



Hochschule Neubrandenburg
University of Applied Sciences

Fachbereich Agrarwirtschaft und Lebensmittelwissenschaften
Studiengang Lebensmitteltechnologie
Modul B45 Bachelor-Arbeit
Sommersemester 2018

Bachelorarbeit
Thema:
Validierung der Mischgenauigkeit
einer Ausmischanlage für
(Frucht-)Säfte

URN: [urn:nbn:de:gbv:519.thesis-2018-0037-1](https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:gbv:519.thesis-2018-0037-1)

vorgelegt von: Sven Bleuse
Erstprüfer: Prof. Dr. Siegfried Bolenz
Zweitprüfer: Herr Dipl.-Ing. Thomas Kögel

Neubrandenburg, den 10.08.2018

Abstract

Fruit juices are among the most popular drinks in Germany. According to the fruit juice industry association, the per capita consumption last year (2017) were 32.2 liters.

In the context of increasing the filling quantity of (fruit) juices, a more powerful mixing plant is to be built, which will then be validated in the following bachelor thesis. Particular attention is paid to the following product-relevant properties, such as the acidity, the density and the extract content of the juices. In addition, a mass balance comparison is carried out with the old mixing plant in order to document and reduce the amounts of wastage. The "Cleaning in Place" validation should also be checked here.

When accepting the juices, the required times are also to be determined, which are required from the incoming goods inspection to the release of the blended juices.

The aim is therefore to check the system in its functioning and readjust if necessary to ensure a flawless production.

Inhaltsverzeichnis

| | |
|--|----|
| Abstract..... | 2 |
| Inhaltsverzeichnis..... | 3 |
| Abkürzungsverzeichnis..... | 4 |
| Einheitenverzeichnis | 4 |
| 1. Einleitung..... | 5 |
| 2. Stand von Wissenschaft und Technik..... | 6 |
| 2.1 Rechtliche Bestimmung von Fruchtsäften, Gemüsesäften, Fruchtsäften aus Fruchtsaftkonzentraten und Fruchtnektaren..... | 6 |
| 2.2 Validierung von Prozessen | 7 |
| 2.3 Funktionsweise und Aufbau einer Ausmischanlage für Fruchtsäfte..... | 7 |
| 2.4 Definition, Funktionsweise und Aufbau einer „CIP-Anlage“..... | 8 |
| 3. Material und Methoden..... | 9 |
| 3.1 Versuchsplanung, Projektübersicht..... | 11 |
| 3.2 Rohstoffe und Rezepturen..... | 12 |
| 3.3 Produktionslinie im Unternehmen..... | 12 |
| 3.4 Analytische Methoden..... | 15 |
| 3.4.1 Bioluminesenzmessung zur Überprüfung der Reinigung..... | 15 |
| 3.4.2 Dichtemessung | 16 |
| 3.5.3 Extraktgehaltmessung..... | 16 |
| 3.4.4 Säuregehaltmessung..... | 17 |
| 3.5 Mengenbilanz..... | 17 |
| 3.6 Statistische Auswertung der Daten..... | 19 |
| 4. Ergebnisse..... | 20 |
| 4.1 Erste Hauptversuchsserie..... | 20 |
| 4.1.1 Schlussfolgerungen und weiteres Vorgehen..... | 20 |
| 4.2 Zweite Hauptversuchsserie..... | 20 |
| 4.3 Dritte Hauptversuchsserie..... | 23 |
| 4.4 Abschlussdiskussion..... | 26 |
| 5. Zusammenfassung..... | 27 |
| 6. Literaturverzeichnis..... | 28 |
| 7. Abbildungsverzeichnis..... | 30 |
| 8. Tabellenverzeichnis..... | 30 |
| 9. Anhang..... | 30 |
| 10. Eidstattliche Erklärung..... | 37 |

Abkürzungsverzeichnis

| | |
|------|---------------------------------------|
| C | Konzentration |
| CIP | Cleaning-in-Place |
| F | Durchflussmenge |
| EG | Europäische Gemeinschaft |
| GmbH | Gesellschaft mit beschränkter Haftung |
| LED | Leuchtdiode |
| P | Druck |
| s | Standardabweichung |
| VarK | Variationskoeffizient |
| x | Mittelwert |

Einheitenverzeichnis

| | |
|-------------------|---|
| bar | Druckeinheit bar |
| °Brix | Grad Brix |
| °C | Grad Celsius |
| cm ² | Quadratcentimeter |
| g | Gramm |
| h | Stunde |
| kg | Kilogramm |
| g/l | Gramm pro Liter |
| g/cm ³ | Gramm pro Kubikcentimeter |
| l | Liter |
| l/h | Liter pro Stunde |
| m ³ /h | Kubikmeter pro Stunde |
| min | Minute |
| ml | Milliliter |
| nm | Nanometer |
| mS/cm | Millisiemens pro Quadratcentimeter |
| % | Prozent |
| RLU | Relative Light Units, Relative Lichteinheiten |
| sek | Sekunden |

1. Einleitung

Fruchtsäfte gehören zu den beliebtesten Getränken in ganz Deutschland. Laut Verband der Fruchtsaftindustrie betrug der Pro-Kopf-Verbrauch im letztem Jahr (2017) 32,2 Liter. Deutschlandweit produzieren derzeit 346 Unternehmen, mit ungefähr 7500 Beschäftigten, in einem Jahr 3,98 Milliarden Liter Fruchtsaft und erwirtschaften somit einen Umsatz von 3,54 Milliarden Euro. (<https://www.fruchtsaft.de/branche/daten-und-fakten/>)

Eines dieser Unternehmen ist die Sonnländer Holding GmbH, ein Tochterunternehmen der EDEKA-Gruppe. Sie produziert an zwei Standorten in Deutschland, mit 240 Beschäftigten, hochwertige Fruchtsäfte. Zusätzlich gehören eine Bio-Apfelplantage in Mecklenburg-Vorpommern, eine eigene Logistikflotte und ein Werk zur Herstellung von Apfelsaftkonzentrat in Polen zum Unternehmen.

(<http://www.sonnlaender.de/de/sonnlaender/unternehmen/unternehmen.html>)

Die Projektpartner sind bei dieser Bachelorarbeit zum Einen die Sonnländer Holding GmbH, die Anlagenbaufirma PAT und zum Anderen die Hochschule Neubrandenburg.

Im Rahmen der Steigerung der Abfüllmenge von (Frucht-)Säften soll eine leistungstärkere Ausmischanlage gebaut werden, welche dann in der nachfolgenden Bachelorarbeit validiert werden soll. Besonderer Augenmerk liegt hierbei auf den folgenden produktrelevanten Eigenschaften, wie dem Säuregehalt, der Dichte und dem Extraktgehalt der Säfte. Zusätzlich wird ein Mengenbilanzvergleich mit der alten Ausmischanlage durchgeführt, um die Schwundmengen zu dokumentieren und zu reduzieren. Auch die "Cleaning in Place"-Validierung soll hier mitkontrolliert werden.

Bei der Annahme der Säfte sollen auch die benötigten Zeiten ermittelt werden, die von der Wareneingangskontrolle bis zur Freigabe der Ausgemischten Säfte benötigt werden.

Ziel ist es also die Anlage in ihrer Funktionsweise zu überprüfen und gegebenenfalls nachzujustieren um eine einwandfreie Produktion gewährleisten zu können.

2. Stand von Wissenschaft und Technik

2.1 Rechtliche Bestimmung von Fruchtsäften, Gemüsesäften, Fruchtsäften aus Fruchtsaftkonzentraten und Fruchtnektaren

Die Sonnländer GmbH stellt Fruchtsäfte, Gemüsesäfte, Fruchtsäfte aus Fruchtsaftkonzentraten sowie Fruchtnektare her. Diese sind rechtlich wie folgt definiert. FrSaftErfrischGetrVerordnung, vom 24.05.2004, welche in den EG-Richtlinien sowie in den deutschen Leitsätzen geregelt werden:

„Der gärfähige, jedoch nicht gegorene Teil gesunder und reifer Früchte (frisch oder durch Kälte haltbar gemacht) einer oder mehrerer Fruchtarten gewonnene Erzeugnis, das die für den Saft dieser Frucht/Früchte charakteristische Farbe, das dafür charakteristische Aroma und den dafür charakteristischen Geschmack aufweist. [...],“

Hierzu werden auch die Fruchtsäfte aus Fruchtsaftkonzentraten definiert „[...] das gewonnen wird, indem das dem Saft bei der Konzentrierung entzogene Wasser dem Fruchtsaftkonzentrat wieder hinzugefügt wird und die dem Saft verloren gegangenen Aromastoffe sowie gegebenenfalls Fruchtfleisch und Zellen, die beim Prozess der Herstellung des betreffenden Fruchtsaftes oder von Fruchtsaft derselben Art zurückgewonnen wurden, zugesetzt werden.

Das zugefügte Wasser muss, insbesondere unter chemischen, mikrobiologischen und organoleptischen Gesichtspunkten, geeignet sein, die wesentlichen Merkmale des Saftes zu gewährleisten.“

In der FrSaftErfrischGetrVerordnung sind auch die Fruchtnektare wie folgt definiert:

„Fruchtnektar ist das gärfähige, jedoch nicht gegorene Erzeugnis, das durch Zusatz von Wasser mit oder ohne Zusatz von Zuckerarten oder Honig zu den unter den Nummern 1 bis 4 genannten Erzeugnissen, zu Fruchtmark, konzentriertem Fruchtmark oder zu einem Gemisch dieser Erzeugnisse hergestellt wird und außerdem der Anlage 5 entspricht.“

(http://www.gesetze-im-internet.de/frsaftv_2004/BJNR101600004.html)

Gemüsesäfte werden in den Leitsätzen für Gemüsesaft und Gemüsenektar vom 29.10.1981 wie folgt definiert: „Gemüsesaft ist das unverdünnte, zum unmittelbaren Verzehr bestimmte, gärfähige und unvergorene oder milchsauer vergorene, flüssige Erzeugnis aus Gemüse. Gemüsesaft ist auch das Erzeugnis, das aus konzentriertem Gemüsesaft oder aus konzentriertem Gemüsemark wieder hergestellt wird.“

(https://www.bmel.de/SharedDocs/Downloads/Ernaehrung/Lebensmittelbuch/LeitsaetzeGemuesesaft.pdf?__blob=publicationFile)

2.2 Validierung von Prozessen

Unter der Validierung versteht man in diesem Zusammenhang eine Überprüfung beziehungsweise eine Bestätigung, durch Untersuchungen eines Prozesses oder einer Methode. Ziel ist es hierbei, die Leistungsmerkmale und Qualitätsanforderung der Methode zu definieren.

Es gelten dabei bestimmte Voraussetzungen, die wie folgt lauten: zum Einen liegt schon eine (optimierte) Methode vor, zum Anderen ist dem Personal die Methode bekannt und die verwendeten Geräte besitzen eine akzeptierte Messpräzision.

Als Leitfaden werden drei Stufen der Validierung beschrieben; Diese sind der Prozessentwurf, die Prozessqualifikation und das Fortsetzen der Prozessüberprüfung. Ein erfolgreiches Validierungsprogramm hängt von den Informationen und Kenntnissen aus der Produkt- und Prozessentwicklung ab.

