



Forord

Denne oppgaven har blitt utført i samarbeid med TINE SA, i tilknytning til aktivitetene i et samarbeidsprosjekt mellom TINE SA og Institutt for kjemi, bioteknologi og matvitenskap (IKBM) ved Norges miljø og biovitenskapelige universitet (NMBU): Prosjektet er et Innovasjonsprosjekt for næringslivet (IPN), med fokus på fraksjonering av melkeråstoffet, og anvendelsen av de ulike fraksjonene. Prosjektleder i TINE SA er Anne-Grethe Johansen, og stedlige prosjektleder ved IKBM er Prof. Siv Skeie.

Planleggingen av prosjektet ble påbegynt i siste del av 2014 og utførelsen pågikk i perioden januar - mai 2015. Den praktiske delen av arbeidet ble utført i pilotanlegget ved IKBM og på laboratoriet ved samme institutt. Det rettes en takk til hovedveileder i prosjektet, Prof. Siv Skeie (IKBM), som sammen med tilleggsveileder Anne Grethe Johansen (TINE SA) fikk meg gjennom de ulike fasene i prosjektet. Det rettes også en stor takk til alle ansatte ved IKBM som bidro med hjelp og gode råd underveis i arbeidet.

Norges miljø- og biovitenskapelige universitet (NMBU), Ås

Institutt for kjemi, bioteknologi og matvitenskap (IKBM)

Thomas Motrøen

Ås, 15.05.15

Sammendrag

I dette studiet ble det undersøkt om proteinfraksjonering av kjernemelk ved hjelp av mikrofiltrering (MF) før inndamping og tørking har betydning for pulverets funksjonelle egenskaper. Et pulver med forhøyet innhold av kasein og fosfolipider i tørrstoffet, vil teoretisk sett være svært godt egnet som konsistensgiver i melkebaserte syregeler og i tillegg ha god emulgeringsevne.

Det ble mottatt tre leveranser av kjernemelk der to av leveransene ble fraksjonert ved hjelp av MF før inndamping og tørking, mens den tredje gikk direkte til tørking via inndamping. Da pulver fra skummet-melk er den vanligste konsistensgiveren slik yoghurt nå produseres av TINE, ble skummetmelkpulver (SMP) tatt med som kontroll i de ulike analysene for pulverkvalitet. Underveis i produksjonen ble det foretatt kjemiske analyser for å bestemme sammensetningen av kjernemelken, og for å kontrollere hvor langt fraksjoneringen var kommet. De produserte pulverne ble testet som konsistensgiver i yoghurtbaser og for emulgeringsevne i modeller av emulsjon. I tillegg ble det utført tester for egenskaper som bulk tetthet, oppløsningsevne og partikkelstørrelse, da slike egenskaper er viktige parametere når pulver skal selges og distribueres. Disse egenskapene kan i tillegg bestemmes av betingelsene under inndamping og tørking. De tre leveransene av kjernemelk ble inndampet til to ulike tørrstoffinnhold før selve tørkeprosessen. Halvparten av alle konsentrater ble også fryst ned for å tørke disse på en annen tørke i etterkant. Underveis i prosjektet ble den gamle tørken i pilotanlegget som ikke kunne agglomerere pulveret skiftet ut med en ny tørke som hadde denne muligheten. Da det oppsto uforutsette problemer med forsyning av trykkluft til den nye tørken, ble det ikke tørket konsentrater på denne. Den planlagte sammenligningen mellom tørkemoder kunne derfor ikke gjennomføres i dette prosjektet.

Analyser av produktene underveis i produksjonen viste at fraksjonering av kjernemelk ved hjelp av MF medførte en økning i produktets innhold av total protein (fortrinnsvis kasein og denaturert myseprotein), fosfolipider og enkelte mineraler. Innholdet av udenaturert myseprotein, laktose og andre mineraler ble redusert av denne forbehandlingen. Totalt sett påvirket altså MF balansen mellom de ulike komponentene i kjernemelk. Pulver produsert fra fraksjonert kjernemelk gav en raskere koaguleringsstid ved dannelsen av melkebaserte syregeler, men det gav ikke en bedre fasthet i den dannede gelen etter 60 minutters kjemisk syring. Dette pulveret gav også en bedre emulgeringsevne enn pulver fra kjernemelk uten MF før konsentrering og tørking. Uavhengig av MF i prosessen, viste pulvere produsert av

kjernemelk bedre emulgeringsevne enn SMP. Pulver fra kjernemelk gav gode egenskaper med hensyn til bulk tetthet og løselighet etter ett-steps tørking med roterende forstøving, men slik tørking førte også til en liten størrelsesfordeling av partiklene i pulveret.

Abstract

This study investigated whether microfiltration (MF) of buttermilk before spray drying would be important for the functional properties of buttermilk powder. By concentration of components as casein and phospholipids, buttermilk powder produced by initial MF of buttermilk, could theoretically be very suitable to enhance texture of fermented milk products. Additionally this buttermilk powder could most probably contribute to good emulsification properties in different products.

To investigate this, three deliveries of buttermilk was transported to the pilot plant. Two of the deliveries were fractionated using MF before spray drying. The last delivery of buttermilk were spray dried without previous MF. Skimmed milk powder is commonly used to enhance consistency in yogurt, therefore skimmed milk powder was included as a control in the various analyzes of powder quality. During processing, chemical analyzes were carried out to determine the composition of constituents and to control the process. Two important properties were investigated in the final buttermilk powder, the influence of the powders on texture in a chemically acidified yoghurt base, and it's emulsification properties. Additionally, different analyzes were performed to test functional properties like bulk density, solubility and particle size. The drying method and the level of evaporation before the drying process could theoretically change the abovementioned parameters. To investigate this, the buttermilk concentrate was evaporated to two different levels of total solids before the final spray drying. Half of the amount of every evaporated concentrates was frozen. During this project the old spray dryer in the pilot plant, which could not produce agglomerated powder, was replaced by a new spray drier, which could produce agglomerated powder. It was planned to dry these concentrates in the new spray drier. Unfortunately, some problems appeared with the pneumatic air supply after installation of the new spray drier, and it was impossible to use this in the project. The possibility to compare buttermilk powders between these two different drying methods was lost because of this problem.

Analyses of the products during the production showed that fractionation of buttermilk using MF resulted in an increase in total protein, phospholipids and some of the minerals. Fractionation also resulted in a reduction of native whey protein, lactose and other minerals. Powder produced from fractionated buttermilk gave a more rapid coagulation by the formation of acid gels in a milk base. A better firmness in the gel after 60 minutes of acidification could however not be proven. Powder produced from buttermilk using MF as a

pretreatment, had better emulsification properties than powder from buttermilk produced without MF pretreatment. Both powders produced by buttermilk showed better emulsification properties than skimmed milk powder. Powder from buttermilk obtained good properties in bulk density and solubility after one-stage spray drying with a rotary atomizer, but such spray drying also led to small particle size of the powder particles.

Innhold

1. Innledning.....	1
2. Teori	2
2.1 Generell teori om kjernemelk	2
2.2 Dagens anvendelse av kjernemelk	3
2.3 Næringsstoffer i kjernemelk	4
2.3.1 Proteiner	4
2.3.2 Karbohydrater.....	6
2.3.3 Fett.....	6
2.3.4 Mineraler	7
2.4 Dannelsen av syregel.....	7
2.5 Emulsjoner.....	8
2.7 Membranfiltrering	9
2.6 Tørking av melk og melkeprodukter	12
2.6.1. Varmebehandling	13
2.6.2. Inndamping.....	14
2.6.3 Spraytørking	19
2.6.4. Forhold ved konsentratet av betydning for spraytørking.....	21
2.6.5. Forstøving.....	21
2.6.6. Agglomerering.....	22
3. Materialer og metoder	24
3.1. Planlagt forsøksoppsett.....	24
3.2. Endelig forsøksoppsett	25
3.3. Produksjon.....	28
3.3.1. Vakuuminndamping	28
3.3.2. Inndamping i brunostgryte	29
3.3.3. Tørking i Niro Atomizer (gammel tørke).....	32
3.3.4. Tørking i Niro Fluidized spray dryer (ny tørke).....	34
3.4. Kjemiske analyser	35
3.4.1. Innhold av totalt tørrstoff.....	35
3.4.2. Innhold av proteiner.	36
3.4.3. Innhold av laktose.....	38
3.4.4. Innhold av fosfolipider	40
3.4.5. Innhold av mineraler.....	40

3.5. Funksjonalitetstester	41
3.5.1. Syregeldannelse ved hjelp av formagraf	41
3.5.2. Syregeldannelse ved hjelp av rheometer	43
3.5.3. Analyse av løselighet.....	44
3.5.4. Analyse av emulgeringsevne	44
3.5.5. Analyse av bulktetthet	46
3.5.6. Analyse av partikkelstørrelse	46
3.6. Statistiske analyser	47
3.7. Koding av produkter til presentasjon av resultater	48
4. Resultater.....	49
4.1. Mottaks- og prosesskontroll	49
4.2 Produksjon.....	51
4.2.1 Inndamping.....	51
4.2.2 Kjøring av gammel tørke.....	52
4.2.3 Implementering av ny tørke.....	53
4.3. Kjemiske analyser	55
4.3.1 Analyse av totalt tørrstoff.....	55
4.3.2. Analyse av proteiner.....	56
4.3.3. Analyse av laktose.....	59
4.3.4. Analyse av fosfolipider.....	60
4.3.5. Analyse av mineraler.....	61
4.4 Funksjonalitetstester	62
4.4.1. Emulgeringsevne	62
4.4.2. Dannelse av syregel i formagraf.....	63
4.4.3. Dannelse av syregel i rheometer.....	69
4.4.4 Analyse av løselighet.....	70
4.4.5 Analyse av bulktetthet	70
4.4.6 Analyse av partikkelstørrelse	71
5. Diskusjon.....	73
5.1. Mottaks- og prosesskontroll	73
5.2 Produksjon.....	74
5.2.1. Mikrofiltrering	74
5.2.2. Inndamping.....	75
5.2.3. Tørking	77

5.3. Kjemiske analyser	78
5.3.1. Tørrstoff.....	78
5.3.2. Protein	78
5.3.3. Laktose	79
5.3.4. Fosfolipider	80
5.3.5. Mineraler	80
5.4. Funksjonalitetstester	81
5.4.1. Syregel.....	81
5.4.2. Emulgeringsevne	84
5.4.3 Løselighet	84
5.4.4. Bulktetthet	85
5.4.5. Partikkelstørrelse	86
5.5. utfordringer med forsøksoppsett.....	87
6. Konklusjon	88
7. Litteraturliste.....	90

1. Innledning

Denne oppgaven ble utført for å undersøke hvordan pulver produsert fra søt kjernemelk kan fremstilles for å kunne benytte dette videre i andre næringsmidler. I dag er kjernemelk lite utnyttet i norsk meieriindustri, noe som bør endres da kjernemelk har en god sammensetning av næringsstoffer og kan vise til gode funksjonelle egenskaper der emulgeringsevne er en vesentlig faktor. Det har også blitt vist at kjernemelk har en positiv effekt på smaken i produkter (Sodini et al. 2006). Det ble utført forsøk på å fraksjonere kjernemelk ved hjelp av mikrofiltrering (MF) før tørkeprosessen, noe som ville gi et forhøyet innhold av kasein og redusere innholdet av myseprotein (Lawrence et al. 2008). Dette ble gjort for å se om et økt kaseininnhold ville påvirke pulverets funksjonelle egenskaper. Pulverets funksjon som konsistensgiver i melkebaserte yoghurtbaser samt emulgeringsevne var to fokusområder i denne sammenhengen. I studien ble det også produsert pulver fra kjernemelk uten den forutgående mikrofiltreringen, dette ble gjort for å tydeliggjøre effekten av MF. De ulike kjernemelkpulverne ble også sammenlignet med kommersielt skummetmelkpulver (SMP), som er en vanlig ingrediens i meieriindustrien, og som har samme bruksområder som pulver fra kjernemelk vil ha.

I prosjektet skulle prosessen ved tørking av kjernemelken studeres. I selve tørkeprosessen ble inndampingsnivået i konsentrater variert for å se om denne forbehandlingen ville påvirke kjernemelkpulveret. Dette ble gjort da inndampingsmetode og inndampingsnivå kan påvirke funksjonaliteten i det produserte pulveret (Westergaard 2004). Det var i tillegg planlagt å tørke like konsentrater på to forskjellige tørker da det i løpet av forsøksperioden skulle installeres en ny to-steps tørke med dyseforstøving i pilotanlegget ved IKBM. Den daværende tørken var en ett-steps tørke med roterende forstøving, og forskjellen mellom to ulike tørkemetoder kunne derfor tydeliggjøres.

Muligheten for å kontrollere egenskapene og sammensetningen til et pulver gjennom fremstillingsprosessen er viktig. Pulver som skreddersys som ingrediens til bruk i spesifikke produktgrupper, vil bidra til forbedret produktkvalitet og mer optimal produksjon av de aktuelle produktene. Hensikten med oppgaven var derfor å studere om proteinsammensetningen og bearbeidelsen av kjernemelk før tørking har betydning for pulverets funksjonelle egenskaper.

2. Teori

2.1 Generell teori om kjernemelk

Kjernemelk er et biprodukt som oppstår når fløte kjernes til smør. Det er altså vannfasen som skilles ut fra smøret, og denne type melk benyttes vanligvis som ingrediens i andre produkter. Pulver av kjernemelk har vist gode emulgerende egenskaper og kan gi positiv effekt på smaken i produktet hvor det benyttes. Kjernemelk inneholder alle de vannløselige stoffene fra fløten, disse er melkeprotein, laktose samt mineraler. I tillegg inneholder produktet noe fett og komponenter fra fettkulmembranen, disse frigjøres underveis i kjerningsprosessen når fettkulene deformeres (Sodini et al. 2006). Sammensetningen av de ulike komponentene varierer noe da det er avhengig av fettinnholdet i fløten som benyttes til smørproduksjon og hvor god kjerningsprosessen er på det aktuelle tidspunkt. Tabell 1 viser sammensetningen av komponenter som finnes i kjernemelk, mens tabell 2 viser en oversikt over et forventet innhold av næringsstoffer i pulver produsert fra søt kjernemelk (Walstra et al. 2006).

Tabell 1. Oversikt over de ulike komponentene som finnes i kjernemelk produsert fra søt fløte i kjerningsprosessen av smør (Walstra et al. 2006).

Komponent	Mengde (g/100g)
Totalt tørrstoff	9,5-10,6
Protein	3,3-3,9
Laktose	3,6-4,3
Fett	0,3-0,7
Fosfolipider	0,07-0,18

Tabell 2. Oversikt over mengden av næringsstoffer i pulver produsert fra søt kjernemelk, verdiene er ikke konstante men vil trolig ligge i dette området (Walstra et al. 2006).

Næringsstoff	Mengde (% w/w)
Kasein	26
Annen protein	8
Laktose	46
Fett	5
Mineraler	8

2.2 Dagens anvendelse av kjernemelk

I følge Anne Elisabeth Lie (Lie 2015) som har ansvar for salg av kjernemelk i TINE SA, er status på dagens produksjon og utnyttelse av kjernemelk følgende: Ut i fra dagens produksjon av smør i TINE produseres det 10 – 11 mill. liter kjernemelk. I tillegg produserer TINE variantene Bremykt og Brelett der det til sammen blir et overskudd på ca. 4 -5 mill. liter kjernemelk. Det er tre meierianlegg som produserer disse produktene, og disse er TINE Meieriet Sandnessjøen, Verdal og Jæren. Benyttelsen av kjernemelken kan med fordel forbedres da det i dag kun er ca. 1/3 av produktet som benyttes til videre produksjon i næringsmiddelindustrien. Noe kjernemelk benyttes som ingrediens i produksjonen av Brelett og noe syrnes før det tørkes til pulver og selges til eksterne kunder. Den resterende mengden kjernemelk selges som dyrefôr etter at den har blitt konsentrert (Lie 2015).

I følge Lie har det i den siste tiden kommet forespørsler etter pulver tørket fra søt kjernemelk, så TINE vurderer å gjenoppta produksjon av dette. Spesifikke kunder for dette pulveret vil være bakeriindustrien samt produsenter av supper og sauser. I tillegg vil kjernemelkpulver være en god ingrediens i iskremproduksjon, yoghurt og melkebaserte desserter. Siden pulver fra kjernemelk ligner mye på skummetmelkpulver (SMP) vil andre aktuelle kunder være alle de eksisterende kundene som i dag benytter SMP. Utfordringen med å selge inn kjernemelkpulver i stedet for SMP er derimot til stede siden SMP er så godt innarbeidet i eksisterende produkter. Ved overgang til pulver fra kjernemelk må produktene først og fremst testes, i tillegg til at merkingen på emballasjen må endres. Dette er en kostbar prosess for produsentene. Om viktigheten av fosfolipidenes funksjon i pulveret ikke fremheves, vil kundene alltid velge det billigste alternativet. Lie påpeker at de nevnte fosfolipidenes fordel kanskje ikke har blitt påpekt i stor nok grad ved innsalg av kjernemelkpulver til aktuelle kunder (Lie 2015).

Aktuelle anlegg for å tørke kjernemelkpulver er lokalisert i Brumunddal og Sandnessjøen. Tørkene i disse anleggene har noen begrensinger med tanke på kapasitet da de allerede benyttes til tørking av andre produkter. I tillegg vil det være utfordringer med tanke på transport av kjernemelken og noe investeringer for å bevare produktets kvalitet før det tørkes (Lie 2015). Dette vil gjelde spesielt for kjernemelken som produseres ved TINE Meieriet Verdal og Jæren siden de anleggene ikke har mulighet til å tørke produktet selv.

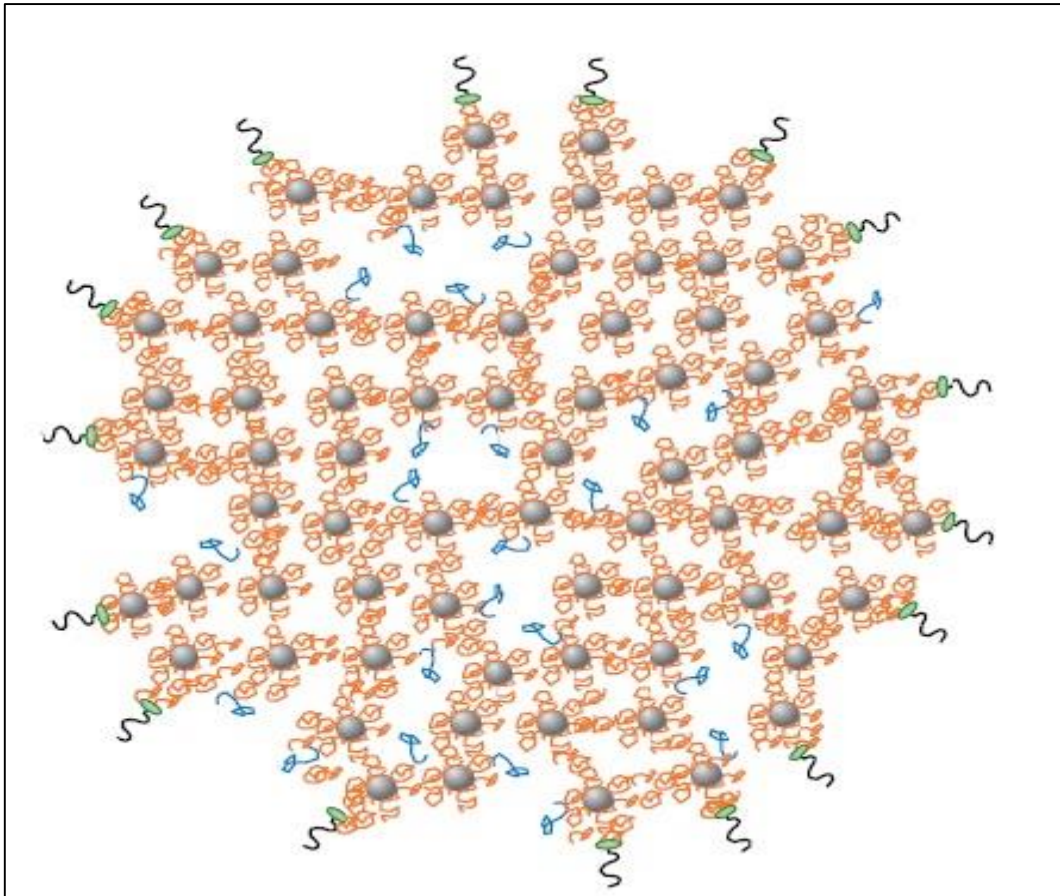
TINE har pågående prosjekter om anvendelsen av kjernemelk og har et mål om å øke utnyttelsesgraden i løpet av året. Om dette lykkes vil det være muligheter for tørking av ca. 7 mill. liter som kan benyttes videre i egne produkter (Lie 2015).

2.3 Næringsstoffer i kjernemelk

2.3.1 Proteiner

Av nitrogenforbindelser i melk vil ca. 95 % av dem være proteiner. De resterende 5 % vil være ikke protein nitrogen-forbindelser, eksempelvis urea, kreatin og ammoniakk. Proteinene kan deles inn i to hovedtyper hvor om lag 80 % er kasein mens resterende 20 % består av myseproteiner (Walstra et al. 2006).

Kasein er sammensatt av fire typer molekyler som kalles α_{s1} -, α_{s2} -, β - og κ -kasein og forholdet mellom dem er henholdsvis 4:1:3,5:1,5. I melk vil disse kaseinmolekylene bindes sammen av kalsiumfosfat og danne aggregater, i den samlede strukturen kalles de kaseinmiceller. Hver kaseinmicelle består altså av flere tusen individuelle proteinmolekyler og størrelsen på micellene har et gjennomsnitt på 0,15-0,20 μm i diameter. Figur 1 viser hvordan kaseinmicellen er bygget opp. Micellene inneholder også mye vann, sammenlagt kan 1 kg protein binde ca. 3,5 liter vann i strukturen (Dalglish & Corredig 2012).



Figur 1. Oppbygningen til kaseinmicellen. α_{s1} -, α_{s2} - og β -kasein (oransje farge) orienterer seg rundt kalsiumfosfat (grå sirkulær form). Noen molekyler av β -kasein (blå farge) danner hydrofobe bindinger med andre kaseinmolekyler, denne typen betakasein er løselig og kan lekke ut fra strukturen under kjølelagring. Ytterst på micellens overflate finnes para- κ -kasein (grønn farge) og kjeder av glycomakropeptider (svart farge). De hvite lommene innad i strukturen er kanaler som inneholder vann, disse er overdrevet i figuren for å tydeliggjøre kanalene (Dalglish & Corredig 2012).

Som vist i figur 1 vil κ -kasein orientere seg på micellenes overflate. Dette er viktig for å unngå aggregering av micellene i melk. Deler av dette molekylet kalles glycomakropeptid og stikker ut som et hårete lag fra micellen. Dette gir en sterisk stabilisering som igjen gir frastøtende effekt og hindrer aggregering. Selv om partiklene er dekket av et lag med glycomakropeptider vil andre molekyler kunne passere gjennom. Eksempler på dette er β -kasein som kan lekke ut av micellen ved kjølelagring, eller trekke tilbake til den innvendige strukturen ved varmebehandling. Denaturerte myseproteiner kan også trenge seg gjennom laget og binde seg til den innerste delen av κ -kasein via disulfidbindinger (Dalglish & Corredig 2012).

Kaseinmicellene er moderat varmestabile og vil på grunn av dette holde en stabil struktur ved varmebehandling. De er derimot sensitive for syring og proteolytiske enzymer og micellene vil deformere og koagulere ved reduksjon av pH eller ved tilsetning av løpe (Dalglish & Corredig 2012).

Myseproteiner i melk er hovedsakelig α -laktalbumin og β -laktoglobulin hvor den sistnevnte utgjør ca. halvparten av myseproteinene (Tamime 2009), i tillegg finnes noe mindre mengder av serumalbumin og immunoglobulin (Walstra et al. 2006). De to viktigste proteinene, α -laktalbumin og β -laktoglobulin har globulær struktur og de er ikke varmestabile. Ved temperaturer over 65 °C vil de denaturere og strukturen bretter deg ut. Dette er spesielt viktig med tanke på β -laktoglobulin som ved denaturering frigjør en reaktiv sulfhydrylgruppe (SH), denne kan binde seg til andre proteiner av samme type, andre myseproteiner eller κ -kasein på micellens overflate (Tamime 2009).

2.3.2 Karbohydrater

Karbohydrater i melkeprodukter kalles laktose, dette er et disakkarid bestående av glukose og galaktose bundet sammen av en β -1-4-glykosidbinding. Tørkeprosessen påvirker ikke laktose i stor grad, og vil i normale tilstander opptre i likevekt mellom α - og β -laktose i krystallform. Resten av laktosen i pulveret vil være i amorf tilstand, noe som også kalles laktoseglass (Písecký 1997). Laktoseglass er hygroskopisk og bidrar til at pulveret er lett løselig ved rehydrering. Om pulveret lagres i for fuktige omgivelser, kan laktose i amorf tilstand krystallisere til α -monohydratkrytaller når de absorberer vann fra omgivelsene. Dette kan igjen føre til at pulveret klumper seg sammen (Carić 1994) og (Roginski et al. 2003).

2.3.3 Fett

Fettet i kjernemelk består av de minste fettkulene fra fløten som ikke ødelegges av kjerningsprosessen. I tillegg vil komponenter fra fettkulemembranen følge kjernemelken ut i fra kjerningsprosessen. De mest betydelige komponentene i fettkulemembranen er proteiner, fosfolipider, sphingolipider og kolesterol (Walstra et al. 2006). Fosfolipidene utgjør ca. 1/3 av tørrstoffet i fettkulemembranen, og er en av årsakene til at kjernemelk har god emulgeringsevne (Sodini et al. 2006). Dette er på grunn av at fosfolipidene har en hydrofil og en hydrofob ende i sin struktur som gjør dem i stand til å kunne binde sammen to faser i en løsning (Belitz et al. 2009). Denne egenskapen er også fordelaktig for løseligheten til pulveret etter tørking. Mye fett i pulveret kan derimot ha en negativ innvirkning på pulverets fuktevne.

Dette er på grunn av at noe av fettstoffer legger seg på partikkelens overflate med den effekten at partikkelen frastøter seg vannet (Westergaard 2004).

Fosfolipider i fettkulemembranen består av ulike lipider hvor de viktigste er fosfatidylkolin (31 %), fosfatidyletanolamin (30,5 %) og fosfatidylinositol (7.1 %). Et felles gruppenavn for disse lipidene er fosfoglyserider og de er bygget opp som diglyserider, altså med to fettsyrer bundet til glyserol. Lipidenes oppbygning er avgjørende for emulgeringsevne da de har en hydrofob acylkjede og en hydrofil organofosfat-gruppe (kolin, serin, etanolamin eller inositol). I tillegg er sphingomyelin (19,9 %) en vesentlig del av fettkulemembranen, denne komponenten er bygget opp av sphingosin bundet til en fettsyrekjede og glukose eller laktose (Kuchta et al. 2012).

2.3.4 Mineraler

Mineraler er den minste av hovedkomponentene i melkeprodukter. Melk inneholder mange forskjellige mineraler, men de viktigste er kalsium, fosfor, kalium, natrium og magnesium (Walstra et al. 2006). Så lenge kaseinmicellene er intakte, vil en stor andel av kalsium og fosfor befinne seg i micellens struktur som kolloidalt kalsiumfosfat. Noe kalsium og fosfor befinner seg også i serumfasen til melken, enten som frie ioner eller bundet til andre molekyler (Koutina & Skibsted 2015). Kalium, natrium og magnesium befinner seg hovedsakelig i serumfasen til melken, selv om en mindre andel er bundet til kolloidalt kalsiumfosfat (Walstra et al. 2006). Kobber og jern er mineraler som forekommer i små mengder i melk. Omtrent halvparten av total mengde jern i melkeprodukter assosieres med fettkulemembranen, mens membranen kun inneholder ca. 10 % av kobberet. Særlig innholdet av kobber bør ikke være høyt i kjernemelk da stoffet fungerer som katalysator på oksidasjon av fosfolipider, noe som kan gi dårlig sensorisk kvalitet i produktet (Walstra et al. 2006). Mineralene er de tyngste stoffene av komponentene i melk, de er lett løselige i vann og er derfor med å bidrar til god løselighet ved rehyrering. Siden de er tyngst av komponentene er det også disse som først løses i vann, sammen med laktose (Westergaard 2004).

2.4 Dannelsen av syregel

Kort fortalt vil syning av melk utføres ved å tilsette melkesyrebakterier som fermenterer laktose til melkesyre. Syreproduksjonen til melkesyrebakteriene fører til endringer i kaseinmicellens fysiske-kjemiske egenskaper. Den negative ladningen på overflaten til kaseinmicellene reduseres når H^+ -ioner tilføres, og ved kaseins isoelektriske punkt (pH 4,6)

vil ladningen være så å si nøytral. Dette fører til aggregering av miceller da de ikke lenger frastøter hverandre (Lucey 2004). Under syrning vil det også være endringer inne i kaseinmicellene. Ved pH 4,6 vil all fosfat og mesteparten av kalsium være oppløst. Siden kalsiumfosfat er bindemiddelet i micellene burde de i en slik situasjon gå i oppløsning. Dette skjer ikke under syrning på grunn av at den totale negative ladningen i kasein reduseres. De frastøtende kreftene er derfor ikke store nok til å forårsake oppløsning av micellene (Dalglish & Corredig 2012). Kalsiumioner som frigjøres fra micellen under syrning vil i stor grad opptre som frie ioner (Ca^{2+}) og kan dermed være med som bindeledd i dannelsen av nettverket til syregelen (Koutina & Skibsted 2015).

Myseproteinenes funksjon i geldannelsen er at de i denaturert tilstand etter varmebehandling binder seg til kaseinmicellen og dermed gir flere bindeledd i nettverket. Fordelene med dette er at tiden for geldannelse reduseres samt at gelens styrke og viskositet øker. Ved å øke innholdet av myseproteiner i forhold til kasein vil det kunne resultere i en sterkere gel, men ved for høy økning kan gelen bli kornete og klumpete (Lucey 2004).

Et vanlig problem i syrnede melkeprodukter er synerese. Dette skjer når gelen skrumper eller trekker seg sammen og myse presses ut i fra nettverket. Årsaker til dette kan være for høy myseprotein/kasein-ratio, for høy inkuberingstemperatur, for lavt innhold av tørrstoff eller for hard mekanisk behandling av produktet etter produksjon. Mengden kasein i produktet er en vesentlig faktor i denne sammenhengen da en forhøyet konsentrasjon av kasein øker evnen til å danne nettverk i gelen og dermed kan bidra til mindre synerese (Lucey 2004).

2.5 Emulsjoner

Emulsjoner er viktig i produksjonen av næringsmidler da det ofte er ønskelig å holde vann og olje jevnt fordelt i en løsning. I melk vil emulsjonen være av typen fett i vann, mens ved produksjon av smør vil emulsjonen snu til typen vann i fett (Belitz et al. 2009).

