



Hochschule Neubrandenburg
University of Applied Sciences

Fachbereich Agrarwirtschaft und Lebensmittelwissenschaften
Studiengang Lebensmitteltechnologie

Bachelor - Thesis

Einfluss des Fettgehaltes und der Zerkleinerung auf die physikalischen Eigenschaften der Schokolade

Verfasser: Christian Langkrär

Betreuer: Prof. Dr. -Ing. S. Bolenz
Dipl. - Ing. A. Manske

Datum: Neubrandenburg, 10.02.2011

URN: urn:nbn:de:gbv:519-thesis 2010 - 0628 -3

Inhaltsverzeichnis

Abkürzungs- und Symbolverzeichnis.....	4
1 Einleitung.....	5
2 Theoretische Grundlagen und Stand der Technik.....	6
2.1 Herstellung von Schokoladenmassen	6
2.1.1 Konventionelles Verfahren	6
2.1.2 Alternative Verfahren	8
2.1.3 Kugelmühlen.....	10
2.2 Vorbehandelte Rohstoffe	12
2.2.1 Kakaomasse	12
2.2.2 Milchpulvertrocknung.....	13
2.3 Fließeigenschaften der Schokolade	15
2.3.1 Einfluss des Fettgehaltes.....	15
2.3.2 Einfluss der Partikelgröße.....	16
2.3.3 Einfluss von Zucker	17
3. Material und Methoden.....	18
3.1 Rohstoffe	18
3.2 Verwendete Geräte	18
3.2.1 Dreiwalzwerk.....	18
3.2.2 Planetenkugelmühle.....	19
3.2.3 Laborconche.....	19
3.2.4 Wirbelkammer	19
3.3 Milchpulvertrocknung	20
3.4 Durchführung der Versuche	21
3.4.1 Versuchserläuterung	21
3.4.2 Versuchsübersicht	21
3.4.3 Grundrezeptur	23
3.4.4 Versuchsdurchführung.....	23
3.5 Analytische Messmethoden.....	28
3.5.1 Mikrometerschraube	28
3.5.2 Laserbeugungsspektrometer	29
3.5.3 Rotationsrheometer	32
4 Ergebnisse und Diskussion	35

4.1 Versuchsreihe 1: Walzenzerkleinerung	35
4.2 Versuchsreihe 2: Kugelmühlenzerkleinerung verschiedener Fettgehalte	39
4.3 Versuchsreihe 3: Kugelmühlenzerkleinerung verschiedener Fettgehalte	42
4.4 Versuchsreihe 4: Kugelmühlenzerkleinerung Zucker	46
4.5 Weitere Vorgehensweise	51
5. Zusammenfassung.....	52
Abstract.....	54
Literaturverzeichnis.....	55
Abbildungsverzeichnis.....	57
Tabellenverzeichnis.....	58
Anhang	60

Abkürzungs- und Symbolverzeichnis

Abkürzungen

ICA	International Confectionary Association
BFMIRA	British Food Manufacturing Industries Research Association
KaBu	Kakaobutter
Lez.	Lezithin
rpm	rounds per minute

Symbol	Bezeichnung	Einheit
η	Viskosität	Pa*s
η_C	Casson - Viskosität	Pa*s
t	Schubspannung	Pa
t_0	Fließgrenze	Pa
t_{0C}	Casson - Fließgrenze	Pa
V_i	relatives Volumen	cm ³
d_i	mittlerer Durchmesser	m ²
p	Partikeldichte	g/cm ³

1 Einleitung

Die Milkschokolade als Süßware erfreut sich in Deutschland und auf der ganzen Welt einer großen Beliebtheit. Sie überzeugt durch ihren süßen Geschmack und einem zarten Schmelz auf der Zunge. Um diese sensorischen Eigenschaften zu erhalten, muss die Schokolade durch Walzwerke und Conchen zerkleinert und veredelt werden. Da dieses konventionelle Verfahren jedoch sehr energie- und zeitaufwendig ist, wurden im Laufe der Zeit alternative Verfahren zur Schokoladenherstellung entwickelt. Eines dieser Verfahren stellt die Flüssigzerkleinerung mittels Kugelmühle dar. In diesem Verfahren wird die Schokolade in einem Prozess zerkleinert und conchiert, was eine erhebliche Kosten- und Zeitersparnis zur Folge hat. Jedoch konnten durch dieses Verfahren noch nicht die gewünschte Partikelgrößenverteilung und Fließeigenschaften erreicht werden. Verschiedene Faktoren beeinflussen dabei die Fließeigenschaften der Schokolade. Diese sind beispielsweise die Partikelgrößenverteilung und der Fettgehalt. In dieser Bachelorarbeit wird der Einfluss des Fettgehaltes und der Zerkleinerung auf die rheologischen Eigenschaften der Schokolade untersucht. Ziel dabei war es, durch Zerkleinerung mit verschiedenen Fettgehalten herauszufinden, in wie weit sich dadurch bessere Fließeigenschaften und eine bessere Verteilung der Partikel erzeugen lassen. Hierfür wurden verschiedene Versuche mit unterschiedlichen Anfangsfettgehalten mit dem konventionellen Herstellungsverfahren und einer Planetenkugelmühle durchgeführt. Die hergestellten Schokoladen wurden anschließend durch analytische Methoden auf ihre rheologischen Eigenschaften und ihre Partikelgrößenverteilung hin untersucht.

2 Theoretische Grundlagen und Stand der Technik

2.1 Herstellung von Schokoladenmassen

2.1.1 Konventionelles Verfahren

Dosieren und Mischen

Um eine Grundmasse der Milkschokolade herzustellen, müssen verschiedene Komponenten wie zum Beispiel Kakaomasse, Milchpulver, Zucker und weitere Zusatzstoffe gemischt werden. Dies geschieht meist im vollautomatischen Chargenbetrieb, wo die fertig gemischte Schokoladengrundmasse je nach ihrer Konsistenz in Flüssigtanks gelagert oder auf Bänder zur weiteren Verarbeitung transportiert wird (Tscheuschner, 2004).

Zerkleinerung von Schokoladengrundmassen

Die Zerkleinerung der Schokoladengrundmasse ist einer der wichtigsten verfahrenstechnischen Schritte in der Schokoladenherstellung. Dabei werden die sensorischen sowie die physikalischen Eigenschaften der Schokolade positiv beeinflusst. Hier ist besonders auf die Partikelgröße der Schokolade zu achten, die nicht zu groß sein sollte, um ein angenehmes Mundgefühl zu erhalten. Nach Beckett (2008) sollte die Partikelgröße der zerkleinerten Schokoladenmasse im Europäischen Raum nicht mehr als 30 µm betragen. Bei dem konventionellen Verfahren geschieht die Zerkleinerung meist mit einem Fünfwalzwerk, dem ein Zweiwalzwerk zur Vorzerkleinerung vorgeschaltet ist. Die Vorzerkleinerung ist wichtig, da hier die Korngröße des Kristallzuckers von ca. 1,4 mm auf eine Korngröße von unter 0,2 mm zerkleinert wird und die Masse eine größere Oberfläche erhält und somit pastös wird (Tscheuschner 2004). Das nachfolgende Fünfwalzwerk dient der Feinerzerkleinerung der Schokoladenmasse. Hierbei wird die Endfeinheit der Feststoffe in der Masse erreicht. Das Fünfwalzwerk besteht aus fünf hintereinander geschalteten Walzen, die durch hydraulischen Druck aneinander gepresst werden. Insgesamt verfügt das Fünfwalzwerk über vier unterschiedliche Walzenspalte, wobei durch den Einzugsspalt zwischen der ersten und zweiten Walze der Durchsatz und die Feinheit der Schokoladengrundmasse geregelt wird. Durch zunehmende Walzenumfangsgeschwindigkeit wird der Massefilm auf die anderen Walzen übertragen und weiter zerkleinert. Um eine Überhitzung der Masse zu verhindern, sind die Walzen von innen hohl. So kann eine Kühlung mittels Kühlwasser gewährleistet

werden (Tscheuschner 2004). Nach dem Walzen wird die Masse zur Endverarbeitung in Conchen weitergeleitet oder zwischengelagert. In der Abbildung 1 ist ein Fünfwalzwerk dargestellt.

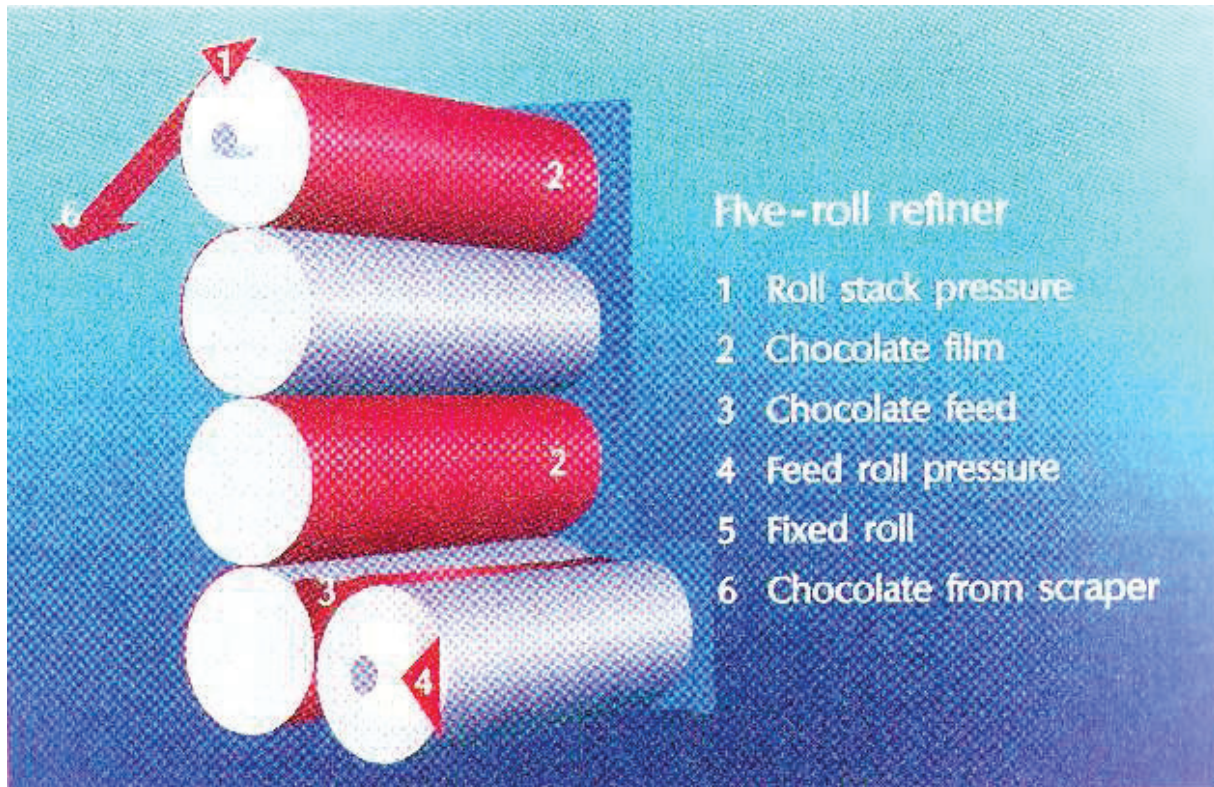


Abbildung 1: Fünfwalzwerk (Beckett, 2008)

Conchieren

Das Conchieren ist ein wichtiger Schritt zur Veredelung und Aromaentwicklung der Schokolade. Es findet eine Umwandlung des pulverförmigen und krümeligen Walzgutes in eine fließfähige Suspension von Zucker und Kakaoteilchen sowie auch Milchpulverteilchen in Kakaobutter statt (Beckett, 2008). Die Aufgaben der Conche sind es, die Schokoladenmasse zu dispergieren, zu entfuchten, zu entgasen, zu homogenisieren um damit die Viskosität, Fließfähigkeit sowie die Textur zu verbessern. Beim Conchieren, werden die überschüssige Feuchtigkeit, flüchtige Säuren und unerwünschte Aromastoffe (Entgasen, Entleeren) entfernt (Tscheuschner, 2004). Der Conchiervorgang ist in drei Phasen unterteilt. In der ersten Phase, die Trockenphase, wird die Masse geschert, homogenisiert und entgast. In der zweiten Phase, die pastöse Phase, kommt es zur Aromaentwicklung, bedingt durch das Scheren und dem thermischen Einfluss. Die dritte Phase, die flüssige Phase, beinhaltet das Homogenisieren

durch intensives Rühren und Scheren. Mit längerer Conchierzeit werden die Fließeigenschaften immer günstiger. Zur Verbesserung dieser Eigenschaften wird am Ende der Conchierzeit noch ein Emulgator (Lezithin) hinzugegeben. Durch diesen oberflächenaktiven Stoff kommt es zur Senkung der Viskosität und der Fließgrenze, so dass sich später die Schmelzeigenschaften der Schokolade positiv auf das Mundgefühl auswirken können (Kleinert, 1997). Der Nachteil der herkömmlichen Methode ist, dass der Conchiervorgang bei der Schokoladenherstellung sehr zeitintensiv ist. Aus diesem Grund wurden in den letzten Jahren verschiedene Verfahren entwickelt, um den Conchierprozess zu optimieren und zeitlich zu verkürzen. Durch die thermische Vorbehandlung der Kakaomasse (Abschnitt 2.2.1) sowie Vortrocknung des Milchpulvers (Abschnitt 2.2.2) vor dem Zerkleinern, kommt es bereits vor dem Conchieren zum Entgasen, Entfeuchten und zur Aromaentwicklung. Dadurch reduziert sich der Conchiervorgang im Wesentlichen auf den Homogenisierungsprozess (Tscheuschner, 2004).

2.1.2 Alternative Verfahren

Bei diesen Verfahren wurde hauptsächlich die Einsparung von Energie und der Prozessdauer angestrebt. Verschiedene Verfahren zur Herstellung werden in diesem Abschnitt beschrieben.

BFMIRA-Verfahren

Eine Alternative in der Schokoladenmasseherstellung bietet das BFMIRA-Verfahren. Hierbei handelt es sich um ein kontinuierliches Verfahren. Die schon fast auf Endfeinheit zerkleinerte Kakaomasse wird als dünner Film durch Druck und Dampf erhitzt und geröstet. Dadurch kommt es zur Austragung von Feuchtigkeit und flüchtigen Komponenten. Anschließend wird die Kakaomasse mit Zucker vermischt und durch Walzen auf die Endfeinheit vermahlen. In einer Verflüssigungsanlage erfolgt die Zugabe von den restlichen Rezepturbestandteilen wie Kakaobutter und Lezithin, diese werden durch Homogenisieren in der Schokoladenmasse verteilt (Kleinert, 1997). Leider konnte sich dieses Verfahren bis auf eine Pilotanlage nicht großtechnisch durchsetzen.

Wiener-Verfahren

Als Alternative, die sich auch großtechnisch durchsetzen konnte, gilt das Wiener-Verfahren. Hier kreisen sämtliche Rezepturbestandteile der Schokoladenmasse in einem geschlossenen System. Dies ist aus hygienischer sowie auch aus preislicher Hinsicht positiv zu bewerten. Bei diesem Verfahren wird die Schokoladenmasse über einen Vormischer durch ein Rohrsystem über zwei Zirkulationsconchen einer Rührwerkskugelmühle zugeführt. Anschließend wird die Schokoladenmasse aus der Rührwerkskugelmühle über zwei Geschmackswandler erneut in die Zirkulationsconche geleitet (Kleinert, 1997). Bei diesem Prozess durchläuft die Masse mehrmals die Rührwerkskugelmühle, bis zum Erreichen der gewünschten Endfeinheit. Durch diese Technologie kann sowohl die Zerkleinerung als auch die Endveredelung der Schokoladenmasse im flüssigen Zustand erfolgen. Nachteile dieses Verfahrens sind der geringere Massendurchsatz, eine schlechtere Entfeuchtung und die eingeschränkte Steuerbarkeit der Fließeigenschaften (Beckett, 2008).

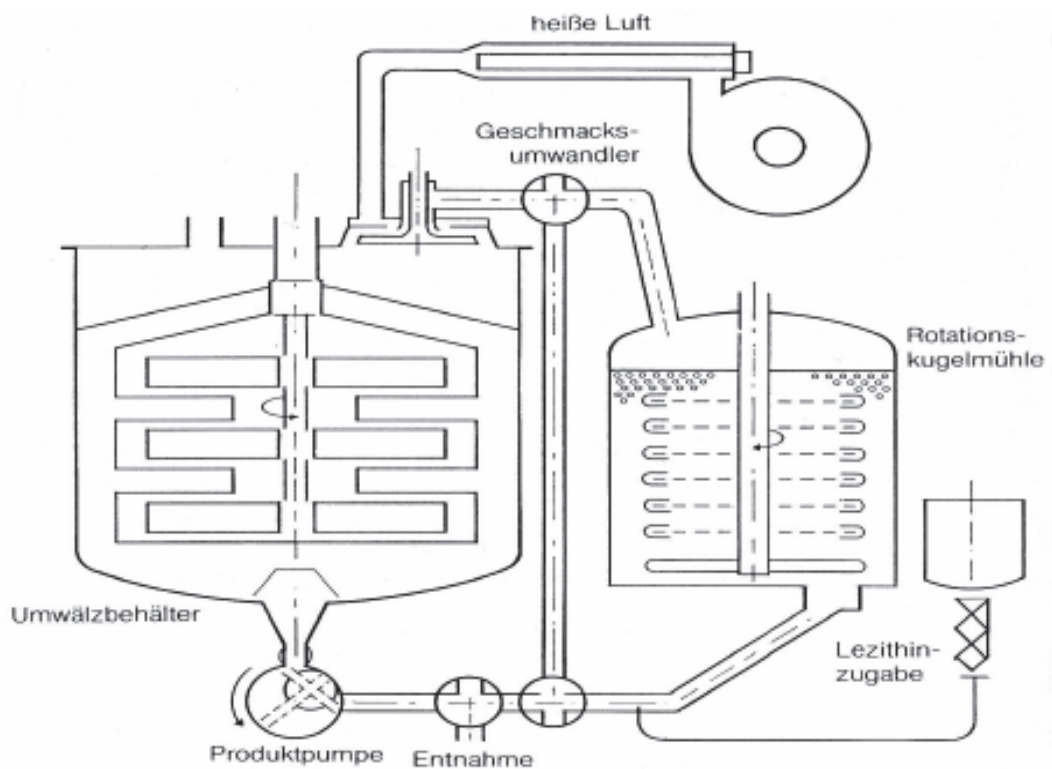


Abbildung 2: Wiener Anlage mit einer Umwälzung durch die Kugelmühle (Beckett, 1990)

2.1.3 Kugelmühlen

Kugelmühlen sind Zerkleinerungsmaschinen, die im Mahlraum eine Mischung aus Mahlgut und frei beweglichen Mahlkörpern (Kugeln) besitzen. Die Beanspruchung des Mahlguts findet zwischen den Mahlkörpern und zwischen den Mahlkörpern und Mahlraumwänden statt (Stieß, 1994). Die dazu benötigte Bewegungsenergie erfolgt über das Bewegen des Mahlbehälters (Rotieren oder Vibrieren) oder durch das Rühren der Füllung im ruhenden Behälter. Kugelmühlen sind eine gute Alternative zu Walzwerken im Bereich der Feinzerkleinerung. Sie werden nicht nur in der Schokoladenherstellung verwendet, sondern finden auch in der Keramik- oder Farbindustrie Anwendung. Hier werden die Kugelmühlen schon länger verwendet.

