

RHEINISCHE FRIEDRICH-WILHELMS-UNIVERSITÄT BONN

Landwirtschaftliche Fakultät

MASTERARBEIT

im Rahmen des Masterstudiengangs

Lebensmitteltechnologie

zur Erlangung des Grades

„Master of Science“

**Untersuchungen zum Qualitätszustand von
Milchprodukten nach Ablauf des
Mindesthaltbarkeitsdatums**

vorgelegt von:

Johanna Charlotta Hebenstreit
2593806

vorgelegt am:

1. Prüfende: Prof. Dr.-Ing. Judith Kreyenschmidt
2. Prüfende: Dr.-Ing. Katrin Schrader

Erklärung

Hiermit erkläre ich, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel angefertigt habe. Alle Stellen, die wörtlich oder sinngemäß aus veröffentlichten und nicht veröffentlichten Schriften entnommen wurden, sind als solche kenntlich gemacht. Die Arbeit ist in gleicher oder ähnlicher Form oder auszugsweise im Rahmen einer anderen Prüfung noch nicht vorgelegt worden.

Ort, [Datum des Abgabetermins]

Unterschrift der Studierenden

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis.....	I
Abkürzungsverzeichnis	III
Abbildungsverzeichnis	IV
Tabellenverzeichnis.....	VI
Formelverzeichnis	VII
1 Einleitung und Zielsetzung	1
2 Theoretischer Hintergrund.....	3
2.1 Grundlagen zur Qualität und Sicherheit von Milch	3
2.2 Produktion und Produktmerkmale von Milch und Milcherzeugnissen.....	5
2.2.1 Fermentierte Milchprodukte am Beispiel von Quark.....	5
2.2.2 Erhitzte Milchprodukte.....	7
2.3 Verpackung von Milchprodukten.....	14
2.4 Qualitätsverluste während der Lagerung von Milchprodukten.....	16
2.4.1 Phasentrennung	16
2.4.2 Lipidoxidation und Lipolyse	17
2.4.3 Proteolyse und Gelbildung	18
3 Materialien und Methoden.....	20
3.1 Material	20
3.2 Methoden.....	23
3.2.1 Versuchsplan	23
3.2.2 Mikrobiologische Methoden	26
3.2.3 Chemische Methoden	28
3.2.4 Physikalische Methoden.....	30
3.2.5 Sensorische Methoden.....	36
3.2.6 Statistische Auswertung	38
4 Ergebnisse.....	39
4.1 Veränderungen mikrobiologischer Parameter.....	39

Inhaltsverzeichnis	II
4.2 Physikalische Veränderungen	41
4.3 Veränderungen produktspezifischer Qualitätseigenschaften	47
4.4 Sensorische Veränderungen	52
4.5 Veränderungen des Peptidprofils	59
5 Diskussion.....	60
6 Zusammenfassung und Fazit	73
Literaturverzeichnis.....	VII
Anhang	XII

Abkürzungsverzeichnis

ANOVA – analysis of variance, Varianzanalyse

BHI-Agar – Hirn-Herz-Glucose-Agar

BMEL – Bundesministerium für Ernährung und Landwirtschaft

CFCD-Agar – Ceftrimid-Fucidin-Cephaloridin-Dextrose-Agar

CIE - Commission Internationale de l'Eclairage (Internationale Beleuchtungskommission).

HACCP – Hazard analysis and critical control points

H-Milch – haltbare Milch

KAA-Agar – Kanamycin-Äsculin-Azid-Agar

KaSa10 – Kaffeesahne mit 10 % Fett

KaSa12 – Kaffeesahne mit 12 % Fett

KondM – Kondensmilch

Lc. lactis – *Lactococcus lactis*

LMIV - Lebensmittelinformationsverordnung

MHD – Mindesthaltbarkeitsdatum

PIDS – Polarization Intensity Differential Scattering

PP – Polypropylen

RI – refractive index, Brechungsindex

Schl1 – H-Schlagsahne 1.Charge

Schl2 – H-Schlagsahne 2. Charge

Schl3 – H-Schlagsahne 3. Charge

SQ – Sahnequark

STABW – Standardabweichung

TFA - Trifluoressigsäure

UHT - Ultraheißerhitzung

VRBD-Agar – Kristallviolett-Neutralrot-Galle-Glucose-Agar

YGC-Agar – Yeast Extract Chloramphenicol Agar, Hefeextrakt-Glucose-Chloramphenicol-Agar

Abbildungsverzeichnis

Abb. 1: Speisequarkherstellung, (Modifiziert nach Raeuber & Spreer 2010)	5
Abb. 2: Einfluss der Hitzebehandlung auf Milch (Baltes & Matissek 2011)	8
Abb. 3: Verarbeitung von Milch. (Schuchmann & Schuchmann 2005)	9
Abb. 4: Wachstum von <i>Lc. lactis spp. cremoris</i> und <i>lactis</i> in Sahnequark zum MHD, nach 2 und 4 Wochen nach Ablauf des MHD.	39
Abb. 5: Befall von Schimmel/Hefen auf der Oberfläche zweier SQ-Proben 17 Tage nach MHD.....	40
Abb. 6: Links gelagerte Kondensmilch 30 Wochen nach MHD, rechts frisches Produkt innerhalb des MHDs.....	44
Abb. 7: Mittlere Aufschlagzeit und Volumenzunahme der drei Schlagsahneproben nach unterschiedlicher Lagerdauer.	47
Abb. 8: Serumschichten der drei Schlagsahnechargen nach unterschiedlicher Lagerdauer. ...	49
Abb. 9: Untere Hälften der Schl1 mit sichtbarer Serumschicht im Verlauf der Lagerung im Vergleich zu einer frischen Milsani H-Schlagsahne.	50
Abb. 10: Mittlere Fettgehalte in der oberen und unteren Packungshälfte der Sahneproben nach unbewegter Lagerung bei 20 °C.....	50
Abb. 11: Links KondM 14 Wochen nach MHD, rechts Schl3 13 Wochen nach MHD.	52
Abb. 12: Ergebnis der Profilprüfung der KondM zum MHD, nach 14 und 30 Wochen Lagerung, dargestellt als mittlere Intensitäten.	55
Abb. 13: Ergebnis der Profilprüfung der Schl1 zum MHD, nach 5 Wochen und 13 Wochen Lagerung dargestellt als mittlere Intensitäten.	56
Abb. 14: Ergebnis der Profilprüfung der Schl2 zum MHD, nach 5 Wochen und 13 Wochen Lagerung dargestellt als mittlere Intensitäten.	57
Abb. 15: Ergebnis der Profilprüfung der Schl3 zum MHD, nach 5 Wochen und 13 Wochen Lagerung dargestellt als mittlere Intensitäten.	58
Abb. 16: Peptidprofil der Schl2 zum MHD, nach 5 und 13 Wochen Lagerung.	59
Abb. 17: Prüfbogen für den Dreieckstest von H-Milch.	XII
Abb. 18: Prüfbogen für die Profilprüfung von H-Milch.	XII
Abb. 19: Ergebnis der Profilprüfung des Sahnequarks zum MHD, nach 2 Wochen und 4 Wochen Lagerung dargestellt als mittlere Intensitäten.	XIV
Abb. 20: Ergebnis der Profilprüfung der H-Milch zum MHD, nach 9 Wochen und 16 Wochen Lagerung dargestellt als mittlere Intensitäten.	XIV
Abb. 21: Ergebnis der Profilprüfung der KaSa12 zum MHD, nach 13 Wochen und 26 Wochen Lagerung dargestellt als mittlere Intensitäten.	XV

Abb. 22: Ergebnis der Profilprüfung der KaSa10 zum MHD, nach 13 Wochen und 26 Wochen Lagerung dargestellt als mittlere Intensitäten.	XV
Abb. 23: Fünffachbestimmung des Peptidprofils der Schl1.	XVI
Abb. 24: Peptidprofil der Schl1 zum MHD, nach 5 Wochen und 13 Wochen Lagerung.	XVI
Abb. 25: Peptidprofil der Schl3 zum MHD, nach 5 Wochen und 13 Wochen Lagerung.	XVII
Abb. 26: Peptidprofil der H-Milch zum MHD, nach 9 Wochen und 16 Wochen Lagerung.	XVII

