

# Utvikling av høykvalitets pulverprodukt fra sildemelke: Oppfølgingsprosjekt

Sluttrapport

Henning Egede-Nissen





Nofima er et næringsrettet forskningsinstitutt som driver forskning og utvikling for akvakulturnæringen, fiskerinæringen og matindustrien.

Nofima har om lag 400 ansatte.

Hovedkontoret er i Tromsø, og forskningsvirksomheten foregår på seks ulike steder: Ås, Stavanger, Bergen, Sunndalsøra, Averøy og Tromsø

**Hovedkontor Tromsø:**

Muninbakken 9–13  
Postboks 6122 Langnes  
NO-9291 Tromsø

**Ås:**

Osloveien 1  
Postboks 210  
NO-1431 ÅS

**Stavanger:**

Måltidets hus, Richard Johnsensgate 4  
Postboks 8034  
NO-4068 Stavanger

**Bergen:**

Postboks 1425 Oasen  
NO-5828 Bergen

**Sunndalsøra:**

Sjølseng  
NO-6600 Sunndalsøra

**Averøy:**

Ekkilsøy  
NO-6530 Averøy

**Felles kontaktinformasjon:**

Tlf: 02140

Faks: 64 94 33 14

E-post: [post@nofima.no](mailto:post@nofima.no)

Internett: [www.nofima.no](http://www.nofima.no)

**Foretaksnr.:**

**NO 989 278 835 MVA**

<h1>Rapport</h1>	ISBN: 978-82-8296-145-5 (trykt) ISBN: 978-82-8296-146-2 (pdf) ISSN 1890-579X
<i>Tittel:</i> <b>Utvikling av høykvalitets pulverprodukt fra sildemelke: Oppfølgingsprosjekt</b> Sluttrapport	<i>Rapportnr.:</i> 50/2013 <i>Tilgjengelighet:</i> Åpen
<i>Forfatter(e)/Prosjektleder:</i> Henning Egede-Nissen	<i>Dato:</i> 28. november 2013
<i>Avdeling:</i> Marin bioteknologi	<i>Ant. sider og vedlegg:</i> 7
<i>Oppdragsgiver:</i> Fiskeri- og Havbruksnæringens Forskningsfond (FHF), Oslo	<i>Oppdragsgivers ref.:</i> FHF #900547
<i>Stikkord:</i> Restråstoff, sildemelke, oksidasjon, mølletørking, sildemelkepulver, sensorikk	<i>Prosjektnr.:</i> 21103
<i>Sammendrag/anbefalinger:</i> <p>Som en del av satsingen på restråstoff fra pelagisk sektor ønsker FHF å videreføre FoU-innsatsen for produktkvalitet på sildemelkepulver. Nofima ble derfor utfordret på å utvikle et «2.generasjons» produkt basert på fryst eller konserverte melke. Målsettingen var å få frem et kvalitetssikret pulverprodukt med akseptabel lukt og smak etter 2 års lagring. Kartlegging av årstidsvariasjoner viste små endringer fra umoden melke i november til moden melke i februar. Status uttaksmetoder for sildegonader ble avklart. Fryselagring av melke viste at råstoffkvaliteten påvirkes lite av frysetemperatur og pakkemåte, og god kvalitet opprettholdes mellom to sesonger. Fryst melke ble varmebehandlet og tørket med og uten antioksidanter i pilotskala til et pulver med god lukt og smak i fersk tilstand. Flere analysemetoder for å følge fettoksidasjon i olje ble prøvd på sildemelkepulver, men med sterkt varierende resultat på dette produktet. Flash-tørking av sildemelke i nærvær av antioksidant i en varmlufts mølletørke gir kort tørketid med minimal fettoksidasjon. Forsøk med akselerert lagring indikerer at mølletørket sildemelkepulver kan opprettholde akseptabel lukt og smak i opp til 2 år ved kjølelagringsbetingelser. Det er funnet en signifikant korrelasjon mellom luktintensitet av sildemelke dispergert i varmt vann og måling av flyktige forbindelser basert på dynamisk <i>headspace</i>-analyser. Resultatene bekrefter at metodikken egner seg til å følge utvikling av sensorisk kvalitet (luktintensitet) i et pulverprodukt av sildemelke. Det er påvist positive signifikante effekter av å tilsette antioksidant(er) etter tørking på sensorikk og konsentrasjon av TMA, DMA og eddiksyre. Kombinasjonen rosmarin-propylgallat er vurdert som best basert på en kombinasjon av disse kvalitetsparametere. Produktet har vært testet ut i markedet for smak/aroma der det vurderes på linje med torskepulver, og kan også være aktuelt innen kosttilskudd og/eller helsekostprodukter.</p>	
<i>English summary:</i> <p>FHF has strong focus on the utilization of rest raw material from the pelagic sector. The goal of the present project was to further optimize a novel manufacturing process and evaluate the oxidative stability of a dried herring milt product. Initially seasonal variations and methods for the separation of herring gonads were surveyed. Herring milt was successfully freeze stored in 6 months under variable conditions. The milt was heat treated and processed into a dried powder in pilot scale. Three different antioxidants were added in a factorial design experiment and the oxidative stability tested at elevated temperature. Sensory testing was used to determine the needed storage time before assessment of the samples based on sensory and headspace GC-MS analysis. For all products tested the sensory properties of the milt powder were found to be still acceptable after 3 months storage at 35 °C, equivalent to 2 years at 5 °C. The antioxidant combination rosemary extract and propylgallat was considered to be the best. The product has been tested as flavouring, and may have potential in the market for food health and food supplements.</p>	

