



NTNU

NTNU - Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet

Institutt for bioteknologi og matvitenskap

BACHELOROPPGAVE 2019

20 Studiepoeng

Vakuumfrysetørking av mysekonsentrat

Utført av

Jeanette Ness Bøe

Lise Mari Singstad Rotvik

Ola Østensen

Dette arbeidet er gjennomført som ledd i bachelorutdanningen i matteknologi ved Institutt for bioteknologi og matvitenskap, NTNU. Bruk av rapportens innhold skjer på eget ansvar.

Sammendrag

Hovedmålet for denne bacheloroppgaven var å sammenligne frysetørket og spraytørket WPC80 for å se om de ulike tørkemethodene ga produkter med ulike egenskaper. I tillegg ble det forsøkt å produsere WPC80 av myse i liten skala på prosesslaboratoriet, for å se om det lot seg gjøre.

Det ble mottatt WPC80-løsning og spraytørket WPC80-pulver fra Tine Verdal. WPC80-løsningen ble vakuumfrysetørket og malt opp for å så kunne sammenligne det med det spraytørkede pulveret. WPC80-løsningen ble også oppkonsentrert ytterligere med RO-filter og deretter vakuumfrysetørket.

Mysen ble pasteurisert og oppkonsentrert ved hjelp av membranfiltreringsanlegg. Membranfiltene som ble benyttet var mikrofilter, ultrafilter og revers osmose-filter. Mysen som ble benyttet i dette forsøket ble hentet fra Trondheim Fagskole på Byåsen. Den ble pasteurisert og deretter mikrofiltrert og ultrafiltrert i en MMS Triple system. Den membranfiltrerte mysen ble så vakuumfrysetørket.

Proteininnhold ble målt i blant annet mysa, egenprodusert WPC, WPC80, WPC80-løsningen og den oppkonsentrert WPC80-løsningen ved hjelp av Kjeldahl-metoden. Det ble også målt tørrstoff i WPC80-løsningen, kommersielt WPC80, samt den oppkonsentrert WPC80-løsningen. Andre analyser som ble foretatt var løselighet og vannaktivitet. Både frysetørket og spraytørket WPC80 ble testet for løselighetsegenskaper og deretter sammenlignet.

Vannaktivitet ble målt i ulike mellomprodukter samt frysetørket WPC80. Til slutt ble også tørkekinetikken undersøkt, hvor det ble gjort temperaturmålinger i kammeret og veiinger av produktet under tørkeprosessen.

Det ble konkludert med at det er mulig å lage WPC med membranfiltreringsanlegget som var tilgjengelig og at WPC80-løsningen kunne oppkonsentreres til et tørrstoffinnhold på 46%, og fortsatt frysetørkes. Løselighet til vakuumfrysetørket WPC80 som er produsert slik det står beskrevet her er noe lavere enn for kommersielt WPC80.

Med bakgrunn i resultatene fra dette forsøket, kan det ikke konkluderes med at vakuumfrysetørking er en bedre tørkem metode enn spraytørking. Det kan fortsatt hende at

vakuumfrysetørket WPC80 har egenskaper som gjør at det er å foretrekke fremfor spraytørket WPC80, men det ble ikke funnet noen resultater som bygger opp under dette i dette forsøket.

Abstract

In this project the main goal was to compare spray dried WPC80 and vacuum freeze dried WPC80, to see if the two products had any different qualities. Making WPC80 with the equipment available in the pilot plant was also attempted.

WPC80-solution and spray dried WPC80 was received from Tine Verdal. The WPC80-solution was vacuum freeze dried and turned into powder so it could be compared to the spray dried WPC80. The WPC80-solution was also concentrated with reverse osmosis and vacuum freeze dried.

The Whey used to make self-produced WPC came from Trondheim Fagskole at Byåsen. The whey was pasteurized, and then microfiltrated and ultrafiltrated with an MMS Triple System. The self-produced WPC was then vacuum freeze dried.

The protein content in the whey, the self-produced WPC, WPC80, the WPC80-solution, and the concentrated WPC80-solution was measured with the Kjeldahl method. The dry matter content was also measured in the WPC80-solution, spray dried WPC80, and concentrated WPC80-solution. Solubility and water activity was also measured. The solubility index of the spray dried WPC80 and the freeze dried WPC80 were compared. Water activity was measured at different stages of production and in the freeze dried WPC80. The drying kinetics was measured by logging the temperature in the drying chamber, and by weighing the sample during the drying.

The conclusion is that WPC can indeed be made with the equipment available in the pilot plant, and that WPC80-solution can be concentrated to a dry matter content of 46% and still be vacuum freeze dried. When vacuum freeze dried WPC80 is produced the way it was in this experiment, it is slightly less soluble than the spray dried WPC80. Taking the results from this experiment into account, switching from spray drying to vacuum freeze drying can not be recommended. Certain aspects of the vacuum freeze dried powder might still make it

preferable to the spray dried powder in some ways, but there was not found any results to support this claim in this experiment.

Forord

Denne studien ble utført ved institutt for bioteknologi og matvitenskap ved Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet. Oppgaven utgjør 20 studiepoeng.

Arbeidet ble utført i perioden februar til mai 2019, og alt praktisk arbeid er utført ved NTNU.

Takk til Tine Verdal for godt samarbeid.

Vi vil takke våre veiledere:

Kirill Mukhatov, Førsteamanuensis ved Institutt for bioteknologi og matvitenskap, NTNU

Kari Helgetun Langfoss, Universitetslektor ved Institutt for bioteknologi og matvitenskap, NTNU

I tillegg vil vi takke:

Anna Lødeng, Avdelingsingeniør ved Institutt for bioteknologi og matvitenskap, NTNU

Gunn Merethe Bjørge Thomassen, Stipendiat ved Institutt for bioteknologi og matvitenskap, NTNU

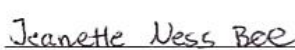
Anne Kathrine Streitlien, Overingeniør ved Institutt for bioteknologi og matvitenskap, NTNU

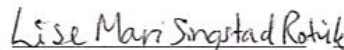
Jan Olav Sætre, Avdelingsleder på Tine Verdal

Fons Michielsen, Pensjonert melketeknologiekspert

Vi vil også særlig takke Trond Viggo Pettersen, Avdelingsingeniør ved Institutt for bioteknologi og matvitenskap NTNU, som har vært til stor hjelp inne på prosesslaboratoriet.

Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet
Trondheim, 20. mai 2019


Jeanette Ness Bøe


Lise Mari Singstad Rotvik


Ola Østensen

Innholdsfortegnelse

1	Innledning	1
2	Teori	2
2.1	<i>Pasteurisering</i>	2
2.2	<i>Myse</i>	2
2.2.1	Myseprotein	3
2.2.2	Prosessering	4
2.3	<i>Membranfiltrering</i>	4
2.4	<i>Tørking</i>	7
2.4.1	Frysetørking	8
2.4.2	Tørkekinetikk	11
2.4.3	Spraytørking	12
2.5	<i>Analyser</i>	13
2.5.1	Nær-infrarød spektroskopi	13
2.5.2	<i>Enterobacteriaceae</i>	13
2.5.3	Vannaktivitet	14
2.5.4	Tørrstoff	14
2.5.5	Kjeldahl	14
2.5.6	Rehydrering	15
3	Materialer og metoder	16
3.1	<i>Flytskjema</i>	16
3.2	<i>Råvare</i>	16
3.2.1	Behandling av råvare	16
3.3	<i>Produksjon</i>	17
3.3.1	Separering av fett	17
3.3.2	Membranfiltrering av myse	17
3.3.3	Membranfiltrering av WPC80-løsningen	18
3.3.4	Rengjøring av membranfiltreringsanlegget	18
3.3.5	Tørking	18

3.3.6	Knusing	19
3.3.7	Analyser	19
4	Resultater og vurdering	22
4.1	<i>Analyser fra Tine Verdal.....</i>	<i>22</i>
4.2	<i>Enterobacteriaceae.....</i>	<i>22</i>
4.3	<i>Vannaktivitet (a_w).....</i>	<i>24</i>
4.4	<i>Kjeldahl.....</i>	<i>25</i>
4.5	<i>Tørrstoff.....</i>	<i>26</i>
4.6	<i>Løselighet.....</i>	<i>27</i>
4.7	<i>Tørkekinetikk.....</i>	<i>29</i>
4.8	<i>RO-filtrering av WPC80-løsning.....</i>	<i>31</i>
4.9	<i>Forslag til videre arbeid.....</i>	<i>32</i>
5	Konklusjon.....	33
	Litteraturliste	34
6	vedlegg	

Forkortelser

α Alfa

β Beta

γ Gamma

κ Kappa

Ia Laktalbumin

Ig Laktoglobulin

M Vanninnhold

MF Mikrofiltering

MR Vannforhold (Moisture ratio)

MWCO (Molecular weight cut-off)

mL Milliliter

NF Nanofiltrering

RO Revers osmose

UF Ultrafiltrering

DF Diafiltrering

VRBGA Violet red bile glucose agar

WPC Myseproteinkonsentrat (Whey protein concentrate)

WPI Myseproteinisolat

1 Innledning

Myse ble i lang tid sett på som et biprodukt fra osteproduksjon og ble benyttet til enten dyrefôr eller til produksjon av brunost og prim. Dette synet har snudd. Det har blitt forsket på myse og funnet ut at den inneholder en rekke proteiner med flere funksjonelle egenskaper. Det blir derfor stadig arbeidet med å finne nye metoder for å utvinne disse proteinene på. (Walstra 2005 s. 63) I dag benyttes myseproteinkonsentrater i en rekke produkter, som for eksempel morsmelkerstatning, proteinpulver og andre tørkede produkter (Bylund & Systems 2003 s.348)

Myseproteinkonsentrat (WPC) blir i dag produsert ved å ultrafiltrere myse for så å tørke det til et pulver (Kumar m.fl. 2013). Kommersielt brukes spraytørking for dette formålet, men i dette forsøket er det i stedet blitt gjort ved vakuumfrysetørking. Vakuumfrysetørking er en prosess hvor produktet ikke utsettes for like mye varme. Man kan derfor anta at det ferdige produktet vil være forskjellig fra det spraytørkede pulveret og at det muligens kan noe bedre kvalitet.

Hensikten med oppgaven var å undersøke om tørkemetodene vakuumfrysetørking og spraytørking ville gi ulike resultater, spesielt med tanke på forholdet mellom native myseproteiner og denaturerte myseproteiner i det to pulverne. Det ble ikke gjennomført noen analyse på grad av denaturering, så fokuset endret seg til å se mer på tørkekinetikk, løselighet og tekstur. I tillegg ble det undersøkt om det gikk an å lage WPC80 ved å oppkonsentrere myse med RO, og hvordan det påvirker det ferdige produktet.

2 Teori

2.1 Pasteurisering

Pasteurisering er en mild form for varmebehandling med hensikt å forlenge holdbarheten til næringsmidler ved å ødelegge patogene (sykdomsfremkallende) vegetative mikroorganismer og inaktivere enzymer. Varmebehandlingen inaktiverer alle vegetative, ikke sporedannende mikroorganismer, men sporedannende bakterier overlever behandlingen. Av denne årsak må derfor næringsmidler oppbevares kjølig etter pasteurisering for å unngå rask vekst.

(Bhattacharya 2014 s. 116, 117)

Temperaturen ved pasteurisering er et kompromiss. Den ligger som regel mellom 60 - 80°C, noe som regnes som en ganske mild varmebehandling som ikke vil gi noe stor skade på proteinene og mineralene, men samtidig høy nok til å drepe uønskede mikroorganismer.

(Bhattacharya 2014 s. 116, 117) Pasteurisering ved 63°C i 30 minutter eller 72°C i 15 sekunder er de mest brukte metodene og gir samme drapeseffekt. (Ballhaus og Nordbø 2018 s.93)

2.2 Myse

Myse oppstår når kasein blir skilt fra vann og melk under ysting. Dette kan skje på to ulike måter, enten ved løpekoagulering eller ved syrekoagulering. I dette forsøket er det brukt myse fra produksjon av hvitost hvor kaseinet felles ut ved hjelp av løpe. Løpen inneholder to proteinnedbrytende enzym, chymosin og pepsin. Disse enzymene klipper av den negativt ladede halen til kaseinet. Dette gjør at kaseinene kan binde seg sammen til et stort nett. Denne prosessen kalles koagulering og nettet som dannes blir til ostemasse (Ballhaus og Nordbø 2018 s. 21)

Myse har en lys gulaktig farge, og inneholder det meste av melkens vann, salter og laktose, myseprotein, samt rester av fett. Myse har lenge vært et biprodukt etter osteproduksjon. Dette kommer av at ved produksjon av ost med 10 liter melk gir et utbytte på 1 kg ost og hele 9 liter myse. (Ballhaus og Nordbø 2018 s.348) Det var tidligere vanskelig å bli kvitt mysen, og den ble en belastende forurensningskilde for miljøet. Noe av mysen ble brukt i produksjon av brunost og prim, men det meste gikk til bønder som brukte mysen til dyrefôr.

2.2.1 Myseprotein

Myseprotein er en mangfoldig gruppe av protein og består av proteinene, beta-laktoglobulin, alfa-laktalbumin, blodserumalbumin og immunoglobulin (Ballhaus og Nordbø 2018 s.21). I tillegg til små mengder av laktoferrin og andre proteiner.

Disse myseproteinene har ernæringsmessige og funksjonelle egenskaper som er nyttig. Noen av de fungerer som bærere av vitaminer og mineraler, og andre har antimikrobiell effekt. (Ballhaus og Nordbø 2018 s.21) Det blir derfor benyttet flere metoder for å utvinne disse proteinene. Det er også mulig å isolere enkeltproteiner (Fox et al 2000).

Tabell 1: Omtrentlig sammensetning av separert myse (%)

	Ostemyse (%)	Kaseinmyse (%)
Tørrstoff	6,4	6,5
Vann	93,6	93,5
Fett	0,05	0,04
Protein	0,55	0,55
NPN (non-protein nitrogen)	0,18	0,18
Laktose	4,8	4,9
Aske	0,5	0,
Kalsium	0,043	0,12
Fosfor	0,040	0,065
Natrium	0,050	0,050
Kalium	0,16	0,16
Klor	0,11	0,11
Melkesyre	0,05	0,4T

2.2.1.1 β -laktoglobulin og α -laktalbumin

(β -Lg) er et av de viktigste proteinene i melk og står for omtrent 50 % av totalt myseprotein, eller 12 % av totalt proteininnhold i melk. (β -Lg) har en molekylvekt på 36,6 kDa. I forhold til (β -Lg) står (α -La) for 20 % av proteinene i myse, og ca. 3,4 % av totalt proteininnhold i melk. α -La er et lite, kompakt protein med en molekylmasse på ~14 kDa. (Walstra 2005 s.17-108)

2.2.1.2 Myseproteinpulver

Myseproteinpulver kan benyttes i flere produkter. Konsentrater bestående av myseprotein (WPC80) er populært hos kroppsbyggere som proteinpulver, men myseproteinkonsentratet kan også benyttes til for eksempel morsmelkerstatning, sauser og supper (Bylund & Systems 2003 s.346).

Produkter med en proteinkonsentrasjon høyere enn 90 % er kjent som myseproteinisolater (WPI) (Fox et al 2005).

2.2.2 Prosessering

Mysen som kommer fra ysteriet må separeres og filtreres for å fjerne eventuelle rester av ostemassen. Etter ysting inneholder mysen rester av fett (ca. 0,3%) som fjernes ved bruk av enten en sentrifuge eller sentrifugal separator. Mysefløten som utvinnes kan benyttes videre til produksjon av mysesmør som igjen kan brukes for å øke fettinnholdet i brunost.