Tabellenverzeichnis

Tab. 1: Mögliche Veränderungen, die bei kolloidalen Partikeln auftreten können. (modifiziert nach Walstra et al. 2006).....	17
Tab. 2: Einzelhandelsproben und deren Inhaltsstoffe.	20
Tab. 3: Verwendete Geräte und Materialien	21
Tab. 4: Verwendete selektive Medien, Inkubationszeiten und –temperaturen für die Untersuchung auf mögliche mikrobielle Kontaminanten	26
Tab. 5: Interpretation der gemessenen Farbabstände nach Wisotop 2018.	32
Tab. 6: Kriterien zur Bewertung der Sahne nach dem 5-Punkte-Schema. (VDLUFA 2000)..	35
Tab. 7: Ergebnisse der Untersuchung auf bakterielle Kontaminanten im Sahnequark	39
Tab. 8: Durchschnittliche pH-Werte der Proben im Verlauf der Lagerung.	41
Tab. 9: Durchschnittliche gemessene Viskosität von SQ bei verschiedenen Scherraten im Verlauf der Lagerung.	41
Tab. 10: Durchschnittliche Ergebnisse für die Fließgrenze (τ_0), den Fließkoeffizienten (b) und den Fließindex (n) nach der Modellierung nach Herschel/Bulkley im Verlauf der Lagerung.	42
Tab. 11: Mittlere Farbabstände der Proben zu einem Weißstandard im Verlauf der Lagerung als ΔE^*	43
Tab. 12: Mittlere D(4,3)-Werte der Proben im Verlauf der Lagerung am Laserbeugungsgerät.	45
Tab. 13: Z-Durchschnittswerte der H-Milch, KaSa12, KaSa10.	46
Tab. 14: Mittelwerte \pm STABW der Festigkeitsprüfung nach Ablauf des MHD.	47
Tab. 15: Mittlere Eindringzeiten und Abtropfverluste der Sahneprüfung nach unterschiedlicher Lagerdauer.	48
Tab. 16: Einstufung der Gerinnung im Kaffeestabilitätstest nach 1 min Standzeit.	51
Tab. 17: Ergebnisse des Dreieckstest zur Prüfung auf Unterschied.	53
Tab. 18: Dreiecksprüfung-Signifikanztabelle nach Meilgaard et al. 2007.	XIII

Formelverzeichnis

Formel 1: Berechnung der Anzahl der koloniebildenden Einheiten pro ml	27
Formel 6: Mischungsformel	29
Formel 2: Modellgleichung nach Herschel/Bulkley	30
Formel 3: Berechnung des Gesamtfarbabstandes (Eichler 2018)	31
Formel 4: Stokes-Einstein-Beziehung	33
Formel 5: Berechnung der Volumenzunahme der aufgeschlagenen Sahne	34

1 Einleitung und Zielsetzung

Das Mindesthaltbarkeitsdatum, kurz MHD, wird laut Lebensmittelinformationsverordnung Nr. 1169/2011 als das Datum bezeichnet, „bis zu dem dieses Lebensmittel bei richtiger Aufbewahrung seine spezifischen Eigenschaften behält“. Das MHD zählt zu den verpflichtenden Angaben auf einem verpackten Lebensmittel. Dieses muss ergänzt werden durch die Beschreibung der Aufbewahrungsbedingungen, deren Einhaltung die angegebene Haltbarkeit gewährleistet. Die Angabe muss in der Abfolge von Tag, Monat und Jahr erfolgen. Bei Lebensmitteln, die länger als drei Monate und maximal achtzehn Monate haltbar sind, reicht die Angabe des Monats und des Jahres aus.

Das MHD wird von dem jeweiligen Lebensmittelhersteller festgelegt. Wichtige Parameter für die Festlegung des MHDs sind je nach Produkt der mikrobiologische Status, die Sensorik, die Qualität von Inhaltsstoffen und das Vorhandensein von Kontaminanten. Anders als bei einem Verbrauchsdatum muss das Produkt nach Ablauf nicht direkt entsorgt werden. (Max Rubner-Institut 2018)

Verbraucher erwarten Milchprodukte von hoher Qualität, die während ihrer Lagerzeit bis zum MHD ihre spezifischen Eigenschaften beibehalten. Aber auch über dieses Datum hinaus können Milchprodukte noch den Erwartungen des Verbrauchers entsprechen und zum Verzehr geeignet sein. Nach einer Save Food Studie von Cofresco (2011) werden in Deutschland 21 % der von Privathaushalten gekauften Lebensmittel entsorgt. Im Jahr entspricht dies einer Gesamtmenge von 6,6 Millionen Tonnen und einem Gesamtwert von über 25 Milliarden Euro. Damit entstehen bei den Privathaushalten neben Industrie, Handel und Großverbraucher die meisten Lebensmittelabfälle. Insgesamt fallen in Deutschland entlang der Wertschöpfungskette im Jahr etwa 10 Millionen Tonnen Lebensmittelabfälle an.

8 % der vermeidbaren und teilweise vermeidbaren Lebensmittelabfälle entfallen auf Milchprodukte. Das MHD wird dabei von den Verbrauchern als Entscheidungshilfe für den Zeitpunkt der Entsorgung herangezogen. Bei Überschreiten des MHDs werden Lebensmittel häufig entsorgt. Dem liegt auch ein psychologischer Effekt zugrunde und nicht zwangsweise der tatsächliche Verderb des Lebensmittels. Ein Drittel der Befragten gaben in der Save Food Studie an, Produkte, deren MHD abgelaufen ist, grundsätzlich wegzuerwerfen. (Rosenbauer 2011; Kranert et al. 2012)

Das Bundesministerium für Ernährung und Landwirtschaft (BMEL) bemüht sich die Verbraucher hinsichtlich des MHDs zur Vermeidung von Lebensmittelabfällen aufzuklären. Dazu wurde beispielsweise die Initiative „Zu gut für die Tonne“ durch das BMEL ins Leben gerufen.

Um jedoch eine gezielte Empfehlung an die Verbraucher zum Verfahren mit abgelaufenen Produkten geben zu können, sind verlässliche Daten aus wissenschaftlichen Untersuchungen zu den Veränderungen der Lebensmittel nach Ablauf des MHDs notwendig.

Ziel der Arbeit ist es, verschiedene Qualitätsparameter länger haltbarer Milchprodukte nach Ablauf ihres Mindesthaltbarkeitsdatums zu untersuchen und daraus abzuleiten, ob die Produkte nach Überschreiten des Mindesthaltbarkeitsdatums für den Verbraucher sicher und zum Verzehr geeignet sind.

Es werden Kondensmilch, Kaffeesahneprodukte, H-Milch und H-Schlagsahne getestet. Zusätzlich wird eine Charge Sahnequark als frisches Produkt bei gekühlter Lagerung untersucht, um die Wiederholbarkeit einer früheren Untersuchung mit gleichen Methoden und den Unterschied zu ultrahocherhitzen Produkten zu prüfen. (Vickovic 2017)

Zur Beurteilung der Proben werden mikrobiologische, sensorische, chemische und physikalische Methoden angewendet.

2 Theoretischer Hintergrund

2.1 Grundlagen zur Qualität und Sicherheit von Milch

Qualität, von lateinisch „qualitas“, bedeutet laut Duden Beschaffenheit und wird durch objektive Merkmale und deren Bewertung bestimmt. Es gibt zahlreiche Definitionen für Qualität und davon abgeleitete Begriffe. Nach der DIN EN ISO 9000:2005 ist Qualität der Grad, in dem ein Satz inhärenter Merkmale Anforderungen erfüllt. Nach Leitzmann wird die Lebensmittelqualität als „Summe sämtlicher bewertbarer Eigenschaften“ definiert. Die Merkmale, welche die Anforderungen der Kunden, des produzierenden Betriebes oder andere Interessensgruppen erfüllen müssen, können vielfältig sein. (Schütz et al. 2013; Elmadfa & Leitzmann 2015).

Die Qualität eines Lebensmittels setzt sich aus verschiedenen Dimensionen zusammen. Die Beurteilung und Wahrnehmung hängt zum einen von dem Lebensmittel selbst und zum anderen von dem Beurteilenden ab. Im Weiteren lässt sich zwischen objektiver Qualität und subjektiver Qualität unterscheiden. Durch naturwissenschaftliche und technische Analysen anhand objektiver Kriterien lässt sich die objektive Qualität nachweisen. Sie beschreibt den Grundnutzen eines Produktes. Die subjektive Qualität wird durch eine individuelle Bewertung festgestellt und beschreibt die wahrgenommene Qualität eines Produktes. Milch unterläuft in ihrem Produktionsprozess als tierisches Produkt eine vielstufige und strenge Qualitätskontrolle. (Voerste 2009)

Kuhmilch ist ein durch ein- oder mehrmaliges Melken gewonnenes Erzeugnis der normalen Eutersekretion von Kühen. Es lässt sich zwischen Werkmilch, welche als Ausgangsprodukt für die Herstellung verschiedener Milcherzeugnisse dient, und im Handel angebotener Konsummilch unterscheiden. Die Kuhmilch besteht zu etwa 12,8 % aus Trockenmasse, 3,3 % Eiweiß, 3,8 % Fett, 4,7 % Kohlenhydrate und 0,7 % Mineralstoffe. Die Zusammensetzung der Stoffgruppen und die Konzentrationen der Inhaltsstoffe können abhängig von verschiedenen Einflüssen, wie zum Beispiel Rasse oder Futter deutlich schwanken. Auch Behandlungsverfahren können Veränderungen verursachen. Standardisierte Vollmilch weist einen Fettgehalt von 3,5 %, fettarme Milch zwischen 1,5 und 1,8 % und entrahmte Milch von 0,3 % oder darunter auf. (Coors 2010; Baltes & Matissek 2011)

Die Qualitätssicherung im Milchbereich erfolgt stufenweise, von dem Milcherzeuger über die Rohmilch und die Molkerei bis hin zur verzehrfertigen Milch bzw. den Milchprodukten.

