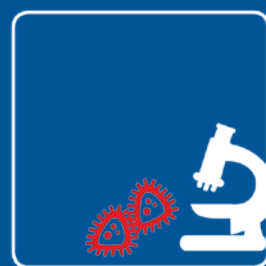


SLUTRAPPORT

NR. 2011-107

# Synerese i løbegeler: Forståelse og kvantificering





---

DATO: 23. marts 2011

**Slutrapport**

**for forsknings- og udviklingsprojekter med tilskud fra  
Innovationsloven**

---

**1. Projekttitle:**

Synerese i løbegeler: Forståelse og kvantificering

---

**2. FødevarerErhvervs j.nr.: 3414-05-01362**

---

**3. Ansøger** (titel, navn, adresse, tlf., fax. og e-mail):

Mejeribrugets ForskningsFond

Agro Food Park 15

8200 Århus N

Att. Kim Tram Sørensen

Tlf.: 3339 4479

e-mail: [kts@lf.dk](mailto:kts@lf.dk)

---

**4. Deltagende samarbejdsparter** (navn, adresse, tlf., fax., og e-mail):

KVL (nu KU-LIFE)

Institut for Fødevarervidenskab

Rolighedsvej 30

Tlf +45 3533 3212

Fax +45 3533 3190

[bbc@life.ku.dk](mailto:bbc@life.ku.dk)

Arla Foods amba

Sønderhøj 14

---

Alle relevante oplysninger **skal** fremgå af statusrapporten.

**Slutrapport samt publikationer og artikler mm. fra hele projektperioden sendes i ét eksemplar til:**

FødevarerErhverv

Udviklingsstøttekontoret

Nyropsgade 30

1780 København V

8260 Viby J  
Tlf +45 89 38 10 00  
Fax +45 86 28 16 91

---

**5. Kontaktpersoner** (titel, navn, adresse, tlf., fax. og e-mail. For hver deltagende institution er der er udpeget én kontaktperson):

Kim Tram Sørensen (oprindelig Søren R. Riber)  
Agro Food Park 15  
8200 Århus N  
Tlf.: 3339 4479  
e-mail: [kts@lf.dk](mailto:kts@lf.dk)

Professor Richard Ipsen  
KU-LIFE, Institut for Fødevarer videnskab  
Rolighedsvej 30  
Tlf: 3533 3225  
Fax: 3533 3190  
Email: [ri@life.ku.dk](mailto:ri@life.ku.dk)

Ulf Andersen (oprindelig Connie Benfeldt)  
Innovation Centre Brabrand  
Rørdrumvej 2  
8220 Brabrand  
Tlf +45 8746 6600  
Fax +45 8746 6688  
[ulf.andersen@arlafoods.com](mailto:ulf.andersen@arlafoods.com)

---

**6. Øvrige projektmedarbejdere** (titel, navn, adresse, tlf., fax., og e-mail):

Xiaolu Geng  
KU-LIFE, Institut for Fødevarer videnskab  
Rolighedsvej 30  
Tlf: 3533 3607  
Fax: 3533 3190  
Email: [xig@life.ku.dk](mailto:xig@life.ku.dk)

---

**7. Projektets start- og slutdato:**

**Start: 1 april 2006**

**Slut: 31 marts 2010**

---

## 8. Slutrapport: (maks. 4-6 sider)

### A. Sammendrag af projektets formål og af projektets indhold i henhold til den godkendte projektansøgning:

Syneresen er et af de mest grundlæggende elementer i al ostefremstilling, da den øver di-ekte indflydelse på den færdige osts vandindhold og pH. Projektet skal forøge den grundlæggende forståelse af syneresen og udvikle nye målemetoder til beskrivelse af forløbet af syneresen i industrielle ostningsprocesser. Det praktiske formål med projektet er at bidrage til en bedre styring af ostningsprocessen, og dermed muliggøre en mere konsistent og lønsom produktion.

### B. Projektets resultater og konklusion:

Kort sammendrag af projektets hovedresultater og konklusioner med henvisning til publikationer.

### C. Projektets faglige forløb:

Gennemgang af projektets forløb og opnåede resultater samt en vurdering af resultaterne i forhold til de oprindeligt opstillede projektplan og milepæle. Der bør tillige være en vurdering af opfyldelse af budget.