Pasteurisering av mysen er nødvendig for å fjerne uønskede mikroorganismer, drepe melkesyrebakterier tilsatt via starterkultur og inaktivere løpeenzymet (Ballhaus og Nordbø 2018 s.93).

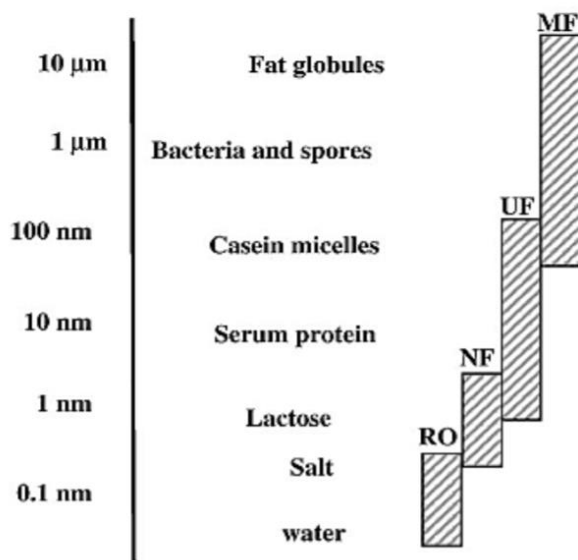
2.3 Membranfiltrering

Membranteknologi handler om å separere en væske i to fraksjoner med ulik komposisjon ved å pumpe det gjennom en semipermeabel membran. Den delen som kommer seg gjennom membranen kalles permeat. Den delen som holdes igjen/konsentreres kalles retentat. Effekten avhenger av trykkdifferansen over membranen. (Kumar et al., 2013)

For å uttrykke hva som blir holdt igjen av de enkelte membranene kan man bruke Molecular weight cut off (MWCO) som beskriver hvilken molekylær masse (oppgitt i Dalton (Da)) fraksjonene har. I tillegg brukes porestørrelse, som angir hvilken størrelse molekyler som passerer membranen kan ha. Siden mikrofilter (MF) har så store porer er det hensiktsmessig å

bruke porestørrelse ettersom det fungerer som en mellomting mellom vanlig filtrering og Ultrafiltrering (UF). Når Det kommer til UF er det vanlig å bruke MWCO i stedet. det er fordi måten en UF holder tilbake retentatet på er mer kompleks. Proteiner er for eksempel ikke helt runde, så porestørrelsen er ikke like relevant. (Foley, 2013a. s.1-5)

Det er 4 typer membranfiltre: MF, UF, nanofilter (NF) og revers osmose (RO). Mikrofilter er det groveste av de fire og har en porestørrelse på over 0,2 - 2 mikrometer og (MWCO) på >200 kDa . Når man mikrofiltrerer bruker man en liten trykkdifferanse (under 2 bar). Det kan benyttes om man for eksempel ønsker å fjerne mikroorganismer, sporer og fett. Vann, laktose, salter og proteiner kan passere gjennom membranen og ender opp i permeatet. (Kumar et al., 2013)



Figur 1: En oversikt over porestørrelse hos ulike membranfiltre og hvilke partikler de holder igjen (Kumar et al. 2013)

Det nest største er UF, her er porestørrelsen 1-500 nm og MWCO 1-200 kDa. Her brukes 1-10 bars trykk. Det skiller ut makromolekyler som proteiner fra mindre molekyler. Fast stoff og løselige stoffer med høy molekylvekt (for eksempel proteiner) holdes igjen, mens laktose og aske passerer membranen og ender i permeatet. Ultrafiltrering brukes ofte for å oppkonsentrere proteininnholdet i for eksempel myse. (Kumar et al., 2013)

Nanofilter (0,5-2 nm, 300-1000 Da) brukes stort sett for å fjerne salter fra myse eller UF-permeat, men det fjernes samtidig også mye vann. Her brukes et trykk på 5 – 40 bar. Selve

membranen likner veldig på den man bruker i RO, men man bruker lavere trykk. (Kumar et al., 2013)

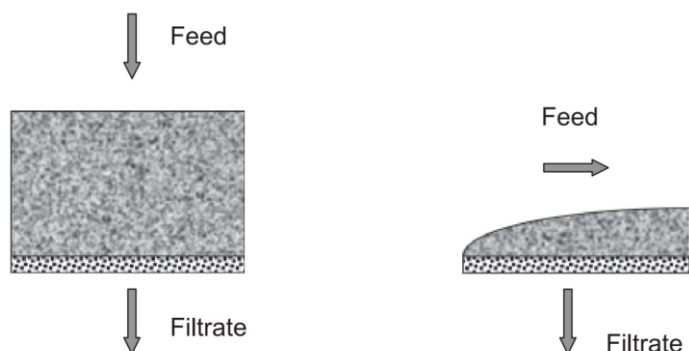
Revers osmose har ikke porer, men har et MWCO på 100 Da. RO fjerner vann fra løsningen og krever et høyt transmembran-trykk for å fungere (10-100 bar). Det er mer energieffektivt enn inndamping, men man kan ikke oppkonsentrere like mye. (Kumar et al., 2013)

Diafiltrering (DF) er en måte å ultrafiltrere på hvor man kontinuerlig fortynner volumet av retentatet samtidig som det filtreres. Dette gjøres for fjerne mer av de løselige stoffene som ender i permeatet. Selv om for eksempel laktose kan passere gjennom membranen, vil mye også være igjen i retentatet ved vanlig UF. Derfor diafiltrerer man for å få andelen laktose i retentatet til å minske, ettersom det vannes ut og går gjennom membranen. (Kumar et al., 2013)

Hvis man ultrafiltrerer og diafiltrerer mysa vil man kunne øke andelen proteiner til i 35-85 % (etter tørking). Dette kalles myseproteinkonsentrat (WPC). (Kumar et al., 2013) Tine produserer WPC-pulver med 80% protein (WPC80). Ifølge Tine er WPC80 «en høyverdig proteinkilde med godt balansert innhold av essensielle aminosyrer. Produktet har gode emulgerende, vannbindende og gelerende egenskaper, og er lite følsom for endringer i pH». (Tine SA, u.å.)

Mange kjenner kanskje mikrofiltrering fra laboratorier, hvor man bruker en såkalt "dead-end filtration". Det betyr at væsken flyter parallelt med strømmen gjennom filteret til det ikke er mer væske igjen. Da dannes et «cake»-lag på filteret og man får veldig lite utbytte ettersom dette laget hindrer væsken å komme til membranen. Dette kalles «fouling». Fouling kan også komme av at selve porene på membranen tettes av små partikler i væsken. (Foley, 2013b, s. 16-17)

I industrien (og i dette forsøket) blir «crossflow filtration» brukt i stedet. Det betyr at væsken flyter vinkelrett på strømmen gjennom membranen før det går tilbake til «feed»-tanken. Dette minsker graden av fouling betraktelig, ettersom cake-laget «dyttes vekk» av strømmen. Dette gjør at man kan kjøre filtreringen lengre før man må vaske membranene. Fouling er fortsatt et stort problem i industrien ettersom det reduserer hastigheten man kan filtrere med. (Foley, 2013b, s. 48-50)



Figur 2: Venstre: Dead-end, Høyre: Crossflow (Foley 2013 s. 4)

Effekten av membranfiltrering måles som regel i flux, altså strømmen over membranen delt på arealet av membranen (Foley, 2013b, s. 6-7). Den letteste måten å øke effekten på produksjonen er derfor å øke arealet på membranen. Det var ikke mulig å gjøre i dette forsøket, da utstyret som ble brukt hadde sine begrensninger.

2.4 Tørking

Tørking er en dehydreringsprosess som innebærer fjerning av vann ved bruk av varme under kontrollerte forhold. Prosessen kan skje ved fordamping av vann eller ved sublimasjon av is, som er det som skjer under frysetørking. Mekaniske separasjoner, membrankonsentrering og steking er andre eksempler på metoder som fjerner vann, men disse er dog mindre effektive enn tørking. (Fellows 2017 s. 661)

Hovedformålet med tørking av matvarer er å forlenge holdbarheten ved å redusere vannaktiviteten (a_w), som igjen hemmer mikrobiell vekst og enzymaktivitet. Tørking reduserer også produktets vekt og størrelse som bidrar til å redusere transport- og lagringskostnader. Dessuten kan de fleste produkter som opprinnelig er kjølevarer også tåle oppbevaring i romtemperatur etter tørking. (Fellows 2017 s. 661)

Det finnes flere ulike tørkemetoder, og hvilken metode som benyttes er avhengig av type produkt som skal tørkes, dets tiltenkte bruk og forventet kvalitet. Det finnes ulike tørkeapparater som er designet for ulike produkter, alt fra harde til flytende produkter, sensitive produkter som krever skånsom håndtering, samt varmesensitive produkter som krever tørking ved lave temperaturer. (Fellows 2017 s. 679) Frysetørke, spraytørke,

trummeltørke, vakuomtørke og «fluid bed»-tørke er eksempler på ulike tørkeapparater, men det finnes mange flere (Tetra Pak 2019 Kap. 17). Videre i rapporten vil det i hovedsak bli sett på vakuumfrysetørking som tørkemetode ettersom problemstillingen omhandler vakuumfrysetørking av mysekonsentrat med mål å sammenligne frysetørket og spraytørket mysepulver.

2.4.1 Frysetørking

Frysetørking, eller «lyofilisering» som det også kalles, er en tørkeprosess som foregår under kombinasjon av lav temperatur (under produktets frysepunkt) og vakuum. Ved denne tørkeprosessen blir produktet fryst på forhånd og deretter tørket ved sublimasjon, noe som vil si at vannet i produktet omdannes direkte fra fast fase (is) til gass. (Tetra Pak 2019 Kap. 17) Frysetørkeprosessen kan deles opp i tre ulike trinn; 1. frysing, 2. primær tørking og 3. sekundær tørking (Anandharamakrishnan 2017 s. 95). En typisk frysetørke består av et tørkekammer, en kondensator, en vakuumpumpe og en varmekilde. (Anandharamakrishnan 2017 s. 104)

Det finnes flere fordeler ved å benytte frysetørking som tørkemetode, hvorav den lave tørketemperaturen er den viktigste da det gir minimal skade hos varmesensitive produkter. Den høye tørketemperaturen ved konvensjonell tørking kan resultere i uønskede reaksjoner som for eksempel denaturering av proteiner og Maillardreaksjon mellom laktose og lysein. (Anandharamakrishnan 2017 s. 101; Van't Land 2011 s. 218) Dette kan igjen føre til tap av sensoriske egenskaper og redusere den ernæringsmessige kvaliteten hos produktet. Frysetørking kan også på samme måte som konvensjonell tørking bidra å fremme konservering ved at det senker vannaktiviteten. (Fellows 2017 s. 930) Dessuten fører ikke frysetørking til noe særlig krymping og gir faste og porøse produkter med gode løselighets- og rehydreringsegenskaper. (Anandharamakrishnan 2017 s. 101)

Til tross for de kvalitetsmessige gevinstene ved frysetørking, finnes det også flere ulemper ved denne tørkemethoden. Blant annet er frysetørking en mye langsommere prosess enn konvensjonelle tørkeprosesser. Høye utstys- og driftskostnader fører også med, grunnet den store energien som kreves til nedfrysing og til produksjon med høyt vakuum. (Fellows 2017 s. 929) Frysetørking blir derfor først og fremst anvendt i farmasiindustrien, hvor tørking av dyre

bioteknologiske produkter av høy verdi på en måte kan veie opp for de høye driftskostnadene (Tsotsas og Mujumdar 2014 s. 132).

På grunn av de høye kostnadene er prosessen i matindustrien begrenset til tørking av høyverdige produkter som kaffe, te, kjøtt, noen typer frukt og grønnsaker, urter og dyrefôr. I meieriindustrien blir frysetørking hovedsakelig anvendt til konservering av startkulturer og innkapsling av mikroorganismer til bruk som funksjonelle ingredienser. Andre meieriprodukter som tilegner seg frysetørking er melk, ost, fløte, yoghurt og iskrem. (Anandharamakrishnan 2017 s. 100) Frysetørking brukes også til produksjon av ferdigmatsprodukter slik som turmat, feltrasjoner og romferdsmat (Fellows 2017 s. 929).

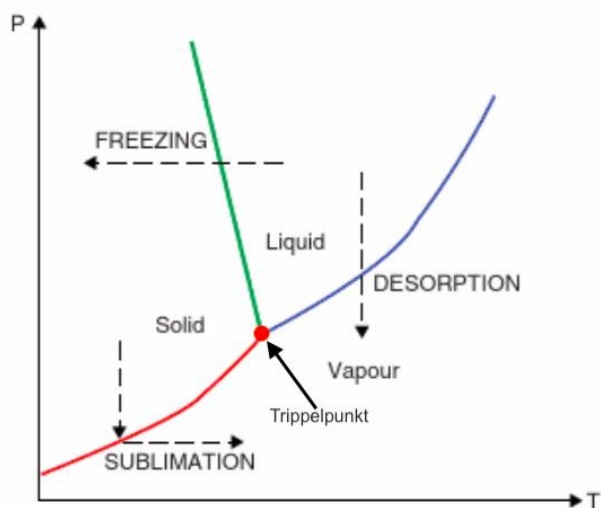
2.4.1.1 Frysetørkeprosessen

Prosessen for vakuumfrysetørking består av tre trinn:

- Frysing
- Primær tørking (sublimasjon)
- Sekundær tørking (desorpsjon)

Det primære løsemiddelet i meieriprodukter, altså den væsken det finnes mest av, er vann. Vann kan eksistere i tre ulike former; fast stoff, væske og gass. Figur 3 nedenfor illustrerer hvordan vann kan gå over fra én form til en annen gjennom sublimasjon (fast stoff → gass) og deposisjon (gass → fast stoff), smelting (fast stoff → væske) og frysing (væske → fast stoff), fordampning (væske → gass) og kondensasjon (gass → væske).

