

Strukturstabilität von Rahm und Rührjoghurt im Prozess

vorgelegt von
Diplom-Ingenieur
Saskia Schwermann

Von der Fakultät III - Prozesswissenschaften
der Technischen Universität Berlin
zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor der Ingenieurwissenschaften
-Dr.-Ing.-

genehmigte Dissertation

Promotionsausschuss:
Vorsitzender: Prof. Dr.-Ing. Eckhard Flöter
Gutachter: Prof. Dr. sc. techn. Bernhard Senge
Gutachter: Prof. Dr.-Ing. Britta Rademacher
Gutachter: Prof. Dr.-Ing. Ulrich Hülsen

Tag der wissenschaftlichen Aussprache: 24.10.2012

Berlin 2013
D 83

Berichte aus der Lebensmitteltechnologie

Saskia Schwermann

**Strukturstabilität von Rahm
und Rührjoghurt im Prozess**

D 83 (Diss. TU Berlin)

Shaker Verlag
Aachen 2013

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Zugl.: Berlin, Techn. Univ., Diss., 2012

Copyright Shaker Verlag 2013

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8440-1624-6

ISSN 1614-273X

Shaker Verlag GmbH • Postfach 101818 • 52018 Aachen

Telefon: 02407 / 95 96 - 0 • Telefax: 02407 / 95 96 - 9

Internet: www.shaker.de • E-Mail: info@shaker.de

Eidesstattliche Erklärung

Hiermit versichere ich an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig unter Verwendung der angegebenen Literatur bzw. Hilfsmittel angefertigt habe.

Isernhagen, 24.09.2012

Saskia Schwermann

Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand in der Zeit von 2009 bis 2012 auf Anregung von Herrn Prof. Dr. sc. techn. B. Senge an der Technischen Universität in Berlin im Fachgebiet der Lebensmittelrheologie. Hiermit möchte ich mich bei Herrn Professor Senge bedanken, da er durch seine Ideen, Anregungen und Unterstützung diese Arbeit sehr gefördert hat.

Ich danke Frau Prof. Dr. Ing. B. Rademacher und Herrn Prof. Dr. Ing. U. Hülsen für die Übernahme des Koreferates.

Ein ganz besonderer Dank gilt dem Projektteam, insbesondere Frau B. Meier-Dinkel für die Unterstützung zur Durchführung der vielen und langandauernden Rahm- und Joghurtversuche. Außerdem möchte ich mich bei Frau A. Alicadic, Herrn C. Mohr, Herrn M. Derner, Herrn A. Göwert und Frau M. Stüwe für die Hilfe bei der Durchführung der Versuche an der Pilotanlage bedanken.

Ich danke dem Frischli Team und insbesondere Herrn H. Gehrke, Herrn C. Freye und Herrn H. Lübbers für die Ermöglichung der Versuche. Ganz herzlich bedanken möchte ich mich bei Herrn C. Freye und den Anlagenbetreibern für ihr Interesse am Projekt, für die Hilfsbereitschaft und für die Realisierung von (fast) jedem Fettgehalt am Separator. Danke!

Ein weiterer Dank gilt Herrn S. Dähnhardt-Pfeiffer für die wertvollen Diskussionen und mühevollen Probenpräparationen und Analysen am TEM.

Weiter möchte ich mich bei Herrn H. Meyer sowie den „Kollegen“ der Firma GEA TDS bedanken, die fast jede „Milch“-Frage beantworteten und mich bei jeder „Milch“-Diskussion unterstützten.

Herrn J. Schwobe von der Firma Danisco GmbH in Niebüll möchte ich danken für die Bereitstellung der verwendeten Kulturen und informativen Gespräche / Mails zu Exopolysacchariden.

Bedanken möchte ich mich zudem bei Herrn Volker Schwermann und Frau Julia Stahlhuth für das Korrekturlesen dieser Arbeit.

Besonders möchte ich mich bei meinem Mann und meiner Mutter bedanken, die mich in jeder Phase dieser Arbeit unterstützt und getragen haben.

Gewidmet ist diese Arbeit meinen Kindern Ole und Jannis und meinem Vater.