Om et stoff kan fungere som en emulgator er avhengig av stoffets molekylære struktur. Strukturen må ha en hydrofob del med god løselighet i en ikke-vandig løsning, som for eksempel olje. I tillegg må strukturen ha en hydrofil del som løser seg i vann. Den hydrofobe delen av molekylet er generelt sett en langkjedet alkalisk endegruppe, mens den hydrofile delen består av hydroksyl- eller polyglykoleter-grupper som lett dissosierer i vann. I en ikke-blandbar løsning som for eksempel vann og olje, vil emulgatoren lokalisere seg i grensesjiktet mellom de to fasene og redusere overflatespenningen. Selv i små konsentrasjoner kan

emulgatoren bidra til en jevn blanding mellom de to fasene. Hvis olje og vann mikses sammen, vil det dannes små dråper av fett i løsningen. Emulgatoren har også egenskapen til å hindre disse dråpene fra å trekke seg sammen igjen til større dråper (Belitz et al. 2009).

Kasein er en godt egnet emulgator da den lett kan binde seg til stoffer i grensefasen til fettkuler. I kaseinmicellen er det spesielt α_{s1} - og β -kasein som viktigst i denne sammenhengen da de har en fosfoserin-endegruppe i sin struktur. Dette bidrar til at kasein innehar egenskapen til å hindre fettkulene fra å trekke seg sammen igjen når de er jevnt fordelt i en løsning. Dette er på grunn av det sterisk stabiliserende laget på kaseinmolekylene overflate. Når kasein assosierer seg med overflaten til fettkulene, forhindres de fra å trekke seg sammen igjen til større aggregerte dråper siden kaseinmicellene frastøter hverandre (Dickinson 1999).

2.7 Membranfiltrering

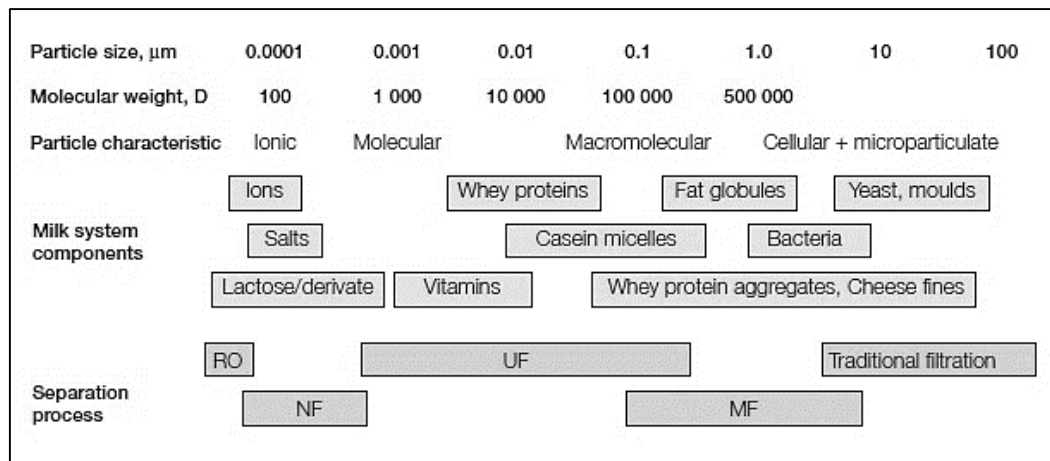
Membranfiltrering av melk er en teknologi som gir muligheten til å utnytte melkens ulike næringsstoffer mer effektivt ved fraksjonering. Melk er godt egnet til dette formålet da de ulike komponentene kan fraksjoneres ut i fra størrelse. Ved å oppkonsentrere eller skille ut noen av næringsstoffene i melken kan produktets egenskaper endres. Siden melk også benyttes som ingrediens i mange ulike næringsmidler, kan membranseparering være med å forbedre sluttproduktet siden de funksjonelle egenskapene til melken endres (Tamime 2009).

Membranseparering skilles som nevnt ut i fra størrelse på komponentene i melken, figur 2 viser et skjematisk spekter over hvilke teknikker som skiller disse komponentene. Avhengig av ønskelig fraksjon kan følgende varianter benyttes:

- MF (Mikrofiltrering), utskillelse av bakterier og andre celler samt separering av makromolekyler (Bylund 1995). Ved å justere porestørrelse i den semipermeable membranen kan også denne teknikken benyttes til å fraksjonere proteiner (Tamime 2009).
- UF (Ultrafiltrering), konsentrering av store molekyler, eksempelvis proteiner.
- NF (Nanofiltrering), konsentrering av organiske komponenter ved å fjerne ioner som salter og mineraler.
- RO (Omvendt osmose), Konsentrering av alle komponenter da kun vann passerer membranen (Bylund 1995).

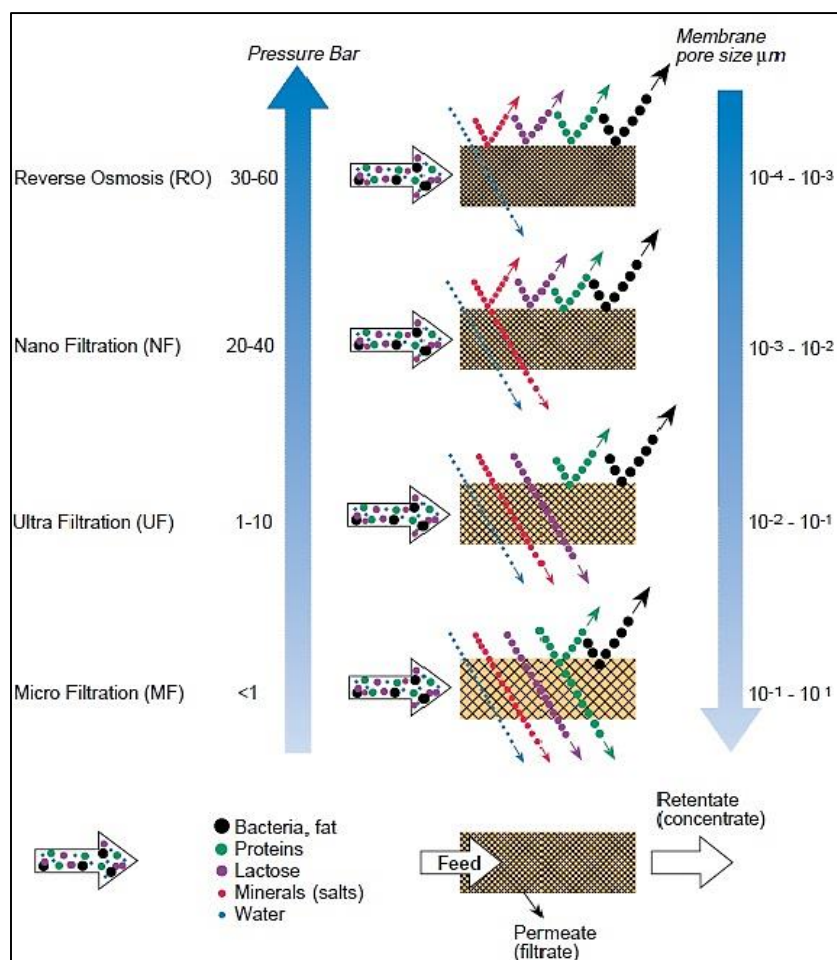
Alle disse typene av filtrering fungerer ved at produktet presses gjennom en semipermeabel membran ved hjelp av en trykkgradient. Filtratet som passerer membranen kalles permeat og fjernes kontinuerlig fra systemet. Komponentene som konsentreres kalles retentat og det er denne delen av produktet som benyttes videre i prosessen. Noen viktige begrep ved utnyttelse av membranfiltrering er;

- Feed: Løsningen som skal konsentreres eller fraksjoneres
- Flux: Mengde permeat målt i liter pr. m² av membranens overflate pr. time (l/m²/h)
- Membrane fouling: Tett membran på grunn av avsetning av komponenter i porene eller på overflaten av membranen, fett er ofte en årsak til slike problemer.
- Concentration factor (CF): Forholdet mellom feed og endelig volum av konsentrat (Bylund 1995).



Figur 2. Ulike komponenter i melk, deres partikkelstørrelse og molekylære vekt samt hvilken teknikk som kan benyttes for å fraksjonere disse (Bylund 1995).

Som figur 2 viser er det ikke et tydelig skille mellom de nærliggende komponentene i melk. Et eksempel er myseproteiner og kasein som overlapper hverandre, og selv innen hver komponent vil størrelsen variere. Porestørrelsen og den påførte trykkdifferansen over membranen blir derfor endret for å skille prosessene fra hverandre (Tamime 2009). I figur 3 vises en oversikt over de ulike filtreringsteknikkene og hvilke trykk samt porestørrelser som benyttes i produksjonen.



Figur 3. De ulike filterteknikker som benyttes, hvilket trykk (Bar) som benyttes i produksjonen, hvilke komponenter som passerer eller ikke passerer membranen og aktuelle porestørrelser (μm) som benyttes i hver teknikk (Bylund 1995).

Mikrofiltrering

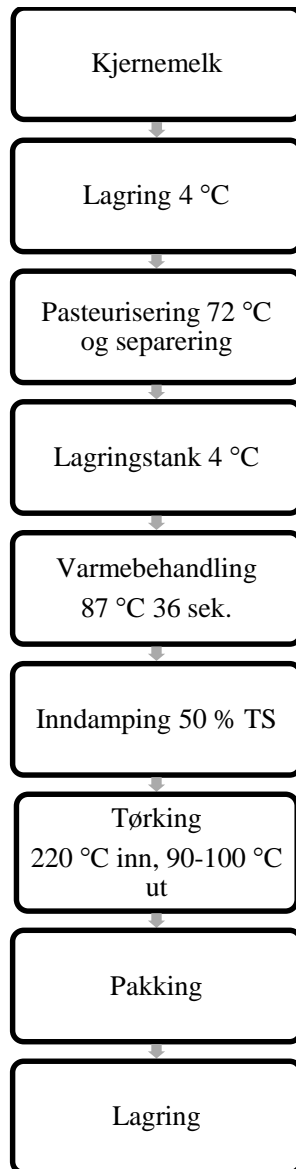
Mikrofiltrering ble i utgangspunktet utviklet for å skille ut bakterier og sporer fra melken uten å utnytte varmebehandling i prosessen og dermed unngå denaturering av proteiner. I senere tid har metoden blitt utviklet til å kunne fraksjonere melkeproteiner da kaseinmicellene kan konsentreres i retentatet og myseproteinene skilles ut med permeatet. En slik type fraksjonering er fordelaktig da myseproteinenes native form kan beholdes i permeatet (Lawrence et al. 2008). For mikrofiltrering på dette nivået benyttes en membranmodul av keramikk eller en spiralmembran som føres inn i rør av rustfritt stål. I industrien vil slike rør være ca. 3,6 m lange og membranen vil ha en overflate på $2,5 \text{ m}^2$. Modulene kan skiftes ut slik at det kan benyttes membraner med ulik porestørrelse (Tamime 2009).

Ved å benytte en membran med en porestørrelse på $0,1 \mu\text{m}$ vil fett og kasein oppkonsentreres i retentatet mens løselige myseproteiner, laktose, mineraler og vann kan passere membranen

og konsentreres i permeatet. Mikrofiltrering er vanlig å benytte seg av i ulike produkter basert på skummet melk. Prosessen har noen begrensninger med tanke på permeabilitet da kasein kan samle seg på membranens overflate og redusere denne. Prosessen må derfor kontrolleres ved å justere forholdet mellom feed, flux og mengden produkt som ikke passerer membranen på grunn av skjærspenning i overflaten (Jimenez-Lopez et al. 2011).

2.6 Tørking av melk og melkeprodukter

Spraytørking er den mest effektive metoden å benytte ved tørking av melkeprodukter. Siden det første industrielle utstyret for fremstilling av spraytørket melk ble tatt i bruk i 1905 (Stauff's patent fra 1901) har det blitt gjort mange forsøk på andre prinsipper, uten at noen har vist seg å være bedre enn spraytørking (Roginski et al. 2003). Det har tidligere blitt benyttet trommeltørking for å tørke melk, men på grunn av at temperaturen i trommelen må være høyere enn 100 °C vil denne varmebehandlingen medføre store endringer på proteinene i melken (Walstra et al. 2006), og denne metoden er derfor ikke mye benyttet i dagens produksjon. Utviklingen av spraytørking har vært stor siden oppstarten, noe som har ført til en mer økonomisk produksjon som i tillegg har gitt pulver med bedre kvalitet. Den første videreutviklingen av prosessen var å innføre to-steps tørking. Dette førte til muligheter for agglomerering av partikler som igjen ga bedre løselighet i pulveret. En videre utvikling av teknologien skjedde på 80-tallet da det ble utviklet tre-steps tørking. Dette ga ytterligere forbedret kvalitet i pulveret og produksjonsprosessen ble enda mer økonomisk (Roginski et al. 2003). Produksjon av kjernemelkpulver vil utføres på samme måte som ved produksjon av SMP (Østerhagen 2015). Et flytskjema for hvordan en slik prosess vil se ut i et norsk meieri kan leses i figur 4.



Figur 4. Eksempel på hvordan produksjon av pulver fra kjernemelk vil utføres i norsk produksjon (Østerhagen 2015).

2.6.1. Varmebehandling

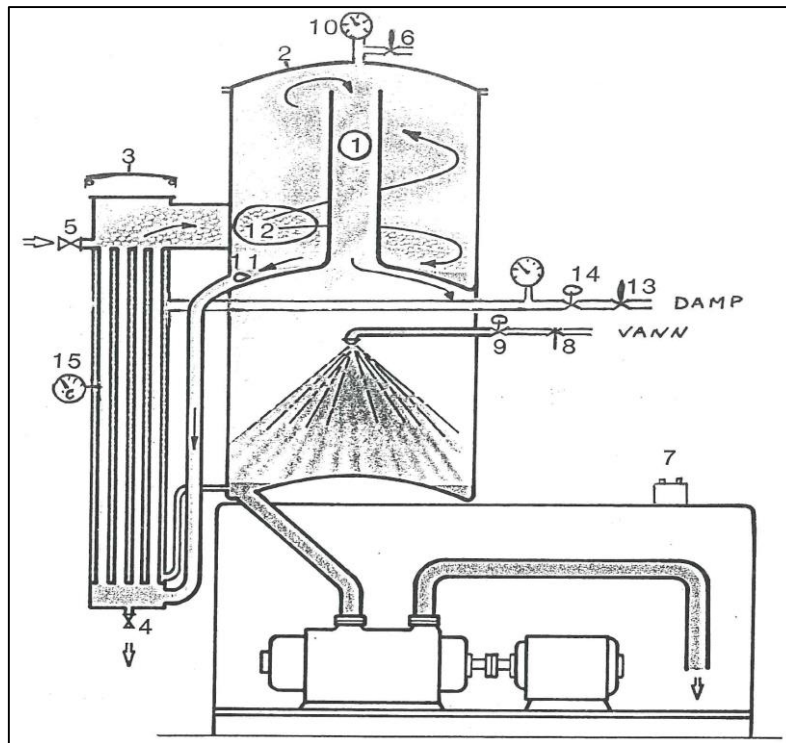
Varmebehandling blir utført to ganger siden kjernemelken pasteuriseres ved mottak i meieriet (Østerhagen 2015). Ytterligere varmebehandling av produktet før tørking gjøres for å drepe mikroorganismer og for å produsere pulver med ulike funksjonelle egenskaper. De funksjonelle egenskapene endres, da forskjellig varmebehandling gir ulik denatureringsgrad av myseproteiner (Tamime 2009). De tre varmebehandlingene som er benyttet til skummet melk er lav varme (79 °C, < 5 sek.), medium varme (90 °C, 30 sek.) og høy varme (120 °C, 4 min.). Ved varmebehandling vil kaseinmicellene vokse i størrelse, og de vokser mer ved høy

varme enn ved lav varme. Dette forklares av andelen denaturerte myseproteiner som binder seg til kaseinmicellen. Ved inndamping er det vist at micellene øker enda mer i størrelse, dette forklares ved at myseproteiner fortsetter å binde seg til kasein i inndampingsprosessen. I tillegg vil løselig kaseinfragmenter og kalsium bevege seg fra serum til micellen (Tamime 2009). I produksjonen til TINE Meieriet Brumunddal er de nevnte varmebehandlingene noe annerledes. Lav varmebehandling av pulver (opptil 75 °C) blir i dag ikke benyttet. Medium varmebehandling (75-95 °C) er mest benyttet og det meste pulveret som selges blir varmet til 87 °C i 36 sekunder. Høy varmebehandling (95-120 °C) blir brukt til noen pulvere av skummet melk, ett eksempel er 115 °C i 166 sekunder som er forbehandlingen til pulver som selges til en av de eksterne kundene (Østerhagen 2015).

TINE Meieriet Brumunddal produserer i dag pulver av syrnet kjernemelk. I den prosessen benyttes en varmebehandling på 94 °C i 36 sekunder før inndamping og påfølgende syrning. Varmebehandlingen kjøres med en forhøyet temperatur da de har erfart at kjernemelk ofte har et høyt innhold av mugg og gjær. Gjærceller er det største problemet, og for å unngå gjæring av konsentratet under syrning, benyttes en høyere temperatur i forbehandlingen. Det ble tidligere produsert pulver av søt kjernemelk i dette anlegget og om denne produksjonen skulle gjenopptas, ville forbehandlingen være identisk med produksjonen av mellomvarmet SMP (Østerhagen 2015).

2.6.2. Inndamping

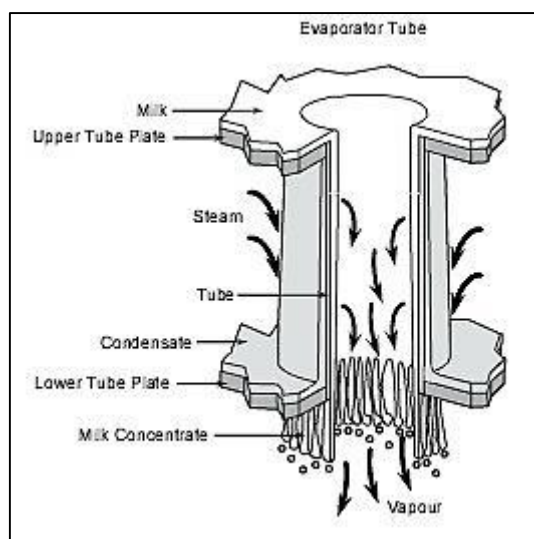
Etter varmebehandling av produktet starter prosessen med å konsentrere melken til et høyere innhold av tørrstoff. De første inndamperene som ble benyttet ble kalt «tvungen resirkulerings-inndamper». I en slik inndamper tvinges melkestrømmen fra bunnen opp mot toppen på innsiden av vertikale rør. Rørene er montert inne i en kappe på en rørvarmeveksler. Samtidig tilføres damp inn i kappen som fører til oppvarming på rørenes utside. Overflaten til varmeoverføring blir god, men overflaten for fordamping fra produktet blir dårlig da rørene fylles med melk på innsiden. Avdamping skjer derfor ikke før melken strømmer ut av rørene i toppen og renner ut i en separator. I separatorene synker temperaturen og vann fordampes, produktet tvinges fra separatorene og kjøres på nytt gjennom varmeveksleren. Prosessen kjøres under vakuum for å senke melkens koketemperatur (Westergaard 2004). En slik type inndamper ble benyttet i pilotanlegget ved den praktiske delen av oppgaven, og en skisse av denne er vist i figur 5.



Figur 5. Skisse av en tvungen resirkulerings-inndamper i ett steg. Tegnforklaringer: (1) Seglass for å observere produktet, (2) hovedlokk med pakning, (3) lokk til rørvarmeveksler, (4) avtappingskran, (5) innsugningskran til produkt, (6) luftekran, (7) strømbryter til vakuumpumpe, (8 og 9) regulering av kjølevann, (10) manometer vakuum, (11) utgang av separator og nedløpsrør til rørvarmeveksler, (12) innløp fra rørvarmeveksler, (13 og 14) regulering av damptilførsel (Anhydro).

I dagens industrielle produksjon er det mest vanlig å benytte seg av en fallstrøms inndamper. En slik type inndamper er fordelaktig da den har kortere holdetid i prosessen fordi fordamping av vann skjer hurtigere. Den nødvendige mengde produkt i systemet er minimert og overflaten til fordamping av vann er økt (Westergaard 2004).

Inndamperen er bygget opp av en kappe med mange tynne vertikale rør fastmontert på innsiden. I hver ende av rørene er det fastmontert plater som er med å styre melk ned i rørene i toppen av inndamperen, i tillegg skilles kondensat, konsentrat og avdamp i bunnen. I figur 6 vises et snitt av et rør inne i et slikt system. Melken styres altså ned i de vertikale rørene inne i kappen og danner en tynn film på innsiden, dette kalles kokeseksjonen i inndamperen. Samtidig tilføres damp inn i kappen som varmer opp melken fra utsiden av rørene. Rørene er montert slik at de ikke har kontakt med hverandre, dette sikrer god varmeoverføring til hvert rør og denne delen av inndamperen kalles varmeseksjonen (Westergaard 2004).



Figur 6. Snitt av et rør inne i kappen i en fallstrøms inndamper (Westergaard 2004).

I bunnen av inndamperen renner kondensat fra varmeseksjonen til platen i bunnen av kappen og pumpes ut fra systemet. Konsentrat pumpes ut for videre prosessering, men noe av konsentratet vil frakte med seg avdamp fra kokeseksjonen. Denne avdampen blir fjernet med en separator som skiller de to fasene. Derfra pumpes konsentratet videre fra separatorens sammen med konsentratet som ikke separeres, mens avdampen fjernes fra systemet via toppen av separatorens. Slike typer inndampere har som regel to eller flere kammer for inndamping der hvert kammer har egne kapper med varme- og kokeseksjoner. Ved å benytte seg av flere trinn i inndampingsprosessen spares mye energi siden avdamp benyttes som varmemedie i neste trinn. Et eksempel på dette er at det med to trinn i en prosess kan fordampes 2 kg vann fra produktet med 1 kg damp, mens ved tre trinn i prosessen kan 1 kg damp fordampe 3 kg vann (Westergaard 2004).

Alle trinn opererer under vakuüm og ved å kjøre prosessen med lavere vakuüm i påfølgende trinn kan avdamp fra kammer én fungere som varmemedie i kammer to osv. Sammen med en vakuümpumpe er dette måten å opprettholde vakuüm underveis i prosessen da avdampen kondenseres når den avgir varme til produktet i neste kammer. I den avsluttende delen av inndampingen benyttes kjølevann med en temperatur som er lavere enn koketemperaturen i siste kammer av inndamperen (Westergaard 2004).

Melk er som kjent et varmesensitivt produkt på grunn av proteininnholdet i produktet. Ved å kjøre inndamping ved 100 °C vil det medføre denaturering av melkeproteiner som igjen vil gi dårlig smak og reduserte funksjonelle egenskaper for det ferdige produktet. Derfor settes kokeseksjonen i inndamperen under vakuüm, noe som gir muligheter for å senke kokepunktet

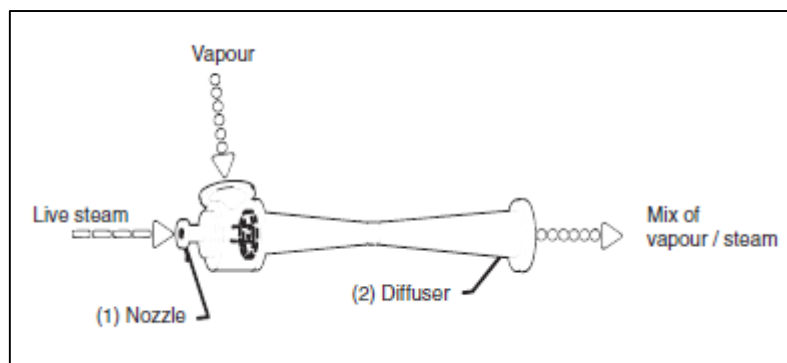
til melken og fjerne vann ved en lavere temperatur. Tabell 3 viser en oversikt over hvordan kokepunkt reduseres under vakuum (Westergaard 2004).

Tabell 3. Kokepunkt til melk ved atmosfærisk trykk og etter påført vakuum (undertrykk) (Westergaard 2004).

Kokepunkt (°C)	Vakuum (bar)
100	0
85	-0,45
70	-0,72
60	-0,83
50	-0,91
40	-0,96

Rekompresjon av avdamp (TVR)

For å spare energi ved inndamping er det vanlig å benytte seg av en termokompressor i fallstrøms inndampere. Denne vil øke temperatur og trykk til avdampen fra inndamperen ved tilføre ny damp i høy hastighet. Avdampen blir da komprimert og oppnår et høyere trykk. Fordelene med en termokompressor er at konstruksjonen er enkel, dimensjonen er liten og kostnadene er lave. Figur 7 viser utformingen av en slik kompressor.



Figur 7. Utformingen av en termokompressor (Westergaard 2004).

Som vist i figur 7 er oppbygningen til en termokompressor veldig enkel. Ny damp tilføres i punkt 1 (Nozzle) hvor dampens hastighet øker på grunn av innsnevringen i dysen. Dette medfører igjen at avdamp (vapour) fra separatorene i inndamperen suges inn i strømmen av ny damp. I punkt 2 (Diffuser) vil miksen av damp og avdamp strømme i høy hastighet ut av kompressoren hvor den høye hastigheten avtar og trykket øker på grunn av retardasjon, dette vil igjen medføre en temperaturøkning i miksen av damp og avdamp. Blandingen av ny damp

og avdamp vil etter denne komprimeringen kunne utnyttes som varmemedie i neste trinn av inndamperen (Westergaard 2004).

Antall steg i en inndamper varierer, men det er ikke vanlig å oversige 7 trinn. Om det benyttes en termokompressor i en 7-trinns inndamper kan 13 kg vann fordampes fra 1 kg damp. Dette er mulig ettersom det kun benyttes ny damp i det første trinnet i inndamperen. En slik type inndamper vil være fordelaktig med tanke på energiutnyttelse. En ulempe er derimot at produktet får en lang oppholdstid i prosessen, og selv om temperaturen er relativt lav (66-45 °C) kan det resultere i konsentrat med for høy viskositet som igjen blir problematisk å tørke. Dette er på grunn av at dråpestørrelsen øker jevnt med tykkelsen til konsentratet gjennom forstøveren i tørkeprosessen (Westergaard 2004).

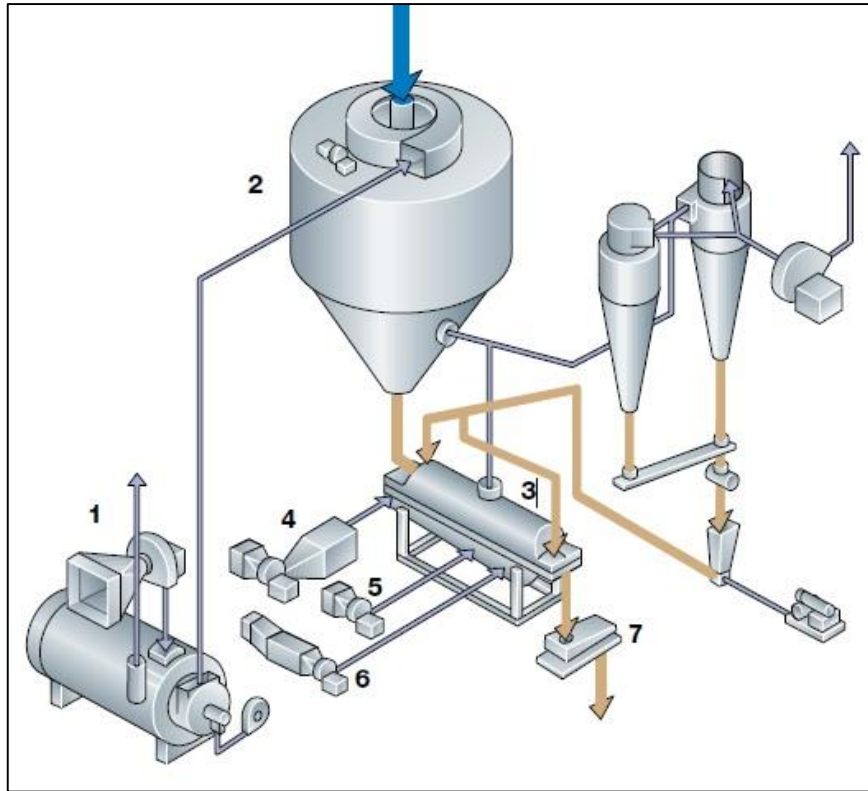
Mekanisk rekompresjon av avdamp (MVR)

En MVR-inndamper har like prinsipper som en fallstrøms inndamper, men har også noen vesentlige forskjeller. Mekaniske komprimering skjer ved hjelp av en hurtig roterende vifte med en hastighet på ca. 3000 rpm som kan operere under vakuu. Viften drives vanligvis av elektrisitet, men det kan også benyttes dieselmotorer til dette formålet (Westergaard 2004). En slik inndamper har bare én kappe med vertikale rør, men kappen er inndelt i 3-5 seksjoner (Walstra et al. 2006). Avdampen fra produktet fraktes fra separatoren i bunnen og komprimeres av viften, dette fører til en økning i temperatur, og avdampen kan dermed benyttes på nytt i varmeseksjonen i inndamperen. På denne måten er det kun nødvendig å blåse inn damp i systemet ved oppstarten av prosessen (Tamime 2009). Ettersom en MVR-inndamper kun har én kappe med ulike seksjoner kan inndampingen gjøres ved en konstant temperatur, vanligvis 50-55 °C. Oppholdstiden i inndamperen er derfor redusert i forhold til produksjon med TVR i flere trinn. Prosessen utføres på ca. 10 minutter og det høyeste oppnåelige tørrstoffet i konsentratet er 40-45 %. Da det ofte er ønskelig å komme opp til 50 % tørrstoff i denne delen av produksjonen er det vanlig å installere en liten ett-steps TVR-enhet som fordamper resterende vann fra konsentratet til ønskelig tørrstoffinnhold (Walstra et al. 2006). MVR-inndamperen er en energisparende prosess da det ikke trengs mye damp i produksjonen og den nødvendige mengden kjølevann er minimal. Det kommer derimot kostnader på elektrisitet i driften av viften til kompresjon. En annen vesentlig fordel med MVR er at oppholdstiden er lav, noe som gir et konsentrat med lavere viskositet og mindre dråpestørrelse ut fra forstøveren i tørken (Westergaard 2004).

2.6.3 Spraytørking

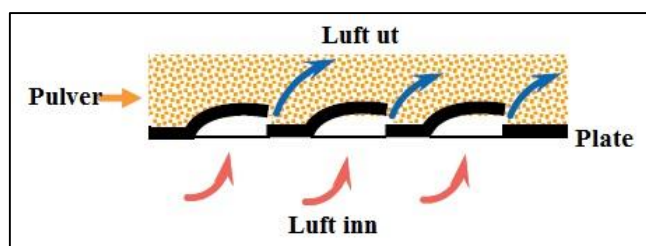
Spraytørking er en god metode å benytte ved tørking av melk da konsentrat tørkes til pulver på kort tid, noe som bevarer melkens opprinnelige egenskaper. Prinsippet i alle spraytørker er å gjøre om konsentratet til mange små dråper som deretter blir utsatt for varm luft i høy hastighet. I teorien kan 1 liter konsentrat forstøves til $1,5 \times 10^{10}$ partikler, disse partiklene vil ha en størrelse på ca. 50 μm som gir en overflate på 120 m^2 . Med en så stor overflate vil vannet fordampe veldig raskt og dråpene tørkes til pulverpartikler (Westergaard 2004).