Der Milcherzeuger muss die Verordnung (EG) Nr. 853/2004 erfüllen und damit unter anderem Anforderungen an die Gesundheit der Tiere, an das Personal und das Melken. Die

Erzeuger müssen zahlreiche gesetzliche Vorgaben bezüglich der Futtermittelqualität, Höchstmengen von Mykotoxinen und Schadstoffen und zum Arzneimitteleneinsatz erfüllen. Weiterhin wird die Rohmilch auf Basis der Milch-Güteverordnung (1980) überwacht und auf die Zellzahl, den Gefrierpunkt und Hemmstoffe untersucht. Die Molkereien führen oft auf Tanksammelwagenebene ein freiwilliges Eigenkontrollsystem auf beispielsweise Arzneimittel, Aflatoxine und Hemmstoffe durch.

Die Molkerei muss unter anderem die Verordnung (EG) Nr. 853/2004 erfüllen und ein Eigenkontrollsystem nach dem HACCP-Konzept (Hazard analysis and critical control points) einführen und aufrechterhalten. Das HACCP-Konzept muss kritische Kontrollpunkte zur Gefahrenminimierung definieren und Verfahren und Grenzwerte zu deren Überwachung festlegen. Der Hygienestatus des Betriebs und der der Mitarbeiter müssen nach den Vorschriften des Infektionsschutzgesetzes überprüft werden. Das meist betriebseigene Labor überprüft sämtliche Hilfs- und Zusatzstoffe, die Anlagen und Produktionsschritte und die Reinigung- und Desinfektion. Der Betrieb kann sich beispielsweise nach ISO 9000:2000 ff, IFS und dem BRC-Standard zertifizieren lassen und muss deren Vorgaben erfüllen. (Coors 2010; Runge 2018)

Die Betriebe werden auch durch die Veterinärbehörde und die Lebensmittelüberwachung durch sensorische, chemisch-physikalische und bakterielle Untersuchungen kontrolliert. Die produzierten Produkte unterlaufen im Rahmen der Sorgfaltspflicht einer Selbstkontrolle, durch sensorische Prüfungen oder externe Labors und Institute. Weiterhin muss die Rückverfolgbarkeit der Produkte gewährleistet werden. Nicht zuletzt ist die Molkerei dazu verpflichtet ein MHD auf der Verpackung ihrer Produkte anzugeben. Bei der Festlegung des MHDs sind das Produkt betreffende Kriterien wie Rohstoffe, Transport- und Lagerbedingungen sowie die Herstellungsweise, eigene Erfahrungswerte, rechtliche Vorgaben, Verbrauchergewohnheiten, Verbraucherakzeptanz der Produkte, betriebswirtschaftliche Aspekte und Forderungen des Handels von Bedeutung. (Max Rubner-Institut 2018; Runge 2018)

2.2 Produktion und Produktmerkmale von Milch und Milcherzeugnissen

2.2.1 Fermentierte Milchprodukte am Beispiel von Quark

Quark zählt zu den vier beliebtesten Milchprodukten in Deutschland. Bei einer Umfrage im Jahr 2017 gaben etwa 40 % der Befragten an mehrmals pro Monat Quark zu konsumieren. (Statista 2018)

Der Produktionsprozess von Speisequark verläuft wie in Abb. 1 dargestellt.

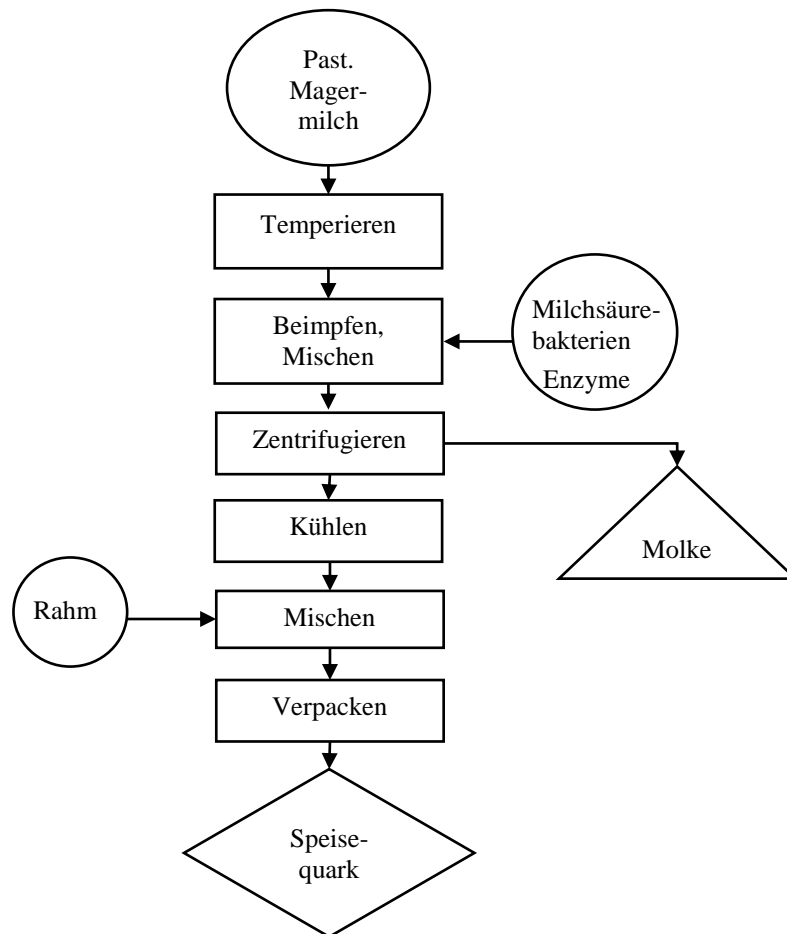


Abb. 1: Speisequarkherstellung, (Modifiziert nach Raeuber & Spreer 2010)

Quark ist ein nichttreifender Käse und wird Milch mit einem definierten Fettgehalt unter Zusatz von Mikroorganismenkulturen und proteolytischen Enzymen hergestellt. Die Bebrütungstemperatur der pasteurisierten Magermilch liegt bei ca. 28 °C. Als Buttereikultur können beispielsweise *Lactococcus lactis*, *Lactococcus cremoris* oder *Leuconostoc cremoris* eingesetzt werden. Nach der Zugabe des Labenzym oder Pepsin und einer Dicklegungszeit von 12-20 Stunden wird die dickgelegte Milch schonend gerührt. Anschließend wird in der Zentrifuge dem Bruch ein Teil der Molke entzogen. Nach dem Entzug der Molke wird der Quark in einem Kühler auf etwa 8 °C heruntergekühlt und verpackt. (Raeuber & Spreer 2010)

Durch Fermentationsprozesse entsteht auf biologischem Weg eine Konservierung. Der pasteurisierten Milch werden Milchsäurebakterien zugesetzt, die Laktose zu Milchsäure metabolisieren und charakteristische Aromastoffe bilden. Durch die Absenkung des pH-Wertes wird ein Schutz vor allem vor proteolytischen und lipolytischen Bakterien erreicht. Die hauptsächlichsten chemisch-physikalischen Veränderungen, welche eine Begrenzung der Haltbarkeit bedingen, sind eine Phasentrennung und damit einhergehend eine Molkenabsonderung (Synärese) und ein zu starkes Nachsäuern. (Lucey 2004; Sahm et al. 2013)

2.2.2 Erhitzte Milchprodukte

Nach der Milcherzeugnisverordnung (1970) muss die Kennzeichnung „wärmebehandelt“ verwendet werden, wenn eine Wärmebehandlung von über 50 °C nach der VO (EG) 853/2004 über spezifische Hygienevorschriften für Lebensmittel tierischen Ursprungs Anhang III Abschnitt IX Kapitel II Abschnitt II erfolgt. Dies kann durch eine Pasteurisierung in Form einer Kurzzeiterhitzung (mind. 72 °C für 15 s), einer Dauererhitzung (mind. 63 °C für 30 min) oder jeder anderen Zeit-Temperatur-Kombination mit gleicher Wirkung erfolgen.