Kurzfassung

Zur Herstellung von Sahne- und Rührjoghurtprodukten werden Pumpen und Plattenwärmeaustauscher zum Kühlen und Anwärmen angewendet. Die Produkte können eine Qualitätsminderung in Abhängigkeit von der Prozessführung erfahren, die zu einer Schädigung der MilCHFettkugelmembran im Rahm oder zur Synärese und zum Viskositätsverlust im Joghurt führt.

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit ist das Prozessverhalten und die Wärmeübertragung der Produkte Rahm und Rührjoghurt in einer Versuchsanlage im Plattenwärmeaustauscher mit unterschiedlichen Strömungsgeschwindigkeiten und Plattenprofilen mit verschiedenen Fördereinheiten (Kreisel-, Kreiskolben- und Exzentrerschneckenpumpe) untersucht worden.

Rahm mit Fettgehalten von 45 bis 52 % ist im Temperaturbereich von 8 bis 50 °C gekühlt bzw. erwärmt worden. Aus dem Prozess wurden Rahmproben entnommen und mittels Freifett- und Partikelanalytik untersucht. Ausgewählte Rahmproben sind kryofixiert worden, um Strukturänderungen der Fettkugeln im TEM zu untersuchen.

Unabhängig von den Prozessbedingungen konnten bei der Kühlung von warmem Rahm keine Änderungen der Beschaffenheit ermittelt werden. Mittels Freifett-, Partikel- und TEM-Analytik konnte während der Rahmanwärmung bei Rahmfettgehalten ≥ 48 % von 15 bis 25 °C eine erhebliche Fettkugelschädigung und bei weiterer Anwärmung bis 50 °C wieder eine Re-emulgierung in individuelle Fettkugeln nachgewiesen werden.

Der Strukturaufbau von Rührjoghurt während der Fermentation wurde untersucht. Hierbei sind Kulturen mit unterschiedlich starker EPS-Bildung verwendet worden. Im Anschluss an die Fermentation wurde der Strukturabbau in der Versuchsanlage rheologisch und partikelanalytisch untersucht. Kulturen mit starker EPS-Bildung führen bereits während der Fermentation zu höheren Prozessviskositäten. In den Untersuchungen mit der Versuchsanlage konnte beobachtet werden, dass die Joghurtkonsistenz maßgeblich von der eingesetzten Kultur und der im Anschluss an die Fermentation durchgeführten Prozessierung abhängig ist. Der Einsatz einer Exzentrerschneckenpumpe, geringe Strömungsgeschwindigkeiten und die Nutzung des weichen Plattenprofils (V-Profil) bewirken eine schonende Bearbeitung von Joghurt und führen zu einer erheblichen Erhaltung der Struktur.

Der gekoppelte Massen- und Wärmetransportprozess ist für Rahm und Rührjoghurt am Beispiel von Druck- und Wärmebilanzen für unterschiedliche Versuchsanstellungen analysiert worden.

Vorschläge für eine optimierte Anlagen- und Prozessgestaltung wurden anhand der Ergebnisse entwickelt.

Abstract

Industrial production of cream and stirred yoghurt requires pumps and heat exchangers for cooling and heating. Depending on the processing high shearing can lead to unwanted damaging of the milk fat globule membrane in cream and loss of viscosity and risk of syneresis in yoghurt.

The aim of the study was to examine the process behaviour and the heat transfer of cream and stirred yoghurt in a pilot plant with a plate heat exchanger with different plate profiles, gap velocities and pumps (circulation-, rotary piston- and eccentric screw pump).

Raw cream with a fat content of 45 % up to 52 % was used during cooling and heating in the temperature range of 8 °C to approximately 50 °C. Cream samples were taken from the pilot plant and were analysed for free fat content and particle size distribution. Selected cream samples were cryofixated and examined through electron-microscopy after processing.

Independent of the process condition no changes of the product properties was examined while cooling of raw cream in the pilot plant. During the heating process with a fat content of ≥ 48 % in the temperature range from 15 to approximately 25 °C damaging of the milk fat globules was detected. The samples had a high free fat content and a broad particle distribution. The transmission electron-microscopy of these samples mostly showed fat globules attached to lamellar phases or located in agglomerates. During further heating up to approximately 50 °C electron-microscopy results had shown a re-emulsion into individual fat globules. Simultaneously the free fat content nearly dropped to its original level, and the particle distribution became smaller.