Ved frysetørking tar både sublimasjon og desorpsjon plass. Når trykket i frysetørka holdes under trippelpunktet til vann, vil isen i produktet sublimere direkte til gassform uten å smelte til væske først. (Anandharamakrishnan 2017 s. 95, 96)



Figur 3: Fasediagram for vann (Anandharamakrishnan 2017)

2.4.1.2 Frysing

Frysing av næringsmidler er en veletablert prosess som stopper og/eller hemmer mikrobiell vekst, mikrobielle prosesser og kjemiske reaksjoner (Roos m.fl. 2017 s. 248). Frysing er det første steget i frysetørkeprosessen, og er en metode som kjøler ned produktet til under produktets frysepunkt. Ved frysing blir rundt 65-90% av fuktighetsinnholdet (vannet) i produktet frosset til fast stoff (Anandharamakrishnan 2017 s. 96), og gir en glassaktig og/eller krystallisk struktur. Produktet kan enten fryses i eget fryseskap/rom eller direkte i frysetørkekammeret, som er den vanligste metoden kommersielt. (Ratti 2013 s. 60)

Frysetrinnet er av avgjørende betydning for å oppnå en suksessfull tørkeprosess (Ellab A/S 2018 s. 6). Frysehastigheten har særlig stor innflytelse da det påvirker blant annet produktets struktur, konsistens og bevaring av farge og aroma (Van 't Land 2011 s. 238). Rask nedkjøling og frysing viser seg å opprettholde produktets kvalitet på best måte, da størrelsen og formen på iskrystallenes som dannes er avgjørende for sluttkvaliteten på produktet. Grunnen til dette er at det vil dannes mange små iskrystaller ved rask frysing i motsetning til langsom frysing, hvor det vil dannes få og større iskrystaller som kan ødelegge og skade cellevevet i produktet. (Ratti 2013 s. 60)

2.4.1.3 Primær tørking (sublimasjon)

Den andre fasen i tørkeprosessen består av sublimasjon, som er en prosess hvor frosset vann sublimerer direkte til gass (Ellab 2018 s. 8). For å forstå hvordan sublimasjonsprosessen fungerer, kan man se på fasediagrammet for vann (Figur 3) og hvordan vannets form er avhengig av både temperatur og trykk. Figur 3 viser også at sublimasjon tar plass når temperaturen på produktet er lavere enn vannets trippelpunkt ($0,01^{\circ}\text{C}$) og når damptrykket er lavere enn 612 Pa (6,12 mbar). Dermed, for at sublimasjonslinjen skal krysses må produktet fryses ned på forhånd ved å senke temperaturen, og trykket i frysetørkekammeret må senkes ned til under trykket tilsvarende vannets trippelpunkt. (Ratti 2013 s. 58-60)

2.4.1.4 Sekundær tørking (desorpsjon)

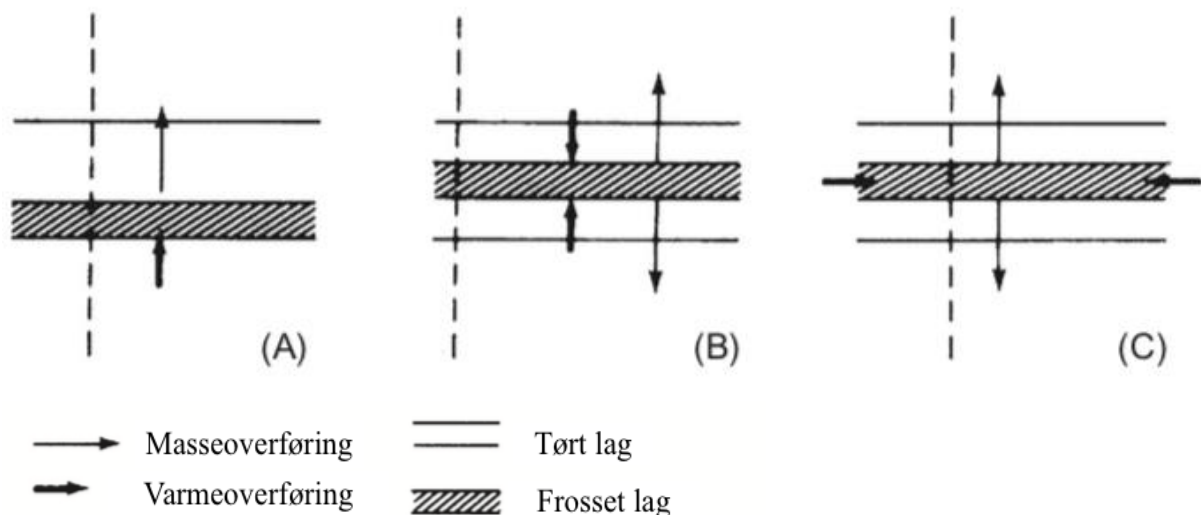
Normalt sett blir mesteparten av vannet i produktet fjernet ved hjelp av sublimasjon i den primære tørkefasen. Som nevnt tidligere, blir rundt 65-90% av vannet i et produkt fryst til is under frysing. Det vil si at det er noe ufrosset bundet vann igjen i produktet under frysetørkingen som ikke kan bli sublimert. Dermed, når sublimeringen tar slutt og all isen har blitt til gass, vil fjerning av ytterligere vann skje gjennom desorpsjon i den sekundære tørkefasen. (Berk 2013 s. 568; Fang og Bhandari 2012 s. 91, 92)

2.4.2 Tørkekinetikk

Hvor lang tid tørkingen tar er avhengig av tykkelsen og overflatearealet av produktet, samt varmeledningsevnen til produktet. Mens tørkingen foregår reduseres tykkelsen på isen og varmeoverføringen øker. Her blir det ikke tilført varme i hyllene for å unngå at isen i produktet smelter. (Fellows 2017 s. 932).

Konvensjonelt er det vanlig å tilføre varme til produktet via hyllene for å få en mer effektiv tørkeprosess. Figur 4 nedenfor viser tre mulige måter masse- og varmeoverføringen kan skje på i en frysetørkeprosess. Den første figuren (A) viser hvordan prosessen skjer uten tilførsel av varme i hyllene. Figur (B) viser hvordan varmeoverføringen skjer gjennom det tørre laget. Det tørre laget har en ganske lav varmeledningsevne, og ettersom produktet tørkes blir det tørre laget tykkere og tørkeprosessen vil dermed ta lang tid. For å effektivisere denne tørkemethoden kan man enten redusere størrelsen eller tykkelsen på produktet eller øke temperaturforskjellen mellom hylle og produkt ved å tilføre varme i hyllene. Men det skal

også sies at overflatetemperaturen er begrenset til 40-65°C for å unngå denaturering av proteiner. På figur (C) går varme i form av mikro- eller radiobølger direkte over til islaget. Denne type varmeoverføring blir ikke påvirket av verken tykkelsen på det tørre laget eller varmeoverføringsevnen til is eller tørket produkt. På grunn av disse faktorene er denne metoden mer effektiv og raskere enn andre frysetørkemetoder. (Fellows 2017 s. 932, 933)



Figur 4: Varmer- og masseoverføring under tørkeprosessen. (A) Varmeroverføring gjennom det frosne laget, (B) Varmeroverføring fra oppvarmede plater gjennom tørt lag, (C) Varmer generert i isen ved hjelp av mikrobølger eller radiobølger. (Fellows 2017 s. 933)

Tørkekinetikken kan bestemmes ved å regne ut MR (moisture ratio). MR er et dimensjonsløst tall som viser vannforhold i produktet, og kan defineres med følgende formel:

$$MR = \frac{M_t - M_e}{M_0 - M_e},$$

hvor M_t er vanninnhold som funksjon av tid, M_0 er vanninnhold ved start og M_e er vanninnhold ved likevekt (kg vann/kg tørrstoff) (Doymaz 2014)

2.4.3 Spraytørking

Spraytørking er den mest hensiktsmessige og brukte tørkemetoden i meierindustrien (Tetra Pak 2019 Kap. 17), og går helt tilbake til andre verdenskrig, da det var et stort behov for å produsere mengder av melkepulver til bruk av militære mannskaper i ulike deler av verden (Anandharamakrishnan 2017 s. 57). Spraytørking er svært vanlig benyttet metode til fremstilling av ulike pulver av blant annet melk, myse og gjær (Ratti 2013 s. 58).

Under prosessen for spraytørking blir dråper av et flytende produkt sprøytet inn i et varmt tørkemedium. Væsken forstøves så ved hjelp av en roterende plate/dyse og dråpene kommer i direkte kontakt med en varmluftsstrøm. (Michailidis m.fl. 2014 s. 9) På grunn av den høye varmen og masseoverføringshastigheten i systemet, tørker dråpene raskt og blir omdannet til partikler som samler seg i bunnen av trommelen. Temperaturen på utgangsluften ligger som regel mellom 70-100°C, mens produktet vanligvis holder en lavere temperatur på 50-70°C grunnet kjøling fra fordampning i trommelen. (Saravacos og Kostaropoulos 2016 s. 401)

Spraytørking viser seg å være fordelaktig overfor andre tørketeknikker, blant annet på grunn av sin allsidighet ved håndtering av næringsmidler med varierende egenskaper, evne til kontinuerlig produksjon av store mengder i gangen (Tetra Pak 2019 Kap. 17). Ulemper med denne tørkemethoden kan være er den høye tørketemperaturen og tilstedeværelsen av oksygen som kan ha negativ virkning på varmesensitive og oksiderbare næringsstoffer (Ratti 2013 s. 58).

2.5 Analyser

2.5.1 Nær-infrarød spektroskopi

Nær-infrarød spektroskopi (NIRS) er en ikke-invasiv analysemetode med et bredt utvalg bruksområder. Det kan for eksempel brukes for å måle innholdet av forskjellige komponenter i næringsmidler. Det fungerer ved å sende elektromagnetisk stråling i det nær-infrarøde segmentet av spekteret inn i prøven og måle hvilke bølgelengder som blir absorbert. På denne måten kan man raskt måle innholdet av for eksempel fett, protein, aske og vann (og dermed tørrstoff (se kapittel 2.5.4 Tørrstoff)). (Cozzolino, 2014, side 3-4)

2.5.2 *Enterobacteriaceae*

Enterobacteriaceae inkluderer patogene bakterieslekter som for eksempel *Escherichia*, *Shigella* og *Yersinia*. Bakterieguppen er gram negativ og stavformet. De er også fakultativt anaerobe og fermenterer sukker til melkesyre (laktose, u.å). *Enterobacteriaceae* kan forårsake tarminfeksjoner, urinveisinfeksjon og lungebetennelse. Disse patogene bakteriene blir drept ved pasteurisering. Ved påvisning av *enterobacteriaceae* kan det tyde på dårlig produksjonshygiene eller rekontaminering.

2.5.3 Vannaktivitet

Vannaktivitet (a_w) er innholdet av fritt vann i et produkt, og defineres ut ifra et spekter fra 0 til 1, hvor 0 er absolutt tørrhet og 1 er 100% relativ fuktighet. Vannaktivitet kan også gi en indikasjon på prøvens holdbarhet, konsistens, smak og mikrobiologisk stabilitet. (Labolytic u.å.) De fleste bakterier trenger en vannaktivitet over 0,90 for å kunne vokse, mens mugg klarer å formere seg med 0,80 eller lavere (Nofima u.å.). Det må også presiseres at vannaktivitet ikke er det samme som vanninnhold (g vann/g prøve) (Labolytic u.å.).

Tabell 2: Minimumskrav til vannaktivitet hos ulike mikroorganismer (Nofima u.å.)

Organisme	AW min
Clostridium perfringens	0,95
Bacillus cereus	0,95
Salmonella	0,91
Clostridium botulinum	0,91
Staphylococcus aureus	0,85
Mugg (de fleste)	0,80
Mugg (noen få)	0,65

2.5.4 Tørrstoff

Tørrstoff er mengde stoff som blir igjen etter at alt vannet er fjernet (snl 2017). Ved måling av tørrstoff finner man både tørrstoffinnholdet og mengden vann i prøven. Når man sammenligner vekten før og etter fjerning av vann, er vekten som blir igjen tørrstoff og det som forsvinner er vanninnholdet. Vannet fjernes ved å tørke produktet med en temperatur på et par grader over 100°C. (Schuck m.fl. 2012 s. 45-46)

2.5.5 Kjeldahl

Kjeldahl-metoden brukes for å bestemme mengde nitrogen i en prøve. Metoden går ut på å spalte aminosyrene i proteinet til mindre bestanddeler ved bruk av høy temperatur, konsentrert svovelsyre og en katalysator. (NMBU, 2018).

I kumelk er 95 % av nitrogenet i proteinene, så om man vet hvor mye nitrogen man har kan man regne seg frem til hvor mye protein det er i prøven. Da må man bruke en spesiell omregningsfaktor for det enkelte næringsmiddelet. For kumelk er denne faktoren 6,38. (Schuck m.fl. 2012 s.59-66)

2.5.6 Rehydrering

Evnen til å rehydrere eller rekonstituere i vann er en viktig egenskap hos tørkede meieriprodukter. Det finnes tre ulike former for rehydrering; wettability, dispersibility og solubility. (Anandharamakrishnan 2017 s. 74) Rehydreringskinetikken er avhengig av blant annet sammensetningen på pulveret, tiltrekningskraften mellom komponentene i pulveret og vann, og dermed også tilgjengeligheten på vann. Betingelser slik som omrøring, temperatur, og konsentrasjonen/forholdet mellom pulver og væske spiller også en rolle. (Schuck m.fl. 2012 s. 203)

2.5.6.1 Wettability

Wettability er evnen til å absorbere vann (Anandharamakrishnan 2017 s. 74) og kan sammenlignes med evnen til å svulle. Dette kan forklares ved at når et proteinpulver absorberer vann, vil det svulle gradvis. Wettability-indeksen uttrykkes i sekunder og er den tiden som trengs for en gitt mengde pulver å trenge inn i vannoverflaten uten noen form for røring. Løsningen med pulveret står altså si ro under analysen. (Schuck m.fl. 2012 s. 203, 204)

2.5.6.2 Dispersibility

Dispersibility kan forstås med pulverets evne til å bryte opp i enda mindre partikler. Dette kan bestemmes ved å for eksempel måle mengde tørrstoff (%) som kan passere gjennom en sil med porestørrelse 200 µm etter røring i 15 sekunder med en spatel. (Schuck m.fl. 2012 s. 203, 207)

2.5.6.3 Solubility

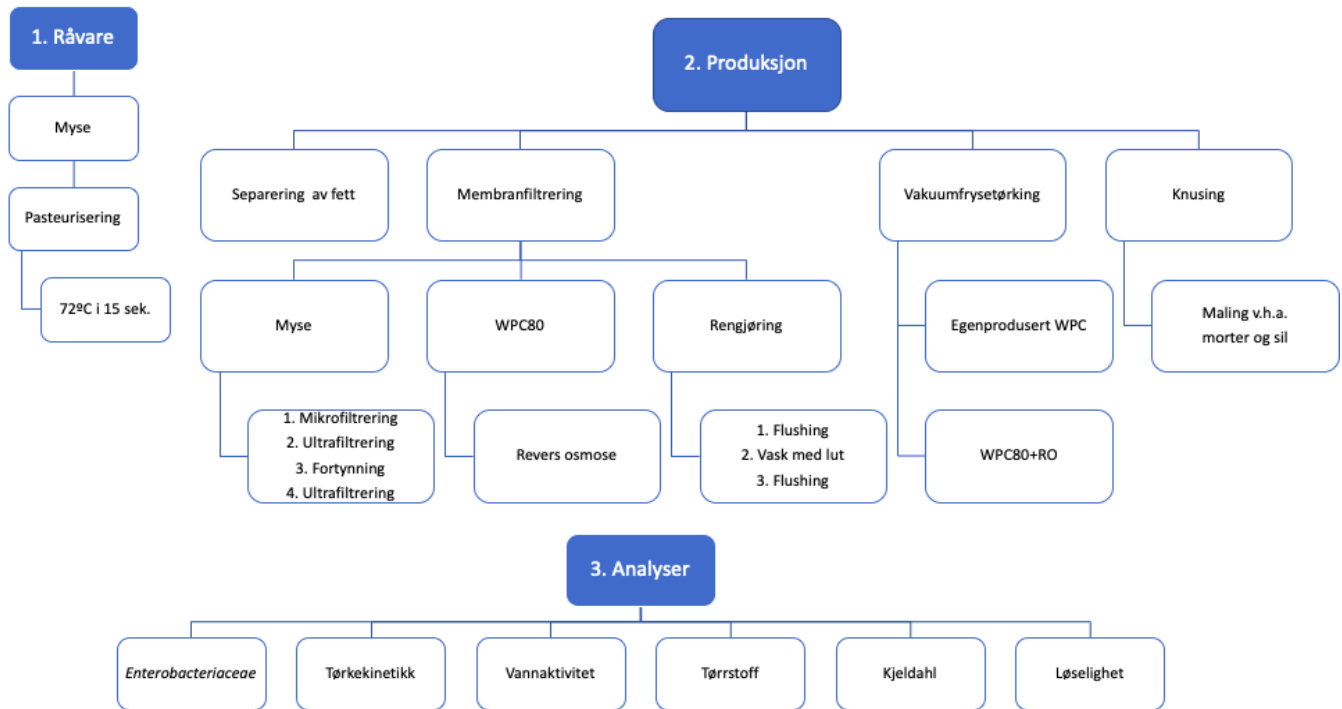
Solubility betyr løselighet og er et mål på hvor godt et pulver løser seg i vann. Det uttrykkes i prosent som en andel av differansen mellom den rehydrerte væsken og volumet av sedimentet som samles på bunnen. (Schuck m.fl. 2012 s. 209, 210) Løselighetsindeksen (SI) bestemmes ut ifra oppnådde resultater etter rehydrering og sentrifugering og kan beskrives på følgende måte:

$SI = 100 - [2 \times II]$, hvor uløselighetsindeksen (II) tilsvarer volumet av sedimentet (ml) som er igjen etter den andre sentrifugeringen. (Schuck m.fl. 2012 s. 212)

I teorien bør et WPC35 ha en SI på 99,5 og WPI90 en SI på 99,8. (Schuck m.fl. 2012 s. 214).