Dieses Wissen ist die Basis für die Etablierung eines Ansatzes zur Kontrolle der Prozesse, der sich ergibt um Produkte mit der gewünschten Qualität herzustellen.

Hersteller sollten wissen ,wie, und im welchem Maß, Produkt- und Prozessvariationen entstehen, beziehungsweise welche Risiken und Kontrollmöglichkeiten es gibt.(Wellnitz, 2005), (FDA,2011)

2.3 Funktionsweise und Aufbau einer Ausmischanlage für Fruchtsäfte

Ein typische Ausmischanlage besteht meistens aus mehreren Misch tanks mit einem hohen Nennvolumen, sowie einer Dosiervorrichtung, wie einem Trichter zum Auflösen pulverförmiger Zusatzstoffe wie z.B Pektin oder Ascorbinsäure. Das angeschlossene Rotor-Statorsystem sorgt für die gleichmäßige Größe der zugesetzten Partikel im Gemisch.

Fruchtsaftkonzentrat wird über Exzentrerschneckenpumpen in, die mit Wasser gefüllten, Misch tanks geleitet und per Propellerrührwerk gemischt. Nun werden Zusatzstoffe, Zucker und Aromen hinzudosiert. Anschließend wird der fertig gemischte Saft über Rohrleitungen in den Kurzzeiterhitzer zur Abfüllung geleitet. Je nach Nennvolumen der Misch tanks lassen sich hierbei große Mengen an Saft mischen. (Schobinger,2001)

Die Abbildung 4, welche aus dem Kapitel 3.3. zu entnehmen ist, zeigt den schematischen Aufbau einer Mischanlage.

2.4 Definition, Funktionsweise und Aufbau einer „CIP-Anlage“

„Cleaning in Place“, kurz CIP, ist ein Reinigungssystem zur Reinigung von kompletten Anlagen beziehungsweise Rohrleitungen ohne diese zu öffnen, demontieren oder mit zusätzlicher manueller Einwirkung zu reinigen. Diese Anlagen sind heutzutage Standard in den meisten lebensmittelverarbeitenden Unternehmen.

Besonders gut geeignet sind diese Systeme für flüssige Lebensmittel wie Getränke oder Suppen.

Der Reinigungsprozess der Anlage ist in mehrere Schritte unterteilt. Hierbei werden die Oberflächen mit Wasser vorgespült und dann mit Lauge und Säure zirkuliert. Meist werden hohe Durchflussgeschwindigkeiten und chemische und physikalische Komponenten eingesetzt, um optimale Reinigungserfolge zu erzielen. Oftmals werden Laugen und Säuren wiederverwendet um Kosten zu einzusparen.

Das Hauptziel dieser Systeme ist die Sicherung reproduzierbarer Reinigungs- und Desinfektionserfolge mit möglichst minimalen Reinigungszeiten.

CIP-Anlagen werden computergesteuert und laufen vollkommen automatisch ab. Der Computer erstellt nach jeder Reinigung einen Verlauf zur Überprüfung der Ist- und Sollwerte. Ein solcher Verlauf ist der Abbildung 5 im Anhang zu entnehmen. Auf dieser Grafik ist die Zirkulation der Reinigungsmittel anhand der schwankenden Durchflussmenge (dunkelblau, F) gut zu erkennen. Die grüne Linie zeigt die Konzentration (C) in mS/cm an. Als erstes wird Lauge in den Tanks zirkuliert, hier liegt die Konzentration bei circa 50-60 mS/cm. Zum Schluss wird mit Säure gespült, hier liegt die Konzentration bei 150 mS/cm. Die rote Linie (T) zeigt die Vor- und Rücklauftemperaturen während des Reinigens. Der Druck wird mit der orangen Linie (P) ausgedrückt, er liegt bei konstanten 5 bar. (Bremer, 2006), (Dresch, 2001)

Eine typische CIP-Anlage besteht aus vier Tanks in denen Frischwasser, Vorspülwasser, die Lauge und die Säure bereitgestellt werden. Automatische Dosieranlagen sorgen für eine genaue Zugabe. Durch einen Wärmetauscher werden die Chemikalien üblicherweise auf circa 70°C- 80°C erhitzt. Die Phasenübergänge werden mittels Leitfähigkeitsmessung erfasst und die Ventilschaltung wird dementsprechend geschaltet. Zusätzliche Leckagenventile bieten zusätzlichen Schutz zwischen den Chemikalien und dem Produkt. (http://www.bucherunipektin.com/sites/default/files/download_center/FL-PRO-CIP-DE-BU201104.pdf)

Die folgende Abbildung zeigt die schematische Darstellung einer CIP-Anlage.

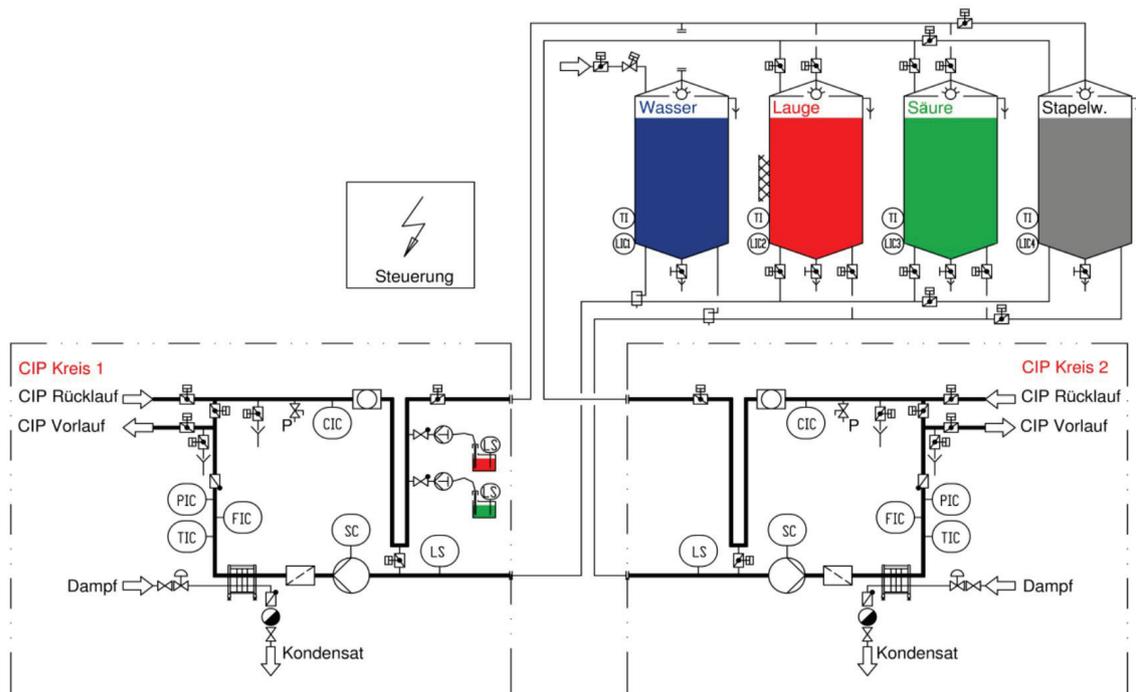


Abbildung 1: Schematische Darstellung einer CIP- Anlage

3. Material und Methoden

Die Ausmischanlage besteht grundsätzlich aus fünf Mischtanks mit einem Nennvolumen von 55000 Liter, von der Firma Moeschle, und zwei Mischmaschinen mit integrierten Rotor-Statorsystem der Firma Ytron. Genauer zeigt die Abbildung 4. (siehe Kapitel 3.3)

Für die Messung der Produktparameter werden folgende Geräte benutzt:

Tabelle 1: Überblick über die verwendeten Geräte zur Ermittlung der Produktparameter.

| Produktparameter | Dichtemessung | Säuregehaltmessung | Extraktgehaltmessung |
|------------------|--|---|--|
| Geräte | „DMA 4500m“ Dichtemessgerät der Firma Anton Paar Graz, Österreich | „Titrino 719s“ Titrator der Firma Metrohm Herisau, Schweiz | „RFM740“ Refraktometer der Firma Bellingham und Stanley Hants, England |

Tabelle 2 : Übersicht über die untersuchten Fruchtsäfte

| Produkt | Charge | Lieferant |
|------------------|--------------|---|
| Apfeldirektsaft | 250118005028 | Kelterei Knill GmbH, Oberteuringen, Deutschland |
| Apfeldirektsaft | 250118005030 | Obst-Kontor Natursaft Sachsen GmbH & Co.KG, Mügeln, Deutschland |
| Apfeldirektsaft | 250118005032 | Kelterei Knill GmbH, Oberteuringen, Deutschland |
| Apfeldirektsaft | 250118005038 | Obst-Kontor Natursaft Sachsen GmbH & Co.KG Mügeln, Deutschland |
| Apfeldirektsaft | 250118005047 | Obst-Kontor Natursaft Sachsen GmbH & Co.KG, Mügeln, Deutschland |
| Ananasdirektsaft | 250118005059 | HIWA Rotterdam Port Cold Stores, Rotterdam, Niederlande |
| Ananasdirektsaft | 250118005067 | HIWA Rotterdam Port Cold Stores, Rotterdam, Niederlande |
| Apfeldirektsaft | 250118005266 | Kelterei Knill GmbH, Oberteuringen, Deutschland |
| Apfeldirektsaft | 250118005272 | Kelterei Knill GmbH, Oberteuringen, Deutschland |
| Apfeldirektsaft | 250118005281 | Obst-Kontor Natursaft Sachsen GmbH & Co.KG, Mügeln, Deutschland |
| Apfeldirektsaft | 250118005452 | Obst-Kontor Natursaft Sachsen GmbH & Co.KG, Mügeln, Deutschland |
| Apfeldirektsaft | 250118005453 | Kelterei Knill GmbH, Oberteuringen, Deutschland |
| Apfeldirektsaft | 250118005441 | Obst-Kontor Natursaft Sachsen GmbH & Co.KG, Mügeln, Deutschland |
| Apfeldirektsaft | 250118005442 | Kelterei Knill GmbH, Oberteuringen, Deutschland |
| Apfeldirektsaft | 250118005448 | Obst-Kontor Natursaft Sachsen GmbH & Co.KG, Mügeln, Deutschland |
| Apfeldirektsaft | 250118005449 | Kelterei Knill GmbH, |

| | | |
|-----------------|--------------|---|
| | | Oberteuringen, Deutschland |
| Apfeldirektsaft | 250118005450 | Obst-Kontor Natursaft Sachsen GmbH & Co.KG, Mügeln, Deutschland |
| Apfeldirektsaft | 250118005451 | Kellerei Knill GmbH, Oberteuringen, Deutschland |

Im Rahmen der CIP- Reinigung für die Misch tanks wurden folgende Chemikalien benutzt:

Tabelle 3: Übersicht der verwendeten Chemikalien für die Reinigung der Misch tanks.

| | | Eigenschaften |
|------------------|--|--|
| Verwendete Lauge | Lerapur 268 der Firma Stockmeier Chemie Bielefeld, Deutschland | Farbe: gelbbraun Dichte: 1,46 g/cm ³ pH-Wert (10 g/l): 12,9 Leitfähigkeit (10 g/l): 22,3 mS/cm |
| Verwendete Säure | Leracid 169 der Firma Stockmeier Chemie Bielefeld, Deutschland | Farbe: farblos Dichte: 1,32 g/cm ³ pH-Wert (10 g/l): 1,2 Leitfähigkeit (10g/l): 33,3 mS/cm |

Für die Reinigung wurden die folgenden Werte benutzt.