Delfaser og milepæle i projektet:

- A. Implementering af målinger af synerese ved hjælp af sporstof metoden til online registrering af synerese i en model ostetank med kontrolleret omrøring.

*Det viste sig vanskeligt under projektet at få sporstofmetoden til at virke med de koncentrationer af Dextran Blue der var angivet i litteraturen. Metoden blev afprøvet i mindre skala (6 kg) i et specialudviklet ostekar ved forskellige koncentrationer. Andre sporstoffer end Dextran Blue blev også afprøvet, primært for at finde et alternativ der ikke farver mælken. Dog uden succes.*

*Det tog meget lang tid at få udviklet og ombygget et specialudviklet ostekar (kapacitet 50-60 liter mælk) med mulighed for påsætning af sensorer mv, men sporstofmetoden blev afprøvet som referencemetode. Den kan ikke anvendes industrielt, idet sporstoffet farver mælken blå.*

- B. Anvendelse og udvikling af reologiske målinger (store og små deformationer) på ostekorn og koagel under omrøring (shear) så vel som i kompression.

*En metode hvor energien under omrøring blev registreret under syneresen blev udviklet og afprøvet. Det vist sig dog at den ikke var følsom nok til at registrere de ændringer der sker under selve syneresen. Metoder til kompression er blevet udviklet i forbindelse med målinger af synerese udført på enkelte ostekorn.*

- C. Udvikling, konstruktion eller anskaffelse af udstyr til det konfokale laser skanning mikroskop (CLSM) således at direkte observation af ostekorn under defineret, kontrolleret deformation er mulig i kompression

*Efter en del diskussion i projektets styregruppe gik man bort fra anvendelse af CLSM, og der blev i stedet udviklet og specialbygget et velfungerende system til at følge*

*syneresen i enkelte ostekorn under mekanisk deformation (kompression). Metoden er principielt meget enkel, og et digitalt kamera eller et stereomikroskop kan anvendes til at indhente information dels om syneresens omfang, dels om strukturelle ændringer i ostekornene. En artikel (proceedings) der beskriver metoden er blevet udarbejdet og publiceret.*

- D. Planlægning og udførelse af eksperimenter med henblik på at modellere syneresens kinetik under omrøring og med definerede deformationer.

*Disse forsøg blev vanskeliggjort af, at det ikke har været muligt at etablere en metode til at kvantificere syneresen i et ostekar med en kapacitet (50-60 l) der kunne simulere industrielle forhold med hensyn til omrøring mv. En del spektroskopiske metoder er blevet afprøvet (NIR, fluorescens) og desuden er der gjort en række forsøg med direkte at følge ostekornenes ændringer med video. Intet af dette gav dog brugbare, reproducerbare resultater i forhold til kvantificering af kinetikken.*

- E. Følge syneresen med NMR på ostekorn i forsøg, hvor parameternes varieres i henhold til tidligere opnåede resultater.

*Der er dog blevet udført en række forsøg med målinger af syneresen i modelsystemer ved hjælp af NMR under forskellige betingelser (gelstyrke ved skæring, temperatur og pH). Arbejdet blev udført i tæt samarbejde med faggruppen for Kvalitet og Teknologi. IFV, LIFE, og har resulteret i en videnskabelig artikel der er publiceret. Ud over dette er der udført forsøg med Videometer ved forskellig temperatur for at undersøge metodens egnethed til kvantificering af synerese og karakterisering af ostekorn under syneresen.*

- F. Observation og kvantificering af syneresen ved hjælp af CLSM og kontrollerede deformationer.

*Det system der blev udviklet (se under pkt C) er blevet anvendt til at følge syneresen under forskellige betingelser (temperatur og kontrollerede deformationer). En artikel er blevet udarbejdet og accepteret til publikation på basis af dette arbejde, og flere er planlagt.*

- G. Opstil og afprøv opstillede hypoteser om mekanismen bag syneresen

*De udførte forsøg desværre ikke har desværre ikke ført til brugbare data der kan anvendes til en kinetisk beskrivelse af syneresen. Der er dog opnået en unik indsigt i, hvorledes mekanisk deformation påvirker syneresen af enkelte ostekorn, især da data er blevet kombineret med transmissions elektronmikroskopi (TEM) af de enkelte ostekorn. Der har blandt andet vist sig at frekvensen for den mekaniske deformation påvirker mikrostrukturen i ostekornene markant og dermed også syneresen. Samtidigt er det vist at det ikke er således at øget frekvens for deformationen nødvendigvis betyder øget synerese, idet proteinaggregaternes morfologi inde i de enkelte ostekorn yder en betydningsfuld påvirkning. Denne morfologi er kompleks og blandt andet styret af intervallet mellem deformationen.*

- H. Analyser data der kvantificere syneresen og data fra NMR i modelforsøg og opstil en

prediktiv model der kan kvantificere hvordan forskellige proces betingelser har indflydelse på syneresen under betingelser der er så tæt på reel produktion som muligt.