3 Materialer og metoder

3.1 Flytskjema



Figur 5: Flytskjema over prosessen

3.2 Råvare

Mysen som ble benyttet i prosjektet ble hentet fra Trondheim fagskole, hvor det pågikk produksjon av Norvegia. Mysekonsentratet (WPC80-løsningen) ble produsert hos Tine Verdal. Det ble også mottatt spraytørket mysepulver fra Tine Verdal som ble benyttet som referanse i analysene.

3.2.1 Behandling av råvare

Både mysekonsentratet og det spraytørkede mysepulveret hadde gjennomgått varmebehandling ved Tine og de ble derfor kun plassert til oppbevaring ved ankomst. Mysekonsentratet ble oppbevart ved kjøleromtemperatur, mens mysepulveret ble oppbevart tørt.

Mysen som ble hentet fra Trondheim fagskole ble pasteurisert ved 72°C i 15 sekunder. Dette ble gjort ettersom meieriindustrien pasteuriserer myse ved høy temperatur i kort tid (HTST; High Temperature, Short Time). Pasteuriseringen ble utført ved hjelp av oppvarming i kjeler og deretter rask avkjøling i vannbad. Etter avkjøling ble mysen overført i plastflasker og plassert på fryserom. Før filtrering eller analysering ble mysen overført til kjølerom en dag i forveien for tining.

3.3 Produksjon

3.3.1 Separering av fett

Etter første forsøk med ultrafiltrering ble det oppdaget at fett fra mysen førte til høy grad av fouling på membranene som ga lav flux og dermed lang filtreringstid. Det ble derfor deretter forsøkt å sentrifugere mysen for å separere fettfasen fra vannfasen med hensikt å få fjernet fett. Mysen ble overført i 4 50ml-sentrifugerør og sentrifugert ved 3000 r.p.m. i 15 minutter. Det var da et tydelig skille mellom fett- og vannfasen. Fettfasen ble deretter forsøkt fjernet ved bruk av pipette, noe som ble utfordrende ettersom både vann- og fettfasen er flytende slik at mye vann også ble pipettert ut i forsøket på å fjerne kun fettfasen. Dette resulterte dermed i lavt utbytte.

Ved et senere forsøk ble rørene fryst ned etter sentrifugering. Da de ble tatt ut ble det oppdaget at fett smeltet raskere enn vannet slik at det ble mulig å fjerne fett ved bruk av en spatel etter et par minutters tining. Likevel viste det seg å gi et lavt utbytte og mengden arbeid som krevdes for å behandle en enkelt batch på 8 dl var uheldigvis høy. Metoden ble derfor byttet ut med vanlig mikrofiltrering ettersom mikrofilter holder igjen fettpartikler slik at permeatet ble tilnærmet fettfritt.

3.3.2 Membranfiltrering av myse

For å lage egenprodusert WPC ble det til å begynne med MF-filtrert 8 dl myse med et filter med porestørrelse 0,2 μ m og med et trykk på ca. 1,5 bar. Dette ble gjort i to omganger og hver omgang ga ca. 5 dl permeat. Det MF-filtrerte permeatet ble så UF-filtrert (MWCO: 4kDa) ned til minimumsvolumet apparatet kan ha (0,5 dl). Det samlede volumet av retentat fra UF var da på 1 dl. Denne desiliteren med væske var på dette punktet konsentrert med forholdet 1:10

(etter MF-filtrering). Det ble så slått sammen og tynnet ut med vann til volumet var 6 dl, før det ble UF-filtrert ned til 0,5 dl. For å øke trykket ble det brukt nitrogengass.

3.3.3 Membranfiltrering av WPC80-løsningen

Det ble gjort revers osmose på WPC80-løsningen fra Tine. Dette ble gjort for å undersøke om det var en praktisk begrensning på hvor mye det kunne oppkonsentreres, og for å se om tørrstoffinnholdet i løsningen hadde en innvirkning på det ferdige produktet. Det ble gjort to forsøk hvor 3 dl myseproteinkonsentrat ble filtrert gjennom et RO-filter ved 40 bars trykk. I begge tilfeller stoppet prosessen praktisk talt opp etter at retentatet hadde en konsentrasjonsfaktor på $\approx 1,5$

3.3.4 Rengjøring av membranfiltreringsanlegget

Rengjøring av filtreringsanlegget ble gjort både før og etter filtrering. Det ble gjort i henhold til kapitlene om flushing og vasking i brukermanualen for membranfiltreringsanlegget (Brukermanual for MMS Triple System) (Kristoffersen m.fl. 2015). Systemet ble først “flushet”, noe som vil si at anlegget ble skylt gjennom med vann for å få bort mesteparten av myserestene. For selve vaskingen ble det benyttet en lut-løsning som vaskemiddel, da lut virker effektivt for å fjerne proteiner. Etter lut-vask ble anlegget flushet på nytt. Til slutt ble det tatt pH-prøver av både permeat og retentat for å kontrollere at anlegget var helt rent og fri for lut-rester. I tillegg ble fluxen målt både før bruk og etter vask, for å sikre at rester fra produksjon ikke lå igjen på membranen.

3.3.5 Tørking

3.3.5.1 Vakuumfrysetørking

Prøvene ble først helt over i grillformer, slik at et tynt lag (2-10 mm) dekket hele bunnen av formen. Deretter ble formen dekket med en plastfilm og lagt på fryserommet over natten eller lengre. Formene ble holdt på fryserommet så lenge som mulig, før de ble plassert i vakuumfrysetørka for å unngå at de smeltet. Kjølspiralen på frysetørka ble derfor skrudd på før prøvene ble hentet ut av fryserommet. Deretter ble formene plassert i kammeret på frysetørka og pumpen ble skrudd på. Når dette ble gjort raskt nok rakk ikke prøven å smelte.

Frysetørka som ble brukt i prosessen var en Labconco FreeZone 12 og den ble brukt i henhold til brukermanualen (User's Manual) (Labconco Corporation 2007).

3.3.6 Knusing

Når WPC80-løsning eller andre væsker helles i en form, fryses og vakuumfrysetørkes ender man ikke opp med et pulver, men med porøse plater som kan knuses eller males til pulver. Det ble i dette forsøket utført med morter og støter, før det ble siktet gjennom en te-sil. Dette ga et relativt grovkornet pulver.

3.3.7 Analyser

3.3.7.1 Tørkekinetikk

Til å begynne med, ble det forsøkt å tørke prøvene i beger med en diameter på ca. 10 cm. Væsknivået var da over 3 cm tykt. Metoden ble senere endret og begrene ble byttet ut med grillformer i aluminium. Grillformene hadde en grunnflate på 156 mm x 85 mm, et tynt lag på 2-10 mm ble helt i formene slik at det dekket hele bunnen av formen. Etter dette ble alle prøvene tørket i 24 timer eller mer. For å finne ut hvor lang tid som krevdes, ble tørkekinetikken undersøkt.

Først ble en tilmålt prøve helt i en form slik at den dannet et 0,4 cm tykt lag i bunnen av formen. Formen ble så fryst ned, før den ble lagt på nederste hylle i kammeret og tørket. Hver andre time ble prøven tatt ut av kammeret og veid, før den ble satt tilbake og vakuuet ble gjenopprettet. Samtidig målte temperaturloggere temperaturen en gang i timen. De ble sørget for å vente til etter temperaturmålingene ble gjort før prøvene ble tatt ut og veid, ettersom temperaturloggerne var blitt programmert på forhånd. Da gikk det nesten en time fra prøven ble satt tilbake i kammeret igjen før neste måling. Temperaturloggerne var plassert oppå og ved siden prøven, og en logger på hver av de to gjenværende hyllene.

3.3.7.2 *Enterobacteriaceae*

Det ble tatt mikrobiologiske prøver av mysen både før og etter behandling. Dette var for å undersøke om produktet var trygt for menneskelig konsum. Ved pasteurisering blir alle

mikroorganismene drept. Løsningen blir derfor testet for *enterobacteriaceae* for å sjekke om mysen er rekontaminert i løpet av prosessen.

3.3.7.2.1 Tillaging av VRBGA

Violet red bile glucose agar, også kalt VRBGA ble laget ved å tilsette VRBGA-pulver med destillert vann i schott-flasker. Løsningen ble deretter blandet godt ved å bruke en magnetrører. Dette var for å løse opp alt pulveret, slik at det ble fordelt i hele løsningen. Schott-flaskene ble plassert i autoklaven, hvor de ble kokt i 10 minutter ved 100°C. Etter koking ble løsningen overført i flake flasker og helt i petriskåler.

3.3.7.2.2 Tillaging av peptonvann

Peptonvann ble laget for å fortynne løsningene. Dette ble laget ved å blande NaCl med pepton og vann i Schott-flasker. Løsningen ble autoklaver, ved 120°C i 15 minutter.

3.3.7.3 Vannaktivitet

Vannaktiviteten i prøvene ble målt ved bruk av Aqua Lab CX-2, som er et laboratorie-apparat for måling av vannaktivitet. Vannaktivitetsmåleren er ikke egnet til å måle pulver ettersom den innebygde vifta vil blåse det vekk idet man forsøker å sette prøven inn i maskinen. Det ble derfor brukt en klump av det frysetørkede konsentratet som enda ikke var malt til pulver. Prøve-klumpen ble plassert inn i kammeret på apparatet og apparatet ble skrudd på. Målingen ble ferdig etter ca. 5-10 minutter, apparatet avgir en kontinuerlig pipelyd når målingen er ferdig.

Det frysetørkede WPC80-pulveret ble målt en og en halv måned etter frysetørkingen. Da hadde de vært lagret som små klumper av den frysetørkede platen i en plastboks med lokk. Plastboksen hadde da stått i en kasse på prosesslaboratoriet sammen med andre prøver med WPC-pulver.

3.3.7.4 Tørrstoff

Det ble målt tørrstoffinnhold i tre paralleller fra WPC80-løsningen og det spraytørkede mysepulveret Først ble skåler av porselen benyttet som veieskip/holder for væsken. Det var

litt upraktisk i og med at disse var vanskelige å rengjøre, og i seg selv veide mye mer enn prøvene. det ble derfor benyttet aluminiumsbeger for de resterende prøvene. Prøvene ble først veid i veieskipet/holderen og deretter satt i et Termaks varmeskap i 24 timer ved 105°C. De ble så tatt ut og veid på nytt. Tørrstoffinnholdet ble regnet ut ved å dividere prøvens vekt etter å ha vært i varmeskap, med vekten før den ble satt i varmeskap, resultatene angis i prosent.

3.3.7.5 Kjeldahl

Kjeldahls analyse ble utført med et Buchi Kjeldigester K-449, og KjeldMaster K-375 med KjeldSampler K-376. Metoden står i hovedsak beskrevet i brukermanualen “Nitrogen & protein determination in dairy products” (Buchi 2013a). Siden noen av prøvene var flytende og ikke pulver, ble oppvarmingen endret til slik den er beskrevet i “Nitrogen & protein determination in milk powder” (Buchi 2013b). Innveiningen av prøvene ble også justert noe, ettersom proteininnholdet i pulverne var veldig høyt og titreringsvolumet ikke burde bli for høyt under selve analysen. WPC80-pulver inneholder 80% protein mens skummet melk-pulver inneholder 32%. Derfor ble det veid opp ca. 0,2 gram prøve i stedet for 0,4 gram som det står i metoden. WPC80-løsning ble det veid opp 0,4 gram av.

3.3.7.6 Løselighet

For å bestemme løselighet ble den analytiske metoden “Determination of solubility” fra kapittel 13 i e-boken “Analytical Methods for Food and Dairy Powders” benyttet (Pierre m. fl. 2012). Metoden ble litt endret på grunnnet mangel på reagenter og utstyr. Prøvemengden og vannmengden ble halvert, altså ble det veid opp 5 gram prøve i stedet for 10 gram, og målt opp 50 ml vann i stedet for 100 ml. Det ble også brukt et annet antiskummiddel enn *diglycol laurate* eller *octanol* da disse ikke var tilgjengelige. I stedet ble det benyttet en vandig silikonemulsjon; «Antifoam B Emulsion». Pulveret og mesteparten av vannet ble tilført direkte i sentrifugerørene. Så ble rørene mikset i 5 sekunder for å få plass til resten av vannet.

En Cenco Mixer med hastighet på 3800-4000 r.p.m. var heller ikke tilgjengelig. Derfor ble det i stedet brukt en mikser med en hastighet på 3000 r.p.m., som virket å gi god nok effekt ettersom mysepulveret var helt oppløst i vannet etter miksing i 45 sekunder. Etter sentrifugering ble væsken tatt ut ved hjelp av pipettering i stedet for vakuumpumpe. Ettersom mengden sediment var så liten var det vanskelig å lese av volumet. Den laveste målestreken

på rørene var ved 0,5 ml. For å finne volumet ble det pipettert ut ulike volum av vann, som ble tilført et nytt sentrifugerør. Dette ga et sammenligningsgrunnlag, slik at volumet av sedimentet kunne leses av.

4 Resultater og vurdering

4.1 Analyser fra Tine Verdal

Det ble mottatt resultater fra målinger som Tine Verdal selv hadde analysert. Her ble det opplyst at WPC80-løsningen hadde et fettinnhold på 1,6 %, et proteininnhold på 24,9 % og et tørrstoffinnhold på 30,5 %. For å analysere mysepulveret benyttet Tine Verdal NIRS.

4.2 *Enterobacteriaceae*

Det ble tatt *enterobacteriaceae*-prøver av mysen for å finne ut om den var trygg for menneskelig konsum. Etersom mysen ble varmet opp og nedkjølt flere ganger gjennom prosessen kunne det tenkes at bakterier fikk gode vekstmuligheter. Rekontaminering var også en risikofaktor da mysen ble tappet ut i åpne desilitermål, i stedet for å være i et lukket og sterilisert system hele veien fra råvare til produkt. Kimtallsmålinger og -beregninger ligger vedlagt i vedlegg 1 side 1.