Spraytørking utføres gjennom ett, to eller tre steg, prosessen over to steg illustreres i figur 8. I dette prosjektet ble det planlagt å benytte tørking med ett og to steg, så det fokuseres kun på disse i teksten. Felles for metodene er forstøving av konsentrat og tørking i det første tørkekammeret. Her pumpes konsentratet inn i toppen av tørkekammeret hvor det forstøves til dråper (Bylund 1995). Samtidig vil det blåses inn filtrert luft med en temperatur mellom 150-300 °C og en hastighet på opptil 50 m/s (Carić 1994). Fritt bundet vann tørkes momentant da dråpene av konsentrat kommer i høy hastighet ut fra forstøveren og bremses av friksjonen i den varme luftstrømmen. Det resterende vannet i hver partikkel diffunderer deretter til overflaten før det tørkes. Partiklene vil ikke oppnå noe høyere temperatur enn 70-80 °C i prosessen da varmen fra luften kontinuerlig blir utnyttet til fordampning av vann (Bylund 1995). Tørkeprosessen er gjort på ca. 1 sekund og det er derfor ikke store endringer i melkens sammensetning om partiklene kjøles ned i utgangen av tørkekammeret (Carić 1994). Partiklene faller til bunnen av tørkekammeret etter hvert som de tørkes, den totale oppholdstiden i tørkekammeret er ca. 30 sekunder. I ett-stegs tørking vil pulveret nå være ferdig tørket og blåses til pakkeavdelingen. Når varmluften forlater tørkekammeret vil noen av de minste partiklene (fines) følge med. Luften kjøres derfor inn i en syklon der disse partiklene utskilles og faller til bunnen av syklonen, varmluften blåses ut i toppen via et filter. Pulveret som utskilles i syklonen blåses fra syklonen til samme pakkeavdeling som pulveret fra tørkekammeret (Bylund 1995). Pulver fra ett-stegs tørking er karakterisert ved at det består av enkeltpartikler med noe støv, høy bulk tetthet og ikke agglomerert (Tamime 2009).



Figur 8. Prosesskjema for to-steps tørking uten agglomerering. Konsentrat er merket med blå farge og pumpes inn i toppen av tørkekammeret (2), pulverets vei er markert med brun farge. De grå markeringene illustrerer luftens vei i systemet. Tørkekammer (2) er likt for både ett- og to-trinns tørking. Fluid bed (3) er kun benyttet i to-steps prosessering (Bylund 1995).

Ved to-steps tørking vil det være installert en fluid bed i etterkant av tørkekammeret. Her vil de siste 2-10 % av fuktighet fordampes fra partiklene. I fluid bed har pulveret lengre oppholdstid enn i selve tørkekammeret og utsettes for varm luft med en hastighet på ca. 20 m/s. Med en slik ettertørking kan temperaturen i selve tørkekammeret reduseres (maks 10-15 °C) noe som gir en mer skånsom behandling av pulveret. I fluid bed blåses luften inn fra undersiden av produktlaget som ligger på plater med hull for å slippe luften gjennom. Disse platene vibrerer, og sammen med luftstrømmen vil dette føre til at pulveret oppfører seg som en væske gjennom kammeret på grunn av oppdrift. Figur 9 viser hvordan platene er utformet samt hvordan luften passerer gjennom systemet. Fluid bed er inndelt i seksjoner som gir muligheter for å benytte luft ved forskjellige temperaturer i tillegg til kald luft for nedkjøling av partiklene før pakking (Westergaard 2004). I to-steps tørking er det vanlig å benytte fines til agglomerering, og pulveret kan derfor karakteriseres som agglomerert uten støv, en høyere bulk tetthet enn ved ikke agglomerert pulver og god flyteevne. Pulvere fra to-steps tørking vil også ha bedre løselighet da det kan benyttes en noe lavere temperatur i tørkekammeret som igjen gir en mer skånsom behandling (Tamime 2009).



Figur 9. Luftstrøm gjennom fluid bed i to-steps tørking (Westergaard 2004).

2.6.4. Forhold ved konsentratet av betydning for spraytørking

Ved forstøving av konsentrat vil det suges noe luft inn i produktet. Konsentratets viskositet er med å bestemme hvor mye luft som blandes inn, lavt tørrstoff før tørking fører til at det suges inn mer luft og omvendt. Med luftbobler inne i partiklene påvirkes egenvekt og løselighet i negativ retning (Westergaard 2004).

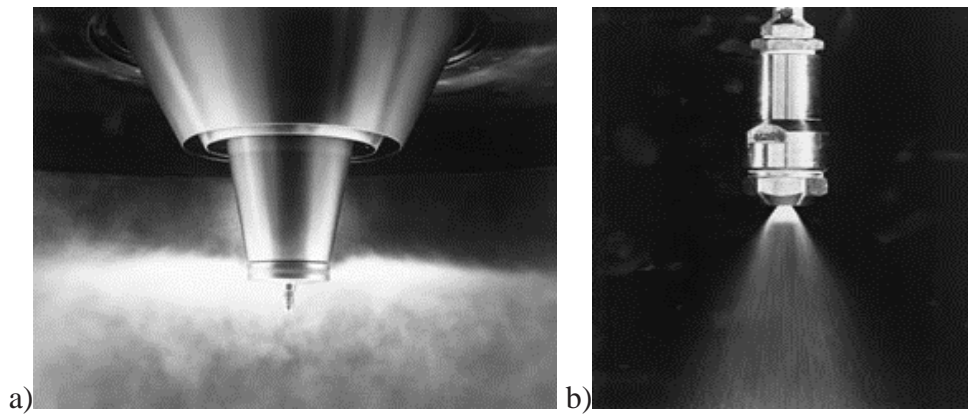
Viskositeten i konsentrat øker med høyere innhold av tørrstoff, men en forhøyet konsentrasjon av protein vil også være med å øke viskositeten. For høy viskositet kan gjøre forstøvingen vanskeligere (Westergaard 2004).

Ved å endre forstøving slik at det oppnås mindre partikler, kan temperatur på utgående luft reduseres. Dette på grunn av at det blir en forstørret overflate til hver partikkel som gjør fordampning av vann lettere (Westergaard 2004).

Ved økning i viskositet og tørrstoff vil det kreves en økt utgangstemperatur i tørkekammeret da fordampning av vann går saktere og det trengs større temperaturforskjell mellom partikler og omgivelser (Westergaard 2004).

2.6.5. Forstøving

Forstøving av konsentrat før tørking gjøres for å skape en høy rate mellom overflate og masse i hver partikkel. Med en stor overflate vil varmeoverføringen bli rask og vannet fordampes hurtig fra partiklene. Etter forstøving vil partiklene få en kuleform underveis i tørkeprosessen på grunn av overflatespenning i hver dråpe. Valgte parametere i forstøvingsprosessen vil være med å påvirke pulverets bulk tetthet samt partiklenes form og størrelse, innhold av innesluttet luft og endelig vanninnhold (Carić 1994).



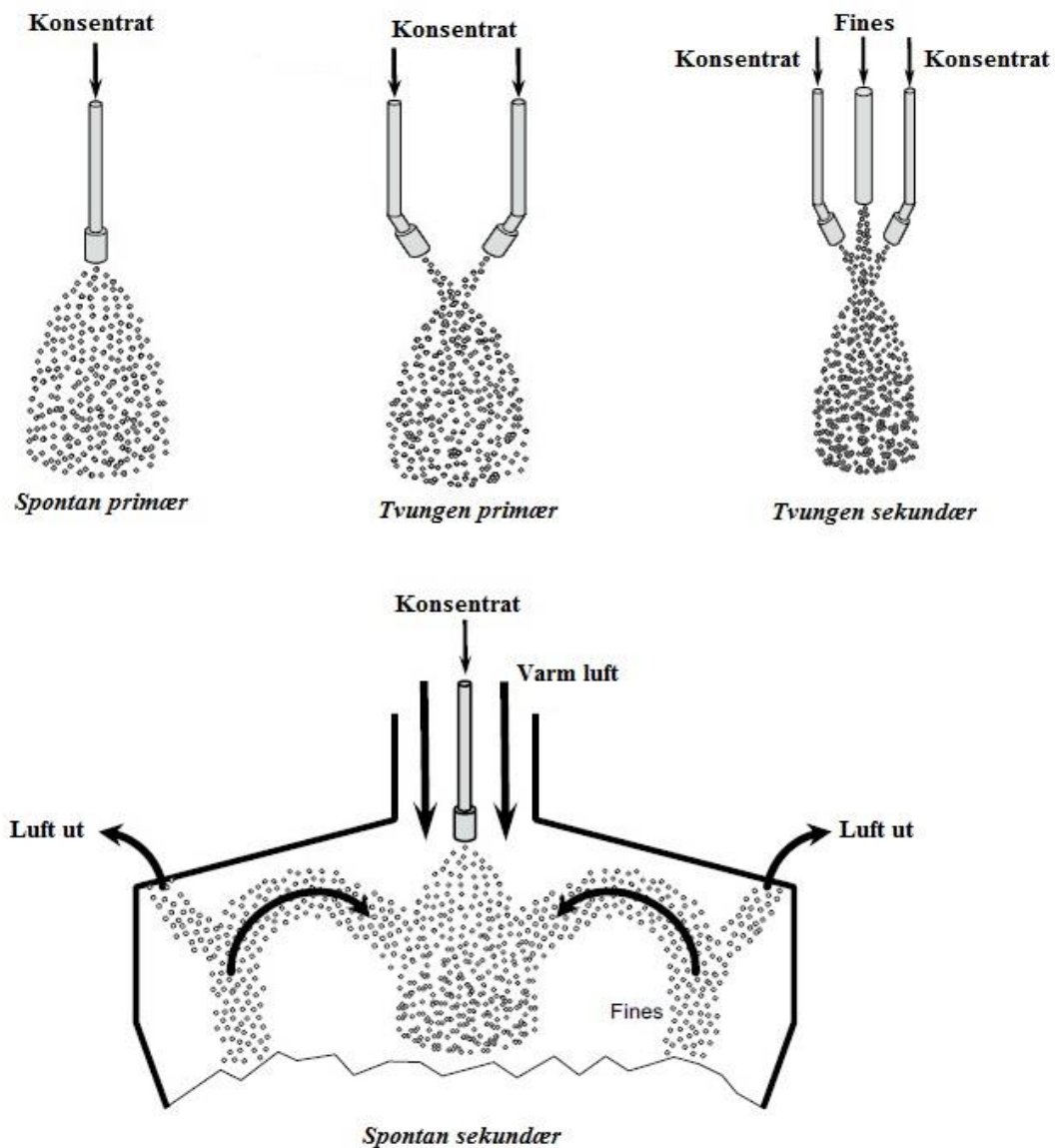
Figur 10 a og b. Bilde av roterende forstøver (a) og forstøving med dyse (b) (Fellows 2009).

Det finnes to hovedprinsipper for å forstøve konsentratet, enten ved rotasjon eller dyse. Figur 10 a og b viser hvordan disse ser ut under produksjon. En *roterende forstøver* fungerer ved at produktet mates inn i senter av en roterende plate som har en hastighet på 90-200 m/s. Dråpene slynges fra platen og danner en jevn spray eller tåke inne i kammeret, en slik type forstøver ble benyttet ved tørking i den gamle tørken (Niro Atomizer). Forstøving med dyse kan utføres på to måter. En *singel-fluid dyseforstøver* fungerer ved at produktet presses gjennom en trang åpning i dysen under høyt trykk. Innsiden av dysen har spor som gir dråpene et kjegleformet utseende og dråpene kan dirigeres i ulike retninger for å utnytte hele tørkekammerets kapasitet. I en *to-fluid dyseforstøver* tilføres trykkluft sammen med produktet i dysen. Den komprimerte luften skaper turbulens og dette fører til forstøving av konsentratet. Det er derfor ikke nødvendig med stort trykk i produkttilførselen og et slikt system er godt egnet til forstøving av viskøse produkter. Partiklene i denne type forstøving vil bli noe mer ujevne i størrelse, men metoden er god om det er ønskelig å lage et produkt med små partikler (Fellows 2009).

2.6.6. Agglomerering

Agglomerering av pulveret er fordelaktig da det øker oppløseligheten til partiklene. Pulver produsert uten denne teknologien vil danne store klumper når det blandes i væske, og det krever derfor kraftig røring for å gjøre blandingen homogen. Formålet med agglomerering er å få små partikler til å feste seg sammen og danne et pulver som består av større sammensatte partikler. Et slikt pulver vil være lettere å rekonstituere i vann. Ved spraytørking kan agglomerering foregå spontant eller tvungent, begge i primær eller sekundær form. *Spontan primær agglomerering* skjer naturlig når konsentrat forstøves og partiklene kolliderer på

grunn av forskjellig størrelse og redusert hastighet ut fra dysen. *Tvungen primær agglomerering* er kontrollert og skjer i tørkekammer der det benyttes flere forstøvere i toppen. Disse monteres på en slik måte at partiklene kolliderer når de kommer ut fra dysen. *Spontan sekundær agglomerering* skjer om tørre partikler suges med av utgående luft inn i skyen av nytt forstøvet konsentrat. *Tvungen sekundær forstøvning* kontrolleres ved å returnere fines inn i skyen av forstøvet konsentrat. Fines er de minste partiklene som skilles fra utgående luft i syklonen utenfor tørkekammeret. Figur 11 viser hvordan disse teknologiene ser ut i toppen av et tørkekammer (Tamime 2009).



Figur 11. Ulike former for agglomerering i tørkekammeret ved spraytørking (Westergaard 2004).

3. Materialer og metoder

3.1. Planlagt forsøksoppsett

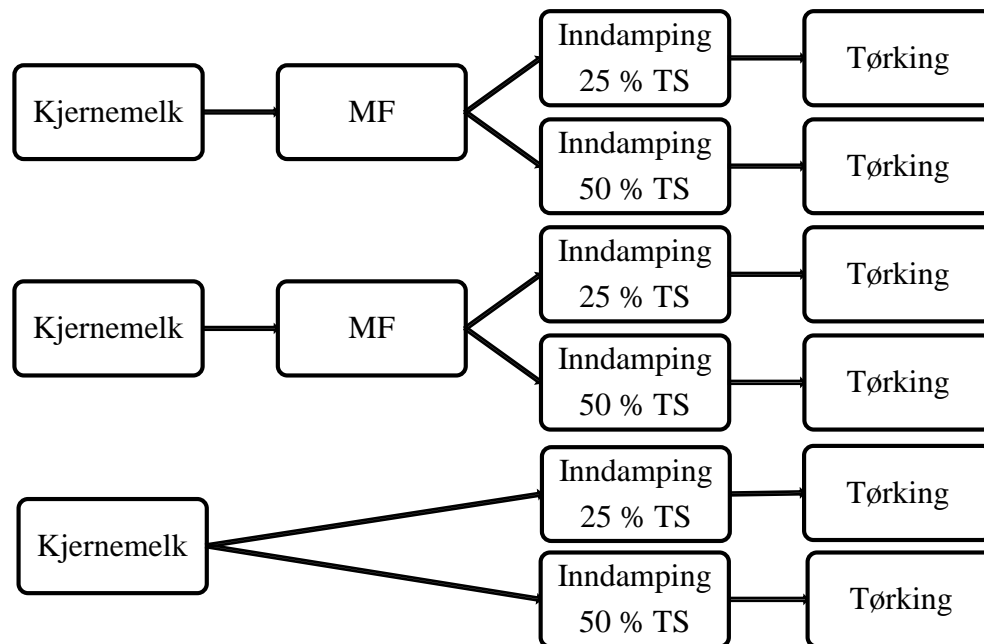
I planleggingsfasen ble det bestemt å ta inn tre leveranser av kjernemelk fra TINE Meieriet Jæren, der to av leveransene skulle fraksjoneres i MF før inndamping og tørking. En av leveransene skulle ikke fraksjoneres, men kjøres direkte til inndamping og tørking. I tillegg til disse tre leveransene ble det planlagt å motta og tørke en leveranse av et kjernemelk-konsentrat fra TINE Meieriet Brumunddal. Dette konsentratet var inndampet til 25 % TS i en industriell inndamper og gav muligheten for å se om et slik konsentrat ville føre til endringer i pulveret. I tillegg ble det på denne måten mottatt to leveranser der MF ble utført i forbehandlingen, og to leveranser der MF ikke ble utført i forbehandlingen.

Denne planen ble ikke gjennomført da det oppsto uforutsette problemer med leveransen av kjernemelk-konsentrat fra TINE Meieriet Brumunddal. Ved mottak hadde konsentratet forgjæret, og det var ikke mulig å tørke konsentratet på grunn av dette. Konsentratet hadde antageligvis hatt en lang nedkjølingsprosess, og den ble transportert uten kjølige omgivelser. Dette førte til at kannene konsentratene ble transportert i hadde blåst seg opp på grunn av gjæringsprosessen. Meieriet ble kontaktet for å avtale en ny leveranse av konsentrat, men siden de ikke produserer kjernemelkpulver så ofte i anlegget på Brumunddal, ble det ikke anledning til å gjennomføre en ny leveranse. Det var i tillegg planlagt å installere en ny tørke underveis i prosjektet. Dette medførte at tidsskjemaet var begrenset for å gjennomføre alle leveranser, og var med å bidra til at et nytt mottak av konsentrat fra Brumunddal ikke kunne gjennomføres. Installasjonen av den nye tørken var tidkrevende, og da den gamle tørken skulle rives i prosessen kunne heller den ikke benyttes til produksjon.

På grunn av disse problemene ble forsøksopplegget endret, og det endelige forsøksoppsettet er beskrevet i kapittel 3.2.

3.2. Endelig forsøksoppsett

Forsøket ble utført i pilotanlegget ved Instituttet for Kjemi, bioteknologi og matvitenskap (IKBM), NMBU, Ås. I det endelige forsøksoppsettet ble det gjennomført tre leveranser à 1000 L kjernemelk fra TINE Meieriet Jæren, forsøksoppsettet av de tre leveransene vises i figur 12.



Figur 12. Forsøksoppsett for produksjon av kjernemelkpulver fra tre leveranser i pilotanlegget.

Ved TINE Meieriet Jæren hadde fløten blitt pasteurisert ved 92 °C i 15 sekunder. Videre hadde den blitt varmebehandlet ved 18 °C i 1 time og kjølt ned igjen til 6 °C. Selve kjerningsprosessen ble utført ved 12,8 °C og kjernemelken ble kjølt ned til 3 °C etter den var skilt ut fra smørproduksjonen.

Ved mottak av råstoffet ble alle leveranser av kjernemelk termisert (Alfa Laval A3-HRB) ved 60 °C i 15 sekunder og separert (Westfalia separator AG, SA 1-01-175, Tyskland). I pilotanlegget ved IKBM ble det også benyttet et anlegg for mikrofiltrering (MF) (APV UF/MF pilot MCC RV 00109921 RKA 01118340, APV, Silkeborg, Danmark) med INSIDE CéRAM, sunflower membran (Hoffmann 2011) med porestørrelse 0,14 µm. Det ble forsøkt å holde en konsentrasjonsfaktor på 2,5 i prosessen.

De to første leveransene som skulle gjennomgå MF hadde en utgangstemperatur på 50 °C fra pasteuren og gikk direkte videre til MF før retentatet ble kjølt ned til 4 ° i en lagringstank. Den tredje og siste leveransen hadde en utgangstemperatur fra pasteuren på 4 °C før den ble lagret på tank ved samme temperatur. Inndamping ble utført påfølgende dag ved hjelp av en inndamper (Anhydro laboratory vacuum evaporator, Hending, Danmark) i første batch. Det ble store problemer med skumdannelse i denne prosessen. De resterende batcher ble derfor gjennomført i en brunostgryte (levert av Landteknikk, Norge) som opererte med samme prinsipp som inndamperen. Prosessen i gryten ble kjørt med et vakuüm på ca. -0,8 kg/cm² noe som ga en koketemperatur på ca. 55 °C. En mer detaljert beskrivelse av inndampingen er beskrevet i kapitlene 3.3.1. og 3.3.2.

I produksjon av pulvere fra den første leveransen ble konsentratene tørket den samme dagen som inndampingen. Etter inndampingen var utført fra den andre og tredje leveransen ble konsentratene oppbevart i melkespann på kjølerom ved 4 °C til neste dag. Påfølgende dag ble konsentratene rørt opp og tørket i en spraytørke (Niro Atomizer, København, Danmark). Konsentratet med høyest tørrstoffinnhold fra den andre leveransen måtte i tillegg varmes opp før tørking da viskositeten var veldig høy etter avkjøling. Den roterende forstøveren i tørken hadde en diameter på 1,25 mm med en hastighet på 20 000 rpm. Prosessen ble kjørt med en inngangstemperatur på ca. 180 °C og utgangstemperatur på ca. 85 °C. Utførelsen av tørkeprosessen utdypes nærmere i kapittel 3.3.3. Etter tørking ble pulvere pakket i myke plastposer som ble sveiset før disse posene ble lagt i mørke plastposer og lagret mørkt og kjølig (4 °C). Fra de to siste leveransene av kjernemelk ble halvparten av alle produserte konsentrater fryst ned (-20 °C). Disse skulle i etterkant tines og tørkes på en nyinnkjøpt to-stegs tørke i pilotanlegget.

Ved forsøkskjøring i den nye tørken (GEA Niro Fluidized spray dryer, Type FSDTM, SSP-Design, GEA Process Engineering A/S, Søborg, Danmark) ble det tørket en 40 % løsning av maltodekstrin. Siden dette var aller første kjøring i det nye tørkekammeret, og det var en begrenset mengde konsentrat av kjernemelk, kunne ikke konsentratene av kjernemelk benyttes ved innkjøring av prosessen. Metoden for produksjon i det nye tørkekammeret beskrives nærmere i kapittel 3.3.4.

Kjernemelken gjennomgikk mottakskontroll ved analyser i Milkoscan (MilkoScan FT1, FOSS Analytical A/S, Hillerød, Danmark). Denne var ikke kalibrert til analyse av kjernemelk, så det ble benyttet program for analyse av skummet melk. Retentat ble også analysert i samme Milkoscan for å se hvordan sammensetningen i produktet endret seg etter mikrofiltrering. I tillegg ble det utført mikrobiell kontroll av mugg og gjær. Dette ble gjort ved å lage fortyninger til 10^{-6} før prøvene ble sådd ved utstrykning i Rose-Bengal Chloramphenicol agar (Oxoid LTD, Basingstoke, Hampshire, England) og inkubert ved 22 °C i 4 døgn. Underveis i produksjonen ble det tatt ut prøver til ulike analyser, Bulkotester av kjernemelk, retentat og konsentrat ble fryst ned til – 40 °C. Disse prøvene samt pulver ble senere analysert for pH-verdi, laktose og fosfolipider. De produserte pulverne ble i tillegg til dette testet for innhold av mineraler samt funksjonalitetstester som emulgeringsevne, løselighet, effekt på dannelsen av syregel, bulktetthet og partikkelstørrelse. Analyser av proteininnhold og tørrstoff ble utført etter produksjonen av hver leveranse, og var derfor ikke fryst før analysen ble utført.

3.3. Produksjon

3.3.1. Vakuuminndamping

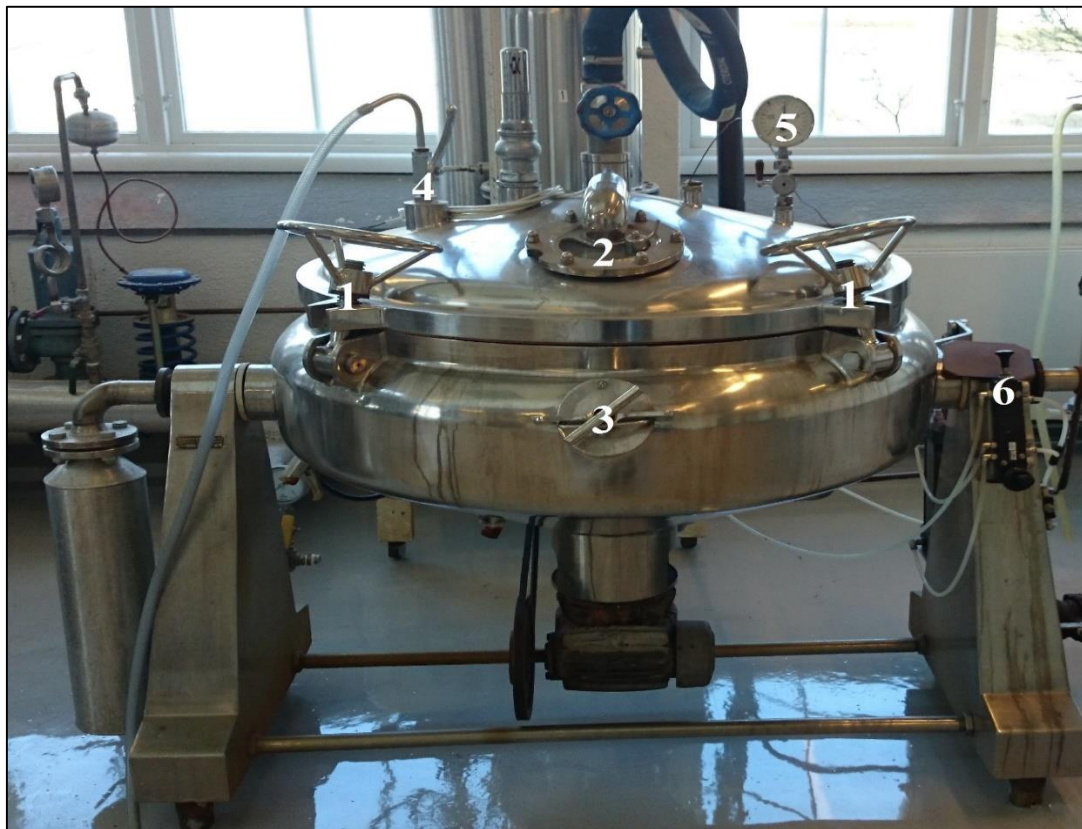


Figur 13. Bilde av Anhydro laboratory vacuum evaporator som ble benyttet i inndamping av første batch. Tegnforklaringer: 1. Seglass til separator (øverst) og kondensator (nederst), 2. Hovedlokk, 3. Manometer for vakuum og luftekran, 4. Varmevexsler, 5. Separator, 6. Kondensator, 7. Tappekran for konsentrat, 8. Slange og ventil for innsug av produkt, 9. Damptilførsel til varmevexsler, 10. Tilførsel av vann i kondensator. (Foto: Motrøen 2015)

Alle lokk og deksler ble montert og ventiler som kunne slippe luft inn i systemet ble stengt (Punkt 1,2,3,7 og 8). Deretter ble vakuumpumpen startet og kran til kjølevann (punkt 10) av damp ble åpnet. Kammeret skulle nå oppnå vakuum, men i alle oppstartsfasene måtte lokket over inndamperen (punkt 2) manuelt presses ned for å tette innsug av luft. Det tok en del tid, men systemet fikk etter hvert vakuum og når dette hadde kommet opp til $-0,8 \text{ kg/cm}^2$ ble tilførsel av damp åpnet (punkt 9). Ca. 8 liter vann ble deretter sugd inn i systemet via mateslangen (punkt 8) og når vakuum hadde stabilisert seg, ble det åpnet for tilførsel av produkt. Nivået i inndamperen skulle ikke være for høyt, så det ble kun kjørt inn små

mengder produkt. Kontinuerlig overvåkning var nødvendig slik at innmating kunne stoppes ved for høyt nivå eller dannelse av skum i mediet. Etter hvert som prosessen pågikk og andelen tørrstoff i produktet økte, ble det store problemer med dannelse av skum i inndamperen. Det ble gjort forsøk på å fjerne skum ved å slippe inn luft (punkt 3), men det førte med seg en reduksjon i vakuüm. Innen rett vakuüm ble gjenoppnådd hadde nivået av skum blitt så høyt at ny luft måtte slippes inn. Dette førte til at produksjonen måtte stoppes da produktet til slutt skummet over og rant ut med kjølevannet fra kondensatoren. Ved avslutning av prosessen ble produktet tømt i bøtter fra kranen montert under varmeveksleren (punkt 7) og helt over i melkespann før Brix ble målt for å gi en indikasjon på tørrstoffinnhold. Tappekranen for konsentrat (punkt 7) kunne blitt brukt til å ta ut prøve av konsentratet underveis om prosessen hadde fungert optimalt.

3.3.2. Inndamping i brunostgryte



Figur 14. Bilde av brunostgryten som ble benyttet til inndamping. Tegnforklaringer: 1. Festeskruer til hovedlokk, 2. Seglass, 3. Åpning for tømning av gryten, 4. Kran og slange for innsuging av produkt, 5. Manometer for vakuüm og ventil for innsug av luft, 6. Brytere for å heve/senke lokket samt tilting av gryten (Foto:Motrøen 2015).

Lokket over gryten ble senket og fire store festeskruer rundt lokket (punkt 1) ble skrudd fast. Deksel ved utløpet av gryten (punkt 3) ble deretter montert og alle kraner som kunne slippe inn luft i systemet ble stengt (punkt 4 og 5). Deretter ble det åpnet for damptilførsel og vannkran for kjølevann til kondensat samt vanntilførsel til vakuumpumpe. Vakuumpumpen ble startet og systemet ble satt i vakuum på ca. $-0,8 \text{ kg/cm}^2$. Når systemet hadde oppnådd vakuum ble rørverk startet og produkt ble tilført via mateslangen (punkt 4). Produkttilførsel stengtes da gryten hadde en jevn film av produkt i overflaten.

Det var ikke mulig å ta ut prøve av konsentratet underveis i produksjonen. For å ha en viss kontroll på prosessen ble det derfor kjørt batcher med 50 liter produkt i hver produksjon. Tanken for oppsamling av kondensat hadde en maksimal mengde på 40 liter, og dette satte også begrensninger på hvor mye produkt det kunne kjøres i hver batch. Figur 15 viser et bilde av kondensatoren og søylen for avlesning av kondensat. I den første produksjonen i brunostgryten ble prosessen kjørt av en tidligere ansatt i pilotanlegget. Det var litt kaotisk den dagen og det ble derfor ikke registrert noe data fra prosessen, men det ble fordampet ca. 34 L vann fra retentatet i den batchen. I de resterende batcher i brunostgryten ble det valgt å fjerne ca. 34 L og 27 L ved inndamping av retentat. Ved inndamping av kjernemelk ble det fjernet ca. 40 L og 31 L vann siden kjernemelk hadde lavere TS ved start av inndamping. Prosessen ble stoppet da den registrerte mengde kondensat hadde kommet til ønsket nivå.

Underveis i produksjonen ble denne kontinuerlig overvåket og tilførselen av produkt ble gjort ettersom vann dampet av produktet og nivået i gryten ble redusert. Når 50 liter produkt var tilført i gryten og ønsket mengde kondensat var oppnådd, ble damptilførsel stengt og vakuumpumpen stoppet. Deretter ble alle kraner åpnet for slippe inn luft og lokket over gryten ble hevet. Produktet ble til slutt fylt over i melkespann via bøtter og lagret på kjølerom ($4 \text{ }^\circ\text{C}$). Ved endt produksjon ble det også tatt ut prøver for analyser. Brix ble målt med et refraktometer (Hand refractometer, Kebo-Grave, Sverige). Dette ble utført rett etter produksjonen for å se hvilket Brix som hadde blitt oppnådd, i tillegg ble det tatt ut bulkotester som ble lagt i fryser ($-40 \text{ }^\circ\text{C}$) eller på kjølerom ($4 \text{ }^\circ\text{C}$).

