



Hochschule Neubrandenburg  
University of Applied Sciences



**Fachbereich Agrarwirtschaft und Lebensmitteltechnologie Studiengang  
Lebensmittel- und Bioprodukttechnologie WS 2018/2019**

## **Masterarbeit**

**Optimierung einer extra feinen, hochwertigen Milkschokolade  
unter Verwendung des Grobconchiervorgangs**

Verfasser: Bashar Hayani

Betreuer: Prof. Dr. S. Bolenz  
M.Sc. F. Schöffel

**Neubrandenburg, den 30.04.2019**

**URN: urn:nbn:de:gbv:519-thesis 2018-0865-7**

## **Danksagung**

An dieser Stelle möchte ich mich herzlich bei Herrn Prof. Dr. Siegfried Bolenz, Herrn Michael Langer und Herren Frederic Schöffel für die Bereitstellung der interessanten Thematik und die gute Betreuung bedanken.

Einen ganz besonderen Dank geht an Herrn Eberhard Lipp für seine Nettigkeit.

Herrn Kaczmarek sowie der gesamten Firma Lipp Mischtechnik danke ich für ihre Freundlichkeit.

Noch einmal danke ich Herrn Prof. Dr. Siegfried Bolenz, der mich mit all seinen Mitteln unterstützte und ohne dessen Hilfe und Bemühungen diese Arbeit nicht zustande gekommen wäre.

Nicht zuletzt gilt mein herzlicher und tiefer Dank meiner Familie, insbesondere meinen Eltern, die mir Trotz der Entfernung mein Studium ermöglicht und mich ständig ermutigt und mich in all meinen Entscheidungen unterstützt haben.

## **Abstract**

This master thesis was carried out in cooperation with the company Lipp GmbH in Mannheim. The aim of this scientific work is to produce a commercial milk-chocolate with the new coarse conching method using ball mills (The method uses two ball mills (continuous and intermittent) to make the chocolate). It is necessary to investigate whether this process can achieve the same or better physical properties in comparison to the standard method used in chocolate production. Therefore, analyses such as particle size distribution, rheology, residual moisture and sensory analysis were performed. The target particle size and the desired bimodal particle size distribution were achieved. The chocolates made during the experiments had better physical properties than the standard. The residual moisture showed lower values in the trial samples. The triangular test was used as a sensory test method to detect significant differences between products and reference. Data show that there are significant differences between the standard and the newly-developed chocolate. The chocolates produced differ in texture and therefore in the resulting taste preference. It was shown that chocolate production using coarse conching at large pilot plant scale is energy efficient.

# Inhaltsverzeichnis

<b>Danksagung</b> .....	<b>2</b>
<b>Abstract</b> .....	<b>3</b>
<b>Abkürzungen und Symbolverzeichnis</b> .....	<b>7</b>
<b>1 Einleitung</b> .....	<b>11</b>
<b>2 Stand der Wissenschaft und der Technik</b> .....	<b>13</b>
2.1 Lebensmittelrechtliche Grundlage der Milkschokolade .....	13
2.2 Herstellungsverfahren von Schokolade .....	13
2.2.1 Konventionelles Verfahren zur Schokoladenherstellung .....	13
2.2.2 Alternatives Verfahren zur Schokoladenherstellung.....	14
2.2.2.1 Grobconchieren.....	14
2.2.2.2 Zerkleinerung mittels Kugelmühle .....	16
2.3 Temperieren.....	17
2.4 Rohstoffe in der Schokoladenherstellung .....	18
2.5 Einfluss wichtiger Faktoren auf die Fließeigenschaften von Schokolade .....	20
2.5.1 Einfluss des Fettgehaltes auf das Fließverhalten .....	20
2.5.2 Einfluss des Wassergehaltes.....	20
2.5.3 Einfluss der Partikelgrößenverteilung auf das Fließverhalten .....	21
2.6 Instrumentelle Analyse .....	23
<b>3 Material und Methode</b> .....	<b>25</b>
3.1 Rezeptentwicklung und Versuchsübersicht.....	25
3.2 Rohstoffe und Maschinen (HS + MA) .....	34
3.3 Versuchsdurchführung .....	36
3.3.1 Versuchsdurchführung im Technikum der HS.....	36
3.3.1.1 Grobconchieren.....	38
3.3.1.2 Zerkleinerung mittels Kugelmühle .....	39
3.3.1.3 Reinigung der Kugelmühle .....	42
3.3.2 Versuchsdurchführung im Technikum der Fa. Lipp.....	42
3.3.2.1 Grobconchieren.....	44
3.3.2.2 Zerkleinerung mittels Kugelmühle .....	45
3.4 Temperieren und Abtafeln.....	49
3.5 Energieverbrauch .....	51
3.6 Instrumentelle Analyse .....	52
3.6.1 Partikelgrößenanalyse .....	52

3.6.1.1	Bügelmessschraube .....	52
3.6.1.2	Laserbeugungsspektrometer .....	53
3.6.2	Bestimmung der rheologischen Eigenschaften .....	53
3.6.3	Statistische Analyse .....	56
3.7	Sensorik .....	56
3.8	Feuchtigkeitsbestimmung .....	58
<b>4</b>	<b>Ergebnisse und Auswertung .....</b>	<b>59</b>
4.1	Rezeptur-Entwicklung- NB .....	59
4.1.1	Berechnungen laut Nährwerten/Zutaten.....	59
4.1.2	Beobachtung während der Versuche.....	61
4.1.3	Ergebnisse Partikelgrößen.....	61
4.1.4	Fließeigenschaften .....	63
4.1.5	Sensorik .....	64
4.1.6	Schlussfolgerungen mit Entscheidung für eine Rezeptur.....	66
4.2	Beobachtungen bei den Versuchen .....	67
4.2.1	Versuche- NB .....	67
4.2.2	Versuche- MA .....	67
4.3	Partikelgrößen .....	74
4.3.1	Versuche NB .....	74
4.3.2	Versuche MA .....	76
4.3.3	Vergleich aller Endprodukte (NB + MA) .....	77
4.4	Fließeigenschaften .....	78
4.4.1	Versuche- NB .....	78
4.4.2	Versuche MA .....	80
4.4.3	Vergleich aller Endprodukte (NB + MA) .....	81
4.5	Sensorik .....	83
4.6	Energieverbrauch (NB + MA).....	85
4.7	Restfeuchtebestimmung mittels Seesand.....	89
<b>5</b>	<b>Diskussion und Ausblick .....</b>	<b>90</b>
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung .....</b>	<b>93</b>
<b>7</b>	<b>Literaturverzeichnis .....</b>	<b>95</b>
<b>8</b>	<b>Tabellenverzeichnis .....</b>	<b>100</b>
<b>9</b>	<b>Abbildungsverzeichnis .....</b>	<b>102</b>
<b>10</b>	<b>Verzeichnis der Anlagen .....</b>	<b>103</b>

**11 Eidesstattliche Erklärung.....123**

## Abkürzungen und Symbolverzeichnis

<b>Abkürzung</b>	<b>Bedeutung</b>
ANOVA	Analysis of Variance
KVO	Kakaoverordnung
TM	Trockenmasse
KaMa	Kakaomasse
KaBu	Kakaobutter
BRF	Butterreinfett
MMP	Magermilchpulver
KM- Zerkleinerung	Kugelmühlengerkleinerung
HS	Hochschule
MA	Mannheim
NB	Neubrandenburg
Fa	Firma
Temp	Temperatur
Pt	Produkttemperatur
Wk	Wirbelkammer

Mw	Mischwerk
IR	Infrarot
Az	Ansatz

<b>Versuch</b>	<b>Beschreibung</b>	<b>Fahrweise der Kugelmühle</b>
V1 (8+2)	Vorversuch- HS (8% KaMa + 2% Nüsse) zerkleinert mit 6,35mm Kugeldurchmesser	Kreislauf
V2 (8+2)	Vorversuch- HS (8% KaMa + 2% Nüsse) zerkleinert mit 6,35mm Kugeldurchmesser	Kreislauf
V1 (10+4)	Vorversuch- HS (10% KaMa + 4% Nüsse) zerkleinert mit 6,35mm Kugeldurchmesser	Kreislauf
V1 (12+4)	Vorversuch- HS (12% KaMa + 4% Nüsse) zerkleinert mit 6,35mm Kugeldurchmesser	Kreislauf
Schokolade (11+4)	Durch das Mischen hergestellte Schokolade- HS (11% KaMa + 4% Nüsse)	-
Schokolade (10+3)	Durch das Mischen hergestellte Schokolade- HS (10% KaMa + 3% Nüsse)	-

Schokolade (9+3)	Durch das Mischen hergestellte Schokolade- HS (9% KaMa + 3% Nüsse)	-
V2 (10+4)	Hauptrezeptur- HS zerkleinert mit 6,35mm Kugeldurchmesser	Kreislauf
V2,1 (10+4)	Hauptrezeptur- HS zerkleinert mit kleinerer Versuchskugeln (4,5 + 2,8 mm)	Kreislauf
V1, MA- 2. Durchgang	Hauptrezeptur- MA entspricht der Rezeptur (10+4)	Batchbetrieb
V2, MA- 3. Durchgang	Hauptrezeptur- MA entspricht der Rezeptur (10+4)	Batchbetrieb
V3, MA- 2. Durchgang	Hauptrezeptur- MA entspricht der Rezeptur (10+4)	Batchbetrieb

<b>Symbol</b>	<b>Bezeichnung</b>	<b>Einheit</b>
$\alpha$	Irrtumswahrscheinlichkeit	[%]
$\eta$	Viskosität	[Pa*s]
$\tau$	Schubspannung	[Pa]
$\tau_C$	Schubspannung nach Casson	[Pa]
$\gamma$	Scherrate	[s <sup>-1</sup> ]
$\eta_{Ca}$	Grenzviskosität nach Casson	[Pa*s]
$\tau_{Ca}$	Fließgrenze nach Casson	[Pa]
$d$	Partikelgröße	[ $\mu$ ]
Spez. Oberfläche	Spezifische Oberfläche	[m <sup>2</sup> /g]

# 1 Einleitung

Diese Arbeit wird in Kooperation mit der Firma Lipp Mischtechnik GmbH, Mannheim durchgeführt. Die Hochschule Neubrandenburg und die Firma Lipp haben in langjähriger Zusammenarbeit bereits ein neues Herstellungsverfahren für Schokolade, den sogenannten ECO<sup>2</sup>-Choc<sup>®</sup> Prozess, entwickelt und zum Patent angemeldet. Basierend auf dem Prinzip des Grobconchiervfahrens erfolgt innerhalb der Conche zunächst eine Vorzerkleinerung, gefolgt von einer Feinzerkleinerung mittels Kugelmühle. Ziel dieser Arbeit ist es nun, unter Verwendung des Grobconchiervfahrens eine hochwertige Schokolade nachzuahmen und zu optimieren, welche möglichst ähnliche oder bessere physikalische und sensorische Eigenschaften im Vergleich mit dem Original aufweist. Daher werden am Anfang verschiedenen Schokoladen aus dem Handel untersucht. Auf der Basis der Ergebnisse wird eine Schokolade der Marke X ausgewählt. Sie soll sowohl eine feine Partikelgröße als auch sehr gute rheologische Eigenschaften aufweisen. Die Herausforderung liegt darin, ob mit dem Grobconchiervfahren vergleichbare Werte erreicht werden können.

Da die Rezeptur der ausgewählten Schokolade nicht bekannt ist, werden auf der Basis der vorhandenen Informationen drei Rezepturen entwickelt und hergestellt, sowie daraus durch Mischen noch drei weitere Rezepturen gewonnen. Für die hergestellten Schokoladen werden Partikelgrößenverteilung und Fließeigenschaften gemessen und ausgewertet. Für alle Schokoladen wird ein sensorischer Test durchgeführt, um den Unterschied zwischen den entwickelten Schokoladenprodukten und dem Original festzustellen. Das Hauptrezept wird mit Hilfe dieser Ergebnisse festgelegt, sodass die ausgewählte Schokolade dem Original am nächsten liegt. Die Versuche sollen im Technikumsmaßstab sowohl an der Hochschule als auch bei der Firma Lipp stattfinden. Die Vor- und die Bestätigungsversuche finden in der Hochschule statt. Das Endprodukt wird in Mannheim mit angepassten Parametern hergestellt. Am Ende erfolgt ein Vergleich zwischen den beiden Verfahren, da die Kugelmühle in der Hochschule im Kreislauf und in Mannheim im Batchbetrieb gefahren wird.

Die in Mannheim verwendete Geräte sind im Vergleich mit den Geräten der Hochschule deutlich größer. Infolgedessen wird die Conchierzeit und die Effektivität der Zerkleinerung beeinflusst. Dementsprechend können Viskosität, Fließgrenze und Geschmack beeinflusst werden. Da das Mundgefühl bei der Akzeptanz der Verbraucher eine wichtige Rolle spielt, müssen optimale Partikelgrößen und Fließeigenschaften erreicht werden (Afoakwa et al., 2007; Bolenz et al., 2014a). Um ein gutes Mundgefühl zu erreichen, muss eine Partikelgröße von unter 30 µm erzielt werden (Bolenz, Manske, 2013; Bolenz et al., 2014a). Eine Schokolade sollte zart und schnell im Mund ohne Klebrigkeit zergehen (Bolenz, Manke, 2013; Bolenz et al., 2014b). Infolgedessen

sowie laut dem ausgewählten Produkt beträgt die Ziel- Partikelgröße in dieser Arbeit 22-23  $\mu\text{m}$ .  
Letztendlich wird ein sensorischer Test durchgeführt, um den Unterschied zwischen den Endprodukten, die in Mannheim hergestellt werden, und dem Original festzustellen.

## **2 Stand der Wissenschaft und der Technik**

### **2.1 Lebensmittelrechtliche Grundlage der Milkschokolade**

Laut KVO 2003 erfolgen alle Berechnungen auf der Basis der Trockensubstanz. Laut KVO 2003 darf der Anteil der zugesetzten Lebensmittel 40% nicht überschreiten. „Milkschokolade ist ein Erzeugnis aus Kakaoverzeugnissen, Zuckerarten und Milch bzw. Milcherzeugnissen, das mind. 25% Gesamtkakaotrockenmasse, mind. 14% Milchtrockenmasse, mind. 2,5% fettfreie Kakaotrockenmasse, mind. 3,5% Milchfett enthält und einen Gesamtfettgehalt aus Kakaobutter und Milchfett von mind. 25% aufweist“ (Kakaoverordnung, 2003). Die zugesetzten Lebensmittel werden vorher heraus gerechnet. Die Berechnungen werden im Gliederungspunkt 3.1 gezeigt.

### **2.2 Herstellungsverfahren von Schokolade**

#### **2.2.1 Konventionelles Verfahren zur Schokoladenherstellung**

Das konventionelle Verfahren ist die meist verbreitete Methode zur Herstellung von Schokolade und findet mit Walzwerken und Conche statt (Tscheuschner, 2017; Römisch, 2012). Schokolade besteht je nach Sorte aus Zucker, Kakaobutter, Milchpulver, Kakaomasse, Butterreinfett, Emulgatoren und ggf. Aromen. Damit die Schokolade sensorisch nicht sandig wahrgenommen wird, sollen die Festbestandteile genug feinzerkleinert werden (Kleinert, 1997; Tscheuschner, 2017). Die Feinzerkleinerung erfolgt auf Zwei- und Fünfwalzwerken. Durch ein Zweiwalzenwerk findet das Vorwalzen statt. Die Hauptvermahlung erfolgt durch fünf hintereinander geschaltete hydraulisch gesteuerte und wasserkühlbare Walzen (Römisch, 2012). Die Zerkleinerung kann durch die Steuerung der Walzengeschwindigkeit und des Drucks gesteuert werden (Kos, 2018). Dieses Verfahren ist zeit- und kostenaufwändig (Bolenz et al., 2014a; Lipp et al., 2011).

## 2.2.2 Alternatives Verfahren zur Schokoladenherstellung

### 2.2.2.1 Grobconchieren

Ein alternatives Verfahren ist das Grobconchierverfahren. Es erfolgt mittels Conche mit integrierter Wirbelkammer und Kugelmühle. Für das Grobconchieren wird eine Conche mit integrierter Wirbelkammer verwendet. Die Wirbelkammer ist ein integriertes Hochscher-Mischelement, welches der Grobzerkleinerung der Rohstoffe dient. Im Zentrum der Kammer wird das Produkt axial angesaugt und durch die im Rotor-Stator-Raum wirkenden hohen Scherkräfte zermahlt. Von dort aus wird das Erzeugnis in die Schokoladenmasse zurückgeworfen. Es wird mittels Hauptmischwerk kontinuierlich neues Produkt in den Bereich der Mischkammer transportiert. Dadurch wird die Temperatur des Produkts ausgeglichen und unerwünschte Produkterwärmung vermieden (Lipp et al., 2011; Römisch, 2012; Feldkeller, 2014). Durch Zeitreduzierung und Energieersparnis führt dieses Verfahren zur Verringerung der Produktionskosten (Lipp et al., 2011). Dieser Prozess dient der Veredlung, Entfeuchtung und Entgasung der Masse, sowie der Verflüchtigung unerwünschter Aromastoffe (Bolenz, 2014). Dies erfolgt durch drei Phasen, Trockenphase, pastöse Phase und flüssige Phase (Tscheuschner, 2017).

1. Phase: wird trockene Phase genannt. Die Masse wird conchiert und bei einer Luft Zuführung können dadurch weitere Feuchtigkeit, unerwünschte Aromastoffe, sowie flüchtige Säure wie z. B. Essigsäure und Aldehyde, aus der Kakaomasse beseitigt werden (Strasser, 2018). In dieser Phase werden die wasserhaltigen Bestandteile zugegeben, plus ca. 2% reines Fett, um zu viel Staubentwicklung zu verhindern. Jedoch führt ein übermäßiger Fettanteil zur Verringerung des Trockenvorgangs. Beim Grobconchieren wird der Zucker von  $> 1000$  auf ca.  $300 \mu\text{m}$  zerkleinert und die Schokoladenmasse wird auf  $< 0,6\%$  Restfeuchtigkeit getrocknet (Bolenz et al., 2014b). Der Zucker unterstützt die Trocknung der anderen Rohstoffe durch Erhöhung der Oberfläche. Die Feuchtigkeit der Mischung muss am Ende dieser Phase bei  $< 1 \%$  liegen.

2. Phase: (Pastöse Phase bzw. Verflüssigungsphase) wird die Kakaomasse hinzugefügt. Das führt zur Entstehung einer pastösen Masse, es wird weiter bei Luft Zuführung conchiert. Am Ende dieser Phase sollte die Feuchtigkeit der Masse  $< 0,6 \%$  erreicht werden, um akzeptable Fließeigenschaften zu erhalten (Bolenz, 2017; Beckett, 2009).

3. Phase: (Flüssige Phase) werden die restliche Kakaobutter und das Milchfett zugegeben und weiter conchiert. In der Abbildung 1 ist eine Conche der Firma Lipp aufgezeigt. Abbildung 2a zeigt die Wirbelkammer der Conche IMC- E30. Abbildung 2b zeigt die Schematische Produktförderung mit Scherzone der Wirbelkammer.

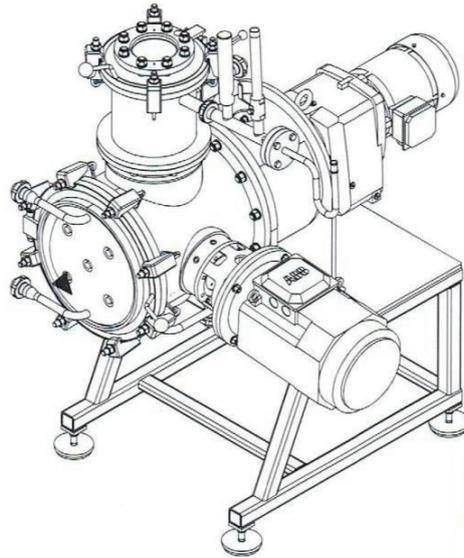


Abbildung 1: Conche der Firma Lipp Mischtechnik

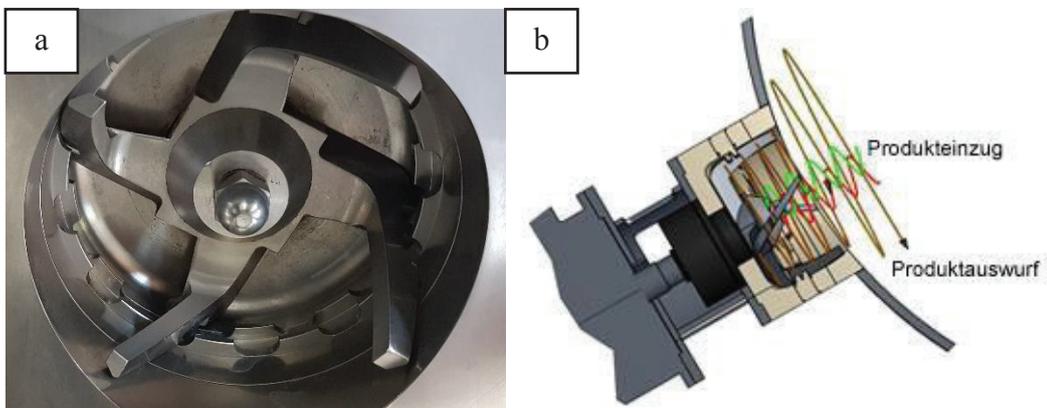


Abbildung 2: Wirbelkammer a (Conche IMC- E30 mit Scherzone und –Verzahnung), b (Schematische Produktförderung mit Scherzone) (Fa. Lipp Mischtechnik GmbH)

### 2.2.2.2 Zerkleinerung mittels Kugelmühle

Die auf dem Rotor-Stator-Prinzip basierende Kugelmühle setzt sich aus einem doppelwandigen Mahlbehälter (Stator), in dem sich eine axiale Welle (Rotor) befindetet, und bewegten Mahlkörpern (Stahlkugeln) zusammen. Dadurch werden Reibungs- und Prallkräfte erzeugt, die zur Vermahlung der Partikel führen (Kos, 2018). Die Masse wird mittels einer Exzentrerschneckenpumpe aus dem Auffangbehälter durch einen Ringspalt von unten (nach oben) in die Kugelmühle geführt. Die Exzentrerschneckenpumpe sorgt für eine kontinuierliche Vermischung der vermahlenden und unvermahlenden Phase der Schokoladenmasse. Die durch die Reibungs- und Scherkräfte entstehende Wärme wird über den Doppelmantel abgeleitet, welcher das System auch erwärmen kann, da das System mit einem Thermostat gesteuert wird (Lipp et al., 2011; Schinko, 2012; Kaiser, 2014). Das geschlossene System wird als Vorteil betrachtet, weil die Kontaminationsgefahr der Masse gering bleibt (Lipp et al., 2011; Bolenz et al., 2014a). Die Kugelmühle kann vertikal als auch horizontal verwendet werden. Die Effektivität der Zerkleinerung hängt von der Drehzahl des Motors, dem Mahlkugeltyp und der Viskosität (Temperatur, Fettanteil) der Schokoladenmasse ab (Lipp et al., 2011; Käser, 2014). Daher benötigt die kontinuierliche Zerkleinerung eine niedrigere Viskosität und höhere Fettanteile (Bolenz, Manske, 2013). Um die Masse pumpfähig zu halten, kann bei einigen Rezepturen eine portionsweise Zugabe von Lecithin erfolgen. Die Rührwerkskugelmühle IMP 5 der Firma Lipp, die für Schokoladeherstellung im Technikum der Hochschule eingesetzt wird, ist in der Abbildung 3 dargestellt.

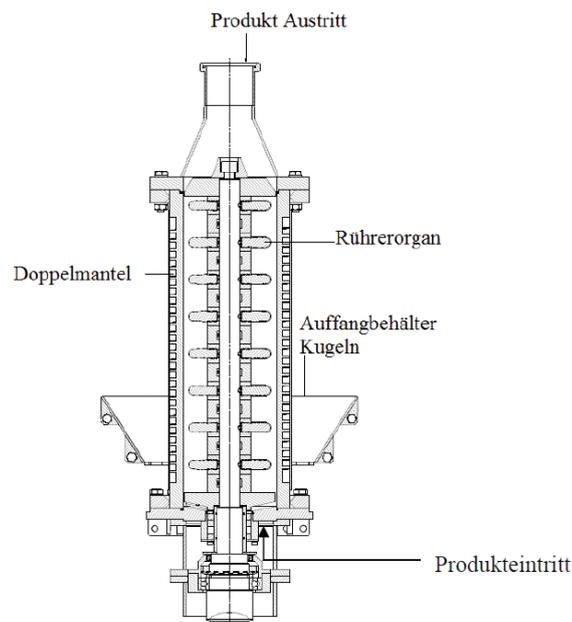


Abbildung 3: Schematische Darstellung der Rührwerkskugelmühle IMP 5 der Firma Lipp Mischtechnik

## 2.3 Temperieren

Die Fettphase einer Milkschokolade setzt sich aus Milchfett und Kakaobutter zusammen. Diese muss vorbehandelt werden. Dieses Verfahren heißt Temperieren bzw. Vorkristallisieren. „Die Kakaobutter kann aufgrund ihrer Polymorphie in die Kristallmodifikationen  $\gamma$ ,  $\alpha$ ,  $\beta_1'$ ,  $\beta_2'$ ,  $\beta_1$  und  $\beta_2$  kristallisieren, die unterschiedliche Schmelz- und Erstarrungstemperaturen haben, und bildet unterschiedlich stabile Kristallstrukturen aus“ (Beckett, 2008; Kos, 2018). Dieser Prozess führt zur Entstehung einer stabilen Kristallmodifikation, welche durch Bildung von  $\beta$  Kristalle das Aussehen, Textur und die Haltbarkeit positiv beeinflusst. Dies erfolgt entweder durch Scherkristallisation und oder durch die stabile Impfkristallkeime (Tscheuschner, 2017. S: 502). Durch den Abkühl- und Erwärmungsvorgang sowie durch Scherbeanspruchung wird die Bildung von stabilen  $\beta$ - Kristallkeimen erreicht. Dadurch lässt sich die Schokolade einfach aus den Formen entfernen. Der Vorkristallisierungsgrad hängt von der Zeit, der Temperatur, der Intensität der Durchmischung und der Scherung ab. Der gewünschte Temperiergrad ist zwischen 4-6, dann nimmt die Schokolade eine glänzende Oberfläche, eine ebenmäßige Farbe, und eine hohe Resistenz gegen Fettreif an, sowie eine gute Beständigkeit während der Einlagerung. Eine hohe Raumtemperatur führt zu Schwierigkeiten beim Abtafeln und verursacht eine ungleichmäßige Farbe der Schokoladetafeln (Hayani, 2018). Die ideale Raumtemperatur zum Temperieren der Schokoladenmasse beträgt Ca. 13- 20 °C (Grohs, 2019). Der Temperiergrad wird mit einem Temperimeter bestimmt. Im Temperimeter wird die Schokoladenprobe abgekühlt bis sie erstarrt und der Temperaturverlauf aufgezeichnet. Bei der Umkristallisation wird Erstarrungswärme frei, welche ein Maß für den Temperiergrad ist. Der Temperindex bzw. Temperiergrad zeigt die Steigung der Kurve am Wendepunkt wieder (Sollich, 2011). Die Fette, die zusätzlich zu Kakaobutter in der Schokolade vorhanden sind, zum Beispiel das Nussöl von Haselnüssen oder Milchfett, können zu Fettmigration während der Einlagerung führen. So erhält die Schokolade ein stumpfes altes Aussehen und wird deswegen von dem Konsument als unakzeptabel bewertet (Tscheuschner 2017. S: 505).

## 2.4 Rohstoffe in der Schokoladeherstellung

**Kakaomasse:** Kakaomasse wird aus Kakaobohnen gewonnen. Diese enthalten 55 % Kakaobutter, einen geringen Wassergehalt, etwa 6 %, und 39 % Trockenmasse (Tscheuschner, Linke, 1998; Kaiser, 2014). Nach der Verflüchtigung von unerwünschten flüchtigen Säuren weist die Kakomasse ein leicht bitteres Aroma auf. Die Kakaobestandteile beteiligen sich an der Texturbildung und müssen komplett von Fett umhüllt sein. Wenn sich die Kakaoteilchen in keiner homogenen Verteilung in der dispersen Phase befinden, kann die Haltbarkeit des Schokoladenprodukts durch den Kontakt mit Luftsauerstoff verringert werden. Kakaomasse hat den Vorteil, dass sie bereits von Fett umhüllt ist. Somit unterstützt sie eine optimale Produktbildung (Helmholz, 2014).

**Kakaobutter:** Die Kakaobutter ist ein Triglyzerid, bei welchem drei Fettsäuremoleküle mit Glycerin eine chemische Verbindung bilden. Die unterschiedlichen Triglyzeride weisen unterschiedliche Eigenschaften auf, wodurch Schokoladen gleicher Rezeptur dennoch unterschiedliches Schmelz- und Erstarrungsverhalten aufzeigen können, z. B. im Fall eines anderen Herkunftslandes. Kakaobutter neigt dazu, bei der Endkühlung in gleicher Kristallform zu erstarren wie die Form der Impfkristalle.

**Milchfett:** Milchfett kann als Bestandteil von Vollmilchpulver oder als Butterreinfett zugesetzt werden. Die Verwendung von freiem Milchfett sorgt für einen besseren Fließvorgang. Dadurch kann teure Kakaobutter erspart werden. Dies hängt von dem Anteil des freien oder gebundenen Milchfetts ab. Daher beeinflusst das Milchfett bei Milkschokolade das Aussehen, die Härte sowie das Schmelz- und Verfestigungsverhalten (Ziegleder, Danzl, 2012). Durch den Einsatz von Milchfett wird die Kristallisationsgeschwindigkeit und somit auch die Kontraktionsgeschwindigkeit der Schokolade verringert. Das führt zur Verminderung der Bildung des Fetteis auf der Produktoberfläche (Beckett, 2008).

**Magermilchpulver:** Magermilchpulver ist frei von Milchfett. Zufuhr von Butterreinfett führt zur Verbesserung der Rheologie und der sensorischen Eigenschaften des Produkts (Bolenz et al., 2003a). Die Verwendung von Milchpulver hat Auswirkungen auf die Verarbeitungs- und Fließeigenschaften der Schokoladenmasse. Die Beschaffenheit des Milchpulvers ist von Bedeutung. Das eingeschlossene Fett wird während der Zerkleinerung nicht vollständig freigesetzt, und steht somit dem Fließvorgang nicht zur Verfügung. Das hinterlässt Poren und führt zur Erhöhung der Porenoberfläche des Milchpulvers. Somit werden die Fließeigenschaften der

Schokoladenmasse negativ beeinflusst. Ein hochqualitatives Milchpulver, das zur Schokoladenherstellung verwendet werden sollte, zeichnet sich durch einen hohen Anteil an freiem Fett und einer porenfreien Struktur aus (Scheruhn et al., 2000).

**Zucker:** Zur Herstellung von Schokolade wird Zucker in Form von kristalliner Saccharose verwendet. Der Zucker hat großen Einfluss auf den Geschmack einer Schokolade. Die Süßkraft wird durch die verwendete Zuckermenge bestimmt. Laut Kakaoverordnung dürfen auch andere Zuckerarten zum Beispiel Inulin eingesetzt werden (Afoakwa E. O, 2010; Kakaoverordnung, 2003; Helmholz, 2014). Eine zusätzliche Zuckerzugabe von 5 % bewirkt jedoch große Geschmacksveränderungen (Afoakwa, 2010; Kaiser, 2014).

**Nüsse:** In der Süßwarenindustrie werden Nüsse zur Herstellung vieler Produkte verwendet, z. B. Marzipan, Nougat oder Haselnüsse als Rezepturzusatz in der Schokoladenherstellung (Tscheuschner, 2017). Nüsse enthalten einen hohen Fett- und Proteingehalt, sowie Vitamine und Mineralien. Sie sind reich an ungesättigten Fettsäuren und besitzen einen niedrigen Anteil gesättigter Fettsäuren. Somit haben sie eine positive Auswirkung auf die menschliche Gesundheit, u. a. Hemmung von Herz-Kreislauf-Erkrankungen (Frölke, Fehnker, Sebastian, 2018. S: 276). Der Verzehr von Nüssen kann bei einigen Menschen allergische Reaktionen verursachen, zum Beispiel. Atem- oder Schluckschwierigkeiten, oder Hautreaktionen (Ternes, 2008. S: 901)

**Lecithin:** Hauptquelle für Lecithin sind Sojabohnen. Das meist verwendete Rohlecithin enthält neben den Phospholipiden noch > 50 % Sojaöl, etwas Wasser und Begleitsubstanzen. Lecithin wird in der Lebensmittelproduktion als Emulgator eingesetzt. Auf Grund der hydro- und lipophilen Eigenschaften kann der Einsatz oberflächenaktiver Substanzen zur Verringerung des Fettgehaltes von Schokoladenmassen dienen. „Lecithin bildet eine monomolekulare Grenzschicht um die hydrophilen Feststoffe“, wodurch diese vor wiederholter Agglomeration in der dispersen Phase geschützt sind (Tscheuschner, 2017. S: 500).

## **2.5 Einfluss wichtiger Faktoren auf die Fließeigenschaften von Schokolade**

### **2.5.1 Einfluss des Fettgehaltes auf das Fließverhalten**

Das Fett in der Schokolade hat einen wichtigen Einfluss auf Viskosität sowie Fließgrenze einer Schokolade. In der Regel setzt sich der Fettgehalt einer Milkschokolade aus Kakaobutter und Milchfett zusammen. Das Fett hat eine wichtige Aufgabe, indem es die festen Bestandteile z. B. Zucker-, Kakao- und Milch Pulverteilchen umhüllt. Somit verringert das Fett die Reibungskräfte der Partikel untereinander, wodurch eine pumpfähige Schokoladenmasse hergestellt werden kann. Eine Steigerung des Fettanteils einer Schokolade führt zur Senkung der Viskosität. Der Einfluss des Fettgehalts auf die Viskosität einer Schokolade ist grundsätzlich größer als auf die Fließgrenze, da die Fließgrenze von den Bindungskräften zwischen den festen Partikeln abhängig ist. Entscheidend für den Fließvorgang ist die Menge des zur Verfügung stehenden freien Fettes (Beckett, 2008).

### **2.5.2 Einfluss des Wassergehaltes**

Ein Wassereintrag erfolgt hauptsächlich durch das Milchpulver mit einem Wassergehalt von 4 - 5 % (Kleinert, 1997). Einen gewissen Anteil an Wasser tragen aber auch die Kakaomasse und das Lecithin mit jeweils ca. 1 %, sowie das Butterreinfett mit ca. 0,1 % Wassergehalt in die Schokolade ein. Eine Vortrocknung des Magermilchpulvers kann zu einer Reduzierung des Wassergehalts auf unter 1 % beitragen. Dadurch kann die Conchierzeit verringert werden (Bolenz et al., 2008). Der größte Wasseranteil wird während der Trockenconchierphase abgedampft. Hier muss darauf geachtet werden, dass um Kondensation zu verhindern, der Wasserdampf entsprechend abgeführt werden muss. Da die erzeugten Wassertropfen einen Teil des Zuckers lösen, führt dies zu Zuckerklumpen. Dies hätte ein sandiges Mundgefühl zu Folge (Beckett, 2008). Die Grenze des Wassergehalts liegt zwischen 0,5 - 0,6 % (Lipp et al., 2011; Bolenz et al., 2014a). Jedoch führt ein Wassergehalt in der Schokoladenmasse unter 0,6 % zu keiner extra Veredelung der Fließeigenschaften, da hier nur das gebundene Wasser existiert. Außerdem kann die Entfernung des Wassers eine Einsparung an Fett bei gleicher Viskosität und Fließverhalten bewirken (Beckett, 2009).

### 2.5.3 Einfluss der Partikelgrößenverteilung auf das Fließverhalten

Die Partikelgröße hat einen wichtigen Einfluss auf die Fließeigenschaften der Schokolade und auch auf das erzeugte Mundgefühl (Bolenz et al., 2014a). Ein hoher Anteil kleiner Partikel führt zu einem klebrigen Mundgefühl, ein hoher Anteil an großen Partikeln führt zu einem sandigen Mundgefühl (Beckett, 2009). Ein hoher Anteil an Partikeln  $> 30 \mu\text{m}$  wird sensorisch auf der Zunge als rau und körnig empfunden. Durch die Partikelverteilung können auch Ablauf und Dauer des Aromaeindrucks beeinflusst werden. Bei einer Feinzerkleinerung unter  $1 \mu\text{m}$  nimmt die Oberfläche der Teilchen überproportional zu und bindet zu viel Kakaobutter, das führt zur Erhöhung der Grenzviskosität (Ziegleder, Danzl, 2012; Burk, 2016). Aufgrund der Vergrößerung der spezifischen Oberfläche bei der Zerkleinerung wird die Fließgrenze ebenfalls erhöht, dadurch nimmt der Anteil von Reibungspunkten zwischen den Partikeln zu. Größere Partikel führen zu einer geringeren spezifischen Oberfläche als kleinere. Das heißt, dass kleine Partikel mehr Fett bedürfen, um komplett umhüllt zu werden. Infolgedessen steht kein Fett mehr für das Fließen zur Verfügung. Deswegen werden Emulgatoren verwendet (Beckett, 2008). Die Partikel werden nicht gleichmäßig zerkleinert, wodurch eine Partikelgrößenverteilung entsteht. Die Abbildung 4 zeigt typische Partikelgrößenverteilungskurven.

