen Rotationsviskosimeters dar.

Zuerst wurde mithilfe des Temperiergerätes der Messzylinder auf 40,5°C zur Vermeidung des Erstarrens von Schokolade aufgewärmt. Dann wurde auf 50°C geschmolzene Schokolade in den Innenzylinder bis zur Markierung aufgefüllt, während die Messung bei 40°C erfolgte. Der Innenzylinder wird mit dem Außenzylinder integriert und angespannt. Gemäß DIN 53019/ISO3219 wird der Messzylinder Z3 ins Gerät geklemmt und der Messschlitten heruntergefahren, bis der ganze Messkörper in die Probe eingetaucht wird. Während der Rotationskörper gedreht wird, wird entweder das Geschwindigkeitsgefälle bei der Vorgabe einer bestimmten Schubspannung oder die Schubspannung bei der Vorgabe eines bestimmten Geschwindigkeitsgefälles gemessen (Mezger, 2015). In dieser Arbeit wurden bei der verwendeten Methode bestimmte Scherraten vorgegeben. Für jede Probe erfolgte eine Dreifachbestimmung.

- 1: Motor
- 2: Messsensor
- 3: Innenzylinder (Rotor)
- 4: Außenzylinder
- 5: Temperiermantel
- 6: Probe

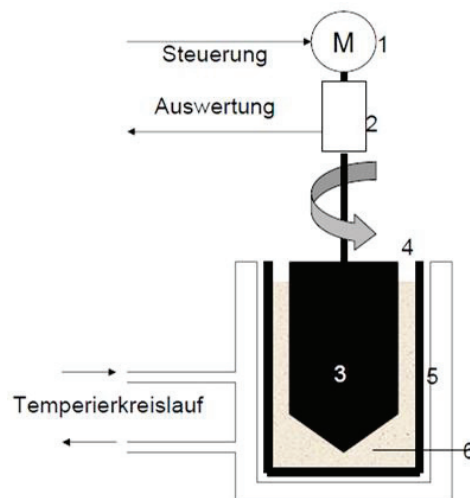


Abbildung 5: Aufbau eines coaxialen Rotationsviskosimeters (Feldkeller, 2014)

Durch eine an der Achse gemessene entgegengesetzte Energie kann die Schubspannung bei konstanten Scherraten gemessen werden. Die Schubspannung wird aus Quotient aus der Scherkraft F und Scherfläche A berechnet (Mezger, 2015). Während der Messprogramm die Scherrate ermittelt, werden für die Messung bestimmte Scherraten vorgegeben. Der Zusammenhang zwischen den Scherraten $\dot{\gamma}$ und der ermittelten Schubspannung τ wird als Fließkurve auch ermittelt. Außerdem wird die Scherviskosität durch das Programm ermittelt, die anhand der Schubspannung und Scherrate berechnet wird. (Mezger, 2015).

Die folgende Gleichungen zeigen, wie die Werte der Fließeigenschaften durch das Programm berechnet werden.

$$\text{Schubspannung } \tau = \frac{\text{Scherkraft } F \text{ [N]}}{\text{Scherfläche } A \text{ [m}^2\text{]}}$$

$$\text{Scherrate } \gamma = \frac{\text{Geschwindigkeit } v \left[\frac{\text{m}}{\text{s}} \right]}{\text{Scherspalt } h \text{ [m]}}$$

$$\text{Viskosität } \eta = \frac{\text{Schubspannung } \tau \text{ [Pa]}}{\text{Scherrate } [\text{s}^{-1}]}$$

Das Messprogramm ermittelt unterschiedliche Scherraten, weil die Schokoladenmasse keine newtonische Flüssigkeit ist, und zwischen der Schubspannung und Scherrate keine Proportionalität besteht (Bolenz, 2014; Kleinert, 1997).

4.3.5. Chemische Untersuchungen

4.3.5.1. Gesamtpolyphenolbestimmung

Nachdem das TKM mit der Schokolade eingearbeitet und dadurch gute Fließeigenschaften erzielt worden war, wurde der Gesamtpolyphenolgehalt aller durchgeführten Versuche als ein Ziel der Arbeit bestimmt, um zu erkennen, wie sich der Gehalt während der Verarbeitung geändert hat. Die Hitze beispielsweise kann die Zusammensetzung und Aktivität der Polyphenole beeinflussen. Mittels Folin-Ciocalteu-Methode erfolgte die Messung des Polyphenolgehaltes (Paschke, 2012). Um die Polyphenolbestimmung durchzuführen, mussten die Proben entfettet werden. Gemäß Wollgast (2004) erfolgte die Entfettung und Extraktion. Dafür wurde 0,2g mit KaBu gemischtem TKM und 1g jeder Schokolade abgewogen, mit 10ml n-Hexan suspendiert und für 5 min in einem Ultraschallbad bei 30°C gestellt. Anschließend wurden die Proben für 10 min bei 3000xg zentrifugiert. Dannach wurde das übrige Hexan abgekippt und in einem getrennten Glasbecher gesammelt. Die Rückstände wurden zum zweiten Mal nach dem gleichen Prinzip entfettet. Nach dem zweiten Mal wurden die Proben mit 10ml Methanollösung (80% Methanol, 19% Wasser und 1% Essigsäure) versetzt. Anschließend wurden die Proben mittels einem Überkopfschüttler für 30 min bei Raumtemperatur geschüttelt und für 10 min bei 3500 rpm zentrifugiert. Dann wurde den Überstand abgekippt, durch einen gefalteten Filter filtriert und in einem getrennten Glasbecher abgefüllt. So ist die Extraktion bereit für sowohl die Polyphenolbestimmung als auch für den

FRAP-Test. Als die Polyphenolbestimmung nach der Folin-Ciocalteu-Methode erfolgte, hat diese Methode ein bestimmtes Prinzip. „Die exakte chemische Zusammensetzung des Folin-Ciocalteu-Reagenz ist nicht bekannt. Natürlich wird angenommen, dass es Molybdatphosphorsäure- und Phosphorwolframsäure-Komplexe enthält. Das Verfahren ist auf dem Transfer des Elektrons im alkalischen Medium durch reduzierende Stoffe angewiesen, wodurch das Molybdän gebildet wird, das blaue Komplexe bildet, die bei Wellenlängen zwischen 750 und 765 nm spektralphotometrisch detektiert werden können“ (Paschke, 2012).

Zur Bestimmung der Polyphenole wurden 100 µl von dem vorbereiteten Extrakt jeder Probe mit 750 µl 10% Folin-Ciocalteu-Reagenz versetzt. Nach 5 min Warten bei Raumtemperatur wurden 750 µl Natriumcarbonat-Lösung (60g/l) dazugegeben und gut gemischt. Dann wurden die Proben für 90 min bei Raumtemperatur im Dunkeln stehen verlassen. Die Messung erfolgte bei 725 nm spektralphotometrisch. Eine Standardreihe von 6 verschiedenen verdünnten Gallussäure (10mg/l, 20mg/l, 50mg/l, 100mg/l, 200mg/l, 300mg/l) wurde für die Auswertung erstellt und spektralphotometrisch gemessen. Die daraus resultierende Werte zeichnete eine Eichkurve, wobei die Gleichung zur Berechnung des Gesamtpolyphenolgehaltes aufgeschrieben wurde.

4.3.5.2. FRAP-Test

Der „Ferric Ion Reducing Antioxidant Power“ (FRAP) Test erfolgte zur Messung der Fähigkeit der Antioxidantien bei niedrigem pH-Wert, um einen Eisen-Tripyridyltriazin-Komplex (Fe^{3+} -TPTZ) in den Eisen Komplex (Fe^{2+} -TPTZ) zu reduzieren. Daraus entsteht eine blaue Farbe, die spektralphotometrisch bei 593 nm gemessen wird. Außerdem entsteht ein linearer Zusammenhang zwischen der Farbezunahme und Höhe des antioxidativen Potentials (Paschke, 2012).

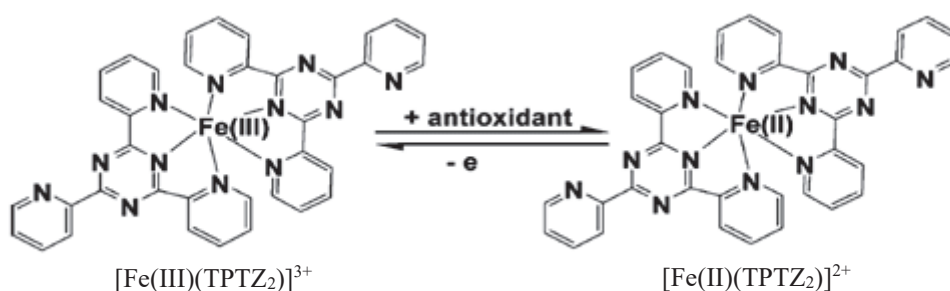


Abbildung 6: FRAP-Test; Reduktion des Fe (III)(TPTZ) Komplexes

„Die Methode wird auf die Bestimmung von wasserlöslichen Antioxidantien als beschränkt betrachtet, weil das Testsystem wässrig sein muss. Der Test wurde eigentlich zur Quantifizierung von Vitamin C in Blutplasma entwickelt“ (Paschke, 2012). Die Messung des Testes erfolgte nach der Methode von Stratil et al. (2006). Zuerst wurde die FRAP-Lösung (60 ml Acetat-Puffer, 6 ml

TPTZ-Lösung und 6ml Eisen(III)-chlorid erstellt. Der Acetat-Buffer wurde bei 0,3M und auf pH von 3,6, die TPTZ-Lösung bei 40mM in 10 ml HCl und das Eisen(III)-chlorid bei 20mM erstellt. Zur Messung wurden 40 µl von dem vorbereiteten Extrakt jeder Probe und Trolox-Standardreihe (0,25-2,5 mM) mit 1800 µl FRAP-Reagenz versetzt und gut gemischt. Dann wurde dies mit destilliertem Wasser bis auf 2000 µl aufgefüllt und mithilfe einer Kolbenpipette gut gemischt. Dann wurden die Proben für 3 Stunden bei Raumtemperatur im Dunkeln stehen verlassen. Die Messung erfolgte bei 593 nm spektralphotometrisch.

4.3.6. Auswertung

Mit Hilfe einer Statistiksoftware XLSTAT wurde die statistische Analysen von sowohl physikalischen Untersuchungen als auch chemischen Untersuchungen durchgeführt. Insbesondere wurde die Analyse durch ANOVA durchgeführt. Als die einfaktoriellen Varianzanalyse verwendet wurde, konnte den Unterschied von mehreren Probenmittelwerten gleichzeitig auf die Signifikanz identifiziert werden. Gab es signifikante Unterschiede zwischen den betrachteten Mittelwerten, wurde Tukey-Test durchgeführt, der zur Vergleichung der betrachteten Mittelwerte durchgeführt und als Post-Hoc-Test betrachtet wird. Die Irrtumswahrscheinlichkeit wird vom 95% angenommen, und somit weisen die unter oder gleich 0,05 Werte einen signifikanten Unterschied auf. Ein Beispiel ist im Anhang 8 dargestellt.

5. Ergebnisse

5.1. Vorzerkleinerungsversuche

Das Ziel der Vorzerkleinerungsversuche war die Partikelgröße des TKMs unter 30 µm zu erreichen. Durch unterschiedliche Vorzerkleinerungsmethoden sind die folgende Ergebnisse herausgekommen, als in der Tabelle 5 dargestellt ist.

Tabelle 5: Partikelgröße, relative Breite, Span und spezifische Oberfläche der Vorzerkleinerungsversuche

Versuch	Partikelgröße [µm]			relative Breite	Span	spezifische Oberfläche [m²/g]
	d (0,1)	d (0,5)	d (0,9)			
Roh	5,72 ^A ±0,24	64,68 ^A ±4,38	258,80 ^A ±21,68	45,25 ^A ±2,68	3,91 ^A ±0,20	0,39 ^D ±0,01
Walze (nass)	3,48 ^B ±0,09	32,95 ^B ±4,07	125,63 ^B ±6,38	36,11 ^B ±0,95	3,73 ^A ±0,27	0,62 ^C ±0,02
KSM (nass)	2,79 ^C ±0,07	11,80 ^C ±0,70	36,31 ^C ±3,81	12,98 ^C ±1,04	2,83 ^B ±0,15	0,91 ^A ±0,03
KM	3,62 ^B ±0,30	11,59 ^C ±0,18	25,90 ^C ±0,84	7,19 ^D ±0,37	1,92 ^C ±0,02	0,79 ^B ±0,05

Aus der Tabelle ist zu merken, dass die erwünschte Partikelgröße durch die meisten Methoden unter Bedachtnahme der hohen Mahldauer und Energiekosten nicht erreicht wurde. Mittels Walze war die gemessene Partikelgröße d (0,90) trotz der hohen Mahldauer 125,63µm. Dieser Wert ist fast die Hälfte der Partikelgröße des TKMs als rohes Material. Das führt zur Bedeutung von ineffektiver Zerkleinerungsmethode als einzeln im Vergleich zu den anderen Methoden. Um eine sinnvolle Bedeutung von dieser Methode zu ermöglichen, sollte sie in einer Kombination mit anderer Methode durchgeführt werden. Aus organisatorische Gründen konnte keine Kombination durchgeführt werden. Die im Praktikum mittels KSM zerkleinerte Masse wurde von Frau Glöde gemessen, und Partikelgröße d (0,90) war 36,31µm. Dieser Wert konnte aufgrund der Zerkleinerung der gesamten Schkokladenmasse mittels KM akzeptiert werden. Es wurde aber geplant, dass das zerkleinerte TKM bei einigen Versuchen mit der fertig zerkleinerten Schokoladenmasse gemischt werden sollte. Daher musste die Partikelgröße tatsächlich unter 30µm sein. Außerdem wäre das zerkleinerte TKM viel weniger als die gebrauchte Masse und die Mahldauer sehr hoch.

Als das TKM mittels KM zerkleinert wurde, war die gemessene Partikelgröße $d(0,90)$ 25,90 μm . Während dieser Wert vorteilhaft sehr erwünscht war und angenommen wurde, war die Mahldauer sehr hoch (ca. 4St.). Wegen der hohen Mahldauer war somit die Energiekosten hoch (ca. 7kWh). Jedoch wenn die Menge der zerkleinerten Masse in Betracht genommen würde, kann diese Methode als effektiv betrachtet werden. Es konnte nämlich 8,5Kg netto zerkleinerte Masse herausgenommen werden, und die Verlust der Masse war unter 10%.