The fermentation processes with testing of different lactic acid bacteria which produce EPS in different quantities were examined. After fermentation the stirred yoghurt was analysed while cooling from 40 to 20 °C in the pilot plant with a rheometer and a particle analyser. Lactic acid bacteria which produce high quantities of EPS showed higher process-viscosities during the fermentation. The studies demonstrate the sensibility of stirred yoghurt to the quantity of the EPS-content and the mechanical treatment after fermentation. Low shearing process configurations was examined with the eccentric screw pump, the V-Plate profile and low gap-velocities and resulted in a higher yoghurt viscosity.

The mass and heat transfer for cream and stirred yoghurt was analysed with different process configurations.

Process configuration proposals for cream and stirred yoghurt were developed.

Inhaltsverzeichnis

Eidesstattliche Erklärung	I
Vorwort	II
Kurzfassung	III
Abstract	IV
Inhaltsverzeichnis	V
Symbol- und Abkürzungsverzeichnis	VIII
Armaturen- und Messgeräteschlüssel	XII
1 Einleitung	1
2 Aufgaben- und Zielstellung	2
3 Stand der Technik	3
3.1 Verarbeitung von Rohrahm	3
3.2 Charakterisierung der Rahmmatrix	6
3.2.1 Aufbau der nativen Fettkugelmembran.....	6
3.2.2 Stabilität von Milchfett und Eigenschaften der Milchfettkugelmembran	8
3.2.3 Ursachen der Fettkugelmembranschädigung im Prozess	11
3.3 Temperaturabhängige Veränderungen von Rahm	11
3.3.1 Warm und kalt gelagerter Rahm.....	11
3.3.2 Fettkugeltypen	14
3.4 Nachweis der Fettkugelmembranschädigung	17
3.4.1 Anwendung der Freifettanalytik	17
3.4.2 Anwendung der Partikelanalytik	17
3.4.3 Anwendung von mikroskopischen Methoden	18
3.5 Herstellung und Prozessierung von Rührjoghurt.....	20
3.5.1 Behandlung der Joghurtmilch	20
3.5.2 Joghurtkulturen.....	20
3.5.3 Fermentation	22
3.5.4 Prozessierung von Rührjoghurt	23
3.6 Nachweis der Strukturstabilität von Rührjoghurt	27
3.6.1 Anwendung von rheologischen Stoffkennwerten.....	27
3.6.2 Anwendung der Partikelanalytik	29
3.6.3 Anwendung von mikroskopischen Methoden	29
3.7 Verfahrenstechnische Grundlagen der Wärmeübertragung	31

3.7.1	Aufbau eines Plattenwärmeübertragers	31
3.7.2	Konstruktion von Plattenprofilen	31
3.7.3	Strömungstechnische Grundlagen im PWA	32
3.7.4	Wärmeübertragung im Plattenwärmeaustauscher	36
3.8	Stoffkennwerte von Rahm und Rührjoghurt	39
3.9	Kapitelzusammenfassung	41
4	Material und Methoden	42
4.1	Verwendete Rohstoffe	42
4.2	Chemische und physikalische Methoden	42
4.2.1	Freifettanalytik	42
4.2.2	Fettbestimmung	44
4.2.3	Partikelanalytik	44
4.2.4	Rheologische Untersuchungen	45
4.2.5	Mikroskopische Untersuchungen	47
4.2.6	Statistische Absicherung der Ergebnisse	50
4.3	Versuchsanlage	51
4.3.1	Aufbau der Versuchsanlage	51
4.3.2	Verwendete Plattenschaltungen	53
4.3.3	Verwendete Plattenprofilgeometrien	53
4.4	Versuchsdurchführung	56
4.4.1	Durchführung der Rahmversuche	56
4.4.2	Durchführung der Joghurtversuche	58
4.5	Verwendete Kulturen	60
5	Prozessierung von Rohrahm	61
5.1	Einführende Bemerkungen	61
5.2	Abkühlen von Rahm im Prozess	61
5.2.1	Temperatur- und Druckverlauf im Plattenwärmeaustauscher	61
5.2.2	Veränderungen der physico-chemischen Eigenschaften von Rahm ...	64
5.3	Anwärmung von Rahm im Prozess	66
5.3.1	Temperatur- und Druckverlauf im Plattenwärmeaustauscher	66
5.3.2	Veränderungen der physico-chemischen Eigenschaften von Rahm ...	74
5.3.3	Immunmarkierung von Rahm $x_f = 50,5 \%$	88
5.3.4	Re-Emulgierungsprozess der Rahmmatrix	92
5.4	Profilvergleich der Wärmeaustauscherplatten	94
5.4.1	Temperatur- und Druckverlauf im Plattenwärmeaustauscher	94
5.4.2	Physico-chemische Änderungen der Rahmmatrix	96
5.4.3	Scherraten im Plattenwärmeaustauscher während der Rahmanwärmung	99