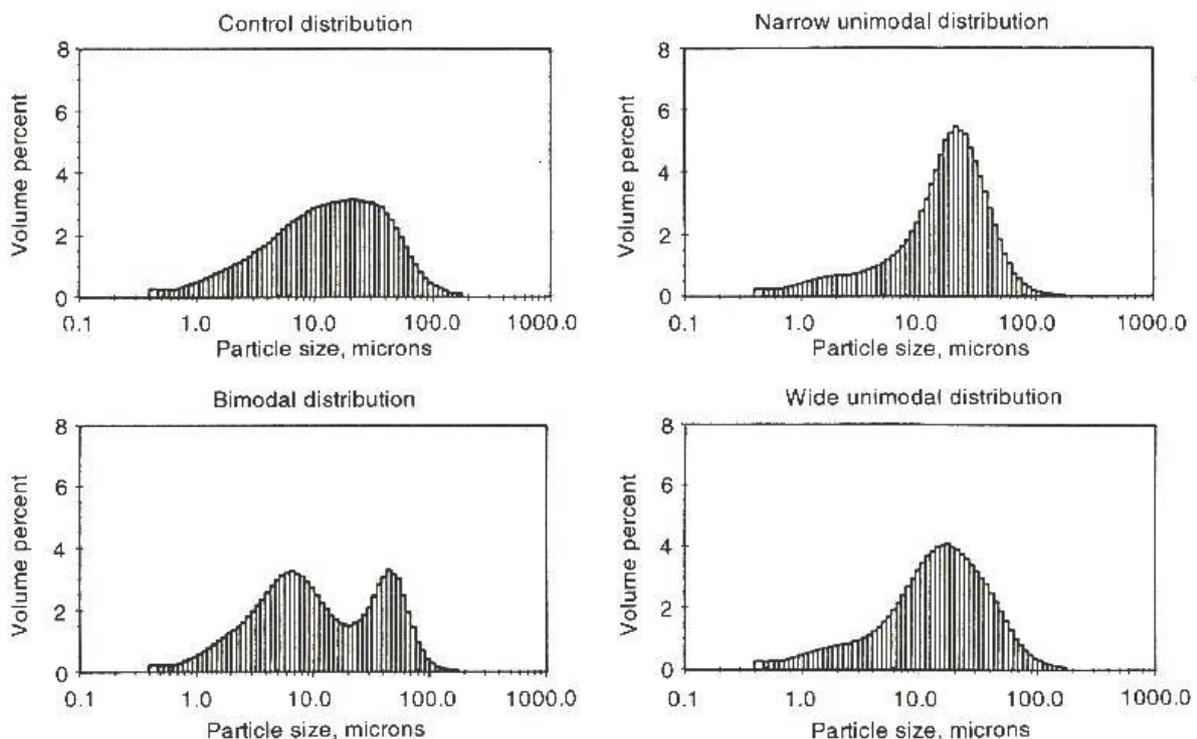


Abbildung 4: Verschiedene Arten von Partikelgrößenverteilungen (Beckett 2009)

In der Schokoladenindustrie wird eine bimodale Partikelgrößenverteilung erwünscht (Abbildung 5), die eine Verteilungskurve mit zwei Maxima aufweist. Um die ideale bimodale Partikelgrößenverteilung zu erreichen, muss das Volumen der größten Partikeln sieben Mal größer als das der kleinsten Partikel sein. Dadurch passen die kleinen Partikel zwischen die großen. Sie verdrängen das gebundene Fett aus den Hohlräumen, sodass viel Fett für den Fließvorgang zur Verfügung steht (Do et al., 2007; Strasser, 2018). Dies führt zu einer Erniedrigung der Viskosität. Um eine bimodale Partikelgrößenverteilung zu erreichen, sollte ein Mischungsverhältnis zwischen feinen und groben Partikeln erzielt werden, welches idealerweise aus 37% feinen und 63% groben Partikeln besteht, um somit optimale Fließeigenschaften zu erzeugen (Servais et al., 2002; Wenker, 2010; Burk, 2016).

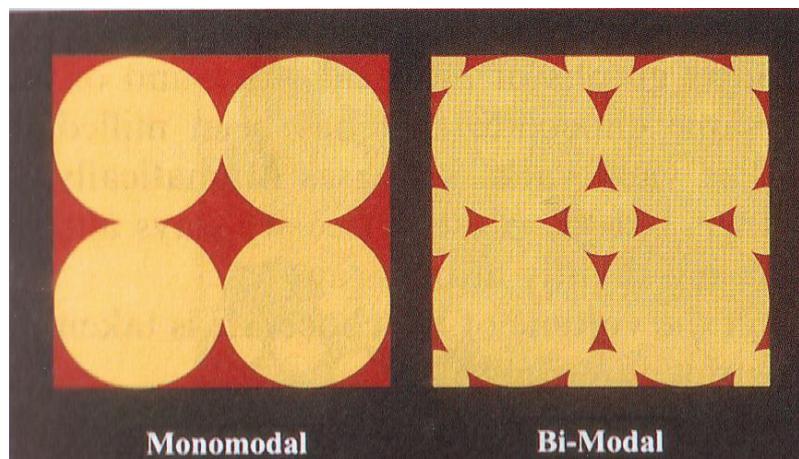


Abbildung 5: Schematische Darstellung verschiedener Partikelgrößenverteilungen (Beckett 2008)

## 2.6 Instrumentelle Analyse

### Messprinzip des Laserbeugungsspektrometers

Die Abbildung 6 zeigt das Messprinzip des Laserbeugungsspektrometers. Die Lichtquelle erzeugt einen Lichtstrahl, der durch den Filter expandiert und durch das Messvolumen geleitet wird. Der Strahl wird am Partikel gebeugt. Es entsteht eine Beugungslichtverteilung, die sich aus der Summe der gebeugten Intensität aller Partikel im Strahl zusammensetzt. Der gebeugte Laserstrahl wird durch eine Sammellinse an eine bestimmte Stelle des Detektorbereichs geführt. Aus den Detektorringen wird die Intensitätsverteilung berechnet (Löffler, 2012). Dies ist in Abbildung 6 dargestellt. Die Auswertung erfolgt nach dem Fraunhofer-Prinzip und beruht auf der Beugung von Licht am Einzelpartikel. Der Beugungswinkel ist von der Partikelgröße abhängig (Malvern, 2011). Diese Theorie geht davon aus, dass die Partikel sphärisch und opak sind. Die Auswertung kann auch nach der Mie-Theorie erfolgen, aber dafür benötigt man die optischen Eigenschaften der gemessenen Probe, den Brechungsindex und den Absorptionsindex des Dispergiertmittels, um genauere Partikelgrößenverteilungen zeigen zu können (Leipner, 2012). Die Mie-Theorie ist nur für die Bestimmung von kugelförmigen Partikeln geeignet. Daher wird das Fraunhofer-Prinzip angewendet, das für die Mischung von Partikeln mit unterschiedlichen optischen Eigenschaften am besten geeignet ist (Bolenz et al., 2014a).

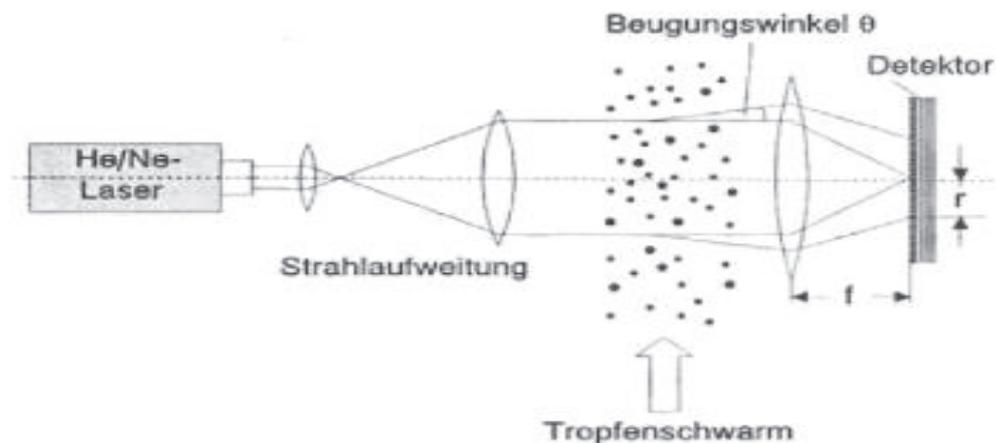


Abbildung 6: Messprinzip des Laserbeugungsspektrometers (Löffler, 2012)

## Funktion eines Infrarot- Thermometers

„Das dient zum berührungslosen Messen der Wärme eines Objektes. Wenn ein Objekt eine Temperatur über dem absoluten Nullpunkt von 0 K (-273,15 °C) besitzt, sendet es eine, seiner Eigentemperatur proportionale, elektromagnetische Eigenstrahlung aus. Ein Teil der ausgesandten Strahlung ist die Infrarotstrahlung, die zur Temperaturmessung verwendet wird. Von einem Objekt abgegebene Infrarotstrahlung durchdringt die Atmosphäre und kann mittels einer Linse oder Eingangsoptik auf ein Detektorelement fokussiert werden. Das Detektorelement erzeugt durch die einfallende Strahlung ein zu ihr proportionales elektrisches Signal. Die Umsetzung des Signals in eine zur Objekttemperatur proportionale, Ausgabegröße erfolgt durch Signalverstärkung und digitale Weiterverarbeitung. Der Messwert kann auf einem Display angezeigt oder als Signal ausgegeben werden“ (Optris, 2019). Die Abbildung 7 zeigt die Funktion eines Infrarot-Thermometers.

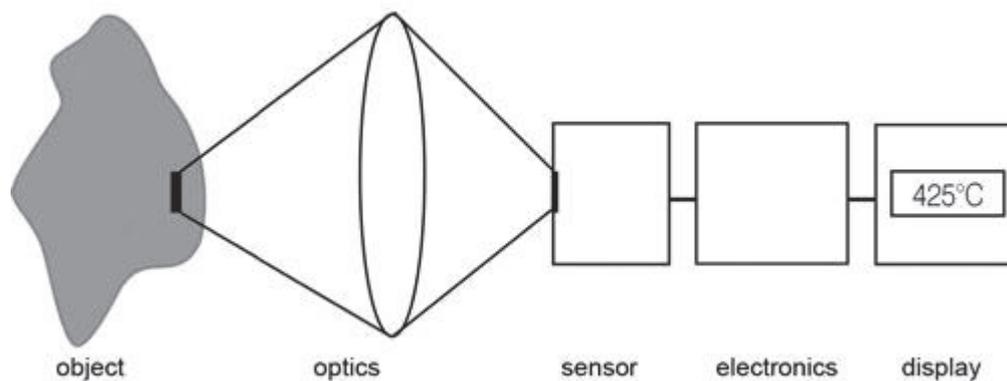


Abbildung 7: Funktion eines Infrarot- Thermometers (Optris, 2019)

### 3 Material und Methode

#### 3.1 Rezeptentwicklung und Versuchsübersicht

Folgende Zutaten- und Nährwertangaben waren vom Hersteller angegeben.

Zutaten:

Zucker,

Vollmilchpulver 26 %,

Kakaobutter,

Kakaomasse,

Haselnüsse gemahlen,

Emulgator: Sojalecithin,

natürliches Aroma.

Kakao: 31 % mindestens

Milch: 25 % mindestens

Die Tabelle 1 zeigt die Nährwertinformation des Zielprodukts

Tabelle 1: Nährwertinformation des Zielprodukts

Kakao mindestens 31 %	Zielprodukt
Nährwertinformation für 100g	-
Energie	2310 KJ/555 Kcal
Fett	35 g
davon gesättigte Fettsäuren	20 g
Kohlenhydrate	51 g
davon Zucker	49 g
Ballaststoffe	2 g
Eiweiß	8 g
Salz	0,25 g

Auf Basis des Zutatenverzeichnisses und Nährwertinformation des Zielprodukts werden drei Rezepturen entwickelt und erstellt, die bei dieser Masterarbeit eingesetzt werden sollten, um den Hauptversuch festzulegen. Als besonders hilfreich erwies sich hierbei, dass sowohl die Menge der Kakaotrockenmasse als auch die des Vollmilchpulvers sowie des gesamten Fettanteils angegeben war. Somit ergeben sich bezüglich der Dosierung der Rohstoffe in der Rezeptur folgende Rahmenbedingungen:

**Zucker:** - Mengenmäßige Hauptkomponente - wird in der Rezeptur auch benutzt, um diese auf 100% aufzufüllen - bildet zusammen mit Laktose (aus Milchpulver) den Zuckeranteil in der Nährwertangabe.

**Vollmilchpulver:** Ist mit einem Anteil von 26% vorgegeben und somit fix, es erfolgt lediglich eine Umrechnung in Magermilchpulver (MMP) und Butterreinfett (BRF), da mit diesen Rohstoffen an Stelle von VMP gearbeitet werden soll. Dadurch können die Fließ- und Sensorikeigenschaften der Schokolade verbessert werden (Bolenz et al., 2003a; Scheruhn et al., 2000). Da das geschlossene Fett im Vollmilchpulver nicht komplett freigesetzt wird und führt deswegen zu einer Verschlechterung der Fließigenschaften der Schokoladenmasse (Scheruhn et al., 2000).

**Kakaobutter:** Bildet zusammen mit Kakaomasse den angegebenen Anteil an Gesamt-Kakao, dient auch zur Einstellung des angegebenen Anteils Fett. Die Zugabe muss abhängig von den Variablen Kakaomasse und Haselnuss nachjustiert werden, um in jeder Rezeptur die Vorgaben zu erfüllen.

**Kakaomasse:** Die im Zielprodukt exakt eingesetzte Menge ist unbekannt, diese bestimmt aber wesentlich die Geschmacksintensität. Die Menge an Kakaomasse ist somit eine Variable in den Versuchen zur Rezepturentwicklung. Die Festlegung des Versuchsraums (8-12%) erfolgt nach Erfahrungswerten und danach, wie genau jeweils die Vorgaben des Zielproduktes erfüllbar sind.

**Haselnüsse:** Die im Zielprodukt exakt eingesetzte Menge ist unbekannt, diese bestimmt ebenfalls die Geschmacksintensität. Die Menge an gerösteten Haselnüssen ist somit eine Variable in den Vorversuchen zur Rezepturentwicklung. Die Festlegung des Versuchsraums (2-4%) erfolgt nach Erfahrungswerten und danach, wie genau jeweils die Vorgaben des Zielproduktes erfüllbar sind.

**Emulgator:** Die im Zielprodukt exakt eingesetzte Menge ist unbekannt und hängt auch vom Fettgehalt ab. Die ideale Dosierung von Lecithin liegt zwischen 0,3 und 0,6 % (Scheruhn, 2000). Bei Bedarf ist eine leichte Erhöhung oder Verringerung noch möglich.

**Natürliches Aroma:** Art und Dosierung sind unbekannt, es erfolgt eine Zugabe von Vanillin analog der Erfahrungswerte aus den bisherigen Projekten.

Auf der Basis der Vorgaben werden zunächst Rezepturen für Vollmilchpulver entwickelt. Die Nährwertangaben der Rohstoffe, u.a. Kakao, Milchfett, Gesamt-Fett sind berücksichtigt und möglichst nah an das Originalprodukt angepasst. Die Ergebnisse decken sich nicht immer perfekt, da nicht alle Berechnungsgrundlagen des Herstellers bekannt sind und teils nur Mindestmengen angegeben sind. Es ist z.B. unklar, ob es sich bei den 2% Nicht- Zucker-Kohlenhydrate laut Nährwert-Angabe um Stärke aus Kakaopartikeln handeln soll. Danach werden drei Rezepturen mit MMP und BRF entwickelt, welche die Eckpunkte des Versuchsraumes markieren. Hieraus können durch das Mischen der Massen noch weitere Rezepturen hergestellt werden. Geplant sind drei Versuche und drei Mischungen. So werden insgesamt sechs Muster produziert. Diese können dann im Vergleich zum Original verkostet werden.

## Versuchsübersicht:

In Rahmen dieser Masterarbeit werden insgesamt vier Versuche und fünf Bestätigungsversuche durchgeführt, um festzustellen, ob die Schokolade, hergestellt nach der entwickelten Rezeptur, geschmacklich vergleichbar mit dem Handelsprodukt ist. Dafür wird eine sensorische Prüfung durchgeführt, in der die hergestellten Schokoladen mit dem Original verglichen wird. Daraufhin wird eine Rezeptur als Hauptversuch verwendet, die möglichst nah am Original liegt. Der gesamt Fettanteil aller Rezepturen wird auf ca. 35% eingestellt. Um die Variation der variablen Inhaltsstoffe (KaMa + Haselnüsse) komplett abzubilden, werden drei Rezepturen entwickelt. Die Tabelle 2 zeigt eine Übersicht der entwickelten Rezepturen.

Tabelle 2: Rezepturenübersicht

<b>Zutaten</b>	<b>8+2 [%]</b>	<b>10+4 [%]</b>	<b>12+4 [%]</b>
Kakaomasse	8,00	10,00	12,00
Kakaobutter	22,00	19,60	18,60
Zucker	41,39	39,99	38,79
Butterreinfett	6,45	6,45	6,45
Magermilchpulver	19,55	19,55	19,55
Haselnüsse*	2,00	4,00	4,00
Vanillin*	0,01	0,01	0,01
(Emulgator- Sojalecithin) *	0,60	0,60	0,60

\*zugesetzte Lebensmittel

Die Rezepturen, die durch das Mischen der Massen entstehen, sind in der Tabellen 3 dargestellt.

Tabelle 3: Weitere hergestellte Rezepturen

<b>Zutaten</b>	<b>9+3 [%]</b>	<b>10+3 [%]</b>	<b>11+4 [%]</b>
Kakaomasse	9,00	10,00	11,00
Kakaobutter	20,80	20,30	19,10
Zucker	40,59	40,09	39,29
Butterreinfett	6,45	6,45	6,45
Magermilchpulver	19,55	19,55	19,55
Haselnüsse*	3,00	3,00	4,00
Vanillin*	0,01	0,01	0,01
(Emulgator- Sojalecithin) *	0,60	0,60	0,60

Tabelle 4, 5 und 6 stellen eine Übersicht zur TM- und Fettberechnung der entwickelten Rezepturen

Tabelle 4: Übersicht zur TM- und Fettberechnung der Rezeptur am Beispiel 10+4

<b>Rohstoffe</b>	<b>MENGE [%]</b>	<b>TM [%]</b>	<b>Menge TM [%]</b>	<b>Menge TM auf 100[%]</b>	<b>Fett [%]</b>	<b>Fett in mix [%]</b>
Kakaomasse	10,00	99,00	9,90	10,01	54,50	5,45
Kakaobutter	19,60	100,00	19,60	19,82	100,00	19,60
Zucker	39,79	100,00	39,79	40,43	0,00	0,00
Butterreinfett	6,45	99,80	6,44	6,51	99,80	6,44
Magermilchpulver	19,55	96,00	18,77	18,98	1,00	0,20
Haselnüsse*	4,00	95,00	3,80	3,84	63,00	2,52
Vanillin*	0,01	100,00	0,01	0,01	0,00	0,00
Sojalecithin *	0,60	100,00	0,60	0,60	100,00	0,60
<u>Summe</u>	<u>100,00%</u>		<u>98,91%</u>			

Tabelle 5: Übersicht zur TM- und Fettberechnung der Rezeptur am Beispiel 8+2

<b>Rohstoffe</b>	<b>MENGE [%]</b>	<b>TM [%]</b>	<b>Menge TM [%]</b>	<b>Menge TM auf 100[%]</b>	<b>Fett [%]</b>	<b>Fett in mix [%]</b>
Kakaomasse	8,00	99,00	7,92	8,00	54,50	4,36
Kakaobutter	22,00	100,00	22,00	22,22	100,00	22,00
Zucker	41,39	100,00	41,39	41,80	0,00	0,00
Butterreinfett	6,45	99,80	6,44	6,51	99,80	6,44
Magermilchpulver	19,55	96,00	18,77	18,96	1,00	0,20
Haselnüsse*	2,00	95,00	1,90	1,92	63,00	1,26
Vanillin*	0,01	100,00	0,01	0,01	0,00	0,00
Sojalecithin *	0,60	100,00	0,60	0,60	100,00	0,60
<u>Summe</u>	<u>100,00%</u>		<u>99,03%</u>			

Tabelle 6: Übersicht zur TM- und Fettberechnung der Rezeptur am Beispiel 12+4

<b>Rohstoffe</b>	<b>MENGE [%]</b>	<b>TM [%]</b>	<b>Menge TM [%]</b>	<b>Menge TM auf 100[%]</b>	<b>Fett [%]</b>	<b>Fett in mix [%]</b>
Kakaomasse	12,00	99,00	11,88	12,01	54,50	6,54
Kakaobutter	18,60	100,00	18,60	18,81	100,00	18,60
Zucker	38,79	100,00	38,79	39,23	0,00	0,00
Butterreinfett	6,45	99,80	6,44	6,51	99,80	6,44
Magermilchpulver	19,55	96,00	18,77	18,98	1,00	0,20
Haselnüsse*	4,00	95,00	3,80	3,84	63,00	2,52
Vanillin*	0,01	100,00	0,01	0,01	0,00	0,00
Sojalecithin *	0,60	100,00	0,60	0,60	100,00	0,60
<u>Summe</u>	<u>100,00%</u>		<u>98,89%</u>			

Die nachfolgenden Beispielrechnungen werden mit den Werten aus Tabelle 4 durchgeführt. Die Berechnungen bzw. die Formeln werden von Strasser 2018 übertragen.

$$\text{Fett in Mix} = \text{Fett} * \text{Menge}$$

Bsp.: Kakaomasse

$$10,00\% * 54,5\% = 5,45\%$$

$$\text{Menge TM} = \text{Menge} * \text{Trockenmasse}$$

$$\text{Menge TM auf 100\%} = \text{Menge TM} / \sum \text{Menge TM}$$

Bsp.: Kakaomasse  $10,00\% * 99,000\% = 9,900\%$

$$\frac{9,900}{98,91} = 10,01\%$$

Die ermittelten Werte für „Menge TM auf 100%“ bilden die Grundlage für die Berechnungen von:

- LM-Zugabe (< 40%)

$$= \sum \text{Menge TM auf 100\% aller zugesetzten Lebensmittel} (*)$$

Bsp.:  $3,84\% + 0,01\% + 0,60\% = 4,45\%$

- Basisschokolade TM

$$= \frac{\sum \text{Menge TM auf 100\% aller Kakaobestandteile}}{\frac{(100 - \text{Lebensmittelzusatz})}{100}}$$

Bsp.: 
$$\frac{10,01\% + 19,82\%}{\frac{100 - 4,45\%}{100}} = 31,219\%$$

- Gehalt an entölter Kakao TM (>2,5%)

$$= \frac{\text{Menge TM auf 100\% Kakaomasse} * (100 - \text{Fettgehalt Kakaomasse})}{\frac{(100 - \text{Lebensmittelzusatz})}{100}}$$

Bsp.: 
$$\frac{10,01\% * (100 - 54,5\%)}{\frac{100 - 4,45\%}{100}} = 4,769\%$$

- Gehalt Milch TM (>18%)

$$= \frac{\Sigma \text{Menge TM auf 100\% aller Milchstandteile}}{\frac{(100 - \text{Lebensmittelzusatz})}{100}}$$

Bsp.:

$$\frac{6,51\% + 18,98\%}{\frac{100 - 4,45\%}{100}} = 26,60 \%$$

- Gehalt Milchfett (>5,5%)

$$= \frac{\Sigma \text{Menge TM auf 100\% des Milchfettes}}{\frac{(100 - \text{Lebensmittelzusatz})}{100}}$$

Bsp.:

$$\frac{6,51\% * 0,99 + 18,98\% * 0,01}{\frac{100 - 4,45\%}{100}} = 6,943 \%$$

- Gehalt Fett (Kakaobutter und Milchfett) (>25%)

$$= \frac{\Sigma \text{Menge TM auf 100\% aller Fettbestandteile}}{\frac{(100 - \text{Lebensmittelzusatz})}{100}}$$

Bsp.:

$$\frac{(10,01\% * 54,5) + 19,82\% + 18,92 * 0,26}{\frac{100 - 4,45\%}{100}} = 31,60 \%$$

Der Wassergehalt hat einen geringeren Einfluss auf die Rechnung. Alle Werte aus den Beispielrechnungen würden sich um maximal 0,15 % erhöhen.

Der Fettgehalt wird mit jeder Conchierphase erhöht. In der ersten Phase sollte der Fettgehalt 2,5-3 % der Masse betragen (Bolenz et al., 2014b). Aber bei den in dieser Arbeit verwendeten

Rezepturen darf der Fettgehalt etwas höher sein. Er beträgt 7,08 %, da das Fett in den Haselnüssen erst nach der Zerkleinerung freigesetzt wird. Berechnet wird dies wie folgt:

$$F1 = \frac{(\Sigma \text{Fettgehalt aller wasserhaltigen Zutaten} + \text{Teil der Milchfett}) * 100}{\Sigma \text{Massen aller wasserhaltigen Zutaten}}$$

In der zweiten Phase wird der Fettgehalt durch die Zugabe von Kakaomasse höher. Er sollte laut Bolenz (2018) 12-15 % betragen. Berechnet wird dies wie folgt:

$$F2 = \frac{(\Sigma \text{Fettgehalt aller eingesetzten Zutaten} + \text{Fett der Kakaomasse}) * 100}{\Sigma \text{Massen aller eingesetzten Zutaten}}$$

Die Fettgehaltsberechnung der dritten Phase ist ähnlich wie die zweite Phase. Zugewetzt werden, der Rest des Milchfett sowie die gesamte Kakaobutter:

$$F3 = \frac{(\Sigma \text{Fettgehalt aller eingesetzten Zutaten} + \text{Fett Kakaobutter, Milchfett}) * 100}{\Sigma \text{Massen aller eingesetzten Zutaten}}$$

Da das Lecithin ein Phosphorlipid ist, muss sich somit die Berechnung anschließen:

$$F4 = \frac{(\Sigma \text{Fettgehalt aller eingesetzten Zutaten} + \text{Fett Lecitin}) * 100}{\Sigma \text{Massen aller eingesetzten Zutaten}}$$

### 3.2 Rohstoffe und Maschinen (HS + MA)

Die Rohstoffe und Maschinen, die für die Schokoladenherstellung sowohl in der Hochschule als auch in Mannheim verwendet werden, sind in der Tabelle 7 und Tabelle 8 dargestellt.

Tabelle 7: Verwendete Rohstoffe und deren Hersteller

<b>Rohstoff</b>	<b>HS-Hersteller</b>	<b>MA-Hersteller</b>
Zucker	Nordzucker AG (Braunschweig/ Deutschland)	Kristallzucker, Südzucker AG (Mannheim/ Deutschland)
Kakaobutter	Olam cocoa (Mannheim/ Deutschland)	Olam cocoa (Mannheim/ Deutschland)
Magermilchpulver	DMK GMBH (Zeven / Deutschland)	BÄKO-Zentrale Süddeutschland eG (Ladenburg, Deutschland)
Kakaomasse	Cargill (Schiphol/ Niederlande)	Cargill (Schiphol/ Niederlande)
Buttereiinfett	Hoche Butter GmbH (Uelzen/ Deutschland)	Uelzena eG, (Uelzen/ Deutschland)
Haselnüsse	Nutwork Handelsgesellschaft mbH (Hamburg/ D)	BÄKO-Zentrale Süddeutschland eG (Ladenburg, Deutschland)
Sojalecithin	Topcithin NGM, Cargill (Hamburg/ D)	Topcithin NGM, Cargill (Hamburg/ D)
Vanillin	Silesia GmbH& Co. KG (Neuss/D)	Silesia GmbH& Co. KG (Neuss/D)

Tabelle 8: Verwendete Maschinen und deren Hersteller

<b>Maschinen</b>	<b>HS-Hersteller</b>	<b>MA- Hersteller</b>
Conche mit integrierter Wirbelkammer	Typ: IMC- E 30 (Lipp Mischtechnik GmbH, Mannheim/ Deutschland)	Typ: IMC-E 315 (Lipp Mischtechnik GmbH, Mannheim/ Deutschland)
Kugelmühle	Typ: IMP 5 (Lipp Mischtechnik GmbH, Mannheim/ Deutschland)	Typ: IMP 30 (Lipp Mischtechnik GmbH, Mannheim/ Deutschland)
Thermostat	Regloplas, St. Gallen/ Schweiz	Typ: MHW 90/60d (Seico Heizungen GmbH, Langenhagen/ Deutschland)
Schraubenpumpe	(Fa. Seepex) Typ: MDT 025-6L, 300 Liter/ St (Bottrop/ Deutschland)	(Fa. Seepex) Typ: BT, 300-1000 Liter/ St (Bottrop/ Deutschland)
Minitemper Turbo	(TF 100, Sollich, Bad Salzuflen/ Deutschland)	-
Tempermeter	(E5, Sollich KG, Deutschland)	-
Infrarotthermometer Raynger ST	Raytek, Santa Cruz, USA	-
Rütteltisch	(Fa. Netter Vibrationstechnik) Typ: VT 5/6 (Mainz- Kastel/ Deutschland)	-
Schnell Feuchtigkeitsmessgerät	Typ: MA 40 / MA 30 (Sartorius, Göttingen/ Deutschland)	Typ: MA 30 (Sartorius, Göttingen/ Deutschland)

### **3.3 Versuchsdurchführung**

Die Versuche zur Rezeptentwicklung werden im Technikum der Hochschule durchgeführt. Drei der fünf Bestätigungsversuche werden in Mannheim im größeren Maßstab erfolgen.

#### **3.3.1 Versuchsdurchführung im Technikum der HS**

Um ein vollständiges Bild von Verfahrensschritten der Schokoladenherstellung zu bekommen, ist ein Fließschema in der Abbildung 8 dargestellt.

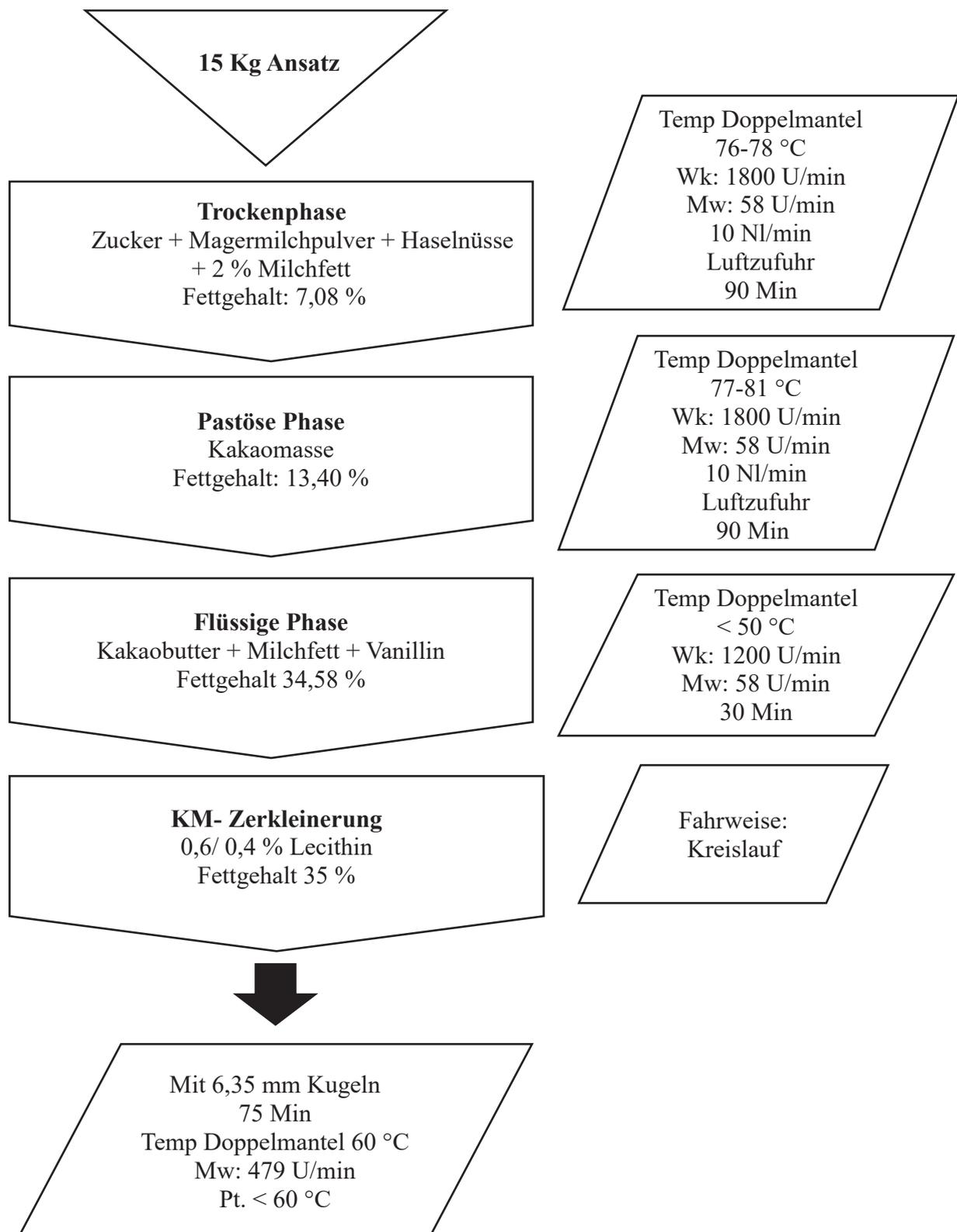


Abbildung 8: Fließschema mit wichtigen Parametern des Grobconchiervfahrens- HS

### 3.3.1.1 Grobconchieren

In der ersten Phase werden die wasserhaltigen Bestandteile Magermilchpulver und Haselnüsse zugegeben und ca. 2% reines Fett, da das Fett aus den Haselnüssen (63%) erst bei der Zerkleinerung freigesetzt wird und somit zu Beginn in der Conche zu viel Staub entstehen könnte. Die Schokoladenmasse wird auf 0,5- 0,6 % Restfeuchtigkeit getrocknet. Die Feuchtigkeit der Mischung wird alle 20 Min mit einem Schnellfeuchtegerät gemessen. In der zweiten Phase (Pastöse Phase) wird die Kakaomasse hinzugefügt (Bolenz, 2018). Der Deckel der Conche wird während den ersten zwei Conchierphasen offengelassen, um die unerwünschte Aromastoffe, flüchtige Säuren und Feuchtigkeit aus der Schokoladenmasse ausgetragen zu können. Die Öffnung wird zur Vermeidung von Verunreinigungen in der Schokoladenmasse mit einem sauberen Geschirrhandtuch abgedeckt (Müller, 2014). In der dritten Phase (Flüssige Phase) erfolgt bei gleichzeitiger Anreicherung mit der restlichen Kakaobutter und Milhfett die Abkühlung (Bolenz, 2018).

#### **Berechnung des Untersetzungsverhältnisses auf das Mischwerk der Conche**

„Die Maschinendaten der Fa. Lipp Mischtechnik GmbH (2013) nennen eine Mischwerkdrehzahl von 71 U/min bei einer Frequenz von 50 Hz. Dem gegenüber gibt die Fa. Getriebebau Nord GmbH (2013), bei einer Frequenz von 50 Hz, eine Mischwerkdrehzahl von 73 U/min an. Es ist davon auszugehen, dass das Ergebnis zwischen 71 U/min und 73 U/min liegt. Daher wird der Durchschnitt von 72 U/min als Richtwert angenommen. Außer-dem äußern beide Firmen eine Getriebemotordrehzahl von 1440 U/min bei einer Frequenz von 50 Hz. Dadurch ist es möglich das Untersetzungsverhältnis ( $i > 1$ ) bei 50 Hz durch die Division der Motordrehzahl durch die Mischwerkdrehzahl zu bestimmen.

$$i = \frac{\text{U/ min Motor}}{\text{U/ min Mischwerk}}$$

$$i = \frac{1440 \text{ U/min}}{72 \text{ U/min}} = 20$$

Es konnte somit ein Untersetzungsverhältnis ( $i$ ) von 20 ermittelt werden. Da die Abhängigkeit zwischen der Motor- und Mischwerkdrehzahl der Conche proportional verläuft, ist das Untersetzungsverhältnis von der Frequenz unabhängig“ (Feldkeller, 2014).

Die Mischwerkdrehzahl der Versuche kann wie folgt berechnet werden:

$$\text{U/ min Mischwerk} = \frac{\text{U/ min Motor}}{i}$$

$$\text{U/ min Mischwerk} = \frac{1160 \text{ U/min}}{20}$$

$$= 58 \text{ U/min}$$

### 3.3.1.2 Zerkleinerung mittels Kugelmühle

Nach dem Ende der drei Conchierphasen ist die Schokoladenmasse durch das Auslauf Ventil abzulassen. Entweder wird die Masse im Wärmeraum bei 50 °C bis zum folgenden Tag gelagert, oder sofort in die Kugelmühle gefüllt. Für die Zerkleinerung der Schokoladenmasse wird die Rührwerkskugelmühle mit 15kg Stahlkugeln mit einem Durchmesser von 6,35 mm gefüllt. Die Produkttemperatur wird mit Hilfe eines Thermostats reguliert.

Vor dem Beginn des Zerkleinerungsprozesses wird die Kugelmühle mittels Thermostat auf 50 °C erwärmt. Die Masse wird mittels Rachtentrichterpumpe bei (5 Hz) in den Mahlraum gepumpt. Die Zerkleinerung erfolgt bei Pumpengeschwindigkeit 60-80% und bei einer Welle von 479 U/min (Bolenz, 2018). Die Strömungsgeschwindigkeit des Produkts bezogen auf die Pumpenleistung von 300 L/ St beträgt ca. 210 L/ St. Die Schokoladenmasse wird ständig im Vorlaufbehälter manuell homogenisiert, so dass eine ebene Vermahlung aller Partikel gesichert war. Es wird die Zeit für die Zerkleinerung bis zum Erreichen der Ziel-Partikelgröße aus Erfahrung festgelegt. Sie beträgt 75 Min. Mehrere Massen werden nacheinander in die Kugelmühle geschickt, somit sind keine Messungen mehr während der Zerkleinerung nötig. Wenn unbedingt während der Zerkleinerung eine Messung zur Kontrolle mittels Laserbeugung benötigt wird, muss laut der Beobachtungen die Kugelmühle ausgeschaltet werden, da ansonsten trotz einer Drehzahl von 5 Hz die Masse weiter zerkleinert und die Zielpartikelgröße unterschritten wird. Hier muss darauf geachtet werden, dass die Masse blockieren kann, daher muss die Temperatur erhöht werden, damit die Masse nicht kalt wird. Die Partikel werden nicht wie angegeben z.B. 75 min zerkleinert. Hierbei ist der Vorrat in der Rachtentrichterpumpe relativ klein. Beim Kreislauf-Verfahren kann man die Verweilzeit im Mahlraum einfach berechnen, indem man das gesamte Produkt-Volumen, das freie Volumen in der Mühle und die Gesamt-Versuchszeit ins Verhältnis setzt, um so die effektive Verweilzeit zu erhalten. Die Verweilzeit in der Kugelmühle wird anhand der Tabelle 9 für das Beispiel 75 min Prozesszeit berechnet.