I teorien burde pasteuriseringen drepe de vegetative bakteriene i mysa, og mikrofiltrering burde fjerne både vegetative celler og sporer. Prøvene av MF-retentatet, altså konsentratet som ble holdt igjen etter mikrofiltrering, ga et kimtall på 8 kde/ml ved en fortykning på 10^{-3} . Alle mikroorganismer i mysa burde bli oppkonsentrert i retentatet, altså er mengden *enterobacteriaceae* i den pasteuriserte mysen mange ganger lavere. I tillegg kan de vokse ganske raskt under filtreringsprosessen ettersom kompressoren i anlegget genererer varme og prosessen tar lang tid.

MF-permeatet viste seg å være helt rent, noe som var et forventet resultat ettersom mikrofiltrering holder igjen bakterier i retentatet og vil dermed ikke komme ut i permeatet. Om det hadde vært skade på filteret kunne det likevel ha kommet med noen bakterier i permeatet, men siden det ikke ble påvist noe vekst, tydet det på at filteret virket som det skulle.

Hvis man sammenligner *enterobacteriaceae*-resultatene fra prøvene av ren myse og WPC80-løsning, kan man se betydelige forskjeller. Prøvene av WPC80-løsning ga en del vekst, mens prøver av ren myse ga ingen vekst, noe som kan indikere i ulik holdbarhet hos produktene. Det kan også nevnes at WPC80-løsningen luktet veldig surt etter et par uker på kjølerom til forskjell fra mysen, som ikke fikk noe særlig forandringer på lukt. WPC80-løsningen som ble hentet fra Tine ble først fraktet fra Verdal til Heimdal, og deretter fraktet fra Heimdal til Kalvskinnet. Det har dermed vært brudd på kjølekjeden, og beholderen har blitt åpnet ved flere tilfeller. Det er derfor sannsynlig at den mikrobiologiske kvaliteten på konsentratet som blir brukt hos Tine er langt bedre enn den som ble undersøkt her, og at kontaminasjonen kan ha forekommet etter at den ble levert til gruppen.

Mysen som gjennomgikk flere filtreringsprosesser viste seg også å være kontaminert. Denne mysen ble først mikrofiltrert, deretter ultrafiltrert, så fortynnet med vann, og til slutt ultrafiltrert på nytt. Filtreringen tok mange timer og den høye temperaturen mysen fikk under prosessen ga gode vekstmuligheter for mikroorganismer. Det antas at disse forholdene er grunnen til at dette mysekonsentratet var såpass urent. For å få et bedre bilde på den mikrobiologiske kvaliteten kan man måle totalkim med et generelt dyrkingsmedium i tillegg til *enterobacteriaceae*-test.

4.3 Vannaktivitet (a_w)

Tabell 3: Vannaktivitet i ulike produkter

Prøve	a_w
Frysetørket WPC80	0,03
WPC80-løsning	1,00
Myse	1,00
Avionisert vann (referanse)	1,00
Frysetørket WPC80 etter 43 dager	0,20

Ved måling av vannaktivitet ble avionisert vann brukt som referanse for å se om målingene av mysen og konsentratet var pålitelig. Det var ingen referanse som var nære det frysetørkede produktet, så det er vanskelig å si noe om hvor presis denne verdien er. Ettersom alle mikroorganismer har en minimumsvannaktivitet på 0,65 eller høyere, burde pulveret være svært lagringsstabil om det lagres, tørt ettersom det ved m_e har en vannaktivitet på 0,03. Det er derfor ikke nødvendig å tørke det helt til m_e for å få vannaktiviteten under 0,65. Det er fortsatt lurt å sørge for at mysen er ren under produksjonen ettersom mikroorganismer kan påvirke smak og pH, og i verste fall produsere toksiner eller karsinogener.

Det frysetørkede WPC80-pulveret som ble målt en og en halv måned etter frysetørkingen hadde en vannaktivitet på 0,20. Det ble målt tre paralleller som alle ga samme verdi ned til desimaler. Dette indikerer at det er veldig lagringsstabil selv om det pakkes med luft. Om det hadde vært pakket med inert gass hadde det trolig vært en enda lavere grad av rehydrering. Ettersom det var pakket i en kasse sammen med andre hygroskopiske pulver var luftfuktigheten trolig lavere enn i rommet generelt. Temperaturen i rommet var instilt på 20°C, men temperatur og luftfuktighet varierer med aktivitet.

Det var ikke mulig å sammenligne frysetørket WPC80 som hadde vært lagret som klumper, og WPC80 som hadde vært lagret som et malt pulver, ettersom det malte pulveret ville blåst vekk om man prøvde å sette det inn i apparatet. Det malte pulveret har større overflate og ville

derfor trolig rehydreres raskere i kontakt med luft. Da kan man heller måle forskjellen i vanninnhold (tørrstoffinnhold).

4.4 Kjeldahl

Tabell 4: Målt proteininnhold i ulike prøver

Prøve	Proteininnhold
Myse	0,9 %
MF-Permeat	0,4 %
WPC80-løsning	25,2 %
RO-filtrert WPC80-løsning	32,5 %
Egenprodusert WPC	38,4 %
Frysetørket WPC80	80,1 %
Spraytørket WPC80	77,6 %

Resultatene fra Kjeldahl (Tabell 4) viser målt proteininnhold i ren myse, ulike mysekonsentrater, samt selvprodusert WPC og WPC80 fra Tine Verdal. Den rene mysen ble målt til å ha et proteininnhold på 0,9 %. Permeatet etter mikrofiltrering derimot, hadde noe mindre proteininnhold på 0,5 %, og dette tilsier at noe protein ble holdt igjen i retentatet under membranfiltreringen. Det kan hende at utbyttet hadde blitt noe større om mikrofiltreringen fikk gå lengre. Men ettersom fluxen går ned over tid grunnet fouling, ville dette tatt ganske lang tid.

Ettersom Tine allerede hadde målt proteininnholdet i konsentratet med NIRS, kunne verdiene sammenlignes. Med Kjeldahl ble det målt til 25,2 % og med NIRS ble det målt til 24,9 %. Disse to resultatene er såpass like at man kan konkludere med at Kjeldahl-verdiene er ganske pålitelige.

Den egenproduserte WPC-en endte opp med et proteininnhold på 38,4 %, noe som er under halvparten av det som WPC80 fra Tine Verdal inneholder, som er henholdsvis 80 %. Siden det var mulig å filtrere kun 8 dl myse i gangen, ble membranfiltreringsprosessene ganske tidkrevende. Tid ble derfor en begrensende faktor som gjorde det vanskelig å oppkonsentrere mysen til en WPC80-løsning. Det finnes mange varianter av WPC med forskjellig innhold av protein, den laveste er WPC35. Dette betyr at det egenproduserte WPC-pulveret faktisk er et WPC selv om det ikke er av like høy kvalitet som det som produseres kommersielt.

4.5 Tørrstoff

Tørrstoffinnholdet i WPC80-løsningen som ble målt med 3 paralleller, ga følgende resultater; 31%, 32% og 42%. Tørrstoffinnholdet som ble analysert på Tine Verdal ved bruk av NIR ble målt til 30,5 %. To av resultatene ble veldig nære denne verdien, mens den tredje ble avvikende.

Siden det spraytørkede pulveret hadde en overaskende lav verdi i resultatene fra Kjeldahl (77,6 % protein i stedet for 80,0 %), ble det gjennomført en tørrstoff-analyse på pulveret. Resultatet viste at det var 5 % vann i pulveret. Det er derfor sannsynlig at forskjellen delvis kan skyldes at pakken hadde vært åpnet, og at pulveret har absorbert vann fra lufta.

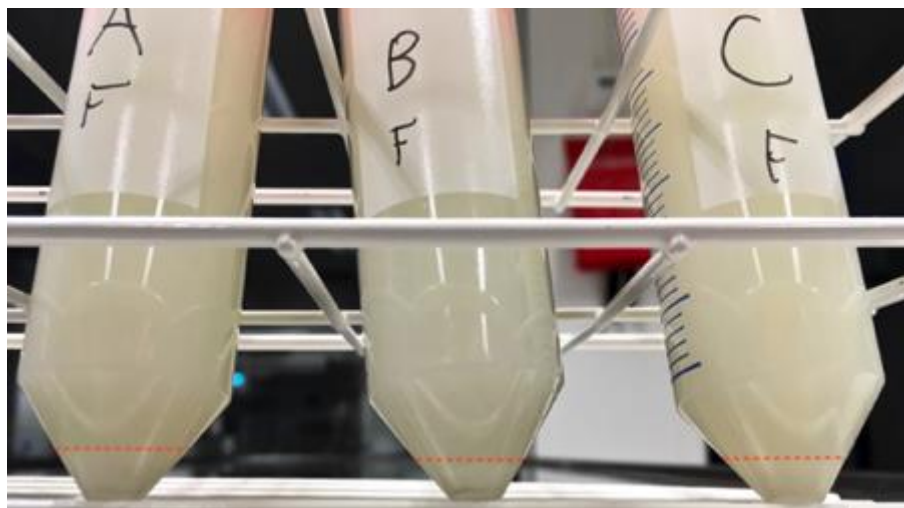
Tørrstoffinnholdet i konsentratet som ble ytterligere konsentrert med RO ble målt til 46,2 %, som er 1,5 ganger så høyt som det opprinnelige innholdet (30,5%). Dette virket også å være et pålitelig resultat ettersom konsentrasjonsfaktoren var på 1,5. Med dette kan man konkludere med at en WPC80-løsning kan konsentreres opp til et tørrstoffinnhold på 46 % med RO. Om man ønsker å senke vanninnholdet ytterligere før tørking kan det hende man må bruke inndamping eller liknende.

4.6 Løselighet

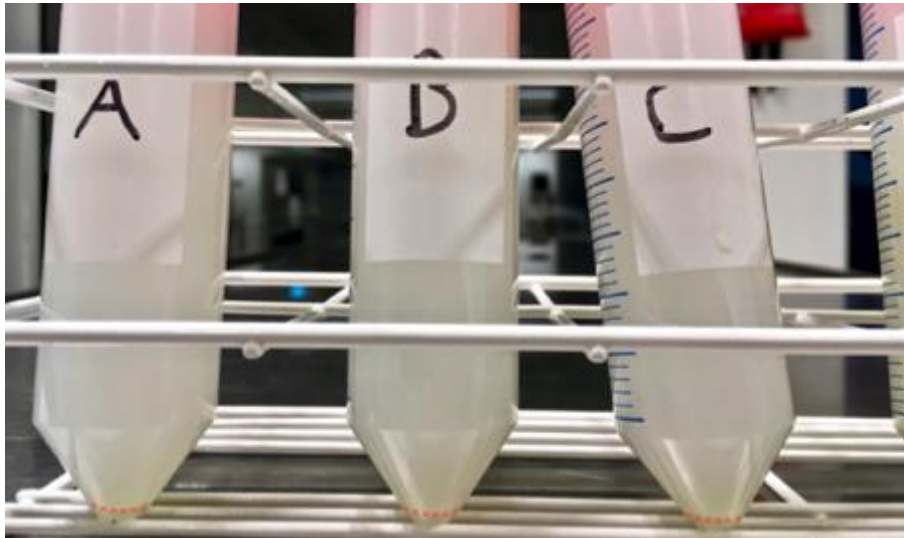
Tabell 5: Løselighet i frysetørket mysepulver VS. spraytørket mysepulver

Prøve	Volum av sediment	Løselighetsindeks (SI)
Frysetørket mysepulver	0,23 ml	99,1%
Spraytørket mysepulver	<<0,1 ml	>99,6%

Tabell 5 viser forskjellen i løselighetsegenskaper hos det spraytørkede og frysetørkede mysepulveret. Det gjennomsnittlige sedimentsvolumet hos det frysetørkede pulveret ble på rundt 0,23 ml og ga en løselighetsindeks på ca. 99,1%. Til forskjell ble volumet av sedimentet hos det spraytørkede pulveret målt til langt under 0,1 ml og løselighetsindeksen ble regnet til over 99,6%. I teorien bør et WPC35 ha en SI på 99,5 og WPI90 en SI på 99,8 (Schuck m.fl. 2012 s. 214). WPC80 burde derfor forventes å ha en SI mellom disse to verdiene. Målingene av spraytørkede WPC80 stemmer godt overens med den forventede verdien, men det vakuumfrysetørkede hadde en litt lavere SI.



Figur 6: Sediment dannet ved testing av løselighetsegenskaper hos frysetørket WPC80



Figur 7: Sediment dannet ved testing av løselighetsegenskaper hos spraytørket WPC80

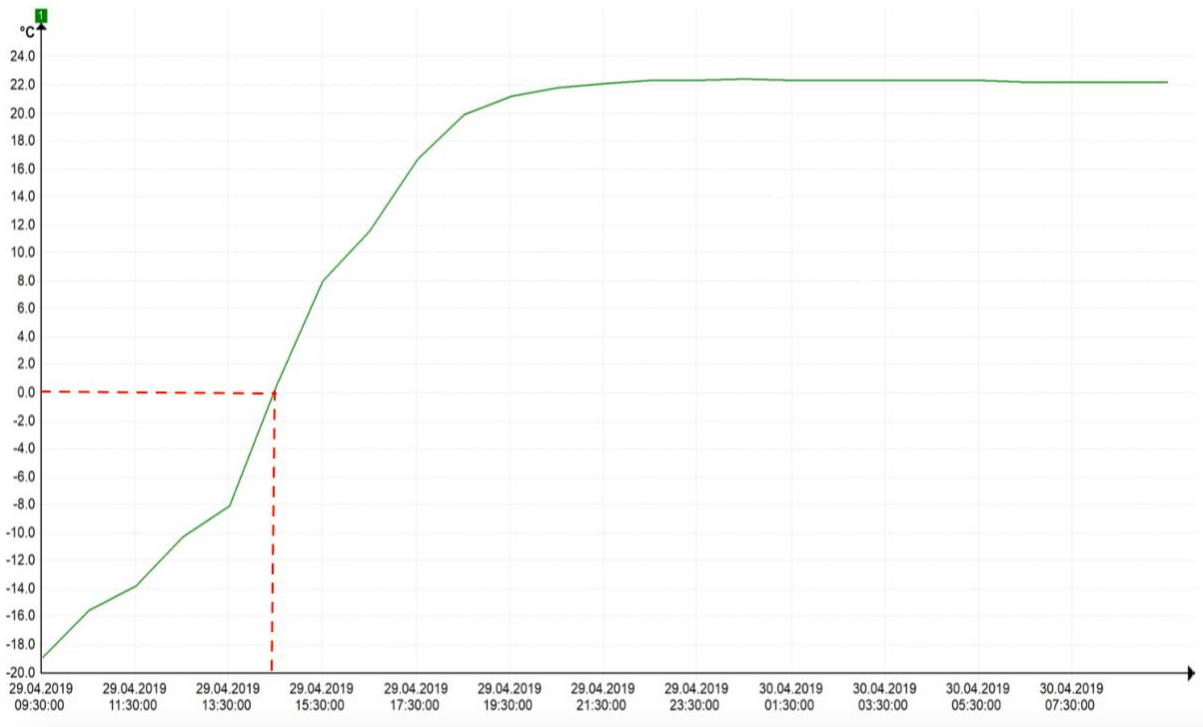
Figur 6 og 7 ovenfor viser hvor mye sediment som ble dannet under målingen av løselighetsegenskaper. Den røde stiplede linjen viser hvor mye pulver som ikke løste seg i vann etter sentrifugering, og at det spraytørkede pulveret dermed viste seg å være mer løselig enn det frysetørkede pulveret. Jo mindre sediment - desto mer løselig.

