

---

# STRUKTURUNTERSUCHUNGEN AN PORÖSEN BACKWAREN

Von der Naturwissenschaftlichen Fakultät der  
Gottfried Wilhelm Leibniz Universität  
Hannover  
zur Erlangung des Grades

Doktor der Naturwissenschaften  
Dr. rer. nat.

genehmigte Dissertation

von

Dipl.-Chem. Daniel Schaper  
geboren am 09. Juni 1983 in Stadthagen

2013

---

---

Referent: Prof. Dr. Thomas Scheper  
Naturwissenschaftliche Fakultät  
Institut für Technische Chemie  
Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover

Korreferent: Prof. Dr. Bernd Hitzmann  
Fakultät Naturwissenschaften  
Institut für Lebensmittelwissenschaft und Biotechnologie  
Universität Hohenheim

Tag der Promotion: 08.07.2013

---

---

Hiermit versichere ich, dass ich die vorliegende Dissertation selbstständig verfasst habe und die benutzten Hilfsmittel sowie eventuell zu Hilfsleistungen herangezogene Institutionen vollständig angegeben habe. Ferner versichere ich, dass die Dissertation nicht bereits als Diplomarbeit oder andere Prüfungsleistung verwendet worden ist.

Hannover, im April 2013

---

Daniel Schaper

---

---

## Danksagung

Die vorliegende Dissertation wurde im Zeitraum von Mai 2010 bis April 2013 am Institut für Technische Chemie der Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover unter der Leitung von Herrn Prof. Dr. Thomas Scheper angefertigt. Für die gute Betreuung und Leitung während der Promotion sowie die vielen konstruktiven Vorschläge in dieser Zeit gilt ihm mein besonderer Dank.

Ebenfalls bedanken möchte ich mich bei Herrn Prof. Dr. Bernd Hitzmann für die Übernahme des Korreferats.

Desweiteren bedanke ich mich bei Herrn Dr. Sascha Beutel für die Betreuung während der Promotion und das Korrekturlesen der Dissertation.

Ein besonderer Dank gilt Herrn Dr. Patrick Lindner für die gute Zusammenarbeit bei der Anpassung von Algorithmen zur Analyse computertomographischer Schichtbilder, seine Hilfe bei statistischen Auswertungen und das Korrekturlesen der Dissertation.

Bedanken möchte ich mich weiterhin bei Martina Weiss für die gute Zusammenarbeit und die vielen nützlichen Hilfen sowie bei Friedbert Gellermann und Thorsten Stempel die jeden noch so eigen klingenden Wunsch, bezüglich Feinmechanik, fachmännisch umzusetzen vermochten.

Allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des Instituts für Technische Chemie gilt mein Dank für die gute Kollegialität und die stete Hilfsbereitschaft.

Bei der Fa. Bahlsen GmbH & Co. KG möchte ich mich ebenfalls für die gute Zusammenarbeit und die vielen hilfreichen Vorschläge bedanken.

Ganz besonders möchte ich mich bei meiner Familie bedanken, die mir das Studium ermöglicht hat sowie bei meiner Freundin Mareike Schwinger die mir stets Mut machte und immer Vertrauen in mein Können hatte.

---

---

## **Kurzzusammenfassung**

Schlagworte: Gebäck, Computertomographie, digitale Bildverarbeitung, Prozessoptimierung

Die Herstellung von Gebäck ist ein Jahrhunderte altes Handwerk. Über den Verlauf der Zeit wurden viele grundlegende Rezepturen entwickelt, die noch heute Verwendung finden. So sind auch die Mischungsverhältnisse von Mehl, Zucker, Fett und Wasser für Hart- und Mürbeteige von alters her bekannt.

Das Bäckerhandwerk wird bereits seit seiner Entstehung vom Phänomen der Rissbildung in ihren Waren begleitet. Diese bewirken, dass die Backwaren optisch nicht ansprechend sind, da die Oberfläche des Gebäcks Risse aufweist. Desweiteren sind sie durch das Auftreten von Haarrissen bruchanfälliger. Bei einer geringen Produktauflage entsteht dadurch noch kein großes Defizit weshalb eine nähere Untersuchung kaum lohnenswert erscheint.

Im Zeitalter der Massenproduktion stellt die Haarrissbildung jedoch ein großes Problem dar. Bei der Fertigung von Hart- und Mürbekesen im großindustriellen Maßstab entsteht durch die Rissbildung ein hoher wirtschaftlicher Verlust, da diese Produkte verworfen werden müssen und daher für sekundäre Verarbeitungsschritte nicht mehr verwendet werden können. Daraus resultiert der steigende Bedarf an einer Aufklärung der Mechanismen die zur Rissbildung führen.

In der vorliegenden Arbeit wurde die Computertomographie als nicht-invasiv und zerstörungsfrei arbeitende 3D-Analysenmethode eingesetzt, um die innere Mikrostruktur von Hart- und Mürbekesen unterschiedlicher Brüchigkeit zu untersuchen. Durch den Einsatz von Algorithmen zur digitalen Bildanalyse wurde der Zusammenhang zwischen den Strukturmerkmalen und der Bruchkraft der Kekse aufgeklärt.

Ein stabiler Keks zeichnet sich durch eine geringe Anzahl großer Poren, geringe Porendurchmesser, kurze Kanäle, eine geringe Porosität sowie Konnektivität, kompakte Poren und dicke Wandungen zwischen ihnen aus.

Neben den Struktureigenschaften wurde durch die Variierung von Produktionsgrößen ein Prozessfenster abgeleitet, welches zu einem signifikant stabileren Gebäck führt.

Durch zusätzliche nasschemische Untersuchungen konnte gezeigt werden, dass Fett in den Porenwänden eingelagert ist, das Mehl homogen verteilt im gesamten Keks vorliegt und der Zucker hauptsächlich amorphe Strukturen ausbildet.

---

---

## Abstract

keywords: pastry, computed tomography, digital image processing, process optimization

Pastry manufacturing is a hundreds of years old craft. Over the course of time many basic recipes have been developed which are still in use today. The mixing ratios of flour, sugar, fat and water for hard and short doughs are known from time immemorial, too.

Since its creation the bakery industry is accompanied by the checking phenomenon in their goods. These cause the baked goods not to be visually appealing, since the surface of the pastry cracks. Moreover, they are susceptible to breakage due to the appearance of hairline cracks. This creates no major deficit in a small product run for which reason further investigation hardly seems worthwhile.

However, in the age of mass production, a major problem arises from the formation of hairline cracks. When manufacturing hard and short cookies on an industrial scale, a high economic loss derives, as these products have to be discarded and therefore can no longer be used for secondary processing steps. That is why an increasing need arises for the clarification of the mechanisms which lead to checking.

In the present thesis, computed tomography was used as a non-invasive and non-destructive 3D-measuring technique to study the internal microstructure of hard and short cookies with different fragility. Using algorithms for digital image analysis the relationship between structural characteristics and tensile strength of the cookies was explained.

A stable cookie is characterized by a small number of large pores, small pore diameters, short channels, a low porosity and connectivity, compact pores and thick walls between them.

Beside the structural properties, a process window was derived from the variation of process factors, which leads to a significantly more stable pastry.

Additional wet chemical studies have shown that fat is incorporated in the pore walls, the flour is distributed homogeneously throughout the cookie and the sugar is mainly present in the form of amorphous structures.

---

---

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b> .....	<b>10</b>
<b>2</b>	<b>Zielsetzung und Aufgabenstellung</b> .....	<b>11</b>
<b>3</b>	<b>Theoretischer Hintergrund</b> .....	<b>12</b>
3.1	Industrieller Backprozess .....	12
3.1.1	Teigherstellung .....	13
3.1.2	Auswalzen und Portionieren .....	15
3.1.3	Laminieren .....	16
3.1.4	Ausstechen und Ausformen .....	16
3.1.5	Bestreichen .....	18
3.1.6	Backen .....	18
3.1.7	Kühlen .....	19
3.1.8	Sekundärverarbeitung.....	19
3.1.9	Verpacken.....	20
3.2	Poröse Werkstoffe .....	21
3.2.1	Membranen.....	21
3.2.2	Zeolithe.....	23
3.2.3	Schäume .....	24
3.2.4	Faserverbundwerkstoffe .....	26
3.3	Computertomographie .....	27
3.3.1	Der Röntgenprozess .....	28
3.3.2	Aufbau von Röntgenröhren und CT-Systemen .....	29
3.3.3	Arbeitsprinzipien von CT-Systemen .....	32
3.3.4	Möglichkeiten der Signal- und Kontrastverstärkung .....	33
3.3.5	Digitale Rekonstruktion .....	34
3.3.6	Anwendungsmöglichkeiten der Computertomographie.....	35
<b>4</b>	<b>Experimenteller Teil</b> .....	<b>37</b>
4.1	Gewinnung der Primärdaten .....	37
4.1.1	Texturanalyse .....	37
4.1.2	XRCT-Analyse.....	38
4.1.3	Digitale Bildanalyse .....	39
4.1.3.1	Algorithmus: 2D- und 3D-Poreneigenschaften .....	40
4.1.3.2	Algorithmus: Sektoranalyse.....	45

---

4.1.3.3	Algorithmus: Kanalerkennung.....	47
4.1.4	Mathematische Beschreibung der Poreneigenschaften .....	49
4.1.4.1	Fläche .....	50
4.1.4.2	Länge und Breite .....	50
4.1.4.3	Durchmesser .....	51
4.1.4.4	Exzentrizität .....	51
4.1.4.5	Kompaktheit.....	52
4.1.4.6	Raumausrichtung .....	54
4.1.4.7	Wandungsdicke .....	54
4.1.4.8	Volumen.....	55
4.1.4.9	Konnektivität.....	56
4.1.4.10	Porosität .....	56
4.1.4.11	Kanallänge .....	57
4.1.5	Einfluss der Raumrichtung.....	57
4.1.6	Zusammenfassung .....	58
4.2	Definition der Kennzahlen der Produktchargen .....	58
4.2.1	Mathematische Berechnung der Kennzahlen aus den Primärdaten .....	58
4.2.1.1	Arithmetisches Mittel.....	59
4.2.1.2	Median .....	59
4.2.1.3	Standardabweichung .....	59
4.2.1.4	Anzahl großer Poren .....	60
4.2.1.5	Konnektivität.....	60
4.2.1.6	Bruchkraft .....	60
4.3	Modellschichten.....	60
4.4	Untersuchungen am Produktionsprozess.....	65
4.4.1	Referenzmuster.....	65
4.4.1.1	Bruchkraft .....	66
4.4.1.2	Fläche .....	66
4.4.1.3	Länge.....	68
4.4.1.4	Durchmesser .....	69
4.4.1.5	Exzentrizität .....	69
4.4.1.6	Kompaktheit.....	70
4.4.1.7	Raumausrichtung .....	71
4.4.1.8	Wandungsdicke .....	71

---

---

4.4.1.9	Porosität .....	73
4.4.1.10	Kanallänge .....	75
4.4.1.11	Anzahl großer Poren .....	75
4.4.1.12	Konnektivität.....	76
4.4.1.13	Zusammenfassung der Kennzahlen unveränderter Kekse .....	77
4.4.2	Rohstoffe .....	78
4.4.3	Teig.....	78
4.4.4	Fördern .....	85
4.4.5	Backen .....	89
4.4.6	Kühlen .....	96
4.4.7	Lagern.....	100
4.5	Untersuchungen am fertigen Produkt .....	107
4.5.1	Teigbestandteile .....	108
4.5.1.1	Fett .....	108
4.5.1.2	Mehl .....	111
4.5.1.3	Zucker .....	112
4.5.2	Rand- und Innenbereiche .....	115
4.6	Vorhersage der Stabilität basierend auf den Strukturdaten .....	119
<b>5</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick.....</b>	<b>122</b>
<b>6</b>	<b>Anhang .....</b>	<b>125</b>
6.1	Material.....	125
6.1.1	Geräte .....	125
6.1.2	Chemikalien .....	125
6.2	Methoden.....	126
6.2.1	Statistische Tests .....	126
6.2.1.1	Einfaktorielle Varianzanalyse (ANOVA).....	126
6.2.1.2	T-Test.....	127
6.2.2	Dreipunktbelastungstest .....	129
6.2.3	XRCT-Messverfahren .....	130
6.2.3.1	Probenpräparation .....	130
6.2.3.2	Parameter und Messablauf.....	131
6.2.4	scCO <sub>2</sub> -Extraktion .....	133
6.2.5	Festsubstratfärbung .....	135
6.3	Proben.....	137

---

---

6.3.1	Probenliste .....	137
6.3.2	Statistische Kennzahlen.....	137
6.4	Abbildungsverzeichnis .....	150
6.5	Tabellenverzeichnis .....	154
6.6	Lebenslauf .....	156
6.7	Kooperationen .....	158
<b>7</b>	<b>Abkürzungsverzeichnis .....</b>	<b>159</b>
<b>8</b>	<b>Literaturverzeichnis .....</b>	<b>160</b>

# 1 Einleitung

Raschelndes Papier, goldene Krume, knuspriger Biss und ein sensationeller Geschmack. All das wird mit dem Erlebnis Kekse verbunden. Ein jeder verzehrt im Jahr eine große Menge unterschiedlicher Kekse. Doch fast niemand macht sich Gedanken über die filigrane Teigstruktur, die notwendig ist, um einen Keks mit den genannten Eigenschaften herzustellen. Wird versucht, ausgehend vom heimischen Keksbäckerei in der Küche, auf das Ausmaß eines industriellen Herstellungsprozesses von Backwaren zu schließen, kann die Größenordnung der Produktion kaum erfasst werden.

Der Begriff Massenproduktion im heutigen Verständnis umfasst neben einer großen Stückzahl auch einen hohen Grad an Automation. Die Anzahl von Arbeitskräften, die für die Produktion benötigt wird, kann mit steigender Mechanisierung reduziert werden. Dadurch verläuft die Herstellung gleichmäßiger, was wiederum eine gleichbleibende Produktqualität gewährleistet. Genau das erwarten die Konsumenten. Sie möchten zu jeder Zeit ein gleichmäßig gutes Produkt genießen können. Das Qualitätsbewusstsein ist gerade in den letzten Jahren in der Bevölkerung wieder gestiegen.

Um den notwendigen Absatz zu erzielen, muss ein industrieller Massenprozess durchgängig qualitativ hochwertige Ware liefern; nur dann ist dieser auch wirtschaftlich tragbar. Neben der dafür notwendigen fortschreitenden Automation muss auch der Ausschussanteil gering gehalten werden.

Ein ständiger Innovationsprozess ist daher nötig, um im globalisierten Wettbewerbsumfeld konkurrenzfähig zu bleiben. Nur so kann das Herstellungsverfahren optimiert und auf dem neuesten Stand der Technik gehalten werden. Dabei muss einerseits der bestehende Prozess weiterentwickelt und andererseits neue Technologien auf ihre Anwendbarkeit im bisherigen Verfahren getestet werden. Hierzu gehören verstärkt Techniken zum Einsatz in der Qualitätskontrolle und Prozessführung.

Die heute zur Verfügung stehenden Backstraßen sind bereits so weit perfektioniert worden, dass diese kaum noch verfahrenstechnisch verbessert werden können. Für die weitere Optimierung des Fertigungsprozesses von Backwaren ist es deshalb notwendig geworden, die grundlegenden Prozesse zu untersuchen, die in scheinbar alltäglichen Verfahren, wie dem Backen, ablaufen.

## **2 Zielsetzung und Aufgabenstellung**

In Kooperation mit der Bahlsen GmbH & Co. KG (Hannover) sollen Untersuchungen zur Stabilität von Hart- und Mürbekeksen durchgeführt werden.

Ziel der Analysen ist die Aufklärung des Zusammenhangs zwischen Produktstabilität und Struktur sowie des Einflusses der Änderung von Prozessgrößen auf die Struktur. Aus den Erkenntnissen heraus soll der bestehende Herstellungsprozess, hinsichtlich einer Verringerung des Ausschussanteils und einer damit einhergehenden Steigerung der Wirtschaftlichkeit, optimiert werden.

Zu diesem Zweck soll das innere Porennetzwerk von Keksen unter Anwendung der Computertomographie (CT) untersucht werden. Mittels Algorithmen zur digitalen Bildanalyse werden aus den CT-Daten die Poren- und Netzwerkeigenschaften der Keksstruktur abgeleitet. Dabei sind die Poren hinsichtlich ihrer Größe und Verteilung innerhalb der Kekse zu untersuchen. Weiterhin wird die Art des Vernetzungsgrads innerhalb des Porensystems ermittelt. Hierzu werden die Konnektivität und die Porosität herangezogen. Neben der Porengröße werden auch Länge, Form, Wandungsdicke, Raumausrichtung und Volumen analysiert.

Der Zusammenhang dieser Eigenschaften mit der Bruchkraft der Kekse soll herausgearbeitet werden. Unterstützend werden nasschemische Verfahren adaptiert, um die Verteilung von Teigbestandteilen wie Mehl, Fett und Zucker zu untersuchen.

Die gewonnenen Erkenntnisse sollen dazu dienen, ein besseres Verständnis über die physikalischen und chemischen Abläufe beim Backprozess in Bezug auf die Keksstruktur zu gewinnen und das Auftreten von Fehlchargen durch eine optimierte Prozessführung zu verringern.

## 3 Theoretischer Hintergrund

### 3.1 Industrieller Backprozess

Schon seit Lebzeiten von Henry Ford ist bekannt, dass ein effizienter Fließbandprozess für eine Massenproduktion unerlässlich ist. Um Backwaren im industriellen Maßstab herzustellen wird ein möglichst kontinuierlicher Fertigungsprozess benötigt. Deshalb kommen für diese Art der Herstellung nahezu vollständig automatisierte Produktionsstraßen zum Einsatz [1]. Die Fließbandfertigung ermöglicht neben einem erhöhten Durchsatz und der Einsparung von Personal auch eine gleichmäßig hohe Produktqualität [2]. Durch die Anwendung neuester Technologien sowie den Einsatz von Qualitätsmanagementsystemen, kann ein nach GMP-Richtlinien (*Good Manufacturing Practice*) geführter Prozess ermöglicht werden [3]. Auf diese Weise werden die hohen Hygienestandards der Nahrungsmittelbranche erreicht und eingehalten [4].

Das Mischen und Kneten des Teigs geschieht im batch-Verfahren. Der fertige Teig wird dann aus dem Knetter auf ein Transportband entladen, welches anschließend alle folgenden Prozessschritte vollautomatisch durchläuft [5].

Auf das Herstellungsverfahren von Hart- und Mürbekeksen wird im Folgenden näher eingegangen. Die grundlegenden Schritte der Produktion sind bei beiden Keksorten gleich. Zunächst wird der Teig gemischt, dann werden die Teiglinge ausgeformt und anschließend werden die Kekse im Ofen ausgebacken. Danach werden die Backerzeugnisse gekühlt und verpackt oder zur Weiterverarbeitung zwischengelagert [5]. Abb. 1 und Abb. 2 zeigen die Unterschiede, die bei der Hart- und Mürbekeksfertigung auftreten:

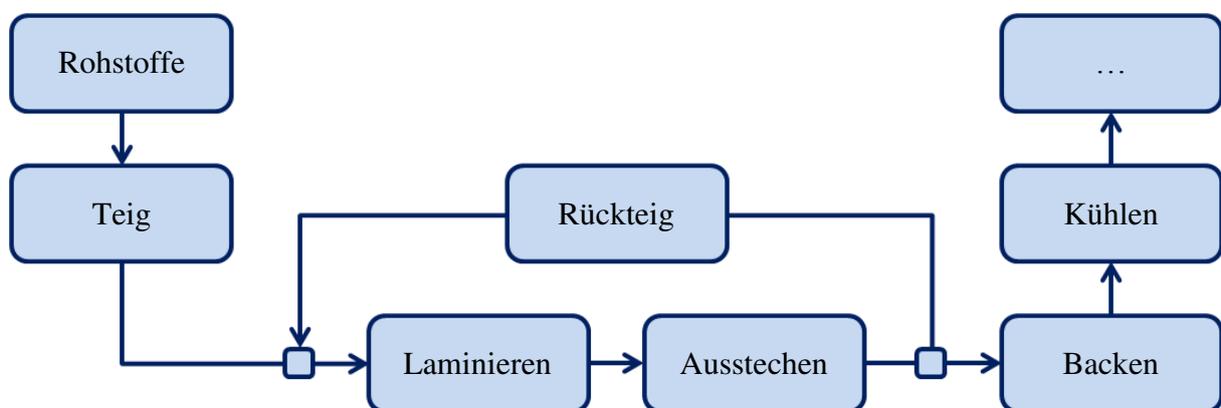


Abb. 1: Prozessschema der Hartkeksfertigung

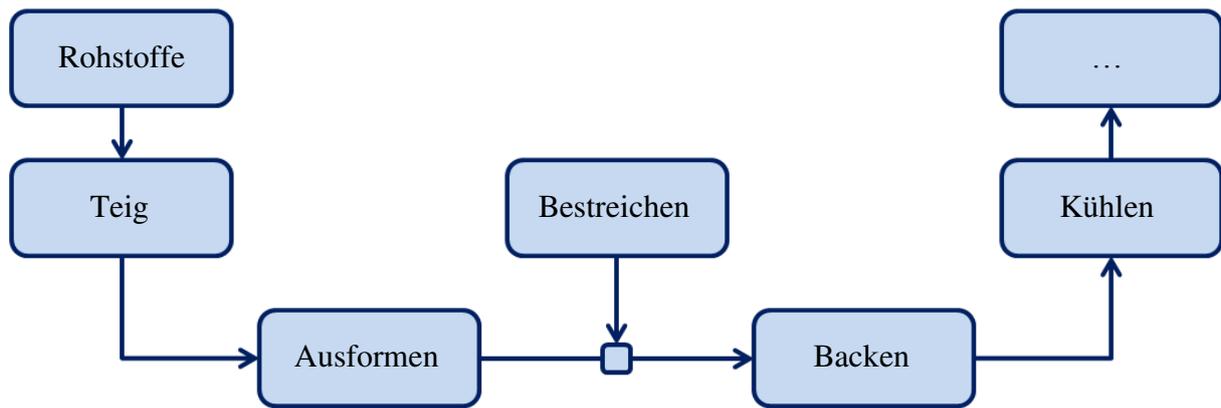


Abb. 2: Prozessschema der Mürbekeksefertigung

Wie in Abb. 1 zu sehen ist, wird bei der Hartkeksherstellung der ausgewalzte Teig zunächst laminiert, wodurch dessen typische Schichtstruktur entsteht. Daraufhin wird er geglättet und die Teiglinge ausgestochen. Der dabei anfallende überschüssige Teig wird über ein Förderband zurückgeführt und als zusätzliche Schicht auf den frischen Teig aufgetragen. Die Teiglinge werden weiter in den Ofen befördert und dort nach einem speziellen Backprogramm ausgebacken. Anschließend folgen die Kühlung des Produkts und die Schritte zur Verpackung oder Lagerung.

Die Produktion der Mürbekekse erfolgt aufgrund ihrer anderen Zusammensetzung unterschiedlich zu derjenigen der Hartkekse. Ihr Teig wird nicht gefaltet, sondern die Teiglinge werden direkt in einem Rotationsformer ausgeformt. Dann werden die Teigstücke bestrichen und in den Ofen befördert. Die Schritte nach dem Backen verlaufen analog zur Hartkeksefertigung.

Die einzelnen Prozessschritte, die in den Produktionsverfahren auftreten, werden im Folgenden detailliert beschrieben.

### 3.1.1 Teigherstellung

Die für die Produktion benötigten Rohstoffe werden von Zulieferern angekauft und zum Werk transportiert. Dort werden sie u.a. in Silos zwischengelagert [2]. Je nach gewünschtem Produkt variiert die Teigzusammensetzung insbesondere der Hauptbestandteile. Das sind Mehl, Zucker und Fett. Dazu kommt noch ein kleiner Anteil Wasser und Backpulver. Mit steigendem Fettgehalt wird weniger Wasser zum Binden des Teigs benötigt [6]. Da die Teigzusammensetzung bei jedem Hersteller variiert, sind in Tab. 1 nur allgemeine Vorschriften für Hart- und Mürbekeksteige beschrieben [7]:

Tab. 1: Allgemeine Teigzusammensetzung [7]

Zutat	Anteil im Hartkeks [%]	Anteil im Mürbekeks [%]
Mehl	64	59
Zucker	17	16
Fett	13	20
Wasser	6	5

Neben den Hauptkomponenten ist das Backtriebmittel von großer Bedeutung, da aus diesem unter der Hitzeeinwirkung beim Backen Kohlendioxid entsteht, welches den Keksteig aufgehen lässt und ihm seine typische poröse Struktur verleiht.

Bei der Keksproduktion tritt häufig das Problem der Bruchbildung auf [8]. Daher ist bereits die Zusammensetzung des Teigs von entscheidender Bedeutung für die spätere Produktqualität. So hat die Art des eingesetzten Mehls einen Einfluss auf die Stabilität der Backwaren [9, 10]. Auch beim Fett spielt es eine Rolle ob z.B. Palmfett oder Butter für die Produktion eingesetzt wird [11, 12]. Das Fett trägt einen großen Anteil zur Festigkeit des Teigs bei, da es die anderen Bestandteile miteinander verklebt. Wird die Fettmenge zu stark abgesenkt, entsteht ein brüchiger Keks [13-16]. Auch beim Zucker spielt die Menge eine Rolle. Ein zu hoher Zuckergehalt kann ebenfalls das Produkt destabilisieren [17].

Bei der Produktion werden die Teige im batch-Verfahren hergestellt. Dabei werden die Zutaten für den Hartkeksteig alle gemeinsam in den Knetter gegeben und dort zu einer homogenen Masse vermengt. Für das Kneten kommt ein Z-Knetter zum Einsatz (Abb. 3). Dieser hat seinen Namen von den in ihm eingebauten Klingen. Solche Systeme haben ein

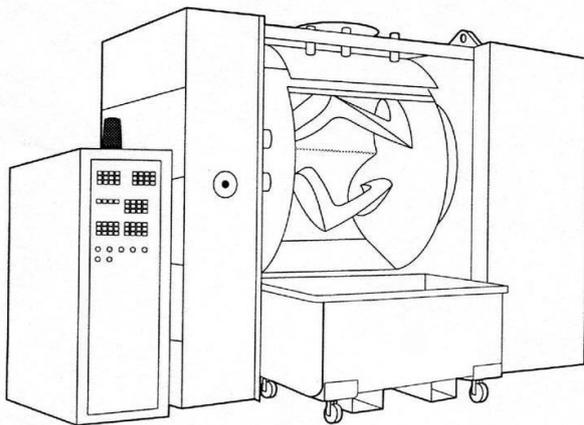


Abb. 3: Z-Knetter [6]

Füllvolumen von ca. 0,5 - 1 t. Die Klingen des Mixers drehen sich entgegengesetzt zueinander mit einer Geschwindigkeit von 60 rpm. Damit kann ein Teig in ca. 12 - 15 min fertiggestellt werden [6]. Die horizontale Anordnung des Kneters bietet den Vorteil gegenüber vertikalen Systemen, dass der Teig direkt unterhalb des Mixers entladen werden kann. Weiterhin

können durch eine Öffnung im oberen Teil des Kneters Zutaten während der Laufzeit des Knetprozesses zugegeben werden [5].

Der fertige Teig wird anschließend auf ein Transportband entladen. Eine zügige Verarbeitung ist notwendig, da er nicht zu lange gehen darf [18]. Der entstandene Hartkeksteig zeichnet

sich durch seine hohe Elastizität aus. Er eignet sich daher für ein Verfahren bei dem die Teiglinge aus dem Teigband ausgestanzt werden. Dies wird in Kapitel 3.1.4 beschrieben.

Die Fertigung des Mürbekeksteigs verläuft ähnlich. Hierbei werden jedoch alle Zutaten bis auf das Mehl in den Mixer gegeben. Dieser Schritt ist notwendig, damit sich eine Emulsion aus Wasser und Fett bilden kann. Weiterhin löst sich ein Teil des Zuckers im Wasser [6]. Die erste Phase des Knetens dauert einige Minuten. Danach wird das Mehl zugegeben und mit den restlichen Bestandteilen vermengt. Die Teigtemperatur wird dabei auf 18 - 22 °C gehalten. Durch die Trennung der Knetstufen wird verhindert, dass zu viel Gluten im Teig entsteht. Auf diese Weise entsteht der typische, schnell reißende Kurzteig [7]. Aus einem solchen Teig können die Teigstücke nicht ausgeschnitten werden. Hier wird ein Verfahren angewandt, in dem die Teiglinge mit Walzen ausgeformt werden (siehe Kapitel 3.1.4).

### 3.1.2 Auswalzen und Portionieren

Der Teig aus dem Knetler durchläuft im Regelfall einen Vorportionierer. Dieser besteht aus zwei übereinander angeordneten Walzen und dient dazu den Teig zu einem unregelmäßigen Band zu verdichten. Dadurch wird der Teig dem eigentlichen Portionierer immer in gleicher Menge zugeführt [5]. Dieser verdichtet die Teigmasse zu einem Teigband gleichmäßiger Dicke, welches die gesamte verfügbare Breite des Förderbandes besitzt. Im entstandenen Teigband dürfen keine größeren Löcher oder zackige Ränder auftreten [19], da dies zu unbrauchbaren Teiglingen beim Ausstechen führen würde.

In Abb. 4 sind die beiden Arten von Portionierern dargestellt, welche als Front- und Rückseitenentlader bezeichnet werden. Für dehnbare Teige, wie z.B. den Hartkeksteig, kann der Rückseitenentlader verwendet werden. Handelt es sich jedoch um einen schwachen kurzen

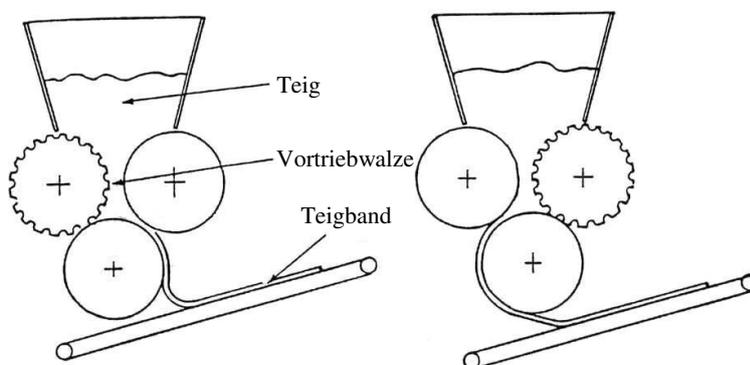


Abb. 4: Front- und Rückseitenentlader [19]

Teig, der nur geringem Scherstress ausgesetzt werden darf, muss der Frontentlader verwendet werden [5].

Die Portionierer bestehen in der Regel aus drei Walzen. Eine der beiden oberen Walzen besitzt eine raue Oberfläche um den Teig in das Walzwerk hinein-

zuziehen. Die andere Walze ist glatt, damit auf der Teigoberfläche kein ungewolltes Muster

entsteht. Die untere Walze muss hingegen immer eine glatte Oberfläche besitzen, da sich der Teig von ihr leicht ablösen lassen muss [19]. Der ausgewalzte Teig wird per Förderband zum nächsten Prozessschritt transportiert.

### 3.1.3 Laminieren

Um eine geschichtete Teigstruktur zu erhalten, die zu einem besonders knusprigen Backergebnis führt [19], muss der Teig laminiert werden. Das kann nur mit dem elastischen Hartkeksteig erfolgen. Der Teig wird im Winkel von  $90^\circ$  gefaltet und in Zickzack-Bahnen auf die vorherige Schicht gelegt. Hierbei kann ebenfalls noch eine zusätzliche Schicht des beim Ausstechen entstehenden Verschnitts mit eingearbeitet werden. Der Teig wird je nach

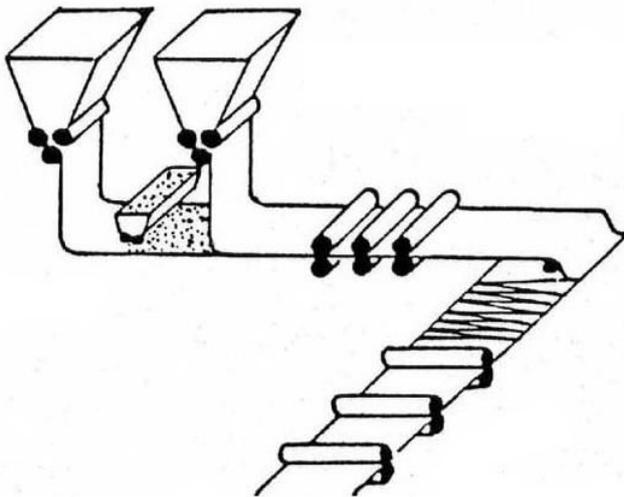


Abb. 5: Horizontal Laminierer [19]

Hersteller ein- oder mehrmals gefaltet [5]. Danach wird der Teig auf seine endgültige Dicke von ca. 2 mm ausgewalzt. Abb. 5 zeigt ein Anlagenschema zur Teigfaltung.

In der schematischen Darstellung ist zu erkennen, dass zwei Teigbahnen zunächst zu einer einzigen verdichtet werden. Anschließend werden sie gefaltet und daraufhin auf die finale Dicke gewalzt [19].

### 3.1.4 Ausstechen und Ausformen

Aufgrund der unterschiedlichen Teigkonsistenz und Klebrigkeit erfolgt die Formgebung der Teiglinge sehr unterschiedlich. Deshalb unterscheiden sich die Techniken für diesen Schritt in der Hart- und Mürbekeksproduktion stark voneinander.

Aus dem Hartkeksteig werden die einzelnen Teiglinge herausgestantzt. Das dafür verwendete Schneidwerk besteht entweder aus einem Schneidgitter, welches von oben auf den Teig gedrückt wird oder aus einer Rolle, die die Teiglinge aus dem Teigband ausschneidet (Abb. 6). Weiterhin können mit einer Platte Muster und Schrift in die Teigoberfläche eingeprägt werden.

Beim Ausstanzen der Teiglinge entsteht Verschnitt. Dieser wird über ein zweites Förderband dem Prozess entnommen und zurückgeführt. Beim Laminierschritt wird er als zusätzliche Schicht auf den frischen Teig aufgetragen und mit eingearbeitet.

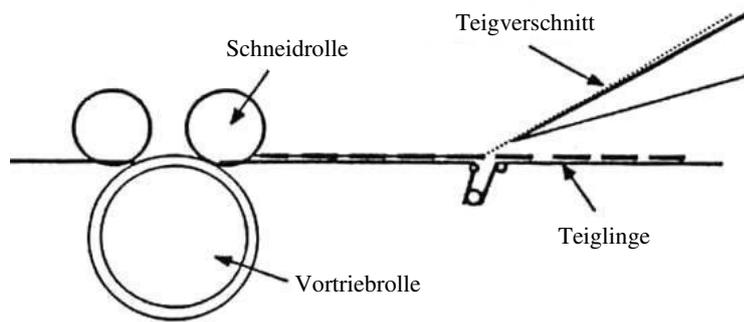


Abb. 6: Rotationsschneider mit Rückführung des Teigverschnitts [19]

Für Kurzteige, wie den Mürbekeksteig, muss ein anderes Verfahren zum Ausformen der Teiglinge gewählt werden. Bei ihnen kommen Rotationsformer (Abb. 7) zum Einsatz. Deshalb kann auf einen Portionierer verzichtet werden. Ein Vorportionierer kommt dennoch zum Einsatz, da mit seiner Hilfe der Teig immer in gleicher Menge dem Vorratsbehälter des Rotationsformers zugeführt wird [5].

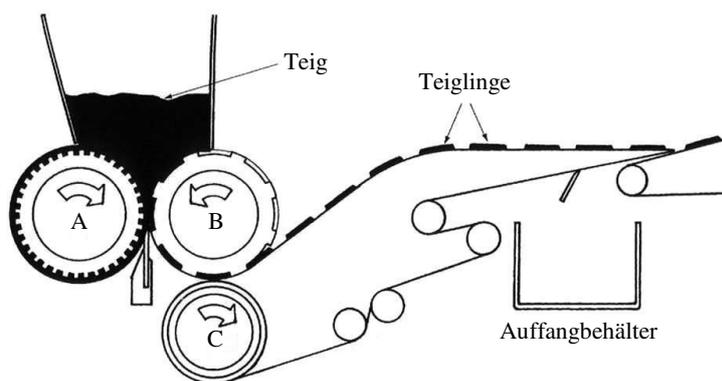


Abb. 7: Rotationsformer [19]

Auf der gegenüber liegenden Seite befindet sich die Walze mit den Formen (B). Diese gleichen dem Negativ des Produkts, mit Mustern und Schrift. Der Teig wird von der Walze (A) in die Formen auf der Walze (B) gedrückt. Überschüssiger Teig wird an einem Messer abgestreift und gelangt über die Vortriebswalze (A) wieder in den Vorratsbehälter [19].

Beim Lösen der Teiglinge kommt die Extraktionswalze (C) zum Einsatz. Sie besitzt eine Gummioberfläche, die dazu verwendet wird ein Baumwollnetz voranzutreiben. An diesem Netz haften die Teiglinge an und können aus den Formen der Walze (B) gelöst werden. Vom Baumwollnetz werden sie auf ein normales Förderband übertragen und weiterbefördert [5].

### 3.1.5 Bestreichen

Um beim Backen eine goldbraune Krume zu erzeugen, benötigen einige Keksorten (u.a. Mürbekekse) zuvor einen Bestrich mit Fett oder Eigelb. Das Fett wird auf die Teiglinge aufgesprüht und das Eigelb mit einer Reihe von Pinseln aufgetragen. Danach erfolgt der Backvorgang bei dem sich die Krume ausbildet.

### 3.1.6 Backen

Da auch der Backvorgang als kontinuierlicher Prozess ablaufen muss, kommt nur ein Tunnelofen für die Produktion in Frage. Er besteht aus einer Reihe unabhängig voneinander beheiz- und regelbaren Backzonen. Dieser Aufbau rührt daher, dass der Hitzetransfer im Ofen kontrolliert werden muss. In der Regel sind es drei Zonen. Sie ermöglichen die Realisierung eines, abhängig von der Applikation, unterschiedlichen Temperaturprogramms während des Backens [5].

Für den Transport der Teiglinge durch den Ofen kommen verschiedene Metallförderbänder zum Einsatz. Es können geschlossene Stahlbänder oder auch Gitternetze sein, welche sehr temperaturbeständig und wärmeleitend sind. Dadurch können sie den hohen Backtemperaturen standhalten und eine effiziente Wärmeübertragung auf den Keksteig ermöglichen [20].

Ein typischer Backvorgang dauert ca. 5,5 min. Wird zu kurz gebacken entsteht ein brüchiges Produkt [21]. Zunächst wird der Teig in der ersten Zone des Tunnelofens auf eine Temperatur von 160 °C aufgeheizt. Die Temperatur ist bereits so hoch, dass sich Kohlenstoffdioxid aus dem Backtriebmittel entwickelt und den Teig lockert und aufgehen lässt. In der zweiten Backzone wird die Maximaltemperatur von 200 °C erreicht, wodurch die Kekse ihre braune Krume ausbilden und ihre Knusprigkeit erhalten. Anschließend wird in der dritten Zone die Temperatur auf 180 °C abgesenkt. Die Kekse besitzen danach noch eine Restfeuchte von 1 - 4%. Durch das Backen treten vier Änderungen an den Keksen auf. Zunächst verändert sich die Form der Teiglinge, sie fließen leicht auseinander und werden dichter. Geht dann der Teig durch das Backtriebmittel auf wird die Dichte wieder geringer. Danach färbt sich die Oberfläche der Kekse bräunlich und die Feuchte sinkt ab [20].

Hierbei ist zu beachten, dass die Feuchte nicht gleichmäßig im gesamten Keks verteilt ist. Der innere zentrale Bereich besitzt eine leicht höhere Feuchte als die Ränder des Kekses. Dadurch entsteht ein Feuchtigkeitsgradient, der beim folgenden Abkühlungsprozess zur Rissbildung führen kann [5, 22].

### 3.1.7 Kühlen

Am Ofenausgang ist direkt eine Gegenstromkühlung installiert. Mittels Düsen wird ein Luftstrom entgegen der Förderrichtung erzeugt. Hierbei werden die Kekse stark abgekühlt, wodurch es zu einer starken mechanischen Belastung kommt [23]. Weitere Kühlung erhalten die frischen Backwaren an der Luft beim Transport über weitere Förderbänder.

Das Kühlen des Produkts ist von großer Bedeutung für den Prozess, da hierbei physikalische Prozesse ablaufen, die für die Kekstruktur von entscheidender Bedeutung sind. Durch die hohe Backtemperatur liegen Fett und Zucker teilweise in gelöster Form vor, was den frischen Keks sehr weich macht. Beim schlagartigen Abkühlen kristallisieren Fett und Zucker. Weiterhin wird Feuchtigkeit an die Umgebungsluft abgegeben [24].

Durch die Rekristallisation des Zuckers wird eine große mechanische Kraft auf das umliegende Material ausgeübt. Durch den Druck können Haarrisse entstehen, durch die der Keks instabil wird. Die Zuckermenge im Teig ist hier entscheidend für das Bruchverhalten der Backwaren [17].

Als weiterer wichtiger Faktor ist der Abbau des Feuchtigkeitsgradienten zu nennen [25]. Wasser diffundiert dabei von der feuchteren Innenregion zu den Keksrändern, um von dort in die Umgebungsluft zu gelangen. Dabei wirkt eine starke mechanische Belastung auf die Kekstruktur. Diese Kraft ist abhängig von der Restfeuchte in den Keksen [23, 26].

### 3.1.8 Sekundärverarbeitung

An die Primärproduktion der Kekse können sich weitere Verarbeitungsschritte anschließen. Nach einer Zwischenlagerung von einem Tag, die u.a. die Mürbekekse zum Reifen benötigen, werden nach speziellen Verfahren Schokoladenüberzüge, Glasuren oder die Applikation von Marmelade und Karamell durchgeführt. Da der Feuchtigkeitsgradient innerhalb der Kekse noch immer nicht vollständig abgebaut ist, kommt es während der Reifung zur Ausbildung weiterer Risse [22]. Dabei können sich diese soweit ausdehnen, dass der gesamte Keks bricht. Diese Fehlchargen können nicht für die Sekundärverarbeitung verwendet werden.

Im Folgenden wird ein Verfahren für den Überzug von Keksen mit Schokolade beschrieben. Schokolade enthält Kakaobutter, die in verschiedenen Formen kristallisieren kann. Sie bietet dann einen guten Geschmack, wenn die Kakaobutter in  $\beta$ - oder  $\beta'$ -Form vorliegt [5]. Da bei schnellem Abkühlen aber auch  $\alpha$ -Kristalle des Fetts entstehen, muss der Vorgang genau kontrolliert werden.

Zunächst wird die Schokolade getempert, bis sie lediglich ca. 5% Kristalle enthält und der Rest der Kakaobutter gelöst vorliegt. Danach wird auf 31 °C abgekühlt, wodurch es möglich ist, die Kristallisation so zu steuern, dass keine  $\alpha$ -Kristalle entstehen, da diese einen Schmelzpunkt von ca. 24 °C besitzen [27].

Die Anlage zum Tempern der Schokolade ist an die Apparatur zum Überziehen der Kekse angeschlossen. Die Raumluft um die Anlage herum muss ebenfalls auf ca. 30 °C beheizt werden. Die Kekse werden mit einer Temperatur von 25 °C auf ein Förderband, bestehend aus einem Drahtnetz, übertragen. Sie durchlaufen damit einen „Vorhang“ aus Schokolade, wodurch sie mit dieser benetzt werden. Überschüssige Schokolade kann durch das Drahtnetz ablaufen und wird wieder der Temperanlage zugeführt [5].

Von den überzogenen Keksen wird mittels warmer Luft überschüssige Schokolade weggeblasen. Danach werden die Kekse gerüttelt, wodurch sich der Überzug glättet. Anschließend folgt eine längere Kühlphase, bei der die Temperatur nur langsam abgesenkt werden darf, damit die Fettkristalle in der richtigen Form bleiben [27].

### **3.1.9 Verpacken**

Im letzten Produktionsschritt werden aus dem Warenstrom beschädigte Kekse aussortiert und anschließend die Ware guter Qualität verpackt. Die Verpackung muss einige wichtige Kriterien erfüllen, um das Produkt zu schützen und sicher zum Verbraucher zu bringen [5].

Zunächst wird die Ware in gewelltes Papier gepackt. Da dies der Verpackung Stabilität verleiht, wird das Produkt geschützt. Daraufhin wird Folie um das Papier geschlagen. Diese erfüllt mehrere Funktionen. Sie schützt die Ware vor Feuchtigkeit und ermöglicht eine Hitzeversiegelung [24]. Weiterhin ist die Folie mit dem Produktnamen und Angaben zum Inhalt wie z.B. Brennwert, Inhaltsstoffe und Mengenangabe versehen.

Die Verpackung erfolgt mittels vollautomatischer Packmaschinen, welche die Packungen in Kartons ablegen. Diese Kartons werden auf Paletten gestapelt und mehrfach mit Folie umwickelt. Da es so vor Feuchtigkeit geschützt ist, kann das Produkt auf diese Weise sicher gelagert oder versandt werden.

## 3.2 Poröse Werkstoffe

Backwaren fallen in eine Gruppe von Strukturen, die als poröse Festkörper bezeichnet werden. Im Vergleich zu Materialien wie Stahl oder Gusseisen weisen sie deutlich andere Eigenschaften auf. Aufgrund des hohen Leervolumens innerhalb des Materials besitzen sie eine geringe Dichte. Weiterhin weisen sie ein niedriges Gewicht auf. Sie können je nach Zusammensetzung verformbar oder spröde sein. Durch ihre stark vergrößerte Oberfläche bieten poröse Werkstoffe vielfältige Anwendungsmöglichkeiten in der Bau- und Nahrungsmittelindustrie, in der Biotechnologie und im Energie- und Umweltsektor [28]. Zur Charakterisierung dieser Werkstoffe wird vermehrt die Computertomographie als nicht-invasive Analysetechnik eingesetzt. Diese wird eingehend in Kapitel 3.3 erläutert.

### 3.2.1 Membranen

Seit den 1960er Jahren kommen Membranen im großtechnischen Maßstab zum Einsatz. In einer ersten Anwendung wurde eine Polymermembran aus Celluloseacetat zur Entsalzung von Meerwasser eingesetzt [29].

Daraufhin wurde eine Vielzahl von Membranen basierend auf organischen Polymeren entwickelt und diese hauptsächlich für Mikro- und Ultrafiltrationszwecke verwendet. Hierbei kommen sowohl Deadend- als auch Crossflow-Filtrationen in Frage [30].

Neben der dafür verwendeten herkömmlichen flachen Struktur können Membranen ausreichender Größe auch zu Röhren, sogenannten Hohlfasern, aufgerollt und zu Filtrationsmodulen zusammengefasst werden [29].

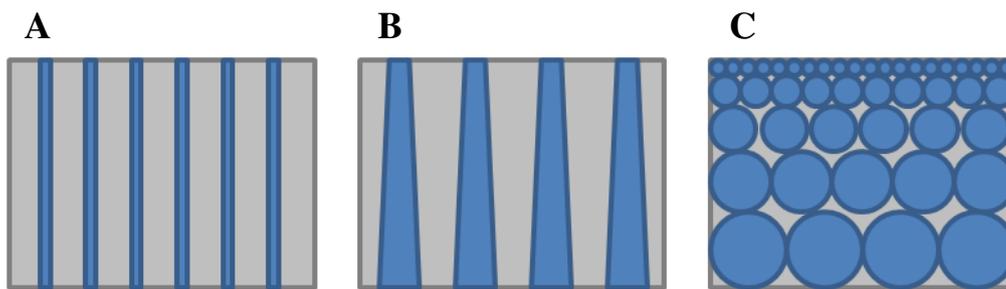
Membranen aus organischen Polymeren lassen sich mit gut definierbarer Porengröße herstellen. Sie haben jedoch den Nachteil, dass ihre Struktur bei Temperaturen ab ca. 100 °C zerstört wird. Weiterhin lösen sie sich bei sehr saurem oder alkalischem pH-Wert auf. Auch gegen organische Lösungsmittel sind sie sehr anfällig [29].

Hier können anorganische Membranen Abhilfe schaffen. Sie wurden erst deutlich später entwickelt, zeigen jedoch genau dort ihre Stärken, wo die Polymermembranen nicht mehr verlässlich arbeiten. Sie bestehen hauptsächlich aus Keramik, Kohlenstoff, Metall oder Glas. Auch bei hohen Temperaturen können anorganische Membranen eingesetzt werden.

Diese Membranen besitzen einen Kern aus Keramik, der einerseits die makroskopische Form vorgibt und andererseits eine Stützfunktion für das Trennmateriale übernimmt. Der Kern kann flach, röhrenförmig, monolithisch oder wabenartig sein. Darauf befindet sich die eigentliche

Separationsschicht, die wiederum porös oder dicht, einphasig oder als Komposit aufgebaut sein kann [31].

In die Oberfläche der Separationsschicht werden bei dichten Materialien zylindrische oder konische Poren eingelassen, um die Struktur durchgängig zu machen. Alternativ wird direkt poröses Material wie z.B. Glas verwendet. Auch über die Schichtung von Partikeln unterschiedlicher Größe können Hohlräume erzeugt werden, durch die eine Filterwirkung erzielt werden kann [31]. Abb. 8 zeigt das Prinzip:



**Abb. 8:** A) zylindrische Poren, B) konische Poren, C) mehrschichtig mit Hohlräumen

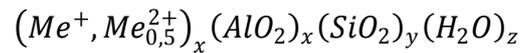
Die so erhaltene Porenstruktur kann weiter modifiziert werden, um maßgeschneiderte Membranen für spezielle Anwendungen zu erzeugen. So wird z.B. zur Entsalzung in Umkehrosmoseanlagen eine poröse Glasmembran mit einer metallorganischen Schicht überzogen [32].

Kommerziell erhältliche Membranen besitzen eine Porosität von 20 - 60%. Der Porendurchmesser liegt je nach Anwendung bei über 500 nm für Makroporen, zwischen 20 und 500 nm bei Mesoporen und kann bis unter 2 nm für die Mikroporen betragen [31].

Die ursprünglich zur Urananreicherung entwickelten keramischen Membranen haben heute Einzug in nahezu alle Industriezweige gehalten. Besonders in der Biotechnologie und Pharmazie werden sie verstärkt eingesetzt. Aber auch in der Lebensmittelbranche und Petrochemie sowie Mikroelektronik sind anorganische Membranen nicht mehr wegzudenken [33]. Sie bilden die Grundlage neuer Trennungs- und Aufreinigungsverfahren und bieten eine effektive und kostengünstige Alternative zu klassischen Verfahren wie Destillation, Kristallisation und Adsorption [29].

### 3.2.2 Zeolithe

Eine besondere Klasse poröser anorganischer Materialien stellen die Zeolithe dar. Sie bilden eine Klasse natürlich vorkommender Alumosilicate, die Alkali- oder Erdalkalimetallkationen enthalten. Sie sind nach folgender allgemeiner Zusammensetzung aufgebaut [34]:



Durch ihre regelmäßige Struktur besitzen sie natürliche Mikroporen mit einer Größe unter 2 nm [35]. Die Größe der Hohlräume und Kanäle kann über den Aufbau der Zeolithe sowie die Art der eingelagerten Kationen gesteuert werden. Vier typische Zeolithstrukturen, abgeleitet vom  $\beta$ -Käfig, sind in Abb. 9 dargestellt:

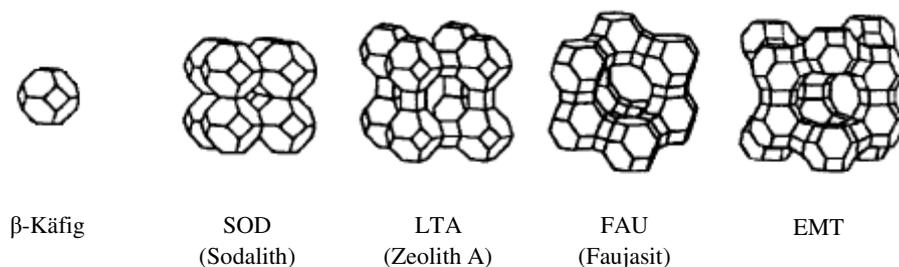


Abb. 9: Zeolithstrukturen [35]

In der Natur kommen 40 verschiedene Zeolithe, wie auch der Faujasit, vor. Dazu kommen seit den 1950er Jahren über 100 synthetisch hergestellte Strukturen [35]. Daran ist bereits das große Potential für den Einsatz von Zeolithen in der Industrie zu erkennen. Zur Synthese wird ein Gel aus Natriumaluminat und Natriumsilicat verwendet. Aus diesem wird durch Tempern der Zeolith auskristallisiert [34].

Wegen ihrer mikroporösen Struktur eignen sich Zeolithe dazu Reaktionen auf Molekülebene zu steuern. Die Kanäle bestimmen dabei die Ausschlussgröße von Molekülen die mit dem entsprechenden Zeolith verarbeitet werden können. Durch diese Eigenschaft können sie als Separationsmaterial in Membranen eingesetzt werden [36]. Durch ihre gleichmäßige Porengröße liefert eine Zeolithmembran ein sehr gleichmäßiges Permeat [33].

Als weiterer wichtiger Faktor für Trenn- und Katalyseprozesse ist die Diffusion als Hauptmechanismus des Massentransfers innerhalb der Zeolithstruktur zu nennen. Sie bestimmt die Geschwindigkeit der ablaufenden Reaktionen [37].

Die katalytischen Eigenschaften, hervorgerufen durch den Einbau von Platin oder Palladium, werden in der Petrochemie zum Cracken von Erdöl [38] und für Alkylierungen, Veresterungen und Isomerisierungen eingesetzt [37]. Ein großtechnisch genutztes Alkylierungsverfahren stellt die Methylierung von Toluol durch Methanol dar [39].

Weiterhin bieten die Metallkationen im Gitter die Möglichkeit das Materials als Ionenaustauscher zu verwenden [40]. Hier bietet sich u.a. der Einsatz von Na-Zeolithen als Wasserenthärter in Waschmitteln, als Ersatz für umweltschädliche Phosphate, an [34].

Auch zu Adsorptions- und Separationszwecken in der Gasaufreinigung finden Zeolithe mit ihren molekülgroßen Poren Verwendung [40]. So kann beispielsweise Erdgas getrocknet und gleichzeitig von CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S und anderen unerwünschten Nebenbestandteilen befreit werden [34].

### 3.2.3 Schäume

Als Schaum werden Materialien verstanden, die Hohlräume enthalten, welche von einer dichten Matrix umgeben sind, die entweder flüssig oder fest sein kann [41]. Sie zeichnen sich durch eine geringe Dichte, ihre niedrige Masse und die Fähigkeit zur Absorption großer Energiemengen aus [42].

Schäume mit einer festen Matrix können in Polymerschäume und anorganische Schäume unterschieden werden. Dabei sind die Polymerschäume entweder starr oder flexibel. Für diese Arten von Schäumen werden u.a. gängige Polymere wie Polyurethan (PU), Polystyrol (PS), Polyethylen (PE), Polypropylen (PP), Polyvinylchlorid (PVC) und Polycarbonat (PC) verwendet [41].

Die organischen Schäume haben seit den 1960er Jahren eine breite Anwendungspalette. Die starren Schäume werden hauptsächlich als Dämmstoffe in Gebäuden, zum Verpacken und für Möbel eingesetzt. Flexible Schäume finden ihre Anwendung in Polstern, Textilien, Schock- und Schalldämpfungen sowie in Schuhen [41, 43].

Eine ganz andere Klasse von Schäumen stellen anorganische Schäume dar. In den vergangenen zehn Jahren wurden vor allem für Metallschäume immer neue Anwendungsmöglichkeiten gefunden [44]. Die Möglichkeiten, die zu ihrer Herstellung entwickelt wurden, sind so breit gefächert wie ihre Anwendungen. Die Fertigungsmethoden ähneln teilweise denen, die für Polymerschäume genutzt werden, können aber auch die besonderen Eigenschaften von Metallen, wie z.B. ihre Sinteraktivität, ausnutzen [45]. Je nach Aggregatzustand, in dem das Metall für den Prozess vorgelegt wird, werden die Verfahren

eingeteilt. Dabei fallen die meisten Herstellungsprozesse in die Gruppen der flüssigen und festen Metalle [45].

Das meist genutzte Verfahren ist der Fraunhofer Prozess (FOAMINAL<sup>®</sup>), der von einem



Abb. 10: Al-Schaum-Kugeln [46]

Metallpulver ausgeht, welches einen Schaumbildner beinhaltet. Das Gemisch dehnt sich in vorgefertigten Formen aus, die die Makrostruktur des Schaums vorgeben. Nach dem Abkühlen wird das fertige Werkstück direkt erhalten [46]. Ein neu entwickeltes Verfahren geht von Al-Schaum-Kugeln mit einer Größe von unter 1 cm<sup>3</sup> aus (Abb. 10). Diese können direkt in Hohlstrukturen, wie z.B. Karosseriebauteile, gefüllt und durch Erhitzen auf ca. 200 °C miteinander verschmolzen werden [46].

Auch Hohlkugeln, z.B. aus Fe-12Cr Stahl, können als Ausgangsmaterial eingesetzt und durch Sintern zu einem Metallschaum verschmolzen werden. Da diese Kugeln einen zusätzlichen Hohlraum im Inneren besitzen weisen sie ein besonders hohes Kraftaufnahme-Gewichts-Verhältnis auf [47]. Solche Materialien können beispielsweise in der Knautschzone von Autos eingesetzt werden [45].

Trotz der unterschiedlichen Art der Herstellung ergeben sich dennoch immer recht ähnliche

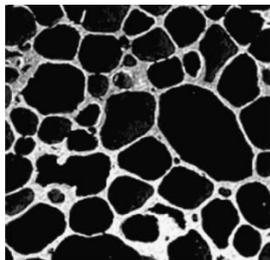


Abb. 11: PM-Schaum [44]

Schaumstrukturen. Der Hauptunterschied liegt darin, ob es sich um ein Netzwerk offener oder geschlossener Zellen handelt. Offene Zellen bilden ein Netzwerk aus Stegen (Abb. 11), die sich an den Kanten der Zellen entlang ziehen [48]. Diese Struktur kann durch das Einleiten von Gas in das flüssige Metall entstehen [47]. Werden

Kugeln als Ausgangsstoff verwendet, entstehen Systeme mit geschlossenen Zellen, die nur in den Zwischenräumen hohl sind.

Je nach Art des eingesetzten Metalls, ihrer Morphologie und ihrer mechanischen Eigenschaften werden die Metallschäume für unterschiedlichste Anwendungen eingesetzt. Dabei finden sich ihre Hauptanwendungsgebiete in der Automobilindustrie, dem Transportwesen und im Bauwesen [45].

### 3.2.4 Faserverbundwerkstoffe

Faserverbunde besitzen ähnliche Eigenschaften wie andere poröse Materialien. Sie weisen eine geringe Dichte auf, können starr oder flexibel sein, absorbieren große Energiemengen sowie Schall und Vibrationen [49]. Sie besitzen entweder eine ungeordnete Struktur oder, wie heute vermehrt eingesetzt, eine geordnete Balkengitterstruktur [50]. Faserverbundwerkstoffe mit Balkengitterstruktur sind in ihren Eigenschaften vergleichbar mit Materialien, die eine Wabenform aufweisen und sind denen von Schäumen meist sogar überlegen [51].

Karbonfasern stellen das erfolgreichste Kohlenstoffprodukt dar, das in den vergangenen 50 Jahren zur Marktreife entwickelt wurde [52]. Der überwiegende Teil von Kohlenstofffasern wird heute aus Polyacrylnitril (PAN) oder Pech hergestellt. Eine weitere Produktionsmethode besteht in der Anwendung des *chemical-vapor-deposition* (CVD) Verfahrens, bei dem Graphit als Ausgangssubstanz eingesetzt wird [53].

Karbonfasern finden ihre Anwendung besonders in der Luft- und Raumfahrttechnik, da sie sehr stabil aber auch flexibel, bei gleichzeitig sehr niedrigem Gewicht sind [54].

Werden Kohlenstofffasern mit weiteren Materialien zu Kompositen verarbeitet, können ihre Eigenschaften noch weiter verbessert werden [55]. Hierbei entstehen *advanced grid-stiffened* (AGS) Karbonfasern [54].

Eine Möglichkeit ist hierbei in einem CVD-Prozess aus  $\text{SiO}_2$  und Graphit bei  $1.300\text{ }^\circ\text{C}$  ein

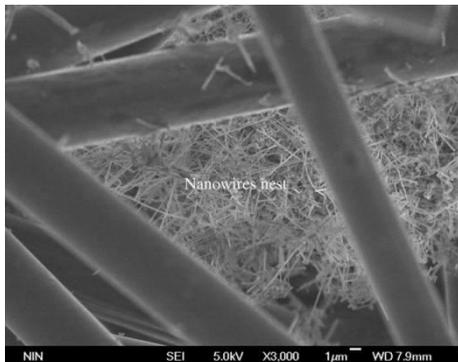


Abb. 12: C-SiC Komposit SEM-Bild [53]

Komposit bestehend aus Karbonfasern und SiC-Nanodrähten zu erzeugen (Abb. 12). Dieses besitzt eine deutlich erhöhte Stabilität gegenüber normalen Kohlenstofffasern [53].

Sollen die Eigenschaften von Metallen und Kompositen miteinander vereint werden, entstehen *hybrid composite structures* (HCS). In diesen wechseln sich dünne Metallschichten mit Verbundwerkstoffen

ab. Das Metall schützt den Kern vor Umwelteinflüssen. Dieser wiederum verleiht dem Material ein besseres Verhältnis von Festigkeit zu Gewicht als Gussmetall [56].

Es existieren auch Verfahren zur Herstellung reiner Metallfaserverbunde. Durch die vom Fraunhoferinstitut entwickelte Methode der Schmelzextraktion werden Metallfasern eines Äquivalenzdurchmessers von 50  $\mu\text{m}$  erhalten [49].



Abb. 13: Gesinterte Metallfasern [57]

Diese werden zu *sintered metallic fiber structures* (SMFS) zusammengesmolzen (Abb. 13). Der Prozess bietet eine gute Kontrolle über Länge, Durchmesser und Form der Fasern sowie der Porosität des Materials [57].

Die gesinterten Metallfasern können u.a. als Katalysatorträger, Wärmeaustauscher und Gasfilter eingesetzt werden [57].

Mit ihrem geringen Gewicht und ihren meistens geringen Kosten stellen poröse Materialien in vielen Bereichen des täglichen Lebens eine sinnvolle Alternative zu herkömmlichen Werkstoffen dar.

### 3.3 Computertomographie

Obwohl die Computertomographie auf physikalischen und mathematischen Theorien beruht, die auf die Entdeckung der Röntgenstrahlung Ende des 19. Jahrhunderts zurückgehen [58, 59], war noch bis in die 60er Jahre des 20. Jahrhunderts nicht an eine großflächige Anwendung eines solchen Systems zu denken [60, 61]. Die technische Umsetzung war allerdings erst mit der Entwicklung der modernen Computertechnik möglich. So wurde der erste kommerzielle Computertomograph im Jahr 1971 von der Firma EMI (London) gebaut [62] und in London im Atkinsons Morley Hospital aufgestellt [63]. Godfrey N. Hounsfield erhielt dafür zusammen mit Allan M. Cormack im Jahr 1979 den Nobelpreis für Medizin [64]. Neben ihrem Haupteinsatzzweck in der medizinischen Diagnostik, werden Computertomographen zunehmend auch in der Festkörper- und Materialanalytik eingesetzt. Sie bieten die Möglichkeit nicht-invasiver Bildaufnahmen innerer Mikrostrukturen von Objekten mit einem Auflösungsvermögen bis in den Bereich von 600 nm [65, 66].

### 3.3.1 Der Röntgenprozess

Wird ein hochenergetischer Elektronenstrahl auf ein Metall gelenkt, entsteht Röntgenstrahlung. Das Targetmaterial bremst die Elektronen ab wodurch zwei Arten von Röntgenspektren entstehen. Das sind zum einen ein kontinuierliches Bremspektrum und zum anderen ein, für das Metall, charakteristisches Linienspektrum [67]. Die Spektren sind in Abb.

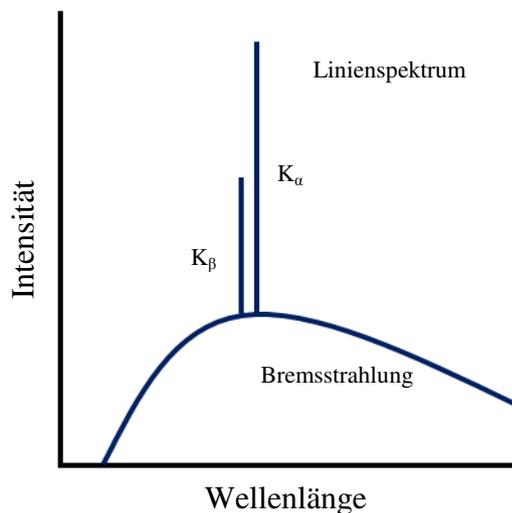


Abb. 14: Röntgenspektrum

14 dargestellt. Das Coulomb-Potential der Atomkerne lenkt die Elektronen ab. Dadurch entsteht das kontinuierliche Bremspektrum. Sie verlieren dabei Strahlungsenergie durch die Emission von Photonen. Diese Strahlung kann maximal eine Energie in Höhe der Anregungsspannung  $E_{max} = hf_{max} = eU$  besitzen [68]. Dabei bezeichnet  $h$  das Planck'sche Wirkungsquantum,  $f_{max}$  die Frequenz,  $e$  die Elementarenergie und  $U$  die Beschleunigungsspannung der Elektronen. In einem solchen Prozess würde das Elektron vollständig in Strahlungsenergie übergehen [67]. Da die Wellenlänge gemäß der Funktionen  $E = h\nu$  und  $c = \lambda\nu$  mit steigender Energie abnimmt, kann die minimale Wellenlänge zu  $\lambda_{min} = \frac{hc}{E_{max}}$  berechnet werden, an der das Bremspektrum beginnt [68]. Hier ist wiederum  $h$  das Planck'sche Wirkungsquantum,  $\nu$  die Frequenz,  $\lambda$  beschreibt die Wellenlänge und  $c$  die Lichtgeschwindigkeit im Vakuum.