2.1.3.1 Rührwerkskugelmühle

Diese Mühle eignet sich vor allem zur Nass- und Feinvermahlung für Schokoladen, Farben und Keramik. Die Rührwerkskugelmühle besteht aus einem ruhendem, vertikalen oder horizontalem Zylinder mit einem zentrischen Rührorgan (Stieß, 1994). Der Mahlraum ist zu 80 bis 90 % mit Mahlkugeln gefüllt. Diese bestehen aus Edelstahl, Keramik oder auch Glas, je nach Produktanforderung. Für die Zerkleinerung von Schokolade werden Stahl- und Edelstahlkugeln mit einem Durchmesser von 2,7 mm oder 6 mm verwendet (Heiland, 2009). Der Mahlraum zwischen Kugeln und Behälter ist mit der zu zerkleinernden Suspension (Masse) gefüllt. Durch ein vertikales mit Stiften versehenes Rührorgan und Gegenstifte im Mahlbehälter (Rotor-Stator-System), wird die Suspension durch die Reibung und den Prall zerkleinert. Dadurch entsteht eine Bewegungsenergie, die den Behälter schnell erwärmt, so dass dieser durch einen Doppelmantel mit Kühlwasser gekühlt werden muss. In der Abbildung 3 ist eine vertikale Rührwerkskugelmühle der Firma Lipp dargestellt.

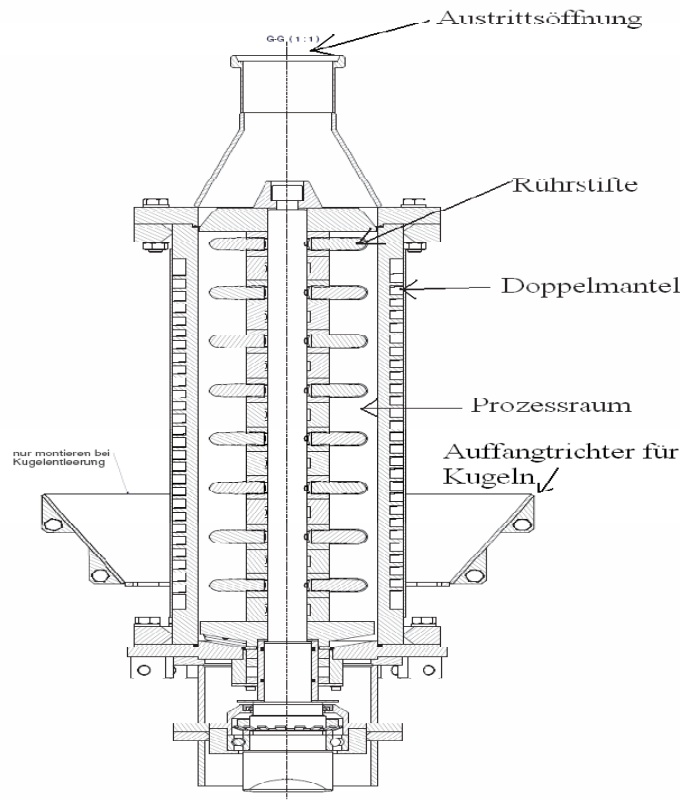


Abbildung 3: Vertikale Rührwerkskugelmühle der Firma Lipp

2.1.3.2 Planetenkugelmühle

Die Planetenkugelmühle basiert darauf, eine kombinierte Umlauf- und Drehbewegung für Mahlbecher zu erzeugen, in welchem sich Kugeln als Mahlkörper befinden. Durch den Umlauf der Mahlbecher wird eine radial nach außen gerichtete Fliehkraft auf das Mahlgut und die Mahlkugeln ausgeübt. Zusätzlich überlagert sich eine weitere Fliehkraftkomponente, die aus der Rotationsbewegung der Mahlbecher herrührt (Patent Fritsch, 1997). Dadurch wird die zu zerkleinernde Suspension von den Kugeln im Mahlbehälter zerschlagen und zerrieben. Planetenkugelmühlen werden für Nassmahlung mit horizontalen Achsen und für Trockenmahlung auch mit vertikalen Achsen ausgeführt. Ihren mahltechnischen Vorteilen, aufgrund der hohen Beanspruchungsintensität, stehen bei größeren Bauarten beträchtliche konstruktive Schwierigkeiten gegenüber, besonders was die nötige Wärmeabfuhr und bei kontinuierlicher Betriebsweise die Mahlgutzuführung und Entnahme betrifft (Stieß, 1994). Aus diesem Grund sind Planetenkugelmühlen häufiger in Laboren zu finden als im großindustriellen Bereich.

2.2 Vorbehandelte Rohstoffe

2.2.1 Kakaomasse

Wie im Abschnitt 2.1.1 bereits erwähnt, kann der Conchierprozess durch Vorbehandlung der Kakaomasse wesentlich entlastet und verkürzt werden. Um weniger Säure, Wasser und ein gutes Aroma in der Kakaomasse zu erhalten, kann diese noch veredelt werden. Die Vorveredelung oder thermische Vorbehandlung der Kakaomasse bringt wesentliche Vorteile für den Herstellungsprozess der Schokolade. Durch die Vorbehandlung können Wasser und unerwünschte Geschmacksstoffe entfernt sowie die Aromaentwicklung gefördert werden. Der folgende Abschnitt beschreibt drei Verfahren zur Kakaomasseveredelung.

LUWA-Dünnschichtverdampfer

Bei diesem Verfahren wird die Kakaomasse über einen Heizmantel in einen Zylinder eingebracht und mittels eines Verteilerringes gleichmäßig in dünnen Schichten auf die Innenwand der Kolonne verteilt. So kann die Kakaomasse als dünner Film in einer schraubenförmigen Bahn der Zylinderwand nach unten laufen. Dabei verdampfen niedermolekulare sowie leichtflüchtige Komponenten in der Kakaomasse (Kleinert, 1997).

Petzomat-Dünnschichtverfahren

Die zu veredelnde Kakaomasse wird bei diesem Verfahren entweder durch Wasser oder eine spezielle Impflösung homogen in einem Staticmixer angefeuchtet. Die Kakaomasse gelangt durch eine Pumpe von oben in die Anlage. Dadurch kann die Kakaomasse nach unten fließen und wird somit von der Heißluft, die von unten aufsteigt, im gebildeten Ringraum zwischen Rotor und Stator in einer turbulenten Strömung sehr intensiv bearbeitet. Nach diesem Prozess liegt die Kakaomasse in feinen Tröpfchen vor. So kann die Kakaomasse die Feuchtigkeit und die unerwünschten Stoffe wie Essigsäure, Karbonylverbindungen oder Amine an die sie umspülende Luft abgeben. Danach wird die Kakaomasse gekühlt und später für die weitere Verarbeitung in Tanks gelagert (Beckett, 1990).

Bei diesem Verfahren ist die Dünnschichtveredelungs-Anlage als Säule aufgebaut und besitzt drei Behandlungszonen. Die Kakaomasse wird oben in den Säulenkopf eingeführt, mit heißem Gas beaufschlagt und fließt abwärts in die Trocknungszone. Die Vorveredelung der Kakaomasse erfolgt an der Innenseite des beheizten Stators. Die Röstzone wird nicht von der Heißluft durchströmt, da sie durch eine Scheibe vom Säulenkopf getrennt ist und zum Austragen der Röstgase unter einem leichten Vakuum steht. Um verschiedene Reaktionslösungen wie zum Beispiel Wasser oder Zuckersirup zugeben zu können, befinden sich sowohl in der Trocknungs- als auch in der Röstzone Dosierstellen. Die Kakaomasse wird in dieser Anlage getrennt vorgetrocknet und anschließend bei einstellbaren Feuchtigkeitsgehalten und Temperaturen geröstet (Kleinert, 1997).

2.2.2 Milchpulvertrocknung

Um so wenig Wasser wie möglich in die Schokoladenmasse einzubringen, kann das Milchpulver vorgetrocknet werden. Ungetrocknetes Milchpulver würde Feuchtigkeit in die Schokolade einbringen und somit die Viskosität und die Fließeigenschaften möglicherweise negativ beeinflussen. Es gibt verschiedene Ansätze wie Milchpulver getrocknet werden kann, z.B. im Trocknungsschrank, Vakuumtrockner oder in der Conche. Beim konventionellen Verfahren wird Milchpulver mit einem Wassergehalt von ca. 3-5 % eingesetzt. Hier wird der Wassergehalt während dem Conchieren in der Trocknungsphase reduziert (Beckett, 2008). Eine andere Möglichkeit zur Senkung des Wassergehaltes und zur Verkürzung der Conchierzeit bietet die Methode der Milchpulvertrocknung in der Conche. Dabei wird das Milchpulver, was einen Wassergehalt von 4 % besitzt, mit Zucker und einer kleinen Menge Kakaobutter vermischt und in der Conche getrocknet. Die Trocknung kann bei 60 – 70°C unter Vakuum erfolgen oder bei Temperaturen von 90 – 100°C mit Belüftung. Nach der Trocknung erfolgt eine Versiegelung der Masse mit Kakaobutter, um die hygroskopische Eigenschaft des Milchpulvers bei der Lagerung zu verringern (Bolenz, 2006). Durch dieses Verfahren erhält man den Dry-Mix mit einem Wassergehalt von max. 0,4 %. Der Dry-Mix besitzt einen Fettgehalt von 35 % und hat somit eine pumpfähige Konsistenz. Durch dieses Verfahren lässt sich nach Bolenz (2006) die Conchierzeit der Schokolade verkürzen.

Eine andere Methode das Milchpulver vorzutrocknen ist die Methode im Trockenschrank. Das Milchpulver wird als dünner Film auf ein Blech gegeben und bei ca. 98°C für 2 Stunden im Trockenschrank getrocknet, bis ein Wassergehalt von etwa 0,6 % erreicht wurde. Anschließend muss das getrocknete Milchpulver sofort in die zuvor gemischte Masse eingebracht werden, um so zu verhindern, dass es wieder Wasser aufnimmt.

Eine andere Alternative zur Vorbehandlung ist die Zerkleinerung und Veredelung der Masse mit einer in der Conche eingebrachten Wirbelkammer. Hier wird das Milchpulver mit Zucker vermischt und unter Einsatz der Wirbelkammer auf ca. 400 µm zerkleinert. Um eine zu große Staubentwicklung zu verhindern, wird dem Gemisch Butterreinfett bis auf einen Fettgehalt von 3 % hinzugefügt. Durch Drehbewegungen des Rotors in der Wirbelkammer werden hohe Scherkräfte erzeugt. Das Produkt wird dabei in der Mitte der Kammer angesaugt, passiert den Rotor-Stator- Bereich und wird an der Peripherie der Kammer in das Mischgut zurück geschleudert. Durch die Werkzeuge des Hauptmischwerkes wird permanent neues Produkt in den Bereich der Wirbelkammer gefördert. Somit ist gewährleistet, dass das gesamte Produkt in den Wirkungsbereich der Kammer gelangt und deren Scherzone zwangsweise durchströmt (Lipp, 2010). Nach einiger Zeit wird dem Gemisch der restliche Teil der Schokoladenmasse hinzugefügt und noch einmal conchiert. Danach kann die Masse zur weiteren Verarbeitung und zur weiteren Zerkleinerung in Kugelmøhlen überführt werden.

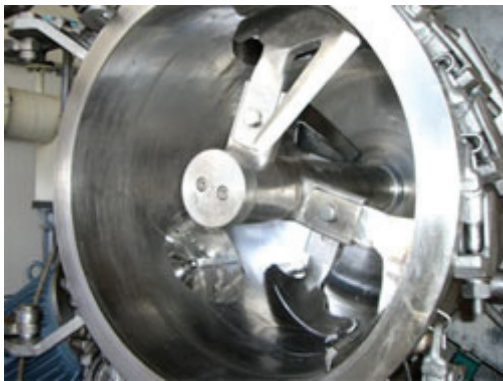


Abb. 4: Mischerinnenraum mit Wirbelkammer (Lipp)

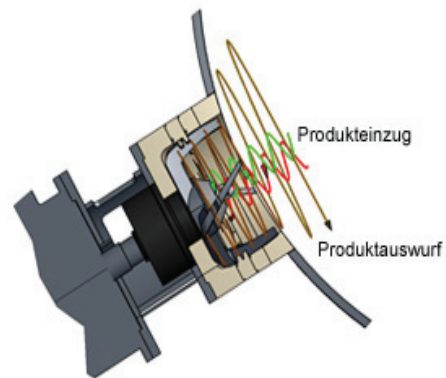


Abb. 5: Wirbelkammer (Lipp)

2.3 Fließeigenschaften der Schokolade

Schokolade ist ein disperses Stoffsystem. Hierbei ist die Kakaobutter die kontinuierliche Phase und die Feststoffteilchen wie Zucker, Kakaoteilchen und Milchpulver die disperse Phase (Do u.a., 2007). Die Fließeigenschaften der Schokolade sind ein wichtiger Aspekt in der Schokoladenherstellung, dabei ist es wichtig, dass die Schokolade bei einer bestimmten Temperatur flüssig und pumpfähig ist und natürlich beim Verzehren im Mund zerschmilzt. Da Faktoren wie der Fettgehalt, der Zucker und die Partikelgröße für das Fließverhalten eine wesentliche Rolle spielen, wird im nachfolgenden Abschnitt auf den Einfluss dieser Faktoren näher eingegangen.

2.3.1 Einfluss des Fettgehaltes

Der Fettgehalt einer Standard-Milkschokolade beträgt ca. 30 %. Dies bedeutet, dass 70 % der Schokolade Feststoffteilchen sind und somit von Fett überzogen werden müssen um fließen zu können. Der Fettgehalt setzt sich hauptsächlich aus der Kakaobutter sowie dem Butterreinfett und dem Milchpulver zusammen. Die Aufgabe des Fettes ist es, die Feststoffteilchen mit einem dünnen Film zu überziehen und somit die Masse fließfähig zu machen. Durch das Umhüllen der Feststoffteilchen mit Fett wird die Reibung der Teilchen untereinander verringert und somit das Gleiten der Teilchen erleichtert. Je höher der Fettgehalt ist, desto niedriger ist die Viskosität der Schokolade. Für das Fließverhalten der Schokolade kann nur das freie Fett genutzt werden, deswegen ist es umso wichtiger, dass die Feststoffteilchen wie Kakaomasse und Milchpulver zerkleinert werden, um somit mehr Fett aus den Zellen freizusetzen und die Fließfähigkeit zu erhöhen. Nach Beckett (2008) beeinflusst der Fettgehalt hauptsächlich die Viskosität und nicht die Fließgrenze, die Fließgrenze ist mehr von den Wechselwirkungen der Partikel untereinander abhängig.

2.3.2 Einfluss der Partikelgröße

Neben den Fließeigenschaften und der Viskosität spielen auch die sensorischen Eigenschaften von Schokolade eine wichtige Rolle. Damit die Schokolade später im Mund nicht sandig wirkt, darf sie eine Partikelgröße von 28 bis 35 μm nicht überschreiten. Die rheologischen Eigenschaften werden durch die Partikelgrößenverteilung beeinflusst. So beschreibt Servais (2002), dass durch eine bimodale Verteilung der Partikel, also eine optimale Mischung von feinen und groben Partikeln in der Schokolade, die Viskosität erniedrigt werden kann. Eine bimodale Verteilung bedeutet, dass sich in der Verteilungskurve eine Häufigkeitsverteilung mit zwei Maxima befindet, ein Maximum für die feinen Partikeln und ein Maximum für grobe Partikel. Bei einer idealen Mischung der Partikel nach Do Tal (2002) sollte der Anteil an groben Partikel siebenmal größer sein, als der Anteil der feinen Partikel. Dabei wird das Packungsvolumen der Teilchen maximiert und die kleinen Partikel können die Hohlräume zwischen den großen Partikeln besser ausfüllen, wie in der Abbildung 6 zu erkennen ist. Dadurch wird das Fett heraus gedrückt und liegt frei vor, somit kann die Viskosität erniedrigt werden. Um das zu erreichen, sollte die Mischung zu 37 % aus feinen und 63 % aus groben Partikeln bestehen (Servais, 2002). Bleibt jedoch die Frage offen, ob sich diese literarischen Vorgaben mit den realen Zerkleinerungsmaschinen erzielen lassen. So kann durch das konventionelle Verfahren eine Bimodalität der Partikelgrößenverteilung erreicht werden. Jedoch kann nicht gewährleistet werden, dass das oben genannte Verhältnis eingehalten werden kann. Bei alternativen Verfahren, wie z.B mit der Kugelmühle, konnten hauptsächlich nur monomodale Verteilungen der Partikel mit einem Maximum erreicht werden. So wird hier durch ständige Forschung versucht eine ausgeprägte Bimodalität zu erreichen.