*Som nævnt ovenfor har de udførte forsøg desværre ikke har desværre ikke ført til brugbare data der kan anvendes til en kinetisk beskrivelse af syneresen. Det lykkedes ikke at få anvendelige data fra den specialkonstruerede ostetank (50-60 kg skala), ej heller fra det 6 kg-system til laboratorieforsøg vi havde konstrueret. Vi har dog lavet kinetisk modellering af data fra Videometerforsøgene og set interessante tegn på at syneresen i ostekorn (uden mekanisk påvirkning) foregår som en todelt proces.*

- I. Udfør fuld skala (eller pilot skala) forsøg på et produktionssted (f.eks. Arla Foods Innovation) for at afprøve modellen.

*Dette har ikke være relevant, jf ovenfor.*

- J. Tilpas modellen med henblik på anvendelse i praktisk ostefremstilling.

*Dette har ikke være relevant, jf ovenfor.*

**D. For samarbejdsprojekter med flere projektparter redegøres yderligere for:**

Samarbejdsrelationer:

*Der har været et udmærket og velfungerende samarbejde mellem de involverede projektpartnere og de ændringer projektet har undergået undervejs er foretaget i enighed partnerne imellem.*

*Projektet har været en del af Styregruppen for Teknologi under Mejeribrugets Forskningsfond og er blevet diskuteret og fulgt op på de halvårige møder. Specielt har der været et velfungerende og konstruktivt samarbejde med projektet 'PAT i mejeriindustrien' med Frans van den Berg fra Kvalitet og Teknologi, KU-LIFE som projektleder. Dette samarbejde har bl.a. ført til planlægning af fælles forsøg, deling af udstyr og fælles publicering.*

Opfyldelse af økonomiske tilsagn:

*All parter har opfyldt deres økonomiske tilsagn og forpligtelser. På grund af afvigelser i projektets faglige forløb har der været afvigelser fra det oprindeligt planlagte budget: På KU-LIFE har der været en del afvigelser der dels skyldes at den oprindelige ansatte post.doc fandt andet arbejde, samt at det ansøgte udstyr blev revurderet og der blev anskaffet en række alternativer.*

*For Arla Foods vedkommende har der, da det som ovenfor nævnt ikke var muligt at udvikle en model for syneresens kinetik under betingelser, der svarer til pilot- eller storskala ostefremstilling, ikke blevet udført ostningsforsøg. I stedet blev ressourcerne brugt på aftenstning af analysemetoder i laboratorieskala, primært med Videometer- og NMR-instrumenterne.*

**E. Vurdering af projektets erhvervs- og samfundsmæssige betydning:**

*Der er blevet opbygget meget værdifuld kompetence hos deltagerne, på trods af, at det ikke er lykkedes af leve op til alle projektets mål. Specifikt er der udviklet nye målemetoder til synerese af enkelte ostekorn med/uden mekanisk deformation samt til*

*NMR måling af syneresen.*

*Resultaternes har stor videnskabelige betydning idet det for første gang er blevet vist hvordan mekanisk deformation af ostekorn under ostningsprocessen påvirker ikke blot syneresen, men også morfologien af proteinaggregaterne i ostekornene, der har stor direkte indflydelse på syneresens omfang. Der er også interessante tegn på at kinetikken af syneresen ikke så helt så enkelt som hidtil antaget, idet modellering af data fra Videometer tyder på en to-trins proces.*

*Det er desuden væsentligt at påpege at der er afprøvet mange metoder i forsøg på direkte at kvantificerer syneresen under industrielle forhold. Det er ikke lykkedes, men der er høstet megen værdifuld erfaring der kan anvendes fremover til planlægning og udførelse af nye projekter. En hel del udstyr er også blevet specialudviklet under projektet og dette udstyr vil være til rådighed for fremtidige projekter. Således er det allerede planlagt at fortsætte undersøgelserne af syneresen af ostekorn under mekanisk deformation. De er hidtil udført på skummetmælk, men vi vil nu lave tilsvarende forsøg på fedtholdig mælk i forbindelse med ophold af en gæstestuderende.*

#### **F. For forskningsprojekter suppleres med:**

- Redegørelse for nationale og internationale samarbejdsrelationer til offentlige og private forskningsmiljøer, erhverv m.m.