Retentat ble målt til 14 % Brix, og etter analyse i milkoscan viste den et tørrstoffinnhold på 12,7. Ut i fra disse tallene ble det antatt at en Brix på ca. 26 og 51 % ville tilsvare ca. 25 og 50 % tørrstoff etter inndamping.



Figur 15. Bilde av tanken som samlet opp kondensat fra gryten. Søylen for avlesning hadde svarte punkter som viste antall liter kondensat. Ved den første svarte streken ville 10 liter være kondensert, ved de påfølgende strekene ville det være 5 liter kondensat for hvert punkt. Søylen hadde en maksimalgrense på 40 liter kondensat (Foto: Motrøen 2015).

3.3.3. Tørking i Niro Atomizer (gammel tørke)



Figur 16. Bilde av tørkekammeret. Tegnforklaringer: 1. Luke inn til tørkekammer, 2. Styrepanel, 3. Balansekasse, 4. Syklon, 5. Oppsamler til pulver, 6. Matepumpe (Foto: Motrøen 2015).

I oppstartsfasen ble fan-vifte og varmeelementer startet for å varme opp tørkekammeret, forstøveren ble også startet i samme operasjon. Når systemet hadde en utgående luft på 100 °C ble det kjørt inn vann i tørken. Når samme temperatur var stabil med vann, ble dette byttet ut med produkt og produksjonen gikk i gang. I startfasen av produksjonen gikk temperaturen på utgående luft ned og innmating ble senket ved å justere ned mengden fra matepumpen. Dette ble gjort for å få opp igjen temperaturen. Ved tørking av konsentrat med det høyeste innholdet av tørrstoff var dette spesielt viktig å overvåke da temperaturen falt kraftig i startfasen. Produksjonen ble stabilisert med temperaturer på ca. 180 °C på inngående luft og ca. 85 °C på utgående luft. Disse parameterne ble valgt på grunnlag av erfaringer fra tidligere produksjoner. Underveis i produksjonen ble det brukt en klubbe for å banke pulveret ned til

bunnen av tørken via tre fastmonterte punkter. Dette ble gjort med 5 minutters intervaller for å unngå at pulveret ble sittende fast langs veggene på innsiden av tørkekammeret.

Ved tørking av to konsentrater ble det kjørt kontinuerlig produksjon uten stopp mellom de to konsentratene. Produktet med lavest innhold av tørrstoff ble kjørt først, før produktet med høyest tørrstoffinnhold ble fylt etter i balansekassen. I overgangen mellom de to konsentratene ble det byttet beholder til oppsamling av pulver og kjørt i 10 minutter med grenseprodukt. Da alt konsentrat var kjørt inn i tørken ble balansekassen fylt med vann og det ble kjørt vann inn i kammeret i 10 minutter. Etter dette kunne varmeelementer, matepumpe og forstøver stoppes. Fan-viften ble ikke stoppet da denne nå dro inn kald luft i tørkekammeret og kjølte den ned før demontering. Når temperatur på utgående luft kom ned til ca. 50 °C ble fan-vifte stoppet og døren til tørkekammeret ble åpnet for å koste ut gjenværende pulver i kammeret.

3.3.4. Tørking i Niro Fluidized spray dryer (ny tørke)

Montering av utstyr var ikke nødvendig ved oppstart av denne tørken da det var fastmonterte punkter for innvendig CIP-vask av tørken. Oppstart av tørken startet med oppvarming av systemet i 30 minutter. Dette ble gjort ved å starte vifter for inngående (65 % effekt) og utgående luft i tørkekammeret samt inngående (35 % effekt) luft i fluid bed. Viften til utgående luft justerte seg automatisk etter mengden luft som kom inn (for å holde trykket i tørkekammeret på null). Varmeelementene til inngående luft ble deretter startet i manuell innstilling, 37 % i kammer og 14 % i fluid bed. Dette ville gi tilstrekkelig varme til å varme opp tørkekammeret. Vifter og varmeelementer ble startet i manuell for å oppnå en jevn kurve i oppstartsfasen. Om det hadde blitt startet i automatisk innstilling ville maskinene fått problemer med å justere seg inn til valgt sett-punkt. Alle innstillinger skulle derfor kjøres i manuell innstilling før overgang til automatisk justering.

Eter 30 minutter ble prosenten på varmeelementer gradvis justert opp for å øke temperaturen til inngående luft. Etter denne justeringen ville også temperaturen til utgående luft stige, det ble derfor kjørt produkt inn i kammeret for å regulere dette når inngående luft hadde oppnådd en temperatur på ca. 200 °C. Pumpen for innkjøring av produkt ble også startet i manuell (10 %) for å unngå stor mating i oppstarten. Temperatur til inngående luft ble satt i auto da den var i nærheten av ønsket sett-punkt (200 °C), matepumpen kunne deretter settes i auto når utgangstemperaturen var i nærheten av 80 °C. Innmatingen fra balanse-kassen ville da justere seg i forhold til temperaturen på utgående luft i tørkekammeret.

Det ble ikke anledning til å tørke konsentrater på denne tørken da det oppsto problemer med tilførsel av trykkluft til forstøvningen av konsentrater. En nærmere beskrivelse av problemene er beskrevet i kapittel 4.2.3.

3.4. Kjemiske analyser

3.4.1. Innhold av totalt tørrstoff

Fremgangsmåten for analysen ble hentet fra IDF (1987) og ble utført på følgende måte.

Utførelsen av analysen startet med å merke metallbegre med prøvenummer på undersiden før de ble satt på en målevekt (Mettler AE260 DeltaRange, Mettler Toledo, Sveits) med følsomhet på 0,0001 desimaler. Vekten av begeret ble notert på et skjema for måling av tørrstoff, i kolonnen kalt «Vekt skål». Vekten ble deretter tarert før prøven ble veid inn i begeret. For våte produkter ble 2,0 g innveid, mens ved analyse av pulver ble det benyttet 1,0 g. Det ble veid inn tre paralleller av alle de ulike produktene. Aktuell innveid vekt ble notert på skjemaet i kolonnen kalt «Vekt prøve». Etter innveiging ble prøvene overført til varmeovn ved 102 ± 2 °C i enten 2 timer (pulver), 4 timer (våte prøver) eller 24 timer (våte prøver med høyt innhold av tørrstoff). Etter aktuell tørketid ble prøvene flyttet til en eksikator for avkjøling til vekten var stabil (ca. 20 minutter). Etter avkjøling ble prøvene veid på samme vekt som ved innveiging, og vekten ble notert på skjemaet i kolonnen kalt «Vekt tørr prøve med skål». Flytting og behandling av metallbegre ble gjort ved hjelp av en tang, disse ble ikke berørt med hendene da dette kunne påvirke vekten.

Tørrstoff (TS) uttrykkes i prosent og kunne beregnes med følgende formel:

$$TS = \frac{\text{"Vekt tørr prøve med skål"} - \text{"Vekt skål"}}{\text{"Vekt prøve"}} \times 100$$

3.4.2. Innhold av proteiner.

Forbehandling av pulver og konsentrater med høyt innhold av tørrstoff

Ved bestemmelse av proteininnholdet i pulver og konsentrat med det høyeste innholdet av tørrstoff, ble det laget en 10 % stamløsning av produktene. Løsningen ble laget ved å benytte en 100 ml målekolbe hvor det først ble veid inn 10 g produkt, og deretter fylt opp til 100 g med destillert vann. Vekten av innveid produkt (P) og den totale vekten av stamløsningen (S) ble notert. Denne stamløsningen var utgangspunkt for analyse av TN, IPN og IKN.

Kjernemelk, retentat og konsentrat med lavest tørrstoffinnhold ble analysert direkte, uten preparering av stamløsning

Fremgangsmåte for analyse av total nitrogen (TN)

Det ble fulgt en fremgangsmåte som beskrevet i IDF (2001a) og arbeidet ble utført på følgende måte. Først ble 0,5 g kjernemelk, retentat, konsentrat med lavt tørrstoff eller stamløsning veid inn i Kjeldahl-rør på en analysevekt (Mettler PM480 DeltaRange, Mettler Toledo, Sveits) med følsomhet på 0,001 g. Den innveide vekten (L) ble deretter notert og det ble veid inn tre paralleller av hvert produkt. En Kjeltabs tablett (Thompson & Capper LTD, Storbritannia) og 3 ml 96 % svovelsyre (Nerliens Meszansky, Oslo, Norge) ble deretter tilsatt i hvert rør før det ble kjørt oppslutning på prøvene ved 420 °C i 80 minutter. Oppslutning ble utført på et apparat levert av FOSS Analytical AB (FOSS Tecator Digestor Auto, FOSS Analytical AB, Sverige). Enkelte prøver kunne koke over i oppstartsfasen, så rørene ble overvåket i de første 5-10 minuttene for å hindre dette. Om det dannet seg mørkt skum i rørene ble de heist opp fra den varme overflaten for å stoppe koking. Overvåkingen kunne avsluttes da rørene stod i apparatet uten tegn til dannelse av skum oppover kantene i Kjeldahl-rørene. Om prøvene kokte over ville det føre til tap av produkt som igjen ville bety at resultatene ikke ble korrekte. Etter oppslutning ble prøvene avkjølt i ca. 30 minutter før prøvene ble kjørt i Kjeltec 8400 (FOSS Kjeltec 8400 Analyzer Unit, FOSS Analytical AB, Sverige) for titrering med 0,05 M HCl, titer ble notert etter hver analyse.

Totalt nitrogen kunne beregnes med følgende formel:

$$\text{Ved analyse av stamløsning: TN} = \frac{\text{Titer} * 0,070035 * S}{P * L}$$

For utregning av TN i produkter der det ikke var preparert stamløsning bruktes samme formel men S og P utgikk i beregningen.

Fremgangsmåte for analyse av ikke-protein nitrogen (IPN)

Det ble fulgt en fremgangsmåte som beskrevet i IDF (2001b) og arbeidet ble utført på følgende måte. Det ble først veid inn 10 g kjernemelk, retentat, konsentrat med lavt tørrstoff eller stamløsning over i 50 ml målekolber før vekten ble notert (L). Prøven ble fortynnet med 10 % TCA (Chiron A/S, Trondheim, Norge) til vekten viste 50 g og ny vekt ble notert (V). Blandingen ble deretter filtrert gjennom et filter (White ribbon ashless) (GE Healthcare Life Sciences, Whatman, UK). Etter filtrering ble det veid inn 5 g filtrat i Kjeldahl-rør og vekten ble notert (F), det ble laget tre paralleller. Til slutt ble rørene tilsatt en tablett (Kjeltabs) og 3 ml 96 % svovelsyre før oppslutning og titrering ble utført på samme måte som ved analyse av TN. Titer ble notert for utregning av resultat.

Innhold av ikke-protein nitrogen kunne beregnes med følgende formel:

$$\text{Ved analyse av stamløsning: IPN} = \frac{\text{Titer} * 0,070035 * V * S}{P * L * F}$$

For utregning av IPN i produkter der det ikke var preparert stamløsning bruktes samme formel men S og P utgikk i beregningen.

Fremgangsmåte for analyse av ikke-kasein nitrogen (IKN)

Det ble fulgt en fremgangsmåte som beskrevet i IDF (2001c) og arbeidet ble utført på følgende måte. Det ble først veid inn 40 g stamløsning eller kjernemelk, retentat, konsentrat med lavt tørrstoff i 100 ml målekolber og vekten (L) ble notert. Deretter ble 30 g destillert vann tilsatt før kolbene ble satt i vannbad ved 35 °C i 5 minutter. Mens prøvene sto i vannbadet ble 4 ml 10 % Eddiksyre (Chiron A/S, Trondheim, Norge) tilsatt før henstand i ytterligere 5-10 minutter. Til slutt ble 4 ml 1 M Natriumacetat (Merck, Darmstadt, Tyskland) tilsatt før blandingen sto i vannbadet i nye 5-10 minutter. Blandingen ble deretter avkjølt i isbad før registrering av pH-verdi (PHM 92, Nerliens Kjemisk-Tekniske A/S, Oslo, Norge. pH-verdien ble justert til 4,6 der Eddiksyre ble tilsatt for senkning av verdien, og

Natriumacetat ble benyttet om verdien måtte justeres opp. I denne delen av prepareringen sto målekolben på magnetrører for å blande Eddiksyre eller Natriumacetat godt mens justering av pH pågikk. Da pH-verdien var korrekt ble blandingen overført til en ny 100 ml målekolbe som var tarert ut på målevekten. Blandingene ble overført til målekolben og begerglasset ble skylt med litt destillert vann for å sikre at alt prøvematerialet ble overført. Kolben ble deretter fylt med destillert vann til vekten viste 100 g og total vekt ble notert (V). Blandingene ble til slutt filtrert på samme måte som i prepareringen av IPN for å skille ut supernatanten. For videre analyser ble 2 g supernatant veid inn i Kjeldahl-rør før vekt ble notert (F), også her ble det laget tre paralleller. Avslutningsvis ble det tilsatt en tablett (Kjeltabs) og 3 ml 96 % svovelsyre i hvert rør før oppløsning og titrering ble utført på samme måte som ved analyse av TN.

Innhold av ikke-kasein nitrogen beregnes med følgende formel:

$$\text{Ved analyse av stamløsning: IKN} = \frac{\text{Titer} * 0,070035 * V * S}{P * L * F}$$

For utregning av IKN i produkter der det ikke var preparert stamløsning bruktes samme formel men S og P utgikk i beregningen.

Bestemmelse av total protein, kasein og løselig myseprotein.

Når alle analyser var utført kunne mengde total protein, kasein og løselig myseprotein beregnes ved å benytte følgende formler:

$$\text{Total protein: } (TN - IPN) * 6,38$$

$$\text{Kasein: } (TN - IKN) * 6,38$$

$$\text{Løselig myseprotein: } (IKN - IPN) * 6,38$$

3.4.3. Innhold av laktose.

Innholdet av laktose i kjernemelk, retentat, konsentrat med ulike tørstoffinnhold og pulvere ble analysert ved hjelp av high pressure liquid chromatography (HPLC) etter en metode utviklet av Marsili et. al. (1981).

Da apparatet for analysen ikke kunne måle et laktoseinnhold som overskred 5 %, ble det laget stamløsninger for produkter der det var forventet et høyere innhold. Det ble derfor laget 1 % løsning av pulvere. Det ble benyttet en vekt (Mettler AE260 DeltaRange, Mettler Toledo,

Sveits) med tre desimaler og vekten skulle vise nøyaktig 1,000 g og 100,00 g for korrekte svar i analysen. Ved analyse av konsentrat ble det laget 10 % løsning. Det ble da veid inn 10,000 g produkt og deretter destillert vann til vekten viste 100,00 g, dette ble gjort med samme nøyaktighet som ved en 1 % løsning. Etter innveining sto løsningen på en magnetrører i ca. 30 minutter før videre analyse.

Første steg i analysen var å veie inn 1,0 g stamløsning eller produkt i syrevaskede Belcorør på en målevekt (Mettler AE260 DeltaRange, Mettler Toledo, Sveits) med tre desimaler. Deretter ble 2,5 ml ionebyttet vann (MilliQ), 200 µl 0,5 M Svovelsyre (Merck, Tyskland) og 8 ml Acetonitril (Merck, Tyskland) tilført i belcorørene før de ble forseglet med plastkork. Prøvene ble deretter ristet for hånd og det ble kontrollert at de ikke hadde lekkasje. Prøvene ble deretter satt i en MultiRS-60 BIOSAN vendemaskin (Montebello Diagnostics A/S, Oslo, Norge) i 30 minutter før de ble sentrifugert i en Kubota sentrifuge (Kubota Corporation, Tokyo, Japan) ved 1470 g i 15 minutter. Etter sentrifugering ble supernatanten tatt opp i en 10 ml steril sprøyte med engangskanyle på 0,8x40 mm (Becton Dickinson S.A., Madrid, Spania). Filteret, polytetrafluoroethylene (PTFE) Membran (Acrodisc CR 13 mm Syringe Filter, PALL, Storbritannia) ble montert mellom sprøyten og kanylen slik at prøven kunne filtreres over i HPLC-rør (Agilent Technologies, USA). Sprøyte og kanyle ble rengjort med Acetonitril mellom hver prøve. Etter filtrering ble HPLC-rørene forseglet med Chromacol 8-SV plastkork med Chromacol 8-ST101 septa, før prøvene ble satt i HPLC-instrumentet for analyse av laktose der 25 µl av prøven ble injisert i HPLC-instrumentet.

Etter opparbeidelse ble prøvene analysert ved hjelp av en Aminex HPX-87H kolonne (Bio-Rad Laboratories, Hercules, CA) oppvarmet til 32 °C. For beskyttelse av kolonnen ble prøvene først kjørt gjennom en forkolonne av typen Cation-H refill (Bio Rad Laboratories). Kolonnen var koblet til en Perkin Elmer serie 200 pumpe-system (Perkin Elmer, Waltham, MA), en Perkin Elmer Series 200 autosampler (Perkin Elmer) og en Perkin Elmer LC 101 kolonneovn (Perkin Elmer). Den mobile fasen som ble benyttet var 5 mM Svovelsyre (Merck), med en hastighet på 0.4 mL/min.

Standardløsninger for kalibrering ble preparert på samme måte som prøvene som ble analysert, og komponentene i prøvene ble identifisert og kvantifisert på bakgrunn av retensjonstid sammenlignet med standardløsningene. Karbohydrater benyttet til standardløsning var laktose, glukose og galaktose (Merck). Karbohydratene ble detektert ved hjelp av en Perkin Elmer Serie 200 RI-detektor (Perkin Elmer).

For kalkulerings av resultatene fra 1 % stamløsning ble den registrerte verdi av ppm multiplisert med 100 for å kompensere fortynningsgraden i løsningen. Svarene fra analyser av 10 % løsning måtte multipliseres med 10 for å få riktig verdi i målt ppm. Totalt prosentinnhold av laktose kunne deretter beregnes ved følgende formel:

$$\% \text{ Laktose} = \frac{\text{ppm}}{1\ 000\ 000} * 100$$

3.4.4. Innhold av fosfolipider

Analyse av fosfolipider ble utført av Vitas A/S, Oslo, ved å benytte HPLC-Fluorescence detection system (FLD). Flytende prøver ble veid inn direkte, mens pulvere ble oppløst i vann og ristet før de ble veid inn (Aker 2015).

Prøvene ble veid inn og oppløst i isopropanol før de ble ristet og sentrifugert. Supernatanten ble deretter overført til nye glass. Pellets ble vasket med isopropanol før disse også ble sentrifugert. Den resulterende supernatanten fra denne sentrifugeringen ble så blandet med den første. Supernatantene ble deretter fordampet til total tørrhet og oppløst i en mikstur av kloroform:metanol:vann. Analysen ble utført med et Agilent 1100 normalfase kromatografisystem for væsker ved hjelp av ELSD (Evaporative Light Scattering Detector). Separering ble utført med en PVS-SIL-NP 250x4,6 mm HPLC-rekke fra YMC hvor det ble brukt heksan, isopropanol, acetonitril, kloroform, tert-butyl metyl eter, vann og eddiksyre som mobile faser. Analysene ble kalibrert mot kjente standarder fra Lipoid GMBH og rapportert som g/100 g prøve (Aker 2015).

3.4.5. Innhold av mineraler

Analysen ble utført ved Institutt for plante- og miljøvitenskap (INA) ved NMBU etter en metode beskrevet i Journal of Dairy Science (De La Fuente, Carazo, & Juárez, 1997).

0,15-0,25 g pulver ble veid inn og tilsatt 5 ml Ultrapure (UP) HNO₃. Deretter ble prøvene dekomponert i en UltraClave (Milestone, Sorisole, Italia) ved 260 °C. Prøvene ble så fortynnet til 50 ml med avionisert vann før analysering med Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry (IPC-OE) (Optima 5200DV, Perkin Elmer). Som

kvalitetskontroll ble det benyttet et sertifisert referansemateriale ERM-BD150 og CRM 063R gjennom hele prosedyren. (Lohne 2015)

3.5. Funksjonalitetstester

3.5.1. Syregeldannelse ved hjelp av formagraf

Alle produserte pulvere av kjernemelk ble kontrollert for koaguleringsstid før dannelsen av kjemisk syregel samt fastheten på den dannede gel etter 60 minutter. For å ha et sammenligningsgrunnlag ble det benyttet pulver av skummet melk som kontrollprøve i alle analyser. Alle pulvere ble tilsatt i Langtidsholdbar lettmelk fra TINE der proteininnhold ble antatt å være 3,5 %. Det ble kontrollert at denne melken hadde samme batchnummer for å ha et likt basisgrunnlag i alle prøver. Det ble laget tre ulike løsninger der første forsøksoppsett var 2,5 % anrikning av de ulike pulverne. Det ble da tilsatt 2,5 g pulver til 100 g lettmelk. I det andre forsøksoppsettet ble tilsetningen av hvert pulver justert i forhold til deres innhold av protein, og mengden tilsatt pulver skulle dermed gi en løsning som totalt inneholdt 5 % protein. I det tredje forsøksoppsettet skulle det også være 5 % protein, men her ble blandingen også tilsatt laktose i pulverform slik at alle løsninger hadde likt innhold av tørrstoff. Beregningene av disse løsningene finnes i vedlegg 1.

Analysen ble utført etter en metode utviklet på IKBM (Ketto 2015) og arbeidet ble gjort på følgende måte. Utførelsen av analysen startet med å veie inn 0,3000 g 99 % D-(+) – Glukonsyre, δ -lactone (Sigma-Aldrich, St.Louis, USA) i veieskip på en målevekt (Mettler AE260 DeltaRange, Mettler Toledo, Sveits) med fire desimaler, før syren ble overført til en brønn. Det ble benyttet 7 brønner i hvert forsøk og prøvene ble analysert i samme brønn ved hver parallell. Rekken med brønner og syre ble satt inn i et varmeskap innstilt på 32 °C og sto der sto mens resten av opparbeidelsen ble utført. Det ble deretter overført 11-12 ml prøve til Nunc-rør (15 ml) for høypasteurisering, disse ble satt i vannbad med temperatur innstilt på 95 °C. Prøvene ble varmebehandlet i 5 minutter før de ble nedkjølt i isbad. Etter noen minutters nedkjøling ble rørene satt i et nytt vannbad innstilt på 32 °C og sto der til de hadde samme temperatur som i vannbadet. Deretter ble det benyttet pipetter (10 ml) for å overføre prøven til brønner, det ble benyttet en ny pipette for hvert produkt. Prosedyren ble gjennomført så raskt som mulig for å få like lang eksponering for syre for alle prøvene. Etter at alle prøver var pipettert over i brønner ble formagraf startet før melk og syre ble blandet ved å røre i hver brønn i 30 sekunder. Det ble her benyttet en rører som gjorde det mulig å mikse innholdet i

alle brønner samtidig. Til slutt ble rekken med brønner satt inn i formagraf (Lattodinamografo, FOSS, Padova, Italia) og pendlene ble senket ned i blandingen. Figur 17 viser et bilde av formagrafen som ble benyttet i forsøket. Analysen gikk automatisk og registrerte koaguleringsstid samt fasthet i gel etter 60 minutter. Pendlene i formagrafen var på forhånd kalibrert, dette ble utført automatisk via dataprogrammet som styrte formagrafen.

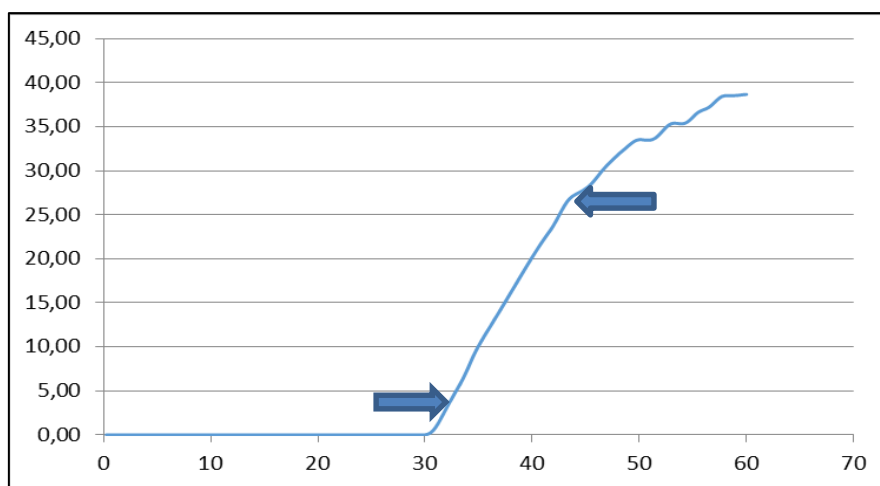


Figur 17. Bilde av formagrafen som ble benyttet til analyse av syregel.

Etter 60 minutter i formagrafen kunne resultater skrives ut i tabell- og figurform. Den registrerte koaguleringsstiden (r) samt fasthet i gel etter 60 minutter (A_{60}) ble registrert. Det ble også utregnet et stigningstall fra arealet som ble beregnet av pendlene i formagrafen. Grafene ble utformet i MS Excel, areal og tid ble notert ved nederste og øverste punkt på grafen der det var jevn stigning. Et eksempel på punktene vises i figur 18. Stigningstallet ble deretter beregnet ved følgende formel:

$$\text{Stigningstall} = \frac{A_2 - A_1}{T_2 - T_1}$$

A = Areal (mm), T = Tid (min)



Figur 18. Eksempel på avlesningspunkter av areal og tid for beregning av stigningstall.

3.5.2. Syregeldannelse ved hjelp av rheometer

På grunnlag av analyser i formagraf ble det valgt ut to pulvere med mest stabile resultater, disse ble analysert i rheometer (Physica MCR 301, Anton Paar Nordic AB, Malmö, Sverige) for koagulerings- og fasthet i gel etter 60 minutter. Dette ble utført for å sammenligne de to metodene. I rheometeret ble det benyttet sensor for registrering (CC27/Ti, diameter 26,657 mm, lengde 40,003 mm, Anton Paar) og brønn til prøven (Measuring cup C-CC27/T200/Ti, Anton Paar). Dataprogrammet som ble brukt i analysen var AmplitudeSweep.ORX, RHEOPLUS/32 V3.40 21004840-33024.

Også denne analysen ble utført etter en metode utviklet på IKBM (Ketto 2015) og arbeidet ble gjort på følgende måte. Forbehandlingen av prøvene ble gjort på samme måte som ved analyse i formagraf. Det ble benyttet to forskjellige pulvere, hvor det ene var pulver med forutgående MF før tørking og det andre var pulver uten forutgående MF før tørking. Begge løsningene ble justert til totalt 5 % protein i melkeblanding, overført til Nunc-rør (15 ml) og varmebehandlet ved 95 °C i 5 minutter. Temperaturen i prøvene ble deretter justert til 32 °C og 14 ml prøve ble overført til brønnen via pipetter sammen med 0,4200 g 99 % D-(+) – Glukonsyre, δ -lactone (Sigma-Aldrich, St.Louis, USA). Syre og melkeblanding ble blandet ved manuell omrøring i 30 sekunder før prøven ble satt i apparatet og analysert ved temperatur på 32 °C.

Etter analyse ble koagulerings- og fasthet i gel etter 60 minutter registrert, denne ble avlest når $G' = G''$. Fasthet i gel etter 60 minutter ble også registrert (G'_{60}).

3.5.3. Analyse av løselighet

Løselighet i pulver ble testet etter en metode fra GEA Niro (IDF 1988), der det beregnes en indeks for uløselig mengde pulver. Da alle pulvere viste god løselighet ble det gjort følgende modifikasjoner i metoden underveis i arbeidet. Pulver og vann ble mikset med magnetrører, i tillegg ble hastighet og syklustid i sentrifugen justert opp. Væske uten sediment skulle suges opp etter første sentrifugering, men da det ikke ble noen klar væske etter denne sentrifugeringen ble analysen avsluttet etter dette trinnet.

I opparbeidelsen av analysen ble det laget løsninger av de ulike pulvere, der pulver og vann ble veid inn i flasker før de ble blandet med magnetrører. Til innveining ble det benyttet en målevekt med en følsomhet på 0,01 g (Mettler PJ3600 DeltaRange, Mettler Toledo, Sveits). Videre ble det benyttet 50 ml graderte Nunc-rør og sentrifuge (Multifuge X3R, VWR International AS, Oslo, Norge). Ved overføringen av løsningen til Nunc-rør ble det benyttet en vekt med nøyaktighet på 0,001 g (Mettler PM480 DeltaRange, Mettler Toledo, Sveits). To og to rør ble deretter veid med kork og innholdet ble justert så parene hadde eksakt lik vekt. Dette ble gjort for å balansere sentrifugen.

I første del av prosedyren ble 10 g pulver veid inn før 100 g destillert vann ble fylt etter i en Pyrex-flaske (250 ml), blandingene sto deretter på magnetrører i 15 minutter. Deretter ble graderte 50 ml Nunc-rør fylt til 50 g før de ble forseglet og kjørt i sentrifugen ved 12000 g og 20 °C i 30 minutter. Etter sentrifugering ble mengde sediment i bunnen av røret registrert.

3.5.4. Analyse av emulgeringsevne

Pulveres evne til å holde en emulsjon ble testet ved å blande vann, rapsolje og pulver. For å få godt synlige utslag på testen ble det laget løsninger med protein/fett-rate på 0,3 hvor blandingene ble beregnet til et totalt volum på 500 ml. Et høyt innhold av fett ville også gi hurtigere faseskille. Det ble valgt ut tre ulike pulvere til analyse der det ene var kjernemelkpulver etter MF i produksjonsfasen. Det andre var kjernemelkpulver som ikke hadde gjennomgått MF og til slutt ble det laget en løsning med skummetmelkpulver. I tabell 4 er vises blandingsforholdet i emulsjonene. Disse pulverne ble valgt for å se om kjernemelkpulver hadde bedre emulgeringsevne enn skummetmelkpulver, og for å finne ut om mikrofiltreringen ville ha betydning for samme egenskap.

Tabell 4. Blandingsforhold mellom vann, pulver og rapsolje ved preparering av en emulsjon med en protein/fett-rate på 0,3. Andelen pulver som skulle tilsettes ble beregnet etter hvert pulver sitt innhold av protein. Komponentene ble veid inn i enheten gram.

	P MF1-B40	P KM3-B40	SMP
Vann	421,7	444,38	441,27
Pulver	23,49	16,69	17,62
Rapsolje	78,30	55,62	58,73

I første del av analysen ble pulver veid inn i begerglass (1000 ml) på en analysevekt (Mettler PJ3600 DeltaRange, Mettler Toledo, Sveits) før den beregnede mengde vann fyltes etter uten å tarere vekten mellom veiingene. Blandingen ble deretter satt på magnetrører i 30 minutter. Den beregnede mengde rapsolje (X-tra, Coop Trading A/S, Polen) ble veid inn på samme analysevekt og mikset inn i løsningen med en stavmikser (Phillips HR 1611, Kina) i 25 sekunder. Stavmikseren ble kjørt på laveste hastighet for å unngå tap av produkt. Etter oljen var mikset inn ble blandingen overført til en 500 ml målesylinder og tidspunktet ble registrert. Faseskillet mellom vann og olje, målt i ml, ble registrert etter 1, 7 og 12 timer og forsøket ble gjentatt to ganger.