In dem gleichen Abschnitt der VO (EG) 853/2004 ist die Ultrahocherhitzung (UHT) wie folgt definiert: Die Behandlung muss in Form einer kontinuierlichen Wärmezufuhr bei hoher Temperatur für kurze Zeit erfolgen. Die Temperatur soll bei einer geeigneten Heißhaltezeit nicht weniger als 135 °C betragen. Bei der Aufbewahrung in einer sterilen Verpackung bei Umgebungstemperatur sollen keine lebendigen oder vermehrungsfähigen Mikroorganismen oder Sporen mehr vorhanden sein. Weiterhin muss die Behandlung ausreichen, um sicherzustellen, dass bei einer Inkubation in der verschlossenen Packung bei 30 °C für 15 Tage, bei 55 °C für 7 Tage oder nach einem anderen geeigneten Verfahren, die Erzeugnisse mikrobiologisch stabil sind.

Das Grundprinzip der Ultrahocherhitzung ist, dass eine Erhitzung bei hoher Temperatur über eine kurze Zeit, bei dem gleichen bakteriziden Effekt, weniger chemische Veränderungen hervorruft als eine Erhitzung bei geringer Temperatur über einen längeren Zeitraum. Bei der Herstellung von H-Milch wird die Rohmilch üblicherweise auf 80-95 °C für 30-60 s erhitzt um das β -Lactoglobulin vor der Hoherhitzung zu stabilisieren. Wenn das β -Lactoglobulin bei dieser Temperatur denaturiert, bleibt es stabil und setzt sich nicht in der UHT-Anlage ab. (Datta & Deeth 2001; Deeth & Datta 2011)

Der Kochgeschmack frisch produzierter H-Milch steht in Verbindung mit der Bildung flüchtiger Schwefelverbindungen aus schwefelhaltigen Milchproteinen. β -Lactoglobulin ist dabei die hauptsächliche Quelle von Sulfhydrylverbindungen und dem Kochgeschmack. Es enthält zwei Disulphidgruppen und eine freie Sulfhydrylgruppe. Die Stärke der Hitzebehandlung bestimmt den Grad der Denaturierung von β -Lactoglobulin. (Al-Attabi et al. 2009)

Bei der Maillard-Reaktion in Milch reagiert die Laktose als reduzierender Zucker mit Amino-Gruppen hauptsächlich Lysin-Resten. Außerdem kann die Laktose zu anderen Zuckern isomerisieren oder zu Galaktose oder verschiedenen Zersetzungsprodukten von Glucose abgebaut werden. Bei der Maillard-Reaktion können unter anderem verschiedene Säuren, wie

Ameisen- und Essigsäure, Hydroxymethylfurfural und Melanoidine entstehen. Die letztgenannten Verbindungen sind für die mit der Reaktion einhergehende Braunfärbung verantwortlich. Durch die Bildung verschiedener Säuren kann es bei erhitzter Milch zu einem Absinken des pH-Wertes kommen. Eine fortgeschrittene Maillard-Reaktion kann außerdem zu einer Quervernetzung von Proteinen führen. (Walstra et al. 2006)

Wie in Abb. 2 zu sehen, nimmt die Abtötung beziehungsweise Deaktivierung von Keimen und Enzymen mit zunehmender Hitzeeinwirkung zu. Gleichzeitig kommt es zu einer zunehmenden unerwünschten Bildung des Kochgeschmacks und einer Braunfärbung durch die Maillard-Reaktion. (Baltes & Matissek 2011)

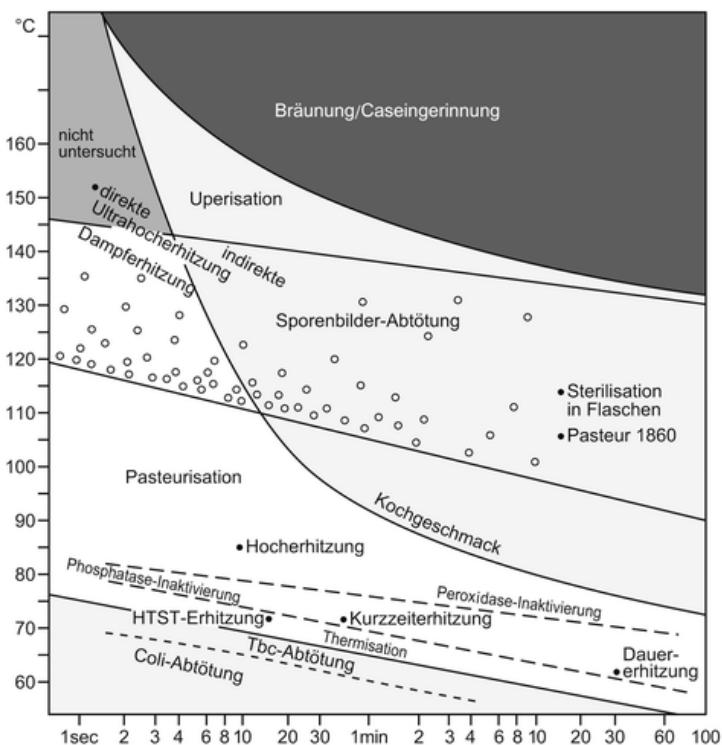


Abb. 2: Einfluss der Hitzebehandlung auf Milch (Baltes & Matissek 2011)

Als Erhitzungsmedium wird gewöhnlich überhitzter Dampf verwendet, da die Temperaturen über dem Siedepunkt von Wasser liegen. Die Erhitzung erfolgt unter Druck (ca. 0,4 MPa) um ein Aufkochen zu verhindern. (Deeth & Datta 2011)

In der Abb. 3 sind die Verarbeitungsschritte von Milch zur Erlangung unterschiedlicher Endprodukte dargestellt. Je nach Produkt und Hitzebehandlung ergeben sich Unterschiedliche Haltbarkeitslängen. Alle Produkte werden in ihrem Fettgehalt eingestellt, pasteurisiert und homogenisiert.

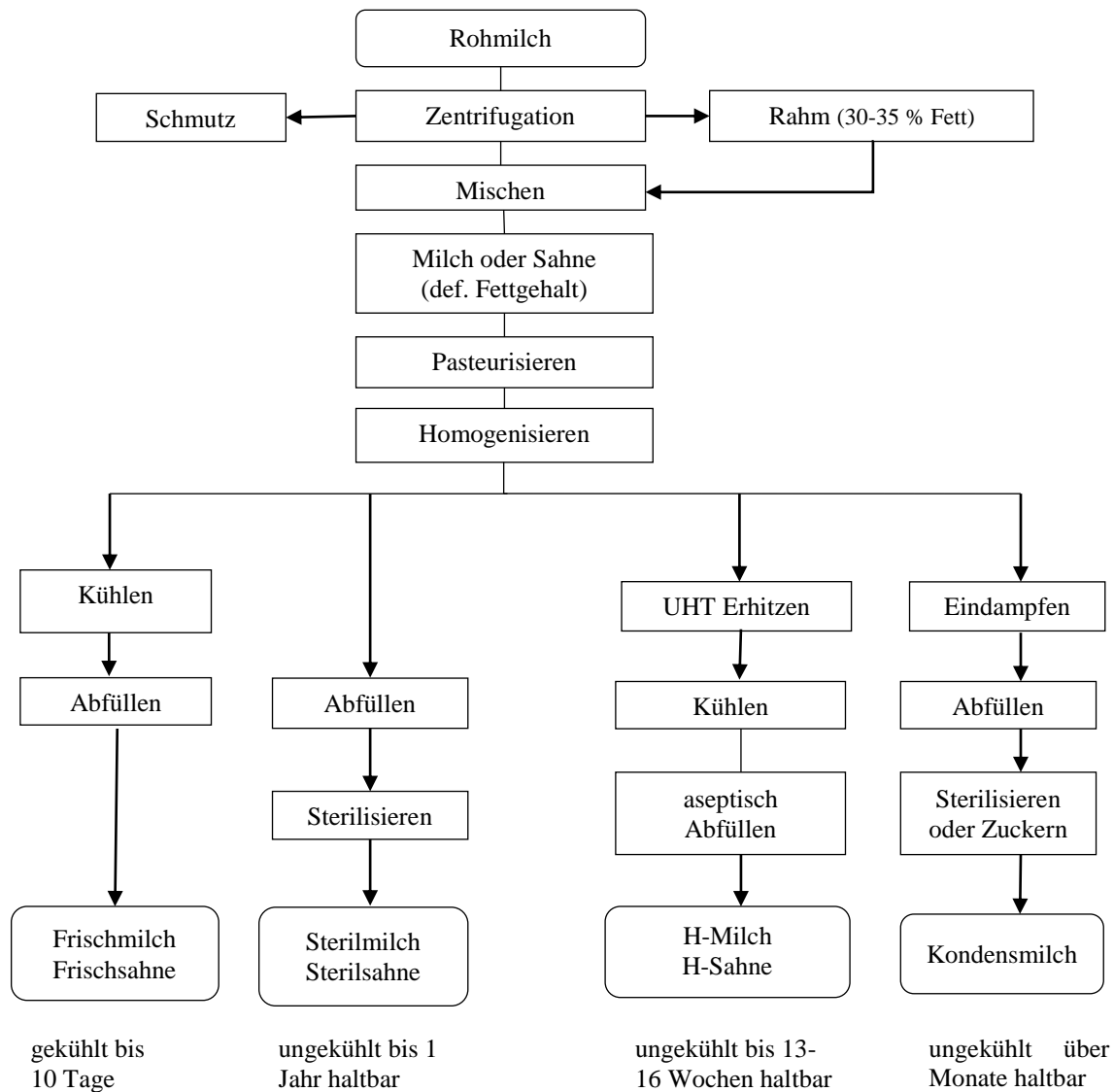


Abb. 3: Verarbeitung von Milch. (Schuchmann & Schuchmann 2005)