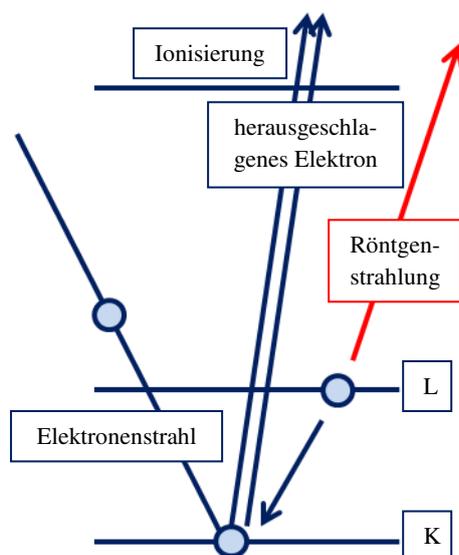


Abb. 15: Röntgenprozess

14 dargestellt.

Das Coulomb-Potential der Atomkerne lenkt die Elektronen ab. Dadurch entsteht das kontinuierliche Bremspektrum. Sie verlieren dabei Strahlungsenergie durch die Emission von Photonen. Diese Strahlung kann maximal eine Energie in Höhe der Anregungsspannung  $E_{max} = hf_{max} = eU$  besitzen [68]. Dabei bezeichnet  $h$  das Planck'sche Wirkungsquantum,  $f_{max}$  die Frequenz,  $e$  die Elementarenergie und  $U$  die Beschleunigungsspannung der Elektronen. In einem solchen

Prozess würde das Elektron vollständig in Strahlungsenergie übergehen [67]. Da die Wellenlänge gemäß der Funktionen  $E = h\nu$  und  $c = \lambda\nu$  mit steigender Energie abnimmt, kann die minimale Wellenlänge zu  $\lambda_{min} = \frac{hc}{E_{max}}$  berechnet werden, an der das Bremspektrum beginnt [68]. Hier ist wiederum  $h$  das Planck'sche Wirkungsquantum,  $\nu$  die Frequenz,  $\lambda$  beschreibt die Wellenlänge und  $c$  die Lichtgeschwindigkeit im Vakuum.

Die charakteristischen Linien im Spektrum entstehen durch Übergänge von Elektronen zwischen den Atomschalen. Ein Elektronenstrahl hoher Energie kann ein Elektron aus dem Atom heraus schlagen [67]. Abb. 15 zeigt den ablaufenden Prozess an einem Elektron aus der K-Schale des Atoms. Wird es aus dem Atom herausgeschlagen, entsteht eine Lücke, welche durch ein Elektron aus einer höheren Schale aufgefüllt wird. Dabei wird ein Röntgenphoton emittiert. Es besitzt eine Energie die der Differenz des höheren Niveaus und der K-Schale entspricht. Das abgestrahlte Photon ist repräsentativ für eine der

charakteristischen Linien im Röntgenspektrum. Durch das Moseley-Gesetz kann die Energie der Emissionslinie zu  $E_{\text{Röntgen}} = \frac{3}{4} R_E (Z - 1)^2$  berechnet werden.  $R_E$  ist die Rydberg-Energie und  $Z$  die Ordnungszahl des Elements [68].

Röntgenstrahlung ist eine Strahlung hoher Energie und damit sehr kurzer Wellenlänge. Wie in Abb. 16 dargestellt ist, liegt sie im Bereich von 0,001 pm - 1 nm. Noch kurzwelliger und damit energiereicher ist lediglich die Gamma-Strahlung.

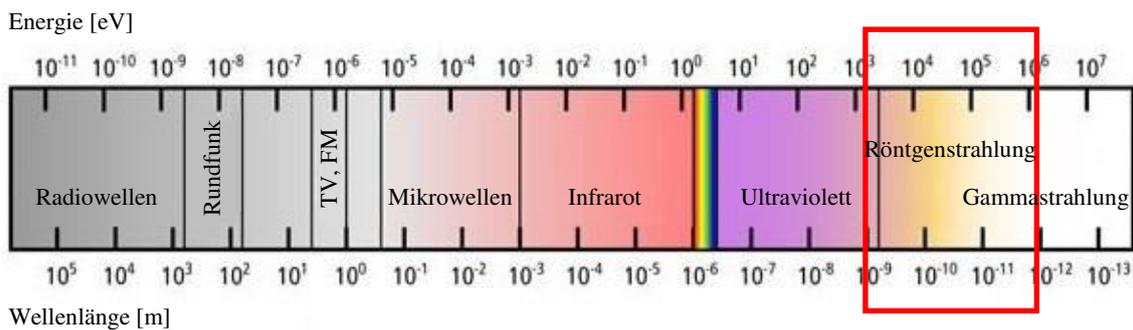


Abb. 16: Elektromagnetisches Spektrum [69]

### 3.3.2 Aufbau von Röntgenröhren und CT-Systemen

Der Aufbau einer thermischen Röntgenröhre, die einen gerichteten Röntgenstrahl erzeugen kann, geht auf W. D. Coolidge zurück, der ein solches System erstmals 1913 beschrieb [70].

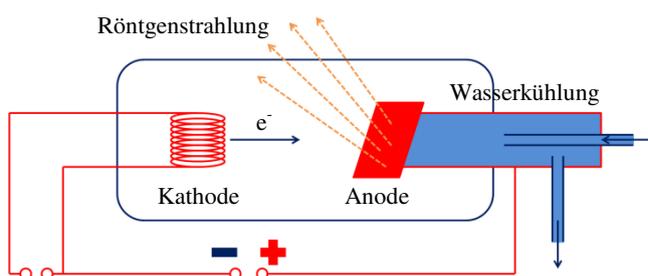


Abb. 17: Klassische Röntgenröhre

Der schematische Aufbau einer klassischen Röntgenröhre ist in Abb. 17 zu sehen. Er besteht aus einer beheizbaren Glühwendel, der Kathode und einem positiv geladenen, gekühlten, Metalltarget [71].

Durch Anlegen einer Hochspannung an die Glühwendel werden Elektronen aus ihr herausgelöst und in Richtung des Targets beschleunigt. Beim Auftreffen auf die Anode entsteht das charakteristische Röntgenspektrum [72]. Das Targetmaterial ist so geformt, dass ein gerichteter Röntgenstrahl entsteht. Die Strahlung tritt durch ein Berylliumfenster aus der Röhre aus.

Die Röntgenstrahlung durchdringt daraufhin die Probe und wird auf einem Fluoreszenzschirm oder einem röntgenempfindlichen Schwarzweißfilm sichtbar gemacht [59]. Die Strahlung

erzeugt ein Graustufenbild auf dem Schirm, da sie, abhängig vom Material, unterschiedlich stark absorbiert wird.

Das Grundprinzip zur Erzeugung der Strahlung ist in modernen Röntgenröhren noch dasselbe wie im klassischen System. Es wurden jedoch insbesondere im Bereich der Elektronenstrahl-fokussierung erhebliche Verbesserungen vorgenommen. So sind Anode und Metalltarget in den modernen Röhren voneinander getrennt. Die Elektronen werden aus dem Tungsten-Filament (Kathode), herausgelöst und durch eine von außen angelegte Hochspannung beschleunigt. Diese kann 20 - 150 kV betragen [73]. Durch das Loch in der Anode, kann der Elektronenstrahl durch sie hindurchtreten. Er wird dann durch eine Ablenkeinheit in Richtung des Metalltargets gelenkt (Abb. 18). Mit Hilfe magnetischer Linsen werden die Elektronen auf einen möglichst kleinen Punkt fokussiert. Dieser hat einen Durchmesser von ca. 1 - 10  $\mu\text{m}$  [73].

Beim Auftreffen auf das Targetmaterial wird Röntgenstrahlung emittiert. Wird diese wie bei den klassischen Röhren vom Target abgelenkt, handelt es sich um ein Reflektionstraget [74]. Dies ist in Abb. 18 A zu sehen. Reflektionstragets ermöglichen den Einsatz von einer bis zu zwanzigmal höheren Spannung als Transmissionstragets, wodurch die Messung von größeren und dichten Proben ermöglicht wird [75].

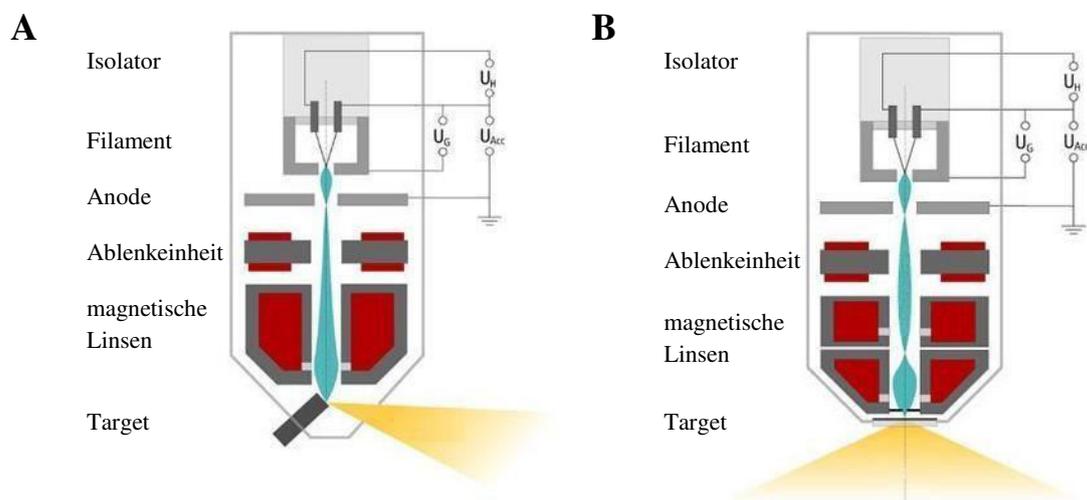


Abb. 18: Röntgenröhre mit A) Reflektions- [76] und B) Transmissionstraget [77]

Bei der zweiten Variante wird das Targetmaterial durchdrungen und emittiert dabei die Röntgenstrahlung. Diese Art des Targets wird als Transmissionstraget bezeichnet (Abb. 18 B) [71]. Sie hat den Vorteil eine höhere Auflösung bei der Messung zu ermöglichen als bei der Reflektionsmethode [78].

Weiteres Optimierungspotential bietet der Austausch des Targetmaterials. Im Regelfall besteht es aus Metallen wie Wolfram oder Molybdän [73]. Bei Proben mit geringer Röntgenabsorption bietet das Molybdäntarget Vorteile gegenüber Wolfram, da durch die unterschiedliche charakteristische Röntgenstrahlung ein besserer Kontrast auf dem Detektor erzeugt werden kann.

Im Gegensatz zu den Fluoreszenzschirmen klassischer Röntgensysteme besitzen heutige CTs zur Detektion der Röntgenstrahlung digitale Röntgendetektoren [79]. Um die großen Bilddatenmengen die bei einer Messung entstehen an einen Computer zu schicken werden Glasfaserkabel verwendet [80].

Zur Detektion der Röntgenstrahlung werden *charged-coupled-device-photodetectors* (CCD) [65, 79] oder *active-matrix-flat-panel-imager* (AMFPI) verwendet [81-83]. Strahlungsquelle und Detektor müssen sich bei einer laufenden Messung auf gegenüberliegenden Seiten des Patienten respektive der Probe befinden.

Aus diesem Grund gibt es zwei Möglichkeiten, wie die Röntgenquelle und der Detektor in der Anlage befestigt werden können. Abb. 19 zeigt den schematischen Aufbau. Die in der klinischen Diagnostik gängige Methode besteht in der Befestigung von Röntgenröhre und Detektor an einer Halterung, welche sich bei laufender Messung um den Patienten in einem Bogen von 360 ° bewegt [84].

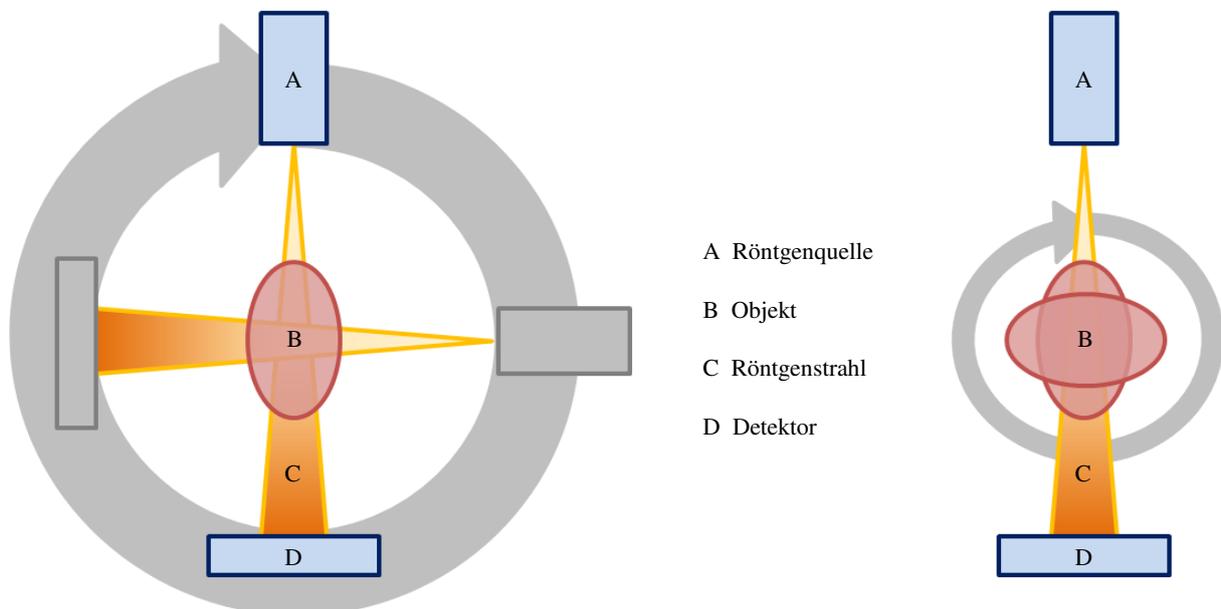


Abb. 19: Befestigung von Röntgenquelle und Detektor

Der Abstand zwischen Strahlungsquelle und Detektor ist dabei fest. Die Größe des Detektorfeldes und der Fokussiermodus der Röhre limitieren dadurch die mögliche geometrische Auflösung [84].

Die Materialanalytik bedient sich der zweiten Variante. Hierbei sind Röntgenröhre und Detektor während der Messung stationär. Stattdessen wird die Probe durch ein pneumatisches System [65], während des Detektionsvorgangs, um  $360^\circ$  gedreht. Durch diesen apparativen Aufbau ist es möglich die Abstände von Röntgenquelle und Probe sowie Probe und Detektor unabhängig voneinander einzustellen [71]. Dadurch kann einerseits die Auflösung optimiert und andererseits bei großen Objekten der gewünschte Probenteil auf dem Detektor abgebildet werden. Diese Art von Computertomographen besitzt eine wesentlich kompaktere Bauart, da es weniger bewegliche Teile gibt als bei ihren klinischen Gegenstücken [85].

### 3.3.3 Arbeitsprinzipien von CT-Systemen

In Kapitel 3.3.2 wurden die unterschiedlichen Bauweisen von CT-Systemen beschrieben. In der vorliegenden Arbeit wird ein Computertomograph für die Materialanalytik verwendet. Er arbeitet nach dem Prinzip der drehbaren Probe. Der restliche Teil des Systems ist während der Messung statisch.

Der größte Unterschied im Arbeitsprinzip von CTs zeigt sich in der Geometrie des Röntgenstrahls während der Messung [71]. Wie aus Abb. 20 hervorgeht, kann er dabei entweder eine Fächer- oder Kegelform annehmen [86]. Die Anwendungsart und die eingesetzte Röntgenröhre legen dies fest.

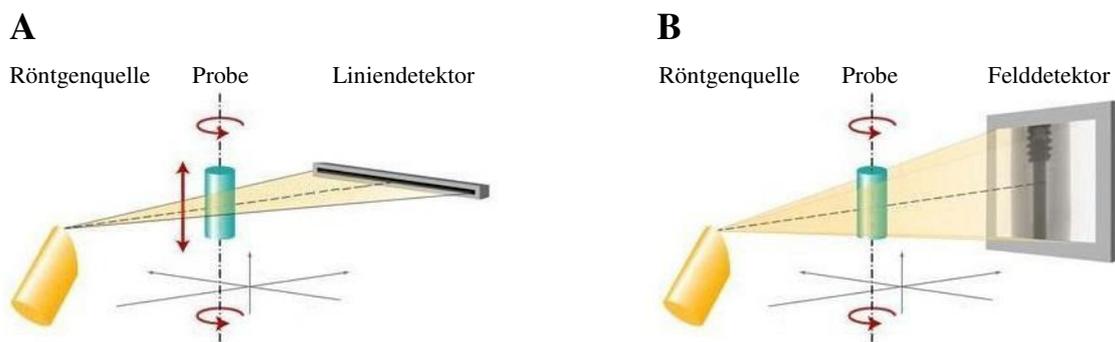


Abb. 20: A) Fächer- [87] und B) Kegelstrahlverfahren [88]

Beim Fächerverfahren kann immer nur eine Schicht der Probe aufgenommen werden. Deshalb wird die Probe während der Messung vertikal bewegt. Gleichzeitig rotiert sie

Schrittweise. Dadurch entsteht ein spiralförmiger Messablauf. Die spiralförmige Relativbewegung der Probe zur Röntgenquelle wird als Spiral-CT bezeichnet [89-91]. Da die ausgesandte Röntgenstrahlung eine Fächerform besitzt genügt bei diesem Verfahren zur Detektion der Strahlung ein Liniendetektor (Abb. 20 A).

Durch die Entwicklung der Kegelstrahltechnik [92, 93] wurde eine vollständige Erfassung kleiner Proben in einer Einzelmessung ermöglicht. Während einer einzigen Rotation der Probe kann das gesamte Objektvolumen erfasst werden [65]. Im Gegensatz zum Fächerverfahren erfolgt die Rotation schrittweise und nicht kontinuierlich. Der Rotationswinkel der Probe ist dabei kleiner als  $1^\circ$ . Der Felddetektor nimmt an jeder dieser Positionen eine 2D-Projektion des Objekts auf. Aus Einzelbildern wird daraufhin das Volumen des Objekts rekonstruiert. Das Verfahren wird auch als digitale Volumentomographie (DVT) bezeichnet [94].

Die Kegelstrahltechnik ermöglicht eine wesentlich schnellere Bildaufnahme als das Verfahren der Spiral-CT. Mit der Volumen-CT können zusätzlich 2D-Aufnahmen der Probe erzeugt werden [71].

Durch eine kontinuierliche Drehung der Probe kann die Messdauer weiter reduziert werden. Es kann dabei jedoch zur Ausbildung von Rotationsartefakten kommen, die die Qualität der Aufnahme verschlechtern. Der Effekt tritt auf, da sich die Probe innerhalb der Belichtungszeit des Detektors weiterdreht. Die als fast-CT bezeichnete Methode eignet sich dafür schnell erste Aussagen über die Zusammensetzung eines Objekts treffen zu können.

### **3.3.4 Möglichkeiten der Signal- und Kontrastverstärkung**

Die Signalintensität am Detektor ist das entscheidende Gütekriterium für eine CT-Aufnahme. Demnach sollte diese bei jeder Anwendung möglichst hoch sein. Um dies zu erreichen bieten sich verschiedene Möglichkeiten an.

Der Abstand der Röntgenquelle zur Probe kann, zumindest bei kleinen Objekten, bis auf wenige Millimeter verringert werden [65]. Der Kegel, in dem der Röntgenstrahl ausgesandt wird, weist dann beim Auftreffen auf die Probe noch einen kleineren Durchmesser auf. Dadurch können mehr Röntgenphotonen pro Zeiteinheit die Probe durchdringen, was sich positiv auf die Signalstärke auswirkt [64].

Des Weiteren kann auch der Abstand des Detektors zur Probe bis auf ein Minimum reduziert werden [71]. Dadurch ergibt sich der Vorteil, dass weniger Photonen durch Streueffekte verloren gehen und stattdessen auf dem Detektor auftreffen.

Die Signalintensität hängt direkt von der Spannung und dem Strom der Röntgenröhre ab. Es lassen sich Beschleunigungsspannungen des Elektronenstrahls von 20 - 150 kV erzielen [73]. Mit zunehmender Spannung nimmt die Intensität der erzeugten Röntgenstrahlung zu. Damit steigt auch die Stärke des Signals am Detektor.

Wird die Belichtungszeit des Detektors erhöht, kann ebenfalls eine erhöhte Signalintensität verzeichnet werden. Es geht jedoch mit einer Verlängerung der Messdauer einher.

Um die Bildqualität zu erhöhen kann neben den Verfahren zur Signalverstärkung auch der Kontrast auf den Projektionsbildern erhöht werden.

Allgemein wird ein guter Kontrast erhalten, wenn die Röntgenstrahlung in den Proben unterschiedlich stark abgeschwächt wird [95, 96]. Hierauf wirken sich die Dicke, Dichte und Zusammensetzung des Probenmaterials aus. Schwere Elemente schwächen die Röntgenstrahlung stärker ab als leichte, wodurch auf den Projektionsbildern ein deutlicher Kontrast entsteht.

Auch die Wahl des Targetmaterials wirkt sich auf die Stärke des Kontrasts aus. Proben die hauptsächlich aus leichten Elementen bestehen, können besser mit einem Molybdäntarget gemessen werden.

Es existieren noch einige weitere physikalische Methoden wie *X-ray scatter contrast* [97-100], *K-edge subtraction* [101-103] und *X-ray phase delay contrast* [103-106] die eine Kontrasterhöhung ermöglichen, des Umfangs wegen, hier jedoch nicht näher beschrieben werden können.

### 3.3.5 Digitale Rekonstruktion

Die vom Detektor aufgenommenen Projektionsbilder enthalten Informationen über die Dichte eines Materials. Weiterhin fließt auch die Dicke des Materials in den detektierten Grauwert mit ein [73]. Da in Abhängigkeit von der Atommasse des Elements die Röntgenstrahlung unterschiedlich stark abgeschwächt wird, kann auch zwischen verschiedenen Materialien differenziert werden [95]. Die Strahlung wird proportional zur Dichte und Dicke des Materials und auch mit steigender Ordnungszahl des durchstrahlten Elements abgeschwächt [68]. Jeder Pixel eines Projektionsbilds enthält alle Information zu Material, Dichte und Dicke seiner Position im Objekt. Auf dieser Grundlage kann das Volumen rekonstruiert werden. In Abb. 21 ist schematisch dargestellt, wie die in einem Objekt enthaltenen Materialien, hier rot und blau, die Ausprägung des Farbwerts auf den Projektionen je nach Raumrichtung beeinflussen.

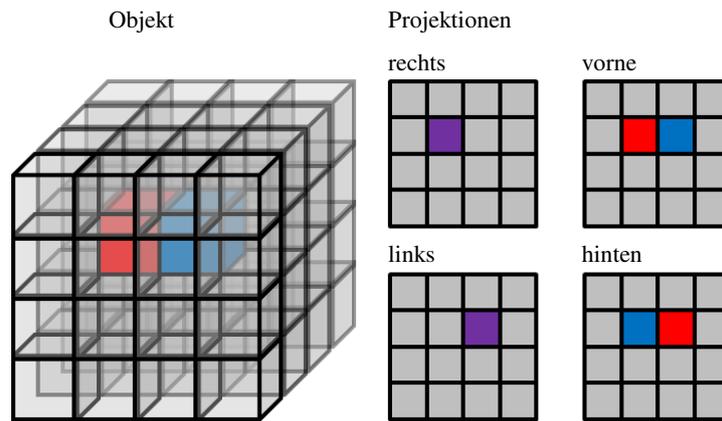


Abb. 21: Projektionen in Abhängigkeit von der Raumrichtung

Die in Abb. 21 dargestellten Projektionen entstehen durch eine Ausrichtung der Probe zum Detektor nach einer Drehung um  $0^\circ$  (hinten),  $90^\circ$  (links),  $180^\circ$  (vorne) und  $270^\circ$  (rechts). Die Projektionen werden durch ein Rückprojektionsverfahren (*filtered-back-projection*, FBP), zu einem Volumen zurückgerechnet [90, 107]. Abb. 22 zeigt wie jede Projektion aus der entsprechenden Raumrichtung über die Fläche des Objekts ausgeweitet wird. Durch Überlagerung der Farbwerte wird anschließend die Schicht rekonstruiert [108, 109]. Dabei entspricht ein Pixel der Schicht einem in die dritte Dimension ausgedehnten Volumenpixel (Voxel) im rekonstruierten Volumen. Es entsteht ein dreidimensionaler Datensatz, der die gesamte Information über das erfasste Objekt enthält.

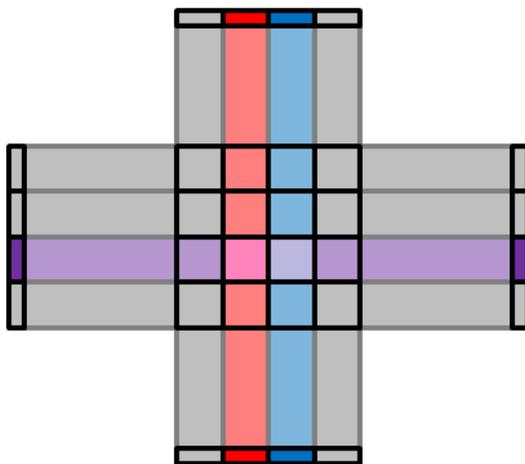


Abb. 22: Rückprojektionsverfahren (FBP)

Neben dem FBP-Verfahren ist auch ein iteratives Verfahren zur Volumenrekonstruktion verfügbar, welches bessere Ergebnisse liefert. Um das Verfahren nutzen zu können, müssen jedoch alle Projektionen gefiltert werden, wodurch die Dauer der Rekonstruktion deutlich erhöht wird. Durch die Entwicklung neuer leistungsfähiger Computer kommt der iterative Rekonstruktionsalgorithmus heute ebenfalls in der Nuklearmedizin zum Einsatz [110].

### 3.3.6 Anwendungsmöglichkeiten der Computertomographie

Seit ca. 40 Jahren ist die CT ein fester Bestandteil der klinischen Diagnostik [60, 62]. Zunächst stand dabei die Abbildung des menschlichen Gehirns im Mittelpunkt [61]. Die

Analysenmethode wurde jedoch schon bald auf den ganzen Körper ausgeweitet, um auch Knochen und Organe zu untersuchen [64]. Die typische Auflösung medizinischer CTs liegt bei ca. 300  $\mu\text{m}$  [72]. Mit dem Bau kompakter Mikro-CTs in den 1980er Jahren konnte die Auflösung auf ca. 30  $\mu\text{m}$  verbessert werden [85].

Die Anwendungsmöglichkeiten von CTs in der Medizin haben sich seit dieser Zeit vervielfacht. Es kann die Knochenbauweise [111, 112] und insbesondere auch die Spongiosa (Schwammartige Knochensubstanz) detailliert dargestellt werden [113].

Auch die Entstehung und Auswirkung von Krankheiten wie Osteoporose kann auf diese Weise untersucht werden [113].

Breite Anwendungsmöglichkeiten bietet die Kieferorthopädie, um Erkrankungen der Zähne und der Kieferhöhle zu erkennen [86, 94]. Weiterhin konnten im Versuch an Kleintieren ganze Organe und auch Gefäße mittels CT dargestellt werden [71, 83, 114].

In der Pharmabranche haben Mikro-CTs ebenfalls Einzug gehalten. Sie bieten die Möglichkeit Tabletten und Granulate auf Lufteinschlüsse und Risse zu untersuchen [115].

Neben den Anwendungen im klinischen und vorklinischen Bereich sind CT-Systeme in den letzten Jahren verstärkt im Bereich der Materialanalytik eingesetzt worden. Dort bieten sie die Möglichkeit der Materialcharakterisierung und Qualitätskontrolle.

Da es sich um ein nicht-invasives Verfahren handelt, können Werkstücke ohne Beschädigung untersucht werden. Dabei wird sich u.a. zu Nutze gemacht, dass Luft eine niedrige Röntgenabsorption besitzt. Dadurch können Risse in Metalllegierungen aufgespürt werden [116]. Auf die gleiche Weise wird auch die Verteilung flüssiger Phasen innerhalb von Festkörpern untersucht. Weiterhin kann an Metallschäumen wie z.B. SiC/Al die Deformation unter Belastung des Materials analysiert werden [117]. Hierbei werden die Verformung der Poren und deren Wandungen im Metallschaum verfolgt. Andere Baustoffe wie Gasbeton können ebenfalls mit CT-Systemen charakterisiert werden [118].

Neben diesen Anwendungsmöglichkeiten wird die CT in jüngster Zeit auch in der Nahrungsmittelindustrie eingesetzt. Hier kann ähnlich wie bei den Werkstoffen die poröse Struktur verschiedenster Lebensmittel, wie Brot [119-122], Süßwaren [123, 124] und Trockenobst [125], untersucht werden. Auch Teige [126] und ihre Inhaltsstoffe wie Stärke [127] können computertomographisch analysiert werden. In der vorliegenden Arbeit wird das System genutzt, um die innere Mikrostruktur unterschiedlicher Keksorten zu charakterisieren.

## 4 Experimenteller Teil

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit der Untersuchung der inneren Mikrostruktur von Keksen. Zu diesem Zweck müssen Messmethoden und Auswertalgorithmen entwickelt und angewandt werden. Im folgenden Kapitel 4.1 wird zunächst beschrieben, wie die Primärdaten erhalten werden und was darunter zu verstehen ist. Dabei erfolgt eine genaue Beschreibung der eingesetzten Algorithmen zur digitalen Bildanalyse. Im Anschluss folgt in Kapitel 4.2 die Reduktion der Primärdaten zu Kennzahlen, anhand derer die Produktchargen beschrieben werden. Um die Interpretation von realen CT-Schichtbildern zu erleichtern, wird die Auswertung an Modellschichten (Kapitel 4.3) verdeutlicht. Auf dieser Basis erfolgt die Anwendung der Mess- und Auswertemethoden auf die Butterkekse. Die Ergebnisse werden in den Kapiteln 4.4 und 4.5 beschrieben und diskutiert. Im letzten Kapitel (4.6) wird ein mathematisches Modell beschrieben, mit dem der Zusammenhang zwischen Struktureigenschaften und Bruchkraft der Kekse hergeleitet wird.

### 4.1 Gewinnung der Primärdaten

Um Informationen über die Struktur von Backerzeugnissen zu erhalten müssen zunächst geeignete Messsysteme gefunden werden. Hierbei eignen sich sowohl zerstörungsfrei als auch zerstörend arbeitende Analysetechniken. Die Geräteauswahl wird dabei entsprechend des zu bestimmenden Parameters getroffen. Für die Untersuchungen werden Texturanalysegeräte und Röntgencomputertomographiesysteme (XRCT-Systeme) verwendet.

#### 4.1.1 Texturanalyse

Zur Beschreibung der Textur der Butterkekse wird die Bruchkraft als Messgröße herangezogen. Dieser Parameter gibt direkt Auskunft über die Stabilität des Kekses. Ermittelt wird die Bruchkraft mit den Texturmessgeräten TA.XTplus (Winopal Forschungsbedarf GmbH, Ahnsbeck) und Instron (Instron, Pfungstadt). Zur Messung der Bruchkraft werden Dreipunktbelastungstests durchgeführt. Die Methode ist in Anhang 6.2.2 beschrieben.

Über die Bruchkraft können Kekse in stabil und brüchig getrennt werden. Als Trennkriterium wird eine Bruchkraft von 4 N angesetzt. Diejenigen Kekse die eine niedrigere Bruchkraft aufweisen werden als brüchig klassifiziert und die höher brechenden Kekse als stabil.

Als Referenzmessgerät zum TA.XTplus (Winopal GmbH, Ansbeck) wird das Instron (Instron Deutschland GmbH, Pfungstadt) eingesetzt. In Abb. 23 und Abb. 24 ist zu sehen, dass beide Messgeräte dieselben Bruchkraftverteilungen ermitteln. Die geringen Schwankungen sind auf die Art der Probennahme zurückzuführen.

Es wurden jeweils 100 Kekse statistisch ausgewählt, jedoch können nicht dieselben 100 Kekse in beiden Messgeräten auf deren Bruchkraft hin getestet werden.

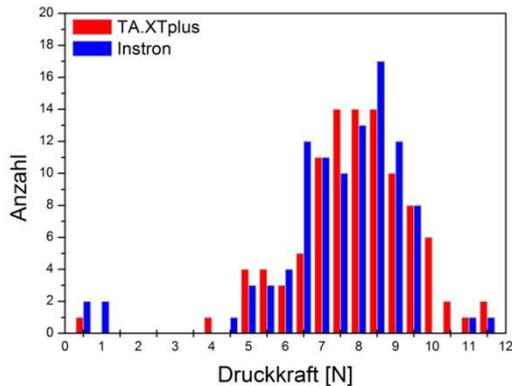


Abb. 23: Vergleich TA und Instron (Hartkeks)

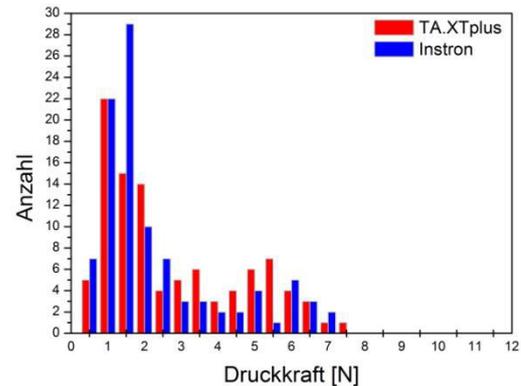


Abb. 24: Vergleich TA und Instron (Mürbekeks)

### 4.1.2 XRCT-Analyse

Um die Struktur des Porennetzwerks im Inneren der Kekse untersuchen zu können wird ein nicht-invasiv und zerstörungsfrei arbeitendes Analyseverfahren benötigt. Hier liegen die Stärken der Computertomographie. Es wird nahezu keine Probenpräparation benötigt, da lediglich die zur Verfügung stehende Größe der Messkammer eingehalten werden muss. Umfassende Informationen zum Messablauf und der spezifischen Parameter sind dem Anhang 6.2.3 zu entnehmen.

Durch die CT-Messung wird ein 3D-Volumendatensatz erhalten, der hochauflösend jedes Detail des Porennetzwerks wiedergibt. Diese Daten bilden die Grundlage der digitalen Bildanalyse, aus der im Folgenden die Poren- und Netzwerkeigenschaften ermittelt werden. Da das messbare Probenvolumen mit steigender Auflösung sinkt und die Messzeit sowie Datenmenge steigen, wurde zunächst ermittelt welche Auflösung für einen genügend hohen Informationsgehalt ausreichend ist. Gleichmaßen konnten auf diese Weise Messzeit und Datenmenge reduziert und das messbare Probenvolumen auf ein Maximum angehoben werden. Dies ist schematisch in Abb. 25 dargestellt. Die Messungen werden aufgrund der vorliegenden Daten mit einer Auflösung von 25  $\mu\text{m}$  und einer Messzeit von 30 min

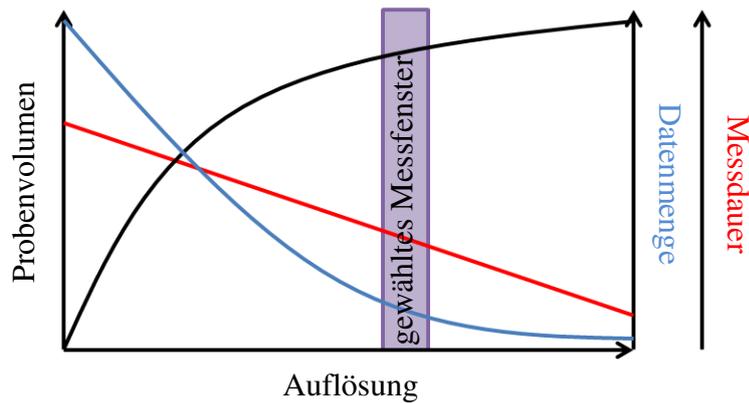


Abb. 25: Schematischer Verlauf von Probenvolumen, Datenmenge und Messdauer in Abhängigkeit von der gewählten Auflösung

durchgeführt. Auf diese Weise kann eine Probe mit den effektiven Ausmaßen von  $3 \cdot 1 \cdot 0,5 \text{ cm}^3$  gemessen werden. Der aus ihr rekonstruierte Bereich umfasst  $2,2 \cdot 1 \cdot 0,5 \text{ cm}^3$ .

Aus den erhaltenen Volumendaten können wiederum 2D-Schichtbilder isoliert werden, die dann mit digitalen Bildanalysetechniken untersucht werden.

### 4.1.3 Digitale Bildanalyse

Das wichtigste Mittel zur Primärdatengewinnung ist die, auf die Computertomographie folgende, digitale Bildanalyse der Schichtbilder. Zu diesem Zweck wurde am Institut für Technische Chemie der Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover in Zusammenarbeit mit der Fachgruppe von Herrn Dr. Patrick Lindner eine Bildanalysetechnik (Graphic Analyzer, GA) entwickelt. Die Software enthält drei, für die Auswertung der CT-Daten entwickelte, Algorithmen. Diese werden im Folgenden näher beschrieben. Der modulare Aufbau der Software ist in Abb. 26 dargestellt:

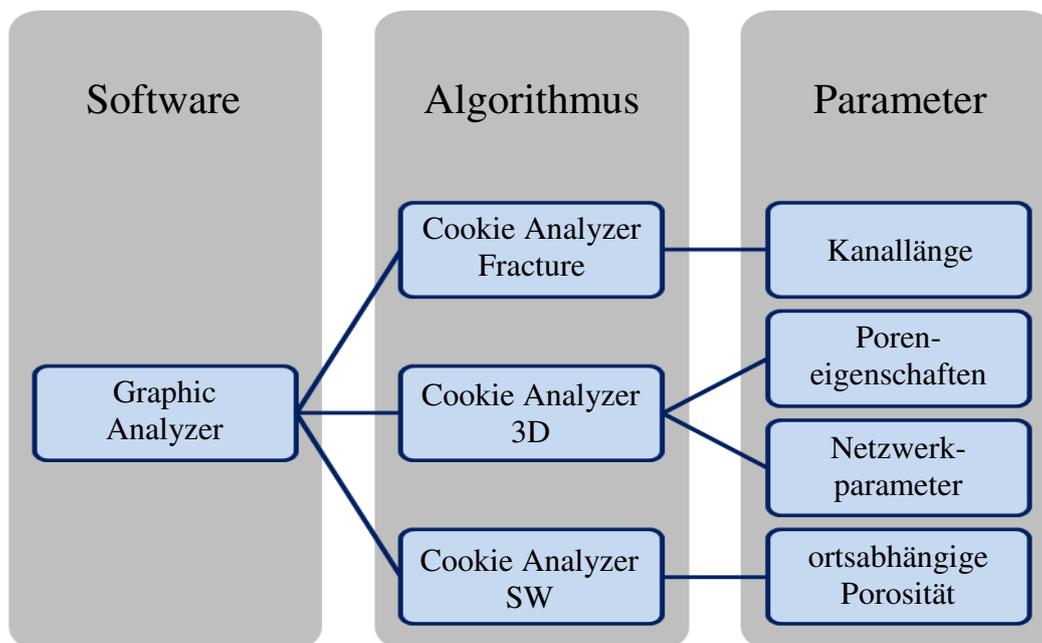


Abb. 26: Modularer Aufbau des Graphic Analyzers

#### 4.1.3.1 Algorithmus: 2D- und 3D-Poreneigenschaften

In Abb. 27 ist der schematische Ablauf des Algorithmus zur Ermittlung der Poreneigenschaften dargestellt. Die grundlegenden Schritte zum Auffinden von Poren auf Digitalbildern (Binarisierung und Segmentierung) wurden von Herrn Dr. Patrick Linder in einem Algorithmus implementiert. Dieser wurde in der vorliegenden Arbeit erweitert und für eine reproduzierbare Auswertung von CT-Daten angepasst. Folgend werden die einzelnen Schritte, die der Algorithmus durchläuft, behandelt.

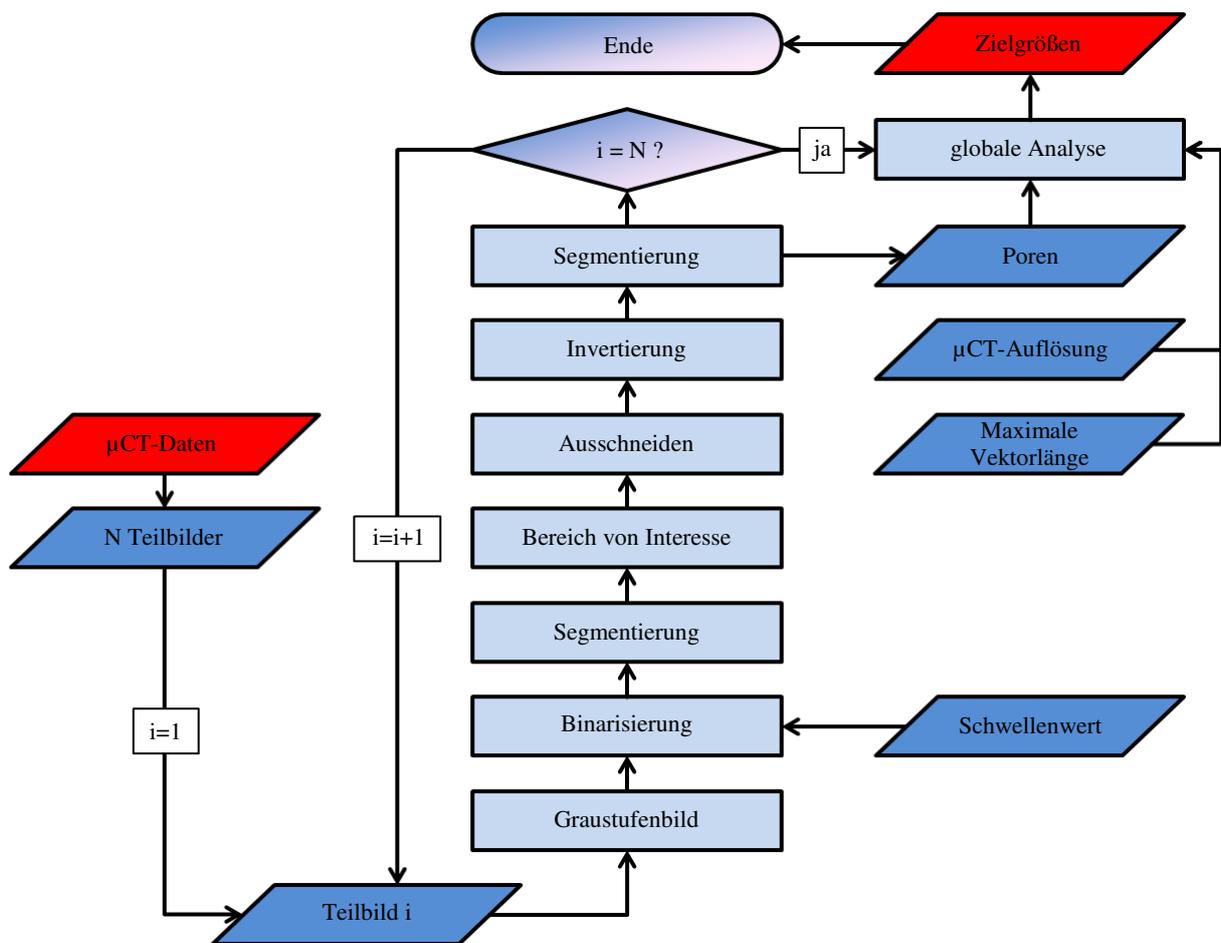
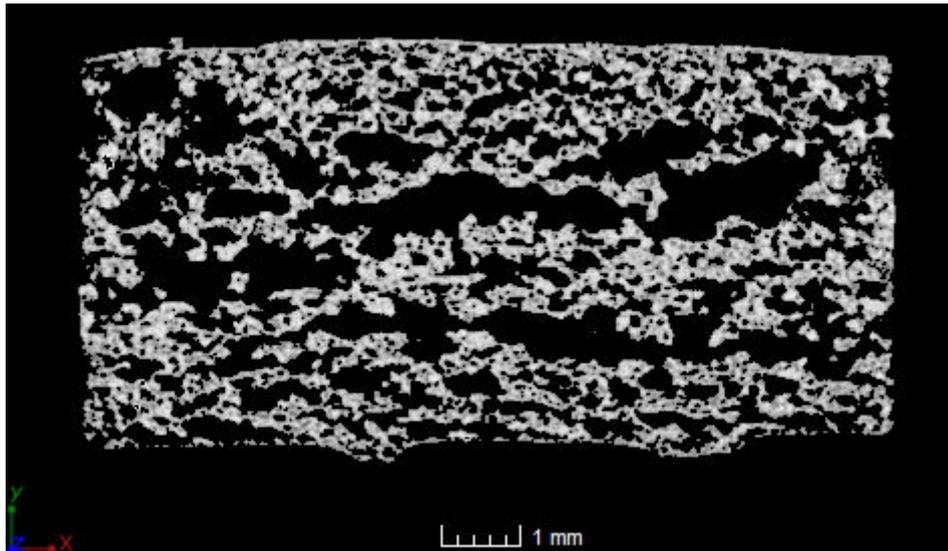


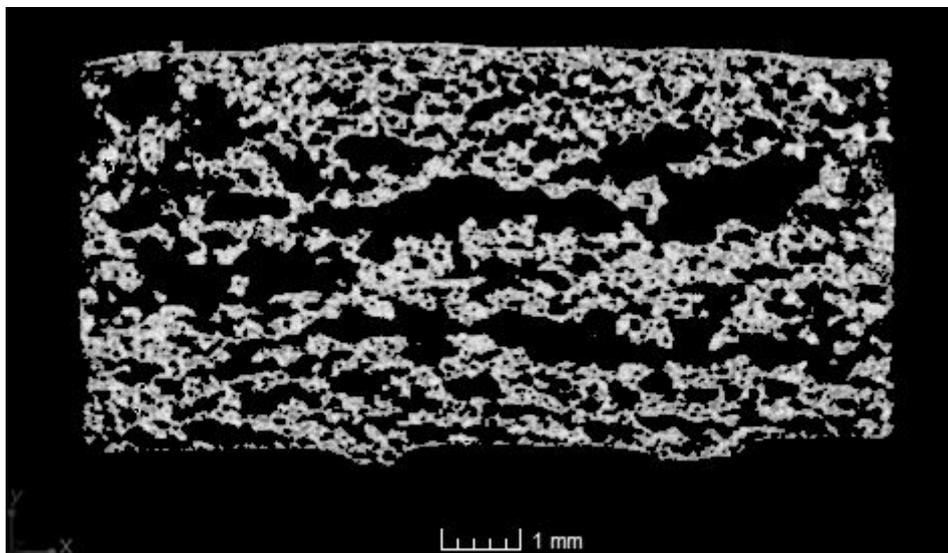
Abb. 27: Algorithmus zur Ermittlung der 2D- und 3D-Poreneigenschaften

Die Grundlage der Bildanalyse stellen die CT-Volumendaten dar. Diese werden in einzelne zweidimensionale Teilbilder zerlegt. Dabei entstehen N Teilbilder, wobei die Anzahl dieser Bilder von der Auflösung der CT-Messung abhängig ist. Bei einer Auflösung von 25  $\mu\text{m}$  ergeben sich 870 Schichtbilder. Abb. 28 zeigt ein solches Schichtbild.



*Abb. 28:* Schichtbild

Diese werden anschließend nacheinander vorverarbeitet. Jedes Teilbild wird in ein 256 Farben Graustufenbild umgewandelt. Beispielhaft sind in Abb. 29 ein Graustufenbild und in Abb. 30 das zugehörige Grauwerthistogramm dargestellt:



*Abb. 29:* Graustufenbild

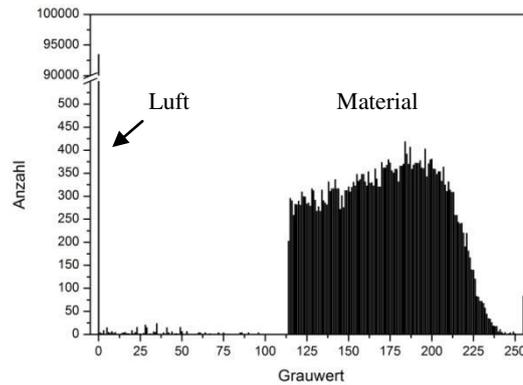


Abb. 30: Histogramm der Grauwerte eines Schichtbilds

Anhand eines Schwellenwerts von 85 wird das vorliegende Graustufenbild binarisiert, d.h. in ein Schwarz-Weiß-Bild umgewandelt. Dabei muss der Schwellenwert so gewählt werden, dass eine scharfe Trennung zwischen Material und Luft ermöglicht wird. Dies ist in der vorangegangenen Abb. 30 zu erkennen. Der Schwellenwert liegt zwischen den Peaks von Material und Luft. Abb. 31 zeigt das resultierende Binärbild:

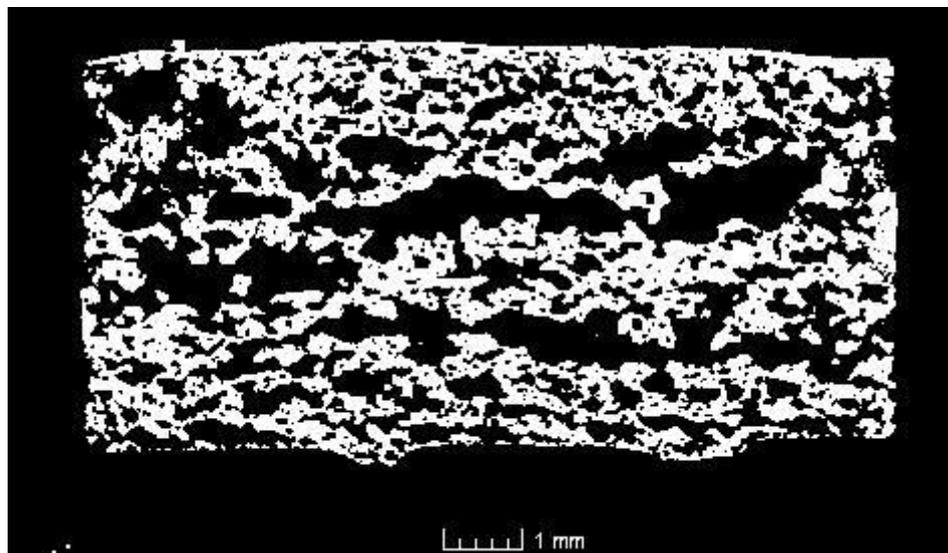


Abb. 31: Binärbild

Auf dem Binärbild wird nun mit Hilfe eines Kantenerkennungsalgorithmus das Keksmaterial segmentiert. Von dem erhaltenen Objekt wird das umgebende Rechteck ermittelt. Dies wird dazu verwendet, den festgelegten Bereich von Interesse (*region of interest*, ROI) zu zentrieren. Auf diese Weise wird gewährleistet, dass das ROI immer an derselben Stelle im

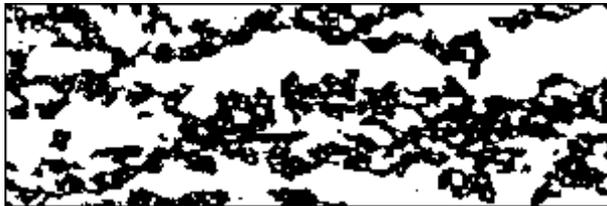
Keksinneren liegt. Das ist notwendig, damit immer die gleiche Gesamtfläche aus dem Inneren des Kekses in die Auswertung mit eingeht.

Nach der Zentrierung wird der ROI-Bereich zur Auswertung ausgeschnitten. Damit alle Poren bei der späteren Analyse als abgeschlossene Objekte erkannt werden, wird ein 1 Pixel breiter weißer Rahmen hinzugefügt, der sie nach außen künstlich begrenzt. Das erzeugte Teilbild ist in Abb. 32 zu sehen:



*Abb. 32:* ROI des Binärbilds

Im nächsten Schritt wird das Bild invertiert. Dadurch wird das Material nun schwarz und die Luft weiß dargestellt. Das invertierte Bild ist in Abb. 33 dargestellt:



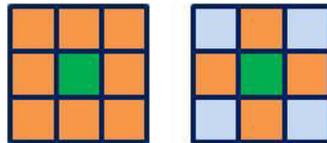
*Abb. 33:* Invertiertes ROI

Daraufhin erfolgt wiederum eine Segmentierung mit der anhand eines Kantenerkennungsalgorithmus die Poren gefunden werden. Die Farbzuzuweisung in Abb. 34 ist zufällig und dient nur der visuellen Trennung. Sie enthält keine Informationen über die Pore.



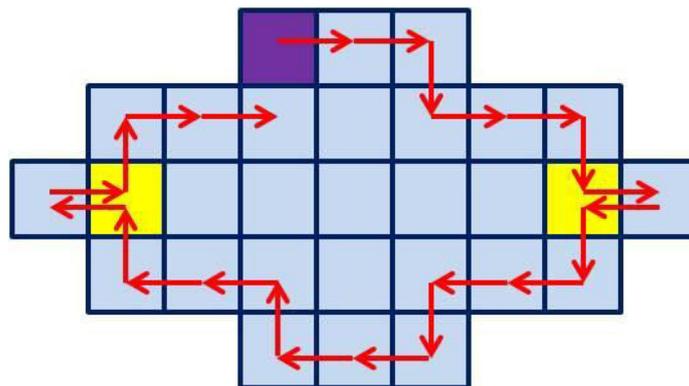
*Abb. 34:* Segmentierte Poren

Der Algorithmus zur Kantenerkennung durchläuft dabei die folgenden Schritte. Zunächst wird derjenige Pixel einer Pore gesucht welcher am weitesten oben und am weitesten links auf dem Schichtbild liegt. Ausgehend von diesem Pixel wird der Rand einer Pore abgetastet, um zu ermitteln, welche Pixel den Rand der Pore beschreiben. Dabei ist wichtig, welche Nachbarschaftsbeziehung zwischen den Randpixeln zugrundegelegt wird. Hierbei kommen die Moore- und die von-Neumann-Nachbarschaft [128], zu sehen in Abb. 35, in Frage:



**Abb. 35:** Moore- (links) und von-Neumann-Nachbarschaft (rechts) (orange = Nachbarpixel des grünen Pixels)

Der grundlegende Unterschied besteht darin, dass die Moore-Nachbarschaft (auch 8er-Nachbarschaft genannt) im Gegensatz zur von-Neumann-Nachbarschaft (oder 4er-Nachbarschaft) neben den kantenverknüpften Pixeln auch eckenverknüpfte Pixel als Nachbarpixel zulässt [128]. Für den vorliegenden Algorithmus zur Ermittlung der Poreneigenschaften wird die von-Neumann-Nachbarschaft gewählt. In Abb. 36 ist beispielhaft zu sehen, wie sich dies auf die Wahl der Randpixel einer Pore auswirkt:



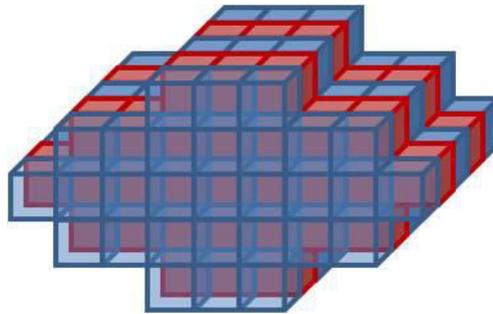
**Abb. 36:** Porenrand mittels von-Neumann-Nachbarschaft (lila = Startpixel, gelb = doppelt eingehende Randpixel)

Wie in gelb markiert zu erkennen ist, kann es vorkommen, dass einzelne Pixel mehrfach dem Rand der Pore zugeordnet werden. Das kann in Einzelfällen bei sehr kleinen Poren zu Berechnungsfehlern der Kompaktheit führen, wie in Kapitel 4.1.4 eingehend erklärt wird. Die

Pore ist erkannt, wenn der gesamte Rand bis zurück zum Startpixel über die gewählte Nachbarschaftsbeziehung ermittelt wurde.

Darauf folgend werden die Eigenschaften jeder Pore nach den, in Kapitel 4.1.4 erläuterten, Verfahren berechnet.

Nachdem alle Teilbilder verarbeitet sind wird in einer globalen Analyse über alle Schichtbilder das Volumen der Poren im dreidimensionalen Raum rekonstruiert. Dazu werden die Poren einer Schicht auf die dritte Dimension erweitert. Die Dicke einer Schicht entspricht der Auflösung der CT-Messung ( $25\ \mu\text{m}$ ). Jeder Volumenpixel (Voxel) aus den CT-Daten entspricht demnach einer Größe von  $25 \cdot 25 \cdot 25\ \mu\text{m}^3$  was wiederum bedeutet, dass auch ein Pixel eine Kantenlänge von  $25\ \mu\text{m}$  aufweist. Abb. 37 veranschaulicht den Voxelaufbau der Poren:



*Abb. 37:* Voxelaufbau der Poren (rot und blau kennzeichnen die aufeinanderfolgenden Schichten)

Dadurch kann über die Tiefe bis zur nächsten Schicht interpoliert werden. Überlappt eine Pore einer Schicht mit einer Pore der darauffolgenden Schicht, so werden deren Volumina zu einer einzigen Pore addiert. Auf diese Weise entstehen über den gesamten Schichtstapel die realen dreidimensionalen Porenvolumina.

Nach dieser Berechnung sind alle Zielgrößen abgeleitet worden und der Algorithmus ist beendet.

### 4.1.3.2 Algorithmus: Sektoranalyse

Der vorangegangene Algorithmus ermittelt die Eigenschaften der Poren, jedoch werden keine Ortsinformationen erhalten, mit denen Inhomogenitäten auf den Schichten ermittelt werden können. Zu diesem Zweck wurde in Zusammenarbeit mit Herrn Dr. Patrick Lindner ein weiterer Algorithmus entwickelt, der schematisch in Abb. 38 dargestellt ist.

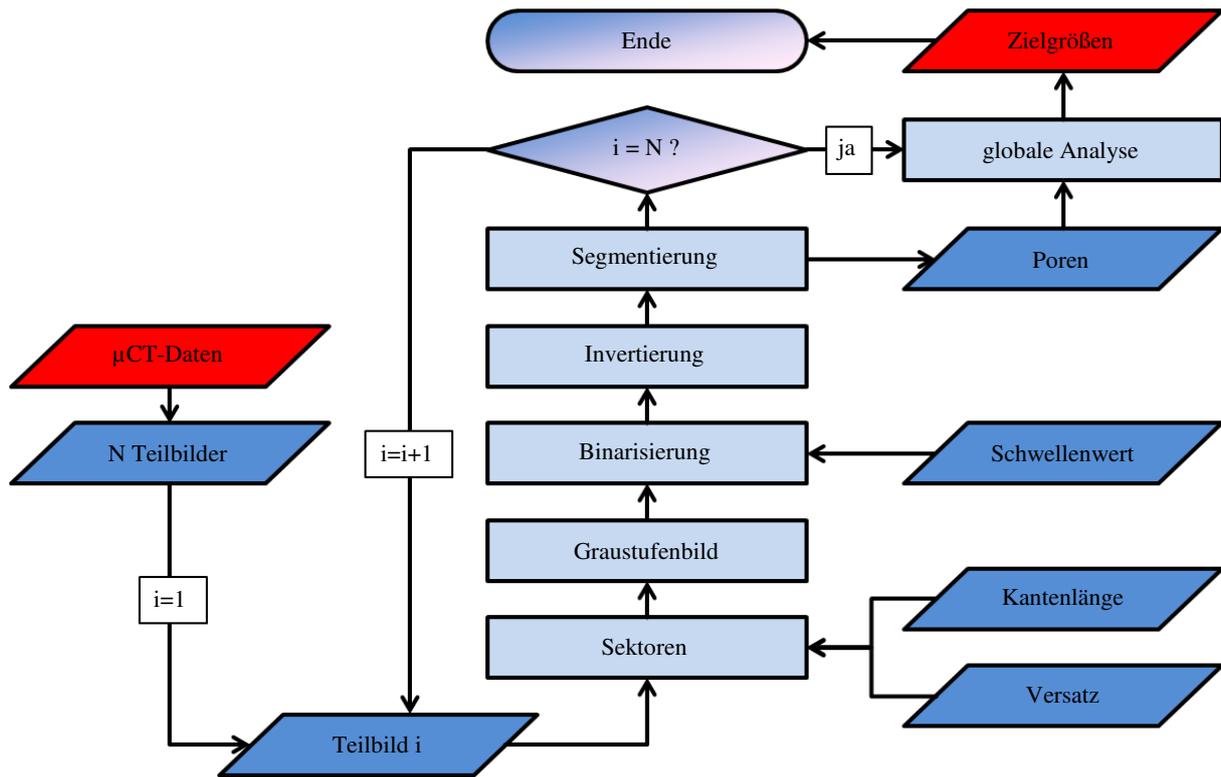


Abb. 38: Algorithmus zur Sektoranalyse

Die aus den CT-Volumendaten gewonnenen N Teilbilder werden nacheinander verarbeitet. Anhand der Parameter Kantenlänge und Versatz werden die Größe der Sektoren sowie deren Positionierung festgelegt. Anhand dieser Werte wird berechnet wieviele Sektoren in Reihen und Spalten auf das Schichtbild passen und wie sie angeordnet werden müssen. Das ist beispielhaft in Abb. 39 gezeigt:

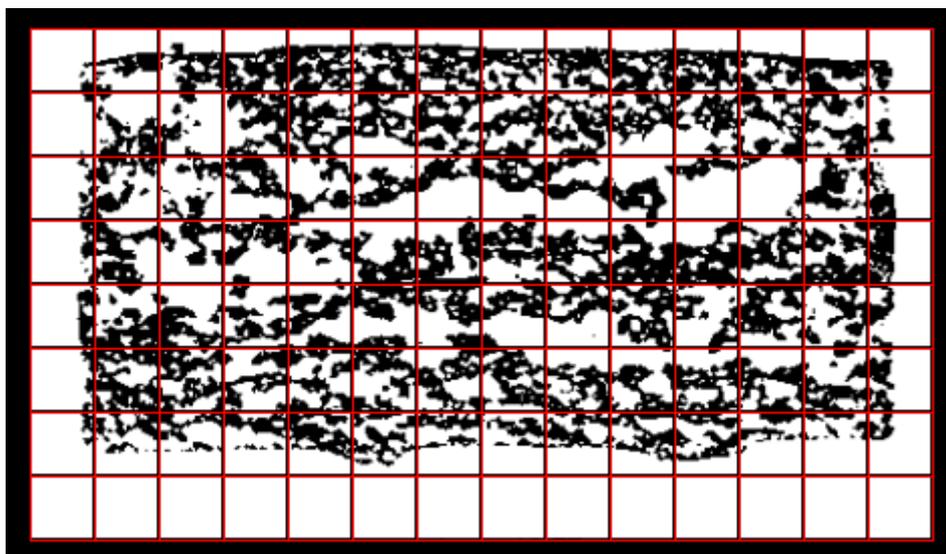
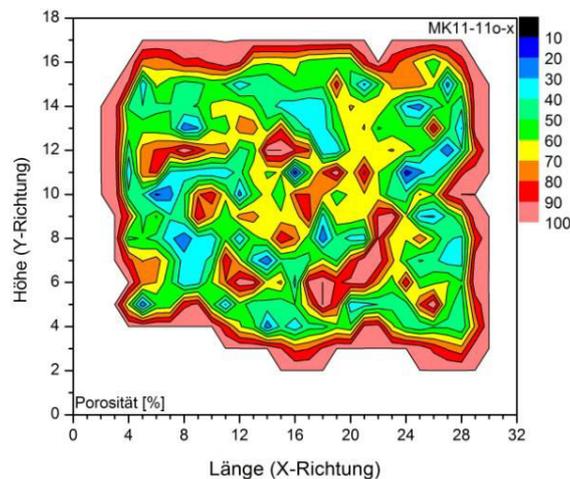


Abb. 39: Binärbild mit Sektoren

Die Sektoren werden nun unabhängig voneinander analysiert. Dazu wird jeder Sektor ausgeschnitten und in ein Graustufenbild umgewandelt. Dieses wird anschließend mittels eines Schwellenwerts von 85 binarisiert und daraufhin invertiert. Danach werden die Poren segmentiert. Die Schritte verlaufen analog zu denen im Algorithmus zur Bestimmung der Poreneigenschaften, jedoch werden hier sektorspezifische Daten gewonnen.