Tabelle 4: Standardwerte bei der CIP-Reinigung

| Standardwerte CIP-Reinigung | | | | | |
|-----------------------------|----------------------------|----------------------------|--------------------------|----------------|--------------------|
| Zeit [min] | Laugenkonzentration [%] | Säurenkonzentration [%] | Durchflussmenge [L/h] | Druck [Bar] | Temperatur [°C] |
| 120 | 1,5 | 5 | 20000 | 5 | 70 |

3.1 Versuchsplanung, Projektübersicht

Die Ausmischanlage wurde im Sommer 2017 von der Sonnländer GmbH in Auftrag gegeben. Für dessen Montage und Inbetriebnahme wurde die Anlagenbaufirma PAT beauftragt. In der 25. Kalenderwoche im Jahr 2018 ging die Anlage dann in Betrieb. Die Abbildung 2 zeigt die ursprüngliche zeitliche Planung des Projektes, und ist dem Anhang zu entnehmen.

Es wurden dann im Zeitraum von fünf Wochen, drei bis vier Proben von der Dichte, dem Säuregehalt, sowie dem Extraktgehalt pro Woche gezogen, ausgewertet und mit den vorliegenden Spezifikationen verglichen, um die Genauigkeit der Anlage zu überprüfen. (Kapitel 4.3)

Die Abweichung der Messgenauigkeit für die genannten Parameter liegt laut Monteur bei

unter 0,2 % Abweichung, dementsprechend ist zu erwarten, dass die ermittelten Werte ähnlich ausfallen sollten.

Nach Anlauf der Produktion musste die Reinigung der Misch tanks überprüft werden, um die Gesundheit der Verbraucher zu gewährleisten und Fehler beim Reinigen zu vermeiden. Dazu sollten biologische Schnelltests nach der Reinigung durchgeführt werden. Auch hierbei wurden drei bis vier Proben pro Woche gezogen.

Die Mengenbilanz der Ausmischanlagen entsprechen Input=Output. Produktreste werden nicht berücksichtigt. Nur beim Reinigen werden die Leitungen mit 500 l Wasser gespült und die entstehende Mischphase wird verworfen. Bei der Mischgenauigkeit der Anlagen sollte es Unterschiede geben, aufgrund der verschiedenen Nennvolumina der Misch tanks der alten Ausmischanlage (25000 Liter) und der „neuen“ Ausmischanlage (55000 Liter). Dementsprechend sollten vor allem die Einsparungen bei den Zusätzen (Aromen, Ascorbinsäure etc.) zu verzeichnen sein, da die Anzahl der benötigten Anmischungen verringert wird.

Es sollten während der Produktion die vorgegebenen Werte mit den tatsächlich angemischten Werten beider Anlagen in einer gewissen Periode (z.B. einem Monat) verglichen werden. Es war zu erwarten, dass die Werte der „neuen“ Anlage näher im Durchschnitt an der Rezeptur liegen als die Werte der „alten“ Anlage. Beide Anlagen konnten während der Bearbeitungszeit der Bachelorarbeit nicht parallel beobachtet werden, da die „alte“ Ausmischanlage dann abgeschaltet wurde. Dementsprechend mussten alte Werte der abgeschalteten Anlage genommen werden (siehe auch Kapitel 3.5).

Bei der Annahme der Säfte wurden auch die benötigten Zeiten ermittelt, die von der Wareneingangskontrolle bis zur Freigabe der Ausgemischten Säfte benötigt wurden (Kapitel 4.2).

3.2 Rohstoffe und Rezepturen

Alle Rohstoffe und Rezepturen der untersuchten Säfte sind dem Anhang zu entnehmen. In den Rezepturen sind auch die einzelnen Grenzwerte für den Extraktgehalt, dem Säuregehalt und der Dichte für jeden untersuchten Saft zu finden.

3.3 Produktionslinie im Unternehmen

Die Abbildung 3 zeigt in vereinfachter Form das Fließschema der Apfelsaftherstellung. Es wird sowohl die Herstellung von Direktsaft, als auch die Herstellung von Apfelsaft aus

Konzentrat dargestellt.

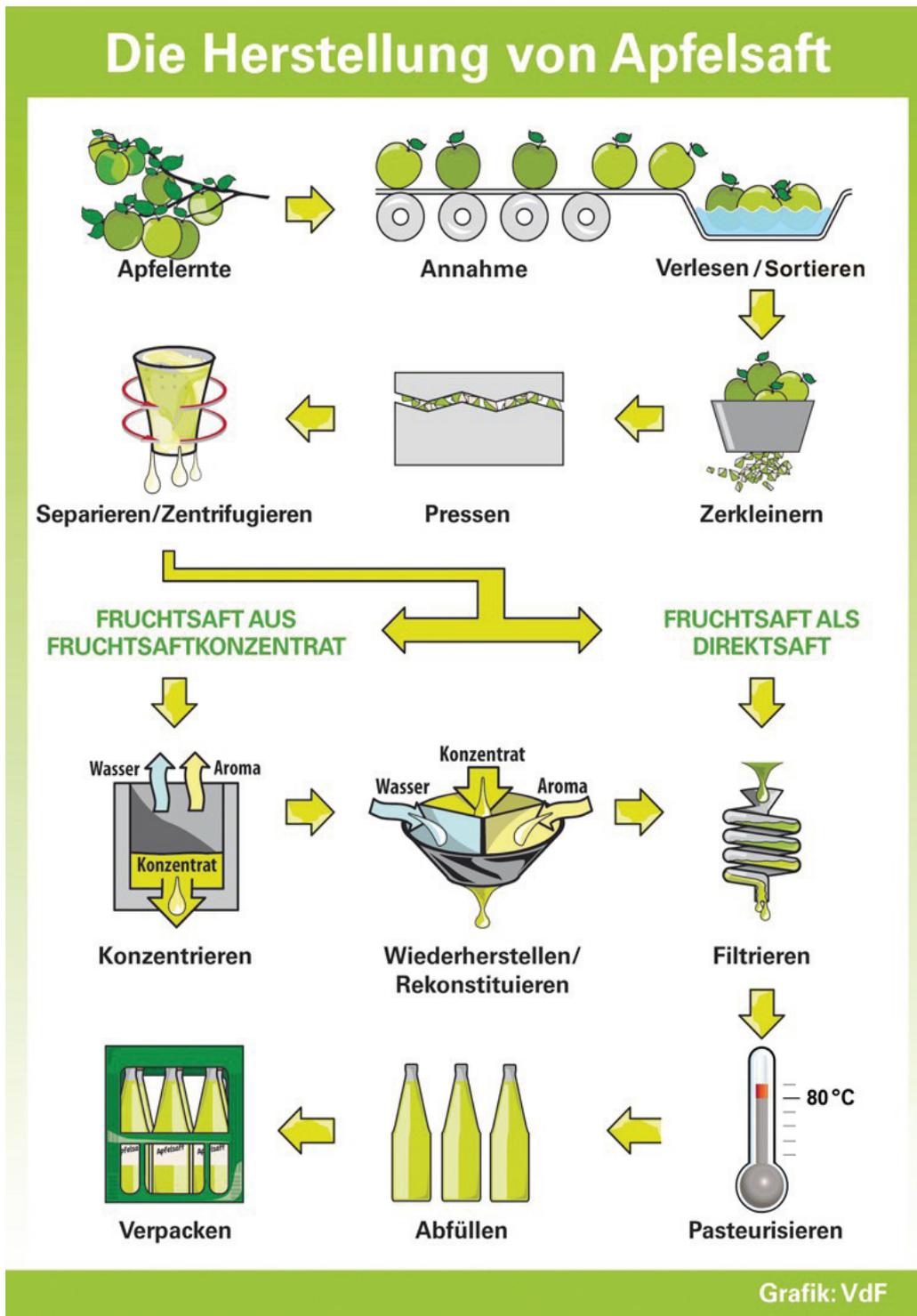


Abbildung 3.: Die Herstellung von Apfelsaft

Die Ausmischung der Säfte erfolgt unmittelbar vor deren Erhitzung und Abfüllung. In der Abbildung 4 sind die fünf Misch tanks in der Mitte der Abbildung zu erkennen. Zwei Rotor-Statorsysteme sind jeweils links und rechts zu sehen. Ein Ventilknoten und der CIP Zulauf sind über den Misch tanks angeordnet.