Tabelle 9: Abmessungen der einzelnen Anlagenteile und der Kugelmühle zur Berechnung der Verweilzeit der Schokoladenmasse in der Kugelmühle

Parameter	Zylinder Kugelmühle	Kugeln	Mischachse Zylinder	Produkt
Durchmesser	14,60 cm	6,34 mm	5,50 cm	15 kg
Höhe	44,00 cm	-	44,00 cm	-
Masse pro Kugel	-	1,08 g	-	-
Verwendete Masse	-	15 kg	-	-
Dichte	-	8,095 g/cm <sup>3</sup>	-	1,280 g/cm <sup>3</sup>

Die Angaben der Tabelle (9) werden dem Müller BA entnommen.

Benötigte Formeln:

$$\tau = \frac{V_A}{\dot{V}} \quad \dot{V} = \frac{V_P}{t} \quad V_A = \frac{\pi}{4} \times d^2 \times h \quad \rho = \frac{M}{V}$$

- $\tau$  hier mittlere Verweilzeit
- $d$  hier Durchmesser
- $V_A$  Anlagenvolumen
- $V_{KM\text{ eff}}$  effektives Volumen der Kugelmühle
- $V_K$  Volumen der Kugeln
- $\dot{V}$  Volumenstrom
- $V_P$  Volumen des Produktes
- $V_W$  Volumen der Welle
- $t$  Zeit
- $\rho$  Dichte
- $m$  Masse

$$V_A = \frac{\pi}{4} \times (14,6 \text{ cm})^2 \times 44 \text{ cm}$$

$$V_A = 7366,28079 \text{ cm}^3$$

Das Volumen des Kugelmühlensylinders beträgt  $\approx 7366,28 \text{ cm}^3$

$$V_K = \frac{m_K}{\rho_K} = \frac{15.000 \text{ g} \times \text{cm}^3}{8,095 \text{ g}} = 1852,99568 \text{ cm}^3$$

$$V_W = \pi/4 \times (d_w)^2 \times h_w = \pi/4 \times (5,5 \text{ cm})^2 \times 44 \text{ cm} = 1045,36495 \text{ cm}^3$$

$$\begin{aligned} V_{KM \text{ eff}} &= V_A - V_K - V_W \\ &= 7366,28079 \text{ cm}^3 - 1852,99568 \text{ cm}^3 - 1045,36495 \text{ cm}^3 \\ &= 4467,92016 \text{ cm}^3 \end{aligned}$$

Das effektive Mühlenvolumen beträgt  $\approx 4467,92 \text{ cm}^3$ .

$$5085,59 \text{ cm}^3 \times 1,28 \text{ g/cm}^3 = 5718,9376 \text{ g} = 5,72 \text{ Kg}$$

Folglich entspricht das effektive Volumen der Kugelmühle einer Produktmasse von 5,72 kg, welche sich während der Zerkleinerung dauerhaft im Mahlraum befinden.

$$V_P = \frac{15.000 \text{ g} \times \text{cm}^3}{1,28 \text{ g}} = 11718,75 \text{ cm}^3$$

$$V' = \frac{11718,75 \text{ cm}^3}{75 \text{ min}} = 156,25 \text{ cm}^3/\text{min}$$

Die Schokoladenmasse hat ein Volumen von 11718,75 cm<sup>3</sup>. Daraus ergibt sich ein Volumenstrom von  $\approx 0,156$  Liter pro Minute bzw. 9,375 Liter pro Stunde.

$$\tau = \frac{V_A}{V'} = \frac{7366,28079 \text{ cm}^3}{156,25 \text{ cm}^3/\text{min}} = 47,1441 \text{ min}$$

Die mittlere Verweilzeit der Schokoladenmasse in der Kugelmühle beträgt  $\approx 47,1441$  Minuten. Daraus folgt, dass das Produkt ca. 47 Minuten effektiv zerkleinert wird. Die echte Zerkleinerungszeit ist noch wesentlich kürzer als berechnet, die Werte für das freie Mühlenvolumen fallen zu hoch aus, da der Füllgrad der Mühle nur 50% beträgt. Dies ist notwendig, da bei vollständig gefüllter Mühle die Motorleistung nicht ausreichen würde.

### **Berechnung der Wellendrehzahl der Kugelmühle**

Der Motor dreht bei einer Einstellung am Frequenzumrichter von 50 Hz mit einer Drehzahl von 1430 U/min (siehe Anlage 1, Seite 105). Stellt man nun 25 Hz ein, kann man annehmen, dass sich die Drehzahl annähernd linear verhält, sodass der Motor nun mit 715 Umdrehungen drehen wird.

Um die endgültige Drehzahl der Welle in der Mühle zu berechnen benötigt man nun noch das Übersetzungsverhältnis des Riementriebes. In diesem Falle ist das  $i=0,67$  (Kann man anhand der Durchmesser der Riemenscheiben berechnen). Somit dreht die Welle bei 50 Hz mit  $1430 \cdot 0,67 =$  ca. 958 U/min und bei 25 Hz mit ca. 479 U/min.

### **3.3.1.3 Reinigung der Kugelmühle**

Vor und nach jedem Versuch muss die Kugelmühle demontiert werden. Sie besteht aus vielen Teilen und jedes muss einzeln gereinigt werden, bevor man sie wieder in dem Wärmerraum eingelagert. Um die Zeit zu reduzieren und die Produktion effektiver zu gestalten, wird eine zeitsparende Vorgehensweise zur Reinigung der Kugelmühle entwickelt. Die Kugelmühle wird erst grob gereinigt, dann erfolgt mit einer Kreiselpumpe eine Reinigung mit Spülmittel und heißen Wasser. Die Reinigung und Trocknung der Mühle erfolgt durch Erhöhung der Temperatur auf 90 °C mittels Thermostat. Ab und zu werden die Kugeln in Bewegung versetzt. Sie kann nun mit Kakaobutter bis zur Abdeckung der Kugeln gefüllt und außerhalb des Wärmerraums gelagert werden. Die ausgehärtete Kakaobutter sorgt für die Aufbewahrung der Kugeln vor Durchrostung hingegen. Die verwendete Einwaage der Kakaobutter ist zu ermitteln. Kommt die Kugelmühle wieder zur Anwendung, muss die Kugelmühle erst erwärmt und die Kakaobutter abgelassen werden. Die in der Mühle verbliebene Kakaobutter wird durch die Differenz zwischen der Ein- und Auswaage der Kakaobutter gerechnet. Dies muss von der Rezeptur des nächsten Versuchs abgezogen werden. Diese Methode bringt nicht nur Vorteile, sondern auch Nachteile, so dass ein komischer Geruch und feste Schmutzablagerungen erkannt wurden. Eine bessere Vorgehensweise zur Reinigung wurde mittlerweile auch entwickelt und angewendet. Nach der Reinigung mit Spülmittel und heißen Wasser, wird Luft durch die Mühle geleitet und sie nach vollständiger Trocknung im aufgebauten Zustand in der Wärmekammer eingelagert.

### **3.3.2 Versuchsdurchführung im Technikum der Fa. Lipp**

Die Abbildung 9 zeigt ein Fließschema der Verfahrensschritte des Grobconchieren.

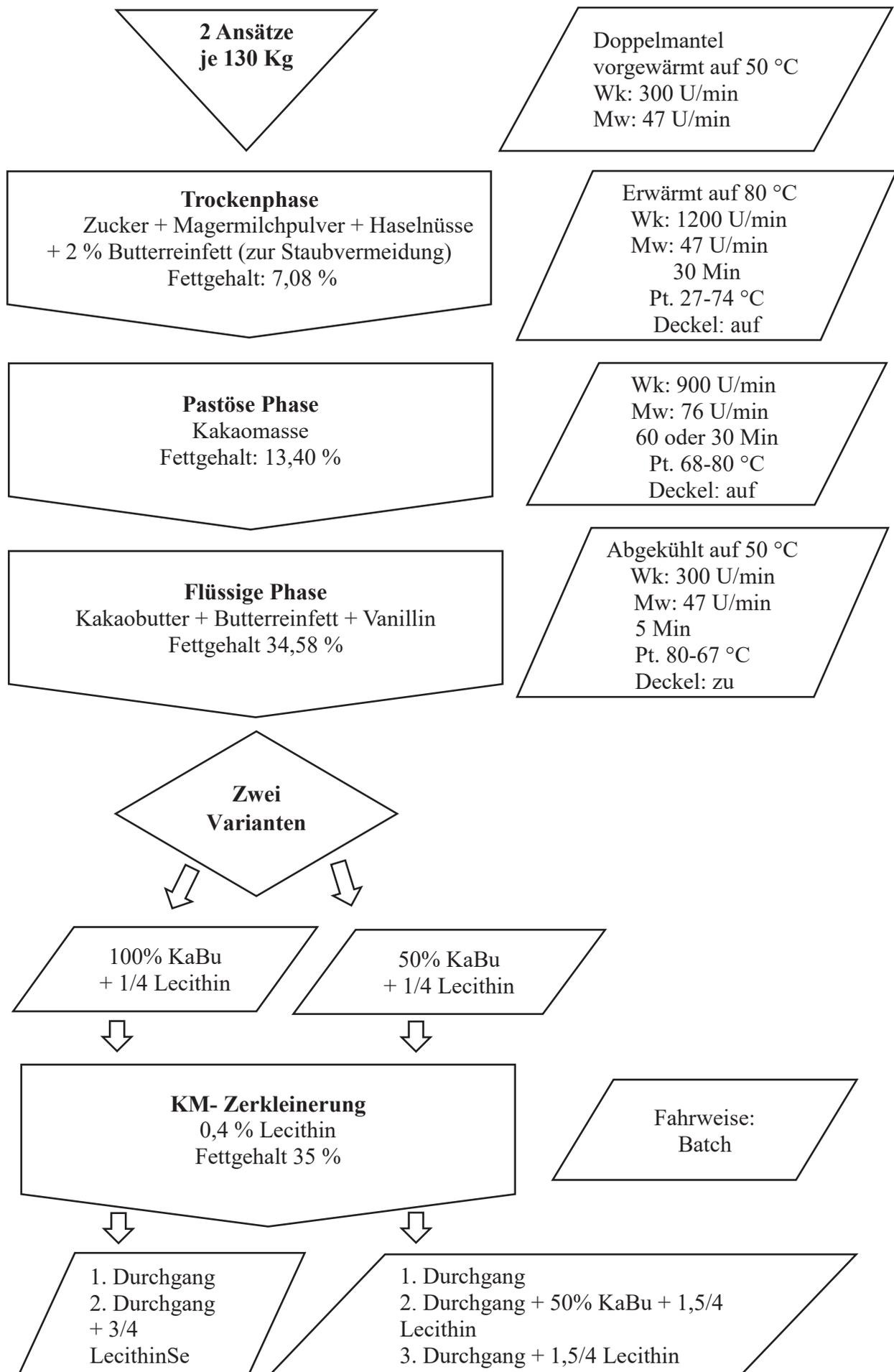


Abbildung 9: Fließschema mit wichtigen Parametern des Grobconchiervorgangs- MA

### 3.3.2.1 Grobconchieren

Die Datenübertragung des Messwerterfassungsmoduls verfälscht aufgrund eines unbekanntem Fehlers die Absolutwerte der Wirbelkammerdrehzahl sowie der Leistungsaufnahmen von Hauptmischwerk und Wirbelkammer. Der Verlauf der Werte über die Zeit kann als richtig betrachtet werden, jedoch fallen die aufgezeichneten Werte der Leistungsaufnahme um etwa 0,5 KW geringer aus. Die Werte für die Drehzahl der Wirbelkammer weichen minimal von den tatsächlich vorgenommenen Einstellungen ab. Die Produktfeuchte wird während der Versuche jeweils zu Beginn des Versuchs, nach der Trocknungsphase, teilweise nach der Hälfte der Pastösen Phase sowie am Ende dieser Phase gemessen. Die Messungen werden dabei für 3 und 5 Minuten bei jeweils 100°C vorgenommen. Einige Messwerte erscheinen allerdings als unlogisch, was auf eine nicht korrekte Funktion des Messgerätes schließen lässt. Die Endfeuchte des Produkts wird im Anschluss dieser Phase bestimmt. In der Abbildung 10 ist die verwendete Conche dargestellt.

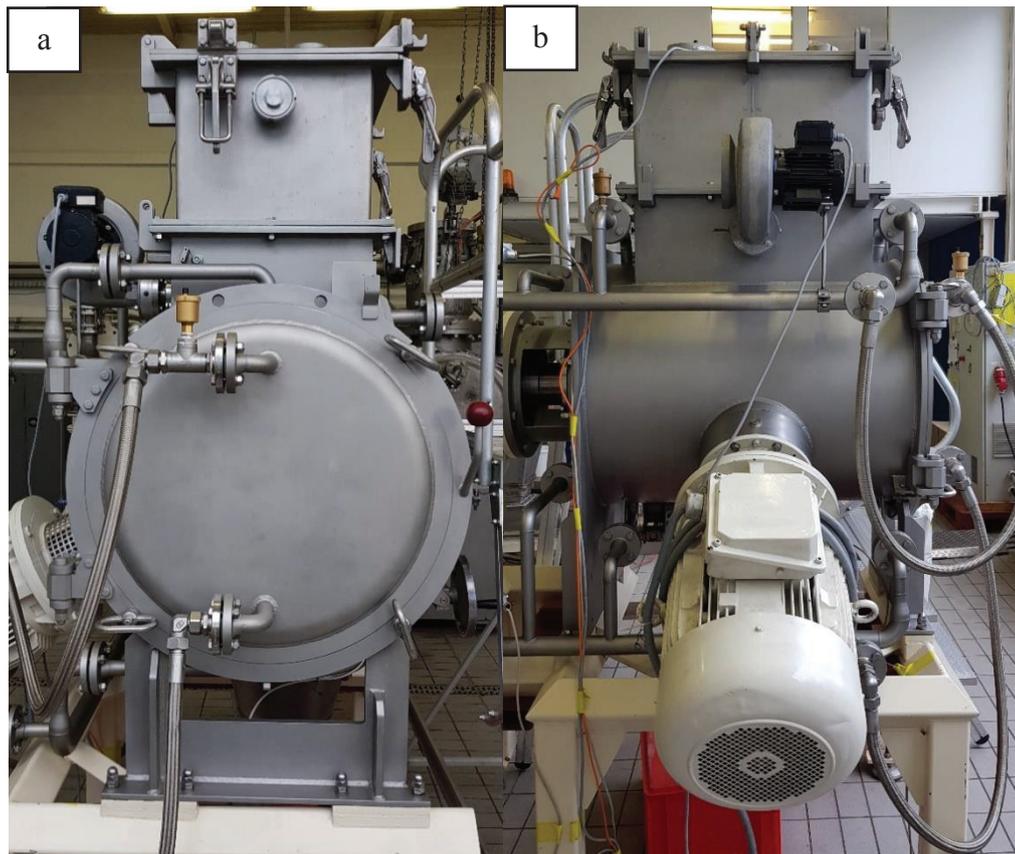


Abbildung 10: Conche IMC- E315 der Firma Lipp Mischtechnik a (Vorderseite), b (Seitenansicht mit Wirbelkammer)

### 3.3.2.2 Zerkleinerung mittels Kugelmühle

Der Hauptunterschied zwischen den Versuchen in Mannheim und der Hochschule liegt in der Fahrweise der Kugelmühle (Hochschule Kreislauf, Mannheim Batch).

Die verwendete Kugelmühle ist in der Abbildung 11 dargestellt. Zu Beginn der Vermahlung wird zunächst der Durchsatz der Pumpe auf ca. 240 kg/h eingestellt. Diese Einstellung wird für alle folgenden Mahlversuche beibehalten. Die Pumpe und die Verbindungsrohrleitungen werden vor und während der Versuche auf ca. 50 °C geheizt. Eine Druckmessung fand in der Rohrleitung zwischen Pumpe und Kugelmühle statt. Sie dient dazu, eine eventuelle Blockade bzw. Verstopfung in der Rohrleitung und der Pumpe durch ansteigenden Druck zu erkennen. In einer Produktionsanlage wäre dieser Drucksensor mit einem Alarm ausgestattet. Dieser würde beim Übersteigen eines festgelegten Grenzwertes Alarm geben und dementsprechend würde dann entweder die Pumpe reduziert oder ganz gestoppt werden. Die Füllung des Impactors mit Kugeldurchmesser von 6,35 mm betrug 104 kg, entsprechend ca. 21,2 l bzw. Füllgrad ca. 71%. Der angegebene Füllgrad bezieht sich auf das Füllvolumen der Kugelmühle. Es beträgt 30 Liter. Bei den Versuchen waren 71 % davon Kugeln, der Rest dann entsprechend Versuchsgut. Vor der Vermahlung wird der Impactor kurzzeitig auf ca. 50°C vorgeheizt. Während der Vermahlung der Versuche 1 und 2 wurden der Mantel und die Welle mit Kühlwasser (12 °C) gekühlt. Die Zugabe von Lecithin erfolgt vor Beginn jedes Mahldurchgangs und nicht während des Vermahlens. Während der Mahlversuche wurde die Partikelgröße der Masse mehrmals mit einer Mikrometerschraube gemessen. Es wird von allen Versuchen bzw. Durchgängen eine größere Menge Probe für weitere Untersuchungen genommen. Die Heizung der Kugelmühle erfolgte durch ein Thermostat sowie für die Leitungen mittels Heizbändern (Abbildung 11b). Die Kühlung erfolgte mit Kühlwasser aus der Leitung.

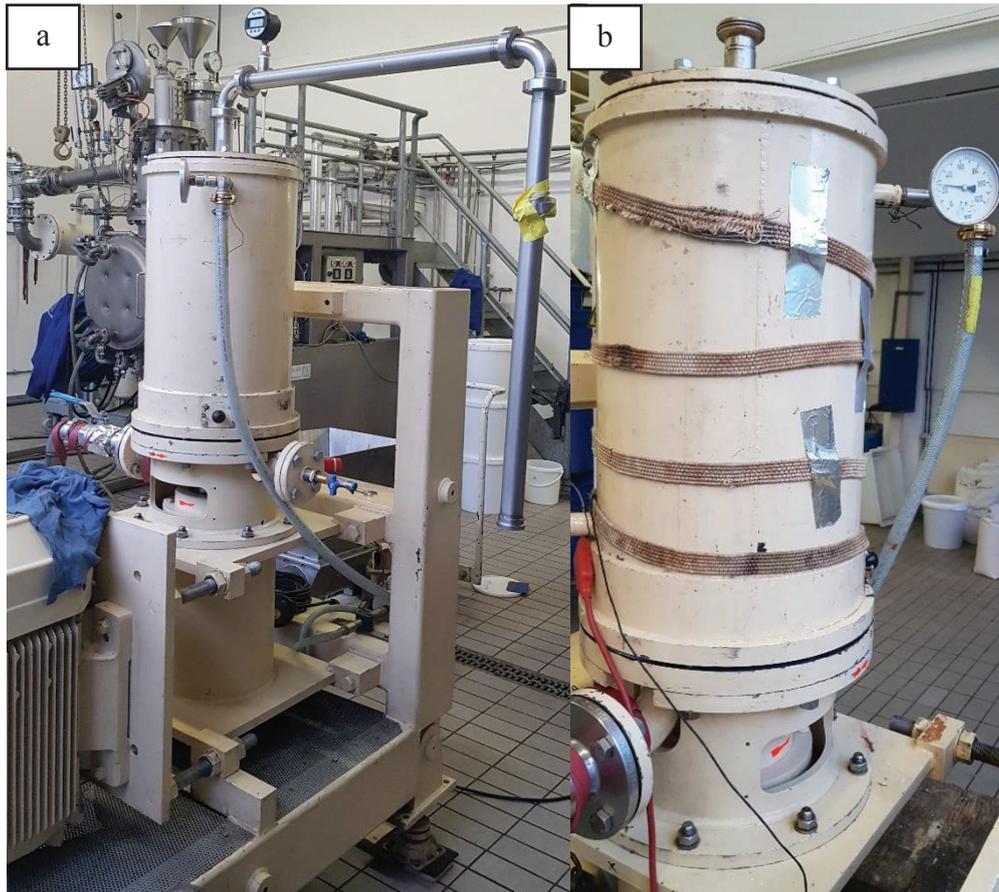


Abbildung 11: a. Kugelmühle IMP 30 der Firma Lipp Mischtechnik. b. Heizbänder rund um die Mühle

Die Versuche in Mannheim werden mit unterschiedlichen Prozessparametern durchgeführt, z. B. Die Zugabe von Kakaobutter während des Conchierens bzw. auch des Mahlversuchs. Entweder werden die Hälfte der Menge oder die vollständige Menge während dem Conchieren und den Rest während der Zerkleinerung dazugegeben.

Die Tabelle 10 gibt einen Einblick über Die Durchführung Details in Bezug auf Conchierzeit, die Zugabe von Kakaobutter und die Lecithin-Zugabe während der Versuche in Mannheim.

Tabelle 10: Conchier-Dauer, Kakaobutter und Lecithin Zugabe aller Versuche- MA

Versuch	Conchierzeit [Min]	KaBu-Zugabe [%]	Lecithin-Zugabe [%]
V1, MA-1. Durchgang	100	100	0,1
V1, MA-2. Durchgang		100	0,4 (insgesamt)
V2, MA-1. Durchgang	100	50	0,1
V2, MA-2. Durchgang		50	0,25 (insgesamt)
V2, MA-3. Durchgang		100 (insgesamt)	0,4 (insgesamt)
V3, MA-1. Durchgang	70	100	0,1
V3, MA-2. Durchgang		100	0,4 (insgesamt)

Beim Versuch 2 wurde im Vergleich mit Versuch 1 nach den zwei Conchierphasen nur die Hälfte der Kakaobutter zugegeben. Die restliche Menge wurde anteilig nach dem 1. Mahldurchgang hinzugefügt. Im Vergleich zu den vorherigen Versuchen wurde bei dem Versuch 3 die Prozesszeit für die pastöse Phase auf die Hälfte bzw. auf 30 Minuten reduziert. Wie bei Versuch 1 wurde nach der zweiten Conchierphasen bereits die gesamte Kakaobutter zugegeben.

Die Tabelle 11 zeigt eine Übersicht der Prozessparametern Lecithin- Zugabe und die Größe der Mahlkugeln aller Versuche.

Tabelle 11: Lecithin- Zugabe & Mahlkugeln aller Versuche in HS + MA

<b>Versuch</b>	<b>Lecithin [%]</b>	<b>Mahlkugeln [mm]</b>	<b>Ort</b>
V1 (8+2)	0,6	6,35	HS
V2 (8+2)	0,6	6,35	HS
V1 (10+4)	0,6	6,35	HS
V1 (12+4)	0,6	6,35	HS
V2 (10+4)	0,4	6,35	HS
V2,1 (10+4)	0,4	4,5 + 2,8	HS
V1, MA- 2. Durchgang	0,4	6,35	MA
V2, MA- 3. Durchgang	0,4	6,35	MA
V3, MA- 2. Durchgang	0,4	6,35	MA

Um zu überprüfen, wie die Fließeigenschaften beeinflusst werden könnten, wird V2,1 (10+4) mit 4,5 + 2,8 mm Kugeln durchgeführt. Die Kugeldurchmesser kann durch die erhöhte Packungsdichte die Zerkleinerungszeit beeinflussen (Holm, 2010), sowie die resultierende Partikelgrößenverteilung und im Anschluss die Fließeigenschaften des Produkts.

### 3.4 Temperieren und Abtafeln

#### Temperieren mit Impfkristallen

Die Vorversuche und der Standard werden manuelle mit Hilfe vorkristallisierter Kakaobutter Mycryo von Barry Callebaut, Lebbeke-Wieze, Belgien temperiert. „Aufgrund der enthaltenen stabilen  $\beta$  VI Kristalle, soll diese Impfmethode schnell und hoch wirksam die Kristallisation einleiten (Callebaut, 2018). Ziel des Impfverfahrens ist es auf einfache und zuverlässige Weise die gewünschte  $\beta$  VI Modifikation in der Schokolade zu erhalten. Ein Vorteil stellt hierbei die geringere Ausstattung dar. Für den Animpfprozess wird bei großen Produktionen lediglich ein statischer Mischer und ein einfacher Erhitzer benötigt. Zum anderen kann die richtige Dosierung an gewünschten Kristallsaaten in der Schokolade gesichert werden“ (Beckett, 2009; Grohs, 2019).

Zunächst wird die Schokolade auf 50 °C eingeschmolzen, um alle Fettkristalle aufzulösen. Dann erfolgt eine Abkühlung der Masse auf 34 °C. Danach erfolgt die Zugabe von 1% Kakaobutter zur Schokoladenmasse mit ständigem Durchmischen, bis laut dem Hersteller eine Temperatur von 29-32 °C erreicht wird. Erfahrungsgemäß ist eine Temperatur zwischen 31,2-31,6 °C geeignet. Grohs (2019) berichtet, „dass die Impfkristalle nicht resistent gegenüber Temperaturschwankungen sind. Mit abnehmender Impftemperatur nimmt die Anzahl an Impfkristallen ab. Sobald die 34 °C unterschritten werden, findet eine Untertemperierung statt. Es verbleibt weniger Zeit zum Animpfen der stabilen  $\beta$  VI Impfkristalle bis die Verarbeitungstemperatur erreicht ist.“

Aufgrund des starken Vermischens führt diese Methode zur Bildung von Luftblasen. Zur Beobachtung der Temperatur wird ein IR- Thermometer der Firma Raytek verwendet. Dann wird die Masse in eine Plastiktüte gefüllt, diese gelocht und die Schokolade in 100 g Formen gefüllt. Dann wird die Schokolade auf einen VT 5/6 Rütteltisch der Firma Netter Vibrationstechnik bei einer Rüttelrate von 80 Hz für ca. 7 - 10 Min gebracht, um die Entfernung von Luftblasen zu ermöglichen. Anschließend werden sie im Kühlraum bei 14-16°C bis zum vollständigen Aushärten gelagert. Dann erfolgt bei Raumtemperatur für 15-20 Min die Akklimatisierung, um die Kondensation von Luftfeuchtigkeit zu vermeiden. Sonst kann es zu einer Ablösung des Zuckers kommen, wodurch das Produkt an Glanz verlieren würde (Grohs, 2019).

Nach dem Verpackungsvorgang werden die Schokoladentafeln bei 20°C gelagert. Die Beobachtungen zeigen, dass durch die Verwendung von vorkristallisierter Kakaobutter die

Schokolade gute Produkteigenschaften erhält, zum Beispiel einen guten Oberflächenglanz sowie eine feste Struktur, die zu einem Knacken beim Brechen der Tafeln führt. Diese Methode ist für kleine Mengen unter 1 kg geeignet, da sie viel Handarbeit benötigt. Die Verwendungskosten von Saatkristallen fallen mit 6,95 €/ 100 g relativ hoch aus. In der Abbildung 12 die verwendete Saatkristallen dargestellt.



Abbildung 12: Verwendete Saatkristallen

### **Temperieren mit Minitemper**

Die Hauptversuche und der Standard werden mit einem Minitemper temperiert. Die Masse wird über Nacht im Temperiergerät auf 50 °C eingestellt, dann wird die Schokolade auf 26-28 °C abgekühlt je Schokoladensorte (Tscheuschner, 2017). Bei den Versuchen werden die Massen auf 27 °C abgekühlt. Vor dem Füllen der Formen wird der richtige Kristallisationspunkt mit einem E5 Tempermeter der Firma Sollich bestimmt. Die Schokolade wird in Formen von 100 g gefüllt. Dann werden die gefüllten Formen auf einen Rütteltisch gelegt, um die entstehenden Luftblasen zu entfernen. Anschließend erfolgen Aushärtung, Verpackung und Lagerung. Das verwendete Temperiergerät hat ein Füllvolumen von maximal 18 kg. Es ist für eine Menge von ca. 3- 18 kg geeignet. Das Temperiergerät lässt sich nie vollständig reinigen, da in den Rohrleitungen des Geräts Schokoladenreste verbleiben, die unzugänglich sind. Dies kann zu einer Produktvermischung bei Befüllung mit neuer Schokolade führen. Um den Vermischungseffekt zu vermeiden, muss die Mischphase abgelassen werden. Außerdem schwankt die Soll Temperatur des Geräts um 1 °C. Aufgrund der eingebauten Kältemaschine, die in dem Temperiergerät vorhanden ist, wird beim Temperieren Wärme an die Umgebung abgegeben. Das führt zur Erhöhung der Raumtemperatur. Die steigende Raumtemperatur hat bei langer Verwendung negative Auswirkungen auf die Temperierung, wenn die Raumtemperatur über die Vorkristallisationstemperatur steigt (Grohs, 2019). In der Abbildung 13 ist der Minitemper dargestellt.



Abbildung 13: Minitemper der Firma Sollich

### 3.5 Energieverbrauch

#### Energieverbrauch- HS

Der Energieverbrauch ist wegen der wirtschaftlichen Bedeutung einer der wichtigsten Aspekte der Schokoladenherstellung. Daher wird bei jedem Versuch der Energieverbrauch der Geräte mittels eines Stromzählers (Differenz Ende - Anfang) aufgenommen. Daraus wird auch der Energieeintrag spezifisch auf die bezogene Produktmasse ermittelt.

#### Energieverbrauch- MA

Beim Conchieren wird die Energieaufnahme des Hauptmischwerks mithilfe eines Programms aufgezeichnet. Es wird eine Kurve über die Zeit erstellt. Die Leistung des Motors der Kugelmühle wurde aus einer Anzeige abgelesen. Daraus wird auch der Energieeintrag spezifisch auf die bezogene Produktmasse ermittelt.

$$W = P \times t$$

$$W = \frac{\text{KW} \times \text{h}}{\text{Kg}}$$

W = verrichtete Arbeit

P = Mittelwert elektrische Leistung

t = Prozesszeit

## 3.6 Instrumentelle Analyse

### 3.6.1 Partikelgrößenanalyse

Die Partikelgröße wird sowohl mittels Bügelmessschraube als auch in einem Laserbeugungsspektrometer gemessen.

#### 3.6.1.1 Bügelmessschraube

Für eine schnelle Messung der Partikelgröße im Laufe des Versuchs wird eine Bügelmessschraube (Fa. Vogel, Kevelaer/ Deutschland) verwendet. Mit einem Messbereich von 0 bis 25 mm und einer Messgenauigkeit von 1  $\mu\text{m}$  ermöglicht sie eine schnelle Kontrolle (Abbildung 14). Eine geringe Menge Probe wird auf die Messspindeln gebracht und bis zum Widerstandpunkt gedreht. Die Ungenauigkeit dieses Messgerät liegt darin, dass nur die größten Partikel erfasst werden. Ein  $d(90)$ - Wert von 25  $\mu\text{m}$  kann etwa erwartet werden, wenn mit der Messschraube eine Partikelgröße von ca. 21  $\mu\text{m}$  gemessen wird. Die Bügelmessschraube macht keine Aussage über die Partikelgrößenverteilung. Die Genauigkeit dieser Bestimmung sinkt mit der Zerkleinerung. Infolgedessen wird die genaue Bestimmung der Partikelgrößen und deren Verteilung unter Verwendung des Laserbeugungsspektrometers Mastersizer 2000 der Firma Malvern Instruments (Worcestershire, England) durchgeführt.

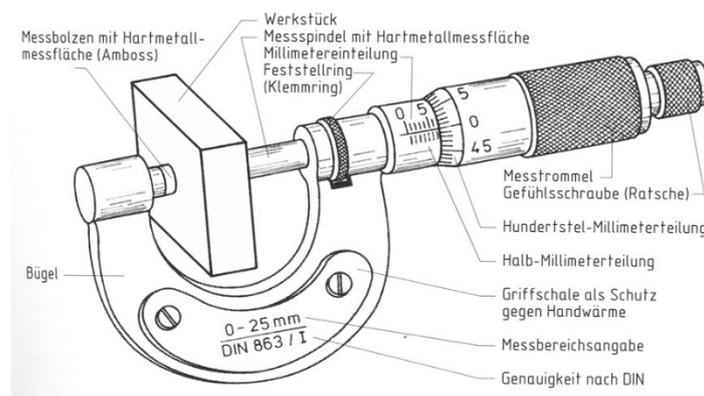


Abbildung 14: Aufbau der Bügelmessschraube (Kos, 2018)

### **3.6.1.2 Laserbeugungsspektrometer**

#### **Durchführung der Partikelgrößenmessung**

Es wird eine kleine Probenmenge von 4g mit 1,5 g erhitzten Pflanzenöl mit dem Mörser vermischt und homogenisiert. Danach wird 0,4 g homogenisierte Probe zu 20 ml erwärmtem Öl (40 °C) zugegeben, in ein Reagenzglas gefüllt und für 15 Min bei 30°C im Ultraschallbad behandelt. Durch die Ultraschallwellen können entstandene Agglomerate wieder zerbrochen werden. Die Kalibrierung des Lasergeräts erfolgt mit reinem Pflanzenöl. Die Probe wird sorgfältig in das Öl gegeben. Der Konzentrationsbereich 18-25% darf nicht überschritten werden. Das Rührwerk des Laserbeugungsspektrometers wird auf eine Drehzahl von 3000 rpm eingestellt und ermöglicht eine gleichmäßige Verteilung der Probe. Es ist wichtig die Einstellung der Drehzahl langsam zu betätigen, um die Entstehung von Luftblasen zu vermeiden. Sonst verfälschen sie die Messung und damit die Partikelgrößenverteilung.

Die Partikelverteilungen werden als  $d(0,1)$ ,  $d(0,5)$  und  $d(0,9)$  angegeben, d. h., dass 10, 50 oder 90 Volumen-% der Partikel in der Schokolade kleiner gleich der ermittelten Partikelgröße sind. In der Schokoladenindustrie wird darauf abgezielt, dass der  $d(0,9)$  Wert kleiner gleich  $30 \mu\text{m}$  ist. In dieser Arbeit sollte er darunter liegen ( $22\text{-}23 \mu\text{m}$ ). Der Mastersizer führt je Probe 3 Messungen (2 Proben je 3 Messungen = 6 Werte) durch. Die Software berechnet automatisch die Werte der spezifischen Oberfläche und des Spans. Der Span gibt die Breite der Verteilungskurve (Partikelverteilung) wieder. Er ist als  $d(0,9) - d(0,1)/d(0,5)$  berechnet. Durch die ermittelten Partikelgrößen kann die Relative Breite berechnet werden: Relative Breite =  $d(0,9)/d(0,1)$  (Bolenz et al., 2014a).

### **3.6.2 Bestimmung der rheologischen Eigenschaften**

Die angewendete Methode wird von Bolenz und Tischer (2013) entwickelt. Die Messung erfolgte mittels eines Rheometers. Die International Confectionery Association empfiehlt die Scheinbare Viskosität in mindestens fünf Sektionen zu beschreiben. In der Praxis können die meisten Schokoladen durch zwei Messungen beschrieben werden, eine bei  $5 \text{ s}^{-1}$  und eine zweite bei  $40 \text{ s}^{-1}$ . Die Fließeigenschaften aller Schokoladenproben werden mit einem Rotationsrheometer MC 100 und der Auswertungssoftware Rheolab UDS 200 der Firma Physica (Stuttgart/ Deutschland) bei verschiedenen abnehmenden Scherraten ( $\gamma$ ) von  $60$  bis  $0,05 \text{ s}^{-1}$  gemessen, um eine Fließkurve zu erstellen, und die Casson-Parameter zu ermitteln. Drei verschiedene Scherraten ( $40$ ,  $5$  und  $0,05 \text{ s}^{-1}$ ) wurden in einer zehnfachen Messung aufgezeichnet. Die Messungen bei niedrigen Scherraten

geben Informationen über Textureigenschaften und Verarbeitung, um Produkteigenschaften und Prozesssteuerung zu optimieren. Tabelle 12 stellt eine Übersicht zum Ablauf der Messung dar.

Tabelle 12: Messpunktaufnahme bei definierten Scherraten nach Bolenz und Tischer (2013)

<b>Abschnitt</b>	<b>Scherrate [s<sup>-1</sup>]</b>	<b>Messdauer [s]</b>	<b>Anzahl der Messpunkte</b>
1	0 - 30	10	-
2	30	180	-
3	30 – 5	10	-
4	1 – 0,05 (log)	35	-
5	0,05	6	-
6	0,05	30	10
7	0,05 – 5	10	-
8	5	30	10
9	5 – 40	10	-
10	40	30	10
11	40 – 60	10	-
12	60 – 0,05	100	400

Anhand der ermittelten Schubspannungen bei definierten Scherraten werden nach unterschiedlichen Modellen wie: Tscheuschner, Casson und Windhab, die Fließgrenzen und die entsprechenden Grenzviskositäten berechnet. In dieser Arbeit werden für die Auswertung nur die Werte der Fließgrenze und Viskosität nach Casson verwendet. Das Casson- Modell ist in der Süßwarenindustrie die meist verbreitete Methode (Beckett, 2009; Mezger, 2000).