Von Interesse ist hier besonders die Porosität. In Abb. 40 ist beispielhaft ein Konturdiagramm der Sektordaten aufgezeigt:



**Abb. 40:** Ortsabhängige Porosität

### 4.1.3.3 Algorithmus: Kanalerkennung

Der dritte Algorithmus des GA wurde eigenständig innerhalb der vorliegenden Arbeit entwickelt und zusammen mit Herrn Dr. Patrick Lindner in die bestehende Software (GA) implementiert. Er dient zur Detektion von Kanälen im Material, die möglicherweise bei zu großer Ausdehnung entscheidend zur Rissbildung beitragen. In Abb. 41 ist schematisch der Ablauf des Algorithmus dargestellt.

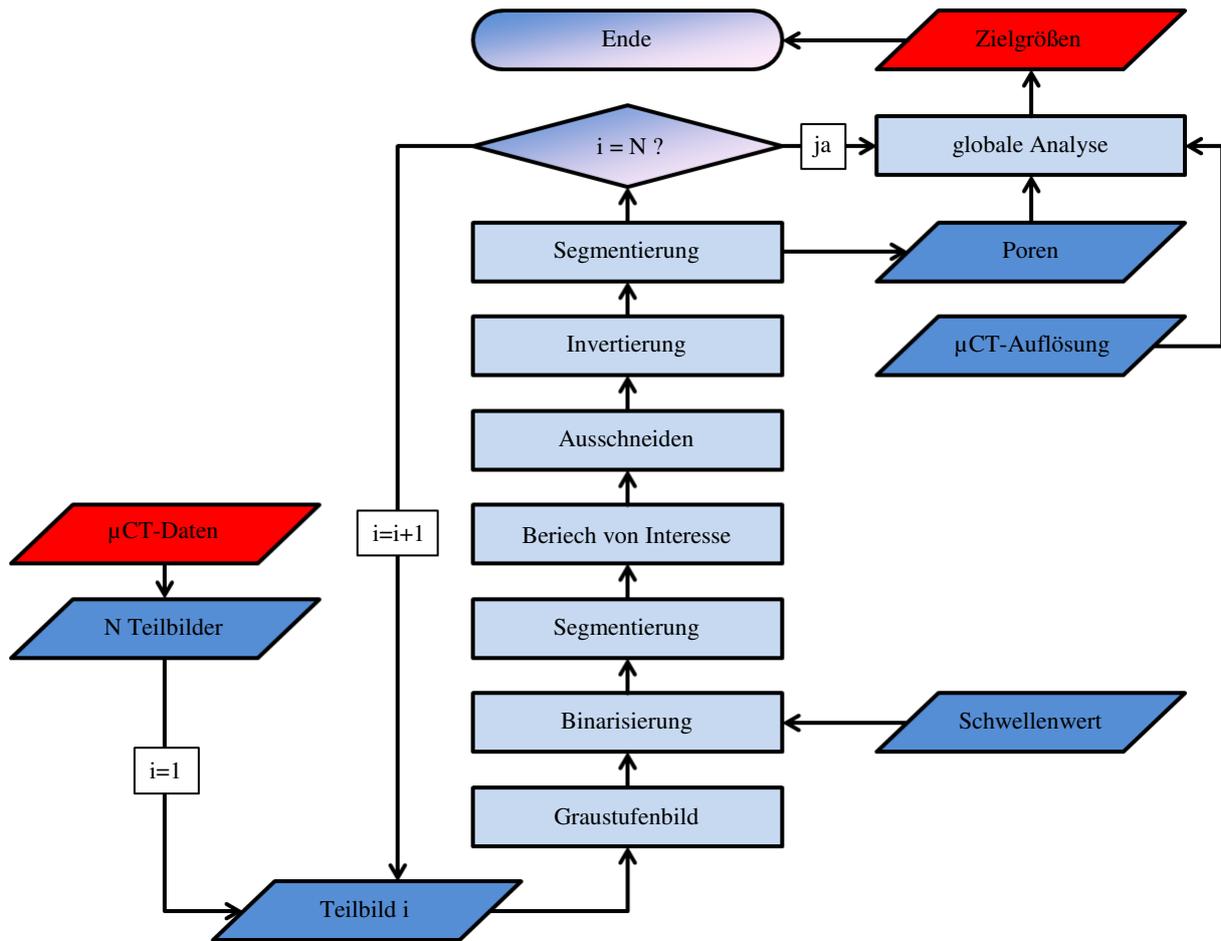


Abb. 41: Algorithmus zur Kanaldetektion

Auch dieser Algorithmus durchläuft ähnlich Schritte wie die beiden vorangegangenen. Die Teilbilder werden wieder nacheinander abgearbeitet. Dabei durchlaufen sie eine Umwandlung in Graustufen und werden ebenfalls mit dem Schwellenwert von 85 binarisiert. Auf dem Schwarz-Weiß-Bild wird das Probenmaterial gesucht und anschließend die zum Festkörper



Abb. 42: Binärbild mit konvexer Hülle (rot)

passende konvexe Hülle berechnet und eingezeichnet. Die konvexe Hülle ist ein eng anliegendes Polygon, vergleichbar mit einem Gummiband, das um ein Objekt gespannt wird. Abb. 42 zeigt das Binärbild mit der konvexen Hülle.

Im folgenden Schritt wird anhand des umgebenden Rechtecks des Festkörpers der Bereich, in dem die Probe liegt, ausgeschnitten und anschließend invertiert.

Im verbleibenden Bildausschnitt werden die Poren per Segmentierung gesucht und deren umgebende Rechtecke miteinander verglichen (Abb. 43).

Diejenige Pore mit der größten Höhe wird als längster Kanal aufgefasst. Die Höhe des



Abb. 43: Segmentierte Poren mit umgebenden Rechtecken

umgebenden Rechtecks dieser Pore ist das Maß für die Kanallänge.

Da sich die Kanäle im Keks auch in die Tiefe ausdehnen, erstrecken sie sich über mehrere Schichtbilder. Um die räumliche Struktur des Kanals darzustellen enthält der Graphic Analyzer eine, in dieser Arbeit entwickelte,

Erweiterung in OpenGL, die die 3D-Visualisierung ermöglicht. Abb. 44 zeigt beispielhaft den Verlauf eines Kanals über eine Tiefe von 30 Schichten. Er besteht aus gleichmäßig runden, sich überlappenden Poren.

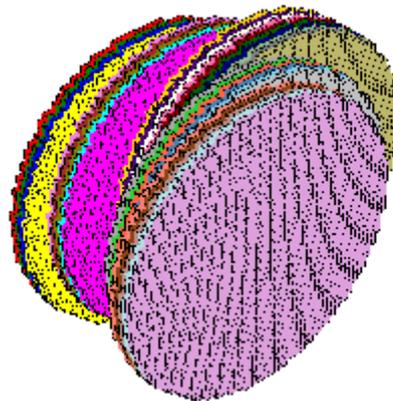


Abb. 44: Ausdehnung eines Porenkanals über 30 Schichten

### 4.1.4 Mathematische Beschreibung der Poreneigenschaften

In diesem Kapitel wird beschrieben, wie aus den, vom beschriebenen Algorithmus ermittelten, Poren geometrische Eigenschaften abgeleitet werden. Durch die Binarisierung werden zunächst die einzelnen Pixel auf den Schichtbildern entweder dem Material oder einer der Poren zugeordnet. Zu diesem Zeitpunkt ist für jede Pore bekannt, welche Pixel zu ihr gehören und welche davon am Rand der Pore liegen. Davon ausgehend können die

Poreneigenschaften unter Berücksichtigung der Messauflösung berechnet werden. Im Folgenden wird eingehend beschrieben wie jede dieser Eigenschaften berechnet bzw. definiert wird.

#### 4.1.4.1 Fläche

Jeder Pixel besitzt eine Ausdehnung in Länge und Breite entsprechend der CT-Auflösung (25 µm). Zur Berechnung der sichtbaren Fläche  $F$  einer Pore muss demnach lediglich die Anzahl der Pixel mit deren Fläche multipliziert werden, siehe Abb. 45. Dies erfolgt entsprechend Gl. 1:

$$F = \sum \text{Pixel} \cdot \text{Auflösung}^2 \quad \text{Gl. 1}$$

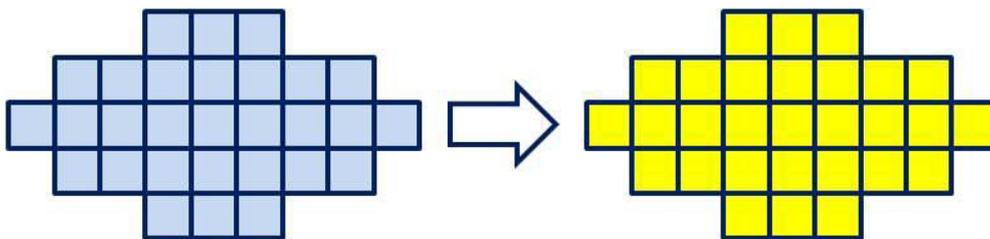


Abb. 45: Zur Porenfläche gehörige Pixel (gelb)

#### 4.1.4.2 Länge und Breite

Um Länge und Breite einer beliebig geformten Pore bestimmen zu können, ist es notwendig zu definieren, um welche Längenausdehnung es sich handelt. In Abb. 46 ist beispielhaft zu

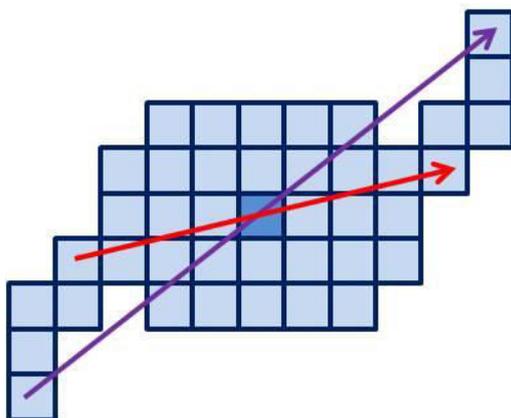


Abb. 46: Länge nach Regression (rot) und Maximale Länge (lila)

sehen, welche Möglichkeiten in Betracht gezogen werden können.

Für die folgenden Analysen wird die Regressionsmethode verwendet. Dabei wird zunächst die Hauptachse der Pore ermittelt. Dazu wird eine lineare Regression über die, die Pore beschreibenden Pixel, durchgeführt. Diese Achse verläuft immer durch den Schwerpunkt der Pore. Dadurch wird verhindert, das dünne Porenärmchen (Abb. 46) zu stark ins Gewicht fallen.

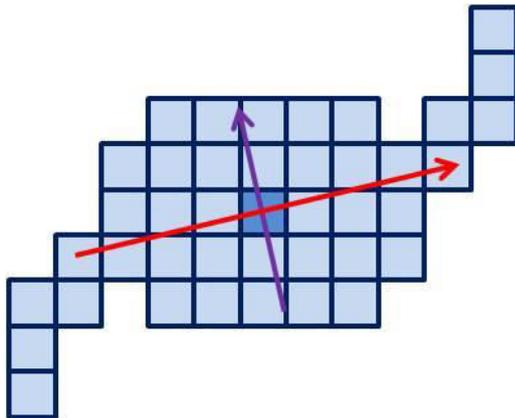


Abb. 47: Pore mit Haupt- (rot) und Nebenachse (lila)

Die Hauptachse wird in die Horizontale gedreht und die Distanz zwischen den Randpunkten der Pore, durch die die Achse verläuft, bestimmt. Diese Distanz wird als Länge der Pore definiert. Die Breite der Pore wird festgelegt als diejenige Distanz zwischen den Randpunkten der Pore, die von einer Achse durchlaufen werden, die senkrecht auf der Hauptachse steht und durch den Schwerpunkt der Pore verläuft. Abb. 47 zeigt die Achsen anhand einer Modellpore.

#### 4.1.4.3 Durchmesser

Eine weitere Eigenschaft, die die Ausdehnung einer Pore beschreibt, ist ihr Durchmesser. Im Gegensatz zur Länge wird der Durchmesser unabhängig von der Porenform berechnet. Er ist, wie in Abb. 48 zu sehen, definiert als Durchmesser eines Kreises mit der gleichen Fläche  $F$  wie die Pore. Es wird daher auch vom Kreis-Äquivalenz-Durchmesser  $D$  gesprochen. Gl. 2 zeigt die Berechnung:

$$D = 2 \sqrt{\frac{F}{\pi}} \quad \text{Gl. 2}$$

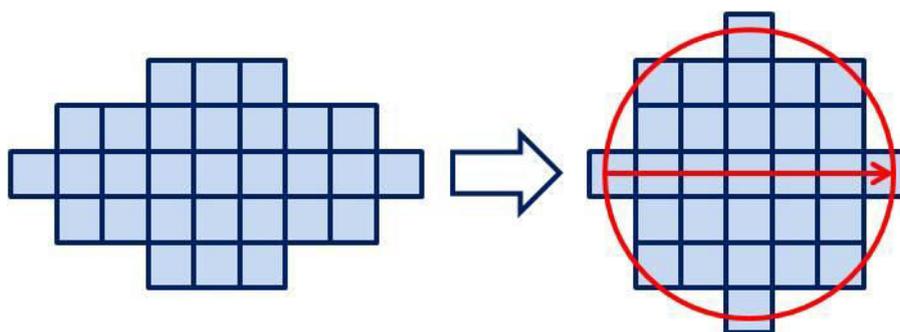


Abb. 48: Bestimmung des Porendurchmessers (der rote Kreis besitzt die gleiche Fläche wie die Pore)

#### 4.1.4.4 Exzentrizität

Die Form einer Pore kann mit Rundheitsmaßen beschrieben werden. Ein solches ist die Exzentrizität. Zu ihrer Berechnung wird der Rand der Pore in eine Polarkoordinaten-

darstellung überführt. Dazu wird der Abstand zwischen jedem Randpixel und dem Schwerpunkt der Pore im Uhrzeigersinn berechnet. Eine Pore und deren polaren Abstände sind in Abb. 49 und Abb. 50 zu sehen:

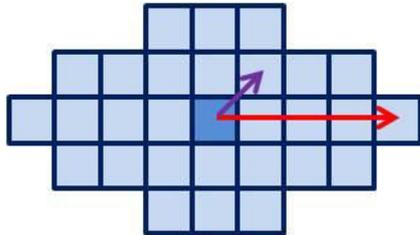


Abb. 49: Pore mit größtem (rot) und geringstem (lila) Abstand vom Schwerpunkt (blau) zum Porenrand

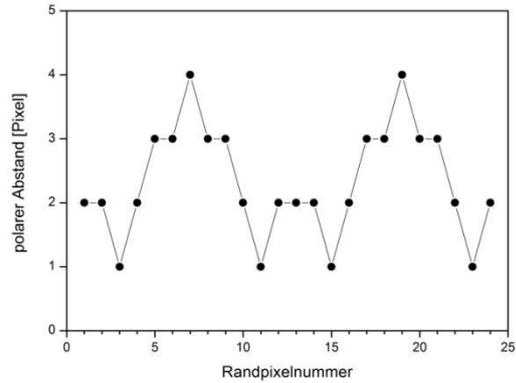


Abb. 50: Polarer Abstand der Randpixel vom Porenschwerpunkt

Es werden der größte und der geringste Abstand ermittelt und aus diesen die Exzentrizität  $E$  nach Gl. 3 berechnet:

$$E = \frac{\text{größter Abstand}}{\text{geringster Abstand}} \quad \text{Gl. 3}$$

Die Exzentrizität kann demnach Werte zwischen 1 und unendlich annehmen. Je größer ihr Wert desto verzweigter die Porenform,  $E = 1 \hat{=}$  Kreis.

#### 4.1.4.5 Kompaktheit

Ein weiteres, verwandtes Rundheitsmaß ist die Kompaktheit  $K$ . Einem idealen Kreis wird die Kompaktheit von eins zugeordnet, eine gerade Linie hingegen besitzt eine Kompaktheit von unendlich. Alle weiteren Formen einer Pore liegen zwischen Null und unendlich. Je länglicher eine Pore desto höher ist auch ihre Kompaktheit. Das verdeutlicht Abb. 51:

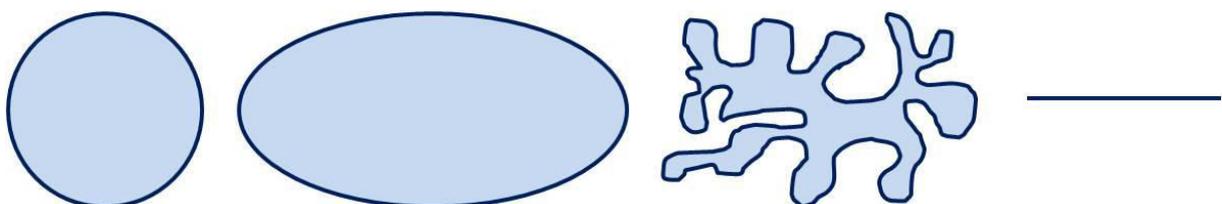


Abb. 51: Kompaktheit (v.l.n.r. Kreis 1, Ellipse 2, Polygon 10, Linie unendlich)

Berechnet wird die Kompaktheit nach Gl. 4:

$$K = \frac{(\sum \text{Randpixel} \cdot \text{Auflösung})^2}{4\pi \cdot F} \quad \text{Gl. 4}$$

Bei sehr kleinen Poren, die nur wenige Pixel groß sind, kann es zu einer Überschätzung des Randes gegenüber der Fläche der Pore kommen. Das liegt an der Art der Verkettung von Nachbarpixeln, wie in Kapitel 4.1.3. beschrieben ist. Wie in Abb. 52 zu sehen ist, wird der Rand der Pore als fast doppelt so groß wie seine Fläche bestimmt. Dadurch ergibt sich für die Kompaktheit ein Wert kleiner als eins.

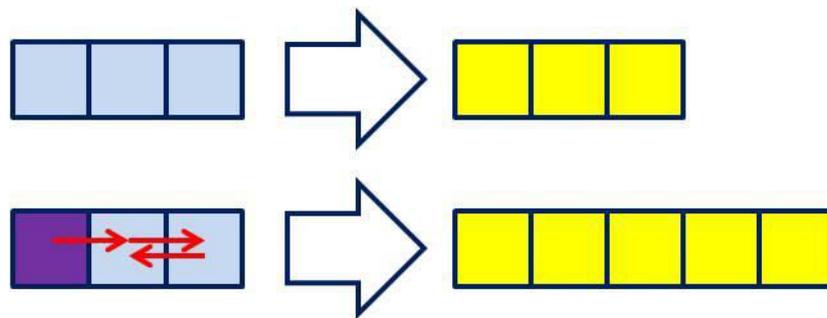


Abb. 52: Fläche einer kleinen Pore (oben) und Rand einer kleinen Pore (unten)

$$K = \frac{(\sum \text{Randpixel} \cdot \text{Auflösung})^2}{4\pi \cdot F} = \frac{5^2 \cdot (25 \mu\text{m})^2}{4\pi \cdot 3 \cdot (25 \mu\text{m})^2} = 0,66$$

Dieser Wert kann nicht sinnvoll interpretiert werden. Es wird deshalb eine minimale Porenfläche eingeführt, ab der sich mit einer hohen Wahrscheinlichkeit eine Kompaktheit von 0,98 oder größer ergibt. Ein Wert von etwas unter eins wird als Schwelle gewählt, da sonst

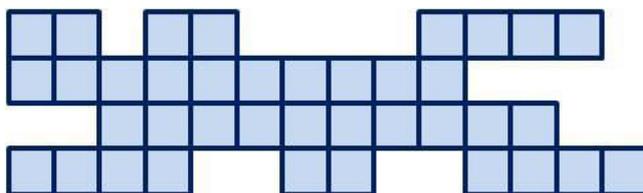
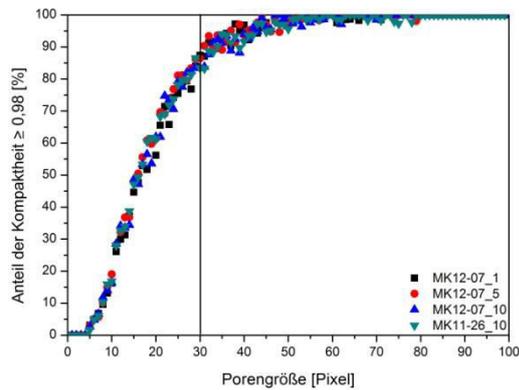


Abb. 53: Ungünstige Anordnung der Porenfläche (die Pore ist zu länglich trotz ausreichender Fläche, sodass der Rand auch hier überschätzt wird)

auch nahezu kreisförmige Poren aus der Berechnung ausgeschlossen werden würden, deren Kompaktheit bei knapp unter eins liegt. Einen festen Grenzwert gibt es jedoch nicht, da auch bei einer größeren Fläche die Pixel ungünstig

angeordnet sein können und sich daher eine Kompaktheit kleiner als eins ergeben kann.

Dieser Sachverhalt ist in Abb. 53 dargestellt.

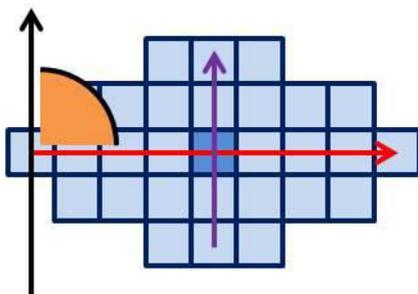


**Abb. 54:** Anteil der Kompaktheit  $\geq 0,98$  in Abhängigkeit von der Porengröße  
 keit mit ca. 80% ausreichend hoch, sodass diese Größe als Ausschlussgrenze für die Berechnung der Kompaktheit festgelegt wird.

Wenn der Anteil der Kompaktheit  $\geq 0,98$  einer bestimmten Porenfläche gegen diese aufgetragen wird, ergibt sich der in Abb. 54 dargestellte Funktionsverlauf.

Aufgetragen sind vier unterschiedliche, zufällig ausgewählte Proben. Es ist zu erkennen, dass der Funktionsverlauf unabhängig von der Probe immer gleich verläuft. Bei einer Porenfläche von 30 Pixeln ist die Wahrscheinlich-

#### 4.1.4.6 Raumausrichtung



**Abb. 55:** Raumausrichtung (Winkel (orange) zwischen der Hauptachse (rot) und der Vertikalen der Schicht (schwarz), Nebenachse (lila))

Um zu ermitteln, wie eine Pore auf einem Schichtbild ausgerichtet ist, wird wiederum deren Hauptachse über eine lineare Regression bestimmt. Der Winkel, den diese Achse mit der Vertikalen auf der Schicht beschreibt, wird als Raumausrichtung der Pore definiert. Sie kann Werte von  $-90^\circ$  -  $90^\circ$  annehmen. Die Methode ist in Abb. 55 dargestellt.

Die Nebenachse verläuft, per Definition, senkrecht zur Hauptachse durch den Schwerpunkt der Pore.

#### 4.1.4.7 Wandungsdicke

Zur Beschreibung des Abstands zwischen den Poren einer Schicht wird die Wandungsdicke als Poreneigenschaft eingeführt. Dabei treten mehrere Möglichkeiten auf, was als Wandungsdicke aufzufassen sein kann. So kann der kürzeste oder längste ermittelte Abstand zwischen einer Pore und ihren Nachbarn oder auch ein Mittelwert verwendet werden.

Der Abstand einer Pore zu ihren Nachbarn wird wie folgt bestimmt. Auf den Randpixeln der Pore wird im Abstand von fünf Pixeln ein Normalenvektor erzeugt. Dieser steht senkrecht auf dem Porenrand und wird solange verlängert, bis er auf die nächstgelegene Pore trifft oder ein Maximum von 50 Pixeln Länge erreicht. Diese Länge zählt als unzulässige Wandung, da der

Vektor mit hoher Wahrscheinlichkeit dicht an einer Nachbarpore vorbeigelaufen ist. Hat er die Maximallänge erreicht ohne auf eine Pore zu treffen, wird er für die weitere Berechnung nicht beachtet. In Abb. 56 ist eine Pore mit deren Normalenvektoren dargestellt:

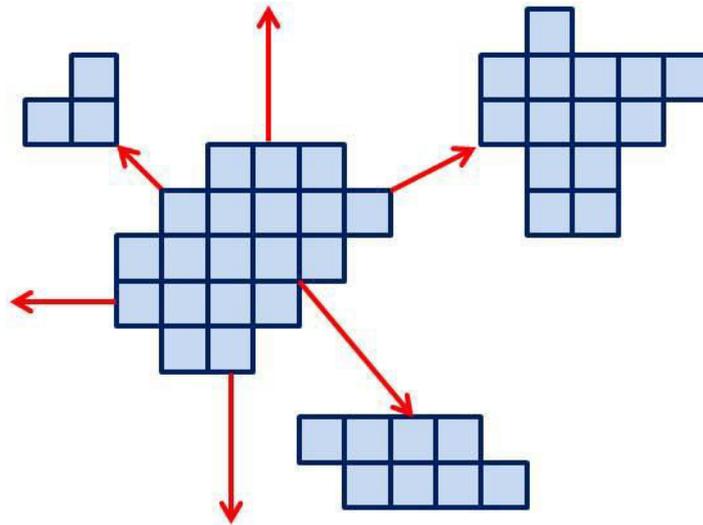


Abb. 56: Pore mit Normalenvektoren (rot)

Nach der Berechnung der Länge aller Vektoren werden die gültigen unter ihnen (diejenigen kleiner als 50 Pixel) gemittelt. Dieser Wert wird als mittlere Wandungsdicke  $W$  der Pore definiert. Ihre Berechnung erfolgt nach Gl. 5:

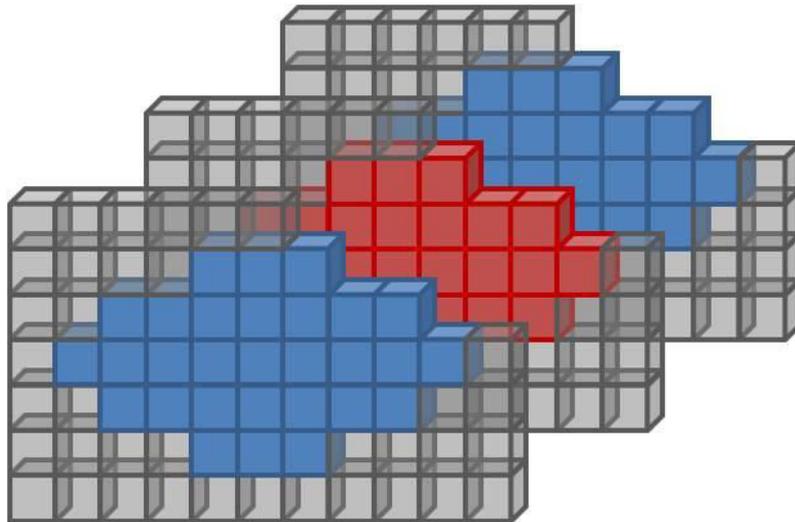
$$W = \frac{\sum_i^n \text{Normalenvektor}_i \cdot \text{Auflösung}}{n} \quad \text{Gl. 5}$$

#### 4.1.4.8 Volumen

Das Volumen  $V$  der Poren ist ebenfalls von Interesse. Da bisher lediglich Schichtbilder, also zweidimensionale Flächen ausgewertet wurden, müssen diese wieder zusammengefasst werden um ein Volumen zu bestimmen (siehe Kapitel 4.1.3).

Das Volumen einer Pore ergibt sich durch die Addition sich überlagernder Flächen von Poren auf aneinander grenzenden Schichten, siehe Abb. 57. Die Summe der Pixel wird anschließend noch mit dem Volumen eines Voxels multipliziert. Die Berechnung erfolgt nach Gl. 6:

$$V = \sum \text{Pixel} \cdot \text{Auflösung}^3 \quad \text{Gl. 6}$$



**Abb. 57:** Sich überlagernde Porenflächen (blau und rot), die zur Volumenberechnung zu einer einzigen Pore zusammengefasst werden

#### 4.1.4.9 Konnektivität

Die Konnektivität  $Ko$  ist ein Maß für den Grad der Vernetzung der Poren untereinander. Sie ist definiert als der Anteil des Volumens der größten Pore am gesamten Porenvolumen [120]. Gl. 7 zeigt ihre Berechnung:

$$Ko = \frac{V_{Pore_{max}}}{\sum_i^n V_{Pore_i}} \quad Gl. 7$$

Die Konnektivität nimmt demnach Werte zwischen 0 und 100% an.

#### 4.1.4.10 Porosität

Als Porosität  $P$  wird der Anteil der Porenfläche an der Fläche der Schicht bezeichnet. Das ist in Abb. 58 dargestellt. Die Porosität steigt demnach mit der Zunahme der Porenfläche und nimmt Werte zwischen 0 und 100% an. Gl. 8 zeigt die Berechnungsvorschrift der Porosität:

$$P = \frac{\sum_i^n F_{Pore_i}}{F_{Schicht}} \quad Gl. 8$$

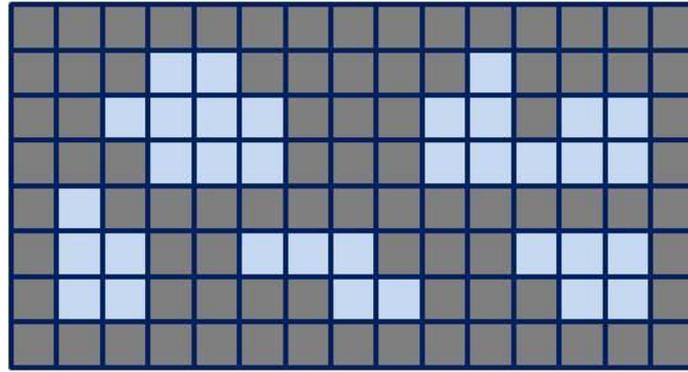


Abb. 58: Porenfläche (hellblau) auf einer Schicht

#### 4.1.4.11 Kanallänge

Die Kanallänge  $Ka$  wird wie in Kapitel 4.1.3 beschrieben ermittelt. So ergibt sich die Kanallänge aus der Höhe des umgebenden Rechtecks derjenigen Pore einer Schicht mit der größten Rechteckhöhe. Diese Höhe wird, wie in Gl. 9 gezeigt, durch die Höhe der Probe geteilt.

$$Ka = \frac{H_{\text{Pore Höhe,max}}}{H_{\text{Probe}}} \quad \text{Gl. 9}$$

Die Kanallänge nimmt dabei Werte von 0 - 100% an, wobei 100% bedeutet, dass der Kanal die gesamte Probe durchdringt.

#### 4.1.5 Einfluss der Raumrichtung

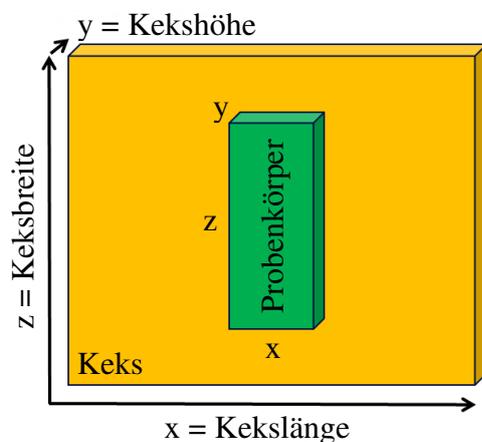


Abb. 59: Keksdimensionen und Probenkörper

Die Probengeometrie beschreibt einen Quader mit der Ausdehnung von  $2,2 \cdot 1 \cdot 0,5 \text{ cm}^3$  (Abb. 59). Dementsprechend ergeben sich in den drei Raumrichtungen unterschiedlich große Flächen. Es ist also zu berücksichtigen, aus welcher Richtung der Bildstapel aus dem 3D-Datensatz der CT-Messung erzeugt wird.

Das in Kapitel 4.1.3 beschriebene ROI besitzt eine an die Raumrichtung des Schichtstapels angepasste Größe. Auf diese Weise wird gewährleistet, dass

immer eine möglichst große Fläche im Innenbereich des Kekses für die Analyse zur Verfügung steht.

Für den Vergleich oder die Korrelation zweier Parameter ist es wichtig, dass beide aus derselben Richtung ermittelt werden. Da die Risse nur auf den Schichtbildern in z-Richtung (also in Richtung der Keksbreite) zu sehen sind, wird nur aus diesen die Kanallänge auf den Schichten abgeleitet. Da mit diesen Längen andere Parameter verglichen werden sollen, werden alle Poren- und Netzwerkeigenschaften im Folgenden aus den Schichtbildern in z-Richtung abgeleitet.

### **4.1.6 Zusammenfassung**

Die CT- und Bruchkraftmessungen sind geeignet die nötige Datengrundlage für die Strukturuntersuchungen bereitzustellen. Auf dieser Basis können, unter Verwendung der beschriebenen Algorithmen zur digitalen Bildanalyse, die Poren- und Netzwerkeigenschaften der Butterkekse zuverlässig abgeleitet werden. Es stehen somit alle Informationen zur Verfügung, die notwendig sind, den Zusammenhang von Stabilität und Struktur aufzuklären.

Da innerhalb der Kekse eine sehr große Anzahl von Poren vorliegt und zusätzlich für jede Pore eine Vielzahl an Eigenschaften berechnet wird entsteht eine unübersichtlich große Datenmenge. Aus diesem Grund müssen die Daten zu Kennzahlen reduziert werden, mit denen die Produktchargen beschrieben werden können.

## **4.2 Definition der Kennzahlen der Produktchargen**

Die Menge der bei jeder CT-Messung anfallenden Primärdaten macht es notwendig Methoden der Datenreduktion anzuwenden. Die unterschiedlichen Poren- und Netzwerkeigenschaften werden dabei jeweils zu einer, die Produktcharge beschreibenden, Kennzahl zusammengefasst.

### **4.2.1 Mathematische Berechnung der Kennzahlen aus den Primärdaten**

Bei der Reduktion der Primärdaten ist es wichtig, dass die resultierende Kennzahl immer noch aussagekräftig bleibt. Dementsprechend muss weiterhin über die ermittelten Kennzahlen eine gegebene Trennung zwischen stabilen und brüchigen Keksen erhalten bleiben.

#### 4.2.1.1 Arithmetisches Mittel

Vielfach ist es sinnvoll den Mittelwert der Parameter als Kennzahl heranzuziehen. Dieser wird nach Gl. 10 berechnet:

$$\bar{X} = \frac{\sum_i^n X_i}{n} \quad \text{Gl. 10}$$

Das arithmetische Mittel wird als Kennzahl für die Porosität, die Wandungsdicke, die Exzentrizität, die Kompaktheit, die Kanallänge und die Bruchkraft herangezogen.

#### 4.2.1.2 Median

Je nach Art der Verteilung beschreibt der Median den Erwartungswert der Daten besser als das arithmetische Mittel. Der Median einer geordneten Stichprobe wird nach Gl. 11 berechnet:

$$\tilde{X} = \begin{cases} X_{\frac{n+1}{2}} & n \text{ ungerade} \\ \frac{1}{2} \left( X_{\frac{n}{2}} + X_{\frac{n}{2}+1} \right) & n \text{ gerade} \end{cases} \quad \text{Gl. 11}$$

Der Median wird als Kennzahl für die Porosität, die Wandungsdicke, die Exzentrizität, die Kompaktheit, die Kanallänge und die Bruchkraft herangezogen.

#### 4.2.1.3 Standardabweichung

Als weitere Kennzahl wird die Breite der Verteilungen der Parameter herangezogen. Die Standardabweichung berechnet sich nach Gl. 12:

$$\sigma_X = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_i^n (X_i - \bar{X})^2} \quad \text{Gl. 12}$$

Sie wird als Kennzahl für die Porosität, die Wandungsdicke, die Exzentrizität, die Kompaktheit, die Kanallänge und die Bruchkraft herangezogen.

#### **4.2.1.4 Anzahl großer Poren**

Große Poren sind für die Untersuchungen von besonderem Interesse, da sie verstärkt für die Strukturschwäche von Keksen verantwortlich sein können. Deshalb wird die Anzahl der vorliegenden Poren einer Fläche von 4 mm<sup>2</sup> und mehr als Kennzahl für die Charge bestimmt.

#### **4.2.1.5 Konnektivität**

Die in Kapitel 4.1.4 beschriebene Konnektivität geht direkt als Kennzahl für die Produktionschargen ein.

#### **4.2.1.6 Bruchkraft**

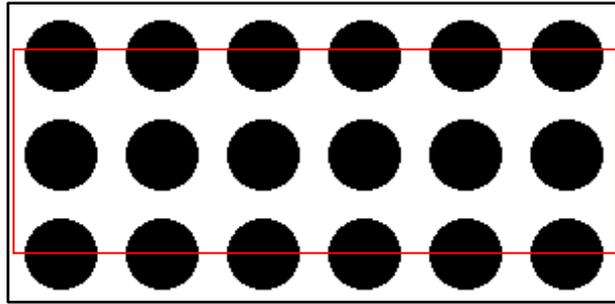
Die in Bruchkrafttests (Anhang 6.2.2) ermittelte Kraft geht direkt für einen spezifischen Keks als Kennzahl ein.

### **4.3 Modellschichten**

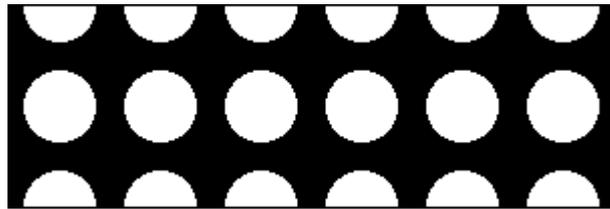
Die entwickelten Algorithmen (Kapitel 4.1.3) werden an definierten Modellschichten getestet, um deren korrekte Funktionsweise zu validieren. Weiterhin wird die Interpretation der Auswertungsergebnisse realer CT-Schichtbilder erleichtert.

Das erste Modell, zu sehen in Abb. 60, zeigt eine Schicht, in der nur gleichgroße runde Poren in gleichem Abstand vorliegen.

Im ersten Schritt der Analyse wird, wie in 4.1.3 beschrieben, ein ROI auf der Schicht zentriert. Dieser Bereich wird im weiteren Verlauf ausgewertet. Zu sehen ist das ROI in Abb. 61. Bereits hier ist zu erkennen, dass die vormalig gleich großen Poren zum Teil nur partiell auf dem Bildausschnitt enthalten sind. Dadurch ergeben sich bei der Auswertung unterschiedlich große Poren mit unterschiedlichen Parametern.

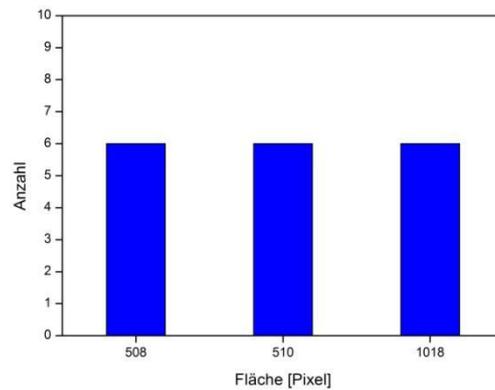


**Abb. 60:** Modellschicht mit gleich großen runden Poren in gleichem Abstand (schwarz) und ROI (rot)



**Abb. 61:** ROI der Modellschicht (die Poren sind nach der Invertierung weiß)

Die Verteilung der Porenflächen zeigt drei unterschiedlich große Flächen die jeweils sechsmal auftreten (Abb. 62). Das entspricht den drei in Abb. 61 untereinander liegenden Reihen von Poren.



**Abb. 62:** Verteilung der Porenfläche

Analog zur Fläche verhalten sich die Verteilungen des Durchmessers (dieser hängt direkt von der Fläche ab) und der Kompaktheit. Die Graphen sind in Abb. 63 und Abb. 64 zu sehen.

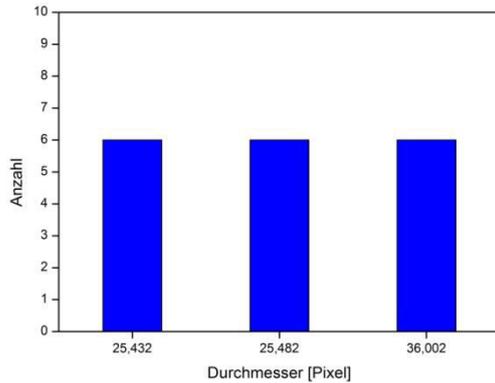


Abb. 63: Verteilung des Porendurchmessers

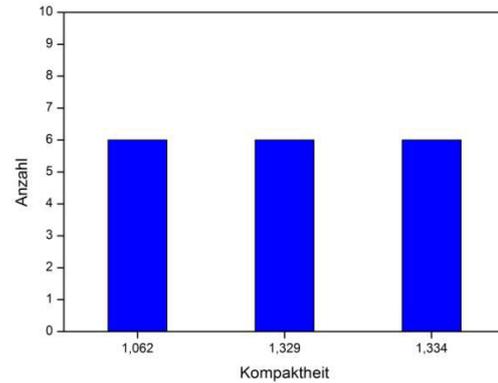


Abb. 64: Verteilung der Porenkompaktheit

Die Poren, die nur ca. zur Hälfte auf der ausgewerteten Fläche liegen, besitzen einen kleineren Durchmesser als die Poren die ganz enthalten sind. Weiterhin ergibt sich für die runden Poren eine Kompaktheit von nahezu eins. Die nur partiell enthaltenen Poren haben eine größere Kompaktheit, da sie eher elliptisch also länglicher sind.

Zwischen den Modellporen sind die vertikalen und horizontalen Abstände alle gleich. Da die Poren rund sind, ergibt sich jedoch ein größerer diagonaler Abstand zwischen ihnen. In Abb. 65 sind die Normalenvektoren zu sehen, die zur Berechnung der Wandungsdicken herangezogen werden.

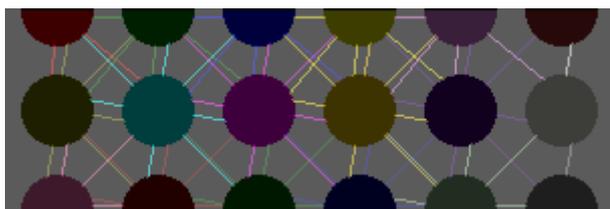


Abb. 65: Normalenvektoren

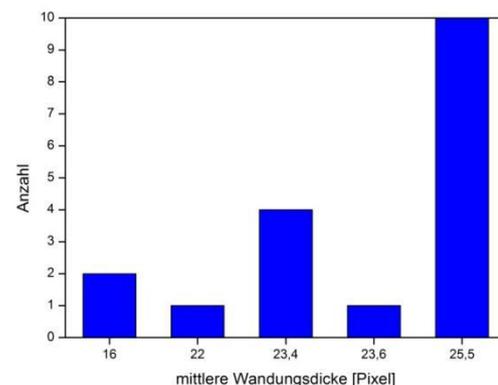
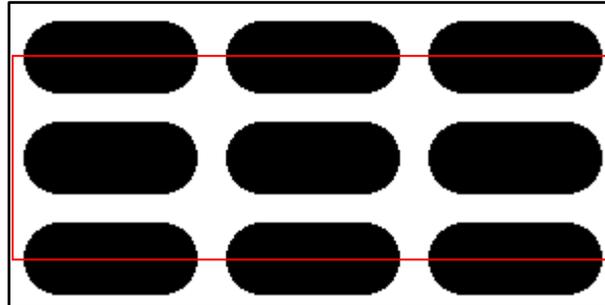


Abb. 66: Verteilung der mittleren Wandungsdicke

Es ergibt sich eine größere Anzahl von unterschiedlichen Vektorlängen aufgrund der runden Porenform. Für jede Pore werden die von ihr ausgehenden Vektoren gemittelt, um eine mittlere Wandungsdicke zu erhalten. Die dabei auftretenden Werte sind in Abb. 66 dargestellt.

Als zweites Modell wird eine Schicht gewählt, die aus gleichgroßen länglichen Poren gleichen Abstands besteht. Zu sehen sind die Schicht und das aus ihr resultierende ROI in Abb. 67 und Abb. 68:

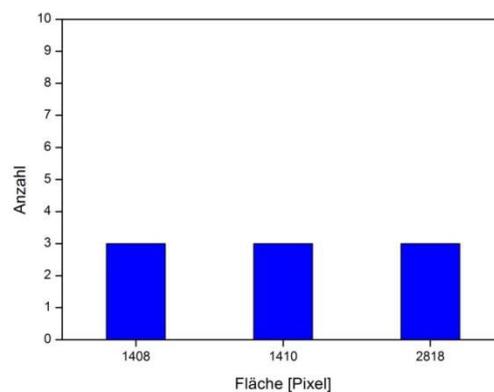


**Abb. 67:** Modellschicht mit gleich großen länglichen Poren in gleichem Abstand (schwarz) und ROI (rot)



**Abb. 68:** ROI der Modellschicht (die Poren sind nach der Invertierung weiß)

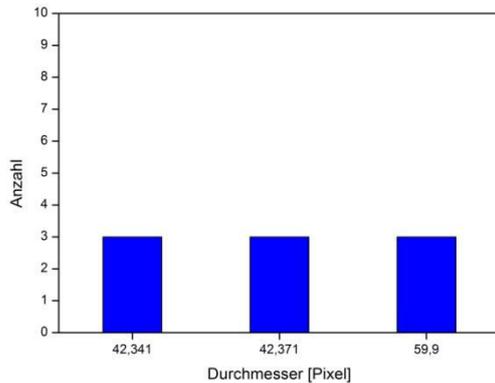
Auch in diesem Modell ergeben sich bei der Auswertung der Flächen drei unterschiedliche Größen. Diese treten jedoch jeweils nur dreimal auf, da die Poren allgemein größer sind als im ersten Modell. Abb. 69 zeigt die Verteilung der Flächen der Modellschicht:



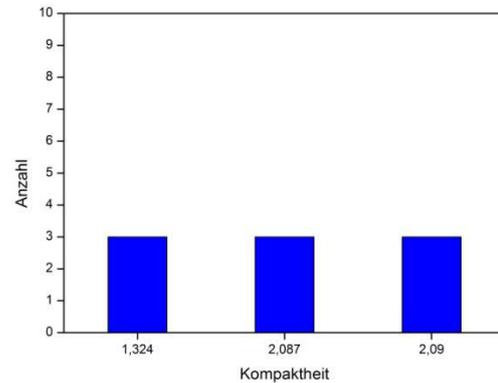
**Abb. 69:** Verteilung der Porenfläche

Die Verteilung von Durchmesser und Kompaktheit ist wiederum analog. Es treten in Abhängigkeit von der Fläche drei unterschiedliche Porendurchmesser auf. Das ist in Abb. 70 zu sehen.

Die Kompaktheiten der Poren sind insgesamt größer als diejenigen des ersten Modells. Das deutet daraufhin, dass die Poren länglicher sind, welches im zweiten Modell auch der Fall ist. Die Verteilung der Kompaktheit ist in Abb. 71 dargestellt:

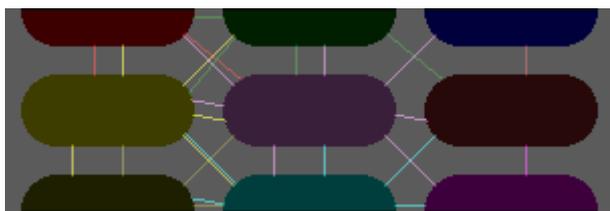


**Abb. 70:** Verteilung des Porendurchmessers

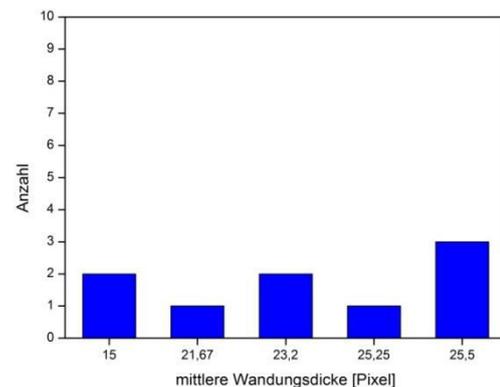


**Abb. 71:** Verteilung der Kompaktheit

Die Abstände zwischen den Poren sind überall gleich groß. Da die Poren jedoch abgerundet sind, treten in der Diagonalen zwischen ihnen abweichende Abstände auf. Die für die Bestimmung der Wandungsdicke erzeugten Normalenvektoren sind in Abb. 72 zu sehen:



**Abb. 72:** Normalenvektoren



**Abb. 73:** Verteilung der mittleren Wandungsdicken

Daraus ergibt sich eine breitere Verteilung von mittleren Wandungsdicken der Poren. Diese ist in Abb. 73 dargestellt. Solche Effekte müssen bei der Auswertung und Interpretation realer Schichtbilder mit beachtet werden.

## 4.4 Untersuchungen am Produktionsprozess

Für die Untersuchungen wurden Hart- und Mürbekekse von der Fa. Bahlsen GmbH & Co. KG zur Verfügung gestellt. Die genauen Produktspezifikationen sind dem Anhang 6.3.1 zu entnehmen. Bei der Produktion durchlaufen sie die in Abb. 74 dargestellten Prozessschritte:

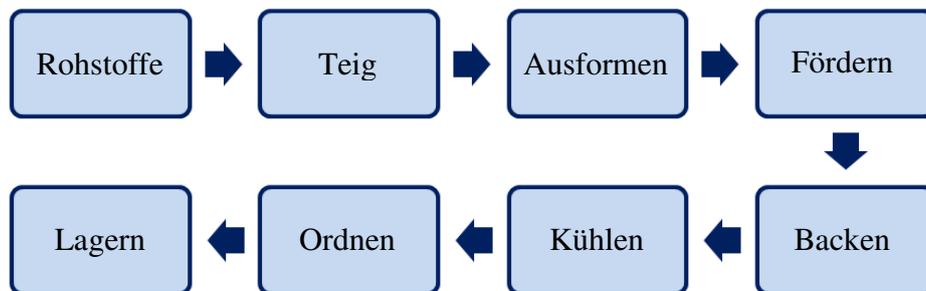


Abb. 74: Prozessübersicht

Der Produktionsprozess bietet vielfältige Variationsmöglichkeiten. Es können die Rohstoffmengen variiert, die Teigzusammensetzung und Knetzeiten verändert und das Backprogramm angepasst werden. Weiterhin können die Kühlung und die Lage auf dem Förderband für die Produktqualität entscheidend sein. Auch an der Lagerung der Kekse bis zur Weiterverarbeitung können Änderungen vorgenommen werden.

Das Ausformen der Teiglinge sowie das Ordnen des Warenstroms eignen sich weniger für die Untersuchung von Einflüssen auf die Kekstruktur und werden deshalb nicht eingehender betrachtet. Im Folgenden wird der Prozess systematisch abgehandelt und der Einfluss von Prozessparameteränderungen auf die Struktureigenschaften des Produkts untersucht. Alle dafür berechneten statistischen Kennzahlen sind noch einmal tabellarisch im Anhang 6.3.2 zusammengefasst.

### 4.4.1 Referenzmuster

Um entscheiden zu können, ob bestimmte Struktureigenschaften eine signifikante Veränderung des Porennetzwerks der Kekse darstellen, müssen zunächst „unveränderte“ Kekse untersucht werden, die auf der Produktionsstraße unter Normalbedingungen gefertigt wurden. Jeweils zehn unveränderte Hart- und Mürbekekse wurden statistisch ausgewählt, im CT gemessen und die Daten analysiert. Weiterhin wurden jeweils 30 statistisch gezogene Kekse auf ihre Bruchkraft hin untersucht. Als „veränderte“ Kekse sind im Folgenden diejenigen zu

verstehen, bei denen während der Produktion Prozessgrößen gegenüber dem Standardverfahren variiert wurden.

#### 4.4.1.1 Bruchkraft

Zur Bestimmung der Bruchkraftverteilung wird in Dreipunktbelastungstests die Bruchkraft von 30 Hart- und Mürbekekse ermittelt. Die Verteilungen mit einer Klassengröße von 1 N sind in Abb. 75 und Abb. 76 zu sehen:

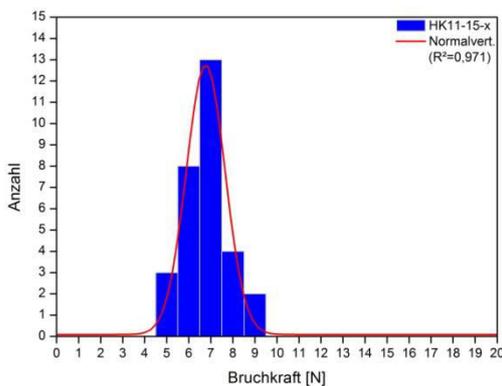


Abb. 75: Bruchkraftverteilung unveränderter Hartkekse

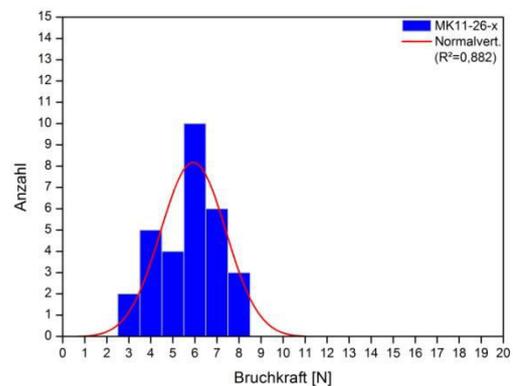


Abb. 76: Bruchkraftverteilung unveränderter Mürbekekse

Mittels des Shapiro-Wilk-Tests [129] auf Normalverteilung konnte gezeigt werden, dass bei einem Signifikanzniveau von 95% die Bruchkräfte der Hart- und auch der Mürbekekse normalverteilt sind. Dementsprechend kann zur Beschreibung der Bruchkraft der unveränderten Kekschargen der Mittelwert und die Standardabweichung herangezogen werden. Die Bruchkraftdaten sind in Tab. 2 dargestellt:

Tab. 2: Bruchkraftdaten der unveränderten Hart- und Mürbekeksecharge

Produktcharge	Mittelwert	Standardabweichung
Hartkekse	6,29	0,93
Mürbekekse	5,30	1,47

#### 4.4.1.2 Fläche

Da jede Probe insgesamt ca. 70.000 Poren auf den Schichtbildern enthält und von diesen ca. 75% in den Bereich von 1 - 10 Pixel entfallen, jedoch auch sehr große Poren auftreten, wird statt einem gewöhnlichen Histogramm im Folgenden die Darstellung als Boxdiagramm gewählt.

In einem Boxdiagramm kann eine Verteilung sehr kompakt dargestellt werden, ohne relevante Informationen zu verlieren. Die Darstellung zeigt den Bereich, der die mittleren 50% der vorliegenden Daten enthält. Dieser wird durch das 25%- und das 75%-Quantil eingegrenzt (die Ränder der Box). Weiterhin können der Mittelwert, gekennzeichnet durch ein Quadrat, und der Median, dargestellt durch eine Linie sowie die Standardabweichung abgelesen werden. Ein schematisches Boxdiagramm ist in Abb. 77 zu sehen:

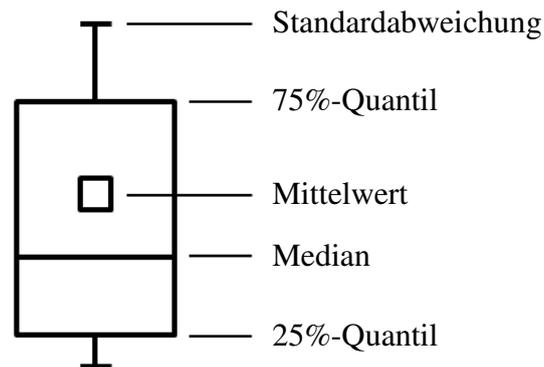


Abb. 77: Schematisches Boxdiagramm

Als erster Parameter der Porengeometrie wird deren Fläche betrachtet. Die Boxdiagramme der Flächen der zehn, im CT gemessenen, Hart- und Mürbekekse sind in Abb. 78 und Abb. 79 zu sehen:

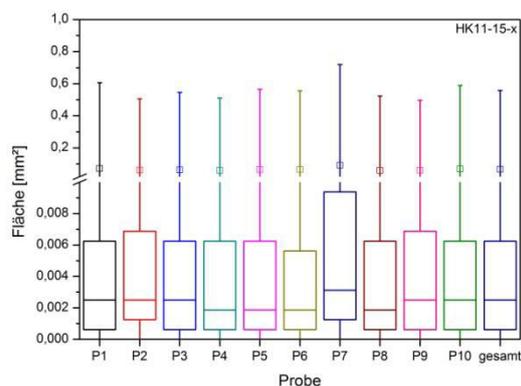


Abb. 78: Flächenverteilungen unveränderter Hartkekse

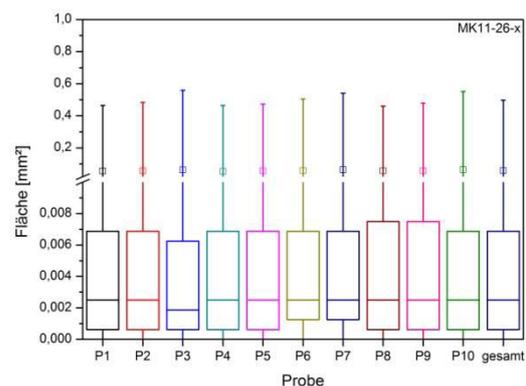


Abb. 79: Flächenverteilungen unveränderter Mürbekekse

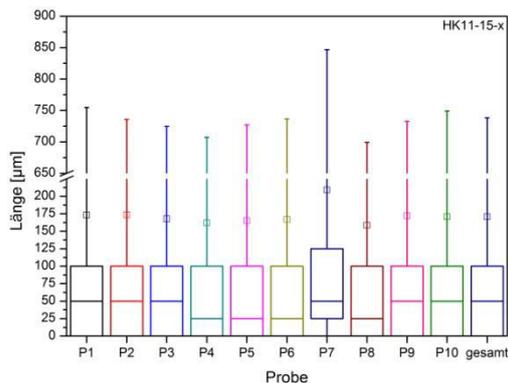
Die mittleren 50% der Flächen sind über einen sehr engen Bereich der Daten verteilt. So liegen sie bei den Hartkekse zwischen  $625 - 6.250 \mu\text{m}^2$ . Die Flächen der Mürbekekse umfassen einen Bereich von  $625 - 6.875 \mu\text{m}^2$ . Da neben diesen kleinen Poren auch deutlich größere auftreten (bis zu  $20 \text{ mm}^2$  Fläche), ergeben sich in den Verteilungen sehr große Standardabweichungen. Ebenfalls liegt aufgrund der wenigen großen Poren der Mittelwert der

Flächen bei  $0,07 \text{ mm}^2$  für die Hartkekse und für die Mürbekekse bei  $0,06 \text{ mm}^2$ . Dieser Wert ist für den Großteil der Poren jedoch nicht repräsentativ. Deutlich geeigneter ist der Median der Flächen, welcher bei  $2.500 \text{ }\mu\text{m}^2$  liegt. Das trifft sowohl auf die Hart- als auch auf die Mürbekekse zu. Beide Keksorten enthalten demnach größtenteils Mikroporen.

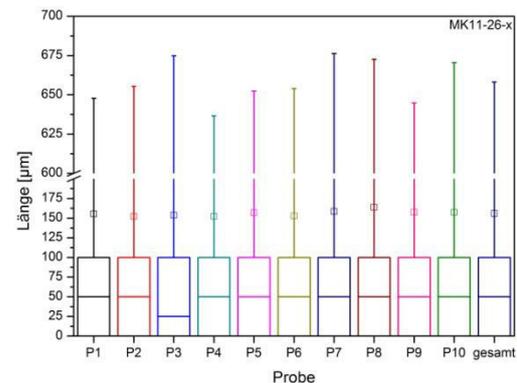
Wird über die Verteilungen eine ANOVA, siehe Kapitel 6.2.1, zum Vergleich der Mittelwerte durchgeführt, kann mit einem Signifikanzniveau von 95% gezeigt werden, dass nicht alle Mittelwerte der Verteilungen gleich sind und demzufolge nicht aus derselben Grundgesamtheit entstammen. Es treten also auch bei unveränderten Hart- und Mürbekekzen derselben Charge signifikante Unterschiede innerhalb der Flächenverteilungen der Poren auf.

#### 4.4.1.3 Länge

Die Verteilungen der Porenlängen von unveränderten Hart- und Mürbekekzen ähneln denen der Flächenverteilungen. Das resultiert aus der indirekten Abhängigkeit der Länge von der Porenfläche. Die Porenlängenverteilungen sind in den Abb. 80 und Abb. 81 dargestellt:



**Abb. 80:** Längenverteilungen unveränderter Hartkekse



**Abb. 81:** Längenverteilungen unveränderter Mürbekekse

Auch hier ist zu erkennen, dass die mittleren 50% der Daten nur einen engen Bereich kleiner Porenlängen abdecken. Der Bereich umfasst  $0 - 100 \text{ }\mu\text{m}$  für die Hart- und auch für die Mürbekekse. Dennoch treten auch Werte von bis zu  $7.875 \text{ }\mu\text{m}$  auf. Der Median der Längen beschreibt die am Häufigsten auftretenden Porenlänge wiederum besser als der Mittelwert. Der Median der Hart- und Mürbekekse beträgt  $50 \text{ }\mu\text{m}$ . Die Durchführung der ANOVA mit den Hart- und Mürbekekspalten zeigt auch hier, dass sich die Verteilungen mit einem Signifikanzniveau von 95% voneinander unterscheiden.

#### 4.4.1.4 Durchmesser

Ähnlich zur Länge hängt der Durchmesser direkt von der Porenfläche ab. Wie in Kapitel 4.1.4 beschrieben, wird der Durchmesser aus einem Kreis gleicher Fläche wie die Poren berechnet. Die Durchmesserverteilungen der unveränderten Hart- und Mürbekeksprouben sind in den Abb. 82 und Abb. 83 zu sehen:

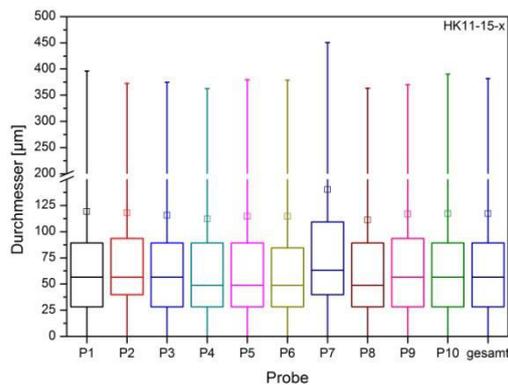


Abb. 82: Durchmesserverteilungen unveränderter Hartkekse

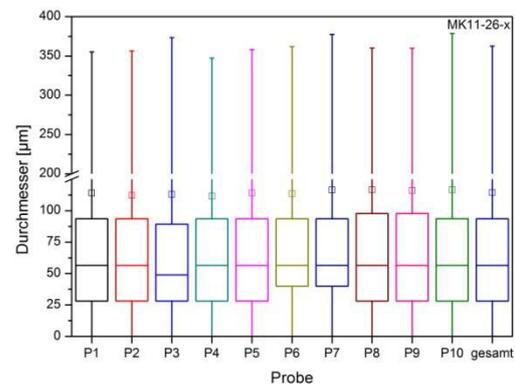
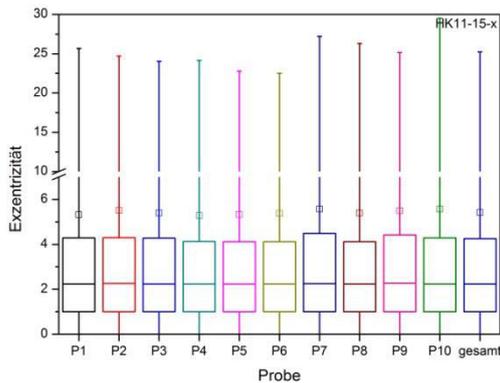


Abb. 83: Durchmesserverteilungen unveränderter Mürbekekse

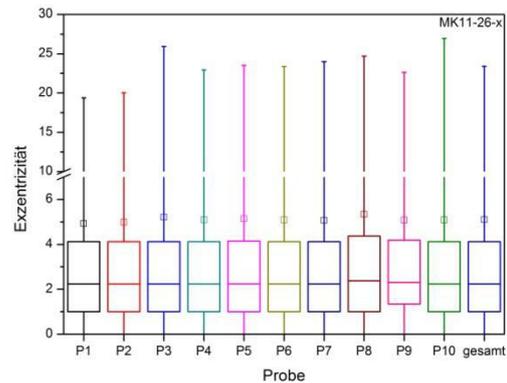
Verglichen mit den Minimal- und Maximalwerten der auftretenden Durchmesser nimmt der Bereich zwischen dem 25%- und dem 75%-Quantil einen relativ engen Bereich ein. Die Daten liegen zu 50% im Bereich zwischen 28,21 - 89,21 µm bei den Hartkekse und zwischen 28,21 - 93,56 µm für die Mürbekekse. Der Median der Daten nimmt einen Wert von jeweils 56,42 µm an. Die Mittelwerte der Hart- und Mürbekekse-Porendurchmesser sind mit 117,25 µm und 114,35 µm etwa doppelt so groß. Die Verteilungen sind beim Porendurchmesser demnach insgesamt enger als bei den vorhergehenden Parametern.

#### 4.4.1.5 Exzentrizität

Neben den Parametern, die sich auf die Größe der Poren beziehen (Fläche, Länge und Durchmesser), sind die Rundheitsmaße von Interesse, zu denen die Exzentrizität gehört. Sie beschreibt das Verhältnis vom größten Abstand von Rand zu Schwerpunkt zum geringsten. Die Verteilungen der Porenexzentrizität der Hart- und Mürbekekse sind in Abb. 84 und Abb. 85 dargestellt.



