

# Rheologische Eigenschaften von Schokolade gewünscht? Leicht gemacht mit dem Kinexus!

Claire Strasser und Dr. Ligia de Souza

### Allgemeines

Geschmolzene Schokolade lässt sich als konzentrierte Suspension grober und feiner Feststoffpartikel wie Kakaopulver, Zucker und Milchpulver, die in einer kontinuierlichen Fettphase – meist Kakaobutter – dispergiert sind, beschreiben [1]. Ihr rheologisches Verhalten wird durch die physikalisch-chemischen Eigenschaften ihrer Bestandteile und verschiedene andere Faktoren wie Zusammensetzung und Temperatur bestimmt. Unter anderem bestimmen die Partikelgrößenverteilung, die Art des Emulgators und die Zuckerkristallisation die Viskosität des zu verarbeitenden Produktes.

### Von der Viskosität von Schokolade zu glücklichen Kunden ... und Herstellern!

Die Scherviskosität von geschmolzener Schokolade beeinflusst das Mundgefühl des Verbrauchers. Sie ist aber nicht nur für den Genuss der Verbraucher von großer Bedeutung, sondern auch für den Herstellungsprozess und die Qualitätskontrolle des Endprodukts. Die korrekten viskoelastischen Eigenschaften von geschmolzener Schokolade garantieren beispielsweise die Effizienz von Pump- und Gießprozessen, verhindern die Bildung von Luftblasen bei der Formgebung und stellen die Herstellung homogener Überzüge während des Schokolierens sicher.

Neben der Scherviskosität gehört die Fließgrenze zu den wichtigen rheologischen Eigenschaften, die in der Schokoladenindustrie von Interesse sind. Die Scherviskosität wird berechnet, indem die Schubspannung durch die Scherrate dividiert wird. Die Fließgrenze kann auf verschiedene Arten bestimmt werden [2]. Eine davon ist die Anwendung von Modellfunktionen, wie z.B. dem Casson-Modell, auf die Fließkurve.

Um einen hohen Qualitätsstandard bei der industriellen Verarbeitung der verschiedenen Kakaorezepturen zu sicherzustellen, hat das International Office of Cocoa, Chocolate and Sugar Confectionary (IOCCC) im Jahr 2000 eine Revision der Analyseverfahren 46 veröffentlicht, die eine Standardmethode für die Messung der Viskosität von Schokolade- und Kakaoprodukten festlegt [3].

### Die Analytische Methode 46 mit dem Kinexus Prime

Bei dieser Methode wird die Viskosität der geschmolzenen Schokolade mit einem Rotationsrheometer gemessen, das mit einem koaxialen Außen- und Innenzylinder aus poliertem Stahl ausgestattet ist. Das Ende des Innenzylinders kann konisch oder vertieft sein.

Die Methode beschreibt die Probenvorbereitung im Detail mit spezifischen Hinweisen für flüssige und feste Proben von weißer, Milch- oder Zartbitterschokolade, mit oder ohne Zucker. Kurz zusammengefasst lässt sich sagen, dass die Proben zunächst eine Zeit lang aufgewärmt werden müssen, wobei Temperatur und Dauer von der Art des Kakaoerzeugnisses abhängen. Die Geometrie muss auf 40 °C vorkonditioniert werden, um ein Auskristallisieren der geschmolzenen Schokolade während der Probenbeladung zu vermeiden. Außerdem ist eine Vorscherphase erforderlich, um ein Temperaturgleichgewicht, eine homogene Verteilung der Probe in der Geometrie und die Beseitigung von Luftblasen sicherzustellen.

Die Vorscherung erfolgt bei 40 °C ( $\pm 0,1$  °C) mit einer konstanten Scherrate von typischerweise  $5 \text{ s}^{-1}$  (oder  $2 \text{ s}^{-1}$  für dickere Produkte); dies wird fortgesetzt, bis das Drehmoment mindestens 2 Minuten lang mit einer maximalen Abweichung von 2 % konstant bleibt. Die Stabilisierung muss innerhalb von 15 Minuten eintreten, andernfalls kann die Messung nicht durchgeführt werden.