Casson-Modell:

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

$\tau$  – Schubspannung

$\tau_c$  – Fließgrenze nach Casson

$\eta$  – Viskosität nach Casson

$\dot{\gamma}$  – Scherrate

## Durchführung der Rheologiemessung

Zuerst wird mittels des Temperiergerätes der Messzylinder auf 40,5°C erwärmt, um das Erstarren der Schokolade zu verhindern. Die Probe muss vor dem Beginn der Messung von Fettkristallen frei sein, daher wird sie auf 50 °C erwärmt und in den Innenzylinder bis zur Markierung befüllt (Bolenz, Tischer 2013). Die Bestimmung erfolgt bei 40,5 °C, welches die optimale Temperatur für die Messung der rheologischen Eigenschaften von Schokolade ist (Beckett, 2009; Bolenz, Tischer, 2013). Der Innenzylinder wird in die Messeinrichtung eingespannt. Dann wird der Prüfkörper an der Motorwelle arretiert und über den Befehl Messposition in die flüssige Probe heruntergefahren. Von jeder Messung wird eine Dreifachbestimmung durchgeführt. In der Abbildung 15 ist ein solcher Rotationsrheometer dargestellt.

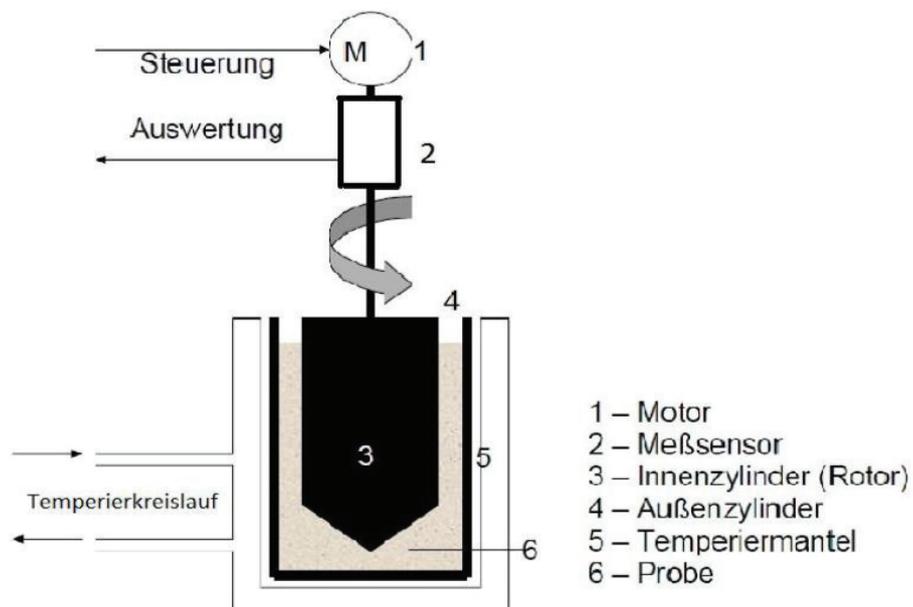


Abbildung 15: Schematische Darstellung eines Rotationsviskosimeter (Boede, 2013)

### 3.6.3 Statistische Analyse

Zur Identifizierung des Unterschieds zwischen den Schokoladenproben wird für alle Messdaten eine Varianzanalyse ANOVA mit Hilfe einer Statistiksoftware XLSTAT durchgeführt. Dann wird Tukey-Test zum Vergleich zwischen allen Gruppenkombinationen angewendet, mit einer Irrtumswahrscheinlichkeit von 0,0001 (Atkinson, Donev, 1992). Diese statistische Analyse wird bei den Ergebnissen der Partikelgrößenverteilung und den rheologischen Angaben angewendet.

## 3.7 Sensorik

### Dreiecksprüfung

Der Dreieckstest (Triangeltest) ist eine Prüfmethode nach DIN EN ISO 4120:2007, der für die Erkennung signifikanter Unterschiede zwischen den Schokoladenprodukten geeignet ist. Die Probanden erhalten drei codierte Stichproben, von denen zwei identisch sind. Die abweichende Probe soll herausgefunden werden. Als Zusatzaufgabe hatten die Prüfpersonen die Art der Abweichung zu beschreiben. Z. B. Geschmack und Textur. Zu Beginn und um die Rezeptur festzulegen, war für die entwickelten Rezepturen bzw. hergestellten Schokoladensorten ein sensorischer Test erforderlich. Es werden für die Vorversuche zwei Prüfungsmuster mit jeweils drei Prüfreiheiten für die drei Schokoladenprodukte getestet. Die Tabellen 13, 14 zeigen die Versuchsanordnung und Vorstellung der Proben der zwei Versuchsmustern.

Tabelle 13: Versuchsanordnung und Vorstellung der Proben der Vorversuche des Prüfungsmustern (1) in der Dreiecksprüfung

<b>Probensatz</b>	<b>Probennummer</b>	<b>Prüfgut</b>
1	579	12+4
	842	Standard
	694	12+4
2	493	Standard
	635	Standard
	829	10+3
3	736	Standard
	479	11+4
	967	11+4

Tabelle 14: Versuchsanordnung und Vorstellung der Proben der Vorversuche des Prüfungsmustern (2) in der Dreiecksprüfung

<b>Probensatz</b>	<b>Probennummer</b>	<b>Prüfgut</b>
1	974	8+2
	617	Standard
	863	8+2
2	749	9+3
	892	Standard
	946	Standard
3	978	10+4
	582	10+4
	759	Standard

Für die Endprodukte, die bei der Firma Lipp hergestellt werden, wird noch ein Unterschiedstest durchgeführt, um festzustellen, inwiefern es einen Unterschied zwischen dem Original und den Schokoladen, die bei der Firma Lipp hergestellt sind. Hier wird aufgrund der unterschiedlichen Fließverhalten der Endprodukte sowohl nach Geschmack als auch nach Textur geprüft. Für die Endprodukte wird ein Prüfungsmuster mit zwei Prüfreihe für die zwei Schokoladenprodukte getestet. Die Tabelle 15 zeigt die Versuchsanordnung und Vorstellung der Proben des Versuchsmusters.

Tabelle 15: Versuchsanordnung und Vorstellung der Proben der Endprodukte in der Dreiecksprüfung

<b>Probensatz</b>	<b>Probennummer</b>	<b>Prüfgut</b>
1	735	V1, MA-2. Durchgang
	926	Standard
	581	V1, MA-2. Durchgang
2	846	V3, MA-2. Durchgang
	639	V3, MA-2. Durchgang
	719	Standard

Die Tests werden im Sensoriklabor der Hochschule Neubrandenburg und in Firma Lipp durchgeführt. Das Sensoriklabor entspricht den Vorgaben der Norm DIN EN ISO 8589.

## 3.8 Feuchtigkeitsbestimmung

### Schnellfeuchtebestimmung

Zur Bestimmung der Restfeuchte während dem Trocknungsverlauf wird ein MA 40 und MA 30 Schnellfeuchtegerät der Firma Sartorius eingesetzt. Die Messung erfolgte durch Probeneinwaage von 0,700-0,780 g und feine Verteilung der Probe auf dem Objektträger. Die Einwaage der Probe wird seitens der integrierten Waage bestimmt. Es wird bei ca. 110 °C mittels IR-Lampe getrocknet. Das Gerät bestimmt den Gewichtsverlust und die Restfeuchte wird automatisch berechnet und angezeigt (Feldkeller, 2014).

### Restfeuchtebestimmung mittels Seesand

Für die Bestimmung der Restfeuchte des Endprodukts wird die Vakuumtrockenschrankmethode mittels Seesand verwendet. Zuerst muss der Seesand im Trockenschrank, Typ: Heratherm OMS 100 der Firma Thermo Electron LED GmbH (Langensfeld/ Deutschland) vorgetrocknet werden. Der Seesand dient zur Vergrößerung der Oberfläche der Probe sowie zur Erhöhung der Trocknungsgeschwindigkeit. Es werden drei Löffel Seesand in einer Wägeschale mit dem Löffel im Trockenschrank bei 130 °C für 30 Min getrocknet. Die Auswaage von Seesand erfolgt nach der Trocknung und der Abkühlung in einem Exsikkator. Anschließend erfolgte eine Vermischung mit der Probe ca. 8-12 g. Dann wird die Schale wieder abgewogen und im Vakuumtrockenschrank, Typ: VT 6025 der Firma Heraeus Instruments (Hanau/ Deutschland) bei einem Druck von 20 mbar und 70 °C für 240 Min getrocknet. Dann erfolgt eine Abkühlung der Probe in einem Exsikkator für etwa 30 Min. Danach wird die Wägeschale wieder abgewogen und die Differenz errechnet (Feldkeller, 2014). Es wird eine Doppelbestimmung von jeder Probe durchgeführt. Die Berechnung erfolgt nach folgender Formel:

$$F = \frac{W \cdot 100}{E}$$

E = Zur Analyse verwendete Probemenge

W = Gewichts Differenz

F = Feuchtigkeit der Probe in %

## **4 Ergebnisse und Auswertung**

### **4.1 Rezeptur-Entwicklung- NB**

Am Anfang werden verschiedene hochwertige Schokoladensorten, die im Markt vorhanden sind, untersucht und ausgewertet. Auf Basis der Ergebnisse der untersuchten Schokoladen wird für diese Arbeit die Milkschokolade der Marke X ausgewählt.

#### **4.1.1 Berechnungen laut Nährwerten/Zutaten**

Die Nährwertinformation aller Schokoladensorten sind in der Tabelle 16 dargestellt. Aus der Tabelle 16 ist zu erkennen, dass der Zuckeranteil bei Schokolade (8+2) und (9+3) im Vergleich zum Zielprodukt um 1,5 - 2 gr höher ist. Gleiches gilt für die gesättigten Fettsäuren. Bei Schokolade (10+4) sind die gesättigten Fettsäuren, Kohlenhydrate sowie der Zuckeranteil hingegen näher am Zielprodukt.

Tabelle 16: Nährwertinformation aller Schokoladensorten

<b>Nährwertinformation</b>	<b>Zielprodukt</b>	<b>8+2</b>	<b>9+3</b>	<b>10+3</b>	<b>10+4</b>	<b>11+4</b>	<b>12+4</b>
Mindestens Kakaogehalt	31 %	31,00 %	31,11 %	31,62 %	31,22 %	31,74 %	32,26 %
Energie	2310 KJ 555 Kcal	2310,67 kJ 558,25 Kcal	2303,62 kJ 556,88Kcal	2301,41 kJ 556,4 Kcal	2296,58 KJ 555,51 Kcal	2294,36 kJ 555,03 Kcal	2292,14 kJ 554,55 Kcal
Fett	35 g	35,07 g	35,03 g	35,07 g	34,98 g	35,03 g	35,07 g
davon gesättigte Fettsäuren	20 g	20,88 g	20,52 g	20,55 g	20,17 g	20,19 g	20,22 g
Kohlenhydrate	51 g	51,41 g	50,76 g	50,31 g	50,10 g	49,66 g	49,21 g
davon Zucker	49 g	51,04 g	50,31 g	49,83 g	49,56 g	49,09 g	48,61 g
Ballaststoffe	2 g	1,26 g	1,48 g	1,62 g	1,70 g	1,84 g	1,98 g
Eiweiß	8 g	7,83 g	8,09 g	8,20 g	8,34 g	8,46 g	8,57 g
Salz	0,25 g	0,27 g	0,27 g	0,27 g	0,27 g	0,27 g	0,27 g

#### 4.1.2 Beobachtung während der Versuche

Als Beobachtungen während der Versuche ist folgendes zu erwähnen:

Der V1 (8+2) wurde nicht ständig in 75 Min zerkleinert, sondern mit Unterbrechungen. V1 (10+4) wurde auch mit Unterbrechungen in 105 Min zerkleinert. Die Produktion von Versuch V2 (8+2) musste aufgrund verdorbener Haselnüsse verworfen werden.

#### 4.1.3 Ergebnisse Partikelgrößen

Aus der Tabelle 17 ist zu erkennen, dass für die Vorversuche die Ziel-Partikelgröße erreicht wird, sodass alle Vorversuche gleich oder sehr nah zum Standard liegen bei ca. 22 µm liegen. Somit ist ein Vergleich der Ergebnisse möglich, um eine Rezeptur auszuwählen.

Tabelle 17 zeigt die Werte der Partikelgrößenverteilung aller durchgeführten Versuche im Technikum der Hochschule.

Tabelle 17: Ergebnisse der Partikelgrößenanalyse der Versuche einschließlich der Standardabweichung im Vergleich mit dem Standard- HS

Versuch	d (0,1)	d (0,5)	d (0,9)	Relative Breite	span	Spez. Oberfläche
Standard	2,46 <sup>C</sup> ±0,09	7,52 <sup>B</sup> ±0,11	22,28 <sup>AB</sup> ±0,55	9,08 <sup>A</sup> ±0,38	2,64 <sup>A</sup> ±0,07	1,13 <sup>A</sup> ±0,03
V1 (8+2)	2,72 <sup>B</sup> ±0,01	8,75 <sup>A</sup> ±0,09	23,18 <sup>A</sup> ±0,34	8,51 <sup>AB</sup> ±0,10	2,34 <sup>B</sup> ±0,01	1,02 <sup>BC</sup> ±0,01
V2 (8+2)	2,63 <sup>B</sup> ±0,49	8,39 <sup>A</sup> ±0,58	22,42 <sup>AB</sup> ±0,12	8,53 <sup>A</sup> ±0,38	2,37 <sup>B</sup> ±0,171	1,06 <sup>B</sup> ±0,05
V1(10+4)	2,88 <sup>A</sup> ±0,10	8,64 <sup>A</sup> ±0,13	22,28 <sup>AB</sup> ±1,18	7,75 <sup>C</sup> ±0,64	2,24 <sup>B</sup> ±0,14	0,99 <sup>C</sup> ±0,02
V1 (12+4)	2,77 <sup>AB</sup> ±0,01	8,66 <sup>A</sup> ±0,07	21,66 <sup>B</sup> ±0,15	7,81 <sup>BC</sup> ±0,04	2,18 <sup>B</sup> ±0,01	1,01 <sup>BC</sup> ±0,00

Exponenten Indizes A, B, C, D beschreiben durch die Gruppenbildung die signifikanten Unterschiede zwischen den Mittelwerten der Proben nach den Tukey Test (HSD) bei Toleranz  $\alpha=0,0001$

Das Ziel dieser Arbeit war eine Partikelgröße der Schokoladenprodukte rund um 22-23 µm zu erreichen. Die ermittelten Daten zeigen, dass für allen Schokoladen eine Partikelgröße von 22,16-25,52 µm erreicht wird.

Aus der Tabelle 17 ist zu erkennen, dass die Partikelgröße des Versuchs V1 (10+4) bezogen auf d(0,9) genau mit dem Standard übereinstimmt.

Wenn man die Abbildung 16 betrachtet, bemerkt man, dass der Grobanteil der Partikelgrößenverteilungen der Versuchsschokoladen größer als der Standard ist. Der Standard weist den größten Feinanteil auf. Es ist auch zu erkennen, dass eine bimodale

Partikelgrößenverteilung beim Versuch V2 (8+2) und V1 (12+4) erzielt wird. V1 (10+4) weist eine monomodale Partikelgrößenverteilung auf. Vermutlich ist die Unterbrechungen während der Zerkleinerung der Grund dafür.

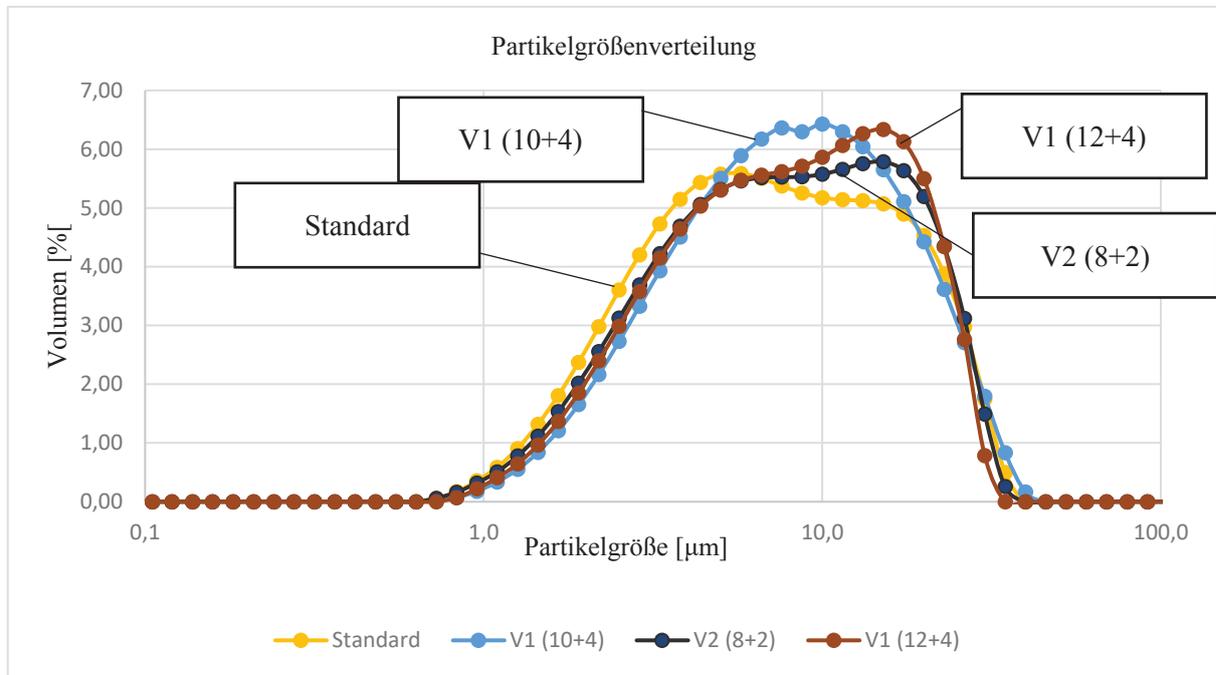


Abbildung 16: Partikelgrößenverteilung der Versuche im Vergleich mit dem Standard- HS

#### 4.1.4 Fließeigenschaften

Die angegebenen Daten der rheologischen Eigenschaften einschließlich der Standardabweichung sind in der Tabelle 18 dargestellt.

Tabelle 18: Ergebnisse der rheologischen Eigenschaften der Vorversuche einschließlich der Standardabweichung- HS

Versuch	CASSON		Schubspannung [Pa]			Scheinbare Viskosität [Pa*s]		
	Fließgrenze	Viskosität	0,05 1/s	5 1/s	40 1/s	0,05 1/s	5 1/s	40 1/s
Standard	6,41 <sup>D</sup>	3,49 <sup>A</sup>	8,40 <sup>D</sup>	45,56 <sup>C</sup>	212,00 <sup>A</sup>	167,93 <sup>D</sup>	9,11 <sup>C</sup>	5,30 <sup>A</sup>
	± 0,34	± 0,18	± 0,85	± 1,17	± 11,60	± 17,01	± 0,33	± 0,29
V1(8+2)	9,77 <sup>C</sup>	1,64 <sup>D</sup>	11,08 <sup>C</sup>	36,18 <sup>E</sup>	125,67 <sup>E</sup>	221,67 <sup>C</sup>	7,24 <sup>E</sup>	3,14 <sup>E</sup>
	± 0,11	± 0,02	± 0,25	± 0,28	± 1,35	± 4,64	± 0,05	± 0,03
V2 (8+2)	12,02 <sup>B</sup>	2,19 <sup>C</sup>	12,33 <sup>B</sup>	47,08 <sup>B</sup>	160,27 <sup>C</sup>	245,80 <sup>B</sup>	9,41 <sup>B</sup>	4,01 <sup>C</sup>
	± 0,25	± 0,08	± 0,35	± 1,39	± 4,89	± 6,41	± 0,28	± 0,12
V1 (10+4)	12,79 <sup>A</sup>	2,36 <sup>B</sup>	13,05 <sup>A</sup>	51,02 <sup>A</sup>	173,53 <sup>B</sup>	260,00 <sup>A</sup>	10,21 <sup>A</sup>	4,34 <sup>B</sup>
	± 0,07	± 0,02	± 0,39	± 0,25	± 1,67	± 8,09	± 0,06	± 0,04
V1 (12+4)	9,61 <sup>C</sup>	2,16 <sup>C</sup>	10,87 <sup>C</sup>	41,24 <sup>D</sup>	152,40 <sup>D</sup>	216,70 <sup>C</sup>	8,25 <sup>D</sup>	3,81 <sup>D</sup>
	± 0,10	± 0,01	± 0,33	± 0,11	± 0,76	± 7,85	± 0,08	± 0,02

Exponenten Indizes A, B, C, D, E, F beschreiben durch Gruppenbildung die signifikanten Unterschiede zwischen den Mittelwerten der Proben nach dem Tukey Test (HSD) bei Irrtumswahrscheinlichkeit  $\alpha=0,0001$

Wenn man die Tabelle 18 betrachtet, bemerkt man, dass alle entwickelten Schokoladen niedrigere Grenzviskositäten im Vergleich zu dem Standard aufweisen. Im Gegensatz dazu sind die Fließgrenzen der entwickelten Schokoladen deutlich höher im Vergleich mit dem Standard bei niedriger Scherung (0,05 1/s). Das kann am Ersatz des VMP durch MMP+BF und an dem Unterschied zwischen den Rezepturen liegen. Es könnte auch an der zugesetzten Menge des Lecithins liegen. Deswegen wurde die Lecithin Menge von 0,6 % auf 0,4 % reduziert (siehe Tabelle 11, Seite 48). Außerdem ist die Herstellungsverfahren des Standards anders

Aus der Abbildung 17 ist deutlich erkennbar, dass die hergestellten Schokoladen niedrigere Casson Viskositäten als der Standard zeigen.

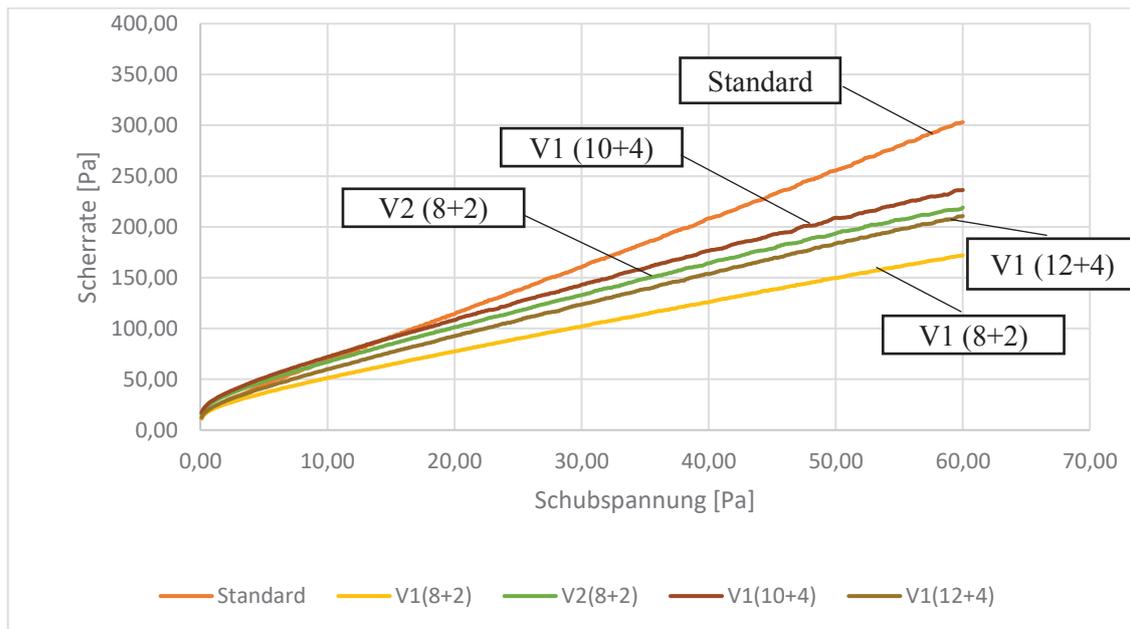


Abbildung 17: Fließkurven aller Vorversuche- HS

#### 4.1.5 Sensorik

Zunächst sollte getestet werden, welche Rezeptur dem Standard am ähnlichsten ist, dazu werden sechs Dreiecksprüfungen durchgeführt. Die Prüfung der Vorversuche wurde von einem geschulten und ungeschulten Panel von 23 Personen durchgeführt. Die geschulten Personen hatten während des Studiums eine Sensorik-Ausbildung erhalten. Es wird von dem Panel verlangt, dass sie nur auf den Geschmack achten müssen. Die ausgewerteten Daten sind in Tabelle 19 dargestellt.

Tabelle 19: Auswertung des Dreiecks-Tests der Versuche zur Rezepturenentwicklung

Versuch	Anzahl- Prüfer	Abweichende Stichprobe "Richtig" identifiziert		
		Quantität	%	Sign.
12+4	23	9	39,13	Nein
11+4	23	12	52,17	*
10+4	23	13	56,52	*
10+3	23	14	60,87	**
9+3	23	10	43,47	Nein
8+2	23	14	60,86	**

( $\alpha=0,05$ ) \* = signifikant, ( $\alpha=0,01$ ) \*\* = hoch signifikant, ( $\alpha=0,001$ ) \*\*\* = sehr hoch signifikant

Die ausgewerteten Daten zeigen, dass es ein signifikanter Unterschied in Bezug auf die Versuche mit 11+4 % und 10+4 % im Vergleich mit dem Standard gibt. Das Mundgefühl wird bei allen Schokoladenproben im Vergleich zum Standard meistens als angenehm beschrieben. Die Beschreibung bezieht sich nur auf die Personen, die die Einzelprobe richtig benannt hatten. Die Häufigkeitsverteilung der Beschreibungen sind in der Tabelle 20 dargestellt.

Tabelle 20: Übersicht der Häufigkeitsverteilung der Beschreibungen

Art der Beschreibung	Schokoladenproben					
	12+4	11+4	10+4	10+3	9+3	8+2
-						
Nussiger	-	-	1	2	1	-
Weniger nussig	3	3	2	1	1	5
Schokoladiger	-	1	2	2	1	2
Leichter Kakaogeschmack	-	-	-	-	2	1
Süßer	1	-	1	4	1	2
Weniger süß	1	1	1	-	-	1
Weniger Vanillin	-	1	1	-	-	-

Aus der Tabelle 20 ist festzustellen, dass die wahrgenommene Süße bei der Probe (10+4) und (11+4) mit dem Standard übereinstimmt. Probe (8+2) weicht wegen der wahrgenommenen Süße und dem weniger nussigen Geschmack ab. Probe (9+3) weist mehr süßer Geschmack sowie leichter Kakaogeschmack auf. Die Beschreibungen sind an einiger Stellen wegen der unlogischen Kommentare nicht ganz nachvollziehbar, z. B. Bei der Probe (12+4) und (11+4) wird mehrmals als klein nussig beschrieben als (10+3), (9+3).

#### **4.1.6 Schlussfolgerungen mit Entscheidung für eine Rezeptur**

Es wird auch aufgrund der an der besten Übereinstimmung der Nährwertangaben (siehe Tabelle 16, Seite 60) und die passenden Kommentare (siehe Tabelle 20, Seite 65) der Probanden der Optische Farbe und der Rheologiewerte im Vergleich zum Standard zum Versuch (10+4) entschieden (siehe Tabelle 18, Seite 63).

## 4.2 Beobachtungen bei den Versuchen

### 4.2.1 Versuche- NB

Es wurde während des Mahlversuchs beobachtet, dass eine Probennahme zur Messung der Partikelgröße sehr lange dauert (ca. eine Stunde). Das führte zu unterschiedlich langen Versuchszeiten, und daraufhin kann einen Einfluss auf die Partikelgrößenverteilungen haben.

### 4.2.2 Versuche- MA

#### Versuch 1

##### 1. Mahldurchgang

Das Ausgangsprodukt war sehr dünnflüssig, weshalb für den Beginn der Vermahlung eine hohe Drehzahl des Impactors gewählt wurde. Nach ca. 11 Minuten Versuchszeit blockierte der Impactor und der Durchgang musste abgebrochen werden. Zu diesem Zeitpunkt betrug die mit einer Mikrometerschraube gemessene Partikelgröße ca. 45  $\mu\text{m}$ . Eine mögliche Ursache für die Blockade des Impactors könnte eine zu hoch gewählte Anfangsdrehzahl gewesen sein. Eine weitere Blockade während eines späteren Versuchs sowie eine daran anschließende Untersuchung des Auslaufbereichs des Impactors ergab zudem, dass sich dort verfestigte Schokolade abgelagert hatte. In diesem Bereich befindet sich das Wellenende der gekühlten Welle. Hieraus kann man ableiten, dass die Schokolade in der Maschine zu stark gekühlt wurde. Hierauf deutet auch die teilweise erheblich niedrigere Produkttemperatur am Austritt des Impactors im Vergleich zur Eintrittstemperatur der Masse. Als vermeintliche Ursache für die Blockade kann somit eine Kombination aus zu hoher Anfangsdrehzahl sowie zu starker Kühlung des Impactors betrachtet werden. Die Kugeln konnten zusammen mit der Schokoladenmasse manuell aus dem Impactor entfernt werden (Abbildung 18). Die wurden in etwas Öl gespült und erneut in den Impactor eingefüllt. Der 1. Mahldurchgang wurde mit dem restlichen Produkt erneut gestartet. Der Durchsatz der Pumpe wurde erneut auf 240 kg/h eingestellt, für die Drehzahl des Impactors wurde mit 200 U/min jedoch eine niedrigere Einstellung gewählt. Ab einer Versuchszeit von ca. 7 Minuten wurde das Produkt für den zweiten Durchgang aufgefangen. Die vorherige Mischung aus Schokolade und Öl wurde entsorgt. Nach



Abbildung 18: Entfernen des blockierten Produkts mit den Kugeln

Abbildung 18: Entfernen des blockierten Produkts mit den Kugeln

55 Minuten war das Produkt verbraucht und der Durchgang wurde gestoppt. Bei der Einstellung von 200 U/min wies das Produkt eine gute Konsistenz auf, sodass die Drehzahl für den gesamten Durchgang beibehalten wurde. Die Partikelgröße lag dabei im Bereich von ca. 50 – 60 µm. Die Details des ersten Durchgangs von Versuch1 sind in der Tabelle 21 dargestellt.

Tabelle 21: Zeit, Drehzahl, Leistung, Produkttemperatur und Kommentare des zweiten Durchgangs des Versuchs 3

<b>1.1 Durchgang</b>				
<b>Zeit [min]</b>	<b>Drehzahl [U/min]</b>	<b>Leistung [%]</b>	<b>Produkttemp. [°C]</b>	<b>Kommentare</b>
0	300	-	-	Eintrittstemp. 44 °C
2	320	33,0	39,0	Produkt am Austritt
3	320	33,0	47,0	Probe ~ 61 µm
6	300	38,0	53,0	T und p steigen stark
8	280	45,0	58,7	T und p steigen stark
9	150	32,0	56,8	T und p steigen stark
11	-	-	-	Versuchsabbruch
<b>1.2 Durchgang</b>				
0	-	-	-	Eintrittstemp. 44 °C
1	200	-	-	Produkt am Austritt
3	200	15,0	39,0	-
7	200	15,0	34,5	Produkt auffangen
15	200	14,0	29,0	Probe ~ 51 µm
21	200	14,5	29,5	Probe ~ 45 µm
31	200	14,8	30,5	Probe ~ 50 µm
41	200	15,0	31,2	Probe ~ 50 - 60 µm
51	200	14,0	31,7	Probe ~ 60 µm
55	-	-	-	Versuchsstopp

## 2. Mahldurchgang

Insgesamt 169,5 kg Produkt wurden für den zweiten Durchgang aufgefangen. Im Mischer wurde die anteilige Menge Lecithin laut Rezeptur hinzugefügt und mit dem Produkt für einige Minuten vermischt. Direkt im Anschluss erfolgte der zweite Mahldurchgang. Bei 240 kg/h wurde zunächst mit einer Drehzahl von 150 U/min gestartet. Im Laufe des Versuchs wurde die Drehzahl schrittweise auf 280 U/min erhöht. Die Leistungsaufnahme betrug dabei höchstens 25 %. Nach 30 Minuten Versuchszeit wurde bei 280 U/min eine Partikelgröße von ca. 12 µm gemessen. Das Produkt wies einen sehr guten Geschmack sowie ein angenehmes Mundgefühl auf. Nach ca. 50 Minuten war das Ausgangsprodukt aufgebraucht und der Durchgang wurde beendet. Die wesentlichen Prozessdaten von Versuch 1 sind in der Tabelle 22 dargestellt.

Tabelle 22: Zeit, Drehzahl, Leistung, Produkttemperatur und Kommentare des zweiten Durchgangs des Versuchs 1

<b>Zeit [min]</b>	<b>Drehzahl [U/min]</b>	<b>Leistung [%]</b>	<b>Produkttemp. [°C]</b>	<b>Kommentare</b>
0	150	10,0	35,0	Eintrittstemp. 46,2 °C
2	180	13,0	35,5	-
5	180	13,0	29,9	Probe ~ 40 µm
8	200	15,0	29,4	-
10	200	15,0	29,6	Probe ~ 34 µm
12	220	17,0	30,0	-
16	220	17,5	30,9	Probe ~ 24 µm
18	240	20,4	31,6	-
20	240	20,0	32,8	Probe ~ 18 µm
24	260	23,0	33,5	-
26	260	22,5	34,5	Probe ~ 14 µm
28	280	25,0	35,1	-
30	280	24,7	36,2	Probe ~ 12 µm
38	280	25,0	37,0	-
~ 50	-	-	-	Versuchsstopp

## Versuch 2

### 1. Mahldurchgang

Bei einem Durchsatz von 240 kg/h wurde der Durchgang zunächst mit einer Drehzahl von 180 U/min gestartet. Eine zwischenzeitliche Erhöhung auf 200 U/min sorgte für einen starken Anstieg der Produkttemperatur sowie des Drucks in der Leitung, sodass die Drehzahl erneut auf 180 U/min reduziert wurde. Nach 57 Minuten Prozesszeit war das Ausgangsprodukt verbraucht und der Durchgang wurde gestoppt. Bei einer Drehzahl von 180 U/min wurde eine fließfähige Konsistenz sowie eine ungefähre Partikelgröße von 95 µm erreicht. Die Details des ersten Durchgangs von Versuch 1 sind in der Tabelle 23 dargestellt.

Tabelle 23: Zeit, Drehzahl, Leistung, Produkttemperatur und Kommentare des ersten Durchgangs des Versuchs 2

Zeit [min]	Drehzahl [U/min]	Leistung [%]	Produkttemp. [°C]	Kommentare
0	180	-	-	Eintrittstemp. 48,4 °C
2	180	13,0	35,0	-
8	180	14,0	33,0	Probe ~ 86 µm
10	200	17,5	36,0	T und p zu hoch
13	180	17,5	38,3	Produkt auffangen
15	180	14,5	37,5	Probe ~ 94 µm
20	180	14,6	36,6	Probe ~ 95 µm
25	180	14,7	36,5	Probe ~ 95 µm
30	180	14,5	36,4	Probe ~ 96 µm
35	180	14,5	36,0	Probe ~ 96 µm
45	180	14,4	35,8	Probe ~ 14 µm
47	200	18,8	38,1	Erneuter Test auf 200
49	200	19,0	40,0	T und p zu hoch
52	180	14,0	38,4	Probe ~ 96 µm
55	180	19,0	34,5	Probe ~ 95 µm
57	-	-	-	Versuchsstopp

### 2 Mahldurchgang

178,2 kg Produkt wurden für den zweiten Durchgang aufgefangen. Das Produkt wurde erneut in den Mischer gefüllt und mit dem anteiligen Rest der Kakaobutter vermischt. Aufgrund der relativ großen Partikelgröße nach dem ersten Durchgang wurde nur die Hälfte des verbliebenen Lecithins zugefügt, um für einen eventuellen 3. Durchgang noch Lecithin übrig zu haben. Der 2. Durchgang wurde mit einer Drehzahl von 200 U/min gestartet. Direkt nach Beginn der Vermahlung blockierte der Impactor erneut. Es konnte eine Verstopfung am oberen Ende kurz vor dem Auslass festgestellt werden, die jedoch leicht zu entfernen war. Als mögliche Ursache für diese Verstopfung wurde

ein zu kalter Mantel des Impactors und dadurch eine zu niedrige Produkttemperatur erkannt. Die Produkttemperatur lag somit unter dem Schmelzpunkt (37 °C) der Kakaobutter, wodurch diese sich im Innenraum des Impactors verfestigt insbesondere in dem schmalen Spalt kurz vor dem Auslass am Ende der gekühlten Welle. Zunächst wurde der Doppelmantel des Impactors für einige Zeit (ca. 30 Min) beheizt, um das Produkt im Innenraum zu verflüssigen. Bei dem erneuten Start des Mahlvorgangs wurde das Heizwasser abgestellt und für die Dauer des Versuchs lediglich die innere Welle gekühlt. Bei einer Drehzahl von 260 U/min konnte eine Partikelgröße von ca. 10 µm erzielt werden. Es wurde eine größere Menge Probe für weitere Untersuchungen genommen. Da noch eine Restmenge an Lecithin hinzugefügt werden konnte, wurde entschieden einen 3. Mahldurchgang durchzuführen, um sicher zu gehen, dass die gewünschte Partikelgröße erreicht wurde. Die wesentlichen Prozessdaten von Versuch 2 sind in der Tabelle 24 dargestellt.

Tabelle 24: Zeit, Drehzahl, Leistung, Produkttemperatur und Kommentare des zweiten Durchgangs des Versuchs 2

<b>Zeit [min]</b>	<b>Drehzahl [U/min]</b>	<b>Leistung[%]</b>	<b>Produkttemp. [°C]</b>	<b>Kommentare</b>
0	150	-	-	Eintrittstemp. 50,4 °C
5	150	13,0	46,7	-
8	150	10,0	45,3	Probe ~ 45 µm
10	150	10,0	43,5	Probe ~ 39 µm
12	180	13,0	43,3	-
13	180	12,0	43,2	-
14	200	15,0	43,6	-
15	200	15,0	44,0	Probe ~ 21 µm
17	220	16,8	45,3	Probe ~ 15 µm
19	240	18,9	46,5	-
20	240	18,8	46,7	Probe ~ 17 µm
23	260	21,4	50,0	-
25	260	21,2	50,7	Probe ~ 10 µm
42	260	21,2	55,3	-
49	-	-	-	Versuchsstopp

### 3. Mahldurchgang

Um einen weiteren Produktverlust im Mischer zu verhindern, wurde das verbleibende Lecithin direkt in die Hobbocks eingerührt. Mit dem dritten Mahldurchgang konnte eine sehr geringe Partikelgröße von 8 µm erzielt werden. Eine entsprechende Probe für weitere Untersuchungen an der Hochschule wurde genommen. Nach 25 Minuten war das Produkt verbraucht und der Versuch wurde gestoppt. Es wurde eine größere Menge Probe für weitere Untersuchungen genommen. Die wesentlichen Prozessdaten von Versuch 2 sind in der Tabelle 25 dargestellt.

