



Linnéuniversitetet

Kalmar Växjö

Examensarbete

Utveckling av metoder för mätning av stabilitet hos hydrokolloider – Metylcellulosa som konsistensgivare i köttersättningsmix.



Författare: Louise Engström
Extern handledare: Dawid Alwan,
Solina
Intern handledare: Maria Bergström
Examinator: Björn Karlsson
Lärosäte: Linnéuniversitetet
Termin: VT22
Ämne: Kemi
Nivå: Grundnivå





Sammanfattning

Emulsioner bildas då två vätskor som normalt sätt inte blandas med kraft vispas samman för att distribuera den ena vätskan i den andra. För att dessa vätskor inte efter avslutad vispning ska gå isär kan emulgeringsmedel tillsättas, till exempel polysackarider som hör till hydrokolloiderna. Hydrokolloider används inom livsmedelsindustrin för sin förmåga att påverka ett livsmedels reologiska egenskaper, så som viskositet och textur. Exempel på hydrokolloider som används inom den växtbaserade livsmedelsbranschen är derivat av cellulosa så som metylcellulosa. Metylcellulosan har egenskaper som löslighet i vatten samt termoreversibel gelatinering. Med detta menas att en lösning med metylcellulosa efter uppvärmning kommer att bilda en gel, men så fort temperaturen sjunker kommer viskositeten minska, och försvinna helt.

Den huvudsakliga anledningen som ligger bakom intresset att utvärdera stabiliteten hos hydrokolloider är dagens allt större efterfrågan på växtbaserade proteinalternativ som efterliknar egenskaper hos de animaliska alternativen. Just stabiliteten av hydrokolloiderna är något som är svårt att utvärdera, men då kunskapen om konsistensgivare så som hydrokolloider blir allt större, ökar även möjligheten till bättre och fler modifierade proteinalternativ. Något som kan locka en större grupp konsumenter.

Försöken som genomfördes gjordes med syftet att utvärdera egenskaperna hos metylcellulosa som konsistensgivare i en köttersättningsmix. En avgörande faktor vid beredningen är att kontrollera temperaturen. I försöken var den initiala temperaturer vid beredningen av emulsionerna innehållandes vatten, olja samt metylcellulosa antingen under 4°C eller över 4°C (10-15°C). Utöver detta genomfördes även försök vid pH 5 samt pH 5,5. Metoder för att utvärdera stabiliteten hos emulsionerna utvecklades också. Data som erhöles bearbetades statistiskt och det visade sig att emulsioner tillverkade under 4°C hade en högre stabilitet än de som tillverkats vid temperaturer över 4°C. Skillnaden i stabilitet vid olika pH (pH 5,0 och pH 5,5) var däremot inte signifikant, men då försöken endast genomfördes med emulsioner med olja, vatten och metylcellulosa går det inte att med säkerhet säga att pH inte har någon signifikant effekt i en slutprodukt som även innehåller proteiner, stärkelse och kryddor.



Abstract

Emulsions are formed when two liquids that does not combine naturally are mixed with force to distribute one liquid in the other. To prevent these liquids from separating when the mixing ends emulsifiers can be added, for example polysaccharides such as hydrocolloids. Hydrocolloids are used in the food industry for their ability to influence the rheological properties of a food, such as viscosity and texture. Examples of hydrocolloids used in the plant based food industry are cellulose derivates, such as methylcellulose. Methylcellulose has properties such as solubility in water and thermoreversible gelatinization. This means that the solution containing methylcellulose after heating will form a gel, but as soon as the temperature drops, the viscosity will decrease and vanish completely.

The main reason to why a study of the stability in hydrocolloids is of interest is today's increasing demand for plant-based protein alternatives that largely have similar properties to the animal alternatives. The stability of hydrocolloids has previously been difficult to evaluate, but as knowledge about sensory enhancers such as hydrocolloids grows, so does the possibility of producing better and more reconstructed protein alternatives. Thus attracting a larger consumer group.

The experiments that was carried out aimed at the evaluation of properties of methylcellulose as a sensory enhancer in a meat substitute mix. A critical point in the preparation is to control the temperature. The initial temperature during preparation of the emulsions containing water, oil and methylcellulose was either below 4°C or above 4°C (10-15°C). In addition, experiments were also performed at pH 5 and pH 5.5. Methods to measure the stability of the emulsions were also developed. The data obtained were processed statistically and the results indicated that emulsions prepared below 4°C had a higher stability than those prepared at temperatures above 4°C. Difference in stability due to pH, on the other hand, was not significant, but since the experiments were carried out with emulsions only containing oil, water and methylcellulose it is not possible to say with certainty that pH has no significant effect in a product containing more components such as protein, starch and spices.



Nyckelord

Hydrokolloid, cellulosa, metylcellulosa, emulsion, gel

Tack

Till min interna handledare Maria Bergström för genomgående återkopplingar, motiverande ord samt utrymme till kreativitet under utvecklingen av metoden som till en början aldrig ville fungera...

Min externa handledare Dawid Alwan på Solina för förtroende att genomföra dessa försök, för hjälpsamma riktlinjer och uppmuntrande ord.

Mamma och pappa för en extra spark i baken och klapp på axeln när den behövdes som mest.

Jacob för de alternativen till lodet som inte användes, du får ett tack ändå!



Innehållsförteckning

1	Inledning	1
1.1	Emulsioner.....	1
1.2	Emulgeringsmedel.....	1
1.3	Hydrokolloider	1
1.4	Cellulosa	2
1.5	Metylcellulosa	3
1.6	Geler och termoreversibel gelatinering	3
1.7	Andra modifierade typer av cellulosa.....	4
1.8	Användning inom livsmedelsindustrin.....	5
1.9	Etiska och samhälleliga aspekter.....	5
1.10	Solina.....	5
1.11	Syfte.....	5
2	Metod	6
2.1	Material.....	6
2.2	Gelstabiliteten hos emulsioner med olika förhållande olja:vatten och 0,9% metylcellulosa.....	6
2.2.1	<i>Beredning av prover med olika förhållanden av olja:vatten</i>	6
2.2.2	<i>Kylning av prover med köldblandning</i>	7
2.2.3	<i>Utvärdering av försök med olika förhållande olja:vatten</i>	7
2.3	Gelstabilitet hos emulsioner med 2% metylcellulosa.....	8
2.3.1	<i>Beredning av prover >4°C (10-15°C)</i>	8
2.3.2	<i>Beredning av prover <4°C (0-4°C)</i>	9
2.3.3	<i>Beredning av prover vid olika pH</i>	9
2.3.4	<i>Centrifugering</i>	10
2.3.5	<i>Värmning</i>	10
2.3.6	<i>Mätning av gelstabilitet hos emulsioner (2% metylcellulosa)</i>	10
2.4	Statistik	11
3	Resultat	12
3.1	Inledande försök med Polytron PT 3100	12
3.1.1	<i>Utvärdering av emulsioner med olika halt metylcellulosa</i>	12
3.1.2	<i>Utformning av kylmetod vid beredning av emulsioner med Polytron PT 310012</i>	12
3.1.3	<i>Utformning av metod för mixning</i>	12
3.1.4	<i>Utveckling av metod för att mäta stabilitet över tid</i>	13
3.2	Gelstabilitet hos emulsioner vid olika förhållanden av olja/vatten och 0,9% metylcellulosa.....	13
3.3	Gelstabilitet hos emulsioner, 2% metylcellulosa.....	18
3.3.1	<i>Prover >4°C</i>	18
3.3.2	<i>Prover <4°C</i>	18
3.4	Jämförelse av prover >4°C samt <4°C	19
3.5	Ändrat pH.....	19
3.5.1	<i>pH 5</i>	20
3.5.2	<i>pH 5,5</i>	20
4	Diskussion	21



5	Slutsats	22
6	Referenser	23



Bilagor

Bilaga 1. Tabell från beredning av emulsioner med homogenisator

<u>Bilaga 1.A</u>	24
<u>Bilaga 1.B</u>	24

Bilaga 2. Tider från försök i matberedare

<u>Bilaga 2.A</u>	25
<u>Bilaga 2.B</u>	25
<u>Bilaga 2.C</u>	25
<u>Bilaga 2.D</u>	26



1 Inledning

1.1 Emulsioner

En emulsion tillverkas då två icke blandbara vätskor med kraft vipas samman till den grad att droppar av den ena vätskan distribueras i den andra. Denna typ av enkla emulsion bryts vanligtvis fort ner genom att de tidigare fördelade dropparna igen smälter samman och bildar ett skikt som sedan antingen flyter till toppen eller sjunker till behållarens botten (1).

Ökad stabilitet av emulsioner kan istället erhållas genom att sätta till ämnen som exempelvis fosfolipider. Detta eftersom dessa fosfolipider innehåller såväl polära som opolära regioner och genom denna egenskap kan dessa molekyler orientera sig mellan faserna och förhindra att dropparna sammansmälter (1).