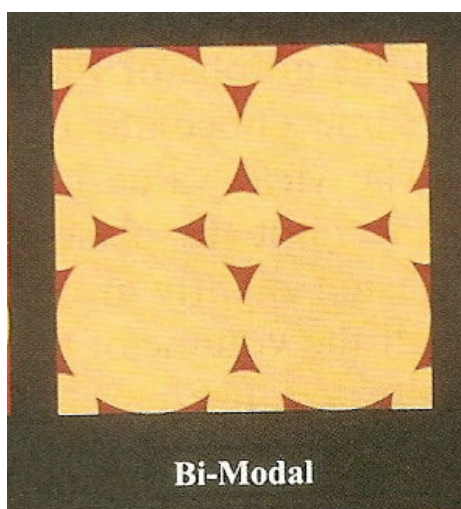


Abbildung 6: Bimodale Verteilung der Partikel (Beckett, 2008)

2.3.3 Einfluss von Zucker

Zucker bildet mit mehr als 50 % den größten Anteil in der Schokolade. Deswegen ist es umso wichtiger, dass der Zucker zerkleinert wird, um einen nicht zu hohen Anteil an groben Partikeln in der Schokolade zu erhalten. Es ist jedoch darauf zu achten, den Zucker nicht zu fein zu zerkleinern, da es sonst durch die ausgeprägte Hydrophilität des Zuckers zu Agglomeration der Zuckerpartikel untereinander kommen könnte und somit die Viskosität der Schokolade beeinflusst wird (Tscheuschner, 1999). Auch Franke (2001) beschrieb, dass durch die Zerkleinerung des Zuckers die Oberfläche teilweise amorphisiert und bevorzugt Feuchtigkeit aus der Umgebung aufnimmt. Die Zerkleinerung des Zuckers beruht auf Bruchvorgänge, die durch elastische Spannungsfelder in den Zuckerkristallen ausgelöst werden (Kleinert, 1997). So verhält sich Zucker wie ein sprödes Material, dass unter Einwirkung von Druck zum Zersplittern neigt und somit scharfe Kanten entstehen könnten (Beckett, 2008). Das Milchpulver besitzt zum Vergleich auch ähnliche Eigenschaften beim Bruchvorgang wie der Zucker. So beschreibt Beckett (2008) auch, dass Milchpulver durch die enthaltene Laktose ein sprödes Bruchverhalten besitzt und somit scharfe Kanten entstehen können. Für die Fließeigenschaften der Schokolade würde es bedeuten, dass je mehr Feinanteil von zerkleinertem Zucker vorhanden ist, mehr Fett benötigt wird um die unregelmäßige Oberfläche des Zuckers zu umschließen. Dieses würde eine Viskositätserhöhung nach sich ziehen. Für die meisten Schokoladen werden normale Kristallzucker verwendet, die zusammen mit der Masse zerkleinert werden. Für die Schokoladenherstellung werden häufig Kristallzucker mit einer Korngröße zwischen 0,5 mm und 1,25 mm verwendet, jedoch sollte hier der Feinkornanteil von 2 % nicht überschritten werden (Kleinert, 1997).

3. Material und Methoden

3.1 Rohstoffe

Alle Zutaten, die für die Versuche dieser Bachelorarbeit verwendet wurden, werden in der Tabelle 1 aufgelistet.

Tabelle 1: Verwendete Rohstoffe

Rohstoff	Lieferant	Sitz
Kakaomasse	Kakao Verarbeitung Berlin	12309 Berlin, Deutschland
Kakaobutter	Kakao Verarbeitung Berlin	12310 Berlin, Deutschland
Zucker	Nordzucker AG	38100 Braunschweig, Deutschland
Butterreinfett	Uelzena eG	29525 Uelzen, Deutschland
Magermilchpulver	Wheyco GmbH	17087 Altentreptow, Deutschland
Lezithin	Lipoid GmbH	67065 Ludwigshafen, Deutschland

Es wurden in allen Rezepturen die hier aufgeführten Rohstoffe verwendet, um eine gleichbleibende Qualität zu gewährleisten.

3.2 Verwendete Geräte

3.2.1 Dreiwalzwerk

Im Rahmen dieser Bachelorarbeit wurde für den ersten Versuch ein Dreiwalzwerk WDLH 300 der Firma F.B. Lehmann Maschinenfabrik GmbH verwendet. Dieses besteht aus drei hintereinander geschalteten Walzen, die durch Druck aneinander gepresst werden. Der Druck kann durch seitlich angebrachte Handräder zwischen 10 bar und 120 bar eingestellt werden. Hier ist darauf zu achten, dass der Druck beim An- und Abschalten des Walzwerkes nicht über 60 bar hinausgeht. Desweiteren muss die Walzentemperatur mittels Thermostat geregelt werden. Dabei ist es wichtig, dass das Walzwerk auf ca. 45°C vortemperierte wird, um eine vorzeitige Kristallisation der vorgefertigten Schokoladenmasse während dem Zerkleinerungsvorgang zu verhindern. Um die Geschwindigkeit der Walzen zu steuern, wird mit einem Potentiometer die Frequenz von 10 bis 50 Hz eingestellt.

3.2.2 Planetenkugelmühle

Für alle nachfolgenden Versuche wurde eine Planetenkugelmühle (Pulverisette 6) von der Firma Fritsch verwendet. Diese besteht aus einem Mahlbehälter, der sich auf einer Drehscheibe befindet. Während der Zerkleinerung drehen sich Mahlbehälter und Drehscheibe um die eigene Achse. Um ein einwandfreies Zerkleinern zu gewährleisten, ist die Pulverisette 6 noch mit einem Gegengewicht ausgestattet, um eine Unwucht beim Arbeitsvorgang zu verhindern. Der Füllungsgrad der Kugeln und des Mahlguts wurden von Krüger (2007) übernommen. Der Füllungsgrad betrug 50 % und das Volumenverhältnis der Kugeln zu dem Mahlgut 30 % zu 70 %. Es wurden für die Versuche jeweils 200 g Probe und 600 g Kugeln verwendet. Die Drehzahl wurde bei allen Versuchen auf 600 rpm eingestellt.

3.2.3 Laborconche

Für den ersten Versuch wurde nach der Zerkleinerung mit dem Dreiwalzwerk die Masse mit der Laborconche IMC-E 10 der Firma Lipp weiter verarbeitet. Die Conche besitzt einen horizontal ausgerichteten Behälter, der durch einen Doppelmantel beheizt oder gekühlt werden kann. Zusätzlich kann die Conche mit Vakuum oder Belüftung für verschiedene Zwecke eingesetzt werden. Die Befüllung der Laborconche erfolgt über eine oben am Behälter angebrachte Luke. Die Drehzahl der sich um die eigene Achse bewegenden Mischwelle lässt sich durch ein Tastenfeld an der Seite regeln. Für das Conchieren an der Laborconche wurde ein 90 minütiges Conchiervorgehen (siehe Seite 24) nach Bolenz (2003) angewendet.

3.2.4 Wirbelkammer

Für die Versuchsreihe 3 wurde eine in Mannheim von der Firma Lipp hergestellte Grundmasse verwendet. Diese wurde in einer Wirbelkammer mit einem Fettgehalt von 19,37 % hergestellt. Dafür wurden zuerst Milchkpulver und Zucker vermischt und unter Einsatz der Wirbelkammer auf ca. 400 µm zerkleinert. Durch Zusatz von Butterreinfett lässt sich eine zu hohe Staubentwicklung verhindern. Nach 20 min wurde Kakaomasse hinzugegeben und für weitere 60 min conchiert. Anschließend wurde die Masse mit dem restlichen Butterreinfett und Lecithin versehen und ein Teil der Kakaobutter hinzugefügt (Lipp, 2010).

3.3 Milchpulvertrocknung

Für die Versuchsreihen 2 und 4 wurde getrocknetes Magermilchpulver (Abschnitt 2.2.2) für die Schokoladengrundmassenherstellung verwendet. Die Trocknung des Magermilchpulvers erfolgte bei 98°C im Trockenschrank. Dazu wurde das Milchpulver mit einer Schichtdicke von etwa 1 cm gleichmäßig auf ein Blech verteilt und für ca. 2 h getrocknet. Alle 30 min wurde der Wassergehalt des Milchpulvers mittels des Schnellfeuchtebestimmers MB 45 der Firma Ohaus gemessen. Ziel war es, den Wassergehalt des Milchpulvers von ca. 3,5 % auf weniger als 1 % zu senken. Die gemessenen Wassergehalte werden in dem jeweiligen Ergebnisteil der Versuchsreihen 2 und 4 dargestellt. Nach der Trocknung wurde das Milchpulver aus dem Trockenschrank entnommen und der zuvor gemischten Schokoladenmasse hinzugefügt. Da das getrocknete Milchpulver sehr hygroskopisch ist, ist es wichtig es schnell mit der restlichen Masse zu vermischen.

3.4 Durchführung der Versuche

3.4.1 Versuchserläuterung

Ziel dieser Arbeit ist es, den Einfluss des Fettgehaltes und der Zerkleinerung auf die physikalischen Eigenschaften der Schokolade zu untersuchen. Durch Zerkleinern mit verschiedenen Fettgehalten könnten eventuell eine bimodale Verteilungskurve sowie günstige Fließeigenschaften erreicht werden. So wurden Versuchsreihen zur allgemeinen Betrachtung des Einflusses des Fettgehaltes entwickelt. Bei diesen Versuchsreihen wird mittels der Planetenkugelmühle und aufsteigenden Fettgehalten zerkleinert. Zudem soll durch eine Zerkleinerung von Zucker, der den prozentual größten Anteil in der Schokolade bildet herausgefunden werden, ob es dadurch zu einem höheren Feinanteil in der Schokolade kommt und somit eine bessere Verteilung der Partikel erreicht werden kann.

3.4.2 Versuchsübersicht

Insgesamt wurden 12 Versuche durchgeführt, die in vier Versuchsreihen gegliedert wurden. Zunächst wurde ein Wiederholungsversuch bearbeitet, der als Versuchsreihe 1 gekennzeichnet ist. Dieser Versuch soll die gewonnenen Erkenntnisse durch Feinstwalzen mit verschiedenen Fettgehalten von Manske (2008) bestätigen und reproduzieren. Der Versuch zeigte, dass die gewünschte Bimodalität der Partikelgrößenverteilung erreicht werden konnte. Weiterhin führte die Erhöhung des Fettgehaltes beim Feinstwalzen zu verbesserten Fließeigenschaften. Die Schokoladenmasse wurde als Variante A mit 23 % Fett vor-, fein- und feinstzerkleinert und als Variante B mit 23 % Fett vor- und feinzerkleinert und abschließend mit 26 % Fett feinstzerkleinert. Ziel war es, einen x90 Wert von 31 μm in der fertigen endveredelten Schokolade zu erhalten. Die Versuchsreihe 1 wird in der Tabelle 2 gezeigt.

Tabelle 2: Versuchsreihe 1, Walzenzerkleinerung A und B

	A	B
Vorwalzen	23% Fett	23% Fett
Feinwalzen	23% Fett	23% Fett
Feinstwalzen	23% Fett	26% Fett

In der Versuchsreihe 2 wurden vier verschiedene Fettgehalte mit einer Planetenkugelmühle zerkleinert. Für die Zerkleinerung der Standard-Schokoladenmasse wurden 6 mm Kugeln gewählt und bei einer eingestellten Drehzahl von 600 rpm zerkleinert. Die Zielpartikelgröße aller Versuche dieser Versuchsreihe lag bei 22 μm , gemessen mittels Mikrometerschraube. Da diese Versuchsreihe nicht den gewünschten Erfolg bei der Zerkleinerung brachte und auch kein verwertbares Ergebnis zustande kam, wurde eine andere Schokoladengrundmasse zur Zerkleinerung gewählt. Diese Schokoladenmasse wurde in Mannheim von der Firma Lipp hergestellt und in der Versuchsreihe 3 verwendet. Die Herstellung dieser Schokoladenmasse wird im Abschnitt 3.2.4 näher erläutert. Auch bei der Versuchsreihe 3 wurde die Schokoladenmasse mit den gleichen Parametern mittels Planetenkugelmühle zerkleinert. Die Zielpartikelgröße wurde auch hier auf 22 μm , gemessen mittels Mikrometerschraube festgelegt. Beide Versuchsreihen werden in der Tabelle 3 dargestellt.

Tabelle 3: Versuchsreihen 2 und 3

	Versuche			
	1	2	3	4
Versuchsreihe 2	18% Fett	21% Fett	26% Fett	30% Fett
Versuchsreihe 3	30 % Fett	26% Fett	23% Fett	19,37% Fett

In der Versuchsreihe 4 wurde das Augenmerk auf die Zerkleinerung von Zucker gelegt. Hier wurde der Zucker ohne Fettzugabe (Versuch 1) trocken zerkleinert und noch einmal mit einem Zusatz von 2 % Fett durch Kakaobutter (Versuch 2) zerkleinert. Separat wurde eine Schokoladengrundmasse ohne Zucker mit den gleichen Parametern zerkleinert. Alle Zerkleinerungen dieser Versuchsreihe fanden mit der Planetenkugelmühle statt. Hierfür wurden 6 mm Stahlkugeln verwendet und eine Drehzahl von 600 rpm eingestellt. Die zu erreichende Zielpartikelgröße wurde auf 25 μm , gemessen mittels Mikrometerschraube festgelegt. Die Übersicht der beiden Varianten der Versuchsreihe 4 wird in der Tabelle 4 gezeigt.

Tabelle 4: Versuchsreihe 4, Zerkleinerung von Zucker

	Versuch 1	Versuch 2
Fettgehalt in [%]	0	2
Kugelgröße in [mm]	6	6

3.4.3 Grundrezeptur

Bei allen Versuchsreihen wurde mit der gleichen Standardrezeptur für Milkschokolade gearbeitet. Die Rezeptur wird in der Tabelle 5 dargestellt.

Tabelle 5: Standard Rezeptur Milkschokolade

	Anteil [%]	Fett [%]	Fett im Mix [%]	Fett Total [%]
Kakaomasse	13	55	7,15	55
Kakaobutter	17,6	100	17,6	100
Zucker	50,19	0	0	0
Butterreinfett	4,8	99,8	4,7904	99,8
Milchpulver	13,7	1	0,137	1
Lezithin	0,7	94	0,658	94
Gesamt [%]	99,99		30,335	
Fett total [%]	30,338			

Mit dieser Standardrezeptur wurde in jeder der 4 Versuchsreihen gearbeitet. Bei allen Versuchen mit geringerem Fettanteil in der Masse, wurde ein Teil der Kakaobutter aus der Rezeptur heraus genommen. Alle anderen Rezepturbestandteile wurden wie in der oben gezeigten Tabelle 5 nicht verändert.

3.4.4 Versuchsdurchführung

Versuchsreihe 1

In der Versuchsreihe 1 wurde, wie schon im Abschnitt 3.4.2 kurz beschrieben, mit dem konventionellen Herstellungsverfahren und verschiedenen Fettgehalten während der Zerkleinerung eine Schokolade hergestellt. Zuerst wurden alle benötigten Zutaten für 10 kg der Schokoladengrundmasse abgewogen und in einem Hobart-Mischer gemischt. Danach erfolgte die Zerkleinerung der Masse in drei Stufen mit dem in Abschnitt 3.2.1 beschriebenen Dreiwalzwerk. Die für die Zerkleinerung verwendeten Anpressdrücke und Frequenzen werden in der Tabelle 6 aufgeführt.

Tabelle 6: Walzeneinstellungen für die Zerkleinerung

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

Zunächst wurde die Schokoladenmasse mit einem Fettgehalt von 23 % bei einem Druck von 10/30 bar vorgewalzt und anschließend mit einem Druck von 100/120 bar feingewalzt. Nach dem Feinwalzen wurde die Schokoladenmasse geteilt, so dass jeweils zwei gleiche Teile vorhanden waren. Diese sind in die Varianten A und B unterteilt. Die Variante A wurde dann feinstgewalzt mit einem Fettgehalt von 23% und bei einem Druck von 100/120 bar. Die Variante B wurde währenddessen auf 26 % Fett mit Kakaobutter im Hobart-Mischer aufgefettet und im Wärmeraum bei 50°C bis zur Weiterverarbeitung gelagert. Nachdem die Variante A mit 23% fertig feinstzerkleinert wurde, konnte diese Masse in die Conche überführt werden. Zur Endveredelung beider Varianten wurde ein 90-minütiges Conchierschema nach Bolenz (2003) verwendet, welches in der Tabelle 7 dargestellt ist. Während die Variante A in der Conche veredelt wurde, konnte die Variante B feinstzerkleinert werden. Hier wurden die gleichen Drücke verwendet. Danach wurde die Variante B conchiert und veredelt. Während des Conchierens wurden bei beiden Varianten die restlichen Rezepturbestandteile, wie die Kakaobutter und das Lezithin hinzugefügt. Nach dem Ende dieser Versuchsreihe wurden beide Varianten im Wärmeraum bei 50°C gelagert.

Tabelle 7: 90 min Conchierschema nach Bolenz u.a (2003)

Zeit [min]	Wassertemperatur [°C]	Drehzahl [U/min]	Deckelstellung	Ventilator	Zusätze
-10	80	0	offen	an	Walzgut einbringen
0	80	80	offen	an	
10	80	120	offen	an	
25	80	140	offen	an	Lez.1 + KaBu 1
45	80	120	zu	aus	
60	80	140	zu	aus	KaBu 2
70	85	200	zu	aus	Lez. 2
80	40	200	zu	aus	kühlen der Masse
90	40	0	zu	aus	Entnahme der Masse

Versuchsreihe 2

In dieser Versuchsreihe wurde die Schokoladengrundmasse mit verschiedenen Anfangsfettgehalten in der Planetenkugelmühle zerkleinert. Dabei wurde mit 6 mm Stahlkugeln und einer Drehzahl von 600 rpm gearbeitet. Zunächst wurde etwa 1 kg Schokoladengrundmasse hergestellt. Das darin enthaltene Magermilchpulver wurde, wie im Abschnitt 3.3 beschrieben, getrocknet und in die Grundmasse eingearbeitet. Die Grundmasse wurde mit einem Anfangsfettgehalt von 18 % hergestellt und für die 4 Versuche verwendet. Für die weiteren Versuche mit 21 %, 26 % und 30 % Fett wurde die Schokoladengrundmasse mit Kakaobutter auf den gewünschten Anfangsfettgehalt aufgefettet. Das Rezept für diese Versuchsreihe ist in der Tabelle 8 zu sehen.

Tabelle 8: Rezept, 18 % Anfangsfettgehalt Versuchsreihe 2

	Anteil [%]	Fett [%]	Fett im Mix [%]	Fett Total [%]
Kakaomasse	13	55	7,15	55
Kakaobutter	2,57	100	2,57	100
Zucker	50,19	0	0	0
Butterreinfett	4,8	99,8	4,7904	99,8
Milchpulver	13,7	1	0,137	1
Lezithin	0,7	94	0,658	94
Gesamt [%]	84,96		15,305	
Fett total [%]	18,015			

Alle Rezepturbestandteile blieben unverändert, bis auf die Kakaobutter. Diese wurde verringert, um einen Anfangsfettgehalt von 18% zu erhalten. Begonnen wurde mit einem Fettgehalt von 18 %. Hier wurde so lange versucht die Masse in der Planetenkugelmühle zu zerkleinern bis keine merkliche Zerkleinerung mehr festgestellt werden konnte. Anschließend wurde mit Kakaobutter um jeweils 2 % aufgefettet, um eine weitere Zerkleinerung zu ermöglichen. Dieser Vorgang wurde mehrmals wiederholt um die gewünschte Partikelgröße von 22 µm zu erreichen. Diese Vorgehensweise wurde auf die anderen drei Versuche mit den Anfangsfettgehalten von 21 %, 26 % und 30 % Fett übertragen. Nach dem Erreichen der gewünschten Endpartikelgröße, wurde die Masse aus dem Stahlbehälter entnommen und in ein geeignetes Gefäß überführt. Wenn der Endfettgehalt nach der Zerkleinerung noch nicht erreicht wurde, wurden die Schokoladenmassen bis auf den Endfettgehalt mit Kakaobutter aufgefettet. Leider konnte in dieser Versuchsreihe nicht der gewünschte Erfolg bei der

Zerkleinerung realisiert werden (siehe Abschnitt 4.2), deswegen wurde eine neue Versuchsreihe mit einer anderen Schokoladengrundmasse begonnen.