Die Messung erfolgt bei 40 °C in drei Schritten:

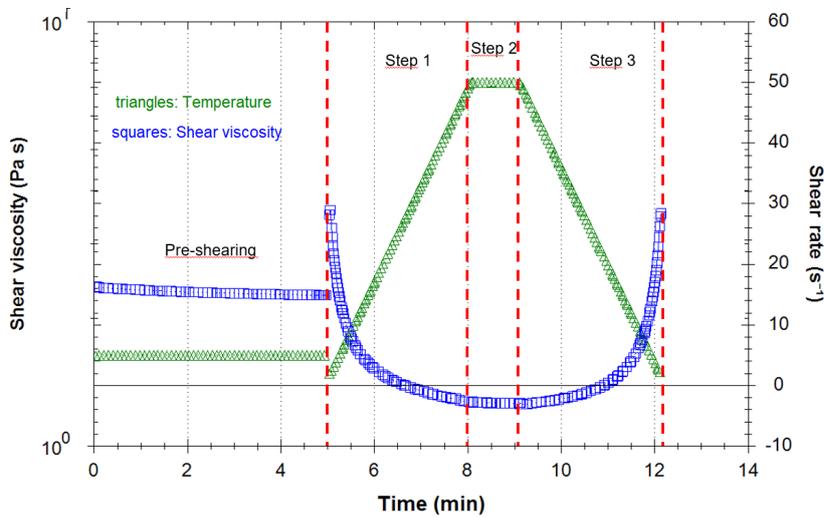
1. Die Scherrate wird innerhalb von 3 Minuten von  $2 \text{ s}^{-1}$  auf  $50 \text{ s}^{-1}$  erhöht. Dies kann kontinuierlich oder schrittweise mit Scherraten von 2, 5, 10, 20 und  $50 \text{ s}^{-1}$  erfolgen.
2. Die Scherrate wird 1 Minute lang bei  $50 \text{ s}^{-1}$  gehalten.
3. Die Scherrate wird innerhalb von 3 Minuten von  $50 \text{ s}^{-1}$  auf  $2 \text{ s}^{-1}$  reduziert, wieder kontinuierlich oder schrittweise nach dem gleichen Scherratenschema wie im ersten Schritt.

## APPLICATIONNOTE Rheologische Eigenschaften von Schokolade gewünscht? Leicht gemacht mit dem Kinexus!

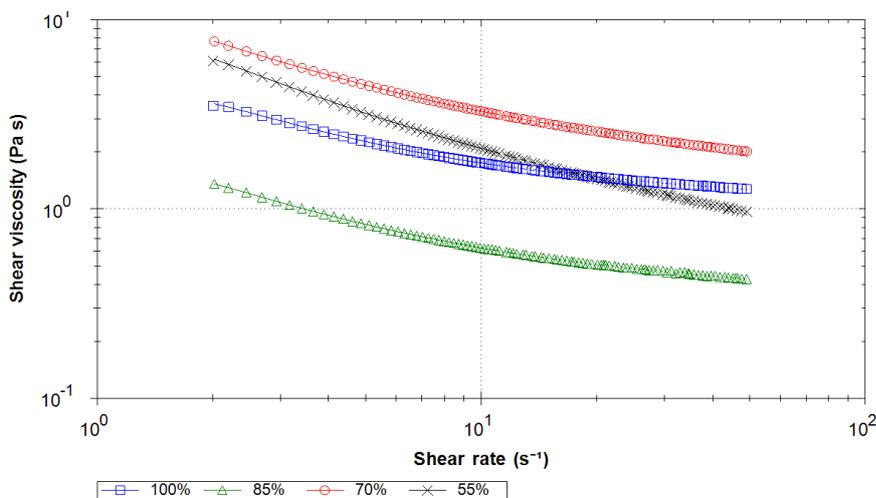
Um die Anwendung dieser Sequenz zu veranschaulichen, werden im Folgenden die Ergebnisse des Vergleichs von vier verschiedenen handelsüblichen Schokoladentafeln einer Marke erörtert. Bei der ersten handelt es sich um eine Milkschokolade mit einem Kakaogehalt von 55 %, bei den anderen drei um Zartbitterschokoladen mit einem Kakaogehalt von 70, 85 und 100 %. Die Messungen wurden mit dem Rotationsrheometer Kinexus Prime ultra+ durchgeführt, ausgestattet mit einem Zylinder-Temperiermodul und einem koaxialen Außen- und Innenzylinder-Geometrie (Durchmesser des Innenzylinders 34 mm). Die Temperatur und Analyseschritte wurden genauso angewandt wie in der Analysemethode 46 definiert. Abbildung 1 zeigt die Scherrate (grün), die

während der Vorscherung und der drei Schritte angewandt wurde, sowie die erhaltene Scherviskosität (blau) für die Schokolade mit einem Kakaanteil von 100 %.