I teorien har frysetørkede produkter som regel svært god rehydreringsevne, men i dette tilfellet virket det som det mer finkornede pulveret (det spraytørkede) hadde bedre løselighet. Forskjellen i løselighetsindeksen var ikke stor, men mengden sediment ble en størrelsesorden høyere hos det frysetørkede pulveret. Det kan hende at andre måter å knuse/male pulveret på kunne ha påvirket dette og gitt andre resultater. Siden det spraytørkede WPC80-pulveret trolig hadde blitt delvis rehydrert under lagring, kan det også ha ført til at det løste seg bedre.

Det er mulig at antiskum-middelet som ble brukt, hadde en innvirkning på løseligheten til begge pulver-variantene og at mengden sediment ble lavere enn det burde. I teorien skulle begge være svært godt løselige i vann (SI mellom 99,5 og 99,8). Det spraytørkede pulveret viste seg derfor å ha noe mindre sediment enn forventet. Det kan også hende at den endrede måten å mikse prøvene på har vært utilstrekkelig, noe som ville resultert i mer sediment. Det kan også hende at disse to endringene har utlignet hverandre. Konklusjonen blir at det frysetørkede produktet under like forhold som det spraytørkede er mindre løselig når det har blitt malt med morter og støter slik det ble gjort her.

4.7 Tørkekinetikk

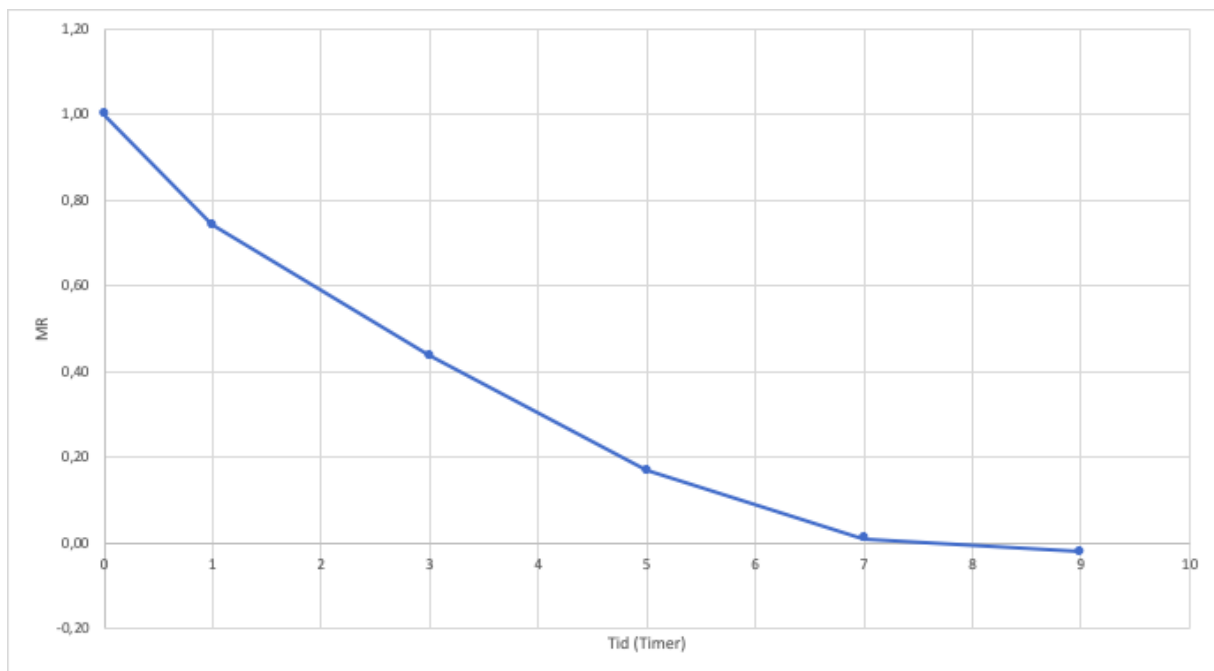
De første forsøkene som ble gjort på å frysetørke membranfiltret myse viste seg å ikke være ferdig tørket etter 48 timer, det var fortsatt is i kjernen på prøvene. Derfor ble metoden endret slik at prøvene ikke lenger ble forsøkt tørket i de små plastbegrene, men heller i større grillformer. Det gjorde at det samme volumet med prøve fikk større overflate. Etter denne overgangen ble alle prøvene fullstendig tørket etter 24 timer. Så ble tørkekinetikken undersøkt for å finne ut hvor lang tid prøvene trengte på å nå m_e .



Figur 8: Temperaturforløpet gjennom frysetørkeprosessen

Figur 8 ovenfor viser temperaturforløpet hos loggeren som lå oppå produktet i løpet av 24 timer (Den første temperaturmålingen ble tatt én time etter frysetørka ble startet). Her kan man se at temperaturen steg over 0°C etter 6 timer i frysetørka, noe som vil si at sublimasjonen var ferdig og at det frie vannet var fjernet. Ettersom loggeren lå oppå produktet og ikke var fryst inn i det, vil det være noen usikkerheter rundt resultatene, da bunnen av produktet trolig hadde en noe lavere temperatur enn overflaten der loggeren lå. Resultatene fra de andre loggerne som var plassert ved siden av produktet, på midterste og øverste hylle er vedlagt i vedlegg 6. Her kan man se at temperaturen er høyere jo lengre bort loggeren ligger fra produktet.

Det må presiseres at den frysetørka som ble benyttet i dette prosjektet har et relativt enkelt oppsett der ingen varme blir tilført kammeret og ingen justering av temperatur og trykk. Som nevnt i teorien om tørkekinetikk er det mulig å tilføre varme i hyllene i kammeret eller ved bruk av varme i form av mikro- og radiobølger. Ved bruk av disse metodene kan tørkingen effektiviseres og gå raskere.



Figur 9: MR (vannforhold) som en funksjon av tid

Figur 9 viser MR som en funksjon av tid. I løpet av de første 5 timene synker MR nesten lineært, men så flater grafen ut. Etter 9 timer ser det ut til at M_e er oppnådd. Da viste faktisk vekten en 0,7g lavere verdi enn etter 30 timer. Etersom vekten etter 9 timer er \approx vekten etter 30 timer kan det konkluderes med at m_e er oppnådd etter ca. 9 timer.

Forklaringen til at vekten har gått opp etter 9 timer kan være at det frysetørkede produktet rehydreres raskt, og dermed kan det hende at produktet tok opp fuktighet fra lufta under hver veiing. Det er derfor en liten usikkerhet når det kommer til veieresultatene. Både tiden mellom uttak fra tørka til veiing, og luftfuktigheten i rommet kan ha variert mellom hver måling. I tillegg sto vekten rett under ventilasjonsventilen i taket, så lufttrykket varierte også ettersom ventilasjonsanlegget forsøker å holde et lett overtrykk på prosesslaboratoriet.

Hvorvidt det kun skjer en primær tørking, eller om det i tillegg foregår en sekundær tørking er vanskelig å vurdere. Temperaturen i prøven steg til over frysepunktet rund 6 timer etter

tørkingen startet. Hvis man sammenligner dette med vektnedgangen er vekten på prøven nesten lik mellom time 7 og time 30. Hvis man så anser usikkerheten i begge målingene er det ikke mulig å si noe om hvorvidt alt vannet ble fjernet ved sublimasjon, eller om noe også ble fjernet ved desorpsjon.

4.8 RO-filtrering av WPC80-løsning

Formålet med å RO-filtrere WPC80-løsning var å undersøke om det var en praktisk grense for hvor mye man kan oppkonsentrere WPC80-løsning med RO. Det er selvfølgelig subjektivt hvor man trekker en strek og sier at fluxen er ≈ 0 . Det må ses opp mot for eksempel driftskostnader. I dette forsøket ble filtreringen avsluttet når konsentrasjonsfaktoren var på ca. 1,5. Da var fluxen også svært lav. Apparatet har egentlig en funksjon som gjør at det kan logge fluxen og presentere det som en graf med flux over tid. Det viste seg at disse verdiene ikke lot seg eksportere.

Den øvre grensen for trykk på utstyret som ble brukt var på 40 bar. Det er mulig at et høyere trykk vil gjøre det mulig å få et enda høyere tørrstoffinnhold på kortere tid.

En konsentrasjonsfaktor på 1,5 resulterte i et tørrstoffinnhold på 46,2%. Det ble så forsøkt å vakuumfrysetørke dette konsentratet, uten å undersøke tørkekinetikken. Det er derfor ikke mulig å si noe om tørrstoffinnholdet påvirker tørkekinetikken ut fra dette arbeidet. Etter 24 timer var det ferdig tørket, men ettersom det opprinnelige konsentratet var ferdig tørket etter ca. 9 timer er det trolig ikke nødvendig å ha den i vakuumtørka så lenge.

Da platen med vakuumfrysetørket WPC80 med et opprinnelig tørrstoffinnhold på 46,2 % skulle males til pulver ble det oppdaget at det var mer krevende å knuse enn de andre platene. Det er trolig en mindre porøs struktur på denne platen ettersom det er mindre vann til å etterlate seg hulrom. noe som igjen gjør platen hardere. Det ble så forsøkt å vakuumfrysetørke en prøve med WPC80-løsning som var fortynnet 1:1 med vann. Denne platen viste seg så å være lettere å knuse. Det er derfor bakgrunn for å anta en sammenheng mellom vanninnhold i konsentratet før vakuumfrysetørking og teksturen etter vakuumfrysetørking, hvor lavere vanninnhold fører til en hardere plate.

I det store og hele er fluxen over membranen ganske vanskelig å styre. Den letteste måten å øke effekten på produksjonen er derfor å øke arealet på membranen. Det var ikke mulig å gjøre i dette forsøket, da utstyret som ble brukt hadde sine begrensninger.

4.9 Forslag til videre arbeid

I dette forsøket ble fett fjernet med en enkel mikrofiltrering, uten aggregering ved hjelp av kalsium og temperering. Det hadde vært interessant å se hvilken forskjell dette hadde utgjort, og om fett eventuelt kunne blitt fjernet på en mer effektiv måte og gitt et bedre utbytte. Fettet fører til fouling av membranene og dermed lavere flux. Eventuelt kunne fett også blitt fjernet med melkeseparator før ultrafiltrering.

Hvis man skal membranfiltrere så mye som kreves for å lage WPC80-løsning med det utstyret som ble brukt i dette forsøket, burde batcher på 8 dl (maks-volumet i feed-tanken) fryses ned etter pasteurisering og fett fjerning. Da kunne man tatt de ferdig tilmålte flaskene ut av fryseren og latt de tine over natten og filtrert med en konsentrasjonsfaktor på ca. 15. Etter å ha gjort dette 8-16 ganger kunne disse små volumene slås sammen og brukes videre. Det er viktig å huske at myse og myseproteinkonsentrat er veldig lett bederverlig og er gode medium for mikroorganismer å formere seg i.

Det er mulig å kjøle ned feed-tanken på apparatet under prosessen. Det kan undersøkes hvor kaldt man kan få det ved å gjøre dette, og om det påvirker den mikrobiologiske kvaliteten på det ferdige produktet. Da kan man også se om en endring i temperatur påvirker fluxen i vesentlig grad.

Hvis man skulle skalert opp produksjonen, måtte man funnet en egnet måte å male opp de frysetørkede platene, ettersom morter og støter ikke er egnet til å håndtere store volum. Produsenten kunne eventuelt pakket og sendt de ferdige platene og overlatt alt av videre prosessering til mottakeren.

For å finne ut mer av hvordan prøver med samme komposisjon av tørrstoff, men med ulikt vanninnhold kan påvirke produksjonen kan man: 1- analysere teksturen på de frysetørkede platene. 2- undersøke rehydreringsevnen til de ferdige pulver-prøvene. 3- undersøke tørkekinetikken under tørkeprosessen.

En vesentlig forskjell på spraytørking og vakuumfrysetørking er tørketemperaturen. Med overvåkning av tørkeparameterne blir det forhåpentligvis sjeldent at mysepulver brenner seg ved kommersiell produksjon av WPC80, selv om det er en sjanse for at det skjer. Det er fortsatt mulig at proteinene i det frysetørkede pulveret er mindre denaturert enn de i det spraytørkede pulveret. Det ble ikke anledning til å teste dette, selv om det kanskje er det mest interessante aspektet ved vakuumfrysetørking av WPC80-løsning. Det kunne blitt undersøkt ved å kjøre High-performance liquid chromatography (HPLC) for å finne native proteiner i det forskjellige pulverne og sammenligne resultatet med det totale proteininnholdet.

Det er også mulig å foreta videre analyser av tørkekinetikken, for eksempel ved å endre tykkelsen/mengden løsning, eller ved å måle vannaktiviteten i stedet for vekt. Man må også sammenligne tid og utbytte for å optimalisere prosessen.

5 Konklusjon

Målet om å lage egenprodusert WPC80 ble ikke nådd, men det var fortsatt et WPC ettersom WPC35 også er innbefattet i begrepet WPC, og det som ble produsert i dette forsøket hadde et proteininnhold på 38,4 %. Selv om det å lage WPC80 med det utstyret som ble brukt i dette prosjektet virker å være mulig, ville det tatt langt tid og må planlegges nøye, spesielt med tanke på mikrobiologisk kvalitet.

WPC80-løsningen kan godt oppkonsentreres til det har et tørrstoffinnhold på 46 % med revers osmose-filtrering. Hvorvidt dette innvirker tørkekinetikken har ikke blitt undersøkt, men det er fortsatt mulig å frysetørke det med et så høyt tørrstoffinnhold.

Løseligheten til WPC80 er fortsatt svært høy (SI 99,1%) om det vakuumfrysetørkes i stedet for å spraytørkes. Det er noe usikkert hva det er som gjør at resultatet ble noe lavere enn for det spraytørkede pulveret, men det kan være avhengig av hvordan det prosesseres etter selve tørkingen.

Ved m_e har det frysetørkede produktet en vannaktivitet på 0,03. Altså er det ikke nødvendig å tørke produktet helt til m_e for å få et produkt med vannaktivitet $<0,65$.

Et 0,4 cm tykt lag med WPC80 brukte ca. 9 timer på å nå m_e , videre forsøk må gjøres for å finne en optimal tørkeprosess.

Med bakgrunn i dette forsøket kan det ikke konkluderes med at vakuumfrysetørking er en mer gunstig måte å tørke WPC på enn spraytørking. Mer forskning er nødvendig for å få klarhet i dette. Det er mulig at vakuumfrysetørket WPC for eksempel har mer native myseproteiner i forhold til det spraytørkede og derfor kan gi andre egenskaper.

Litteraturliste

Anandharamakrishnan C (2017) *Handbook of Drying for Dairy Products* John Wiley & Sons ISBN 9781118930502

Ballhaus M og Nordbø R (2018) *Ysting* Fagbokforlaget ISBN 978-82-11-02618-7

Berk Z (2013) *Food Process Engineering and Technology* 2. utg. Elsevier Science ISBN 978-0-12-415923-5

Bhattacharya S (2014) *Conventional and Advanced Food Processing Technologies* 1. utg. John Wiley & Sons ISBN 9781118406311

Buchi (2013a) *Nitrogen & protein determination in dairy products* Application Note No. 102/2013

Buchi (2013b) *Nitrogen & protein determination in milk powder* Application Note No. 104/2013

Bylund & Systems (2003) *Dairy Processing Handbook* 2. utg Teknotext AB ISBN 91-631-3427-6

Cozzolino, D. (2014). Infrared spectroscopy : theory, developments and applications. In Chemistry research and applications series.