H-Milch

Bei den Konsumenten in Deutschland liegt die Beliebtheit der H-Milch leicht über der der Frischmilch. 2017 gaben 54,4 % der Befragten an mehrmals pro Monat H-Milch zu konsumieren, hingegen würden 51,8 % zur Frischmilch greifen. (Statista 2018)

Zur Verbesserung der Trennschärfe wird die Milch auf 40 °C vorgewärmt und anschließend separiert. Die Prozessschritte bis zur Einstellung des Fettgehaltes sind für alle Herstellungsverfahren verschiedener Konsummilchen gleich. Neben der Pasteurisation von

Trinkmilch sind UHT-Anlagen mit direkter oder indirekter Erhitzung die am häufigsten angewendeten Systeme. (Raeuber & Spreer 2010)

Die Hitzebehandlung der Milch führt zu einer Geschmacksveränderung. Ob diese bevorzugt oder abgelehnt wird, schwankt stark zwischen den Konsumenten. Jede Hitzebehandlung erzeugt abhängig von der thermischen Belastung ein einzigartiges sensorisches Profil. Unter anderem können ein Kochgeschmack und ein karamellartiger Geschmack entstehen. (Walstra et al. 2006)

Bei der indirekten Erhitzung kommt das Produkt nicht in Kontakt mit dem Erhitzungsmedium. Für die indirekte Erhitzung werden vor allem Röhrenwärmetauscher, Plattenwärmetauscher und Schabewärmetauscher eingesetzt. Diese Methode ist deutlich kosteneffizienter da ein hoher Grad an Wärmerückgewinnung erreicht wird. Bei der direkten Erhitzung erfolgt ein direkter Kontakt zum Übertragungsmedium mit anschließender Entspannungskühlung in einem Vakuumkessel, Homogenisierung und einer möglichen direkten Abkühlung auf die Fülltemperatur. Die direkte Erhitzung kann beispielsweise durch Dampf-injektion bei 140-150 °C für 2-4 s oder durch Dampf-infusion erfolgen. H-Milch hat aufgrund der höheren Temperatur und der kürzeren Verweilzeit während der thermischen Behandlung eine höhere Qualität als Sterilmilch (110-120 °C, 20-40 min). (Schuchmann & Schuchmann 2005; Bylund 2015)

Bei der anschließenden aseptischen Abfüllung wird das Verpackungsmaterial sterilisiert und anschließend mit dem sterilen Produkt befüllt, so dass ein dichtes Gebinde entsteht, das einer Rekontamination vorbeugt. Bei Produkten mit einer langen Lagerdauer sollte die Verpackung nahezu lichtundurchlässig sein und vor atmosphärischem Sauerstoff schützen. Die H-Milch ist für mindestens 6 Wochen bei 20 °C haltbar. (Raeuber & Spreer 2010; Bylund 2015)

H-Schlagsahne

2017 wurden 483 300 Tonnen Sahneerzeugnisse in Deutschland konsumiert. Dies entspricht einem Pro-Kopf-Konsum von 5,85 kg. (Statista 2018)

Schlagsahne oder auch Schlagrahm wird nach der Milcherzeugnisverordnung (1970) als Sahneerzeugnis eingeordnet. Der Fettgehalt der Schlagsahne wird direkt am Separator eingestellt, da eine nachträgliche Einstellung mit Konsummilch, wie bei der Kaffeesahneherstellung üblich, die Schlagbarkeit beeinträchtigen würde. Nach dem Separieren wird die Schlagsahne temperiert (20-22 °C) und mit 0,3-0,5 % Buttereikultur versetzt. Die Kulturmikroorganismen werden durch Erhitzen wieder abgetötet, wenn eine Soxhlet-Henkel-Zahl von 6,5-7,0 erreicht wurde. (Raeuber & Spreer 2010)

Rahm wird meist stärker wärmebehandelt als Milch, da sich bei der Zentrifugation der Milch die Mikroorganismen stark in der Fettphase anreichern. Der Fettgehalt von Schlagsahne beträgt mindestens 30 %. Eine Erhöhung der Milchtrockenmasse darf erfolgen. Bei pasteurisierter nicht homogenisierter Sahne haben die Fettkügelchen eine Größe von 4 µm, während diese bei ultrahocherhitzter homogenisierter Sahne eine Größe von 1 µm haben. (MilchErzV; Klostermeyer 2004; Belitz et al. 2008; Baltes & Matissek 2011)

Bei einer Langzeitlagerung kann eine fortschreitende Maillard-Reaktion einen Einfluss auf die Qualität haben. Bei einer intensiven Hitzebehandlung sind ein oxidativer Verderb und Lipolyse weniger wahrscheinlich. Wenn Sahne über einen längeren Zeitraum gelagert wird, kann sie mit der Zeit dicker werden, ein Gel bilden oder klumpig werden. (Walstra et al. 2006)

Neben einem einwandfreien Geschmack und einer langen Haltbarkeit, sollte Schlagsahne gute Aufschlageigenschaften besitzen, das heißt sie sollte leicht zu schlagen und einen feinen, cremigen Schaum bei einer hohen Volumenzunahme produzieren. Der Schaum sollte fest, stabil und unempfindlich gegenüber Synärese sein. Ein höherer Fettgehalt führt zu einer verringerten Aufschlagzeit und Wasserverluste sowie einer erhöhten Schaumfestigkeit, gleichzeitig aber auch zu einer verringerten Volumenzunahme. (Kessler 2002; Kováčová et al. 2010)

Beim Aufschlagen wird zunächst Luft in die Sahne eingetragen und es entstehen Luftblasen im Millimeterbereich. Fetttröpfchen lagern sich an der Oberfläche großer Luftblasen an. Es kommt zu einer Vergrößerung der Fettgrenzfläche durch die Bildung kleinerer Luftblasen und Aufreißen der Membranen. Die Luftblasen trennenden Lamellen gelieren. (Kessler 2002; Belitz et al. 2008)

Der Zusatz von Carrageen kann dem Aufrahmen durch eine Viskositätserhöhung vorbeugen und das Auslaufen von Serum aus dem Luftblasennetzwerk der geschlagenen Sahne minimieren. Gleichzeitig kann sich die Aufschlagzeit erhöhen. (Kováčová et al. 2010)

Carrageen (E 407) wird in vielen Milchprodukten wegen seiner stabilisierenden und emulgierenden Eigenschaften als Zusatzstoff verwendet. Carrageene sind lineare, anionische Polysaccharide mit einer unterschiedlichen Anzahl an Sulfatgruppen, die aus rotem Seegras extrahiert werden. Für pasteurisierte Sahne mit vollem Fettgehalt gilt nach der Zusatzstoffzulassungsverordnung eine Höchstmengenbegrenzung nach dem Prinzip quantum satis. (ZZuIV; Falshaw et al. 2001)

Kaffeesahne

Bei der Herstellung von Kaffeesahne wird der Fettgehalt eines 20%igen Rahms mit Konsummilch eingestellt. Der Fettgehalt von Kaffeesahne beträgt mindestens 10 %. Die Kaffeestabilität ist das herausragende Qualitätsmerkmal von Kaffeesahne. Kaffeestabilität bezeichnet den Grad des Widerstandes gegen das Ausflocken in heißem Kaffee. (Hoffmann 2011)

Kaffeesahne sollte im Kaffee nicht ausflocken und zu einer zufriedenstellenden Weißfärbung des Kaffees führen. An der Oberfläche sollten keine Öltropfen sichtbar sein. Ein möglicher Kochgeschmack wird von dem Kaffeegeschmack stark überdeckt und ist daher nicht ausschlaggebend für die Qualität. (Walstra et al. 2006)

Neben dem Säuregehalt des Kaffees beeinflussen Salze und Hitze das Ausflocken der Kaffeesahne. Kolloidal verteilte Proteine in Milch können ihre Löslichkeit verlieren, dadurch dass Hitze und Salze die elektrische Ladung neutralisieren. Es kommt zur Ausflockung der Protein-Fett-Komplexe, da sich die Proteine nicht mehr stark genug abstoßen. (Kessler 2002; Hoffmann 2011)