Die Scherviskositätskurven aller vier getesteten Schokoladen zeigen ein scherverdünnendes Verhalten (Abbildung 2): je höher die Scherrate, desto niedriger die Scherviskosität. Allerdings korreliert die Abfolge der Fließkurven nicht mit dem spezifizierten Kakaogehalt. Sowohl die Zusammensetzung als auch die Konzentration der einzelnen Komponenten und die Größenverteilung der suspendierten Feststoffteilchen wirken sich direkt auf die Viskosität der geschmolzenen Schokolade aus.



1 Angewandte Scherrate (grün) und entsprechende Scherviskosität (blau) von 100 % Kakaoschokolade



2 Scherviskosität von 55 % (schwarz), 70 % (rot), 85 % (grün) und 100 % (blau) Kakaoschokolade

## APPLICATIONNOTE Rheologische Eigenschaften von Schokolade gewünscht? Leicht gemacht mit dem Kinexus!

Diese vier verschiedenen Proben weisen unterschiedliche Zusammensetzungen, wie aus Tabelle 1 ersichtlich ist, und daher unterschiedliche Viskositäten auf. Die 55%ige Kakao-Milchschokolade ist zum Beispiel die einzige, die Sahnepulver und Emulgator enthält.

Wie bereits erwähnt, wird das Casson-Modell auf die jeweils resultierende Fließkurve angewandt, um die Casson-Fließgrenze, d.h. die minimale Schubspannung, die erforderlich ist, um ein Fließen zu bewirken, sowie die Casson-Viskosität, d.h. die Endviskosität im Bereich hoher Scherung, zu bestimmen. Die folgende Gleichung beschreibt die Anpassung des Casson-Modells:

$$\sqrt{\sigma} = \sqrt{\sigma_0} + \sqrt{k\dot{\gamma}}$$

$\sigma$ : Schubspannung [Pa]

$\sigma_0$ : Casson-Fließgrenze [Pa]

$k$ : End-Scherviskosität [Pa·s]

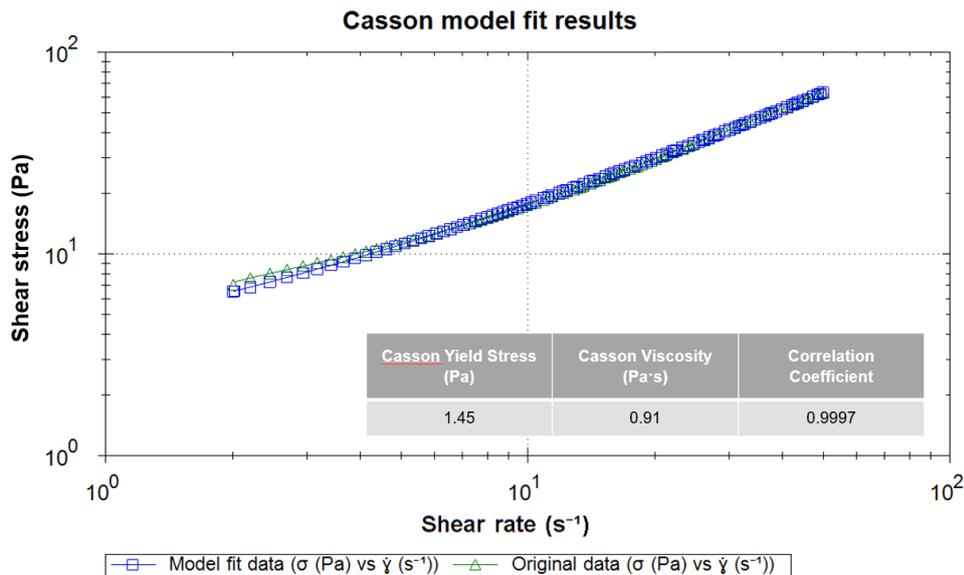
$\dot{\gamma}$ : Scherrate [ $s^{-1}$ ]

Eine typische Fließkurve mit automatischer Casson-Analyse ist in Abbildung 3 dargestellt; in Tabelle 2 sind die Ergebnisse der Casson-Analyse für alle vier Schokoladentypen zusammengefasst.