# Innhold

<b>1</b>	<b>Innledning.....</b>	<b>1</b>
1.1	Bakgrunn.....	1
1.2	Prosjektets omfang.....	1
1.3	Prosjektorganisering.....	1
<b>2</b>	<b>Problemstilling og formål .....</b>	<b>2</b>
2.1	Effekt mål .....	2
2.2	Resultatmål.....	2
<b>3</b>	<b>Prosjektgjennomføring.....</b>	<b>3</b>
3.1	Valg av forskningsmetode .....	3
3.2	Gjennomføring av prosjektet .....	3
3.3	Avvik i forhold til prosjektplan .....	3
<b>4</b>	<b>Oppnådde resultater. Konklusjon .....</b>	<b>4</b>
4.1	Resultatoversikt.....	4
4.2	Vurdering av funnenes gyldighet, sikkerhet og presisjon .....	5
4.3	Vurdering av resultat anvendelse (implementering) .....	5
4.4	Vurdering av nytteverdi.....	5
<b>5</b>	<b>Leveranser .....</b>	<b>7</b>
<b>6</b>	<b>Kvalitetssikring av prosjektgjennomføring og resultater .....</b>	<b>7</b>
6.1	Metode for kvalitetssikring .....	7
6.2	Ansvarlig for kvalitetssikring.....	7

# 1 Innledning

## 1.1 Bakgrunn

I handlingsplanen til FHF for 2011 og fremover ble det fastslått at FHF ville videreføre FoU-innsatsen vedrørende produktkvalitet på sildemelke. Pelagisk konsumindustri hadde behov for bedre innsikt i alternative anvendelser av sildemelke for å kunne vurdere om dette restråstoffet kunne gi økt lønnsomhet for næringen. Nofima gjennomførte i 2008/2009 et produktutviklingsprosjekt for Norges Sildesalgslag i samarbeid med UiB/Haukeland Universitetssykehus og NutriMarine Life Science AS. Prosjektet ga tørkede produkter av sildemelke med utilfredsstillende kvalitet for human ernæring (barnegrøt i Afrika, restitusjonsprodukt). FHF anbefalte på denne bakgrunn et oppfølgingsprosjekt for et «2. generasjons produkt».

## 1.2 Prosjektets omfang

Prosjektet har vært gjennomført med følgende delprosjekter (jfr kap. 5 Leveranser):

- Uttak av melke fra filetering av sild (delrapport til fagrapport 1)
- Utvikling av høykvalitets pulverprodukt fra sildemelke (fagrapport 1)
- Sensorisk kvalitet på sildemelkepulver testet ved akselererte lagringsbetingelser (fagrapport 2)

Prosjektperioden for fase A ble satt til 2010–2011 med sluttrapportering vår 2012. Kostnadsrammen var NOK 2,2 millioner for oppnåelse av et lagringsstabil kvalitetspulver. Forutsatt at fase A innfris vil FHF vurdere en fase B der det gjennom nye pilotstudier skal dokumenteres helseeffekter av sildemelkepulver på nærmere definerte anvendelsesområder.

## 1.3 Prosjektorganisering

Prosjektet har vært ledet fra Nofima Bergen med bistand fra Nofima Ås på oksidasjonsanalyser. SINTEF Fiskeri & Havbruk har bidratt med delprosjektet «Status for teknologiske løsninger for sortering av restråstoff fra sildefiletering».

Styringsgruppen har bestått av representanter fra Norway Pelagic AS, avd. Austevoll (Ivar Helge Melingen), Norway Pelagic AS, avd. Kalvåg (Per Røys) og Norges Sildesalgslag (Svanhild Kambestad), med Berit Hanssen fra FHF som observatør.