Doymaz I (2014) *Drying Kinetics and Rehydration Characteristics of Convective Hot-Air Dried White Button Mushroom Slices* Journal of Chemistry 2014 s. 3

E. Waagner Nielsen og Ullum A. Jens (1995) *Mejerilære I* Erhvervsskolernes forlag ISBN 87-7510-536-5

Ellab A/S (2018) *The Freeze Drying Theory and Process* [ellab.com]

[https://www.ellab.com/Files/Files/White-Papers/The-Freeze-Drying-Theory-and-Process_ellab-whitepaper.pdf] [Lastet ned 18.03.19]

Fang Z og Bhandari B (2012) *Spray drying, freeze drying and related processes for food ingredient and nutraceutical encapsulation I*: N Garti og DJ McClements (red.) *Encapsulation Technologies and Delivery Systems for Food Ingredients and Nutraceuticals* Woodhead Publishing Limited ISBN 978-0-85709-590-9

Fellows PJ (2017) *Food Processing Technology: Principles and Practice* 4. utg. Woodhead Publishing ISBN 978-0-08-100523-1

Foley, G. (2013a). *Membrane Filtration: A Problem Solving Approach with MATLAB* ® (Vol. 9781107028746). Cambridge: Cambridge University Press.

Foley, G. (2013b). *Membrane fouling*. Cambridge: Cambridge University Press.

Kristoffersen J, Lønvik M og Larsen V (2015) *Brukermanual for MMS Triple System* Bacheloroppgave Fakultet for naturvitenskap Institutt for bioteknologi og matvitenskap Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet NTNU

Kumar, P., Sharma, N., Ranjan, R., Kumar, S., Bhat, Z., & Jeong, D. (2013). Perspective of Membrane Technology in Dairy Industry: A Review. *Asian Australas. J. Anim. Sci.*, 26(9), 1347-1358. doi:10.5713/ajas.2013.13082

Labconco Corporation (2007) *User's Manual FreeZone 6, 12 and 18 Liter Freeze Dry Systems*

Labolytic (u.å) Enterobacteriaceae [labolytic.no]
[<https://labolytic.no/aktuelt/enterobacteriaceae>] [Lastet ned 19.05.19]

Michailidis PA og Krokida MK (2015) *Drying and Dehydration Process in Food Preservation and Processing I: S Bhattacharya (red.) Conventional and Advanced Food Processing Technologies* John Wiley & Sons ISBN 9781118406311

Nofima (u.å) Måling av vannaktivitet [nofima.no]
[<https://www.nofima.no/filearchive/vannaktivitet.pdf>] [Lastet ned 19.04.19]

Ratti C (2013) *Freeze drying for food powder production I: B Bhandari, N Bansal, M Zhang og P Schuck (red.) Handbook of food powders* Woodhead Publishing Limited ISBN 978-0-85709-867-2

Roos YH, Furlong C og Potes N (2017) *Freezing and Freeze-Drying I: YH Roos og YD Livney (red.) Engineering Foods for Bioactives Stability and Delivery* Springer ISBN 978-1-4939-6595-3

Saravacos G og Kostaropoulos AE (2016) *Handbook of Food Processing Equipment 2. utg.* Springer ISBN 9783319250205

Schuck P, Jeantet R og Doivet A (2012) *Analytical Methods for Food and Dairy Powders* John Wiley & Sons ISBN 9781118307441

Tetra Pak (2019) *Dairy Processing Handbook* Kapittel 17 [dairyprocessinghandbook.com]
[Lastet ned 18.03.19]

Tine SA. (u.å.) <https://www.tine.no/partnerindustri/produkter/pulverprodukter>. (hentet 13.05.19)

Tsotsas E og Mujumdar AS (2014) *Modern Drying Technology* 5. utg. John Wiley & Sons
ISBN 9783527631711

Van 't Land CM (2011) *Drying in the Process Industry* 1. utg. John Wiley & Sons ISBN
9781118105849

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

Vedlegg

Oversikt over vedlegg:

Vedlegg 1: *Enterobacteriaceae*

Vedlegg 2: Vannaktivitet

Vedlegg 3: Kjeldahl

Vedlegg 4: Tørrstoff

Vedlegg 5: Løselighet

Vedlegg 6: Tørkekinetikk

Enterobacteriaceae*Tabell 1: Resultater fra enterobacteriaceae*

Prøve	Antall kim (kde/ml)					
	10^{-1}	10^{-2}	10^{-3}	10^{-4}	10^{-5}	10^{-6}
Fortynning						
Myse	0	0	0	-	-	-
MF Retentat	-	-	8	0	0	0
MF Permeat	0	0	0	-	-	-
WPC80-løsning	140	80	3	1	-	-
Egenprodusert WPC-løsning	-	-	OG	OG	OG	OG

Kimtallsberegninger**MF-retentat:**

$$\text{Antall kim} = \frac{8 \text{ kde/ml}}{10^{-3}} = 8000 \text{ kde/ml}$$

WPC80-løsning:

$$\text{Antall kim} = \frac{\frac{140 \text{ kde/ml}}{10^{-1}} + \frac{80 \text{ kde/ml}}{10^{-2}} + \frac{3 \text{ kde/ml}}{10^{-3}} + \frac{1 \text{ kde/ml}}{10^{-4}}}{4} = 5600 \text{ kde/ml}$$

Vannaktivitet

Tabell 2: Resultater fra vannaktivitetsmåling

Prøve	a_w		
Frysetørket WPC80	0,03		
WPC80-løsning	1,00		
Myse	1,00		
Avionisert vann (referanse)	1,00		
Frysetørket WPC80 etter 43 dager*	0,20	0,20	0,20

*3 paralleller som alle var like.

Kjeldahl

Beregninger av gjennomsnittlig proteininnhold:

$$\text{Myse: } \frac{(0,8881+0,8903+0,9136)\%}{3} \approx 0,9\%$$

$$\text{MF-permeat: } \frac{(0,348+0,367)\%}{2} \approx 0,4\%$$

$$\text{WPC80-løsning: } \frac{(23,895+24,687+24,829+27,204+25,242+25,364)\%}{6} \approx 25,2\%$$

$$\text{RO-filtrert WPC80-løsning: } \frac{(30,9347+31,1981+31,2913+32,7290+34,7400+33,9830)\%}{6} \approx 32,5\%$$

$$\text{Egenprodusert WPC: } \frac{(38,533+38,21)\%}{2} \approx 38,4\%$$

$$\text{Frysetørket WPC80: } \frac{(80,178+80,086+79,985)\%}{3} \approx 80,1\%$$

$$\text{Spraytørket WPC80: } \frac{(77,307+77,619+77,791)\%}{3} \approx 77,6\%$$

Tørrstoff

Tabell 3: Vekt og tørrstoffinnhold i WPC80-løsning

WPC80-løsning	a	b	c
Vekt før	34,3776 g	44,1662 g	46,1054 g
Vekt etter	26,2894 g	37,2834 g	38,8284 g
Vekt skip	22,6564 g	34,0719 g	33,4647 g
Før u/skip	11,7212 g	10,0943 g	12,6407 g
Etter u/skip	3,6330 g	3,2115 g	5,3637 g
Tørrstoff	31,0 %	31,8 %	42,4 %
Referanse (NIR)	30,5%		

Tabell 4: Vekt og tørrstoffinnhold i spraytørket WPC80

Spraytørket WPC80	
Vekt før	5,2588 g
Vekt etter	5,0890 g
Vekt skip	1,8340 g
Før u/skip	3,4248 g
Etter u/skip	3,2550 g
Tørrstoff	95,0 %

Tabell 5: Vekt og tørrstoff i RO-filtrert WPC80

WPC80 konsentrert med RO (faktor 1,5)	
Vekt før	13,2098 g
Vekt etter	7,0990 g
Vekt skip	1,8426 g
Før u/skip	11,3672 g
Etter u/skip	5,2564 g
Tørrstoff	46,24 %
Referanse (NIR)	30,50 %
Økning i mengden tørrstoff	151,6 %

Løselighet

Tabell 6: Mengde sediment (ml) dannet i analysen for løselighetsegenskaper hos spraytørket og vakuumfrysetørket WPC80

	Parallell	Mengde sediment (ml)
Spraytørket WPC80	A	<<0,1
	B	<<0,1
	C	<<0,1
Vakuumfrysetørket WPC80	A	0,4
	B	0,2
	C	0,1

Gjennomsnittlige verdier:

Spraytørket WPC80: <<0,1

Vakuumfrysetørket WPC80: 0,23

I utgangspunktet er formelen for løselighetsindeks: $SI = 100 - [2 \times II]$

Ettersom mengden pulver er halvert må den endres til $SI = 100 - [4 \times II]$ i dette tilfellet.

Dermed blir SI 99,6% for spraytørket WPC80 og 99,1% for frysetørket WPC80

Tørkekinetikk

Vekt/MR

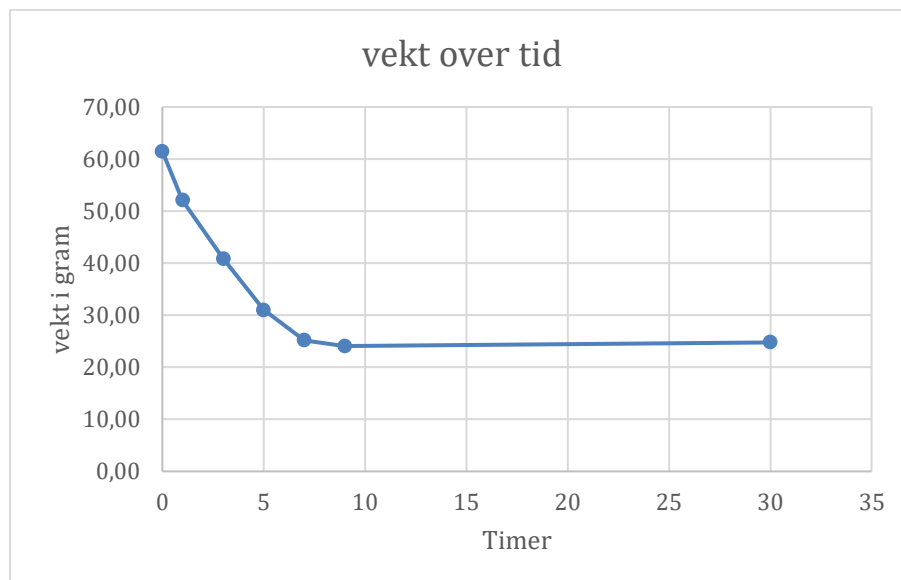
Tabell 7: Vekt- og MR-målinger som funksjon av tid (timer)

Timer	Vekt (g)	Vekt u/ logger (g)	MR
0	166,69	61,52	1,00
1	157,24	52,07	0,75
3	146,03	40,86	0,45
5	136,15	30,98	0,18
7	130,32	25,16	0,03
9	129,24	24,08	0,00
30	129,98	24,81	