Polysackarider kan även de fungera som emulgeringsmedel, även om de flesta snarare används för sin stabiliserande förmåga i olja-i-vatten (o/w) emulsioner (2).

1.2 Emulgeringsmedel

För att tillverka en emulsion används alltså en stor kraft och de emulgerande ämnena som behövs för att hålla emulsionen stabil finns antingen närvarande från början eller tillsätts senare. De emulgerande ämnena har förmågan att interagera med både hydrofila och lipofila, alltså polära och opolära delar av molekyler. I emulsioner befinner sig således de emulgerande ämnena i ytan hos de droppar som bildas då kraft sätts till blandningen (3).

Mer polära emulgerande ämnen (t.ex. polysackarider) kommer binda till vatten och användas för att skapa o/w emulsioner, eftersom vatten är den kontinuerliga fasen i dessa system. För att skapa vatten-i-olja emulsioner (w/o emulsioner) krävs mera opolära emulgerande ämnen (t.ex. lecitin) eftersom olja är den kontinuerliga fasen (3).

I flertalet flytande eller semiflytande livsmedel har homogenisering och rätt sammansättning av emulgerande ämnen stor betydelse för den eftersträlvade munkänslan (3).

1.3 Hydrokolloider

Polysackarider är strukturer som uppvisar en stor diversitet och vidare klassificeras enligt sin kemiska struktur, det vill säga huruvida de är grenade eller linjära, samt om den byggs upp av en eller flera typer av monosackarider. Något som dock är gemensamt för gruppen polysackarider är att de alla förekommer hos växter där de har två huvudsakliga uppgifter; att vara en energireserv samt att fungera som ett skelett för växten (1).



Under polysackarider hamnar gruppen hydrokolloider. Hydrokolloider är långa ogrenade polymerer av polysackarider och proteiner som kännetecknas av sin förmåga att bilda viskösa blandningar när de löses i vatten. Detta tack vare dess närvaro av ett stort antal hydroxylgrupper som resulterar i en hög kapacitet att binda in vattenmolekyler som i sin tur resulterar i förmågan att binda in ytterligare hydrofila föreningar (4).

Hydrokolloider kan även användas med avseende på både deras reologiska egenskaper samt ytegenskaper. Reologiska egenskaper är de mekaniska egenskaper som innefattar flödet (viskositeten) samt livsmedlets fasthet (textur). Vid användandet av hydrokolloider med avseende på dessa egenskaper testas dessa för att erhålla produkter som tillfredsställer producentens önskemål (5).

Det breda användningsområdet för hydrokolloider beror till största delen på deras förtjockningsegenskaper. Med detta avses hydrokolloidernas förmåga att resultera i en högre viskositet när de används som emulgerande, stabiliserande och strukturgivande ämnen i livsmedel (4,5). I livsmedel används alltså hydrokolloider huvudsakligen för sin fördelaktiga förmåga att binda till vatten vilket har stor inverkan på egenskaper så som viskositet och textur, som i sin tur senare påverkar sensoriska egenskaper (6). Genom att modifiera både viskositet och textur i ett livsmedel kan dess sensoriska egenskaper förändras och således är hydrokolloider en betydelsefull tillsats i livsmedelsprodukter av många olika typer (4).

De hydrokolloider som används inom livsmedelsindustrin brukar delas in i fyra olika grupper; hydrokolloider från växter, mikrobiologiska hydrokolloider, kemiskt modifierade hydrokolloider samt animaliska hydrokolloider (6).

1.4 Cellulosa

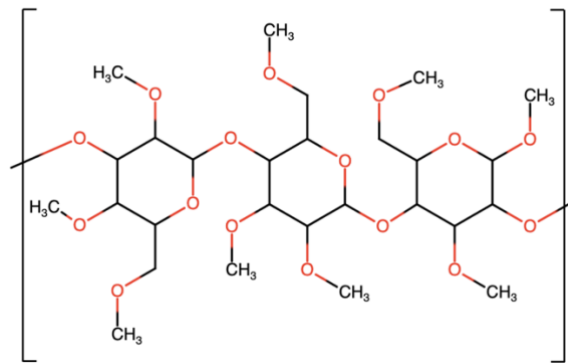
Ett exempel på kolloider som används inom den växtbaserade livsmedelsbranschen är cellulosa och hemicellulosa. Exempelvis uppenad cellulosa och några av dess derivat används som tillsats i livsmedel. Cellulosa kan utvinnas från rå trämassa, men den cellulosa som används i livsmedel utvinns istället vanligen från korta fibrer från bomullsfrön efter att bomullen avlägsnats. När fibrerna skördats kan de sedan malas till än mindre fragment med en längd på 20-100 μm (1).

Cellulosa är uppbyggd av linjära kedjor D-glukos på 1000 till 10000 molekyler som är sammanbundna genom $\beta(1-4)$ glykosidbindningar. Denna linjära struktur möjliggör vätebindningar som i sin tur kan binda till ytterligare molekyler av cellulosa och resultera i en tredimensionell struktur av mikrofiber som senare bildar cellulosa-fiber när de interagerar med varandra. En av dessa cellulosa-fiber innehåller runt 500000 molekyler av cellulosa och den stora andelen vätebindningar som detta resulterar i bildar en kristallin struktur med en hög draghållfasthet och således blir cellulosa ett svårslösligt och stelt material (3).

1.5 Metylcellulosa

Metylcellulosa (MC) är en vattenlöslig polymer som inom livsmedel- och läkemedelsbranschen används för sina vattenbindande och förtjockande egenskaper, samt den termoreversibla gelatineringen som sker då vattenbaserade blandningar med metylcellulosa värms upp (se 1.6) (7).

Cellulosan som metylcellulosan baseras på utvinns som nämnt under 1.5 från bomullsfrön och är hydrofil, men blir genom fibrernas kristallina regioner olöslig i vatten. Då de fria hydroxylgrupperna i cellulosan istället substitueras med metoxygrupper resulterar detta i att några av vätebindningarna bryts och den metylerade cellulosan, det vill säga metylcellulosan kommer att kunna lösas i vatten, se figur 1 (7).



Figur 1. Metylcellulosa.

När en viskös lösning innehållandes metylcellulosa värms upp kommer denna att bilda en gel när temperaturen når över den gelbildande temperaturen (8). När temperaturen sedan sjunker igen kommer dock viskositeten åter att minska och slutligen försvinna helt (9).

1.6 Geler och termoreversibel gelatinering

En gel definieras som ett material som har mekaniska egenskaper som hamnar mellan en fast och en flytande fas. Inom livsmedelsvetenskapen definieras istället gel som ett livsmedel med högt fuktinnehåll som kan behålla sin form då den ursprungliga behållaren avlägsnas (2).

En egenskap som utnyttjas hos metylcellulosan är dess termoreversibla gelatinering vid högre temperatur. Med detta menas att den metylcellulosa som lösts upp i vatten kommer att bilda en gel när den värms upp. När denna gel sedan får svalna kommer den återgå till sin mer flytande form (9).

Gelatineringen är en viktig egenskap hos hydrokolloider. Gelerna bildas genom fysikaliska interaktioner i form av vätebindningar, tvärbindingar av katjoner (saltbryggor) samt hydrofoba interaktioner (2) som kan uppstå vid koncentrationer



över den kritiska polymerkoncentrationen. Gelen i sig utgörs alltså av ett tredimensionellt nätverk av ihoptrasslade molekylära kedjor som har kontakt med varandra i knytpunkter, så kallade junction zones. Eftersom detta tredimensionella nätverk erhålls från fysikaliska interaktioner kallas denna typ av geler för fysiska- eller pseudogeler (10).

Denna typ av gel behöver således värme för att stelna eftersom polymerstrukturen vid uppvärmning arrangeras i ett stabilt strukturellt nätverk baserat på hydrofoba interaktioner som löses upp vid lägre temperatur (2).

Termoreversibla geler är användbara eftersom de möjliggör en stabil viskositet hos ett livsmedel under ett stort spann av temperaturer. Bildandet av en gel förhindrar även utflyktning av olja och håller kvar fukt. Gelen ger även ytterligare egenskaper i form av värmestabilitet till processade livsmedel när dessa sedan friteras, tillagas i ugn eller värms i mikrovågsugn. Eftersom den färdiga produkten innehåller proteiner och andra komponenter kommer formen att bibehållas efter uppvärmning (9).

1.7 Andra modifierade typer av cellulosa

Utöver metylcellulosa förekommer även andra typer av modifierad cellulosa där hydroxylgrupperna i cellulosaringen har substituerats via en eterbinding (8). Exempel på dessa är Karboximetylcellulosa och hydroxipropyl metylcellulosa.

Karboximetylcellulosa (CMC) är en mer vattenlöslig eter av cellulosa som innehåller en negativ laddning eftersom den är substituerad med karboxylmetylgrupper. CMC används vanligen i sin saltform, natrium karboximetylcellulosa (NaCMC) (8). De funktionella egenskaperna som erhålls hos CMC beror dels av cellulosamolekylens längd men även av hur många hydroxylgrupper som substituerats (3).