Tabelle 25: Zeit, Drehzahl, Leistung, Produkttemperatur und Kommentare des dritten Durchgangs des Versuchs 2

<b>Zeit [min]</b>	<b>Drehzahl [U/min]</b>	<b>Leistung [%]</b>	<b>Produkttemp. [°C]</b>	<b>Kommentare</b>
0	150	-	-	-
1	150	9,0	53,6	-
2	180	13,0	56,1	-
7	180	12,8	51,1	-
8	180	12,7	51,3	Probe ~ 12 µm
10	220	17,0	52,9	-
12	220	17,0	51,3	Probe ~ 8 µm
20	220	17,0	52,7	-
25	-	-	-	Versuchsstopp

## Versuch 3

### 1. Mahldurchgang:

Bei einem Durchsatz von 240 kg/h wurde der Durchgang zunächst mit einer Drehzahl von 150 U/min gestartet. Schrittweise wurde die Drehzahl auf 200 U/min erhöht und diese Einstellung bis zum Ende des Durchgangs beibehalten. Wie bei Versuch 2 wurde auch hier nur die innere Welle gekühlt, nicht der Doppelmantel. Nach 66 Minuten Prozesszeit war das Ausgangsprodukt verbraucht und der Durchgang wurde gestoppt. Bei einer Drehzahl von 200 U/min wurde eine fließfähige Konsistenz sowie eine ungefähre Partikelgröße von 50 - 60  $\mu\text{m}$  erreicht. Die Details des ersten Durchgangs von Versuch 3 sind in der Tabelle 26 dargestellt.

Tabelle 26: Zeit, Drehzahl, Leistung, Produkttemperatur und Kommentare des ersten Durchgangs des Versuchs 3

Zeit [min]	Drehzahl [U/min]	Leistung [%]	Produkttemp. [°C]	Kommentare
0	150	-	-	Eintrittstemp. 46,1 °C
3	150	10,0	39,5	Produkt am Austritt
6	180	12,5	40,3	-
8	180	12,8	40,6	Probe ~ 56 $\mu\text{m}$
10	200	15,0	42,6	-
12	200	15,0	42,8	Probe ~ 48 $\mu\text{m}$
20	200	14,5	44,8	Probe ~ 49 $\mu\text{m}$
35	200	14,5	46,6	Probe ~ 50 - 60 $\mu\text{m}$
45	200	14,3	47,6	Probe ~ 51 $\mu\text{m}$
55	200	14,5	48,2	Probe ~ 51 $\mu\text{m}$
65	200	14,5	49,1	Probe ~ 48 $\mu\text{m}$
66	-	-	-	Versuchsstopp

### 2 Mahldurchgan

203,1 kg Produkt wurden für den zweiten Durchgang aufgefangen. Das Produkt wurde erneut in den Mischer gefüllt und mit anteilige Menge Lecithin vermischt. Der zweite Mahldurchgang wurde mit einer Drehzahl von 180 U/min gestartet, die im Laufe des Versuchs schrittweise erhöht wurde. Erneut wurde nur die innere Welle gekühlt. Bei einer Produkttemperatur von 55 °C wurde der Doppelmantel kurzzeitig mit Kühlwasser befüllt, um eine Abkühlung des Produktes zu erzielen. Bei einer Drehzahl von 280 U/min konnte eine gemessene Partikelgröße von ca. 12  $\mu\text{m}$  erzielt werden. Nach 53 Minuten war das Produkt verbraucht und der Versuch wurde gestoppt. Für weitere Untersuchungen an der Hochschule wurde eine große Menge Probe genommen. Die wesentlichen Prozessdaten von Versuch 3 sind in der Tabelle 27 dargestellt.

Tabelle 27: Zeit, Drehzahl, Leistung, Produkttemperatur und Kommentare des zweiten Durchgangs des Versuch 3

Zeit [min]	Drehzahl [U/min]	Leistung [%]	Produkttemp. [°C]	Kommentare
0	180	13,0	-	-
2	180	13,0	46,4	-
3	220	17,5	47,3	-
4	240	20,0	48,5	Probe ~ 34 µm
6	260	22,5	50,7	-
8	280	25,0	52,3	-
12	280	25,0	55,0	Kühlmantel gefüllt
20	280	25,0	50,0	Probe ~ 12 µm
30	280	24,9	51,9	Probe ~ 12 µm
45	280	25,0	51,2	Probe ~ 13 µm
53	-	-	-	Versuchsstopp

### 4.3 Partikelgrößen

Die Partikelgröße wird in diesem Kapitel mittels Laserbeugungsspektrometers gemessen.

#### 4.3.1 Versuche NB

Die Tabelle 28 stellt die Partikelgrößenverteilung der Hauptrezeptur mit ihrer Bestätigung dar.

Tabelle 28: Partikelgrößenverteilung der Hauptrezeptur mit ihrer Bestätigung- HS

Versuch	d(0,1)	d(0,5)	d(0,9)	Relative Breite	span	Spez. Oberfläche
Standard	2,46 <sup>B</sup> ±0,09	7,52 <sup>B</sup> ±0,11	22,28 <sup>A</sup> ±0,55	9,08 <sup>A</sup> ±0,38	2,64 <sup>A</sup> ±0,07	1,13 <sup>A</sup> ±0,03
V1 (10+4)	2,88 <sup>A</sup> ±0,10	8,64 <sup>A</sup> ±0,13	22,28 <sup>A</sup> ±1,18	7,75 <sup>B</sup> ±0,64	2,24 <sup>B</sup> ±0,14	0,99 <sup>B</sup> ±0,02
V2 (10+4)	2,76 <sup>A</sup> ±0,03	8,62 <sup>A</sup> ±0,16	22,16 <sup>A</sup> ±0,70	8,02 <sup>B</sup> ±0,16	2,25 <sup>B</sup> ±0,04	1,01 <sup>B</sup> ±0,01
V2,1 (10+4)	2,80 <sup>A</sup> ±0,02	8,73 <sup>A</sup> ±0,10	22,17 <sup>A</sup> ±0,67	7,91 <sup>B</sup> ±0,18	2,22 <sup>B</sup> ±0,05	1,00 <sup>B</sup> ±0,01

Exponenten Indizes A, B, C, D beschreiben durch die Gruppenbildung die signifikanten Unterschiede zwischen den Mittelwerten der Proben nach den Tukey Test (HSD) bei Toleranz  $\alpha=0,0001$

Anhand der Tabelle 28 ist zu erkennen, dass die Partikelgrößen aller Schokoladen mit einer Spanne von 22,16 µm bis 22,28 µm dicht beieinander liegen und gut miteinander vergleichbar sind. Der Versuch V2,1 (10+4) lässt sich mit den anderen Versuchen rheologisch nicht gut vergleichen, da er mit kleineren Mahlkugeln (4,5+2,8 mm) durchgeführt wird.

Die Abbildung 19 zeigt die unterschiedliche Partikelgrößenverteilungen der Hauptrezeptur mit ihrer Bestätigung im Vergleich mit dem Standard- HS.

Aus der Abbildung 19 ist zu erkennen, dass V 2,1 (10+4) und V2 (10+4) sehr dicht beieinander liegen und bimodale Partikelgrößenverteilungen zeigen. Bei V 2,1 (10+4) und V2 (10+4) wird die Zerkleinerung ohne Unterbrechungen erfolgt. Im Gegensatz zum V1 (10+4) wird die Zerkleinerung wegen mehrmaliger Messung der Partikelgröße mittels Laserbeugungsspektrometer mit Unterbrechungen erfolgt. Das könnte einen möglichen Grund dafür sein, dass V1 (10+4) keine bimodale Partikelgrößenverteilung zeigt. Hierbei kann man feststellen, dass die Zerkleinerung der Schokoladenmasse mit kleineren Versuchskugeln wert frei ist.

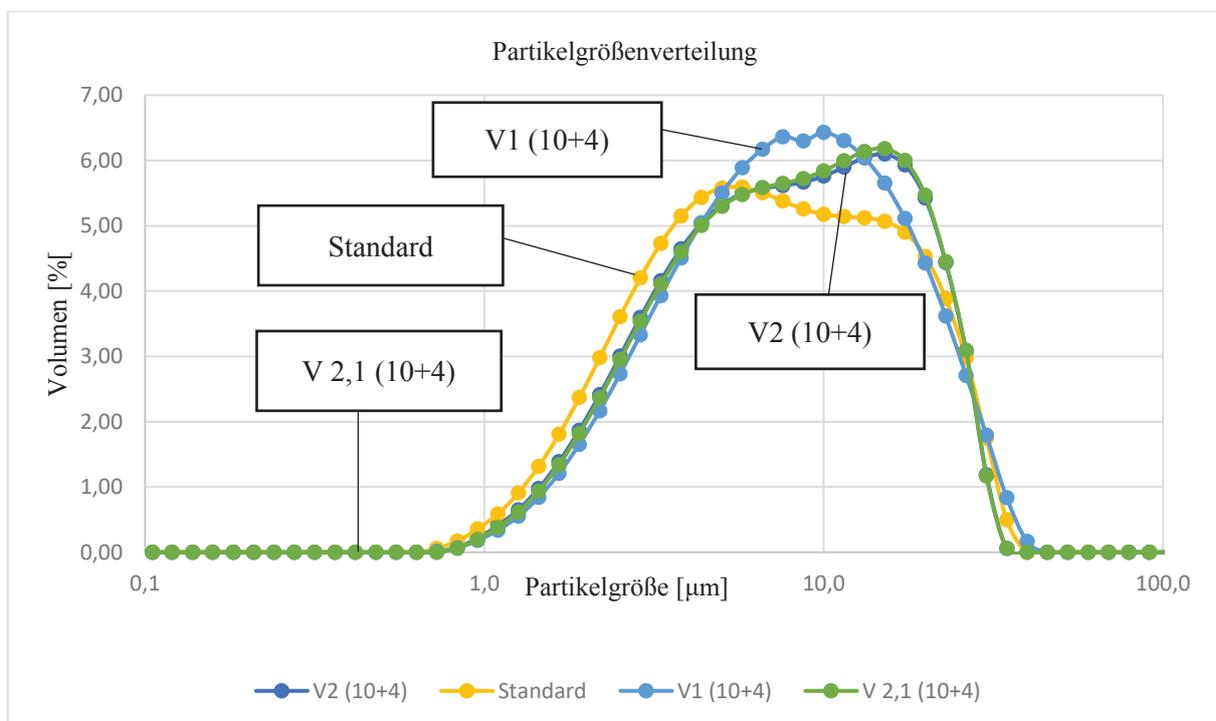


Abbildung 19: Partikelgrößenverteilungen der Hauptrezeptur mit ihrer Bestätigung im Vergleich mit dem Standard- HS

### 4.3.2 Versuche MA

Die Partikelgrößen der durchgeführten Versuche in Mannheim sind in der Tabelle 29 dargestellt.

Tabelle 29: Partikelgrößenverteilung der Versuche- MA

Versuch	d(0,1)	d(0,5)	d(0,9)	Relative Breite	span	Spez. Oberfläche
Standard	2,46 <sup>C</sup> ±0,09	7,52 <sup>C</sup> ±0,11	22,28 <sup>C</sup> ±0,55	9,08 <sup>B</sup> ±0,38	2,64 <sup>A</sup> ±0,07	1,13 <sup>A</sup> ±0,03
V1, MA- 2. Durchgang	2,98 <sup>AB</sup> ±0,11	9,50 <sup>B</sup> ±0,54	25,29 <sup>B</sup> ±0,87	8,50 <sup>C</sup> ±0,09	2,35 <sup>B</sup> ±0,06	0,93 <sup>B</sup> ±0,04
V2, MA- 2. Durchgang	3,03 <sup>A</sup> ±0,01	10,27 <sup>A</sup> ±0,09	30,45 <sup>A</sup> ±0,42	10,04 <sup>A</sup> ±0,11	2,67 <sup>A</sup> ±0,02	0,89 <sup>C</sup> ±0,00
V2, MA- 3. Durchgang	2,90 <sup>B</sup> ±0,04	9,20 <sup>B</sup> ±0,25	25,08 <sup>B</sup> ±1,41	8,66 <sup>BC</sup> ±0,38	2,41 <sup>B</sup> ±0,08	0,96 <sup>B</sup> ±0,02
V3, MA- 2. Durchgang	2,95 <sup>AB</sup> ±0,02	9,43 <sup>B</sup> ±0,12	25,52 <sup>B</sup> ±1,40	8,66 <sup>BC</sup> ±0,43	2,39 <sup>B</sup> ±0,12	0,94 <sup>B</sup> ±0,01

Exponenten Indizes A, B, C, D beschreiben durch die Gruppenbildung die signifikanten Unterschiede zwischen den Mittelwerten der Proben nach den Tukey Test (HSD) bei Toleranz  $\alpha=0,0001$

Der Versuch V2, MA- 2. Durchgang weicht aufgrund der größeren Partikelgrößen ab. Somit lässt er sich mit den anderen Versuchen nicht vergleichen. Aufgrund der Änderung der Prozessparameter „Zugabe von Kakaobutter“, sowie der Drehzahl wurde bei V2, MA-2. Durchgang eine gröbere Partikelgröße festgestellt als im Vergleich mit V1, MA-2. Durchgang und V3, MA-2. Durchgang.

### 4.3.3 Vergleich aller Endprodukte (NB + MA)

Tabelle 30 zeigt die Partikelgrößenverteilung der Endprodukte und damit ist zu erkennen, dass die Partikelgrößen aller Schokoladen mit einer Spanne von 22,16-25,52  $\mu\text{m}$  nah beieinander liegen. Daher sind die Schokoladen gut miteinander vergleichbar.

Tabelle 30: Ergebnisse der Partikelgrößenanalyse der vergleichbaren Endprodukte einschließlich der Standardabweichung im Vergleich mit dem Standard- HS + MA

Versuch	d(0.1)	d(0.5)	d(0.9)	Relative Breite	span	Spez. Oberfläche
Standard	2,46 <sup>C</sup> ±0,09	7,52 <sup>C</sup> ±0,11	22,28 <sup>B</sup> ±0,55	9,08 <sup>A</sup> ±0,38	2,64 <sup>A</sup> ±0,07	1,13 <sup>A</sup> ±0,03
V2 (10+4)	2,76 <sup>B</sup> ±0,03	8,62 <sup>B</sup> ±0,16	22,16 <sup>B</sup> ±0,70	8,02 <sup>C</sup> ±0,16	2,25 <sup>C</sup> ±0,04	1,01 <sup>B</sup> ±0,01
V1, MA-2. Durchgang	2,98 <sup>A</sup> ±0,11	9,50 <sup>A</sup> ±0,54	25,29 <sup>A</sup> ±0,87	8,50 <sup>BC</sup> ±0,09	2,35 <sup>BC</sup> ±0,06	0,93 <sup>C</sup> ±0,04
V3, MA-2. Durchgang	2,95 <sup>A</sup> ±0,02	9,43 <sup>A</sup> ±0,12	25,52 <sup>A</sup> ±1,40	8,66 <sup>AB</sup> ±0,43	2,39 <sup>B</sup> ±0,12	0,94 <sup>C</sup> ±0,01

Exponenten Indizes A, B, C, D beschreiben durch die Gruppenbildung die signifikanten Unterschiede zwischen den Mittelwerten der Proben nach den Tukey Test (HSD) bei Toleranz  $\alpha=0,0001$

Der Versuch V2 (10+4) und der Standard liegen sehr nah beieinander und sind somit rheologisch gut vergleichbar. Die Partikelgröße der hergestellten Schokoladen in Mannheim ist etwa 1-3  $\mu\text{m}$  höher als der Standard. Schokoladen dürfen in Bezug auf die Partikelgrößenverteilung d(0,9) nicht mehr als 3  $\mu\text{m}$  abweichen, um einen signifikanten Vergleich zu ermöglichen (Bolenz et al., 2014a; Bolenz et al., 2014b). Somit können die rheologische Eigenschaften gut verglichen werden. V2 (10+4) hat von allen Schokoladenproben den kleinsten Span, was darauf hinweist, dass hier der Anteil an feinen Partikeln im Verhältnis zu mittleren und groben Partikeln höher ist, als bei allen anderen Schokoladen.

Die Abbildung 20 zeigt die bimodale Partikelgrößenverteilung der Endprodukte im Vergleich mit dem Standard. Die Standardkurve scheint etwas unterschiedlich zu sein. Die Verteilung ist bei den Versuchsschokoladen sogar ein bisschen besser, denn im Standard ist zu viel Feinanteil vorhanden. Darum ist hier die größte spezifische Oberfläche zu finden. Das kann auch der Grund dafür sein, dass die Fließeigenschaften bei den hergestellten Schokoladen niedriger sind. Ein weiterer Grund könnte der Austausch von Vollmilchpulver durch Magermilchpulver und Milchfett sein. V1, MA-2. Durchgang und V3, MA-2. Durchgang zeigen kaum Unterschied. Die Messpunkte liegen dicht beieinander. Diese sind ideal, da die große Partikel überwiegen. Aufgrund langjähriger vorliegender Erfahrungen in der Arbeitsgruppe ist dies, die beste bimodale Partikelgrößenverteilungen, die je mittels KM erreicht werden (Bolenz, Manske, 2013).

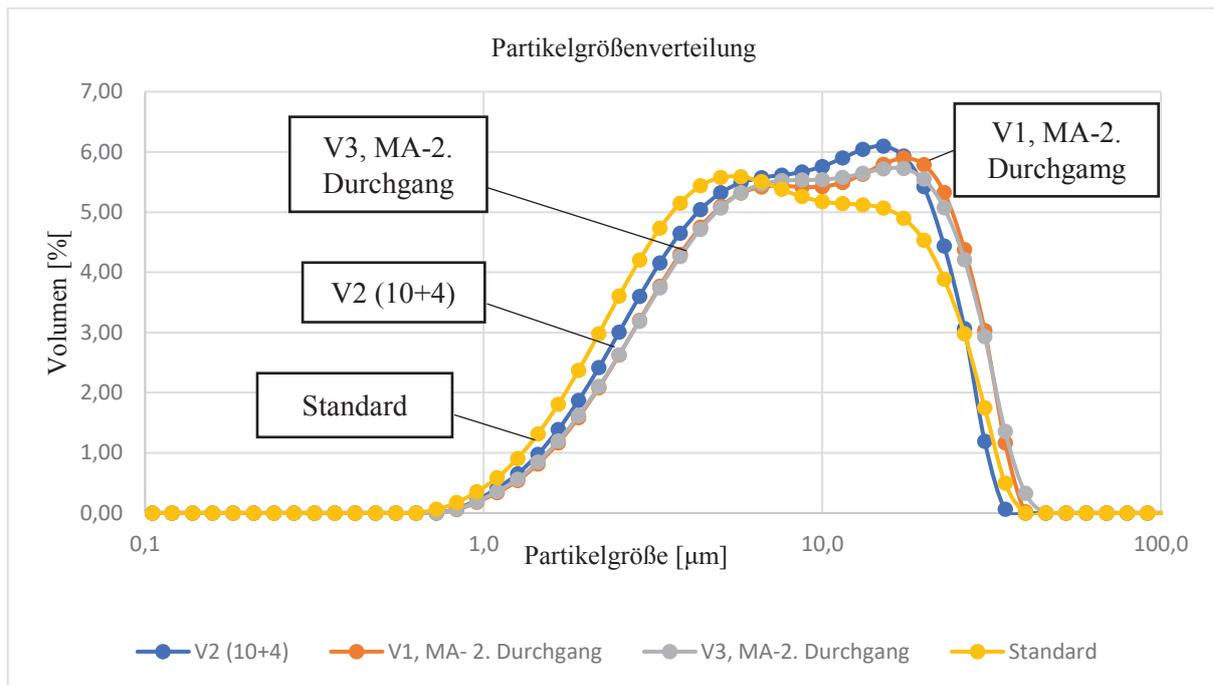


Abbildung 20: Die bimodale Partikelgrößenverteilungen der Endprodukte im Vergleich mit dem Standard HS + MA

## 4.4 Fließeigenschaften

### 4.4.1 Versuche- NB

Die Tabelle 31 zeigt die Vor- und Bestätigungsversuche der Hauptrezeptur in der Hochschule.

Tabelle 31: Fließeigenschaften der Hauptrezeptur mit ihrer Bestätigung- HS

Versuch	CASSON		Schubspannung [Pa]			Scheinbare Viskosität [Pa*s]		
	Fließgrenze	Viskosität	0,05 1/s	5 1/s	40 1/s	0,05 1/s	5 1/s	40 1/s
Standard	6,41 <sup>C</sup>	3,49 <sup>A</sup>	8,40 <sup>D</sup>	45,56 <sup>B</sup>	212,00 <sup>A</sup>	167,93 <sup>D</sup>	9,11 <sup>B</sup>	5,3 <sup>A</sup>
	± 0,34	± 0,18	± 0,85	± 1,17	± 11,60	± 17,01	± 0,33	± 0,29
V1 (10+4)	12,79 <sup>A</sup>	2,36 <sup>B</sup>	13,05 <sup>A</sup>	51,02 <sup>A</sup>	173,53 <sup>B</sup>	260,00 <sup>A</sup>	10,21 <sup>A</sup>	4,34 <sup>B</sup>
	± 0,07	± 0,02	± 0,39	± 0,25	± 1,67	± 8,09	± 0,06	± 0,04
V2 (10+4)	9,75 <sup>B</sup>	2,04 <sup>C</sup>	10,88 <sup>B</sup>	40,85 <sup>C</sup>	147,10 <sup>C</sup>	217,03 <sup>B</sup>	8,17 <sup>C</sup>	3,68 <sup>C</sup>
	± 0,13	± 0,01	± 0,21	± 0,17	± 0,54	± 4,19	± 0,03	± 0,01
V2,1 (10+4)	9,92 <sup>B</sup>	2,09 <sup>C</sup>	11,25 <sup>C</sup>	40,92 <sup>C</sup>	148,10 <sup>C</sup>	223,97 <sup>C</sup>	8,19 <sup>C</sup>	3,71 <sup>C</sup>
	± 0,09	± 0,01	± 0,19	± 0,18	± 0,83	± 4,09	± 0,03	± 0,02

Exponenten Indizes A, B, C, D, E, F beschreiben durch Gruppenbildung die signifikanten Unterschiede zwischen den Mittelwerten der Proben nach dem Tukey Test (HSD) bei Irrtumswahrscheinlichkeit  $\alpha=0,0001$

Anhand der Tabelle 31 ist zu erkennen, dass der V2 (10+4) die niedrigste Casson-Viskosität aller Schokoladenproben aufweist. Seine Fließgrenze ist deutlich niedriger als der V1 (10+4). Dies ist auf die verringerte Lecithin- Zugabe von 0,6 % auf 0,4% gegenüber den Vorversuchen zurückzuführen.

V2 (10+4) und V2,1 (10+4) weisen einen sehr ähnlichen Verlauf auf (Abbildung 21). Aber V2,1 (10+4) ist aufgrund der geänderten Kugelgröße mit den anderen Versuchen kaum vergleichbar. Die Mahldauern bis zum Erreichen der gewünschten Partikelgröße sind relativ lang (etwa 3,30 h) im Vergleich mit den anderen Versuchen. D.h. die kleineren Versuchskugeln haben keinen positiven Einfluss auf die Fließeigenschaften des Produkts. In der Abbildung 21 sind die Fließkurven der Hauptrezeptur mit ihrer Bestätigung dargestellt.

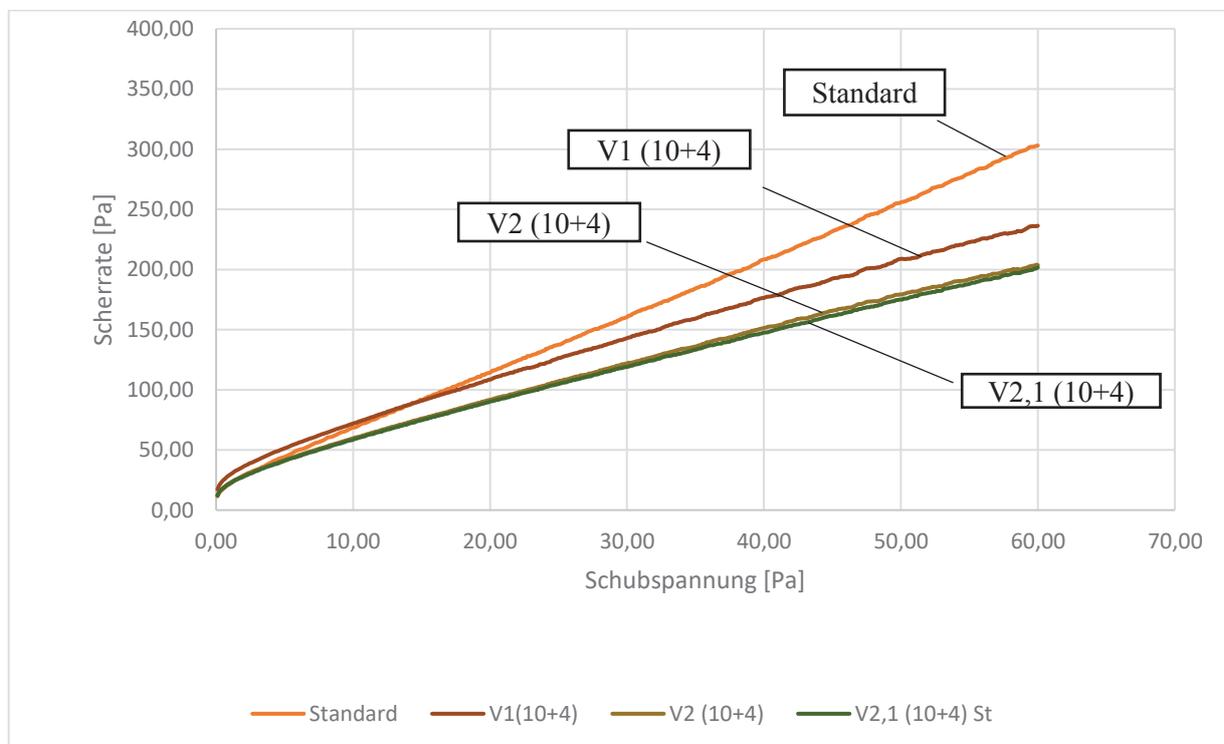


Abbildung 21: Fließkurven der Hauptrezeptur mit ihrer Bestätigung- HS

#### 4.4.2 Versuche MA

Die Fließeigenschaften der Versuche in Mannheim sind in der Tabelle 32 dargestellt.

Tabelle 32: Fließeigenschaften der Versuche- MA

Versuch	CASSON		Schubspannung [Pa]			Scheinbare Viskosität [Pa*s]		
	Fließgrenze	Viskosität	0,05 1/s	5 1/s	40 1/s	0,05 1/s	5 1/s	40 1/s
Standard	6,41 <sup>C</sup>	3,49 <sup>C</sup>	8,40 <sup>BC</sup>	45,56 <sup>C</sup>	212,00 <sup>C</sup>	167,93 <sup>B</sup>	9,11 <sup>C</sup>	5,3 <sup>C</sup>
	± 0,34	± 0,18	± 0,85	± 1,17	± 11,60	± 17,01	± 0,33	± 0,29
V1, MA-2. Durchgang	5,30 <sup>D</sup>	2,51 <sup>D</sup>	7,45 <sup>D</sup>	32,95 <sup>E</sup>	152,93 <sup>E</sup>	149,47 <sup>C</sup>	6,59 <sup>E</sup>	3,82 <sup>E</sup>
	± 001	± 0,01	± 0,11	± 0,15	± 0,89	± 2,40	± 0,03	± 0,02
V3, MA-2. Durchgang	6,59 <sup>BC</sup>	3,36 <sup>C</sup>	8,52 <sup>B</sup>	43,71 <sup>D</sup>	199,57 <sup>D</sup>	169,07 <sup>B</sup>	8,74 <sup>D</sup>	4,99 <sup>D</sup>
	± 0,01	± 0,02	± 0,31	± 0,33	± 1,41	± 7,51	± 0,07	± 0,03
V2, MA-2. Durchgang	6,80 <sup>B</sup>	4,98 <sup>A</sup>	8,19 <sup>C</sup>	59,03 <sup>A</sup>	267,23 <sup>A</sup>	164,03 <sup>B</sup>	11,82 <sup>A</sup>	6,68 <sup>A</sup>
	± 0,21	± 0,05	± 0,29	± 0,35	± 3,50	± 5,75	± 0,07	± 0,09
V2, MA-3. Durchgang	8,35 <sup>A</sup>	4,22 <sup>B</sup>	10,12 <sup>A</sup>	55,6 <sup>B</sup>	243,43 <sup>B</sup>	203,40 <sup>A</sup>	11,12 <sup>B</sup>	6,09 <sup>B</sup>
	± 0,05	± 0,06	± 0,32	± 0,45	± 3,27	± 3,76	± 0,09	± 0,08

Exponenten Indizes A, B, C, D, E, F beschreiben durch Gruppenbildung die signifikanten Unterschiede zwischen den Mittelwerten der Proben nach dem Tukey Test (HSD) bei Irrtumswahrscheinlichkeit  $\alpha=0,0001$

Aufgrund der unterschiedlichen Prozessparametern der Versuche in MA könnte es der Grund dafür sein, dass am Ende bei V2, MA-3. Durchgang höhere Werte für die Fließgrenze sowie die Viskosität erzielt werden. Außerdem war die Scala der Drehzahl der Wirbelkammer für drei Durchgänge unterschiedlich (siehe Kapitel 4.2.2, Seite 67) sowie die Lecithin-Zugabe, damit es für alle drei Durchgänge ausreichend sein.

Anhand der Abbildung 22 sieht man, dass V2 abweicht, da er mit anderen Versuchsparametern wie Kakaobutter, Lecithin- Zugabe stattgefunden hat (siehe Tabelle 10, Seite 47). V1, MA-2. Durchgang zeigt niedrigsten Werte aller Versuche. Insgesamt sind alle Fließgrenzen im Vergleich zum Standard sowie langjähriger Erfahrung in der Arbeitsgruppe relativ niedrig.

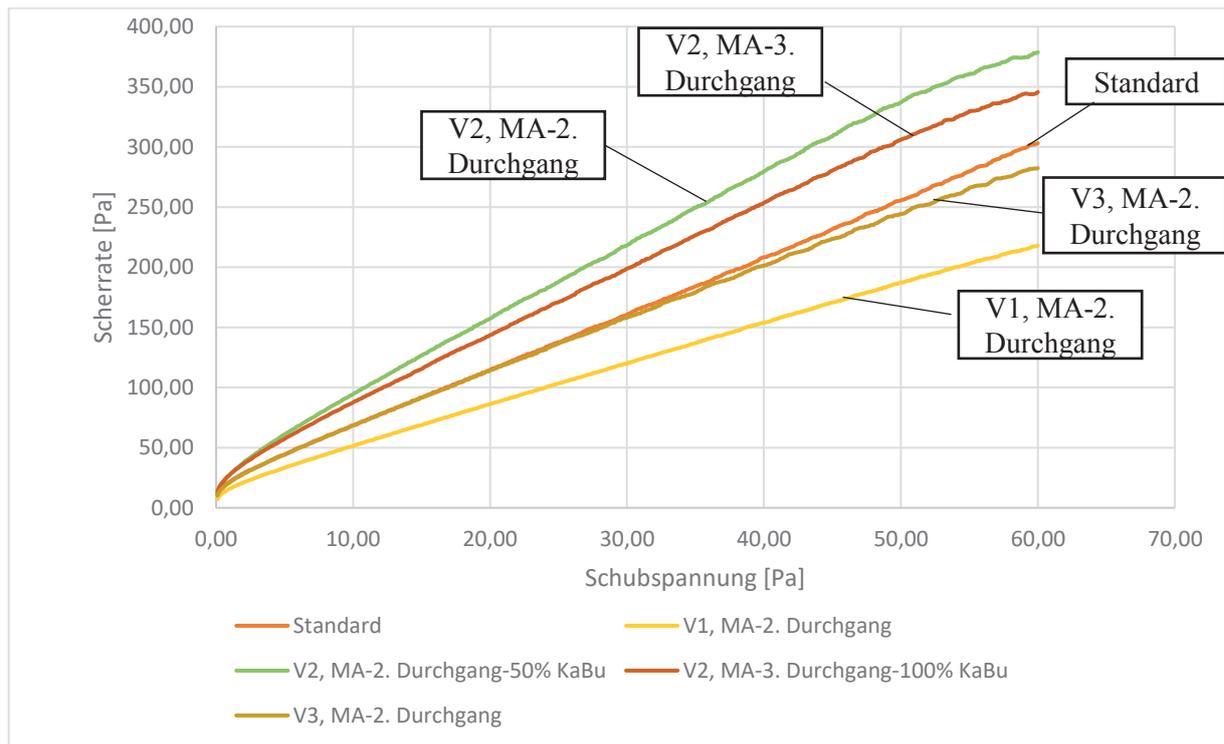


Abbildung 22: Fließkurven aller Schokoladenproben- MA

#### 4.4.3 Vergleich aller Endprodukte (NB + MA)

Die Daten der rheologischen Parameter der Endprodukte sind in Tabelle 33 und die entsprechenden Fließkurven in Abbildung 23 dargestellt.

Tabelle 33: Ergebnisse der rheologischen Eigenschaften der vergleichbaren Endprodukte einschließlich der Standardabweichung- HS + MA

Versuch	CASSON		Schubspannung [Pa]			Scheinbare Viskosität [Pa*s]		
	Fließgrenze	Viskosität	0,05 1/s	5 1/s	40 1/s	0,05 1/s	5 1/s	40 1/s
Standard	6,41 <sup>C</sup>	3,49 <sup>A</sup>	8,40 <sup>B</sup>	45,56 <sup>A</sup>	212,00 <sup>A</sup>	167,93 <sup>B</sup>	9,11 <sup>A</sup>	5,3 <sup>A</sup>
	± 0,34	± 0,18	± 0,85	± 1,17	± 11,60	± 17,01	± 0,33	± 0,29
V2(10+4)	9,75 <sup>A</sup>	2,04 <sup>C</sup>	10,88 <sup>A</sup>	40,85 <sup>C</sup>	147,10 <sup>D</sup>	217,03 <sup>A</sup>	8,17 <sup>C</sup>	3,68 <sup>D</sup>
	± 0,13	± 0,01	± 0,21	± 0,17	± 0,54	± 4,19	± 0,03	± 0,01
V1, MA-2. Durchgang	5,30 <sup>D</sup>	2,51 <sup>B</sup>	7,45 <sup>C</sup>	32,95 <sup>D</sup>	152,93 <sup>C</sup>	149,47 <sup>C</sup>	6,59 <sup>D</sup>	3,82 <sup>C</sup>
	± 001	± 0,01	± 0,11	± 0,15	± 0,89	± 2,40	± 0,03	± 0,02
V3, MA-2. Durchgang	6,59 <sup>B</sup>	3,36 <sup>A</sup>	8,52 <sup>B</sup>	43,71 <sup>B</sup>	199,57 <sup>B</sup>	169,07 <sup>B</sup>	8,74 <sup>B</sup>	4,99 <sup>B</sup>
	± 0,01	± 0,02	± 0,31	± 0,33	± 1,41	± 7,51	± 0,07	± 0,03

Exponenten Indizes A, B, C, D, E, F beschreiben durch Gruppenbildung die signifikanten Unterschiede zwischen den Mittelwerten der Proben nach dem Tukey Test (HSD) bei Irrtumswahrscheinlichkeit  $\alpha=0,0001$

Die Schokoladen werden mit unterschiedlichen Conchierdauer sowie Herstellprozesse hergestellt. Das kann zu unterschiedlichen Fließeigenschaften der Schokoladenmassen führen. Der Versuch V2 (10+4) weist die niedrigste Grenzviskosität aller Versuchen auf. Der Versuch V1, MA-2. Durchgang weist die besseren Fließgrenzen aller Versuche bzw. bessere Fließeigenschaften als der Standard auf. Er hat von allen Schokoladen die niedrigste spezifische Oberfläche (siehe Kapitel 4.3.3, Seite 77). Außerdem beträgt die Conchierzeit hier 100 Min mit vollständiger KaBu-Zugabe (siehe Tabelle 10, Seite 47). Das könnte der Grund dafür sein.

Allerdings sieht man anhand der Abbildung 23, dass der V2 (10+4) die niedrigste Fließkurve aller Schokoladenprodukte aufweist. Hier beobachtet man den Verlauf der Kurve, man sieht den Einfluss der kleinen Partikeln. V3, MA-2. Durchgang wird mit verkürzter Conchierzeit (70 Min) mit vollständiger KaBu-Zugabe durchgeführt. Die Fließeigenschaften sind fast gleich wie der Standard, sogar seine Casson- Viskosität ist etwas niedriger als der Standard (siehe Tabelle 32, Seite 80). Die Fließgrenze bei den Versuchen in MA sind mit ca. der halben Conchierzeit im Vergleich mit den Versuchen in NB am niedrigsten. Der Grund dafür könnte das große Volumen bei der Conche sein, sodass das Produkt mehr Platz zum Bewegen hat und die Öffnung der Conche größer ist. Infolgedessen wird mehr Feuchte abgedampft. Es ist zu erkennen, dass der Standard nicht die höchste Fließgrenze besitzt, sondern Schokolade V2 (10+4). Diese weist die zweithöchste spezifische Oberfläche auf und hat von allen Schokoladenproben die niedrigsten Werte für  $d(0,9)$  (siehe Tabelle 30, Seite 77).