Versuchsreihe 3

Bei der Versuchsreihe 3 wurde mit einer in Mannheim von der Firma Lipp hergestellten Schokoladengrundmasse gearbeitet. Diese Schokoladengrundmasse besitzt einen Anfangsfettgehalt von 19,37 % und wurde, wie im Abschnitt 3.2.4 beschrieben, hergestellt. Da sich in der Versuchsreihe 2 herausgestellt hatte, dass keine verwertbaren Ergebnisse zustande kamen, wurde mit dieser Masse versucht zu zerkleinern. Das Rezept dieser Schokoladengrundmasse wird in der Tabelle 9 dargestellt.

Tabelle 9: Rezept, Schokoladengrundmasse 19,37 % Anfangsfettgehalt (Lipp, 2010)

	Anteil [%]	Fett [%]	Fett im Mix [%]	Fett Total [%]
Kakaomasse	13	55	7,15	55
Kakaobutter	4	100	4	100
Zucker	50,19	0	0	0
Butterreinfett	4,8	99,8	4,7904	99,8
Milchpulver	13,7	1	0,137	1
Lezithin	0,7	94	0,658	94
Gesamt [%]	86,39		16,735	
Fett total [%]	19,372			

In dieser Versuchsreihe 3 wurde die gleiche Vorgehensweise wie in der vorher beschriebenen Versuchsreihe 2 gewählt. Jedoch wurden hier andere Anfangsfettgehalte für die Zerkleinerung gewählt. Diese lagen bei 19,37 %, 23 %, 26 % und 30 % Fett.

Versuchsreihe 4

In dieser Versuchsreihe wurde Zucker in zwei Varianten mit der Planetenkugelmühle zerkleinert. Zu Beginn wurde 1 kg Schokoladengrundmasse ohne Zucker und mit getrockneten Magermilchpulver hergestellt, da der Zucker und die Schokoladengrundmasse separat zerkleinert werden sollten. Das Rezept der Schokoladengrundmasse ohne Zucker wird in der Tabelle 10 dargestellt.

Tabelle 10: Rezept, Schokoladengrundmasse ohne Zucker

	Anteil [%]	Fett [%]	Fett im Mix [%]	Fett Total [%]
Kakaomasse	13	55	7,15	55
Kakaobutter	10	100	10	100
Zucker	0	0	0	0
Butterreinfett	4,8	99,8	4,7904	99,8
Milchpulver	13,7	1	0,137	1
Lezithin	0,7	94	0,658	94
Gesamt [%]	42,2		22,735	
Fett total [%]	53,875			

Diese Masse besaß einen Fettgehalt von 53,875 % und es wurden 200 g Masse zerkleinert. Nach dem die Zielpartikelgröße von 23 µm erreicht wurde, konnte die Schokoladenmasse ohne Zucker von den Kugeln befreit und in ein geeignetes Gefäß überführt werden. Die Schokoladenmasse wurde bis zur weiteren Verarbeitung im Wärmerraum bei 50°C gelagert. Daraufhin wurden die beiden Zuckervarianten zerkleinert. Der Versuch 1 bestand aus Zucker ohne Fettzugabe durch Kakaobutter. Bei dem Versuch 2 hingegen wurde der Zucker mit 2 % Fett zerkleinert. In beiden Versuchen wurde versucht, den Zucker so lange zu zerkleinern bis die gewünschte Partikelgröße von 23 µm erreicht wurde. Die Partikelgröße wurde auch hier alle 5 min mit einer Mikrometerschraube und Sonnenblumenöl bestimmt. Das dabei verwendete Sonnenblumenöl diente dazu, den vermahlenden Zucker besser messen und erfassen zu können. Nachdem der Zucker zerkleinert und in ein geeignetes Gefäß überführt wurde, konnte der zerkleinerte Zucker mit der vorher zerkleinerten Masse vermengt werden. Es wurde eine kleine Probe von 200 g hergestellt. Das überarbeitete Rezept der Mischung von zerkleinertem Zucker und Masse wird in der Tabelle 11 gezeigt.

Tabelle 11: Rezept, Schokoladenmasse mit zerkleinerten Zucker

	Anteil [%]	Fett [%]	Fett im Mix [%]	Einwaage [kg]
Masse ohne Zucker	42,200	53,875	22,735	0,084
Zucker	50,190	-	-	0,100
Kakaobutter	7,600	100,000	7,600	0,015
			30,335	0,200

Um den Zucker des zweiten Versuches mit der Masse zu mischen, wurden insgesamt 102,49 g Zucker und 13,15 g Kakaobutter eingewogen. Da der Zucker schon mit 2 % Fett zerkleinert wurde, muss dieses Fett von der Kakaobutter abgezogen werden. Somit erhielt man einen Fettgehalt von 30,335 %.

3.5 Analytische Messmethoden

3.5.1 Mikrometerschraube

Um bei allen Versuchsreihen die Größe der Partikel während der Zerkleinerung zu bestimmen, wurde mit einer Mikrometerschraube gearbeitet. Dies ist wichtig, um die Kontrolle über den Zerkleinerungsverlauf zu haben. Die Partikelgröße wurde alle 5 min bestimmt. Die notwendige Genauigkeit der Partikelgröße und der Partikelfeinverteilung kann nicht über die Mikrometerschraube bestimmt werden, hier können nur die größten Teilchen bestimmt werden. Um eine genauere Partikelgröße zu erhalten wird mit einem Laserbeugungsspektrometer gemessen. Diese Messmethode wird im Abschnitt 3.5.2 näher erläutert. Die Mikrometerschraube besteht aus einer festen und einer mit einem Feingewinde verstellbaren Messfläche, welche durch einen Bügel miteinander verbunden sind. Die zu messende Probe wird zwischen die beiden Messflächen gegeben. Das Gewinde wird mit der Einstellschraube so weit zuge dreht, bis beide Messflächen die Probe berühren. Auf einer Skala die parallel zur Verschiebungsrichtung ist, kann die Größe der Probe ermittelt werden. Um falsche Messwerte durch unterschiedliche Messkraft (Zerquetschung der Probe) zu vermeiden, wird das Gewinde über eine Ratsche gedreht. Nach dreimaligem Klicken der Ratsche kann der Wert abgelesen werden.

3.5.2 Laserbeugungsspektrometer

Um die genauen Partikelgrößen und Partikelgrößenverteilung zu bestimmen wird mit dem Laserbeugungsspektrometer Mastersizer 2000 der Firma Malvern Instruments gearbeitet. Die Methode der Messung beruht auf der Fraunhofer-Beugung der Einzelpartikel (Kleinert, 1997).

Das Prinzip des Laserbeugungsspektrometers beruht auf der Lichtstreuung, die durch Partikel hervorgerufen wird. Dazu wird das von einem Helium-Neon-Laser erzeugte Licht durch einen Filter zu einem parallelen Analysenstrahl geformt. Dieser wird von den Partikeln abhängig von ihrer Größe unterschiedlich stark gebeugt. Das gestreute Licht wird von einer Sammellinse gebündelt und auf einem nachstehenden Detektor abgebildet. Ein Receiver berechnet anschließend die Partikelgrößenverteilung aufgrund einer Intensitätsverteilung der gemessenen Strahlung. Pro Probe werden drei Messungen durchgeführt, die Ergebnisse zeigt der Computer mit den Werten x10, x50 und x90 an. Diese Werte geben den prozentualen Anteil der Partikel an. Ein Wert von x50 mit 10 μm beispielsweise sagt aus, dass 50 % der Partikel kleiner gleich 10 μm sind (Kleinert, 1997). In Abbildung 7 ist eine schematische Darstellung des Messprinzips abgebildet.

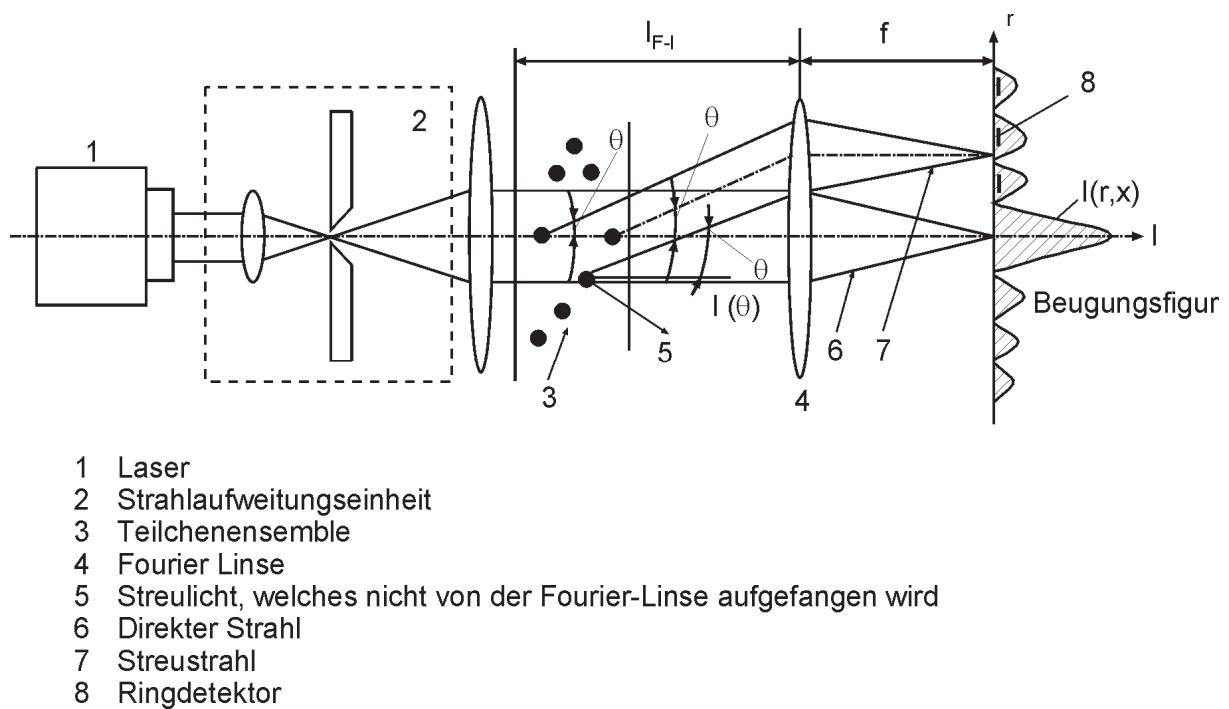


Abbildung 7: Schematische Darstellung eines Laserbeugungsspektrometers (Wozniak, 2003)

Durchführung

Zunächst wird etwas Pflanzenöl in einem Becherglas auf 40°C erwärmt. Währenddessen wird das Ultraschallbad vorbereitet und auf eine Temperatur von 30°C temperiert. Dann erfolgt die Probenvorbereitung in einem Mörser. Jeweils 2 g der zu untersuchenden Probe werden mit etwas warmem Öl verdünnt und im Mörser zerrieben. Danach wird die fertiggestellte Probe in ein kleines Reagenzglas gegeben, verschlossen und für 15 min in das Ultraschallbad gestellt. Ziel der Probenvorbehandlung im Ultraschallbad ist es, die Bildung von Agglomeraten zu verhindern. Von jeder Probe erfolgt eine Doppelbestimmung. Bevor die erste Probe aus dem Ultraschallbad genommen wird, startet eine Referenzmessung mit Öl, um den Nullpunkt zu erfassen. Nachdem das geschehen ist, wird die Probe tröpfchenweise in die Einfüllstation mit Rührwerk eingefüllt. Das eingebaute Rührwerk gewährleistet eine gute Probenverteilung. Die Drehzahl des Rührwerks wurde auf 3000 rpm eingestellt. Die Probe wird so lange eingetropt bis eine optische Konzentration zwischen 18 und 25 % erreicht ist. Anschließend kann die Messung gestartet werden. Die Auswertung erfolgt durch das Programm Mastersizer 2000.

Darstellung der Partikelgrößenverteilung

Die Darstellung der Partikelgrößenverteilung kann entweder über die Summenhäufigkeit Q_3 , oder über die Dichteverteilung p_3 erfolgen (Tscheuschner, 2004). In dieser Bachelorarbeit wurden beide Verteilungen bezogen auf die Partikelgröße in einem Diagramm zusammengefasst.

Um weitere Aussagen über die Partikelgrößenverteilung treffen zu können, wurde noch der Span und die spezifische Breite hinzugezogen. Der Span wird von dem Programm Mastersizer 2000 automatisch berechnet und ausgegeben. Als einzige Größe wurde noch zusätzlich die spezifische Breite manuell nach der unten gezeigten Formel ausgerechnet.

$$\text{Spezifische Breite : } \frac{x_{90}}{x_{10}} \qquad \text{Span: } \frac{(x_{90} - x_{10})}{x_{50}}$$

Diese beiden Werte geben an, wie breit das Partikelspektrum der Kurve ist. So kann man auch sagen, dass je größer der Span ist, umso breiter ist die Partikelverteilung oder das Partikelspektrum. Jedoch können durch diese Werte keine Aussagen über die Partikelgrößen der Schokoladen getroffen werden.

Eine andere Größe zur Betrachtung der Partikelgrößenverteilung bietet die spezifische Oberfläche. Diese gibt die Oberfläche der Teilchen als ideale Kugeln an. Jedoch wird bei dieser Größe nicht berücksichtigt, dass durch die Zerkleinerung der Partikel auch andere Strukturen entstehen können. So können die zerkleinerten Partikel auch poröse- oder auch eckige Strukturen annehmen. Auch Tscheuschner (2004) beschreibt, dass mit zunehmender Abweichung der realen Partikelform von der Kugel der Fehler der Messung zunimmt. Somit enthält die Methode bei nicht kugelförmigen Partikeln einen geringen aber tolerierbaren Fehler (Vorlesungsskript Bolenz, 2008). Die spezifische Oberfläche wird von der Software Mastersizer 2000 wie in der unten gezeigten Formel berechnet und für jede Partikelmessung angegeben.

$$\text{spez. Oberfläche: } \frac{6 \sum \frac{V_i}{d_i}}{p \sum V_i} = \frac{6}{pD[3, 2]}$$

V_i = relatives Volumen

d_i = mittlerer Durchmesser

p = Partikeldichte

Anhand der spezifischen Oberfläche lassen sich schon vorher Aussagen über die Viskosität der Schokolade treffen. So bedeutet eine hohe spezifische Oberfläche, dass sich mehr kleine Teilchen in der Suspension befinden und somit die Viskosität beeinflusst, da mehr Fett benötigt wird, um diese kleinen Teilchen zu umschließen (Beckett, 2008).

3.5.3 Rotationsrheometer

Die Rheologie beschreibt, wie sich ein Körper bei Beanspruchung durch äußere Kräfte verformt. Körper können in diesem Zusammenhang Festkörper, Flüssigkeiten oder Gase sein. Ideale Fluide, wie Flüssigkeiten und Gase werden irreversibel verformt. Das bedeutet, sie fließen (Schramm, 2000). Durch die Schubspannung (τ) fängt die Flüssigkeit an im Spalt zu fließen. Dadurch ergibt sich ein Geschwindigkeitsabfall in der laminaren Schichtenströmung zwischen zwei ebenen Platten, der je nach Art der betreffenden Flüssigkeit unterschiedlich ist. Dieser Geschwindigkeitsabfall wird auch als Scherrate (γ) beschrieben. Der Zusammenhang zwischen Schubspannung und Scherrate, die das Fließverhalten einer Flüssigkeit beschreibt, wird graphisch in einem Diagramm dargestellt, in dem τ die Ordinate und γ die Abszisse bildet. Dieses Diagramm wird „Fließkurve“ genannt (Schramm, 2000).

In dieser Bachelorarbeit wurde mit dem Rotationsrheometer Rheolab MC 100 der Firma Physika gearbeitet. Wichtig für diese Bachelorarbeit waren folgende zwei Eigenschaften, die mit dem Rotationsrheometer bestimmt wurden:

- Grenzviskosität: Sie beschreibt den Grenzwert der Viskositätsfunktion für unendlich hohe Scherraten.
- Fließgrenze: Sie beschreibt, dass Substanzen erst anfangen zu fließen, wenn die von außen wirkenden (externen) Kräfte größer sind als die internen Strukturkräfte (Metzger, 2000).

Die Messung erfolgt mit einem koaxialen Zylindermesssystem. Um eine einwandfreie Messung zu gewährleisten, muss die ganze Messeinrichtung auf 40 °C aufgeheizt werden, da das Fließverhalten der Schokolade temperaturabhängig ist. Die Schokolade wird aus dem Wärmeschränk in die Vorrichtung gegeben und anschließend bei verschiedenen Scherraten gemessen. Angefangen wird bei einer Scherrate von 30 s^{-1} , was ein 3-minütiges Vorscheren beinhaltet. So soll gewährleistet werden, dass sich die Probe gleichmäßig erwärmt. Insgesamt werden die Messungen in 12 Abschnitte eingeteilt und mit verschiedenen Scherraten von 1 s^{-1} bis 60 s^{-1} durchgeführt, um die Viskosität und die Fließgrenze zu berechnen, was durch das Auswerteprogramm Physica US 200 erfolgt. In der Tabelle 12 wird der Verlauf der Messung mit den 12 Abschnitten und den jeweiligen Scherraten gezeigt.