5.2. Partikelgröße

Um die Ergebnisse verglichen werden zu können, war das Ziel die Partikelgrößen der $d(0,90)$ -Werten der hergestellten Schokoladen wie möglich im Bereich von 22-25 μm zu erreichen. Die Partikelgrößen bei diesen Werten liegen sich in einer Spanne von 21.1 μm bis 25,79 μm , wie im Anhang 3 dargestellt ist. Da die Partikelgrößen leicht miteinander vergleichbar sind, wurden einige Versuche miteinander dargestellt, die vergleichbare Partikelgröße haben, um besser ausgewertet werden zu können. Diese Versuche sind in der Tabelle 6 dargestellt. Da liegen sich die Partikelgrößen näher miteinander, und somit sind sie besser vergleichbar. Außerdem sind alle im angestrebten Bereich, deswegen ist so zu sagen, dass die erwünschte Partikelgröße erreicht wurde.

Tabelle 6: Partikelgröße, relative Breite, Span und spezifische Oberfläche der vergleichbaren Versuche bezüglich auf die Partikelgröße

Versuch	Partikelgröße [µm]				relative Breite	Span	spezifische Oberfläche [m²/g]
	d (0,1)	d (0,5)	d (0,9)	d (0,99)			
M1	2,76 ^A ± 0,13	8,09 ^B ± 0,23	22,13 ^{CD} ± 1,35	34,92 ^{AB} ± 5,57	8,01 ^{CD} ± 0,16	2,39 ^{CD} ± 0,09	1,04 ^{ABC} ± 0,04
10%_V2*	2,70 ^B ± 0,09	8,22 ^B ± 0,25	24,47 ^{AB} ± 0,65	-	9,07 ^A ± 0,23	2,65 ^A ± 0,07	1,03 ^{ABC} ± 0,03
Std.	2,95 ^A ± 0,06	8,30 ^B ± 0,19	22,19 ^{CD} ± 0,26	35,99 ^{AB} ± 1,16	7,54 ^D ± 0,12	2,32 ^D ± 0,05	0,98 ^{CD} ± 0,02
M2	2,66 ^B ± 0,01	8,06 ^B ± 0,07	22,34 ^{CD} ± 0,62	31,94 ^B ± 1,62	8,40 ^{BC} ± 0,20	2,44 ^{BCD} ± 0,06	1,06 ^A ± 0,01
5%	2,96 ^A ± 0,15	8,82 ^A ± 0,36	24,86 ^A ± 0,94	38,12 ^A ± 2,71	8,41 ^{BC} ± 0,54	2,48 ^{BC} ± 0,06	0,96 ^D ± 0,04
5%_N1	2,74 ^B ± 0,14	8,03 ^B ± 0,17	21,57 ^D ± 0,48	32,07 ^B ± 1,97	7,88 ^{CD} ± 0,22	2,34 ^D ± 0,01	1,05 ^{AB} ± 0,04
5%_N2	2,79 ^{AB} ± 0,04	8,76 ^A ± 0,31	23,44 ^{ABC} ± 0,84	32,65 ^B ± 1,21	8,39 ^{BC} ± 0,19	2,36 ^{CD} ± 0,01	1,00 ^{BCD} ± 0,02
7%	2,70 ^B ± 0,01	8,21 ^B ± 0,14	22,66 ^{CD} ± 0,65	31,76 ^B ± 0,02	8,41 ^{BC} ± 0,21	2,43 ^{BCD} ± 0,04	1,05 ^{AB} ± 0,01
M4	2,67 ^B ± 0,02	8,09 ^B ± 0,11	21,97 ^{CD} ± 1,08	31,27 ^B ± 1,98	8,23 ^{BC} ± 0,40	2,38 ^{CD} ± 0,11	1,06 ^{AB} ± 0,01
M6	2,65 ^B ± 0,06	7,94 ^B ± 0,20	22,95 ^{BCD} ± 0,96	34,12 ^{AB} ± 1,54	8,65 ^{AB} ± 0,29	2,56 ^{AB} ± 0,06	1,07 ^A ± 0,02
TK3,525%**	3,128 ± 0,06	10,435 ± 0,46	32,154 ± 2,37	-	2,779 ± 0,105	0,867 ± 0,016	10,27
TKM3,525%**	3,309 ± 0,009	10,574 ± 0,005	29,363 ± 0,047	-	2,464 ± 0,005	0,836 ± 0,001	8,89

Exponenten Indizes A, B, C, D beschreiben durch Gruppenbildung die signifikanten Unterschiede der Proben nach dem Tukey Test (HSD) bei Toleranz $\alpha=0,001$

* Wert übernommen aus Almanasra 2018 und Hayani 2018

** Werte übernommen aus Nentwig 2017

Um noch genauere Auswertung zu erhalten, wurden die Proben aus der Tabelle 6, die ähnliche Partikelgröße haben, aufgeteilt, mittels ANOVA zusammen betrachtet und nach den Tukey Test (HSD) in unterschiedlichen Gruppen verteilt. Sieht man diese Proben in Anhängen 4-7 an, merkt man deutlich, dass sie separat in gleichen Gruppen verteilt wurden, sodass sie sehr ähnliche Fließigenschaften haben.

Es ist deutlich aus der Tabelle 6 zu merken, dass die Abweichungen der Partikelgrößen bei meisten Schokoladen nicht groß sind, was bedeutet, diese Schokoladen haben keinen intensiven Unterschied bezüglich auf die Partikelgröße. Davon ist zu vermuten, dass die groben Partikel bei diesen Schokoladen gut und fast gleich beansprucht wurden. Das kann auf das genügend mittels KM zuerkleinerte TKM zurückführen. Während bei Frau Nentwig war die Abweichung bei einem

Versuch deutlich groß, wobei kein TKM verwendet wurde, sondern ganze Kerne. Das kann auch die Effektivität der Zerkleinerungsmethode und das Form der verwendeten Kerne begründen.

In dieser Arbeit weisen die meisten durchgeführten Schokoladen für sie eine übliche monomodale Verteilung auf, die nur ein Maximum hat. Der Kurvenverlauf der Partikelgrößenverteilung unterscheidet sich normalerweise im Bereich der groben Partikel. Während der Aufstieg und Abstieg des Verlaufs bei diesen Schokoladen fast identisch ist, unterscheidet sich der Verlauf an der Höhe der Maxima. Dies führt aber nicht unbedingt zur gleichen rheologischen Eigenschaften.

Die Abbildung *** zeigt die Partikelgrößenverteilung einigen Schokoladen mit unterschiedlicher TKM-Menge im Vergleich zur Standardschokolade. Da sie ähnliche Partikelgrößen haben, wurden sie zusammen dargestellt. Vor allem weisen alle eine monomodale Partikelgrößenverteilung auf. Es ist zu erkennen, dass alle Schokoladen fast identischen Verlauf haben, jedoch unterscheiden sie sich im Bereich der groben Partikel bzw. an der Höhe der Maxima. Die Schokolade M4 weist das niedrigste Maximum 5,87% auf, sie hat aber von den anderen Schokoladen die größte Span und spezifische Oberfläche. Dies hindeutet darauf, dass der Anteil an den feinen und besonders mittleren im Verhältnis zu den groben Partikeln niedriger ist, was auch in der Tabelle 6 deutlich zu sehen ist. Weiterhin zeigt die Kurve ein bisschen breiteren Verlauf im Bereich der groben Partikel, was auch das niedrigste Maximum behauptet. Die Schokoladen M1 und 5%_N1 zeigen einen sehr ähnlichen Verlauf, während sie höheres Maximum haben. Die Schokolade M1 ist aber am Ende des Verlaufs bisschen mehr in der Richtung der groben Partikel verschoben.

Im Vergleich zur Schokolade 5%_N1 hat sie einen geringeren Anteil von den mittleren Partikeln, was den höheren Span begründet. Die Standardschokolade weist etwas schmalere Kurvenverlauf.

Das heißt, dass sie Anteil an mittleren höher als an feinen und groben Partikelgrößen enthält. Die Kurve weist auch das höchste Maximum 6,45% auf, was auch den höheren Anteil an mittleren Partikeln begründet. Aus diesem Grund hat diese Schokolade hohe relative Breite, Span und spezifische Oberfläche, wie die Tabelle

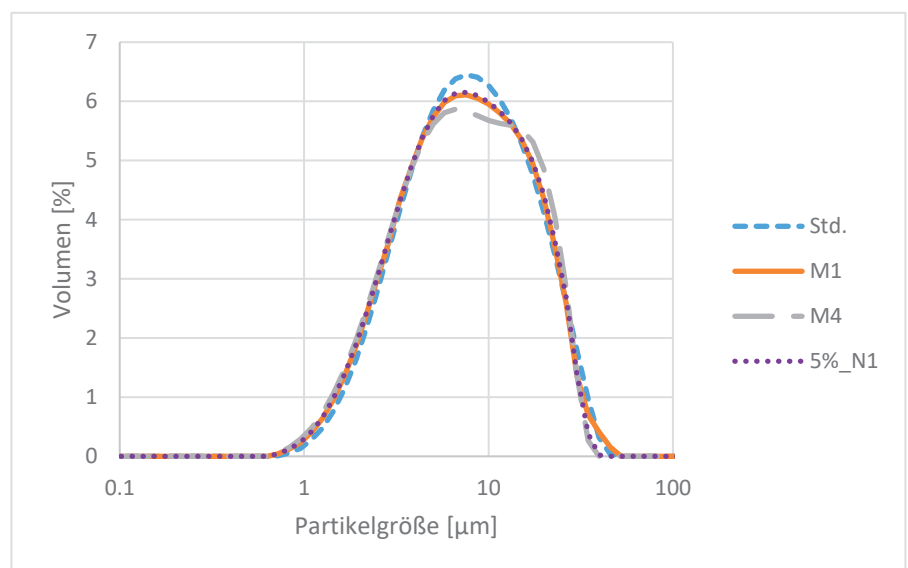


Abbildung 7: Partikelgrößenverteilung der Schokoladen: Std., M1, M4, 5%N1

6 spiegelt. Des Weiteren zeigt sie, dass fast kein Anteil der groben Partikel über 100µm vorhanden ist.

In der Abbildung 8 sind die Partikelgrößenverteilungen der Schokoladen Std., M1 und M2 dargestellt. Deutlich zu erkennen ist, dass die Schokolade M1 leicht flacher als die Standardschokolade ist, was auf höherem Anteil von den mittleren Partikeln zurückgeführt werden kann. Es ist auch klar zu sehen, dass das Verhalten der Schokolade M2 insbesondere am Maximum unterschiedlich ist.

Daraus folgt, dass sie die geringste Anteil von den mittleren Partikeln hat. Die Form der platten Kurve ist die Folge des großen Anteils von den groben Partikeln, trotzdem hat die Schokolade die größte spezifische Oberfläche.

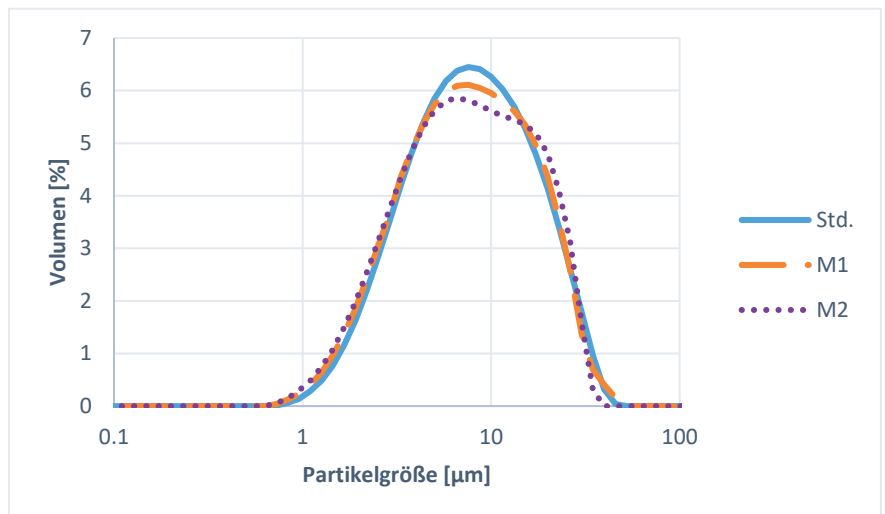


Abbildung 8: Partikelgrößenverteilung der Schokoladen: Std., M1, M2

Die Abbildung 9 stellt die Partikelgrößenverteilung der Schokoladen M2, 7% und M4 dar, die mit

Einsatz unterschiedlichen Mengen des TKMs sind. Die Kurven aller Schokoladen sind sehr ähnlich und deckungsgleich. Der einzelne eindeutige Unterschied ist im Bereich der groben Partikel. Die Schokolade M6 besitzt den geringsten Anteil von den groben Partikeln, und somit weist sie die höchste

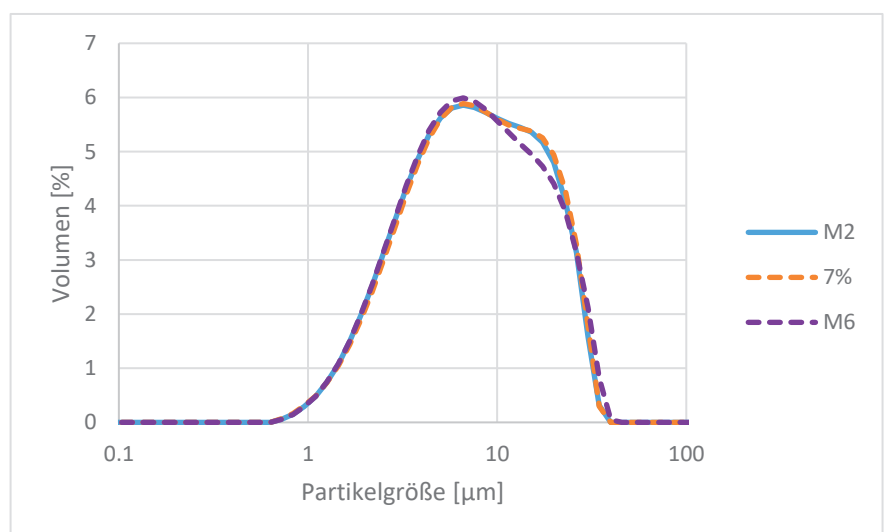


Abbildung 9: Partikelgrößenverteilung der Schokoladen: Std., M1, M2

spezifische Oberfläche auf. Außerdem enthält sie ziemlich geringern Anteil an den sowohl feinen als auch mittleren Partikeln, was zu höchstem Span führt. Da die Schokoladen M2 und 7% sehr ähnliche Partikelgröße haben, sind ihre Anteile aller Größen fast identisch. Infolgedessen sind ähnliche rheologie Eigenschaften erwartet.