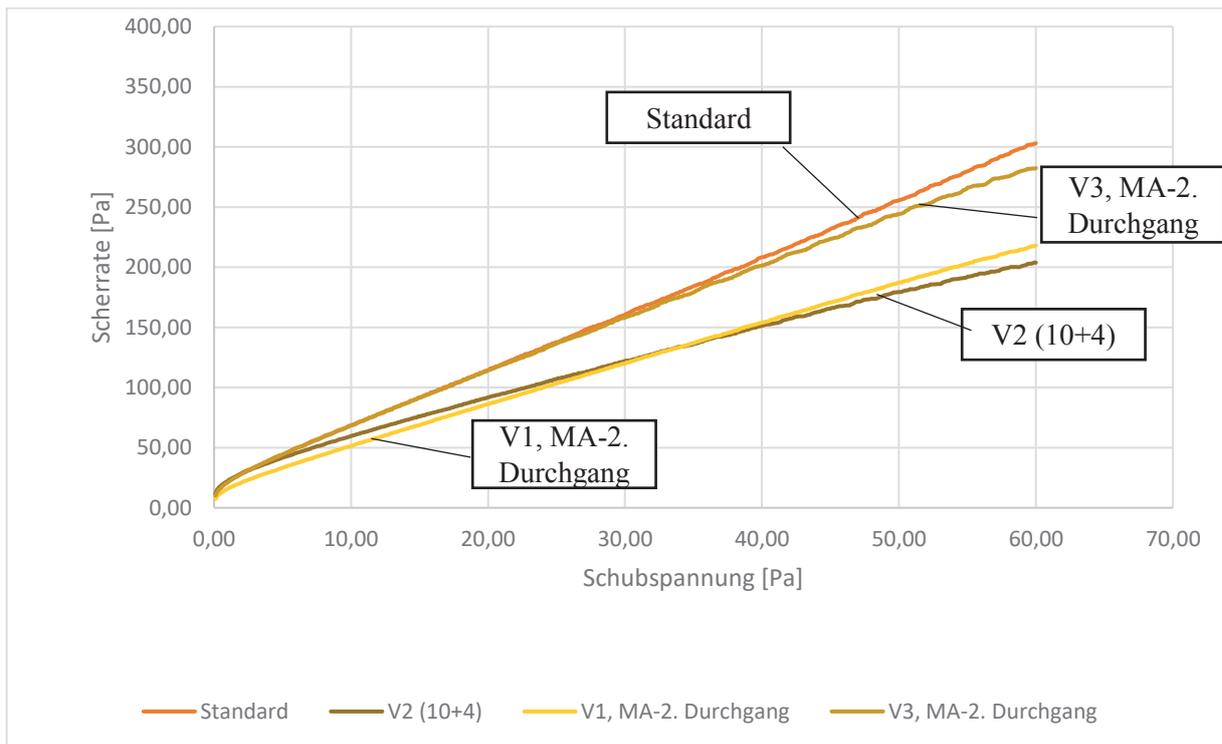


Abbildung 23: Fließkurven aller vergleichbare d(0,9)- Werte der Endprodukte- HS + MA

#### 4.5 Sensorik

Die Prüfung der der Endprodukte wurde von einem geschulten und ungeschulten Panel von 38 Personen durchgeführt. Die geschulten Personen hatten während des Studiums eine Sensorik-Ausbildung erhalten. Es wird von dem Panel verlangt, dass sie auf den Geschmack und die Textur achten müssen. Die ausgewerteten Daten sind in Tabelle 34 dargestellt.

Tabelle 34: Auswertung des Dreiecks-Tests der Endprodukte

Versuch	Anzahl- Prüfer	Abweichende Stichprobe "Richtig" identifiziert		
		Quantität	%	Sign.
V1, MA-2. Durchgang	38	21	55,27	**
V3, MA-2. Durchgang	38	21	55,27	**

( $\alpha=0,05$ ) \* = signifikant, ( $\alpha=0,01$ ) \*\* = hoch signifikant, ( $\alpha=0,001$ ) \*\*\* = sehr hoch signifikant

Die ausgewerteten Daten weisen einen signifikanten Unterschied im Vergleich mit dem Standard bzw. dem Original auf.

Verschiedene Fließigenschaften der Schokoladenproben (siehe Tabelle 32, Seite 80) könnten den Geschmack bzw. das Mundgefühl beeinflussen. Die Partikelgröße der hergestellten Schokoladen ist um etwa 1 - 3  $\mu\text{m}$  höher im Vergleich zum Standard. Die Tabelle 35 zeigt eine Übersicht über die Art der Beschreibung.

Tabelle 35: Übersicht der Häufigkeitsverteilung der Beschreibungen

<b>Art der Beschreibung</b>	<b>V1, MA- 2. Durchgang</b>	<b>V3, MA-2. Durchgang</b>
Nussiger	3	2
Weniger nussig	4	4
Schokoladiger	1	-
Weniger Kakao	1	3
Süßiger	4	2
Weniger süß	2	2
Grober	3	1
Weniger cremig	3	1
Weicher	4	2
Härter	2	1
Würziger	1	1

Der Standard wird mehrmals als cremig, nussig mit intensiverem Nachgeschmack beschrieben. Eine Schokolade, deren maximale Partikelgröße bei 20  $\mu\text{m}$  liegt, wird als cremiger in Geschmack und Textur wahrgenommen, als eine Schokolade mit einer maximalen Partikelgröße von 30  $\mu\text{m}$  (Afoakwa et al., 2007; Römisch, 2012).

Die Versuchsschokoladen werden weicher als der Standard beschrieben. Das kann an der unterschiedlichen Temperier- Methode liegen, sodass der Standard mit Impfkristalle temperiert wird, während die Versuchsschokoladen mittels des Temperiergeräts kontrolliert werden.

Die Versuchsschokoladen werden süßer als der Standard beschrieben. Das kann auf niedrigere Viskositäten im Vergleich mit dem Standard zurückgeführt werden. „Die niedrigen Viskositäten sorgen für ein angenehmes Mundgefühl und verstärken die Intensität der wahrgenommenen Süße“ (Strasser, 2018). Das sieht man auch aus der Tabelle 35, dass die Häufigkeit der Süße-Beschreibung bei V1, MA- 2. Durchgang größer als V3, MA-2. Durchgang. Da der V1, MA- 2. Durchgang niedrigere Viskosität als der V3, MA-2. Durchgang besitzt (siehe Tabelle 32, Seite 80). Bei den V1, MA- 2. Durchgang und V3, MA-2. Durchgang werden die Schokoladenproben als würzig oder Weihnachtskekse beschrieben.

## 4.6 Energieverbrauch (NB + MA)

### Energieverbrauch- NB

In der Schokoladenproduktion hat der Energieverbrauch einen wichtigen wirtschaftlichen Aspekt. Daher wird die Leistungsaufnahme der Conche und der Kugelmühle mit Hilfe des Stromzählers aufgenommen. Die Tabellen 36 und 37 stellen die Energieaufnahme dar, die sich aus der Differenz der abgelesenen Stromzählerwerte am Anfang und am Ende der verschiedenen Prozesse während der Herstellung der Schokoladen in der Hochschule ergibt. Die Energieaufnahme aller Prozesse wird spezifisch bezogen auf KWh/Kg berechnet.

Tabelle 36: Zeit & Energieverbrauch aller Versuche während des Conchierprozesses- HS

<b>Grobconchieren</b>						
<b>Versuch</b>						
-	V1 (8+2)	V2 (8+2)	V1 (10+4)	V1 (12+4)	V2 (10+4)	V2,1 (10+4)
<b>Masse [Kg]</b>	15	15	15	15	15	15
<b>Zeit [min]</b>	235	290	220	230	270	295
<b>KWh</b>	5,60	6,75	5,30	5,10	5,75	7,18
<b>KWh/kg</b>	0,373	0,450	0,353	0,340	0,383	0,479

Tabelle 37: Zeit & Energieverbrauch aller Versuche während des Mahlvorgangs- HS

<b>Kugelmühle</b>						
<b>Versuch</b>						
-	V1 (8+2)	V2 (8+2)	V1 (10+4)	V1 (12+4)	V2 (10+4)	V2,1 (10+4)
<b>Masse [Kg]</b>	13,78	14,00	14,48	14,50	13,65	13,00
<b>Zeit [min]</b>	75	75	105	75	75	210
<b>KWh</b>	2,470	2,040	3,049	1,955	2,600	3,960
<b>KWh/kg</b>	0,179	0,146	0,211	0,135	0,190	0,305

Aufgrund der unterschiedlichen Conchierzeit sind nicht alle Werte mit einander vergleichbar. Bei dem Conchieren sind die Versuche V1 (8+2), V1 (10+4) und V1 (12+4) gut zu vergleichen. Bei den Mahl Versuche sind alle Werte mit einander vergleichbar. Außer dem Versuch V1 (10+4) und V2,1 (10+4). Erwähnenswert ist, dass der V1 (10+4) nicht ständig für 105 Min zerkleinerte, da eine Messung der Partikelgröße bei der Laserbeugungsspektrometer nötig war. Die 105 Min bezieht sich auf die echte Zerkleinerungszeit ohne Unterbrechung für eine Messung. Deswegen

wird bei diesem Versuch mehr Zeit benötigt bzw. Energieaufnahme aufgezeichnet. Die Werte der Leistungsaufnahme des V2,1 (10+4) unterscheiden sich von den anderen Versuchen. Dieser Versuch wurde mit anderen Mahlkugeln (4,5+2,8 mm) durchgeführt. Somit war eine längere Vermahlungszeit benötigt. Daher lässt er sich mit den anderen nicht vergleichen. Um zu prüfen, ob die Werte reproduzierbar sind, müssen die Versuche unter gleichen Bedingungen durchgeführt werden und die Leistungsaufnahmen erneut verrechnet werden.

Die Tabelle 38 zeigt die Totale Energieaufnahme von KM- Zerkleinerung und dem Conchieren aller durchgeführten Versuche in der Hochschule.

Tabelle 38: Energieverbrauch aller Versuche während des Conchierprozesses und der KM- Zerkleinerung- HS

<b>Total</b>						
<b>Versuch</b>						
-	V1 (8+2)	V2 (8+2)	V1 (10+4)	V1 (12+4)	V2 (10+4)	V2,1 (10+4)
<b>Zeit [min]</b>	310	365	325	305	345	505
<b>KWh</b>	8,070	8,790	8,349	7,055	8,350	11,140
<b>KWh/kg</b>	0,552	0,596	0,564	0,475	0,573	0,784

### **Energieverbrauch- MA**

Die Tabelle 39 stellt die Energieaufnahme des Conchierens aller Ansätze in Mannheim dar. Es wird anhand einer Graphik während dem Conchieren die Leistung des Motors aufgezeichnet. Die Energieaufnahme liegt während des Conchierens bei ca. 2,1 kW (siehe Anlagen 18 - 23, Seite 116-118). Hierbei ist vielleicht noch zu erwähnen, dass im Laufe der Conchierzeit eine leichte Abnahmetendenz der Leistung zu erkennen ist.

Tabelle 39: Zeit & Energieverbrauch aller Versuche während des Conchierprozesses- MA

<b>Grobconchieren</b>						
<b>Versuch</b>						
-	V1-1. Az	V1-2. Az	V2-1. Az	V2-2. Az	V3-1. Az	V3-2. Az
<b>Masse [Kg]</b>	130	130	130	130	130	130
<b>Zeit [min]</b>	98	101	100	100	70	70
<b>Zeit [h]</b>	1,633	1,683	1,666	1,666	1,166	1,166
<b>Feuchtigkeit</b>	0,39	0,78	1,22	0,60	0,89	1,15
<b>KW</b>	2,1	2,1	2,1	2,1	2,1	2,1
<b>KWh</b>	3,43	3,53	3,49	3,49	2,44	2,44
<b>KWh/kg</b>	0,026	0,027	0,027	0,027	0,019	0,019

Wenn man die Tabelle 39 betrachtet, bemerkt man, dass die Werte bei V3 deutlich niedriger als V1 und V2. Der Grund dafür ist die verkürzten Conchierzeit von 70 Min.

Die Leistung der Kugelmühle wird in % ermittelt (siehe Kapitel 4.2.2, Seite 67) und berechnet zu KWh/Kg. So dass 100 % = 45 KW. Die Tabelle 40 stellt die Zeit und Energieverbrauch aller Versuche in MA während des Mahlvorgangs

Tabelle 40: Zeit & Energieverbrauch aller Versuche während des Mahlvorgangs- MA

<b>Kugelmühle</b>					
<b>Versuch</b>	<b>Masse [Kg]</b>	<b>Zeit [Min]</b>	<b>KW</b>	<b>KWh</b>	<b>KWh/Kg</b>
V1. 1. Durchgang	200,0	55	6,58	6,02	0,030
V1. 2. Durchgang	169,5	50	8,39	6,99	0,041
V1. Total	-	105	-	13,01	0,071
V2. 1. Durchgang	240,0	57	7,07	6,72	0,028
V2. 2. Durchgang	178,2	49	7,14	5,83	0,033
V2. 3. Durchgang	140,0	25	6,33	2,63	0,019
V2. Total	-	131	-	15,18	0,052
V3. 1. Durchgang	253,0	66	6,19	6,81	0,027
V3. 2. Durchgang	203,1	53	9,49	8,38	0,041
V3. Total	-	119	-	15,19	0,068

Anhand der Tabelle 40 ist zu erkennen, dass die Werte der Energieaufnahme bezogen auf KWh/Kg im Vergleich mit der Werte in der Hochschule deutlich niedrig sind.

Die Tabelle 41 zeigt der Totale Energieaufnahme von KM- Zerkleinerung und dem Conchieren aller durchgeführten Versuche in Mannheim.

Tabelle 41: Total Energieverbrauch aller Versuche während des Conchierprozesses und der KM-Zerkleinerung- MA

<b>Total</b>			
<b>Versuch</b>			
-	V1-MA	V2-MA	V3-MA
<b>Zeit [min]</b>	304	331	259
<b>KW</b>	19,17	24,74	19,88
<b>KWh</b>	19,97	22,16	20,07
<b>KWh/kg</b>	0,124	0,106	0,106

Die Werte von 0,106 KWh/Kg scheinen ebenfalls niedrig zu sein und somit günstig. Die Energie-Werte hängen von Versuchsbedingungen ab, wie z. B. Der Conchier- Dauer, der Zeit und der Drehzahl des Motors während des Mahlvorgangs. Um reproduzierbare Ergebnisse zu bekommen, müssen die Versuche unter gleichen Bedingungen durchgeführt werden und die Leistungsaufnahmen erneut verrechnet werden.

Im Vergleich mit Burk (2016) war der Gesamtverbrauch des Dreiwalzwerkes und der Conche bezogen auf die gesamte Produktmasse von 15 Kg etwa. 0,63 KWh/Kg. Das heißt, dass Grobconchierverfahren mittels Conche und Kugelmühle im Vergleich mit unseren Laborwerte bezogen auf KWh/Kg sowohl in der Hochschule (siehe Tabelle 38, Seite 86) als auch in Mannheim (Tabelle 41) günstiger bzw. sparsamer ist als die Konventionelle Herstellungsmethode. Es ist zu erwähnen, dass bei den Versuchen von Burk einen anderen Fettgehalt und ein anderes Produkt es gab. Die Tabelle 42 stellt die Energieaufnahme bei der Arbeit von Burk (2016).

Tabelle 42: Energieverbrauch der Dreiwalzwerk und der Conche von Burk (2016)

Versuch	Maschine	Verbrauch [KWh]	Verbrauch [KWh/Kg]
KM 2	Dreiwalzwerk	1,2	0,08
KM 2	Conche (WK+Mischer)	8,2	0,55
Total	-	9,4	0,63

#### 4.7 Restfeuchtebestimmung mittels Seesand

Es wird während der Vorbereitung der Proben eine Schwankung der Waage beobachtet. Die Tabelle 43 zeigt die Endfeuchte der Endprodukte mit dem Standard.

Tabelle 43: Restfeuchtigkeit der Endprodukte

Probe	Restfeuchtigkeit (%)	Mittelwert (%)
1. Standard	0,450	0,504
2. Standard	0,557	± 0,054
1. V2 (10+4) -HS	0,300	0,302
2. V2 (10+4) -HS	0,304	± 0,002
1. V1, MA- 2. Durchgang	0,207	0,216
2. V1, MA- 2. Durchgang	0,225	± 0,009
1. V3, MA- 2. Durchgang	0,357	0,329
2. V3, MA- 2. Durchgang	0,300	± 0,029

Die Ergebnisse der Endproduktsfeuchtigkeit zeigen, dass alle Schokoladen geringere Feuchtegehalt als 0,6 % zeigen. Die Schokoladenproben haben unterschiedliche Restfeuchten, das ist auf verschiedene Herstellverfahren oder Parameter zurückzuführen. Der Standard besitzt die höchst Feuchte. Im Allgemeinen besitzen alle Schokoladen eine geringe Feuchtigkeit von weniger als 0,6 %. Jedoch führt ein Wassergehalt in der Schokoladenmasse unter 0,6 % zu keiner extra Veredelung der Fließigenschaften, da hier nur das gebundene Wasser existiert. Somit wäre die Verkürzung der Conchierzeit möglich.

## 5 Diskussion und Ausblick

Es werden bei den Versuchen in Mannheim und einige Versuche in der Hochschule eine bimodale Partikelgrößenverteilung erzielt, was alle Studienarbeiten bei der KM- Zerkleinerung in der Hochschule noch nicht erreichen. So erreichten zum Beispiel (Feldkeller, 2014; Kos, 2018; Strasser, 2018) nur breite monomodale Partikelgrößenverteilungen. Üblicherweise wird eine bimodale Partikelgrößenverteilung nur erzielt, wenn das Walzverfahren verwendet wird (Bolenz et al., 2010; Bolenz, Manske, 2013; Bolenz et al., 2014a).

Ein möglicher Grund für die Erzielung der bimodalen Partikelgrößenverteilung bei den Versuchen in der Hochschule ist die kontinuierliche Zerkleinerung während des Mahlvorgangs ohne die Zerkleinerung wegen einer Messung zu unterbrechen. So weiß man, wie viel Zeit benötigt wird, bis die gewünschte Partikelgröße erreicht wird. Das Beispiel am Versuch V1 (10+4) lässt sich die Vermutung erklären. Die Masse bei V1 (10+4) wird wegen einer Messung bei Laserbeugungsspektrometer unterbrechend zerkleinert. Infolgedessen bewirkt zu einer monomodale Partikelgrößenverteilung. Im Gegensatz zum Versuch V2 (10+4), die Zerkleinerung erfolgt kontinuierlich bzw. ohne Unterbrechung. Infolgedessen bewirkt zu einer bimodale Partikelgrößenverteilung (siehe Kapitel 4.1.3, Seite 61 und Kapitel 4.3.1, Seite 74). Einen weiteren Grund könnte der sehr hohen Fettgehalt sein, aber das erklärt der Unterschiede nicht, da alle Versuche desselben Fettgehaltes haben. Als Hypothese wird vermutet, dass die Unterschiede der Partikelgrößenverteilungen auf den Einfluss der Versuchsbedingungen bzw. Unterschiedliche lange Zerkleinerungszeit wegen Probenahme- Messung zurückzuführen ist.

Es ist zu empfehlen, bei den Versuchen in der Hochschule die Kugelmühle wie in Mannheim im Batchbetrieb durchführen lassen, da so eine bessere Verteilung der Feinanteil im Gegensatz zu Kreislauf erzielt werden könnten. D. h, mit der KM- Zerkleinerung unter bestimmten Parametern bzw. Bedingungen, die optimale Partikelgrößenverteilung sowie Fließeigenschaften erzielt werden können.

V2,1 (10+4) wird mit kleineren Versuchskugeln (4,5+2,8 mm) durchgeführt, um zu überprüfen, ob die Fließeigenschaften etwas besser werden. Die Ergebnisse sind wertfrei (siehe Kapitel 4.3.1, Seite 74). D.h. die kleinere Versuchskugeln haben keinen positiven Einfluss auf Fließeigenschaften des Produkts (siehe Kapitel 4.4.1, Seite 78).

Bei den hergestellten Schokoladen in Mannheim wird bei dem V1, MA-2. Durchgang niedrigere Viskosität und Fließgrenze bzw. bessere Fließeigenschaften als der Standard erzielt. V3, MA-2. Durchgang erfolgt mit verkürzter Conchierzeit. Daher waren die Fließeigenschaften im Vergleich

mit dem Standard fast gleich. Die Zugabe von Kakaobutter bei dem V2 wird auf zweimal geteilt. So dass einen Teil während des Conchierens und einen Teil während der Zerkleinerung zugegeben werden. Sowie die Zugabe von Lecithin auf drei Durchgänge geteilt wird (siehe Tabelle 10, Seite 47). Die Fließeigenschaften sind nach drei Durchgänge höher als der Standard (siehe Kapitel 4.4.2, Seite 80).

Die Rheologie hat bei der Herstellung von Schokoladen einen großen Einfluss, nicht nur auf die Fließeigenschaften sondern auch auf den Geschmack. Die Schokoladen, die niedrigere Viskositäten besitzen, sind wegen des angenehmeren Mundgefühls beliebter (Bolenz et al., 2000; Kos, 2018). Daher ist für Sensorik eine Beliebtheitsprüfung zu empfehlen. Die wahrgenommene Süße wird bei den Versuchsschokoladen wegen der niedrigeren Viskositäten intensiver als der Standard beschrieben (siehe Kapitel 4.5, Seite 83). Um reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten, muss die Untersuchung mit mehr Personen wiederholt werden. Da die Viskositäten beim Ersatz des VMP durch MMP+BF niedriger sein dürfen (Scheruhn et al., 2000), sollten die Versuche mit VMP wiederhergestellt werden.

Der Geschmack wird mit längeren Conchierzeiten etwas beeinflusst, so dass das Produkt mit abnehmendem Wassergehalt aromatischer wird. Geschmackentwicklung wird mit der Conchierzeit beeinträchtigt. Das ist mindestens der Fall bei den Versuchsschokoladen. Der Standard wird oft als nussiger bzw. aromatischer als die hergestellten Produkte beschrieben (siehe Kapitel 4.5, Seite 83). Eine mögliche Erklärung hierfür wäre, dass der Wassergehalt die Verantwortung dafür trägt, da nicht alle Informationen über die Rezeptur bekanntgegeben sind.

Die Versuche in der Hochschule nahmen sehr lange Conchierzeiten in Anspruch. Der Grund dafür ist, dass die Feuchtigkeitsmessung mit ungenauem Schnellfeuchtemesser erfolgt. Die Conchierzeit kann jedoch aufgrund der ausgewertete Feuchtigkeitsergebnisse verkürzt werden (siehe Kapitel 4.7, Seite 89). Jedoch beweisen die Ergebnisse, dass die Fließeigenschaften bei den Versuchen in Mannheim trotz die verkürzten Conchierzeit gute Werte so wie der Standard zeigen (siehe Kapitel 4.4.2, Seite 80). Dementsprechend wird damit die Hypothese gefördert. Daher ist es zu empfehlen, die Conchierzeit abgesehen von der Schnellfeuchtemessung zu verkürzen.

In Bezug auf die Zugabe von Lecithin wurde festgestellt, dass mit verringerter Lecithin Menge eine niedrigere Casson-Fließgrenze erzielt werden kann. So scheint bei einem Fettgehalt von 35 % eine Lecithin Menge von 0,4 % ausreichend zu sein.

Die Energie- Werte in Mannheim weisen niedrigere Werte als die Werte in der Hochschule auf, z. B. Bei den Versuch V2 (10+4) in der Hochschule ist der Energieverbrauch der Conche 0,383

KWh/Kg, während bei dem Versuch V2 in Mannheim mit 0,027 KWh/K viel niedriger ist. Die Conchierdauer in der Hochschule ist mehr als doppelt so lange wie in Mannheim. Unter Berücksichtigung, dass das kleine Gerät mehr Verluste hat, bei V2,1 (10+4) ist der Energieverbrauch aufgrund der längeren Mahldauer (3,30 h) höher (siehe Kapitel 4.6, Seite 85).

Bei der Betrachtung des Stromverbrauches konnte festgestellt werden, dass die große Produktion viel günstiger als die kleine ist. Das heißt auch, dass der Batchbetrieb ist viel günstiger als der Kreislauf. Es ist anhand des Beispiels der Berechnung der Verweilzeit an 75 Min als gesamte Vermahlzeit bei den kontinuierlichen Verfahren nachvollziehbar. Die Mühle läuft nur 45 Min als echte Vermahlzeit (siehe Kapitel 3.3.1.2, Seite 39). In Betrachtung, dass die große Mühle mehr Energie hat.

## 6 Zusammenfassung

Diese Masterarbeit wird in der Kooperation mit Firma Lipp GmbH in Mannheim gefertigt. Die Masterarbeit hat das Ziel, eine extra feine hochwertige Milkschokolade nach dem Grobconchierverfahren zu herstellen. Es sollte möglichst gleiche Partikelgrößenverteilung und somit gleiche oder bessere Fließigenschaften erzielt werden. Hierzu werden auf Basis der Zutaten und der Nährwertinformation des Originalprodukts verschiedenen Schokoladen mit unterschiedlichen Rezepturen bei gleichbleibendem Fettgehalt entwickelt und hergestellt. Anhand der Messungen der Partikelgrößenverteilung, Rheologie und eines Sensorischen Tests als Unterscheidungsprüfung für den hergestellten Schokoladenprodukte wird eine Rezeptur festgelegt und angewendet als Hauptrezeptur.

Es werden in dieser Arbeit insgesamt neun Versuche durchgeführt, vier Vorversuche und fünf Hauptversuche. Aus den Vorversuchen werden noch drei Schokoladen durch Mischen der Schokoladenmassen gewonnen. Somit sechs Schokoladen gegen das Original verkostet werden.

Ein Teil der Versuche wird in Mannheim durchgeführt und ein Teil in der Hochschule. Die Vorversuche erfolgen im Technikum der Hochschule, während die Hauptversuche bzw. Bestätigungsversuche zwei in der Hochschule und drei in Mannheim produziert werden.

Die Versuche in der Hochschule sollten mittels KM- Zerkleinerung im Kreislauf durchgeführt, während der Versuche in Mannheim im Batchbetrieb erfolgen sollten.

Die Ergebnisse erwiesen, dass mit dem Batchbetrieb bessere Partikelgrößenverteilung erzielt werden. So dass zu bimodaler Partikelgrößenverteilung führt. Welche bei kontinuierliche KM-Zerkleinerung in der Hochschule noch nicht realisiert wird. Es wird bei den durchgeführten Versuchen in der Hochschule auch eine bimodale Partikelgrößenverteilung erzielt. Ein möglicher Grund dafür könnte die kontinuierliche Zerkleinerung der Masse ohne Unterbrechung sein.

Die Ziel-Partikelgröße von ca. 22-23  $\mu\text{m}$  wurde in der Hochschule erreicht. Bei den Versuchen in Mannheim konnten wir während der Vermahlung keine genaue Messung durchführen, um die genaue Partikelgröße zu bestimmen. Deshalb weichen die Partikelgrößen der Schokoladen 1-3  $\mu\text{m}$  ab.

Die Versuchsschokoladen weisen im Allgemeinen besseren Fließigenschaften im Vergleich mit dem Standard auf. Es wird bei den Schokoladen, die in der Hochschule hergestellt werden, niedrigere Casson-Viskositäten als der Standard festgestellt. Wobei die Casson-Fließgrenze etwas

höher sind. Durch Verringerung von Lecithin- Zugabe von 0,6 % auf 0,4% wird niedrigere Fließgrenze erzielt.

Es wird zwei Unterschiedsprüfung durchgeführt. Die erste ist für die Festlegung der Rezeptur. Die zweite ist für die Erkennung des Geschmacks- und die Texturunterschiede zwischen der Endprodukte und dem Standard.

Aufgrund der unterschiedlichen Fließverhalten der Schokoladenproben sowie dem Ersatz des VMP durch MMP+BF konnten in der Unterschiedsprüfung signifikante Unterschiede in Bezug auf den Geschmack und die Textur festgestellt werden. Die wahrgenommene Süße wird bei Versuchsschokoladen wegen der niedrigeren Viskositäten intensiver als der Standard beschrieben.

Alle Ziele dieser Arbeit werden unter Verwendung des Grobconchierverfahren erreicht. Es wird anhand der Ergebnisse sogar bessere physikalische Eigenschaften erzielt.

Es wurde bewiesen, dass mit diesem Verfahren eine niedrige Feuchtigkeit der Schokoladenprodukte erzielt wurde, was sich in der Qualität der physiologischen Eigenschaften positiv widerspiegelt.

Es wurde aus dieser Wissenschaftliche Arbeit bewiesen, dass man mit diesem Verfahren auch sehr gute, sehr feine hochwertige Schokolade produzieren kann. Dies ist ein gutes Argument für die Anwendung dieses Verfahrens bei allen Herstellern.

Aus wirtschaftlichem Aspekt wurde auch anhand der Ergebnisse der Energieaufnahme bewiesen, dass die Werte des Energieverbrauchs mit großer Produktion deutlich niedriger sind als bei kleiner Produktion.

## 7 Literaturverzeichnis

- Afoakwa, E.O.; Paterson, A.; Fowler, M.: Factors influencing rheological and textural qualities in chocolate –a review. *Trends in Food Science and Technology* 18:290-298, 2007
- Atkinson, A.C.; Donev, A.N.: *Optimum experimental designs*. Oxford University Press. New York, 1992
- Beckett, S.T.: *Industrial Chocolate Manufacture and Use*. 3. Auflage. Malden: Blackwell, 1999
- Beckett, S.T.: *Industrial chocolate, manufacture and use*. 4rd Edition. Oxford: Blackwell Science, 2009
- Beckett, S.T.: *The science of chocolate*. 2nd Edition. Cambridge: RSC Publishing, 2008
- Beske, C.: *Anwendung neuartiger Produktionsmethoden auf die handelsübliche Schokolade x. 2. Studienarbeit*. Hochschule Neubrandenburg, 2010
- Bolenz, S.; Kutschke E.; Lipp, E.: Using extra dry milk ingredients for accelerated conching of milk chocolate. *European Food Research and Technology*: 2008
- Bolenz, S.: *Alternative Herstellung heller Schokoladen nach dem Grobconchierverfahren mittels Wirbelkammer-Conche und Kugelmühle*. Praktikumsversuch Schokolade Teil 7. Hochschule Neubrandenburg, 2018
- Bolenz, S.: *Chocolate mass an overview on current and alternative processing technologies*. Bürkert Fluid Control Systems. *New Food*, Volume 17, Issue 5. Ingelfingen, 2014
- Bolenz, S.: *Süßwaren und Getränke, Anleitung und Aufgabenstellung zum Praktikumsversuch 5: Schokolade Teil 2: Conchieren, Temperieren und Abtafeln*. Hochschule Neubrandenburg, 2008
- Bolenz, S.: *Süßwaren und Getränke, Anleitung und Aufgabenstellung zum Praktikumsversuch*. Hochschule Neubrandenburg, 2017
- Bolenz, S.; Holm, M.; Langkrär, Ch.: Improving particle size distribution and flow properties of milk chocolate produced by ball mill and blending. *European Food Research and Technology* 238:139-147. Doi:10.1007/s00217-013-2094-7, 2014a

Bolenz, S.; Kutschke, E.; Lipp, E.: Using extra dry milk ingredients for accelerated conching of milk chocolate. *European Food Research and Technology* 227:1677–1685. DOI 10.1007/s00217-008-0893-z, 2008

Bolenz, S.; Manske, A.: Impact of fat content during grinding on particle size distribution and flow properties of milk chocolate. *European Food Research and Technology* 236:863-872. Doi:10.1007/s00217-013-1944-7, 2013

Bolenz, S.; Manske, A.; Langer M.: Improvement of process parameters and evaluation of milk chocolates made by the new coarse conching process. *European Food Research and Technology* 238:863 874. Doi:10.1007/s00217-014-2165-4, 2014b

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

Bolenz, S.; Meier, J.; Schäpe, R.: Milkschokoladen in Deutschland: Parameter, die die Verbraucherakzeptanz beeinflussen. Teil 2, *Zucker- und Süßwarenwirtschaft*, 2000

Bolenz, S.; Thiessenhusen, T.; Schaepe, R.: Fast conching for milk chocolate. *European Food Research and Technology* 218:62-67. DOI 10.1007/s00217-003-0790-4, 2003b

Bolenz, S.; Thiessenhusen, T.; Schäpe, R.: Influence of milk components on properties and consumer acceptance of milk chocolate. *European Food Research and Technology* 216: 28-33. DOI 10.1007/s00217-002-0636-5, 2003a

Bolenz, S.; Tischer, T.: Measuring shear stress at lowest possible shear rates in a rotary viscosimeter and improving viscosity determination of fat suspensions, e.g. chocolates. *International Journal of Food Science and Technology*, 2013

Bundesrepublik Deutschland: Verordnung über Kakao- und Schokoladenerzeugnisse, 2003

DIN EN ISO 8589:2014-10: Sensorische Analyse - Allgemeiner Leitfaden für die Gestaltung von Prüfräumen. Beuth, 2014

DIN ISO 4120:2005-04: Sensory analysis - Methodology – Triangle test. Berlin: Beuth, 2007

Do T-A.L.; 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

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

Fröleke, H.; Sebastian, K.; Fehnker, U.: Einführung in die Ernährungslehre. 14. Auflage. Neustadt: Umschau Buchverlag, 2018

Grohs, L.: Vergleich verschiedener Temperiertechniken für kleine Mengen Schokolade 2. Studienarbeit. Hochschule Neubrandenburg, 2019

Hayani, B.: Technologische und ernährungsphysiologische Aspekte von Milkschokolade mit Traubenkernen. Masterprojekt. HS Neubrandenburg, 2018

Helmholz, D.: Anwendung des Grobconchiervfahrens auf dunkle Schokolade mit unterschiedlichen Kakaopulver- und Kakaomassenanteilen, sowie variierenden Conchierzeiten. Bachelorarbeit. Hochschule Neubrandenburg, 2014

Heseker, H.; Heseker, B.: Die Nährwerttabelle. 4. Auflage. Neustadt: Umschau Buchverlag, 2016/2017

Heseker, H.; Heseker, B.: Nährstoffe in Lebensmitteln. 4. Auflage. Wiesbaden: Umschau Zeitschriftverlag, 2013

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

Holm, M.: Mischen von Schokoladenmassen aus konventionellen und alternativen Zerkleinerungsprozessen. Bachelorarbeit. Hochschule Neubrandenburg, 2010

Kaiser, R.: Alternative Herstellung dunkler Schokolade unter Verwendung unterschiedlicher Kakaopulveranteile in der Rezeptur. 2. Studienarbeit. Hochschule Neubrandenburg, 2014

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

Kos, J.: Masterthesis: Herstellung von Schokolade mit Traubentrester unter Nutzung des Grobconchiervfahrens, Hochschule Neubrandenburg, 2018

- Leipner, M.: Should we use Fraunhofer or Mie theory to measure particle size distribution of heterogeneous samples by laser diffraction? Master project. Hochschule Neubrandenburg, 2012
- Lipp, E.; Bolenz, S.; Manske, A.: Verfahren zur Herstellung einer Schokoladenmasse sowie Vorrichtung hierfür. Patent EP 2 446 748 B1, 2011
- Löffler, M.: Partikelmesstechnik. In: Optische Sensorik. Wiesbaden: Vieweg+Teubner | Springer, 2012
- Nentwig, K.: Coarse Conched Grape Pomace Chocolate: technological, nutritional and health aspects of polyphenols, grape seed oil and fibre. Master Projekt. Hochschule Neubrandenburg, 2017
- Römisch, J.: Physikalische und sensorische Eigenschaften von Schokoladen unterschiedlicher Herstellungsmethoden. Masterthesis. Hochschule Neubrandenburg, 2012
- Scheruhn, E.: Einfluss ausgewählter Milchpulvercharakteristika auf die rheologischen Eigenschaften von kakaobutterhaltigen Suspensionen von Typ Milkschokolade. Berlin, 2000
- Scheruhn, E.; Franke, K.; Tscheuschner, H.-D.: Einfluss der Milchpulverart auf das Verarbeitungsverhalten und die Fließeigenschaften von Milkschokoladenmasse. Teil 1 – Anmischen der Rohstoffe und Fließeigenschaften der conchierten Schokoladenmasse. Teil 2 – Merkmale des Milchpulvers beeinflussen die Viskosität. Zucker- und Süßwarenwirtschaft, 2000
- Schinko, C.: Anwendung des Grobconchier-Verfahrens zur Herstellung von Zartbitterschokolade. Bachelorarbeit. Hochschule Neubrandenburg, 2012
- Servais, C.; Roberts, I.; Jones, R.: The influence of particle size distribution on the processing of food. Journal of Food Engineering. Bd. Volume 51, 2002
- Strasser, M.: Optimierung einer Milkschokoladenrezeptur mit den Lebensmittelzusätzen Inulin und Traubentrester. Bachelorarbeit. Hochschule Neubrandenburg, 2018
- Ternes, W.: Naturwissenschaftliche Grundlagen der Lebensmittelzubereitung. 3. Auflage. Hamburg: Behr's, 2008
- Tscheuschner, H.- D.: Grundzüge der Lebensmitteltechnik. 4. Aufl. Hamburg: Behr's, 2017
- Tscheuschner, H.- D.; Linke, L.: Aromaentwicklung beim Conchieren, Süßwaren, 1998

Ziegler, G.; Danzl, W.: Fließverhalten von Schokoladenmassen. Freisingen: Fraunhofer Institut für Verfahrenstechnik und Verpackung, 2012

Ziegler, G. R.; Mongia, G.; & Hollender, R.: The role of particle size distribution of suspended solids in defining the sensory properties of milk chocolate. International Journal of Food Properties. Volume 4, Issue 2, 353-370, 2001