Kondensmilch

Im Jahr 2017 wurden 131 500 Tonnen Kondensmilcherzeugnisse in Deutschland konsumiert. Dies entspricht einem Pro-Kopf-Konsum von knapp 1,6 kg. Die Tendenz ist dabei abnehmend. 2010 waren es noch 2,7 kg und 2015 etwa 2 kg an Kondensmilcherzeugnissen, die jeder Deutsche pro Jahr konsumierte. (Statista 2018)

Kondensmilch wird aus Milch durch Eindampfen hergestellt. Zur Keimabtötung und Abscheidung von Albumin, welches ein Nachdicken der Milch befördern kann, wird die Milch auf 82-88 °C erhitzt. Anschließend erfolgt eine Einengung im Verhältnis 2,5-2,7:1 im Vakuum. Ein Zusatz von Trockenmilcherzeugnissen ist bis zu 25 % des Trockenmasse Anteils erlaubt. (Baltes & Matissek 2011)

Nach der Milcherzeugnisverordnung (1970) beträgt der Fettgehalt der Kondensmilch mindestens 7,5 %. Die Maillard-Reaktion spielt eine entscheidende Rolle für den Geschmack und die Farbe von Kondensmilch. Die Temperatur und Dauer der Hitzebehandlung ist für die Ausgangskonzentration der Reaktionsprodukte verantwortlich. Aber auch während der Lagerung setzt sich die Maillard-Reaktion, besonders bei hohen Temperaturen, fort. Die Viskosität ist ein wichtiges Qualitätsmerkmal, da viele Konsumenten ein Produkt mit einer höheren Viskosität bevorzugen. Ultrahocherhitze Kondensmilch ist niedriger viskos, weshalb diesen Produkten oft Carrageen zugesetzt wird. (Walstra et al. 2006)

Natriumphosphate können als Stabilisatoren in Kondensmilch eingesetzt werden. Durch ihr Bindungsvermögen für mehrwertige Ionen kann Calcium gebunden werden, welches durch das Eindampfen in einer höheren Konzentration als in Milch vorliegt. Durch die hohe Konzentration von Calciumionen kann es zu einer stärkeren Vernetzung von Casein und damit zum Ausflocken kommen. Mit dem Zusatz von Phosphaten kann einer Hitzegerinnung und der Gefahr des Nachdickens vorgebeugt werden. (Baltes & Matissek 2011)

2.3 Verpackung von Milchprodukten

Bei der Verpackung von Lebensmitteln steht, anders als bei Konsumgütern, der Schutz vor atmosphärischen Einflüssen im Vordergrund (Klostermeyer 2004).

Milch und Sahne sind stabile Fett-in-Wasser-Emulsionen mit geringen bis mittleren Fettgehalten. Da Wasser die äußere Kontaktphase darstellt, sind die Migrationswerte, wie bei wässrigen Lebensmitteln, als gering einzustufen. (Buchner 1999)

Durch die Erhitzung der H-Milch auf über 135 °C wird auch ohne Kühlung ein anschließendes Keimwachstum fast vollständig unterbunden. Der Verderb findet über die Einwirkung von Sauerstoff statt. Verpackungen für H-Milch und ultrahocherhitze Milcherzeugnisse müssen für ein aseptisches Verpacken oder die direkte Sterilisation geeignet sein. Weitere Anforderungen an die Verpackung sind eine hohe Fett-, Flüssigkeits- und Lichtundurchlässigkeit, sowie gute Barriereigenschaften für Wasserdampf und Sauerstoff. (Bleisch et al. 2014)

Durch das Sterilisieren des Verpackungsmaterials sollte dieses nicht beeinträchtigt werden. Meist wird eine 60-80 °C heiße 20-35%ige H₂O₂-Lösung auf das Material aufgebracht. Anschließend kann heiße Luft > 100 °C für die Entfernung der Reste von H₂O₂ und einen zusätzlichen Sterilisierungseffekt sorgen. Im Gegensatz zu anderen flüssigen Desinfektionsmitteln führen im Produkt verbleibende Reste zu keinen ernsthaften Beeinträchtigungen. (Walstra et al. 2006)

Kartonverpackungen für länger haltbare Produkte bestehen meist aus einem Verbund von Polyethylen, Karton, Polyethylen, Aluminium und Polyethylen (von außen nach innen). Polyethylen verbindet die Karton- und Aluminiumschicht und schützt das Produkt vor Feuchtigkeit. Der Karton sorgt für Stabilität und dient als Druckfläche für die Gestaltung der Verpackung. Das Aluminium schützt das Produkt vor Sauerstoff und Licht und somit zum Erhalt des Geschmacks und der Inhaltsstoffe bei. (Tetra Pak 2018)

Die am meisten verwendeten Verpackungen für Milchprodukte bestehen aus festem Plastik. Die üblichen Verpackungen bestehen aus Polyethylen mit einer hohen Dichte. Die Vorteile liegen in den geringen Kosten, der leichten Formbarkeit und der ausreichenden Festigkeit. Das Material wird oft mit Calciumcarbonat oder Titandioxid aufgefüllt, um es opak und weiß werden zu lassen. Polypropylen besitzt ähnliche Eigenschaften wie Polyethylen, verfügt aber über eine höhere Hitzebeständigkeit. (Hotchkiss & Meunier-Goddik 2011)

Verpackungen aus sauerstoffdurchlässigen, weißgefärbten Kunststoffen wie Polypropylen und Polystyrol reichen bei einem genügenden Fettgehalt zur Verpackung von Sahne aus. Eine

Aufkonzentrierung durch Wasserdampfverlust und ein Brechen der Emulsion sind dabei die hauptsächlichsten Qualitätsveränderungen. (Buchner 1999)

Glas ist inert, leicht zu reinigen und zu desinfizieren, benötigt bei der Herstellung aber einen hohen Energieaufwand, ist schwer und zerbrechlich. Um lichtinduzierte Veränderungen am Produkt zu verringern, sollte es grün oder braun gefärbt werden. (Hotchkiss & Meunier-Goddik 2011)

2.4 Qualitätsverluste während der Lagerung von Milchprodukten

Unabhängig von einer Kontamination mit Mikroorganismen und deren Folgen kann man die chemischen Veränderungen, die zu qualitativen Veränderungen und schließlich zum Verderb eines Lebensmittels führen können, in drei Arten von Reaktionen einteilen: hydrolytische Veränderungen, oxidative Veränderungen und enzymatische und nichtenzymatische Bräunungsreaktionen. (Heiss & Eichner 2002)

Die nachfolgenden chemisch-physikalischen Veränderungen von haltbaren Milchprodukten während der Lagerung sind für eine Mindesthaltbarkeit von Bedeutung.

Bei H-Milch kann es zu einer Phasentrennung unter Bildung eines Sedimentes und einer irreversiblen Rahmschicht kommen. Zu einer irreversiblen Rahmschicht kann es auch bei Kaffeesahne kommen. Zusätzlich kann bei diesem Produkt die Hitzestabilität und Weißkraft abnehmen. Bei Kondensmilch kann es ebenfalls zu einer Phasentrennung mit einem Sediment, Körnchenbildung und einer irreversiblen Rahmschicht kommen. Weiterhin sind eine mögliche Gelbildung und die Hitzestabilität und Weißkraft im Kaffeegetränk für die Festlegung des MHDs von Bedeutung. Bei H-Schlagsahne kann es zu einer irreversiblen Rahmschicht und zu einer Veränderung des Aufschlagverhaltens kommen. Die Schlagzeit, die Volumenzunahme und die abgesetzte Flüssigkeit nach dem Stehenlassen können sich verändern. Zusätzlich haben mikrobielle Proteasen und Lipasen einen Einfluss auf die Mindesthaltbarkeit. (Max Rubner-Institut 2018)

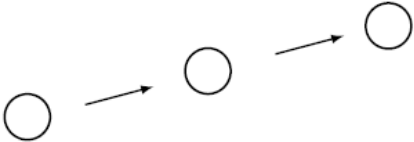
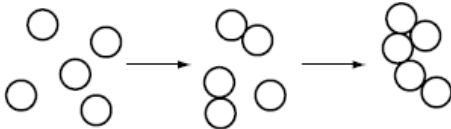

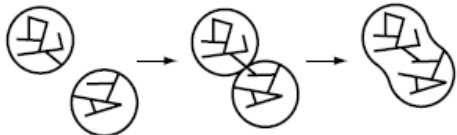
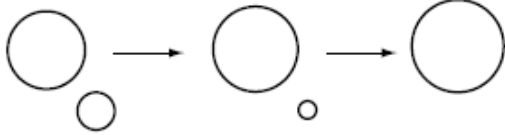
2.4.1 Phasentrennung