## **2 Problemstilling og formål**

### **2.1 Effektmål**

- Foredling istedenfor direkte salg av en potensiell mengde sildemelke fra NVG-sild på 10-30.000 tonn/år (varierende kvotegrunnlag: 50 % hannfisk og 15 % melkeutbytte gir 15.000 tonn melke fra 200.000 tonn filetert sild).
- Reell verdiøkning på sildemelkeråstoffet fra i størrelsesorden NOK 1,5-2,5/kg (til ensilasje eller fiskemel/-olje).

### **2.2 Resultatmål**

- Fremstilling av et kvalitetssikret pulverprodukt av sildemelke med akseptabel lukt og smak etter 2 års lagring.
- Produkter med basis i fryst eller konserverte melke som kan gå inn i markedet for human ernæring/kosttilskudd/helsekost.

### 3 Prosjektgjennomføring

#### 3.1 Valg av forskningsmetode

Faktorielt forsøksdesign er anvendt for å se på fryselagringsstabiliteten av sildemelke og effekt av antioksidanter i tørt pulver. For pulverproduksjon ble det valgt å gjøre innledende studier i liten skala med tradisjonelle lab-skala tørketeknikker som frysetørking og vakuomtørking. En fremstillingsprosess er etablert i pilotskala basert på varmekoagulering og direkte flashtørking (mølletørke). Parallelt med forsøkene ble det forsøkt utviklet/tilpasset metoder for å følge oksidasjonsutviklingen i råstoff og tørkegodt basert på kjemiske og sensoriske analyser og dynamisk *headspace* gasskromatografi-massespektrometri (GC-MS) teknikk. Faktorielt forsøksdesign ble valgt også for å undersøke lagringsstabiliteten på sildemelkepulver, ettersom det var svært begrensede data fra før på dette feltet.

#### 3.2 Gjennomføring av prosjektet

Prosjektet har vært gjennomført i faser som vist i tabellen nedenfor:

Delprosjekt	Aktivitet	Tid
1	a) Kartlegging av årstidsvariasjoner på melke b) Undersøkelse av umoden kontra moden melke	Høst 2010-vår 2011
2	Teknologiske muligheter for utsortering av melke på fileteringsanlegg	2011
3	a) Utvikling og tilpassing av kjemiske analysemetoder og akselerert test (Oxipres) for å følge oksidasjonsforløpet i frossen sildemelke og i sildemelkepulver b) Etablering av teknikk for dynamisk "headspace sampling" av flyktige forbindelser fra sildemelkepulver, og analyse på GC-MS (gasskromatografi-massespektroskopi)	Kontinuerlig høst 2010-vår 2013
4	Lagringsforsøk på fryst sildemelke, faktorielt forsøksdesign	2011
5	a) Varmebehandling og prøvetørking av sildemelke i laboratorieskala b) Pilotproduksjon av sildemelkepulver: Varmebehandling i rørkoker, tørking i mølletørke med og uten antioksidant	2011-2013
6	a) Forsøk med akselerert lagring ved 35 °C. Differansetest uten antioksidant og med den antatt beste antioksidanten b) Faktorielt forsøksdesign med ulike kombinasjoner av antioksidanter analysert sensorisk og med dynamisk headspace GC-MS	2013

#### 3.3 Avvik i forhold til prosjektplan

Opprinnelig prosjektperiode var 2010–2011 med sluttrapportering vår 2012. Sen oppstart i 2010 ga i første omgang forlengelse av prosjektet med ett år. Lagringsforsøket ga ytterligere forskyvning av prosjektavslutningen til høsten 2013.