Die Abbildung 10 zeigt die Partikelgrößenverteilung der Schokoladen 10%_V2* und 5% in unterschiedlicher TKM-Zugabe. Die Schokolade 5%_N2 hat nur eine leicht eingeprägte bimodale Verteilung, die ebenso in meisten Fällen zur Walzenschokolade gehören (Römis, 2012) (Kos, 2018). Diese Schokolade verläuft im Bereich der groben Partikel von allen Kurven am steilsten, was positiv auf die Fließeigenschaften beeinflussen kann. Deswegen ist davon auszugehen, dass sie die höchste Fließgrenze aufweist, obwohl sie aus höherem Anteil der groben Partikel besteht.

Dieser Anteil kann die höchste spezifische Oberfläche begründen, wenn das Verhältnis der $d(0,9)$ -Werte im Betracht genommen werden. Daneben enthält sie den geringsten Anteil von mittleren Partikelgrößen. Da die Schokolade 5% die höchste Partikelgröße hat, beinhaltet sie grobe Partikel etwas mehr als die Schokolade 10%_V2*.

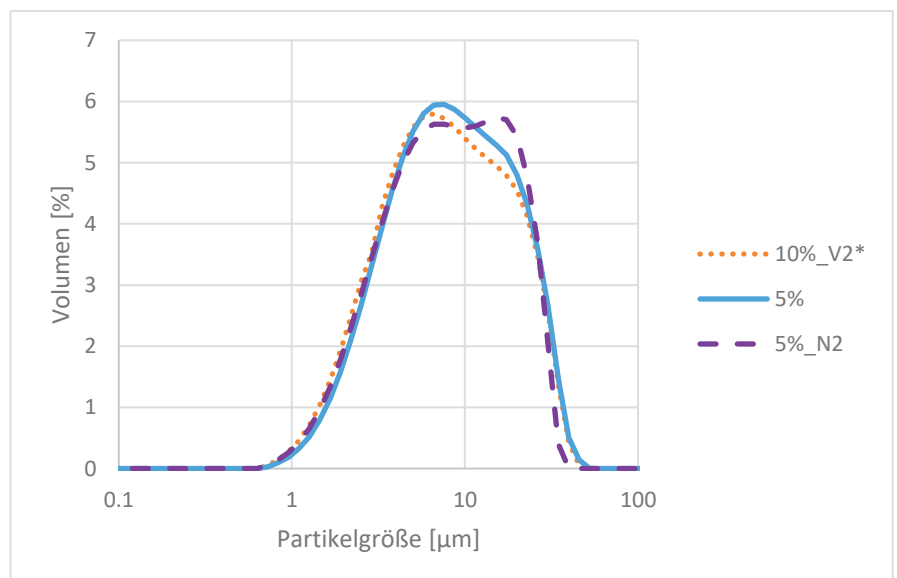


Abbildung 10: Partikelgrößenverteilung der Schokoladen: 10% V(2)*, 5%, 5%_N2

5.3. Fließeigenschaften

Die rheologischen Parameter der hergestellten Schokoladen befinden sich in der Tabelle 7. Da die Fließeigenschaften stark von der Partikelgrößenverteilung abhängen, wurden die Schokoladen, die ähnliche Partikelgröße haben, miteinander verglichen, und zusammen in einer graphischen Darstellung der Fließkurven ausgezeichnet. So können die Fließgrenze und Viskosität gut erkannt werden.

Tabelle 7: Rheologische Parameter aller vergleichbaren Versuche

Versuch	CASSON		Schubspannung [Pa]			Viskosität [Pa.s]		
	Fließgrenze [Pa]	Viskosität [Pa.s]	0,05 1/s	5 1/s	40 1/s	0,05 1/s	5 1/s	40 1/s
M1	13,78 ^B ± 0,46	3,48 ^D ± 0,02	11,55 ^{BC} ± 0,52	71,89 ^B ± 0,59	237,90 ^D ± 3,06	230,37 ^{BC} ± 10,19	14,37 ^B ± 0,11	5,95 ^D ± 0,08
10%_V2*	11,37 ^{EF} ± 0,04	2,47 ^F ± 0,01	11,26 ^{CD} ± 0,11	49,69 ^H ± 0,16	175,6 ^H ± 0,43	224,8 ^{BC} ± 2,25	9,94 ^H ± 0,03	4,40 ^H ± 0,01
Std.	13,44 ^{BCD} ± 0,49	3,54 ^{CD} ± 0,07	11,97 ^B ± 0,49	69,44 ^C ± 0,57	237,97 ^D ± 2,29	239,10 ^B ± 9,77	13,89 ^C ± 0,12	5,95 ^D ± 0,06
M2	11,32 ^{EF} ± 0,28	3,54 ^{CD} ± 0,02	10,52 ^E ± 0,39	63,62 ^F ± 0,33	229,90 ^F ± 1,96	209,87 ^C ± 7,44	12,72 ^F ± 0,07	5,75 ^F ± 0,05
5%	10,60 ^F ± 0,15	3,11 ^E ± 0,01	10,94 ^{DE} ± 0,30	54,39 ^G ± 0,32	206,13 ^G ± 1,45	218,93 ^{BC} ± 6,13	10,88 ^G ± 0,07	5,15 ^G ± 0,03
5%_N1	15,49 ^A ± 0,37	4,83 ^A ± 0,00	14,81 ^A ± 0,51	86,99 ^A ± 0,45	315,20 ^A ± 2,98	296,17 ^A ± 10,84	17,40 ^A ± 0,10	7,88 ^A ± 0,07
5%_N2	12,15 ^{CDE} ± 0,27	3,58 ^{CD} ± 0,05	10,64 ^E ± 0,30	67,70 ^D ± 0,20	232,93 ^E ± 1,50	212,53 ^C ± 5,81	13,54 ^D ± 0,05	5,83 ^E ± 0,04
7%	12,09 ^{DE} ± 0,24	4,03 ^B ± 0,05	11,76 ^{BC} ± 0,39	69,31 ^C ± 0,25	257,80 ^B ± 1,42	234,53 ^B ± 8,52	13,86 ^C ± 0,06	6,45 ^B ± 0,03
M4	13,55 ^{BC} ± 0,85	3,45 ^D ± 0,14	14,49 ^A ± 1,73	65,34 ^E ± 3,87	238,33 ^D ± 4,62	300,07 ^A ± 73,75	13,06 ^E ± 0,79	5,96 ^D ± 0,12
M6	11,62 ^{EF} ± 0,22	3,70 ^C ± 0,01	11,40 ^{CD} ± 0,44	64,43 ^{EF} ± 0,55	241,47 ^C ± 2,54	227,87 ^{BC} ± 9,14	12,89 ^{EF} ± 0,11	6,04 ^C ± 0,06
TK3,525 %**	14,73 ± 1,03	3,86 ± 0,11	12,56 ± 0,71	77,97 ± 0,33	260,7 ± 2,03	-	-	-
TKM3,52 5%**	11,33 ± 0,52	4,41 ± 0,09	10,39 ± 0,47	73,18 ± 0,72	272,2 ± 5,51	-	-	-

Exponenten Indizes A, B, C, D, E, F, G, H beschreiben durch Gruppenbildung die signifikanten Unterschiede der Proben nach dem Tukey Test (HSD) bei Toleranz $\alpha=0,001$

Die Ergebnisse aus dem Projekt von Frau Nentwik könnten mittels ANOVA nicht betrachtet werden, weil es keine genaue Angaben gibt. Betrachtet man die Fließgrenzen bei Frau Nentwig, merkt man im Verhältnis der Partikelgrößen deutlichen Unterschied zwischen Kern- und Mehlschokolade. Sie hat jedoch kleinere Werte als die Werte dieser Arbeit, wenn die Partikelgrößen der beiden Werte berücksichtigt werden.

Aus der Tabelle kann man auf den ersten Blick merken, dass die ermittelten Werte dieser Arbeit mit einer Ausnahme der Werten von Versuch 5%_N1 ziemlich nahe beieinander liegen. Werden die Partikelgrößen ausgeglichen, hätte die Standardschokolade die höchste Viskosität, während die Schokolade 10%_V2* die niedrigste Viskosität hat. Anders ausgedrückt hat die Standardschokolade den größten Span im Vergleich zu den allen hergestellten Schokoladen, was auf die Viskosität positiv beeinflusst. Dies bestätigt den Einfluss des TKM-Anteils auf die Viskosität der Schokolade. Die Ergebnisse wurden genau wie im Abschnitt 5.2. in Bezug auf die Partikelgrößen verglichen.

Die Tabelle 8 zeigt, dass die Schokolade 5%_N1 bei allen Werten ausdrücklich abweichend ist, obwohl sie nahe Partikelgröße hat. Das liegt an dem höheren KaBu-Anteil, welchen bei der Nachmischung ungeplant falsch ausgerechnet wurde. Wenn die Schubspannungen und Viskositäten bei der konstanten Scherrate von 5 s^{-1} betrachtet werden, liefern die Schokoladen Std. und M4 niedrigere Werte. Ansonsten sind die anderen Werten bei den gleichen Scherraten sehr ähnlich..

Tabelle 8: Darstellung der Unterschiede zwischen M1, Std., 5%_N1 und M4 nach dem Tukey-

Versuch	CASSON		Schubspannung [Pa]			Viskosität [Pa.s]		
	Fließgrenze [Pa]	Viskosität [Pa.s]	0,05 1/s	5 1/s	40 1/s	0,05 1/s	5 1/s	40 1/s
M1	13,78 ^{AB} ± 0,46	3,48 ^B ± 0,02	11,55 ^B ± 0,52	71,89 ^B ± 0,59	237,90 ^B ± 3,06	230,37 ^B ± 10,19	14,37 ^B ± 0,11	5,95 ^B ± 0,08
Std.	13,44 ^B ± 0,49	3,54 ^B ± 0,07	11,97 ^B ± 0,49	69,44 ^C ± 0,57	237,97 ^B ± 2,29	239,10 ^B ± 9,77	13,89 ^C ± 0,12	5,95 ^B ± 0,06
5%_N1	15,49 ^A ± 0,37	4,83 ^A ± 0,00	14,81 ^A ± 0,51	86,99 ^A ± 0,45	315,20 ^A ± 2,98	296,17 ^A ± 10,84	17,40 ^A ± 0,10	7,88 ^A ± 0,07
M4	13,55 ^B ± 0,85	3,45 ^B ± 0,14	14,49 ^A ± 1,73	65,34 ^D ± 3,87	238,33 ^B ± 4,62	300,07 ^A ± 73,75	13,06 ^D ± 0,79	5,96 ^B ± 0,12

Test

Exponenten Indizes A, B, C, D beschreiben durch Gruppenbildung die signifikanten Unterschiede der Proben nach dem Tukey Test (HSD) bei Toleranz $\alpha=0,001$

Die Ähnlichkeit der Schubspannung ist in der Abbildung 11 graphisch dargestellt und sichtlich zu erkennen. Da es nur ein paar kleine signifikante Unterschiede zwischen den Proben M1, Std. und M4 gibt, sind ihre Kurven fast identisch. Trotz der ähnlichen Partikelgröße von der Schokolade 5%_N1 ist ihre Kurve wegen des höheren KaBu-Anteils gesondert anzusehen, daher ist ihre Fließeigenschaften deutlich schlechter.

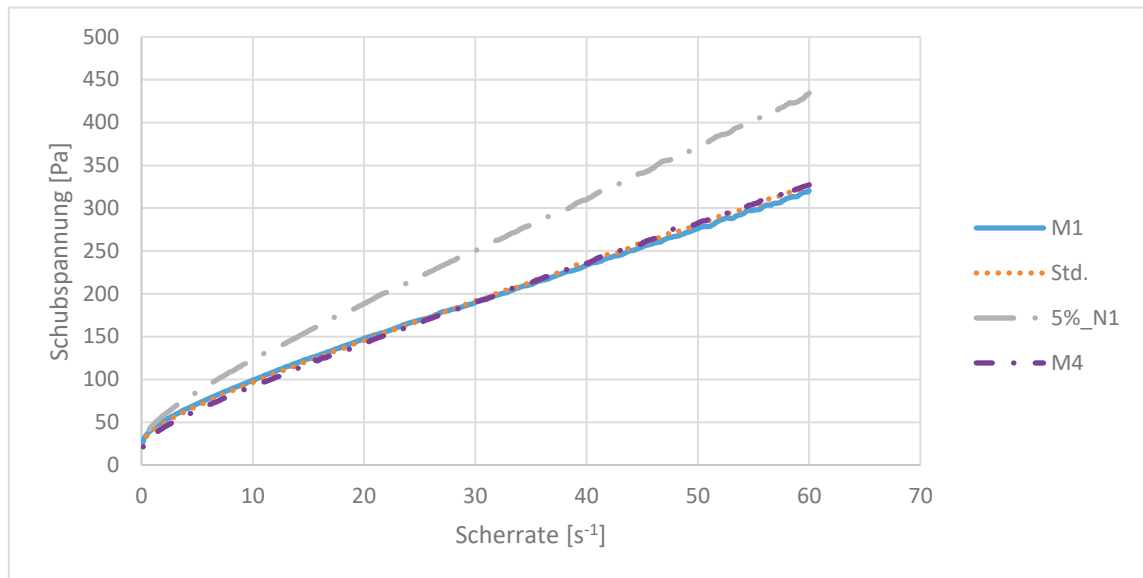


Abbildung 11: Fließkurven der Schokoladen: M1, Std., 5%N_1, M4

Hinterher ist der Vergleich mit der Schokolade M2 zu erkennen, da sie ähnliche PartikelgröÙeverteilung aufweist. Wie aus der Tabelle 9 ersichtlich bildet die Schokolade M2 von den anderen Schokoladen das Schlusslicht bei allen Werten, jedoch mit Ausnahme von der Viskosität nach Casson. Sie besitzt nämlich die höchste spezifische Oberfläche und Span.