Tabelle 12: vorgegebene Scherphasen und Messpunkte

Abschnitt	Scherrate [1/s]	Anzahl der Messpunkte
1	0 - 30	2 (verwerfen)
2	30	3 (verwerfen)
3	30 - 5	2 (verwerfen)
4	5	10
5	5 - 20	2 (verwerfen)
6	20	10
7	20 - 40	2 (verwerfen)
8	40	10
9	40 - 60	2 (verwerfen)
10	60	30
11	60 - 3	150
12	3 - 1	25

Die ganze Messung ist in 12 Abschnitte unterteilt, in jedem Abschnitt werden bei unterschiedlichen Scherraten Messpunkte erfasst. Die relevantesten Messpunkte für die Berechnung der Viskosität und der Fließgrenze sind die Abschnitte 11 und 12. Auch die Betrachtung der aufgenommenen Messpunkte bei konstanter Scherrate in den Abschnitten 4, 6 und 8 werden empfohlen. So beschreiben Mongia und Ziegler (2000), dass die Viskosität bei hohen Scherraten wichtig ist für das Pumpen der Schokoladenmasse durch Rohrleitungen und die Fließgrenze wichtig ist bei niedrigen Scherraten für das Ausformen der Schokolade. Die Ergebnisse der Messung werden dann mit verschiedenen Auswertungsmethoden berechnet. Hierbei gibt es verschiedene Ansätze. Die erste Methode ist die nach Casson. Sie wurde ursprünglich zur Beurteilung von Farben verwendet, ist aber nach Festlegung der ICA auch eine wichtige Berechnungsformel für die Fließgrenze von Schokoladenmassen:

$$\tau^{\frac{1}{2}} = \tau_c^{\frac{1}{2}} + (\eta_c \dot{\gamma})^{1/2}$$

$\dot{\gamma}$ = Schergeschwindigkeit

τ_c = Fließgrenze nach Casson

η_c = Viskosität nach Casson

τ = Schubspannung

Die 2. Methode zur Berechnung der Fließgrenze ist die Berechnungsformel nach Windhab, die nachfolgend aufgeführt ist,

$$\tau = \tau_0 + \eta_{\infty} * \dot{\gamma} + (\tau_1 - \tau_0)(1 - \exp\{\frac{-\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_*}\})$$

Mit $\dot{\gamma}_* = \dot{\gamma}[\tau_* = \tau_0 + (\tau_1 - \tau_0)(1 - \frac{1}{e})]$

τ_1 = Schubspannung τ_0 = Fließgrenze η_{∞} = Gleichgewichtsviskosität

(Alle Formeln aus Tscheuschner, 2004)

4 Ergebnisse und Diskussion

In diesem Abschnitt werden alle Versuche der vier Versuchsreihen dieser Bachelorarbeit ausgewertet und ihre Ergebnisse dargestellt.

4.1 Versuchsreihe 1: Walzenzerkleinerung

In der Versuchsreihe 1 wurden zwei Schokoladen mit der konventionellen Methode hergestellt. Beide Schokoladen wurden mit einem Dreiwalzwerk bei 10/30bar Druck Vorgewalzt und anschließend bei 100/120 bar fein- und feinstgewalzt. Die Frequenz wurde in beiden Versuchen auf 40 Hz eingestellt. Diese Einstellungen wurden von Manske (2008) übernommen, um eine gute Zerkleinerung der Grundmasse zu gewährleisten und ein Spritzen der Masse während des Zerkleinerungsvorganges zu verhindern. Diese Vorgehensweise (Abschnitt 3.4.4) wurde von Manske (2008) übernommen, um noch einmal die bereits gewonnenen Erkenntnisse bei der Partikelgrößenverteilung und den Fließeigenschaften zu wiederholen und zu bestätigen. Hier wurde herausgefunden, dass mit der Anpassung des Fettgehaltes bei der Zerkleinerung die Rheologie sowie die Partikelgrößenverteilung positiv beeinflusst werden kann. In diesem Abschnitt werden beide Versuche ausgewertet und miteinander verglichen.

Die Zerkleinerung der beiden Versuche A und B lief reibungslos und zufriedenstellend. Beide Schokoladen wurden nach ihrer Fertigstellung auf ihre Partikelgröße untersucht. Das Ziel beider Versuche war eine Partikelgröße mit einem x90-Wert von 31 μm . Zur besseren Veranschaulichung der Ergebnisse der beiden Versuche sind die gemessenen Mittelwerte der Partikelmessung in der Tabelle 13 dargestellt.

Tabelle 13: Mittelwerte der Partikelmessung, Versuch A und B

Versuche	Fettgehalt [%]	Messwerte in [μm]		
		x10	x50	x90
A	23	2,504	9,241	43,62
B	26	2,557	10,182	42,166

In der Tabelle 13 zeigt sich, dass die gewünschte Partikelgröße von 31 μm nicht erreicht werden konnte. Beide Versuche besitzen einen relativ hohen x_{90} -Wert. Der Versuch A liegt bei einem Wert von $x_{90} = 43,62 \mu\text{m}$ und der Versuch B besitzt einen x_{90} -Wert von $42,166 \mu\text{m}$. Dies ist jedoch auf technische Probleme mit dem Dreiwalzwerk zurückzuführen. Um einen weiteren Überblick zu erhalten, ist in der Abbildung 8 die Partikelgrößenverteilung der beiden Versuche dargestellt.

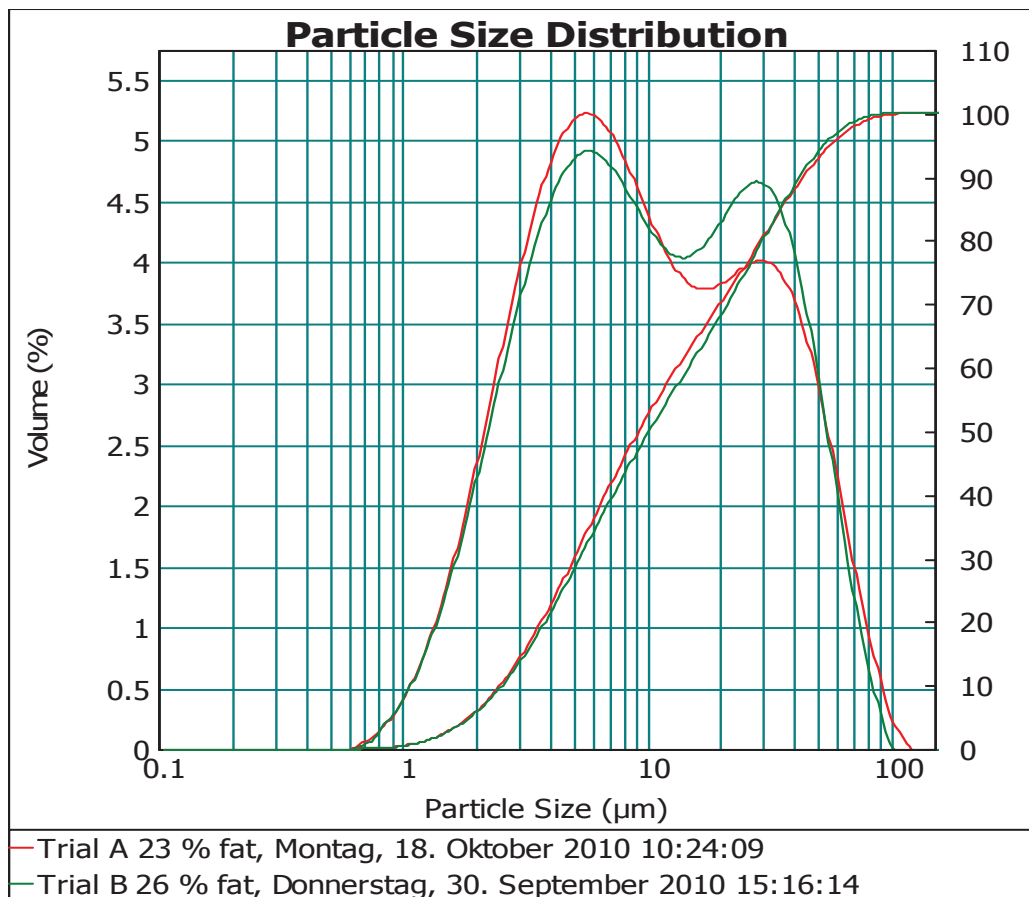


Abbildung 8: Partikelgrößenverteilung, Versuch A und B

In der Abbildung 8 ist zu sehen, dass beide Versuche eine ausgeprägte Bimodalität aufweisen. So besitzen beide Versuche zwei Maxima. Bei dem Versuch A ist ein hohes erstes Maximum zwischen der Fraktion von 5 bis 7 μm bei 5,2 % zu erkennen. Das zweite Maximum des Versuches A liegt in der Fraktion zwischen 29 bis 30 μm bei 4,15 %. Bei dem Versuch B wird ein Maximum in der Fraktion zwischen 5 bis 7 μm bei 4,8 % deutlich. Das zweite Maximum befindet sich in der Fraktion zwischen 27 bis 30 μm bei 4,5 %. Somit ist bei dem Versuch A mit einem höheren Feinanteil und bei dem Versuch B mit einem höheren Grobanteil der Partikel in der Schokolade zu rechnen.

Dieses wird auch in der nächsten Tabelle 14 deutlich, hier sind die prozentualen Anteile der Partikel unter 5 µm und über 20 µm dargestellt.

Tabelle 14: Prozentuale Anteile der Partikel von Versuch A und B

Versuche	Fettgehalt [%]	Anteil der Partikel [%]	
		< 5µm	> 20µm
A	23	30,2	29,47
B	26	28,49	31,42

Die Tabelle 14 zeigt, dass sich bei dem Versuch A 30,2 % der Partikel unter 5 µm befinden und somit eine höhere Anzahl an feinen Partikeln als in dem Versuch B der einen Anteil von 28,49 % unter 5 µm aufweist. Auch zu sehen ist, dass bei dem Versuch B der Anteil der groben Partikel mit 31,42 % höher ist als bei dem Versuch A, der einen Grobanteil über 20 µm von 29,47 % aufweist. Somit liegt die Vermutung nahe, dass sich durch das Zerkleinern mit niedrigeren Fettgehalt, ein höherer Anteil an feinen Partikel bildet und sich somit auf die Viskosität der Schokolade auswirken könnte. Um diese Vermutung zu unterstützen, wird noch ein Blick auf den Span, die spezifische Breite und die spezifische Oberfläche gerichtet. Diese Werte werden in der Tabelle 15 gezeigt.

Tabelle 15: Span, spezifische Breite und spezifische Oberfläche der Versuche A und B

Versuch	Fettgehalt [%]	Span	spez. Breite	spez. Oberfläche [m²/g]
A	23	4,449	17,42	1,02
B	26	3,89	16,49	0,98

Hier zeigt sich, dass der Versuch A ein breiteres Partikelspektrum und eine höhere spezifische Oberfläche besitzt, als der Versuch B. Die spezifische Oberfläche der beiden Versuche unterscheiden sich zwar nur geringfügig um 0,04 m²/g, jedoch könnte es dadurch bei Versuch A zu einer höheren Fließgrenze kommen. Zur Beurteilung der Fließeigenschaften und Viskosität der Versuche A und B sind in der nächsten Abbildung 9 und Tabelle 16 die Ergebnisse der Messung der rheologischen Eigenschaften aufgeführt.

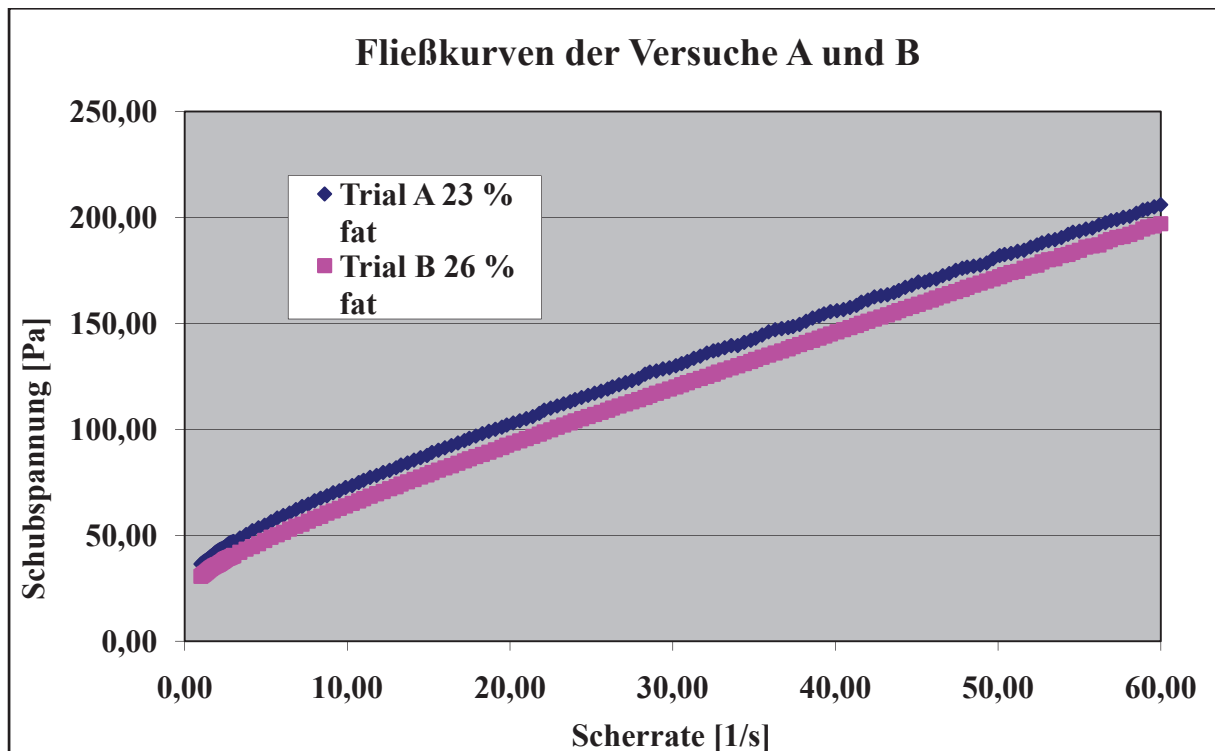


Abbildung 9: Fließkurven der Versuche A und B

Tabelle 16: Fließeigenschaften der beiden Versuche A und B

Versuche	Casson		Windhab		Schubspannung [Pa] bei konst. Scherrate [1/s]	
	Fließgrenze [Pa]	Viskosität [Pa*s]	Fließgrenze [Pa]	Viskosität [Pa*s]	5 [1/s]	40 [1/s]
A (23% Fett)	22,041	1,519	31,818	2,564	54,98	155,85
B (26% Fett)	17,179	1,579	26,299	2,618	48,11	147,00

Anhand der Abbildung zeigt sich, dass beide Versuche einen ähnlichen Kurvenverlauf besitzen. So unterscheidet sich der Kurvenverlauf von Versuch B nur geringfügig von Versuch A. Es konnte ein niedrigerer Kurvenverlauf festgestellt werden, was bedeutet, dass der Versuch B besser Fließeigenschaften aufweist. Der Versuch A hingegen weist eine höhere Schubspannung auf und hätte somit die schlechteren Fließeigenschaften. Dies spiegelt sich auch in der Tabelle 16 wieder. Der Versuch A mit einem Fettgehalt von 23 % besitzt eine wesentlich höhere Fließgrenze nach Casson von 22,041 Pa. Im Gegensatz dazu weist der Versuch B mit 26 % Fett eine niedrigere Fließgrenze nach Casson von 17,179 Pa auf. Jedoch zeigt sich auch, dass der Versuch A eine geringfügig bessere Viskosität besitzt als der Versuch B.

Obwohl der Unterschied zwischen den beiden Versuchen von 0,06 Pa*s gering ausfällt, besitzt der Versuch B insgesamt die besseren rheologischen Eigenschaften und eine günstigere Partikelgrößenverteilung. Die vorher gewonnenen Erkenntnisse durch Manske (2008) konnten mit dieser Versuchsreihe bestätigt und wiederholt werden. So wurde bei dem Bericht Manske (2008) herausgefunden, dass durch einen höheren Fettgehalt beim Feinstwalzen ein höherer Grobanteil und eine günstigere Verteilung der Partikel entstehen. Somit können die Fließeigenschaften der Schokolade positiv beeinflusst werden. Auch in dieser Versuchsreihe konnte gezeigt werden, dass sich durch das Feinstwalzen mit einem höheren Fettgehalt bessere Fließeigenschaften erzeugen lassen.

4.2 Versuchsreihe 2: Kugelmühlengerückbildung verschiedener Fettgehalte

In der Versuchsreihe 2 wurde mit verschiedenen Anfangsfettgehalten die Schokolade in einer Planetenkugelmühle zerkleinert. Die Anfangsfettgehalte dieser Versuchsreihe wurden auf 18 %, 21 %, 26 % und 30 % festgelegt. Ziel war es dabei herauszufinden, in wie weit der Anfangsfettgehalt die Zerkleinerung und die später gemessenen physikalischen Eigenschaften der Schokolade beeinflusst. Leider konnten in dieser Versuchsreihe keine verwertbaren Ergebnisse festgestellt werden, da es in den Versuchen 1 und 2 mit 18 % und 21 % Fettgehalt zu keiner guten Zerkleinerung der Masse kam. Nach dem Scheitern dieser Versuche wurde durch Absprache mit den Betreuern eine neue Versuchsreihe gewählt, mit einer anderen Grundmasse. Diese Versuchsreihe 3 wird im Abschnitt 4.3 ausgewertet. Dennoch soll in diesem Abschnitt versucht werden, die Gründe für das Scheitern dieser Versuchsreihe zu finden und die gemachten Beobachtungen darzulegen. Angefangen wurde mit der hergestellten Schokoladenmasse, die einen Anfangsfettgehalt von 18 % aufwies. Diese wurde mit vorher getrockneten Milchpulver hergestellt. Die Wassergehaltsmessung des Milchpulvers während des Trocknungsvorganges wird in der Tabelle 17 dargestellt.

Tabelle 17: Wassergehaltsmessung von Milchpulver der Versuchsreihe 2

Zeit in [min]	Wassergehalt in [%]
	Versuchsreihe 2
0	3,80
30	2,65
60	1,84
90	1,13
120	0,56

Die Herstellung und Vorgehensweise in dieser Versuchsreihe wird im Abschnitt 3.4.4 näher erläutert. Die Schokoladenmasse mit 18 % Anfangsfettgehalt wurde zu Beginn in der Planetenkugelmühle versucht zu zerkleinern. Der Zerkleinerungsverlauf wird zum besseren Verständnis in der Tabelle 18 aufgezeigt.