## 4 Oppnådde resultater, konklusjon

### 4.1 Resultatoversikt

- Gonader (rogn og melke) fra NVG-sild utvikler seg forskjellig. Melkesekken oppnår raskt full størrelse, mens rogn utvikles gradvis og får full vekt opp mot modning i februar-mars.
- For sildemelke fra NVG-sild er det registrert en liten stigning i tørrstoffinnhold fra november til februar, bekreftet ved en tilsvarende økning i innholdet av protein, fett og aske. I fersk sildemelke ble det ikke påvist nedbrytning av trimetylaminoksid (TMAO) til trimetylamin (TMA). Analysene indikerer at pulverproduksjon fra NVG-sild vil gå like bra i november som i februar, men med noe lavere utbytte.
- Identifiserte alternativer for utsortering av gonader er: 1) Individbasert atskillelse ved optisk kjønnsortering. 2) Automatisk separasjon av rogn og melke i fileteringsanlegget. 3) Manuell plukking fra samfengt restråstoff. 4) Separasjon av opphakkert melke i rognproduksjonsanlegg. Automatisert uttak vil aktualiseres med økende etterspørsel etter melke og/eller melkeprodukter.
- *Headspace* GC-MS (gasskromatografi-massespektrometri) og sensorikk var de metodene som fungerte for å følge oksidasjonsutviklingen i sildemelkepulver. Metoder som Oxipres, thiobarbitursyre reaktive forbindelser (TBARS) og peroksidtall (PV) som normalt anvendes på oljer, viste seg å ikke fungere på pulver av sildemelke.
- Fryselagring av sildemelke over 9 måneder har gitt ubetydelig kvalitetsforringelse på råstoffet. Pakking i vakuum gir noe bedre beskyttelse mot oksidasjon og utvikling av flyktig nitrogen enn åpen pakking, og hindrer uttørring og fargeforandring i overflaten. Lagring ved -30 °C kontra -20 °C gir marginal forskjell.
- Før tørking ble det etablert en metode for oppvarming for å stoppe enzym- og bakterieaktivitet i sildemelken. Statisk tørking av sildemelke i laboratorieskala krever lang tørketid med utvikling av TMA og oksidasjonsprodukter og dårlig lukt og smak. Kort tørketid og antioksidanter ser ut til å være nødvendig for å få et langtidsholdbart produkt.
- Pilotskala tørking av sildemelke i en kontinuerlig, indirekte dampptørke (rotadisc) som fortørking var teknisk ikke gjennomførbart grunnet produktets klebrighet. Mølletørking ga et lyst og tiltalende produkt sammenlignbart med pulver fra torskefilet, men tørketeknikken krever noe retur av produkt for å holde tørrstoffnivået i føde tilstrekkelig høyt. Mølletørket produkt uten tilsatt antioksidant begynte å få merkbart dårlig smak og lukt etter 6–7 måneder lagring ved 5 °C.
- Ny produksjon av pulver basert på fryselagret sildemelke og tilsats av antioksidant (rosmarinekstrakt) ga et tilfredsstillende utgangspunkt for langtidslagring av sildemelkepulver. Det nyproduserte sildemelkepulveret hadde smak og lukt som nykokt torsk ved utblanding i varmt vann. Et 3-faktoriel design er brukt for å evaluere effekt ved tilsetning av antioksidantene rosmarinekstrakt, propylgallat og tokoferolmiks. Etter 12 ukers lagring ved 35 °C var alle produktene fortsatt av akseptabel sensorisk kvalitet, men med



mindre frisk smak og lukt og mer «fiskearoma». Grovt sett kan det regnes med en dobling av holdbarhet pr 10 grader ned, slik at vi kan indikere cirka 9 måneders lagringstid ved 20 °C og cirka 2 år ved 5 °C. Tilsetning av antioksidanter etter tørking viste seg å ha signifikant effekt på lagringsstabiliteten sammenlignet med pulver uten antioksidant.

## 4.2 Vurdering av funnenes gyldighet, sikkerhet og presisjon

Utvalget av gonader (4) er for lite til å gi en sikker profil på utvikling av modning og kjemisk sammensetning gjennom sesongen, men trenden er tydelig. Fryselagring viser relativt små endringer i kvaliteten basert på de testede faktorer (-20 °C versus -30 °C og åpent versus vakuumpakket).

Flash-tørking i en varmlufts mølletørke gir kort tørketid, og minimal fettoksidasjon og omdanning av TMAO til TMA/DMA. Tilsetning av antioksidant(er) vil til dels hemme slike reaksjoner under lagring.

Det er bekreftet en korrelasjon mellom sensoriske analyser og måling av flyktige forbindelser basert på dynamisk *headspace*-analyser. Multivariat dataanalyse ble brukt for statistisk vurdering av resultatene. Principal komponent analyse (PCA) av sensoriske og *headspace* analyser bekreftet at utvikling av uønsket lukt og smak i pulveret var assosiert med økt konsentrasjon av TMA, DMA, og oksidasjonsprodukter. Utvikling av luktintensitet kunne modelleres ved bruk av multilineær analyse (PLS regresjon) med en kryssvalidert korrelasjon (observert mot predikert) på 0,68. Luktintensitet var primært assosiert med økende TMA-konsentrasjon i pulveret. Det var ikke mulig å etablere en tilsvarende modell for smaksintensitet.