**Tabelle 1** Zusammensetzung und Gewichtsanteile von Milch- und Zartbitterschokolade mit unterschiedlichen Kakaokonzentrationen

Inhaltsstoffe	Gewichtsanteil*			
	100 %	85 %	70 %	55 %
Kakaomasse	1	1	1	1
Kakaobutter	2	2	3	3
Kakaopulver light	3	3	-	-
Zucker	-	4	2	2
Emulgator	-	-	-	5
Sahnepulver	-	-	-	4
Vanille	-	5	4	-

\*Gewichtsanteil: 1 = die höchste Konzentration und 5 = die niedrigste Konzentration



**3** Fließkurve von 100 % Schokolade mit Modellanpassungsdaten der Casson-Analyse. Die Analyse wird automatisch in der Mess- und Auswertesoftware rSpace nach Ende der Messung durchgeführt.

## APPLICATIONNOTE Rheologische Eigenschaften von Schokolade gesucht? Leicht gemacht mit dem Kinexus!

**Table 2** Ergebnisse der Casson-Analyse für alle vier Schokoladensorten

Proben	Casson-Fließgrenze (Pa)	Casson-Scherviskosität (Pa·s)
55 %	7,07	0,37
70 %	5,30	1,19
85 %	0,68	0,29
100 %	1,45	0,91

### rSpace-Software – Einfache SOPs (Standard Operation Procedures)

Die Fließgrenze entspricht der Schubspannung, oberhalb derer das viskoelastische Material zu fließen beginnt. Je niedriger die Fließgrenze, desto geringer ist der Fließwiderstand der Schokolade. Sie ist daher eine wichtige Eigenschaft, die die Verarbeitbarkeit der Kakao-rezeptur definiert, wie z. B. die Kraft, die zum Pumpen der geschmolzenen Schokolade erforderlich ist [4].

Obwohl die analytische Methode 46 Gegenstand mehrerer Verbesserungsvorschläge in verschiedenen Veröffentlichungen war, in denen z. B. Änderungen des Scherratenintervalls oder die Anwendung verschiedener mathematischer Modelle zur Korrektur der Parameter vorgeschlagen wurden, ist ihre Anwendung in Verbindung mit dem Casson-Modell nach wie vor die Standardmethode zur Bestimmung der Viskosität und der Fließgrenze von Schokolade [4]. Das Casson-Modell und die Analysesequenz sind in der rSpace-Bibliothek verfügbar.

Das Rotationsrheometer Kinexus bietet die Möglichkeit, Analysemethoden zu erstellen, die auf individuellen rheologischen Aktionen in der rSpace-Software basieren. Diese Messsequenzen können erstellt und an die Bedürfnisse eines jeden Labors angepasst werden. Hier wurde eine Messsequenz erstellt und angewandt, die alle Details der analytischen Methode 46 enthält. Mit einem Klick wird die Messung gestartet, die anschließende Auswertung erfolgt ohne Benutzereingriff, und die Endergebnisse, einschließlich der Fließgrenze, werden automatisch ausgegeben.

### Literatur

- [1] Schantz, B., & Rohm, H. (2005). Influence of lecithin-PGPR blends on the rheological properties of chocolate. *LWT*, 38(1). <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2004.03.014>
- [2] NETZSCH White Paper, Understanding yield stress measurements, Dr. Shona Marsh, LINK
- [3] International Office of Cocoa (IOC) (2000), Viscosity of cocoa and chocolate products, Analytical Method 46
- [4] Kumbár, V., Kouřilová, V., Dufková, R., Votava, J., & Hřivna, L. (2021). Rheological and pipe flow properties of chocolate masses at different temperatures. *Foods*, 10(11). <https://doi.org/10.3390/foods10112519>