Tabelle 18: Zerkleinerungsverlauf, Versuch 1 18 % Fett

Zeit [min]	Temp. [°C]	Partikelgröße [µm]	Fettgehalt [%]	Drehzahl [U/min]	Bemerkung
5	30	238	18	580	Kein Schlagen der Kugeln hörbar
10	29,6	225	18	590	"
15	30,3	222	18	580	Masse nicht warm genug, kein Schlagen der Kugeln
20	30,5	222	18	600	Masse immer noch zu kalt
25	30,6	222	18	600	keine merkliche Zerkleinerung der Masse, Auffetten der Masse um 2 % auf 20 % Fett
30	31,4	189	20	570	Kein Schlagen der Kugeln hörbar
35	31,8	185	20	600	"
40	34,6	184	20	600	Masse immer noch zu kalt, 30 min Wärmeraum bei 50°C
45	37	180	20	600	/
50	38,8	178	20	600	/
55	42,3	178	20	600	Masse nicht flüssig genug, sehr fest, Auffetten der Masse um 2 % auf 22 % Fett
60	41,8	150	22	580	Masse im heißen Wasserbad auf 50°C erhitzt
65	45	148	22	600	Masse zähflüssig, kein Klackern der Kugeln hörbar, Auffetten auf 24 % Fett
70	42,3	142	24	600	keine Änderung feststellbar
75	44	139	24	600	Auffetten auf 26 % Fett
80	43,3	120	26	600	
85	43,9	116	26	600	kein Klackern hörbar
90	44,8	116	26	600	"
Abbruch des Versuches, da keine weitere Zerkleinerung möglich ist und die Masse sehr fest ist					

Anhand der Tabelle 18 ist zu erkennen, dass sich der Zerkleinerungsverlauf bis auf 90 min hinausstreckte. Nach 90 min konnte immer noch keine weitere Zerkleinerung der Masse festgestellt werden, so dass der Versuch nach 90 min bei einem Fettgehalt von 26 % abgebrochen wurde. Normalerweise wird bei der Zerkleinerung mit der Planetenkugelmühle

der Behälter und die Masse durch die Bewegung der Kugeln und der Drehbewegung sehr warm und müsste somit gekühlt werden. Auffällig an diesem Versuch ist jedoch, dass sich die Temperatur der Masse kaum verändert hat. Zu Beginn konnten 30°C gemessen werden, diese Temperatur wurde jedoch bei einem Fettgehalt von 18 % nicht mehr überschritten. Auch nach längerer Zerkleinerungsdauer unter Erhöhung des Fettgehaltes konnte die Temperatur nur um ca. 10°C erhöht werden. Die maximale Temperatur dieses Versuches lag bei 44,8°C. Ein weiteres Indiz für eine schlechte Zerkleinerung ist auch die Drehzahl. Die Drehzahl bei diesem Versuch blieb bis auf wenige Ausnahmen bei den eingestellten 600 rpm. Bei einem normalen Zerkleinerungsverlauf verringert sich die Drehzahl und es ist ein Klackern der Kugeln laut hörbar. Dies konnte jedoch bei diesem Versuch nicht festgestellt werden. Auffällig war auch, dass durch die Zugabe von Kakaobutter, keine bessere Zerkleinerung ermöglicht werden konnte. Eine Erklärung dafür könnte sein, dass es am Anfang der Zerkleinerung durch die Reibung der Kugeln am Rand, an der Masse und durch den geringen Fettgehalt zur Bildung von unerwünschten Agglomeraten gekommen sein könnte. Somit konnte auch eine Erhöhung des Fettgehaltes nicht die gewünschte Verbesserung der Zerkleinerung bringen. In einem weiteren Versuch mit 21 % Anfangsfettgehalt konnte auch kein zufriedenstellendes Ergebnis erzielt werden. Der Zerkleinerungsverlauf dieses Versuches wird in Tabelle 27 im Anhang gezeigt. Zwar konnte bei diesem Versuch die Zielpartikelgröße von 22 µm nach 100 min erreicht werden, jedoch wurde die Masse nach dem Entnehmen aus dem Behälter sofort fest und konnte nur noch mühsam in das vorgesehene Plastikgefäß überführt werden. Eine erste Erklärung wäre, dass eventuell Wasser in die Masse gekommen sein könnte. Jedoch kann diese Überlegung ausgeschlossen werden, da sich die Masse während der Zerkleinerung in einem verschlossenen Stahlbehälter befand und somit kein Wasser in die Masse gelangen konnte. Auch nach der Herausnahme der Masse aus dem Behälter hätte die Masse kein Wasser aufnehmen können. Um einen Fehler bei der Herstellung der Grundmasse mit 18 % Fett auszuschließen, wurde in einem weiteren Versuch die Grundmasse auf 30 % Endfettgehalt erhöht und in der Planetenkugelmühle zerkleinert. In diesem Versuch zeigte sich, dass die Masse gut zerkleinert werden konnte und nach 35 min wurde die gewünschte Zielpartikelgröße von 22 µm erreicht. Demzufolge kann ein Fehler beim Herstellen der Grundmasse ausgeschlossen werden.

4.3 Versuchsreihe 3: Kugelmühlzerkleinerung verschiedener Fettgehalte

In der Versuchsreihe 3 wurde mit einer Planetenkugelmühle und verschiedenen Anfangsfettgehalten zerkleinert. Mit der Versuchsreihe 3 wurde begonnen, nachdem, wie im Abschnitt 4.2 beschrieben, die Versuchsreihe 2 keine verwertbaren Ergebnisse lieferte. Nach Absprache mit den Betreuern wurde beschlossen, eine von der Firma Lipp hergestellte Grundmasse für die Zerkleinerung zu verwenden (Abschnitt 3.4.4). In allen Versuchen konnte die gewünschte Endpartikelgröße von 22 μm , gemessen mittels Mikrometerschraube, erreicht werden. Die Zerkleinerungen verliefen zufriedenstellend. Alle Zerkleinerungsverläufe dieser Versuchsreihe werden im Anhang dargestellt. Weiterhin werden in diesem Abschnitt alle Versuche der Versuchsreihe 3 miteinander ausgewertet und verglichen. Um einen Überblick über die Partikelgrößen dieser Versuchsreihe zu erhalten, werden in der Tabelle 19 die Mittelwerte der Partikelmessungen aufgezeigt.

Tabelle 19: Mittelwerte der Partikelmessung der Versuchsreihe 3

Versuche	Fettgehalt [%]	Messwerte [μm]		
		x10	x50	x90
V1	30	2,978	9,369	27,815
V2	26	3,011	9,208	27,017
V3	23	2,940	9,332	29,126
V4	19,37	2,972	9,171	27,253

Wie anhand der Tabelle 19 zu sehen ist, ähneln sich alle Partikelgrößen der vier Versuche in dieser Versuchsreihe. Negativ zu betrachten ist, dass in keiner der vier Versuche ein x90-Wert von 31 μm erreicht werden konnte. Der einzige Versuch der die gewünschte Partikelgröße nahezu liefert, ist der Versuch 3 mit einem x90-Wert von 29,126. Die anderen drei Versuche zeigten x90-Werte von etwa 27 μm , was etwas zu fein ist. Auffällig ist auch, dass sich alle Versuche bei den x10- und x50-Werten kaum unterscheiden. So besitzen die Versuche 1, 3 und 4 einen x10-Wert um die 2,9 μm und der Versuch 2 einen x10-Wert von 3,011 μm . Jedoch ist hier kein großer Unterschied auszumachen. Die x50-Werte liegen alle in einem Bereich von 9,1 bis 9,3 μm . Somit können alle Versuche gut miteinander verglichen werden, außer der Versuch 3. Für einen besseren Vergleich wird in der nachfolgenden Abbildung 10 die Partikelgrößenverteilung der Versuche 1 bis 4 und in der Tabelle 20 der Span, die spezifische Oberfläche und die spezifische Breite dargestellt.

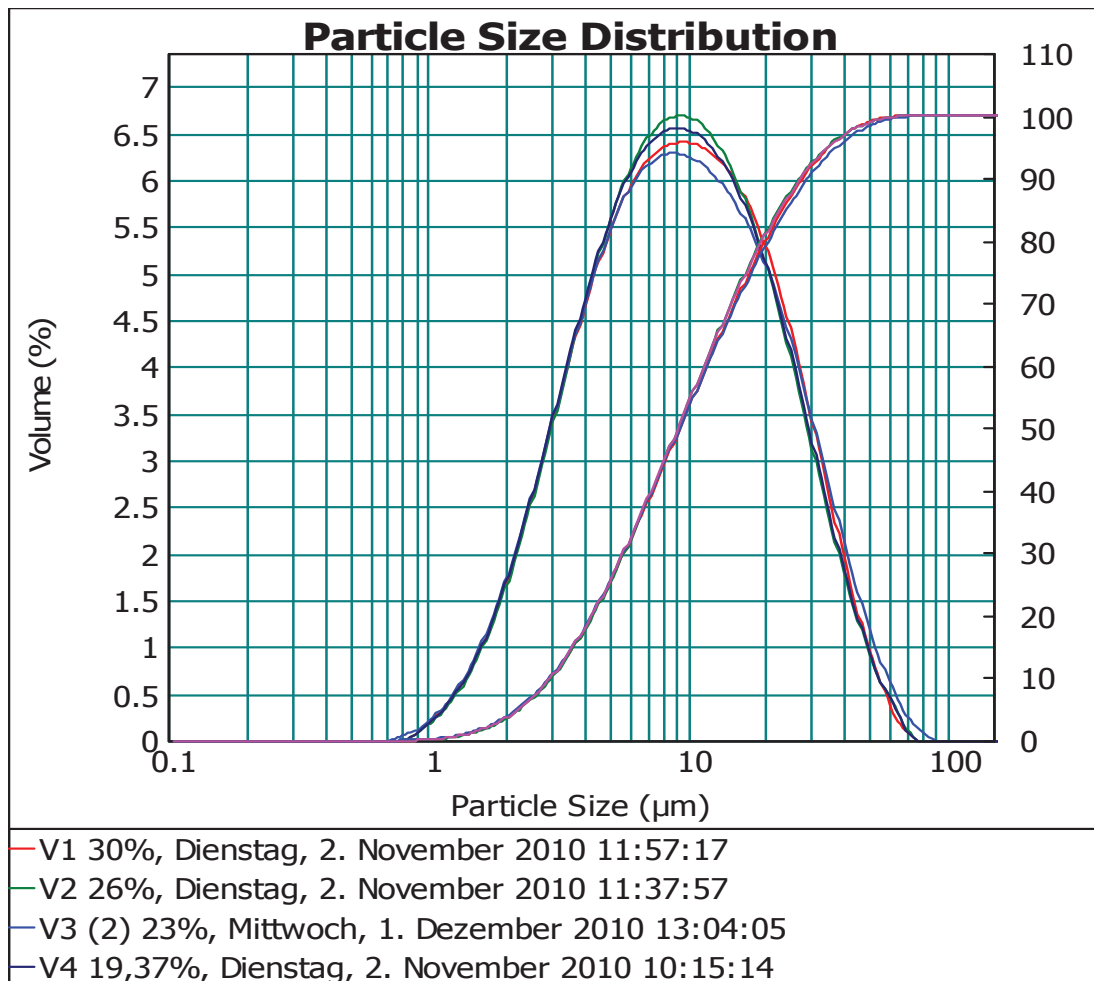


Abbildung 10: Partikelgrößenverteilung der Versuche 1 bis 4

Tabelle 20: Span, spezifische Breite, spezifische Oberfläche der Versuche 1 bis 4

Versuche	Fettgehalt [%]	Span	spez. Breite	spez. Oberfläche [m^2/g]
V1	30	2,651	9,340	0,927
V2	26	2,607	8,973	0,928
V3	23	2,806	9,907	0,936
V4	19,37	2,648	9,170	0,936

Auf den ersten Blick ähneln sich alle Kurven dieser Versuchsreihe. Leider konnte in allen Versuchen keine bimodale Verteilung erreicht werden. Wie zu sehen ist, haben alle eine unimodale Verteilung und somit nur ein Maximum. So besitzt der Versuch 2 mit einem Anfangsfettgehalt von 26 % das höchste Maximum in der Fraktion zwischen 8,7 bis 10 μm bei 6,039 %. Die anderen Versuche besitzen ein Maximum zwischen der Fraktion 8,7 bis 10 μm bei 5,6 bis 5,9 %. Anhand der Tabelle 20 lässt sich erkennen, dass sich alle Versuche vor allem in der spezifischen Oberfläche kaum unterscheiden. So besitzen die Versuche 3 und 4 die exakt gleiche spezifische Oberfläche. Die Versuche 1 und 2 unterscheiden sich nur

geringfügig voneinander. So hat der Versuch 1 mit einem Wert von 0,927 m²/g die geringste spezifische Oberfläche. Dadurch könnte bei diesem Versuch eine bessere Viskosität entstehen, denn nach Beckett (1990) bedeutet eine höhere spezifische Oberfläche, dass sich mehr kleine Partikel in der Suspension befinden und somit die Viskosität beeinflussen. Wie auch in der Abbildung 10 zu erkennen ist, hat der Versuch 3 das breiteste Partikelspektrum. Dies wird auch durch die spezifische Breite mit dem höchsten Wert von 9,907 und durch den Span mit einem Wert von 2,806 deutlich. Dadurch könnten bessere Fließeigenschaften resultieren, denn nach Mongia und Ziegler (2000) besitzen Schokoladen mit einer breiten Partikelverteilung niedrigere Fließeigenschaften. Um sich ein besseres Bild über die Feinanteile und Grobanteile der Versuchsreihe machen zu können, werden in der Tabelle 21 die prozentualen Anteile der Partikel unter 5 µm und über 20 µm herangezogen.

Tabelle 21: Prozentuale Anteile der Partikel, Versuche 1 bis 4

Versuche	Fettgehalt [%]	Anteil der Partikel [%]	
		< 5µm	> 20µm
V1	30	25,45	19,51
V2	26	25,31	18,25
V3	23	25,80	20,36
V4	19,37	25,76	18,55

Hier ist zu erkennen, dass sich alle Versuche in einem Bereich von 25 % unter 5 µm befinden. Jedoch besitzt der Versuch 3 mit einem Fettgehalt von 23 % den höchsten Feinanteil unter 5 µm mit 25,8 %. Zu sehen ist auch, dass sich in allen Versuchen durch die Zerkleinerung kein hoher Grobanteil an Partikeln gebildet hat. Auch hier ist der Versuch 3 mit einem Anteil von 20,36 % über 20 µm, der Versuch der den höchsten Grobanteil vorzuweisen hat. Dies ist jedoch auch dadurch zu erklären, dass der Versuch 3 mit 23 % Fett den höchsten x90-Wert von 29,126 besitzt. Gut erkennbar ist auch, dass keiner der Versuche das nach Servais (2002) beschriebene Verhältnis von 37 % der feinen Partikel zu 63 % der groben Partikeln besitzt. In der Abbildung 11 und der Tabelle 22 werden die Fließeigenschaften der vier Versuche dieser Versuchsreihe gezeigt.

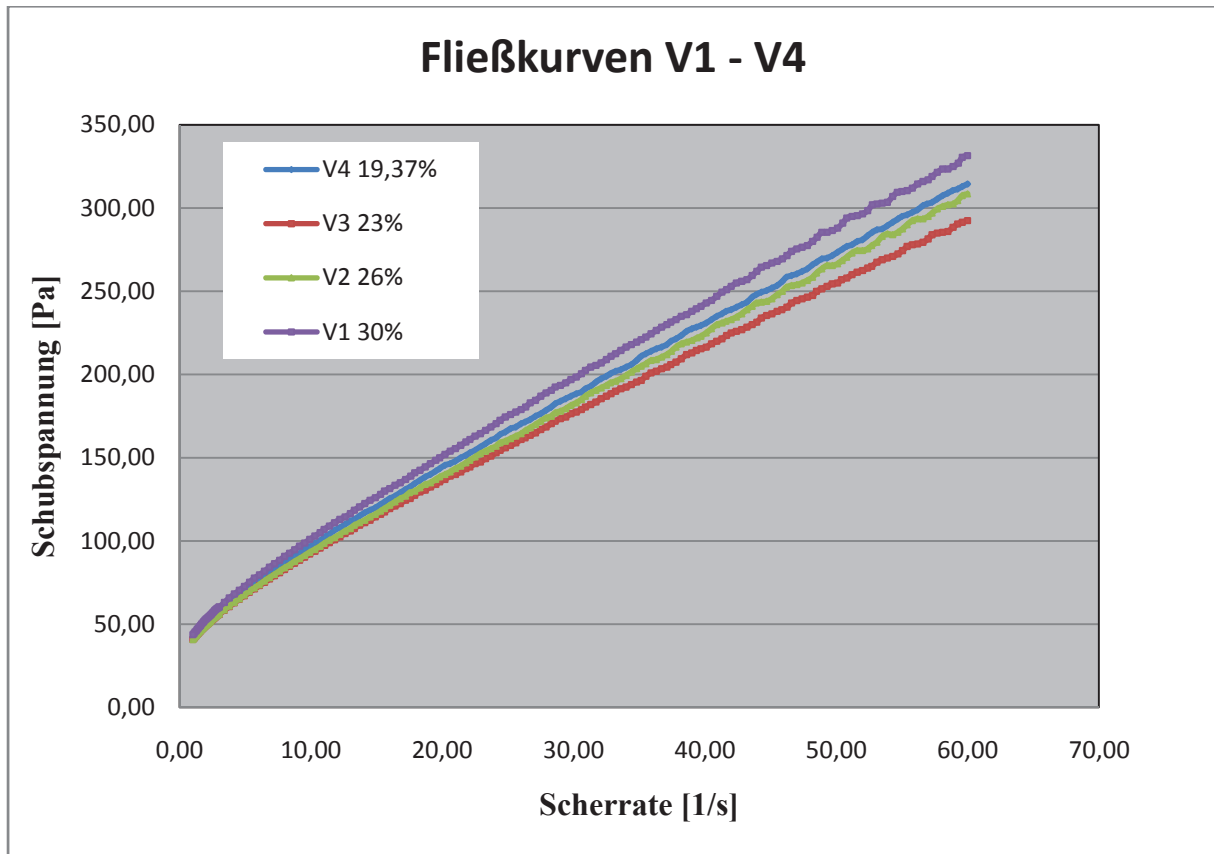


Abbildung 11: Fließkurven der Versuche 1 bis 4

Tabelle 22: Fließeigenschaften der Versuche 1 bis 4

Versuche	Casson		Windhab		Schubspannung [Pa] bei konst. Scherrate [1/s]	
	Fließgrenze [Pa]	Viskosität [Pa*s]	Fließgrenze [Pa]	Viskosität [Pa*s]	5 [1/s]	40 [1/s]
V1 30%	22,786	2,943	34,926	4,580	75,21	245,9
V2 26%	21,199	2,713	33,045	4,269	68,88	227,2
V3 23%	22,126	2,511	33,589	3,953	68,32	217,7
V4 19,37%	22,265	2,757	34,352	4,317	71,71	232,7

Wie in der Abbildung 11 zu sehen ist, haben alle Versuche einen ähnlichen Verlauf der Fließkurve. Jedoch lässt sich vermuten, dass sich durch einen niedrigeren Anfangsfettgehalt bessere Fließeigenschaften erzeugen lassen. Dabei fällt auf, dass der Versuch 1 mit 30 % Fett die höchsten Werte annimmt und der Versuch 3 mit 23 % Fett die niedrigsten. Der Hauptgrund dafür ist, dass der Versuch 3 etwas größere Partikel in der Mischung besitzt und somit bessere Werte annimmt. Die beiden Versuche 2 und 4 haben einen fast identischen Verlauf. Anhand der Tabelle 22 ist zu erkennen, dass alle Versuche bei der unendlichen

Viskosität nach Casson und Windhab in einem ähnlichen Bereich liegen. Es ist zu sehen, dass der Versuch 3 mit einem Wert von 2,511 Pa*s nach Casson und 3,953 Pa*s nach Windhab die niedrigste Viskosität aufweist. Dies wurde schon vorher vermutet, da sich bei dem Versuch 3, mehr grobe Partikel in der Schokolade befinden und somit die Viskosität beeinflusst wird. Jedoch besitzt der Versuch 3 nicht die beste Fließgrenze, diese hat der Versuch 2 mit 26 % Anfangsfettgehalt und einem Wert von 21,199 Pa nach Casson und 33,045 Pa nach Windhab. Auch ist deutlich zu sehen, dass der Versuch 1 mit 30 % Fett die höchste Fließgrenze und Viskosität besitzt. Vergleicht man die Fließeigenschaften mit dem Span und der spezifischen Breite, so fällt dabei auf, dass der Versuch 3 zwar das breiteste Partikelspektrum aufweist, jedoch nicht die niedrigste Fließgrenze. Somit konnte in diesem Fall die These nach Mongia und Ziegler (2000) nicht bestätigt werden. Anhand der Auswertung und Ergebnisse der Versuchsreihe 3 lässt sich vermuten, dass sich durch ein Zerkleinern mit niedrigem Anfangsfettgehalt an der Planetenkugelmühle die Fließeigenschaften sowie die Viskosität der Schokolade verbessern lassen. Jedoch gibt es nur geringe Unterschiede zwischen den Versuchen, außer der Versuch 1 mit 30 % Fett. Dieser weist die schlechtesten Fließwerte auf und unterscheidet sich deutlicher von den anderen Versuchen. Die besten Werte dabei lieferten die Versuche 2 und 3 mit den Anfangsfettgehalten von 26 % und 23 %. Somit wäre eine Zerkleinerung bei Anfangsfettgehalten zwischen 20% bis 26% Fett für eine Verbesserung der physikalischen Eigenschaften der Schokolade empfehlenswert.