**Abb. 84:** Exzentrizitätsverteilungen unveränderter Hartkekse

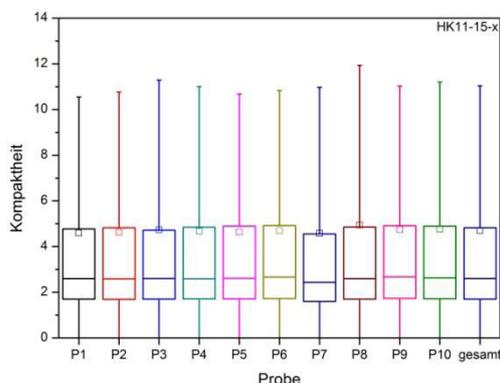


**Abb. 85:** Exzentrizitätsverteilungen unveränderter Mürbekekse

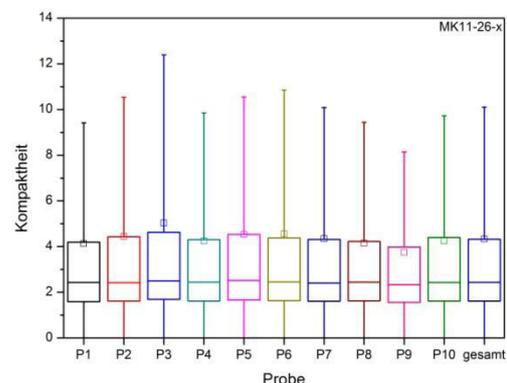
Die kleinstmögliche Exzentrizität, die auftreten kann, ist eins. Maximal erreicht sie für die Hartkekse einen Wert von 2.841,78 und für die Mürbekekse 3.645,69. Der Großteil der Daten liegt jedoch im Bereich von 1 - 4,25 bzw. 1 - 4,12. Die meisten Poren, sowohl bei Hart- als auch bei Mürbekekse, sind demnach rund bis oval geformt. Der Median der Daten liegt bei 2,24. Auch hier ist bei beiden Keksarten die große Standardabweichung, hervorgerufen durch das Auftreten sehr exzentrisch geformter Poren, zu sehen.

## 4.4.1.6 Kompaktheit

Als weiteres Rundheitsmaß wird die Kompaktheit untersucht. Wie in Kapitel 4.1.4 beschrieben, erhöht sich die Kompaktheit mit zunehmender Länge der Poren. Die Boxdiagramme der Verteilungen sind in Abb. 86 und Abb. 87 zu sehen:



**Abb. 86:** Kompaktheitsverteilungen unveränderter Hartkekse



**Abb. 87:** Kompaktheitsverteilungen unveränderter Mürbekekse

Auch bei der Verteilung der Kompaktheit ist zu sehen, dass die meisten Poren rund oder oval sind. Die mittleren 50% der Daten liegen bei den Hartkekse zwischen 1,7 - 4,82 und bei den Mürbekekse zwischen 1,62 - 4,33. Der Median der Kompaktheiten bestätigt dies mit einer Größe von 2,6 bzw. 2,44. Das Minimum der Hart- und Mürbekekse liegt bei 0,77, die Maxima bei 86,62 und 83,11.

#### 4.4.1.7 Raumausrichtung

Die Ausrichtung der Poren auf den Schichtbildern ist ein geeigneter Parameter, um zu untersuchen, ob die Positionierung der Poren zueinander einen Einfluss auf die Stabilität des Produkts hat. Abb. 88 und Abb. 89 zeigen die Verteilungen der auftretenden Winkel. Diese sind scharf begrenzt auf einen Bereich zwischen  $-90^\circ$  und  $90^\circ$ :

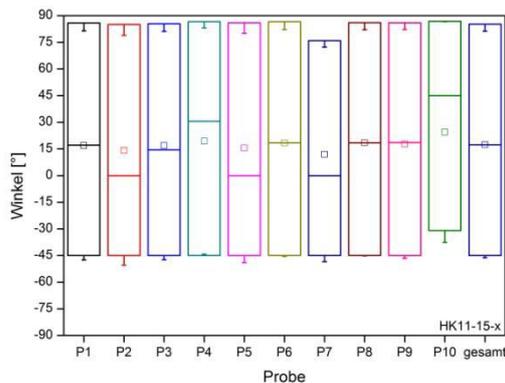


Abb. 88: Verteilung der Raumausrichtung unveränderter Hartkekse

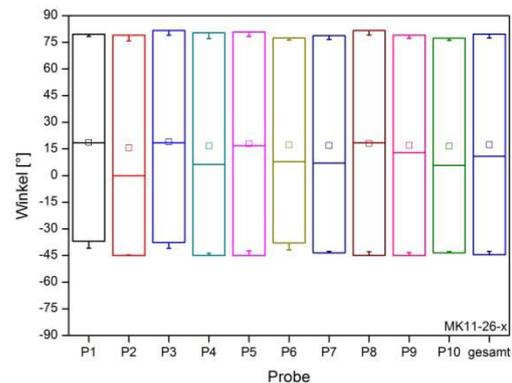
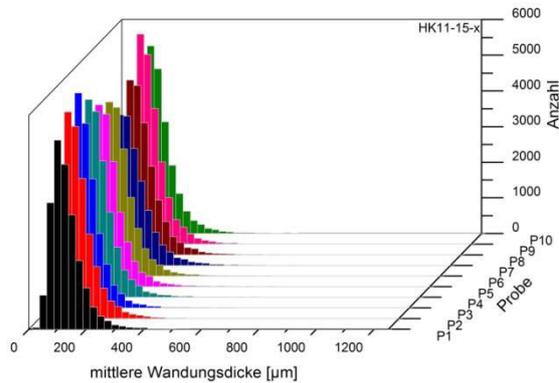


Abb. 89: Verteilung der Raumausrichtung unveränderter Mürbekekse

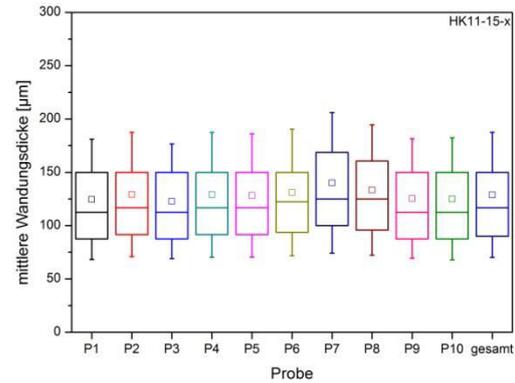
Die Raumausrichtungen sind über einen breiten Bereich der möglichen Winkel verteilt. Bei den Hartkekse liegt das 25%-Quantil bei  $-45^\circ$  und das 75%-Quantil bei  $85,27^\circ$ . Die Mürbekekse weisen Quantilgrenzen von  $-44,56^\circ$  und  $79,61^\circ$  auf. Mittelwert und Median nehmen hier vergleichbare Werte an ( $\bar{X}=17,49^\circ$  und  $\tilde{X}=17,3^\circ$  für die Hartkekse und  $\bar{X}=17,39^\circ$  und  $\tilde{X}=10,9^\circ$  für die Mürbekekse).

#### 4.4.1.8 Wandungsdicke

Eine weitere wichtige Einflussgröße für die Brüchigkeit der Kekse ist die Wandungsdicke. Für jede Pore wird ein Mittelwert des umgebenden Materials nach der Vorschrift aus Kapitel 4.1.4 bestimmt. Die Verteilungen der Wandungsdicke der Hartkekse sind in Abb. 90 als Histogramm und in Abb. 91 als Boxdiagramm dargestellt.



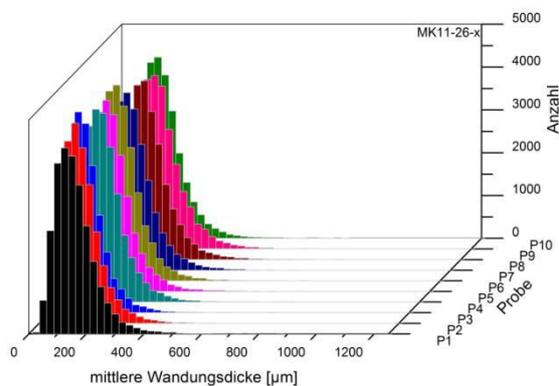
**Abb. 90:** Verteilung der Wandungsdicke unveränderter Hartkekse



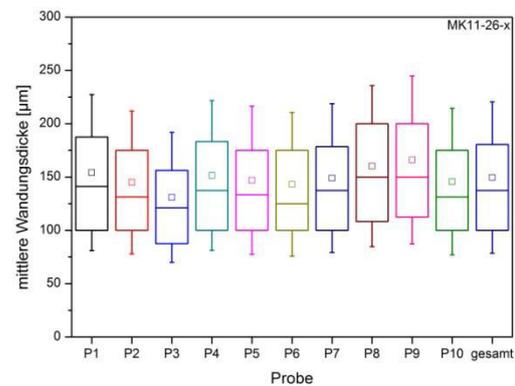
**Abb. 91:** Verteilung der Wandungsdicke unveränderter Hartkekse

Die Wandungsdicke kann Werte von 25 - 1.250 µm annehmen. Die Werte, die im Mittel für eine Pore auftreten, sind jedoch wesentlich enger verteilt. Die mittleren 50% der Daten liegen bei den Hartkekse zwischen 90 - 150 µm. Da die Verteilungen insgesamt schmal sind, liegen auch Median (116,67 µm) und Mittelwert (128,79 µm) recht nah beieinander.

Wie Abb. 92 und Abb. 93 zeigen sind die Wandungsdicken der Mürbekekse analog verteilt:



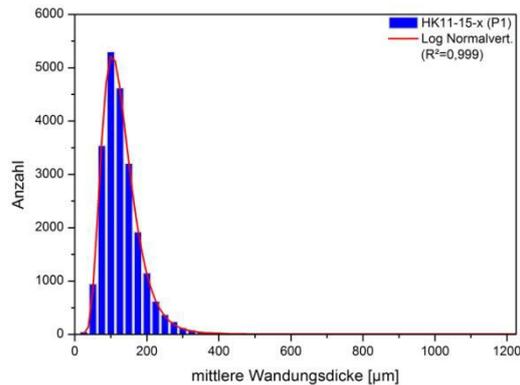
**Abb. 92:** Verteilung der Wandungsdicke unveränderter Mürbekekse



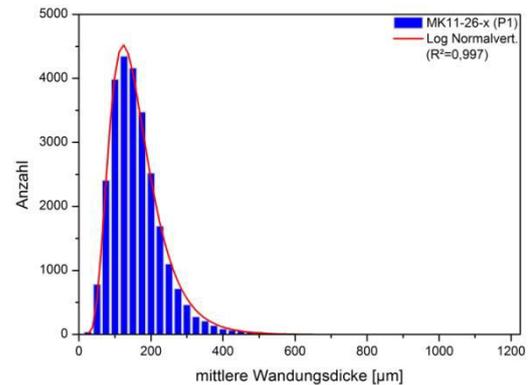
**Abb. 93:** Verteilung der Wandungsdicke unveränderter Mürbekekse

Die Verteilungen sind etwas breiter als bei den Hartkekse. Hier liegt das 25%-Quantil bei 100 µm und das 75%-Quantil bei 180,56 µm. Der Median der Daten weist einen Wert von  $\tilde{X}=137,5 \mu\text{m}$  auf. Es treten jedoch auch Werte im gesamten möglichen Bereich von 25 - 1.250 µm auf.

Die Form der Verteilungen ist innerhalb der Hart- und Mürbekekse immer gleich. Sie lässt sich durch eine logarithmische Normalverteilung sehr genau anpassen. Beispielhaft wird dies an einer Probe der Hart- und Mürbekekse gezeigt. In Abb. 94 und Abb. 95 sind die Verteilungen der Wandungsdicken sowie die angepassten Funktionen zu sehen.



**Abb. 94:** Anpassung der Wandungsdickenverteilung der Hartkekse durch eine logarithmische Normalverteilung

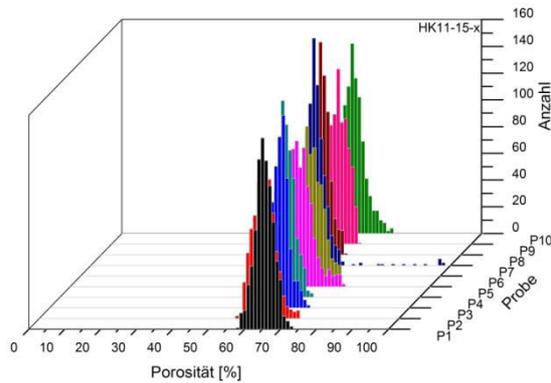


**Abb. 95:** Anpassung der Wandungsdickenverteilung der Mürbekekse durch eine logarithmische Normalverteilung

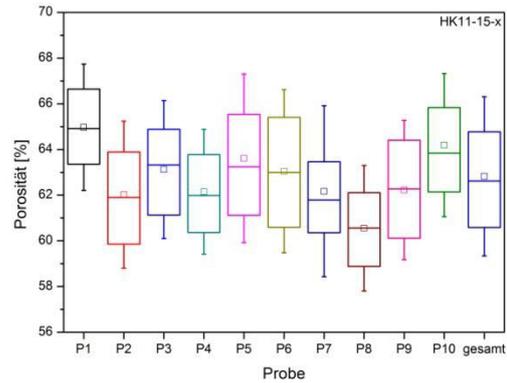
Die Wandungsdicke ist bereits ein Mittelwert aus der Länge der Normalenvektoren auf dem Rand der jeweiligen Poren. Da die Poren auf den Schichten sehr nah aneinander liegen, kommen hauptsächlich kleine Wandungsdicken vor. Der minimale Wert wäre 25 µm (1 Pixel). Dieser kommt jedoch selten vor, da schon ein längerer Vektor (Maximum 50 Pixel bzw. 1.250 µm) den Mittelwert signifikant erhöht. Deshalb tritt bei den Hartkekse am Häufigsten ein Wert von 100 µm und bei den Mürbekekse von 125 µm auf. Danach sinken die Häufigkeiten der mittleren Wandungsdicken wieder ab. Die Steilheit der Kurve ist hier jedoch nicht ganz so stark ausgeprägt wie links vom Maximum. Genau diesen Verlauf beschreibt ebenfalls die logarithmische Normalverteilung.

### 4.4.1.9 Porosität

Als Netzwerk- bzw. Schichtparameter wird die Porosität der Hart- und Mürbekekse untersucht. Sie stellt das Verhältnis von auftretenden Porenflächen zu analysierter Fläche dar. Die folgenden Abb. 96 und Abb. 97 enthalten die Histogrammdarstellung der Hartkekseporositäten sowie die dazugehörigen Boxdiagramme.



**Abb. 96:** Verteilungen der Porositäten unveränderter Hartkekse

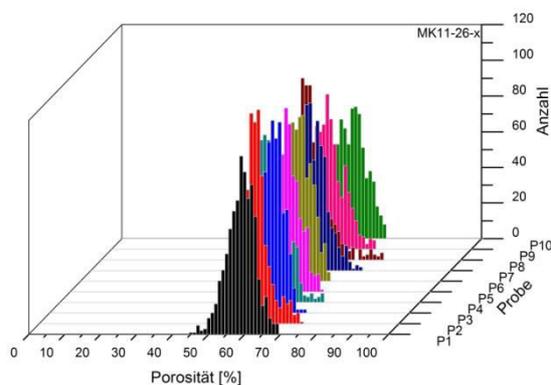


**Abb. 97:** Verteilungen der Porositäten unveränderter Hartkekse

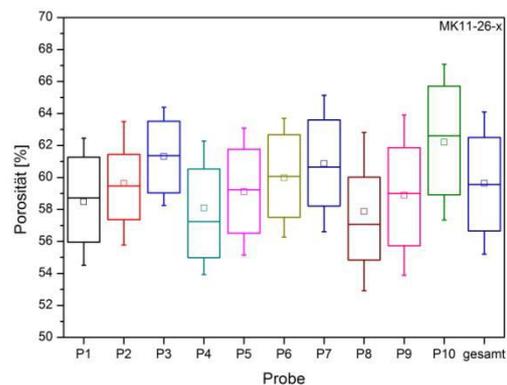
Wie aus Abb. 97 zu erkennen ist, weichen die Verteilungen der Porositäten stark voneinander ab. Wird eine ANOVA über die Daten durchgeführt, kann auf einem Signifikanzniveau von 95% gezeigt werden, dass sich die Mittelwerte der Verteilungen voneinander unterscheiden. Die Porositäten entstammen demnach nicht derselben Grundgesamtheit und sind damit signifikant unterschiedlich.

Die mittleren 50% der Daten verteilen sich über einen Bereich von 60,58 - 64,77%; minimal treten bei den Hartkekse Werten von 52,57% auf, das Maximum liegt bei 97,39%.

Auch bei den unveränderten Mürbekekse treten ähnliche Schwankungen bei den Verteilungen der Porositäten auf. Das ist in den Abb. 98 und Abb. 99 zu sehen:



**Abb. 98:** Verteilungen der Porositäten unveränderter Mürbekekse

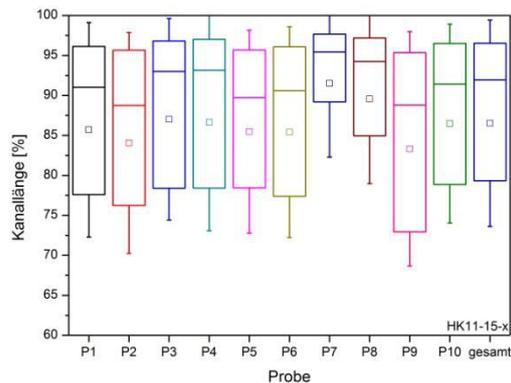


**Abb. 99:** Verteilungen der Porositäten unveränderter Mürbekekse

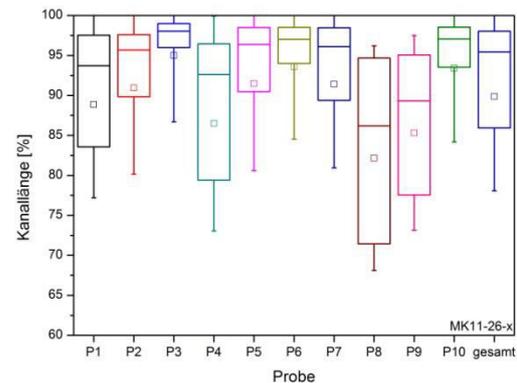
Bei den Mürbekekse kann ebenfalls mittels Varianzanalyse gezeigt werden, dass die Verteilungen signifikant unterschiedlich sind. Die Quantilgrenzen in denen die mittleren 50% der Werte liegen betragen 56,65% und 62,5%; das Minimum aller auftretenden Werte beträgt 44,58% und das Maximum 77,86%.

#### 4.4.1.10 Kanallänge

Da für die Produktstabilität die Ausbildung und Anordnung von Haarrissen von entscheidender Bedeutung ist, wird untersucht, wie weit sich vorliegende Risse durch das Keksmaterial ausbreiten. Die Bestimmung der Kanallänge erfolgt nach dem in Kapitel 4.1.3 beschriebenen Algorithmus. Abb. 100 und Abb. 101 zeigen die Verteilungen der Kanallänge der Hart- und Mürbekekse:



**Abb. 100:** Verteilung der Kanallängen unveränderter Hartkekse



**Abb. 101:** Verteilung der Kanallängen unveränderter Mürbekekse

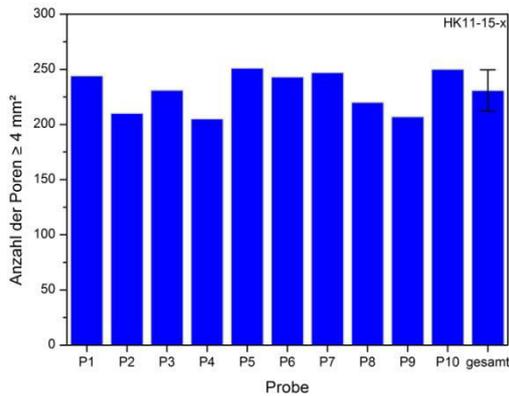
Die Hartkekse weisen weitgehend ähnliche Verteilung auf. Die mittleren 50% der Werte liegen zwischen 79,34% und 96,53%. Sie sind demnach relativ breit verteilt und weisen eine Median von 91,92% auf. Die gesamte Verteilung erstreckt sich von 40,35 - 100%.

Bei den Mürbekekse zeigt sich ein abweichendes Bild. Hier treten gleichermaßen breite und schmale Verteilungen auf. Das 25%-Quantil der Gesamtdaten liegt hier bei 85,94% und das 75%-Quantil bei 98,03%. Der Median der Daten nimmt einen Wert von 95,42% an. Der minimale Wert ist hier 38,38% und das Maximum beträgt 100%.

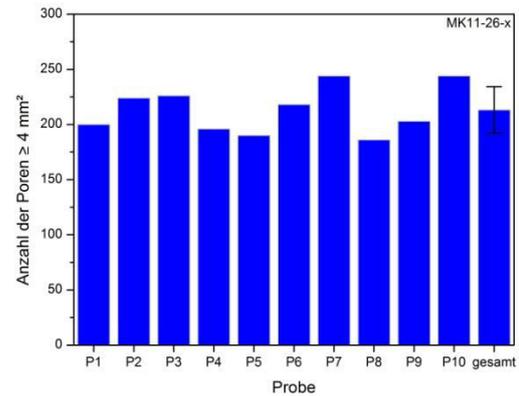
Die Durchführung einer ANOVA zeigt wiederum auf einem Signifikanzniveau von 95% deutliche Unterschiede in den Mittelwerten der Verteilungen.

#### 4.4.1.11 Anzahl großer Poren

Neben den Kennzahlen, die direkt aus den Parameterverteilungen abgeleitet werden können, gibt es noch solche, die erst aus den Primärdaten berechnet werden müssen. Dazu gehört die Anzahl der Poren mit einer Fläche  $\geq 4 \text{ mm}^2$ , die als besonders kritisch für die Bruchbildung angesehen werden. In Abb. 102 und Abb. 103 ist die Anzahl der großen Poren in den unveränderten Hart- und Mürbekekse dargestellt.



**Abb. 102:** Anzahl großer Poren unveränderter Hartkekse

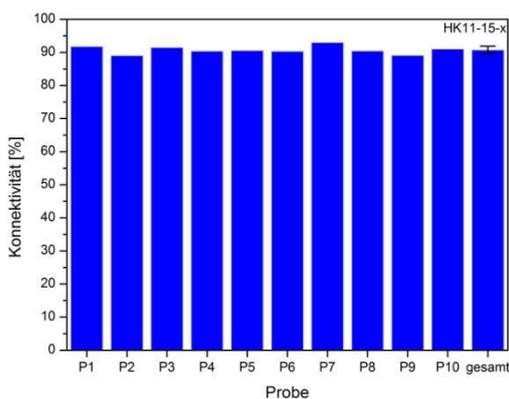


**Abb. 103:** Anzahl großer Poren unveränderter Mürbekekse

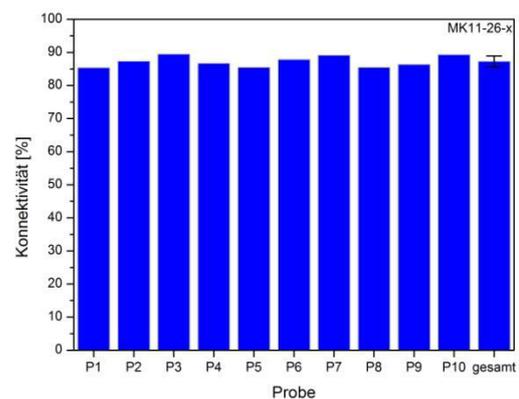
Die Porenanzahl schwankt bei den Hart- und Mürbekekse zwischen ca. 200 - 250 Poren. Im Mittel ergibt sich für die Hartkekse ein Wert von 230,8 Poren und für die Mürbekekse von 213,1 Poren.

#### 4.4.1.12 Konnektivität

Zur Beschreibung des Vernetzungsgrads wird die Konnektivität der Proben ermittelt. Sie wird wie in Kapitel 4.1.4 beschrieben berechnet. Die Konnektivität der Referenzmuster ist in Abb. 104 und Abb. 105 zu sehen:



**Abb. 104:** Konnektivität der unveränderten Hartkekse



**Abb. 105:** Konnektivität der unveränderten Mürbekekse

Der Vernetzungsgrad liegt bei den Hartkekse zwischen 89,07 - 93,02%. Im Mittel ergibt sich ein Wert von 90,72%. Die Mürbekekse besitzen eine Konnektivität zwischen 85,42 - 89,54%. Sie liegen mit einem Mittelwert von 87,29% etwas niedriger als die Hartkekse.

#### 4.4.1.13 Zusammenfassung der Kennzahlen unveränderter Kekse

Zur Bestimmung der Bruchkraft wurden 30 Hart- und Mürbekekse mittels Dreipunktbelastungstests untersucht. Die weiteren Parameter wurden aus der Analyse von jeweils zehn Keksproben im CT bestimmt. In Tab. 3 und Tab. 4 sind die Werte der unveränderten Hart- und Mürbekekse zusammengefasst. Dabei ist zu beachten, dass die Messwerte aller zehn Proben zu einer Gesamtverteilung zusammengefasst sind.

Tab. 3: Kennzahlen unveränderter Hartkekse

Hartkekse	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	4,65	8,61	6,29	6,41	0,93	5,81	6,64
Fläche	$6,25 \cdot 10^{-4}$	18,75	$6,59 \cdot 10^{-2}$	$2,5 \cdot 10^{-3}$	0,49	$6,25 \cdot 10^{-4}$	$6,25 \cdot 10^{-3}$
Länge	0	7875	170,72	50	567,65	0	100
Durchmesser	28,21	4.886,03	117,25	56,42	264,76	28,21	89,21
Exzentrizität	1	2.841,78	5,42	2,25	19,81	1	4,25
Kompaktheit	0,77	86,62	4,70	2,6	6,33	1,7	4,82
Raumausrichtung	-90	90	17,49	17,3	63,74	-45	85,27
Wandungsdicke	25	1200	128,79	116,67	58,63	90	150
Porosität	52,57	97,3	62,83	62,62	3,49	60,58	64,78
Kanallänge	40,35	100	86,52	91,93	12,91	79,34	96,53
Poren $\geq 4 \text{ mm}^2$	205	251	230,8	237	18,69	212,5	246,25
Konnektivität	89,07	93,02	90,72	90,5	1,19	90,35	91,35

Einheiten: Bruchkraft [N], Fläche [mm<sup>2</sup>], Länge [ $\mu\text{m}$ ], Durchmesser [ $\mu\text{m}$ ], Raumausrichtung [°], Wandungsdicke [ $\mu\text{m}$ ], Porosität [%], Kanallänge [%] und Konnektivität [%]

Tab. 4: Kennzahlen unveränderter Mürbekekse

Mürbekekse	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	2,44	7,75	5,3	5,48	1,47	4,11	6,47
Fläche	$6,25 \cdot 10^{-4}$	13,61	$5,86 \cdot 10^{-2}$	$2,5 \cdot 10^{-3}$	0,44	$6,25 \cdot 10^{-4}$	$6,88 \cdot 10^{-3}$
Länge	0	7850	155,94	50	502,20	0	100
Durchmesser	28,21	4.162,6	114,35	56,42	248,11	28,21	93,56
Exzentrizität	1	3.645,69	5,10	2,24	18,3	1	4,12
Kompaktheit	0,77	83,11	4,33	2,44	5,77	1,62	4,34
Raumausrichtung	-90	90	17,39	10,9	59,98	-44,56	79,61
Wandungsdicke	25	1225	149,58	137,5	71,00	100	180,56
Porosität	44,58	77,86	59,65	59,56	4,44	56,65	62,50
Kanallänge	38,38	100	89,87	95,42	11,81	85,94	98,03
Poren $\geq 4 \text{ mm}^2$	186	244	213,1	210,5	21,22	197	225,5
Konnektivität	85,42	89,54	87,29	87,06	1,64	85,73	88,84

Einheiten: Bruchkraft [N], Fläche [mm<sup>2</sup>], Länge [ $\mu\text{m}$ ], Durchmesser [ $\mu\text{m}$ ], Raumausrichtung [°], Wandungsdicke [ $\mu\text{m}$ ], Porosität [%], Kanallänge [%] und Konnektivität [%]

Hart- und Mürbekekse stellen ein natürliches Produkt dar. Demzufolge treten innerhalb der meisten Parameter große Schwankungen auf. Diese Erkenntnis ist besonders wichtig bei der Einordnung von Effekten, die durch die Änderung von Prozessgrößen auftreten. Hierbei muss entschieden werden können, ob eine Prozessänderung die Struktur der Kekse einer Produktcharge signifikant beeinflusst hat oder ob es sich lediglich um eine natürliche Schwankung handelt, die unabhängig von der Variation der entsprechenden Prozessgröße auftritt.

#### 4.4.2 Rohstoffe

Für die Keksheproduktion werden verschiedene Grundstoffe (Prozessschritt 1 zu sehen in Abb. 106) benötigt. Die Hauptzutaten für die Teigherstellung sind Mehl, Zucker, Fett und Wasser. Der Zustand, in dem die Rohstoffe von Zulieferern am Werk angeliefert werden, kann bereits einen Einfluss auf die Produktstabilität haben. Dazu gehören die elektrostatische Aufladung vom Mehl, der Mahlgrad des Zuckers und die Viskosität vom Fett. Die einzelnen Inhaltsstoffe werden eingehend in Kapitel 4.5.1 behandelt.

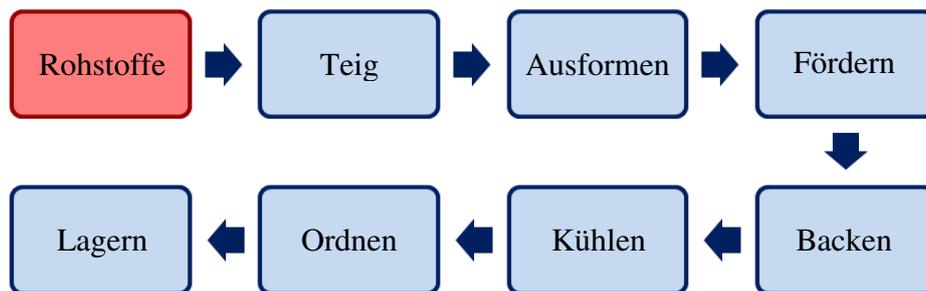


Abb. 106: Prozessschritt 1 (Rohstoffe)

#### 4.4.3 Teig

Den zweiten Schritt in der Produktionskette stellt die Teigherstellung dar (Abb. 107). Alle Grundstoffe werden in eine Knetmaschine gegeben, die für ca. 1 t Teig ausgelegt ist. Dazu kommen noch einige Nebenbestandteile wie Backtriebmittel, Proteine und Enzyme. Hier bestehen einige Variationsmöglichkeiten hinsichtlich der Menge der zugefügten Teigkomponenten.

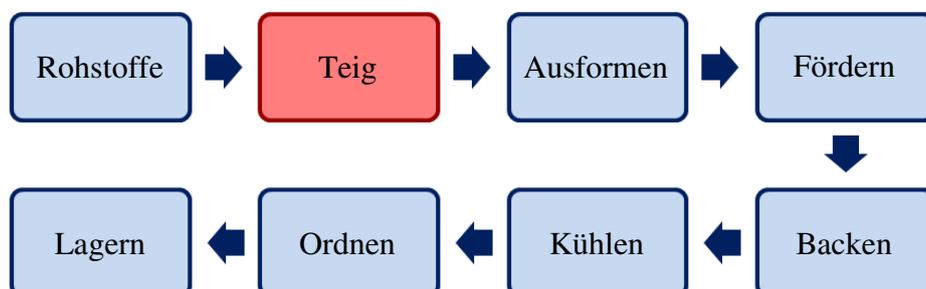


Abb. 107: Prozessschritt 2 (Teig)

Tab. 5 enthält eine Übersicht der Änderungen der Teigzusammensetzung, die in den unterschiedlichen Backversuchen vorgenommen wurden.

Tab. 5: Veränderung der Teigzusammensetzung

Probenbezeichnung	Veränderung der Teigzusammensetzung
MK11-01-x	Zugabe von 150 g Enzym (K19)
MK11-02-x	Zugabe von 100 g Enzym (K19)
MK11-11-x	Zugabe von 10% Puderzucker
MK11-12-x	Zugabe von Mehl und Butter, Reduktion von Zucker und Sirup
MK11-13-x	Zugabe von Kleberprotein
MK11-14-x	Zugabe von Kleberprotein und Enzym (K19)

Zunächst wird die Bruchkraftverteilung der Produktchargen betrachtet, da diese direkt auf die Qualität des Produkts schließen lässt. Die Bruchkräfte sind in Abb. 108 und Abb. 109 zusammengestellt:

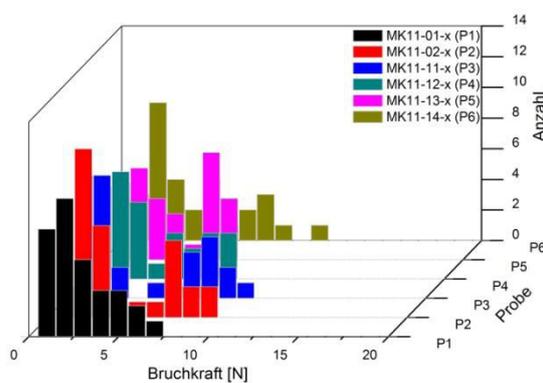


Abb. 108: Bruchkraftverteilungen bei veränderter Teigzusammensetzung

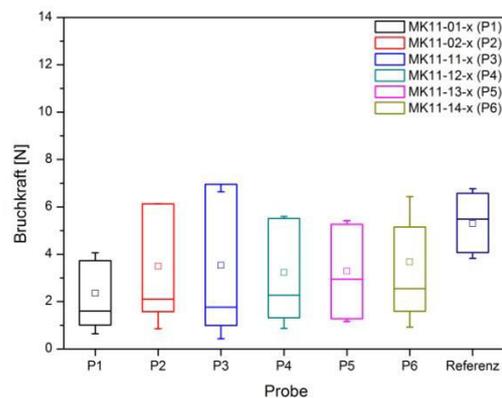
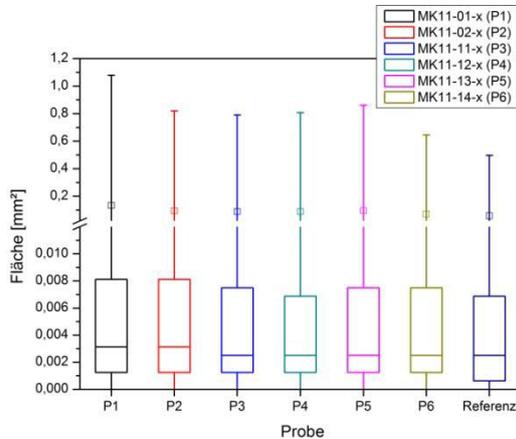


Abb. 109: Bruchkraftverteilungen bei veränderter Teigzusammensetzung

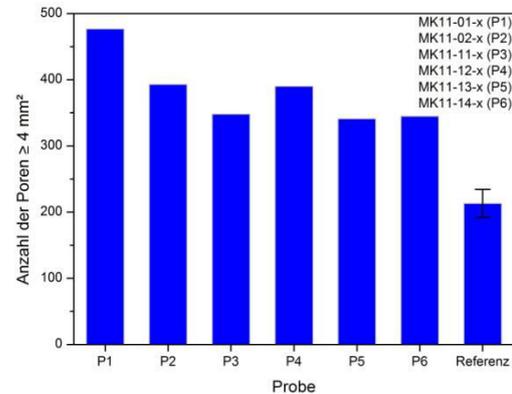
Wie aus Abb. 108 zu erkennen ist, liegt der Großteil aller gemessenen Proben im Bereich unter 4 N Bruchkraft, die die Grenze zum brüchigen Produkt markiert. Die Mittelwerte der Bruchkräfte liegen alle deutlich unter dem der Referenzproben (5,3 N Bruchkraft). Das ist in Abb. 109 zu sehen. Ein auf dem Signifikanzniveau von 95% durchgeführter T-Test zeigt einen Unterschied zwischen den Mittelwerten der Verteilungen von Referenz und veränderten Proben.

Daraus folgend haben alle durchgeführten Veränderungen an der Teigzusammensetzung die Produktqualität verringert. Es gilt nun herauszuarbeiten, welche Unterschiede in den Strukturparametern zwischen dem Referenzmaterial und den veränderten Keksen vorliegen. Auf dieser Basis kann ermittelt werden, welche strukturellen Eigenschaften einem stabilen Produkt zuträglich sind.

Die Größe der Poren im Keksmaterial kann einen ersten Hinweis auf die Stabilität geben. Es wird angenommen, dass viele große Poren die Ausbildung von Haarrissen fördern. In Abb. 110 ist die Verteilung der Porenflächen dargestellt. Die Anzahl von Poren mit einer Größe von  $\geq 4 \text{ mm}^2$  kann Abb. 111 entnommen werden:



**Abb. 110:** Flächenverteilungen bei veränderter Teigzusammensetzung

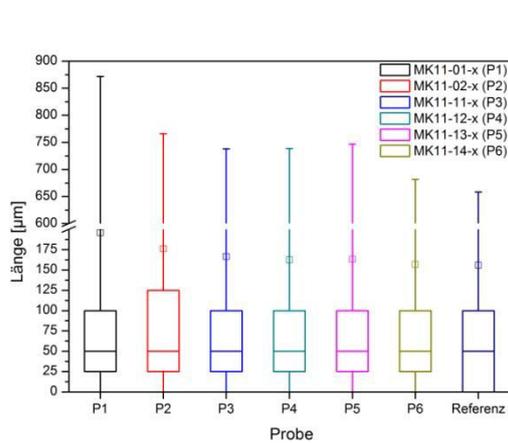


**Abb. 111:** Anzahl großer Poren bei veränderter Teigzusammensetzung

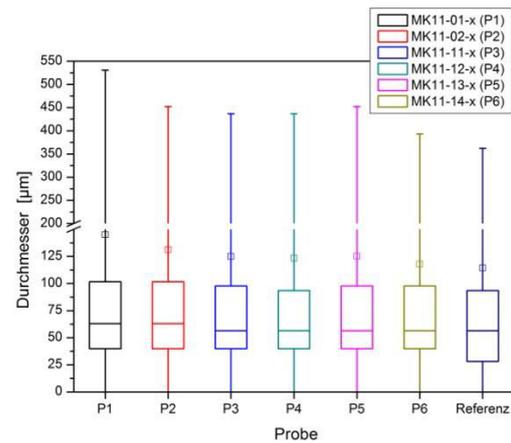
Die Standardabweichungen der Verteilungen sind bei allen veränderten Keksen deutlich höher als die des Referenzmaterials. Die Verteilungen sind demnach insgesamt breiter. Weiterhin weisen sie direkt auf das Auftreten einer größeren Anzahl von Poren einer Fläche von über  $4 \text{ mm}^2$  hin. Bei den Proben erhöhter Enzymmenge ist eine Verschiebung des Medians hin zu größeren Porenflächen gegenüber dem Referenzmaterial zu erkennen. Auch hier ist ein signifikanter Unterschied der Mittelwerte durch einen T-Test nachweisbar. Eine größere Enzymmenge fördert demnach die Ausbildung großer Poren im Teig.

Wie erwartet zeigt sich (Abb. 111) ein stark erhöhtes Auftreten großer Poren. Dies tritt mit 477 und 393 Poren bei den Proben erhöhter Enzymkonzentration sowie mit 390 Poren bei der Probe reduzierter Zucker- und Sirupmenge und dafür erhöhter Mehl- und Buttermenge besonders stark auf. Auch die übrigen Versuche zeigen deutlich mehr Poren im betrachteten Bereich. Damit bestätigt sich die Annahme, dass sehr große Poren besonders kritisch für das Bruchverhalten der Kekse sind.

Mit dem vermehrten Auftreten dieser Poren gehen auch Veränderungen anderer Strukturparameter einher. So ist davon auszugehen, dass sich die Länge und der Durchmesser der Poren ebenfalls erhöhen. Die Daten sind in Abb. 112 und Abb. 113 zusammengefasst.



**Abb. 112:** Längenverteilung bei veränderter Teigzusammensetzung



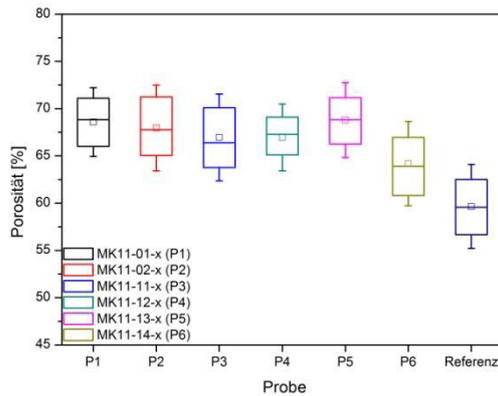
**Abb. 113:** Durchmesserverteilung bei veränderter Teigzusammensetzung

Bei den Längenverteilungen ist direkt zu erkennen, dass die Verteilungen hin zu größeren Längen verschoben sind. Das 25%-Quantil liegt jetzt bei 25  $\mu\text{m}$ . Desweiteren sind die Verteilungen breiter, was wiederum an der Standardabweichung zu sehen ist, die bis in einen Bereich über 700  $\mu\text{m}$  reicht. Das stimmt mit dem verstärkten Auftreten sehr großer Poren überein und kann mittels T-Test gezeigt werden.

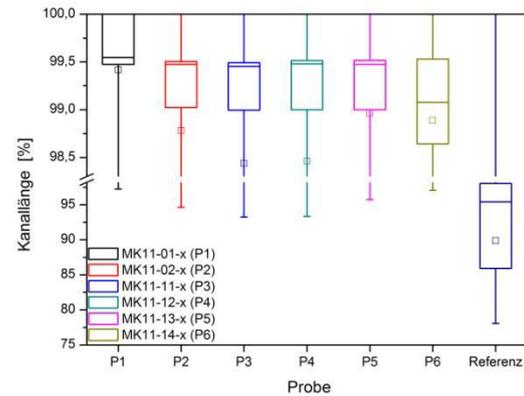
Die Porendurchmesser verhalten sich ähnlich. Auch hier ist an den 25%- und 75%-Quantilen der Proben zu sehen, dass sich wiederum die mittleren 50% der Daten zu höheren Werten hin verschieben. Die Verteilungen erstrecken sich bis zu Durchmessern größer als das Maximum der Referenzdaten. Hier wird ebenfalls die aufgestellte These gestützt und durch einen T-Test mit einer Irrtumswahrscheinlichkeit von 5% verifiziert.

Die Erhöhung der Enzymmenge im Teig fördert das Auftreten längerer Poren. Das wirkt sich negativ auf die Produktstabilität aus. Dieser Effekt wird ebenfalls durch die Zugabe von Puderzucker und die Erhöhung des Mehl- und Fettanteils im Teig hervorgerufen. Auch die Zugabe von Kleberprotein ist der Stabilität des Produkts nicht zuträglich. Allein der Teig mit einer Kombination aus Kleberprotein und Enzym (P6) weist vergleichbare mittlere Porenlängen und mittlere Durchmesser wie die stabile Referenz auf.

Zwei weitere Effekte, die mit einer Vielzahl großer Poren in den Keksen einhergehen können, sind ein Anstieg der Porosität und eine gleichzeitige Vergrößerung von Kanälen durch das Keksmaterial. In Abb. 114 und Abb. 115 sind die Boxdiagramme der Verteilungen von Porosität und Kanallänge dargestellt.



**Abb. 114:** Verteilung der Porosität bei veränderter Teigzusammensetzung



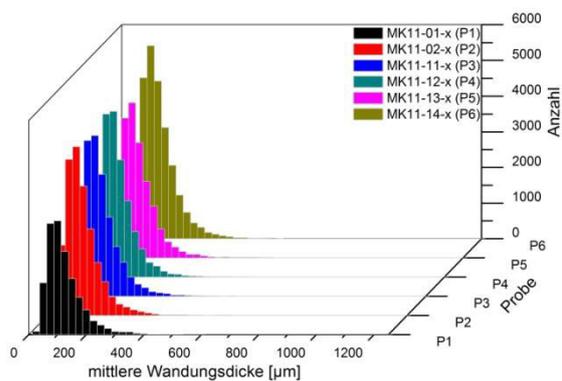
**Abb. 115:** Kanallängenverteilung bei veränderter Teigzusammensetzung

Gegenüber der Porosität des Referenzmaterials, welche 59,65% beträgt, liegen die Porositäten der veränderten Proben um bis zu 9% höher. Hier ist also ein deutlicher Anstieg zu verzeichnen, der sich negativ auf die Keksstabilität auswirkt. Im Versuch mit Zugabe von Kleberprotein und Enzym (P6) sind Porosität und Kanallängen nicht ganz so groß wie bei den anderen Veränderungen am Teig. Die erhaltenen Kekse weisen mit 3,68 N die höchste Bruchkraft der veränderten Rezepturen auf und liegen damit in einem Bereich zwischen stabil und brüchig.

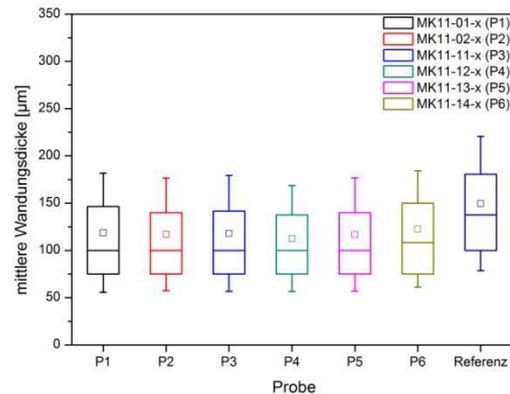
Die Kanallängen in den restlichen Backversuchen sind sehr eng verteilt. Die mittleren 50% der Werte liegen zwischen 99 und 100%. Es verlaufen also fast überall Kanäle durch die gesamte Höhe des Kekses. Die Verteilung der Referenzen ist deutlich breiter. Dort treten in hohem Maße kürzere Kanäle auf. Die Kekse sind stabiler. Die Folgerungen, die aus der Anwesenheit vieler großer Poren gezogen wurden, bestätigen sich auch hier.

Die ermittelte hohe Porosität und die langen Kanäle in den Keksen veränderter Teigzusammensetzung lassen wiederum eine Prognose für die Wandungsdicken zwischen den Poren zu. Es wird vermutet, dass vermehrt dünne und damit sehr instabile Wandungen zwischen ihnen auftreten. Die Verteilungen sind in Abb. 116 und Abb. 117 zu sehen.

Die geringen mittleren Wandungsdicken bestätigen die Annahme. Sie weisen Mittelwerte von ca. 118  $\mu\text{m}$  auf. Der Referenzwert für den Mittelwert beträgt hingegen 149,58  $\mu\text{m}$ . Die Wandungsdickenverteilungen sind etwas schmaler als die der Referenzen. Es treten also kaum Wandungen größerer Dicke auf. Sie weichen signifikant von der Referenz ab.

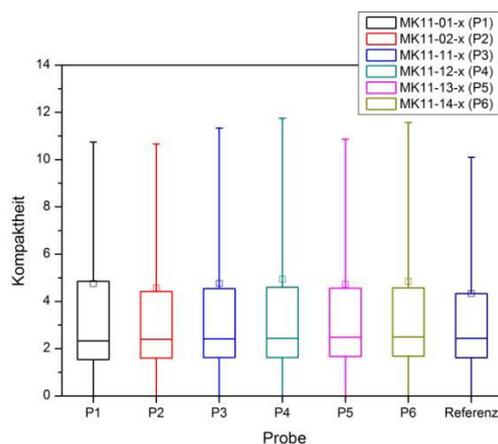


**Abb. 116:** Verteilung der mittleren Wandungsdicke bei veränderter Teigzusammensetzung

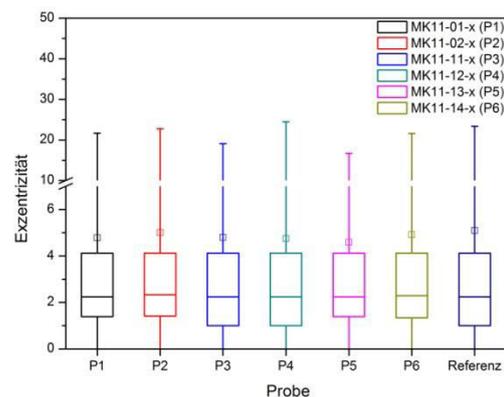


**Abb. 117:** Verteilung der mittleren Wandungsdicke bei veränderter Teigzusammensetzung

Im Folgenden werden die Auswirkungen der Teigvariationen auf die Rundheitsmaße der Poren untersucht. Dazu werden die Kompaktheit und die Exzentrizität (Abb. 118 und Abb. 119) herangezogen:



**Abb. 118:** Verteilung der Kompaktheit bei veränderter Teigzusammensetzung

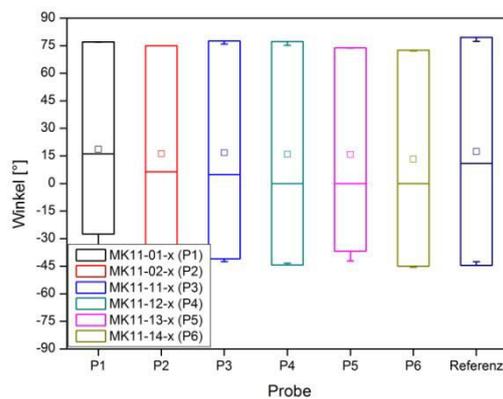


**Abb. 119:** Verteilung der Exzentrizität bei veränderter Teigzusammensetzung

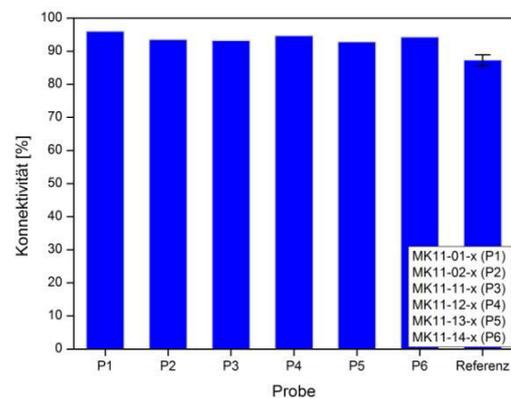
Die Kompaktheit beschreibt wie länglich eine Pore ist (vgl. 4.1.4). Wie auch bei den Referenzproben liegt der Großteil der Poren zwischen ca. 1,6 und 4,4. Der Median der Werte ist mit ca. 2,4 nahezu gleich dem Wert der Referenz. Ein durchgeführter T-Test zeigt jedoch, dass die Mittelwerte der Verteilungen signifikant unterschiedlich sind. Dieses Ergebnis ist auf das vermehrte Auftreten großer Poren zurückzuführen. Diese beeinflussen den Großteil der Daten kaum, haben jedoch einen starken Einfluss auf den Mittelwert. Gerade diese Poren scheinen länglicher zu sein.

Ähnlich verhält sich die Exzentrizität die mit einem Median von ca. 2,2 wiederum mit dem Wert des Referenzmaterials übereinstimmt. Die Verteilung der mittleren 50% der Werte ist

bei den Proben erhöhter Enzym- bzw. Kleberproteinmenge (P1-P2 und P5-P6) etwas enger, da das 25%-Quantil bei ca. 1,4 liegt. Die anderen Teige decken sich genau mit der Referenz. Da die Poren eine längliche Form aufweisen, wie aus den Daten der Kompaktheit (Abb. 118) zu sehen ist, kann untersucht werden, wie sie im Keksmaterial ausgerichtet sind. Möglicherweise ist die Ausrichtung der Poren im Raum oder eine gleichmäßige Ausrichtung für die Stabilität des Produkts relevant. Die Winkel in denen die Poren im Keks ausgerichtet sind, sind in Abb. 120 dargestellt:



**Abb. 120:** Verteilung der Raumausrichtung der Poren bei veränderter Teigzusammensetzung



**Abb. 121:** Konnektivität bei veränderter Teigzusammensetzung

Die vorkommenden Winkel in denen Poren im Material ausgerichtet sind, sind über einen breiten Bereich von ca.  $-45 - 75^\circ$  verteilt. Dieser Sachverhalt tritt sowohl bei den veränderten Teigen als auch beim Referenzmaterial auf. Die Verteilung der Probe mit der höchsten Enzymkonzentration (P1) weist eine engere Verteilung als die Referenzen auf, jedoch reicht auch hier die Standardabweichung bis ca.  $-45^\circ$ . Dadurch liegt der Mittelwert mit  $18,68^\circ$  von allen Proben am höchsten. Das heißt, dass die Poren am weitesten von der Vertikalen mit ihren Hauptachsen abweichen. Da die Probe P1 auch die geringste Bruchkraft (2,35 N) aufweist, kann das ein Hinweis darauf sein, dass Poren mit einer möglichst vertikalen Ausrichtung im Material zur Stabilität der Kekse beitragen.

Die Veränderungen an der Teigzusammensetzung führen zu einem instabilen Produkt hoher Porosität, langer Kanäle und dünner Wandungen. Es ist deshalb anzunehmen, dass der Großteil aller Poren zu einem gemeinsamen Netzwerk über diese Kanäle verbunden ist. Diesen Sachverhalt beschreibt die Konnektivität (vgl. 4.1.4). In der vorliegenden Untersuchungsreihe sollte sie demnach durchgängig hoch sein. Abb. 121 zeigt die Konnektivität bei veränderten Teigen.

Folgend aus den vielen großen Poren und den langen Kanälen sind in allen Proben die Poren zu über 90% miteinander verbunden. Die Konnektivität liegt zwischen 6 - 9% höher als im Referenzmaterial. Die Annahme einer hohen Konnektivität in den Keksen wird bestätigt.

### Fazit

Die vorliegende Versuchsreihe zeichnet das nachfolgende Bild eines stabilen Kekses. Die Bruchkraft und damit die Stabilität des Kekses sind dann hoch, wenn wenige Poren mit einer Größe von  $\geq 4 \text{ mm}^2$  vorliegen. Ist das der Fall sind auch die Längen und Porendurchmesser klein. Weiterhin sollte die Porosität nicht zu hoch sein. Daraus folgt wiederum, dass die Wandungen eine gewisse Dicke aufweisen können, ohne die das Material instabil wäre. Aus der niedrigen Porosität folgt ebenfalls, dass im Keks keine sehr langen Kanäle vorliegen und auch die Konnektivität der Poren nicht sehr groß ist. Die Ausrichtung der Poren im Material sollte möglichst vertikal sein.

Der Einfluss der Porenform konnte bisher noch nicht ermittelt werden, da die vorgenommenen Änderungen am Teig, keinen Einfluss auf die Rundheit der Poren hatten.

Die Zugabe einer Mischung aus Kleberprotein und Enzym zum Teig scheint die Struktur der Backwaren, im Gegensatz zu den restlichen Änderungen am Teig, nicht zu beeinträchtigen.

### 4.4.4 Fördern

Während des größten Teils der Prozesskette werden die Teiglinge und später die Kekse auf Förderbändern transportiert (Abb. 122). Dabei laufen sie in 16 Reihen, die zu jeweils acht Reihen in die Seiten E und F des Förderbands zusammengefasst sind.

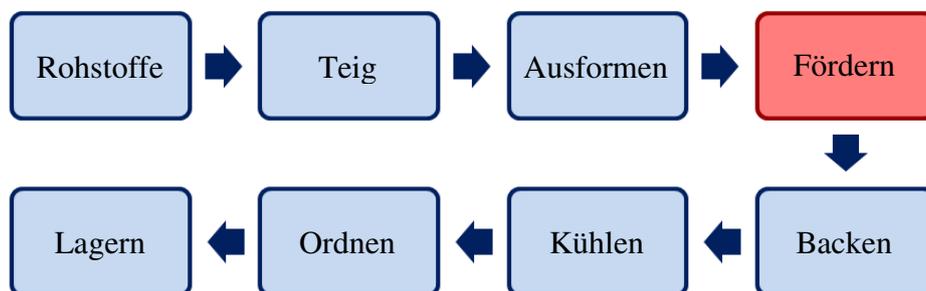


Abb. 122: Prozessschritt 4 (Fördern)

Besonders beim Backen kann eine inhomogene Hitzeverteilung im Ofen zu einer unterschiedlichen Produktqualität in Abhängigkeit von der Lage der Teiglinge auf dem Förderband führen.

Um prüfen zu können, ob Unterschiede zwischen den Keksen beider Förderbandseiten bestehen, werden Proben für die Bruchkraft- und CT-Analysen dem Herstellungsprozess von entsprechenden Positionen entnommen. Weiterhin wird untersucht, ob eine von der Fa. Bahlsen durchgeführte Prozessoptimierung Unterschiede zwischen den Seiten des Transportbands ausgleicht. Tab. 6 enthält die Probenspezifikationen:

Tab. 6: Probenspezifikation Förderbandseite

Probenbezeichnung	Phänotyp	Bandseite	Prozess
MK11-21-s E	stabil	E	normal
MK11-21-s F	stabil	F	normal
MK11-25-s E	stabil	E	optimiert
MK11-25-s F	stabil	F	optimiert

Die Abb. 123 und Abb. 124 zeigen die Verteilungen von Bruchkraft und Porenfläche getrennt nach der Seite des Transportbands:

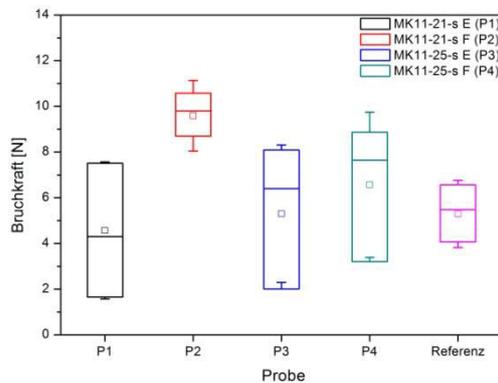


Abb. 123: Bruchkraftverteilung in Abhängigkeit von der Förderbandseite

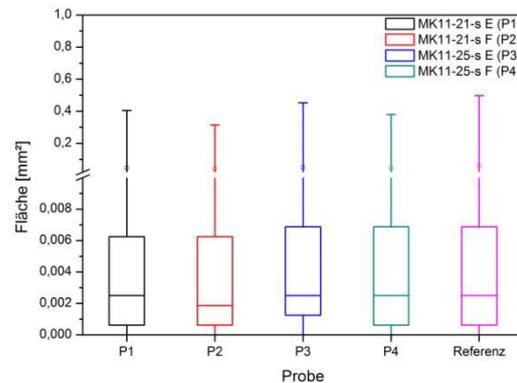


Abb. 124: Flächenverteilung in Abhängigkeit von der Förderbandseite

Die Bruchkräfte der Proben P1 und P2 unterscheiden sich signifikant in ihren Mittelwerten (Signifikanzniveau 95%). Hier besteht ein deutlicher Unterschied zwischen den Förderbandseiten. Nach der Optimierung des Prozesses (P3 und P4) weisen die Bruchkräfte keine signifikante Abweichung mehr auf und liegen gleichauf mit der Referenz. Die Änderung am Prozess konnte die Unterschiede zwischen den Transportbandseiten ausgleichen.

Im Folgenden wird untersucht, ob sich diese Effekte auch in den Struktureigenschaften der Kekse widerspiegeln. Wiederum sind die Abweichungen zwischen den Bandseiten der Charge vor Prozessoptimierung größer als nach den Änderungen am Fertigungsprozess. Auch die

Porenflächen sind homogener zwischen den Seiten des Transportbands verteilt. Das ist besonders deutlich am Median der Werte zu erkennen.

In Abb. 125 und Abb. 126 sind die Auswirkungen der veränderten Prozessführung auf die Porenlängen und Durchmesser zu sehen:

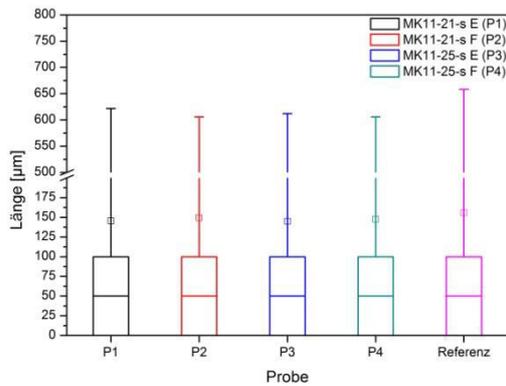


Abb. 125: Längenverteilung in Abhängigkeit von der Förderbandseite

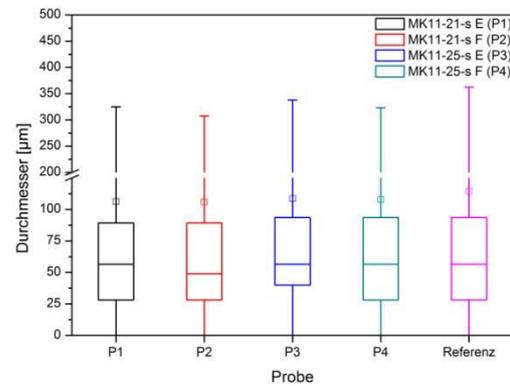


Abb. 126: Durchmesserverteilung in Abhängigkeit von der Förderbandseite

Zwischen den Bandseiten ist sowohl vor als auch nach der Optimierung keine signifikante Abweichung zwischen den mittleren Längen festzustellen. Hier hatten die Veränderungen am Prozess keinen Einfluss. Auch bei den Verteilungen des Durchmesser sind die Mittelwerte als gleich aufzufassen. Der Median der Verteilungen der Proben P3 und P4 ist jedoch gleich im Gegensatz zu den Proben P1 und P2. Durch die Änderungen am Prozess konnte demnach auch hier eine höhere Homogenität, hinsichtlich eines ortsunabhängig gleichen Produkts, erreicht werden.

Die nächsten Eigenschaften, die auf ihre Abhängigkeit von der Förderbandseite hin untersucht werden, sind die Kanallänge und die Kompaktheit (Abb. 127 und Abb. 128):

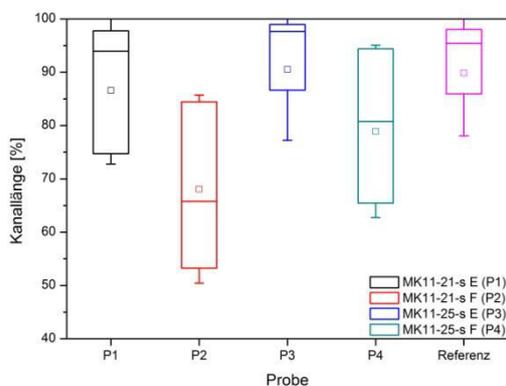


Abb. 127: Kanallängenverteilung in Abhängigkeit von der Förderbandseite

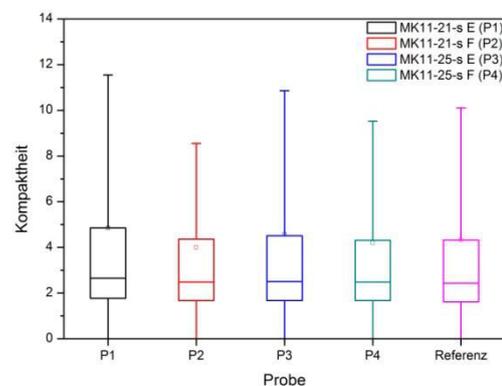
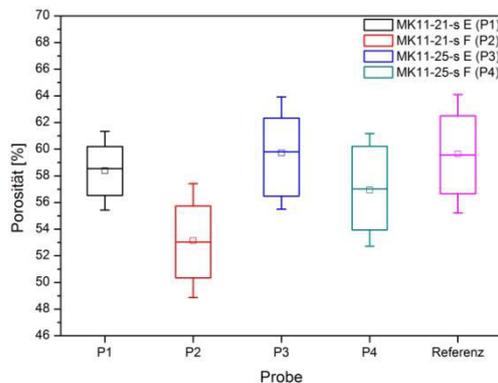


Abb. 128: Verteilung der Kompaktheit in Abhängigkeit von der Förderbandseite

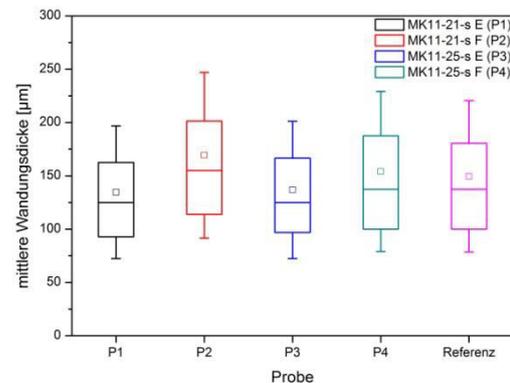
Wie deutlich zu erkennen ist, weichen die Bandseiten sowohl vor, als auch nach dem Optimierungsprozess signifikant voneinander ab. Die Mittelwerte der Kanallängen liegen jedoch nach dem Verfahren näher zusammen als davor, sodass auch hier von einer Verbesserung in Bezug auf die Homogenität gesprochen werden kann.

Entsprechend verhält sich auch die Kompaktheit. Es sind Abweichungen zwischen den Seiten des Transportbands feststellbar, jedoch ist die Diskrepanz nach der Optimierung des Fertigungsprozesses geringer. Auch hier wird der Prozess homogener.

Als wichtige Strukturparameter sind Porosität und mittlere Wandungsdicke der Kekse immer von besonderem Interesse, da sie einen großen Einfluss auf die Produktstabilität ausüben. Die Verteilungen sind in Abb. 129 und Abb. 130 dargestellt:



**Abb. 129:** Verteilung der Porosität in Abhängigkeit von der Förderbandseite



**Abb. 130:** Verteilung der Wandungsdicke in Abhängigkeit von der Förderbandseite

Auch bei der Porosität nimmt die Abweichung zwischen den Bandseiten durch die Änderungen am Prozess ab. Der Unterschied in den Mittelwerten ist immer noch signifikant (Irrtumswahrscheinlichkeit 5%), jedoch ist die Abweichung deutlich geringer.