Tabelle 9 : Darstellung der Unterschiede zwischen M1, Std., und M2 nach dem Tukey-Test

Probe	CASSON		Schubspannung [Pa]			Viskosität [Pa.s]		
	Fließgrenze [Pa]	Viskosität [Pa.s]	0,05 1/s	5 1/s	40 1/s	0,05 1/s	5 1/s	40 1/s
M1	13,78 ^A ±0,46	3,48 ^A ±0,02	11,55 ^B ±0,52	71,89 ^A ±0,59	237,90 ^A ±3,06	230,37 ^B ±10,19	14,37 ^A ±0,11	5,95 ^A ±0,08
Std.	13,44 ^A ±0,49	3,54 ^A ±0,07	11,97 ^A ±0,49	69,44 ^B ±0,57	237,97 ^A ±2,29	239,10 ^A ±9,77	13,89 ^B ±0,12	5,95 ^A ±0,06
M2	11,32 ^B ±0,28	3,54 ^A ±0,02	10,52 ^C ±0,39	63,62 ^C ±0,33	229,90 ^B ±1,96	209,87 ^C ±7,44	12,72 ^C ±0,07	5,75 ^B ±0,05

Exponenten Indizes A, B, C, beschreiben durch Gruppenbildung die signifikanten Unterschiede der Proben nach dem Tukey Test (HSD) bei Toleranz $\alpha=0,001$

Die untere Abbildung 6 zeigt, dass die Schokolade M2 leicht signifikante Unterschiede hat, wie auch in der Tabelle 6 abzulesen ist. Obwohl die Fließkurven fast deckungsgleich sind, hat die Schokolade M2 geringere Werte bei allen Scherraten der Schubspannung und Viskosität und

offensichtlicher bei der Fließgrenze. Dies kann auf den höheren Anteil der groben Partikel zurückgeführt werden.

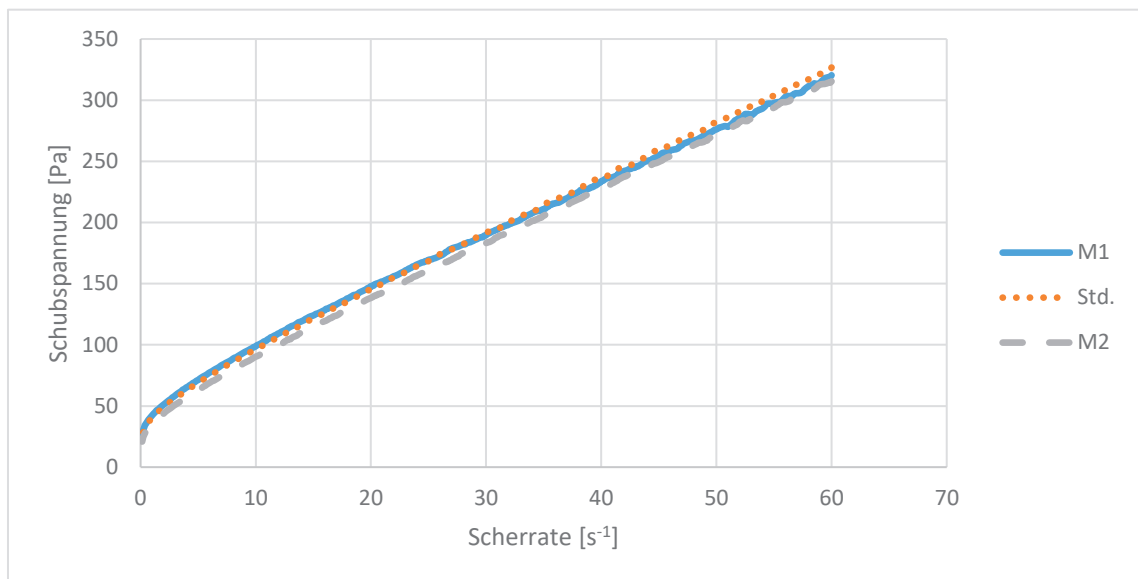


Abbildung 12: Fließkurven der Schokoladen: M1, Std., M2

Die rheologischen Parameter unterschiedlicher TKM-Ansätze sind in der Tabelle 10 und die Fließkurven in der Abbildung 7 dargestellt. Als die Partikelgrößen dieser Schokoladen sehr ähnlich sind, ist der Einfluss des TKM-Anteils auf die Fließeigenschaften in der Tabelle gut merkbar. Je geringer TKM-Anteil zugesetzt wird, desto bessere Fließeigenschaften weist die Schokolade auf. Trotz der geringsten spezifischen Oberfläche kann die Schokolade 7% die höchste Fließgrenze, Viskosität und Schubspannung bei allen , und somit weist sie schlechtere Fließeigenschaften auf, als in der Abbildung 7 zu sehen ist. Wird die Partikelgrößenverteilungskurve modifiziert, verbessert sich die Fließeigenschaften vermutlich. Auf der anderen Seite hat dieser Schokolade weniger Fettgehalt, was auch eine Rolle damit spielt.

Tabelle 10 : Darstellung der Unterschiede zwischen M2, 7%, und M6 nach dem Tukey-Test

Probe	CASSON		Schubspannung [Pa]			Viskosität [Pa.s]		
	Fließgrenze [Pa]	Viskosität [Pa.s]	0,05 1/s	5 1/s	40 1/s	0,05 1/s	5 1/s	40 1/s
M2	11,32 ^B ±0,28	3,54 ^C ±0,02	10,52 ^C ±0,39	63,62 ^C ±0,33	229,90 ^C ±1,96	209,87 ^C ±7,44	12,72 ^C ±0,07	5,75 ^C ±0,05
7%	12,09 ^A ±0,24	4,03 ^A ±0,05	11,76 ^A ±0,39	69,31 ^A ±0,25	257,80 ^A ±1,42	234,53 ^A ±8,52	13,86 ^A ±0,06	6,45 ^A ±0,03
M6	11,62 ^{AB} ±0,22	3,70 ^B ±0,01	11,40 ^B ±0,44	64,43 ^B ±0,55	241,47 ^B ±2,54	227,87 ^B ±9,14	12,89 ^B ±0,11	6,04 ^B ±0,06

Exponenten Indizes A, B, C, beschreiben durch Gruppenbildung die signifikanten Unterschiede der Proben nach dem Tukey Test (HSD) bei Toleranz $\alpha=0,001$

Aus der Tabelle ist abzulesen, dass zwischen allen Schokoladen ein signifikanter Unterschied besteht. Die Werte der Viskosität von den Schokoladen M2 und M6 befinden sich in zwei verschiedenen Gruppen. Wenn die Werte der beiden Schokoladen analysiert werden, wird erkannt, dass die Schokolade M2 bessere Fließeigenschaften aufweist, als in der unteren Abbildung ausgezeichnet ist. Zusätzlich ist ihre Viskosität geringer, was sich in den Werten der Schubspannung bei allen Scherraten widerspiegelt. Dies kann auch auf den höheren Span zurückgeführt werden. Hauptsächlich kann der verschiedene TKM-Anteil die Begründung dieses Verhaltens aller Schokoladen.

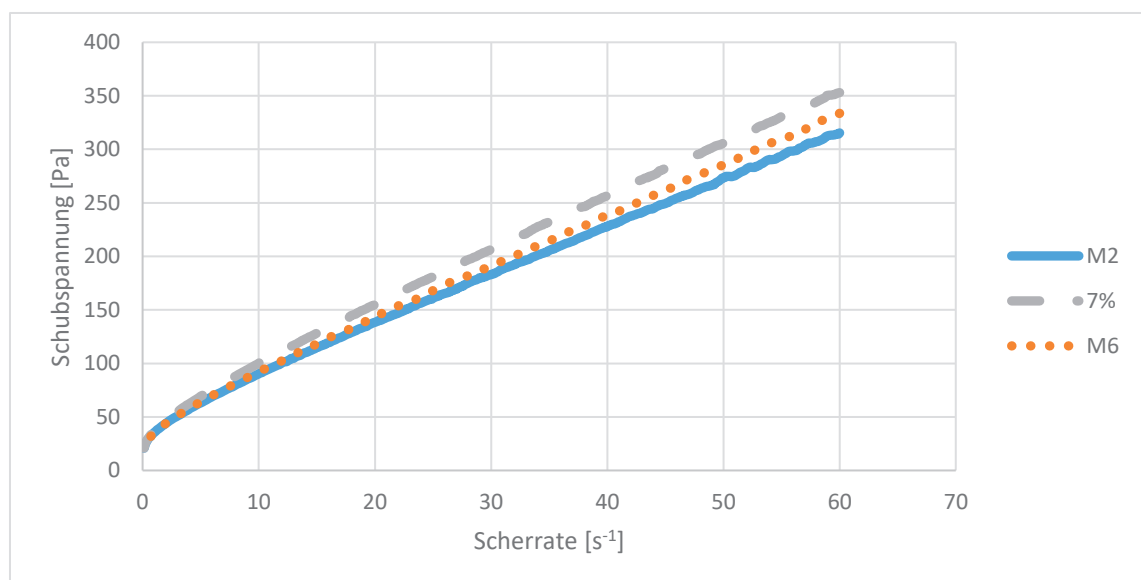


Abbildung 13: Fließkurven der Schokoladen: M2, 7%, M6

Wie aus der Tabelle 11 ersichtlich ist, weist die Schokolade 5%_N2 den höchsten Wert der Fließgrenze, Schubspannung und Viskosität von allen Scherraten mit der Ausnahme von der Scherrate $0,05\text{s}^{-1}$. Dies kann auf den höheren Anteil an feinen Partikel zurückgeführt werden, was auch dazu führt, dass diese Schokolade den kleinsten Span aufweist. Die Fließgrenze der Schokolade 5% besitzt den kleinsten Wert, wozu sehr möglicherweise der höchste Anteil an den groben Partikeln geführt hat, und infolgedessen weist sie die kleinste spezifische Oberfläche auf.

Tabelle 11 : Darstellung der Unterschiede zwischen 10%_V2, 5%, und 5%_N2 nach dem Tukey-Test

Probe	CASSON		Schubspannung [Pa]			Viskosität [Pa.s]		
	Fließgrenze [Pa]	Viskosität [Pa.s]	0,05 1/s	5 1/s	40 1/s	0,05 1/s	5 1/s	40 1/s
10%_V2	11,37 ^B ±0,04	2,47 ^C ±0,01	11,26 ^A ±0,11	49,69 ^C ±0,16	175,6 ^C ±0,43	224,8 ^A ±2,25	9,94 ^C ±0,03	4,40 ^C ±0,01
5%	10,60 ^C ±0,15	3,11 ^B ±0,01	10,94 ^B ±0,30	54,39 ^B ±0,32	206,13 ^B ±1,45	218,93 ^B ±6,13	10,88 ^B ±0,07	5,15 ^B ±0,03
5%_N2	12,15 ^A ±0,27	3,58 ^A ±0,05	10,64 ^C ±0,30	67,70 ^A ±0,20	232,93 ^A ±1,50	212,53 ^C ±5,81	13,54 ^A ±0,05	5,83 ^A ±0,04

Exponenten Indizes A, B, C, beschreiben durch Gruppenbildung die signifikanten Unterschiede der Proben nach dem Tukey Test (HSD) bei Toleranz $\alpha=0,001$

Zwar weist die Abbildung 14 die beste Fließeigenschaften bei der Schokolade 10%_V2* auf, aber die Grundeigenschaften der Schokolade wurden deutlich beeinflusst, wie in der vorliegenden Tabelle abzulesen ist. Die Viskosität nach Casson ist der offensichtlichste Wert, den stark abgesunken wurde. Sie besitzt den niedrigsten Wert von allen hergestellten Schokoladen. Der hohen TKM-Anteil ist in erster Linie der Grund dafür, zweitens spielt die hohe Partikelgröße eine große Rolle. Obwohl die Schokolade 5% ähnliche Partikelgröße bzw. noch höher als in 10%_V2* hat, besitzt sie die zweitgrößte Viskosität, und somit die zweitgrößte Fließgrenze, Schubspannung bei allen Scherraten, spezifische Oberfläche und Span. Trotz der ähnlichen Partikelgrößen, jedoch des identischen TKM-Anteils von den Schokoladen 5% und 5%_N2 sind ihre Fließkurven nicht deckungsgleich ausgezeichnet. Die bimodale Partikelgrößenverteilung von 5%_N2 deutet einerseits auf die diese Form der Fließkurve hin, andererseits könnte die Nachmischung des mit KaBu gemischten TKMs nicht ideal gewesen, was zur mangelnden Fettverteilung führen könnte.

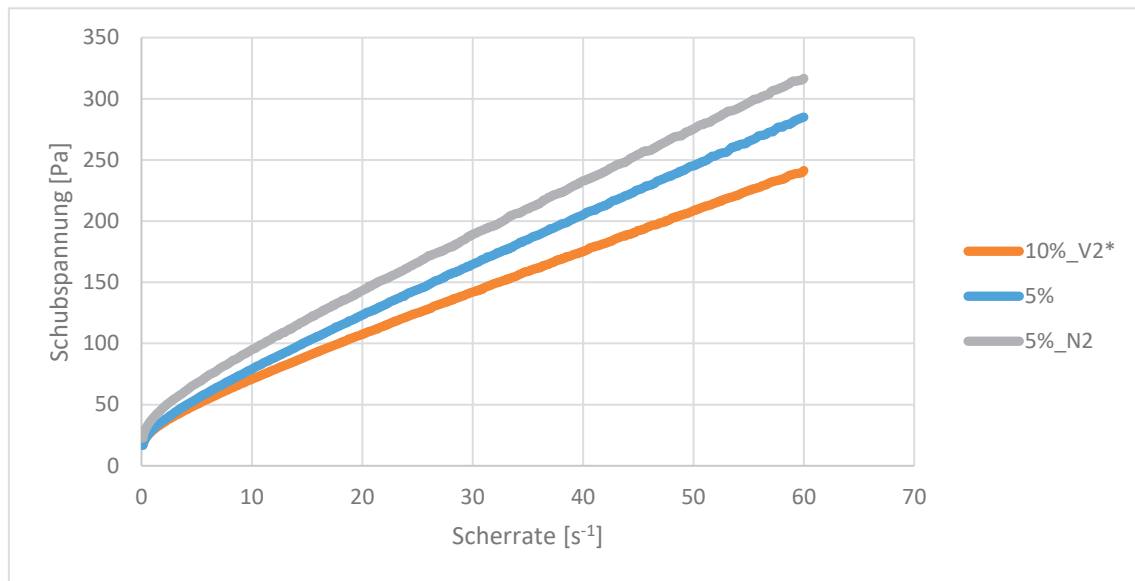


Abbildung 14: : Fließkurven der Schokoladen: 10%_V2*, 5%, 5%_N2

5.4. Energieverbrauch

Der Energieverbrauch wurde in dieser Arbeit für die neu hergestellten Schokoladen während des Herstellungsprozess berechnet, indem die Stromaufnahme sowohl der Conche als auch KM aufgenommen wurden. Die Tabelle 12 fasst den verbrauchten Strom jedes Versuchs und deren Zeiten zusammen. Der Energieverbrauch ist auch eine Option festzustellen, ob das TKM viel auf den gesamten Verbrauch beeinflusst.