Etter avlesing av faseskillet mellom vann og olje ble gjennomsnittet etter tre gjentak utregnet. Det ble også regnet ut prosent utskilt olje i forhold til mengden som var tilsatt i starten. Antall gram olje kunne ikke direkte oversettes til ml, men ville gi en indikasjon på hvor mye som ble skilt ut fra blandingen.

For å finne ut om det var olje igjen i melkeblandingen etter 12 timer ble topplaget over faseskillet utskilt, og den resterende blandingen ble analysert ved hjelp av Gerber-metoden. Den samme metoden ble også benyttet for å teste totalt fettinnhold i blandingen rett etter emulsjonen var laget. Blandingen under topplaget ble analysert etter metode IDF 105 (2008) med forbehandling som ved analyse av melk og butyrometer med skala 0-7 %, mens samme metode ble benyttet for å analysere fettinnhold rett etter tillagning av emulsjonen. Forbehandlingen til denne analysen ble utført som ved analyse av fløte og butyrometer med skala 0-40 %, ettersom denne blandingen hadde et høyere fettinnhold. I prepareringen ble det benyttet svovelsyre (90-91 %) (Nerliens Mezansky AS, Oslo, Norge) og Amylalkohol (> 99 %) (Kemikalia, Skurup, Sverige).

3.5.5. Analyse av bulk tetthet

Analyse av bulk tetthet ble utført ved TINE Meieriet Brumunddal etter ISO 8967 / IDF 134 (ISO 8967 2005) med følgende modifikasjoner.

Det ble veid inn 50 g pulver som ble overført til en 250 ml målesylinder. Målesylinderen ble deretter satt i stampemaskin og stampet 625 ganger. Etter stamping ble verdi i ml registrert i målesylinderen. Bulk tetthet ble deretter beregnet ved følgende formel:

$$\text{Bulk tetthet} = \frac{m}{v(625)} \text{ g/ml}$$

m = innveid pulver i gram, $v(625)$ = volum (ml) av pulver i målesylinder etter stamping.

3.5.6. Analyse av partikkelstørrelse

Måling av partikkelstørrelse i pulver ble utført ved hjelp av Mastersizer 3000 (Malvern Instruments Ltd., UK) med tilhørende dataprogram (Mastersizer v 3.10). For inndosering ble pulveret overført til en sil som var montert over doseringsenheten Malvern Aero S (Malvern Instruments Ltd., UK). Åpningen til doseringsenheten ble innstilt på 4 mm, lufttrykket ble satt til 0,5 Bar og vibreringen sto på 60 % ved oppstart. Vibreringen ble økt etter hvert som pulvermengden ble redusert fra doseringsenheten, og ved avslutning av hver analyse var den økt til 100 %. Denne måtte økes underveis da pulveret hadde en tendens til å pakke seg sammen, noe som gjorde det vanskelig å få de til ut av silen. Partikkelstørrelsen (μm) ble registrert av laserstråler og det ble utført minimum fem målinger av hvert pulver.

Etter analyse ble dataprogrammet benyttet til å regne ut et gjennomsnitt av målingene, svarene ble oppgitt i en prosentvis fordeling. Ved $D_x(10)$ ville 10 % av partiklene være \leq den målte verdi (μm). Ved $D_x(50)$ ville 50 % være \leq den målte verdi (μm) og til slutt ville 90 % være under den målte verdi (μm) ved $D_x(90)$.

3.6. Statistiske analyser

Beregninger av gjennomsnitt, standardavvik, en-veis ANOVA og Tukey (Post hoc pair-wise test) ble utført med R Console 32-bit og R Commander (*Rcmdr* 2.0-3). En-veis ANOVA ble valgt, der en sammenligning av alle pulvere med hverandre ble utført. En-veis ANOVA ble også valgt siden forsøket ble ubalansert og hadde for få gjentak til å kunne benytte to-veis ANOVA. Med den statistiske analysen var ønske å teste: Om MF ville føre til signifikant høyere proteininnhold i pulveret i forhold til pulvere uten MF i forbehandlingen, om ulik konsentrasjonsfaktor i MF ville gi signifikante utslag på proteininnhold i pulveret, og om tørrstoffinnholdet i konsentrater før tørking ville ha betydning for proteininnhold i pulver. Det ble også testet om det var signifikant forskjell mellom ett pulver som hadde gjennomgått MF i forbehandlingen mot ett pulver som ikke hadde gjennomgått MF i forbehandlingen med hensyn til koaguleringsstid av en syregel i rheometeret. Responsen på analyse i R er vist i vedlegg 2.

Utforming av figurer fra analyse i Milcoscan ble utført i MS Excel 2013. Samme program ble benyttet til å utforme figurer samt beregne gjennomsnitt og standardavvik etter analyse av koaguleringsstid, gelfasthet og stigningstall i formagraf.

3.7. Koding av produkter til presentasjon av resultater

For å gjøre tekstene i tabeller og figurer lettere, fikk hvert produkt en egen kode. I tabell 5 vises beskrivelse av produkter og deres aktuelle kode.

Tabell 5. Beskrivelse av produkter underveis i forsøket og deres tilhørende koder. Kodene er laget etter tre leveranser av søt kjernemelk og forklarer hvilken forbehandling kjernemelken har hatt gjennom prosessen før tørking.

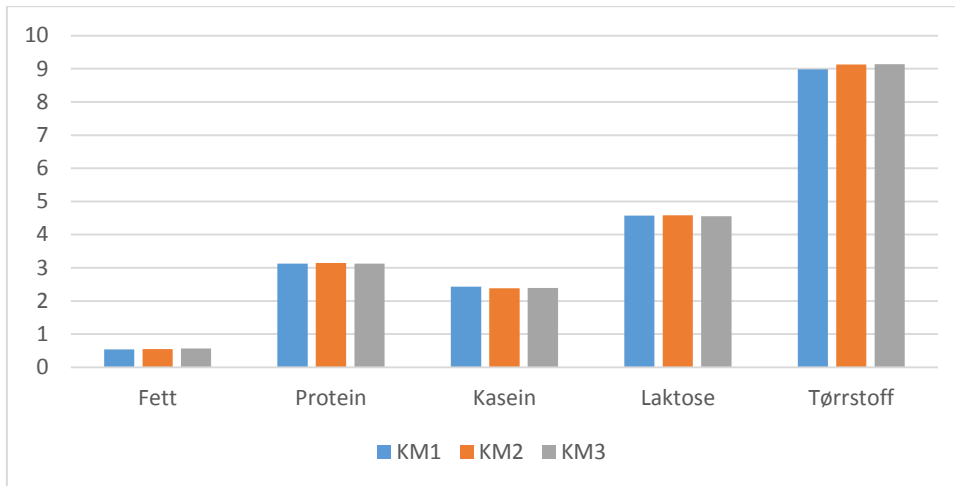
Produkt	Kode
Kjernemelk etter leveranse 1, 2 og 3	KM1, KM2 og KM3
Retentat fra kjernemelk etter leveranse 1 og 2	KM-R1 og KM-R2
Konsentrat av kjernemelk (KM1), mikrofiltrert (CF 2,17) og Inndampet til ca. 25 eller 40 % Brix.	K MF1-B25 og K MF1-B40
Pulver av kjernemelk (KM1) Mikrofiltrert (CF 2,17) og Inndampet til ca. 25 eller 40 % Brix.	P MF1-B25 og P MF1-B40
Konsentrat av kjernemelk (KM2), Mikrofiltrert (CF 2,34) og Inndampet til ca. 25 eller 40% Brix.	K MF2-B25 og K MF2-B40
Pulver av kjernemelk (KM2), Mikrofiltrert (CF 2,34) og Inndampet til ca. 25 eller 40 % Brix.	P MF2-B25 og P MF2-B40
Konsentrat av kjernemelk (KM3), Inndampet til ca. 25 eller 40 % Brix.	K KM3-B25 og K KM3-B40
Pulver av kjernemelk (KM3), Inndampet til ca. 25 eller 40 % Brix.	P KM3-B25 og P KM3-B40
Skummetmelkpulver	SMP

Tabell 5 viser at to leveranser gjennomgikk mikrofiltrering og at den registrerte gjennomsnittsverdien på konsentrasjonsfaktoren (CF) i mikrofiltreringen ikke var lik i de to leveransene. Alle de tre leveransene ble inndampet til to ulike nivåer (B25 og B40) før tørking. SMP ble ikke produsert i pilotanlegget, men det ble benyttet innkjøpt pulver for å sammenligne mot kjernemelkpulver.

4. Resultater

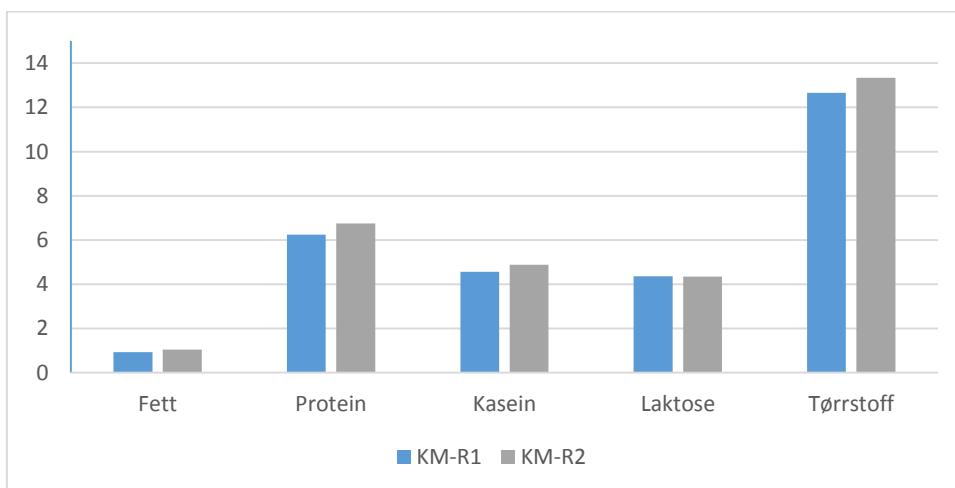
4.1. Mottaks- og prosesskontroll

Kjernemelken ble kontrollert i Milkoscan ved mottak av hver leveranse. I tillegg ble retentatet analysert i samme apparat for å se endringer i komponentene etter mikrofiltrering. Resultatene fra denne analysen vises i figur 19 og 20.



Figur 19. Prosentvis fordeling av komponenter i kjernemelk, analysert ved hjelp av milkoscan.

Figur 19 viser at ulike batcher av kjernemelk har et stabilt innhold av alle komponenter etter kjerningsprosessen.



Figur 20. Prosentvis fordeling av komponenter i retentat etter analyse i milkoscan. Konsentrasjonsfaktoren til KM-R1 hadde et gjennomsnitt på 2,17, mens konsentrasjonsfaktoren var 2,34 for KM-R2.

Figur 20 viser at retentatet med den høyeste konsentrasjonsfaktoren (CF) gir et høyere innhold av alle komponenter med unntak av laktose.

Ved mottak ble kjernemelken også analysert for innhold av mugg og gjær. Resultatene fra disse analysene vises i tabell 6.

Tabell 6. Innhold av mugg og gjær i kjernemelk etter tre leveranser.

Produkt	Kde/ml
KM1	426
KM2	$9,4 \times 10^3$
KM3	$3,3 \times 10^4$

Tabell 6 viser at kjernemelk vil inneholde noe mugg og gjær ved mottak og at celletallet varierer ved ulike leveranser.

For å se utviklingen av pH i kjernemelken underveis i produksjonen ble det fryst ned prøver av kjernemelk, retentat og konsentrat. Disse ble i etterkant analysert for aktuell pH-verdi og de målte verdiene vises i tabell 7.

Tabell 7. Målt pH-verdi i kjernemelk etter mottak og underveis i produksjonen før tørking.

pH-verdi					
KM1		KM2		KM3	
6,82		6,80		6,74	
KM-R1		KM-R2			
*		6,85			
K MF1-B25	K MF1-B40	K MF2-B25	K MF2-B40	K KM3-B25	K KM3-B40
6,57	6,50	6,80	6,56	6,57	6,40

*Prøven med retentat fra denne produksjonen gikk tapt etter nedfrysning.

Tabell 7 viser at pH i kjernemelk var normal ved mottak, og at den synker i løpet av produksjonsprosessen frem til inndamping til aktuelt tørrstoffinnhold er oppnådd. De laveste verdiene i hver produksjonsprosess ble målt i konsentrater som var inndampet til det høyeste tørrstoffnivået. Konsentratet fra KM3 med det høyeste tørrstoffinnholdet (K KM3-B40) hadde en noe lavere pH-verdi enn tilsvarende konsentrater fra KM1 og KM2.

4.2 Produksjon

4.2.1 Inndamping

Ved produksjon i inndamperen fra Anhydro ble det store problemer med skumdannelse i produktet ettersom andelen tørrstoff økte. Ettersom det var vann i systemet før det ble åpnet for produkt, gikk prosessen fint i starten. Skumdannelsen ble altså større og større underveis i prosessen. For å dempe dannelsen av skum, ble det gjort forsøk på å dempe damptilførselen til varmeveksleren uten at dette gjorde skumdannelsen noe mindre. Skummet ble dannet hurtig og rant til slutt ned i kondensatoren og videre ut på gulvet. For å få ned nivået av skum i inndamperens separator måtte det slippes luft inn i systemet. Når dette ble gjort ble skummet borte, men ved å slippe inn luft ble vakuumentrykket redusert. Da innsugning av luft ble stengt for å øke vakuumentrykket igjen, ble det på nytt dannet skum og ny luft måtte slippes inn i systemet. Dette førte til at vakuumentrykket i systemet ble lavere og lavere, temperaturen i systemet ble da høyere og skumdannelsen var kraftig. Hele prosessen var dermed ute av kontroll og måtte avsluttes. Det ble gjort flere forsøk på produksjon i denne inndamperen, men med unntak av en produksjon, var dannelsen av skum så stor at prosessen måtte avsluttes. I det forsøket der inndampingen lyktes, oppsto akkurat de samme problemene som beskrevet. Da dette konsentratet hadde en Brix-verdi på 24 % ved avtapp, kunne det benyttes videre og ble derfor tørket.

På grunn av problemene i inndamperen, ble videre inndamping derfor gjort i brunostgryte. Også her var det tendens til skumdanning, dette oppsto spesielt ved innsugning av nytt produkt til gryten. Så lenge dette ble gjort over lang tid, og tilførselen var minimal, kunne prosessen kjøres uten å slippe inn luft i systemet. Prosessen ble fulgt opp kontinuerlig og ved tilførsel av produkt ble kranen åpnet i så liten grad at det kun ble tilført en tynn stråle med produkt i gryten. Dette ble gjort for å unngå den nevnte skumdannelsen og dermed igjen unngå å slippe inn luft i systemet. Prosessen kunne da kjøres med et jevnt vakuum som ga en jevn temperatur i gryten. Prosessen var derimot tidkrevende og det var kun tid til å produsere to konsentrater på en dag i pilotanlegget. I tabell 8 vises et sammendrag av prosessen ved inndamping av batcher på 50 liter i brunostgryten.

Tabell 8. Produksjonstid, gjennomsnitt av temperatur og vakuum i prosessen etter registreringer med 30 minutters intervaller, total mengde kondensat fjernet og verdien av målt Brix i etterkant. Det ble benyttet 50 liter råstoff i hver batch.

Produkt	Produksjonstid	Temperatur (°C)	Vakuum (kg/cm ²)	Liter kondensat	Målt brix (%)
K MF2-B25	2 t, 20 min	51,7	-0,85	27	28,5
K MF2-B40	2 t, 45 min	53,7	-0,84	34	40
K KM3-B25	3 t, 10 min	51,1	-0,87	31	23
K KM3-B40	3 t, 30 min	50,3	-0,87	40	46

Tabell 8 viser at det var tidkrevende å kjøre inndamping i gryten. Temperaturer og vakuum i prosessene var jevne. Det ble fjernet mer vann fra kjernemelk enn retentat da kjernemelken hadde et lavere tørrstoff i oppstarten av prosessen.

De produserte konsentratene hadde noe ulik konsistens da de ble tappet fra gryten. Konsistensen til konsentratene som ble indampet til ca. 40 % Brix viste den største forskjellen. K MF1-B40 og K MF2-B40 som var produsert fra kjernemelk med forutgående MF, hadde en veldig tykk konsistens ut fra gryten og massen stivnet når den ble nedkjølt. Konsentratet måtte varmes opp igjen før tørking for å få pumpet det inn i tørkekammeret. K KM3-B40 som var produsert av kjernemelk uten forutgående MF hadde den høyeste Brix-verdien ut fra gryten, men dette konsentratet var fortsatt flytende etter nedkjøling. Konsentratene som var dampet inn til ca. 25 % Brix viste ikke slike forskjeller og alle var flytende etter nedkjøling.

4.2.2 Kjøring av gammel tørke

Ved spraytørking i Niro Atomizer (den gamle pilottørken) var det utfordringer i oppstarten av tørkeprosessen. Det ble alltid kjørt vann inn i tørken i oppstarten, men ved overgang til produkt, gikk temperatur på utgående luft kraftig ned. Matepumpen måtte da justeres ned manuelt for å få mindre produkt inn i tørkekammeret, og dermed få opp igjen temperaturen på utgående luft. Temperaturen var nede i ca. 75 °C i overgangen til produkt. Dette var kritisk med tanke på at det kunne bli fuktig på innsiden av veggene i tørkekammeret på grunn av ufullstendig tørking av partikler. Temperaturen gikk relativt hurtig opp igjen til 85 °C og derfra holdt den seg stabil gjennom prosessen. Det ble derimot nye problemer ved overgang til tørking av konsentrat med høyere innhold av tørrstoff. Dette ble kjørt inn i tørkekammeret uten opphold mellom de to konsentratene, og dette medførte at temperatur på utgående luft

igjen gikk ned. Dette var på grunn av at dette konsentratet hadde høyere TS-innhold enn det forutgående og det måtte kjøres enda mindre konsentrat inn fra matepumpen for å komme opp igjen til 85 °C i utgående luft. Etter justeringene fra matepumpen hadde oppnådd sin effekt, var også denne tørkeprosessen stabil med tanke på temperaturer.

De produserte pulverne viste noe ulike egenskaper etter tørking. Ved uttak av prøvemateriale fra poser i kjølerom, hadde enkelte partikler pakket seg sammen til større aggregerte klumper. Disse gikk lett i oppløsning når de fikk mekanisk behandling. Dette var mest synlig i pulvere produsert fra kjernemelk med forutgående MF i produksjonsprosessen.

Ved preparering av løsninger til ulike analyser, ble det observert at alle pulvere som var tørket fra konsentrater med ca. 25 % Brix var flyktig. Dette var ikke aktuelt for noen av pulverne tørket fra konsentrater med ca. 40 % Brix. Videre var det forskjeller i hvordan pulverne oppførte seg når de ble blandet med væske. Pulvere tørket fra konsentrater med ca. 25 % Brix fløt på toppen av væsken, mens pulvere fra konsentrater med ca. 40 % Brix ville falle til bunnen av begeret og legge seg i store klumper. Selv om pulverne oppførte seg forskjellig ved påfylling i væsker, løste de seg lett opp i væsken da de ble satt på magnetrører.

4.2.3 Implementering av ny tørke

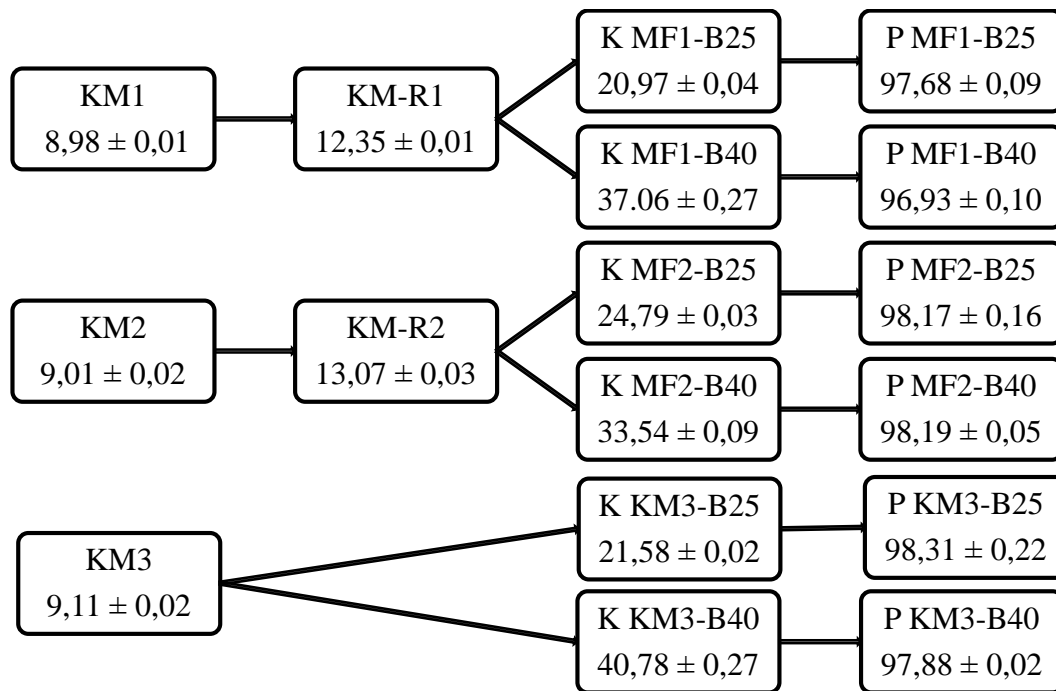
Under implementeringen av ny tørke ble det gjort forsøk på tørking av en 40 % løsning av maltodekstrin og vann. I testrundene skulle det benyttes 200 °C på inngående luft og 80 °C på utgående luft. Maltodekstrin viste seg å være et vanskelig produkt å tørke, og etter to forsøk ved to-steps tørking ble resultatet fuktig pulver. Det la seg også et tykk film av fuktig produkt i bunnen av tørkekammeret. Ekspertene i Danmark ble kontaktet og årsaken var sannsynligvis at trykket på trykkluften i dyseforstøveren hadde vært innstilt for lavt. Dette trykket ble derfor justert opp før neste tørking. I første tørkeforsøk hadde trykket i dysen vært stilt inn på 2 Bar. Det ble anbefalt å øke dette trykket til 4 Bar for å oppnå bedre forstøving ved at hver partikkel ville bli mindre med høyere trykk i dyseforstøveren. Det viste seg å være problematisk å få lufttrykket i dysen opp til denne verdien på grunn av at slangene i det pneumatiske styreskapet ikke greide å fordele nok trykkluft til alle enheter i tørkesystemet. Maks oppnåelig trykk var ca. 3 Bar, og dette var aktuelt trykk ved oppstart av neste forsøkskjøring. Etter denne justeringen gikk produksjonen godt i starten av forsøket og partiklene hadde god flyt inne i fluid bed. I denne perioden var temperatur på utgående luft ca. 100 °C. Etter hvert ble matepumpen justert opp for å få temperatur på utgående luft ned mot sett-punkt (80 °C). Tilstanden i fluid bed ble derfor ikke fulgt opp da det var fokus på å følge med på

temperaturen til utgående luft i tørkekammeret. Da temperaturen hadde stabilisert seg i nærheten av sett-punkt, ble matepumpen satt i auto slik at innmating av produkt kunne justeres automatisk. Det gikk ikke lang tid etter dette før det ble observert store klumper i fluid bed, disse klumpene hindret resten av pulveret fra å sveve inne i fluid bed. Produksjonen ble da stoppet igjen og det var tydelig at produktet ikke hadde blitt tørket tilstrekkelig i kammeret. Fluid bed måtte demonteres da dette var den eneste måte å tømme den for fuktig produkt. Det ble da observert flytende væske i bunnen av tørken og dette styrket antagelsen om at forstøvningen var for dårlig. Et trykk på 3 Bar i dyseforstøveren var antageligvis ikke tilstrekkelig til å oppnå god forstøvning av maltodekstrin. Siden tilførselen av trykkluft var begrenset, var det ikke mulig å øke dette trykket til 4 Bar (som var det anbefalte lufttrykket). Det ble derfor ikke utført flere forsøk på tørking av maltodekstrin mens det var eksperter fra Danmark til stede, og melk ble antatt å være et lettere produkt å jobbe med i tørken. Prosjektet ble derfor utsatt og det ble bestemt å gjøre nye forsøk med melkeprodukter når de nye slangene til det pneumatiske styreskapet hadde ankommet. Disse ankom for sent til at det kunne kjøres flere tørkeforsøk i dette prosjektet.

4.3. Kjemiske analyser

4.3.1 Analyse av totalt tørrstoff

I figur 21 presenteres resultater fra analyse av tørrstoff i kjernemelk, retentat, konsentrater og pulvere.



Figur 21. Tørrstoffinnhold i kjernemelk etter mottak og underveis i produksjonen av kjernemelkpulver. Verdiene er oppgitt i prosent ± standardavvik mellom tre målinger.

Figur 21 viser at innholdet av TS i kjernemelk er stabil i tre leveranser. Innholdet av TS øker i retentatet etter mikrofiltrering og KM-R2 har noe høyere TS-innhold enn KM-R1. Til slutt vises det at ulikt innhold av TS i konsentrater ikke påvirker pulverets endelige innhold av TS i stor grad.

4.3.2. Analyse av proteiner

Resultater fra analyse av total protein, prosent kasein og løselig myseprotein vises i tabell 9, 10 og 11.

Total protein

Tabell 9. Innhold av total protein i kjernemelk, retentat, konsentrat etter inndamping og pulvere. Tallene er oppgitt som en prosentandel beregnet ut i fra totalt tørrstoff i produktet.

Total protein					
KM1		KM2		KM3	
33,3		33,3		32,7	
KM-R1		KM-R2			
49,1		49,4			
K MF1-B25	K MF1-B40	K MF2-B25	K MF2-B40	K KM3-B25	K KM3-B40
49,5	49,6	51,6	53,5	33,0	35,3
P MF1-B25	P MF1-B40	P MF2-B25	P MF2-B40	P KM3-B25	P KM3-B40
47,6 ^b	47,6 ^b	49,8 ^a	49,8 ^a	32,9 ^c	33,2 ^c

a, b og c er signifikant ulike med $p < 0,001$.

I fra tabell 9 kan det observeres at kjernemelk fra tre ulike leveranser viser et stabilt innhold av protein og at dette vil øke i retentatet etter mikrofiltrering. Det vises også at totalt proteininnhold i pulver ikke blir påvirket av ulik inndampingsgrad. Til slutt kan det observeres at innholdet av protein i pulver vil bli påvirket av forbehandlingen, pulver produsert uten forutgående MF har et lavere proteininnhold sett i forhold til pulvere som har hatt MF i forbehandlingen. Proteininnholdet i konsentrater viser også noe varierende resultater, men disse er jevnere i de produserte pulvere.

Prosent kasein

Tabell 10. Innhold av kasein i kjernemelk, retentat, konsentrat etter inndamping og pulvere, tallene er oppgitt som en prosentandel kasein i forhold til den totale proteinmengden i produktet.

Prosent kasein					
KM1		KM2		KM3	
90,3		91,3		91,3	
KM-R1		KM-R2			
92,4		95,8			
K MF1-B25	K MF1-B40	K MF2-B25	K MF2-B40	K KM3-B25	K KM3-B40
92,0	93,2	93,0	95,6	89,8	93,1
P MF1-B25	P MF1-B40	P MF2-B25	P MF2-B40	P KM3-B25	P KM3-B40
94,6	93,8	93,8	94,0	91,4	91,6

Tabell 10 viser at innholdet av kasein er høyere i retentat sett i forhold til kjernemelk. I konsentratene vises det ikke noe stor forskjell i prosentandelen av kasein og verdiene er noe ujevne. Verdiene viser større forskjell i pulvere, og det ferdig produserte pulveret produsert med forutgående MF, har en høyere prosentandel kasein enn pulver uten forutgående MF i prosessen.

Prosent løselig myseprotein

Tabell 11. Innhold av løselig myseprotein i kjernemelk, retentat, konsentrat etter inndamping og pulvere. Tallene er oppgitt som en prosentandel løselig myseprotein i forhold til det totale proteininnholdet i produktene.

Prosentandel løselig myseprotein					
KM1		KM2		KM3	
9,4		8,7		8,7	
KM-R1		KM-R2			
7,4		7,0			
K MF1-B25	K MF1-B40	K MF2-B25	K MF2-B40	K KM3-B25	K KM3-B40
8,0	6,8	7,0	4,4	10,1	6,9
P MF1-B25	P MF1-B40	P MF2-B25	P MF2-B40	P KM3-B25	P KM3-B40
5,4	6,2	6,2	6,0	8,6	8,4

Tabell 11 viser at innholdet av myseproteiner er ganske stabilt i kjernemelk ved mottak, selv om en av leveransene ligger noe høyere enn de andre. Videre kan det observeres at mengden reduseres i retentat etter MF. I konsentrater vises det ganske store variasjoner på andelen løselig myseprotein. Til slutt viser denne tabellen at mengden løselig myseprotein i pulver er noe endret som følge av MF i produksjonsprosessen. Pulver uten forutgående MF i prosessen ser ut til å ha et noe høyere innhold av myseproteiner sett i forhold til pulvere med forutgående MF i produksjonen.

4.3.3. Analyse av laktose

Resultater fra analyse av laktoseinnhold i vises i tabell 12.

Tabell 12. Innholdet av laktose i kjernemelk, retentat, konsentrat og pulver, verdiene vises som en prosentandel i forhold til totalt tørrstoff i produktene.

Innhold av laktose					
KM1		KM2		KM3	
51,9		51,2		50,3	
KM-R1		KM-R2			
*		33,1			
K MF1-B25	K MF1-B40	K MF2-B25	K MF2-B40	K KM3-B25	K KM3-B40
37,6	36,9	34,9	34,2	52,3	53,7
P MF1-B25	P MF1-B40	P MF2-B25	P MF2-B40	P KM3-B25	P KM3-B40
37,3	36,6	34,1	34,5	53,3	53,1

*Prøvene med retentat fra denne produksjonen gikk tapt etter nedfrysning.

Tabell 12 viser at innholdet av laktose i kjernemelk etter tre leveranser ikke varierer i stor grad. Den registrerte verdien fra retentat viser en redusert mengde laktose etter MF. Det produserte pulveret med forutgående MF i prosessen inneholder mindre laktose enn pulvere produsert uten forutgående MF. Det er også en liten forskjell i laktoseinnholdet i pulvere produsert fra de to produksjonene der MF ble inkludert i forbehandlingen.

4.3.4. Analyse av fosfolipider

Resultater fra analyse av fosfolipider presenteres i tabell 13.

Tabell 13. Innhold av Fosfatidyletanolamin (PE), Fosfatidylkolin (PC), Sphingomyelin (SPM), Lysofosfatidyletanolamin (LPE), Fosfatidylinositol (PI) og Lysofosfatidylkolin (LPC) i kjernemelk, retentat, konsentrat og pulver fra kjernemelk. Verdiene vises i g/100g. Totalt innhold av fosfolipider vises i siste kolonne og verdiene vises som en prosentandel av produktenes totale tørrstoff.