### **Internetquellen**

<https://www.optris.de/was-ist-infrarot-temperaturmessung>; Zugriff am 16. April 2019

<https://infrarotthermometer-test.de/>; Zugriff am 16. April 2019

[https://www.google.com/search?q=Funktion+eines+Infrarot-Thermometers&rlz=1C1CHBF\\_deDE787DE787&source=lnms&tbn=isch&sa=X&ved=0ahUKewiViM\\_A3NzhAhVmyqYKHRUCBscQ\\_AUIDygC&biw=1600&bih=789#imgdii=oSCVnfuq0Mse3M:&imgcr=6mlRQp1c6Y\\_O-M](https://www.google.com/search?q=Funktion+eines+Infrarot-Thermometers&rlz=1C1CHBF_deDE787DE787&source=lnms&tbn=isch&sa=X&ved=0ahUKewiViM_A3NzhAhVmyqYKHRUCBscQ_AUIDygC&biw=1600&bih=789#imgdii=oSCVnfuq0Mse3M:&imgcr=6mlRQp1c6Y_O-M;); Zugriff am 19. April 2019

## 8 Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Nährwertinformation des Zielprodukts .....	25
Tabelle 2: Rezepturenübersicht .....	28
Tabelle 3: Weitere hergestellte Rezepturen .....	29
Tabelle 4: Übersicht zur TM- und Fettberechnung der Rezeptur am Beispiel 10+4 .....	29
Tabelle 5: Übersicht zur TM- und Fettberechnung der Rezeptur am Beispiel 8+2 .....	30
Tabelle 6: Übersicht zur TM- und Fettberechnung der Rezeptur am Beispiel 12+4 .....	30
Tabelle 7: Verwendete Rohstoffe und deren Hersteller .....	34
Tabelle 8: Verwendete Maschinen und deren Hersteller .....	35
Tabelle 9: Abmessungen der einzelnen Anlagenteile und der Kugelmühle zur Berechnung der Verweilzeit der Schokoladenmasse in der Kugelmühle.....	40
Tabelle 10: Conchier-Dauer, Kakaobutter und Lecithin Zugabe aller Versuche- MA .....	47
Tabelle 11: Lecithin- Zugabe & Mahlkugeln aller Versuche in HS + MA.....	48
Tabelle 12: Messpunktaufnahme bei definierten Scherraten nach Bolenz und Tischer (2013)....	54
Tabelle 13: Versuchsanordnung und Vorstellung der Proben der Vorversuche des Prüfungsmustern (1) in der Dreiecksprüfung.....	56
Tabelle 14: Versuchsanordnung und Vorstellung der Proben der Vorversuche des Prüfungsmustern (2) in der Dreiecksprüfung.....	57
Tabelle 15: Versuchsanordnung und Vorstellung der Proben der Endprodukte in der Dreiecksprüfung.....	57
Tabelle 16: Nährwertinformation aller Schokoladensorten .....	60
Tabelle 17: Ergebnisse der Partikelgrößenanalyse der Versuche einschließlich der Standardabweichung im Vergleich mit dem Standard- HS .....	61
Tabelle 18: Ergebnisse der rheologischen Eigenschaften der Vorversuche einschließlich der Standardabweichung- HS .....	63
Tabelle 19: Auswertung des Dreiecks-Tests der Versuche zur Rezepturentwicklung .....	65
Tabelle 20: Übersicht der Häufigkeitsverteilung der Beschreibungen .....	65
Tabelle 21: Zeit, Drehzahl, Leistung, Produkttemperatur und Kommentare des zweiten Durchgangs des Versuchs 3 .....	68
Tabelle 22: Zeit, Drehzahl, Leistung, Produkttemperatur und Kommentare des zweiten Durchgangs des Versuchs 1 .....	69
Tabelle 23: Zeit, Drehzahl, Leistung, Produkttemperatur und Kommentare des ersten Durchgangs des Versuchs 2 .....	70

Tabelle 24: Zeit, Drehzahl, Leistung, Produkttemperatur und Kommentare des zweiten Durchgangs des Versuchs 2 .....	71
Tabelle 25: Zeit, Drehzahl, Leistung, Produkttemperatur und Kommentare des dritten Durchgangs des Versuchs 2 .....	72
Tabelle 26: Zeit, Drehzahl, Leistung, Produkttemperatur und Kommentare des ersten Durchgangs des Versuchs 3 .....	73
Tabelle 27: Zeit, Drehzahl, Leistung, Produkttemperatur und Kommentare des zweiten Durchgangs des Versuch 3 .....	74
Tabelle 28: Partikelgrößenverteilung der Hauptrezeptur mit ihrer Bestätigung- HS.....	74
Tabelle 29: Partikelgrößenverteilung der Versuche- MA .....	76
Tabelle 30: Ergebnisse der Partikelgrößenanalyse der vergleichbaren Endprodukte einschließlich der Standardabweichung im Vergleich mit dem Standard- HS + MA.....	77
Tabelle 31: Fließeigenschaften der Hauptrezeptur mit ihrer Bestätigung- HS .....	78
Tabelle 32: Fließeigenschaften der Versuche- MA.....	80
Tabelle 33: Ergebnisse der rheologischen Eigenschaften der vergleichbaren Endprodukte einschließlich der Standardabweichung- HS + MA .....	81
Tabelle 34: Auswertung des Dreiecks-Tests der Endprodukte .....	83
Tabelle 35: Übersicht der Häufigkeitsverteilung der Beschreibungen .....	84
Tabelle 36: Zeit & Energieverbrauch aller Versuche während des Conchierprozesses- HS .....	85
Tabelle 37: Zeit & Energieverbrauch aller Versuche während des Mahlvorgangs- HS .....	85
Tabelle 38: Energieverbrauch aller Versuche während des Conchierprozesses und der KM-Zerkleinerung- HS.....	86
Tabelle 39: Zeit & Energieverbrauch aller Versuche während des Conchierprozesses- MA.....	87
Tabelle 40: Zeit & Energieverbrauch aller Versuche während des Mahlvorgangs- MA.....	87
Tabelle 41: Total Energieverbrauch aller Versuche während des Conchierprozesses und der KM-Zerkleinerung- MA .....	88
Tabelle 42: Energieverbrauch der Dreiwalzwerk und der Conche von Burk (2016).....	89
Tabelle 43: Restfeuchtigkeit der Endprodukte.....	89

## 9 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Conche der Firma Lipp Mischtechnik .....	15
Abbildung 2: Wirbelkammer a (Conche IMC- E30 mit Scherzone und –Verzahnung), b (Schematische Produktförderung mit Scherzone) (Fa. Lipp Mischtechnik GmbH) .....	15
Abbildung 3: Schematische Darstellung der Rührwerk-Kugelmühle IMP 5 der Firma Lipp Mischtechnik .....	16
Abbildung 4: Verschiedene Arten von Partikelgrößenverteilungen (Beckett 2009) .....	21
Abbildung 5: Schematische Darstellung verschiedener Partikelgrößenverteilungen (Beckett 2008).....	22
Abbildung 6: Messprinzip des Laserbeugungsspektrometers (Löffler, 2012).....	23
Abbildung 7: Funktion eines Infrarot- Thermometers (Optris, 2019) .....	24
Abbildung 8: Fließschema mit wichtigen Parametern des Grobconchierversfahrens- HS .....	37
Abbildung 9: Fließschema mit wichtigen Parametern des Grobconchierversfahrens- MA .....	43
Abbildung 10: Conche IMC- E315 der Firma Lipp Mischtechnik a (Vorderseite), b (Seitenansicht mit Wirbelkammer) .....	44
Abbildung 11: a. Kugelmühle IMP 30 der Firma Lipp Mischtechnik. b. Heizbänder rund um die Mühle .....	46
Abbildung 12: Verwendete Saatkristallen.....	50
Abbildung 13: Minitemper der Firma Sollich.....	51
Abbildung 14: Aufbau der Bügelmessschraube (Kos, 2018).....	52
Abbildung 15: Schematische Darstellung eines Rotationsviskosimeters (Boede, 2013) .....	55
Abbildung 16: Partikelgrößenverteilung der Versuche im Vergleich mit dem Standard- HS.....	62
Abbildung 17: Fließkurven aller Vorversuche- HS .....	64
Abbildung 18: Entfernen des blockierten Produkts mit den Kugeln .....	67
Abbildung 19: Partikelgrößenverteilungen der Hauptrezeptur mit ihrer Bestätigung im Vergleich mit dem Standard- HS .....	75
Abbildung 20: Die bimodale Partikelgrößenverteilungen der Endprodukte im Vergleich mit dem Standard HS + MA .....	78
Abbildung 21: Fließkurven der Hauptrezeptur mit ihrer Bestätigung- HS .....	79
Abbildung 22: Fließkurven aller Schokoladenproben- MA.....	81
Abbildung 23: Fließkurven aller vergleichbare $d(0,9)$ - Werte der Endprodukte- HS + MA.....	83

## 10 Verzeichnis der Anlagen

Anlage 1: Mashinendaten der Kugelmühle IMP 5 .....	105
Anlage 2: Zeit, Feuchtigkeit und Partikelgrößen im Ablauf der Versuche- HS .....	106
Anlage 3: Produkt- Temperatur sowie feuchte während des Conchieren- MA .....	107
Anlage 4: Drehzahl, Partikelgrößen aller Versuche- MA .....	108
Anlage 5: Bimodale Partikelgrößenverteilung an Beispiel V1, 2. Durchgang-MA im Vergleich mit dem Standard .....	108
Anlage 6: Bimodale Partikelgrößenverteilung an Beispiel V3, 2. Durchgang-MA im Vergleich mit dem Standard .....	109
Anlage 7: Bimodale Partikelgrößenverteilung des Endprodukts-HS im Vergleich mit dem Standard.....	109
Anlage 8: Partikelgrößenanalysen aller Versuchen mit dem Standard .....	110
Anlage 9: Rheologische Eigenschaften aller Versuchen mit dem Standard .....	111
Anlage 10: Partikelgrößen nach dem ersten Durchgang-MA .....	112
Anlage 11: Fließeigenschaften nach dem ersten Durchgang-MA .....	112
Anlage 12: Conche und Wirbelkammer der Firma Lipp Mischtechnik (IMC- E 30).....	113
Anlage 13: Messanlage der Laserbeugungsspektrometer Mastersizer 2000 der Firma Malvern Instruments .....	113
Anlage 14: Messanlage des Rotationsviskosimeters MC 100 und der Auswertungssoftware Rheolab UDS 200 der Firma Physica .....	114
Anlage 15: Rütteltisch VT 5/6 der Firma Netter Vibrationstechnik .....	114
Anlage 16: Tempermeter E5 der Firma Sollich .....	115
Anlage 17: Temperindex des Versuches a. V1, MA-2. Durchgang. b. V3, MA-2. Durchgang .	115
Anlage 18: Energieaufnahme während des Conchierens am Beispiel V1, Ansatz 1- MA .....	116
Anlage 19: Energieaufnahme während des Conchierens am Beispiel V1, Ansatz 2- MA .....	116
Anlage 20: Energieaufnahme während des Conchierens am Beispiel V2, Ansatz 1- MA .....	117
Anlage 21: Energieaufnahme während des Conchierens am Beispiel V2, Ansatz 2- MA .....	117
Anlage 22: Energieaufnahme während des Conchierens am Beispiel V3, Ansatz 1- MA .....	118
Anlage 23: Energieaufnahme während des Conchierens am Beispiel V3, Ansatz 2- MA .....	118
Anlage 24: Produkttemperatur während des Conchierens am Beispiel V1, Ansatz 1- MA .....	119
Anlage 25: Produkttemperatur während des Conchierens am Beispiel V1, Ansatz 2- MA .....	119
Anlage 26: Produkttemperatur während des Conchierens am Beispiel V2, Ansatz 1- MA .....	120
Anlage 27: Produkttemperatur während des Conchierens am Beispiel V2, Ansatz 2- MA .....	120

Anlage 28: Produkttemperatur während des Conchierens am Beispiel V3, Ansatz 1- MA .....	121
Anlage 29: Produkttemperatur während des Conchierens am Beispiel V3, Ansatz 2- MA .....	121
Anlage 30: Signifikanztabelle- Einfache Dreiecksprüfung.....	122

Der Anhang mit allen ermittelten Rohdaten, Berechnungen und zusammengefassten Ergebnissen ist auf der beiliegenden CD zu finden.



## 4. Maschinendaten

Typ:	IMPACTOR® IMP 5	
Maschine Nr.:	4483	
Baujahr:	2008	
Auftrag - Nr. :	4483	
Aufstellungszeichnung Nr.:	0/06847/0	
Verwendungszweck:	Die Maschine ist vorgesehen für Nass- und Trockenmahlung von Schokolademassen	
Nutzvolumen:	ca. 5 l	
Leergewicht:		
IMPACTOR® auf Grundrahmen	295 kg	
Betreiber:	FH Neubrandenburg	
Abdichtungen		
Welle:	Wellendichtringe Garlock	
Gehäuse:	O-Ringe (NBR hell)	
Elektrische Antriebe		
Motor Hauptantrieb:	5,5 kW	1430 U/min bei 50 Hz, max. erlaubte Einstellung sind 53 Hz
Motorspannung:	400 V	50 Hz
Einschaltung:	Über bauseitigen Frequenzumformer	
Schutzart:	IP55	
Riementrieb IMPACTOR®		
Riemenspannung:	über Exzenter	
Übersetzung:	i = 0,67	
Achsabstand:	407,5 mm	
Drehzahl		
Welle:	ca. 980 U/min bei 50 Hz	

Anlage 1: Maschinendaten der Kugelmühle IMP 5

Anlage 2: Zeit, Feuchtigkeit und Partikelgrößen im Ablauf der Versuche- HS

Versuch	Conche		Kugelmühle	
	Zeit (Min)	Feuchtigkeit (%)	Zeit (Min)	PG (µm)
				BMS
V1 (8+2)	235	0,52	75	23
V2 (8+2)	290	0,51	75	22
V1 (10+4)	220	0,5	105	25
V1 (12+4)	230	0,5	75	33
V2 (10+4)	270	0,53	75	27
V2,1 (10+4) (4+2.mm)	295	0,55	210	32

PG: Partikelgröße

BMS: Bügelmessschraube

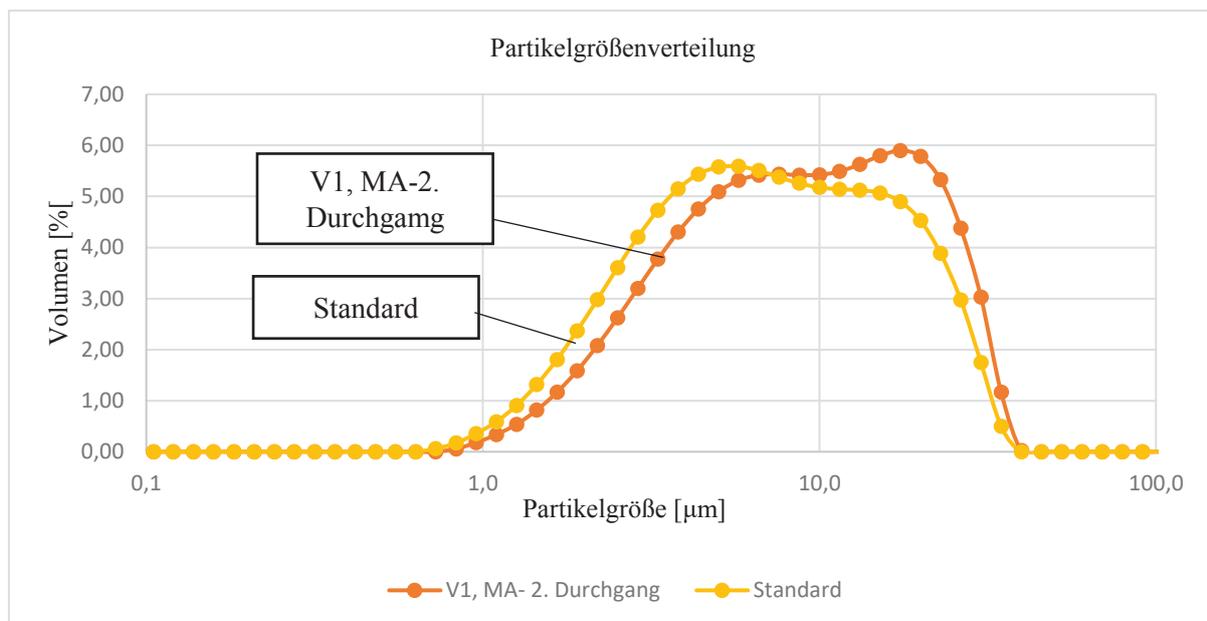
Die Feuchtigkeit- Werte bezieht sich auf die Schnellfeuchtemessung am Ende der pastösen Phase.

Anlage 3: Produkt- Temperatur sowie feuchte während des Conchieren- MA

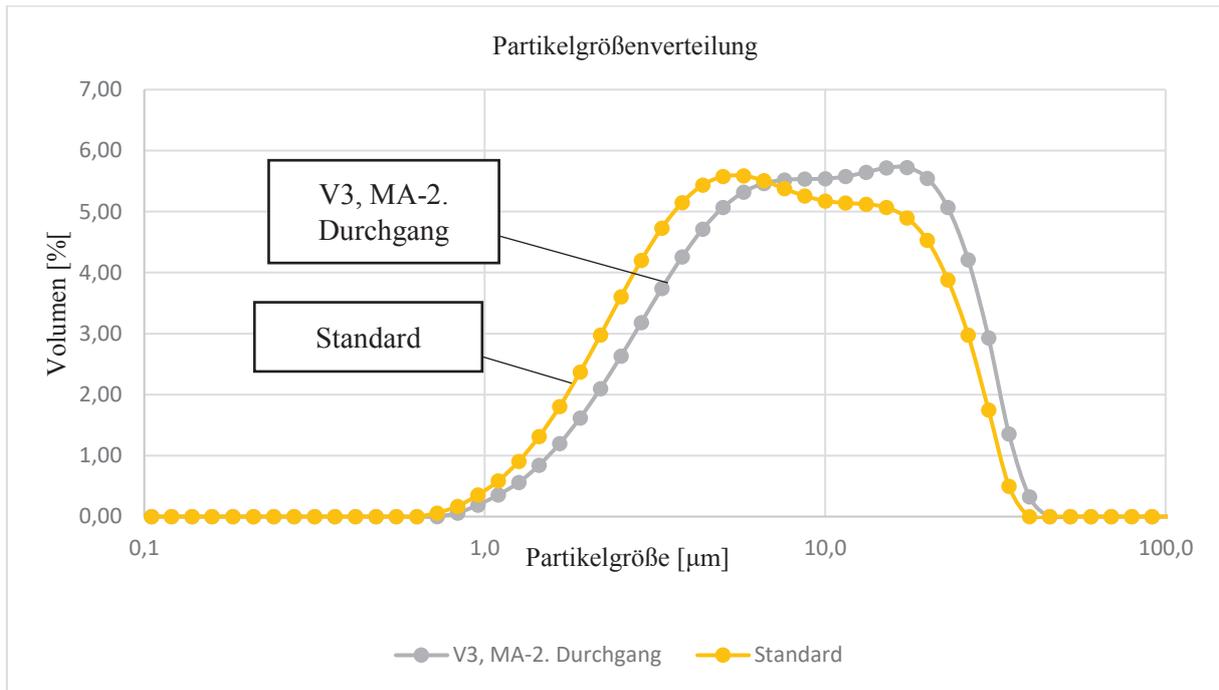
Versuch	V1				V2				V3				
	Az 1 (%)		Az 2 (%)		Az 1 (%)		Az 2 (%)		Az 1 (%)		Az 2 (%)		Pt (°C)
	3.Min	5.Min											
-													-
Anfangsfeuchte	0,69	1,02	1,62	1,3	0,92	1,92	0,4	1,73	0,72	1,43	1,95	1,17	28-30
Nach 30 Min	0,94	-	1,56	1,3	1,41	1,77	1,9	1,33	1,12	1,13	1,83	1,28	71-74
Nach 63 Min	-	-	-	-	1,22	0,92	0,42	1,42	1,26	0,52	0,68	1,62	77-78
Nach 93-98	-	0,39	-	0,78	0,84	1,6	0,52	0,68	-	-	-	-	77-78
Versuchszeit	98 Min		101Min		100 Min				70 Min				67-69

Anlage 4: Drehzahl, Partikelgrößen aller Versuche- MA

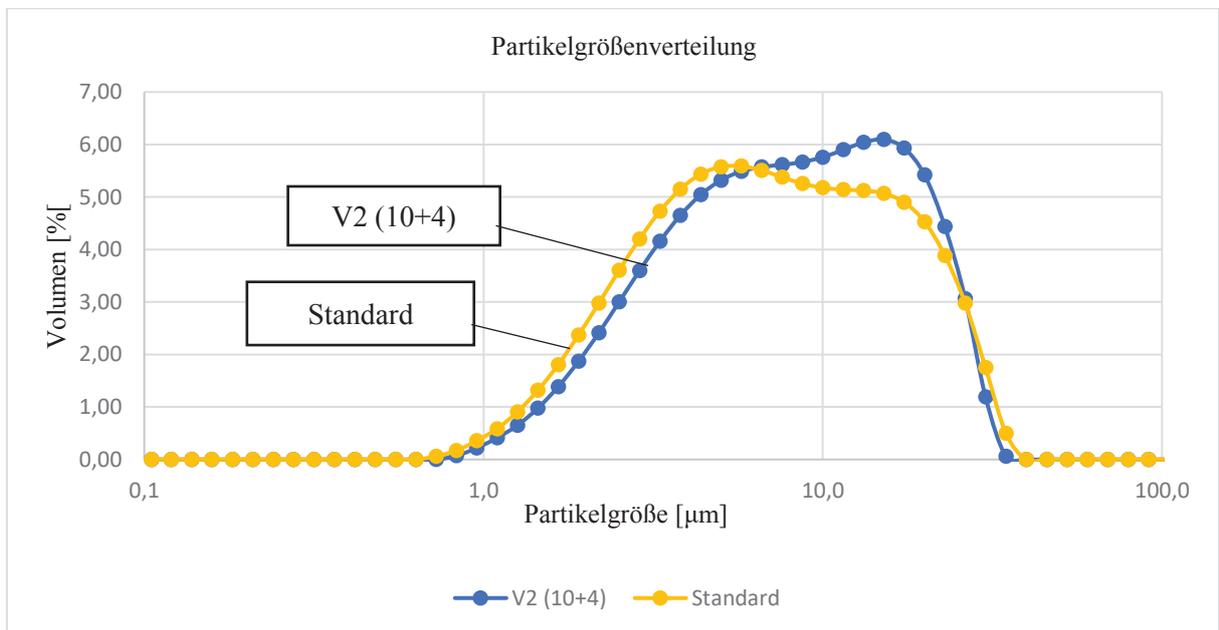
Versuch	Drehzahl	Bügelmessschraube [ $\mu\text{m}$ ]	Laserbeugungsspektrometer [ $\mu\text{m}$ ]
V1, MA-1. Durchgang	200	24-50	30,73
V1, MA-2. Durchgang	280	12	25,287
V2, MA-1. Durchgang	180	30-50	44,63
V2, MA-2. Durchgang	260	13	30,448
V2, MA-3. Durchgang	220	8	25,075
V3, MA-1. Durchgang	200	30-50	41,089
V3, MA-2. Durchgang	280	12	25,517



Anlage 5: Bimodale Partikelgrößenverteilung an Beispiel V1, 2. Durchgang-MA im Vergleich mit dem Standard



Anlage 6: Bimodale Partikelgrößenverteilung an Beispiel V3, 2. Durchgang-MA im Vergleich mit dem Standard



Anlage 7: Bimodale Partikelgrößenverteilung des Endprodukts-HS im Vergleich mit dem Standard

Anlage 8: Partikelgrößenanalysen aller Versuchen mit dem Standard

Versuch	d(0,1)	d(0,5)	d(0,9)	Relative Breite	span	Spez. Oberfläche
Standard	2,46 <sup>G</sup> ±0,09	7,52 <sup>E</sup> ±0,11	22,28 <sup>C</sup> ±0,55	9,08 <sup>B</sup> ±0,38	2,64 <sup>A</sup> ±0,07	1,13 <sup>A</sup> ±0,03
V1 (8+2)	2,72 <sup>EF</sup> ±0,01	8,75 <sup>CD</sup> ±0,09	23,18 <sup>C</sup> ±0,34	8,51 <sup>BCD</sup> ±0,10	2,34 <sup>BCD</sup> ±0,01	1,02 <sup>BC</sup> ±0,01
V2 (8+2)	2,63 <sup>F</sup> ±0,49	8,39 <sup>D</sup> ±0,58	22,42 <sup>C</sup> ±0,12	8,53 <sup>BCD</sup> ±0,38	2,37 <sup>BC</sup> ±0,171	1,06 <sup>B</sup> ±0,05
V1 (10+4)	2,88 <sup>BCD</sup> ±0,10	8,64 <sup>CD</sup> ±0,13	22,28 <sup>C</sup> ±1,18	7,75 <sup>E</sup> ±0,64	2,24 <sup>BCD</sup> ±0,14	0,99 <sup>CDE</sup> ±0,02
V1 (12+4)	2,77 <sup>DEF</sup> ±0,01	8,66 <sup>CD</sup> ±0,07	21,66 <sup>C</sup> ±0,15	7,81 <sup>E</sup> ±0,04	2,18 <sup>D</sup> ±0,01	1,01 <sup>BC</sup> ±0,00
V2 (10+4)	2,76 <sup>DEF</sup> ±0,03	8,62 <sup>D</sup> ±0,16	22,16 <sup>C</sup> ±0,70	8,02 <sup>CDE</sup> ±0,16	2,25 <sup>BCD</sup> ±0,04	1,01 <sup>BC</sup> ±0,01
V2,1 (10+4)	2,80 <sup>CDE</sup> ±0,02	8,73 <sup>CD</sup> ±0,10	22,17 <sup>C</sup> ±0,67	7,91 <sup>DE</sup> ±0,18	2,22 <sup>CD</sup> ±0,05	1,00 <sup>CD</sup> ±0,01
V1, MA-2. Durchgang	2,98 <sup>AB</sup> ±0,11	9,50 <sup>B</sup> ±0,54	25,29 <sup>B</sup> ±0,87	8,50 <sup>BCD</sup> ±0,09	2,35 <sup>BCD</sup> ±0,06	0,93 <sup>FG</sup> ±0,04
V2, MA-2. Durchgang	3,03 <sup>A</sup> ±0,01	10,27 <sup>A</sup> ±0,09	30,45 <sup>A</sup> ±0,42	10,04 <sup>A</sup> ±0,11	2,67 <sup>A</sup> ±0,02	0,89 <sup>G</sup> ±0,00
V2, MA-3. Durchgang	2,90 <sup>ABCD</sup> ±0,04	9,20 <sup>BC</sup> ±0,25	25,08 <sup>B</sup> ±1,41	8,66 <sup>BC±</sup> 0,38	2,41 <sup>B</sup> ±0,08	0,96 <sup>DEF</sup> ±0,02
V3, MA-2. Durchgang	2,95 <sup>ABC</sup> ±0,02	9,43 <sup>B</sup> ±0,12	25,52 <sup>B</sup> ±1,40	8,66 <sup>BC</sup> ±0,43	2,39 <sup>BC</sup> ±0,12	0,94 <sup>EF</sup> ±0,01

Exponenten Indizes A, B, C, D beschreiben durch die Gruppenbildung die signifikanten Unterschiede zwischen den Mittelwerten der Proben nach den Tukey Test (HSD) bei Toleranz  $\alpha=0,0001$

Anlage 9: Rheologische Eigenschaften aller Versuchen mit dem Standard

Versuch	CASSON		Schubspannung [Pa]			Scheinbare Viskosität [Pa*s]		
	Fließgrenze	Viskosität	0,05 1/s	5 1/s	40 1/s	0,05 1/s	5 1/s	40 1/s
Standard	6,41 <sup>F</sup>	3,49 <sup>C</sup>	8,40 <sup>FG</sup>	45,56 <sup>E</sup>	212,00 <sup>C</sup>	167,93 <sup>F</sup>	9,11 <sup>E</sup>	5,30 <sup>C</sup>
	± 0,34	± 0,18	± 0,85	± 1,17	± 11,60	± 17,01	± 0,33	± 0,29
V1 (8+2)	9,77 <sup>C</sup>	1,64 <sup>H</sup>	11,08 <sup>CD</sup>	36,18 <sup>H</sup>	125,67 <sup>I</sup>	221,67 <sup>CD</sup>	7,24 <sup>H</sup>	3,14 <sup>I</sup>
	± 0,11	± 0,02	± 0,25	± 0,28	± 1,35	± 4,64	± 0,05	± 0,03
V2 (8+2)	12,02 <sup>B</sup>	2,19 <sup>F</sup>	12,33 <sup>B</sup>	47,08 <sup>D</sup>	160,27 <sup>F</sup>	245,80 <sup>B</sup>	9,41 <sup>D</sup>	4,01 <sup>F</sup>
	± 0,25	± 0,08	± 0,35	± 1,39	± 4,89	± 6,41	± 0,28	± 0,12
V1 (10+4)	12,79 <sup>A</sup>	2,36 <sup>E</sup>	13,05 <sup>A</sup>	51,02 <sup>C</sup>	173,53 <sup>E</sup>	260,00 <sup>A</sup>	10,21 <sup>C</sup>	4,34 <sup>E</sup>
	± 0,07	± 0,02	± 0,39	± 0,25	± 1,67	± 8,09	± 0,06	± 0,04
V1 (12+4)	9,61 <sup>C</sup>	2,16 <sup>FG</sup>	10,87 <sup>D</sup>	41,24 <sup>G</sup>	152,40 <sup>G</sup>	216,70 <sup>D</sup>	8,25 <sup>G</sup>	3,81 <sup>G</sup>
	± 0,10	± 0,01	± 0,33	± 0,11	± 0,76	± 7,85	± 0,08	± 0,02
V2 (10+4)	9,75 <sup>C</sup>	2,04 <sup>FG</sup>	10,88 <sup>C</sup>	40,85 <sup>G</sup>	147,10 <sup>H</sup>	217,03 <sup>C</sup>	8,17 <sup>G</sup>	3,68 <sup>H</sup>
	± 0,13	± 0,01	± 0,21	± 0,17	± 0,54	± 4,19	± 0,03	± 0,01
V2,1 (10+4)	9,92 <sup>C</sup>	2,09 <sup>G</sup>	11,25 <sup>D</sup>	40,92 <sup>G</sup>	148,10 <sup>H</sup>	223,97 <sup>D</sup>	8,19 <sup>G</sup>	3,71 <sup>H</sup>
	± 0,09	± 0,01	± 0,19	± 0,18	± 0,83	± 4,09	± 0,03	± 0,02
V1, MA-2. Durchgang	5,30 <sup>G</sup>	2,51 <sup>D</sup>	7,45 <sup>H</sup>	32,95 <sup>I</sup>	152,93 <sup>G</sup>	149,47 <sup>G</sup>	6,59 <sup>I</sup>	3,82 <sup>G</sup>
	± 001	± 0,01	± 0,11	± 0,15	± 0,89	± 2,40	± 0,03	± 0,02
V3, MA-2. Durchgang	6,59 <sup>EF</sup>	3,36 <sup>C</sup>	8,52 <sup>F</sup>	43,71 <sup>F</sup>	199,57 <sup>D</sup>	169,07 <sup>F</sup>	8,74 <sup>F</sup>	4,99 <sup>D</sup>
	± 0,01	± 0,02	± 0,31	± 0,33	± 1,41	± 7,51	± 0,07	± 0,03
V2, MA-2. Durchgang	6,80 <sup>E</sup>	4,98 <sup>A</sup>	8,19 <sup>G</sup>	59,03 <sup>A</sup>	267,23 <sup>A</sup>	164,03 <sup>F</sup>	11,82 <sup>A</sup>	6,68 <sup>A</sup>
	± 0,21	± 0,05	± 0,29	± 0,35	± 3,50	± 5,75	± 0,07	± 0,09
V2, MA-3. Durchgang	8,35 <sup>D</sup>	4,22 <sup>B</sup>	10,12 <sup>E</sup>	55,6 <sup>B</sup>	243,43 <sup>B</sup>	203,40 <sup>E</sup>	11,12 <sup>B</sup>	6,09 <sup>B</sup>
	± 0,05	± 0,06	± 0,32	± 0,45	± 3,27	± 3,76	± 0,09	± 0,08

Exponenten Indizes A, B, C, D beschreiben durch die Gruppenbildung die signifikanten Unterschiede zwischen den Mittelwerten der Proben nach den Tukey Test (HSD) bei Toleranz  $\alpha=0,0001$

Anlage 10: Partikelgrößen nach dem ersten Durchgang-MA

Versuch	d(0,1)	d(0,5)	d(0,9)	Relative Breite	span	Spez. Oberfläche
Standard	2,46 ±0,09	7,52 ±0,11	22,28 ±0,55	9,08 ±0,38	2,64 ±0,07	1,13 ±0,03
V1, MA-1. Durchgang	3,09 ±0,07	10,53 ±0,18	30,74 ±2,07	9,96 ±0,83	2,63 ±0,21	0,87 ±0,01
V2, MA-1. Durchgang	3,26 ±0,17	12,6 ±1,16	44,64 ±3,30	13,71 ±0,33	3,29 ±0,06	0,79 ±0,05
V3, MA-1. Durchgang	3,38 ±0,23	12,53 ±1,32	41,11 ±5,17	12,15 ±0,82	3 ±0,08	0,77 ±0,06

Anlage 11: Fließeigenschaften nach dem ersten Durchgang-MA

Versuch	CASSON		Schubspannung [Pa]			Scheinbare Viskosität [Pa*s]		
	Fließgrenze	Viskosität	0,05 1/s	5 1/s	40 1/s	0,05 1/s	5 1/s	40 1/s
Standard	6,41	3,49	8,40	45,56	212,00	167,93	9,11	5,3
	± 0,34	± 0,18	± 0,85	± 1,17	± 11,60	± 17,01	± 0,33	± 0,29
V1, MA.1. Durchgang	2,63	1,97	4,09	22,14	111,17	81,72	4,43	2,78
	± 0,01	± 0,01	± 0,05	± 0,09	± 0,52	± 1,05	± 0,02	± 0,01
V2, MA-1. Durchgang	7,07	9,44	9,03	103,53	473,87	181,77	20,68	11,85
	±2,76	± 0,20	± 3,22	±16,48	± 24,53	± 66,44	± 3,27	± 0,61
V3, MA-1. Durchgang	3,83	4,47	5,26	45,99	229,43	104,79	9,2	5,73
	± 0,25	± 0,09	± 0,37	± 1,18	± 5,44	± 7,78	± 0,24	± 0,13



Anlage 12: Conche und Wirbelkammer der Firma Lipp Mischtechnik (IMC- E 30)



Anlage 13: Messanlage der Laserbeugungsspektrometer Mastersizer 2000 der Firma Malvern Instruments



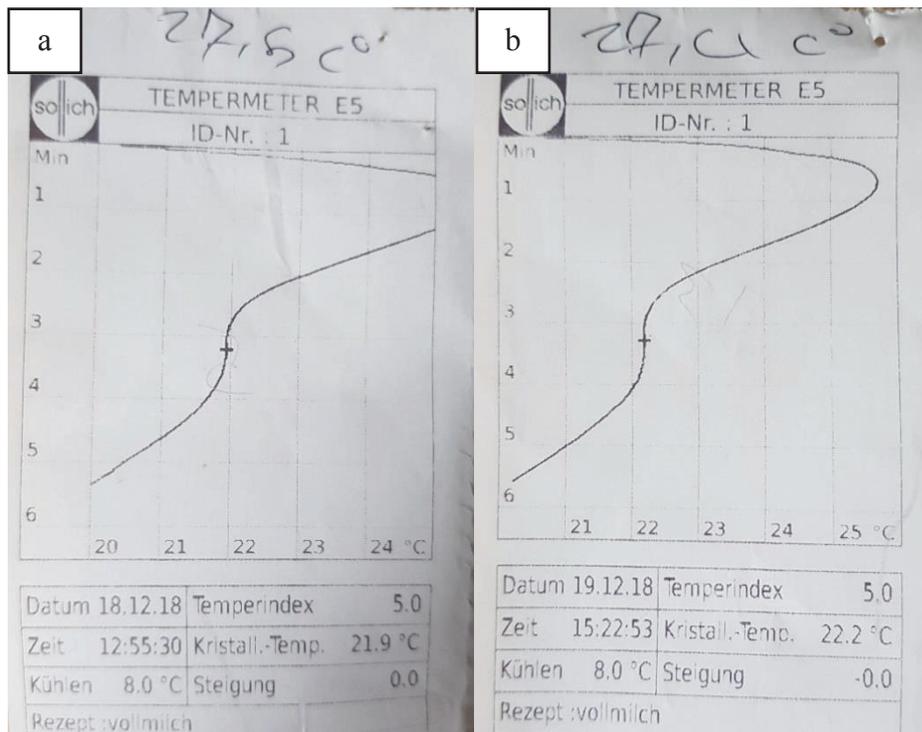
Anlage 14: Messanlage des Rotationsviskosimeters MC 100 und der Auswertungssoftware Rheolab UDS 200 der Firma Physica