4.4 Versuchsreihe 4: Kugelmühlengerückstände

In der Versuchsreihe 4 wurde in zwei Versuchen Zucker in der Planetenkugelmühle zerkleinert. In einem ersten Versuch wurde nur Zucker zerkleinert und in einem zweiten Versuch wurde Zucker mit einem Fettgehalt von 2 % zerkleinert. Separat wurde noch eine Grundmasse ohne Zucker hergestellt und auch in der Planetenkugelmühle bei den gleichen Parametern zerkleinert. In dieser Grundmasse wurde vorher getrocknetes Milchpulver eingearbeitet, die Wassergehaltsmessung des Milchpulvers während des Trocknungsvorganges wird in der Tabelle 23 dargestellt.

Tabelle 23: Wassergehaltsmessung von Milchpulver der Versuchsreihe 4

Zeit in [min]	Wassergehalt in [%]
	Versuchsreihe 4
0	3,67
30	2,59
60	1,77
90	1,21
120	0,64

Die hergestellte Grundmasse besaß einen Fettgehalt von 53,875 % und wurde als erstes zerkleinert. Die Zerkleinerung der Grundmasse lief sehr gut und es konnte schon nach 15 min die gewünschte Zielpartikelgröße von 25 µm, gemessen mittels Mikrometerschraube, erreicht werden. Danach wurde der erste Versuch mit Zucker durchgeführt. Hier wurde der Zucker ohne Fett in den Stahlbehälter gegeben und versucht zu zerkleinern. Nach einer ersten Zerkleinerungszeit von 5 min wurde der Behälter geöffnet und es sollte die Partikelgröße und die Temperatur aufgenommen werden. Jedoch konnte bei dem Versuch 1 keine Temperatur sowie Partikelgröße gemessen werden, da sich der Zucker nach 5 min zu einem festen Block am Rand geformt hat. Hier wurde dann versucht den Zucker vom Rand zu entfernen. Dies gelang jedoch nur mit großem Kraftaufwand. In der Abbildung 12 wird der Versuch 1 (Zucker 0 % Fett) nach einer Zeit von 5 min gezeigt.



Abbildung 12: Versuch 1 (0 % Fett) Zucker zerkleinert nach 5 min

Wie in der Abbildung 12 zu sehen ist, befindet sich ein Teil des Zuckers noch am Rand des Behälters. Der Rest des Zuckers befindet sich am Boden, hier sind auch die meisten der Kugeln in dem Zucker steckengeblieben. Diese konnten nur durch heißes Wasser wieder von dem Zucker befreit werden. Eine Erklärung für das Festwerden des Zuckers im Behälter könnte sein, dass sich die Zuckerkristalle bei der Zerkleinerung zu festen Agglomeraten zusammen gefügt haben. So könnte es auch durch ein Anschmelzen des Zuckers während der Zerkleinerung zur Bildung von Agglomeraten gekommen sein. Jedoch war die Temperatur nach 5 min bei ca. 42,3 °C relativ gering. Eine weitere Vermutung wäre auch, dass durch die erste Zerkleinerung des Zuckers sich schon Staubzucker gebildet hat und somit anfällig für eine Wasseraufnahme wäre. So beschreibt auch Beckett (1999), dass Staubzucker zum Verklumpen neigt und frisch gemahlener Zucker amorphe Oberflächenschichten besitzt, die auch bei relativ niedriger Luftfeuchte eine große Feuchtigkeitsmenge aufnehmen kann im Gegensatz zum Kristallzucker. So könnte es sein, dass der Zucker schon während dem Zerkleinerungsvorgang verklumpte, nach dem Öffnen des Behälters der schon vorhandene Staubzucker Feuchtigkeit aufnahm und somit zu einem festen Block wurde. Nach diesen Erkenntnissen wurde dieser Versuch abgebrochen und es wurde ein weiterer Versuch mit Zucker unter Zusatz von 2 % Kakaobutter in der Planetenkugelmühle zerkleinert. Die Zerkleinerung des zweiten Versuchs (2 % Fett) konnte nach 70 min beendet werden und es wurde die gewünschte Zielpartikelgröße von 23 µm, gemessen mit der Mikrometerschraube, erreicht. Der Zerkleinerungsverlauf wird in der Tabelle 37 im Anhang dargestellt. Im Unterschied zum ersten Versuch (0 % Fett) konnte diesmal der Zucker gut zerkleinert werden. Die Zuckermasse war relativ pulvrig und konnte ohne Probleme vom Innenrand des Behälters entfernt werden. Es wurden nur leichte Verklumpungen sichtbar, die jedoch auch einfach zerbrochen werden konnten. In der Abbildung 13 wird die Zuckermasse mit 2 % Fett nach einer Zerkleinerungszeit von 15 min dargestellt.



Abbildung 13: Versuch 2 (2 % Fett) Zucker zerkleinert nach 15 min

In dieser Abbildung ist zu erkennen, dass der Zucker eine pulverförmige Struktur besitzt. Im Vergleich mit der vorher gezeigten Abbildung 12 kann man hier gut erkennen, dass die Masse nicht als fester Block am Rand klebt, sondern relativ locker als Pulver vorliegt. Dies könnte an dem Zusatz von 2 % Kakaobutter liegen, so könnte sich eventuell ein dünner Fettfilm über die Zuckerkristalle gelegt haben und somit ein Verklumpen des Zuckers und der Kugeln verhindert haben. Nach dem die Zerkleinerung des Zuckers beendet war, wurde der Zucker in ein geeignetes Gefäß überführt und anschließend mit der zuvor zerkleinerten Masse vermengt. Danach wurde die fertige Schokoladenmasse mittels Ultra-Turrax T 50 der Firma IKA Werke GmbH & Co. KG nachgeschert. Von dieser Schokoladenmasse wurde eine Partikelmessung vorgenommen. Die Partikelgrößenverteilung des Versuchs 2 wird in der Abbildung 14 dargestellt.

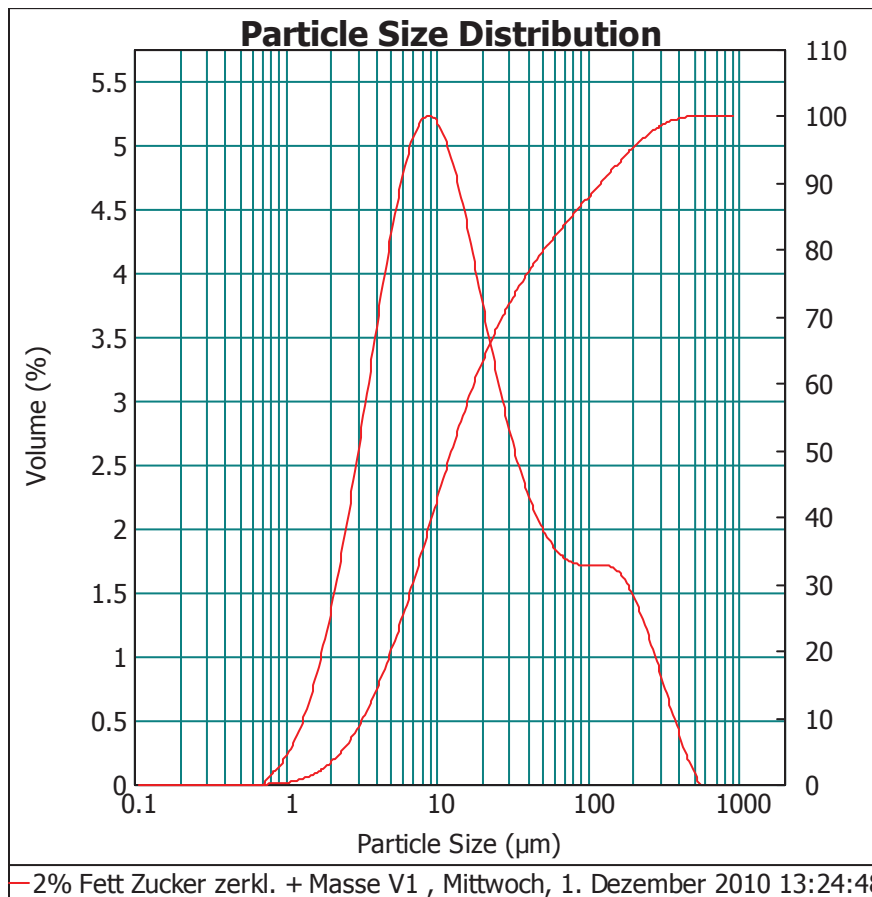


Abbildung 14: Partikelgrößenverteilung, Versuch 2 Masse + Zucker (2 % Fett)

Anhand der Partikelgrößenverteilung in der Abbildung 14 ist zu sehen, dass zwar im Ansatz eine bimodale Verteilung erreicht werden konnte, diese jedoch einen zu hohen Grobanteil der Partikel enthält. So besitzt der Versuch 2 einen Anteil der Partikel unter 5 µm von 20,06 % und einen Anteil der Partikel über 20 µm von 36,68 %. Sichtbar ist auch, dass sich sogar noch 12,14 % der Partikel über 100 µm in der Schokolade befinden. So konnte in diesem Versuch nicht die gewünschte Erhöhung des Feinanteils in der Schokolade erreicht werden. Eine Erklärung dafür wäre, dass bei der Zerkleinerung zwar ein Wert von 25 µm mit der Mikrometerschraube gemessen werden konnte, jedoch könnten sich noch gröbere Kristalle in der Mischung befunden haben, die von der Mikrometerschraube nicht erfasst werden konnten. Nach Absprache mit dem Betreuer wurde beschlossen, dass eine rheologische Untersuchung der Schokolade nicht sinnvoll erschien, angesichts der gemessenen Partikelgrößenverteilung und den vorhandenen zu groben Partikeln in der Schokoladenmasse.

4.5 Weitere Vorgehensweise

Durch die Versuchsreihen 1 und 3 konnte gezeigt werden, dass sich durch ein Zerkleinern mit niedrigeren Anfangsfettgehalten bessere Fließeigenschaften erzeugen lassen. Jedoch zeigt die Versuchsreihe 3 (Abschnitt 4.3), dass hier zu geringe Unterschiede zwischen den Versuchen liegen. Deshalb sollte hier noch mit verschiedenen Anfangsfettgehalten zwischen 20% und 26% Fett an der Rührwerkskugelmühle im Technikum gearbeitet werden, um eventuell größere Unterschiede bei den verschiedenen Anfangsfettgehalten herauszufinden. So wird auch bei Heuer (2009) ein weiteres Vorgehen in Form von niedrigeren Anfangsfettgehalten vorgeschlagen, in denen mit niedrigerem Fettgehalt zerkleinert wird und anschließend im letzten Mahlgang die Auffettung der Masse erfolgt. Eine weitere Vorgehensweise wäre die weitere Betrachtung der Zerkleinerung des Zuckers. In dieser Arbeit wurde der gesamte Zuckeranteil in der Mischung zerkleinert. Ein nächster Versuch könnte eventuell eine teilweise Zerkleinerung des Zuckers sein, sodass eventuell nur 20 bis 50 % des gesamten Zuckers in der Masse einzeln zerkleinert werden und der späteren Masse hinzugefügt werden. Somit könnte eine ausgewogenere Verteilung der Partikel in der Schokolade erreicht werden.

5. Zusammenfassung

Ziel dieser Bachelorarbeit war es, den Einfluss des Fettgehaltes und der Zerkleinerung auf die physikalischen Eigenschaften der Schokolade zu untersuchen. Durch Zerkleinern mit verschiedenen Fettgehalten könnten eventuell eine bimodale Verteilungskurve sowie günstige Fließeigenschaften erreicht werden. So wurden Versuchsreihen zur allgemeinen Betrachtung des Einflusses des Fettgehaltes entwickelt. In der ersten Versuchsreihe wurden zwei Schokoladen nach dem konventionellen Verfahren hergestellt. Hier wurde in einem ersten Versuch A die Schokolade mit einem Fettgehalt von 23 % feinstgewalzt. In einem zweiten Versuch B wurde die Masse aufgefettet auf 26 % und anschließend feinstgewalzt. Hier konnte gezeigt werden, dass sich durch eine Erhöhung des Fettgehaltes der Masse vor dem Feinstwalzen bessere Fließeigenschaften erzeugen lassen. Auch eine bessere Verteilung der Partikel konnte durch diese Vorgehensweise erreicht werden. So besitzt der Versuch B mit 26 % Fett eine bessere Verteilung der Partikel und hat auch die besseren Fließeigenschaften. In der weiteren Versuchsreihe 2 wurde versucht eine Grundmasse mit verschiedenen Anfangsfettgehalten in der Planetenkugelmühle zu zerkleinern. Die hergestellte Grundmasse besaß einen Fettgehalt von 18 % und wurde mit aufsteigenden Fettgehalten zerkleinert. Hier konnte jedoch kein befriedigendes Ergebnis erreicht werden. Ein Grund dafür könnte sein, dass sich während dem Zerkleinern mit niedrigen Fettgehalten kleine Agglomerate gebildet haben könnten, die durch ein weiteres Zerkleinern nicht mehr aufgebrochen werden konnten. So brachte auch eine Erhöhung des Fettgehaltes der Massen mit Kakaobutter während der Zerkleinerung keinen Erfolg. Deswegen wurde die Versuchsreihe 3 mit einer in Mannheim von der Firma Lipp hergestellten Grundmasse in der Planetenkugelmühle zerkleinert. Diese Masse besaß einen Anfangsfettgehalt von 19,37 %. In den 4 Versuchen mit den Anfangsfettgehalten von 30 %, 26 %, 23 % und 19,37 % wurde auf eine Zielpartikelgröße von 22µm zerkleinert. Hier zeigte sich, dass sich mit einem geringerem Fettgehalt in der Grundmasse bessere Fließeigenschaften und Viskositäten erzeugen lassen. Jedoch konnte in allen Versuchen keine bimodale Verteilung der Partikel erreicht werden. In der Versuchsreihe 4 wurde versucht Zucker in der Planetenkugelmühle zu zerkleinern. Hierfür wurde zuerst eine Grundmasse ohne Zucker und mit getrocknetem Milchpulver hergestellt. Diese Grundmasse besaß einen Fettgehalt von 53,875 % und wurde separat zerkleinert. In einem ersten Versuch wurde Zucker ohne Fettzusatz zerkleinert. Hier musste schon nach einer Zerkleinerungszeit von 5min abgebrochen werden, da sich ein fester Zuckerblock am Innenrand des Behälters gebildet hatte, der nur durch Zusatz von heißem Wasser gelöst werden konnte. Eine Erklärung

dafür wäre, dass der schon zerkleinerte Zucker Wasser aufgenommen haben könnte und dadurch zum festen Verklumpen neigte. In einem zweiten Versuch konnte der Zucker mit einem Zusatz von 2 % Kakaobutter in der Planetenkugelmühle zerkleinert werden. Anschließend wurde der Zucker mit der vorher zerkleinerten Schokoladengrundmasse vermengt. Jedoch zeigte sich hier nach einer Messung der Partikelgrößenverteilung durch das Laserbeugungsspektrometer, dass sich immer noch zu grobe Zuckerkristalle in der Schokolade befanden. So besaß dieser Versuch immer noch einen Anteil von 12,14 % der Partikel über 100 µm. So konnte in diesem Versuch nicht der gewünschte höhere Feinanteil in der Mischung erreicht werden. Jedoch lässt sich sagen, dass durch die Zugabe von 2 % Fett eine bessere Zerkleinerung zustande kam.

Abstract

In this bachelor thesis milk chocolate was produced by the conventional and alternative method. The aim of this study was to examine the influence of fat content and grinding on the physical properties of milk chocolate. By using a three roll refiner for grinding it could be shown that a higher fat content during the final grinding is better for the flow properties and the particle size distribution. Further grindings with a ball mill and different start fat contents reflected that grinding with lower start fat contents are better for the flow properties and the particle size distribution. In a last trial sugar was grinded with 2 % fat as fine as possible and mixed up with a grinded chocolate mass without sugar. It has shown that grinding the whole sugar alone is negative for the particle size distribution.