Kjernemelk	PE	PC	SPM	LPE	PI	LPC	Tot. FL
KM1	0,017	0,028	0,015	0,020	0,014	0,010	1,1
KM2	0,024	0,027	0,013	0,006	0,012	0,004	1,0
KM3	0,011	0,019	0,015	0,015	0,010	0,005	0,8
Retentat							
KM-R2	0,122	0,110	0,052	0,025	0,037	nd	2,6
Konsentrat							
K MF1-B25	0,192	0,157	0,073	0,047	0,029	nd	2,4
K MF1-B40	0,153	0,137	0,054	0,041	0,022	0,004	1,1
K MF2-B25	0,224	0,183	0,092	0,062	0,034	0,004	2,4
K MF2-B40	0,249	0,199	0,108	0,067	0,024	0,004	1,9
K KM3-B25	0,132	0,107	0,040	0,029	0,020	0,004	1,5
K KM3-B40	0,211	0,160	0,062	0,047	0,026	0,012	1,3
Pulver							
P MF1-B25	0,726	0,586	0,286	0,229	0,103	0,017	2,0
P MF1-B40	0,640	0,542	0,285	0,244	0,144	0,021	1,9
P MF2-B25	0,674	0,583	0,293	0,282	0,102	0,013	2,0
P MF2-B40	0,774	0,631	0,324	0,261	0,126	0,012	2,2
P KM3-B25	0,526	0,446	0,165	0,176	0,070	0,014	1,4
P KM3-B40	0,537	0,445	0,177	0,161	0,086	0,016	1,5

Tabell 13 viser at innhold av fosfolipider varierer noe mellom de ulike leveransene, PE, PC og SPM er typene fosfolipider det finnes mest av i alle produkter. Alle komponenter øker etter mikrofiltrering og fortsetter å øke ettersom vann fjernes fra produktet. I konsentratene er det målt mindre FL i konsentratene som har blitt inndampet til det høyeste tørrstoffinnholdet, men verdiene utjevner seg i pulveret etter konsentratene er tørket. Til slutt kan det observeres at

pulvere uten forutgående MF i produksjonsprosessen har et lavere totalt innhold av FL enn pulvere med MF inkludert i produksjonsprosessen.

4.3.5. Analyse av mineraler

Mineralanalyse ble kun utført på pulvere etter endt produksjon. I tabell 13 vises resultatene fra denne analysen.

Tabell 14. Innhold av mineraler i kjernemelkpulver. Tallene er oppgitt som en prosentandel i forhold til det totale tørrstoffet i pulveret.

Produkt	K	Ca	P	Na	Mg	Zn	Fe	Cu	Tot. mineraler
P MF1-B25	1,3	1,4	1,1	0,3	0,1	0,005	0,0014	0,0002	4,2
P MF1-B40	1,3	1,4	1,1	0,3	0,1	0,006	0,0013	0,0003	4,2
P MF2- B25	1,2	1,4	1,1	0,3	0,1	0,006	0,0013	0,0002	4,1
P MF2- B40	1,2	1,4	1,1	0,3	0,1	0,006	0,0013	0,0002	4,1
P KM3- B25	1,7	1,1	1,0	0,4	0,1	0,004	0,0009	0,0002	4,3
P KM3- B40	1,8	1,1	1,0	0,4	0,1	0,004	0,0010	0,0002	4,4

Tabell 14 viser at kalsium og fosfor øker i pulveret der kjernemelken har gjennomgått MF i produksjonsprosessen. Innholdet av kalium og natrium er derimot høyere i pulver fra kjernemelk som ikke har gjennomgått mikrofiltrering. Magnesium er ikke endret i vesentlig grad i forhold til produksjonsprosessen. Zink, jern og kobber har en veldig liten andel av tørrstoffet i pulveret, zink og jern får en liten økning i konsentrasjon som følge av MF i produksjonsprosessen. Til slutt kan det observeres at det blir en liten nedgang i totalt innhold av mineraler i produkter som gjennomgår MF i sin produksjonsprosess.

4.4 Funksjonalitetstester

4.4.1. Emulgeringsevne

For å kontrollere emulgeringsevne ble det valgt tre ulike pulvere for sammenligning. I tabell 15 vises resultatene etter et registrert faseskille i en målesylinder.

Tabell 15. Måling av emulgeringsevne til kjernemelkpulver med og uten mikrofiltrering i produksjonsprosessen, samt skummetmelkpulver. Registreringer av faseskillet ble utført etter 1, 7 og 12 timer. Tallene viser det observerte faseskillet målt i ml samt en prosentvis mengde utskilt væske i topplaget i forhold til mengde olje tilsatt i emulsjonen.

Produkt	1 time		7 timer		12 timer	
	Faseskille, ml	% utskilt væske	Faseskille, ml	% utskilt væske	Faseskille, ml	% utskilt væske
P MF1-B40	12	15	73	94	92	117
P KM3-B40	22	39	62	111	70	122
SMP	30	51	72	122	77	131

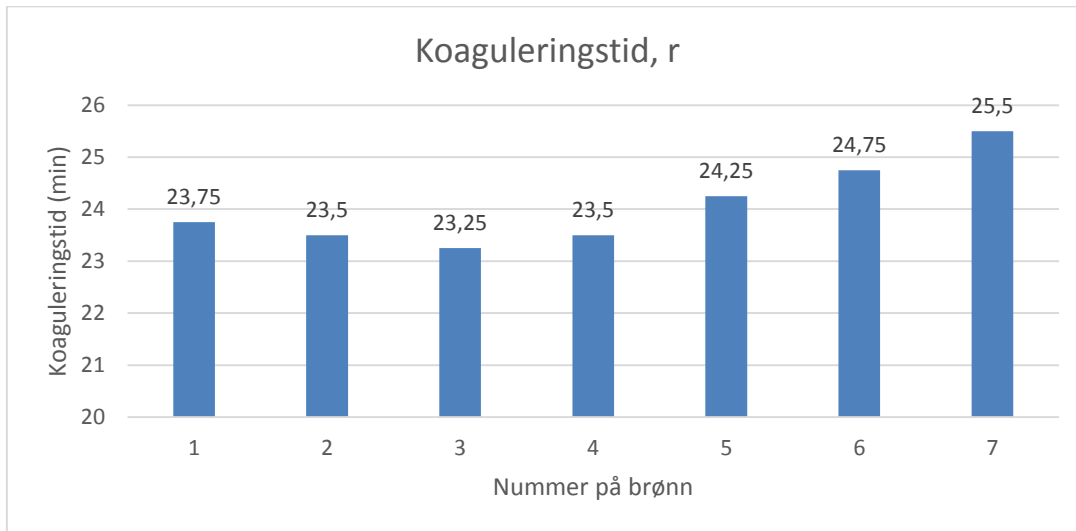
I fra tabell 15 kan det leses at kjernemelkpulver med MF inkludert i produksjonsprosessen holdt emulsjonen best i alle målinger. Dette pulveret hadde det største faseskillet etter 12 timer, men det var tilsatt større mengde olje i denne emulsjonen. Kjernemelkpulver produsert uten forutgående MF holdt emulsjonen bedre enn SMP i alle målinger. Prosent utskilt væske ble beregnet ut fra det registrerte faseskillet og mengde tilsatt olje. Denne prosentverdien passerte 100 % i noen av beregningene da topplaget ikke besto av olje alene.

I kontrollen av gjenværende fettinnhold i emulsjonen under topplaget, ble en emulsjon med kjernemelkpulver som hadde forutgående MF i produksjonsprosessen (P MF1-B40) analysert. Aktuelt fettinnhold rett etter vann, pulver og olje var blandet sammen ble målt til 14 %. I kontrollen av gjenværende fett i emulsjonen under topplaget etter 12 timer, ble emulsjonen målt til et fettinnhold på 5,4 %. Dette viste at det fortsatt var en del olje igjen i blandingen under topplaget etter 12 timer.

4.4.2. Dannelse av syregel i formagraf

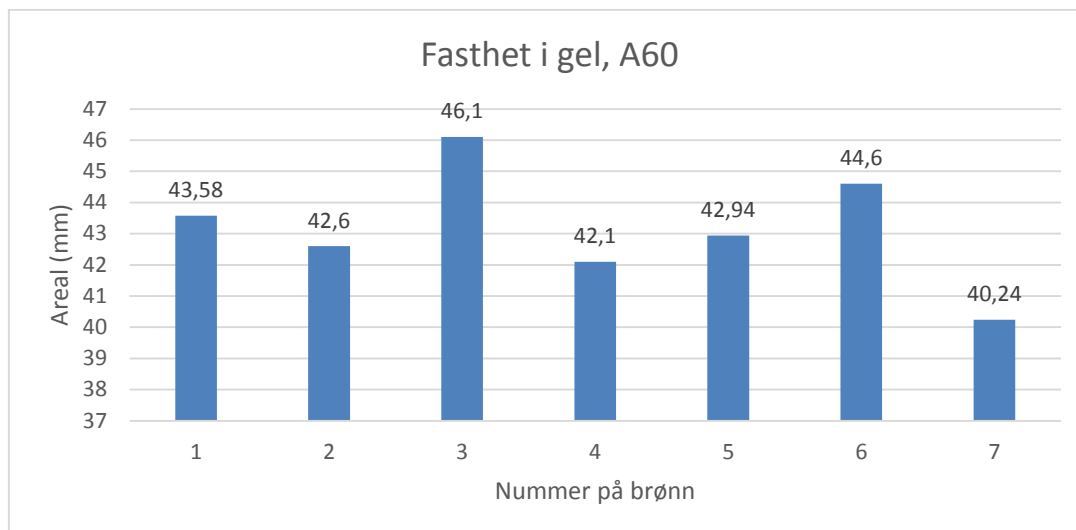
Kontrollprøve

Ett pulver ble utvalgt for å kontrollere hvor jevne resultater det kunne forventes fra analysene i formagraf. I figur 22, 23 og 24 presenteres resultatene fra denne analysen.



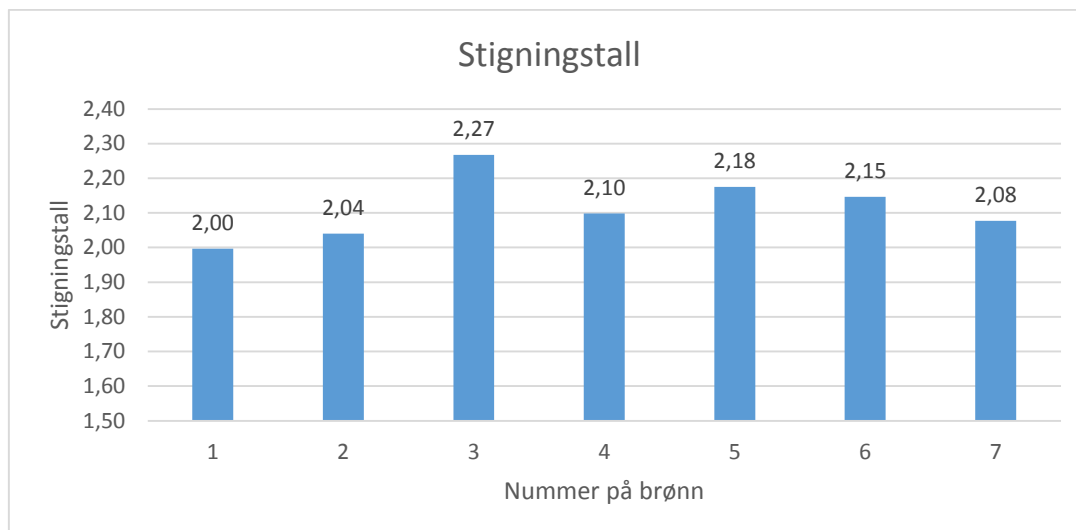
Figur 22. Koaguleringsstid til én melkeblending beriket med kjernemelkpulver (P MF1-B25) med totalt proteininnhold på 5 % før analyse i formagraf. Den samme melkeblendingen ble benyttet i alle brønner (1-7) og koaguleringsstid vises i minutter.

Figur 22 viser at koaguleringsstiden er noe varierende i de ulike brønnene i formagrafen. Brønn nr.3 har den korteste koaguleringsstiden og i de tre siste brønnene (5,6 og 7) kan det observeres en økning fra de fire første. Standardavviket mellom koaguleringsstidene i de 7 brønnene ble utregnet til $\pm 0,81$.



Figur 23. Fasthet i gel etter 60 minutter til én melkeblending beriket med kjernemelkpulver (P MF1-B25) til totalt proteininnhold på 5 % før analyse i formagraf. Den samme melkeblendingen ble benyttet i alle brønner (1-7) og fasthet i gel (A60) vises i mm fra et beregnet areal.

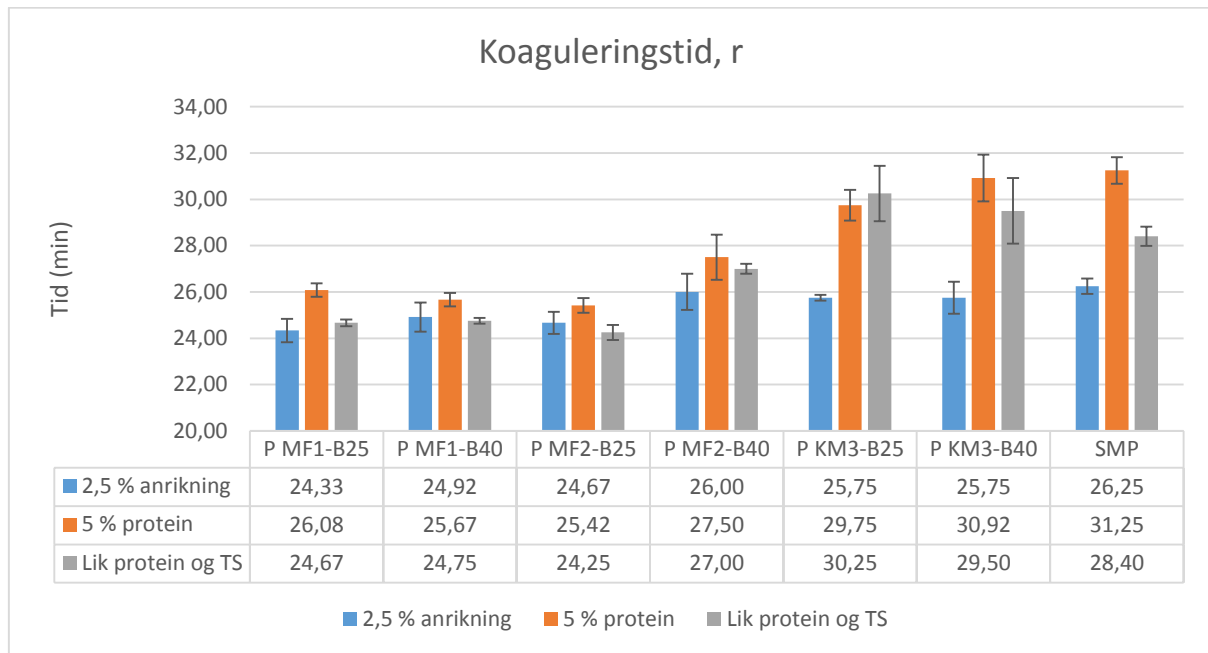
Figur 23 viser at det vil være variasjoner i fastheten til syregeler etter analyse i formagraf. Siden det var den samme melkeblendingen med identisk forbehandling i analysen, kan det påberegnes en variasjon mellom prøvene som resultat av analysemetoden. Brønn nr. 3 viser den høyeste verdien og brønn nr. 7 viser den minste verdien etter analyse. Standardavviket mellom de 7 brønnene ble beregnet til $\pm 1,87$.



Figur 24. Stigningstall etter syrning av én melkeblending beriket med kjernemelkpulver (P MF1-B25) til totalt proteininnhold på 5 % før analyse i formagraf. Den samme melkeblendingen ble benyttet i alle brønner (1-7) og stigningstallet er beregnet ut i fra ΔA_{real} (mm) / ΔT_{id} (min).

Figur 24 viser at det også ved utregning av stigningstall kan forekomme noe variasjoner i resultatene. Variasjonene er derimot ikke like store som i analysen av koaguleringsstid og gelfasthet. Et gjennomsnitt av flere prøver kan gi en grei oversikt over hvor hurtig gelen stivner ved å se på stigningstallet. Standardavviket fra mellom de 7 brønnene ble beregnet til $\pm 0,09$, noe som også gjør resultatene mer pålitelige.

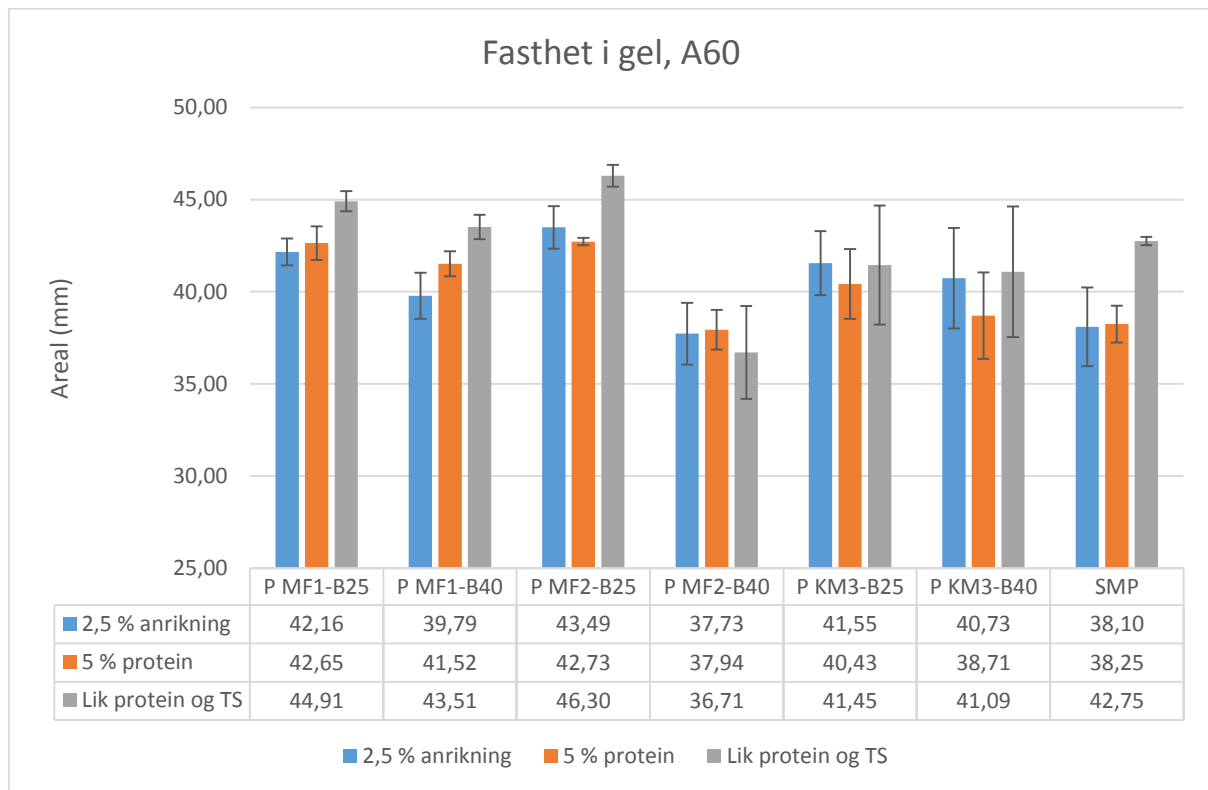
Analyse av koaguleringstiden til kjemisk syrnede geler med tilsetning av ulike pulvere ble utført i formagraf. Alle pulvere produsert fra kjernemelk ble testet i tillegg til SMP for sammenligning. Tiden for koagulering av en yoghurtbase ble testet etter 2,5 % tørrstoffanrikning, totalt 5 % innhold av protein i blandingen eller likt protein- og tørrstoffinnhold i blandingen. I figur 25 vises resultatene etter denne typen analyse.



Figur 25. Koaguleringstid (r) ved dannelse av kjemisk syrnede gel i melk med ulik anrikning av TS. Resultatene vises som et gjennomsnitt etter tre målinger med markert standardavvik, koaguleringstid er oppgitt i minutter.

I figur 25 vises en trend der koaguleringstiden ved 2,5 % anrikning er noe lengre for SMP og pulvere produsert uten forutgående MF før inndampning og tørking, sett i forhold til pulvere med forutgående MF før inndampning og tørking. Ved justering til melkeblandinger med 5 % protein øker koaguleringstiden i alle varianter, men forskjellen mellom pulvere produsert med eller uten forutgående MF er større ved denne proteinkonsentrasjonen. Den samme trenden er synlig etter analyse av løsninger der protein- og tørrstoffinnholdet var likt i alle blandinger. Generelt sett kan det observeres at pulverer med forutgående MF før tørking viser kortere koaguleringstid enn de resterende pulvere, og at SMP har den lengste koaguleringstiden i de fleste forsøksoppsett.

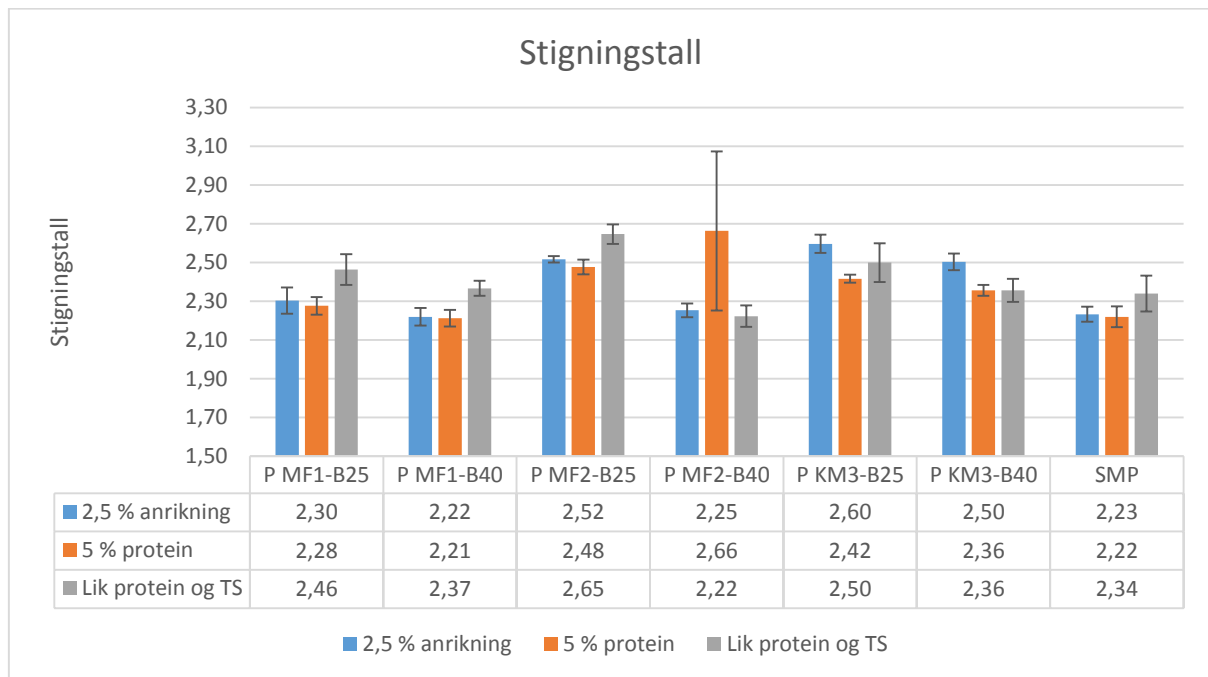
Analyse av gelfasthet etter én time i kjemisk syrnede geler ble også utført i formagraf. Også her ble alle pulvere produsert fra kjernemelk testet som tørrstoffanriker, i tillegg til SMP for sammenligning. Blandingene ble preparert på samme måte som ved analyse av koagulerings- og resultatene presenteres i figur 26.



Figur 26. Fasthet i gel etter 1 time (A60) ved dannelse av kjemisk syrnede geler i melk med ulik anrikning av TS. Resultatene vises som et gjennomsnitt av tre målinger med standardavvik, tallene er beregnet fra et beregnet areal og er oppgitt i mm.

Ut i fra figur 26 kan det observeres noe ujevne resultater i alle forsøksoppsett. Ved 5 % protein og likt protein- og tørrstoffinnhold er det en trend der de fleste pulvere produsert med MF før tørking har en noe fastere gel. De aller fleste prøvene har høyest fasthet i gelen når melken er justert til likt protein- og tørrstoffinnhold. P MF2-B40 skiller seg noe ut fra de resterende prøvene med pulvere fra MF-kjernemelk og ligger noe lavere enn de andre i alle forsøksoppsett.

Etter analyse i formagraf ble det beregnet et stigningstall ut i fra kurven som ble utformet av de registrerte dataene fra syregeldannelsen. I figur 27 vises den beregnede verdien for stigningstall og resultatene er beregnet fra samme forsøksoppsett som ved analyse av r og A60.



Figur 27. Utrechnet stigningstall etter dannelse av kjemisk syrnede geler i melk med ulik anrikning av TS. Stigningstallet er beregnet ut i fra $\Delta Areal$ (mm) / ΔTid (min).

Figur 27 viser ingen klare trender, men melkeblandinger med 2,5 % anrikning av kjernemelkpulver produsert med forutgående MF i produksjonsprosessen ser ut til å ha et noe lavere stigningstall enn blandinger med kjernemelkpulver uten forutgående MF. Melkeblandingene med likt innhold av protein og tørrstoff har de høyeste stigningstallene i mange av forsøksoppsettene med kjernemelkpulver.

4.4.3. Dannelse av syregel i rheometer

Kontrollprøve

Det ble utført en analyse av pulvere i rheometeret for å se om inndampingsnivå før tørking ville ha noe å si for koagulerings- og fasthet i gel. I tabell 16 vises resultatene fra denne kontrollen.

Tabell 16. Koagulerings- og fasthet i gel etter 60 minutter (G'_{60}) etter analyse av fire melkeblandinger med 5 % protein, justert med ulike kjernemelkpulvere som ble produsert i prosjektet. Hver blanding ble analysert én gang i rheometer.

Produkt	Koagulerings- og fasthet i gel etter 60 minutter (min)	Gelstyrke (G'_{60}) (Pa)
P MF1-B25	20,5	296
P MF1-B40	20,5	339
P MF2-B25	20,5	337
P MF2-B40	20	312

Tabell 16 viser at koagulerings- og fasthet i gel etter 60 minutter varierer noe, men det er ikke store forskjeller mellom prøvene.

Resultater etter analyse av to utvalgte pulvere i rheometer vises i tabell 17. Det ble analysert for gelfasthet etter 60 minutter (G'_{60}) og koagulerings- og fasthet i gel.

Tabell 17. Koagulerings- og fasthet i gel etter 60 minutter i melkeblandinger med 5 % protein. Blandingene var justert med kjernemelkpulver med eller uten forutgående MF i produksjonsprosessen. Tallene er registrert etter analyse av tre prøver og viser et gjennomsnitt av koagulerings- og fasthet i gel etter 60 minutter (Pa) samt standardavvik og signifikansnivå.

Produkt	Koagulerings- og fasthet i gel etter 60 minutter (min)***	Gelstyrke (G'_{60}) (Pa)
P MF1-B25	18,17 ± 0,29	357,7 ± 38,37
P KM3-B25	21,17 ± 0,29	357 ± 8,19

*** Koagulerings- og fasthet i gel etter 60 minutter er signifikant ulik med $p < 0,001$.

Tabell 17 viser at pulveret med forutgående MF gir en raskere koagulerings- og fasthet i gel enn pulver uten forutgående MF i produksjonsprosessen. Resultatene viser derimot ikke noen forskjell ved fasthet i gel etter 60 minutter.

4.4.4 Analyse av løselighet

Alle pulvere viste god løselighet, det var ikke målbar mengde med sediment i Nunc-rørene etter sentrifugering.

4.4.5 Analyse av bulk tetthet

Analyse av bulk tetthet ble utført av alle de produserte pulvere, i tabell 18 vises resultatene.

Tabell 18. Bulk tetthet i seks kjørnemelkpulvere som ble produsert i løpet av prosjektet, tallene er oppgitt i g/ml, beregnet fra et gjennomsnitt av to målinger.

Produkt	Bulk tetthet
P MF1-B25	0,46
P MF1-B40	0,71
P MF2-B25	0,56
P MF2-B40	0,63
P KM3-B25	0,52
P KM3-B40	0,71

Tabell 18 viser at bulk tettheten varierer noe mellom pulvere, men bulk tettheten er høyest i pulvere som ble inndampet til det høyeste tørrstoffnivået sammenlignet med pulvere som ble inndampet til det laveste tørrstoffnivået.

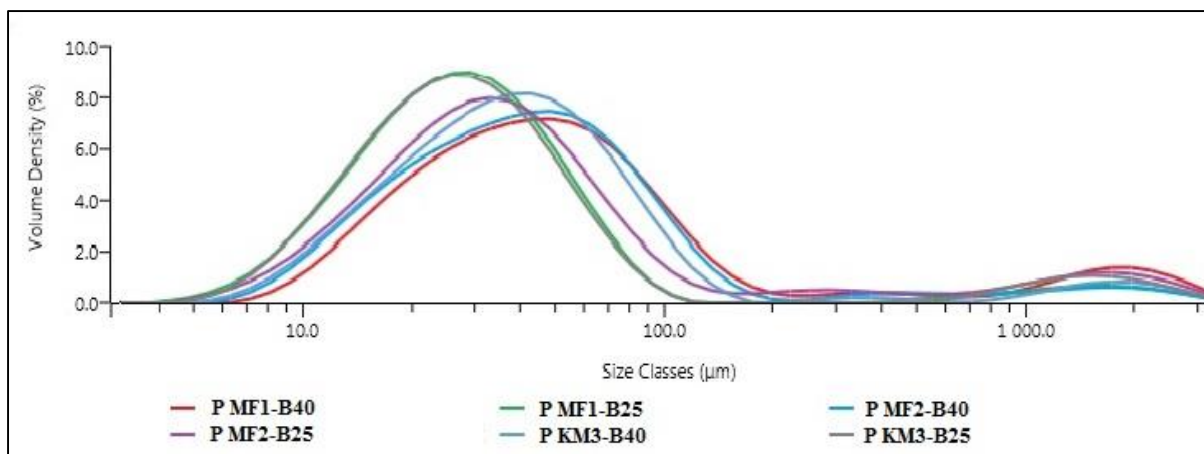
4.4.6 Analyse av partikkelstørrelse

Analyse av partikkelstørrelsen til de produserte pulvere ble utført, og resultatene presenteres i tabell 19 og figur 28.

Tabell 19. Prosentvis fordeling av partikler i kjernemelkpulver produsert i prosjektet. Dx (10) (50) (90) beskriver at 10, 50 eller 90 % av partiklene er mindre eller lik den aktuelle verdi. Størrelsene er oppgitt i μm .

Pulver	Dx (10)	Dx (50)	Dx (90)
P MF1-B25	11,8	27,5	67,1
P MF1-B40	16,8	46,0	430
P MF2-B25	13,4	34,8	399
P MF2-B40	14,9	41,2	119
P KM3-B25	12,0	27,7	75,7
P KM3-B40	14,4	37,7	98,2

Tabell 19 viser at pulvere produsert fra konsentrater med det laveste innholdet av tørrstoff (B-25) har de minste verdiene ved Dx (10) og Dx (50). I fordelingen Dx (50) viser pulver uten forutgående MF en mindre størrelsesfordeling enn pulvere med forutgående MF i produksjonsprosessen. Til slutt kan det observeres at det ved Dx (90) vises store tall på partikkelstørrelsen for noen av pulverne, dette gjelder særlig for pulvere produsert med forutgående MF i prosessen.