Hydroxipropylmetylcellulosa (HPMC) har en snarlik struktur som metylcellulosa men används istället vanligen i produktion av filmer, termoplast samt applikationer inom biokemi och medicin (8).

Metylcellulosa och hydroxipropylmetylcellulosa är stabila inom pH-intervallet 3-10 och fungerar alltså bra under sura förhållanden, vilket är viktigt för många livsmedelsapplikationer. Karboximetylcellulosa har däremot bäst stabilitet vid pH 7-9 och en något lägre viskositet vid pH 5 (3).

Egenskaperna hos derivat av cellulosa beror således på vilken grupp som hydroxylgrupperna har substituerats med. Exempelvis i CMC där hydroxylgrupperna substituerats med karboximetylgrupper resulterar detta i en anjonisk polyelektrolyt där fler substitueringar innebär att en mer negativ CMC erhålls. HPMC och MC är istället icke joniska polysackarider tack vare sina substitueringar i form av hydroxipropyl respektive metylgrupper (11).



1.8 Användning inom livsmedelsindustrin

Efterfrågan ökar idag på livsmedel med lägre miljöbelastning, i denna grupp ingår exempelvis växtbaserade produkter som har för avsikt att efterlikna kött.

Konsumenter har även en efterfrågan om livsmedel med bra textur, smak och andra organoleptiska egenskaper. Detta gör att marknaden för hydrokolloider har ökat (5). Hydrokolloider som metylcellulosa kan användas i så kallade restrukturerade livsmedel (5). I dessa livsmedel, som till exempel vegetariska burgare, kan en så köttliknande struktur som möjligt erhållas genom att hydrokolloiderna blandas med andra ingredienser så som texturat, olja, protein samt smaksättning (9).

Textur är en organoleptisk egenskap som påverkar hur livsmedlet upplevs i munnen. Exempel på texturprofiler är hårdhet, tuggmotstånd och gummighet för att bara nämna några. Texturen på livsmedlet kommer således spela stor roll i hur väl konsumenten kommer acceptera livsmedlet, då de flesta vill känna njutning när de äter. Det finns andra situationer där texturen på livsmedlet spelar roll, så som för äldre eller de med svårigheter att svälja som således behöver livsmedel med en mer kontrollerad textur, där hydrokolloider kan spela en viktig roll för att skapa livsmedel med rätt konsistens (5).

1.9 Etiska och samhälleliga aspekter

Som nämnt ovan växer efterfrågan på växtbaserade proteinalternativ vilket potentiellt kan bidra till en mer hållbar livsmedelskonsumtion. Många konsumenter vill ha produkter som till stor del har liknande egenskaper som animaliska produkter. Genom att då utvärdera och erhålla kunskaper om metylcellulosa som konsistensgivare i köttersättningsmix fås mer information om hur den önskade strukturen uppnås, vilket i förlängningen kan leda till bättre produkter och till att en större grupp konsumenter väljer vegetariska alternativ.

1.10 Solina

Nordfalks och Formidabel, två företag med väl etablerad kunskap inom livsmedelsindustrin och smak och textur slogs 2015 ihop och bildade Solina Sweden. Solina Sweden är idag är den del av den globala organisationen Solina Group som har sina enheter på flera marknader och de flesta affärssegment inom livsmedelsområdet. Det sker även ett nära samarbete mellan länderna inom organisationen vilket möjliggör möjligheten att erhålla information och ”återskapa en autentisk smakupplevelse från världens alla hörn” för att citera företaget själva (12).

1.11 Syfte

Syftet med arbetet var att utvärdera egenskaperna hos metylcellulosa – E461, detta genom att undersöka hur beredningstemperatur och pH påverkar en emulsion av olja och vatten innehållande metylcellulosa. Gelstabiliteten hos emulsionerna bedömes efter uppvärmning för att efterlikna beredningen av en köttersättningsprodukt där



egenskaperna hos metylcellulosa påverkar fastheten som i slutändan bidrar till texturen på slutprodukten.

Frågeställningarna som kommer att styra arbetet är:

1. Hur påverkas gelstabiliteten hos emulsionerna om beredningen sker vid $< 4^{\circ}\text{C}$ jämfört med en temperatur $> 4^{\circ}\text{C}$ (10-15 $^{\circ}\text{C}$), som motsvarar att kranvatten används (utan extra kylning). Resulterar denna förändring i temperatur i någon skillnad av emulsionernas fasthet, som kontrolleras efter upphettning ($> 70^{\circ}\text{C}$)?
2. Blir det någon skillnad i gelstabiliteten hos emulsionerna om den bereds vid pH 5,5 respektive 5,0? Även detta kontrollerat efter upphettning.

2 Metod

Inför de analyser som skulle genomföras krävdes en reproducerbar metod som kunde påvisa skillnader i gelstabilitet hos emulsioner innehållandes metylcellulosa. Den huvudsakliga egenskapen hos metylcellulosa som skulle utvärderas var dess förmåga att behålla sin stabilitet då den emulgerats med olja och vatten vid olika temperaturer och sedan upphettats. För att studera detta skulle emulsioner tillverkas vid temperaturer $< 4^{\circ}\text{C}$ (i intervallet 0-4 $^{\circ}\text{C}$) samt vid temperatur som motsvarar kallt kranvatten (i intervallet 10-15 $^{\circ}\text{C}$).

2.1 Material

Metylcellulosa med benämningen CELLU0713 användes i samtliga försök och erhöles från Solina precis som den citronsyra som användes i försöken med ett förändrat pH. Oljan i försöken utgjordes av matolja från Zeta.

2.2 Gelstabiliteten hos emulsioner med olika förhållande olja:vatten och 0,9% metylcellulosa

Begreppet gelstabilitet avser i dessa försök metylcellulosas förmåga att behålla sin form över tid då en emulsion med metylcellulosa har upphettats och därefter fått svalna. En låg koncentration av MC användes i detta försök (ca 0,9%)

2.2.1 Beredning av prover med olika förhållanden av olja:vatten

Proverna som skulle analyseras bereddades genom att den bestämda mängden olja och vatten (totalt 20 g) och metylcellulosa (0,175 g) sattes till fem 50 ml koniska rör i polypropylen se tab. 1.A samt tab 1.B under bilaga 1. Dessa kunde sedan emulgeras i en homogenisator av märket Polytron® PT 3100. Vid utvärderingen av emulsionskapaciteten i proverna var mängden metylcellulosa som sattes till samtliga prover konstant men förhållandet mellan det ingående proportioner av olja:vatten varierade: 50/50 (Försök A) 40/60 (Försök B), 35/65 (Försök C), 30/70 (Försök D) samt 20/80 (försök E). De ingående mängderna av olja, vatten och metylcellulosa i proverna finns i bilaga 1.A.



2.2.2 Kylning av prover med köldblandning

Ett försök utfördes där beredningstemperaturen hölls under 4 °C. Detta utfördes med hjälp en köldblandning med en fryspunktnedsättning på -5°C. Denna köldblandning tillverkades genom att 20 g NaCl sattes till 500 mL is i en bägare som sedan blandades om och placerades på is. Även vattnet och oljan som senare skulle användas i emulsionerna placerades på is för att kyla dessa. Det visade sig också vara viktigt att använda korta mixintervaller (30 sekunder arbete och 30 sekunder uppehåll) för att kunna hålla temperaturen <4°C under beredningen. Vidare användes även en kyld termometer vid pauser under mixningen för att blanda om provet och kontrollera temperaturen under provberedningens gång.

I ett annat försök användes kallt kranvatten men ingen ytterligare kylning. Proverna värmdes efter beredning en timma i värmeskåp av modellen Termaks TS8056 som höll en temperatur på 75°C.

2.2.3 Utvärdering av försök med olika förhållande olja:vatten

Vid utvärderingen av dessa försök användes en karta för att bedöma hållfastheten över tid, se figur 2. Denna bild visar fem cirklar som liknar måltavlor. Den mittersta cirkeln hade samma diameter som provet, därefter följde fem cirklar med 6 mm mellan varandra. Ringarna i cirkelarna var numrerade från ett till sex då det initialt var menat att använda dessa som poängsystem för att mäta sönderfallet. Då denna metod inte visade sig ge ett representativt resultat eftersom gelerna ofta föll omkull eller hade ett ojämnt sönderfall förkastades metoden. Således har numren på cirkelarna inget att göra med de faser som definieras i tabell I.