6	Optimierte Prozessführung von Rohrahm	100
6.1	Optimierungsvorschläge zur Rahmkühlung	100
6.2	Optimierungsvorschläge zur Rahmanwärmung	100
6.3	Optimierungsvorschläge zur Auslegung eines PWA.....	102
7	Joghurtprozessierung	104
7.1	Einführende Bemerkungen	104
7.2	Fermentation.....	104
7.3	Förderung und Kühlung von Rührjoghurt	108
7.3.1	Temperatur- und Druckverlauf im Plattenwärmeaustauscher.....	108
7.3.2	Einfluss der Pumpenbauart auf die Joghurtstruktur.....	112
7.3.3	Einfluss der Strömungsgeschwindigkeit im PWA auf die Joghurtstruktur.....	118
7.3.4	Einfluss des Plattenprofils auf die Joghurtstruktur.....	123
7.3.5	Scherraten im Plattenwärmeaustauscher während der Joghurtkühlung.....	127
7.3.6	Einfluss der Viskositätsausprägung auf die Partikelgröße.....	127
8	Optimierte Prozessführung von Joghurt	129
8.1	EPS-Bildung der Kultur	129
8.2	Wahl der Fördereinheit.....	129
8.3	Optimierte Auslegung eines Wärmeaustauschers	130
8.4	Sensorische Bewertung	131
9	Zusammenfassung	132
10	Literaturverzeichnis	136
11	Anhang.....	145
11.1	Vergleichende Darstellung der Ergebnisse Jetgefrier- und Eintauchmethode	145
11.2	Protokolle der Immunmarkierung	146
11.3	Tankzeichnung und Pumpenkennlinien	147
11.4	Exemplarische Auswertungen des Partikelanalysers.....	151
11.5	Liste der durchgeführten Untersuchungen	152
11.6	Rheologische Kennwerte zu den Joghurtversuchen	154

Symbol- und Abkürzungsverzeichnis

Symbolverzeichnis

Symbol	Bezeichnung	Einheit
A_p	Plattenfläche für Wärmeaustausch	m^2
A_{Pro}	Projizierte Plattenfläche	m^2
A_{Seg}	Wärmeaustausch Abteilungsfläche	m^2
A_{TH}	Thixotropiefläche	$Pa \cdot s^{-1}$
a	Koeffizient zur Berechnung Nusseltzahl	-
\hat{a}	Amplitude der Wellen-Prägung	m
B_a	Ausströmbreite am Verteilerloch	m
B_p	Plattenbreite	m
c	Spezifische Wärmekapazität	$kJ/kg \cdot K$
c_J	Spezifische Wärmekapazität von Joghurt	$kJ/kg \cdot K$
c_w	Spezifische Wärmekapazität von Wasser	$kJ/kg \cdot K$
d_1	Innerer Durchmesser Tank	m
d_2	Durchmesser Rührwerk	m
d_h	Hydraulischer Durchmesser	m
d_{VL}	Durchmesser Verteilerloch	m
f	Fanning-Faktor	-
fF	Freies Fett	%
$f_{\text{Ölsäure}}$	Anteil der Ölsäure	-
$f_{TAG \text{ fest}}$	Anteil der kristallisierten TAG	-
g	Koeffizient zur Berechnung Nusseltzahl	-
K	Konsistenzfaktor	$Pa \cdot s^n$
k	Wärmedurchgangskoeffizient	$W/m^2 \cdot K$
L_p	Plattenlänge	m
$\Delta_{sl}h$	Schmelzenthalpie	kJ/kg
l	Rohrleitungslänge	m
m	Koeffizient zur Berechnung Nusseltzahl	-
\dot{m}	Massestrom	kg/s
Nu	Nusselt-Zahl	-
n	Fließindex	-
n_s	Spaltanzahl je Weg	-