Figur 28. Størrelsesfordeling av partikler i kjernemelkpulver produsert i prosjektet.

Figur 28 viser at kurven til P MF1-B25, P MF2-B25 og P KM3-B25 har sin topp ved en lavere verdi (μm) enn de andre pulverne og har dermed totalt sett har flest små partikler. Det kan også observeres at kurver fra pulvere produsert med forutgående MF og konsentrater med høyest tørrstoffinnhold (B40) har sin topp ved en høyere størrelsesfordeling. Den grå kurven viser pulver produsert av kjernemelk uten forutgående MF, konsentrert til det høyeste innholdet av tørrstoff (B40), denne har noe mindre partikler enn de andre konsentratene med tilsvarende inndampingsgrad. Totalt sett har alle pulvere en høy andel små partikler i sin størrelsesfordeling.

5. Diskusjon

5.1. Mottaks- og prosesskontroll

Kjernemelk vil variere noe i sammensetning da denne vil påvirkes av den forutgående kjerningsprosessen. Totalt fettinnhold i fløten, og størrelsen på fettkulene vil også påvirke sammensetningen til kjernemelken (Walstra et al. 2006). Etter tre leveranser av kjernemelk viste ulike analyser at andelen tørrstoff, protein, laktose og totalt fett var stabilt. Andelen protein var noe lavere, men mengden laktose var imidlertid noe høyere enn forventet i forhold til litteraturen (Walstra et al. 2006). De resterende komponentene i kjernemelken lå innenfor den forventede verdien etter analyse.

Etter MF økte innholdet av fett, protein og tørrstoff i retentatet, mens andelen laktose ble noe redusert. Tørrstoff, protein og laktose i råstoff og retentat ble analysert både ved hjelp av Milkoscan og ved hjelp av standardmetoder i laboratoriet, disse resultatene var samsvarende. Milkoscan viste derfor å være et godt verktøy å benytte seg av for raske analyser. Dette kan være viktig informasjon siden Milkoscan da kan være et godt verktøy for analyse og påfølgende justeringer underveis i en produksjonsprosess, selv om det ikke ligger inne standardkurver for kjernemelk i Milkoscan.

Ved TINE Meieriet Brumunddal produseres syrnet kjernemelkpulver. De opplever ofte problemer med vekst av mugg og gjær, trolig som en følge av rekontaminering gjennom prosessen. Spesielt gjær forårsaker problemer i produksjonen av syrnet pulver fra kjernemelk (Østerhagen 2015). Kjerningsprosessen har mange ulike trinn i framstillingen av smør, og fløten blir varmebehandlet ved flere ulike temperaturer for å oppnå et godt utbytte av fett. Ved TINE Meieriet Jæren pasteuriseres fløten ved 92 °C i 15 sekunder (Steen-Hansen 2015) i starten av smørproduksjonen og vil med det ha et lavt innhold av alle levende mikroorganismer. Etter denne varmebehandlingen gjennomgår fløten flere produksjonstrinn, og det er fare for kontaminering fra omgivelser og produksjonsutstyret i meieriet. Siden fløten blant annet holdes ved 18 °C i en time før kjerning, vil det være fare for vekst om kontaminering har forekommet. Ut i fra mottakskontrollen i forsøket, viste prøvene etter analyse for innhold av mugg og gjær at kjernemelken inneholdt slike mikroorganismer i varierende innhold. Det er derfor viktig å pasteurisere kjernemelken ved mottak hvis den har blitt transportert mellom meierier. En lavpasteurisering på 72 °C i 15 sekunder vil ta livet av alle mugg- og gjærceller (Walstra et al. 2006). Pasteurisering vil derfor også være viktig om meieriet skal tørke kjernemelken selv, noe som kan være aktuelt i TINE Meieriet

Sandnessjøen. Om kjernemelken ikke benyttes umiddelbart, bør den varmebehandles for å stanse vekst av mugg og gjær. Dette er viktig da mugg- og gjærceller kan vokse ved lave temperaturer (Lopandic et al. 2006) og celletallet derfor kan øke ved kjølelagring.

pH-verdien til kjernemelken ved mottak lå i samme område eller høyere av det som er vanlig i melk, vanlig melk har en pH på 6,7 (Dalglish & Corredig 2012). pH-utviklingen i produktene underveis i produksjonen viste at verdien ble noe redusert fra mottak, frem til kjernemelken var ferdig inndampet. Verdien var lavest i konsentrater med det høyeste innholdet av tørrstoff, og grunnen til at pH-verdien ble lavere underveis var trolig et resultat av at vannet ble fjernet fra produktet. Ved å fjerne vann ble det antageligvis en forhøyet konsentrasjon av den allerede eksisterende syren i produktet som igjen kunne føre til at pH-verdien ble lavere. Det ble ikke utført analyser på innhold av syrer i produktene, men dette er en mulig forklaring på den reduserte pH-verdien. I konsentratet fra KM3 med det høyeste innholdet av TS (K KM3-B40) ble det målt en lavere pH-verdi enn tilsvarende konsentrater fra KM1 og KM2. Dette kan være på grunn av at dette konsentratet hadde det høyeste innholdet av tørrstoff og den eksisterende syren derfor var mer konsentrert. Dette konsentratet hadde også et mindre innhold av protein i forhold til de tilsvarende konsentratene, og hadde dermed en lavere bufferkapasitet, noe som også kunne føre til at pH-verdien ble lavere.

5.2 Produksjon

5.2.1. Mikrofiltrering

Mikrofiltreringen ble gjennomført med et mål om å holde en CF på 2,5 og med det øke mengden kasein med 2,5 % (Svanborg 2015). Siden kjernemelken inneholder noe fett, var det vanskelig å holde konstant CF gjennom hele produksjonen. Fett og kasein kan legge seg på membranens overflate og føre til fouling (Jimenez-Lopez et al. 2011). Ved den første leveransen ble 1000 L kjernemelk kjørt gjennom MF og den valgte CF måtte justeres noe ned mot slutten av produksjonen. Dette ble gjort for å unngå polarisering/fouling i membranen (Svanborg 2015). I den andre leveransen ble ca. 500 L av kjernemelken mikrofiltrert. Siden den totale mengden produkt inn i MF-systemet var mindre i denne leveransen, kunne det holdes en noe høyere gjennomsnittlig CF i den produksjonen. På grunn av dette hadde retentatet fra den andre leveransen (KM-R2) et noe høyere innhold av tørrstoff, proteiner og totalt fett, sett i forhold til retentatet fra den første leveransen (KM-R1) der gjennomsnittet på CF var lavere.

5.2.2. Inndamping

I forsøksoppsettet var det planlagt å kjøre inndamping til 25 og 50 % tørrstoff i konsentratene. I planleggingsfasen var det beregnet å benytte vakuuminndamperen fra Anhydro til inndamping. Om denne hadde fungert optimalt ville det vært muligheter for prøveuttak til Brix-målinger og dermed kunne kontrollere prosessen til å komme nærmere målsetningen i TS-innhold. Da det var store problemer med å produsere konsentrater i denne på grunn av skumdannelse, ble det vanskelig å justere rett tørrstoffinnhold i konsentratene. I brunostgryten var det ikke mulig å ta ut prøve av konsentratet underveis i produksjonen. Det var vanskelig å beregne et endelig innhold av tørrstoff ved kun å se på hvor mye vann som hadde dampet av produktet. De planlagte verdiene på tørrstoff i konsentrater ble derfor ikke som forventet. Siden produksjonstiden til en batch á 50 L i gryten overgikk 2 timer, var det ikke tid til å kjøre mange gjentak for å ende opp med det planlagte tørrstoffinnholdet. Det var også en begrensning på 40 L kondensat ved inndamping i brunostgryten, noe som igjen satte begrensning på hvor stor batch det kunne kjøres. Tanken for kondensat kunne ikke tømmes under produksjon da det ville føre til at systemet dro inn mye luft som igjen ville ødelegge prosessforløpet. I den siste batchen som ble kjørt ble det tatt ut maksimal mengde kondensat (40 L), og det resterende konsentratet endte opp på et tørrstoffinnhold under det som var planlagt i forsøksoppsettet. Dette beviser at det var veldig vanskelig å produsere konsentrater, og særlig 50 % tørrstoff var vanskelig å oppnå i brunostgryten.

Det ble som tidligere nevnt kun kjørt en batch med inndamping i vakuuminndamperen fra Anhydro. Skumdannelsen i prosessen gjorde det vanskelig å kontrollere, og det er flere mulige forklaringer på dette. Etter samtale med Finn Åge Østerhagen ved TINE Meieriet Brumunddal (Østerhagen 2015) kom det frem at de ikke har opplevd store, gjentakende problemer med skumdannelse ved inndamping av kjernemelk i sitt anlegg. De har hatt tilfeller med skumming i lignende type prosesser og en av årsakene kan være lekkasje av luft inn i inndamperen. Kun en liten lekkasje kan være nok til å ødelegge en hel produksjon, og dette gir store problemer siden en slik lekkasje kan være veldig vanskelig å finne. Lekkasje kan forekomme i pakkbokser på pumper, ved dårlige pakninger eller ved løse unioner. En annen årsak kan være at melken har en dårlig mikrobiell kvalitet hvor særlig et høyt innhold av mugg og gjær kan føre til lignende problemer. Det ble også nevnt at det kunne blitt mindre problemer i inndampingen om kjernemelken hadde holdt samme temperatur som produktet i inndamperen ved tilførsel til systemet. Mange av disse faktorene er sannsynlige årsaker til de problemene som oppstod ved inndamping av kjernemelken i dette forsøket. Særlig teorien

med luftlekkasje er en aktuell årsak. Siden det var vanskelig å oppnå vakuum i kammeret ved oppstart, er det sannsynlig at systemet dro inn luft. Pakningen under topplokket i inndamperen var løs og den var ikke sveiset sammen i endene. Det kunne dermed dannes en «glippe» mellom hver ende på pakningen når lokket ble montert. Alle gummipakninger var også gamle, noe som kan føre til at luft lettere kan passere pakningen og trekke inn i kammeret.

Inndamping i brunostgryten hadde også tendensen til skumdannelse, spesielt ved tilførsel av nytt produkt underveis i produksjonen. Dette støtter teorien om at skum kan dannes ved innblanding av kaldt produkt til den eksisterende massen i inndamperen. Det kunne derfor vært fordelaktig å varme opp råstoffet til ca. 50 °C før inndamping og dermed utjevne temperaturforskjellen mellom kjernemelk/retentat og konsentrat i inndampingsprosessen. Hver batch i brunostgryten var også tidkrevende, og produktet hadde en relativt lang oppholdstid i gryten. Dette kan være med å forklare årsaken til at konsentratene med det høyeste tørrstoffinnholdet var viskøst. I følge litteraturen vil en forlenget oppholdstid i inndampingsprosessen føre til et konsentrat med høyere viskositet (Westergaard 2004).

Inndamping viste seg å være et vanskelig trinn i produksjonen av kjernemelkpulver. For å oppnå et godt resultat i prosessen vil det være viktig å sørge for at alle pakninger og unioner er i god tilstand. Det vil være viktig å ha regelmessige kontroller av alle koblingspunkter der systemet kan dra inn luft. Inndampingsprosessen bør også gjøres så hurtig som mulig for å unngå at konsentratet blir for viskøst, særlig ved produksjon av konsentrater med høyt tørrstoffinnhold. Dette er spesielt viktig ved inndamping av konsentrater der MF har blitt gjennomført i produksjonsprosessen, konsentrater fra MF-retentat hadde en høyere viskositet enn konsentrater fra kjernemelk uten forutgående MF i prosessen.

Om tørking av kjernemelk skal gjenopptas ved TINE Meieriet Brumunddal, vil de kjøre prosessen som ved SMP med inndamping til 50 % tørrstoff før tørking (Østerhagen 2015). Konsentratene som ble produsert av kjernemelk med forutgående MF, hadde høyere viskositet enn tilsvarende konsentrat fra kjernemelk uten forutgående MF. Tørrstoffet til MF-konsentratene ble målt til < 40 %, og om et slikt produkt skal testes ut i industriell skala kan det bli problematisk å tørke produktet om inndamping kjøres til 50 % tørrstoff. Dette er på grunn av den økte viskositeten i konsentrater som på forhånd har gjennomgått MF før inndamping og tørking. Denne økningen i viskositet skyldes trolig et forhøyet innhold av kasein. I følge litteraturen vil en forhøyet konsentrasjon av protein føre til et tykkere konsentrat (Westergaard 2004). Det kan derfor være nødvendig å stanse inndamping på et

lavere tørrstoffinnhold ved produksjon av pulver som har gjennomgått MF i forbehandlingen. For høy viskositet etter inndamping fører til større dråper i forstøvingsprosessen som igjen er energikrevende å tørke siden temperaturen på luften i tørkekammeret må økes. For tykke konsentrater kan også føre til at dyseforstøvere går tett i produksjonen (Westergaard 2004).

Konsentrater som var dampet inn til det høyeste tørrstoffnivået (B40) viste noen uventede resultater sett i forhold til konsentratene med lavere andel tørrstoff (B25) i noen kjemiske analyser. Siden B40-konsentratene hadde fordampet mest vann, var det forventet at alle komponenter ville ha den høyeste konsentrasjonen i disse konsentratene. Ved analyse av løselig myseprotein og fosfolipider viste resultatene en høyere konsentrasjon i B25-konsentrater sett i forhold til B40-konsentrater. Årsaken til dette er ikke lett å forklare, men forskjellen i viskositeten til konsentratene kan være en mulig forklaring. Det har ikke lyktes å finne noe litteratur som kan være med å forklare denne observasjonen. Konsentratene som hadde forutgående MF i prosessen og i tillegg var dampet inn til tørrstoffnivå B40, hadde veldig høy viskositet etter nedkjøling. Ved preparering av ulike analyser måtte disse konsentratene skrapes av spatelen da de ikke gled av denne uten hjelp. Dette kan ha påvirket analyseresultatene av disse konsentratene da det kan være vanskeligere å løse opp alle komponentene på grunn av den tykke konsistensen.

5.2.3. Tørking

Ved bruk av den gamle tørken (Niro Atomizer), ble begge konsentrater fra hver leveranse tørket samme dag. Konsentratet med lavest innhold av tørrstoff ble kjørt først og konsentratet med høyest tørrstoffinnhold ble kjørt etterpå uten opphold mellom de to batchene. I overgangsfasen ble det produserte pulveret utskilt, men noe blanding kan likevel ha forekommet. Dette på grunn av at det var relativt små mengder konsentrat som ble kjørt i hver batch, og at temperaturen på utgående luft gikk ned ved oppstart av produksjonen samt ved overgang til nytt konsentrat. Noe pulver fra første batch kunne derfor sitte igjen i systemet og blande seg inn i pulveret som ble kjørt i den andre batchen. Det hadde vært fordelaktig å tømme systemet fullstendig og inkludere en vask mellom de to batchene, men siden dette var tidkrevende og tidsskjemaet var stramt ble ikke dette gjennomført.

5.3. Kjemiske analyser

5.3.1. Tørrstoff

De ferdig produserte pulverne fra kjernemelk oppnådde samme tørrstoff gjennom tørkeprosessen uavhengig av forbehandlingen. Tørkeprosessen ble kjørt med lik innstilling for alle konsentrater, og pulverets endelige tørrstoffinnhold ble ikke i særlig grad påvirket av MF eller konsentratenes inndampingsgrad. I teorien skulle tørrstoffet til pulveret som ble tørket fra konsentrater med høyere TS etter inndamping hatt et noe høyere vanninnhold som følge av den økte viskositeten (Westergaard 2004). En mulig forklaring på at tørrstoffinnholdet oppnådde samme verdier er at den roterende forstøveren, som er i stand til å forstøve ganske viskøse væsker, blander inn en større mengde luft i hver dråpe. Dette kan til en viss grad utjevne forskjellen i viskositet mellom konsentratene (Westergaard 2004).

5.3.2. Protein

Kjernemelkens innhold av total protein varierte i pulvere som ble produsert av de tre leveransene av råstoff og de viste signifikant forskjell fra hverandre. To leveranser av kjernemelk ble som kjent mikrofiltrert, siden det var ulik produksjonsmengde i MF, ble CF ulik da det kunne holdes en gjennomsnittlig høyere CF i prosessen fra den andre leveransen. Det ene retentatet (KM-R1) hadde en gjennomsnittlig CF på 2,17, mens det andre retentatet (KM-R2) hadde en gjennomsnittlig CF på 2,34. Dette førte til et høyere innhold av total protein i det endelige pulveret fra KM-R2 siden en større andel protein ble konsentrert, og en større andel laktose og mineraler gikk ut med permeatet.

MF ble utført for å øke konsentrasjonen av kasein, og det var forventet at innholdet av løselig myseproteiner ville reduseres som følge av denne prosessen (Lawrence et al. 2008). Resultatene viste en reduksjon av løselige myseproteiner i kjernemelkpulver produsert med forutgående MF. Kjernemelkpulver uten den denne forbehandlingen beholdt den samme konsentrasjonen av løselig myseprotein som ved mottak av kjernemelken. Dette støtter teorien om at myseprotein fraksjoneres ut i MF. Ved analyse av løselig myseprotein i konsentrater var det en uventet trend. Uavhengig av annen forbehandling viste alle konsentratene inndampet til den høyeste andelen tørrstoff (B40), lavere andel myseproteiner sett i forhold til konsentratene med lavere tørrstoffinnhold (B25). Denne forskjellen hadde utjevnet seg etter tørking, og det kan være på grunn av at konsentratene med høyt tørrstoffinnhold var mer viskøse og dermed kunne være vanskeligere å løse opp. Konsentratene med høyt tørrstoff ble også analysert fra en 10 % stamløsning, mens konsentratene med lavt tørrstoffinnhold ble analysert direkte, uten

preparering på forhånd. Som tidligere nevnt, har det ikke lyktes å finne litteratur som kan være med å forklare årsaken til denne observasjonen.

Andelen kasein økte i retentatet etter MF og utgjorde en større del av proteinsammensetningen i kjernemelkpulver produsert med MF i forbehandlingen. I dette prosjektet ble ikke utført analyse for innholdet av kasein i permeatet. Hvor stor andel som passerte den semipermeable membranen er derfor uvisst, men ettersom andelen kasein økte i prosessen, ble antageligvis mesteparten holdt tilbake i retentatet. I følge litteraturen kan noe tap av kasein ha forekommet. Det ble benyttet en porestørrelse på 0,14 μm i MF-membranen og selv om gjennomsnittsstørrelsen til kaseinmicellene er 0,15-0,20 μm , kan noen miceller ha en diameter ned mot 0,08 μm i melkeprodukter (Dalglish & Corredig 2012) og disse kunne dermed passere membranen i MF.

Forskjellen i konsentrasjonsfaktor mellom to produksjoner i MF så ikke ut til å påvirke andelen kasein i pulvere. Pulvere som ble produsert via MF hadde nokså lik prosentandel kasein i forhold til den totale proteinmengden. Det samme kunne observeres i andelen løselig myseprotein som også hadde lik prosentandel i pulvere fra to produksjoner med MF i forbehandlingen. Den totale mengde protein ble likevel ulik da det ble fraksjonert ut mer laktose og mineraler i MF-prosessen hvor konsentrasjonsfaktoren hadde det høyeste gjennomsnittet. Dette medførte en ulik fraksjonering av næringsstoffene i prosessen, og derfor fikk pulverne fra to produksjoner med MF ulik konsentrasjon av total protein.

5.3.3. Laktose

Kjernemelkpulverets innhold av laktose ble påvirket av MF i forbehandlingen. Det var kun ett retentat som ble analysert for innhold av laktose, dette var på grunn av at bulktestene med retentat (KM-R1) gikk tapt etter de hadde blitt fryst ned. Det retentatet som ble analysert viste en liten nedgang i laktose etter MF. I kjernemelkpulverne som ble produsert i prosjektet var det en betydelig forskjell, og pulvere produsert fra kjernemelk som hadde gjennomgått MF før inndamping og tørking hadde lavere innhold av laktose enn pulvere som var produsert uten forutgående MF. Det var også en liten forskjell i laktoseinnhold i kjernemelkpulvere som var produsert med MF i prosessen, men med ulik gjennomsnittlig CF. Pulveret fra kjernemelk som hadde den høyeste konsentrasjonsfaktoren etter MF viste et noe lavere innhold av laktose enn pulveret fra batchen med en lavere konsentrasjonsfaktor etter MF. I følge disse resultatene vil MF ha en stor påvirkning på andelen laktose i kjernemelk, og en høyere

konsentrasjonsfaktor i MF vil bidra til at det fraksjoneres ut større mengder laktose i prosessen.

5.3.4. Fosfolipider

I følge Morin et al. (2007) vil fosfolipider oppkonsentreres som følge av MF (Morin et al. 2007). Noen komponenter kan likevel bli fraksjonert ut med permeatet ved benyttelse av en porestørrelse i membranen over 0,1 μm . De minste komponentene av fosfolipider har en størrelse på ca. 0,1 μm (Morin et al. 2007) og kan derfor teoretisk sett passere membranen som ble benyttet i prosjektet. Resultatene fra analyse av fosfolipider viste at det var varierende konsentrasjon av disse i kjernemelk ved mottak. Forholdet mellom de ulike typene av fosfolipider varierte også i råstoffet. Alle typene fosfolipider hadde høyere konsentrasjon i retentatet som ble analysert, så MF hadde derfor bidratt til et oppkonsentrert innhold av disse. Det var kun ett av retentatene som ble analysert siden bulktestene gikk tapt fra fryseren. Ved å se på resultater etter analyse av de ferdig produserte pulvere kunne det observeres at pulvere fra kjernemelk som hadde gjennomgått MF i produksjonsprosessen, hadde et høyere innhold av fosfolipider sammenlignet med pulvere uten MF i forbehandlingen. Det kan derfor påberegnes en oppkonsentrering av fosfolipider ved å inkludere MF i forbehandlingen av kjernemelkpulver.

Etter analyse av konsentratene var det overaskende at alle konsentrater inndampet til det høyeste innholdet av tørrstoff hadde lavere innhold av fosfolipider enn konsentratene som var inndampet til et lavere tørrstoffinnhold. En høyere viskositet i konsentratene kan også her være forklaringen siden forskjellene utjevnet seg etter konsentratene ble tørket. Disse analysene ble ikke utført ved IKBM, så eventuelle andre feilkilder i analysen blir vanskelig å forklare.

5.3.5. Mineraler

Analyse av mineralinnhold i kjernemelk viste at sammensetningen ville endres som følge av forbehandling av råstoffet. I pulver produsert fra kjernemelk med forutgående MF ville konsentrasjonen av kalsium, fosfor og jern øke. Dette var forventet da mesteparten av kalsium og fosfor orienterer seg med strukturen til kaseinmicellene (Koutina & Skibsted 2015), og ca. halvparten av jernionene assosierer seg med komponenter i fettkulemembranen (Walstra et al. 2006). Kalium, natrium og magnesium var det mindre av i pulver produsert fra samme

forbehandling. Dette var også et forventet resultat ettersom disse mineralene hovedsakelig befinner seg i serumfasen til melken (Walstra et al. 2006) og dermed passerer membranen med permeatet. Prosentandelen til kobber så ikke ut til å endres som følge av forbehandlingen i produksjonsprosessen, noe som var positivt siden denne typen mineral fungerer som katalysator for oksidasjon av fosfolipidene (Walstra et al. 2006). Den totale mengden mineraler gikk ned i kjernemelkpulvere som hadde gjennomgått MF, så den prosessen vil både redusere total mengde og endre sammensetningen til mineralene i et kjernemelkpulver med MF inkludert i forbehandlingen.

5.4. Funksjonalitetstester

5.4.1. Syregel

Formagraf

Kontrollprøven i formagraf viste en noe forhøyet koaguleringsstid i de tre siste brønnene. Påfylling av prøve ble alltid startet i den første brønnen og det ble benyttet samme oppsett for analysen ved hver analyse, dette kan ha vært med å bidra til en noe lengre koaguleringsstid for prøvene i de siste brønnene. Siden syren allerede var i brønnen ved påfylling av prøvene, fikk de første prøvene en lengre oppholdstid sammen med syren før analysen ble startet i formagrafen. Forsøksoppsettet i formagrafen ble ikke randomisert, dette kan tas med i betraktning i forhold til resultatene fra koaguleringsstid. Siden kontrollprøven viste en noe lengre koaguleringsstid i de siste brønnene kan dette ha påvirket resultatet fra analysen. Ved randomisering av forsøksoppsettet hadde denne mulige feilkilden blitt redusert.

Etter analyse i formagraf viste resultatene at det kan oppnås en raskere koagulering i melkebaserte syregeler med tilsetning av kjernemelkpulver med forutgående MF i produksjonsprosessen. Melkeblandingen ble høypasteurisert ved prepareringen av gelanalysen og andelen denaturert myseprotein var derfor høy. Etter mikrofiltrering ble mengden total protein økt i produktet, og sammen med et forhøyet innhold av kasein ble det antageligvis dannet nettverk raskere siden dette dannes ut fra kaseinmicellene (Lucey 2004). Innholdet av kalsium var også høyere i pulver produsert med forutgående MF i prosessen, disse ionene vil også være med å bidra til hurtigere dannelse og et mer forgrenet nettverk (Koutina & Skibsted 2015).

Ved å justere andelen protein i hver melkeblending til 5 % protein ble det en noe lengre koaguleringsstid i alle prøvene. Dette kan forklares ved at blandingen fikk en høyere

bufferkapasitet med et forhøyet innhold av proteiner. Med 5 % protein var det litt større forskjell i koaguleringsstid mellom produktene enn ved 2,5 % anrikning. Kjernemelkpulvere som hadde gjennomgått MF gav også her den korteste koaguleringsstiden selv om andelen protein var lik i alle prøvene. En mulig årsak til dette kan være at dette pulveret hadde en høyere kasein/myseprotein-rate samt et forhøyet innhold av kalsium som kunne delta i forgreningen av nettverket (Koutina & Skibsted 2015). I melkeblandingen med 5 % protein var det mest tydelige resultatet. Ved å benytte differansen fra standardavviket i kontrollprøven for koaguleringsstid, kan det antas en trend der pulver med MF inkludert i prosessen gir en raskere koaguleringsstid enn pulver uten denne forbehandlingen og SMP. Det er derfor trolig at et kjernemelkpulver som produseres via MF i prosessen har positiv effekt på koaguleringsstiden i yoghurtbaser hvor de blir benyttet som tørrstoffanriker. Ved justering av melkeblandinger til likt tørrstoff og protein var resultatene i samme område eller lavere som ved 5 % protein, og et forhøyet innhold av TS vil trolig ikke påvirke koaguleringsstiden til syregeler.

Fasthet i gel etter 60 minutter fra analyse i formagraf viste noe varierende resultater. I de fleste forsøksoppsettene var fastheten høyest i melkeblandinger der andelen protein og tørrstoff var lik i alle prøver. Det ble benyttet laktose for å justere innholdet av tørrstoff, men laktose sin delaktighet i syregeler er lite dokumentert. Om dette var årsaken til en fastere gel er dermed ikke lett å forklare. Det har ikke lyktes å finne litteratur om forskning på laktose og dens effekt på dette området. Ved justering til 5 % protein i melkeblandinger var det en trend der kjernemelkpulveret med forutgående MF i produksjonsprosessen hadde en fastere gel enn de andre pulverne. Ett pulver (P MF2-B40) skilte seg ut i alle forsøksoppsettene og viste lavere gelfasthet enn andre pulvere med samme forbehandling i produksjonen. Dette pulveret ble plassert i brønn nr. 4 i formagrafen ved analyse. Den samme brønnen viste lav verdi i kontrollprøven. Om dette hadde betydning er vanskelig å si. Ved å se på prøvene med SMP, ble de plassert i brønn nr. 7 i formagrafen ved analyse. Den samme brønnen viste den laveste verdien i kontrollprøven, men skilte seg ikke ut ved å vise lavere verdier etter analyse av de tre forsøksoppsettene.

Pulver med lik konsentrasjonsfaktor etter MF, men med ulikt inndampingsnivå, viste også forskjeller i gelfasthet etter en time i formagraf. For å kontrollere dette ble det utført analyse i rheometer av pulver med tilsvarende forbehandling. Der vistest ikke slike forskjeller mellom pulvere med lik konsentrasjonsfaktor etter MF men med ulikt inndampingsnivå. Dette gjør det vanskeligere å trekke noen tydelige konklusjoner etter analyse av gelfasthet i formagraf.

Stigningstallene viste ikke store ulikheter mellom forsøksoppsettene eller hvilket pulver de var anriket med. Kontrollprøven viste heller ikke store forskjeller i stigningstall mellom brønnene, så de beregnede verdiene var mer pålitelige. De ulike pulverne og deres proteinsammensetning hadde antageligvis ikke mye å si for hvor fort syregelen stivnet i syrningsforløpet, siden det ikke var store forskjeller mellom de beregnede stigningstallene.

Analysene i formagraf viste noe varierende resultater. Det vil være viktig å trene på utførelsen av denne analysen før det kjøres forsøk. Dette på grunn av at det kan være vanskelig å overføre syre fra veieskip til brønner uten å miste syre i overføringen. Pipettering av 10 ml melk til brønner bør også være godt innarbeidet, da dette skal utføres hurtig uten å miste produkt underveis i arbeidet. Her vil det være en fordel om to personer gjør dette sammen, noe som gir muligheten til å kunne fylle rekken med brønner på mye kortere tid. Randomisering av forsøksoppsett er også viktig for å begrense eventuelle feilkilder.

Rheometer

To av melkeblandningene med 5 % protein ble valgt for analyse av koagulerings- og gelfasthet etter 60 minutter i rheometeret. Også i denne analysen ble hver melkeblending analysert tre ganger. Disse prøvene viste at pulveret fra kjernemelk med forutgående MF i prosessen hadde en signifikant raskere koagulerings- og gelfasthet i forhold til pulver fra kjernemelk uten forutgående MF. Dette styrket teorien om at et forhøyet innhold av kasein og kalsiumioner vil bidra til en raskere dannelse av syregel (Koutina & Skibsted 2015) og (Lucey 2004).

Analysen av gelfasthet viste derimot ikke den samme forskjellen. Gjennomsnittet etter tre målinger kom ut med nesten lik fasthet i gelen etter 60 minutter og selv om standardavviket fra den ene prøven var forholdsvis stor, kan det ikke hevdes at pulverne hadde ulik effekt på fastheten i syregeler.

Kontrollprøvene fra analyser i rheometeret var mer stabile enn kontrollen i formagrafen, så et slikt instrument vil antagelig gi mer nøyaktige resultater. Ved utførelse av denne analysen vil det også her være viktig med trening på forhånd slik at det er innarbeidet gode rutiner. Det var mange enkeltoperasjoner som skulle utføres ved overføring av syre og prøve samt oppstart av rheometeret, så rutine vil være viktig for å sikre lik forbehandling i hver enkelt analyse. Det kunne med fordel blitt kjørt flere analyser i rheometeret, men siden prosjektet hadde begrenset med tid og tilgangen til rheometeret var begrenset på grunn av stor pågang, ble ikke dette gjort.