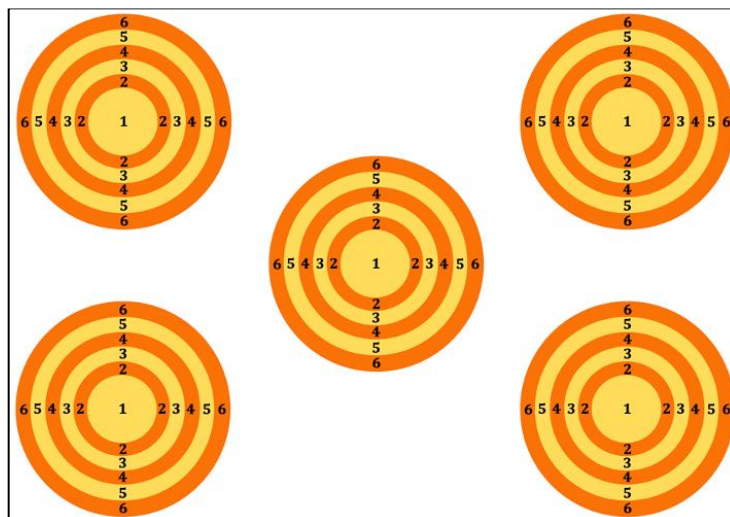
Efter värmning placerades proverna i mitten på respektive cirkel. När samtliga prov förts ut på kartan kunde sedan mätning av tiden påbörjas. Gelens sönderfall över tiden noterades genom en filminspelning som varade under hela försökets gång för att undersöka emulsionernas stabilitet över tid. När den erhållna datan sedan samlats in fastställdes bestämda faser som samtliga geler nådde men vid olika tidpunkt beroende av förhållandet mellan vatten och olja. Vid genomgång av videon kunde exakta tider noteras när samtliga prover nådde de bestämda faserna.

Dessa faser finns förklarade i tabell I. Genom att använda dessa samt den tid det tog för de olika proverna att nå respektive fas kunde grafer tillverkas och visualisera stabiliteten hos emulsionerna över tid beroende på förhållandet olja:vatten, samt temperaturer vid beredning av emulsionerna.

Tabell I. Definitioner för de faser som användes vid försöken med avseende på metylcellulosans emulsionskapacitet. Dessa faser nåddes av samtliga prover men vid olika tidpunkt.

Fas	Definition
3	Gelen placeras ut på kartan och är relativt fast.
2	Gelen trillar omkull.

1	Gelen börjar falla sönder.
0	Gelen har inte längre kvar spår av sin ursprungliga form.



Figur 2. Bild med de fem cirklarna utformade som måltavlor som användes för att visualisera metylcellulosans emulgeringsstabilitet när emulsionerna tillverkats med Polytron P3100. Bilden skrevs ut på ett A4 papper som sedan laminades så emulsionerna efter försöken enkelt kunde avlägsnas och bilden återanvändas.

2.3 Gelstabilitet hos emulsioner med 2% metylcellulosa

Efter de inledande försöken med Polytron P3100 (20 g skala) fortsatte försöken med att studera emulsionsstabiliteten med hjälp av en matberedare (300 g skala) med högre halt (2 %) metylcellulosa och förhållandet 30/70 av olja:vatten för att mera efterlikna en verklig produkt och en beredningssituation i industrin.

Begreppet gelstabilitet avser i dessa försök emulsionens fasthet direkt efter upphettningen av emulsionen mätt enligt metoden som beskrivs under 2.3.6.

2.3.1 Beredning av prover $>4^{\circ}\text{C}$ (10-15 $^{\circ}\text{C}$)

Vid beredningen av emulsionerna användes en Philips hushållsassistent av typen HR 2375/CN med knivinsats. Emulsionen som tillreddes var en olja-i-vatten emulsion (o/w) med förhållandena 30/70 innehållande 2 % metylcellulosa. Från Solina erhöles information om att mängden metylcellulosa som skulle sättas till emulsionen var 4% för att motsvara halten i den emulsion som används till köttersättningsmix. När en emulsion med denna mängd metylcellulosa beredd erhöles en så pass stabil emulsion att små skillnader som var relaterade till beredningstemperaturen var svåra att detektera. Halten metylcellulosa bestämdes istället till 2%, men med samma förhållande av olja och vatten (30/70).



Till en emulsion på 300 g användes således 74 g rapsolja, 220 g vatten, samt 6 g metylcellulosa.

Vid beredning av proverna mixades först vattnet i 15 sekunder innan rapsolja tillsattes och blandningen mixades i ytterligare 15 sekunder. Metylcellulosa sattes till blandningen och efter 15 sekunder avbröts mixningen för att skrapa ner metylcellulosa samt olja och vatten som hamnat på behållarens väggar samt lock. Efter mixning i ytterligare en minut erhöles en emulsion se figur 3. När mixningen avslutats avlägsnades knivinsatsen och den emulsion som satt fast på denna skrapades ner i behållaren. Även emulsion som fastnat på behållarens väggar skrapades ner innan temperaturen mättes med en digital termometer, se figur 3.



Figur 3. Emulsion som tillretts under förhållanden $<4^{\circ}\text{C}$ till vänster och $>4^{\circ}\text{C}$ till höger.

2.3.2 Beredning av prover $<4^{\circ}\text{C}$ ($0-4^{\circ}\text{C}$)

Beredning av emulsioner under 4°C genomfördes på liknande sätt som beskrivet under 2.3.1 med undantaget att det genomfördes en inledande kylning innan proverna tillreddes genom att is sattes till hushållsassistentens behållare och knivinsats.

Av de 220g vatten som sattes till emulsionen var 50% flytande (kranvatten) och 50% is. Dessa bereddes som beskrivet under 2.3.1 med skillnaden att isen mixades med vattnet i de inledande 15 sekunderna vilket då resulterade i att det då bildades en slushliknande blandning innan rapsolja tillsattes, följt av metylcellulosa för att erhålla en emulsion, se figur 3.

2.3.3 Beredning av prover vid olika pH

Emulsioner med ett kontrollerat pH på 5 respektive 5,5 bereddes som beskrivet under 2.3.1 med skillnaden att 0,25% av vattnet byttes ut mot citronsyra för att erhålla ett lägre pH. Till en emulsion på 300g användes 0,75 g citronsyra som löstes i 100 ml vatten och pH justerades med 1M NaOH för att erhålla en buffert med pH på 5 respektive 5,5. Bufferten kylde sedan innan det sattes till hushållsassistenten där vikten noterades och is tillsattes för att erhålla totalt 220g vatten. Precis som tidigare kylde behållaren till hushållsassistenten samt knivinsatsen med is innan försöken påbörjades.



2.3.4 Centrifugering

Emulsionen beredd enligt beskrivningar ovan fördes över till 50 ml koniska rör i polypropylen i prover om 25 gram; ur en sats kunde 8 provrör fyllas med den önskade mängden. Rören centrifugerades sedan i en centrifug av märket Beckman och typ CS-15 med en swing out rotor av modellen S4180 i fem minuter och en hastighet på 1100 g för att avlägsna eventuella luftfickor.

2.3.5 Värmning

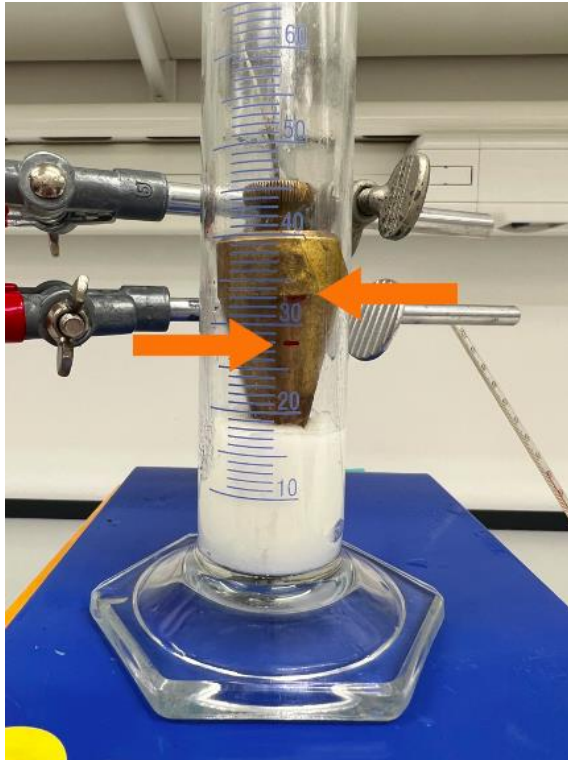
Proverna placerades efter centrifugering och kylning i 20 minuter vid 5 °C i ett värmeskåp av modellen Termaks TS8056 som höll en temperatur på 75°C. Efter en timme hade emulsionerna en innetemperatur på 70°C och avlägsnades från värmeskåpet, ett i taget för att genomföra analysen med avseende på emulsionernas gelstabilitet beskriven under avsnitt 2.4.

2.3.6 Mätning av gelstabilitet hos emulsioner (2% metylcellulosa)

Metoden som slutligen användes till försöken för att utvärdera stabiliteten hos emulsionen baserades på metoder som används i referens (13) och (14) men anpassades till förutsättningarna på laboratoriet.