## 4.3 Vurdering av resultat anvendelse (implementering)

Prosjektet har dokumentert at sildemelke tåler fryselagring fra en sesong til den neste. Logistikkmessig muliggjør dette innsamling og nedfrysing av utsortert sildemelke, og en foredling som kan strekkes over lengre tid. Dette vil kunne gi lavere investeringskostnader, og stor fleksibilitet med hensyn til hvor og når foredlingen skal foregå.

Et pulverprodukt av sildemelke med akseptabel lukt og smak etter lang tids lagring er fremstilt i pilotskala. Mølletørking har gitt et pulver av sildemelke som er både lyst og smakfullt rett etter tørking. Bruken av antioksidanter kan optimaliseres med tanke på markedsanvendelser der det kreves lang holdbarhet. Prosjektet har gitt ny kunnskap om hvordan oksidasjonsforløp og kvalitet kan følges i sildemelkepulver. Metodikken vil også kunne anvendes som verktøy for å følge holdbarheten på andre typer av marine pulver. Tørking av en blanding av sildegonader (rogn og melke) antas å være problemfritt, men har ikke vært utført her. Eksempelvis kan umoden silderogn som ikke inngår i rognproduksjon vurderes i blanding med melke.

## 4.4 Vurdering av nytteverdi

Prosjektet har gitt et godt grunnlag for det videre arbeidet med å kommersialisere bruken av sildemelke. Teknologiske muligheter for utsortering av melke er kartlagt, og veien frem til et høykvalitets pulverprodukt av sildemelke er staket ut.

Uttesting av sildemelkepulveret som en smaks- og aromaingrediens viser et produkt på linje med fiskepulver. Smaksmessig er produktene ganske like, men automatiske utsorteringsmetoder for sildemelke må etableres for at råstoffet skal bli konkurransedyktig. Melkerester som tas ut på rogn silen i forbindelse med silderognproduksjon har vært vurdert som råstoffkilde. Melkesekkene blir delvis revet i stykker i innløpet til silen. Råstoffet vil derfor få en annen karakter og med tilgjengelighet bare under rognproduksjonen (januar-februar). Med de tørketeknologiske erfaringer som er høstet i prosjektet kan en prøvetørking av råstoffet gjennomføres.

Den høye næringsverdien sildemelke har er bekreftet gjennom analyser i dette prosjektet. Sammen med potensielt helsefremmende egenskaper (ref. høye verdier for arginin, omega-3 fettsyrer, DNA osv.) tilsier dette at et pulver fra sildemelke bør prøves ut i markedet som helsekostprodukt eller funksjonell ingrediens (f.eks. restitusjon). Prosjektet har bidratt til at større mengder sildemelkepulver av god kvalitet kan gjøres tilgjengelig for applikasjonstester i disse markedene.

## 5 Leveranser

Oversikt leveranser i henhold til prosjektplan:

- Presentasjon: *Veien videre fremover mot kommersiell utnyttelse av sildemelke*. Nofima foredrag, formidlingssamling FHF Pelagisk, Ålesund desember 2010. Anne B. Garvik og Henning Egede-Nissen
- Presentasjon: *Sildemelke – morgendagens kosttilskudd, eller et råstoff med umulige egenskaper?* Nofima foredrag, formidlingssamling FHF Pelagisk, Ålesund desember 2011. Henning Egede-Nissen
- Rapport: *Uttak av melke fra filetering av sild*. FHF-prosjekt 900547, delrapport til fagrapport 1 mars 2011, Sintef Fiskeri & Havbruk. Stein Ove Østvik og Bendik Toldnes
- Rapport: *Utvikling av høykvalitets pulverprodukt fra sildemelke*. FHF-prosjekt 900547, Nofima fagrapport del 1 mai 2012. Henning Egede-Nissen, Øistein Høstmark, Bjørn Ole Haugsgjerd, Gjermund Vogt og Åge Oterhals
- Poster: *Sensory quality of herring milt powder tested at accelerated storage conditions* Marine Ingredients Conference 2013, Oslo september 2013. Henning Egede-Nissen
- Rapport: *Utvikling av høykvalitets pulverprodukt fra sildemelke. Sensorisk kvalitet på sildemelkepulver testet ved akselererte lagringsbetingelser*. FHF-prosjekt 900547, Nofima fagrapport del 2 november 2013. Henning Egede-Nissen, Øistein Høstmark, John-Erik Haugen, Gjermund Vogt og Åge Oterhals

## 6 Kvalitetssikring av prosjektgjennomføring og resultater

### 6.1 Metode for kvalitetssikring

Nofimas interne kvalitetssikringsrutine for rapportering er benyttet.

### 6.2 Ansvarlig for kvalitetssikring

Kvalitetssikringen har vært gjennomført av dr. Åge Oterhals.