Tabelle 12: Übersicht des Energieverbrauchs aller neu durchgeführten Versuche

Versuch	Zeit [St.]		Stromaufnahme [KWh]	
	Conche	KM	Conche	KM
TKM	-	4,25	-	7,08
Std.	4,92	2,75	5,6	2,65
5%	5	2,42	6,17	2,95
5%_N1	5,58	2,57	7,2	3,66
5%_N2	3,87	2,35	4,13	3,48
7%	4,12	1,98	4,84	2,8

Wie in der Tabelle abzulesen ist, hat die TKM-Zerkleinerung intensiven Strom verbraucht. Der Hauptgrund dafür ist die dünnflüssige Masse (50%), welche zur leichteren Scherkräfte führt, und somit längere Zeit die erwünschte Partikelgröße zu erreichen. Aus der Tabelle könnte keinen Zusammenhang zwischen der Menge des TKMs und der Stromaufnahme besonders während der

Conche erkannt werden. Dies war aber schon erwartet, da das TKM vor der Zugabe zerkleinert war. Die Nachmischungsmethode weist höhere Stromzählerwerte auf. Die conchierte Masse war nämlich wegen des fehlenden KaBu-Anteils weniger flüssig, der mit TKM gemischt ist. Eine genauere Übersicht der Stromaufnahme jeder Phase der Conche ist im Anhang 9 dargestellt..

5.5. Gesamtpolyphenolbestimmung

Der Gehaltsnachweis der Polyphenole in der durchgeführten Schokoladen wird in diesem Abschnitt beachtet, wie sich die Polyphenole nach der Verarbeitung der Schokoladenmasse verhalten. Logischerweise sollen sie sich mit dem höheren Ansatz von TKM unabhängig von der Partikelgrößen bzw. Fließeigenschaften steigern. Um weitere Bestimmung zu ermöglichen bzw. die Polyphenolgehalten zu berechnen, musste zuerst eine Standardreihe von Gallussäure (10mg/l, 20mg/l, 50mg/l, 100mg/l, 200mg/l, 300mg/l) erstellt werden. Daraus resultierte eine Gleichung, die durch eine Eichkurve ausgezeichnet ist.

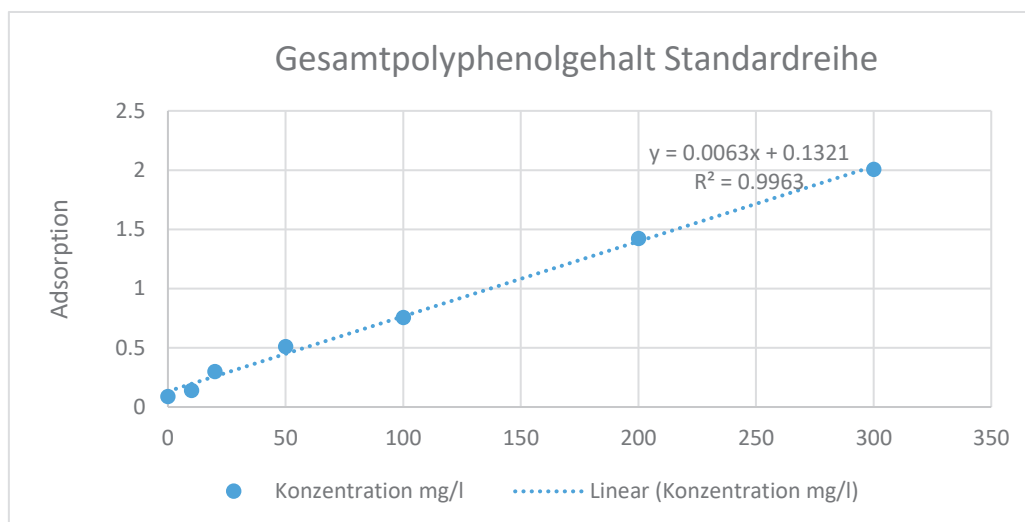


Abbildung 15: Darstellung der Eichkurve der Gallussäure-Standardreihe

Die untersuchten Schokoladen lassen sich in verschiedenen Gruppen in Abhängigkeit von dem Polyphenolgehalt verteilen. Sie wurden nach dem Tukey-Test ausgewertet, als im Anhang 10 dargestellt ist. Wie im Anhang erkennbar ist, dass das rohe TKM den höchsten Polyphenolgehalt als erwartet enthält. Hier aber zu beachten, dass 50% der TKM-Masse KaBu war, sodass die KaBu den realen Polyphenolgehalt in TKM ziemlich erhöht, jedoch in kleinem Verhältnis. Der Polyphenolanteil in der KaBu ist 3% (Kleinert).

Während die Schokolade 10%_V2* den zweithöchsten Gehalt an PolyPhenolen aufweist, weist die Standardschokolade den niedrigsten Gehalt auf. Diese ermittelte Werte sind auch als erwartet betrachtet. Fast alle anderen Schokoladen lassen sich trotz der unterschiedlichen Gehalten in einer Gruppe legen. Aus diesem Grund wurden die Schokoladen, die gleichen TKM-Anteil enthalten, zusammen betrachtet. Die Abbildung 16 zeigt die Polyphenolgehalten der untersuchten Schokoladen (mittel Werten).

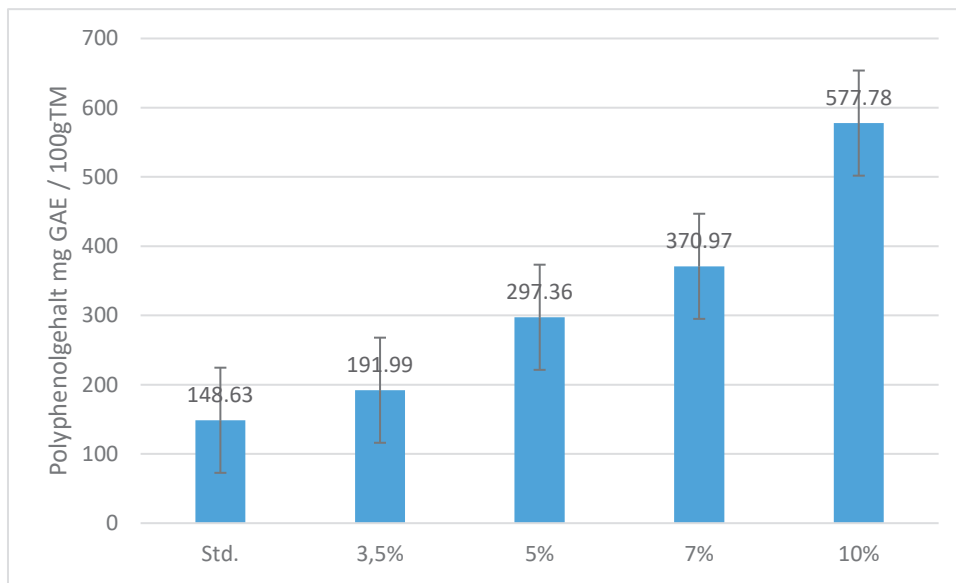


Abbildung 16: Darstellung der Polyphenolgehalten der untersuchten Schokoladen in mittel Werten

Aus der Abbildung kann man gut merken, wie die unterschiedlichen TKM-Ansätze auf den Polyphenolgehalt beeinflussen. Je mehr TKM zugesetzt wurde, desto höherer Polyphenolgehalt wurde in der Schokolade. Der Unterschied der Polyphenolgehalten zwischen 7% und 10% ist 4,8 mal größer als der Unterschied zwischen der Standardschokolade und 3,5%, obwohl der Unterschied im TKM-Verhältnis fast gleich ist. Davon ist zu vermuten, dass mehrere Prozentsatz von Polyphenole gewonnen werden kann, wenn der TKM-Anteil höher ist. Mit anderen Worten als der TKM-Anteil verdoppelt wurde, wurde der Polyphenolgehalt mehr als das Doppelte erhöht.

Anschließend erfolgte den Vergleich der Ergebnisse mit den Ergebnissen von Frau Glöde. Die Werte wurden mittels ANOVA ausgewertet, jedoch wurden die Werte von T und TKM nicht mitausgewertet, da sie die Verteilung der Gruppen komplizieren. Der Vergleich ist im Anhang 11 dargestellt. Aus dem Anhang ist deutlich zu merken, wie die Werten sich in verschiedenen Gruppen in Abhängigkeit von sowohl TKM als auch Trester verteilen. Die Polyphenolgehalten steigern sich mit der Erhöhung des TKMs oder Tresters. Bei allen Proben ist zu erkennen, dass Trester-Schokolade mehr Gehalt an Polyphenolen als TKM-Schokolade bei gleichen Ansatz

aufweist. Dies bestätigt die Feststellung von Frau Kos und Frau Nentwig, dass Trester mehr Polyphenole als TKM enthält. Die Abbildung 17 stellt die Daten in einem graphischen Diagramm dar.

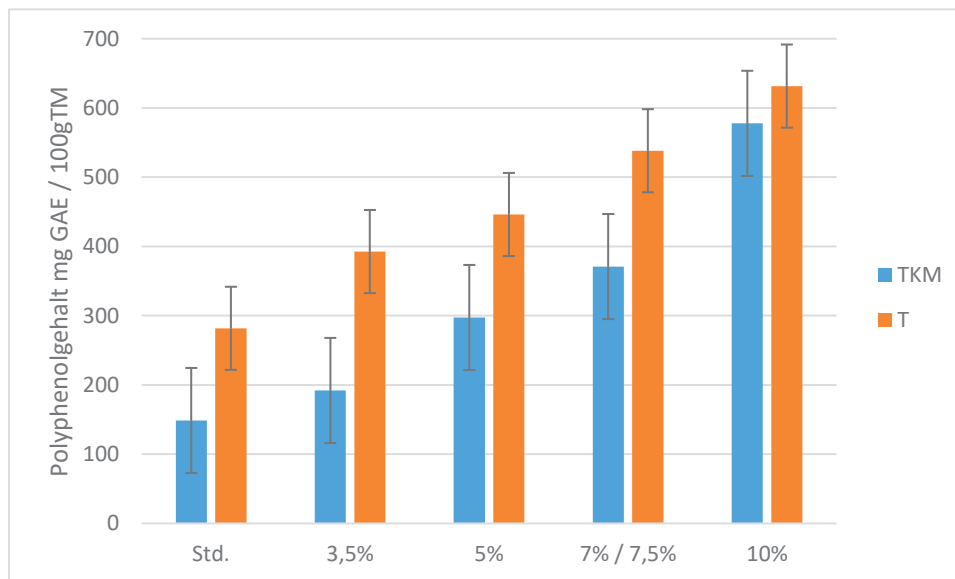


Abbildung 17: Graphische Darstellung der Unterschied zwischen den Polyphenolgehalten von TKM und Trester

Aus der Abbildung ist der Unterschied von Polyphenolen zwischen TKM und Trester deutlich zu merken. Bei allen Ansätzen weisen die Trester-Schokoladen viel mehr Polyphenole auf. Beispielsweise bei der Schokolade 3,5% doppelt sich der Polyphenolgehalt bei Trester von TKM.

5.6. FRAP-Test

Die antioxidative Kapazität der Polyphenole in der hergestellten Schokoladen wurde mittels FRAP-Test gemessen. Die Messung erfolgte drei Mal für jede Probe. Zuerst wurde eine Standardreihe der Trolox-Lösung (0,25mM/l, 0,50mM/l, 0,75mM/l, 1,0mM /l, 1,2 mM /l, 1,50mM /l, 2,0 mM, 2,5 mM) erstellt, und daraus eine Kurve für weitere Auswertung ermittelt (Abbildung 12). Die letzten zwei Konzentrationen der Standardreihe wurden von Frau Glöde übernommen.