Aufgrund des Dichteunterschiedes zwischen dem Milchplasma und den Fettkügelchen streben die leichteren Fettkügelchen aufwärts. Bei 20 °C beträgt die Dichte des Milchplasmas $1033,3 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ und die des MilCHFettes $916 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$. Das Aufrahmen von Fett bzw. die Sedimentation von Proteinen tritt nicht aufgrund von kolloidalen Wechselwirkungen sondern durch externe Kräfte wie Schwerkraft oder Zentrifugation auf. (Walstra et al. 2006)

Dieses Phänomen verursacht während der Lagerung eine unerwünschte Trennung der Milch in Sahne und Magermilch und kann mit dem Gesetz von Stokes beschrieben werden. Demnach haben der Durchmesser der Fettkügelchen, die Dichte des Milchserums, die Dichte des MilCHFettes und die Viskosität des Milchserums einen Einfluss auf die Aufrahmggeschwindigkeit. Alle Veränderungen, die eine Zunahme der Partikelgröße bewirken, fördern das Aufrahmen und somit eine Entmischung. (Walstra et al. 2006; Fox 2011)

In der nachfolgenden Tab. 1 sind die möglichen Veränderungen aufgeführt, die zu einer Größenzunahme von kolloidalen Partikeln führen können.

Tab. 1: Mögliche Veränderungen, die bei kolloidalen Partikeln auftreten können. (modifiziert nach Walstra et al. 2006)

	Veränderungen	beteiligte Partikel
Aufrahmen		Fettkügelchen, Luftbläschen
Aggregation		Caseinmicellen, Fettkügelchen
Koaleszenz		Fettkügelchen, Luftbläschen, (Caseinmicellen)
Partielle Koaleszenz		Fettkügelchen
Ostwald-Reifung		Luftbläschen

Mitunter können Sedimente in H-Milchverpackungen gefunden werden. Diese entstehen aus Proteinagglomeraten, welche möglicherweise in höheren Mengen während der direkten Hitzebehandlung erzeugt werden. Es ist auch möglich, dass sie aus Ablagerungen an der Erhitzungsanlage bestehen, welche sich während des Produktionsprozesses ablösen. Auch können bakterielle Peptidasen die Caseinmicellen destabilisieren, so dass diese aggregieren und ein Sediment bilden. (Kessler 2002; Stoeckel et al. 2016a; Gaur et al. 2018)

2.4.2 Lipidoxidation und Lipolyse

Der Fettgehalt ist stark abhängig von der Rasse, dem Alter, Futter, Laktationsstadium und Gesundheitszustand der Kuh und liegt bei 3,0-4,5 %. Die in der Milch vorliegenden 1-10 µm großen Fettkügelchen bilden mit Wasser eine Öl-in-Wasser-Emulsion. Die Fetttröpfchen sind umgeben von Phospholipiden, Cholesterin und β-Carotin. Durch die Homogenisierung der Milch wird die Tröpfchengröße meist auf <1 µm verringert. (Belitz et al. 2008; Baltes & Matissek 2011)

Milchfett besteht aus Glyceriden, Phosphatiden, Lipidderivaten, freien Fettsäuren und Fettbegleitstoffen. Etwa 60 Fettsäuren sind im Milchfett vorhanden. Öl-, Palmitin-, Stearin- und Myristinsäure haben die höchsten Gehalte. Der Gehalt an Buttersäure ist mit 3,5 % gegenüber anderen Fetten relativ hoch. (Raeuber & Spreer 2010; Baltes & Matissek 2011)

Bei der Lagerung von Milchprodukten sind vor allem die Oxidation von Fetten und die hydrolytische Spaltung von Ester-Bindungen von Bedeutung.

Die Lipase aus der Milch hydrolysiert die Triglyceride des Milchfetts. Bei dieser Hydrolyse entstehen freie Fettsäuren und Mono- und Diacylglyceride. Die freien Fettsäuren, die hauptsächlich aus den kurzkettigen Fettsäuren, wie Butter-, Capron- und Caprylsäure gebildet werden, haben einen starken Geschmack und können zu unerwünschten, bitteren, ranzigen, adstringierenden und unreinen Geschmackseindrücken führen. Auch andere Prozesse können zu ähnlichen Geschmacksveränderungen führen. Ein ranziger Geschmack kann in der Fettoxidation seine Ursache haben oder ein bitterer Geschmack kann durch Proteolyse entstehen. (Deeth 2011)

Die Lipasen in Milch können entweder Milchlipasen sein, die originär in Rohmilch vorkommen, oder Lipasen bakteriellen Ursprungs. Milchlipase wird durch Ultrahocherhitzung inaktiviert und verursacht daher keine Lipolyse in pasteurisierten Milchprodukten. In H-Milch wird ein ranziger Geschmack meist durch hitzestabile Lipasen, welche von psychrotrophen Bakterien vor der Hitzebehandlung produziert werden, verursacht. Spuren dieser Lipasen sind ausreichend, um einen erhöhten Gehalt freier Fettsäuren während der Lagerung bei Raumtemperatur bis zum MHD zu verursachen. (Deeth 2011)

Die Fettoxidation wird durch Parameter wie die Lichtexposition, Temperatur, Anwesenheit antioxidativer Substanzen und Grad der Sättigung der Fettsäuren beeinflusst. Die Oxidation ist eine Kettenreaktion, die eine Initiationsreaktion, Propagierung und Terminierung umfasst. Die gebildeten Hydroperoxide der Fettsäuren sind relativ instabil und können weiter zersetzt werden. Bei der Fettoxidation entstehen volatile geschmacksaktive Verbindungen, wie Aldehyde, Ketone, Alkohole, Ester, Lactone und Kohlenwasserstoffe. Für den unerwünschten, oxidierten ranzigen Geschmack sind hauptsächlich die Aldehyde und Ketone verantwortlich. (Baltes & Matissek 2011; O'Brien & O'Connor 2011)

2.4.3 Proteolyse und Gelbildung

Am Milchproteingehalt von 3,3 - 4 % macht das Casein mit 2,8 - 3,4 % den größten Anteil aus. Die drei Hauptfraktionen sind das Casein, das α -Lactalbumin und das β -Lactglobulin. Eine weitere Differenzierung des Caseins kann in α -, β - und γ -Casein erfolgen. Das α -Casein besteht wiederum aus α_s -Casein und κ -Casein. Bis zu 10 % des Gesamtcaseins liegt im Serum

vor. Der größte Anteil aggregiert zu Caseinkomplexen und Caseinmicellen. Die Caseinmicellen haben einen mittleren Durchmesser von 150 nm. (Belitz et al. 2008; Raeuber & Spreer 2010)

Während der Lagerung von H-Milch bei Raumtemperatur ist ein begrenzender Faktor der Lagerdauer eine mögliche Proteolyse, welche Änderungen in Geschmack und Textur hervorrufen kann. In diesem Zusammenhang kann es zu einem Anstieg der Viskosität bis zu einer Gelbildung kommen. Die verantwortlichen Enzyme für die Proteolyse sind die originär in Milch vorkommende alkalische Proteinase und Plasmin. Außerdem können hitzestabile, extrazelluläre bakterielle Proteasen, die vor der Erhitzung von psychrotrophen Kontaminanten gebildet werden, in der Milch vorhanden sein. (Datta & Deeth 2003)

Die Entstehung eines Bittergeschmacks und der Viskositätsanstieg werden durch die Hydrolyse von Casein Freisetzung eines β -Lactoglobulin- κ -Casein-Komplexes hervorgerufen beziehungsweise beschleunigt. Durch die UHT Erhitzung wird ein β -Lactoglobulin- κ -Casein-Komplex gebildet. Ab 55 °C beginnt β -Lactoglobulin sich zu entfalten und seine globuläre Struktur zu verlieren. Die Disulfidbindungen des Cystins brechen auf und es entsteht eine erhöhte Reaktivität der Sulfhydrylgruppen. Diese reaktiven Gruppen können intramolekular reagieren und β -Lactoglobulin-Aggregate bilden oder sie reagieren intermolekular mit Sulfhydrylgruppen anderer Moleküle wie κ -Casein oder Proteinen der Fettkügelchenmembran. (Datta & Deeth 2001; Datta & Deeth 2003)

Während der Lagerung der H-Milch treten weitere Veränderungen auf, die zu einer Bildung eines dreidimensionalen Proteinnetzwerkes führen können. Dadurch kann es zu einer Verdickung und Gelierung der Milch kommen. Die Freisetzung des β -Lactoglobulin- κ -Casein-Komplexes aus dem Casein ist daran beteiligt. Faktoren, die eine altersbedingte Gelierung der Milch beeinflussen können, sind Art und Stärke der Hitzebehandlung, Proteolyse, Produktionsprozess, mikrobiologische Qualität der Rohmilch, Lagertemperatur, Zusatzstoffe und Fettgehalt. Der genaue Mechanismus der altersbedingten Gelbildung ist bisher unklar. (Datta & Deeth 2001; Gaucher et al. 2008)

Je nach mikrobiologischer Qualität der Rohmilch können Mikroorganismen im Verlauf des Wachstums hitzestabile Peptidasen bilden, die im Verlauf der Lagerung zu einer verstärkten Proteolyse führen können. *Pseudomonas* Stämme beginnen in der späten exponentiellen/frühen stationären Wachstumsphase Peptidasen zu produzieren. Diese können teilweise die Ultrahocherhitzung überstehen und sorgen somit während der Lagerung für eine verstärkte Proteolyse und die Entstehung eines Bittergeschmacks. (Stoeckel et al. 2016a)

3 Materialien und Methoden

3.1 Material

Die Proben wurden bei verschiedenen Einzelhändlern in Kiel eingekauft. In Tab. 2 sind die untersuchten Produkte mit ihrer im Folgenden verwendeten Probenbezeichnung, der Verpackungsart, der angenommenen MHD-Dauer ab Herstellung und der angegebenen durchschnittlichen Nährwerte und verwendeten Zusatzstoffe aufgeführt.