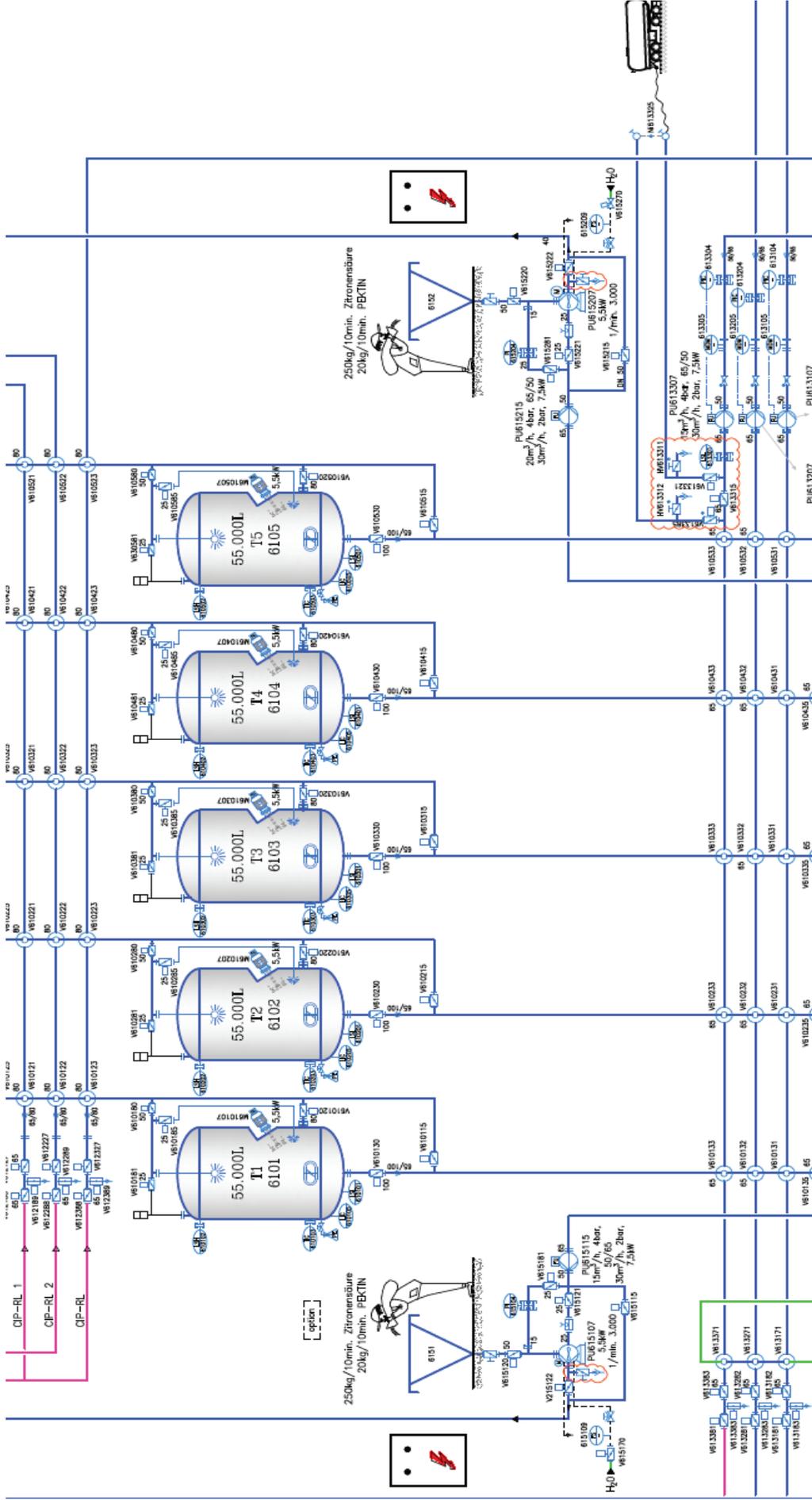


Abbildung 4.: Schematische Darstellung der Ausmischanlage

3.4 Analytische Methoden

3.4.1 Biolumineszenzmessung zur Überprüfung der Reinigung

Zur biologischen Überprüfung der CIP-Reinigung der Misch tanks wurde das Charm novaLum II / Pocket Swab Plus System benutzt. Der Pocket Swab besteht aus einem Kunststoffgehäuse, welches aus zwei auseinanderziehbaren Teilen, dem Abstrichbesteck und dem Reaktionsgehäuse, besteht. Mit dem Tupfer erfolgt dann der Abstrich. Abgestrichen wird eine Fläche von bis zu 100 cm².

Der Pocket Swab ist dann von oben in das Gerät Charm novaLum II einzuführen und anschließend wird die Messung gestartet. Das Prinzip der Messung basiert auf einer photometrischen Messung, die im Spektralbereich von 390 nm und 620 nm liegt. Die Dauer der Messung beläuft sich auf 5 Sekunden.

Die Messwerte werden in Relativen Lichteinheiten bzw. Relative Light Units (RLU) angegeben. Anweisungen des Herstellers zufolge ist es nicht notwendig, die Reaktion sofort nach dem Abstrich zu starten und zu messen. Nach der CIP-Reinigung sollte der RLU-Wert bei 0 liegen um eine erfolgreiche Reinigung zu Gewährleisten.

(Gerhard,2015)

Die Abbildung 8 zeigt das Charm novaLum II/Pocket Swab Plus System



Abbildung 8 : Pocket Swab und Charm novaLum II

3.4.2 Dichtemessung

Die Dichtemessung wurde mit dem Dichtemessgerät „DMA 4500 M“ der Firma Anton Paar durchgeführt. Im Gerät wird mit einer genormten Temperatur von 20 °C gemessen, wobei die Probe in ein U-förmiges Rohr aus Borosilikatglas gegeben wird. Dieses Borosilikatglas oszilliert zu einer charakteristischen Frequenz bis eine stabile Schwingung erreicht wird. Diese Anregungs- und Ausblendsequenz wird kontinuierlich wiederholt (patentierte Repeated-Fade-Out-Methode). Durch die Auswertung dieses Musters sind hochpräzise Dichteergebnisse mit fünfstelliger Genauigkeit möglich. Es können Auswirkungen der Viskosität, Luftblasen oder Partikel kompensiert werden. Die Dichte kann dann auf einem Display abgelesen werden und wird in Gramm je Kubikzentimeter (g/cm^3) angegeben. Es handelt sich hierbei um die relative Dichte.

(<https://www.anton-paar.com/?eID=documentsDownload&document=3085&L=1>)

3.5.3 Extraktgehaltmessung

Um den Extraktgehalt zu ermitteln, kam das Refraktometer „RFM740“ der Firma Bellingham und Stanley zum Einsatz. Laut Hersteller muss das Gerät vor der Beprobung mit Wasser kalibriert werden und hat eine Genauigkeitsabweichung von 0,04. Die Probe wird zur Untersuchung per Pipette in die Vertiefung gegeben. Das Ergebnis wird in Grad Brix (°brix) auf einem LED Display angegeben und beschreibt den Zuckergehalt in der Probe. Auch dieses Gerät ist auf eine Standardtemperatur von 20°C kalibriert. Die Messzeit liegt bei 4,5 Sekunden.

(https://www.bellinghamandstanley.com/general_pdfs/techb_pdfs/APP001.pdf)



Abbildung 9.: Refraktometer RFM740 von Bellingham und Stanley

3.4.4 Säuregehaltmessung

Bei der Säuregehaltmessung wurde der Citronensäuregehalt mit dem Titrator „Titrino 719 S“ der Firma Metrohm ermittelt. Dieses Gerät lässt sich per Computer steuern und führt automatische Titrationen durch. Die Probenmasse wird in den Becher pipettiert und das Gerät ermittelt durch den Umschlagspunkt den Säuregehalt, welcher dann in Gramm pro Liter auf dem Display angezeigt wird.

(<https://www.metrohm.com/de-ch/documents/87191101>)



Abbildung 10: Titrator Titrino 719 S der Firma Metrohm

3.5 Mengenzbilanz

Die folgende Tabelle 5 zeigt die Mengen von Apfeldirektsaft und Ananasdirektsaft bei dem Wareneingang sowie bei der Ausmischung an. Die Gesamtmenge liegt im beobachteten Zeitraum für Apfeldirektsaft laut Wiegenote bei 387300 kg. Die Menge laut der Ausmischung im Tank liegt bei 360395,9 kg (337113,6 l). Das entspricht einer Verlustmenge von 26904,1kg (6,9%). Für Ananasdirektsaft liegt die Menge laut Wiegenote bei 50200 kg. Laut Ausmischung ist dies eine Menge von 50118,2 kg (47441,1 l), es ergibt

sich somit ein Verlust von 81,8 kg (0,16%). Die Verlustmengen ergeben sich durch die Reinigung der Tanks und der Leitungen sowie durch eventuellen Pumpverlust beim Abladen der Tanker. Im beobachteten Zeitraum wurden vorwiegend Direktsäfte ausgemischt. Direktsäfte werden laut Spezifikation in Abhängigkeit der enthaltenen Ascorbinsäuremenge zusätzlich mit pulverförmiger Ascorbinsäure versetzt.

Dementsprechend ist die Ascorbinsäuremenge bei gleicher Apfeldirektsaftmenge bei der alten Ausmischanlage nicht vergleichbar, da unterschiedliche Saftqualitäten zu unterschiedlichen Ascorbinsäuremengen im Saft führen und somit unterschiedliche Mengen Ascorbinsäure hinzugegeben werden müssen. Ascorbinsäure soll im Saft antioxidierend wirken und somit die Haltbarkeit des Saftes verlängern.

Beim Ananasdirektsaft musste beispielsweise keine Ascorbinsäure in Pulverform hinzugefügt werden, da in diesem schon genug Ascorbinsäure enthalten war, aufgrund dessen wurde dieser nicht in der Tabelle 5 berücksichtigt.

Die Tabelle 6 zeigt die verwendeten Ascorbinsäuremengen bei der alten und neuen Ausmischanlage.

Alle verwendeten Ascorbinsäuremengen für jede Charge sind tabellarisch dem Anhang zu entnehmen.

Tabelle 5: Saftenmengen von Apfel- und Ananasdirektsaft im beobachteten Zeitraum

| Produkt | Charge | Menge Wareneingang Wiegenote [kg] | Menge laut Ausmischung im Tank [L] | Tank | Menge laut Ausmischung im Tank [kg] |
|------------------|--------------|-----------------------------------|------------------------------------|------|-------------------------------------|
| Apfeldirektsaft | 250118005028 | 25400 | 24141,7 | 6103 | 25397,8 |
| Apfeldirektsaft | 250118005030 | 26290 | 24899,6 | 6104 | 26221,1 |
| Apfeldirektsaft | 250118005032 | 26180 | 24258,6 | 6103 | 25080,5 |
| Apfeldirektsaft | 250118005038 | 26240 | 24928 | 6104 | 26234,9 |
| Apfeldirektsaft | 250118005047 | 25940 | 24186,4 | 6103 | 25855,6 |
| Ananasdirektsaft | 250118005059 | 24900 | 23513,1 | 6104 | 24831 |
| Ananasdirektsaft | 250118005067 | 25300 | 23928 | 6104 | 25287,2 |
| Apfeldirektsaft | 250118005266 | 25300 | 23837 | 6101 | 24186,4 |
| Apfeldirektsaft | 250118005272 | 26260 | 24786,4 | 6101 | 25125,2 |
| Apfeldirektsaft | 250118005281 | 26200 | 24831,7 | 6102 | 25263,3 |
| Apfeldirektsaft | 250118005452 | 24840 | 22186 | 6103 | 24635 |
| Apfeldirektsaft | 250118005453 | 26580 | 24836 | 6103 | 26473,3 |
| Apfeldirektsaft | 250118005441 | 12300 | 10650 | 6104 | 12156,4 |

| | | | | | |
|-----------------|--------------|-------|---------|------|---------|
| Apfeldirektsaft | 250118005442 | 12910 | 11359 | 6104 | 12786,5 |
| Apfeldirektsaft | 250118005448 | 24820 | 22986 | 6103 | 24696,5 |
| Apfeldirektsaft | 250118005449 | 26180 | 24952,4 | 6103 | 25997,5 |
| Apfeldirektsaft | 250118005450 | 25840 | 23865,3 | 6104 | 25786,2 |
| Apfeldirektsaft | 250118005451 | 26380 | 24598,8 | 6104 | 26199,3 |

Tabelle 6: Vergleich der verwendeten Ascorbinsäuremengen im Apfeldirektsaft bei alter und neuer Ausmischanlage

| Menge Apfeldirektsaft [L] | Menge Verwendete Asorbinsäure [kg] | Menge Verwendete Ascorbinsäure [kg] bei alter Anlage bei vergleichbarer Menge Apfeldirektsaft | Abweichung [%] |
|---------------------------|------------------------------------|---|----------------|
| 337113,6 | 69,5 | 33,5 | +48,5 |

3.6 Statistische Auswertung der Daten

Die Berechnungen und bildliche Darstellung der ermittelten Werte wurden mit dem Programm „Excel“ erstellt.

Zur Beurteilung von Datenreihen wird die Mittelwertbildung (\bar{x}), Standardabweichung (s) und der Variationskoeffizient (VarK) herangezogen. Diese werden wie folgt berechnet. Eine Beispielrechnung für den Mittelwert der Standardabweichung und dem Variationskoeffizient sind dem Anhang zu entnehmen.

$$VarK = (s \div \bar{x}) * (100) \quad [\%] \quad \text{Gl.3-1}$$

VarK
s = Standardabweichung
x = Mittelwert

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$

Gl.3-2
s

x = Mittelwert
n = Menge Stichproben
x_i = Stichprobe

4. Ergebnisse

4.1 Erste Hauptversuchsserie

Zur Überprüfung der CIP-Reinigung an den Misch tanks der Anlage wurden im Zeitraum von circa vier Wochen, einmal wöchentlich biologische Schnelltests verwendet. Nach der CIP-Reinigung wurden hierbei am Deckel, am Tankmantel und vom Tankboden Proben mit dem Pocket Swab genommen und mit dem Charm novaLum II ausgewertet (siehe 3.4.1). Die Tankskizzen sind zur besseren Veranschaulichung dem Anhang zu entnehmen (Abbildung 12). Bei allen gezogenen Proben lag der RLU-Wert bei 0, demzufolge kann man von einer biologisch erfolgreichen Reinigung ausgehen und die anfangs aufgestellten Reinigungswerte als ausreichend bezeichnen (siehe Tabelle 4).