Stabiliteten av emulsionerna som tillretts vid olika temperatur- samt pH-betingelser utvärderades på samma sätt. När röret avlägsnats från värmeskåpet kunde gelen med hjälp av en liten spatel avlägsnas från röret över till en skärbräda. Där kunde sedan toppen på provet med luftbubblor som bildades vid centrifugeringen skäras bort. Även den koniska delen av provet skars bort för att erhålla en cylinderformad bit som vägde 15 gram \pm 0,5 gram.

Det varma provet placerades sedan omedelbart i en 100 mL mätcylinder som sedan manuellt försiktigt skakades för att låta provet sjunka till botten. Därefter kunde ett konformat metallod med en vikt på 123 gram placeras över gelen. Ett tidtagarur startades när lodet släpptes. Tiden för lodet att sjunka från att det sattes till gelen tills att spetsen på lodet slog i botten noterades, se figur 4. Till detta användes röda markeringar på lodet respektive mätcylindern.



Figur 4. Metallod som placerats på en gel. När de röda markeringarna på mätcylindern och lodet överlappar har lodets spets nått mätcylinderns botten och försöket avslutas.

Mellan proverna placerades lodet i en bägare innehållandes vatten som hade en temperatur på 21-22°C för att kyla ner det. Ytterligare en mätcylinder användes för att denna skulle ha möjlighet att kylas ner mellan försöken och detta inte skulle bli en faktor som påverkade resultatet.

2.4 Statistik

Den data som erhöles vid försöken behandlades statistiskt med datorprogrammet GraphPad Prism version 9.2.0, GraphPad Software, USA. De tester som genomfördes var primärt ett t-test för att erhålla information om det förelåg någon statistisk signifikant skillnad mellan de emulsioner som tillverkats vid olika temperatur. Vid genomförandet av t-testet användes ett konfidensintervall på 95%.

Det genomfördes även ett ANOVA test då provet med ojusterat pH jämfördes med prover vars pH reglerats till 5 respektive 5,5. Vid försöken som bereddades i homogenisatorn Polytron PT 3100 är antalet prov (n=5). För prover tillverkade i matberedare är antalet prov (n=8).



3 Resultat

3.1 Inledande försök med Polytron PT 3100

Egenskaper hos metylcellulosa studerades inledningsvis i liten skaka (20 ml) genom att emulsioner skapades med Polytron PT 3100 som beskrivs i detta avsnitt vilket också syftade till att utveckla metoder för att styra temperaturen under beredningen av emulsionen.

3.1.1 *Utvärdering av emulsioner med olika halt metylcellulosa*

I de första försöken bereddades emulsionerna med ett 50/50 förhållande mellan olja och vatten till slutvolym på 20 mL. Mängden metylcellulosa som sattes till dessa emulsioner varierade mellan 0,1 gram till 0,2 gram/20 ml. Efter dessa försök togs beslutet att arbeta vidare med emulsionen med 0,175 gram/20 ml (ca 0,9%) metylcellulosa då denna erhölet en viskositet som var tjock nog att kunna beredas med homogenisatorn (Polytron PT 31000) men rinnig nog att kunna se en förändring då denna gick från varm till kall. Värt att notera är att dessa försök genomfördes utan reglering av temperatur för att få uppfattning om vilken halt metylcellulosa som var lämplig för senare försök (inga data redovisas från dessa försök).

3.1.2 *Utformning av kylmetod vid beredning av emulsioner med Polytron PT 3100*

Temperatur vid beredningen av emulsionerna har varit en genomgående kontrollpunkt under hela arbetets gång. Då större delen av försöken skulle genomföras vid temperaturer $<4^{\circ}\text{C}$ behövdes en metod för kontroll av temperaturen under beredningen. Provbereidningen skedde enligt beskrivning ovan med Polytron PT3100. Eftersom rotorn i homogenisatorn (Polytron PT 31000) roterade med en hastighet på 10 000 rpm och provets storlek var relativt liten (20 ml) resulterade detta i att värmen steg snabbt i provet, och således kom över den bestämda gränsen på 4°C . Andra faktorer om hur länge och hur långt ner pistongen placerades i emulsionen påverkade också hur mycket provet värmdes upp.

Slutligen användes en köldblandning med en fryspunktnedsättning på -5°C . Denna köldblandning tillverkades genom att 20 g NaCl sattes till 500 mL is i en bägare som sedan blandades om och placerades på is. Även vattnet och oljan som senare skulle användas i emulsionerna placerades på is för att kyla dessa.

3.1.3 *Utformning av metod för mixning*

I de första försöken som bereddades arbetade homogenisatorn utan uppehåll i 2 minuter vilket gjorde att proverna blev för varma. Detta ändrades senare till kortare mixintervaller om 30 sekunder arbete och 30 sekunder uppehåll tills provet mixats i totalt 2 minuter.

När homogenisatorn sedan mixat emulsionen enligt den utsatta tiden fanns det fortfarande olja i den spetsiga botten av röret dit pistongen inte nått och således inte



kunnat inkorporera all olja i emulsionen. I ett försök att reda ut detta halverades provmängden till 10 mL, men då proben mixat färdigt emulsionen hade provet en för hög temperatur och metoden fick ändras ytterligare. I den slutliga metoden användes en termometer som förvarades på is mellan försöken för att notera temperaturen under mixningens gång, kyla ner provet samt röra om så att oljan blev mer utblandad i provet. Denna metod gav resultat som höll sig inom gränserna och var den som användes för de resultat som redovisas.

3.1.4 Utveckling av metod för att mäta stabilitet över tid

Nästa steg var att utveckla en metod för att utvärdera stabiliteten hos de bildade emulsionerna. I ett första försök testades att vända röret innehållandes emulsionen och ta tiden för provet röra sig ut ur röret. Bristen med denna metod var att när emulsionerna hade nått en viss tjocklek var de inte rinniga nog och istället rörde de sig som en klump. Detta innebar alltså att metoden inte gav samma förutsättningar för proven med olika förhållanden av de ingående komponenterna, och den kunde därför inte användas. Den metod som slutligen användes finns beskriven under 2.2.

Med begreppet gelstabilitet hos emulsioner för prover som tillverkats med homogenisatorn (Polytron PT 31000) (avsnitt 3.2) avses metylcellulosas förmåga att verka som emulgeringsmedel i emulsioner med olika mängd olja i förhållande till vatten i en o/w-emulsion. Stabiliteten mättes genom att studera tiden det tog för gelerna att falla söner efter uppvärmning.

I försöken med matberedare (avsnitt 3.3) mäts istället emulsionens stabilitet direkt efter uppvärmning genom att utsätta den för en belastning. I båda fallen studerades emulsioner som var tillredda vid $<4^{\circ}\text{C}$ respektive $>4^{\circ}\text{C}$ (10-15 $^{\circ}\text{C}$).

3.2 Gelstabilitet hos emulsioner vid olika förhållanden av olja/vatten och 0,9% metylcellulosa

I försöken studerades emulsionernas gelstabilitet över tid, efter uppvärmning enligt metod beskriven under avsnitt 2.3. Försöken utfördes med prover som beretts kallt ($<4^{\circ}\text{C}$) och prover som inte kylades under beredningen (10-15 $^{\circ}\text{C}$). Till samtliga rör sattes 0,175 g MC men mängden olja och vatten varierades som framgår i tabellerna under bilaga 1.A, där även tiden för sönderfall av emulsionerna går att se i tabell II samt III. Emulsionernas sönderfallshastighet åskådliggörs i figur 5 ($>4^{\circ}\text{C}$) och 8 ($<4^{\circ}\text{C}$) genom att fas-transformationen har avsatts som funktion av tiden.

För emulsionerna som inte kylades vid beredningen (figur 5) är sönderfallshastigheten likartad för prov B (40/60), C (35/65), D (30/70) samt E (20/80). Provernas utseende vid början av försöket går att observera i figur 6. Efter det att proverna har nått fas 2, vilket innebar att de föll omkull, nådde samtliga fas 1 inom 2,5 minuter och slutligen även fas 0 (totalt sönderfall) inom ytterligare 13,5 minuter. Prov A med högst halt olja (50/50) hade avvikande mönster, men nådde fas 0 på



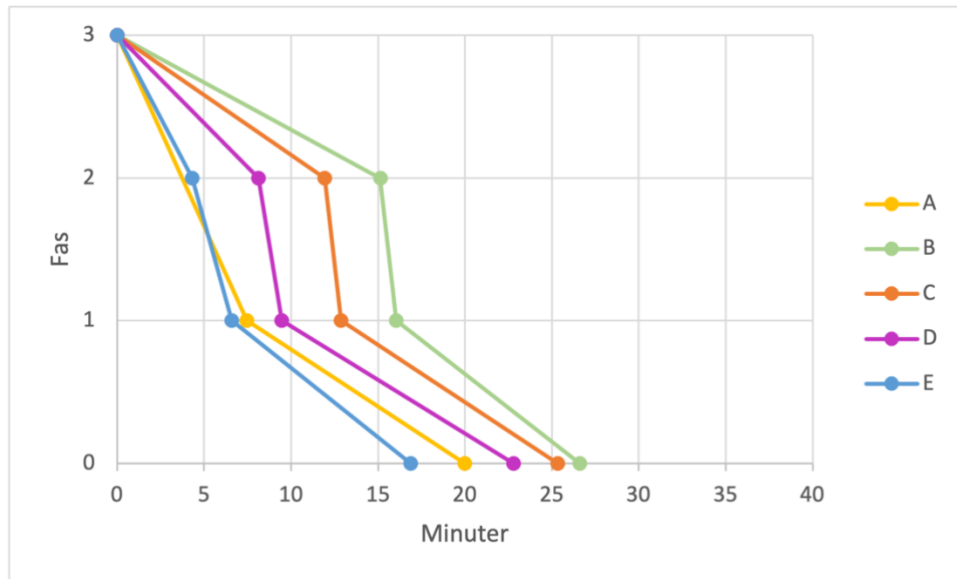
ungefär samma tid som de andra proverna. Utseendet vid slutet av försöket för samtliga prover syns i figur 7.