*Som anført ovenfor har projektet har været en del at Styregruppen for Teknologi under Mejeribrugets Forskningsfond og er blevet diskuteret og fulgt op på de halvårslige møder. Specielt har der været et velfungerende og konstruktivt samarbejde med projektet 'PAT i mejeriindustrien' med Frans van den Berg fra Kvalitet og Teknologi, KU-LIFE som projektleder. Dette samarbejde har bl.a. ført til planlægning af fælles forsøg, deling af udstyr og fælles publicering.*

*Der har desuden under projektet være kontakt til Lunds Universitet (Professor Petr Dejmeek) der har bidraget med værdifuldt input.*

*Der har ikke i forbindelse med projektet været nogen forskeruddannelse, ej heller gæsteforskere eller udstationering*

- Et resume på engelsk (maks. 1 A4-side).

*Se bilag 1*

#### **G. Redegørelse for projektets perspektiver:**

Redegørelse om forventningerne til det udviklede produkt herunder for eventuelle økonomiske forventninger, f.eks. om der forventes påbegyndt en egentlig produktion af det udviklede produkt eller påbegyndt en generel markedsføringsindsats.

*Projektet har været et forskningsprojekt og der er ikke basis for udvikling af et produkt eller en metode.*

#### **H. Projektets økonomiske forløb:**

- Er der afvigelser i forhold til de opstillede budgetter?

*Der har været en del afvigelser der dels skyldes at den oprindelige ansatte post.doc fandt andet arbejde, samt at det ansøgte udstyr blev revurderet og der blev anskaffet en række alternativer. Alle ændringer er blevet diskuteret i projektets styregruppe og er godkendte af DFFE. En konsekvens af omlægninger i budgettet var blandt andet at projektet blev forlænget til 31/3 2010.*

*For Arlas vedkommende har der ligeledes været en vis afvigelse fra det oprindelige budget, hvilket skyldes, at de tids- og omkostningskrævende ostningsforsøg blev erstattet af metodeimplementering i laboratorieskala*

## **I. Liste over publikationer mm., der er et direkte resultat af projektet:**

Artikler i internationalt anerkendte tidsskrifter:

Hansen, C.L. Rinnan, Å, Engelsen S.B., Janhøj, T. Micklander, E., Andersen, U. & Van den Gerg, F 2010 *Effect of Gel Firmness at Cutting Time, pH, and Temperature on Rennet Coagulation and Syneresis: An in situ 1H NMR Relaxation Study* J. Agric. Food Chem. **58**, 513–519

Geng, X.L., van den Berg, F.W.L., Bager, A.N. & Ipsen, R. 2011 *Dynamic visualization and microstructure of syneresis of cheese curd during mechanical treatment* International Dairy Journal, accepted

Herudover forventes 1-2 yderligere artikler at kunne blive publiceret baseret på de opnåede resultater i projektet.

Indlæg ved kongresser, publiceret i proceedings:

Geng, X., Ipsen, R., Nielsen, A. and Janhøj, T. 2009 *Dynamic visualization of syneresis of cheese curd during mechanical treatment* in Proceedings of the 5th International Symposium on Food Rheology and Structure, Zürich, CH, 15-18.06.2009, pg 718

X. Geng, A. Nielsen, F.W.J. van den Berg, R. Ipsen 2010 *Effect of mechanical treatment on syneresis of cheese curd* in Extended Abstracts from IDF Symposium on Microstructure of Dairy Products, Tromsø, Norway 9–11.06.2010, pg 19-20

Mundtlige indlæg:

X. Geng, A. Nielsen, T. Janhøj, F.W.J. van den Berg, **R. Ipsen**, Effect of mechanical treatment on syneresis of cheese curd. Oral presentation at IDF's Symposium on Dairy Microstructure in Tromsø, June 2010.