Die Verteilungen der mittleren Wandungsdicke liegen alle im selben Bereich sind jedoch in den Mittelwerten signifikant unterschiedlich. Es ist wiederum eine leichte Annäherung der Verteilungen nach der Optimierung zu erkennen. Weiterhin liegen sie gleichauf mit der Referenz.

### Fazit

Die vorliegende Versuchsreihe zeigt, dass deutliche Unterschiede im Produkt aufgrund der Positionierung auf dem Transportband entstehen können, wenn der Prozess nicht auf der gesamten Bandbreite homogen verläuft. Ist das der Fall kann es vorkommen, dass durchgehend Backwaren minderer Qualität auf einer der Förderbandseiten produziert werden. Das bedeutet wiederum einen, nicht tragbaren, wirtschaftlichen Verlust, der eine Prozess-

optimierung, hinsichtlich einer homogeneren und ortsunabhängigen Prozessführung notwendig macht.

Durch die durchgeführten Änderungen am Prozess konnte das Produkt deutlich homogener und ortsunabhängig mit gleichbleibend hoher Qualität erzeugt werden. Die Optimierungsmaßnahmen haben sich direkt in den Produktkennzahlen und damit in der Kekstruktur widergespiegelt.

### 4.4.5 Backen

Als nächster Prozessschritt folgt das Backen selbst. Die Teiglinge werden vom Förderband durch den Tunnelofen geführt und dort nach einem vordefinierten Backprogramm gebacken. Dabei sind die Backdauer und damit der Temperaturgradient, der im Ofen gefahren wird von entscheidender Bedeutung für das entstehende Produkt.

Der Temperaturgradient bestimmt wie schnell sich das vom Backtriebmittel erzeugte Kohlenstoffdioxid in den Teiglingen ausdehnt. Weiterhin ist auch die Diffusion von Wasser aus dem Keksinneren an die Oberfläche von der Art des Temperaturprogramms abhängig. Das Backen, zu sehen in Abb. 131, wirkt sich demnach direkt auf die innere Struktur der Kekse aus.

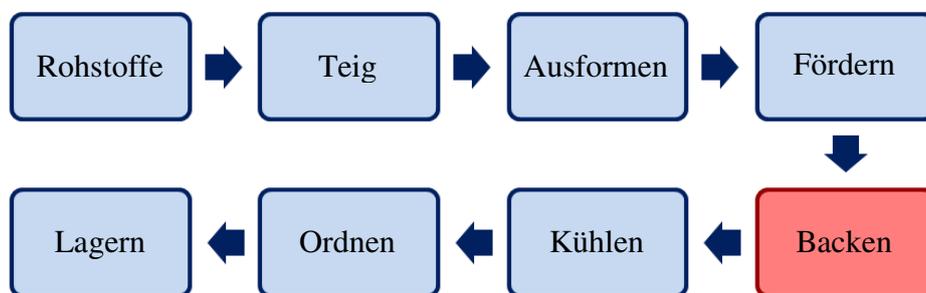


Abb. 131: Prozessschritt 5 (Backen)

Im Folgenden wird untersucht, wie sich die Änderung der Backdauer auf die Struktureigenschaften der Kekse auswirkt. Dazu werden Kekse mit drei unterschiedlichen Geschwindigkeitsstufen gebacken und untersucht. Tab. 7 zeigt die Proben mit den zugehörigen Backdauern.

Tab. 7: Veränderung der Backdauer

Probenbezeichnung	Backdauer [min]	Feuchte [%]
MK12-05-x	5,2	1,5
MK12-06-x	4,6	1,6
MK12-07-x	4,2	1,7

Zunächst wird die Bruchkraft der Proben ermittelt, da mit ihr die Klassifizierung in gute, mittlere und schlechte Qualität erfolgt. In Abb. 132 ist die Bruchkraftverteilung der Proben unterschiedlicher Backzeit dargestellt:

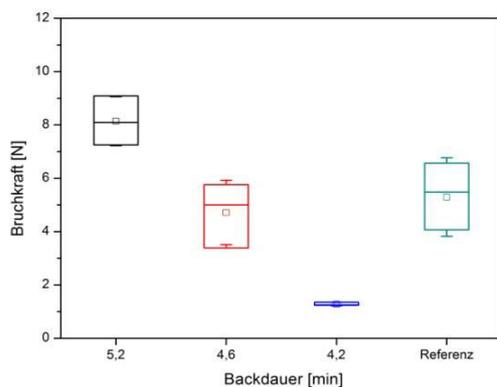


Abb. 132: Bruchkraftverteilung bei veränderter Backdauer

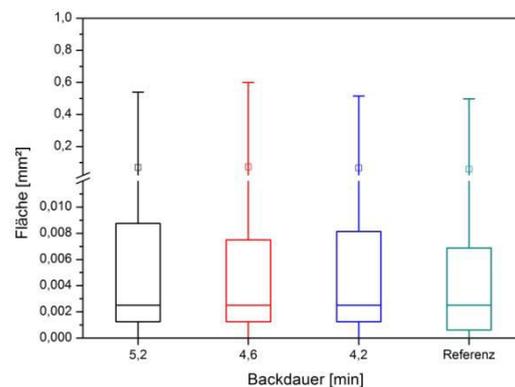


Abb. 133: Flächenverteilung bei veränderter Backdauer

Die mittleren Bruchkräfte der Proben mit 5,2 min und 4,2 min Backzeit weichen signifikant von der Referenz ab. Die Bruchkraft der Proben mit 4,6 min Backdauer besitzt denselben Mittelwert wie die Referenz.

Die Proben längster Backdauer (MK12-05-x) weisen die höchste Stabilität auf. Je geringer die Backdauer wird, desto brüchiger werden die Kekse. Die Steigerung des Leistungseintrags pro Zeit vermindert demnach die Produktqualität. Für die Strukturuntersuchungen wurden je Backdauer drei Proben so ausgewählt, dass einerseits der gesamte verfügbare Bruchkraftbereich abgedeckt wurde und gleichzeitig die drei Chargen repräsentativ für gute, mittlere und qualitativ schlechte Kekse waren. Tab. 8 zeigt den Bereich der Einzelproben pro Backdauer:

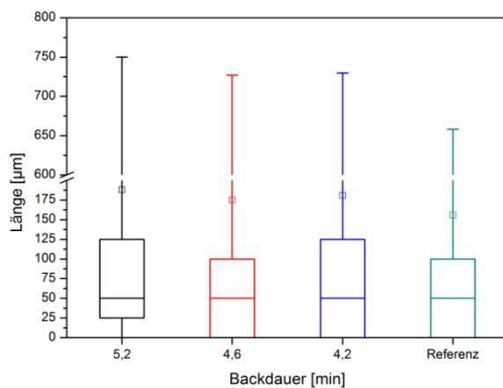
Tab. 8: Bruchkraftbereich je Charge und Backdauer

Probenbezeichnung	Backdauer [min]	Bruchkraftbereich [N]
MK12-05-x	5,2	7,25 - 9,09
MK12-06-x	4,6	3,39 - 5,76
MK12-07-x	4,2	1,24 - 1,35

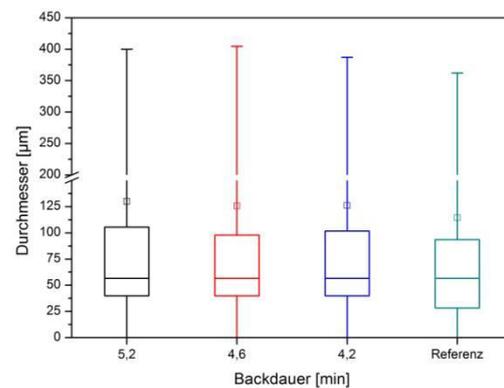
In Abb. 133 sind die Verteilungen der Porenflächen innerhalb der Kekse dargestellt. Es ist ein Unterschied zwischen den Verteilungen veränderter Backdauer und der Referenz zu sehen.

Das 25%-Quantil der Fläche liegt jetzt bei  $1,25 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^2$  und damit erhöht gegenüber demjenigen der Referenz. Die Verteilungen der Chargen mit 5,2 und 4,2 min Backzeit sind im Bereich der mittleren 50% der Flächen breiter verteilt. Dieser Datenbereich liegt bei der Charge mit 4,6 min Backdauer zwar ebenfalls leicht erhöht gegenüber der Referenz, besitzt jedoch dieselbe Verteilungsbreite. Wie anhand der Bruchkraft zu erwarten war, ähneln sich diese Charge und die Referenz am meisten. Die Mittelwerte der Porenflächen sind in allen Versuchen gegenüber der Referenz erhöht. Der Median hingegen bleibt mit  $2,5 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^2$  gleich.

Die von der Porenfläche abhängigen Parameter Länge und Durchmesser können einen weiteren Hinweis auf die Zusammenhänge zwischen Backzeit und Produktstabilität liefern. Die Verteilungen sind in Abb. 134 und Abb. 135 dargestellt:



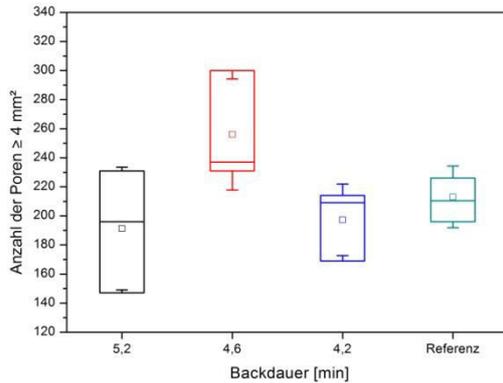
**Abb. 134:** Längenverteilung bei veränderter Backdauer



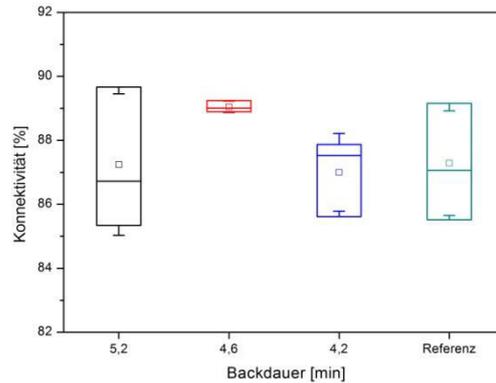
**Abb. 135:** Durchmesserverteilung bei veränderter Backdauer

Anhand der Lage der Quantile ist in den Längenverteilungen wiederum zu sehen, dass sich die Charge MK12-06-x und die Referenz am ähnlichsten sind. Die mittleren Porenlängen der Kekse veränderter Backzeit sind gegenüber der Referenz alle signifikant erhöht. Dieser Effekt ist bei den Durchmesserverteilungen noch deutlicher zu sehen, da auch hier die Verteilung der mittleren 50% der Daten analog zur Flächenverteilung zunimmt. Das 25%-Quantil der Durchmesser liegt bei ca.  $40 \mu\text{m}$  und das 75%-Quantil bei ca.  $100 \mu\text{m}$ . Die Ergebnisse korrelieren mit den bisherigen Annahmen.

Im Folgenden werden die Anzahl der großen Poren und die Konnektivität betrachtet, die jeweils bei stabilen Keksen niedrig ausfallen sollten (Abb. 136 und Abb. 137).



**Abb. 136:** Verteilung der großen Poren bei veränderter Backdauer



**Abb. 137:** Verteilung der Konnektivität bei veränderter Backdauer

Werden die Mittelwerte der Verteilungen großer Poren auf einem Signifikanzniveau von 95% mit einem T-Test verglichen, kann gezeigt werden, dass lediglich die Charge mit 4,6 min Backzeit einen abweichenden Mittelwert zeigt. Dieser ist leicht gegenüber den restlichen Werten erhöht. Analog verhält sich die Konnektivität. Auch hier weist lediglich die Charge MK12-06-x einen erhöhten Wert auf. Da die Konnektivität mit dem Auftreten großer Poren steigt, passt das Ergebnis zur vorhergehenden Auswertung. Da auch die Charge brüchiger Kekse (4,2 min Backzeit) mit den anderen im gleichen Bereich liegt, scheinen große Poren nicht allein für die Stabilität der Kekse verantwortlich zu sein.

Werden die Backversuche untereinander verglichen, kann zunächst der erwartete Anstieg in Porenanzahl und Konnektivität zwischen einer Backzeit von 5,2 min und 4,6 min festgestellt werden, was mit der Theorie einhergeht, dass Kekse niedrigerer Bruchkraft viele große Poren und eine hohe Konnektivität aufweisen. Der Abfall beider Werte hin zur Charge hoher Backgeschwindigkeit, welche brüchige Kekse repräsentiert, läuft den bisherigen Annahmen über stabile Kekse jedoch entgegen. Hier müssen die physikalischen Vorgänge beim Backprozess näher analysiert werden, um diesen Sachverhalt erklären zu können.

Die Teiglinge werden in rohem Zustand in den Tunnelofen befördert. Dort werden sie, abhängig vom Temperaturgradienten, unterschiedlich starker Hitze ausgesetzt. Je kürzer die Backzeit, desto höher der Leistungseintrag und damit der Gradient der Temperatur. Bei einer Backzeit von nur 4,2 min werden die Teiglinge einer sehr hohen Temperatur im Ofen ausgesetzt. Dadurch expandiert das vom Backtriebmittel erzeugte Kohlenstoffdioxid in Bruchteilen einer Sekunde. Es entstehen für kurze Zeit sehr große Poren, bis das Gas die Oberfläche der Teiglinge erreicht und entweichen kann. Der Prozess erfolgt so schnell, dass sich die Wandungen im Inneren der Teiglinge noch nicht verfestigen konnten. Im Moment des Gasentweichens kollabiert deshalb die Netzwerkstruktur unter dem Eigengewicht des

Teigs. Die großen Poren werden zusammengedrückt und der gesamte Teigling verdichtet sich, bevor er anschließend fest wird. Abb. 138 verdeutlicht die ablaufenden Schritte:

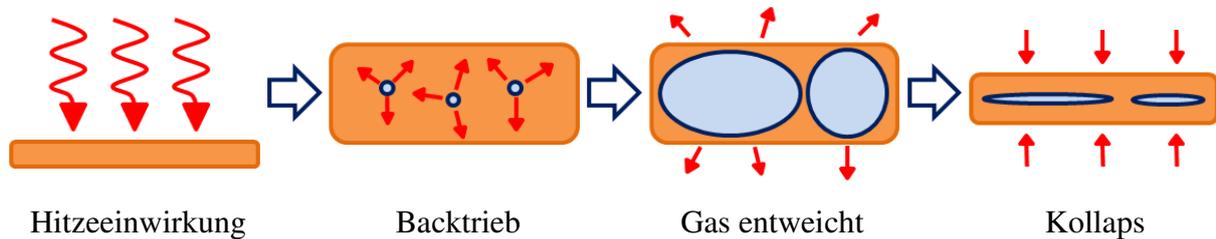


Abb. 138: Auswirkungen schnellen Backtriebs

Damit kann die geringe Anzahl großer Poren und die damit einhergehende niedrige Konnektivität der Kekse hoher Backgeschwindigkeit erklärt werden. Weiterhin sollte entsprechend der beschriebenen Prozesse die Porosität der schnell gebackenen Kekse ebenfalls niedrig ausfallen. Die Verteilungen der Porosität sind in Abb. 139 dargestellt:

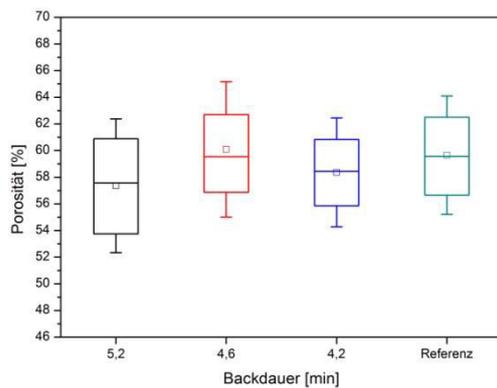


Abb. 139: Verteilung der Porosität bei veränderter Backdauer

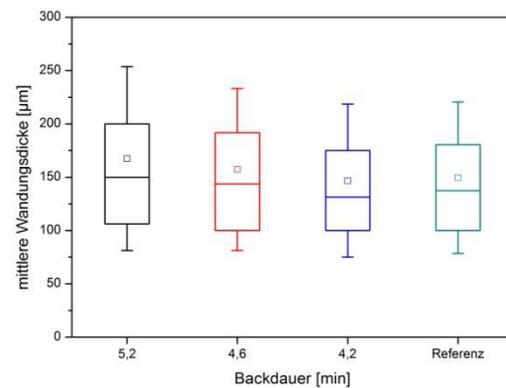
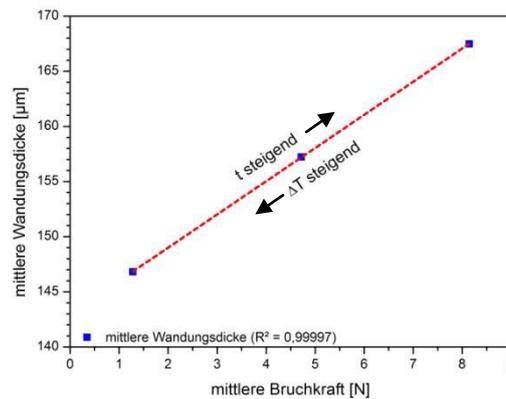


Abb. 140: Verteilung der Wandungsdicke bei veränderter Backdauer

Die Porosität weist bei einem langsam gebackenen Keks den niedrigsten Wert auf. Es entsteht ein stabiles Produkt. Wird die Backzeit auf 4,6 min verkürzt, steigt die Porosität auf 60% an und die erzeugten Kekse sind im Mittel etwas instabiler. Weiterhin sind die Porositäten dieser Charge gleichauf mit der Referenz, welche dieselbe mittlere Bruchkraft besitzt.

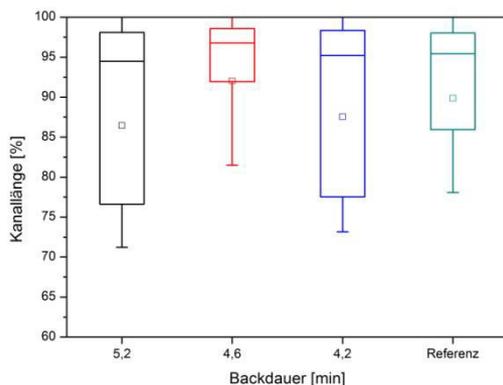
Bei einer weiteren Verkürzung des Backvorgangs auf 4,2 min treten wiederum die Auswirkungen eines zu schnellen Backtriebs zu Tage. Die Porosität ist nicht weiter erhöht sondern liegt jetzt bei ca. 58%. Das stimmt mit der Theorie einer Verdichtung des Teiges beim Kollabieren des Porennetzwerks überein.

Die mittleren Wandungsdicken bei variiertem Backdauer sind in Abb. 140 zu sehen. Hier stimmt der Verlauf der Wandungsdicke genau mit der Annahme überein, dass Kekse stabiler sind, je dicker die Wände in ihnen sind. Bei einer Verkürzung der Backzeit kann eine signifikante Abnahme der mittleren Wandungsdicke des Keksmaterials beobachtet werden. Die instabilen Proben kürzester Backdauer besitzen auch eine geringere Wandungsdicke als das Referenzmaterial. Der Mittelwert der Wandungsdicke hängt linear von der Bruchkraft ab (Abb. 141):

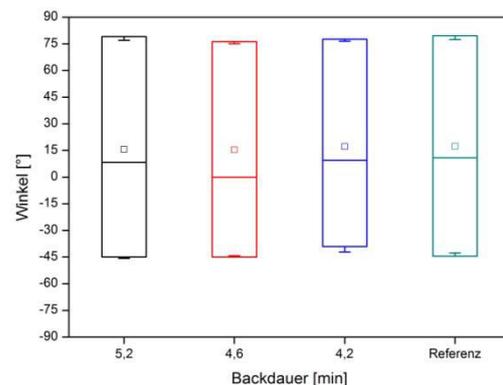


**Abb. 141:** Korrelation von Wandungsdicke und Bruchkraft bei veränderter Backdauer

Die mittlere Wandungsdicke hat somit einen direkten Einfluss auf die Produktstabilität. Als nächste Parameter werden die Kanallänge und die Raumausrichtung der Kekse unterschiedlicher Backdauer betrachtet. Abb. 142 und Abb. 143 enthalten deren Verteilungen:



**Abb. 142:** Kanallängenverteilung bei veränderter Backzeit



**Abb. 143:** Verteilung der Raumausrichtung bei veränderter Backzeit

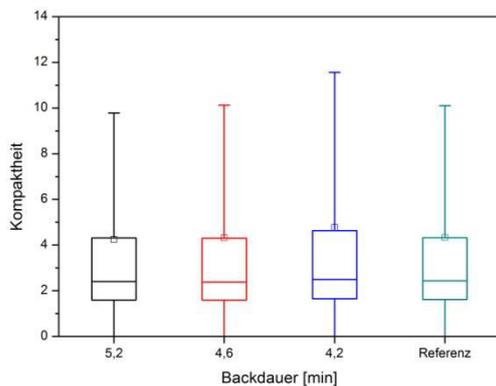
Die Kanallängen vermitteln dasselbe Bild wie die Anzahl der Poren  $\geq 4 \text{ mm}^2$  sowie die Konnektivität. Wiederum zeigen die Proben mit langer und mittlerer Backdauer, dass stabile

Kekse eine möglichst breite Verteilung von Kanallängen aufweisen und insbesondere kurze Kanäle vorliegen. Für eine hohe Bruchkraft ist es wichtig, dass die Kekse nicht in jeder Schicht Kanäle durch das gesamte Material aufweisen.

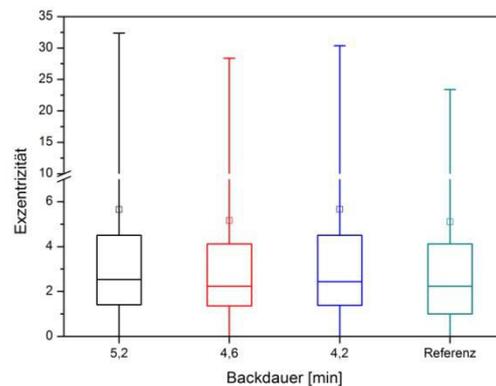
Das Auftreten kurzer Kanäle in der brüchigen Charge MK12-07-x ist auf die Verdichtung des Materials während des schnellen Entweichens des Kohlenstoffdioxids zurückzuführen. Es deckt sich demnach ebenfalls mit den physikalischen Prozessen im Ofen.

Bei den Raumausrichtungen zeigt ein durchgeführter T-Test, dass alle Produktchargen denselben Mittelwert besitzen. Wie bereits vermutet, hat die Ausrichtung der Poren im Material keinen großen Einfluss auf die Stabilität der Kekse.

Im nächsten Schritt wird untersucht, ob die Veränderung der Backdauer einen Einfluss auf die Porenform hat. Dazu werden die Verteilungen der Kompaktheit (Abb. 144) und der Exzentrizität (Abb. 145) herangezogen:



**Abb. 144:** Verteilung der Kompaktheit bei veränderter Backdauer



**Abb. 145:** Verteilung der Exzentrizität bei veränderter Backdauer

Die Mittelwerte der Kompaktheit der stabilen Kekse unterscheiden sich nicht. Allein die Verteilung der schnell gebackenen Charge weist erhöhte Werte auf. An der Standardabweichung ist zu sehen, dass bei einer Backzeit von 4,2 min sehr hohe Kompaktheiten auftreten. Demnach können sehr längliche Poren den Keks destabilisieren. Sie sind gleichzusetzen mit dem Auftreten von langen Kanälen. Die Backzeit hat also einen Einfluss auf die Porenform.

Die Exzentrizität verzeichnet Schwankungen zwischen 1 - 4,5. Dabei sind sich die Verteilungen bei 5,2 min und 4,2 min ähnlich. Die Charge der Backzeit von 4,6 min ist wiederum gleich der Referenz. Damit scheint die Exzentrizität zwar mit der Backdauer zu variieren, jedoch unter Einbeziehung der Bruchkraft keinen signifikanten Einfluss auf die Produktstabilität zu besitzen.

### Fazit

Bei den Versuchen variiert Backdauer konnte gezeigt werden, dass eine Verkürzung der Backzeit zu einem instabilen Keks führt. Dieser Prozess schreitet bei einer Backdauer von 4,2 min soweit voran, dass sich durch den hohen Temperaturgradienten und damit einhergehenden Leistungseintrag in den Teig keine stabile Teigstruktur beim Backen mehr ausbilden kann. Das vom Backtriebmittel freigesetzte Kohlenstoffdioxid entweicht so schnell aus dem Teigling, dass es kurzzeitig den Keks aufbläht und dieser anschließend durch sein eigenes Gewicht kollabiert und so zu einer instabilen Keksstruktur führt.

Auch in dieser Untersuchungsreihe wurde anhand der Kennzahlen die Theorie über einen stabilen Keks bestätigt. Dicke Porenwände, kurze Kanäle und wenig große Poren innerhalb der Struktur sind für die Stabilität besonders wichtig. Es wurde ein direkter linearer Zusammenhang zwischen der Bruchkraft der Kekse und der Dicke der Porenwände gefunden.

Weiterhin konnte gezeigt werden, dass eine hohe Kompaktheit die Keksstruktur destabilisiert. Die Backdauer hatte einen signifikanten Einfluss auf diesen Parameter. Raumausrichtung und Exzentrizität wurden hingegen nicht durch die Backzeit beeinflusst.

### 4.4.6 Kühlen

Nachdem die ausgebackenen Teiglinge aus dem Ofen befördert werden, müssen sie im Gegenstrom gekühlt werden (Abb. 146). Dabei wirkt noch einmal ein erheblicher physikalischer Stress auf die heißen Kekse, da sich die innere Struktur schlagartig verfestigt. Die fertigen Kekse sind danach immer noch recht warm. Der innere Abkühlungsprozess und der Feuchtigkeitsausgleich mit der Umgebung sind hier noch nicht abgeschlossen.

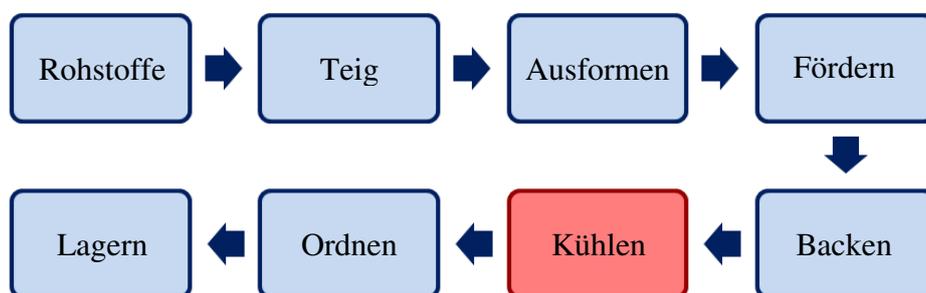


Abb. 146: Prozessschritt 6 (Kühlen)

Da der Abkühlungsprozess augenscheinlich einen großen Einfluss auf die innere Keksstruktur hat, wird in der folgenden Versuchsreihe untersucht, wie sich die Struktureigenschaften im Verlauf der Zeit nach der Kühlung im Gegenstrom verändern.

Zu diesem Zweck wird eine Keksprobe direkt nach der Gegenstromkühlung dem Prozess entnommen und seine Veränderung in Abständen von 1 h im CT untersucht.

In Abb. 147 und Abb. 148 sind die Veränderungen der Kanallänge und der Porosität in Abhängigkeit von der Zeit dargestellt:

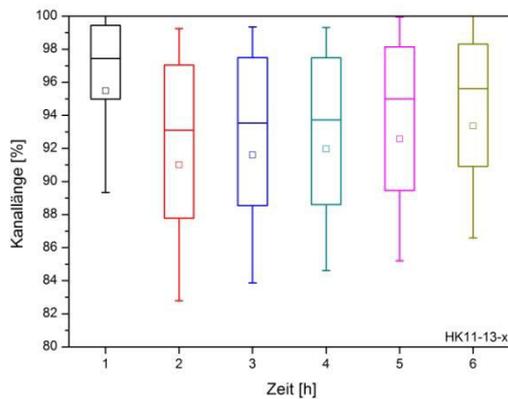


Abb. 147: Veränderung der Kanallänge mit der Zeit

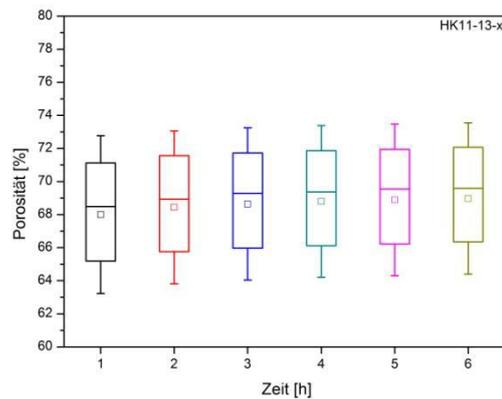
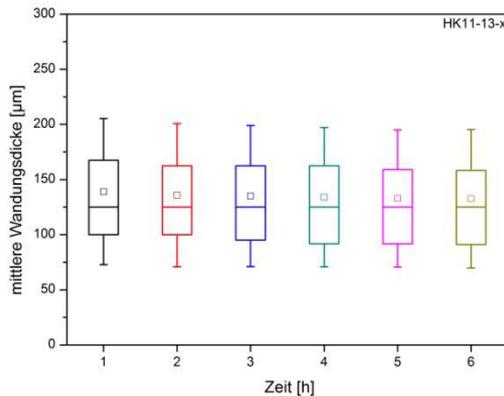


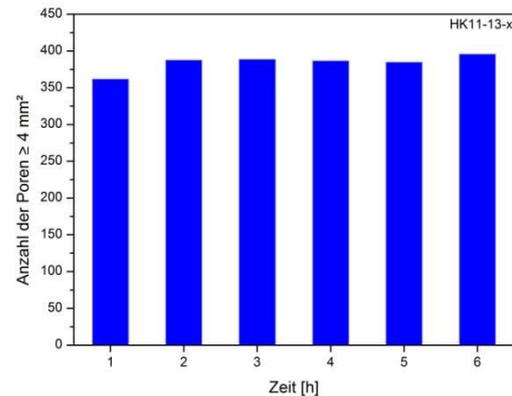
Abb. 148: Veränderung der Porosität mit der Zeit

Eine Stunde nach der Produktion sind noch in der Hälfte aller Schichten Kanäle zu finden, die durch mindestens 95% der Kekshöhe reichen. Die Kekse sind noch warm und recht instabil. Über den Verlauf der nächsten Stunde sinkt die mittlere Kanallänge stark ab. Die Kanäle verengen und verschließen sich, sodass kürzere Kanallängen entstehen. Das ist an der Verbreiterung der Verteilungen zu sehen. Der Keks ist nun deutlich fester.

Im weiteren Zeitverlauf nimmt die Kanallänge dann wieder langsam zu. Das ist auf die Diffusion von Wasser zurückzuführen. Der Keks ist im Inneren feuchter als in den Randbereichen. Um den Feuchtigkeitsgradienten auszugleichen, diffundiert Wasser aus dem Inneren des Kekses nach außen. Dabei wirkt eine mechanische Kraft auf die Porenwände. Die Kanäle werden wieder länger und auch die Porosität erhöht sich mit der Zeit (Abb. 148). Durch die von innen nach außen wirkende Kraft sollten sich die Poren vergrößern und die Wandungen sollten schmaler werden, zumal auch aus ihnen Wasser entweicht. Abb. 149 und Abb. 150 enthalten die Verteilungen der mittleren Wandungsdicke und die Anzahl großer Poren über die Zeit.



**Abb. 149:** Veränderung der Wandungsdicke mit der Zeit

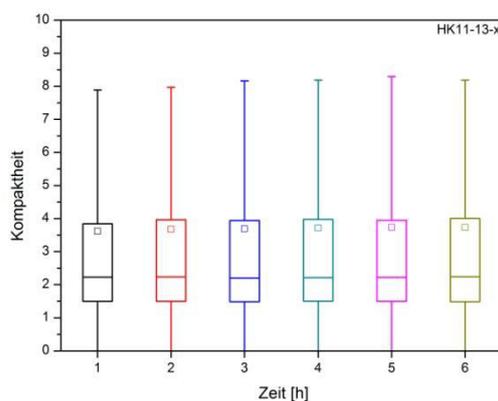


**Abb. 150:** Anzahl großer Poren über den Zeitverlauf

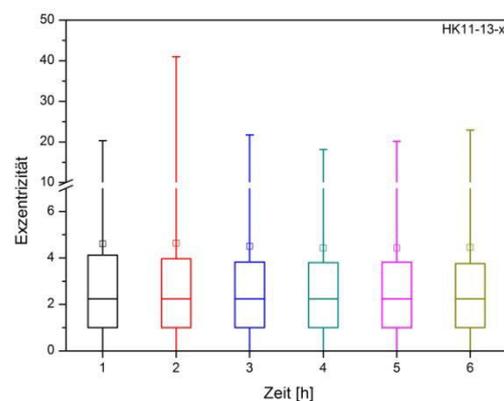
Wie erwartet sinkt die mittlere Wandungsdicke über den Verlauf der Abkühlung kontinuierlich ab. Die Abnahme wird über die Zeit immer geringer, was darauf hindeutet, dass der Abbau des Feuchtigkeitsgradienten und die Verfestigung des Kekses langsam abgeschlossen sind.

Im Verlauf der Zeit nach der Produktion steigt die Anzahl großer Poren an. Da sich die Kanäle in den Keksen verlängern und Wasser aus den Porenwänden heraus diffundiert, kommt es zum Zusammenschluss von Poren, wodurch die Anzahl von Poren  $\geq 4 \text{ mm}^2$  im Zeitverlauf ansteigt.

Wie sich die physikalischen Prozesse beim Abkühlen und beim Abbau des Feuchtigkeitsgradienten auf die Porenform auswirken zeigen Abb. 151 und Abb. 152:



**Abb. 151:** Veränderung der Kompaktheit mit der Zeit



**Abb. 152:** Veränderung der Exzentrizität mit der Zeit

Sowohl bei der Kompaktheit als auch bei der Exzentrizität der Poren kann über den Zeitverlauf keine signifikante Änderung des Mittelwerts bei einer Irrtumswahrscheinlichkeit von 5% festgestellt werden.

Die Kompaktheit beschreibt (siehe Kapitel 4.1.4) das Verhältnis von Porenrand zu Porenfläche. Da die mechanische Kraft durch den Abbau des Feuchtigkeitsgradienten gleichmäßig in alle Raumrichtungen wirkt, werden die Poren gleichmäßig größer. Demnach ändert sich das Verhältnis von Rand zu Fläche nicht sehr und die Kompaktheit der Poren bleibt gleich.

Das gilt gleichermaßen für die Exzentrizität, die das Verhältnis von größtem zu geringstem Abstand zwischen Porenrand und Schwerpunkt beschreibt. Auch hier bleibt die Relation gleich.

### *Fazit*

Es konnte gezeigt werden, dass sich die Kekse nach dem Backen im Ofen und Kühlen im Gegenstrom noch signifikant weiter verändern, bis sie ihre endgültige Struktur erreichen. Das bietet wiederum die Möglichkeit in folgenden Prozessschritten noch weiter auf die Produktstabilität einzuwirken.

In den ersten Stunden nach der Produktion kann eine signifikante Veränderung der Produktkennzahlen beobachtet werden. Die Porosität und die Kanallängen nehmen weiter zu, was auf den Abbau des Feuchtigkeitsgradienten zwischen Keksinneren und Umgebungsluft zurückzuführen ist. Auch die Anzahl großer Poren steigt im Verlauf des Abkühlprozesses noch leicht an, da durch die Verlängerung der Kanäle Poren zu größeren Strukturen zusammengeschlossen werden. Die durch den Abbau des Feuchtigkeitsgradienten nach außen wirkende Kraft, bewirkt ein Zusammendrücken der Porenwände, wodurch die Wandungsdicke im Verlauf der Zeit absinkt. Da die mechanische Kraft in alle Raumrichtungen gleich wirkt, dehnen sich die Poren in alle Richtungen gleichmäßig aus. Dadurch bleibt das Verhältnis von Porenrand zu Fläche gleich, wodurch sich die Rundheitsmaße nicht stark ändern.

Die Veränderung der Keksstruktur und damit der Produktkennzahlen zeigt, dass es einen sinnvollen Ansatz darstellt, auch noch nach dem Ende des Backprozesses weiter auf das Produkt einzuwirken, da dessen Inneren Prozesse noch über einige Stunden nach der Produktion weiterlaufen.

### 4.4.7 Lagern

Nachdem der Warenstrom der gebackenen Kekse geordnet ist, werden sie entweder verpackt oder vor der Weiterverarbeitung zwischengelagert (Abb. 153). Da sich, wie bereits in Kapitel 4.4.6 erwähnt, die Keksstruktur noch einige Stunden nach dem Backen verändert, kann auch die Lagerungsdauer genutzt werden, um der Destabilisierung der Kekse, durch Rissbildung, entgegenzuwirken.

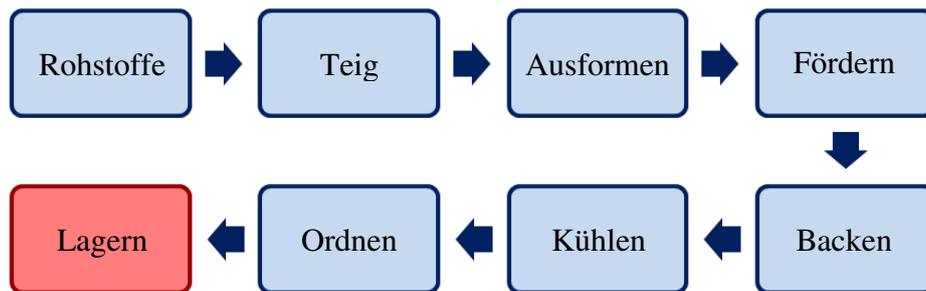


Abb. 153: Prozessschritt 8 (Lagern)

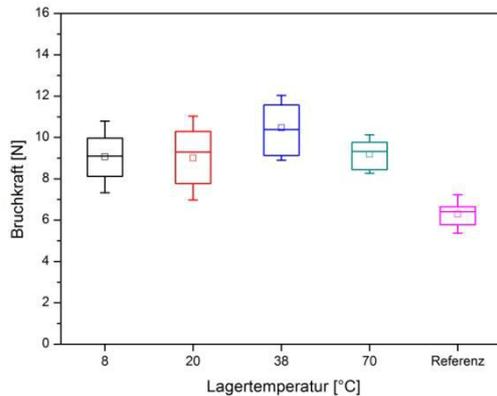
Bei der Lagerung bietet es sich an, die Temperatur des Lagers zu kontrollieren und den Einfluss der Temperatur auf die Produktstabilität zu untersuchen. Zu diesem Zweck werden Hart- und Mürbekekse über einen Zeitraum von drei Tagen bei jeweils vier verschiedenen Temperaturen gelagert. Danach werden statistisch Proben für die Bruchkraft- und CT-Analysen genommen. Tab. 9 enthält die Probenbezeichnungen und die zugehörigen Lager-temperaturen:

Tab. 9: Lagertemperaturen

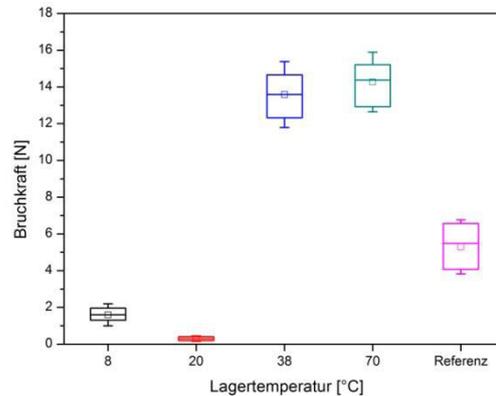
Probenbezeichnung	Lagertemperatur [°C]	Lagerzeit [d]
HK11-10-x	8	3
HK11-09-x	20	3
HK11-11-x	38	3
HK11-12-x	70	3
MK11-16-x	8	3
MK11-15-x	20	3
MK11-17-x	38	3
MK11-18-x	70	3

### Bruchkraft

Zunächst wird die Bruchkraft der Hart- und Mürbekeksecharge betrachtet. Dabei ist zu beachten, dass trotz unterschiedlicher Probenbezeichnungen (Tab. 9) jeweils alle Hart- und Mürbekekse aus einer Produktcharge stammen. In Abb. 154 und Abb. 155 sind die Bruchkraftverteilungen bei veränderter Lagertemperatur dargestellt.



**Abb. 154:** Bruchkraftverteilung der Hartkekse bei veränderter Lagertemperatur



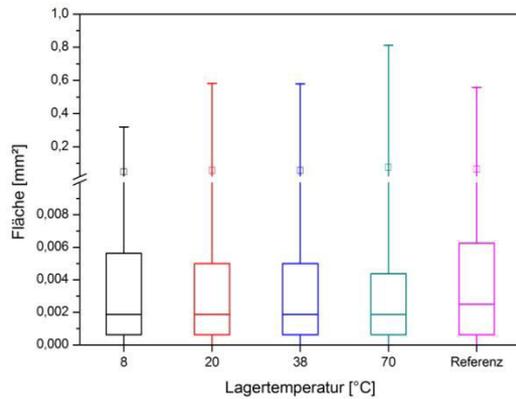
**Abb. 155:** Bruchkraftverteilung der Mürbekekse bei veränderter Lagertemperatur

Die Hartkekseproben sind bei allen Lagertemperaturen signifikant stabiler als die Referenz. Es bestehen aber auch Unterschiede zwischen den Lagertemperaturen. Die Stabilität ist bei einer Temperatur von 38 °C am höchsten. Bei den Mürbekekse ist der Unterschied zwischen der Lagerung bei 8 und 20 °C und den höheren Temperaturen wesentlich größer. Die Kekse die bei niedriger Temperatur gelagert werden, sind alle sehr instabil und liegen im Mittel deutlich unterhalb der Referenz. Es ist jedoch zu beachten, dass bei der Charge mit 20 °C Lagertemperatur ein Großteil der Proben bereits nach dem Transport zerbrochen war. Die Kekse weisen möglicherweise eine niedrige Bruchkraft auf, da sie beim Transport beschädigt wurden. Im Gegensatz dazu sind die Kekse bei 38 °C und 70 °C Lagerungstemperatur alle stabil und qualitativ gut.

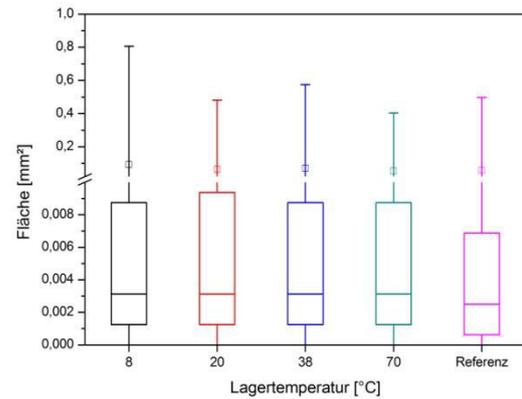
Die Temperatur spielt demnach bei der Lagerung eine große Rolle und zeigt, dass sich auch nach dem Backprozess noch auf die Produktstabilität einwirken lässt. Im Folgenden wird für die Hart- und Mürbekekse untersucht, ob sich die Differenz in den Bruchkräften auch in den Strukturparametern wiederfinden lässt.

### Fläche

Die Flächenverteilungen von Keksen unterschiedlicher Lagertemperaturen sind in Abb. 156 und Abb. 157 zu sehen.



**Abb. 156:** Flächenverteilung der Hartkekse bei veränderter Lagertemperatur

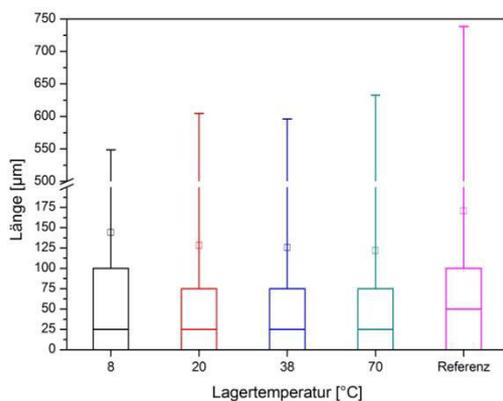


**Abb. 157:** Flächenverteilung der Mürbekekse bei veränderter Lagertemperatur

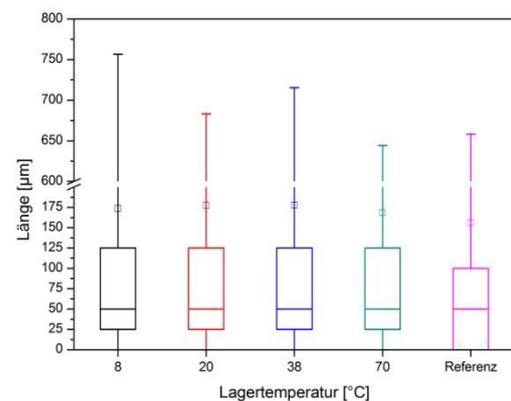
Die Flächenverteilung wird bei den Hartkekse mit zunehmender Temperatur schmaler. Die Mittelwerte der Verteilungen bleiben jedoch ungefähr gleich. Die Flächen spiegeln die Bruchkräfte gut wider, die ebenfalls alle in einem vergleichbaren Bereich liegen. Ähnlich verhält es sich auch bei den Mürbekekse. Die Flächen sind breit verteilt und weisen bei den verschiedenen Temperaturen keine deutlichen Unterschiede auf. Hier kann nicht direkt von den Flächenverteilungen auf die Bruchkräfte geschlossen werden.

### Länge/Durchmesser

Ein entsprechendes Verhalten ist von den Längenmaßen (Länge und Durchmesser) zu erwarten. Für die Hartkekse sind die Verteilungen der Länge in Abb. 158 und für die Mürbekekse in Abb. 159 dargestellt:



**Abb. 158:** Längenverteilung der Hartkekse bei veränderter Lagertemperatur

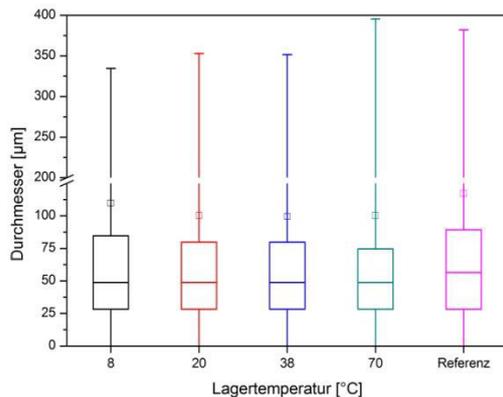


**Abb. 159:** Längenverteilung der Mürbekekse bei veränderter Lagertemperatur

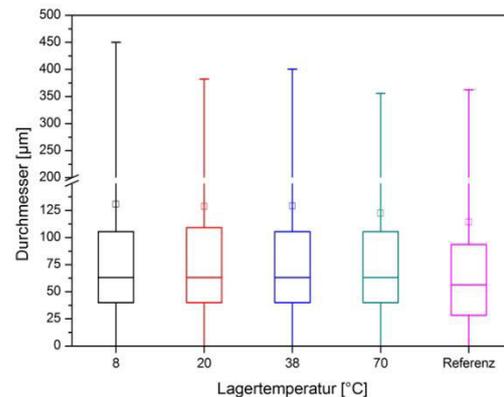
Bei den Längen treten jedoch deutliche Unterschiede zwischen den Mittelwerten der Verteilungen auf, was mit einer ANOVA (Irrtumswahrscheinlichkeit 5%) gezeigt werden

kann. Der Mittelwert der Hartkekse, die bei 8 °C gelagert wurden, liegt mit 144,16 µm signifikant erhöht gegenüber den anderen Werten. Bei den Mürbekekse ist ebenfalls ein leichter Abfall der mittleren Länge von der Lagerung bei 8 °C hin zu 70 °C beobachtbar. Kleinere Poren scheinen die Kekstruktur zu stabilisieren.

Die Verteilungen der Durchmesser vermitteln dasselbe Bild. Sie sind in Abb. 160 und Abb. 161 zu sehen:



**Abb. 160:** Durchmesserverteilung der Hartkekse bei veränderter Lagertemperatur



**Abb. 161:** Durchmesserverteilung der Mürbekekse bei veränderter Lagertemperatur

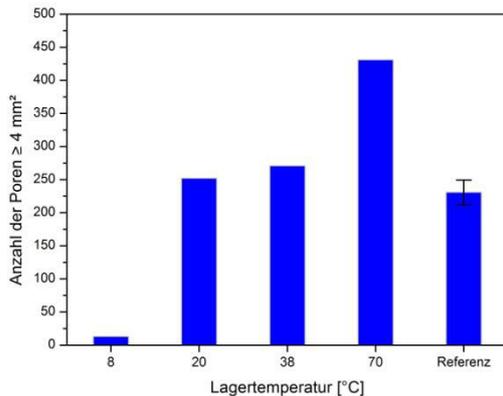
Es ist hier derselbe leichte Abfall im Mittelwert der Verteilungen, wie bei den Längenverteilungen, zu beobachten.

Der große Unterschied in den Bruchkräften kann anhand der Längenmaße allein noch nicht erklärt werden. Es müssen weitere Strukturparameter einen Einfluss auf die Produktstabilität ausüben, um die Differenzen erklären zu können.

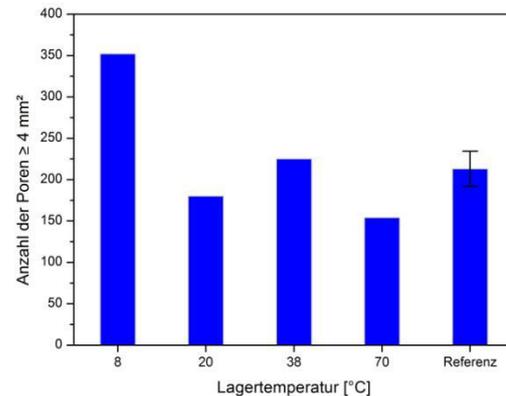
### *Anzahl großer Poren*

Da in bisherigen Untersuchungen das Auftreten großer Poren einen großen Einfluss auf die Bruchkraft der Kekse hatte, wird die Anzahl dieser Poren zur Analyse herangezogen (Abb. 162 und Abb. 163).

Bei den Hartkekse scheint die Menge der großen Poren für die Stabilität unerheblich zu sein. Verglichen mit den Schwankungen der großen Poren sind die Unterschiede der Bruchkräfte gering und es liegen alle im Bereich hoher Stabilität. Eine Ursache kann in der Laminierung des Hartkeksteiges bei der Produktion liegen (vgl. Kapitel 3.1.3). Dabei wird der Teig mehrmals gefaltet bevor die Teiglinge ausgestanzt werden. Diese Schichtstruktur bewirkt die Entstehung großer Poren, welche jedoch die Stabilität der Kekse nicht beeinträchtigen.



**Abb. 162:** Anzahl großer Poren der Hartkekse bei veränderter Lagertemperatur



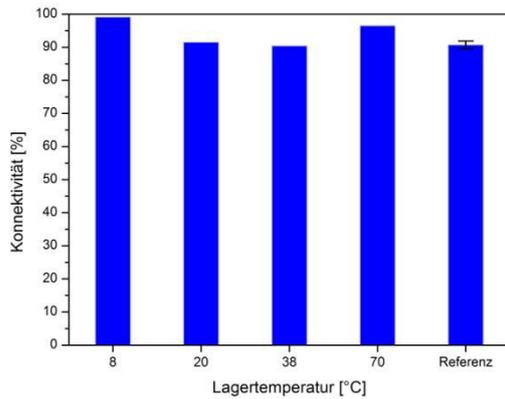
**Abb. 163:** Anzahl großer Poren der Mürbekekse bei veränderter Lagertemperatur

Bei den Mürbekekse gestaltet sich die Situation wiederum so, wie von den vorhergegangenen Analysen erwartet. Die Kekse, die bei 8 °C gelagert wurden, haben eine deutlich erhöhte Anzahl großer Poren gegenüber den Proben höherer Lagertemperaturen. Das deckt sich mit ihrer sehr niedrigen Stabilität. Bei einer Lagertemperatur von 38 °C deckt sich die Anzahl großer Poren mit derjenigen der Referenz. Bei dieser Temperatur entsteht ein stabiles Produkt hoher Qualität. Wie bei der Lagertemperatur von 20 °C zu sehen ist, liegt die Porenanzahl vergleichbar mit denen der Proben höherer Temperaturen sowie der Referenz. Wie bereits erwähnt, können die niedrigen Bruchkräfte aus einer Vorbeschädigung durch den Transport resultieren und es sich eigentlich um ein stabiles Produkt handeln.

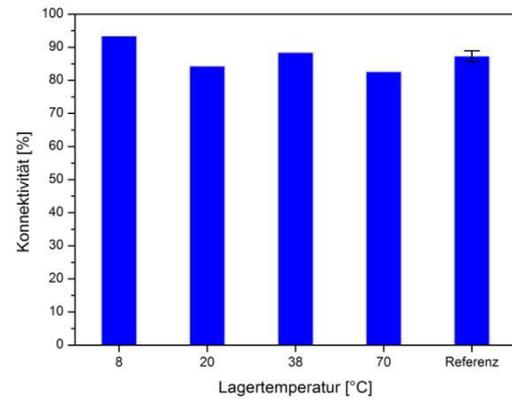
### *Konnektivität*

Die Konnektivität des Porennetzwerks wird durch die großen Poren beeinflusst, da sie die Wahrscheinlichkeit erhöhen, dass zwei Poren zusammenhängen und sich damit die Konnektivität erhöht. Nach bisherigen Analysen sollte die Konnektivität möglichst gering sein, um das Netzwerk zu stabilisieren. In Abb. 164 und Abb. 165 sind die Konnektivitäten in Abhängigkeit von der Temperatur zu sehen.

Auffällig ist die hohe Konnektivität der bei 8 °C gelagerten Hartkekse. Sie liegt mit 99,16% deutlich höher als die Proben höherer Lagertemperaturen. Die Probe enthält nur 13 Poren mit einer Fläche größer als 4 mm<sup>2</sup>. Genau das erklärt die hohe Konnektivität des Netzwerks. Nahezu das gesamte Porenvolumen ist eine große zusammenhängende Pore. Dadurch kommen insgesamt nur wenige große Poren im Keks vor. Der insgesamt hohe Grad der Konnektivität aller Hartkekse weist darauf hin, dass sich hohe Werte auf die Stabilität dieser Keksort nicht negativ auswirken.



**Abb. 164:** Konnektivität der Hartkekse bei veränderter Lagertemperatur

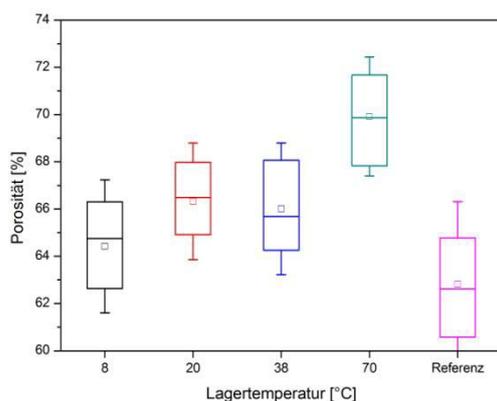


**Abb. 165:** Konnektivität der Mürbekekse bei veränderter Lagertemperatur

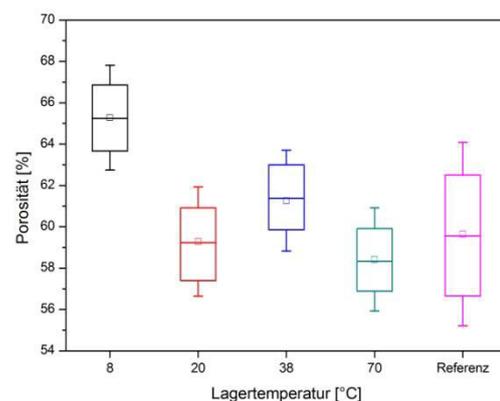
Bei den Mürbekekse weist ebenfalls die Probe mit der geringsten Lagertemperatur die höchste Konnektivität auf. Die restlichen Kekse besitzen deutlich niedrigere Werte und liegen vergleichbar mit der Referenz. Die stabilste Probe (Lagertemperatur 70 °C) weist die niedrigste Konnektivität auf. Auch hier deutet die Konnektivität darauf hin, dass die Lagerung bei 20 °C ebenfalls zu einem stabilen Produkt führt.

### Porosität

Diese Effekte sollten sich ebenfalls in der Porosität der Kekse widerspiegeln. Die Verteilungen der Porosität der Hartkekse sind in Abb. 166 und diejenigen der Mürbekekse in Abb. 167 zu sehen:



**Abb. 166:** Porositätsverteilung der Hartkekse bei veränderter Lagertemperatur



**Abb. 167:** Porositätsverteilung der Mürbekekse bei veränderter Lagertemperatur

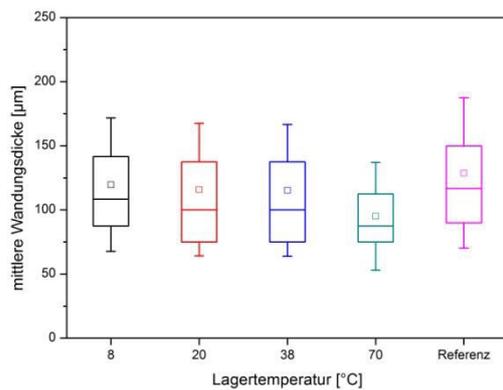
Die bei 8 °C, 20 °C und 38 °C gelagerten Hartkekse weisen Mittelwerte der Porosität von ca. 64 - 66% auf und sind damit poröser als die Referenz. Bei einer Temperatur von 70 °C

werden knapp 70% Porosität erreicht. Doch auch bei diesem Wert entsteht ein stabiles Hartkeksprodukt, wie anhand der mittleren Bruchkraft von 9,2 N zu sehen ist.

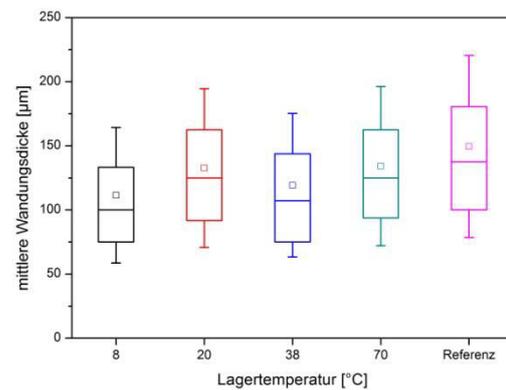
Für die Mürbekekse gestaltet sich die Situation anders. Hier weist die Probe einer Lagertemperatur von 8 °C eine signifikant höhere Porosität (65,28%) verglichen mit den Keksen höherer Lagertemperaturen auf. Diese liegen im Mittel zwischen 58 - 61% und somit vergleichbar mit der Referenz. Wiederum liegt die Probe einer Lagertemperatur von 20 °C im selben Bereich. Es handelt sich hier ebenfalls um ein stabiles Produkt. Die Porosität der Mürbekekse zeigt einen direkten Zusammenhang zur Bruchkraft.

### Wandungsdicke

Die Porosität beeinflusst die mittlere Wandungsdicke, welche bei steigender Porosität abnimmt. Abb. 168 und Abb. 169 zeigen die Wandungsdickenverteilung der Hart- und Mürbekekse bei variiertem Lagertemperatur:



**Abb. 168:** Wandungsdickenverteilung der Hartkekse bei veränderter Lagertemperatur



**Abb. 169:** Wandungsdickenverteilung der Mürbekekse bei veränderter Lagertemperatur

Auch hier weicht nur die Hartkekseprobe, die bei 70 °C gelagert wurde, signifikant von den anderen Keksen ab. Bei den anderen Lagertemperaturen entstehen Kekse einheitlicher mittlerer Wandungsdicken. Diese liegen im gleichen Bereich wie die Referenz.

Der instabile Mürbekekse der Lagerung bei 8 °C besitzt die dünnsten Wände (111,42 µm). Er liegt signifikant unterhalb des Werts der Referenz und auch gegenüber den Proben höherer Temperaturen. Ab einer mittleren Wandungsdicke von ca. 120 µm wird ein stabiles Produkt erhalten. Dies trifft auf die Proben der Lagertemperaturen von 20 °C, 38 °C und 70 °C zu. Die Wandungsdicke unterstreicht damit die Einordnung der 20 °C Probe zu den stabilen Keksen und nicht, wie anhand der Bruchkraft zu vermuten, zu der qualitativ minderwertigen Ware.

### *Fazit*

Die Untersuchungen zum Einfluss der Lagertemperatur auf die Produktstabilität von Hart- und Mürbekekse konnten einen signifikanten Einfluss aufzeigen. Die Mürbekekse werden bei niedrigen Temperaturen (unterhalb der Raumtemperatur) sehr brüchig. Im Gegensatz dazu weisen Kekse, die bei RT und darüber gelagert wurden, eine hohe Bruchkraft auf. Die Analyse der Strukturdaten hat wiederum bestätigt, dass für die Stabilität des Produkts eine geringe Porosität und Konnektivität, eine hohe Wandungsdicke und eine geringe Anzahl großer Poren vorliegen müssen.

Die Hartkekse sind gegenüber variierender Temperatur unempfindlich. Die Bruchkraft war unabhängig von der Lagertemperatur durchwegs hoch. Weiterhin haben die Schwankungen innerhalb der Strukturparameter zu keiner Destabilisierung der Keksstruktur geführt. Die Hartkekse können demnach Variationen der Poreneigenschaften gut ausgleichen.

Anhand der Analysen ist es empfehlenswert die Hart- und auch die Mürbekekse bei Raumtemperatur zu lagern. Da auch bei höheren Temperaturen kein signifikant besseres Produkt erhalten wurde, kann so die zusätzliche Energie zum Heizen eingespart werden, was eine erhebliche Kostenreduktion bedeutet.

## **4.5 Untersuchungen am fertigen Produkt**

Im vorangegangenen Kapitel wurde der Einfluss unterschiedlicher Prozessgrößen auf die Produktqualität untersucht. Dabei ging es ausschließlich um die Porengeometrie und die Netzwerkeigenschaften hinsichtlich der Keksstabilität. Der Keksteig, der die Struktur beim Backen annimmt, wurde dabei als einheitliches formgebendes Element angenommen.

Da der Keks jedoch ein natürliches Produkt ist, kann nicht von einer völlig homogenen Verteilung der Teigbestandteile (u.a. Fett, Zucker und Mehl) ausgegangen werden. Auch der Zustand der Rohstoffe bei der Lieferung kann einen Einfluss auf die Produktstabilität und das Mischungsverhalten der Rohstoffe haben. Weiterhin werden in den Keksen Unterschiede zwischen Rand- und Innenbereichen auftreten, die ihrerseits einen Einfluss auf die Haarrissbildung haben können.

## 4.5.1 Teigbestandteile

Zu Beginn der Prozesskette werden die Bestandteile des Teigs zusammengegeben und geknetet. Dadurch entsteht ein visuell homogener Teig. Ob der Keksteig wirklich einheitlich ist oder ob doch Agglomerate von Fett oder Zucker auftreten, ist nicht festzustellen. Da im Prozess starke Temperaturänderungen auftreten, ändert sich auch der Aggregatzustand der Inhaltsstoffe. So liegen Fett und Zucker in einigen Prozessschritten fest und in anderen flüssig vor. Weiterhin können die Teigbestandteile als kristalline oder amorphe Phasen vorliegen.

### 4.5.1.1 Fett

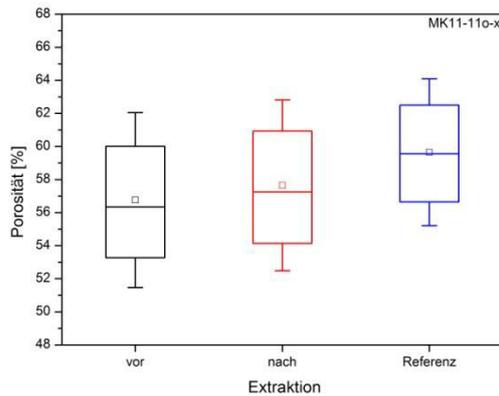
Aufgrund ihrer guten Backeigenschaften werden Palmfett und Butter für den Teig verwendet. Nachdem die Prozesskette durchlaufen ist, stellt sich die Frage ob das Fett am Porenrand abgelagert ist oder homogen innerhalb der Wandungen verteilt vorliegt.

Um die Fettverteilung analysieren zu können, werden zunächst drei Mürbekeksprouben im CT untersucht. Anschließend wird das Fett in überkritischem Kohlenstoffdioxid ( $scCO_2$ ) gelöst und aus den Proben extrahiert (Anhang 6.2.4). Die abgereicherten Keksprouben werden abermals mittels CT gemessen. Damit bietet sich die Möglichkeit die Kekstruktur mit und ohne Fett zu vergleichen. Um zufällige Einflüsse auszugleichen, werden die Ergebnisse der drei Proben zusammengefasst.

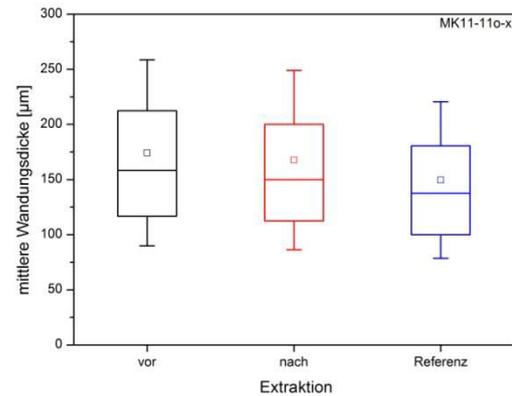
Wenn das Fett am Porenrand auskristallisiert, sollten sich entsprechend die Flächen der Poren und die damit zusammenhängenden Eigenschaften vergrößern. Bei einer Verteilung des Fettes innerhalb der Porenwände sollte dieser Effekt nicht auftreten.