Symbol	Bezeichnung	Einheit
p	Druck	bar
\bar{p}	Gemittelter Druck	bar
Δp	Druckverlust	bar
Pr	Prandtl- Zahl	-
\dot{Q}	Wärmestrom	W
$\dot{Q}_{\Delta s, h}$	Wärmestrom zum Aufschmelzen der TAG	W
\dot{Q}_{fl}	Wärmestrom der flüssigen Phase	W
\dot{Q}_{max}	Maximaler Wärmestrom	W
Q_3	Volumenverteilung	%
q_3	Volumendichte	%
R	Radius (Rohr)	m
Re	Reynolds-Zahl	-
r	Korrelationskoeffizient	-
s	Plattendicke	m
s_x	Standardabweichung	-
s_p	Plattenspalt	m
T	Temperatur	°C
\bar{T}	Gemittelte Temperatur	°C
TS	Trockenmasse	kg/kg
ΔT	Temperaturdifferenz	K
ΔT_m	Mittlere Logarithmische Temperaturdifferenz	K
t	Zeit	s, min
t_{Vz}	Verweilzeit	s
U/min	Umdrehungen pro Minute	U/min
V	Volumen	m ³
\dot{V}	Volumenstrom	m ³ /s
V_A	Volumen Anlage	m ³
V_S	Volumen je Spalt	m ³
V_{Seg}	Volumen je Abteilung	m ³
\dot{V}_S	Volumenstrom je Spalt	m ³ /h
w_S	Strömungsgeschwindigkeit im Spalt	m/s
w_V	Strömungsgeschwindigkeit im Verteilerloch	m/s
x_f	Fettgehalt	%

Symbol- und Abkürzungsverzeichnis

Symbol	Bezeichnung	Einheit
\bar{x}	Arithmetischer Mittelwert	-
α	Wärmeübergangskoeffizient	$W/m^2 \cdot K$
$\dot{\gamma}$	Scherrate	s^{-1}
ϵ	Wirkungsgrad	-
η	dynamische Viskosität	Pa·s
η_{eff}	effektive Viskosität	Pa·s
η_w	Viskosität an der Wand	Pa·s
λ	Wärmeleitkoeffizient	$W/m \cdot K$
Λ	Wellenlänge	m
ρ	Dichte	kg/m^3
τ	Schubspannung	Pa
τ_0	Fließgrenze Herschel-Bulkley	Pa
φ	Prägungswinkel	°
ϕ	Flächenvergrößerungsfaktor	-

Abkürzungsverzeichnis

Abkürzung	Bezeichnung
BSA	Bovines Serum Albumin
EPS	Exopolysaccharide
EPS ⁻	Keine oder geringe Exopolysaccharidausprägung
EPS ⁺	Mittlere Exopolysaccharidausprägung
EPS ⁺⁺	Sehr hohe Exopolysaccharidausprägung
Erh	Erhitzer
Exppe	Exzentrerschneckenpumpe
HB	Herschel - Bulkley
H-Profil	Horizontales Plattenprofil
Kkppe	Kreiskolbenpumpe
Küh	Kühler
N	Newton
OW	Ostwald / de Waele
PBS	phosphate buffered saline oder Phosphatgepufferte Salzlösung
Ppe	Pumpe
PWA	Plattenwärmeaustauscher
REM	Rasterelektronenmikroskopie

Abkürzung	Bezeichnung
SDS	Sodiumdodecylsulfat
TAG	Triacylglyceride
TEM	Transmissionsrasterelektronenmikroskopie
VL	Vorlauf
V-Profil	Vertikales Plattenprofil
RL	Rücklauf
WA	Wärmeaustauscherabteilung
XOR	Xanthinoxidoreduktase
XD	Xanthindehydrogenase
XO	Xanthinoxidase

Armaturen- und Messgeräteschlüssel

Armatur / Messgerät	Bezeichnung
	Probenahmeventil
	Kreiselpumpe
	Kreiskolbenpumpe
	Exzentrerschneckenpumpe
	Regelventil
	Scheibenventil
	Kondensatableiter
	Kristallisationsbehälter
	Zwischenstapeltank
	Röhrenwärmeaustauscher
	Plattenwärmeaustauscher
	Frequenzumformer
	Durchflussmesser
	Temperaturtransmitter
	Drucktransmitter