4.1.1 Schlussfolgerungen und weiteres Vorgehen

Vor der Inbetriebnahme der Anlage, wurde diese durch die Firma Baktoforce auf Beläge mit Hilfe eines Sprühschattentestes in den Misch tanks überprüft. Hierbei werden die zu untersuchenden Flächen mit Riboflavin benetzt und nach einer Einwirkzeit von 30 Minuten abgespült. Unter UV-Licht wurden dann Beläge sichtbar und daraufhin entfernt. In Zukunft soll diese Überprüfung wiederholt werden, da es durch dauerhafte Benutzung wieder zu Ablagerungen in den Tanks kommen kann. Vorerst aber genügt die gegebene Reinigung.

4.2 Zweite Hauptversuchsserie

In der zweiten Hauptversuchsserie sollten die Zeiten ermittelt werden, welche bis zur Bereitstellung des ausgemischten Fruchtsaftes benötigt wurden. Es gibt vier Schritte an denen die Zeit ermittelt wurde. T1 beschreibt die Abpumpzeit des Tanklastwagens in die Misch tanks. Hierbei wurden die angelieferten Mengen (siehe Tabelle 5) mit einer Pumpe, die mit 35000 l/h arbeitet, abgepumpt. T2 entspricht der Zeit in der die Ascorbinsäure über die Ytronsysteme in den Saft hinzudosiert wurden. Beim Ananasdirektsaft entfällt dieser Schritt, da hier schon genug Ascorbinsäure in der Rohware enthalten ist (siehe Abschnitt 3.5). Der Zeitpunkt T3 beschreibt die Zeit die für das Mischen von Saft und Ascorbinsäure benötigt wird. Der Zeitpunkt T4, und somit der letzte Punkt, beschreibt die benötigte Zeit für die Freigabe des Saftes durch das Labor. Der Saft muss auf seine spezifischen Eigenschaften überprüft werden und wird nur, wenn dieser den Spezifikationen entspricht vom Labor freigegeben. Die Punkte T2, T3, T4 wurden oftmals für zwei Chargen Saft auf einmal durchgeführt, da die Misch tanks ein Fassungsvermögen von 55000l haben, und

somit erst komplett befüllt wurden bevor die Ascorbinsäure hinzudosiert, der Saft gemischt und vom Labor zur Freigabe untersucht wurde. Die Tabelle 7 zeigt die benötigten Zeiten der einzelnen Punkte.

Tabelle 7: Benötigte Zeiten für die Ausmischung von Apfel- und Ananasdirektsaft

| Produkt | Charge 25011800- | T1: Abpumpen des Saftes aus Tanklastwa- gen [min] | T2: Dosage der Ascorbins- säure [min] | T3: Mischen des Saftes | T4: Laborfreigabe [min] | T gesamt [min] |
|--------------------------------|---------------------|--|---|------------------------------|-------------------------------|-------------------|
| Apfeldirektsaft | 5028 | 44:25 | 2:30 | 8:07 | 22:44 | 77:21 |
| Apfeldirektsaft | 5030 | 48:44 | | | | 82:05 |
| Apfeldirektsaft | 5032 | 44:00 | 1:45 | 7:35 | 16:02 | 69:22 |
| Apfeldirektsaft | 5038 | 47:13 | | | | 72:35 |
| Apfeldirektsaft | 5047 | 45:35 | 1:35 | 8:42 | 17:43 | 73:35 |
| Ananasdirektsaft | 5059 | 46:25 | - | 8:25 | 17:45 | 72:35 |
| Ananasdirektsaft | 5067 | 44:38 | | | | 70:48 |
| Apfeldirektsaft | 5266 | 46:58 | 2:26 | 8:38 | 18:33 | 76:35 |
| Apfeldirektsaft | 5272 | 47:10 | 2:20 | 7:46 | 20:38 | 77:54 |
| Apfeldirektsaft | 5281 | 43:58 | | | | 74:42 |
| Apfeldirektsaft | 5452 | 46:16 | 1:56 | 8:26 | 20:12 | 76:50 |
| Apfeldirektsaft | 5453 | 44:36 | | | | 75:09 |
| Apfeldirektsaft | 5441 | 24:12 | 2:12 | 8:12 | 17:56 | 52:32 |
| Apfeldirektsaft | 5442 | 23:25 | | | | 51:45 |
| Apfeldirektsaft | 5448 | 46:59 | 2:24 | 8:16 | 19:32 | 77:11 |
| Apfeldirektsaft | 5449 | 45:16 | | | | 75:28 |
| Apfeldirektsaft | 5450 | 44:37 | 2:18 | 8:33 | 18:45 | 74:13 |
| Apfeldirektsaft | 5451 | 46:46 | | | | 76:22 |
| Mittelwert [min] | - | 40:48 | 1:45 | 8:16 | 18:59 | 72:40 |
| Standardabw- eichung [min] | - | 7:28 | 0:44 | 0:20 | 1:46 | 5:15 |
| Variationskoef- fizient [%] | - | 18,3 | 41,9 | 4,18 | 9,3 | 7,2 |

Die Abbildung 11 zeigt die prozentualen Zusammensetzungen der Zeitpunkte von der Warenannahme bis hin zur Freigabe der fertiggemischten Säfte. Mit 58,26 % der

Gesamtzeit dauert das Abpumpen der Lasttankwagen, wie erwartet, am längsten. Die Laborfreigabe belegt mit 26,75 % den zweithöchsten Wert. Dieser Zeitwert ist kaum senkbar, da die Messgeräte eine gewisse Zeit brauchen um die Werte zu ermitteln. Das Mischen der Säfte dauert mit 11,74 % am drittlängsten. Um einer optimale Mischung von Ascorbinsäure und Saft zu gewährleisten, sollte dieser Wert nicht verringert werden. Die Ascorbindosage bildet den niedrigsten Wert im Diagramm. Mit 2,08% dauert die Dosage je nach Menge der Ascorbinsäure und abzüglich eventueller Messfehler zwischen 1:35 min und 2:30 min. Die allgemein ermittelten Zeiten schwanken untereinander bei T1,T2 und T3 aufgrund der verschiedenen angenommenen Saftmengen beziehungsweise hinzudosierten Ascorbinsäuremengen.

Auch Messfehler führen zu ungenauen Zeiten, da hier nicht mit einer geeichten Stoppuhr gemessen wurde. Die Gesamtzeit bewegt sich im Rahmen von 110 Minuten bis 120 Minuten. Der Zeitpunkt T1 könnte prinzipiell vermindert werden, da die Pumpe, welche die Säfte in die Misch tanks füllt, mit 75% Leistung pumpt. Zur Sicherheit der Funktionsweise der Pumpe ist das aber nicht ratsam. Alle anderen Zeitpunkte sind nicht vermindierbar, da die beteiligten Maschinen und Geräte in ihrer Geschwindigkeit nicht steigerbar sind. Die Mittelwerte für T1, T2 und T4 sind etwas verfälscht, da die Chargen 250118005441 und 250118005442 nur mit circa 25000kg pro Charge die Abpump- und Gesamtzeit vermindert. Die Standardabweichungen sind für T1, T3 und T4 relativ niedrig, da der Variationskoeffizient von 4,00% bis 18,00 % schwankt. Am Höchsten ist der Variationskoeffizient mit 41,9 % und somit auch die Standardabweichung beim Punkt T2. Aufgrund der niedrigen Zeiten und der Einberechnung eines zusätzlichen Nullwertes für Ananasdirektsaft ist dieser Wert durchaus verständlich.

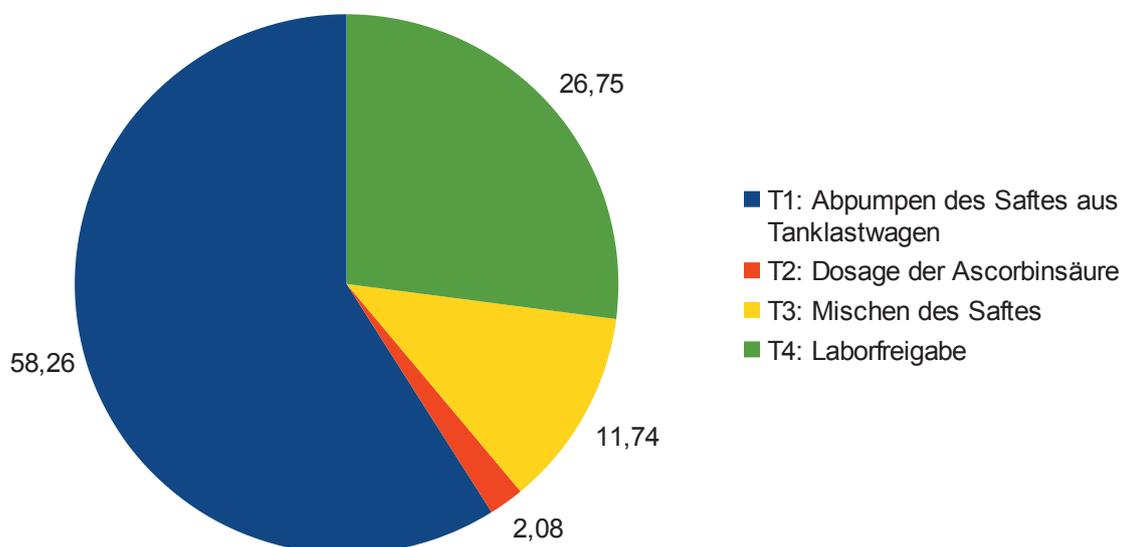


Abbildung 11: Prozentuale Anteile der Zeitpunkte an der Gesamtzeit von der Warenannahme bis zur Freigabe von Apfeldirektsaft

4.3 Dritte Hauptversuchsserie

In der letzten Hauptversuchsserie wurden die Säfte beim Wareneingang, sowie nach der fertigen Ausmischung auf ihren Säure- Extraktgehalt- ,sowie Dichteparameter untersucht (siehe 3.4). Bei dem Säuregehalt handelt es sich im Speziellen um den Citronensäuregehalt. Die Ausmischanlage selbst misst nur die Dichte und den Extraktgehalt und das bei der jeweils vorherrschenden Anlieferungstemperatur des Saftes (4°C-8 °C) und nicht nach Normung von 20°C, es wird hier stetig gemessen, weshalb nur ein Wert entsteht. Im Labor wurde die Messung einmal wiederholt.

Auch hier wurden die Werte für zwei Chargen nach dem Mischen und Dosieren oftmals zusammengefasst.