För emulsionerna som kylades vid beredningen (figur 8) är sönderfallshastigheten likartad för prov C (35/65), D (30/70) samt E (20/80), men här avvek både prov A (50/50) och prov B (40/60). Utseendet av samtliga prover vid försökets början framgår av figur 9. Tidsskillnaden mellan fas 2 och 1 var ca 2 minuter, men prov E (20/80) var något avvikande med ett resultat på 0,2 minuter mellan fas 2 och 1. Prov A och B började falla sönder men sedan stannade i fas 1 under lång tid, för prov A nåddes aldrig fas 0 då försöket avslutades efter 40 minuter. Detta går att avläsa från figur 10.

I den emulsion som hade samma förhållanden mellan olja och vatten som den emulsion Solina använde och som fortsatt användes i försöken med stabilitet med förhållandet 30/70 går det att se att den började falla sönder efter 9,47 minuter för den emulsion som beredd vid temperaturer $>4^{\circ}\text{C}$ och 13,40 minuter för den som beredd $<4^{\circ}\text{C}$. Detta resultat gav således en indikation på resultaten i de kommande försöken med avseende på emulsionens stabilitet som utfördes i större skala och högre halt metylcellulosa (se 3.3).

Tabell II. Visar tiden det tog för de olika proverna att gå från fas 3 (fast konsistens) till fas 0 (totalt sönderfall) som beredd vid en temp $> 4^{\circ}\text{C}$. A, B C, D samt E är prover med samma mängd metylcellulosa men olika förhållande mellan olja:vatten.

Prov	Tid sönderfall (Fas 3 till Fas 0)			
	Fas 3	Fas 2	Fas 1	Fas 0
A	0,00	-	7,46	20,00
B	0,00	15,13	16,06	26,60
C	0,00	11,93	12,87	25,33
D	0,00	8,13	9,47	22,80
E	0,00	4,33	6,60	16,87



Figur 5. Graf som visar hur de olika proverna som bereddes vid temperaturer över 4°C förändrades över tid efter upphettning och nådde de definierade faserna.



Figur 6. Visar kartan som användes för att utvärdera emulsionerna samt tidtagaruret vid början av försöket med de emulsioner som tillverkats vid över 4°C.



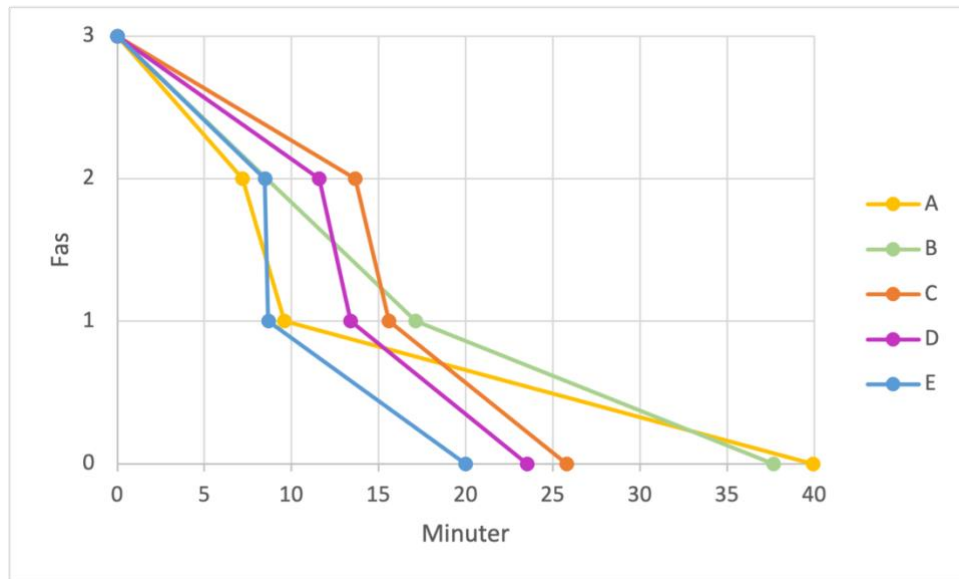
Figur 7. Visar kartan som användes för att utvärdera emulsionerna samt tidtagaruret vid slutet av försöket med de emulsioner som tillverkats vid över 4°C. A, B, C, D samt E är prover med samma mängd metylcellulosa men olika förhållande mellan olja:vatten.

För prover där temperaturen istället inte översteg 4°C erhöles andra värden som går att se under bilaga 1.B.

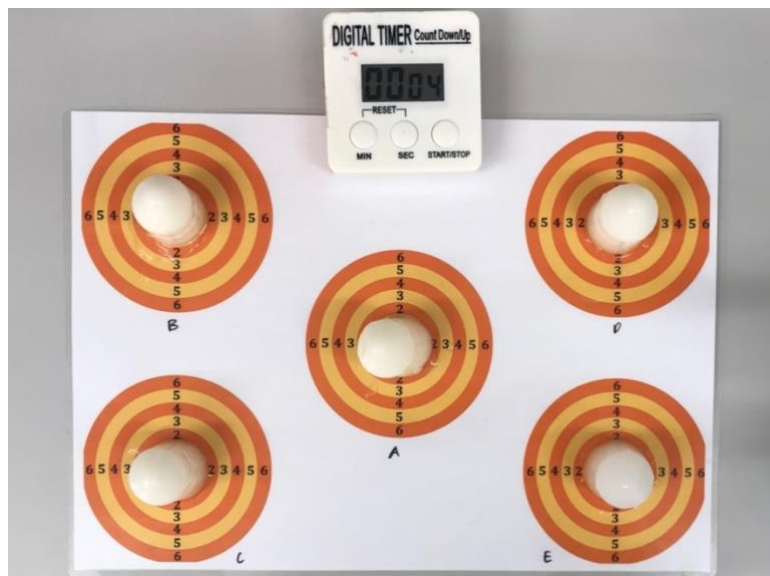
Tabell III. Visar de definierade faserna samt de tider som de olika proverna uppnådde dessa för prover som bereddes över 4°C.

Tid (Minuter)	Fas			
	3	2	1	0
A	0,00	7,20	9,60	39,93 ¹
B	0,00	-	17,13	37,67
C	0,00	13,67	15,60	25,80
D	0,00	11,60	13,40	23,53
E	0,00	8,47	8,67	20,00

¹ Maxtiden för försöket nåddes utan att gelen förlorat sin form fullständigt



Figur 8. Graf som visar hur de olika proverna som bereddes vid temperaturer under 4°C förändrades över tid efter upphettning och nådde de definierade faserna.



Figur 9. Visar kartan som användes för att utvärdera emulsionerna samt tidtagaruret vid början av försöket med de emulsioner som tillverkats vid under 4°C.



Figur 10. Visar kartan som användes för att utvärdera emulsionerna samt tidtagaruret vid slutet av försöket med de emulsioner som tillverkats vid under 4°C. Försöket avbröts efter knappt 40 minuter och där hade alla prover utom A nått fas 0.

3.3 Gelstabilitet hos emulsioner, 2% metylcellulosa

Begreppet gelstabilitet avser i dessa försök emulsionens fasthet direkt efter upphettningen av emulsionen mätt enligt metoden som beskrivs under 2.3.6.

Principen vid mätningen var att tiden när ett lod fick falla genom gelen vilket blev ett mått på gelens stabilitet. Försöken utfördes med prover som beretts kallt (<4°C) och prover som inte kylades under beredningen (10-15 °C). I de fall där ett försök tog längre tid än 20 minuter avbröts försöket, detta eftersom det vid försök som varade längre än 20 minuter ofta fanns andra faktorer som påverkade analysen, exempelvis att lodet inte förts rakt ner i provet.

3.3.1 Prover >4°C

I försöken där temperaturen var över 4°C var de ingående temperaturerna 10°C för oljan och 14°C för vattnet som då resulterade i en sluttemperatur på 19,5°C i försök 1. I försök 2 var den ingående temperaturerna för oljan densamma (10°C) men 13,5°C för vattnet, vilket resulterade i en sluttemperatur på 19,1°C. Tiderna som uppmättes i försöken redovisas i tabellen som återfinns under bilaga 2 i tabell 2.A.