Literaturverzeichnis

Afoakwa, E. O.; Paterson A.; Fowler, M.: Effects of particle size distribution and composition on rheological properties of dark chocolate. European Food Research and Technology: 2007

Beckett, S., T.; moderne Schokoladentechnologie; Behr's Verlag, 1990

Beckett, S., T.; Industrial Chocolate Manufacture and Use. 3rd Edition. Blackwell Science, 1999

Beckett, S., T.; Industrial Chocolate Manufacture and Use. 4rd Edition. Blackwell Science, 2009

Beckett, S., T.; The science of chocolate 2nd Edition; RSC Publishing, 2008

Bolenz, S.; Verfahren zur Aufbereitung von Milchpulver für die Schokoladenherstellung; Patent 2006

Bolenz, S.; Thiessenhusen, T; Schäpe, R.: Fast conching for milk chocolate. European Food Research and Technology, 2003

Bolenz, S.: Technologie der Kakaoverarbeitung und der Schokolade, Vorlesungsskript. HS Neubrandenburg 2006

Boiler, E.; Braun, P.:(2001): Die optimale Aroma-Entwicklung, Zucker- und Süßwarenwirtschaft 54 (5): 28-31

Do Tal; Hargreaves, J.M.; Wolf, B.; Hort, J.; Mitchell, J.R.; Impact of Particle Size Distribution on Rheological and Textural Properties of Chocolate Models with Reduced Fat Content, Journal Food Science, 2007

Franke, K.; Heinzelmann, K; Tscheuschner, H.-D.; Strukturbildungsprozesse bei der Schokoladenherstellung - Feststoffkomponente Zucker. Zucker- und Süßwarenwirtschaft: 2001, Nr.7

Hänel, D.: Bachelorarbeit: Anwendung alternativer Herstellungsverfahren auf handelsübliche Schokolade, HS Neubrandenburg, 2010

Hemming, W.; Verfahrenstechnik, 10., korrigierte Auflage; Vogel Buchverlag, 2008

Heiland, A.; Zerkleinerung von Einzelbestandteilen der Schokolade; 2. Studienarbeit; Neubrandenburg 2009

Heuer, A.: 2. Studienarbeit: Flüssigzerkleinerung von Schokoladenmasse mittels Kugelmühle. HS Neubrandenburg: 2008.

Heuer, A.: Diplomarbeit: Flüssigzerkleinerung von Schokoladenmasse mittels Kugelmühle. HS Neubrandenburg: 2009

Kleinert, J.; Handbuch der Kakaoverarbeitung und Schokoladenherstellung; 1. Auflage
Hamburg; Behr's Verlag, 1997

Krüger, M.; Herstellung von Schokolade mittels Kugelmühle; 2. Studienarbeit;
Neubrandenburg, 2008

Langkrär, C.; 2. Studienarbeit: Zerkleinerung von Einzelbestandteilen einer Schokolade mit
einer Kugelmühle. HS Neubrandenburg: 2009.

Lipp,; Verfahren grobconchieren, internes Dokument. HS Neubrandenburg 2010

Malvern Instruments: User Manual, Manuel Number MAN0384-1.0, Malvern Instruments,
Worcestershire, UK, 2007

Manske, A.; Walzenzerkleinerung. Bericht November. HS Neubrandenburg 2008

Metzger, T.; das Rheologie-Handbuch; Vincentz, 2000

Mongia, G.; Ziegler, G.R.; The role of particle size distribution of suspended solids in
defining the flow properties of milk chocolate. International Journal of Food Properties: 3 (1),
2000

Schramm, G.; Einführung in die Rheologie und Rheometrie; 2. Auflage; Karlsruhe; Haake
2000

Servais C, Jones R, Roberts I (2002): The influence of particle size distribution on the
processing of food, J Food Eng 51: 201–208

Stieß, M; mechanische Verfahrenstechnik 2; Springer Verlag, 1994

Tscheuschner, H-D.; Grundzüge der Lebensmitteltechnik, Behr's Verlag, 2. Neubearbeitete
Auflage, 2004

Wozniak, G.; Zerstäubungstechnik; Springer Verlag, 2003

Internetquellen

<http://www.lippmischtechnik.de/de/wirkprinzipien/wirbelkammer/> Aufruf 14.12.2010

www.patent-de.com/19981001/DE19712905A1.html Aufruf 04.11.2010

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Fünfwalzwerk (Beckett, 2008).....	7
Abbildung 2: Wiener Anlage mit einer Umwälzung durch die Kugelmühle (Beckett, 1990)...	9
Abbildung 3: Vertikale Rührwerkskugelmühle der Firma Lipp	11
Abbildung 4: Mischerinnenraum mit Wirbelkammer (Lipp).....	14
Abbildung 5: Wirbelkammer (Lipp).....	14
Abbildung 6: Bimodale Verteilung der Partikel (Beckett, 2008).....	16
Abbildung 7: Schematische Darstellung eines Laserbeugungsspektrometers (Wozniak, 2003)	29
Abbildung 8: Partikelgrößenverteilung, Versuch A und B	36
Abbildung 9: Fließkurven der Versuche A und B.....	38
Abbildung 10: Partikelgrößenverteilung der Versuche 1 bis 4	43
Abbildung 11: Fließkurven der Versuche 1 bis 4	45
Abbildung 12: Versuch 1 (0 % Fett) Zucker zerkleinert nach 5 min	47
Abbildung 13: Versuch 2 (2 % Fett) Zucker zerkleinert nach 15 min	49
Abbildung 14: Partikelgrößenverteilung, Versuch 2 Masse + Zucker (2 % Fett).....	50

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Verwendete Rohstoffe.....	18
Tabelle 2: Versuchsreihe 1, Walzenzerkleinerung A und B	21
Tabelle 3: Versuchsreihen 2 und 3	22
Tabelle 4: Versuchsreihe 4, Zerkleinerung von Zucker	22
Tabelle 5: Standard Rezeptur Milkschokolade.....	23
Tabelle 6: Walzeneinstellungen für die Zerkleinerung	24
Tabelle 7: 90 min Conchierschema nach Bolenz u.a (2003).....	24
Tabelle 8: Rezept, 18 % Anfangsfettgehalt Versuchsreihe 2.....	25
Tabelle 9: Rezept, Schokoladengrundmasse 19,37 % Anfangsfettgehalt (Lipp, 2010).....	26
Tabelle 10: Rezept, Schokoladengrundmasse ohne Zucker	27
Tabelle 11: Rezept, Schokoladenmasse mit zerkleinerten Zucker.....	28
Tabelle 12: vorgegebene Scherphasen und Messpunkte.....	33
Tabelle 13: Mittelwerte der Partikelmessung, Versuch A und B.....	35
Tabelle 14: Prozentuale Anteile der Partikel von Versuch A und B.....	37
Tabelle 15: Span, spezifische Breite und spezifische Oberfläche der Versuche A und B.....	37
Tabelle 16: Fließeigenschaften der beiden Versuche A und B	38
Tabelle 17: Wassergehaltsmessung von Milchpulver der Versuchsreihe 2.....	39
Tabelle 18: Zerkleinerungsverlauf, Versuch 1 18 % Fett	40
Tabelle 19: Mittelwerte der Partikelmessung der Versuchsreihe 3.....	42
Tabelle 20: Span, spezifische Breite, spezifische Oberfläche der Versuche 1 bis 4.....	43
Tabelle 21: Prozentuale Anteile der Partikel, Versuche 1 bis 4.....	44
Tabelle 22: Fließeigenschaften der Versuche 1 bis 4.....	45
Tabelle 23: Wassergehaltsmessung von Milchpulver der Versuchsreihe 4.....	47
Tabelle 24: Rezepturangleichung nach dem Walzen, Versuch A (23 % Fett).....	60
Tabelle 25: Rezepturangleichung nach dem Walzen, Versuch B (26 % Fett).....	60
Tabelle 26: Rezept 21 % Fett (Einwaagen, weitere Zugaben).....	61
Tabelle 27: Zerkleinerungsverlauf 21 % Anfangsfettgehalt	62
Tabelle 28: Zerkleinerungsverlauf 30 % Anfangsfettgehalt	63
Tabelle 29: Rezept 30 % Fett (Einwaagen), Versuch 1	63
Tabelle 30: Zerkleinerungsverlauf Versuch 1 (30 % Fett).....	64
Tabelle 31: Rezept 26 % Fett (Einwaagen, weitere Zugaben), Versuch 2.....	64
Tabelle 32: Zerkleinerungsverlauf Versuch 2 (26 % Fett).....	65

Tabelle 33: Rezept 23 % Fett (Einwaagen, weitere Zugaben), Versuch 3.....	65
Tabelle 34: Zerkleinerungsverlauf Versuch 3 (23 % Fett).....	66
Tabelle 35: Rezept 19,37 % Fett (Einwaagen, weitere Zugaben), Versuch 4.....	66
Tabelle 36: Zerkleinerungsverlauf Versuch 4 (19,37 % Fett).....	67
Tabelle 37: Zerkleinerungsverlauf Versuch 2 (Zucker + 2 % Fett)	68

Anhang

Versuchsreihe 1

Tabelle 24: Rezepturangleichung nach dem Walzen, Versuch A (23 % Fett)

Zutaten	Menge [%]	Anteil [kg] für 5 kg	Anteil [kg] nach dem Walzen
Kakaomasse	13,000	0,650	
Kakaobutter	8,700	0,435	
Zucker	50,190	2,509	
Magermilchpulver	13,700	0,685	
Butterreinfett	4,800	0,240	
(23% Fettgehalt)	90,390	4,519	4,340
Lezithin 1	0,150	0,008	0,007
Kakaobutter 1	0,500	0,025	0,024
Kakaobutter 2	8,400	0,420	0,403
Lezithin 2	0,550	0,028	0,026
Gesamt	99,990	5,000	4,801

(Fettgehalt 30,335 %)

Tabelle 25: Rezepturangleichung nach dem Walzen, Versuch B (26 % Fett)

Zutaten	Menge [%]	Anteil [kg] für 5 kg	Anteil [kg] nach dem Walzen
Kakaomasse	13,000	0,650	
Kakaobutter	12,500	0,625	
Zucker	50,190	2,509	
Magermilchpulver	13,700	0,685	
Butterreinfett	4,800	0,240	
(26% Fettgehalt)	94,190	4,709	4,375
Lezithin 1	0,150	0,008	0,007
Kakaobutter 1	0,500	0,025	0,023
Kakaobutter 2	4,600	0,230	0,214
Lezithin 2	0,550	0,028	0,026
Gesamt	99,990	5,000	4,645

(Fettgehalt 30,335)

Versuchsreihe 2

Tabelle 26: Rezept 21 % Fett (Einwaagen, weitere Zugaben)

					Einwaage in kg
	% Anteil	% Fett	% Fett im Mix	% Fett Total	
Kakaomasse	13	55	7,15	55	0,026
Kakaobutter	5,8	100	5,8	100	0,0116
Zucker	50,2	0	0	0	0,1004
Butterreinfett	4,8	99,8	4,7904	99,8	0,0096
Milchpulver	13,7	1	0,137	1	0,0265
Lezithin	0,7	94	0,658	94	0,0014
	88,2		18,535		0,176
Fett total [%]	21,015				
Weitere Zugaben					
Kakaobutter 2	11,8	100	11,8	100	0,0236
Mix	100,000		30,335		0,199
Fett total [%]	30,335				

Tabelle 27: Zerkleinerungsverlauf 21 % Anfangsfettgehalt

Zeit [min]	Temperatur [°C]	Partikelgröße [µm]	Fettgehalt [%]	Drehzahl [U/min]	Bemerkung
5	41,2	223	21	580	Schlagen der Kugeln nur am Anfang hörbar
10	44,1	212	21	600	
15	44,8	196	21	600	Leises schlagen der Kugeln
20	44,1	182	21	590	Masse noch zu zähflüssig! Kein klackern. Masse hängt an der Wand des Behälters beim öffnen!
25	45,7	180	21	600	Masse noch zähflüssig.
30	44,8	180	21	600	Kaum Zerkleinerung deswegen Auffetten um 2% auf 23%
35	46	120	23	560	
40	45,5	116	23	590	
45	44,6	116	23	600	Da noch keine Änderung der Partikelgröße und der Masse Auffetten um 2% auf 25%
50	46,7	91	25	570	Masse flüssiger, T steigt Viskosität nimmt ab,
55	48	83	25	600	
60	47,8	75	25	600	
65	47,4	75	25	600	Da Zielpartikelgröße nicht erreicht werden kann, wird um 2% auf 27% Fett aufgefettet
70	48	60	27	590	
75	49,6	58	27	600	
80	50,1	58	27	600	
85	50,6	58	27	600	Auffetten auf Endfettgehalt
90	55	38	30	540	
95	62	29	30	530	
100	60,1	22	30	550	ENDE des Versuches

Tabelle 28: Zerkleinerungsverlauf 30 % Anfangsfettgehalt

Zeit [min]	Temperatur [°C]	Partikelgröße [µm]	Fettgehalt [%]	Drehzahl [U/min]	Bemerkung
5	42	150	30	530	
10	54,1	121	30	570	
15	62,3	95	30	560	Kühlen
20	52,9	71	30	580	
25	59,4	40	30	560	Kühlen
30	52,3	31	30	570	
35	57,8	22	30	540	ENDE

Versuchsreihe 3

Tabelle 29: Rezept 30 % Fett (Einwaagen), Versuch 1

					Einwaage in kg
	% Anteil	% Fett	% Fett im Mix	% Fett Total	
Kakaomasse	13	55	7,15	55	0,026
Kakaobutter	17,6	100	17,6	100	0,0352
Zucker	50,2	0	0	0	0,1004
Butterreinfett	4,8	99,8	4,7904	99,8	0,0096
Milchpulver	13,7	1	0,137	1	0,0265
Lezithin	0,7	94	0,658	94	0,0014
	100		30,335		0,199
Fett total [%]	30,335				

Tabelle 30: Zerkleinerungsverlauf Versuch 1 (30 % Fett)

Zeit [min]	Temperatur [°C]	Partikelgröße [µm]	Fettgehalt [%]	Drehzahl [U/min]	Bemerkung
5	36,5	58	30	540	
10	44,2	36	30	520	
15	55	27	30	510	
20	58	23	30	510	

Tabelle 31: Rezept 26 % Fett (Einwaagen, weitere Zugaben), Versuch 2

					Einwaage in kg
	% Anteil	% Fett	% Fett im Mix	% Fett Total	
Kakaomasse	13	55	7,15	55	0,026
Kakaobutter	11,8	100	11,8	100	0,0236
Zucker	50,2	0	0	0	0,1004
Butterreinfett	4,8	99,8	4,7904	99,8	0,0096
Milchpulver	13,7	1	0,137	1	0,0265
Lezithin	0,7	94	0,658	94	0,0014
	94,2		24,535		0,1875
Fett total [%]	26,046				
Weitere Zugaben					
Kakaobutter 2	5,8	100	5,8	100	0,0116
Mix	100,000		30,335		0,199
Fett total [%]	30,335				

Tabelle 32: Zerkleinerungsverlauf Versuch 2 (26 % Fett)

Zeit [min]	Temperatur [°C]	Partikelgröße [µm]	Fettgehalt [%]	Drehzahl [U/min]	Bemerkung
5	42	125	26	590	klackern der Kugeln hörbar
10	44,3	75	26	560	
15	45,1	58	26	580	Masse etwas pastös, klebt teilweise am Rand
20	44,8	36	26	570	
25	44,5	29	26	560	Auffetten der Masse um Zielpartikelgröße zu erreichen
30	49	23	28	580	ENDE, Auffetten der Masse auf Endfettgehalt

Tabelle 33: Rezept 23 % Fett (Einwaagen, weitere Zugaben), Versuch 3

					Einwaage in kg
	% Anteil	% Fett	% Fett im Mix	% Fett Total	
Kakaomasse	13	55	7,15	55	0,026
Kakaobutter	8,1	100	8,1	100	0,0162
Zucker	50,2	0	0	0	0,1004
Butterreinfett	4,8	99,8	4,7904	99,8	0,0096
Milchpulver	13,7	1	0,137	1	0,0265
Lezithin	0,7	94	0,658	94	0,0014
	90,5		20,835		0,1801
Fett total [%]	23,023				
Weitere Zugaben					
Kakaobutter 2	9,500	100	9,5	100	0,019
Mix	100,000		30,335		0,199
Fett total [%]	30,335				

Tabelle 34: Zerkleinerungsverlauf Versuch 3 (23 % Fett)

Zeit [min]	Temperatur [°C]	Partikelgröße [µm]	Fettgehalt [%]	Drehzahl [U/min]	Bemerkung
5	42	218	23	580	
10	44	134	23	600	Masse pastös, Zuckerkristalle sichtbar
15	43	116	23	580	Masse hängt am Rand, Auffetten auf 26%
20	50	43	26	590	Masse sieht pumpfähig aus
25	49,6	30	26	570	
30	48,9	28	26	570	Auffetten auf Endfettgehalt
35	58	23	30	540	ENDE

Tabelle 35: Rezept 19,37 % Fett (Einwaagen, weitere Zugaben), Versuch 4

					Einwaage in kg
	% Anteil	% Fett	% Fett im Mix	% Fett Total	
Kakaomasse	13	55	7,15	55	0,026
Kakaobutter	4	100	4	100	0,008
Zucker	50,2	0	0	0	0,1004
Butterreinfett	4,8	99,8	4,7904	99,8	0,0096
Milchpulver	13,7	1	0,137	1	0,0265
Lezithin	0,7	94	0,658	94	0,0014
	86,4		16,735		0,1719
Fett total [%]	19,370				
Weitere Zugaben					
Kakaobutter 2	13,600	100	13,6	100	0,0272
Mix	100,000		30,335		0,199
Fett total [%]	30,335				

Tabelle 36: Zerkleinerungsverlauf Versuch 4 (19,37 % Fett)

Zeit [min]	Temperatur [°C]	Partikelgröße [µm]	Fettgehalt [%]	Drehzahl [U/min]	Bemerkung
5	37	383	19,37	600	leises klackern
10	37,8	354	19,37	600	etwas festere Masse
15	38,2	322	19,37	600	Auffetten auf 21% Fett, Kugeln kleben in der Masse
20	38,5	286	21	600	
25	39	256	21	580	Auffetten auf 23% Fett
30	40,1	210	23	600	sehr pastöse Masse
35	39,8	135	23	570	Auffetten auf 26%
40	43	86	26	560	
45	44,9	50	26	570	
50	50,1	34	26	550	Auffetten auf Endfettgehalt
55	56	23	30	530	ENDE

Versuchsreihe 4

Tabelle 37: Zerkleinerungsverlauf Versuch 2 (Zucker + 2 % Fett)

Zeit [min]	Temperatur [°C]	Partikelgröße [µm]	Fettgehalt [%]	Drehzahl [U/min]	Bemerkung
5	49,6	258	2	490	klackern der Kugeln hörbar, Masse klebt am Rand, kann aber ohne Probleme entfernt werden
10	48,5	189	2	460	Masse pulvrig, vereinzelt grobe Zuckerbrocken
15	60	133	2	450	Kühlen
20	58,3	112	2	460	
25	62	98	2	480	Masse muss immer wieder vom Rand entfernt werden
30	56	87	2	450	Kühlen
35	55,9	62	2	450	"
40	63	56	2	450	"
45	57,2	51	2	450	"
50	58,6	79	2	450	"
55	60,3	35	2	450	"
60	56,9	28	2	450	"
65	58,2	25	2	450	"
70	59,4	25	2	450	ENDE

Selbstständigkeitserklärung

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

Ort, Datum

Christian Langkrär