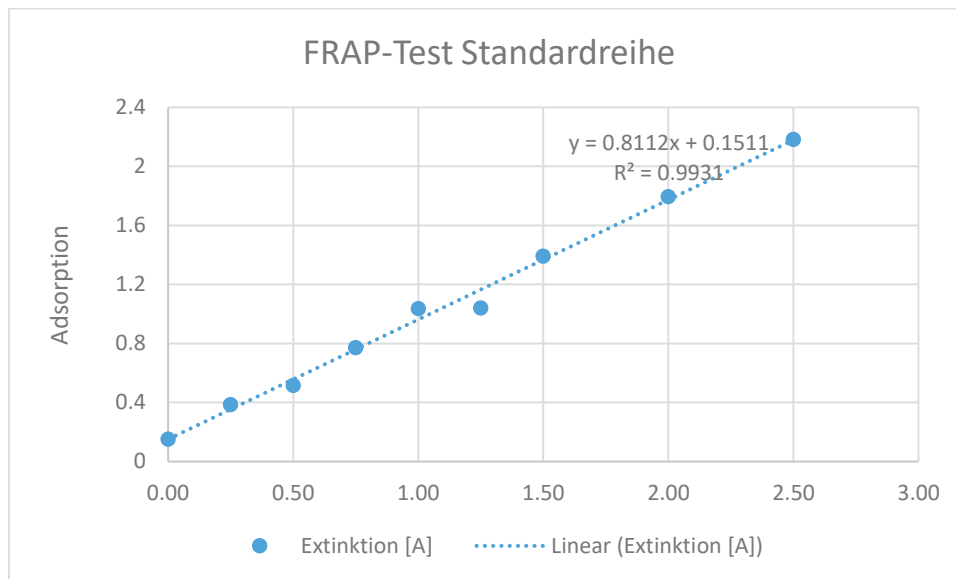


Abbildung 18: Die Darstellung der Kurve von Trolox-Lösung aus der Standardreihe

Die Fähigkeit der Antioxidantien zur Reduktion ist ordentlich geschehen, sodass sie direkt proportional mit der Konzentration des TKMs beeinflusst. Im Anhang 10 sind die Ergebnisse aller durchgeführten Versuche im Vergleich zu rohem TKM und der Standardschokolade zu erkennen. Die Standardabweichungen der Werte sind eben ermittelt. Im Anhang 10 sieht man die antioxidative Reaktivität der Antioxidantien von TKM, die mehr als 20 Mal höher als von der Standardschokolade ist. Das zeigt den großen Einfluss des TKMs auf die Schokolade, und wie die Schokolade viel gesünder mit TKM ist. Im Gegensatz von dem Polyphenolgehalt steigert sich die antioxidative Reaktivität der TKM-Schokolade mit der Erhöhung des TKM-Ansatzes sehr leicht. Jedoch die antioxidative Reaktivität von TKM ist höher als von Trester (Anhang 11). Die Abbildung 18 zeigt den Unterschied zwischen den Trester- und TKM-Schokoladen.

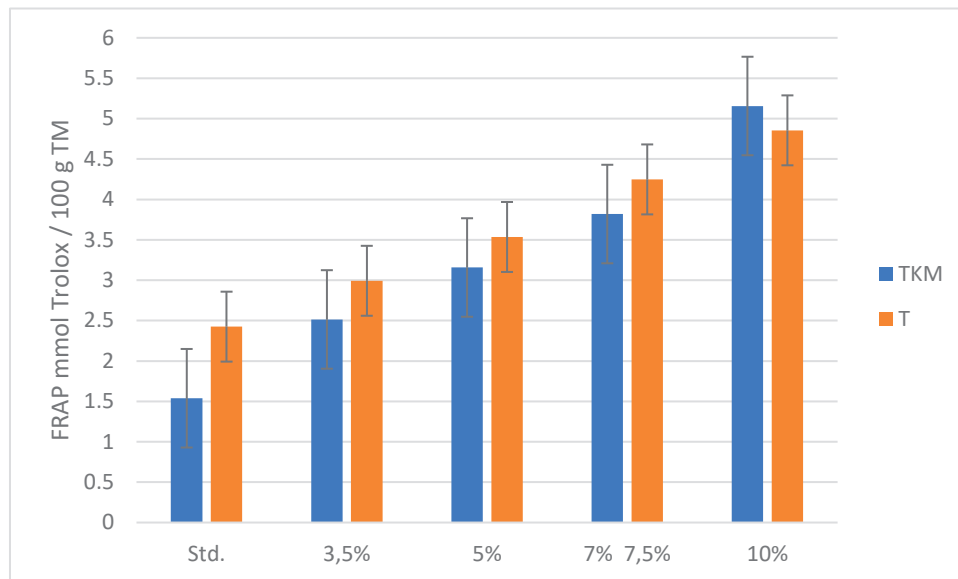


Abbildung 19: Vergleich der antioxidativen Reaktivität der Antioxidantien von TKM- und Trester-Schokolade

Aus der Abbildung 19 sieht man signifikante Unterschiede zwischen den beiden Schokoladen. Mit Ausnahme von der Schokolade 10% haben alle Trester-Schokolade höhere Reaktivität, weil sie von dem Polyphenolgehalt abhängen. Der völlig unerwartete Unterschied bei der Schokolade 10% kann auf einen Messfehler zurückführen. Die Reaktivität von Trester-Schokolade sollte nämlich höher als von TKM-Schokolade sein.

6. Diskussion und weitere Vorgehensweise

6.1. Vorzerkleinerungsversuche

Aus der Tabelle (6) ist zu merken, dass sich die Partikelgrößen bei den $d(0,90)$ -Werten in drei verschiedenen Gruppen verteilen. Das beweist den Unterschied der Wirksamkeit der verschiedenen Zerkleinerungsmethoden. Obwohl sich die KSM- und KM-Zerkleinerungsmethode in einer derselben Gruppe befinden, wurde die KSM-Methode nicht angenommen. Der Grund dafür war die gemessene Partikelgröße mittels dieser Methode nicht die angestrebte Partikelgröße. Auch wegen der sehr langen Mahldauer im Vergleich zur Menge der zerkleinerten Masse wurde diese Methode nicht bewilligt. Bei der KM-Methode ist die gemessene Partikelgröße dicht nahe zum erwünschten Bereich von $22\text{--}25\mu\text{m}$. Zwar dauert der Zerkleinerungsprozess wegen der dünnflüssigen Masse lang, aber es könnte große Menge dabei zerkleinert werden, die für mehrere Versuche reicht. Dies wird als verteilhaft betrachtet.

Zum weiteren ist vorgeschlagen, dass die zerkleinerte Masse mittels KM weniger als 50% flüssig sein soll. Das führt sicherlich zur kürzeren Mahldauer, und somit wäre es effektiver bezüglich auf die Energiekosten.

6.2. Partikelgröße der durchgeführten Versuche

Da die Bestimmung der Partikelgröße während der Herstellung über eine Bügelmessschraube erfolgt hat, hat diese Bestimmung sich als kompliziert erwiesen, und somit kann sie nicht als sinnvoll angesehen werden. Vor allem kommen die groben Partikel vielleicht dadurch zustande, dass die Schokoladenmasse während der Zerkleinerung ungleich beansprucht wurde. Das heißt, einerseits werden einige Partikel mehrmals beansprucht, andererseits werden Partikel gleichzeitig kaum oder gar nicht beansprucht.

Das Grobconchieren und die KM-Zerkleinerung einiger Versuche sollten in dieser Arbeit aus organisatorischen Gründen an getrennten Tagen durchgeführt werden. In diesem Fall musste das grobconchierte Masse zwischengelagert werden, was zur Absetzung des Fettes an der Oberfläche der Masse geführt hat. Sollte diese Masse an die Zerkleinerung gebracht werden, wurde sie mit dem Hand gerührt bzw. das aufgeschwommene Fett mitgemischt. Infolgedessen konnte die Fettverteilung unzureichend sein, und somit konnte die harmonische Zerkleinerung beeinflusst werden. Da die Partikelgrößen von Frau Glöde höher und sehr unterschiedlich waren, wurde keinen Zusammenhang ermittelt. Es wurde schon probiert, die Partikelgrößenverteilung miteinander auszuzeichnen, die erfolgte Abbildung war aber nicht aufgeklärt. Deswegen konnten sie nicht mitverglichen bzw. nicht betrachtet werden. Des Weiteren spielt die Reinigung der KM nach der Zerkleinerung eine große Rolle. In einigen Versuchen wie die Schokolade 7% wurde die

KM vor der Zerkleinerung wegen Zeitbeschränkung nicht gereinigt, sodass ausreichende Menge an sowohl feinen als auch groben Partikeln in ihrer Partikelgrößenverteilung gab. Insgesamt ist so zu sagen, dass die monomodale Verteilung fast bei allen Versuche gebildet wurde, wobei eine erwünschte Partikelgröße erreicht wurde.

6.3. Rheologieeigenschaften

Die bimodale Partikelgrößenverteilung weist normalerweise im Gegensatz zu monomaden Partikelgrößenverteilung wegen des höheren Feinanteils geringere Casson-Viskositäten (Bolenz et al., 2010). Mehrere Studien habe festgestellt, dass die Casson-Viskosität als besserer Indikator für die Akzeptanz der Verbraucher von Schokoladen betrachtet werden kann. Das bedeutet, dass die Schokoladen der niedrigeren Viskosität wegen des angenehmeeren Mundgefühls viel beliebter angenommen werden (Bolenz et al., 2000).

Insgesamt konnten die TKM-Schokoladen im Vergleich zur Standardschokolade sowohl bei feineren als auch bei gröberen Partikelgrößen bessere Fließeigenschaften erschaffen. Wenn die Fettgehalten zwischen 30-32%, Fließgrenze zwischen 20-25 Pa und Viskosität nach Casson 1,8-2,2 Pa.s sind, wird die Schokolade als hochwertig angesehen (Bolenz et al., 2011).

Zuerst soll es genannt werden, dass die in dieser Arbeit hergestellten Schokoladen hinsichtlich ihrer Partikelgrößenverteilung und Fließeigenschaften nicht als repräsentativ betrachtet werden können. Der KaBu-Anteil war nämlich bei einem Versuch falsch, und bei einem anderen Versuch war die bimodale Partikelgrößenverteilung unerwartet. Außerdem war es viel besser gewesen, wenn die Nachmischung des mit KaBu gemischten TKMs als Wiederholungsversuch für alle hergestellten Schokoladen durchgeführt wurde, um die Werten genauerer zu bestätigen.

Es könnte auch wie in den Masterprojekten von Almanasra 2018 und Hayani 2018 wieder festgestellt werden, dass mehr als 7% TKM-Anteil einen großen Einfluss auf die Fließeigenschaften der hergestellten Schokolade hat, wobei die Fließgrenze und Viskosität nach Casson deutlich gesunken werden.

Beim Vergleich aller neu hergestellten Schokolade und beschadet der als Mischung eingesetzten Schokoladen könnte festgestellt werden, dass sich eine geringere Lecithinzugabe am Anfang der Zerkleinerung positiv auf die Fließeigenschaften auswirkt. Das wurde besonders bei den Schokoladen 5% und 7% gemerkt, und somit haben diese Schokoladen eindeutig niedrigere Fließgrenze.

Zum Weiteren ist vorgeschlagen, dass die Nachmischungsmethode bei jedem durchzuführenden Versuch als Bestätigungsversuch zu erfolgen ist. Auch in dem gleichen Hinsicht ist die

Nachmischung mittels einem besser als in dieser Arbeit verwendeten Knetter als eine Optimierungsmöglichkeit empfohlen, um bessere TKM- bzw. Fettverteilung zu erledigen.

6.4. Energieverbrauch

Der Energieverbrauch hat eine interessante Bedeutung im Bereich der Schokoladeherstellung, wie im Abschnitt 5.4. erläutert ist. Ein Aspekt zur Verbesserung der Leistungsfähigkeit soll die Energieaufnahme während jeder Phase der Herstellung sorgfältig beobachtet. Als im Anhang 9 abzulesen ist, hat insbesondere die Conche hohe Energie verbraucht. Während des Grobconchierens wurde je 20min die Feuchtigkeit der Masse gemessen. Das bedeutet, dass das Gerät in der Zeit ausgeschaltet werden muss, und somit wird die Temperatur des Gerätes gesenkt. Wird das Gerät wieder eingeschaltet, wird höhere Energie zur Erreichung der gestellten Temperatur gebraucht, was zur mehreren verbrauchten Energie führt. Hierüber ist zum weiteren Arbeiten vorzuschlagen, dass die Feuchtigkeit bei den ersten zwei Phasen des Grobconchierens nämlich am Anfang der jeweiligen Phasen erst nach einer Stunde zu messen ist. Einerseits ist die erwünschte Feuchtigkeit jeder Phase vermutlich erst nach 90 Minuten zu erreichen, andererseits wird die gebrauchte Energie zur Gleichstellung der Temperatur eingespart. Denselben ist auch bei der Kugelmühle wegen der Partikelgrößemessung vorzuschlagen.

6.5. Gesamtpolyphenolbestimmung und FRAP-Test

Als die Messungen von Polyphenolgehalt bei allen Proben drei mal erfolgreich waren, könnte davon ausgehen, dass die Werte bestätigt wurden, und somit könnte die Gehalten durch diese Bestimmungsmethode präzise betrachtet werden. Die einzige Erklärung der großen Unterschied zwischen den Trester-Schokoladen und TKM-Schokoladen kann das zugesetzte Material sein. Die beiden Schokoladen wurden mittels gleicher Herstellungsmethode durchgeführt, sodass sie den gleichen Einfluss durch die Herstellung haben. Für weitere Arbeiten ist andere Methoden für die Polyphenolbestimmung vorzuschlagen, um die Ergebnisse zu vergleichen. Beim FRAP-Test sieht man deutlich, dass die antioxidative Reaktivität von dem Polyphenolgehalt abhängt, da sie mit dem Anstieg des Polyphenolgehaltes erhöht wurde. Dies gilt auch beim Unterschied zwischen der TKM- und Trester-Schokolade. Ein Ausnahme ist bei der Schokolade 10% wurde bemerkt. Der Grund dafür kann auf einen Messfehler zurückgeführt werden. Es wurde geplant, dass den FRAP-Test durch den TEAC-Test bestätigt werden. Aus organisatorischen Gründen konnte es aber nicht durchgeführt werden. Deswegen ist zu den weiteren Arbeiten vorzuschlagen, dass die antioxidative Reaktivität durch den TEAC-Test bestimmt wird.

7. Zusammenfassung

Im Rahmen dieser durchgeführten Masterarbeit wurde eine Milkschokolade mit Einsatz verschiedenen TKM-Anteile sowohl am Anfang des Prozesses als auch am Ende des Prozesses hergestellt. Die Auswirkung von TKM auf technologischen Parameter und erledigte Untersuchungen wurde erkannt. Die erzielten Ergebnisse wurden bezüglich auf die Partikelgrößenmessung, rheologische Eigenschaften, Polyphenolbestimmung und antioxidative Reaktivität von den hergestellten Schokoladen ausgewertet und diskutiert.

Vor allem wurde eine Standardschokolade (ohne TKM-Ansatz) als Kontrolleprobe hergestellt, um zu erkennen, wie sich das TKM mit verschiedenen Ansätze in der Schokolade verhält. Das bedeutet aber nicht, dass sie gleiche Werte erreicht werden musste. Die meisten physikalischen Untersuchungen haben keine Ähnlichkeit mit der Standardschokolade. Da die Partikelgrößen Abweichungen haben und sich auf die rheologischen Eigenschaften auswirkten, war die Vergleichbarkeit bei manchen Fällen ungenau. Die Ergebnisse könnten repräsentativer werden, wenn diese Abweichungen der Partikelgröße und Partikelgrößenverteilung der hergestellten Schokoladen reduziert werden.