Från tabellen går det att se att den längsta tiden för ett försök vid temperaturer över 4°C var 5 minuter 28 sekunder (5,47 minuter) och den kortaste var 57 sekunder (0,95 minuter). Resultaten hade således en stor variation och dessa värden behandlades statistiskt behandlas med datorprogrammet GraphPad Prism. Medelvärde för tiden det tog för lodet att sjunka till botten av mätcylindern bestämdes till 2,65 minuter med en standardavvikelse på 1,19 minuter.

3.3.2 Prover <4°C

De ingående temperaturerna i försöken där temperaturen inte fick överstiga 4°C för vatten och olja var i försök 1, 0,5°C respektive 1,0°C vilket resulterade i en

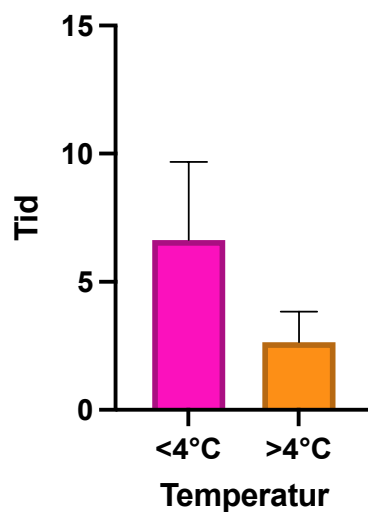


sluttemperatur på 0°C. I försök 2 var de ingående temperaturerna densamma som innan 0,5°C för oljan och 1,0°C för vattnet. Även denna gång sjönk temperaturen under försöket och en sluttemperatur på 0°C erhöles. Tider som sedan erhöles vid mätningen återfinns under bilaga 2. I tabell 2.B.

I tabellen går det att avläsa att försöket som tog längst tid var 13 minuter 24 sekunder (13,40 minuter) och det som tog kortast tid tog 2 minuter 52 sekunder (2,86 minuter). Medelvärdet för mätningarna blev 6,63 minuter med en standardavvikelse på 3,05 minuter.

3.4 Jämförelse av prover >4°C samt <4°C

Resultaten från försök 3.2.1 (>4°C) och 3.2.2 (<4°C) jämfördes i ett operat t-test för att se om skillnaden mellan dem var signifikant. Genom användandet av de tidigare erhållna medelvärdena samt standardavvikelse kunde således ett t-test genomföras med en konfidensnivå på 95%. Detta t-test resulterade i ett p-värde som var <0,0001 och indikerade att det finns en statistiskt signifikant skillnad i gelstabiliteten hos emulsionerna beroende på om beredningen sker utan att kontrollera temperaturen jämfört med när beredningen sker vid en temperatur <4°C. Resultatet från försök 3.3.1 (>4°C) och 3.3.2 (<4°C) kan ses i figur 11.



Figur 11. Stapeldiagram som visualiserar skillnaden i gelens stabilitet då emulsioner tillverkats vid temperaturer <4°C samt >4°C.

3.5 Ändrat pH

Då resultaten från försöken med varierande temperatur visade på en signifikant skillnad mellan den varma och kalla emulsionen användes endast prover med en temperatur under 4°C för att genomföra försöken med varierande pH. Försöken som genomfördes vid pH 5 samt pH 5,5 bereddes enligt metod beskriven under avsnitt 2.3.3.

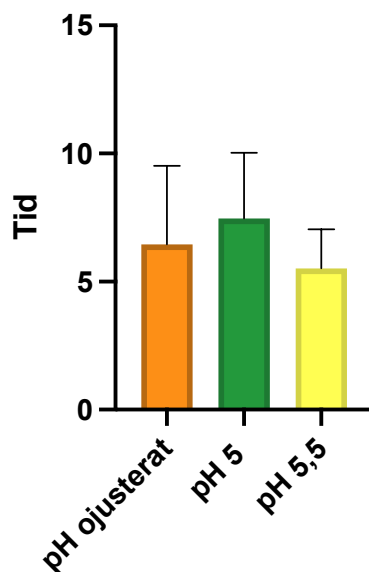


3.5.1 pH 5

De ingående temperaturerna samt sluttemperaturen för emulsionerna med pH 5 låg på 0,5°C för oljan och 1,0°C för vattnet och sjönk till en sluttemperatur på -0,1°C vid försök 1. För försök 2 låg både temperaturen för oljan och för vattnet på 0,5°C och sjönk sedan vid försöket till en temperatur på -0,1°C. Från tabellen under bilaga 2. I tabell 2.C går det att utläsa att försöket som tog längst tid vid det bestämda pH värdet tog 20 minuter och det kortaste tog 4,39 (4,65 minuter). Efter behandling av de erhållna värdena kunde medelvärdet för försöken vid pH 5 bestämmas till 8,41 minuter med en standardavvikelse på 3,96 minuter.

3.5.2 pH 5,5

I försök 1 framgår det att de initiala temperaturerna hos oljan och vattnet var 0,5°C och den sluttemperatur som erhöles var -0,1°C. I försök två däremot var den ingående temperaturen för oljan på 0,5°C men istället 0,6°C för vattnet vilket resulterade i en sluttemperatur på -0,1°C. Vidare går det även att från tabell 2.D i bilaga 2 avläsa att försöket som tog längst tid vid pH 5,5 tog 11 minuter och 49 sekunder (11,82 minuter) och det kortaste 2 minuter 34 sekunder (2,57 minuter). När data behandlats statistiskt erhöles ett medelvärde för försöken vid pH 5,5 på 6,07 minuter med en standardavvikelse på 2,13 minuter, se figur 12.



Figur 12. Stapeldiagram som visualiserar skillnaden i gelens stabilitet då emulsioner tillverkats vid temperaturer <4°C med antingen ett ojusterat pH, pH 5 eller pH 5,5.

Försöken med olika pH kunde sedan jämföras med det resultat som tidigare erhöles för emulsionen vid samma temperatur utan tillsatt citronsyra eller justerat pH i ett ANOVA test. Där kunde det sedan avläsas att det inte fanns någon signifikant skillnad i de resultat för varken den ojusterade emulsionen som bereddes vid temperaturer under 4°C eller för de emulsioner vid samma temperatur där pH hade justerats.



4 Diskussion

Resultaten visar att det finns en tydlig signifikant skillnad i stabilitet mellan de emulsioner som bereddes under 4°C jämfört med över 4°C. De emulsioner som tillverkats under 4°C föll sönder långsammare, se tabell 1.A samt 1.B och kunde hålla metallodet uppe längre än de emulsioner som tillverkats vid temperaturer över 4°C, se bilaga 2.A samt 2.B.

Resultaten kan jämföras med företagsinformationen från en tillverkare av metylcellulosa (Metolose)(9) där de anger att beredningen bör ske under 15°C för att få ”ett bra bett i produkten”. Det framgår även att ännu lägre temperaturer vid beredningar ger ett bättre resultat. Detta är alltså information som bekräftar data som erhöles från försöken som genomfördes i föreliggande studie.

Försök som genomförde med justerat pH resulterade inte i någon signifikant skillnad varken mellan pH 5,0 och 5,5 eller jämfört med provet där rent vatten används. I försöken som genomfördes användes dock inte tillsatta proteiner, vilket är en svaghet i studien då proteinerna kan påverka pH och gelbildningen. Som tidigare nämnt under introduktionen i avsnitt 1.7 är metylcellulosa stabil inom ett intervall på pH 3-10 (3), vilket stämmer med erhållna resultat även om bara ett litet pH-intervall studerats. Framtida möjligheter till försök där pH kan ha en påverkan bör således genomföras med tillsats av protein till emulsionerna.

Vid genomförandet av detta examensarbete fanns till en början ingen metod och den metodutveckling som krävdes visade sig i slutändan vara en rätt omfattande och tidskrävande process att genomföra.

Den informationen om mängd metylcellulosa som erhöles av Solina motsvarade 4 % av emulsionens vikt. När en liknande emulsion bereddes i labb blev denna efter uppvärmning så pass stabil att det blev svårt att genomföra en analys, då ytterligare faktorer påverkade hur länge emulsionen behöll sin form, exempelvis att den torkade innan den hann kylas ner och således behöll sin form längre även om emulsionen blivit lösare. I försöken där sönderfallshastigheten studerades användes därför en halt på ca 0,9% för att kunna studera skillnaden i stabilitet beroende på beredningstemperatur och förhållande olja/vatten. I försöket där stabiliteten studerades direkt efter uppvärmning användes en koncentration på 2% metylcellulosa. Stabiliteten efter uppvärmning mättes genom att ett lod på 123g sattes till prover i 50 ml koniska rör i polypropylen.