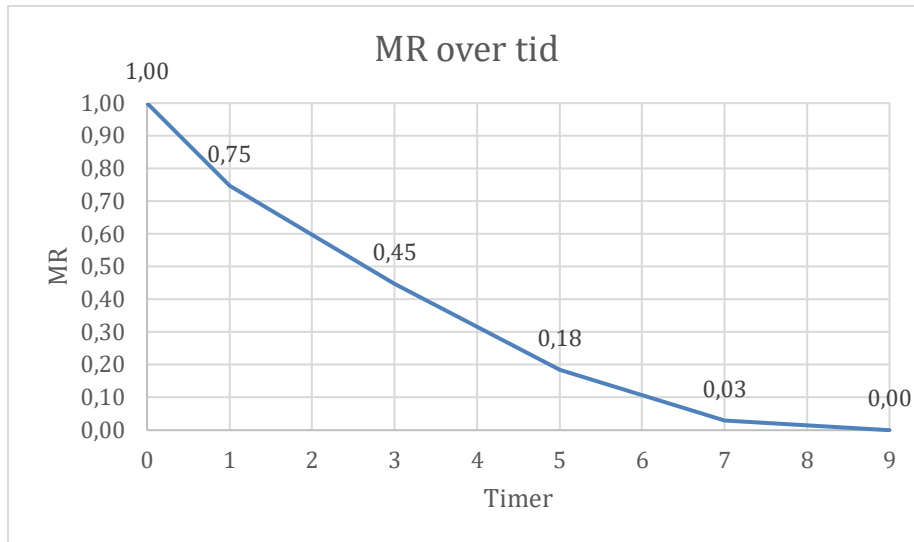
Vekt logger: 105,16

$$MR = \frac{m_t - m_e}{m_0 - m_e}$$

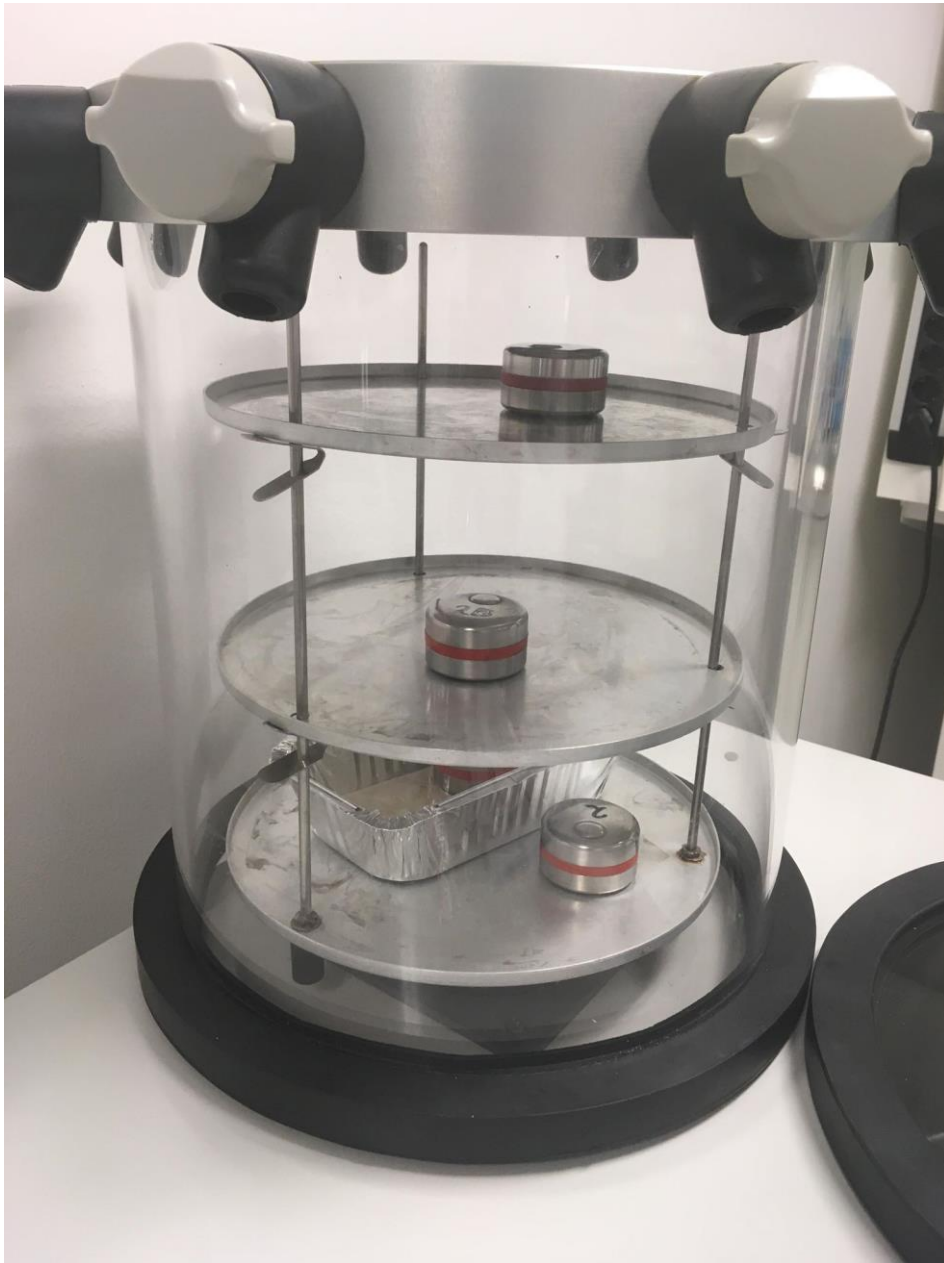
$$m_e = m_9$$



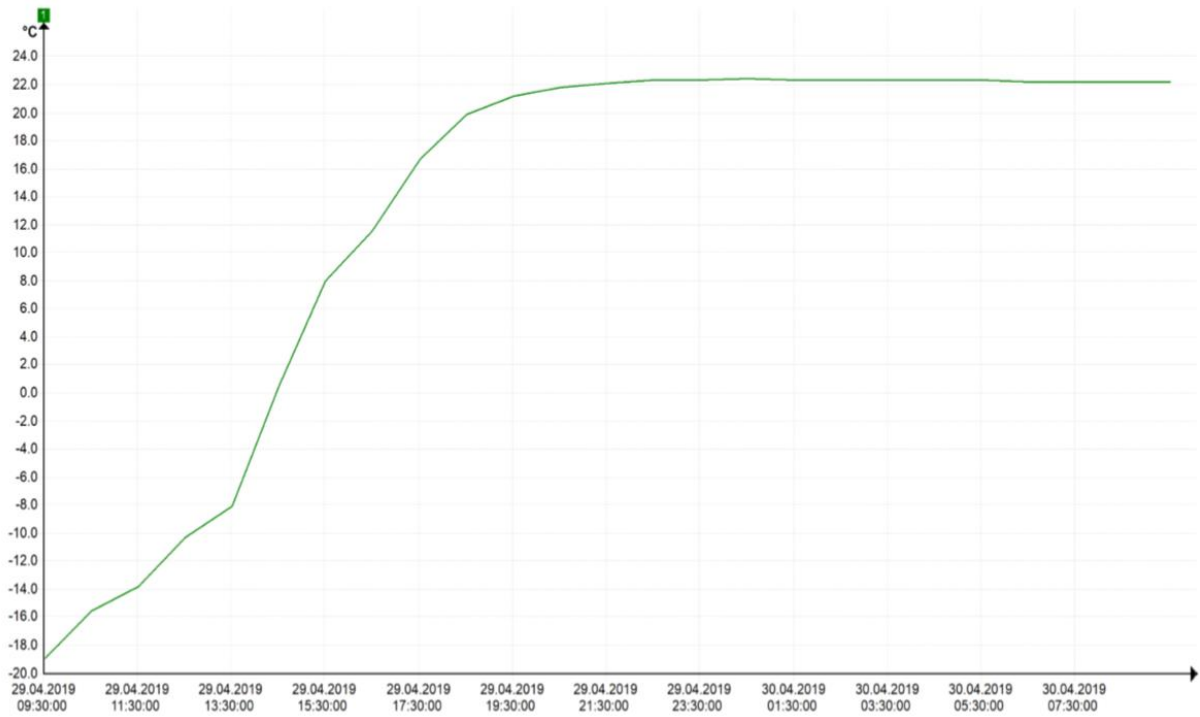
Figur 1: Produktets vektmedgang over tid i frysetørka



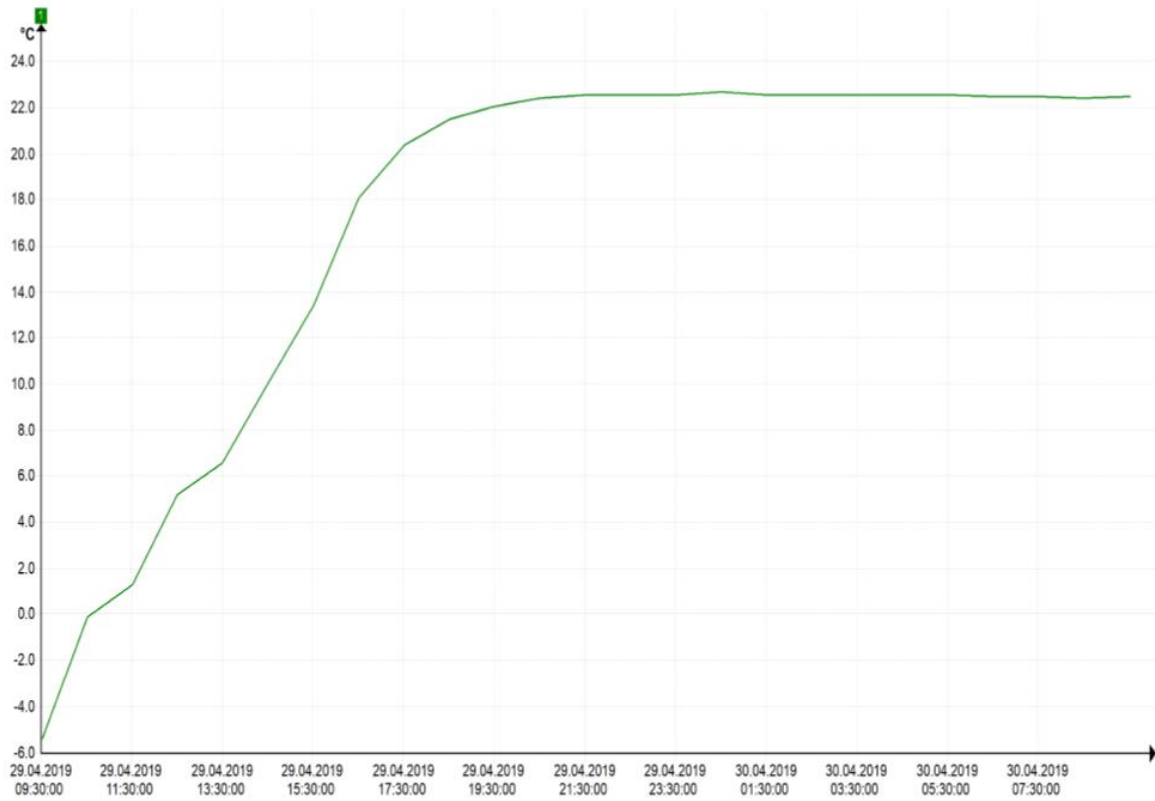
Figur 2: MR (vannforhold) i produktet over tid (i frysetørka)



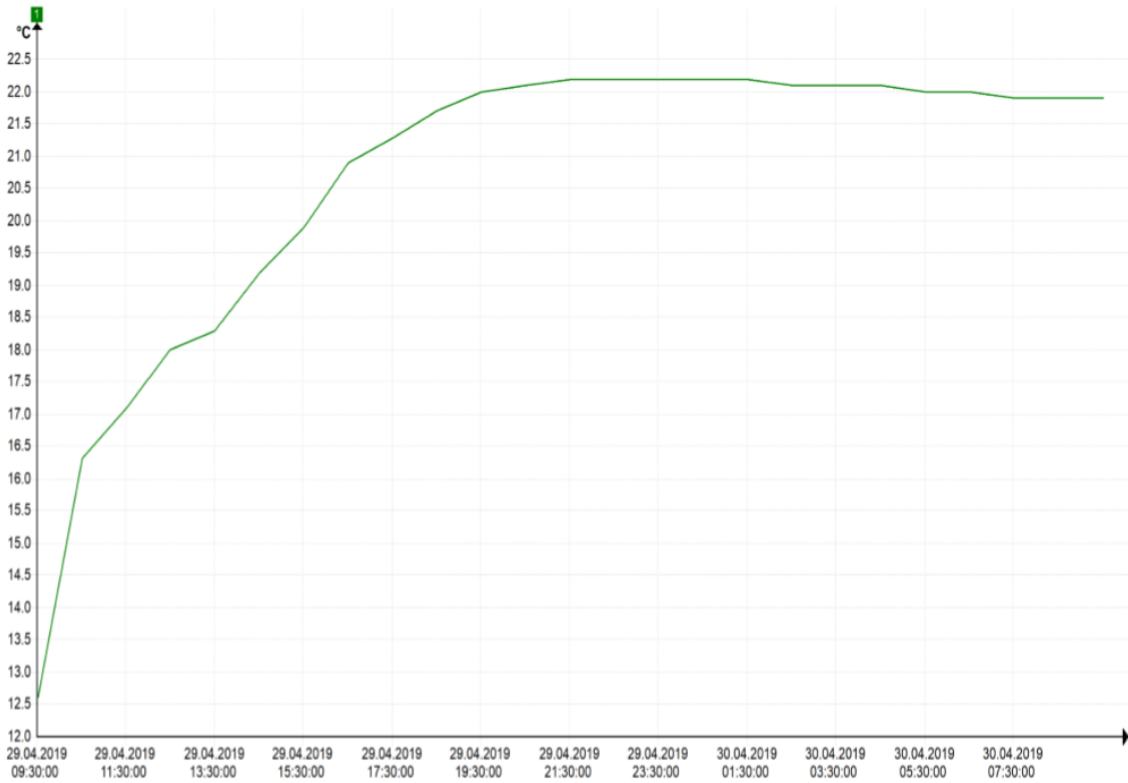
Figur 3: Plasseringen av temperaturloggere i kammeret på frysetørka.



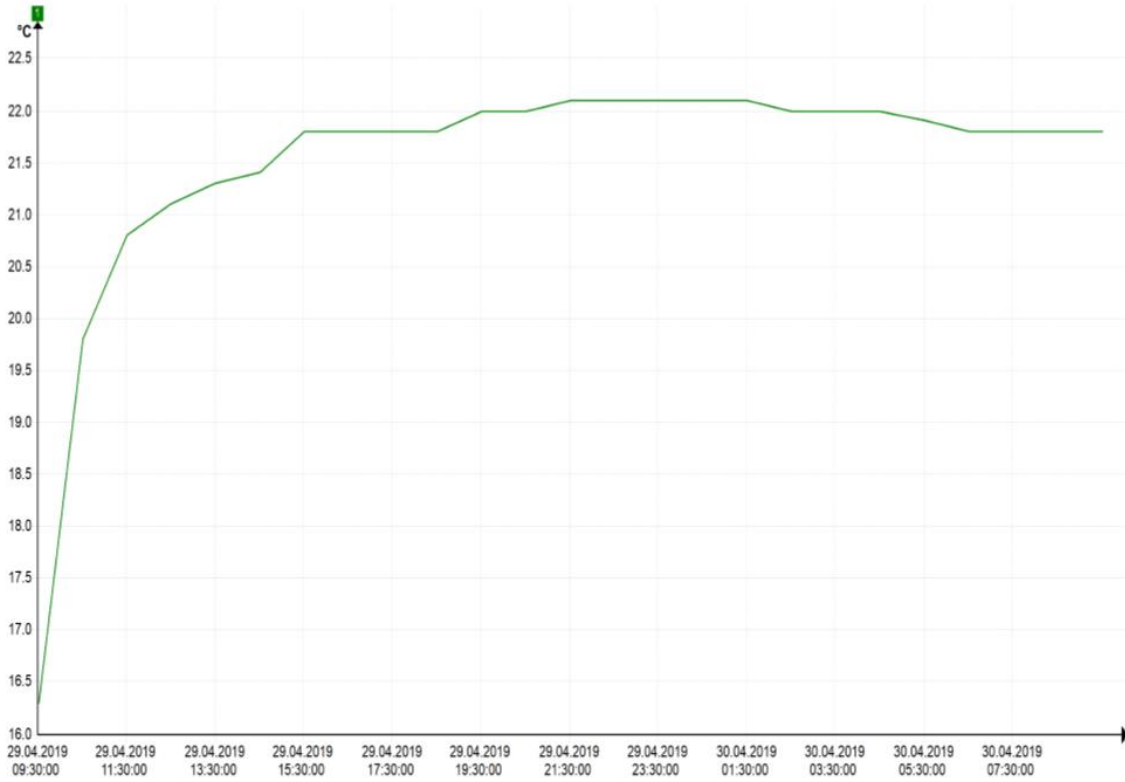
Figur 4: Logger 1 (oppå produktet i begeret)



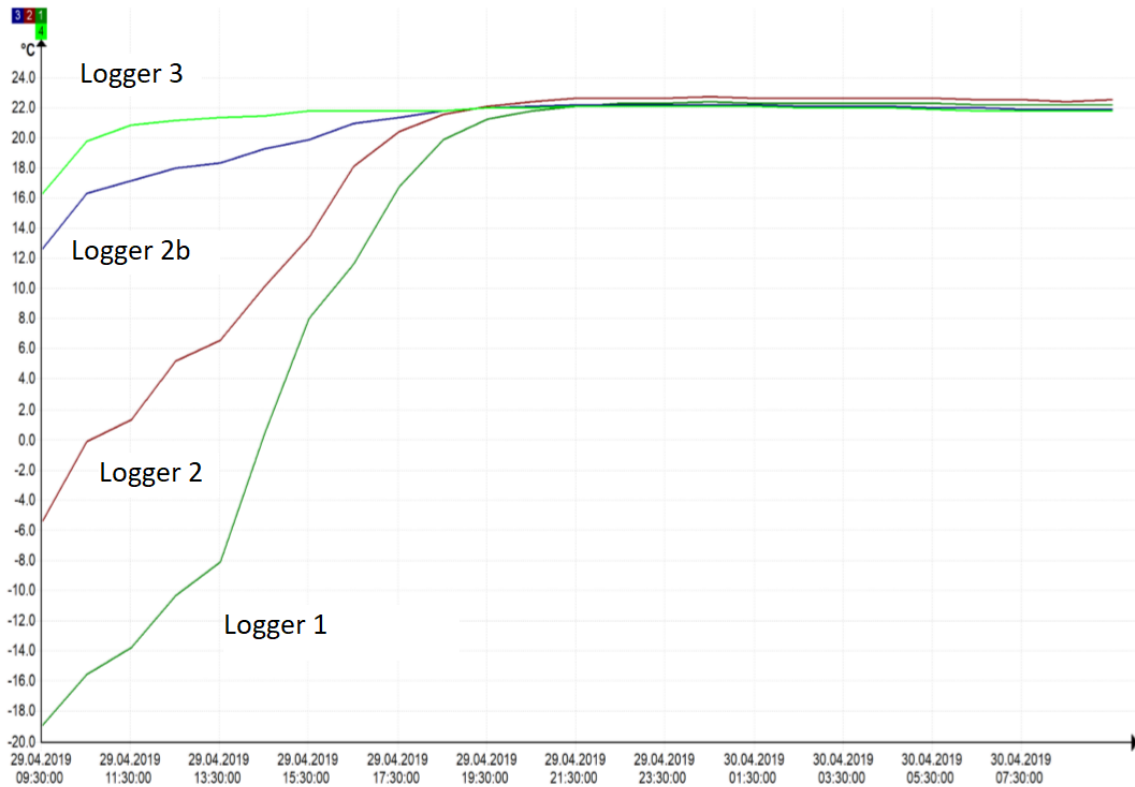
Figur 5: Logger 2 (ved siden av begeret)



Figur 6: Logger 2b (én hylle over prøven)



Figur 7: Logger 3 (to hyller over prøven)



Figur 8: Alle grafene sammen