Die Fließkurven der TKM-Schokoladen ähneln sich miteinander leicht, jedoch mit Ausnahme eines Versuches wegen des hohem KaBu-Anteils. Sowohl die Polyphenolgehalten als auch die antioxidative Reaktivität der hergestellten Schokoladen unterscheiden sich schrittweise zunehmend, je mehr TKM zugesetzt wurde. Mittels ANOVA wurden alle resultierenden Ergebnisse ausgewertet. Dies führt zur Erfassung von signifikanten Unterschieden zwischen den vergleichbaren Werten.

Eine weitere Vorgehensweise wäre zuerst eine bessere und ähnlichere Partikelgrößen zwischen den durchzuführenden Versuchen.

8. Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Hauptrezeptur aller Versuche

Tabelle 2: Die verwendeten Rohstoffe und deren Hersteller

Tabelle 3: Die verwendeten Maschinen und deren Hersteller

Tabelle 4: Chemikalien der Gesamtpolyphenolbestimmung und des FRAP-Testes

Tabelle 5: Geräte der Gesamtpolyphenolbestimmung und des FRAP-Testes

Tabelle 6 : Partikelgröße, relative Breite, Span und spezifische Oberfläche der vergleichbaren Versuche bezüglich auf die Partikelgröße

Tabelle 7: Rheologische Parameter aller vergleichbaren Versuche

Tabelle 8: Darstellung der Unterschiede zwischen M1, Std., 5%_N1 und M4 nach dem Tukey-

Tabelle 9: Darstellung der Unterschiede zwischen M1, Std., und M2 nach dem Tukey-Test

Tabelle 10: Darstellung der Unterschiede zwischen M2, 7%, und M6 nach dem Tukey-Test

Tabelle 11: Darstellung der Unterschiede zwischen 10%_V2, 5%, und 5%_N2 nach dem Tukey-Test

Tabelle 12: Übersicht des Energieverbrauchs aller neu durchgeführten Versuche

9. Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Wirbelkammer der Conche IMC 30 (Lipp Mischtechnik)

Abbildung 2: Aufbau der Rührwerkskugelmühle IMP (Lipp Mischtechnik)

Abbildung 3 : : Aufbau einer Bügelmessschraube (Pfeffer)

Abbildung 4: Schematische Darstellung des Messprinzips des Lesebeugungsspektrometers

Abbildung 5: Aufbau eines koaxialen Rotationsviskosimeters (Feldkeller, 2014)

Abbildung 6: FRAP-Test; Reduktion des Fe (III)(TPTZ) Komplexes

Abbildung 7: Partikelgrößenverteilung der Schokoladen: Std., M1, M4, 5%N1

Abbildung 8: Partikelgrößenverteilung der Schokoladen: Std., M1, M4, 5%N1

Abbildung 9: Partikelgrößenverteilung der Schokoladen: M2, 7%, M6

Abbildung 10: Partikelgrößenverteilung der Schokoladen: 10% V(2)*, 5%, 5%_N2

Abbildung 11: Fließkurven der Schokoladen: M1, Std., 5%N_1, M4

Abbildung 12: Fließkurven der Schokoladen: M1, Std., M2

Abbildung 13: : Fließkurven der Schokoladen: M2, 7%, M6

Abbildung 14 : Fließkurven der Schokoladen: 10%_V2*, 5%, 5%_N2

Abbildung 15: Darstellung der Eichkurve der Gallussäure-Standardreihe

Abbildung 16: Darstellung der Polyphenolgehalten der untersuchten Schokoladen in mittleren Werten

Abbildung 17: Graphische Darstellung der Unterschiede zwischen den Polyphenolgehalten von TKM und Trester

Abbildung 18: Die Darstellung der Kurve von Trolox-Lösung aus der Standardreihe

Abbildung 19 : Vergleich der antioxidativen Reaktivität der Antioxidantien von TKM- und Trester-Schokolade

10. Literaturverzeichnis

Afoakwa E., Paterson A., Fowler M.: Factors influencing rheological and textural qualities in chocolate – review, University of Strathclyde, United Kingdom, 2007.

Beckett ST: Industrial chocolate manufacture and use. Wiley-Blackwell, Chichester, United Kingdom, 2009.

Beckett, S.T.: Industrial Chocolate Manufacture and Use, 3. Aufl. Malden: Blackwell, 1999

Bolenz S., Manske A., Lipp E.: Einfluss von Rohstoffen und Zerkleinerungstechniken auf Partikelgrößenverteilung und Fließeigenschaften von Schokoladenmasse. Bericht HS Neubrandenburg, 2010a.

BfR: Hyperaktivität und Zusatzstoffe – gibt es einen Zusammenhang?, Stellungnahme Nr. 040/2007, 2007

Bolenz S, Meier J, Schäpe R.: Milkschokoladen in Deutschland: Parameter, die die Verbraucherakzeptanz beeinflussen, 2000

Bolenz, S.: Verfahren zur Herstellung fettarmer, milchtrockenproduktthaltiger Schokolade mittels Mahlkörpermühle. Bundesrepublik Deutschland, deutsches Patent- und Markenamt, 2010.

Bolenz S., Manske A.: Impact of fat content during grinding on particle size distribution and flow properties of milk chocolate. European Food Research and Technology: 2013

Bolenz, S., Manske, A., Langer, M.: Improvement of process parameters and evaluation of milk chocolates made by the new coarse conching process. European Food Research and Technology, 2014.

Bolenz S., Manske A., Lipp E.: Überprüfung der Wirkung unterschiedlicher Lecithindosierungen, unterschiedlicher Kugelgrößen und des Nachscherens auf die Eigenschaften flüssig zerkleinerter Milkschokolade. Bericht HS Neubrandenburg, 2011

Bühler AG.: Das Zweistufen-Walzen von Schokolade – ein wichtiger Schritt zu einer optimalen Conchierung, CH-6240 Uzwil, Schweiz.

Diezi M, Buclin T, Diezi J.: Lebensmittelzusatzstoffe und Aufmerksamkeitsdefizit/Hyperaktivität beim Kind, Peadiatrica, Lausanne, 2011

Feldkeller M.: Herstellung von weißer Schokolade im Technikumsmaßstab unter Verwendung des Grobconchiervorgangs. Bachelorarbeit. HS Neubrandenburg, 2014.

Fructum Vitis: Der Traubenkern – Ein Produkt aus dem Wallis Alt werden und dabei Jung bleiben, Traubenkern-Manufaktor, Susten, Switzerland.

Kleinert J.: Handbuch der Kakaoverarbeitung und Schokoladenherstellung. 1.Aufl. Hamburg: Behr's Verlag GmbH, 1997.

Kleinert J.: Handbuch der Kakaoverarbeitung und Schokoladentechnologie, Behr's Verlag.

Kos, J.: Herstellung von Schokoalbe mit Traubentrester unter Nutzung des Grobconchier – Verfahrens, Masterarbeit, HS Neubrandenburg, 2018.

Mezger, T.: Angewandte Rheologie. 2. Aufl. Graz: Anton Paar GmbH, 2015.

Paschke M.: Vergleich von Labormethoden zur Messung des antioxidativen Potentials von Pflanzenteilen. HS Neubrandenburg, Masterthesis, 2012.

Römisch, J.: Physikalische und sensorische Eigenschaften von Schokoladen unterschiedlicher Herstellungsmethoden, Masterarbeit, HS Neubrandenburg, 2012.

Sun AY, Simonyi A, Sun GY: The “French Paradox” and beyond: neuroprotective effects of polyphenols. Free Radic Biol. Med. 2015.

Soto M. L., Falqué E., Dominguez H.: Relevance of Natural Phenolics from Grape and Derivative Products in the Formulation of Cosmetics. Cosmetics 2015.

Statista GmbH: Pro-Kopf-Absatz von Schokoladenwaren in Deutschland in den Jahren 2010 bis 2021* (in Kilogramm), 17.07.2019.

<https://de.statista.com/statistik/daten/studie/72632/umfrage/pro-kopf-verbrauch-von-schokoladenwaren-in-deutschland/>

Strasser, M.: Optimierung einer Milkschokoladenrezeptur mit den Lebensmittelekzutzen Inulin und Traubentrester, Bachelorarbeit, HS Neubrandenburg, 2018,

Tscheuschner, H.-D.: Grundzüge der Lebensmitteltechnik, 4. Aufl. Hamburg, 2017

<https://www.lippmischtechnik.de>

Wollgast J.: The contents and effects of polyphenols in chocolate. Universität Giessen, 2004.

Wigena: Traubenkerne, Rutwiga Ingard Ortner, Bad Füssing, Deutschland.

11. Anhänge

Anhang 1: Vollständige Rezeptur der 5% TKM-Milchschokolade (nachgemischt 2)

Rohstoff	Menge (%)	Fett (%)	Fett in Mix (%)	TM (%)	Menge TM (%)	Menge TM auf 100%
Kakaomasse	15,00	55,00	8,25	99,00	14,85	15,09
Kakaobutter	17,00	100,00	17,00	100,00	17,00	17,27
Zucker	27,19	0,00	0,00	100,00	27,19	27,63
Lactose	8,00	0,00	0,00	96,00	7,68	7,80
Milchfett	4,40	99,80	4,39	99,80	4,39	4,46
Magermilchpulver	7,50	1,00	0,08	96,00	7,20	7,32
Permeatpulver	15,20	0,02	0,003	96,00	14,59	14,83
Traubenkernmehl	5,00	0	0	95,50	4,78	4,85
Vanillin	0,01	0,00	0,00	100,00	0,01	0,01
Lecithine	0,70	94,00	0,66	100,00	0,70	0,71

Anhang 2: Erklärung der Rohstoffenzugabe der einzelnen Phasen des Grobconchierens

Phase	Rohstoff	Menge (%)	Fett (%)	Fett in Mix (%)	Einwaage real (Kg)
Trockende Phase	Kakaobutter 1	5,08	100,00	5,08	0,76
	Zucker	27,64	0,00	0,00	4,15
	Lactose	7,81	0,00	0,00	1,22
	Magermilchpulver	7,32	1,00	0,07	1,14
	Permeatpulver	14,83	0,02	0,003	2,32
Fett in Mix (%)	8,22				
Pastöse Phase	Kakaomasse	15,09	55,00	8,30	2,29
	17,30				
Fett in Mix (%)					
Flüssige Phase	Kakaobutter 2	5,07	100,00	5,07	0,76
	Milchfett	4,46	99,80	4,45	0,67
	Vanillin	0,01	0,00	0,00	0,002
Fett in Mix (%)	26,32				

Die Berechnung des zugegebenen TKMs und der restlichen Kakaobutter nach der Zerkleinerung:

Bei dem Grobconchieren war die gemischte Masse 13,29 Kg, weil das mit Kakaobutter gemischte TKM (im Ansatz 50%) mit der fertigen Schokolade gemischt wurde. Die Menge der Kakaobutter wurde beim Grobconchieren verringert, um den Verlust zu berücksichtigen. Nach der Zerkleinerung erfolgte der Verlust der Masse (13,29 Kg) um 26,26%.

- Die gesamte Masse nach dem Verlust: $13,29 - (13,29 * 26,26\%) = 9,8 \text{ Kg}$
- Die gesamte Kakaobutter (für 15 Kg Masse): 2,59 Kg
- Die Kakaobutter 1: 0,760 Kg

- Die Kakaobutter 2: 0,760 Kg
- Der Verlust der Kakaobutter: $26,26\% * (0,760 + 0,760) = 0,399 \text{ Kg}$
- Die Menge der Kakaobutter in der fertigen zerkleinerte Schokolade: $1,52 - 0,399 = 1,121 \text{ Kg}$
- Um 17,2% Kakaobutter in der fertigen Schokolade zu kriegen, wurde 0,56 Kg Kakaobutter (die mit TKM gemischt) und 0,24 Kg Kakaobutter (reine Masse) dazugegeben.
- Um 5% TKM in der fertigen Schokolade zu kriegen, wurde 0,56 Kg TKM dazugegeben.

Das heißt, Die gesamte Masse: 9,8 (zerkleinerte Masse) + 1,12 (TKM mit Kakaobutter im Ansatz von 50%) + 0,24 (reine Kakaobutter) = 11,16 Kg

Anhang 3: Partikelgröße, relative Breite, Span und spezifische Oberfläche aller durchgeführten Versuche

Probe	Partikelgröße [µm]				relative Breite	Span	spez. Oberfläche [m²/g]
	d (0,1)	d (0,5)	d (0,9)	d (0,99)			
M1	2,76 ^{CD} ±0,13	8,09 ^C ±0,2	22,13 ^{DE} ±1,35	34,92 ^{BC} ±5,57	8,01 ^{CDE} ±0,16	2,39 ^{DEF} ±0,09	1,04 ^{ABC} ±0,04
7%_V1*	2,89 ^{ABC} ±0,08	7,98 ^C ±0,14	21,1 ^E ±1,02	***	7,29 ^E ±0,48	2,27 ^F ±0,11	1,02 ^{ABC} ±0,02
10%_V2*	2,70 ^D ±0,09	8,22 ^C ±0,25	24,47 ^{ABC} ±0,65	***	9,07 ^A ±0,23	2,65 ^A ±0,07	1,03 ^{ABC} ±0,03
Std.	2,95 ^{AB} ±0,06	8,30 ^{BC} ±0,19	22,19 ^{DE} ±0,26	35,99 ^{BC} ±1,16	7,54 ^E ±0,12	2,32 ^{EF} ±0,05	0,98 ^{CD} ±0,02
M2	2,66 ^D ±0,01	8,06 ^C ±0,07	22,34 ^{DE} ±0,62	31,94 ^C ±1,62	8,40 ^{BCD} ±0,20	2,44 ^{CDE} ±0,06	1,06 ^A ±0,01
M3	2,98 ^A ±0,07	8,82 ^{AB} ±0,27	25,79 ^A ±0,96	44,94 ^A ±3,11	8,65 ^{AB} ±0,15	2,59 ^{AB} ±0,02	0,95 ^D ±0,02
5%	2,96 ^{AB} ±0,15	8,82 ^A ±0,36	24,86 ^{AB} ±0,94	38,12 ^B ±2,71	8,41 ^{BC} ±0,54	2,48 ^{BCD} ±0,06	0,96 ^D ±0,04
5%_N1	2,74 ^{CD} ±0,14	8,03 ^C ±0,17	21,57 ^{DE} ±0,48	32,07 ^C ±1,97	7,88 ^{CDE} ±0,22	2,34 ^{DEF} ±0,01	1,05 ^{AB} ±0,04
5%_N2	2,79 ^{BCD} ±0,0)	8,76 ^{AB} ±0,31	23,44 ^{BCD} ±0,84	32,65 ^C ±1,21	8,39 ^{BCD} ±0,19	2,36 ^{DEF} ±0,01	1,00 ^{BCD} ±0,02
7%	2,70 ^D ±0,0)	8,21 ^C ±0,14	22,66 ^{CDE} ±0,65	31,76 ^C ±0,02	8,41 ^{BC} ±0,21	2,43 ^{CDE} ±0,04	1,05 ^{AB} ±0,01
M4	2,67 ^D ±0,0)	8,09 ^C ±0,11	21,97 ^{DE} ±1,08	31,27 ^C ±1,98	8,23 ^{BCD} ±0,40	2,38 ^{DEF} ±0,11	1,06 ^{AB} ±0,01
M5	2,74 ^{CD} ±0,0)	7,96 ^C ±0,42	21,31 ^E ±1,17	31,31 ^C ±0,96	7,77 ^{DE} ±0,50	2,33 ^{EF} ±0,0)	1,05 ^{AB} ±0,02
M6	2,65 ^D ±0,0)	7,94 ^C ±0,20	22,95 ^{BCDE} ±0,96	34,12 ^{BC} ±1,54	8,65 ^{AB} ±0,29	2,56 ^{ABC} ±0,0)	1,07 ^A ±0,02