Anlage 15: Rütteltisch VT 5/6 der Firma Netter Vibrationstechnik

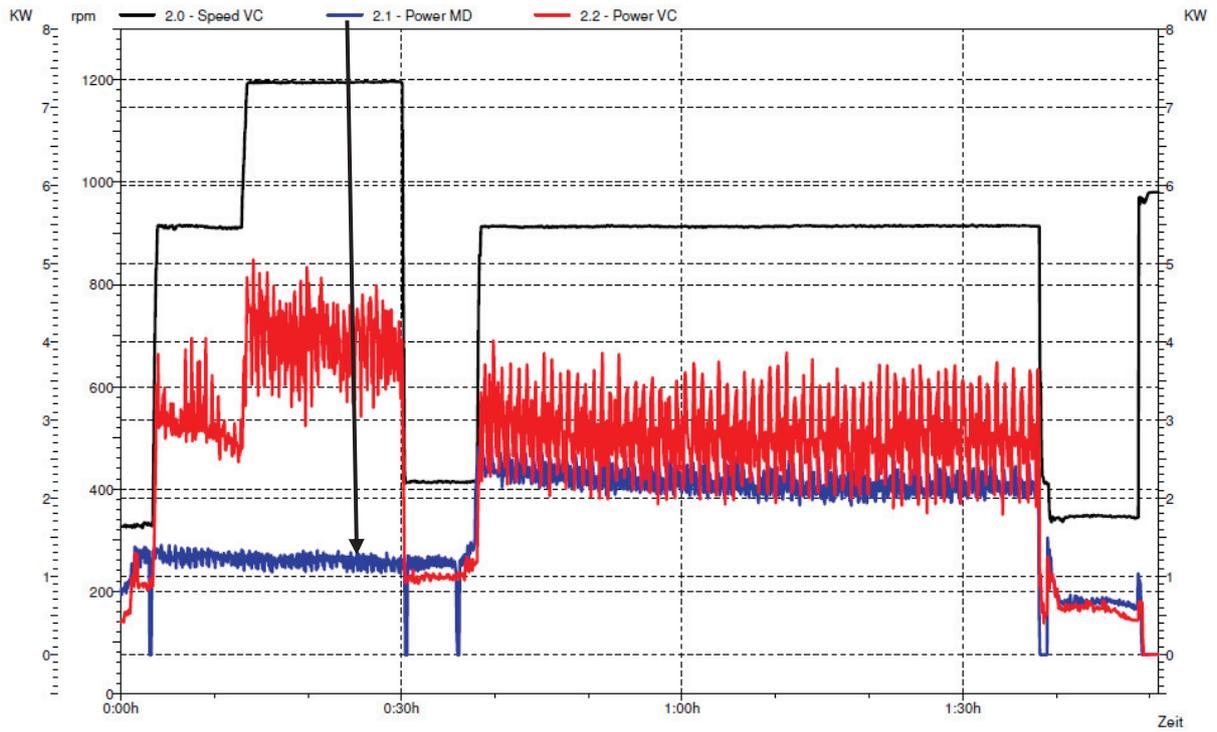


Anlage 16: Tempermeter E5 der Firma Sollich

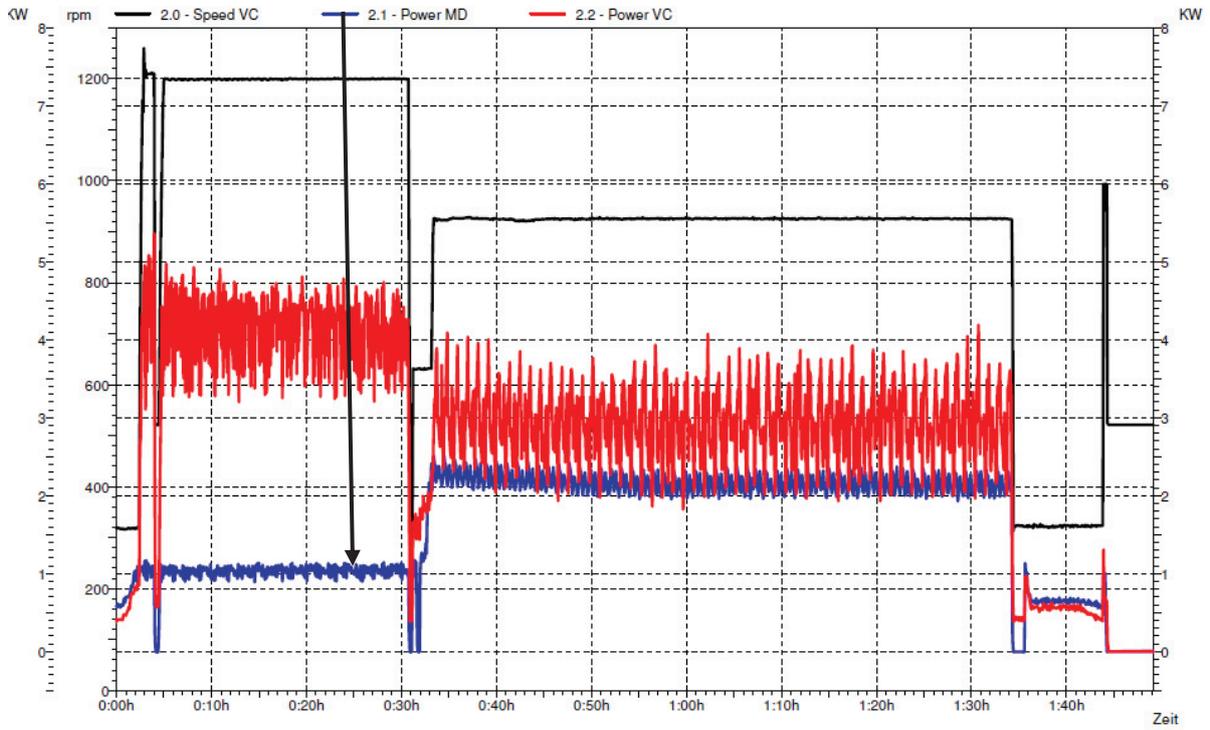


Anlage 17: Temperindex des Versuches a. V1, MA-2. Durchgang. b. V3, MA-2. Durchgang

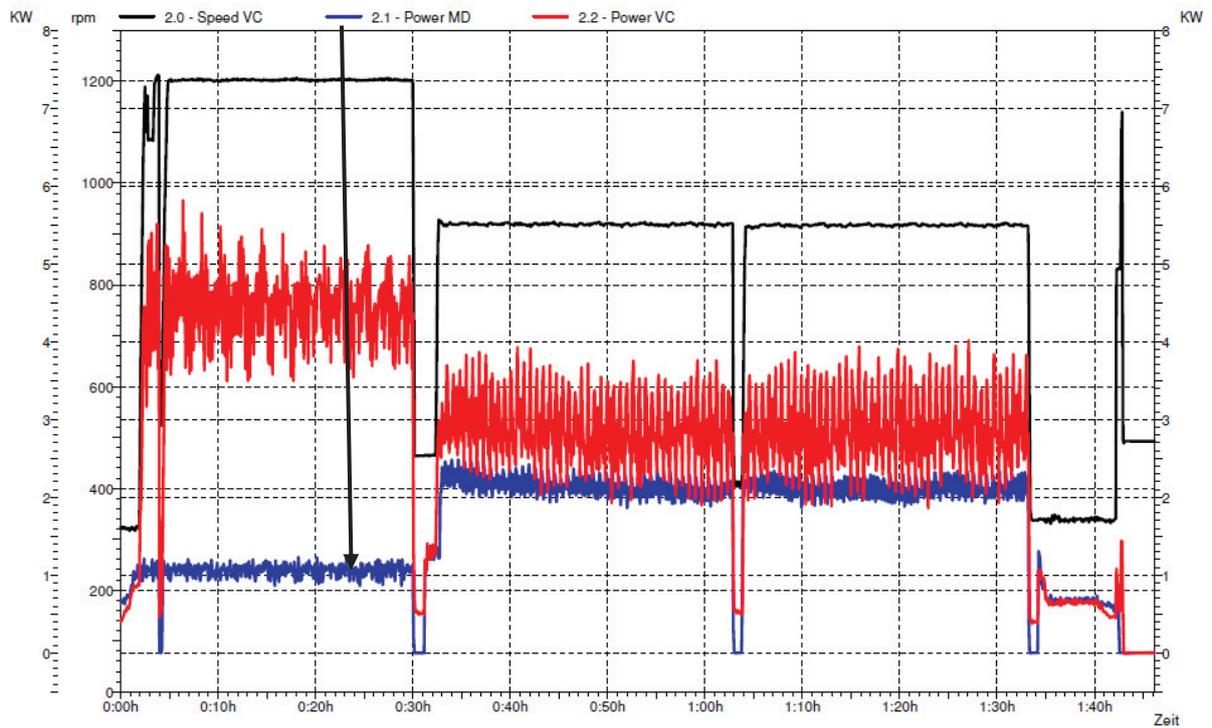
Anlage 18: Energieaufnahme während des Conchierens am Beispiel V1, Ansatz 1- MA



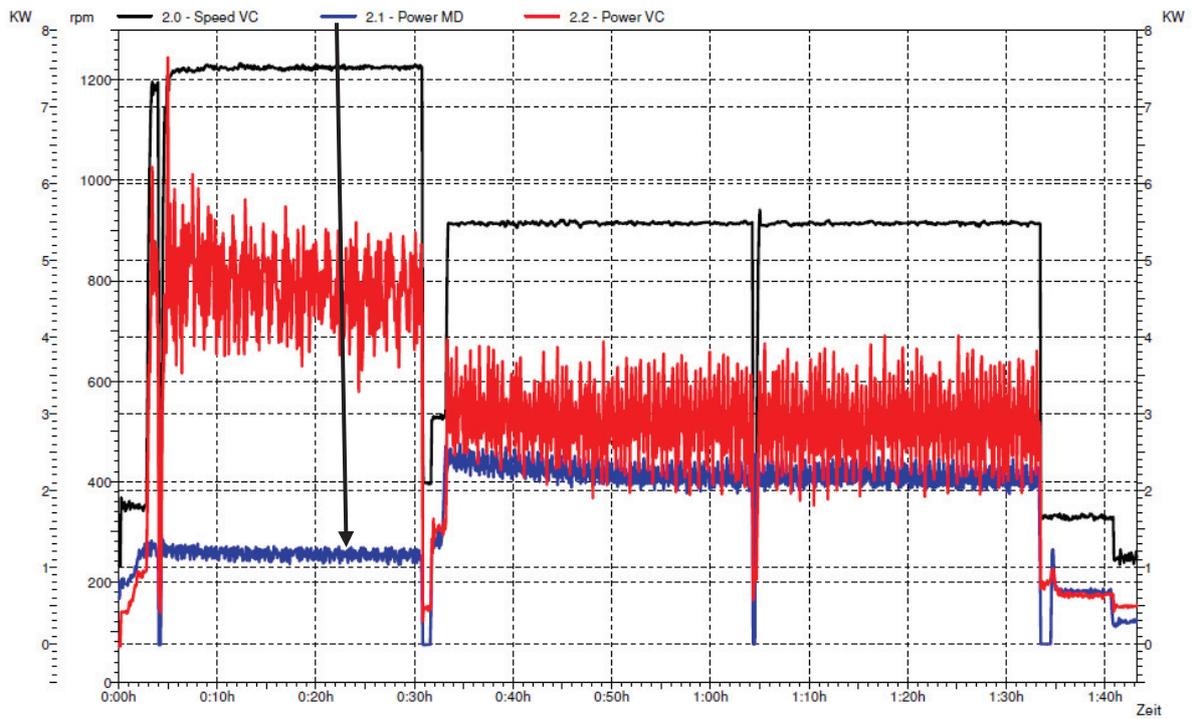
Anlage 19: Energieaufnahme während des Conchierens am Beispiel V1, Ansatz 2- MA



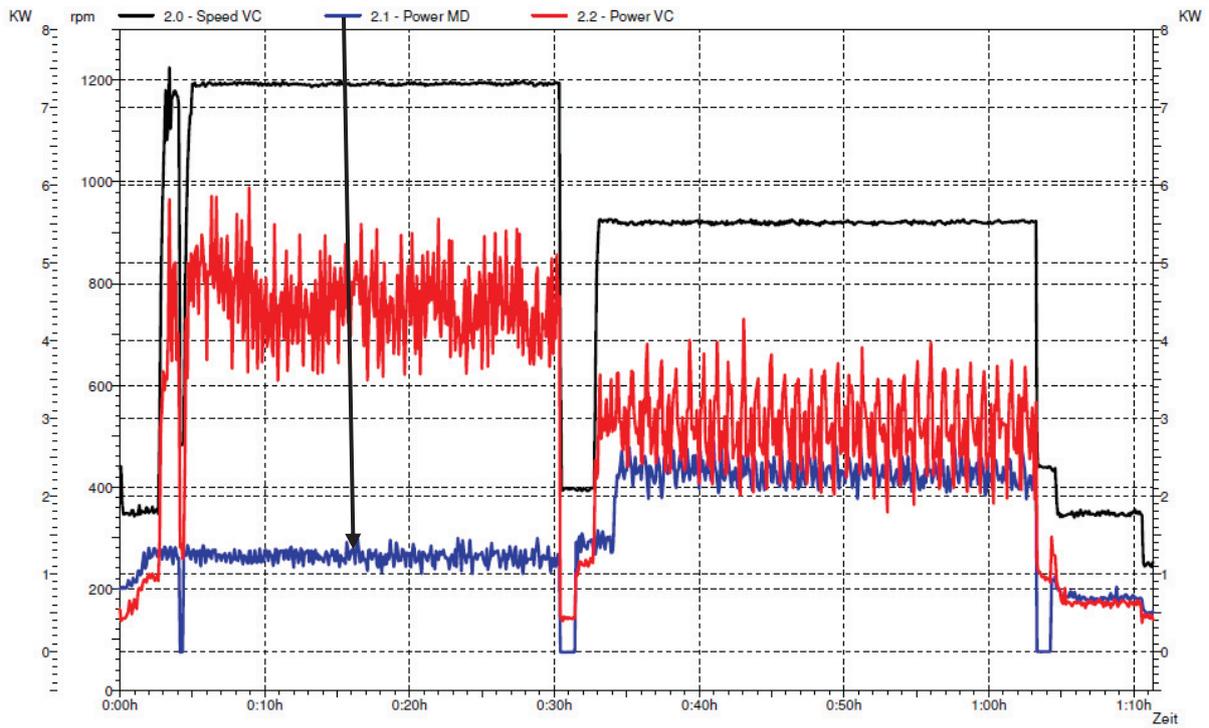
Anlage 20: Energieaufnahme während des Conchierens am Beispiel V2, Ansatz 1- MA



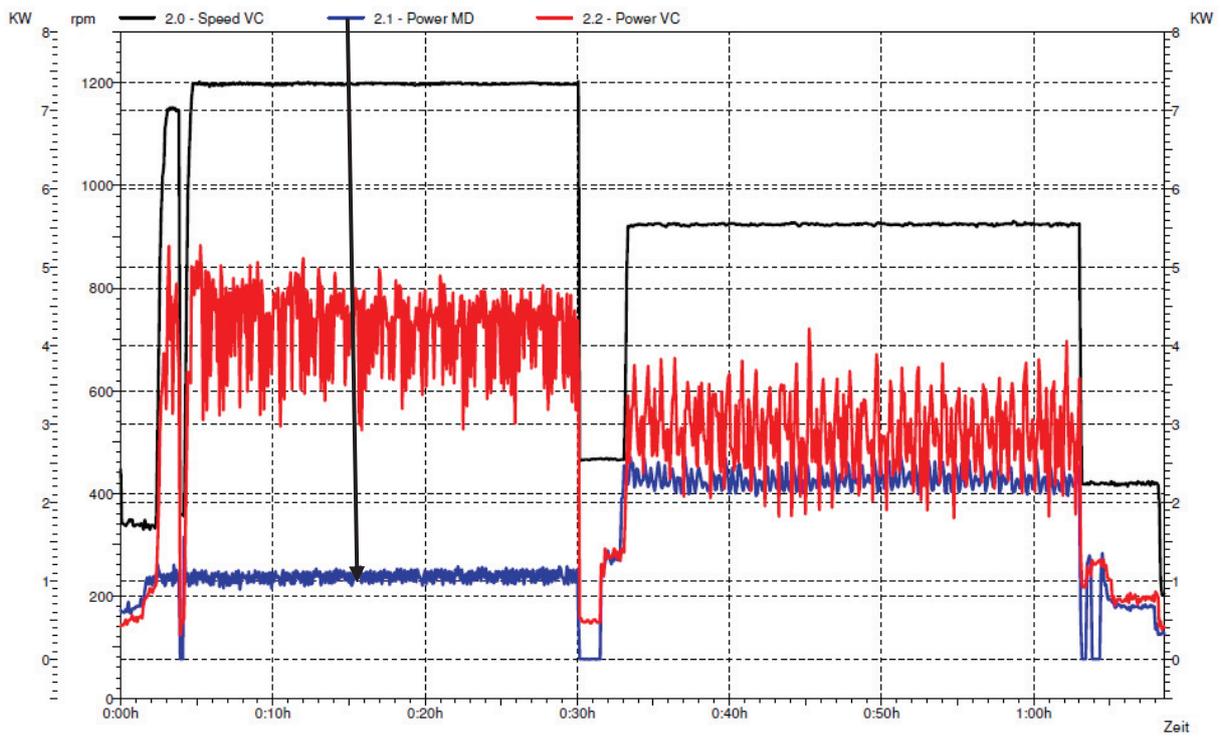
Anlage 21: Energieaufnahme während des Conchierens am Beispiel V2, Ansatz 2- MA



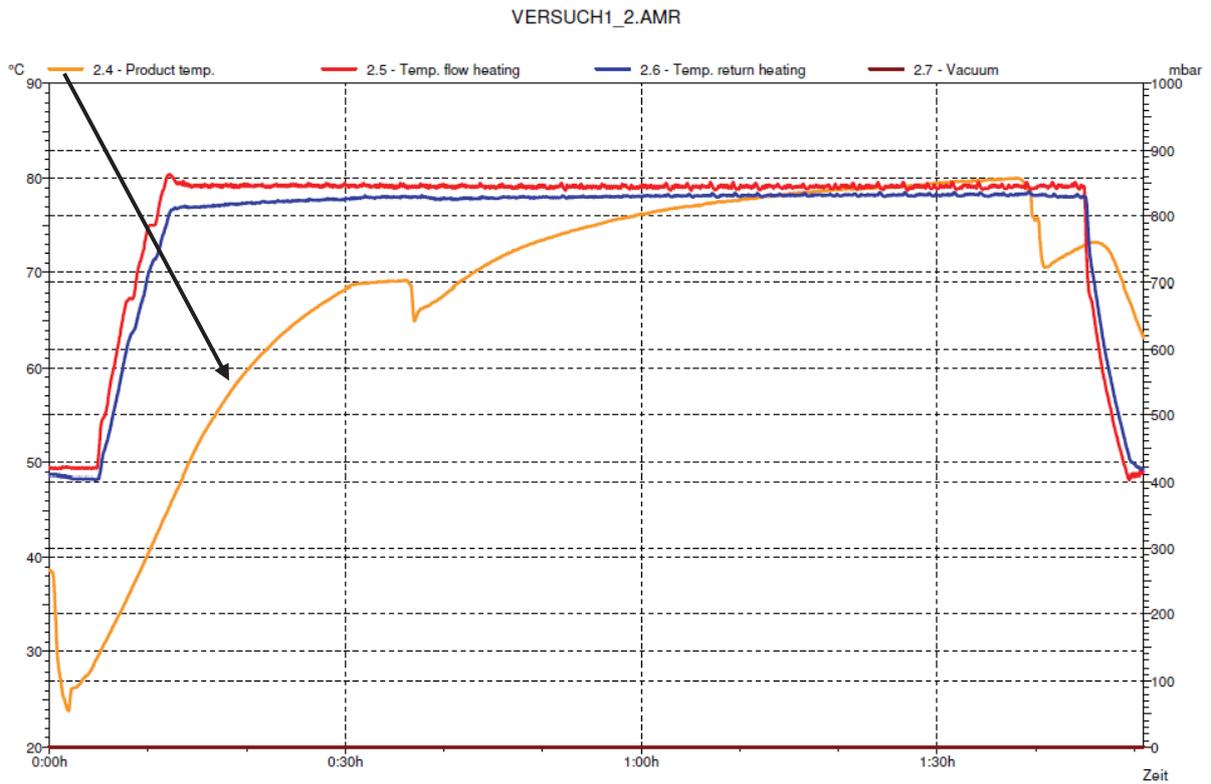
Anlage 22: Energieaufnahme während des Conchierens am Beispiel V3, Ansatz 1- MA



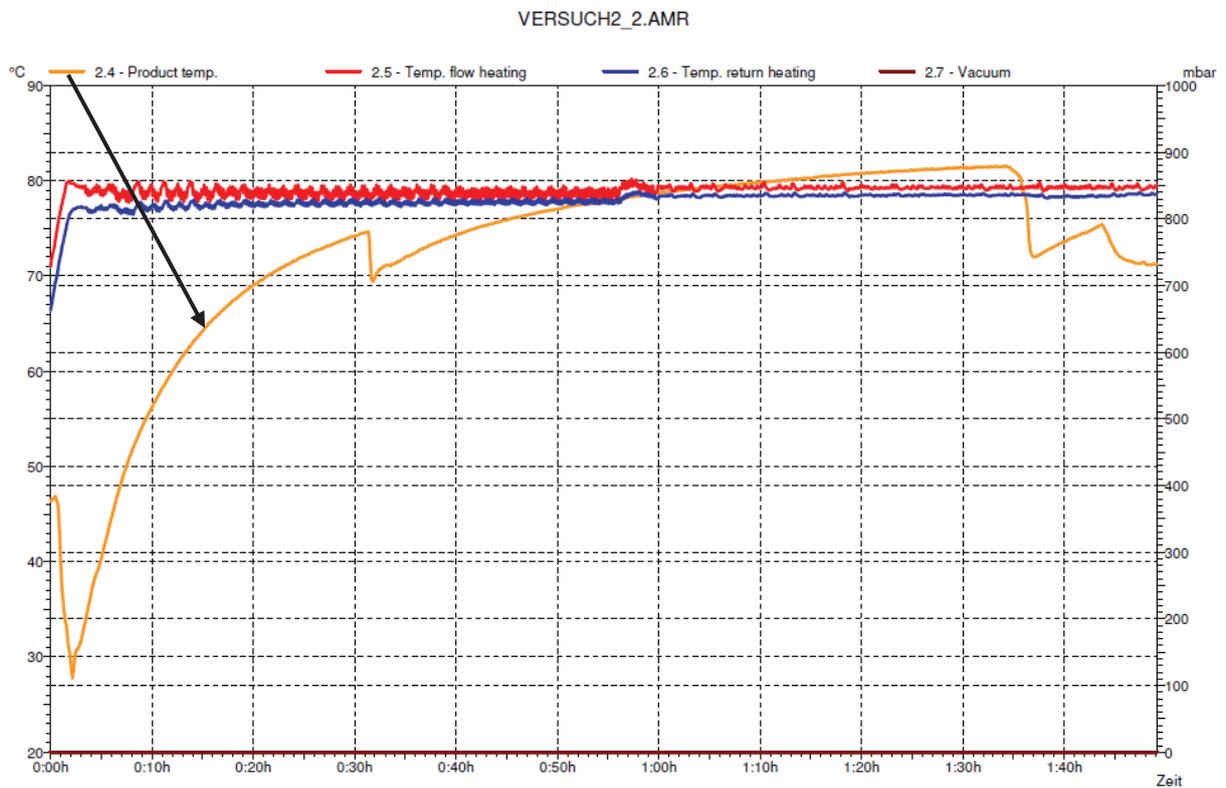
Anlage 23: Energieaufnahme während des Conchierens am Beispiel V3, Ansatz 2- MA



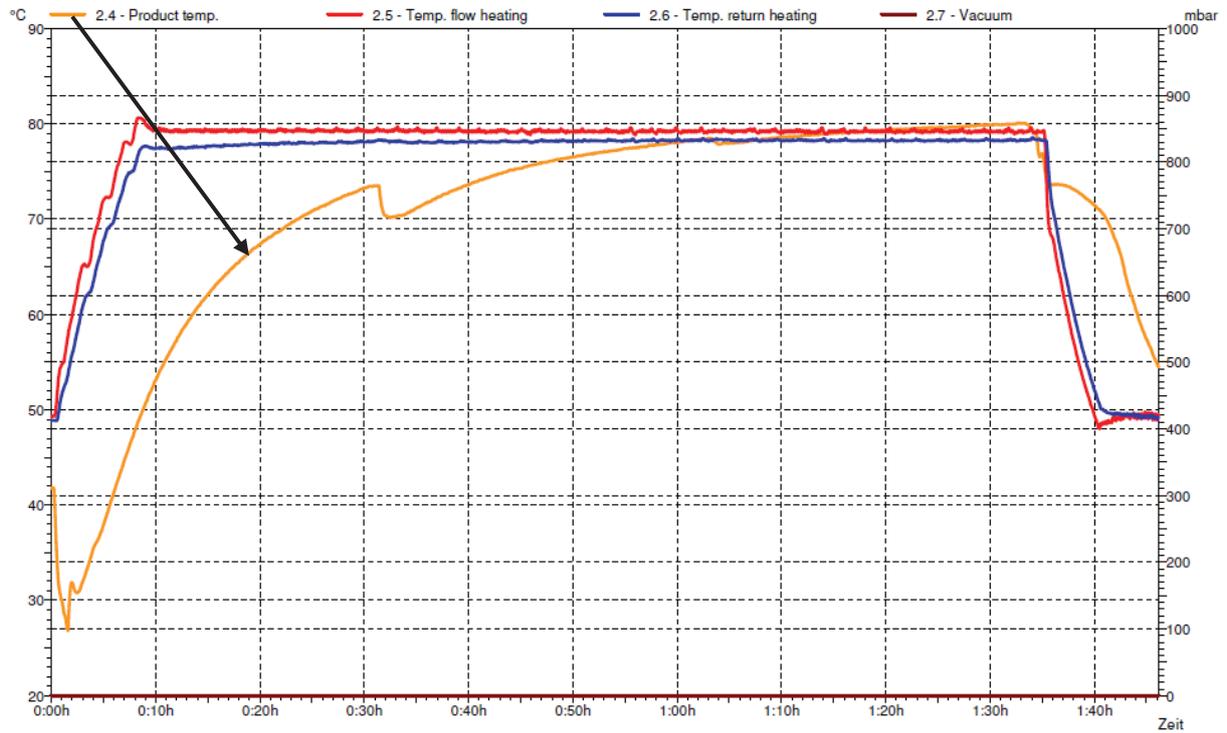
Anlage 24: Produkttemperatur während des Conchierens am Beispiel V1, Ansatz 1- MA



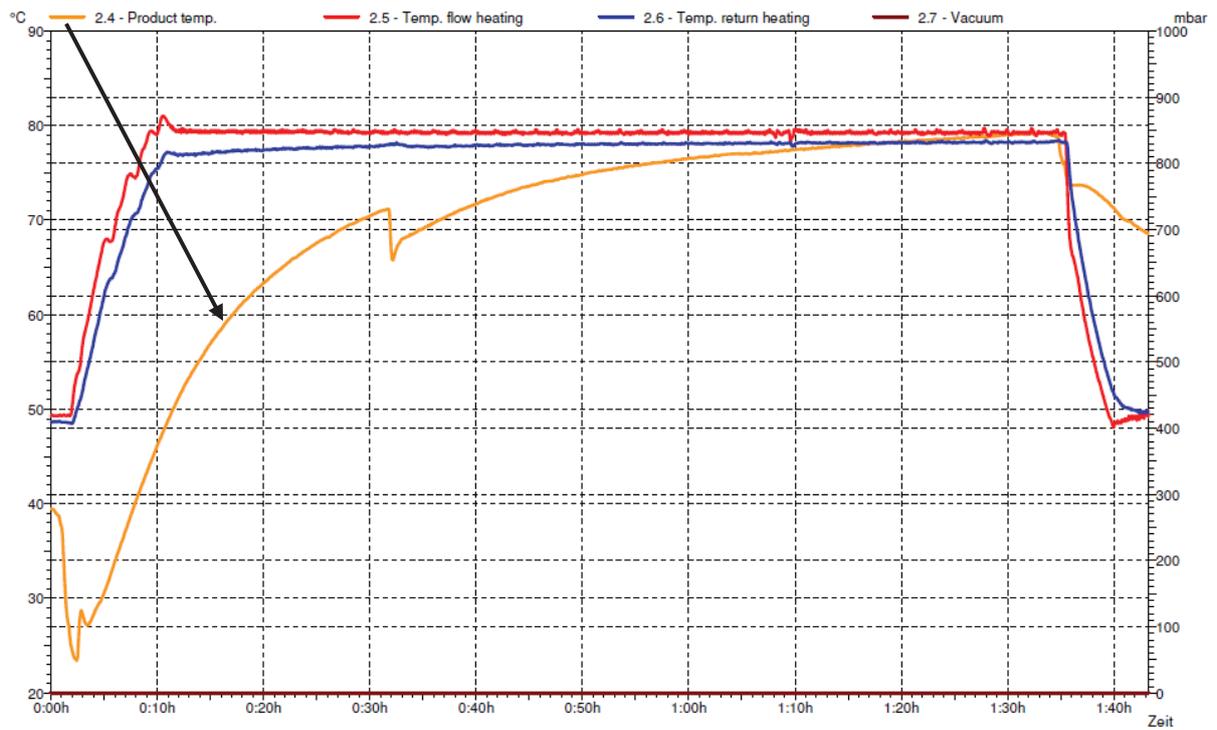
Anlage 25: Produkttemperatur während des Conchierens am Beispiel V1, Ansatz 2- MA



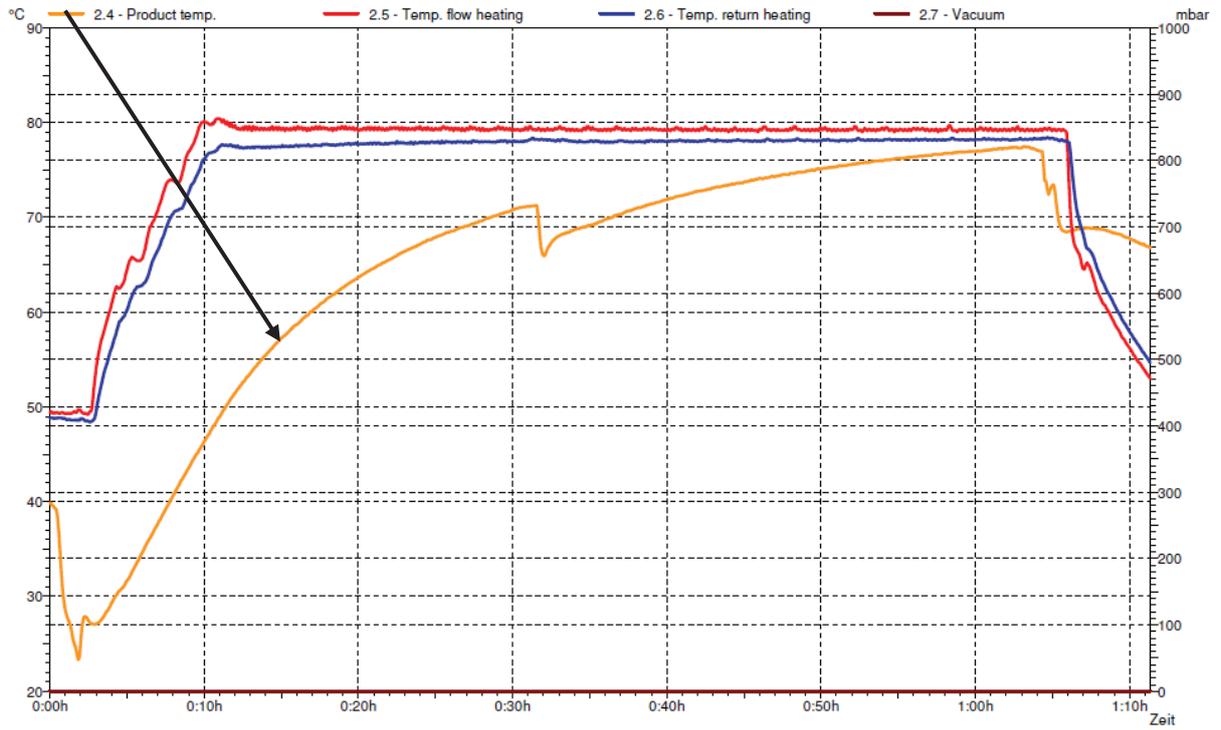
Anlage 26: Produkttemperatur während des Conchierens am Beispiel V2, Ansatz 1- MA  
 VERSUCH3\_2.AMR



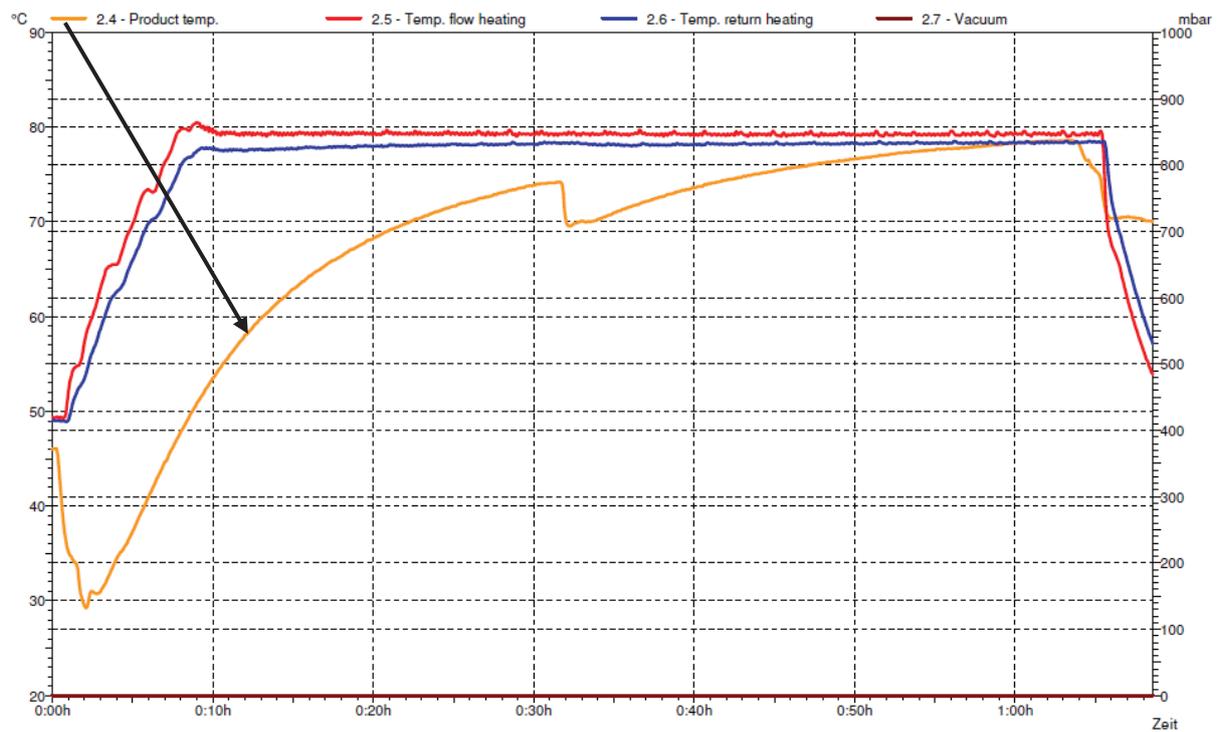
Anlage 27: Produkttemperatur während des Conchierens am Beispiel V2, Ansatz 2- MA  
 VERSUCH4\_2.AMR



Anlage 28: Produkttemperatur während des Conchierens am Beispiel V3, Ansatz 1- MA  
 VERSUCH5\_2.AMR



Anlage 29: Produkttemperatur während des Conchierens am Beispiel V3, Ansatz 2- MA  
 VERSUCH6\_2.AMR



Anlage 30: Signifikanztabelle- Einfache Dreiecksprüfung

Anzahl Prüfer oder Prüfungen	Mindestanzahl richtiger Urteile bei einem Signifikanzniveau von			Anzahl Prüfer oder Prüfungen	Mindestanzahl richtiger Urteile bei einem Signifikanzniveau von		
	$\alpha = 0.05$	$\alpha = 0.01$	$\alpha = 0.001$		$\alpha = 0.05$	$\alpha = 0.01$	$\alpha = 0.001$
5	4	5	-	53	24	27	29
6	5	6	-	54	25	27	30
7	5	6	7	55	25	27	30
8	6	7	8	56	25	28	31
9	6	7	8	57	26	28	31
10	7	8	9	58	26	29	31
11	7	8	9	59	27	29	32
12	8	9	10	60	27	29	32
13	8	9	11	61	27	30	33
14	9	10	11	62	28	30	33
15	9	10	12	63	28	31	34
16	9	11	12	64	29	31	34
17	10	11	13	65	29	32	34
18	10	12	13	66	29	32	35
19	11	12	14	67	30	32	35
20	11	13	14	68	30	33	36
21	12	13	15	69	30	33	36
22	12	13	15	70	31	34	37
23	12	14	16	71	31	34	37
24	13	14	16	72	32	34	37
25	13	15	17	73	32	35	38
26	14	15	17	74	32	35	38
27	14	16	18	75	33	35	39
28	14	16	18	76	33	36	39
29	15	17	19	77	33	36	39
30	15	17	19	78	34	37	40
31	16	17	19	79	34	37	40
32	16	18	20	80	35	37	41
33	16	18	20	81	35	38	41
34	17	19	21	82	35	38	42
35	17	19	21	83	36	39	42
36	18	20	22	84	36	39	42
37	18	20	22	85	36	39	43
38	18	20	23	86	37	40	43
39	19	21	23	87	37	40	44
40	19	21	24	88	38	41	44
41	20	22	24	89	38	41	44
42	20	22	24	90	38	41	45
43	20	23	25	91	39	42	45
44	21	23	25	92	39	42	46
45	21	23	26	93	39	43	46
46	22	24	26	94	40	43	46
47	22	24	27	95	40	43	47
48	22	25	27	96	41	44	47
49	23	25	28	97	41	44	48
50	23	25	28	98	41	45	48
51	24	26	28	99	42	45	48
52	24	26	29	100	42	45	49

Geidel 1976, Jellinek 1981, modifiziert

## **11 Eidesstattliche Erklärung**

Ich erkläre an Eides Statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbständig und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel angefertigt habe. Die aus fremden Quellen direkt oder indirekt übernommenen Gedanken habe ich als solche kenntlich gemacht.

Neubrandenburg, den 30.04.2019

Bashar Hayani