Försöken med 2% metylcellulosa bereddes i en matberedare i en storlek om 300 gram. Provmängden valdes dels baserat på hushållsassistentens kapacitet men även för att få ut flera prover för att analysera parallellt. Från smeten på 300 gram erhöles 8 prover om 25 gram var eftersom det inte gick att skrapa ut all smet. När försöken i matberedare genomfördes behövdes inte alls lika lång tid för att emulsionerna skulle gå ihop, vilket resulterade i att proverna inte behövde mixas lika länge och således inte hade samma möjlighet att ta upp värme jämfört med användningen av homogenisatorn Polytron PT3100 som användes i de inledande försöken.



Många olika försök utfördes innan rätt förhållanden kunde utformas för att mäta stabiliteten i gelerna. I den slutliga utformningen avlägsnades gelen från det ursprungliga röret som används vid upphettningen och botten och toppen skars bort för att få en cylinder platta ändar. Ett lod med vikten 123 g användes för att belasta gelen som inledningsvis placerades i en glasbägare på 25 mL. När lodet då placerades på provet resulterade det i vissa fall i att provet sprack, snarare än trycktes ihop av att lodet läts sjunka ner i det. I vissa fall kunde hamnade också lodet snett och det var svårt att läsa av när lodet träffade botten. Detta problem kunde lösas genom att använda ett smalare mätglas. Denna behållare visade sig vara bättre dels eftersom proverna inte längre sprack, och det blev betydligt lättare att placera lodet rakt in i provet samt att det fick stöd att stå upprätt när det sjönk ner i emulsionen.

Det visade sig också att lodet tog upp värme vilket i sin tur påverkade analysen och ytterligare en modifiering av metoden var att kyla den mellan försöken. För att få reproducerbara resultat var det av stor betydelse att de behållare och föremål som användes för att analysera stabiliteten hade så lika ingående temperatur som möjligt.

Det fanns även delar i försöken som hade kunnat förbättras och utvärderas djupare med metoden, men som fick strykas från detta arbete. Ett exempel på sådana försök är försök med protein i emulsionerna med justerat pH. Resultatet i denna studie visade som tidigare nämnts att pH inte hade någon signifikant betydelse för emulsionernas gelstabilitet, men då emulsionerna som användes i detta försök inte användes tillsammans med de övriga ingredienserna som ingår i slutprodukten går det alltså inte att med säkerhet säga att stabiliteten hos denna inte skulle påverkas vid ett justerat pH.

5 Slutsats

Efter genomförandet av denna studie går det att dra slutsatsen att temperatur har en signifikant betydelse för emulsionens gelstabilitet. När emulsionen bereds vid en temperatur under 4°C var medelvärdet för provernas stabilitet 6,63 minuter jämfört med 2,65 minuter för de prover som tillverkats över 4°C.

Vid försök som genomfördes med ett pH på 5 respektive 5,5 kunde ingen signifikant skillnad påvisas mellan varken prover med justerat pH eller prover med sitt ursprungliga pH vid samma temperatur. Emulsionerna innehållandes olja, vatten samt metylcellulosa kommer således troligtvis vara lika stabila oberoende av pH.



6 Referenser

1. Coultate T. Food The Chemistry of its Componens. 6th ed. Cambridge: Royal Society of Chemistry; 2016.
2. Mahmood K, Hanisah K, Shang PL, Sulaiman S, Ariffin F, Alias AK. A review: Interaction of starch/non-starch hydrocolloid blending and the recent food applications. *Food Biosci.* 2017;19:110–20.
3. Fellows PJ. Food Processing Technology. 4th ed. Duxford: Woodhead Publishing; 2017.
4. Dipjyoti S, Bhattacharya S. Hydrocolloids as thickening and gelling agents in food: a critical review. *J Food Sci Technol.* 2010 Dec;47(6):587–97.
5. Li JM, Nie SP. The functional and nutritional aspects of hydrocolloids in foods. *Food Hydrocoll.* 2016;53:46–61.
6. Manzoor M, Singh J, Bandral JD, Gani A, Shams R. Food hydrocolloids: Functional, nutraceutical and novel applications for delivery of bioactive compounds. *Int J Biol Macromol.* 2020 Dec 15;165:554–67.
7. Kobayashi K, Huang C i, Lodge TimothyP. Thermoreversible Gelation of Aqueous Methylcellulose Solutions. *Macromolecules.* 1999;32(21):7070–7.
8. Coughlin ML, Liberman L, Ertem SP, Edmund J, Bates FS, Lodge TP. Methyl cellulose solutions and gels: fibril formation and gelation properties. *Prog Polym Sci.* 2021 Jan;112.
9. METOLOSE® Food Grade | Shin-Etsu [Internet]. [cited 2022 May 1]. Available from: <https://www.metolose.jp/en/food/about.html>
10. Yemenicioğlu A, Farris S, Turkyilmaz M, Gulec S. A review of current and future food applications of natural hydrocolloids. *Int J Food Sci Technol.* 2020;55(4):1389–406.
11. Xiangxiang H, Wei L, Cuixia S, Hoda K, Analucia M, Rani A, et al. Cellulose and cellulose derivatives: Different colloidal states and food-related applications. *Carbohydr Polym.* 2021 Mar;255.
12. Vilka är vi? [Internet]. [cited 2022 May 1]. Available from: <https://solina-group.se/vilka-ar-vi.aspx>
13. Kaur M, Singh N. Studies on functional, thermal and pasting properties of flours from different chickpea (*Cier arietinum L.*) Cultivars. *Food Chem.* 2005;91(3):403–11.



14. Gao X qin, Zhang W gang, Zhou G hong. Emulsion stability, thermo-rheology and quality characteristics of ground pork patties prepared with soy protein isolate and carrageenan. J Sci Food Agric. 2015;95(14):2832–7.

Bilaga 1

Bilaga 1.A Tabell från beredning av emulsioner med homogenisator (Polytron ® PT 3100) vid temperaturer >4°C.

Rör	Förhållande Olja/vatten	Olja (g)	Vatten (g)	MC (g)	Sluttemperatur (C°)
A	50/50	10,0	10,0	0,175	20,2
B	40/60	8,1	11,9	0,175	18,4
C	35/65	7,2	12,8	0,175	19,2
D	30/70 ¹	5,7	14,3	0,175	19,0
E	20/80	2,2	17,8	0,175	18,5

¹Förhållandet 30/70 är den som är mest lik den emulsion av Solina

Bilaga 1.B. Tabell från beredning av emulsioner med homogenisator (Polytron ® PT 3100) vid temperaturer <4°C.

Rör	Förhållande Olja/vatten	Olja (g)	Vatten (g)	MC (g)	Sluttemperatur (C°)
A	50/50	10,0	10,0	0,175	1,6
B	40/60	8,1	11,9	0,175	2,4
C	35/65	7,2	12,8	0,175	1,8
D	30/70	5,7	14,3	0,175	1,3
E	20/80	2,2	17,8	0,175	1,7



Bilaga 2

Bilaga 2.A. Tider från försök i matberedare som tillverkats i temperaturer $>4^{\circ}\text{C}$

Försök 1	Rör	1.1	1.2	2.1	2.2	3.1	3.2	4.1	4.2
	Tid (Minuter)	1,05	2,12	2,47	2,49	3,10	1,11	2,48	0,57

Försök 2	Rör	1.1	1.2	2.1	2.2	3.1	3.2	4.1	4.2
	Tid (Minuter)	2,53	2,50	1,59	2,19	3,37	5,28	1,56	4,23

Bilaga 2.B. Tider från försök i matberedare som tillverkats i temperaturer $<4^{\circ}\text{C}$

Försök 1	Rör	1.1	1.2	2.1	2.2	3.1	3.2	4.1	4.2
	Tid (Minuter)	5,44	2,38	8,06	6,07	2,52	7,02	4,54	13,24

Försök 2	Rör	1.1	1.2	2.1	2.2	3.1	3.2	4.1	4.2
	Tid (Minuter)	10,20	5,14	5,13	10,32	7,59	4,06	8,48	3,16

Bilaga 2.C. Tider från försök i matberedare med pH 5

Försök 1	Rör	1.1	1.2	2.1	2.2	3.1	3.2	4.1	4.2
	Tid (Minuter)	5,13	7,27	>20	4,39	10,34	5,18	10,30	9,09

Försök 2	Rör	1.1	1.2	2.1	2.2	3.1	3.2	4.1	4.2
	Tid (Minuter)	8,13	7,40	4,43	10,06	6,16	7,14	12,51	4,44



Bilaga 2.D. Tider från försök i matberedare med pH 5,5

Försök	Rör	1.1	1.2	2.1	2.2	3.1	3.2	4.1	4.2
	Tid (Minuter)	5,30	11,49	4,12	5,20	4,12	6,29	6,41	8,07

Försök	Rör	1.1	1.2	2.1	2.2	3.1	3.2	4.1	4.2
	Tid (Minuter)	5,39	3,16	2,34	6,30	6,42	6,45	6,25	7,00