Anhang 4: Partikelgröße, relative Breite, Span und spezifische Oberfläche der Schokoladen M1, Std., 5%_N1 und M4

Probe	Partikelgröße [µm]				relative Breite	Span	spez. Oberfläche [m²/g]
	d (0,1)	d (0,5)	d (0,9)	d (0,99)			
M1	2,76 ^B ±0,13	8,09 ^A ±0,23	22,13 ^A ±1,35	34,92 ^A ±5,57	8,01 ^A ±0,16	2,39 ^A ±0,09	1,04 ^{AB} ±0,04
Std.	2,95 ^A ±0,06	8,30 ^A ±0,19	22,19 ^A ±0,26	35,99 ^A ±1,16	7,54 ^B ±0,12	2,32 ^A ±0,05	0,98 ^B ±0,02
5%_N1	2,74 ^B ±0,14	8,03 ^A ±0,17	21,57 ^A ±0,48	32,07 ^A ±1,97	7,88 ^{AB} ±0,22	2,34 ^A ±0,01	1,05 ^A ±0,04
M4	2,67 ^B ±0,02	8,09 ^A ±0,11	21,97 ^A ±1,08	31,27 ^A ±1,98	8,23 ^A ±0,40	2,38 ^A ±0,11	1,06 ^A ±0,01

Anhang 5: Partikelgröße, relative Breite, Span und spezifische Oberfläche der Schokoladen M1, Std. und M2

Probe	Partikelgröße [µm]				relative Breite	Span	spez. Oberfläche [m²/g]
	d (0,1)	d (0,5)	d (0,9)	d (0,99)			
M1	2,76 ^B ±0,13	8,09 ^A ±0,23	22,13 ^A ±1,35	34,92 ^A ±5,57	8,01 ^B ±0,16	2,39 ^{AB} ±0,09	1,04 ^A ±0,04
Std.	2,95 ^A ±0,06	8,30 ^A ±0,19	22,19 ^A ±0,26	35,99 ^A ±1,16	7,54 ^C ±0,12	2,32 ^B ±0,05	0,98 ^B ±0,02
M2	2,66 ^B ±0,01	8,06 ^A ±0,07	22,34 ^A ±0,62	31,94 ^A ±1,62	8,40 ^A ±0,20	2,44 ^A ±0,06	1,06 ^A ±0,01

Anhang 6: Partikelgröße, relative Breite, Span und spezifische Oberfläche der Schokoladen M2, 7% und M6

Probe	Partikelgröße [µm]				relative Breite	Span	spez. Oberfläche [m²/g]
	d (0,1)	d (0,5)	d (0,9)	d (0,99)			
M2	2,66 ^A ±0,01	8,06 ^{AB} ±0,07	22,34 ^A ±0,62	31,94 ^A ±1,62	8,40 ^A ±0,20	2,44 ^B ±0,06	1,06 ^A ±0,01
7%	2,70 ^A ±0,01	8,21 ^A ±0,14	22,66 ^A ±0,65	31,76 ^A ±0,02	8,41 ^A ±0,21	2,43 ^B ±0,04	1,05 ^A ±0,01
M6	2,65 ^A ±0,06	7,94 ^B ±0,20	22,95 ^A ±0,96	34,12 ^A ±1,54	8,65 ^A ±0,29	2,56 ^A ±0,06	1,07 ^A ±0,02

Anhang 7: Partikelgröße, relative Breite, Span und spezifische Oberfläche der Schokoladen M2, 7% und M6

Probe	Partikelgröße [µm]				relative Breite	Span	spez. Oberfläche [m²/g]
	d (0,1)	d (0,5)	d (0,9)	d (0,99)			
10%_V2*	2,70 ^B ±0,09	8,22 ^B ±0,25	24,47 ^{AB} ±0,65	-	9,07 ^A ±0,23	2,65 ^A ±0,07	1,03 ^A ±0,03
5%	2,96 ^A ±0,15	8,82 ^A ±0,36	24,86 ^A ±0,94	38,12 ^A ±2,71	8,41 ^B ±0,54	2,48 ^B ±0,06	0,96 ^B ±0,04
5%_N2	2,79 ^{AB} ±0,04	8,76 ^A ±0,31	23,44 ^B ±0,84	32,65 ^B ±1,21	8,39 ^B ±0,19	2,36 ^C ±0,01	1,00 ^{AB} ±0,02

Anhang 8: Analyse der Unterschiede zwischen Kategorien mit einem Konfidenzintervall von 95% (d (0,9)):

Versuch / Tukey (HSD) / Analysis of the differences between the categories with a confidence interval of 95% (d (0.9)):										
Contrast	Differenced	critical value	Pr > Diff	Significant						
0,05 vs 5%_N1	3,292	6,195	3,310	< 0,0001	Yes					
0,05 vs M4	2,895	5,448	3,310	< 0,0001	Yes					
0,05 vs M1	2,731	5,140	3,310	0,000	Yes					
0,05 vs Std.	2,667	5,018	3,310	0,000	Yes					
0,05 vs M2	2,521	4,745	3,310	0,001	Yes					
0,05 vs 0,07	2,203	4,145	3,310	0,005	Yes					
0,05 vs M6	1,911	3,596	3,310	0,023	Yes					
0,05 vs 5%_N2	1,418	2,669	3,310	0,215	No					
0,05 vs 10%_V2*	0,393	0,740	3,310	0,999	No					
10%_V2* vs 5%_N1	2,899	5,455	3,310	< 0,0001	Yes					
10%_V2* vs M4	2,502	4,708	3,310	0,001	Yes					
10%_V2* vs M1	2,338	4,399	3,310	0,002	Yes					
10%_V2* vs Std.	2,273	4,278	3,310	0,003	Yes					
10%_V2* vs M2	2,128	4,005	3,310	0,007	Yes					
10%_V2* vs 0,07	1,809	3,405	3,310	0,039	Yes					
10%_V2* vs M6	1,517	2,855	3,310	0,146	No					
10%_V2* vs 5%_N2	1,025	1,928	3,310	0,650	No					
5%_N2 vs 5%_N1	1,874	3,527	3,310	0,028	Yes					
5%_N2 vs M4	1,477	2,779	3,310	0,172	No					
5%_N2 vs M1	1,313	2,471	3,310	0,309	No					
5%_N2 vs Std.	1,249	2,350	3,310	0,377	No					
5%_N2 vs M2	1,103	2,076	3,310	0,552	No					
5%_N2 vs 0,07	0,785	1,476	3,310	0,895	No					
5%_N2 vs M6	0,493	0,927	3,310	0,995	No					
M6 vs 5%_N1	1,381	2,600	3,310	0,245	No					
M6 vs M4	0,984	1,852	3,310	0,699	No					
M6 vs M1	0,821	1,544	3,310	0,867	No					
M6 vs Std.	0,756	1,423	3,310	0,914	No					
M6 vs M2	0,611	1,149	3,310	0,977	No					
M6 vs 0,07	0,292	0,550	3,310	1,000	No					
0,07 vs 5%_N1	1,089	2,050	3,310	0,569	No					
0,07 vs M4	0,692	1,303	3,310	0,948	No					
0,07 vs M1	0,529	0,995	3,310	0,991	No					
0,07 vs Std.	0,464	0,873	3,310	0,997	No					
0,07 vs M2	0,319	0,600	3,310	1,000	No					
M2 vs 5%_N1	0,771	1,450	3,310	0,905	No					
M2 vs M4	0,374	0,703	3,310	0,999	No					
M2 vs M1	0,210	0,395	3,310	1,000	No					
M2 vs Std.	0,145	0,274	3,310	1,000	No					
Std. vs 5%_N1	0,625	1,177	3,310	0,973	No					
Std. vs M4	0,228	0,430	3,310	1,000	No					
Std. vs M1	0,064	0,121	3,310	1,000	No					
M1 vs 5%_N1	0,561	1,056	3,310	0,987	No					
M1 vs M4	0,164	0,308	3,310	1,000	No					
M4 vs 5%_N1	0,397	0,747	3,310	0,999	No					
Tukey's d critical value:			4,681							

Anhang 9: Übersicht des Energieverbrauches der hergestellten Schokoladen mit geklärten Stromaufnahmen jeder Phase der Conche

VERSUCH	MENGE [KG]	ZEIT [ST.]	KWH	KWH/KG
TKM (KM)	10	4,25	7,08	0,71
STD.				
1.PH.	9,74	1,88	2,27	0,23
2.PH.	12,02	2,17	2,2	0,18
3.PH.	15,03	0,7	1,13	0,08
			5,6	0,49
KM	14,12	2,75	2,65	0,19
5%				
1.PH.	10,34	2,5	3,5	0,34
2.PH.	12,62	1,83	1,93	0,15
3.PH.	15,09	0,67	0,74	0,05
			6,17	0,54
KM	14,36	2,42	2,95	0,21
5%_N1				
1.PH.	9,58	2,5	2,71	0,28
2.PH.	11,86	2,5	3,7	0,31
3.PH.	13,86	0,58	0,79	0,06
			7,2	0,65
KM	8,82	2,57	3,66	0,41
5%_N2				
1.PH.	9,58	1,8	2,37	0,25
2.PH.	11,86	1,5	1,12	0,09
3.PH.	13,30	0,6	0,64	0,05
			4,13	0,39
KM	12,52	2,35	3,48	0,28
7%				
1.PH.	10,65	1,92	2,71	0,25
2.PH.	12,94	1,67	1,45	0,11
3.PH.	15,14	0,53	0,68	0,04
			4,84	0,4
KM	14,48	2	2,8	0,19

Anhang 10: Ergebnisse der unterschiedlichen Polyphenolgehalten in der Schokolden im Vergleich zu rohem TKM und Standardschokolade

Probe	PP-Gehalt [mg/l]	FRAP [mmol/l]
TKM	2153,96 ^A ± 253,36	23,34 ^A ± 2,57
Std.	148,63 ^C ± 3,04	1,54 ^B ± 0,07
M1	142,87 ^C ± 3,85	2,15 ^B ± 0,07
M2	188,83 ^{BC} ± 6,03	2,87 ^B ± 0,37
M4	244,28 ^{BC} ± 15,37	2,53 ^B ± 0,35
5%	295,25 ^{BC} ± 15,22	2,59 ^B ± 0,19
5%_N1	290,44 ^{BC} ± 3,48	4,68 ^B ± 1,46
5%_N2	338,24 ^{BC} ± 8,86	3,40 ^B ± 0,27
M5	300,15 ^{BC} ± 13,44	2,81 ^B ± 0,21
M6	262,74 ^{BC} ± 17,61	2,30 ^B ± 0,13
7%	354,43 ^{BC} ± 7,54	3,57 ^B ± 0,02
M3	304,08 ^{BC} ± 4,14	2,99 ^B ± 0,08
7%_V1*	454,41 ^{BC} ± 60,18	4,89 ^B ± 0,04
10%_V2*	577,78 ^B ± 6,19	5,16 ^B ± 0,03

Anhang 11: Ergebnisse der Gesamtpolyphenolbestimmung und FRAP-Test im Vergleich zu den Ergebnissen von Frau Glöde

Probe	PP mg GAE/ 100g TM	FRAP in mmol Trolox/ 100 g FM	Probe	PP mg GAE/ 100g TM	FRAP in mmol Trolox/ 100 g FM
TKM	2153,96 ± 253,36	23,34 ± 2,57	T*	2576,44 ± 14,53	21,535 ± 0,11
Std.	148,63 ^E ± 3,04	1,54 ^C ± 0,07	Std.*	281,75 ^{DE} ± 11,45	2,43 ^{CD} ± 0,17
3,5%	191,99 ^E ± 42,60	2,51 ^{CD} ± 0,42	3,5%*	392,65 ^C ± 29,95	2,99 ^{BCD} ± 0,17
5%	297,36 ^D ± 27,36	3,16 ^{BCD} ± 1,08	5%*	446,18 ^{BC} ± 15,07	3,54 ^{ABC} ± 0,16
7%	370,97 ^C ± 71,66	3,82 ^{ABC} ± 0,80	7,5%*	538,25 ^{AB} ± 19,11	4,25 ^{ABC} ± 0,15
10%	577,78 ^A ± 6,19	5,16 ^A ± 0,03	10%*	631,60 ^A ± 8,30	4,86 ^{AB} ± 0,25

Exponenten Indizes A, B, C, D, E beschreiben durch Gruppenbildung die signifikanten Unterschiede der Proben nach dem Tukey Test (HSD) bei Toleranz $\alpha=0,001$

*Werte aus Frau Glöde übernommen