Die Extraktion sollte in jedem Fall mit einem Anstieg der Porosität sowie der Kanallängen und einem Absinken der Wandungsdicken einhergehen. In Abb. 170 und Abb. 171 sind die Verteilungen von Porosität und mittlerer Wandungsdicke vor und nach der Fettextraktion dargestellt.

Wie erwartet steigt die Porosität durch die Fettabreicherung an. Mittels T-Test kann gezeigt werden, dass es sich hierbei um einen signifikanten Anstieg handelt (Irrtumswahrscheinlichkeit: 5%). Bei der mittleren Wandungsdicke ist die vorhergesagte Abnahme ebenfalls gut zu erkennen.

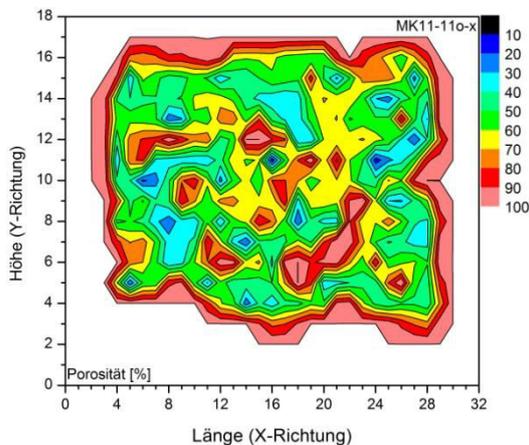


**Abb. 170:** Verteilung der Porosität vor und nach der Extraktion

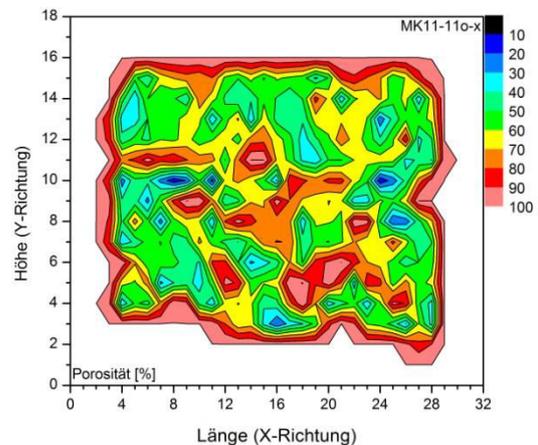


**Abb. 171:** Verteilung der Wandungsdicke vor und nach der Extraktion

Um die Zunahme der Porosität zu verdeutlichen, wird aus den CT-Schichtbildern dasjenige aus der Mitte der Probe einer Sektoranalyse (vgl. Kapitel 4.1.3) unterzogen, die die ortsabhängige Porosität der Schicht vor und nach der Fettextraktion zeigt (Abb. 172 und Abb. 173):



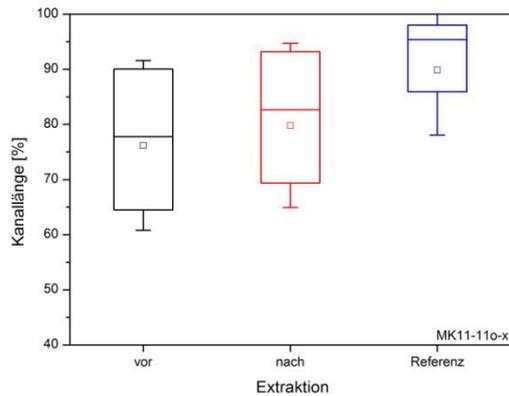
**Abb. 172:** Ortsabhängige Porosität vor der Extraktion



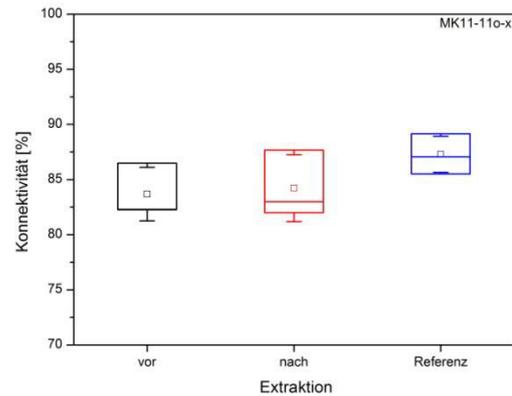
**Abb. 173:** Ortsabhängige Porosität nach der Extraktion

Über die gesamte Probe und insbesondere in deren Mitte, ist eine deutliche Zunahme der Porosität zu erkennen. Die Veränderung der Porosität lässt sich auch auf Schichtebene erkennen und stützt damit den global auftretenden Anstieg.

Durch das Auftreten dünnerer Porenwände und der im Gesamten höheren Materialporosität wird das Auftreten längere Kanäle begünstigt. Abb. 174 zeigt deren Verteilung vor und nach der Extraktion des Fettes mit  $\text{scCO}_2$ .



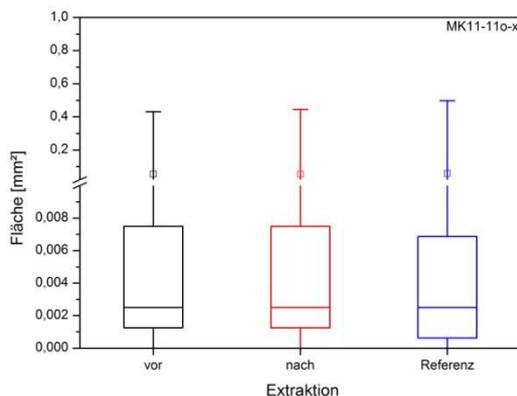
**Abb. 174:** Verteilung der Kanallänge vor und nach der Extraktion



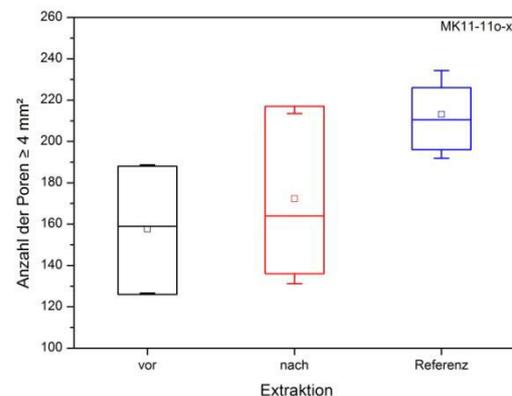
**Abb. 175:** Verteilung der Konnektivität vor und nach der Extraktion

Nach der Extraktion treten deutlich längere Kanäle in der Keksstruktur auf. Das Material ist wie erwartet durchgängiger geworden. Wände, die zuvor Poren voneinander getrennt haben, sind nun miteinander verbunden, sodass längere Kanäle im Porennetzwerk auftreten.

Die Konnektivität, zu sehen in Abb. 175, verändert sich im Mittel nicht signifikant von vor zu nach der Extraktion. Demnach sollten ebenfalls die Porenflächen und die Anzahl großer Poren keiner großen Änderung unterliegen. Diese Annahme begründet sich darin, dass die Konnektivität das Verhältnis von größtem Porenvolumen zum gesamten Porenvolumen darstellt. Flächenverteilungen und Porenanzahl sind in Abb. 176 und Abb. 177 zu sehen:



**Abb. 176:** Flächenverteilung vor und nach der Extraktion



**Abb. 177:** Anzahl großer Poren vor und nach der Extraktion

Die mittleren 50% der Porenflächen liegen unverändert durch die Fettextraktion zwischen  $1.250 \mu\text{m}^2$  und  $7.500 \mu\text{m}^2$ . Auch der Mittelwert der Flächen ändert sich nicht signifikant. Die konstante Konnektivität wird hier gestützt.

Aufgrund einer größeren Schwankungsbreite ist ebenfalls bei der Anzahl großer Poren von einer Mittelwertsgleichheit (Signifikanzniveau 95%) auszugehen. Dass sich die Porenflächen nicht vergrößern, weist darauf hin, dass kein Fett am Porenrand abgelagert ist.

Mit Hilfe der vorliegenden Messreihe konnte gezeigt werden, dass das Fett innerhalb der Porenwände verteilt vorliegt und sich nicht während des Prozesses am Porenrand ablagert. Es kommt demnach zu keiner großen Agglomeration von Fett innerhalb der Kekse.

### 4.5.1.2 Mehl

Das für den Teig eingesetzte Mehl kann sich durch den Mahlprozess in der Mühle und die Förderung mittels Transportschnecken elektrostatisch aufladen. Weiterhin haben die eingesetzte Konzentration und die Verarbeitungstemperatur einen Einfluss auf die Leitfähigkeit des Mehls.

Um den Zusammenhang zu untersuchen, werden Mehlproben der Konzentration 5 g/L, 10 g/L und 15 g/L angesetzt. Diese Proben werden in Abhängigkeit von der Temperatur auf ihre Leitfähigkeit hin untersucht. Dazu wird eine WTW-Leitfähigkeitssonde eingesetzt. Die Abb. 178 und Abb. 179 zeigen die Abhängigkeit der Leitfähigkeit von der Temperatur:

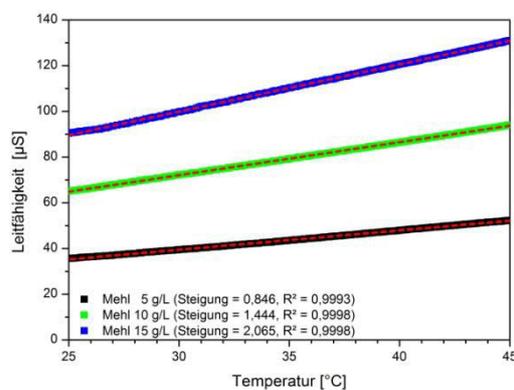


Abb. 178: Leitfähigkeit in Abhängigkeit von der Temperatur

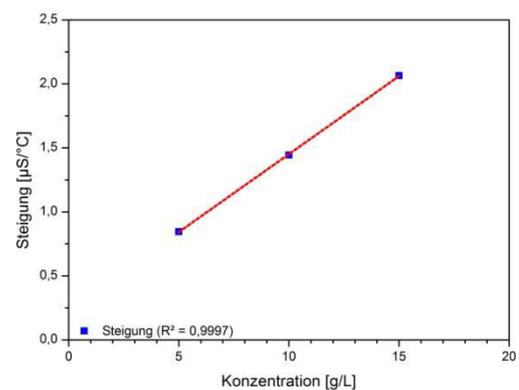
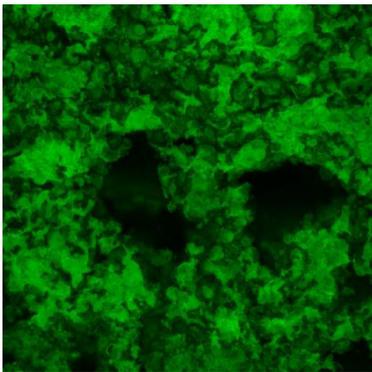


Abb. 179: Steigung der Leitfähigkeit in Abhängigkeit von der Mehlkonzentration

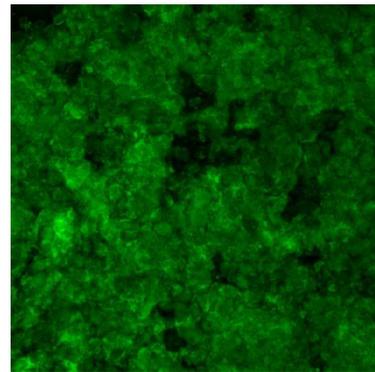
Die Leitfähigkeit hängt im untersuchten Bereich von 25 - 45 °C linear von der Temperatur ab. Weiterhin ist aus Abb. 178 zu erkennen, dass die Leitfähigkeit umso höher ist, je höher die eingesetzte Mehlkonzentration ist. Auch hier besteht ein linearer Zusammenhang. Der Anstieg der Leitfähigkeit ist linear abhängig von der Konzentration. Das ist in Abb. 179 gezeigt.

Um die Verteilung vom Mehl innerhalb der Kekse untersuchen zu können, werden Fluoreszenzfarbstoffe eingesetzt. Dabei wird sich zunutze gemacht, dass Mehl zu einem

großen Teil aus Proteinen besteht. An diese können selektiv Fluoreszenzfarbstoffe gebunden werden. Um die Struktur der Kekse nicht zu beeinträchtigen, wird der Farbstoff (Fluorescein-isothiocyanat, FITC) mittels  $\text{scCO}_2$  in die Proben eingebracht (Anhang 6.2.5). Der Farbstoff kann anschließend mittels Laser einer Wellenlänge von 488 nm zum Leuchten angeregt werden. FITC emittiert zwischen 515 - 530 nm. Zur Detektion wird ein Confocal-Laser-Scanning-Mikroskop (CLSM) verwendet. In Abb. 180 und Abb. 181 sind Ausschnitte eines Hart- und eines Mürbekekses gezeigt.



**Abb. 180:** Proteine (grün) in einem Hartkeks (Kantenlänge 640  $\mu\text{m}$ )



**Abb. 181:** Proteine (grün) in einem Mürbekeks (Kantenlänge 640  $\mu\text{m}$ )

Wie zu erkennen ist, sind die Proteine in den Hart- und in den Mürbekeksen gleichmäßig über die gesamte Fläche verteilt. In Bereichen in denen die Farbtintensität niedriger ist, liegt das Keksmaterial lediglich nicht in der eingestellten Fokusebene. Auch dort ist das FITC in gleicher Menge gebunden. Die schwarzen Flächen stellen Poren im Keks dar.

Im Rückschluss füllt demnach das Mehl homogen die gesamte Kekstruktur aus und ist gleichmäßig mit den anderen Inhaltsstoffen vermischt.

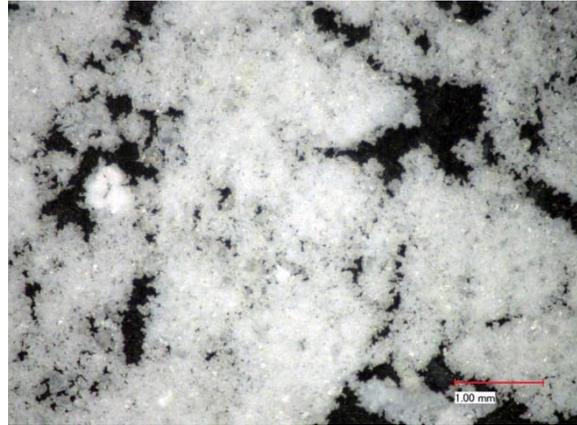
### 4.5.1.3 Zucker

Als ein Hauptbestandteil des Teigs kann Zucker die Stabilität der Kekse beeinflussen. Er kann als Feststoff unterschiedlichen Mahlgrads oder als Zuckersirup eingesetzt werden. Während des Produktionsprozesses liegt der Zucker sowohl fest als auch flüssig vor. Beim Erstarren kann er in amorpher oder kristalliner Struktur verfestigen.

Wie anhand dieser Variationen bereits zu sehen ist, bietet Zucker das Potential signifikant auf die Kekstruktur einzuwirken. In Abb. 182 und Abb. 183 sind beispielhaft die Korngrößen von Kristall- und Staubzucker gezeigt, wie er in der Produktion eingesetzt wird.



*Abb. 182:* Korngrößen von Kristallzucker



*Abb. 183:* Korngrößen von Staubzucker

Die Korngrößen können das Kristallisationsverhalten des Zuckers während der Prozesskette beeinflussen. So sind im Kristallzucker bereits große Kristalle vorhanden, die zu Lasten der kleineren Partikel weiter wachsen können.

Die einfachste Möglichkeit die Verteilung von Zucker innerhalb der Kekse zu untersuchen besteht in der Anwendung der Lichtmikroskopie. Sie ermöglicht die Visualisierung von Strukturen im Mikrometerbereich. Abb. 184 und Abb. 185 zeigen Ausschnitte einer Keksprobe mit einer 100-fachen Vergrößerung:



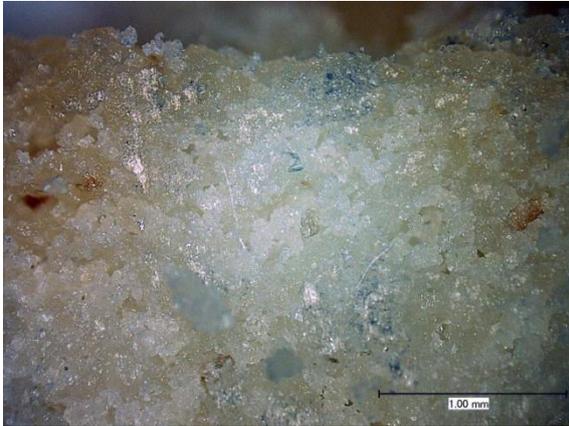
*Abb. 184:* Schnittfläche Mürebekeks (100x)



*Abb. 185:* Schnittfläche Mürebekeks (100x)

Der Keks besteht aus vielen miteinander verklebten und verkanteten Klümpchen. Diese bilden eine relativ lose offene Struktur. Die Klümpchen bestehen aus Zucker, Fett und Mehl. Wenn sich der Zucker während des Backens verflüssigt, verteilt er sich gleichmäßig über den Keks. Beim Abkühlen erstarrt er größtenteils amorph um die anderen Bestandteile herum, was wiederum die einzelnen Klümpchen miteinander verklebt. Zuckerkristalle in ihrer typischen Form (Abb. 182) treten in der Keksstruktur nicht auf. Auf die „glasartige“ Struktur weisen auch die auf den Aufnahmen sichtbaren Spiegeleffekte hin.

In Abb. 186 und Abb. 187 sind die Keksränder mit einer 100-fachen Vergrößerung zu sehen. Wie zu erkennen ist, weisen die Kekse bis an den Rand die gleiche Struktur aus zusammengebackenen Klümpchen auf:



**Abb. 186:** Oberer Kekstrand (100x)



**Abb. 187:** Unterer Kekstrand (100x)

Diese sind jedoch etwas kleiner und dichter gepackt. Das ist auf die stärkere Hitzeeinwirkung auf die Außenflächen der Kekse zurückzuführen. Hier fließen die Teigkomponenten durch den Temperatureinfluss beim Backen enger zusammen. Außerdem kann das Gas, gebildet aus dem Backtriebmittel, direkt entweichen und bläht die Struktur nicht so stark auf wie im Keksinneren.

In den Keksen finden sich auch noch andere filigrane Strukturen, die der Zucker beim Erstarren bildet. Abb. 188 und Abb. 189 zeigen solche „Zuckernadeln“ wie sie in Hart- und Mürebekeksen auftreten:



**Abb. 188:** Zuckernadel im Hartkeks (500x)



**Abb. 189:** Zuckernadel im Mürebekeks (500x)

Es stellt sich die Frage wie diese Nadeln entstehen. Zuckerkristalle weisen stets scharf voneinander abgegrenzte Flächen auf. Saccharose bildet z.B. in reiner Lösung ein monoklines

Kristallsystem aus. Die Wachstumsraten der einzelnen Flächen zueinander bestimmt die Morphologie des entstehenden Kristalls [130, 131].

Die in den Hart- und Mürbekeksen auftretenden Zuckernadeln sind jedoch röhren- oder nadelförmig und weisen keine sichtbaren Flächen auf. Es ist davon auszugehen, dass es sich hierbei um keine Zuckerkristalle, sondern um amorph erstarrten Zucker handelt. Sie wachsen demnach auch nicht wie Kristalle weiter und üben damit keine mechanische Kraft auf das umliegende Material aus. Auf die Rissbildung haben sie daher keinen signifikanten Einfluss.

### 4.5.2 Rand- und Innenbereiche

Wie bereits den Lichtmikroskopbildern im vorangegangenen Kapitel zu entnehmen war, treten strukturelle Unterschiede zwischen den Keksrändern und den Innenbereichen auf. Diese Inhomogenität kann aus der unterschiedlichen Hitzeeinwirkung und den Folgen der Gasentwicklung innerhalb der Kekse resultieren.

Um zu analysieren, ob sich die Randbereiche deutlich vom Keksinneren unterscheiden, werden Hart- und Mürbekekse in jeweils sechs Segmente unterteilt und diese anschließend im CT untersucht (Abb. 190 und Abb. 191):

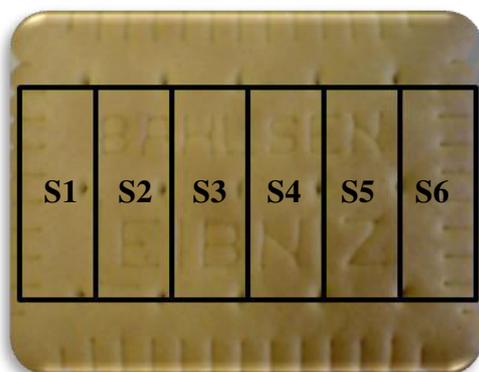


Abb. 190: Segmentunterteilung Hartkeks

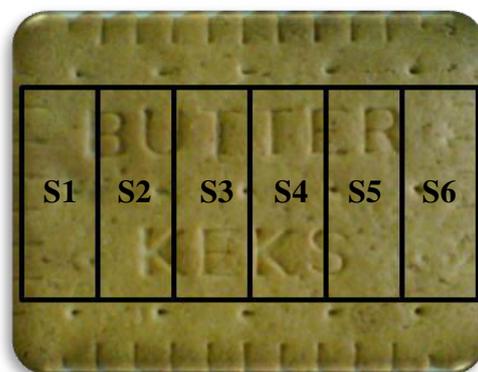


Abb. 191: Segmentunterteilung Mürbekeks

Es werden wiederum Verteilungen der Poren- und Netzwerkeigenschaften für den Vergleich herangezogen. In diesem Fall werden jedoch die Teilproben einzelner Kekse untereinander verglichen, um Strukturmerkmale von Rand- und Innenbereichen herausarbeiten zu können.

Als erster Indikator werden die Porenflächen in den Segmenten herangezogen. Die Daten zur Flächenverteilung in Hart- und Mürbekeksen sind in Abb. 192 und Abb. 193 zusammengestellt.

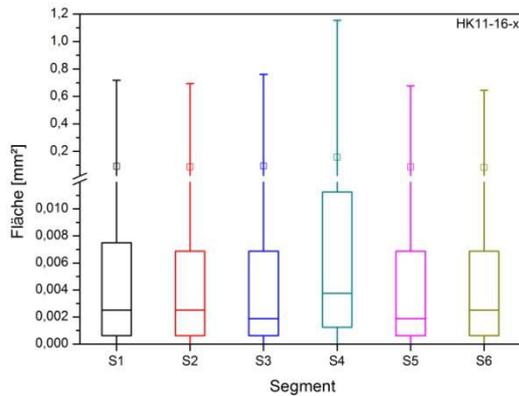


Abb. 192: Flächenverteilung im Hartkeks

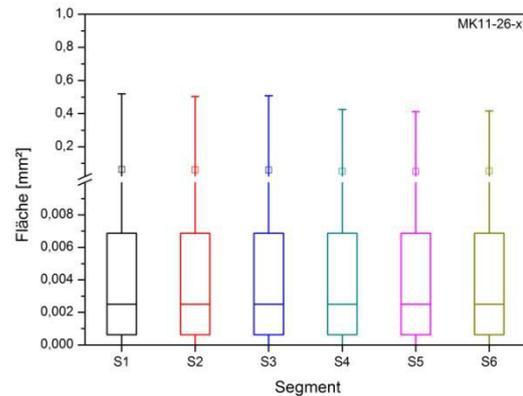


Abb. 193: Flächenverteilung im Mürbekeks

Wie beim Hartkeks deutlich zu erkennen ist, weicht die Verteilung des vierten Segments deutlich von den anderen Bereichen ab. Die mittleren 50% der Flächen sind deutlich breiter verteilt. Sie umfassen einen Bereich von  $1,25 \cdot 10^{-3} - 1,125 \cdot 10^{-2} \text{ mm}^2$ . Der Mittelwert ist ebenfalls signifikant erhöht. In der Mitte des Hartkekses treten demnach wesentlich größere Poren auf als an den Rändern.

Beim Mürbekeks ist das nicht der Fall. Hier liegen alle Flächenverteilungen gleich und es ist kein Unterschied zwischen Rand und Mitte zu erkennen.

Die zu höheren Flächen verschobene Verteilung der Poren in der Mitte des Hartkekses sollte sich ebenfalls in einem verstärkten Auftreten großer Poren widerspiegeln. Die Anzahl dieser Poren ist für die Hart- und Mürbekekse in Abb. 194 und Abb. 195 zu sehen:

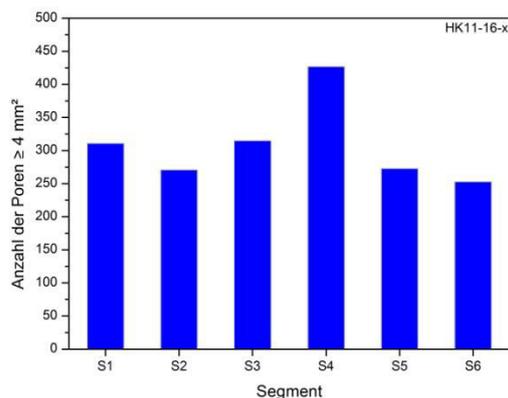


Abb. 194: Anzahl großer Poren im Hartkeks

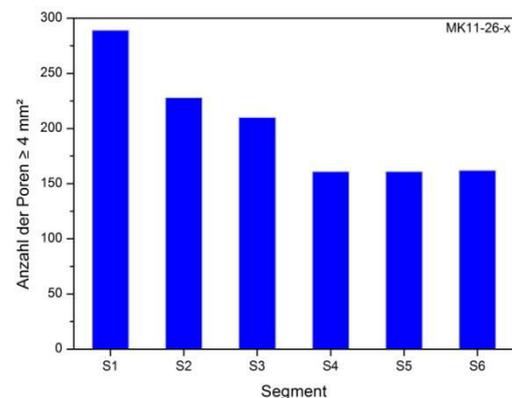


Abb. 195: Anzahl großer Poren im Mürbekeks

Der Hartkeks weist, wie erwartet, in den inneren Segmenten eine erhöhte Anzahl großer Poren auf, was wiederum betätigt, dass der Rand des Kekses dichter ist. Die Porenanzahl in den Segmenten des Mürbekekkes weist nicht auf einen Unterschied zwischen Rand und Keksmittle hin. Die Anzahlen der inneren Segmente liegen vergleichbar mit denen an den

Rändern. Wie schon bei der Flächenverteilung sind die Werte der Segmente 1 - 3 gegenüber den Teilstücken 4 - 6 leicht erhöht.

Die von den Porenflächen direkt abhängigen Parameter Länge, Durchmesser, Porosität und Konnektivität zeigen jeweils für Hart- und Mürbekekse dasselbe Bild. Beim Hartkeks sind die Werte für die inneren Segmente deutlich erhöht. Beim Mürbekeks ist kein signifikanter Unterschied zwischen Rand und Mitte erkennbar.

Die Länge von Kanälen, die repräsentativ für das Auftreten von Haarissen innerhalb der Kekse ist, wird als nächstes betrachtet. Diese Risse treten fast ausschließlich in der Mitte von Hart- und Mürbekeksten auf. Abb. 196 und Abb. 197 zeigen die Verteilung der Kanallängen:

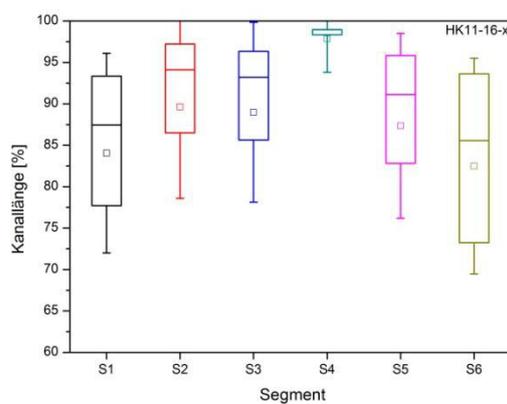


Abb. 196: Kanallängenverteilung im Hartkeks

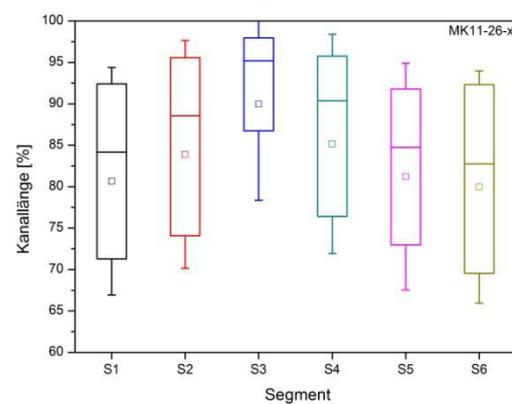
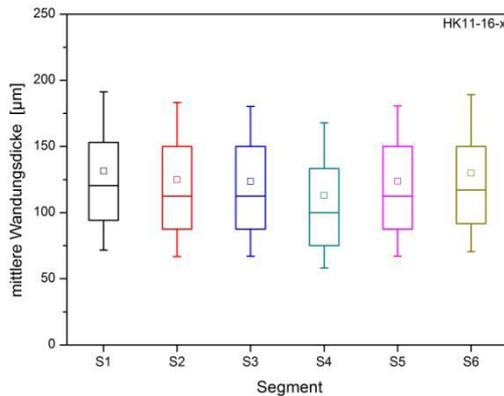


Abb. 197: Kanallängenverteilung im Mürbekeks

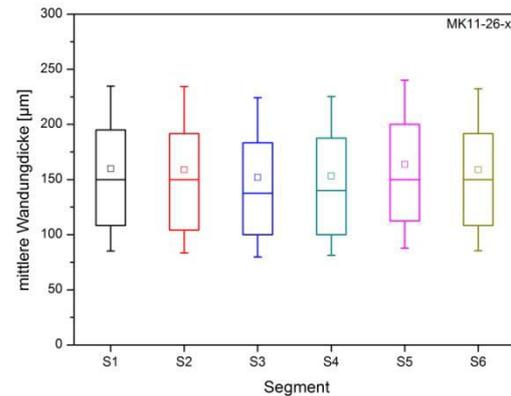
In der Mitte des Hartkeksexes treten fast ausschließlich Kanäle mit einer Länge von über 95% auf. Das Material weist in diesem Bereich Risse auf, die nahezu den gesamten Keks durchdringen. Im Gegensatz dazu liegt an den Keksrändern eine breite Verteilung von Kanallängen vor. Das Material ist dort wesentlich stabiler. Auch hier besitzt der Hartkeks einen signifikanten Unterschied zwischen Mitte und Randbereichen.

Beim Mürbekeks ist die Situation ähnlich. Die Kanallängen werden zur Keksmittle hin größer und die Verteilung gleichzeitig schmaler. Es häufen sich dort die besonders langen Risse. Hier ist ein signifikanter Unterschied innerhalb der Segmente des Mürbekeksexes nachweisbar. Auch der Mürbekeks besitzt am Rand eine erhöhte Stabilität.

Die Kanallängen zeigen, dass bereits Kekse ohne sichtbare Risse in der inneren Struktur gehäuft lange Kanäle in der Keksmittle aufweisen, die zum Bruch führen können. Es ist deshalb davon auszugehen, dass in den Innenbereichen ebenfalls schmalere Wandungen vorliegen, die das Auftreten langer Kanäle begünstigen. In Abb. 198 und Abb. 199 sind die Verteilungen der mittleren Wandungsdicke innerhalb der Hart- und Mürbekekse dargestellt.



**Abb. 198:** Wandungsdickenverteilung im Hartkeks

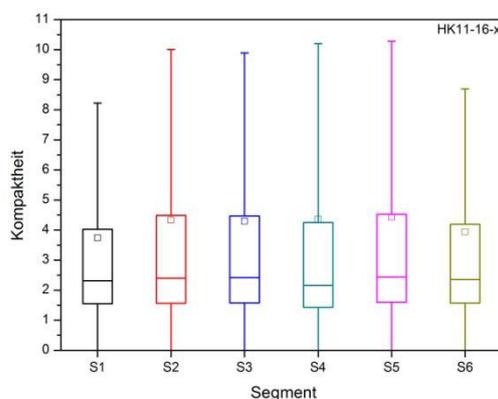


**Abb. 199:** Wandungsdickenverteilung im Mürbekeks

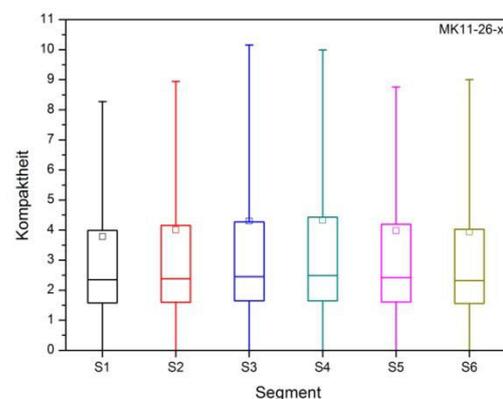
Wie die vorangegangenen Messreihen ergaben, besitzt die mittlere Wandungsdicke einen direkten Einfluss auf die Produktstabilität. Der Hartkeks zeigt in seiner Mitte eine signifikante Abnahme der Wandungsdicke (Irrtumswahrscheinlichkeit 5%). Sie weist hier nur einen Wert von ca. 113 µm auf. Der Keks ist in diesem Bereich instabiler als an seinen Rändern. Es bestätigt sich die Vermutung, dass hier die Ausbildung von Haarissen begünstigt ist.

Beim Mürbekeks ist ebenfalls zu beobachten, dass die Wandungsdicken in den Segmenten 3 und 4 deutlich niedriger als in den Randbereichen ausfallen. Ein Unterschied zwischen Keksrand und -mitte kann auch hier nachgewiesen werden. Dass die Porenwandungen zur Mitte der Kekse abnehmen, ist auf den Backtrieb zurückzuführen, der den Keksteig besonders im Inneren stark komprimiert, da das Kohlenstoffdioxid nicht einfach in die Umgebungsluft entweichen kann, wie an den Rändern.

Im Folgenden wird untersucht, ob sich der Backtrieb auch unterschiedlich auf die Porenform, in Abhängigkeit von der Lage im Keks, auswirkt. Die Verteilungen der Kompaktheit über die Segmente sind in Abb. 200 und Abb. 201 zu sehen:



**Abb. 200:** Verteilung der Kompaktheit im Hartkeks



**Abb. 201:** Verteilung der Kompaktheit im Mürbekeks

Bereits auf den ersten Blick scheinen die Mittelwerte der Kompaktheit zur Keksmitte von Hart- und Mürbekekzen hin erhöht zu sein. Wird ein T-Test mit einem Signifikanzniveau von 95% durchgeführt, kann bestätigt werden, dass die Mittelwerte von Keksrand und Innenbereichen deutlich voneinander abweichen.

Beim Hartkeks liegen die Segmente 2 - 5 in ihren Mittelwerten alle gleich. Abweichend vom Rand sind die Poren über den Rest des Kekses gleichförmig verteilt. Beim Mürbekekzen hingegen kann ein kontinuierlicher Anstieg vom Rand (S1) über Segment 2 bis hin zur Mitte (S3) beobachtet werden. Für die Segmente 4 - 6 verhält es sich gleichermaßen. Die Poren werden länglicher, je weiter zur Mitte des Mürbekekzes fortgeschritten wird.

Sowohl die Hart- als auch die Mürbekekze weisen in der Mitte besonders längliche Poren auf. Das ist darauf zurückzuführen, dass sich aufgrund dünner Porenwände und daraus resultierender langer Kanäle, benachbarte Poren zusammenschließen, wodurch die neu entstehende Pore länglicher wird.

### *Fazit*

Anhand des Vergleichs von Rand- und Innenbereichen innerhalb der Hart- und Mürbekekze konnte gezeigt werden, dass signifikante Unterschiede auftreten. Diese sind auf die unterschiedliche Temperatureinwirkung beim Backen und den Backtrieb zurückzuführen. Weiterhin wurde anhand der Struktureigenschaften gezeigt, warum es gerade in der Keksmitte zur Ausbildung von Rissen kommt. Der Rand der Kekse ist deutlich stabiler als der restliche Keks. Er wirkt stabilisierend auf das gesamte Produkt.

## **4.6 Vorhersage der Stabilität basierend auf den Strukturdaten**

In den vorangegangenen Versuchsreihen wurde eine Vielzahl von Mürbekekzenproben mittels CT- und anschließender digitaler Bildanalyse untersucht. Jede Probe hat dadurch einen Satz von Produktkennzahlen, bestehend aus 11 Poren- und Netzwerkeigenschaften und zusätzlich der Bruchkraft erhalten, die ihre Struktur beschreibt. Es wurde bereits gezeigt, welche Struktureigenschaften sich günstig auf die Stabilität auswirken und welche die Bruchbildung fördern.

Um diese Ergebnisse zu stützen, wird ein mathematisches Modell (z.B. lineare Regression) verwendet, welches aus den Strukturdaten die Bruchkraft vorhersagen soll. Dazu wird auf die Gesamtheit der Datensätze ein *feature-selection*-Algorithmus (FSA) angewandt [132]. Dieser setzt voraus, dass die Daten redundante oder irrelevante Informationen enthalten, die für die

Vorhersage überflüssig sind. In das Modell gehen zunächst einzelne Merkmale und dann Merkmalskombinationen ein, um das Ergebnis schrittweise zu verbessern. Abb. 202 zeigt die Matrix der Ausgangsmerkmale, wie sie dem FSA zur Verfügung gestellt werden:

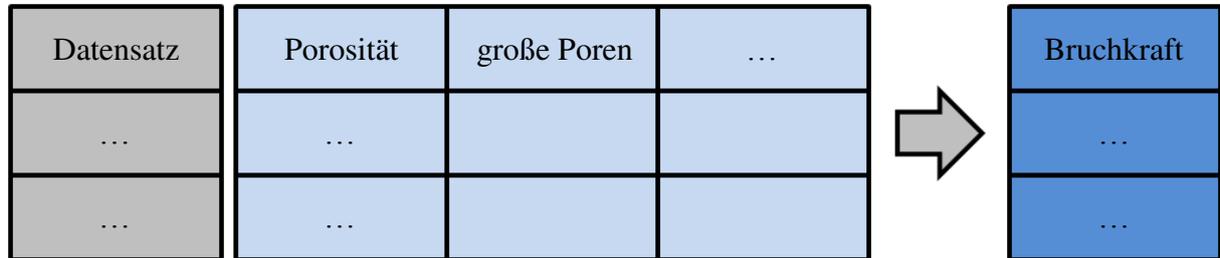


Abb. 202: Ausgangsmatrix der Merkmale (hellblau) und Zielmerkmal (dunkelblau)

Für jeden Datensatz gehen die Mittelwerte der 11 Parameter in die Berechnung ein. Der FSA ermittelt die beste Merkmalskombination zur Vorhersage der mittleren Bruchkraft (Zielmerkmal). Dabei durchläuft er einige grundlegende Schritte die in der Folge beschrieben werden. In Abb. 203 ist der schematische Ablauf des FSA gezeigt:

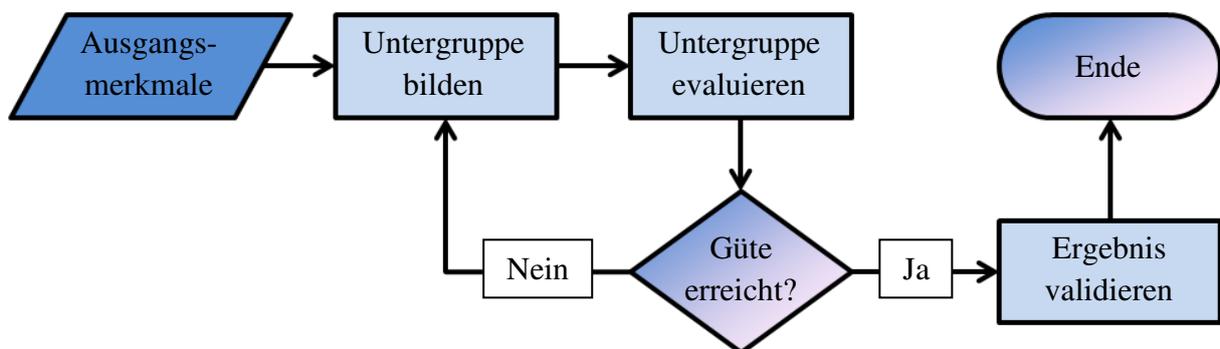


Abb. 203: Schema des *feature-selection*-Algorithmus

Aus den Ausgangsmerkmalen wird vom FSA eine Untergruppe ausgewählt. Anschließend wird sie auf ihre Güte hin evaluiert (Vorhersage der mittleren Bruchkraft). Als Gütekriterium kann z.B. die Fehlerquadratsumme (FQS) herangezogen werden. Diese soll im laufenden Prozess minimiert werden. Ist sie kleiner als die FQS der vorherigen Untergruppe wird die aktuelle Untergruppe im nächsten Durchlauf um ein Merkmal erweitert. Ist sie gleich geblieben oder größer geworden, wird das letzte Element entfernt und ein neues dazu gewählt. In jedem Durchlauf verbessert sich so die Untergruppe in Bezug auf die Vorhersagbarkeit der

mittleren Bruchkraft. Wird das Abbruchkriterium (feste Güte, Rechenzeit oder Iterationen) erreicht, endet der Algorithmus und gibt die aktuelle Untergruppe als Ergebnis zurück [133].

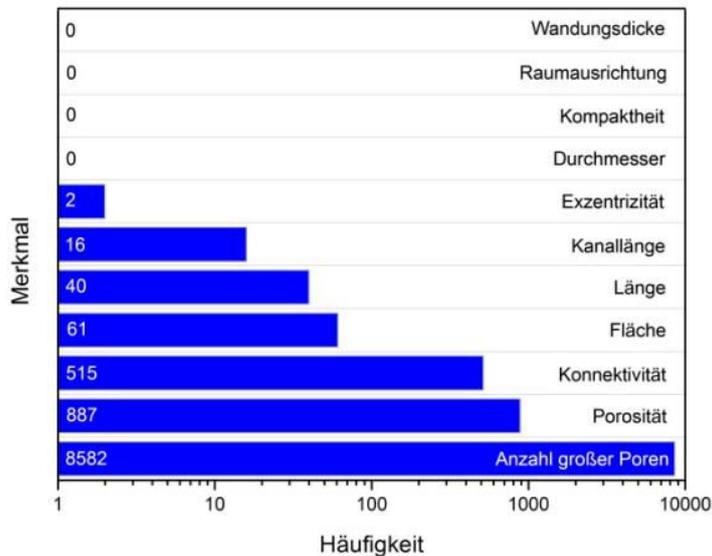


Abb. 204: Häufigkeit der Merkmale

Um Zufallseinflüsse bei der Merkmalsauswahl ausschließen zu können, werden zehntausend Durchläufe des FSA durchgeführt. Die Häufigkeit des Auftretens von Merkmalen in den Ergebnisuntergruppen wird für jedes Merkmal ermittelt. Damit wird ein Vergleich der Relevanz eines Merkmals für die Vorhersage der mittleren Bruchkraft möglich. Abb. 204 zeigt das Ergebnis der Auswertung.

Es sind deutliche Abstufungen im Auftreten der Merkmale festzustellen. Mit einer Häufigkeit von 8.582 tritt die Anzahl der großen Poren nahezu in jedem ermittelten Modell auf. Sie stellt die relevanteste Struktureigenschaft für die Vorhersage der mittleren Bruchkraft nach dem FSA dar. Darauf folgen Porosität und Konnektivität mit einer Häufigkeit von 887 und 515. Wiederum um ca. einen Faktor zehn geringer ist das Auftreten der Länge und Fläche der Poren. Auch die Kanallänge tritt in einigen Vorhersagemodellen auf.

Die restlichen Eigenschaften sind dem FSA nach nicht notwendig, da sie redundante oder irrelevante Informationen enthalten. Das kann anhand der Berechnung der einzelnen Eigenschaften erklärt werden. Der Durchmesser hängt direkt von der Porenfläche ab und enthält daher nur eine bereits eingeflossene Information. Die Wandungsdicke wird durch die Porosität indirekt wiedergegeben und beinhaltet deshalb ebenfalls keine neuen Informationen zur Stabilität.

### Fazit

Die Bruchkraft der Mürbekekse kann demnach durch Variation der Porengröße, Porosität und Konnektivität sowie auch der Kanallänge signifikant beeinflusst werden. Diese Erkenntnisse aus der Modellbildung mittels FSA bestätigen die bisherigen Untersuchungsergebnisse hinsichtlich stabilitätsrelevanter Poren- und Netzwerkeigenschaften.

## 5 Zusammenfassung und Ausblick

Es ist oftmals schwierig, bestehende großindustrielle Fertigungsprozesse in der Lebensmittelindustrie zu optimieren. Das Produkt muss verschiedene Anforderungen hinsichtlich Aussehen, Form, Größe, Masse, Zusammensetzung und Geschmack erfüllen, die nicht ohne Weiteres verändert werden dürfen. Es gilt demnach einen Mittelweg zwischen der optimalen Produktion aus wirtschaftlicher Sicht (geringe Kosten, hohe Stückzahl sowie niedriger Ausschussanteil) und der Einhaltung der Produktansprüche zu gehen.

Zu diesem Zweck wurde für die vorliegende Arbeit die Computertomographie als offline-Analysemethode gewählt. Mit ihrer Hilfe wurde der Einfluss von Strukturmerkmalen der Kekse auf deren Stabilität im Allgemeinen und das Phänomen der Rissbildung im Besonderen aufgeklärt. Die Computertomographie konnte als nicht-invasives und zerstörungsfreies Verfahren zur 3D-Strukturaufklärung im Mikrometerbereich für die Gebäckanalytik angepasst und zu einer reproduzierbaren Untersuchungsmethode weiterentwickelt werden.

Mit den dadurch routinemäßig zur Verfügung stehenden Strukturdaten konnte erstmals systematisch der innere Bereich von Keksen hinsichtlich Poren- und Netzwerkeigenschaften mit einer Auflösung von 25  $\mu\text{m}$  untersucht werden. Die Eigenschaften wurden mit speziell für die Untersuchung poröser Festkörper entwickelten Algorithmen zur digitalen Bildanalyse bestimmt. Dabei konnte eine robuste Algorithmik etabliert werden, die zuverlässig und ohne Varianz arbeitet.

Basierend auf diesem System von CT- und Bildanalytik wurde es möglich direkt Kekse hoher und minderer Qualität hinsichtlich der Struktureigenschaften miteinander zu vergleichen. Auch der Einfluss der Änderung von Prozessgrößen auf die Poren- und Netzwerkeigenschaften konnte so direkt untersucht werden. Es wurde daher die Grundlage geschaffen offline-Untersuchungen durchzuführen, die Rückschlüsse auf die optimale Prozessführung der großindustriellen Produktion erlauben.

Durch die Kombination mit nasschemischen Verfahren konnten Verteilung und Beschaffenheit von Fett, Mehl und Zucker in den Keksen beschrieben werden. Das Fett liegt fein verteilt in den Porenwänden vor. Die Verteilung des Mehls ist sehr homogen über den gesamten Keks. Der Zucker bildet amorphe Strukturen und hilft den Keksen zusammenzuhalten.

Anhand der Untersuchungsergebnisse wurde es möglich die Strukturcharakteristika herauszuarbeiten, die den Keksen stabilisieren. In Abb. 205 ist gezeigt, welche Eigenschaften die Poren besitzen müssen, damit ein qualitativ hochwertiges Produkt entsteht.

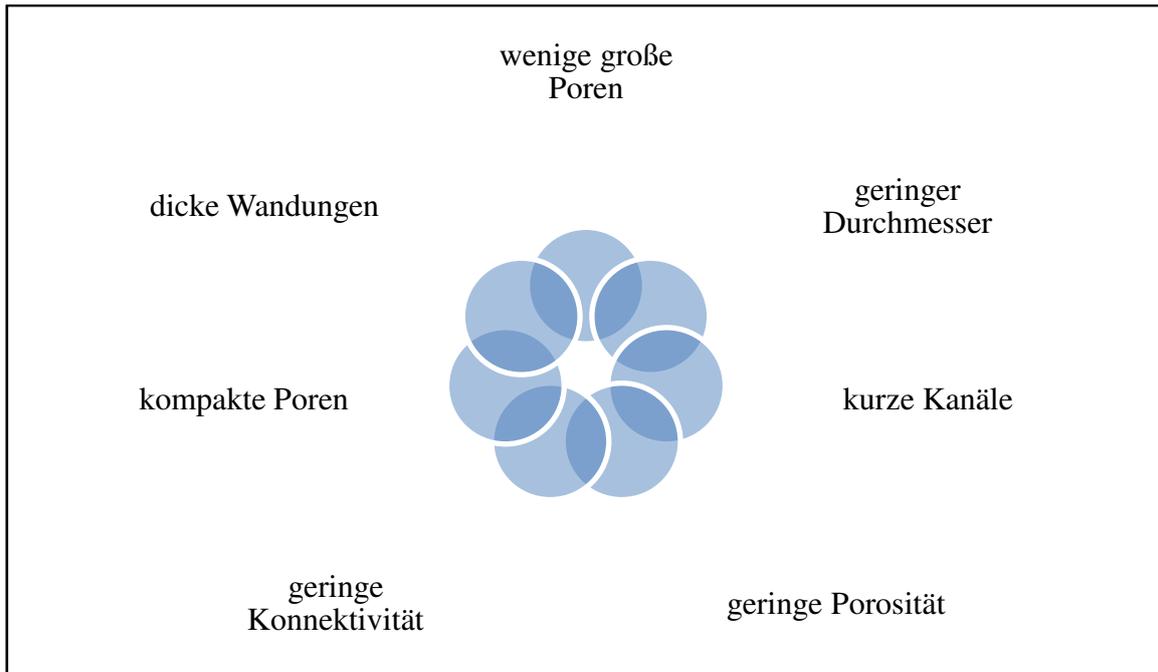


Abb. 205: Eigenschaften eines stabilen Kekses

Um diese Struktureigenschaften in den Keksen erhalten zu können, sollten die im Folgenden beschriebenen Empfehlungen für die Einstellungen der Prozessgrößen eingehalten werden.

1. In den Teig kann eine Kombination aus Kleberprotein und Enzym gegeben werden. Diese verkleben die Teigbestandteile miteinander und wirken damit stabilisierend auf die entstehende Kekstruktur.
2. Der gesamte Prozess muss homogen und ortsunabhängig geführt werden, um ein gleichbleibend qualitativ hochwertiges Produkt zu erhalten.
3. Die Backdauer darf eine Grenze von 4,6 min nicht unterschreiten, da sonst der Leistungseintrag in den Teig zu groß wird und sich dadurch keine stabile Porenform entwickeln kann.
4. Weiterhin sollte die Lagerung der Kekse mindestens bei RT erfolgen, da eine niedrigere Temperatur die Rissbildung fördert. Temperaturen über RT liefern kein signifikant besseres Ergebnis und sind deshalb wegen erhöhtem Energieverbrauch zum Heizen und damit steigenden Kosten nicht empfehlenswert.

Die Regelung dieser Prozessgrößen ermöglichen es die Keksproduktion hin zu einem signifikant stabileren Produkt zu steuern.

Anhand der ermittelten Struktureigenschaften der Kekse wurde es weiterhin möglich die Rissbildung in der Mitte der Kekse zu erklären. Durch den Vergleich von Keksproben vom

Rand und aus der Keksmittle konnten signifikante Unterschiede festgestellt werden. Besonders stark treten diese bei den Eigenschaften Kanallänge, Wandungsdicke und Kompaktheit auf. In der Keksmittle treten deutlich längere Kanäle als an den Rändern auf. Auch die Kompaktheit ist dort erhöht. Die Poren sind demnach deutlich länglicher. Die Wandungen sind zur Keksmittle hin signifikant dünner. Diese Faktoren begünstigen die Ausbildung von Haarrissen in der Mittle der Kekse. Der Rand wirkt stabilisierend auf die Struktur. Die Unterschiede zwischen Rand und Mittle sind auf das stärkere Einwirken der Hitze auf den Rand und den gleichzeitigen nach außen gerichteten Backtrieb zurückzuführen.

Die Untersuchungsergebnisse bieten die Möglichkeit einer direkten Umsetzung im bestehenden Fertigungsverfahren. Sie besitzen das Potential den Prozess, durch die Minimierung des Ausschussanteils, effizienter und wirtschaftlicher zu gestalten.

Die Aufklärung der physikalischen und chemischen Prozesse beim Backen und dabei insbesondere des Backtriebs stellen eine sinnvolle Fortführung der Untersuchungen dar. Dieser Prozess muss noch eingehender verstanden werden, um genau erklären zu können, warum ab einer bestimmten Ofenleistung und damit einhergehenden Backdauer, kein zufriedenstellendes Produkt mehr erhalten werden kann. Zu diesem Zweck sollte das Backtriebmittel im Teig variiert werden. Hierfür kommen u.a. Hirschhornsalz und Natriumhydrogencarbonat in Frage.

Weiterhin können die Phasenübergänge der Teigkomponenten und deren Erstarrungsverhalten näher analysiert werden. Hier ist ein besonderes Augenmerk auf das Fett und den Zucker zu legen. Diese werden beim Backen flüssig und erstarren dann in kristallinen und amorphen Strukturen die einen, derzeit nicht näher bekannten, Einfluss auf die Produktstabilität haben können.

Auch an den Mischungsverhältnissen für den Teig sollten noch weiterführende systematische Untersuchungen durchgeführt werden, um den genauen Einfluss der Mengenverhältnisse der Teigbestandteile auf die Brüchigkeit der Kekse abzuleiten.

Durch die vollständige Kontrolle dieser Parameter würde eine genaue Steuerung der Porenanzahl, -form und -größe ermöglicht werden. Ist der Zustand erreicht, kann der ideale Keks hinsichtlich Stabilität bei gleichzeitiger Knusprigkeit sowie optimalem Geschmackserlebnis hergestellt werden.

## 6 Anhang

### 6.1 Material

#### 6.1.1 Geräte

Texture Analyser, TA.XTplus	Winopal Forschungsbedarf GmbH, Ahnbeck
Zugmaschine, Instron	Instron, Pfungstadt
XRCT, nanontom s	GE Sensing & Inspection Technologies, Wunstorf
XRCT, nanontom m	GE Sensing & Inspection Technologies, Wunstorf
CLSM, Nikon Eclipse TE2000-E	Nikon Corporation, Tokio

#### 6.1.2 Chemikalien

Alle hier aufgeführten Chemikalien und Reagenzien hatten, falls nicht anders aufgeführt, den kommerziell höchsterhältlichen Reinheitsgrad.

<b>Produkt</b>	<b>Hersteller</b>
Glucose	Sigma Aldrich
Palmfett	Zulieferer
Mehl	Zulieferer
Fluoresceinisothiocyanat	Sigma Aldrich
Nilrot	Sigma Aldrich

## 6.2 Methoden

### 6.2.1 Statistische Tests

#### 6.2.1.1 Einfaktorielle Varianzanalyse (ANOVA)

Mit der One-Way-ANOVA [134] kann eine Nullhypothese (z.B. alle Verteilungen einer Zufallsvariablen besitzen denselben Mittelwert) einer beliebigen Anzahl von Verteilungen geprüft werden. Weiterhin werden multiple Vergleichstest zwischen den Verteilungen durchgeführt, womit signifikante Mittelwertsunterschiede zwischen gebildeten Gruppen gleichen Mittelwerts ermittelt werden können.

Bei der ANOVA wird zunächst die Streuung innerhalb der Gruppen nach Gl. 13 berechnet:

$$QSI = \sum_{i=1}^k (N_i - 1)S_i^2 \quad \text{Gl. 13}$$

Dabei ist  $k$  die Anzahl der betrachteten Gruppen,  $N_i$  bezeichnet die Anzahl der Beobachtungen innerhalb der  $i$ -ten Gruppe und  $S_i$  stellt die Varianz der  $i$ -ten Gruppe dar.

Im folgenden Schritt wird die Streuung zwischen den Gruppen nach Gl. 14 ermittelt:

$$QSZ = \sum_{i=1}^k N_i(\bar{X}_i - \bar{X})^2 \quad \text{Gl. 14}$$

Hierbei stellt  $k$  die Anzahl der betrachteten Gruppen,  $\bar{X}_i$  den Mittelwert der  $i$ -ten Gruppe und  $\bar{X}$  den Mittelwert der Gesamtstichprobe dar.

Aus diesen beiden Werten wird der F-Wert berechnet. Dabei ermittelt sich der F-Wert nach Gl. 15 zu:

$$F = \frac{\frac{QSZ}{k-1}}{\frac{QSI}{N-k}} \quad \text{Gl. 15}$$

Auch hier stellt  $k$  die Anzahl der Gruppen dar. Der Parameter  $N$  gibt die Anzahl der Fälle wieder. Der F-Wert wird unter Einbeziehung eines gewählten Signifikanzniveaus (z.B. 5%) mit dem entsprechenden F-Quantil der F-Verteilung verglichen. Ist der Wert größer, so wird die Nullhypothese zurückgewiesen.

### 6.2.1.2 T-Test

Der T-Test [135] bietet die Möglichkeit die Erwartungswerte zweier unabhängiger Zufallsvariablen hinsichtlich einer Nullhypothese (z.B. beide Verteilungen besitzen denselben Mittelwert) zu vergleichen. Dieser Test kann einseitig oder zweiseitig erfolgen. Im Weiteren wird nur der zweiseitige Test auf Mittelwertgleichheit betrachtet.

Deshalb lauten Nullhypothese  $H_0$  und Gegenhypothese  $H$  wie folgt:

$$H_0: \mu_x = \mu_y$$

$$H: \mu_x \neq \mu_y$$

Für den T-Test wird ein Signifikanzniveau  $\alpha$  (z.B. 5%) gewählt. Weiterhin bezeichnen  $n_x$  und  $n_y$  den Umfang der jeweiligen Stichprobe. Zur Berechnung des Testwerts müssen die Mittelwerte und die Standardabweichungen der Stichproben geschätzt werden. Die Mittelwerte werden nach Gl. 16 und Gl. 17 geschätzt:

$$\hat{\mu}_x = \bar{x} \quad \text{Gl. 16}$$

$$\hat{\mu}_y = \bar{y} \quad \text{Gl. 17}$$

Hier bezeichnen  $\bar{x}$  und  $\bar{y}$  den arithmetischen Mittelwert der jeweiligen Stichprobe. Die Schätzung der Standardabweichungen erfolgt nach Gl. 18 und Gl. 19:

$$\hat{\sigma}_x = \sqrt{\frac{1}{n_x - 1} \sum_i (x_i - \bar{x})^2} \quad \text{Gl. 18}$$

$$\hat{\sigma}_y = \sqrt{\frac{1}{n_y - 1} \sum_i (y_i - \bar{y})^2} \quad \text{Gl. 19}$$

Dabei sind  $n_x$  und  $n_y$  der jeweilige Stichprobenumfang,  $x_i$  und  $y_i$  das  $i$ -te Element der Stichprobe und  $\bar{x}$  und  $\bar{y}$  die arithmetischen Mittelwerte. Der für den Vergleich mit der T-Verteilung notwendige Testwert  $t$  wird nach Gl. 20 berechnet:

$$t = \frac{\hat{\mu}_x - \hat{\mu}_y}{\hat{\sigma}_\Delta}; \quad \hat{\sigma}_\Delta = \sqrt{\frac{1}{n_x} \hat{\sigma}_x^2 + \frac{1}{n_y} \hat{\sigma}_y^2} \quad \text{Gl. 20}$$

Der Testwert wird mit dem T-Quantil  $t_{m, \frac{\alpha}{2}}$  aus der T-Verteilung unter Einbeziehung des Signifikanzniveaus  $\alpha$  und des Freiheitsgrads  $m$  verglichen. Die Berechnung von  $m$  erfolgt nach Gl. 21:

$$m = n_x + n_y - 2 \quad \text{Gl. 21}$$

Gilt  $|t| \geq t_{m, \frac{\alpha}{2}}$  so wird die Nullhypothese abgelehnt. Demnach sind die Erwartungswerte der Verteilungen nicht gleich.

Zur Berechnung des Konfidenzintervalls wird der Unterschied der Mittelwerte nach Gl. 22 geschätzt:

$$\Delta\hat{\mu} = \hat{\mu}_x - \hat{\mu}_y \quad \text{Gl. 22}$$

Die untere und obere Konfidenzgrenze werden nach Gl. 23 und Gl. 24 unter Verwendung der Bandbreite  $\hat{d}_{\frac{\alpha}{2}}$ , Gl. 25, berechnet:

$$\Delta\hat{\mu}_{un, \frac{\alpha}{2}} = \Delta\hat{\mu} - \hat{d}_{\frac{\alpha}{2}} \quad \text{Gl. 23}$$

$$\Delta\hat{\mu}_{ob, \frac{\alpha}{2}} = \Delta\hat{\mu} + \hat{d}_{\frac{\alpha}{2}} \quad \text{Gl. 24}$$

$$\hat{d}_{\frac{\alpha}{2}} = t_{m, \frac{\alpha}{2}} \cdot \hat{\sigma}_{\Delta} \quad \text{Gl. 25}$$

Das Konfidenzintervall legt den Bereich fest, in welchem sich die geschätzten Mittelwerte der Verteilungen befinden müssen, um denselben Erwartungswert der Grundgesamtheit aufzuweisen. Liegen die Werte nicht in diesem Bereich so wird die Nullhypothese abgelehnt.

## 6.2.2 Dreipunktbelastungstest

Für die Texturanalyse ist keine Probenpräparation erforderlich. Die Kekse werden direkt auf die Dreipunktbiegevorrichtung des Texturanalysegeräts (Abb. 206 und Abb. 207) gelegt. Durch die Art der Auflagefläche, wird jede Probe für den Test gleich positioniert.



Abb. 206: TA.XTplus



Abb. 207: Instron

Das Druckwerkzeug, zu sehen in Abb. 208 und Abb. 209, bewegt sich mit einer Vorschubgeschwindigkeit von 0,3 mm/s durch das Probenmaterial.



Abb. 208: Druckwerkzeug TA.XTplus

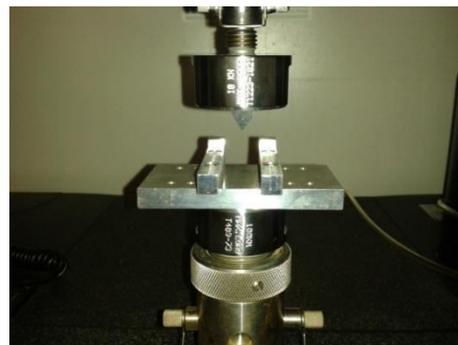


Abb. 209: Druckwerkzeug Instron

Die eigentliche Messung wird gestartet sobald das Druckwerkzeug eine Kraft von 15 g auf das Material auswirkt. Danach läuft die Messung bis das Werkzeug 3,5 mm vorgefahren ist. Zu diesem Zeitpunkt ist jeder Keks zerbrochen und die Messung wird beendet. Die bei der Messung maximal auftretende Druckkraft wird als Bruchkraft der Probe definiert. Gesteuert

wird die Messung von der Software Exponent der FA. Winopal (Winopal Forschungsbedarf GmbH, Ahsbeck).

Die Referenzmessungen am Instron (Instron Deutschland GmbH, Pfungstadt) erfolgen analog.

## 6.2.3 XRCT-Messverfahren

### 6.2.3.1 Probenpräparation

Da die mögliche Messauflösung sehr stark von der Größe der Probe abhängt, wird nicht der gesamte Keks im XRCT gemessen. Stattdessen wird aus der Mitte der Kekse eine  $3 \cdot 1 \cdot 0,5 \text{ cm}^3$  große Probe herausgeschnitten. Diese wird in eine Aluminiumhalterung eingesetzt, in der sie festgeschraubt werden kann. Die Halterung kann wiederum auf der Bühne des CTs fixiert werden. Zu sehen ist die Halterung in Abb. 210:



*Abb. 210:* CT-Probenhalterung

Die Halterung fixiert die Probe, sodass diese während der Rotation bei der Messung nicht verrutschen kann. Das ist immanant wichtig, da ansonsten im erhaltenen Volumendatensatz nach der Messung Fehler durch Bewegungseffekte entstehen.

### 6.2.3.2 Parameter und Messablauf

Für die XRCT-Messungen werden zwei unterschiedliche CT-Systeme verwendet. Das sind das nanotom s und das nanotom m der FA. General Electric (GE Sensing & Inspection Technologies, Wunstorf), zu sehen in den Abb. 211 und Abb. 212:



Abb. 211: nanotom s [136]



Abb. 212: nanotom m [137]

Die Röntgensysteme besitzen beide eine nanofocus Röntgenröhre und einen digitalen Feld-detektor. In die Röntgenröhre wird ein *Diamanttarget* eingesetzt (d.h. Kohlenstoff). Dieses liefert einen optimalen Röntgenkontrast auf den Projektionsbildern.

Gesteuert wird das Messsystem über die Software *xs|control* (zur Ansteuerung der Röntgenröhre) (GE Sensing & Inspection Technologies, Wunstorf) und die Software *datos|x 2 acquisition* (zur Steuerung des Messablaufs) (GE Sensing & Inspection Technologies, Wunstorf).

Betrieben wird das XRCT bei den Messungen mit großem Focus, d.h. der Röntgenstrahl wird nicht maximal fokussiert. Das ist allerdings bei der gewählten Auflösung von  $25\ \mu\text{m}$  auch nicht notwendig ( $25\ \mu\text{m}$  entsprechen einer Vergrößerung von 4). Die Röhre wird mit 75 kV und  $80\ \mu\text{A}$  betrieben. Das entspricht einer Leistung von 6 W.