Tabelle 8: Extraktgehalt, Säuregehalt und Dichte von Apfel- und Ananasdirektsaft

| Produkt | Charge 2501180 0- | Wareneingangskontrolle | | | Nach Dosieren und Mischen | | | Werte Mischanlage | |
|------------------|-------------------------|--------------------------|----------------------|-------------------|---------------------------|----------------------|-------------------|--------------------------|-------------------|
| | | Extraktgehalt [°brix] | Säuregehalt [g/l] | Dichte [g/cm³] | Extraktgehalt [°brix] | Säuregehalt [g/l] | Dichte [g/cm³] | Extraktgehalt [°brix] | Dichte [g/cm³] |
| Apfeldirektsaft | 5028 | 12,07; 12,05 | 4,98; 4,97 | 1,0495; 1,0516 | 12,03; 12,05 | 5,03; 4,95 | 1,0468; 1,0512 | 12,02 | 1,051 |
| Apfeldirektsaft | 5030 | 11,98; 12,07 | 4,86; 4,85 | 1,0482; 1,0486 | | | | | |
| Apfeldirektsaft | 5032 | 12,02; 12,04 | 4,95; 5,02 | 1,0497; 1,0503 | 12,06; 12,03 | 5,05; 5,03 | 1,0495; 1,0489 | 12,03 | 1,051 |
| Apfeldirektsaft | 5038 | 11,86; 12,03 | 5,03; 5,07 | 1,0493; 1,0506 | | | | | |
| Apfeldirektsaft | 5047 | 11,79; 11,82 | 5,01; 4,85 | 1,0497; 1,0508 | 12,02; 11,96 | 5,08; 4,98 | 1,0496; 1,0482 | 11,98 | 1,049 |
| Ananasdirektsaft | 5059 | 12,58; 12,30 | 5,36; 5,78 | 1,0560; 1,0521 | 12,49; 12,45 | 5,46; 5,62 | 1,0536; 1,0527 | 12,38 | 1,053 |
| Ananasdirektsaft | 5067 | 12,48; 12,51 | 5,32; 5,77 | 1,0516; 1,0560 | | | | | |
| Apfeldirektsaft | 5266 | 11,94; 12,05 | 5,01; 4,96 | 1,0512; 1,0498 | 11,86; 11,94 | 5,06; 4,98 | 1,0503; 1,0513 | 11,87 | 1,050 |
| Apfeldirektsaft | 5272 | 12,08; 12,06 | 5,10; 5,06 | 1,0531; 1,0522 | 12,02; 11,95 | 5,02; 4,86 | 1,0516; 1,0520 | 11,97 | 1,051 |
| Apfeldirektsaft | 5281 | 12,03; 11,89 | 5,09; 4,88 | 1,0511; 1,0513 | | | | | |
| Apfeldirektsaft | 5452 | 11,78; 11,94 | 5,02; 4,84 | 1,0505; 1,0514 | 12,05; 11,88 | 5,05; 4,78 | 1,0511; 1,0496 | 11,96 | 1,051 |
| Apfeldirektsaft | 5453 | 11,87; 12,05 | 5,05; 5,00 | 1,0510; 1,0488 | | | | | |

| | | | | | | | | | |
|--------------------------------------|------|--------------|------------|-------------------|-----------------|---------------|-------------------|-------|--------|
| Apfeldirektsaft | 5441 | 11,85; 12,06 | 5,02; 5,09 | 1,0498; 1,0512 | 11,95; 12,01 | 5,02; 5,03 | 1,0512; 1,0508 | 12,05 | 1,051 |
| Apfeldirektsaft | 5442 | 11,96; 12,02 | 5,03; 5,08 | 1,0492; 1,0486 | | | | | |
| Apfeldirektsaft | 5448 | 11,78; 11,82 | 4,88; 4,76 | 1,0513; 1,0497 | 11,97; 12,05 | 5,05; 4,97 | 1,0514; 1,0502 | 12,01 | 1,051 |
| Apfeldirektsaft | 5449 | 11,82; 12,05 | 4,78; 4,97 | 1,0512; 1,0508 | | | | | |
| Apfeldirektsaft | 5450 | 11,74; 11,83 | 4,89; 4,96 | 1,0487; 1,0498 | 11,85; 11,97 | 4,87; 4,95 | 1,0487; 1,0511 | 12,03 | 1,051 |
| Apfeldirektsaft | 5451 | 12,06; 12,02 | 5,09; 5,03 | 1,0508; 1,0514 | | | | | |
| Mittelwert | - | 11,95 | 4,97 | 1,0503 | 11,98 | 4,98 | 1,0501 | 11,99 | 1,050 |
| Standardabweichung | - | 0,01 | 0,01 | 0,003 | 0,085 | 0,079 | 0,001 | 0,058 | 0,0009 |
| Variationskoeffizient [%] | - | 0,8 | 0,38 | 0,34 | 0,71 | 1,6 | 0,12 | 0,48 | 0,085 |
| Ananassaft Mittelwert | - | 12,46 | 5,55 | 1,0539 | 12,47 | 5,54 | 1,0531 | 12,38 | 1,053 |
| Ananassaft Standardabweichung | - | 0,008 | 0,03 | 0,002 | 0,02 | 0,113 | 0,00063 | - | - |
| Ananassaft Variationskoeffizient [%] | - | 0,06 | 0,7 | 0,21 | 0,16 | 2,0 | 0,05 | - | - |

Alle ermittelten Werte für den Extraktgehalt, dem Säuregehalt und der Dichte entsprechen den Mindestanforderungen der Spezifikationen und konnten dementsprechend freigegeben und verarbeitet werden. Die Standardabweichungen und Variationskoeffizienten liegen bei allen Parametern in einem sehr niedrigen Bereich, da Einzelwerte in der Regel nah beieinander lagen.

Wie es zu erwarten war, sind die von der Mischanlage gemessenen Werte ähnlich der im Labor ermittelten Werte. Der durchschnittliche Brixwert der Mischanlage weicht nur 0,33 % bei der Warenannahme beziehungsweise 0,083% nach dem Mischen und Dosieren von den im Durchschnitt ermittelten Brixwert im Labor ab. Auch bei der Dichte liegt die Anlage nur bei einer Abweichung von 0,028% und 0,0095%, wobei die Anlage nur mit einer Messgenauigkeit von drei Stellen hinter dem Komma misst, während die Messgeräte im Labor bis zu vier Stellen anzeigen können. Obwohl die Anlage, wie schon erwähnt, nicht mit normierten Temperaturen misst, ist die Messgenauigkeit doch erstaunlich hoch. Für den Ananasdirektsaft konnte leider keine Standardabweichung und Variationskoeffizient ermittelt werden da die Anlage stetig misst und somit nur einen Wert anzeigt.

4.4 Abschlussdiskussion

Für die Mengenzbilanz wurden 6,9% Verlustmengen beim Apfeldirektsaft im beobachteten Zeitraum ermittelt. Diese Verlustmengen liegen im normalen Bereich. Ein Vergleich mit der alten Anlage war nicht möglich, da bei Direktsaft je nach Qualität immer unterschiedliche Mengen Ascorbinsäure hinzugesetzt werden, hierzu werden keine konkreten Angaben in der Spezifikation gemacht. Wenn Säfte aus Konzentrat produziert werden, kann dieser Vergleich noch nachgeholt werden (siehe 3.5).

Die CIP-Reinigung ist aus biologischer Sicht in Ordnung, da keine der gezogenen Proben durch den Pocket Swab eine relative Lichteinheit von 0 überschreitet. Die Überprüfung auf Beläge in den Misch tanks soll in Zukunft noch durchgeführt werden (siehe 4.1).

In der zweiten Hauptversuchsserie wurden die Zeiten von der Warenannahme bis zur Laborfreigabe dokumentiert. Die durchschnittliche Gesamtzeit liegt bei 1h12min. Die Optimierung der Zeiten ist nur theoretisch für den Zeitpunkt T1 möglich, da die Pumpe nur mit 75% Leistung pumpt (siehe 4.2.2). Alle ermittelten Dichte-, Säure-, und Extraktgehaltswerte entsprechen den Mindestanforderungen der Spezifikationen. Die Spannweite und der Variationskoeffizient sind niedrig und lassen, wie erwartet, auf ähnliche Werte schließen. Der von der Ausmischanlage gemessene Extraktgehalt und Dichtewert unterscheidet sich minimal von den im Labor ermittelten Werten. Eine hohe

Mischgenauigkeit konnte somit bestätigt werden (siehe 4.3).

5. Zusammenfassung

Das Unternehmen Sonnländer GmbH ist ein Fruchtsaftproduzent mit zwei Standorten in Deutschland und ein Tochterunternehmen der EDEKA-Gruppe. Um der steigenden Nachfrage von Fruchtsäften gerecht zu werden, wurde eine leistungstärkere Ausmischanlage für Fruchtsäfte erbaut. Dessen Mischgenauigkeit sollte diese Arbeit validieren. Hierbei sollte ein Mengenzugvergleich mit der alten Ausmischanlage durchgeführt werden. Desweiteren sollten die Produktparameter Säuregehalt, Extraktgehalt und Dichte im Labor ermittelt und mit der Messgenauigkeit der Anlage verglichen werden. Auch die CIP-Reinigung wurde kontrolliert. Als letztes wurden die benötigten Zeiten für Warenannahme bis zur Freigabe des gemischten Saftes gemessen. Der beobachtete Zeitraum lag bei circa vier Wochen.

Ziel war es, die Anlage in ihrer Funktionsweise zu kontrollieren um eine reibungslose Produktion zu gewährleisten.

Die Anlage selbst besteht aus fünf Misch tanks und zwei Rotor-Statoren. Um die CIP-Reinigung zu kontrollieren wurden biologische Schnelltests mit dem „Pocket Swab“ gezogen. Hierbei wurden die Tanks an den Flächen abgestrichen und dann auf Biologische Aktivität nach der Reinigung kontrolliert. Für den Mengenzugvergleich wurden Daten der alten Anlage von 2016 genommen, da diese Anlage abgeschaltet wurde.

Extrakt-, Säuregehalt und Dichte wurden mit dem Refraktometer RFM740 der Firma Bellingham und Stanley, dem Titrator Titrino 719S der Firma Metrohm und mit dem Dichtemessgerät DMA 4500m der Firma Anton Paar gemessen. Die benötigten Zeiten für die Warenannahme bis zur Laborfreigabe wurden mit einer Stoppuhr gemessen. Es wurden vier Zeitpunkte festgelegt: T1- Warenannahme, T2- Ascorbinsäure, T3- Mischen und T4- Laborfreigabe.