## J. Uddybende beskrivelse af projektets forløb og opnåede resultater (maks. 5 A4-sider):

I forbindelse med etablering af en reference metode til kvantificering af syneresen under forskellige betingelser, blev der udført en række forsøg i forskellig skala (laboratorieskala (100 ml), modelostekar (6 kg) og pilotskala (50-60 kg)). Resultaterne viste dels at den normalt anvendte metode, hvor blå dextran anvendes som sporstof, udviste en del problemer ved de koncentrationer der er angivet i litteraturen, dels at der ikke umiddelbart kunne findes anvendelige alternativer. I resten af projektet blev der derfor anvendt en lavere koncentration af blå dextran ved udførte referenceforsøg.

For at kunne studere syneresen under mekanisk deformation, dvs. opnå en øget forståelse af, hvad f.eks. omrøringen intensitet betyder under ostefremstillingen, er der blevet udviklet et modelsystem, hvor et enkelt ostekorn kan deformeres og syneresen kvantificeres. Systemet er vist i figur 1. De anvendte ostekorn blev fremstillet efter en standardiseret metode og havde samme gelstyrke ved starten af de påførte deformationer.

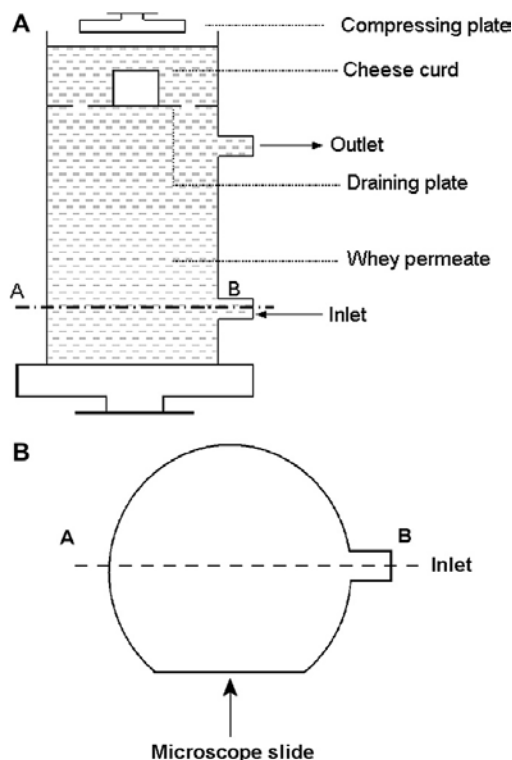


Fig. 1. Front view of the circulation system (panel a) and a horizontal cut-away view of the glassware (panel b). Points A and B in panel a correspond to points A and B in panel b. The whey permeate enters via the inlet of the lower part of the glassware and leaves via the outlet of the upper part. The velocity is constantly controlled by a pump that keeps the level of whey permeate at a constant level. The cheese curd is placed on the draining plate and submerged in permeate.

Der er blevet udført en række forsøg med systemet. For at undersøge reproducerbarhed og relation til tidligere udførte forsøg blev temperaturen varieret (32°C, 36°C, 40°C). De opnåede resultater viste at det udviklede system var meget velegnet til at undersøge syneresen af enkelte ostekorn, og en række forsøg med mekanisk påvirkning ved konstant temperatur blev gennemført. Kompressionskraften blev holdt konstant på 0,2 N, men intervallet mellem deformationerne blev varieret (fra 2.5 min mellem kompressionerne op til 15 min) for at simulere omrøringen under ostningsprocessen.

Vores resultater har givet en unik indsigt i, hvorledes mekanisk deformation påvirker syneresen af enkelte ostekorn, især da data er blevet kombineret med transmissions elektronmikroskopi (TEM) af de enkelte ostekorn. Dette blev iværksat for at undersøge sammenhængen mellem den observerede synerese og ostekornenes indre struktur der viste sig at have meget stor betydning for syneresen. Det har blandt andet vist sig at frekvensen for den mekaniske deformation påvirker mikrostrukturen i ostekornene markant og dermed også syneresen. Samtidigt er det vist at det ikke er således at øget frekvens for deformationen nødvendigvis betyder øget synerese, idet proteinaggregaternes morfologi inde i de enkelte ostekorn yder en betydningsfuld påvirkning. Denne morfologi er kompleks og blandt andet styret af intervallet mellem deformationen. Resultaterne er rapporteret i Geng et al, 2011.