Der Abstand in dem die Projektionsbilder aufgenommen werden beträgt 250 ms. Dadurch, dass über mehrere Projektionen gemittelt wird, werden während der Rotation von  $360^\circ$  800 Projektionsbilder erhalten. Ein Projektionsbild sowie das zugehörige Grauwert histogramm sind in Abb. 213 und Abb. 214 dargestellt.

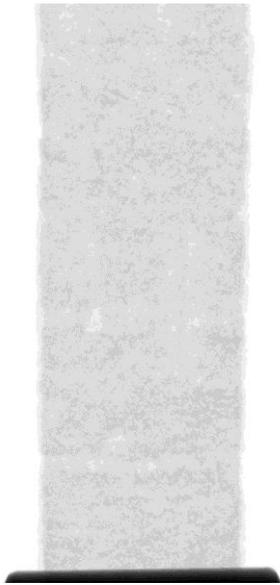


Abb. 213: Projektionsbild

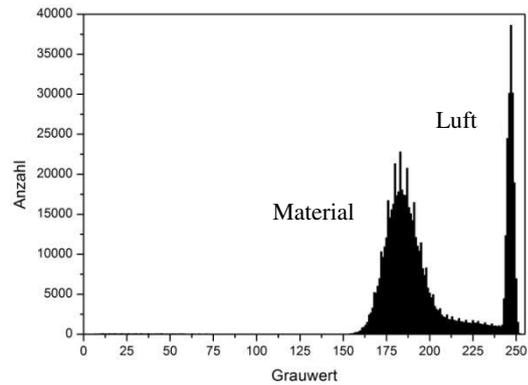


Abb. 214: Grauwert histogramm des Projektionsbilds

Theoretisch kann eine Auflösung von  $12,5 \mu\text{m}$  bei diesen Einstellungen erzielt werden. Da das jedoch nicht notwendig ist, werden jeweils zwei Voxel zu einem zusammengefasst (*Binning*). Dadurch wird die Datenmenge um die Hälfte reduziert und eine Auflösung von  $25 \mu\text{m}$  erreicht. Die Messzeit beträgt dabei 30 min.

Aus den 800 Projektionsbildern wird anschließend das 3D-Volumen der Probe rekonstruiert. Das erfolgt mit der Software *datos|x reconstruction* (GE Sensing & Inspection Technologies, Wunstorf). Rekonstruiert wird der Mittelteil der Probe mit einer Ausdehnung in z-Richtung von 870 Schichten. Hierdurch wird gewährleistet, dass jedes Probenvolumen nach der Rekonstruktion die gleiche Größe besitzt ( $2,2 \cdot 1 \cdot 0,5 \text{ cm}^3$ ). Ein 3D-Volumen und dessen Grauwert histogramm sind in Abb. 215 und Abb. 216 zu sehen:

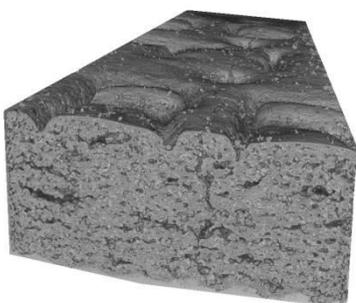


Abb. 215: 3D-Volumen

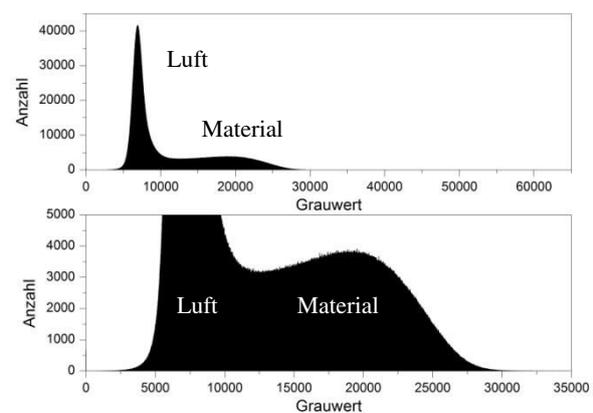
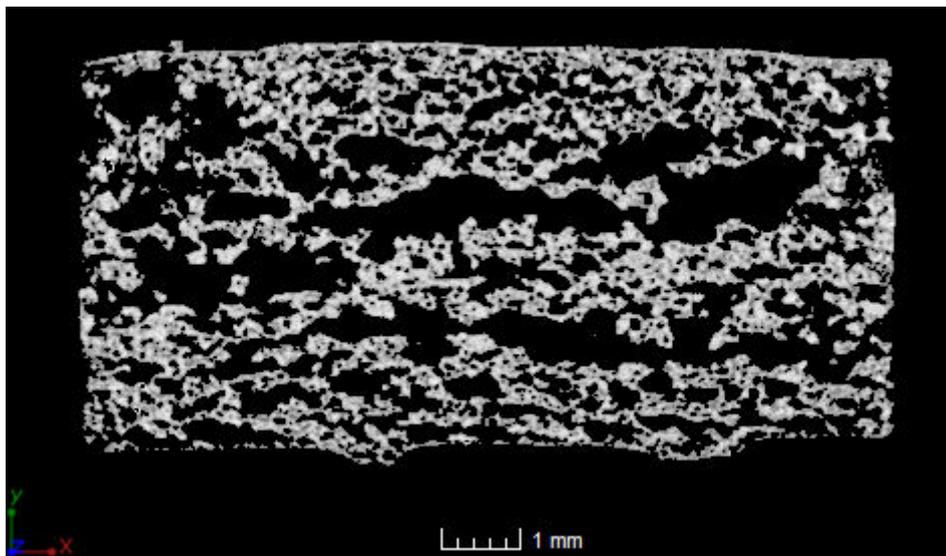


Abb. 216: Grauwert histogramm des 3D-Volumens

Aus dem erhaltenen Volumendatensatz können im Folgenden die Schichtbildstapel in jeder Raumrichtung isoliert werden. Das erfolgt mit der Software VGStudio Max 2.2 (Volume Graphics GmbH, Heidelberg). Als Dateityp für die Schichtbilder wird das Tagged Image File Format (TIF) gewählt, da es keinen Qualitätsverlust durch Bildkompression aufweist. In der Abb. 217 ist ein Schichtbild dargestellt, welches aus der z-Richtung des Volumens stammt:



*Abb. 217:* Schichtbild (abgeleitet aus der z-Richtung)

Die erhaltenen Bilder können anschließend zur Analyse im Graphic Analyzer verwendet werden.

#### **6.2.4 scCO<sub>2</sub>-Extraktion**

Bei diesem Verfahren wird die gute Löslichkeit von Fett in überkritischem Kohlenstoffdioxid genutzt, um die Fette aus den Keksen herauszulösen ohne dabei die Struktur der Keksmatrix zu beeinträchtigen.

Überkritisches CO<sub>2</sub> entsteht bei einer Temperatur von 31 °C und einem Druck von 73 bar. Diese relativ milden Bedingungen können in einer Anlage im Technikumsmaßstab leicht erzeugt werden. Abb. 218 zeigt den Prototyp eines solchen Systems, wie es für die Extraktion eingesetzt wurde:

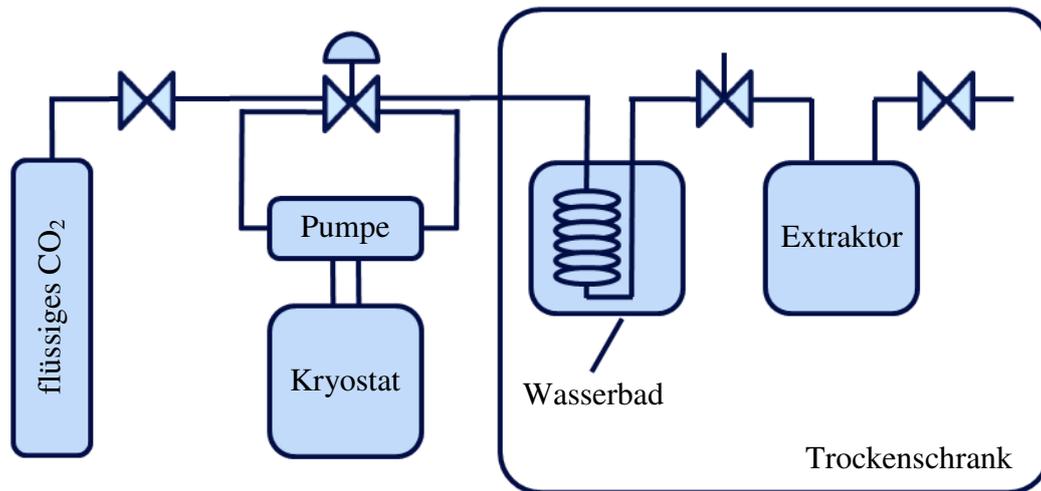


Abb. 218: Schematische Darstellung der Extraktionsanlage

Zu Beginn wird die gesamte Anlage mit  $\text{CO}_2$  gespült um die Luft aus dem Reaktor zu verdrängen. Das Kohlenstoffdioxid aus der Gasflasche besitzt einen Druck von ca. 50 bar. Das Gas muss demnach weiter komprimiert werden, um den benötigten Druck zu erreichen. Das wird über eine, mit einem Kryostaten, verbundene Pumpe unter Ausnutzung des Joule-Thomson-Effekts erreicht. Das Kohlenstoffdioxid wird durch ein Wasserbad geleitet und dabei auf die benötigten  $31\text{ }^\circ\text{C}$  erwärmt. Weiterhin stehen Wasserbad und Extraktor in einem entsprechend beheizten Trockenschrank.

Am Kritischen Punkt geht das Gas in den überkritischen Zustand über. Danach steigt der Druck sehr schnell an. Ist der gewünschte Arbeitsdruck von ca. 160 bar erreicht, werden die Reaktorventile geschlossen und die Extraktion über eine Zeitspanne von 3 h durchgeführt. Die Druckflasche wird geschlossen und die Pumpe abgeschaltet.

Nach der Extraktion wird das  $\text{scCO}_2$  mit dem in ihm gelösten Fett über das Ventil hinter dem Reaktor abgelassen. Ist der Druck auf 1 bar gesunken kann der Reaktor geöffnet und die Probe entnommen werden. Über das Dreiwegeventil vor dem Reaktor wird das noch in den Leitungen befindliche  $\text{CO}_2$  abgelassen.

Die Extraktion kann im batch und im diskontinuierlichen Betrieb durchgeführt werden (Abb. 219 und Abb. 220). Im batch-Betrieb wird die Reaktion über 3 h in einem Druckbereich von 100 - 150 bar durchgeführt. Beim diskontinuierlichen Betrieb wird halbstündlich das beladene  $\text{scCO}_2$  aus dem Extraktor abgelassen bis ein Druck von ca. 100 bar erreicht ist. Dann wird der Extraktor wieder geschlossen und mit neuem überkritischen  $\text{CO}_2$  befüllt, bis der Druck wieder 160 bar erreicht. Die Gesamtzeit der Extraktion beträgt ebenfalls 3 h.

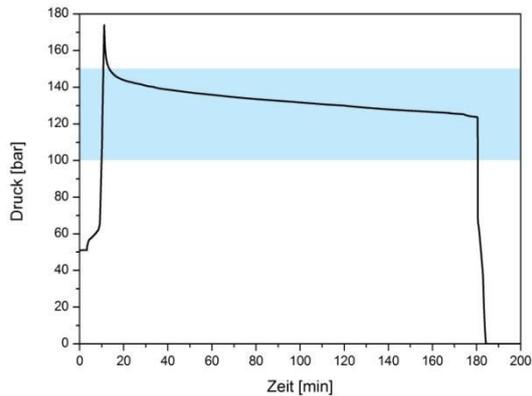


Abb. 219: Extraktion im batch Betrieb

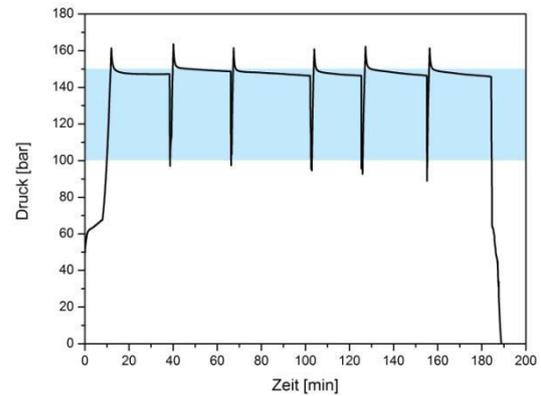


Abb. 220: Extraktion im diskontinuierlichen Betrieb

## 6.2.5 Festsubstratfärbung

Bei der Festsubstratfärbung ist es von besonderem Interesse, dass die Netzwerkstruktur der Kekse nicht beeinträchtigt wird. Auf herkömmlichen nasschemischen Weg werden die Fluoreszenzfarbstoffe gelöst und direkt auf die Proben aufgebracht.

Dabei kann die Intaktheit der Keksstruktur nicht gewährleistet werden. Um diese Problematik zu umgehen, wird wiederum  $\text{scCO}_2$  genutzt, um die Farbstoffe in die Proben zu transportieren.

Im Reaktor wird, in deionisiertem Wasser gelöstes, FITC in einem separaten Gefäß vorgelegt. Die Probe wird daneben im Reaktor platziert. Der schematische Aufbau der Anlage ist in Abb. 221 zu sehen:

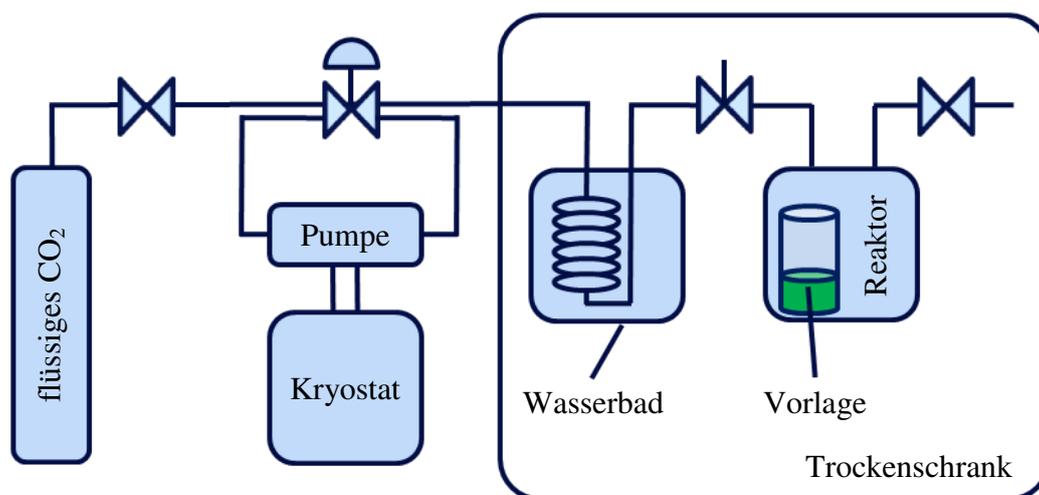


Abb. 221: Schematischer Aufbau der Anlage zum Transport der Fluoreszenzfarbstoffe

Zunächst wird das gesamte System eine Minute lang mit CO<sub>2</sub> gespült um die darin befindliche Luft zu verdrängen. Dann wird, wie in Kapitel 6.2.4 beschrieben, das CO<sub>2</sub> aus der Druckflasche komprimiert und erwärmt, bis es in den überkritischen Zustand übergeht. Ist ein Druck von ca. 160 bar im Reaktor erreicht, wird dieser geschlossen. Der Farbstoff löst sich im scCO<sub>2</sub> und gelangt zur Probe. Diese wird komplett durchdrungen wodurch die Bindung vom Farbstoff an die Zielmoleküle ermöglicht wird. Nach einer Dauer von einer Stunde wird das scCO<sub>2</sub> bis auf einen Druck von ca. 70 bar abgelassen und frisches Gas in den Reaktor gefüllt bis dieser wieder einen Druck von ca. 160 bar erreicht und abermals geschlossen wird. In der folgenden Phase wird über eine Dauer von wiederum einer Stunde nicht gebundener Farbstoff im scCO<sub>2</sub> gelöst und danach beim Belüften des Reaktors abgelassen. Auf diese Weise werden die Farbstoffe schonend in die Kekse eingebracht. Die Proben werden daraufhin in dünne Scheiben geschnitten um mittels CLSM untersucht werden zu können. Die einzelnen Phasen des Prozesses können Abb. 222 entnommen werden:

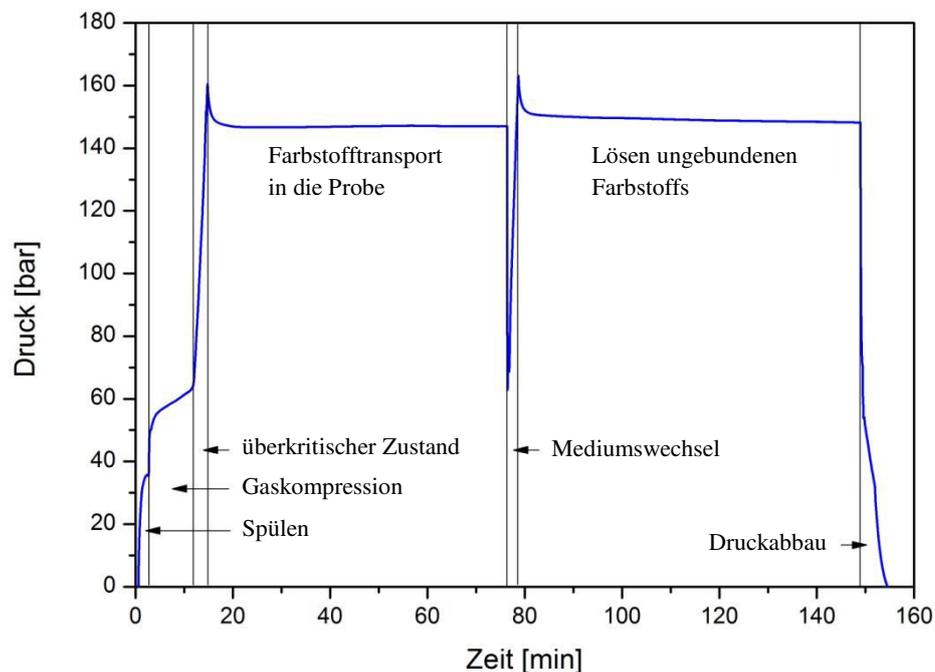


Abb. 222: Phasen des Farbstofftransports

## 6.3 Proben

### 6.3.1 Probenliste

In Tab. 10 sind die Probenbezeichnungen, das dahinter stehende Produkt sowie die Produktionsdetails aufgelistet:

Tab. 10: Probenliste

Probenbezeichnung	Produkt	Produktionsdetails
HK11-09-x	Butterkeks	3 Tage Lagerung bei 20 °C
HK11-10-x	Butterkeks	3 Tage Lagerung bei 8 °C
HK11-11-x	Butterkeks	3 Tage Lagerung bei 38 °C
HK11-12-x	Butterkeks	3 Tage Lagerung bei 70 °C
HK11-13-x	Butterkeks	Anlage 311
HK11-15-x	Butterkeks	
HK11-16-x	Butterkeks	Anlage 321
MK11-01-x	Butterkeks	Zugabe von 150 g Enzym (K19)
MK11-02-x	Butterkeks	Zugabe von 100 g Enzym (K19)
MK11-11o-x	Butterkeks	
MK11-11-x	Butterkeks	Zugabe von 10% Puderzucker
MK11-12-x	Butterkeks	Zugabe von Mehl/Butter, Reduktion von Zucker/Sirup
MK11-13-x	Butterkeks	Zugabe von Trockenkleber
MK11-14-x	Butterkeks	Zugabe von Trockenkleber und Enzym (K19)
MK11-15-x	Petit Beurre	3 Tage Lagerung bei 20 °C
MK11-16-x	Petit Beurre	3 Tage Lagerung bei 8 °C
MK11-17-x	Petit Beurre	3 Tage Lagerung bei 38 °C
MK11-18-x	Petit Beurre	3 Tage Lagerung bei 70 °C
MK11-21-s	Butterkeks	Versuch 323 normaler Prozess
MK11-25-s	Butterkeks	Versuch 323 optimierter Prozess
MK12-05-x	Butterkeks	150 Reihen (5,2 min), 1,5% Feuchte
MK12-06-x	Butterkeks	172 Reihen (4,6 min), 1,6% Feuchte
MK12-07-x	Butterkeks	192 Reihen (4,2 min), 1,7% Feuchte

HK = Hartkeks, MK = Mürbekeks

### 6.3.2 Statistische Kennzahlen

Nachfolgend sind die Statistischen Kennzahlen aller Proben geordnet nach den Versuchsreihen aufgelistet. Dabei weisen die Kennzahlen folgende Einheiten auf: Bruchkraft [N], Fläche [mm<sup>2</sup>], Länge [µm], Durchmesser [µm], Raumausrichtung [°], Wandungsdicke [µm], Porosität [%], Kanallänge [%] und Konnektivität [%]. Exzentrizität, Kompaktheit und Poren > 4 mm<sup>2</sup> weisen keine Einheit auf.

## Referenzmuster

Tab. 11: Statistische Kennzahlen HK11-15-x

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	4,65	8,61	6,29	6,41	0,93	5,81	6,64
Fläche	0,000625	18,75	0,06585089	0,0025	0,49228903	0,000625	0,00625
Länge	0	7875	170,724657	50	567,648554	0	100
Durchmesser	28,2094792	4.886,02512	117,246645	56,4189584	264,758884	28,2094792	89,2062058
Exzentrizität	1	2.841,78047	5,4236818	2,23606798	19,8116875	1	4,25045655
Kompaktheit	0,77301916	86,6150984	4,70183572	2,59734436	6,33265537	1,69904007	4,82462614
Raumausrichtung	-89,9998499	90	17,4946943	17,296144	63,7398783	-45	85,2688388
Wandungsdicke	25	1200	128,793491	116,666667	58,6318657	90	150
Porosität	52,5663206	97,3899494	62,8250366	62,6201461	3,48550448	60,5824683	64,7773016
Kanallänge	40,3508772	100	86,5247887	91,9254658	12,9082856	79,3432718	96,5317919
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	205	251	230,8	237	18,689272	212,5	246,25
Konnektivität	89,07022	93,0208	90,716673	90,501555	1,18610826	90,3463425	91,3511175

Tab. 12: Statistische Kennzahlen MK11-26-x

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	2,44	7,75	5,3	5,48	1,47	4,11	6,47
Fläche	0,000625	13,60875	0,05861983	0,0025	0,439399	0,000625	0,006875
Länge	0	7850	155,937947	50	502,204802	0	100
Durchmesser	28,2094792	4.162,59518	114,351065	56,4189584	248,114884	28,2094792	93,560258
Exzentrizität	1	3.645,6914	5,10307617	2,23606798	18,2964728	1	4,12310563
Kompaktheit	0,77301916	83,1128365	4,33239618	2,43581019	5,7722417	1,61760087	4,32674779
Raumausrichtung	-89,999409	90	17,3935055	10,9007051	59,9848655	-44,563484	79,6109159
Wandungsdicke	25	1225	149,582669	137,5	71,0023313	100	180,555556
Porosität	44,5790081	77,864283	59,6478529	59,5636294	4,44000444	56,651288	62,5048695
Kanallänge	38,3838384	100	89,8718789	95,4198177	11,8079469	85,9375	98,0295567
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	186	244	213,1	210,5	21,2207969	197	225,5
Konnektivität	85,41635	89,54149	87,285592	87,060935	1,63634719	85,725905	88,84212

## Teig

Tab. 13: Statistische Kennzahlen MK11-01-x

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	0,453	6,103	2,35343333	1,5965	1,71202547	1,02175	3,7185
Fläche	0,000625	14,195	0,13339857	0,003125	0,94621266	0,00125	0,008125
Länge	0	7750	195,699257	50	675,89102	25	100
Durchmesser	28,2094792	4.251,30984	145,064004	63,0783131	385,756627	39,894228	101,710724
Exzentrizität	1	1.250,96309	4,78509247	2,23606798	16,8978879	1,3867541	4,12310563
Kompaktheit	0,77301916	58,0685487	4,75368478	2,3272821	5,99038976	1,53645132	4,84991264
Raumausrichtung	-89,999823	90	18,6842248	16,1856153	58,329094	-27,548753	77,0668215
Wandungsdicke	25	875	118,655412	100	63,1057325	75	146,428571
Porosität	60,1980008	96,1168781	68,5825116	68,8254772	3,6393488	66,0168593	71,1090806
Kanallänge	59,7402597	100	99,4177263	99,5464829	2,17779155	99,4736842	100
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	477	477	477	477		477	477
Konnektivität	96,0285047	96,0285047	96,0285047	96,0285047		96,0285047	96,0285047

Tab. 14: Statistische Kennzahlen MK11-02-x

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	0,157	8,665	3,49213333	2,104	2,64139306	1,5725	6,115
Fläche	0,000625	14,123125	0,09425515	0,003125	0,7246964	0,00125	0,008125
Länge	0	7850	176,15562	50	589,885504	25	125
Durchmesser	28,2094792	4.240,53313	131,281767	63,0783131	320,587225	39,894228	101,710724
Exzentrizität	1	1.195,01447	5,00559955	2,33333333	17,7913582	1,41421356	4,12310563
Kompaktheit	0,82400212	66,7767917	4,56843061	2,39677485	6,09196812	1,60298844	4,41690645
Raumausrichtung	-89,9884021	90	16,2051908	6,30053218	58,8221631	-39,719117	74,9293068
Wandungsdicke	25	725	116,954245	100	59,5244058	75	140
Porosität	53,7389466	96,1168781	67,9546031	67,7639268	4,53689193	65,0470973	71,2266805
Kanallänge	61,2244898	100	98,7825158	99,4736842	4,14786133	99,0243902	99,5043348
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	393	393	393	393		393	393
Konnektivität	93,5395219	93,5395219	93,5395219	93,5395219		93,5395219	93,5395219

Tab. 15: Statistische Kennzahlen MK11-11-x

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	0,318	9,204	3,53036667	1,764	3,10513816	1,02375	6,844
Fläche	0,000625	13,825625	0,08861485	0,0025	0,70144037	0,00125	0,0075
Länge	0	7800	166,477459	50	571,392378	25	100
Durchmesser	28,2094792	4.195,63255	125,105493	56,4189584	311,733971	39,894228	97,7205024
Exzentrizität	1	1.057,9632	4,80109959	2,23606798	14,2818036	1	4,12310563
Kompaktheit	0,82245093	73,0685976	4,7591968	2,4088091	6,57921631	1,62424854	4,53884873
Raumausrichtung	-89,9908911	90	16,7271514	4,83667748	59,2123982	-41,028265	77,5750845
Wandungsdicke	25	875	118,002034	100	61,3557655	75	141,666667
Porosität	56,064975	80,0749712	66,9615167	66,3975394	4,59482446	63,7691565	70,100474
Kanallänge	53,4031414	100	98,4400871	99,4535519	5,18605987	98,9949749	99,4923858
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	348	348	348	348		348	348
Konnektivität	93,2024066	93,2024066	93,2024066	93,2024066		93,2024066	93,2024066

Tab. 16: Statistische Kennzahlen MK11-12-x

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	0,531	7,583	3,23233333	2,268	2,36289417	1,32325	5,2995
Fläche	0,000625	13,54125	0,0891542	0,0025	0,71819911	0,00125	0,006875
Länge	0	7800	162,580881	50	575,998864	25	100
Durchmesser	28,2094792	4.152,25902	123,420546	56,4189584	313,502093	39,894228	93,560258
Exzentrizität	1	2.152,11748	4,75681267	2,23606798	19,7282578	1	4,12310563
Kompaktheit	0,77301916	78,1709385	4,93971977	2,43739802	6,80803796	1,62419356	4,59900831
Raumausrichtung	-89,9891321	90	15,8849645	0	59,2634968	-44,319226	77,3099601
Wandungsdicke	25	1000	112,507289	100	56,0816365	75	137,5
Porosität	56,7762399	96,1168781	66,9577835	67,2818147	3,54311626	65,1191849	69,1192702
Kanallänge	54,3147208	100	98,4605371	99,4791667	5,12809697	99	99,5145631
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	390	390	390	390		390	390
Konnektivität	94,6593853	94,6593853	94,6593853	94,6593853		94,6593853	94,6593853

Tab. 17: Statistische Kennzahlen MK11-13-x

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	0,386	6,519	3,2883	2,945	2,13216531	1,28975	5,25825
Fläche	0,000625	13,59875	0,09628043	0,0025	0,76490102	0,00125	0,0075
Länge	0	7850	163,191447	50	583,609417	25	100
Durchmesser	28,2094792	4.161,06552	125,196598	56,4189584	326,979572	39,894228	97,7205024
Exzentrizität	1	659,662843	4,58752821	2,23606798	12,1167021	1,38675147	4,12310563
Kompaktheit	0,77529471	61,88651	4,72193473	2,47593333	6,14070819	1,66356399	4,55947089
Raumausrichtung	-89,999895	90	15,7817192	0	57,915346	-36,869898	73,8161079
Wandungsdicke	25	825	116,865522	100	59,9518441	75	140
Porosität	58,8235294	81,6993464	68,7899817	68,8292964	3,96563063	66,2544303	71,1745483
Kanallänge	61,1111111	100	98,9653601	99,4736842	3,22626925	99	99,5169082
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	341	341	341	341		341	341
Konnektivität	92,8325393	92,8325393	92,8325393	92,8325393		92,8325393	92,8325393

Tab. 18: Statistische Kennzahlen MK11-14-x

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	0,269	10,973	3,67576667	2,541	2,75616271	1,603	5,10275
Fläche	0,000625	13,32125	0,07041933	0,0025	0,5750634	0,00125	0,0075
Länge	0	7825	156,746777	50	524,924268	25	100
Durchmesser	28,2094792	4.118,39074	117,971358	56,4189584	275,217042	39,894228	97,7205024
Exzentrizität	1	1.538,95651	4,91720326	2,28538025	16,6668744	1,34164079	4,12310563
Kompaktheit	0,82245093	73,5879124	4,84425392	2,49030497	6,7292547	1,67787352	4,57258
Raumausrichtung	-89,997891	90	13,266642	0	58,868672	-45	72,549055
Wandungsdicke	25	812,5	122,639297	108,333333	61,6116373	75	150
Porosität	51,6147636	77,1722414	64,1790771	63,9072848	4,4614773	60,7963283	66,9574202
Kanallänge	70,0483092	100	98,8891865	99,078341	1,82857073	98,6425339	99,5305164
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	345	345	345	345		345	345
Konnektivität	94,2652026	94,2652026	94,2652026	94,2652026		94,2652026	94,2652026

## Fördern

Tab. 19: Statistische Kennzahlen MK11-21-s E

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	0,309	9,515	4,57283333	4,306	3,00007628	1,704	7,50025
Fläche	0,000625	10,2825	0,04651156	0,0025	0,35893753	0,000625	0,00625
Länge	0	7850	145,445496	50	476,288518	0	100
Durchmesser	28,2094792	3.618,29872	106,155605	56,4189584	218,97897	28,2094792	89,2062058
Exzentrizität	1	2.067,89889	5,16355554	2,23606798	18,0591906	1	4,2620189
Kompaktheit	0,82245093	83,7457959	4,84924755	2,64731454	6,69397112	1,77217526	4,85345805
Raumausrichtung	-89,9929323	90	17,5108452	10,9337232	60,6079717	-45	81,5269322
Wandungsdicke	25	1150	134,651123	125	62,1842579	92,8571429	162,5
Porosität	50,0192234	67,6662822	58,3892933	58,5461908	2,95160251	56,5397351	60,1980008
Kanallänge	46,5240642	100	86,5903927	93,956044	13,8064718	74,7311828	97,7900552
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	190	190	190	190		190	190
Konnektivität	86,757528	86,757528	86,757528	86,757528		86,757528	86,757528

Tab. 20: Statistische Kennzahlen MK11-21-s F

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	3,788	11,769	9,5909	9,7995	1,54408706	8,80875	10,5565
Fläche	0,000625	10,9325	0,04074585	0,001875	0,27417154	0,000625	0,00625
Länge	0	7875	149,504286	50	456,324706	0	100
Durchmesser	28,2094792	3.730,91025	105,853682	48,8602512	201,679436	28,2094792	89,2062058
Exzentrizität	1	3.014,0035	5,3477338	2,40461802	21,9508643	1	4,31652064
Kompaktheit	0,77301916	52,6857829	4,002251	2,48877873	4,55214925	1,67360778	4,36508588
Raumausrichtung	-89,9992009	90	16,2775519	10,9007051	63,9095324	-45	85,0135728
Wandungsdicke	25	950	169,34826	155	77,7818218	113,888889	201,354489
Porosität	40,5420992	96,1168781	53,1900591	53,046905	4,51106166	50,3515586	55,7323533
Kanallänge	32,5358852	99,0566038	68,0826112	65,8161273	17,6533806	53,2992633	84,439562
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	105	105	105	105		105	105
Konnektivität	82,0337017	82,0337017	82,0337017	82,0337017		82,0337017	82,0337017

Tab. 21: Statistische Kennzahlen MK11-25-s E

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	0,78	9,482	5,3033	6,4055	3,01244199	2,07175	8,03125
Fläche	0,000625	11,66875	0,05055433	0,0025	0,40219077	0,00125	0,006875
Länge	0	7800	144,879744	50	467,335705	0	100
Durchmesser	28,2094792	3.854,4927	108,60858	56,4189584	229,286881	39,894228	93,560258
Exzentrizität	1	1.117,06656	4,91099976	2,23606798	14,9412764	1	4,12310563
Kompaktheit	0,77301916	85,6129592	4,58088497	2,50708916	6,2763305	1,6765869	4,50800677
Raumausrichtung	-89,9991612	90	18,8839064	18,4349483	59,782205	-37,534291	80,3846638
Wandungsdicke	25	800	136,889754	125	64,3909764	96,8497984	166,666667
Porosität	49,4521338	70,6459054	59,7178328	59,8022984	4,21280154	56,4806805	62,3400704
Kanallänge	48,2926829	99,5238095	90,523817	97,6744186	13,2955428	86,631016	98,974359
Poren $\geq 4 \text{ mm}^2$	199	199	199	199		199	199
Konnektivität	86,2808064	86,2808064	86,2808064	86,2808064		86,2808064	86,2808064

Tab. 22: Statistische Kennzahlen MK11-25-s F

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	0,969	12,589	6,57326667	7,6475	3,17978055	3,565	8,8705
Fläche	0,000625	10,570625	0,04564337	0,0025	0,33366676	0,000625	0,006875
Länge	0	7775	147,484965	50	458,214342	0	100
Durchmesser	28,2094792	3.668,6425	107,787955	56,4189584	215,631967	28,2094792	93,560258
Exzentrizität	1	1.738,06367	5,14806907	2,27044684	16,2787193	1	4,2170266
Kompaktheit	0,77301916	76,6646502	4,19987004	2,48833224	5,32768708	1,67100906	4,31571392
Raumausrichtung	-89,9954394	90	17,3088025	15,0706932	62,5499433	-45	83,6552701
Wandungsdicke	25	1125	154,139415	137,5	75,0876082	100	187,5
Porosität	43,6658977	96,1168781	56,9867172	57,0315543	4,42355833	53,9552095	60,2076125
Kanallänge	38,2352941	99,5708155	78,911386	80,7602022	16,1604207	65,4545455	94,40091
Poren $\geq 4 \text{ mm}^2$	151	151	151	151		151	151
Konnektivität	84,0823001	84,0823001	84,0823001	84,0823001		84,0823001	84,0823001

## Backen

Tab. 23: Statistische Kennzahlen MK12-05-x

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	1,509	9,45	6,83673333	7,081	1,79249083	5,744	8,13825
Fläche	0,000625	12,16313	0,07049536	0,0025	0,46843945	0,00125	0,00875
Länge	0	7850	188,090585	50	562,049999	25	125
Durchmesser	28,20948	3.935,29818	129,987494	56,41896	269,927367	39,89423	105,55021
Exzentrizität	1	6.986,42751	5,64374927	2,53981	26,715694	1,41421	4,50757
Kompaktheit	0,77302	69,74742	4,25220365	2,40839	5,52938603	1,59619	4,3182475
Raumausrichtung	-89,99655	90	15,6186052	8,34962	61,3497179	-45	79,1108375
Wandungsdicke	25	1175	167,476937	150	86,2600193	106,25	200
Porosität	38,39869	70,04998	57,3583713	57,5644	5,01364579	53,7438325	60,87898
Kanallänge	31,53153	100	86,4548246	94,48618	15,2350805	76,618535	98,10427
Poren $\geq 4 \text{ mm}^2$	147	231	191,333333	196	42,1939964	171,5	213,5
Konnektivität	85,34049	89,66945	87,2430333	86,71916	2,2115167	86,029825	88,194305

Tab. 24: Statistische Kennzahlen MK12-06-x

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	2,521	9,494	5,54666667	5,396	1,28619584	4,921	5,91325
Fläche	0,000625	13,55313	0,07351336	0,0025	0,5256338	0,00125	0,0075
Länge	0	7875	174,832105	50	552,141749	0	100
Durchmesser	28,20948	4.154,07928	125,599824	56,41896	278,971175	39,89423	97,7205
Exzentrizität	1	6.305,88111	5,16392665	2,23607	23,2237403	1,36262	4,12311
Kompaktheit	0,77302	80,03414	4,32517799	2,3778	5,79979849	1,59018	4,2999225
Raumausrichtung	-89,9998	90	15,4816176	0	59,6672112	-45	76,274275
Wandungsdicke	25	1225	157,23253	143,75	75,9370576	100	191,66667
Porosität	46,92426	81,46867	60,0914436	59,54269	5,07236492	56,87236	62,7042475
Kanallänge	48,14815	100	92,0399067	96,794495	10,5613675	91,94156	98,5832325
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	231	300	256	237	38,2230297	234	268,5
Konnektivität	88,89416	89,24103	89,0464067	89,00403	0,17727531	88,949095	89,12253

Tab. 25: Statistische Kennzahlen MK12-07-x

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	0,962	7,794	3,79633333	2,8	2,41080353	1,60525	5,83625
Fläche	0,000625	12,22688	0,06615985	0,0025	0,44938697	0,00125	0,00813
Länge	0	7875	180,775728	50	548,971553	0	125
Durchmesser	28,20948	3.945,59764	125,972453	56,41896	261,473329	39,89423	101,71072
Exzentrizität	1	5.286,6169	5,66018545	2,43546	24,700807	1,38675	4,50071
Kompaktheit	0,77529	94,83004	4,77042502	2,49428	6,79644931	1,648	4,633695
Raumausrichtung	-89,99954	90	14,870548	0	60,9903557	-45	78,69007
Wandungsdicke	25	1075	146,815708	131,25	71,7910671	100	175
Porosität	45,46328	73,18339	58,3619497	58,43814	4,08642193	55,8655325	60,83285
Kanallänge	39,89071	100	87,546859	95,225435	14,3719176	77,5580675	98,3584075
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	169	214	197,333333	209	24,6644143	189	211,5
Konnektivität	85,61092	87,86527	86,9990867	87,52107	1,21444367	86,565995	87,69317

## Kühlen

Tab. 26: Statistische Kennzahlen HK11-13-x\_1

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Fläche	0,000625	18,75	0,08319599	0,0025	0,60456623	0,000625	0,006875
Länge	0	7850	172,882796	50	587,466875	0	100
Durchmesser	28,2094792	4.886,02512	124,846027	56,4189584	300,571169	28,2094792	93,560258
Exzentrizität	1	1.628,63577	4,61386956	2,23606798	15,6957402	1	4,12310563
Kompaktheit	0,80030422	56,428694	3,61602048	2,22936074	4,27137274	1,4952439	3,84270186
Raumausrichtung	-89,9998013	90	17,5537977	18,4349483	62,4780649	-45	84,0569638
Wandungsdicke	25	925	139,011037	125	66,2244374	100	167,5
Porosität	51,384083	97,3899494	67,9997626	68,4878587	4,77268988	65,1864667	71,1168781
Kanallänge	68,7615527	100	95,4899999	97,4382412	6,15288498	94,9883958	99,4425779
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	362	362	362	362	362	362	362
Konnektivität	90,976672	90,976672	90,976672	90,976672	90,976672	90,976672	90,976672

Tab. 27: Statistische Kennzahlen HK11-13-x\_2

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Fläche	0,000625	13,651875	0,08233155	0,0025	0,60748745	0,000625	0,00625
Länge	0	7800	168,823478	50	582,910324	0	100
Durchmesser	28,2094792	4.169,18543	122,881774	56,4189584	299,547939	28,2094792	89,2062058
Exzentrizität	1	8.117,04934	4,63684867	2,23606798	36,3270531	1	3,9675533
Kompaktheit	0,79674934	46,5810032	3,68021939	2,23547813	4,28771808	1,49471219	3,96087396
Raumausrichtung	-89,9963598	90	18,0829021	18,4349483	62,0284252	-45	84,1722864
Wandungsdicke	25	900	135,838271	125	64,9101573	100	162,5
Porosität	51,8550557	78,8927336	68,4391172	68,930983	4,6182496	65,7607651	71,5614187
Kanallänge	52,3809524	100	91,0117736	93,1034483	8,2316226	87,7729258	97,0464135
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	388	388	388	388	388	388	388
Konnektivität	90,9033037	90,9033037	90,9033037	90,9033037	90,9033037	90,9033037	90,9033037

Tab. 28: Statistische Kennzahlen HK11-13-x\_3

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Fläche	0,000625	13,681875	0,08127451	0,001875	0,60811189	0,000625	0,00625
Länge	0	7850	165,349988	50	576,571367	0	100
Durchmesser	28,2094792	4.173,7638	121,390727	48,8602512	297,904851	28,2094792	89,2062058
Exzentrizität	1	2.363,75967	4,50222373	2,23606798	17,2341937	1	3,82256155
Kompaktheit	0,80030422	50,2914801	3,68997546	2,2012083	4,47003798	1,48737946	3,94277482
Raumausrichtung	-89,9973093	90	17,6374281	12,5390112	61,8607313	-45	83,7355962
Wandungsdicke	25	1150	135,012941	125	63,9347519	95	162,5
Porosität	52,0665129	78,9119569	68,6398808	69,2810458	4,60024204	65,9626105	71,7176086
Kanallänge	49,7835498	100	91,6125259	93,5344828	7,74539428	88,5527888	97,4895397
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	389	389	389	389		389	389
Konnektivität	91,6773395	91,6773395	91,6773395	91,6773395		91,6773395	91,6773395

Tab. 29: Statistische Kennzahlen HK11-13-x\_4

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Fläche	0,000625	13,845	0,08094107	0,001875	0,61175665	0,000625	0,00625
Länge	0	7800	163,793145	50	573,610203	0	100
Durchmesser	28,2094792	4.198,57136	120,652705	48,8602512	297,491797	28,2094792	89,2062058
Exzentrizität	1	1.014,71013	4,43142638	2,23606798	13,6999865	1	3,80291327
Kompaktheit	0,79976676	49,6186414	3,72262905	2,21242845	4,46284396	1,49936399	3,9769575
Raumausrichtung	-89,9998863	90	17,5864492	10,9007051	61,6131978	-45	83,5632051
Wandungsdicke	25	925	133,978183	125	63,0599061	91,6666667	162,5
Porosität	52,1914648	78,7293349	68,7955896	69,3627451	4,58802256	66,1169863	71,8675764
Kanallänge	52,742616	100	91,9685763	93,7238494	7,3541971	88,6020431	97,4789916
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	387	387	387	387		387	387
Konnektivität	91,371678	91,371678	91,371678	91,371678		91,371678	91,371678

Tab. 30: Statistische Kennzahlen HK11-13-x\_5

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Fläche	0,000625	13,838125	0,08085757	0,001875	0,62353841	0,000625	0,00625
Länge	0	7825	161,855651	50	570,634778	0	100
Durchmesser	28,2094792	4.197,52879	119,870258	48,8602512	297,629378	28,2094792	89,2062058
Exzentrizität	1	1.557,73397	4,42685652	2,23606798	15,7599188	1	3,82099081
Kompaktheit	0,80030422	58,8943614	3,73074489	2,22314537	4,56417955	1,49620006	3,94325077
Raumausrichtung	-89,9944424	90	17,3992741	10,0047712	61,5763703	-45	83,3421353
Wandungsdicke	25	750	132,771543	125	62,2874848	91,6666667	158,918651
Porosität	52,2971934	78,6812764	68,891615	69,5357555	4,58384013	66,2238766	71,9447245
Kanallänge	56,5789474	100	92,5741222	95	7,36955686	89,4855637	98,1395349
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	385	385	385	385		385	385
Konnektivität	91,8784204	91,8784204	91,8784204	91,8784204		91,8784204	91,8784204

Tab. 31: Statistische Kennzahlen HK11-13-x\_6

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Fläche	0,000625	13,625625	0,08058228	0,001875	0,61666555	0,000625	0,00625
Länge	0	7825	161,900503	25	572,316191	0	100
Durchmesser	28,2094792	4.165,17522	119,782082	48,8602512	297,075517	28,2094792	89,2062058
Exzentrizität	1	2.316,0061	4,45785582	2,23606798	18,4394656	1	3,76114456
Kompaktheit	0,77301916	57,8126978	3,73128339	2,23732479	4,45435637	1,48597634	4,00325192
Raumausrichtung	-89,9996196	90	17,3084796	6,01137293	61,3676236	-45	83,2246863
Wandungsdicke	25	1150	132,605046	125	62,8481603	91	158,333333
Porosität	52,5759323	79,0272972	68,970301	69,586742	4,57436615	66,3463619	72,0781106
Kanallänge	56,4814815	100	93,3597678	95,6140351	6,77227665	90,9286834	98,3050847
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	396	396	396	396		396	396
Konnektivität	91,5359614	91,5359614	91,5359614	91,5359614		91,5359614	91,5359614

## Lagern

Tab. 32: Statistische Kennzahlen HK11-09-x

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	1,837	12,575	9,00496667	9,2915	2,02751971	7,82325	10,28
Fläche	0,000625	12,83125	0,05802334	0,001875	0,52376997	0,000625	0,005
Länge	0	7650	128,269995	25	476,373832	0	75
Durchmesser	28,2094792	4.041,93702	100,292233	48,8602512	252,62569	28,2094792	79,7884561
Exzentrizität	1	2,975,76353	4,7156192	2,23606798	20,0802892	1	4,12310563
Kompaktheit	0,77301916	70,4119237	4,64944834	2,55929132	6,2930891	1,72268784	4,40801144
Raumausrichtung	-89,998043	90	18,1682887	18,4349483	61,2254218	-45	83,0834542
Wandungsdicke	25	700	115,863141	100	51,7402711	75	137,5
Porosität	56,9300269	72,3282691	66,3271983	66,487641	2,47429907	64,9145706	67,9738562
Kanallänge	48,0349345	100	89,6439908	96,8609865	13,483517	83,4782609	98,6842105
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	252	252	252	252		252	252
Konnektivität	91,5550948	91,5550948	91,5550948	91,5550948		91,5550948	91,5550948

Tab. 33: Statistische Kennzahlen HK11-10-x

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	5,407	13,121	9,06196667	9,102	1,73151368	8,12325	9,9475
Fläche	0,000625	4,46625	0,04909066	0,001875	0,26964705	0,000625	0,005625
Länge	0	3475	144,158394	25	404,333414	0	100
Durchmesser	28,2094792	2.384,66059	109,919155	48,8602512	224,549848	28,2094792	84,6284375
Exzentrizität	1	2.511,31395	5,00783899	2,55703648	16,6064142	1	4,47493983
Kompaktheit	0,82698103	38,2105654	4,33831906	2,725216	4,28973508	1,79909699	4,95512694
Raumausrichtung	-89,9915573	90	15,4677343	2,338709	61,5492905	-45	80,6147853
Wandungsdicke	25	650	119,682861	108,333333	52,0701812	87,5	141,666667
Porosität	56,9011918	73,2314494	64,4215863	64,7491349	2,81387766	62,6465782	66,3014225
Kanallänge	36,9668246	100	79,7463186	83,0097087	17,398028	62,8140704	97,0149254
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	13	13	13	13		13	13
Konnektivität	99,1564038	99,1564038	99,1564038	99,1564038		99,1564038	99,1564038

Tab. 34: Statistische Kennzahlen HK11-11-x

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	7,158	13,518	10,4678667	10,3865	1,57010126	9,185	11,5395
Fläche	0,000625	12,845625	0,05767477	0,001875	0,52235413	0,000625	0,005
Länge	0	7650	125,670173	25	470,51683	0	75
Durchmesser	28,2094792	4.044,20051	99,5562415	48,8602512	252,037715	28,2094792	79,7884561
Exzentrizität	1	1.645,83422	4,74532243	2,23606798	17,0169583	1	4,12310563
Kompaktheit	0,82400212	85,9844353	4,82465896	2,50360801	6,70812231	1,70951011	4,40534407
Raumausrichtung	-89,9967446	90	18,8400601	18,4349483	60,3869189	-45	81,6625399
Wandungsdicke	25	800	115,250986	100	51,4486072	75	137,5
Porosität	57,7758554	72,6355248	66,013875	65,6814687	2,78774615	64,2542603	68,0699731
Kanallänge	41,6666667	100	88,6194901	95	12,8732158	82,9383886	97,5490196
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	271	271	271	271		271	271
Konnektivität	90,4191497	90,4191497	90,4191497	90,4191497		90,4191497	90,4191497

Tab. 35: Statistische Kennzahlen HK11-12-x

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	7,048	10,935	9,1964	9,324	0,93499709	8,50575	9,766
Fläche	0,000625	14,26625	0,07640551	0,001875	0,73538434	0,000625	0,004375
Länge	0	7575	122,075868	25	510,481493	0	75
Durchmesser	28,2094792	4.261,96594	100,240222	48,8602512	295,356617	28,2094792	74,6352665
Exzentrizität	1	3.610,01394	4,47266096	2,23606798	21,1761922	1	4,12310563
Kompaktheit	0,82698103	46,0613597	5,01189147	2,63999397	5,90974515	1,77556074	4,98734736
Raumausrichtung	-89,998582	90	17,5796182	9,15506111	59,2984094	-40,71617	79,7111905
Wandungsdicke	25	550	95,0919146	87,5	41,9932097	75	112,5
Porosität	63,3410227	76,3926763	69,922926	69,857747	2,51986212	67,8296809	71,6719531
Kanallänge	55,6122449	100	98,3308473	99,4680851	5,07091606	98,974359	99,5024876
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	431	431	431	431		431	431
Konnektivität	96,5240535	96,5240535	96,5240535	96,5240535		96,5240535	96,5240535

Tab. 36: Statistische Kennzahlen MK11-15-x

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	0,1	0,5	0,3	0,3	0,14383899	0,2	0,4
Fläche	0,000625	10,721875	0,06351413	0,003125	0,41787332	0,00125	0,009375
Länge	0	7725	177,534562	50	505,684139	25	125
Durchmesser	28,2094792	3.694,7957	128,6172	63,0783131	253,627949	39,894228	109,254843
Exzentrizität	1	2.714,30504	5,62426673	2,53836205	24,8554763	1,58112435	4,50319956
Kompaktheit	0,77301916	102,805373	4,91366342	2,46372843	7,16513281	1,66020335	4,56702033
Raumausrichtung	-89,9983298	90	14,3327021	0	58,7253758	-45	71,5650517
Wandungsdicke	25	700	132,679408	125	61,8915164	91,6666667	162,5
Porosität	52,0184544	67,2049212	59,2876676	59,2358135	2,64546249	57,3913879	60,9188774
Kanallänge	54,4680851	100	93,754392	97,8401627	9,61434633	94,4680851	98,7234043
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	180	180	180	180		180	180
Konnektivität	84,3048439	84,3048439	84,3048439	84,3048439		84,3048439	84,3048439

Tab. 37: Statistische Kennzahlen MK11-16-x

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	0,198	2,952	1,59646667	1,5925	0,5919422	1,3125	1,95475
Fläche	0,000625	12,468125	0,09349696	0,003125	0,71245783	0,00125	0,00875
Länge	0	7875	173,561347	50	583,073619	25	125
Durchmesser	28,2094792	3.984,33304	130,807612	63,0783131	319,272813	39,894228	105,550206
Exzentrizität	1	1.349,58241	5,15266885	2,54950554	18,6910009	1,58112435	4,34836255
Kompaktheit	0,80030422	83,243562	5,11405674	2,41707288	7,69004957	1,6167973	4,40225989
Raumausrichtung	-89,9985285	90	14,0525402	0	58,1703807	-42,041907	71,5650517
Wandungsdicke	25	675	111,420209	100	52,8688069	75	133,333333
Porosität	55,7477893	73,3852364	65,2821228	65,2412088	2,53843062	63,6678201	66,8535376
Kanallänge	56,3559322	100	98,8755228	99,122807	2,7001333	98,7341772	99,1525424
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	352	352	352	352		352	352
Konnektivität	93,3756185	93,3756185	93,3756185	93,3756185		93,3756185	93,3756185

Tab. 38: Statistische Kennzahlen MK11-17-x

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	9,062	17,578	13,5854	13,5965	1,79122723	12,34725	14,65075
Fläche	0,000625	11,43125	0,07082845	0,003125	0,50420332	0,00125	0,00875
Länge	0	7850	177,666626	50	537,813706	25	125
Durchmesser	28,2094792	3.815,06482	129,236937	63,0783131	271,072682	39,894228	105,550206
Exzentrizität	1	881,964597	5,41640091	2,46280784	17,7889057	1,5811135	4,36135534
Kompaktheit	0,80030422	102,906898	5,22286657	2,44895592	7,99427687	1,6421798	4,68017314
Raumausrichtung	-89,9949487	90	15,5241072	5,06845576	58,5647072	-40,888915	72,7457379
Wandungsdicke	25	700	119,285534	107,142857	55,9917511	75	143,75
Porosität	53,7966167	68,1468666	61,2643301	61,3808749	2,43717866	59,8634058	62,9950497
Kanallänge	60,6694561	100	97,9388405	99,1304348	4,89186616	98,7026982	99,1561181
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	225	225	225	225		225	225
Konnektivität	88,409069	88,409069	88,409069	88,409069		88,409069	88,409069

Tab. 39: Statistische Kennzahlen MK11-18-x

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	11,092	18,627	14,2705333	14,3815	1,62632388	12,95425	15,19175
Fläche	0,000625	10,104375	0,05449828	0,003125	0,34892755	0,00125	0,00875
Länge	0	7750	168,602938	50	475,622129	25	125
Durchmesser	28,2094792	3.586,82169	122,571986	63,0783131	233,16533	39,894228	105,550206
Exzentrizität	1	1.937,67301	5,35201311	2,39130662	19,3822223	1,38676494	4,3661133
Kompaktheit	0,80030422	85,6781615	4,69358149	2,49899058	6,67538644	1,64910753	4,42095861
Raumausrichtung	-89,9962075	90	15,0698671	0	59,2991484	-45	74,6281493
Wandungsdicke	25	725	134,194225	125	62,0679112	93,75	162,5
Porosität	50,6632065	66,6666667	58,4211195	58,3333333	2,4963398	56,8819685	59,9048443
Kanallänge	42,9184549	100	85,2288361	91,2158869	14,3203541	73,7288136	97,4193189
Poren $\geq 4 \text{ mm}^2$	154	154	154	154		154	154
Konnektivität	82,603476	82,603476	82,603476	82,603476		82,603476	82,603476

## Fettextraktion

Tab. 40: Statistische Kennzahlen MK11-11o-x vor der Extraktion

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	0,378	10,423	2,1034	0,9095	2,74665833	0,603	1,3155
Fläche	0,000625	11,94875	0,05561621	0,0025	0,37595324	0,00125	0,0075
Länge	0	7875	169,856511	50	499,464788	0	100
Durchmesser	28,2094792	3.900,4642	119,872386	56,4189584	237,578581	39,894228	97,7205024
Exzentrizität	1	114.554,043	5,69368673	2,27059336	260,621071	1,36262018	4,12310563
Kompaktheit	0,79674934	63,5262585	3,55510719	2,33569535	3,87711773	1,55058942	3,91910043
Raumausrichtung	-89,998832	90	17,7371079	18,4349483	62,2861487	-45	82,4280786
Wandungsdicke	25	1125	174,166111	158,333333	84,3528595	116,666667	212,5
Porosität	41,6474433	96,1168781	56,7576383	56,3400857	5,28814507	53,2679739	60,0149331
Kanallänge	34,8258706	99,5283019	76,1807197	77,7777778	15,4072374	64,4792861	90,0497512
Poren $\geq 4 \text{ mm}^2$	126	188	157,666667	159	31,0214979	142,5	173,5
Konnektivität	82,25544	86,48127	83,6786267	82,29917	2,42725881	82,277305	84,39022

Tab. 41: Statistische Kennzahlen MK11-11o-x nach der Extraktion

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	0,378	10,423	2,1034	0,9095	2,74665833	0,603	1,3155
Fläche	0,000625	12,065	0,05530438	0,0025	0,38934905	0,00125	0,0075
Länge	0	7850	163,728869	50	493,714624	0	100
Durchmesser	28,2094792	3.919,39219	117,178651	56,4189584	238,08633	39,894228	97,7205024
Exzentrizität	1	4.218,81652	5,05097889	2,30222155	19,0448227	1,34164079	4,12310563
Kompaktheit	0,77301916	60,5146697	3,6942194	2,3493727	4,14561275	1,57197085	4,00161528
Raumausrichtung	-89,9995398	90	18,460673	18,4349483	61,385528	-45	81,650378
Wandungsdicke	25	1225	167,674274	150	81,3352439	112,5	200
Porosität	42,6182238	75,8842753	57,6437898	57,2523049	5,16469005	54,1458042	60,928489
Kanallänge	34,6534653	99,5238095	79,8191945	82,6732673	14,8827097	69,3467337	93,1928508
Poren $\geq 4 \text{ mm}^2$	136	217	172,333333	164	41,1379792	150	190,5
Konnektivität	81,98988	87,6821	84,21994	82,98784	3,03955506	82,48886	85,33497

## Rand- und Innenbereiche

Tab. 42: Statistische Kennzahlen HK11-16-x\_S1

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	5,296	10,568	7,88396667	7,549	1,38873806	6,91825	9,0415
Fläche	0,000625	12,82125	0,09079873	0,0025	0,62678935	0,000625	0,0075
Länge	0	7750	188,441067	50	606,488559	0	100
Durchmesser	28,2094792	4.040,36168	132,850755	56,4189584	312,986817	28,2094792	97,7205024
Exzentrizität	1	609,299367	4,90409911	2,23606798	14,2595472	1	4,12310563
Kompaktheit	0,79674934	53,7763868	3,73918477	2,31706636	4,48715947	1,55083601	4,02561267
Raumausrichtung	-89,9971947	90	12,5726629	0	63,4663937	-45	82,1143947
Wandungsdicke	25	700	131,485597	120,454545	59,7568624	94,3376068	153,125
Porosität	56,9396386	96,1168781	68,7578501	68,7800286	3,10587212	66,963706	70,7564398
Kanallänge	39,2857143	98,9949749	84,0573636	87,4358705	12,0540698	77,7489183	93,3333333
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	311	311	311	311		311	311
Konnektivität	91,1427435	91,1427435	91,1427435	91,1427435		91,1427435	91,1427435

Tab. 43: Statistische Kennzahlen HK11-16-x\_S2

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	5,296	10,568	7,88396667	7,549	1,38873806	6,91825	9,0415
Fläche	0,000625	13,490625	0,08662717	0,0025	0,60685507	0,000625	0,006875
Länge	0	7825	188,845913	50	624,758455	0	100
Durchmesser	28,2094792	4.144,48998	129,377132	56,4189584	305,876005	28,2094792	93,560258
Exzentrizität	1	1.585,02289	5,23368275	2,23606798	18,6584068	1	4,12310563
Kompaktheit	0,77301916	67,4091217	4,33221614	2,40026319	5,67392197	1,56368501	4,48793793
Raumausrichtung	-89,9992037	90	12,8025221	0	65,3066718	-45	85,2688388
Wandungsdicke	25	925	124,975417	112,5	58,2403437	87,5	150
Porosität	59,2656671	96,1168781	67,0160988	66,9357939	2,98451422	65,0615148	69,1128412
Kanallänge	41,2698413	99,4764398	89,6231433	94,1176471	11,0223136	86,4864865	97,2144195
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	271	271	271	271		271	271
Konnektivität	91,6707036	91,6707036	91,6707036	91,6707036		91,6707036	91,6707036

Tab. 44: Statistische Kennzahlen HK11-16-x\_S3

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	5,296	10,568	7,88396667	7,549	1,38873806	6,91825	9,0415
Fläche	0,000625	12,995	0,09417427	0,001875	0,66700917	0,000625	0,006875
Länge	0	7850	190,306573	50	634,17719	0	100
Durchmesser	28,2094792	4.067,64648	131,303108	48,8602512	320,417822	28,2094792	93,560258
Exzentrizität	1	921,658899	5,01846161	2,26904903	15,1763897	1	4,12310563
Kompaktheit	0,77529471	72,5826456	4,29452628	2,42043227	5,59374468	1,57635188	4,46982969
Raumausrichtung	-89,9992931	90	17,3705318	18,4349483	65,2674738	-45	86,9422483
Wandungsdicke	25	775	123,662665	112,5	56,6342749	87,5	150
Porosität	61,3321799	96,1168781	68,3694539	68,0699731	2,7800171	66,5465524	69,9778931
Kanallänge	45,026178	99,4680851	88,9834348	93,211442	10,8608826	85,7542971	96,3350785
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	315	315	315	315		315	315
Konnektivität	93,2696339	93,2696339	93,2696339	93,2696339		93,2696339	93,2696339

Tab. 45: Statistische Kennzahlen HK11-16-x\_S4

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	5,296	10,568	7,88396667	7,549	1,38873806	6,91825	9,0415
Fläche	0,000625	18,75	0,15907628	0,00375	0,99562727	0,00125	0,01125
Länge	0	7825	247,170739	50	750,262728	25	125
Durchmesser	28,2094792	4,886,02512	173,06302	69,0988299	415,446657	39,894228	119,682684
Exzentrizität	1	4.403,1632	5,00324361	2,23606798	29,9739199	1	3,64797099
Kompaktheit	0,80030422	56,2815466	4,36221909	2,15792944	5,84427592	1,43007034	4,2467008
Raumausrichtung	-89,9964141	90	8,92170766	0	52,7651883	-17,173123	50,8119829
Wandungsdicke	25	775	113,002599	100	54,8186828	75	133,333333
Porosität	63,3794694	97,3899494	70,0425645	69,8096886	3,4475098	68,6082276	71,0930399
Kanallänge	60,8938547	100	97,8555575	98,9304813	4,05102374	98,3425414	98,9583333
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	427	427	427	427		427	427
Konnektivität	95,8105049	95,8105049	95,8105049	95,8105049		95,8105049	95,8105049

Tab. 46: Statistische Kennzahlen HK11-16-x\_S5

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	5,296	10,568	7,88396667	7,549	1,38873806	6,91825	9,0415
Fläche	0,000625	12,87375	0,086843	0,001875	0,59011286	0,000625	0,006875
Länge	0	7850	189,010092	50	624,068928	0	100
Durchmesser	28,2094792	4,048,62539	129,893895	48,8602512	306,10613	28,2094792	93,560258
Exzentrizität	1	1.807,99043	5,38957424	2,23606798	21,1667094	1	4,12310563
Kompaktheit	0,79674934	58,5245557	4,43287024	2,43832484	5,84835443	1,5961938	4,52819413
Raumausrichtung	-89,9936154	90	16,8005718	14,596543	64,4649687	-45	86,1735378
Wandungsdicke	25	825	123,796977	112,5	56,8436917	87,5	150
Porosität	56,3148789	96,1168781	66,7485259	66,8679392	3,00951635	64,8649526	68,4064776
Kanallänge	48,2758621	99,5073892	87,3421195	91,1110569	11,1625252	82,8466007	95,8278796
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	273	273	273	273		273	273
Konnektivität	91,463565	91,463565	91,463565	91,463565		91,463565	91,463565

Tab. 47: Statistische Kennzahlen HK11-16-x\_S6

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	5,296	10,568	7,88396667	7,549	1,38873806	6,91825	9,0415
Fläche	0,000625	13,260625	0,08335335	0,0025	0,56121036	0,000625	0,006875
Länge	0	7800	187,660569	50	604,41564	0	100
Durchmesser	28,2094792	4,109,00866	130,001091	56,4189584	298,713584	28,2094792	93,560258
Exzentrizität	1	2,606,49601	5,1233094	2,23606798	20,1201646	1	4,12310563
Kompaktheit	0,77301916	63,5140722	3,93549206	2,35646545	4,75837283	1,56966579	4,19311832
Raumausrichtung	-89,9879583	90	21,3243093	39,6901703	62,089179	-39,623343	84,8475769
Wandungsdicke	25	1000	129,870312	117,105263	59,3867423	91,6666667	150
Porosität	57,881584	96,1168781	67,2709291	67,3587082	2,9083384	65,3444549	69,2869337
Kanallänge	36,7346939	99,4680851	82,4930078	85,5652629	13,0177796	73,2488498	93,5955882
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	253	253	253	253		253	253
Konnektivität	89,4675164	89,4675164	89,4675164	89,4675164		89,4675164	89,4675164