Die Zeitmessung hat ergeben, dass die Gesamtzeit für die Warenannahme bis Laborfreigabe bei circa 72 Minuten liegt. T1 machte mit circa 40 Minuten den größten und T2 mit circa 1:45 Minuten den niedrigsten Teil der Gesamtzeit aus. Optimierbar wäre theoretisch nur der Punkt T1, da die Pumpe mit 35000 l/h nur 75% ihrer Leistung ausschöpft. Die CIP-Reinigungskontrolle war erfolgreich, da alle gemessenen Werte nach der Reinigung bei 0 Relative Lichteinheiten lagen. Dies bedeutet, dass aus biologischer Sicht keine pathogenen Keime nach der Reinigung entstehen können. Trotzdem können

sich Beläge durch die dauerhafte Nutzung an den Misch tanks bilden. Das muss in gewissen Zeitabständen immer wieder kontrolliert werden. Ein Mengenbilanzvergleich konnte nicht wirklich durchgeführt werden, da im beobachteten Zeitraum nur Direktsäfte produziert wurden und diese je nach Qualität mit Ascorbinsäure vermengt werden. Dementsprechend gibt es hier keine genauen Mengenempfehlungen für die Rezeptur. Alle ermittelten Extrakt-, Säuregehalt- und Dichtewerte entsprachen den Mindestwerten der Spezifikationen und wurden deshalb zur Abfüllung freigegeben. Die berechneten Spannweiten und Variationskoeffizienten lagen unter eins beziehungsweise unter einem Prozent. Dies spricht für Werte die nah beieinander liegen. Auch die Werte der Anlage lagen bei unter einem Prozent Abweichung bei dem Extraktgehalt, sowie der Dichtemessung. Somit misst die Anlage mit einer hohen Genauigkeit. Insgesamt konnten drei der vier Ziele in dieser Arbeit erreicht werden. Die CIP-Reinigung ist aus biologischer Sicht optimal, die gemessenen Zeiten bewegen sich in einem normalen Rahmen und die Ausmischanlage misst mit einer hohen Genauigkeit und ist vergleichbar mit den Geräten im Labor. Nur der Mengenbilanzvergleich konnte aus den zuvor genannten Gründen nicht durchgeführt werden.

6.Literaturverzeichnis

[1] Bremer, P. J.; Fillery, S.; Mc Quillan, A. J.:

Laboratory scale clean-in-place (CIP) studies on the effectiveness of different caustic and acid wash steps on the removal of dairy biofilms, International Journal of Food Microbiology, 2006

[2] Dresch, M.; Daufin, G.; Chaufer, B.:

Integrated membrane regeneration process for dairy cleaning in place
Seperation and Purification Technology, 2001

[3] Gerhard,A.:Eignung eines Biolumineszenz-Messsystems als Schnelltest zur Beurteilung der Oberflächenreinheit in der Fruchtsaftproduktion, Neubrandenburg, 2015

[4] <https://www.anton-paar.com/?eID=documentsDownload&document=3085&L=1>, 23.07, 14:00

[5] https://www.bellinghamandstanley.com/general_pdfs/techb_pdfs/APP001.pdf,

23.07.2018, 14:00

[6] https://www.bmel.de/SharedDocs/Downloads/Ernaehrung/Lebensmittelbuch/LeitsaetzeGemuesesaft.pdf?__blob=publicationFile 11.06.2018, 15:30

[7] <http://www.bmelv.de/cae/servlet/contentblob/379756/publicationFile/25947/LeitsaetzeErfrischungsgetraenke.pdf>, 11.06.2018, 16:00

[8] http://www.bucherunipektin.com/sites/default/files/download_center/FL-PRO-CIP-DE-BU201104.pdf, 22.6.2018, 13:20

[9] <https://www.fda.gov/downloads/drugs/.../guidances/ucm070336.pdf> 14.6.2018, 12:00

[10] <https://www.fruchtsaft.de/branche/daten-und-fakten/> 11.06.2018, 14:08

[11] http://www.gesetze-im-internet.de/frsaftv_2004/BJNR101600004.html, 11.06.2018, 15:00

[12] <https://www.metrohm.com/de-ch/documents/87191101>, 28.6.2018, 17:50

[13] <http://www.sonnländer.de/de/sonnländer/unternehmen/unternehmen.html>
11.06.2018, 14:21

[14] <http://www.umweltbundesamt.de/sites/default/files/medien/publikation/long/2832.pdf>
14.6.2018

[15] Innerhofer, G.: Das große Buch der Obstverarbeitung. Österr. Agrarverl., 2005.
Schobinger, U.: Frucht- und Gemüsesäfte: Technologie, Chemie, Mikrobiologie, Analytik, Bedeutung, Recht. 3. Auflage. Eugen Ulmer GmbH & Co.: Stuttgart, 2001

[16] Nagy, Steven; Chen, Chin Shu; Shaw, Philip E. (Editors) et al: Fruit Juice Processing Technology, 1993, Agscience Inc., Auburndale, Florida,

[17] Patent: DE 19825611 A1 Verfahren zum Aufrühren von Getränkegrundstoffen Indag

GmbH,1998

7. Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Schematische Darstellung einer CIP-Anlage

Abbildung 2: Terminplan für die Errichtung der Ausmischanlage

Abbildung 3: Die Herstellung von Apfelsaft

Abbildung 4: Schematische Darstellung der Ausmischanlage

Abbildung 5: Darstellung eines CIP-Verlaufs

Abbildung 6: Spezifikation für die Herstellung von Apfeldirektsaft

Abbildung 7: Spezifikation für die Herstellung von Ananasdirektsaft

Abbildung 8: Pocket Swab und Charm novaLum II

Abbildung 9: Refraktometer RFM740 von Bellingham und Stanley

Abbildung 10: Titrator Titrino 719 S der Firma Metrohm

Abbildung 11: Prozentuale Anteile der Zeitpunkte an der Gesamtzeit von der

Warenannahme bis zur Freigabe von Apfeldirektsaft

Abbildung 12: Tankskizzen in Front-, Seiten-, und Draufsicht

8. Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Überblick über die verwendeten Geräte zur Ermittlung der Produktparameter

Tabelle 2: Übersicht über die untersuchten Fruchtsäfte

Tabelle 3: Übersicht der verwendeten Chemikalien für die Reinigung der Misch tanks

Tabelle 4: Standardwerte bei der CIP-Reinigung

Tabelle 5: Saftenmengen von Apfel- und Ananasdirektsaft im beobachteten Zeitraum

Tabelle 6: Vergleich der verwendeten Ascorbinsäuremengen im Apfeldirektsaft bei alter und neuer Ausmischanlage

Tabelle 7: Benötigten Zeiten für die Ausmischung von Apfel- und Ananasdirektsaft

Tabelle 8: Extraktgehalt, Säuregehalt und Dichte von Apfel- und Ananasdirektsaft

Tabelle 9: Verwendete Ascorbinsäuremengen für die untersuchten Chargen Apfeldirektsaft

9. Anhang

Tabelle 9: Verwendete Ascorbinsäuremengen für die untersuchten Chargen Apfeldirektsaft

| Produkt | Charge 25011800- | Ascorbinsäuremenge [kg] |
|-----------------|------------------|-------------------------|
| Apfeldirektsaft | 5028 | 4,5 |

| | | |
|-----------------|------|------|
| Apfeldirektsaft | 5030 | 4,5 |
| Apfeldirektsaft | 5032 | 4,5 |
| Apfeldirektsaft | 5038 | 4,5 |
| Apfeldirektsaft | 5047 | 5 |
| Apfeldirektsaft | 5266 | 5 |
| Apfeldirektsaft | 5272 | 5 |
| Apfeldirektsaft | 5281 | 5 |
| Apfeldirektsaft | 5452 | 4 |
| Apfeldirektsaft | 5453 | 4 |
| Apfeldirektsaft | 5441 | 2,75 |
| Apfeldirektsaft | 5442 | 2,75 |
| Apfeldirektsaft | 5448 | 4 |
| Apfeldirektsaft | 5449 | 4 |
| Apfeldirektsaft | 5450 | 5 |
| Apfeldirektsaft | 5451 | 5 |
| Insgesamt | - | 69,5 |

Berechnungen für den Mittelwert (\bar{x}), Standardabweichung (s), sowie dem Variationskoeffizient (VarK) am Beispiel für Apfeldirektsaft. Es wird hier am Beispiel Extraktgehalt für die Spalte „nach Dosieren und Mischen“ (siehe Kapitel 4.3, Tabelle 8) berechnet.

$\bar{x} =$

$$(12,03+12,05+12,06+12,03+12,02+11,96+11,86+11,94+12,02+11,95+12,05+11,88+11,95+12,01+11,97+12,05+11,85+11,97) = 215,65$$

$$\bar{x} = 215,95/18 = \underline{11,98^\circ \text{brix}}$$

$$s = (12,03-11,98)^2 + (12,05-11,98)^2 + (12,06-11,98)^2 + (12,03-11,98)^2 + (12,02-11,98)^2 + (11,96-11,98)^2 + (11,86-11,98)^2 + (11,94-11,98)^2 + (12,02-11,98)^2 + (11,95-11,98)^2 + (12,05-11,98)^2 + (11,88-11,98)^2 + (11,95-11,98)^2 + (12,01-11,98)^2 + (11,97-11,98)^2 + (12,05-11,98)^2 + (11,85-11,98)^2 + (11,97-11,98)^2 = 0,1331$$

$$s = \sqrt{(0,1331/18)} = \underline{0,085^\circ \text{brix}}$$

$$\text{VarK} = (0,085/11,98) * 100 = \underline{0,71\%}$$

25

Anlage 2 Baustufen, Fristen und Termine für die Vertragserfüllung

Terminplan Stand (04.08.2017) Projekt Ausmischung Sonnländer Rostock

| | | | |
|---|----|---------|------|
| Baustellenfreiheit (Zugang Halle) | KW | 49 | 2017 |
| Lieferung Großkomponenten (Neues Tanklager) | KW | 50 | |
| Baustelleneinrichtung, Beginn Montage | KW | 51 | |
| Mechanische Montage | KW | 02 - 06 | 2018 |
| elektrische Montage | KW | 05 - 06 | |
| Anbindung Ausmischung 3 - Ventilknoten Teil A | KW | 07 - 08 | |
| Anbindung Ausmischung 3 - Ventilknoten Teil B | KW | 09 - 10 | |
| Hardwaretest Tanklager | KW | 10 - 11 | |
| Spülen und Wassertest | KW | 12 | |
| Umschluss Abfülleitungen zur KZE | KW | 11 - 12 | |
| Ostern (Reserve) | KW | 13 - 14 | |
| Anlagentests Tanklager mit CIP, Wasserfahrt | KW | 15 - 18 | |
| Sprühschattentest | KW | 16 - 19 | |
| Inbetriebnahme mit Produkt | KW | 17 - 22 | |
| Pfingsten | KW | 21 - 22 | |
| Umschluss Ventilknoten „alte“ Ausmischung 1 und 2 - Teil A und Teil B - | KW | 23 - 24 | |
| Umschluss Steuerung (Schadenspauschale 10 Tage) | KW | 24 | |
| Wiederanlauf Ausmischung 1 und 2 | KW | 25 | |
| Beginn mit CIP, Wasserfahrt und 1. Produktion | | | |
| Anlagentests der neuen Steuerung mit Tank Reinigung, Tankannahme / Entleerung etc. | KW | 26 - 27 | |
| Inbetriebnahme mit Produktionsoptimierung etc. alte Ausmischung | KW | 27 - 31 | |
| Abnahme Beginn (30Tage) (Schadenspauschale für Verzug Abnahme greift dann ab dem 07.08.2018, was dem 1ten Tag der KW 32 entspricht) | KW | 32 | |