5.4.2. Emulgeringsevne

Det ble valgt ut tre pulvere til analyse av emulgeringsevne. Analyse ble utført med en lav protein/fett-rate for lettere å kunne se resultater i målesylindren, og for å stresse protein/emulsjonssystemet. Etter 1, 7 og 12 timers henstand viste emulsjonen med kjernemelkpulver som hadde inkludert MF i produksjonsprosessen best resultater. Etter én time var det veldig vanskelig å se faseskillet i målesylindren i emulsjonen som var laget med dette pulveret, men de to emulsjonene som var fremstillet av SMP og kjernemelk uten forutgående MF hadde mer tydelige faseskiller. Etter 12 timers henstand var den beregnede prosenten for utskilt væske i faseskillet passert 100 %. Topplaget i målesylindren hadde en lys farge med tykk konsistens, og det var lett synlig at dette ikke besto av olje alene. Topplaget var antageligvis en lettere emulsjon bestående av en høyere andel fett enn emulsjonen som lå under. Det ble derfor målt fettinnhold i emulsjonen før henstand, og i blandingen som var igjen under topplaget etter 12 timer. Denne analysen viste at det var en del fett igjen i blandingen, og at pulveret hadde holdt emulsjonen godt i 12 timer. Denne kontrollen ble kun gjort i emulsjonen som var produsert fra kjernemelk med forutgående MF i prosessen. Det kunne med fordel blitt utført i alle emulsjoner, men på grunn av at det ble dårlig tid i slutten av prosjektet, ble ikke dette gjennomført. Disse resultatene var forventet da blandingen med kjernemelkpulver med forutgående MF hadde et forhøyet innhold av proteiner og fosfolipider. Begge disse komponentene er kjent for å være gode emulgatorer (Dickinson 1999) og (Belitz et al. 2009). Pulver fra kjernemelk uten forutgående MF greide å holde emulsjonen bedre enn SMP, selv om det målte innholdet av total protein i dette kjernemelkpulveret var noe lavere enn innholdet av protein i kommersielt SMP. Dette tydeliggjør effekten av fosfolipider som emulgator i en fett i vann-emulsjon.

Siden protein/fett-raten var lav, kunne det vært interessant å teste emulgeringsevnen med en høyere andel protein og dermed fått mulighet til å se hvor stabil emulsjonen hadde vært med en mer «vanlig» protein/fett-rate. Om analysen skal gjentas på et senere tidspunkt, kan dette vurderes da det ikke er vanlig å ha så stor mengde fett i syrnede melkeprodukter. Alternativt kunne fettinnhold i alle fraksjoner av emulsjonen blitt kontrollert for å få oversikt over fettinnholdet i alle faser.

5.4.3 Løselighet

Alle pulvere viste god løselighet etter sentrifugering. Det var ikke målbare mengder av sediment og pulverne hadde derfor utmerket oppløselighet i vann. I følge litteraturen vil en

høy denatureringsgrad av proteiner være den viktigste årsaken til et pulver med dårlig løselighet (Roginski et al. 2003). Andelen myseproteiner i kjernemelken var ikke stor, så selv om noen av disse antageligvis var denaturert, hadde det liten betydning for oppløsningsevnen til kjernemelkpulverne. I produksjonen av pulvere ble det ikke inkludert en varmebehandling, noe som gjøres industrielt for å denaturere myseproteiner. Om dette hadde blitt utført, kunne analysene sett annerledes ut. Dette er derimot lite trolig da kjernemelk ligner skummet melk i sammensetning. SMP har god løselighet selv om det har gjennomgått varmebehandling og det antas at dette ikke ville påvirket løseligheten til pulveret. I følge Westergaard (2004) vil proteiner i pulver generelt sett være lett løselig i vann og dette er en av årsakene til at de aller fleste pulver fra melkeprodukter har en lav ikke-løselighetsindeks (Westergaard 2004).

5.4.4. Bulktetthet

Bulktetthet vil påvirkes av flere faktorer der type forstøving, mengde TS i konsentrat og størrelsen til partiklene er vesentlige faktorer. Dyseforstøving gir høyere bulktetthet enn roterende forstøving. Konsentrater med høyere innhold av tørrstoff og lite innblandet luft gir pulver med høy bulktetthet. Stor variasjon i størrelsen til partiklene vil føre til at de ligger tettere sammen som igjen vil føre til en høyere bulktetthet. Bulktetthet i spraytørket SMP vil ligge i området 0,50-0,60 g/ml (Roginski et al. 2003) og et agglomerert skummetmelkpulver produsert ved TINE Meieriet Brumunddal har et gjennomsnitt på ca. 0,60 g/ml (Østerhagen 2015).

Analyse av bulktetthet viste at pulvere produsert fra kjernemelk med det laveste innholdet av tørrstoff (B25), hadde en bulktetthet som var noe under gjennomsnittsverdien til agglomerert kommersielt SMP. Dette var antagelig et resultat av at konsentratene hadde lavere viskositet som førte til mer innesluttet luft i hver partikkel (Westergaard 2004). Pulveret produsert fra kjernemelk inndampet til det høyeste tørrstoffinnholdet (B40) viste verdier som var høyere enn SMP og dette kan forklares ved at konsentratet hadde høyere viskositet. En direkte sammenligning av disse pulverne er ikke optimal siden SMP var produsert i en to-steps tørke med agglomerering i tillegg til at det ble benyttet dyseforstøving i den tørken (Østerhagen 2015). Et eksempel på at bulktetthet blir påvirket av konsentratets tørrstoff før tørking var synlig ved å sammenligne bulktettheten i pulver og totalt tørrstoff i konsentratet før tørking. Pulver P MF2-B40 som var produsert fra konsentrat K MF2-B40 viste både lavest bulktetthet

og lavest tørrstoffinnhold i konsentratet før tørking, sammenlignet med tilsvarende pulver med samme inndampingsgrad før tørking.

Teorien blir støttet av resultatene da konsentratene med høyest TS hadde den høyeste bulk tettheten. Partiklenes størrelse var noe ujevn men en høy andel av dem var små, de kunne derfor pakke seg tett sammen, noe som bidro til høy bulk tetthet. Kjernemelkpulveret ble produsert i en roterende forstøver, og forskjellen mellom type forstøving kunne blitt synliggjort om det hadde blitt anledning til å kjøre tørkeprosessen i den nye tørken. Den tørken er utstyrt med dyseforstøver og har mulighet for agglomerering av fines, noe som antageligvis ville endret pulverets bulk tetthet.

5.4.5. Partikkelstørrelse

Størrelsen til partikler etter spraytørking vil ligge i området 10-250 μm og de minste partiklene (fines) vil være små partikler med en diameter $< 90 \mu\text{m}$. I prosessen kan størrelsen til enkeltpartikler reguleres ved viskositeten til konsentratet og trykket eller hastigheten i forstøvingen (Roginski et al. 2003). Teorien kan støttes etter de viste resultatene i forsøket. Siden innstillingene på forstøvingen i tørken var konstant kunne det observeres at de tykkeste konsentratene ga et pulver med større partikler. Konsentratet som hadde det høyeste innholdet av TS produsert fra kjernemelk uten forutgående MF, hadde mindre partikler enn konsentratene som var fremstilt fra kjernemelk med forutgående MF. Konsentratene produsert etter MF hadde et høyere proteininnhold og dette var antageligvis årsaken til at de var tykkere og dermed resulterte i større partikler. Disse forskjellene var ikke like synlige i konsentratene som var inndampet til det laveste innholdet av TS. Proteinsammensetningen hadde ikke like mye å si på viskositeten når andelen TS var mindre. Det kan også nevnes at to pulvere produsert fra konsentrater med lavt TS hadde 90 % partikler med størrelse mindre enn 90 μm , og dermed hadde en veldig høy andel små partikler. Alle pulvere sett under ett hadde også den største andelen partikler mindre enn 90 μm . Det ville vært interessant å se hvordan agglomerering kunne endret denne sammensetningen om det hadde blitt anledning til å tørke konsentratene i den nye tørken. Teoretisk sett kunne den nye to stegs tørken med mulighet for agglomerering ved tilbakeføring av fines, produsert et pulver med større partikler (Westergaard 2004).

Underveis i analysen av partikkelstørrelse ble det observert at partiklene hadde en tendens til å trekke seg sammen til større sammensatte klumper. Dette skjedde etter de hadde passert silen som ble benyttet i innmatingen av pulver til analyseapparatet. En mulig årsak til dette

kan være at laktose i amorf tilstand hadde tatt til seg fuktighet fra omgivelsene og dermed krystallisert til α -monohydratkrystaller (Carić 1994). Pulveret hadde vært oppbevart uten sveiste poser en kort periode før analysen og det kunne derfor være en mulig forklaring. Denne observasjonen var mer synlig i pulver som hadde gjennomgått MF i prosessen. Disse pulverne inneholdt mindre laktose, og dette gjør denne forklaringen mer usikker. Denne observasjonen ble diskutert med Prof. Roger Abrahamsen og Prof. Reidar Barfod Schüller uten at en god konklusjon ble foretatt. Om en slik analyse skal utføres ved en senere anledning, kan det være fordelaktig å forvarme pulveret før analysering for å eliminere muligheten for fuktighet i pulveret.

Etter analysen var utført lå det igjen et tynt lag med pulver i kanalen etter silen i analyseapparatet. Dette var en samling av de aller minste partiklene som hadde pakket seg sammen, og disse måtte fjernes med en børste i mellom hver pulveranalyse. Dette kan forklares ved at små partikler og fines har en dårligere flytbarhet enn større partikler (Roginski et al. 2003). Pulveret hadde med andre ord en stor andel små partikler som igjen påvirket bulk tetthet og fukteevne ved preparering av løsninger.

5.5. utfordringer med forsøksoppsett

Problemene som oppsto underveis i prosjektet med levering av kjernemelk-konsentrat fra TINE Meieriet Brumunddal førte til at forsøket ble ubalansert. I de ukene hvor pilotanlegget var tilgjengelig for en ny leveranse av konsentrat, var det ikke produksjon av kjernemelkpulver i anlegget i Brumunddal. Det ble gjort gjentatte forsøk på å planlegge en ny leveranse, men dette lot seg altså ikke gjøre. Det var flere årsaker til at det ikke ble tatt inn en ekstra leveranse av kjernemelk for å rette opp i dette. Pågangen til utstyret i pilotanlegget var stor. En ekstra levering av kjernemelk fra TINE Meieriet Jæren kunne vært aktuelt, men det krevdes mye planlegging for å få gjennomført dette. Siden det var planlagt ombygging i forhold til innstallering av den nye tørken var også tidsskjemaet stramt. En sum av mange faktorer førte altså til at forsøksoppsettet måtte endres og dermed kom i ubalanse. Dette har påvirket muligheten til å gjennomføre statistiske analyser og dermed kunne trekke sikre konklusjoner. Mange av resultatene baseres derfor på trender hvor teori benyttes for å støtte opp en mulig konklusjon.

6. Konklusjon

Analyser av produktene gjennom produksjonen av kjernemelkpulver, viste at fraksjonering av kjernemelk ved hjelp av MF medfører en endring i balansen mellom komponentene i kjernemelkretentatet; Innhold av protein (kasein og denaturert myseprotein), fosfolipider, kalsium og fosfor vil øke, mens innholdet av løselig myseprotein, laktose, kalium og natrium reduseres. Valgt konsentrasjonsfaktor i MF-prosessen hadde betydning for sammensetningen i pulveret, og relativt små forandringer i konsentrasjonsfaktor ga utslag på det endelige innholdet av næringsstoffer i pulveret.

Kjernemelkpulver med et forhøyet proteininnhold ga en raskere koaguleringsstid i dannelsen av melkebaserte syregeler der det ble benyttet som tørrstoffanriker. Det ble derimot ikke påvist noen forbedring i syregelens fasthet ved bruk av proteinrikt kjernemelkpulver. Teoretisk sett skal denne type pulver kunne bidra til en fastere gel siden andelen kasein økes i produktet. Pulver produsert fra kjernemelk, proteinfraksjonert ved hjelp av MF, viste en bedre emulgeringsevne enn pulver fra kjernemelk uten denne forbehandlingen. En forhøyet konsentrasjon av fosfolipider og kasein bidro til en forbedret emulgeringsevne. Uavhengig av forbehandlingen i produksjonsprosessen viste kjernemelkpulver en bedre emulgeringsevne enn skummetmelkpulver.

Pulver fra kjernemelk viste gode egenskaper på bulk tetthet og løselighet etter ett-steps tørking med roterende forstøving, men slik tørking førte til en liten partikkelstørrelse i pulveret. Bulk tetthet og partikkelstørrelse ble i størst grad påvirket av andelen tørrstoff i konsentratet før tørking. Pulver produsert med forutgående MF før inndamping og tørking hadde en noe høyere gjennomsnittsfordeling av partikler enn pulver produsert uten forutgående MF. Denne forskjellen var kun synlig i konsentrater som hadde blitt inndampet til det høyeste nivået av tørrstoff. Konsentrater fra kjernemelk med forutgående MF, og videre inndamping til ca. 35 % tørrstoff, fikk en høy viskositet som følge av den økte konsentrasjonen av kasein. Dette er en viktig observasjon for videre prosessbehandling; inndamping til 50 % tørrstoff i konsentratet, kan føre til problemer ved forstøvningen av MF-konsentrater på grunn av den høye viskositeten.

Veien videre

Kjernemelkpulver produsert med MF av kjernemelken før videre inndamping og tørking gav interessante resultater på koaguleringsstid i kjemisk syrnede geler, da den viste tendenser til å koagulere raskere enn «vanlig» kjernemelkpulver og SMP. Analysene av fastheten i de dannede gelene viste ikke en tydelig forbedring som følge av et økt proteininnhold i pulverket, men analysene var ujevne og vanskelige å tolke. Teoretisk sett skal et pulver med økt proteininnhold ha gode forutsetninger til å kunne bidra med en fastere gel i melkebaserte syregeler. Det vil derfor være spennende å fortsette dette arbeidet, og i neste trinn utvide prosjektet ved å produsere yoghurt. Ved å faktisk lage produktet og teste funksjonaliteten til den ferdige yoghurten, kan forskjellene i større grad synliggjøres. I en ferdig produsert yoghurt kan det også inkluderes en analyse som fokuserer på synerese/myseavrenning, noe som kan reduseres på grunn av at det mikrofiltrerte kjernemelkpulverket bidrar med en økt mengde kasein.

Kjernemelkpulveret som ble produsert med forutgående MF i prosessen viste gode resultater i emulsjonstesten. Ved å tydeliggjøre pulverets emulsjonsevne sammen med en mulig økt vannbindingsevne på grunn av økt kaseininnhold, kan et slikt pulver være av interesse for mange produsenter av næringsmidler. Kjernemelkpulveret viste også god løselighetsindeks noe som gjør den godt egnet som ingrediens. Ved tørking i det nye tørkekammeret kan agglomerering føre til et pulver der størrelsesfordelingen i pulverket økes og andelen fines reduseres. Siden pulverket i dette forsøket hadde en redusert fuktevne ved tilsetning av vann, kan pulverket som produseres i den nye tørken (med muligheten for agglomerering) føre til en bedre fuktevne ved at det oppløses hurtigere i væske.

Inndamping av konsentrater kan være en utfordring i pilotanlegget. Ved å benytte brunostgryten vil det være tidkrevende, samtidig som at mengden konsentrat blir liten. Det vil være en fordel å gjennomføre en service på inndamperen fra Anhydro slik at den kan benyttes til inndamping. I denne er det muligheter for å ta ut prøve av konsentratet, og det kan dermed produseres større mengder konsentrat. I den nye tørken vil det være fordelaktig å ha minimum 20 L konsentrat ved forsøkskjøring. Dette for å være sikker på å ha nok konsentrat til å holde en produksjonstid som er lang nok til å produsere et pulver med agglomererte partikler.

7. Litteraturliste

- Aker (2015) Aker, A. (2015) Analytical Scientist, Vitas AS. Personlig meddelelse.
- Belitz, H. D., Grosch, W., Schieberle, P. & Burghagen, M. M. (2009). *Food chemistry*. 4. utg. Berlin: Springer. 1070 s.
- Bylund, G. (1995). *Dairy processing handbook*. 2. utg. Lund: Tetra Pak Processing Systems. 452 s.
- Carić, M. (1994). *Concentrated and dried dairy products*. 1. utg. New York: VCH. 249 s.
- Dalgleish, D. G. & Corredig, M. (2012). *The Structure of the Casein Micelle of Milk and Its Changes During Processing*. Annual Review of Food Science and Technology, Vol 3, 3: 449-467.
- De LaFuente, M. A., Carazo, B., & Juárez, M. (1997). *Determination of major minerals in dairy products digested in closed vessels using microwave heating*. Journal of Dairy Science, 80, 806e811.
- Dickinson, E. (1999). *Caseins in emulsions: interfacial properties and interactions*. International Dairy Journal, 9 (3-6): 305-312.
- Fellows, P. (2009). *Food processing technology: principles and practice*. 3. utg. Boca Raton, Fla.: CRC Press. 913 s.
- Hoffmann (2011) Hoffmann, T. *Membrane filtration and membrane filtration assembly*. TINE SA. PCT/NO2011/000073
- IDF (1987) *Milk cream and evaporated milk. Determination of total solid content*. IDF 021B:1987. Brussels, Belgium: International Dairy Federation
- IDF (1988) *GEA Niro analytical method A 3 a, Insolubility index*. IDF Method 129A:1988. Søborg, Danmark: GEA Niro Research laboratory.
- IDF (2001a) *Milk - Determination of nitrogen content - Part 1: Kjeldahl method*. IDF 020-1:2001. Brussels, Belgium: International Dairy Federation
- IDF (2001b) *Milk - Determination of nitrogen content - Part 4: Determination of non-protein nitrogen*. IDF 020-4:2001. Brussels, Belgium: International Dairy Federation
- IDF (2001c) *Milk - Determination of nitrogen content - Part 5: Determination of protein-nitrogen content*. IDF 020-5:2001. Brussels, Belgium: International Dairy Federation
- IDF (2004) *Milk - Determination of the casein-nitrogen content. Part 2. Direct method*. IDF 029-2:2004. Brussels, Belgium: International Dairy Federation
- IDF (2008) *Milk – Determination of fat content – Gerber butyrometers*. ISO 488 / IDF 105:2008. Brussels, Belgium: International Dairy Federation

- ISO (2005) *Dried milk and dried milk products – Determination of bulk density*. ISO 8967 / IDF134:2005. Brussels, Belgium: International Dairy Federation
- Jimenez-Lopez, A. J. E., Leconte, N., Garnier-Lambrouin, F., Bouchoux, A., Rousseau, F. & Gesan-Guiziou, G. (2011). *Ionic strength dependence of skimmed milk microfiltration: Relations between filtration performance, deposit layer characteristics and colloidal properties of casein micelles*. *Journal of Membrane Science*, 369 (1-2): 404-413.
- Ketto (2015) Ketto, I. (2015) PhD-student v/NMBU. Personlig meddelelse.
- Koutina, G. & Skibsted, L. H. (2015). *Calcium and phosphorus equilibria during acidification of skimmilk at elevated temperature*. *International Dairy Journal*, 45: 1-7
- Kuchta, A. M., Kelly, P. M., Stanton, C. and Devrry, R. A. (2012), *Milk fat globule membrane – a source of polar lipids for colon health? A review*. *International Journal of Dairy Technology*, 65: 315–333
- Lawrence, N. D., Kentish, S. E., O'Connor, A. J., Barber, A. R. & Stevens, G. W. (2008). *Microfiltration of skim milk using polymeric membranes for casein concentrate manufacture*. *Separation and Purification Technology*, 60 (3): 237-244.
- Lie (2015) Lie A. E. (2015). Commercial Director TINE Ingredients. Personlig meddelelse.
- Lohne (2015) Lohne, S. (2015) Overingeniør, IMV-Miljøkjemi v/NMBU. Personlig meddelelse.
- Lopandic, K., Zelger, S., Banschky, L. K., Eliskases-Lechner, F. & Prillinger, H. (2006). *Identification of yeasts associated with milk products using traditional and molecular techniques*. *Food Microbiology*, 23 (4): 341-350.
- Lucey, J. A. (2004). *Cultured dairy products: an overview of their gelation and texture properties*. *International Journal of Dairy Technology*, 57 (2-3): 77-84.
- Marsili, R. T., Ostapenko, H., Simmons, R. E. & Green, D. E. (1981). *High-performance liquid-chromatographic determination of organic-acids in dairy-products*. *Journal of Food Science*, 46 (1): 52-57.
- Morin, P., Britten, M., Jimenez-Flores, R. & Poulio, Y. (2007). *Microfiltration of buttermilk and washed cream buttermilk for concentration of milk fat globule membrane components*. *Journal of Dairy Science*, 90 (5): 2132-2140.
- Písecký, J. (1997). *Handbook of Milk Powder Manufacture*. 1 utg.: Niro A/S.
- Roginski, H., Fuquay, J. W. & Fox, P. F. (2003). *Encyclopedia of dairy sciences*. 1. utg. London: Academic Press. 2799 s.
- Sodini, I., Morin, P., Olabi, A. & Jimenez-Flores, R. (2006). *Compositional and functional properties of buttermilk: A comparison between sweet, sour, and whey buttermilk*. *Journal of Dairy Science*, 89 (2): 525-536.

Steen-Hansen (2015) Steen-Hansen, K. Ass. Arbeidsleder, Avd. Fett/Prim, TINE Meieriet Jæren. Personlig meddelelse.

Svanborg (2015) Svanborg S. (2015). PhD-student v/NMBU. Personlig meddelelse.

Tamime, A. Y. (2009). *Dairy powders and concentrated products*. 1. utg. Chichester, U.K.: Wiley-Blackwell. 380 s.

Walstra, P., Geurts, T. & Wouters, J. T. M. (2006). *Dairy science and technology*. 2. utg. Boca Raton: CRC/Taylor & Francis. 782 s.

Westergaard, V. (2004). *Milk Powder Technology: Evaporation and Spray Drying*. 5. utg.: Niro A/S. 337 s.

Østerhagen (2015) Østerhagen, F. Å. (2015) Ass. Produksjonsleder, TINE Meieriet Brumunddal. Personlig meddelelse.

Vedlegg

Vedlegg 1

Beregninger av pulvertilsetninger i melk før analyse i formagraf og rheometer

Beregning av melkeblending med 5 % protein til analyse av syregaddannelse

Tabell for skjematisk innhold av pulveres innhold av protein og tørrstoff

	Pulver	Protein (%)
1	P MF1-B25	46,47
2	P MF1-B40	46,16
3	P MF2-B25	48,86
4	P MF2-B40	48,85
5	P KM3-B40	32,30
6	P KM3-B40	32,47
7	SMP	35,00

Benytter 100 g lettmeik i hver blanding der proteininnhold er satt til 3.5 % protein.

1

$$5 \% = 3,5 \% + (x * 46,47 \%)$$

$$5 - 3,5 = 0,4647x$$

$$x = 1,5 : 0,4647$$

$$x = \mathbf{3,23 \text{ g}}$$

Kontroll: 100 g melk, 0,035 % protein = 3,5 %

3,23 g pulver, 0,4647 % protein = 1,5 %

Total 5 %

2

$$5 \% = 3,5 \% + (x * 46,16 \%)$$

$$5 - 3,5 = 0,4616x$$

$$x = 1,5 : 0,4616$$

$$x = \mathbf{3,25 \text{ g}}$$

3

$$5 \% = 3,5 \% + (x * 48,86 \%)$$

$$5 - 3,5 = 0,4886x$$

$$x = 1,5 : 0,4886$$

$$x = \mathbf{3,07 \text{ g}}$$

4

$$5 \% = 3,5 \% + (x * 48,85 \%)$$

$$5 - 3,5 = 0,4885x$$

$$x = 1,5 : 0,4885$$

$$x = \mathbf{3,07 \text{ g}}$$

5

$$5 \% = 3,5 \% + (x * 32,30 \%)$$

$$5 - 3,5 = 0,3230x$$

$$x = 1,5 : 0,3230$$

$$x = \mathbf{4,64 \text{ g}}$$

6

$$5 \% = 3,5 \% + (x * 32,47 \%)$$

$$5 - 3,5 = 0,3247x$$

$$x = 1,5 : 0,3247$$

$$x = \mathbf{4,62 \text{ g}}$$

7

$$5 \% = 3,5 \% + (x * 35,00 \%)$$

$$5 - 3,5 = 0,3500x$$

$$x = 1,5 : 0,3500$$

$$x = \mathbf{4,29 \text{ g}}$$

Justering til likt protein- og tørrstoffinnhold

Siden innholdet i tørrstoff var høy i pulveret, ble det tilsatt laktose for å utjevne mengden tilsatt pulver etter justering til 5 % protein. Blanding 5 i preparering av 5 % protein hadde mest tilsatt pulver. Det ble ikke tilsatt laktose i den blandingen. De resterende blandinger fikk tilsatt den mengden laktose som utjevnet total mengde pulver. Ved kontrollregning i forhold til aktuelt TS i etterkant passet dette bra.

1

$$4,64 \text{ g} - 3,23 \text{ g} = \mathbf{1,41 \text{ g laktose}}$$

2

$$4,64 \text{ g} - 3,25 \text{ g} = \mathbf{1,39 \text{ g laktose}}$$

3

$$4,64 \text{ g} - 3,07 \text{ g} = \mathbf{1,57 \text{ g laktose}}$$

4

$$4,64 \text{ g} - 3,07 \text{ g} = \mathbf{1,57 \text{ g laktose}}$$

5

$$4,64 \text{ g} - 4,64 \text{ g} = \mathbf{0 \text{ g laktose}}$$

6

$$4,64 \text{ g} - 4,62 \text{ g} = \mathbf{0,02 \text{ g laktose}}$$

7

$$4,64 \text{ g} - 4,29 \text{ g} = \mathbf{0,35 \text{ g laktose}}$$

Statistiske analyser av total protein i kjernemelkpulver og koagulerings- syregel i rheometer

Statistisk analyse av total protein

1-veis ANOVA

```
> summary(AnovaModel.1)
```

	Df	Sum Sq	Mean Sq	F value	Pr(>F)
Produkt	5	943.9	188.79	3182	<2e-16 ***
Residuals	12	0.7	0.06		

```
---
```

```
Signif. codes: 0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
```

```
> numSummary(Protein$Protein , groups=Protein$Produkt, statistics=c("mean",  
+ "sd"))
```

	mean	sd	data:n
P KM3-B25	32.30333	0.04041452	3
P KM3-B40	32.47667	0.17009801	3
P MF1-B25	46.47000	0.42579338	3
P MF1-B40	46.14667	0.07505553	3
P MF2-B25	48.87000	0.32000000	3
P MF2-B40	48.87000	0.19000000	3

Tukey contrast, protein i pulver

Simultaneous Confidence Intervals and Tests for General Linear Hypotheses

Multiple Comparisons of Means: Tukey Contrasts

Fit: aov(formula = Protein ~ Produkt, data = Protein)

Quantile = 3.3605

95% family-wise confidence level

Linear Hypotheses:

	Estimate	lwr	upr	Std. Error	t value
P KM3-B40 - P KM3-B25 == 0	1.733e-01	-4.950e-01	8.417e-01	1.989e-01	0.872
P MF1-B25 - P KM3-B25 == 0	1.417e+01	1.350e+01	1.484e+01	1.989e-01	71.230
P MF1-B40 - P KM3-B25 == 0	1.384e+01	1.317e+01	1.451e+01	1.989e-01	69.604
P MF2-B25 - P KM3-B25 == 0	1.657e+01	1.590e+01	1.724e+01	1.989e-01	83.297
P MF2-B40 - P KM3-B25 == 0	1.657e+01	1.590e+01	1.724e+01	1.989e-01	83.297
P MF1-B25 - P KM3-B40 == 0	1.399e+01	1.332e+01	1.466e+01	1.989e-01	70.359
P MF1-B40 - P KM3-B40 == 0	1.367e+01	1.300e+01	1.434e+01	1.989e-01	68.733
P MF2-B25 - P KM3-B40 == 0	1.639e+01	1.572e+01	1.706e+01	1.989e-01	82.426
P MF2-B40 - P KM3-B40 == 0	1.639e+01	1.572e+01	1.706e+01	1.989e-01	82.426
P MF1-B40 - P MF1-B25 == 0	-3.233e-01	-9.917e-01	3.450e-01	1.989e-01	-1.626
P MF2-B25 - P MF1-B25 == 0	2.400e+00	1.732e+00	3.068e+00	1.989e-01	12.067
P MF2-B40 - P MF1-B25 == 0	2.400e+00	1.732e+00	3.068e+00	1.989e-01	12.067
P MF2-B25 - P MF1-B40 == 0	2.723e+00	2.055e+00	3.392e+00	1.989e-01	13.693
P MF2-B40 - P MF1-B40 == 0	2.723e+00	2.055e+00	3.392e+00	1.989e-01	13.693
P MF2-B40 - P MF2-B25 == 0	7.105e-15	-6.684e-01	6.684e-01	1.989e-01	0.000
	Pr(> t)				
P KM3-B40 - P KM3-B25 == 0	0.946				
P MF1-B25 - P KM3-B25 == 0	<0.001 ***				
P MF1-B40 - P KM3-B25 == 0	<0.001 ***				
P MF2-B25 - P KM3-B25 == 0	<0.001 ***				
P MF2-B40 - P KM3-B25 == 0	<0.001 ***				
P MF1-B25 - P KM3-B40 == 0	<0.001 ***				
P MF1-B40 - P KM3-B40 == 0	<0.001 ***				
P MF2-B25 - P KM3-B40 == 0	<0.001 ***				
P MF2-B40 - P KM3-B40 == 0	<0.001 ***				
P MF1-B40 - P MF1-B25 == 0	0.599				
P MF2-B25 - P MF1-B25 == 0	<0.001 ***				
P MF2-B40 - P MF1-B25 == 0	<0.001 ***				
P MF2-B25 - P MF1-B40 == 0	<0.001 ***				
P MF2-B40 - P MF1-B40 == 0	<0.001 ***				
P MF2-B40 - P MF2-B25 == 0	1.000				

Signif. codes: 0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
 (Adjusted p values reported -- single-step method)

Statistikk på koaguleringsstid i rheometer

```
> AnovaModel.2 <- aov(Produkt ~ r, data=Dataseter)
```

```
> summary(AnovaModel.2)
```

	Df	Sum Sq	Mean Sq	F value	Pr(>F)
r	1	13.500	13.500	162	0.00022 ***
Residuals	4	0.333	0.083		

```
---
```

```
Signif. codes: 0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
```

```
> numSummary(Dataseter$Produkt, groups=Dataseter$r, statistics=c("mean",
+ "sd"))
```

	mean	sd	data:n
P KM3-B25	21.16667	0.2886751	3
P MF1-B25	18.16667	0.2886751	3

Koaguleringsstid rheometer, tukey

Multiple Comparisons of Means: Tukey Contrasts

```
Fit: aov(formula = Produkt ~ r, data = Dataset)
```

```
Quantile = 2.7764
```

```
95% family-wise confidence level
```

Linear Hypotheses:

	Estimate	lwr	upr	Std. Error	t value	Pr(> t)
P MF1-B25 - P KM3-B25 == 0	-3.0000	-3.6544	-2.3456	0.2357	-12.73	0.00022

```
P MF1-B25 - P KM3-B25 == 0 ***
```

```
---
```

```
Signif. codes: 0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
(Adjusted p values reported -- single-step method)
```



Norges miljø- og
biovitenskapelige
universitet

Postboks 5003
NO-1432 Ås
67 23 00 00
www.nmbu.no