Tab. 48: Statistische Kennzahlen MK11-26-x\_S1

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	2,435	7,748	5,29586667	5,481	1,47082289	4,112	6,47225
Fläche	0,000625	13,22125	0,06318732	0,0025	0,45656503	0,000625	0,006875
Länge	0	7800	157,216617	50	490,10852	0	100
Durchmesser	28,2094792	4,102,90365	117,556758	56,4189584	258,135259	28,2094792	93,560258
Exzentrizität	1	1.179,79474	4,82464341	2,26385118	14,6334721	1	4,12310563
Kompaktheit	0,80030422	61,7503521	3,78443399	2,34692479	4,48868668	1,57845876	3,99020394
Raumausrichtung	-89,999778	90	13,8140119	0	58,4015816	-45	72,703856
Wandungsdicke	25	1125	159,909615	150	74,8305867	108,333333	195
Porosität	47,3952326	96,1168781	62,4632684	61,3329438	6,56993008	57,9344483	65,7522514
Kanallänge	32,8431373	99,5024876	80,660687	84,1695087	13,7315804	71,3057221	92,3995309
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	289	289	289	289		289	289
Konnektivität	86,9771571	86,9771571	86,9771571	86,9771571		86,9771571	86,9771571

Tab. 49: Statistische Kennzahlen MK11-26-x\_S2

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	2,435	7,748	5,29586667	5,481	1,47082289	4,112	6,47225
Fläche	0,000625	12,27125	0,06098945	0,0025	0,44225859	0,000625	0,006875
Länge	0	7825	160,501293	50	507,787708	0	100
Durchmesser	28,2094792	3,952,75104	116,907036	56,4189584	252,957896	28,2094792	93,560258
Exzentrizität	1	3,880,24584	5,04485452	2,32722534	24,4556865	1	4,15154986
Kompaktheit	0,77301916	71,7140728	4,00649426	2,38066611	4,94103448	1,59243995	4,15312568
Raumausrichtung	-89,9944248	90	14,8203215	0	61,1088341	-45	79,5857569
Wandungsdicke	25	1075	158,92895	150	75,4905517	104,166667	191,666667
Porosität	48,3564014	96,1168781	60,0625451	59,7162706	5,07882835	56,3080043	63,5861207
Kanallänge	42,1875	99,5073892	83,8920022	88,5505181	13,7383703	74,0790382	95,5610155
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	228	228	228	228		228	228
Konnektivität	86,7824302	86,7824302	86,7824302	86,7824302		86,7824302	86,7824302

Tab. 50: Statistische Kennzahlen MK11-26-x\_S3

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	2,435	7,748	5,29586667	5,481	1,47082289	4,112	6,47225
Fläche	0,000625	12,975	0,05911959	0,0025	0,44872344	0,000625	0,006875
Länge	0	7800	156,113007	50	508,77352	0	100
Durchmesser	28,2094792	4,064,51511	114,144955	56,4189584	249,489586	28,2094792	93,560258
Exzentrizität	1	1,445,58945	5,06243679	2,23606798	18,0165285	1	4,13129215
Kompaktheit	0,80030422	68,5141528	4,30347636	2,45183598	5,85762289	1,64329279	4,26805773
Raumausrichtung	-89,9998961	90	16,6184665	5,88414445	60,3917691	-45	79,501086
Wandungsdicke	25	850	152,056314	137,5	72,3002922	100	183,333333
Porosität	49,846213	96,1168781	59,8582438	59,5251826	4,22264025	57,2327951	61,9631459
Kanallänge	47,4747475	100	89,9831412	95,2038093	11,6108068	86,7681921	97,9591837
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	210	210	210	210		210	210
Konnektivität	87,6401001	87,6401001	87,6401001	87,6401001		87,6401001	87,6401001

Tab. 51: Statistische Kennzahlen MK11-26-x\_S4

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	2,435	7,748	5,29586667	5,481	1,47082289	4,112	6,47225
Fläche	0,000625	11,39625	0,05249691	0,0025	0,37334616	0,000625	0,006875
Länge	0	7800	157,491017	50	484,681653	0	100
Durchmesser	28,2094792	3,809,21989	113,559481	56,4189584	232,262714	28,2094792	93,560258
Exzentrizität	1	2,638,17169	5,20654128	2,23606798	19,5714869	1	4,22819065
Kompaktheit	0,79674934	80,1095954	4,32873491	2,48957507	5,66650013	1,64490186	4,42811362
Raumausrichtung	-89,9978691	90	17,2087499	10,9007051	60,7246847	-45	80,7678181
Wandungsdicke	25	1225	153,26622	140	71,9820841	100	187,5
Porosität	45,2326028	96,1168781	57,2325097	56,987697	3,81390442	54,7407263	59,5203768
Kanallänge	44,6078431	99,5192308	85,1700401	90,3791919	13,2413735	76,4289678	95,7640761
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	161	161	161	161		161	161
Konnektivität	84,5097807	84,5097807	84,5097807	84,5097807		84,5097807	84,5097807

Tab. 52: Statistische Kennzahlen MK11-26-x\_S5

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	2,435	7,748	5,29586667	5,481	1,47082289	4,112	6,47225
Fläche	0,000625	10,679375	0,05173231	0,0025	0,36061297	0,000625	0,006875
Länge	0	7825	155,472661	50	475,793439	0	100
Durchmesser	28,2094792	3,687,4656	113,442555	56,4189584	230,215077	28,2094792	93,560258
Exzentrizität	1	1,972,08593	5,2131158	2,28020165	18,4687885	1	4,19348325
Kompaktheit	0,80030422	57,924068	3,97914928	2,42179747	4,7830428	1,60568894	4,19624566
Raumausrichtung	-89,9996624	90	18,0693506	18,2222202	59,6928876	-39,547001	79,0992949
Wandungsdicke	25	1175	163,930527	150	76,1927142	112,5	200
Porosität	42,1280277	96,1168781	57,2638543	57,266436	5,38040136	53,7812444	60,3902345
Kanallänge	41,8604651	99,078341	81,218581	84,7454844	13,6870904	72,9893365	91,7774729
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	161	161	161	161		161	161
Konnektivität	83,7393771	83,7393771	83,7393771	83,7393771		83,7393771	83,7393771

Tab. 53: Statistische Kennzahlen MK11-26-x\_S6

Parameter	Min.	Max.	Mittelw.	Median	Stabw.	25%-Q.	75%-Q.
Bruchkraft	2,435	7,748	5,29586667	5,481	1,47082289	4,112	6,47225
Fläche	0,000625	11,498125	0,05348599	0,0025	0,36251163	0,000625	0,006875
Länge	0	7775	156,543995	50	470,011031	0	100
Durchmesser	28,2094792	3.826,20797	115,89086	56,4189584	233,816994	28,2094792	93,560258
Exzentrizität	1	1.134,10573	5,07443144	2,23606798	17,1792129	1	4,12310563
Kompaktheit	0,77301916	75,2443926	3,94088627	2,32073188	5,06227135	1,5541001	4,02926371
Raumausrichtung	-89,9949528	90	20,3141966	18,9374911	56,6487288	-18,434948	75,1275587
Wandungsdicke	25	1000	158,924814	150	73,3814794	108,333333	191,666667
Porosität	47,5778547	96,1168781	58,0946056	58,0476561	3,9696257	55,6084198	60,495613
Kanallänge	38,9162562	99,0196078	79,9588985	82,7586207	14,0100503	69,5702957	92,2984021
Poren $\geq 4$ mm <sup>2</sup>	162	162	162	162		162	162
Konnektivität	84,678339	84,678339	84,678339	84,678339		84,678339	84,678339

## 6.4 Abbildungsverzeichnis

Abb. 1: Prozessschema der Hartkeksfertigung .....	12
Abb. 2: Prozessschema der Mürbekeksfertigung.....	13
Abb. 3: Z-Knetter [6].....	14
Abb. 4: Front- und Rückseitenentlader [19] .....	15
Abb. 5: Horizontal Laminierer [19].....	16
Abb. 6: Rotationsschneider mit Rückführung des Teigverschnitts [19] .....	17
Abb. 7: Rotationsformer [19] .....	17
Abb. 8: A) zylindrische Poren, B) konische Poren, C) mehrschichtig mit Hohlräumen .....	22
Abb. 9: Zeolithstrukturen [35].....	23
Abb. 10: Al-Schaum-Kugeln [46] .....	25
Abb. 11: PM-Schaum [44].....	25
Abb. 12: C-SiC Komposit SEM-Bild [53].....	26
Abb. 13: Gesinterte Metallfasern [57] .....	27
Abb. 14: Röntgenspektrum.....	28
Abb. 15: Röntgenprozess.....	28
Abb. 16: Elektromagnetisches Spektrum [69] .....	29
Abb. 17: Klassische Röntgenröhre .....	29
Abb. 18: Röntgenröhre mit A) Reflektions- [76] und B) Transmissionstarget [77] .....	30
Abb. 19: Befestigung von Röntgenquelle und Detektor.....	31
Abb. 20: A) Fächer- [87] und B) Kegelstrahlverfahren [88].....	32
Abb. 21: Projektionen in Abhängigkeit von der Raumrichtung .....	35
Abb. 22: Rückprojektionsverfahren (FBP).....	35
Abb. 23: Vergleich TA und Instron (Hartkeks).....	38
Abb. 24: Vergleich TA und Instron (Mürbekeks) .....	38
Abb. 25: Schematischer Verlauf von Probenvolumen, Datenmenge und Messdauer in Abhängigkeit von der gewählten Auflösung .....	39
Abb. 26: Modularer Aufbau des Graphic Analyzers .....	39
Abb. 27: Algorithmus zur Ermittlung der 2D- und 3D-Poreneigenschaften .....	40
Abb. 28: Schichtbild.....	41
Abb. 29: Graustufenbild .....	41
Abb. 30: Histogramm der Grauwerte eines Schichtbilds.....	42
Abb. 31: Binärbild .....	42
Abb. 32: ROI des Binärbilds .....	43
Abb. 33: Invertiertes ROI .....	43
Abb. 34: Segmentierte Poren.....	43
Abb. 35: Moore- (links) und von-Neumann-Nachbar-schaft (rechts) (orange = Nachbarpixel des grünen Pixels)44	

<i>Abb. 36:</i> Porenrand mittels von-Neumann-Nachbarschaft (lila = Startpixel, gelb = doppelt eingehende Randpixel).....	44
<i>Abb. 37:</i> Voxelaufbau der Poren (rot und blau kennzeichnen die aufeinanderfolgenden Schichten) .....	45
<i>Abb. 38:</i> Algorithmus zur Sektoranalyse.....	46
<i>Abb. 39:</i> Binärbild mit Sektoren.....	46
<i>Abb. 40:</i> Ortsabhängige Porosität.....	47
<i>Abb. 41:</i> Algorithmus zur Kanaldetektion.....	48
<i>Abb. 42:</i> Binärbild mit konvexer Hülle (rot) .....	48
<i>Abb. 43:</i> Segmentierte Poren mit umgebenden Rechtecken.....	49
<i>Abb. 44:</i> Ausdehnung eines Porenkanals über 30 Schichten.....	49
<i>Abb. 45:</i> Zur Porenfläche gehörige Pixel (gelb).....	50
<i>Abb. 46:</i> Länge nach Regression (rot) und Maximale Länge (lila) .....	50
<i>Abb. 47:</i> Pore mit Haupt- (rot) und Nebenachse (lila).....	51
<i>Abb. 48:</i> Bestimmung des Porendurchmessers (der rote Kreis besitzt die gleiche Fläche wie die Pore) .....	51
<i>Abb. 49:</i> Pore mit größtem (rot) und geringstem (lila) Abstand vom Schwerpunkt (blau) zum Porenrand .....	52
<i>Abb. 50:</i> Polarer Abstand der Randpixel vom Poren-schwerpunkt.....	52
<i>Abb. 51:</i> Kompaktheit (v.l.n.r. Kreis 1, Ellipse 2, Polygon 10, Linie unendlich).....	52
<i>Abb. 52:</i> Fläche einer kleinen Pore (oben) und Rand einer kleinen Pore (unten).....	53
<i>Abb. 53:</i> Ungünstige Anordnung der Porenfläche (die Pore ist zu länglich trotz ausreichender Fläche, sodass der Rand auch hier überschätzt wird).....	53
<i>Abb. 54:</i> Anteil der Kompaktheit $\geq 0,98$ in Abhängigkeit von der Porengröße .....	54
<i>Abb. 55:</i> Raumausrichtung (Winkel (orange) zwischen der Hauptachse (rot) und der Vertikalen der Schicht (schwarz), Nebenachse (lila)).....	54
<i>Abb. 56:</i> Pore mit Normalenvektoren (rot).....	55
<i>Abb. 57:</i> Sich überlagernde Porenflächen (blau und rot), die zur Volumenberechnung zu einer einzigen Pore zusammengefasst werden.....	56
<i>Abb. 58:</i> Porenfläche (hellblau) auf einer Schicht.....	57
<i>Abb. 59:</i> Keksdimensionen und Probenkörper.....	57
<i>Abb. 60:</i> Modellschicht mit gleich großen runden Poren in gleichem Abstand (schwarz) und ROI (rot).....	61
<i>Abb. 61:</i> ROI der Modellschicht (die Poren sind nach der Invertierung weiß) .....	61
<i>Abb. 62:</i> Verteilung der Porenfläche .....	61
<i>Abb. 63:</i> Verteilung des Porendurchmessers.....	62
<i>Abb. 64:</i> Verteilung der Porenkompaktheit.....	62
<i>Abb. 65:</i> Normalenvektoren .....	62
<i>Abb. 66:</i> Verteilung der mittleren Wandungsdicke .....	62
<i>Abb. 67:</i> Modellschicht mit gleich großen länglichen Poren in gleichem Abstand (schwarz) und ROI (rot) .....	63
<i>Abb. 68:</i> ROI der Modellschicht (die Poren sind nach der Invertierung weiß) .....	63
<i>Abb. 69:</i> Verteilung der Porenfläche .....	63
<i>Abb. 70:</i> Verteilung des Porendurchmessers.....	64
<i>Abb. 71:</i> Verteilung der Kompaktheit .....	64
<i>Abb. 72:</i> Normalenvektoren .....	64
<i>Abb. 73:</i> Verteilung der mittleren Wandungsdicken .....	64
<i>Abb. 74:</i> Prozessübersicht .....	65
<i>Abb. 75:</i> Bruchkraftverteilung unveränderter Hartkekse.....	66
<i>Abb. 76:</i> Bruchkraftverteilung unveränderter Mürbekekse .....	66
<i>Abb. 77:</i> Schematisches Boxdiagramm.....	67
<i>Abb. 78:</i> Flächenverteilungen unveränderter Hartkekse.....	67
<i>Abb. 79:</i> Flächenverteilungen unveränderter Mürbekekse.....	67
<i>Abb. 80:</i> Längenverteilungen unveränderter Hartkekse .....	68
<i>Abb. 81:</i> Längenverteilungen unveränderter Mürbekekse.....	68
<i>Abb. 82:</i> Durchmesserverteilungen unveränderter Hartkekse .....	69
<i>Abb. 83:</i> Durchmesserverteilungen unveränderter Mürbekekse.....	69
<i>Abb. 84:</i> Exzentrizitätsverteilungen unveränderter Hartkekse .....	70

<i>Abb. 85:</i> Exzentrizitätsverteilungen unveränderter Mürbekekse .....	70
<i>Abb. 86:</i> Kompaktheitsverteilungen unveränderter Hartkekse .....	70
<i>Abb. 87:</i> Kompaktheitsverteilungen unveränderter Mürbekekse .....	70
<i>Abb. 88:</i> Verteilung der Raumausrichtung unveränderter Hartkekse .....	71
<i>Abb. 89:</i> Verteilung der Raumausrichtung unveränderter Mürbekekse .....	71
<i>Abb. 90:</i> Verteilung der Wandungsdicke unveränderter Hartkekse .....	72
<i>Abb. 91:</i> Verteilung der Wandungsdicke unveränderter Hartkekse .....	72
<i>Abb. 92:</i> Verteilung der Wandungsdicke unveränderter Mürbekekse .....	72
<i>Abb. 93:</i> Verteilung der Wandungsdicke unveränderter Mürbekekse .....	72
<i>Abb. 94:</i> Anpassung der Wandungsdickenverteilung der Hartkekse durch eine logarithmische Normalverteilung .....	73
<i>Abb. 95:</i> Anpassung der Wandungsdickenverteilung der Mürbekekse durch eine logarithmische Normalverteilung .....	73
<i>Abb. 96:</i> Verteilungen der Porositäten unveränderter Hartkekse .....	74
<i>Abb. 97:</i> Verteilungen der Porositäten unveränderter Hartkekse .....	74
<i>Abb. 98:</i> Verteilungen der Porositäten unveränderter Mürbekekse .....	74
<i>Abb. 99:</i> Verteilungen der Porositäten unveränderter Mürbekekse .....	74
<i>Abb. 100:</i> Verteilung der Kanallängen unveränderter Hartkekse .....	75
<i>Abb. 101:</i> Verteilung der Kanallängen unveränderter Mürbekekse .....	75
<i>Abb. 102:</i> Anzahl großer Poren unveränderter Hartkekse .....	76
<i>Abb. 103:</i> Anzahl großer Poren unveränderter Mürbekekse .....	76
<i>Abb. 104:</i> Konnektivität der unveränderten Hartkekse .....	76
<i>Abb. 105:</i> Konnektivität der unveränderten Mürbekekse .....	76
<i>Abb. 106:</i> Prozessschritt 1 (Rohstoffe) .....	78
<i>Abb. 107:</i> Prozessschritt 2 (Teig) .....	78
<i>Abb. 108:</i> Bruchkraftverteilungen bei veränderter Teigzusammensetzung .....	79
<i>Abb. 109:</i> Bruchkraftverteilungen bei veränderter Teigzusammensetzung .....	79
<i>Abb. 110:</i> Flächenverteilungen bei veränderter Teigzusammensetzung .....	80
<i>Abb. 111:</i> Anzahl großer Poren bei veränderter Teigzusammensetzung .....	80
<i>Abb. 112:</i> Längenverteilung bei veränderter Teigzusammensetzung .....	81
<i>Abb. 113:</i> Durchmesserverteilung bei veränderter Teigzusammensetzung .....	81
<i>Abb. 114:</i> Verteilung der Porosität bei veränderter Teigzusammensetzung .....	82
<i>Abb. 115:</i> Kanallängenverteilung bei veränderter Teigzusammensetzung .....	82
<i>Abb. 116:</i> Verteilung der mittleren Wandungsdicke bei veränderter Teigzusammensetzung .....	83
<i>Abb. 117:</i> Verteilung der mittleren Wandungsdicke bei veränderter Teigzusammensetzung .....	83
<i>Abb. 118:</i> Verteilung der Kompaktheit bei veränderter Teigzusammensetzung .....	83
<i>Abb. 119:</i> Verteilung der Exzentrizität bei veränderter Teigzusammensetzung .....	83
<i>Abb. 120:</i> Verteilung der Raumausrichtung der Poren bei veränderter Teigzusammensetzung .....	84
<i>Abb. 121:</i> Konnektivität bei veränderter Teigzusammensetzung .....	84
<i>Abb. 122:</i> Prozessschritt 4 (Fördern) .....	85
<i>Abb. 123:</i> Bruchkraftverteilung in Abhängigkeit von der Förderbandseite .....	86
<i>Abb. 124:</i> Flächenverteilung in Abhängigkeit von der Förderbandseite .....	86
<i>Abb. 125:</i> Längenverteilung in Abhängigkeit von der Förderbandseite .....	87
<i>Abb. 126:</i> Durchmesserverteilung in Abhängigkeit von der Förderbandseite .....	87
<i>Abb. 127:</i> Kanallängenverteilung in Abhängigkeit von der Förderbandseite .....	87
<i>Abb. 128:</i> Verteilung der Kompaktheit in Abhängigkeit von der Förderbandseite .....	87
<i>Abb. 129:</i> Verteilung der Porosität in Abhängigkeit von der Förderbandseite .....	88
<i>Abb. 130:</i> Verteilung der Wandungsdicke in Abhängigkeit von der Förderbandseite .....	88
<i>Abb. 131:</i> Prozessschritt 5 (Backen) .....	89
<i>Abb. 132:</i> Bruchkraftverteilung bei veränderter Backdauer .....	90
<i>Abb. 133:</i> Flächenverteilung bei veränderter Backdauer .....	90
<i>Abb. 134:</i> Längenverteilung bei veränderter Backdauer .....	91
<i>Abb. 135:</i> Durchmesserverteilung bei veränderter Backdauer .....	91

<i>Abb. 136:</i> Verteilung der großen Poren bei veränderter Backdauer .....	92
<i>Abb. 137:</i> Verteilung der Konnektivität bei veränderter Backdauer .....	92
<i>Abb. 138:</i> Auswirkungen schnellen Backtriebs .....	93
<i>Abb. 139:</i> Verteilung der Porosität bei veränderter Backdauer .....	93
<i>Abb. 140:</i> Verteilung der Wandungsdicke bei veränderter Backdauer .....	93
<i>Abb. 141:</i> Korrelation von Wandungsdicke und Bruchkraft bei veränderter Backdauer .....	94
<i>Abb. 142:</i> Kanallängenverteilung bei veränderter Backzeit .....	94
<i>Abb. 143:</i> Verteilung der Raumausrichtung bei veränderter Backzeit .....	94
<i>Abb. 144:</i> Verteilung der Kompaktheit bei veränderter Backdauer .....	95
<i>Abb. 145:</i> Verteilung der Exzentrizität bei veränderter Backdauer .....	95
<i>Abb. 146:</i> Prozessschritt 6 (Kühlen) .....	96
<i>Abb. 147:</i> Veränderung der Kanallänge mit der Zeit .....	97
<i>Abb. 148:</i> Veränderung der Porosität mit der Zeit .....	97
<i>Abb. 149:</i> Veränderung der Wandungsdicke mit der Zeit .....	98
<i>Abb. 150:</i> Anzahl großer Poren über den Zeitverlauf .....	98
<i>Abb. 151:</i> Veränderung der Kompaktheit mit der Zeit .....	98
<i>Abb. 152:</i> Veränderung der Exzentrizität mit der Zeit .....	98
<i>Abb. 153:</i> Prozessschritt 8 (Lagern) .....	100
<i>Abb. 154:</i> Bruchkraftverteilung der Hartkekse bei veränderter Lagertemperatur .....	101
<i>Abb. 155:</i> Bruchkraftverteilung der Mürbekekse bei veränderter Lagertemperatur .....	101
<i>Abb. 156:</i> Flächenverteilung der Hartkekse bei veränderter Lagertemperatur .....	102
<i>Abb. 157:</i> Flächenverteilung der Mürbekekse bei veränderter Lagertemperatur .....	102
<i>Abb. 158:</i> Längenverteilung der Hartkekse bei veränderter Lagertemperatur .....	102
<i>Abb. 159:</i> Längenverteilung der Mürbekekse bei veränderter Lagertemperatur .....	102
<i>Abb. 160:</i> Durchmesserverteilung der Hartkekse bei veränderter Lagertemperatur .....	103
<i>Abb. 161:</i> Durchmesserverteilung der Mürbekekse bei veränderter Lagertemperatur .....	103
<i>Abb. 162:</i> Anzahl großer Poren der Hartkekse bei veränderter Lagertemperatur .....	104
<i>Abb. 163:</i> Anzahl großer Poren der Mürbekekse bei veränderter Lagertemperatur .....	104
<i>Abb. 164:</i> Konnektivität der Hartkekse bei veränderter Lagertemperatur .....	105
<i>Abb. 165:</i> Konnektivität der Mürbekekse bei veränderter Lagertemperatur .....	105
<i>Abb. 166:</i> Porositätsverteilung der Hartkekse bei veränderter Lagertemperatur .....	105
<i>Abb. 167:</i> Porositätsverteilung der Mürbekekse bei veränderter Lagertemperatur .....	105
<i>Abb. 168:</i> Wandungsdickenverteilung der Hartkekse bei veränderter Lagertemperatur .....	106
<i>Abb. 169:</i> Wandungsdickenverteilung der Mürbekekse bei veränderter Lagertemperatur .....	106
<i>Abb. 170:</i> Verteilung der Porosität vor und nach der Extraktion .....	109
<i>Abb. 171:</i> Verteilung der Wandungsdicke vor und nach der Extraktion .....	109
<i>Abb. 172:</i> Ortsabhängige Porosität vor der Extraktion .....	109
<i>Abb. 173:</i> Ortsabhängige Porosität nach der Extraktion .....	109
<i>Abb. 174:</i> Verteilung der Kanallänge vor und nach der Extraktion .....	110
<i>Abb. 175:</i> Verteilung der Konnektivität vor und nach der Extraktion .....	110
<i>Abb. 176:</i> Flächenverteilung vor und nach der Extraktion .....	110
<i>Abb. 177:</i> Anzahl großer Poren vor und nach der Extraktion .....	110
<i>Abb. 178:</i> Leitfähigkeit in Abhängigkeit von der Temperatur .....	111
<i>Abb. 179:</i> Steigung der Leitfähigkeit in Abhängigkeit von der Mehlkonzentration .....	111
<i>Abb. 180:</i> Proteine (grün) in einem Hartkeks (Kantenlänge 640 µm) .....	112
<i>Abb. 181:</i> Proteine (grün) in einem Mürbekeks (Kantenlänge 640 µm) .....	112
<i>Abb. 182:</i> Korngrößen von Kristallzucker .....	113
<i>Abb. 183:</i> Korngrößen von Staubzucker .....	113
<i>Abb. 184:</i> Schnittfläche Mürbekeks (100x) .....	113
<i>Abb. 185:</i> Schnittfläche Mürbekeks (100x) .....	113
<i>Abb. 186:</i> Oberer Keksrand (100x) .....	114
<i>Abb. 187:</i> Unterer Keksrand (100x) .....	114
<i>Abb. 188:</i> Zuckernadel im Hartkeks (500x) .....	114

<i>Abb. 189:</i> Zuckernadel im Mürbekeks (500x).....	114
<i>Abb. 190:</i> Segmentunterteilung Hartkeks.....	115
<i>Abb. 191:</i> Segmentunterteilung Mürbekeks.....	115
<i>Abb. 192:</i> Flächenverteilung im Hartkeks.....	116
<i>Abb. 193:</i> Flächenverteilung im Mürbekeks.....	116
<i>Abb. 194:</i> Anzahl großer Poren im Hartkeks.....	116
<i>Abb. 195:</i> Anzahl großer Poren im Mürbekeks.....	116
<i>Abb. 196:</i> Kanallängenverteilung im Hartkeks.....	117
<i>Abb. 197:</i> Kanallängenverteilung im Mürbekeks.....	117
<i>Abb. 198:</i> Wandungsdickenverteilung im Hartkeks.....	118
<i>Abb. 199:</i> Wandungsdickenverteilung im Mürbekeks.....	118
<i>Abb. 200:</i> Verteilung der Kompaktheit im Hartkeks.....	118
<i>Abb. 201:</i> Verteilung der Kompaktheit im Mürbekeks.....	118
<i>Abb. 202:</i> Ausgangsmatrix der Merkmale (hellblau) und Zielmerkmal (Dunkelblau).....	120
<i>Abb. 203:</i> Schema des <i>feature-selection</i> -Algorithmus.....	120
<i>Abb. 204:</i> Häufigkeit der Merkmale.....	121
<i>Abb. 205:</i> Eigenschaften eines stabilen Kekses.....	123
<i>Abb. 206:</i> TA.XTplus.....	129
<i>Abb. 207:</i> Instron.....	129
<i>Abb. 208:</i> Druckwerkzeug TA.XTplus.....	129
<i>Abb. 209:</i> Druckwerkzeug Instron.....	129
<i>Abb. 210:</i> CT-Probenhalterung.....	130
<i>Abb. 211:</i> nanotom s [136].....	131
<i>Abb. 212:</i> nanotom m [137].....	131
<i>Abb. 213:</i> Projektionsbild.....	132
<i>Abb. 214:</i> Grauerthistogramm des Projektionsbilds.....	132
<i>Abb. 215:</i> 3D-Volumen.....	132
<i>Abb. 216:</i> Grauerthistogramm des 3D-Volumens.....	132
<i>Abb. 217:</i> Schichtbild (abgeleitet aus der z-Richtung).....	133
<i>Abb. 218:</i> Schematische Darstellung der Extraktionsanlage.....	134
<i>Abb. 219:</i> Extraktion im batch Betrieb.....	135
<i>Abb. 220:</i> Extraktion im diskontinuierlichen Betrieb.....	135
<i>Abb. 221:</i> Schematischer Aufbau der Anlage zum Transport der Fluoreszenzfarbstoffe.....	135
<i>Abb. 222:</i> Phasen des Farbstofftransports.....	136

## 6.5 Tabellenverzeichnis

<i>Tab. 1:</i> Allgemeine Teigzusammensetzung [7].....	14
<i>Tab. 2:</i> Bruchkraftdaten der unveränderten Hart- und Mürbekekscharge.....	66
<i>Tab. 3:</i> Kennzahlen unveränderter Hartkekse.....	77
<i>Tab. 4:</i> Kennzahlen unveränderter Mürbekekse.....	77
<i>Tab. 5:</i> Veränderung der Teigzusammensetzung.....	79
<i>Tab. 6:</i> Probenspezifikation Förderbandseite.....	86
<i>Tab. 7:</i> Veränderung der Backdauer.....	90
<i>Tab. 8:</i> Bruchkraftbereich je Charge und Backdauer.....	90
<i>Tab. 9:</i> Lagertemperaturen.....	100
<i>Tab. 10:</i> Probenliste.....	137
<i>Tab. 11:</i> Statistische Kennzahlen HK11-15-x.....	138
<i>Tab. 12:</i> Statistische Kennzahlen MK11-26-x.....	138
<i>Tab. 13:</i> Statistische Kennzahlen MK11-01-x.....	138
<i>Tab. 14:</i> Statistische Kennzahlen MK11-02-x.....	139
<i>Tab. 15:</i> Statistische Kennzahlen MK11-11-x.....	139

<i>Tab. 16:</i> Statistische Kennzahlen MK11-12-x .....	139
<i>Tab. 17:</i> Statistische Kennzahlen MK11-13-x .....	139
<i>Tab. 18:</i> Statistische Kennzahlen MK11-14-x .....	140
<i>Tab. 19:</i> Statistische Kennzahlen MK11-21-s E .....	140
<i>Tab. 20:</i> Statistische Kennzahlen MK11-21-s F .....	140
<i>Tab. 21:</i> Statistische Kennzahlen MK11-25-s E .....	141
<i>Tab. 22:</i> Statistische Kennzahlen MK11-25-s F .....	141
<i>Tab. 23:</i> Statistische Kennzahlen MK12-05-x .....	141
<i>Tab. 24:</i> Statistische Kennzahlen MK12-06-x .....	142
<i>Tab. 25:</i> Statistische Kennzahlen MK12-07-x .....	142
<i>Tab. 26:</i> Statistische Kennzahlen HK11-13-x_1 .....	142
<i>Tab. 27:</i> Statistische Kennzahlen HK11-13-x_2 .....	142
<i>Tab. 28:</i> Statistische Kennzahlen HK11-13-x_3 .....	143
<i>Tab. 29:</i> Statistische Kennzahlen HK11-13-x_4 .....	143
<i>Tab. 30:</i> Statistische Kennzahlen HK11-13-x_5 .....	143
<i>Tab. 31:</i> Statistische Kennzahlen HK11-13-x_6 .....	143
<i>Tab. 32:</i> Statistische Kennzahlen HK11-09-x .....	144
<i>Tab. 33:</i> Statistische Kennzahlen HK11-10-x .....	144
<i>Tab. 34:</i> Statistische Kennzahlen HK11-11-x .....	144
<i>Tab. 35:</i> Statistische Kennzahlen HK11-12-x .....	145
<i>Tab. 36:</i> Statistische Kennzahlen MK11-15-x .....	145
<i>Tab. 37:</i> Statistische Kennzahlen MK11-16-x .....	145
<i>Tab. 38:</i> Statistische Kennzahlen MK11-17-x .....	145
<i>Tab. 39:</i> Statistische Kennzahlen MK11-18-x .....	146
<i>Tab. 40:</i> Statistische Kennzahlen MK11-11o-x vor der Extraktion .....	146
<i>Tab. 41:</i> Statistische Kennzahlen MK11-11o-x nach der Extraktion .....	146
<i>Tab. 42:</i> Statistische Kennzahlen HK11-16-x_S1 .....	147
<i>Tab. 43:</i> Statistische Kennzahlen HK11-16-x_S2 .....	147
<i>Tab. 44:</i> Statistische Kennzahlen HK11-16-x_S3 .....	147
<i>Tab. 45:</i> Statistische Kennzahlen HK11-16-x_S4 .....	148
<i>Tab. 46:</i> Statistische Kennzahlen HK11-16-x_S5 .....	148
<i>Tab. 47:</i> Statistische Kennzahlen HK11-16-x_S6 .....	148
<i>Tab. 48:</i> Statistische Kennzahlen MK11-26-x_S1 .....	148
<i>Tab. 49:</i> Statistische Kennzahlen MK11-26-x_S2 .....	149
<i>Tab. 50:</i> Statistische Kennzahlen MK11-26-x_S3 .....	149
<i>Tab. 51:</i> Statistische Kennzahlen MK11-26-x_S4 .....	149
<i>Tab. 52:</i> Statistische Kennzahlen MK11-26-x_S5 .....	149
<i>Tab. 53:</i> Statistische Kennzahlen MK11-26-x_S6 .....	150

## 6.6 Lebenslauf

### Persönliche Angaben

Name: Daniel Schaper  
Akademischer Grad: Dipl.-Chem.  
Anschrift: Helmholtzstraße 19  
30165 Hannover  
E-Mail: daniel.schaper@gmx.net  
Geburtsdatum: 09.06.1983  
Geburtsort: Stadthagen  
Staatsangehörigkeit: deutsch  
Familienstand: ledig

### Schulbildung

1989 – 1993 Grundsschule, Bad Nenndorf  
1993 – 1995 Orientierungsstufe, Bad Nenndorf  
1995 – 2002 Gymnasium, Bad Nenndorf

### Zivildienst

07/2002 – 04/2003 Lindenpark-Residenz, Bad Nenndorf

### Hochschulbildung

10/2003 – 03/2010 Studium der Chemie an der Leibniz Universität Hannover  
Studienschwerpunkt: Technische Chemie  
Abschluss: Diplom  
09/2009 – 03/2010 Diplomarbeit am Institut für Technische Chemie der  
Leibniz Universität Hannover im Arbeitskreis von  
Prof. Dr. Thomas Scheper  
» Grundlegende analytische Untersuchungen zur  
Strukturintegrität von Hart- und Mürbekekse«

05/2010 – 07/2013                      Promotion am Institut für Technische Chemie der Leibniz  
Universität Hannover im Arbeitskreis von Prof. Dr. Thomas  
Scheper zur Strukturuntersuchung an porösen Backwaren  
angestrebter Abschluss: Dr. rer. nat.

### **Berufliche Erfahrung**

05/2010 – 01/2013                      Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Technische  
Chemie der Leibniz Universität Hannover

### **Besondere Kenntnisse**

*Fremdsprachen*                              Englisch – fließend in Wort und Schrift  
Französisch – Grundkenntnisse

*Softwarekenntnisse*                        Programmiersprachen: C#, VB.NET, VBA, VB6  
Excel, Powerpoint, Word, Access  
Matlab, Maple  
Origin, VGStudio Max, Exponent, Corel Draw

*Zertifikate*                                      Qualitätssicherung in der chemischen Produktion  
Marketing-Grundlagen in der Biotechnologie  
Verfahrenstechnische und betriebswirtschaftliche Grundlagen  
Biochemisches Grundpraktikum  
Spezielles Recht für Chemiker  
Toxikologie  
Grundlagen der Rhetorik für Wissenschaftler/-innen  
Presenting and discussing scientific results in English  
Academic writing  
Die Schreibwerkstatt  
Anwenderseminar TA.XTplus Software Exponent

## Publikationen

1. D. Schaper, K.-O. Mutz, P. Lindner, S. Beutel, M. van. Griensven, C. Kasper, T. Scheper, *nano-CT adaption for cell culture optimization*, High-Resolution CT Symposium, Dresden, 2010 (Poster)  
Beitrag: Computertomographische Charakterisierung der Keramikträger zur Stammzellendifferenzierung mit anschließender digitaler Bildanalyse.
2. D. Schaper, P. Lindner, S. Beutel, T. Scheper,  *$\mu$ CT-gestützte Analyse der Geometrie poröser Festkörper*, 16. Tagung Festkörperanalytik, Wien, 2011 (Poster)  
Beitrag: Computertomographische Analyse ausgewählter Festkörper und Anwendung mathematischer Modelle zur Beschreibung von Poren- und Netzwerkeigenschaften.
3. D. Schaper, P. Lindner, S. Beutel, T. Scheper, *3D-structural Characterisation of Porous Food Products*, Dechema, Berlin, 2011 (Poster)  
Beitrag: Extraktion von Fett aus Gebäcken mittels überkritischem Kohlenstoffdioxid. Vergleich des Porennetzwerks innerhalb der Backwaren vor und nach der Fettextraktion mittels Computertomographie und anschließender digitaler Bildanalyse.
4. D. Schaper, P. Lindner, S. Beutel, T. Scheper, *Struktureigenschaften poröser Nahrungsmittel*, Dechema, Karlsruhe, 2012 (Poster)  
Beitrag: Analyse des Abkühlverhaltens von Gebäcken durch Anwendung der Computertomographie und Nutzung von Algorithmen zur digitalen Bildanalyse.

## 6.7 Kooperationen

- Backversuche: Die Backversuche wurden von der Fa. Bahlen GmbH & Co. KG (Hannover) durchgeführt.
- Algorithmen: Entwicklung der Algorithmen zur digitalen Bildanalyse von CT-Schichtbildern in Zusammenarbeit mit der Fachgruppe von Herrn Dr. Patrick Lindner (Institut für Technische Chemie, Leibniz Universität Hannover, Hannover)
- CT-Analytik: Die CT-Untersuchungen wurden selbstständig bei der Fa. GE Sensing & Inspection Technologies (Wunstorf) durchgeführt.

## 7 Abkürzungsverzeichnis

°	Grad	$\lambda$	Wellenlänge
°C	Grad Celsius	L	Liter
%	Prozent	$\mu$	Mittelwert
2D	zweidimensional	$\mu\text{A}$	Mikroampère
3D	dreidimensional	$\mu\text{m}$	Mikrometer
A	Ampère	$\mu\text{m}^2$	Quadratmikrometer
Abb.	Abbildung	m	Freiheitsgrad
AGS	advanced grid-stiffend	min	Minute
AMFPI	active-matrix-flat-panel-imager	MK	Mürbekekse
ANOVA	analysis of variance	mm	Millimeter
bar	Bar	$\text{mm}^2$	Quadratmillimeter
bzw.	beziehungsweise	ms	Millisekunde
c	Lichtgeschwindigkeit	v	Frequenz
ca.	circa	n	Anzahl der Fälle
CCD	charged-coupled-device	N	Anzahl der Fälle
CLSM	confocal-laser-scanning-microscope	N	Newton
cm	Zentimeter	nm	Nanometer
$\text{cm}^3$	Kubikzentimeter	$\pi$	Kreiszahl
CO.	Compagnie	P	Porosität
CO <sub>2</sub>	Kohlenstoffdioxid	P	Probe
CT	Computertomographie	PAN	Polyacrylnitril
CVD	chemical-vapor-deposition	PC	Polycarbonat
$\Delta\hat{\mu}_{ob,\frac{\alpha}{2}}$	obere Konfidenzgrenze	PE	Polyethylen
$\Delta\hat{\mu}_{un,\frac{\alpha}{2}}$	untere Konfidenzgrenze	pH	pH-Wert
d	Tag	pm	Pikometer
$\frac{d_{\alpha}}{2}$	Bandbreite	PP	Polypropylen
D	Durchmesser	PS	Polystyrol
d.h.	das heist	PU	Polyurethan
DVT	digitale Volumetomographie	PVC	Polyvinylchlorid
e	Elementarenergie	QSI	Streuung innerhalb der Gruppen
E	Exzentrizität	QSZ	Streuung zwischen den Gruppen
et al.	et alia	®	eingetragenes Warenzeichen
f	Frequenz	R <sub>E</sub>	Rydberg-Energie
F	Fläche	RT	Raumtemperatur
F	F-Wert	ROI	region of interest
Fa.	Firma	rpm	rounds per minute
FBP	filtered-back-projection	$\sigma$	Varianz
FITC	Fluoresceinisothiocyanat	s	Sekunde
FQS	Fehlerquadratsumme	s	Varianz
FSA	feature-selection-algorithm	S	Segment
g	Gramm	scCO <sub>2</sub>	überkritisches Kohlenstoffdioxid
GA	Graphic Analyzer	SMFS	sintered metallic fiber structure
GE	General Electric	t	Testwert
Gl.	Gleichung	t	Tonne
GmbH	Gesellschaft mit beschränkter Haftung	Tab.	Tabelle
GMP	good manufacturing practice	TIF	tagged image file
h	Planck'sches Wirkungsquantum	$t_{m,\frac{\alpha}{2}}$	T-Quantil
h	Stunde	U	Spannung
HCS	hybrid composite structure	u.a.	unter anderem
HK	Hartkeks	V	Volumen
k	Anzahl der Gruppen	vgl.	vergleiche
K	Kompaktheit	W	Watt
Ka	Kanallänge	$\bar{X}$	Median
KG	Kommanditgesellschaft	$\bar{X}$	arithmetischer Mittelwert
Ko	Konnektivität	XRCT	Röntgen-Computertomographie
kV	Kilovolt	Z	Ordnungszahl
		z.B.	zum Beispiel

## 8 Literaturverzeichnis

1. Langmann, R., *Taschenbuch der Automation*. 2003: Hanser Fachbuchverlag.
2. Manley, D., *Ingredients*. Biscuit, cookie and cracker manufacturing manuals. Vol. 1. 1998, Cambridge, England: Woodhead Publishing.
3. IFST, *Food & Drink. Good Manufacturing Practice, A guide to its responsible management, 6th Edition*. 2013: Wiley-Blackwell.
4. Jowitt, R., *Hygienic Design and Operation of Food Plant*. 1980, Chichester, England: Ellis Horwood.
5. Manley, D., *Technology of biscuits, crackers and cookies Second Edition*. Ellis Horwood Series in Food Science and Technology. 1991, Chichester, England: Ellis Horwood.
6. Manley, D., *Biscuit doughs*. Biscuit, cookie and cracker manufacturing manuals. Vol. 2. 1998, Cambridge, England: Woodhead Publishing.
7. Manley, D., *Biscuit, Cracker and Cookie Recipes for the Food Industry*. 2001: Woodhead Publishing.
8. Dunn, J.A., *Factors influencing checking in biscuit*. 1928: University of Minnesota. 39.
9. Fustier, P., et al., *Impact of commercial soft wheat flour streams on dough rheology and quality attributes of cookies*. Journal of Food Engineering, 2009. **90**(2): p. 228-237.
10. Singh, J., et al., *Physicochemical, rheological and cookie making properties of corn and potato flours*. Food Chemistry, 2003. **83**(3): p. 387-393.
11. Baltasvias, A., A. Jurgens, and T. van Vliet, *Fracture Properties of Short-Dough Biscuits: Effect of Composition*. Journal of Cereal Science, 1999. **29**(3): p. 235-244.
12. Jacob, J. and K. Leelavathi, *Effect of fat-type on cookie dough and cookie quality*. Journal of Food Engineering, 2007. **79**(1): p. 299-305.
13. Baltasvias, A., A. Jurgens, and T.V. Vliet, *Factors affecting fracture properties of short-dough biscuits*. Journal of Texture Studies, 1997. **28**(2): p. 205-219.
14. Sudha, M.L., et al., *Fat replacement in soft dough biscuits: Its implications on dough rheology and biscuit quality*. Journal of Food Engineering, 2007. **80**(3): p. 922-930.
15. Zoulias, E.I., V. Oreopoulou, and C. Tzia, *Textural properties of low-fat cookies containing carbohydrate- or protein-based fat replacers*. Journal of Food Engineering, 2002. **55**(4): p. 337-342.
16. Zoulias, E., V. Oreopoulou, and E. Kounalaki, *Effect of fat and sugar replacement on cookie properties*. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2002. **82**(14): p. 1637-1644.
17. Pareyt, B., et al., *The role of sugar and fat in sugar-snap cookies: Structural and textural properties*. Journal of Food Engineering, 2009. **90**(3): p. 400-408.
18. Piazza, L. and A. Schiraldi, *Correlation Between Fracture of Semi-sweet Hard Biscuits and Dough Viscoelastic Properties*. Journal of Texture Studies, 1997. **28**(5): p. 523-541.
19. Manley, D., *Biscuit dough piece forming*. Biscuit, cookie and cracker manufacturing manuals. Vol. 3. 1998, Cambridge, England: Woodhead Publishing.
20. Manley, D., *Baking and cooling of biscuits*. Biscuit, cookie and cracker manufacturing manuals. Vol. 4. 1998, Cambridge, England: Woodhead Publishing.
21. Gormley, T.R., *Fracture testing of cream cracker biscuits*. Journal of Food Engineering, 1987. **6**(5): p. 325-332.
22. Xiong, X., G. Narsimhan, and M.R. Okos, *Effect of composition and pore structure on binding energy and effective diffusivity of moisture in porous food*. Journal of Food Engineering, 1992. **15**(3): p. 187-208.
23. Kim, M.H. and M.R. Okos, *Some physical, mechanical, and transport properties of crackers related to the checking phenomenon*. Journal of Food Engineering, 1999. **40**(3): p. 189-198.
24. Manley, D., *Biscuit packaging and storage*. Biscuit, cookie and cracker manufacturing manuals. Vol. 6. 1998, Cambridge, England: Woodhead Publishing.
25. Saleem, Q., et al., *Improved understanding of biscuit checking using speckle interferometry and finite-element modelling techniques*. Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Science, 2005. **461**(2059): p. 2135-2154.
26. Saleem, Q., et al., *Material properties of semi-sweet biscuits for finite element modelling of biscuit cracking*. Journal of Food Engineering, 2005. **68**(1): p. 19-32.
27. Manley, D., *Secondary processing in biscuit manufacturing*. Biscuit, cookie and cracker manufacturing manuals. Vol. 5. 1998, Cambridge, England: Woodhead Publishing.
28. Lu, A.H. and F. Schüth, *Nanocasting: A Versatile Strategy for Creating Nanostructured Porous Materials*. Advanced Materials, 2006. **18**(14): p. 1793-1805.
29. Hsieh, H.P., *Inorganic Membranes for Separation and Reaction*. Membrane Science and Technology Series. Vol. 3. 1996, Amsterdam: Elsevier Science B.V.

30. Noble, R.D. and S.A. Stern, *Membrane Separations Technology: Principles and Applications*. Membrane Science and Technology Series. Vol. 2. 1995, Amsterdam: Elsevier Science B.V.
31. Burggraaf, A.J. and L. Cot, *Fundamentals of Inorganic Membrane Science and Technology*. Membrane Science and Technology Series. Vol. 4. 1996, Amsterdam: Elsevier Science B.V.
32. Schnabel, R. and W. Vulont, *High-pressure techniques with porous glass membranes*. Desalination, 1977. **24**(1-3): p. 249-272.
33. Mallada, R. and M. Menéndez, *Inorganic Membranes: Synthesis, Characterization and Applications*. Membrane Science and Technology Series. Vol. 13. 2008, Amsterdam: Elsevier B.V.
34. Riedel, E., *Anorganische Chemie*. 2002, Berlin: Walter de Gruyter.
35. Kanellopoulos, N.K., *Recent Advances in Gas Separation by Microporous Ceramic Membranes*. Membrane Science and Technology Series. Vol. 6. 2000, Amsterdam: Elsevier Science B.V.
36. Ishikawa, A., T.H. Chiang, and F. Toda, *Separation of water alcohol mixture by permeation through a zeolite membrane on porous-glass*. J. Chem. Soc. - Chem. Commun., 1989. **12**: p. 764-765.
37. Perez-Ramirez, J., et al., *Hierarchical zeolites: enhanced utilisation of microporous crystals in catalysis by advances in materials design*. Chemical Society Reviews, 2008. **37**(11): p. 2530-2542.
38. Corma, A., et al., *Supramolecular self-assembled molecules as organic directing agent for synthesis of zeolites*. Nature, 2004. **431**(7006): p. 287-290.
39. Kim, J.-H., T. Kunieda, and M. Niwa, *Generation of Shape-Selectivity of p-Xylene Formation in the Synthesized ZSM-5 Zeolites*. Journal of Catalysis, 1998. **173**(2): p. 433-439.
40. Kuznicki, S.M., et al., *A titanosilicate molecular sieve with adjustable pores for size-selective adsorption of molecules*. Nature, 2001. **412**(6848): p. 720-724.
41. Lee, L.J., et al., *Polymer nanocomposite foams*. Composites Science and Technology, 2005. **65**(15-16): p. 2344-2363.
42. Brothers, A.H., et al., *Processing and structure of open-celled amorphous metal foams*. Scripta Materialia, 2005. **52**(4): p. 335-339.
43. Solórzano, E., et al., *X-ray radiography in-situ studies in thermoplastic polymer foams*. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 2013(0).
44. Körner, C., *Foam formation mechanisms in particle suspensions applied to metal foams*. Materials Science and Engineering: A, 2008. **495**(1-2): p. 227-235.
45. Banhart, J., *Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams*. Progress in Materials Science, 2001. **46**(6): p. 559-632.
46. Stöbener, K., et al., *Aluminum foam-polymer hybrid structures (APM aluminum foam) in compression testing*. International Journal of Solids and Structures, 2008. **45**(21): p. 5627-5641.
47. Lim, T.J., B. Smith, and D.L. McDowell, *Behavior of a random hollow sphere metal foam*. Acta Materialia, 2002. **50**(11): p. 2867-2879.
48. Jang, W.-Y., S. Kyriakides, and A.M. Kraynik, *On the compressive strength of open-cell metal foams with Kelvin and random cell structures*. International Journal of Solids and Structures, 2010. **47**(21): p. 2872-2883.
49. Stephani, G., P. Quadbeck, and O. Andersen, *New multifunctional lightweight materials based on cellular metals - manufacturing, properties and applications*. J. Phys.: Conf. Ser., 2009. **165**(1).
50. Xiong, J., et al., *Fabrication and crushing behavior of low density carbon fiber composite pyramidal truss structures*. Composite Structures, 2010. **92**(11): p. 2695-2702.
51. Queheillalt, D.T., Y. Murty, and H.N.G. Wadley, *Mechanical properties of an extruded pyramidal lattice truss sandwich structure*. Scripta Materialia, 2008. **58**(1): p. 76-79.
52. Gallego, N.C. and D.D. Edie, *Structure-property relationships for high thermal conductivity carbon fibers*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2001. **32**(8): p. 1031-1038.
53. Wei, J., *Fabrication of composite structure of carbon fibers and high density SiC nanowires*. Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures, 2009. **41**(10): p. 1810-1813.
54. Shi, S., et al., *Buckling resistance of grid-stiffened carbon-fiber thin-shell structures*. Composites Part B: Engineering, 2013. **45**(1): p. 888-896.
55. Yin, S., L. Ma, and L.Z. Wu, *Carbon fiber composite lattice structure filled with silicon rubber*. Procedia Engineering, 2011. **10**(0): p. 3191-3194.
56. Lee, D., et al., *Robust design optimisation of advanced hybrid (fiber-metal) composite structures*. Composite Structures, 2013. **99**(0): p. 181-192.
57. Veyhl, C., et al., *On the thermal conductivity of sintered metallic fibre structures*. International Journal of Heat and Mass Transfer, 2012. **55**(9-10): p. 2440-2448.
58. Radon, J., *Über die Bestimmung von Funktionen durch ihre Integralwerte längs gewisser Mannigfaltigkeiten*. Berichte über die Verhandlungen der Königlich Sächsischen Gesellschaft der Wissenschaften zu Leipzig, Mathematisch-Physische Klasse, 1917. **69**: p. 262 - 277.
59. Röntgen, W.C., *Über eine neue Art von Strahlen*. Aus den Sitzungsberichten der Würzburger Physik.-medic. Gesellschaft, 1895: p. 1-11.

60. Webb, S., *Historical experiments predating commercially available computed tomography*. British Journal of Radiology, 1992. **65**(777): p. 835-837.
61. Oldendorf, W.H., *The Quest for an Image of the Brain*. 1980, New York, NY: Raven Press.
62. Hounsfield, G.N., *Computerized transverse axial scanning (tomography): Part 1. Description of system*. British Journal of Radiology, 1973. **46**(552): p. 1016-1022.
63. Kalender, W.A., *Computertomographie; Grundlagen, Gerätetechnologie, Bildqualität, Anwendungen*. 2000: Publicis MCD Verlag.
64. Robb, R.A., *X-Ray Computed Tomography: From Basic Principles to Applications*. Annual Review of Biophysics and Bioengineering, 1982. **11**: p. 177-201.
65. Magjarevic, R., et al., *Nano X-ray Computed Tomography System*, in *World Congress on Medical Physics and Biomedical Engineering 2006*. 2007, Springer Berlin Heidelberg. p. 1417-1420.
66. Sasov, A., *X-ray nanotomography*. Proc. SPIE 5535, Developments in X-Ray Tomography IV, 2004: p. 201-211.
67. Van Grieken, R., Markowicz, A., *Handbook of X-Ray Spectrometry, 2nd Edition, Revised and Expanded*. 2001: CRC Press.
68. Atkins, P.W., *Physikalische Chemie, 3. korrigierte Auflage*. 2002: Wiley-VCH.
69. GE. *The Electromagnetic Spectrum*. 2013; Verfügbar auf: [http://www.phoenix-xray.com/en/company/technology/principles\\_of\\_operation/principle\\_005.html](http://www.phoenix-xray.com/en/company/technology/principles_of_operation/principle_005.html).
70. Coolidge, W.D., *A Powerful Röntgen Ray Tube with a Pure Electron Discharge*. Physical Review, 1913. **2**(6): p. 409-430.
71. Schambach, S.J., et al., *Application of micro-CT in small animal imaging*. Methods, 2010. **50**(1): p. 2-13.
72. Whaites, E., *Essentials of Dental Radiography & Radiology, 3rd Edition*. 2003: Elsevier.
73. Bushberg, J.T., *The Essential Physics of Medical Imaging, 2nd Edition*. 2002, Philadelphia, PA: Lippincott Williams & Wilkins.
74. Badea, C., L.W. Hedlund, and G.A. Johnson, *Micro-CT with respiratory and cardiac gating*. Medical Physics, 2004. **31**(12): p. 3324-3329.
75. Reimann, D.A., et al., *A cone beam computed tomography system for true 3D imaging of specimens*. Applied Radiation and Isotopes, 1997. **48**(10): p. 1433-1436.
76. GE. *Microfocus X-ray tubes (Direct beam target)*. 2013; Verfügbar auf: [http://www.phoenix-xray.com/en/company/technology/principles\\_of\\_operation/principle\\_030.html](http://www.phoenix-xray.com/en/company/technology/principles_of_operation/principle_030.html).
77. GE. *nanofocus X-ray tube*. 2013; Verfügbar auf: [http://www.phoenix-xray.com/en/company/technology/principles\\_of\\_operation/principle\\_035.html](http://www.phoenix-xray.com/en/company/technology/principles_of_operation/principle_035.html).
78. Guerrero, M., et al., *State-of-the-art on cone beam CT imaging for preoperative planning of implant placement*. Clinical Oral Investigations, 2006. **10**(1): p. 1-7.
79. Goertzen, A.L., et al., *A comparison of x-ray detectors for mouse CT imaging*. Phys. Med. Biol., 2004. **49**: p. 5251-5265.
80. Castelli, C.M., et al., *High spatial resolution scintillator screens coupled to CCD detectors for X-ray imaging applications*. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 1994. **348**: p. 649-653.
81. De Geronimo, G., et al., *Front-end electronics for imaging detectors*. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 2001. **471**: p. 192-199.
82. Yaffe, M.J. and J.A. Rowlands, *X-ray detectors for digital radiography*. Physics in Medicine and Biology, 1997. **42**(1): p. 1-39.
83. Ritman, E.L., *Current Status of Developments and Applications of Micro-CT*. Annual Review of Biomedical Engineering, 2011. **13**: p. 531-552.
84. Gupta, R., et al., *Flat-Panel Volume CT: Fundamental Principles, Technology, and Applications I*. Radiographics, 2008. **28**(7): p. 2009-2022.
85. Ritman, E.L., *Micro-Computed Tomography - Current Status and Developments*. Annual Review of Biomedical Engineering, 2004. **6**: p. 185-208.
86. Holberg, C., et al., *Cone-Beam Computed Tomography in Orthodontics: Benefits and Limitations*. Journal of Orofacial Orthopedics / Fortschritte der Kieferorthopädie, 2005. **66**(6): p. 434-444.
87. GE. *2D Computed Tomography (Fan beam)*. 2013; Verfügbar auf: [http://www.phoenix-xray.com/en/company/technology/principles\\_of\\_operation/principle\\_065.html](http://www.phoenix-xray.com/en/company/technology/principles_of_operation/principle_065.html).
88. GE. *3D Computed Tomography (Cone beam)*. 2013; Verfügbar auf: [http://www.phoenix-xray.com/en/company/technology/principles\\_of\\_operation/principle\\_060.html](http://www.phoenix-xray.com/en/company/technology/principles_of_operation/principle_060.html).
89. Kalender, W.A., *Spiral-CT: Eine neue Technik für Volumenaufnahmen. I. Grundlagen und Methoden*. Röntgenpraxis, 1990. **43**: p. 323-330.
90. Defrise, M., *A short reader's guide to 3D tomographic reconstruction*. Computerized Medical Imaging and Graphics, 2001. **25**(2): p. 113-116.

91. Vannier, M.W., *Principles of spiral CT*. Springer, 1996: p. 1-32.
92. Feldkamp, L.A., et al., *The direct examination of three-dimensional bone architecture in vitro by computed tomography*. Journal of Bone and Mineral Research, 1989. **4**(1): p. 3-11.
93. Feldkamp, L.A., L.C. Davis, and J.W. Kress, *Practical cone-beam algorithm*. J. Opt. Soc. Am. A, 1984. **1**(6): p. 612-619.
94. Mozzo, P., et al., *A new volumetric CT machine for dental imaging based on the cone-beam technique: preliminary results*. European Radiology, 1998. **8**(9): p. 1558-1564.
95. Phelps, M.E., M.H. Gado, and E.J. Hoffman, *Correlation of Effective Atomic Number and Electron Density with Attenuation Coefficients Measured with Polychromatic X Rays*. Radiology, 1975. **117**(3): p. 585-588.
96. Schulze, D., et al., *Diagnostic possibilities of cone-beam computed tomography in the facial skeleton*. International Congress Series, 2004. **1268**(0): p. 1179-1183.
97. Harding, G., *Proceedings of Symposium Mammographicum*. SPIE 671, 1986: p. 81-88.
98. Schlomka, J.P., *Beam-hardening and attenuation correction for coherent-scatter computed tomography*. SPIE 5030, 2003: p. 256-265.
99. Taroni, P., et al., *Time-resolved diffuse optical spectroscopy of small tissue samples*. Proc. SPIE 6628, Diagnostic Optical Spectroscopy in Biomedicine IV, 2007. **66281A**: p. 66281A-66281A.
100. Beath, S.R. and I.A. Cunningham, *Pseudomonoeenergetic x-ray diffraction measurements using balanced filters for coherent-scatter computed tomography*. Medical Physics, 2009. **36**(5): p. 1839-1847.
101. Sarnelli, A., et al., *K-edge digital subtraction imaging based on a dichromatic and compact x-ray source*. Physics in Medicine and Biology, 2004. **49**(14): p. 3291-3305.
102. Sarnelli, A., *K-edge digital subtraction imaging with dichromatic x-ray sources: SNR and dose studies*. Phys. Med. Biol., 2006. **51**: p. 4311-4328.
103. Bewer, B., et al., *Development of a combined K-edge subtraction and fluorescence subtraction imaging system for small animals*. Review of Scientific Instruments, 2008. **79**(8): p. 085102-085102-3.
104. Momose, A., *Demonstration of phase-contrast X-ray computed tomography using an X-ray interferometer*. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 1995. **352**(3): p. 622-628.
105. Beckmann, F., *X-Ray Microtomography: Using Phase Contrast for the Investigation of Organic Matter*. J. Comput. Assist. Tomogr., 1997. **21**: p. 539-553.
106. Wu, J., et al., *Imaging renal structures by X-ray phase-contrast microtomography*. Kidney Int, 2009. **75**(9): p. 945-951.
107. Kinahan, P.E. and J.G. Rogers, *Analytic 3D image reconstruction using all detected events*. Nuclear Science, IEEE Transactions on, 1989. **36**(1): p. 964-968.
108. Van Laere, K., et al., *Image filtering in single-photon emission computed tomography: principles and applications*. Computerized Medical Imaging and Graphics, 2001. **25**(2): p. 127-133.
109. Webb, S., *The physics of medical imaging 4th ed*. 1995: IOP Publishing.
110. Vandenberghe, S., et al., *Iterative reconstruction algorithms in nuclear medicine*. Computerized Medical Imaging and Graphics, 2001. **25**(2): p. 105-111.
111. Giesen, E.B.W. and T.M.G.J. Van Eijden, *The Three-dimensional Cancellous Bone Architecture of the Human Mandibular Condyle*. Journal of Dental Research, 2000. **79**(4): p. 957-963.
112. Inglis, D. and S. Pietruszczak, *Characterization of anisotropy in porous media by means of linear intercept measurements*. International Journal of Solids and Structures, 2003. **40**(5): p. 1243-1264.
113. Odgaard, A., *Three-dimensional methods for quantification of cancellous bone architecture*. Bone, 1997. **20**(4): p. 315-328.
114. Schambach, S.J., et al., *Ultrafast High-Resolution In Vivo Volume-CTA of Mice Cerebral Vessels*. Stroke, 2009. **40**(4): p. 1444-1450.
115. Farber, L., G. Tardos, and J.N. Michaels, *Use of X-ray tomography to study the porosity and morphology of granules*. Powder Technology, 2003. **132**(1): p. 57-63.
116. Maire, E., et al., *On the Application of X-ray Microtomography in the Field of Materials Science*. Advanced Engineering Materials, 2001. **3**(8): p. 539-546.
117. Kanahashi, H., et al., *Improvement of Crashworthiness in Ultra Lightweight Metallic Foam by Heat-Treatment for Microstructural Modification of Base Material*. Materials Transactions, 2001. **42**(10): p. 2087-2092.
118. Maire, E., et al., *X-ray tomography applied to the characterization of cellular materials. Related finite element modeling problems*. Composites Science and Technology, 2003. **63**(16): p. 2431-2443.
119. Falcone, P.M., et al., *A Novel Approach to the Study of Bread Porous Structure: Phase-contrast X-Ray Microtomography*. Journal of Food Science, 2004. **69**(1): p. FEP38-FEP43.
120. Babin, P., et al., *Fast X-ray tomography analysis of bubble growth and foam setting during breadmaking*. Journal of Cereal Science, 2006. **43**(3): p. 393-397.

121. Lassoued, N., et al., *Granulometry of bread crumb grain: Contributions of 2D and 3D image analysis at different scale*. Food Research International, 2007. **40**(8): p. 1087-1097.
122. Falcone, P.M., et al., *Three-dimensional Quantitative Analysis of Bread Crumb by X-ray Microtomography*. Journal of Food Science, 2005. **70**(4): p. E265-E272.
123. Kelkar, S., et al., *Developing novel 3D measurement techniques and prediction method for food density determination*. Procedia Food Science, 2011. **1**(0): p. 483-491.
124. Lim, K.S. and M. Barigou, *X-ray micro-computed tomography of cellular food products*. Food Research International, 2004. **37**(10): p. 1001-1012.
125. Léonard, A., et al., *Effect of far-infrared radiation assisted drying on microstructure of banana slices: An illustrative use of X-ray microtomography in microstructural evaluation of a food product*. Journal of Food Engineering, 2008. **85**(1): p. 154-162.
126. Bellido, G.G., et al., *The bubble size distribution in wheat flour dough*. Food Research International, 2006. **39**(10): p. 1058-1066.
127. Babin, P., et al., *X-ray tomography study of the cellular structure of extruded starches and its relations with expansion phenomenon and foam mechanical properties*. Carbohydrate Polymers, 2007. **68**(2): p. 329-340.
128. Kille, K., *Basisalgorithmen für die Konturanalyse*, in *Verfahren der Konturanalyse zur Automatisierung visueller Prüfvorgänge*. 1994, Springer Berlin Heidelberg. p. 45-67.
129. Shapiro, S.S. and M.B. Wilk, *An Analysis of Variance Test for Normality (Complete Samples)*. Biometrika, 1965. **52**(3-4): p. 591-611.
130. Valcic, A.V., *The influence of dislocations on the growth rate of saccharose crystals*. Journal of Crystal Growth, 1975. **30**(1): p. 129-136.
131. Velazquez-Camilo, O., et al., *Characterization of cane sugar crystallization using image fractal analysis*. Journal of Food Engineering, 2010. **100**(1): p. 77-84.
132. Vafaie, H. and K. De Jong. *Robust feature selection algorithms*. in *Tools with Artificial Intelligence, 1993. TAI '93. Proceedings., Fifth International Conference on*. 1993.
133. Huan, L. and Y. Lei, *Toward integrating feature selection algorithms for classification and clustering*. Knowledge and Data Engineering, IEEE Transactions on, 2005. **17**(4): p. 491-502.
134. Scheffé, H., *The Analysis of Variance*. 1999: Wiley.
135. Osius, G., *Statistik in den Naturwissenschaften: skript*. 2002: Universität Bremen.
136. GE. *phoenix nanotom s*. 2013; Verfügbar auf: <http://www.ge-mcs.com/de/radiography-x-ray/ct-computed-tomography/nanotom-s.html>.
137. GE. *phoenix nanotom m*. 2013; Verfügbar auf: <http://www.ge-mcs.com/de/radiography-x-ray/ct-computed-tomography/phoenix-nanotom-m.html>.