Abbildung 2: Terminplan für die Errichtung der Ausmischanlage

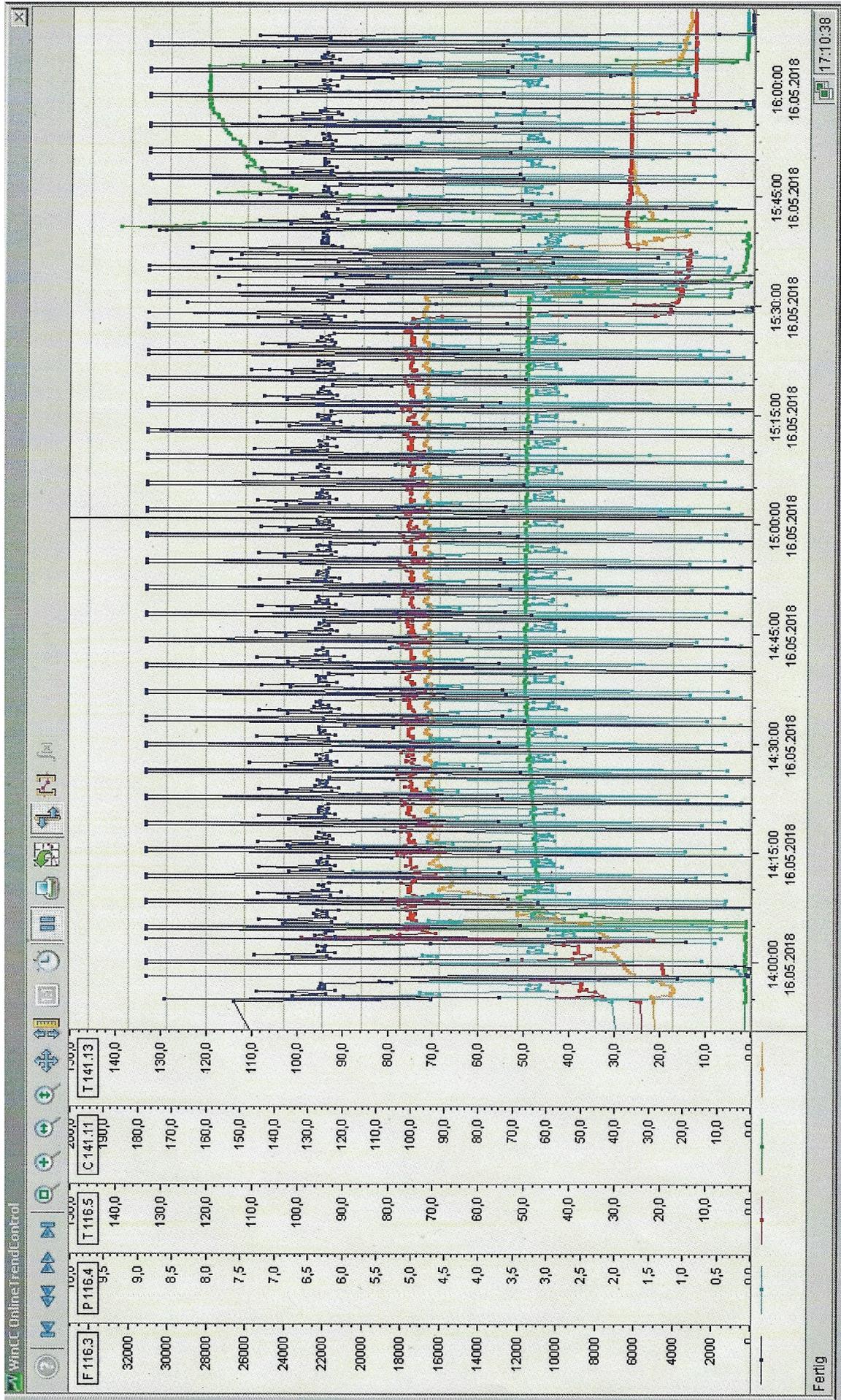


Abbildung 5: Darstellung eines CIP-Verlaufs

| | | |
|---|---|---|
|  | 4. Planung und Herstellungsprozess | Rezeptur 30000172 |
| | NFC Apfel | Version: 6 |
| | 4.2 Spezifikationen und Rezepturen | Seite: 1/1 |
| Erstellt: Produktentwicklung | Geprüft: Produktentwicklung | gültig ab: 20.10.17 CB Freigegeben: Leitung QM/PE |

Produkt: Apfeldirektsaft; FG: 100 %

| Artikel | Art.Nr. | Beschreibung |
|------------|----------|--|
| Ansatz | 30000172 | Füllung Apfeldirektsaft |
| Fertigware | 10000106 | 1,0 l VdF Elmenhorster Apfeldirektsaft |
| | 10000405 | 1,0 l Fruchstern Apfeldirektsaft |
| | 10000435 | 1,0 l VdF Leonie Apfeldirektsaft |
| | 10000439 | 1,0 l VdF Belsina Apfeldirektsaft |
| | 10000692 | 1,0 l EDEKA Apfeldirektsaft |

Rezept für 1.000 Liter Ansatz

| Rohware | Art.Nr. | Einsatzmenge in kg | Einsatzmenge in l |
|---|----------|-----------------------|----------------------|
| Apfelsaft, trüb Ext.-tab.: mind. 10,8 °Brix Dichte _{20/20} : 1,0433 | 40000033 | 1043,3 | 1000,0 |
| Ascorbinsäure | 40000052 | * | |

ACHTUNG:

* Die Einsatzmenge von Ascorbinsäure muss in Abhängigkeit des Ascorbinsäuregehaltes der Rohware vom Labor ausgerechnet werden.

Werte für Fertigware:

Ext.-tab.: **mind. 10,8 °Brix**
 Säure (CS; pH 8,1): **mind. 4,2 g/l**
 rel. Dichte_{20/20}: **mind. 1,0433**

ACHTUNG:

Beim „Apfeldirektsaft“ unbedingt darauf achten, dass im technologischen Prozess keine „Verdünnung“ mit Wasser erfolgt!

Die analytischen Daten der abgefüllten Fertigware müssen mit denen zum Zeitpunkt der Einlagerung bzw. der Anlieferung übereinstimmen.

Der angelieferte Direktsaft ist unkonserviert und gärfähig.

Eine Abfüllung innerhalb von 24 h nach Anlieferung ist unbedingt sicherzustellen.

| | | |
|---|---|-----------------------------|
|  | 4. Planung und Herstellungsprozess | Rezeptur 30000171 |
| | NFC Ananas | Version: 2 |
| | 4.2 Spezifikationen und Rezepturen | Seite: 1/1 |
| Erstellt: Produktentwicklung | Geprüft: Produktentwicklung | gültig ab: 05.02.18 CB |
| | | Freigegeben: Leitung QM/PE |

Produkt: Ananasdirektsaft; FG: 100 %

| Artikel | Art.Nr. | Beschreibung |
|------------|----------------------|--|
| Ansatz | 30000171 | Füllung Ananasdirektsaft |
| Fertigware | 10000399 10000691 | 1,0 l Fruchtstern Ananasdirektsaft 1,0 l EDEKA Ananasdirektsaft |

Rezept für 1.000 Liter Ansatz

| Rohware | Art.Nr. | Einsatzmenge in kg | Einsatzmenge in l |
|--|----------|-----------------------|----------------------|
| Ananassaft Ext.-tab.: 11,5 °Brix Dichte _{20/20} : 1,0463 | 40000037 | 1046,3 | 1000,0 |
| Ascorbinsäure | 40000052 | * | |

ACHTUNG:

* Die Einsatzmenge von Ascorbinsäure muss in Abhängigkeit des Ascorbinsäuregehaltes der Rohware vom Labor ausgerechnet werden.

Werte für Fertigware:

Ext.-tab.: mind. 11,5 °Brix
Säure (CS; pH 8,1): mind. 5,0 g/l
rel. Dichte_{20/20}: mind. 1,0463

ACHTUNG:

Beim „Ananasdirektsaft“ unbedingt darauf achten, dass im technologischen Prozess keine „Verdünnung“ mit Wasser erfolgt!

Die analytischen Daten der abgefüllten Fertigware müssen mit denen zum Zeitpunkt der Einlagerung bzw. der Anlieferung übereinstimmen.

Der angelieferte Direktsaft ist unkonservert und gärfähig.

Eine Abfüllung innerhalb von 24 h nach Anlieferung ist unbedingt sicherzustellen.

Abbildung 7.:Spezifikation zur Herstellung von Ananasdirektsaft

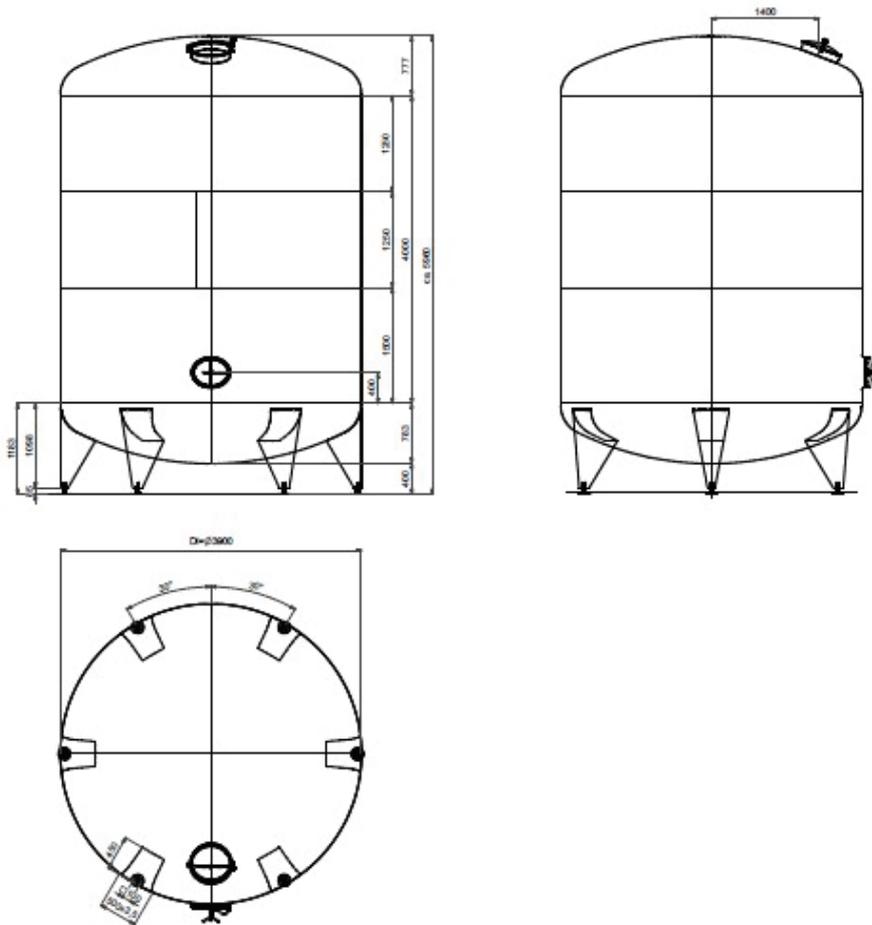


Abbildung 12.: Tankskizzen in Front-, Seiten-, und Draufsicht

10.Eidstattliche Erklärung

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

Ich erkläre weiterhin, dass die abgegebene elektronische Fassung mit der eingereichten Arbeit identisch sind.

Ort, Datum

Unterschrift