Det har også vist sig at ostekornenes relaxsation efter den påførte deformation afhænger af intervallet mellem kompressionerne samt at det er muligt at følge dannelsen af revner (micro-fractures) i ostekorn under kompression. Disse resultater afventer nærmere analyse.

Vi har desuden undersøgt anvendeligheden af udstyret VideometerLab til analyse af synerese. Der blev taget billeder ved 18 forskellige bølgelængder af enkelte ostekorn ved konstant temperatur og uden deformation. Temperatur og fedt% i mælken blev varieret og billederne blev analyseret. Ud fra disse analyser har vi set tegn på at syneresen ikke følger en simple førsteordens kinetik, men består af to separate faser.

NMR-målinger på løbegeler under synerese er også gennemført. Ved disse forsøg blev syneresen induceret *in situ* i NMR-udstyret, ved at penetrere løbegelen med en polycarbonat-kniv. Syneresen blev induceret ved forud definerede gelfastheder, målt på et multikanalreometer, ReoRox. NMR-data blev behandlet med multivariat statistik (PowerSlicing), hvorved vi har identificeret tre vandkomponenter før skæring mod to før. Der ses interessante ændringer i disse vandkomponenter omkring og efter skæring. Resultaterne er rapporteret i Hansen et al, 2010.

En lang række forsøg er blevet udført med henblik på at udvikle en metode til at følge og kvantificere syneresen under forhold der modsvarer en industriel ostningsproces.

Ostningsudstyr i laboratorieskala (6 liter) med måling af drejningsmoment på omrører blev udviklet og indkørt, men viste sig ikke at være nøjagtigt nok. Ostningsudstyr i pilotskala (50 liter) med PLC-styring forsynet med interfaces til måleudstyr (skueglas) blev designet, konstrueret og indkørt. En række problemer med nedskaleringen skulle løses. Blandt andet skulle omrøringen gøres mere effektiv (pga. den lavere lineære hastighed, sammenlignet med et kommercielt ostekar), uden at miste for meget snus i vallen. På grund af tankvæggens og varmemediets høje varmekapacitet sammenlignet med mælkens, har det været nødvendigt at installere modkøling med isvand for at undgå temperaturgradienter, f.eks. under løbningen, hvor tankindholdet ikke omrøres. Direkte imaging gennem skueglas i ostetank gav problemer med belysning som blev løst ved at frembringe en diffus belysning der samtidigt var tilstrækkeligt stærk. Til slut i projektet blev der udført en række forsøg i model ostetanken med modelostekorn (10%) fremstille af polystyren i en opløsning med 2.7% salt, 0.1mg/100g riboflavin og 0.5% kaffebløde (9%fedt). Der blev opsamlet video fra kameraer placeret i forskellig højde i ostekarret, men nærmere analyse af disse data har vist at der er lang vej endnu inden metoden kan anvendes til monitorering af synerese. Forsøg udført med andre typer af dataopsamling (NIR, fluorescens spektre) har heller ikke vist sig at være brugbare.

Projektets resultater har samlet stor videnskabelige betydning idet det for første gang er blevet vist hvordan mekanisk deformation af ostekorn under ostningsprocessen påvirker ikke blot syneresen, men også morfologien af proteinaggregaterne i ostekornene, der har stor direkte indflydelse på syneresens omfang. Der er også interessante tegn på at kinetikken af syneresen ikke så helt så enkelt som hidtil antaget. Det er desuden væsentligt at påpege at der er afprøvet mange metoder i forsøg på direkte at kvantificerer syneresen under industrielle forhold. Det er ikke lykkedes, men der er høstet megen værdifuld erfaring der kan anvendes fremover til planlægning og udførelse af nye projekter. En hel del udstyr er også blevet specialudviklet under projektet og dette udstyr vil være til rådighed for fremtidige projekter. Således er det allerede planlagt at fortsætte undersøgelserne af syneresen af ostekorn under mekanisk deformation.

---

**9. Underskrifter og dato** (suppleret med navn, titel og institution/virksomhed i blokbogstaver):

Kim Tram Sørensen, Mejeribrugets ForskningsFond

\_\_\_\_\_ den \_\_\_\_\_

Professor Richard Ipsen, KU-Life

\_\_\_\_\_ den \_\_\_\_\_

Ulf Andersen, Arla Foods

\_\_\_\_\_ den \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_ den \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_