Tab. 2: Einzelhandelsproben und deren Inhaltsstoffe.

Marke/ Produkt	Proben- bezeich- ung	Verpackung	Dauer MHD [Wochen]	Brenn- wert [Kcal/ 100 g]	Eiweiß	Kohlen- hydrate	davon Zucker	Fett	Zusatz- stoffe
					[g/100 g]				
MILSANI Sahnequark	SQ	Kunststoff- schale mit Siegeffolie	4	139	9,3	3,5	3,5	9,8	-
MILSANI haltbare Vollmilch ultrahoch- erhitzt	H-Milch	Verbund- karton	16	64	3,3	4,8	4,8	3,5	-
MILSANI Haltbare Schlagsahne ultrahoch- erhitzt	Schl1	Verbund- karton	13	292	2,4	3,2	3,2	30	Carrageen
	Schl2								
Frischgold Haltbare Schlagsahne Ultrahoch- erhitzt	Schl3	Verbund- karton	13	294	2,5	3,4	3,4	30	Carrageen
Südmilch Kaffeesahne Wärme- behandelt	KaSa12	Kännchen PP	26	136	3,0	3,9	3,9	12,0	-
Adelbyer Kaffeesahne Wärme- behandelt	KaSa10	Glasflasche	26	118	3,1	4,0	4,0	10,0	-
Milbona Kondens- milch Wärme- behandelt	KondM*	Verbund- karton Kunststoffs- raub- verschluss	30	132	6,0	10,2	10,2	7,5	Carrageen Natrium- phosphate

*17,5 % fettfreie Milchtrockenmasse

In der nachfolgenden Tab. 3 sind die verwendeten Geräte, Materialien und Verbrauchsmaterialien mit ihren zugehörigen Herstellern aufgelistet.

Tab. 3: Verwendete Geräte und Materialien

Geräte und Zubehör	Hersteller
TA.XT2i Texture Analyser	Stabile Micro Systems
Rheometer MCR 302	Anton Paar GmbH
LUMiSizer 6112-66	LUM GmbH
Partikelgrößenanalysator Coulter LS230	Beckman Coulter
Zetasizer nano ZS	Malvern Instruments Limited
P/0,5R Messzylinder, 0,5“ Durchmesser	Stabile Micro Systems
Platte/Platte PP50, 50 mm Durchmesser, 1 mm Spalt	Anton Paar GmbH
Kegel/Platte CP50, 50 mm Durchmesser,	Anton Paar GmbH
pH-Meter pH196 Microprocessor	WTW GmbH & Co. KG
pH Elektrode SenTix81	WTW GmbH & Co. KG
Kolorimeter PCE-CSM 3	PCE Instruments
Stomacher 400 Circulator	Seward Ltd.
Schlagrahmtester CT II	Gerber Instruments AG
Schläger Probenbehälter mit Kühlring, Messstab 100-250 ml, Schablone, Abtropfsieb, Stempelvorrichtung mit Stempel und 5 g Gewicht	Gerber Instruments AG
Vortex Mixer MS2 Mini Shaker	IKA GmbH & Co KG
Koloniezähler BZG 30	WTW GmbH & Co. KG
Zentrifuge Sorvall RC 285	E. I. du Pont de Nemours & Co.
Sorvall Polycarbonat Zentrifugenröhrchen 50 ml	E. I. du Pont de Nemours & Co.
Vakuumkonzentrator, Concentrator plus HPLC	Eppendorf AG
Rahm-Butyrometer nach Köhler 40 %/50 % Fett	Funke Gerber
Rahm Spritze 5,05 ml	Funke Gerber
Tischzentrifuge mit Winkelrotor zur Fettbestimmung	Funke Gerber

Erlenmeyerkolben, Bechergläser
verschiedene Volumina, Glasröhrchen,
Messzylinder 10 ml, Trichter

Verbrauchsmaterialien	Hersteller
Technischer Puffer pH 4,01 und pH 7,0	WTW GmbH & Co. KG
Stomacher Filterbeutel	Seward Ltd.
Ringerlösung	Merck KGaA
BHI Agar	Merck KGaA
VRBD Agar	Merck KGaA
KAA Agar	Merck KGaA
CFCD Agar	Oxoid Deutschland GmbH
YGC Agar	Merck KGaA
M17 Agar	Merck KGaA
Polymeric Reversed Phase Strata X Kartuschen 200 mg/ 6 ml	Phenomenex Inc.
Laborwaage BP2215	Sartorius AG
Methanol > 99 %, Trifluoressigsäure \geq 99 %, Acetonitril \geq 99,9 %, HPLC Laufmittel A, LC-MS-Chromasolv [®]	Fluka Riedel de Haen
Natriumphosphatpuffer, 0,1 Mol	
Schwefelsäure 90-91 %	Merck KGaA
Isoamylalkohol, min. 99 %	Merck KGaA
Kaffee, Sorte „Beste Bohne“	Tchibo
Messküvetten, Pipettenspitzen verschiedener Volumina, Petrischalen, 100 ml Einmalspritzen	

3.2 Methoden

3.2.1 Versuchsplan

Die Untersuchung der Milchprodukte in dieser Arbeit erfolgte im Rahmen eines Erlasses des BMEL am Max Rubner-Institut für Sicherheit und Qualität bei Milch und Fisch in Kiel.

Die hochehitzen und wärmebehandelten Proben wurden über die gesamte Lagerdauer in einem dunklen Raum bei 20 °C gelagert, um die Lagerung beim Verbraucher in einem Vorratsschrank zu simulieren. Bei der in Glasflaschen abgefüllten Kaffeesahne sollte so zusätzlich die Entstehung von Lichtgeschmack verhindert werden. In unregelmäßigen Abständen wurde das Licht in dem Raum eingeschaltet, wie es auch bei dem Verbraucher passieren kann. Der Sahnequark ist bei 6 °C gelagert worden. Die Proben sind während der Lagerdauer nicht bewegt worden.

Für die verschiedenen Milchprodukte wurden übliche Haltbarkeitsspannen angenommen und die Untersuchungszeitpunkte danach geplant. Für die Kondensmilch wurde eine Haltbarkeit von 7 Monaten, für die Kaffeesahne 6 Monate, für die H-Milch 4 Monate, für die H-Schlagsahne 3 Monate und für den Sahnequark einen Monat ab der Herstellung angenommen. Die Proben wurden am Tag des aufgedruckten Mindesthaltbarkeitsdatums, nach der 1,5-fachen Dauer und der 2-fachen Dauer der angenommenen Haltbarkeitsspanne untersucht. Daraus ergibt sich der nachfolgende Untersuchungsplan. Da den Proben verschiedene Haltbarkeitsspannen zugrunde liegen, bezieht sich die im Folgenden genannte Lagerdauer von 1-faches, 1,5-faches und 2-faches MHD auf die in der Abb. 4 aufgeführte Lagerdauer in Wochen.

Bei länger haltbaren Produkten, die bei Raumtemperatur gelagert werden können, sind meist Qualitätsveränderungen und nicht die mikrobiologische Sicherheit verantwortlich für das Festlegen der Haltbarkeitsspanne. Daher sollen hauptsächlich Veränderungen im Qualitätszustand der Milchprodukte und physikalische Veränderungen, die während der Lagerung auftreten können, untersucht werden. Die Zellzahl der Milchsäurebakterien ist bei dem Sahnequark ein Qualitätsfaktor.

Der Probenumfang umfasst fünf Produkte, soweit nicht anders angegeben, aus denen der Mittelwert bestimmt wurde. Die Proben wurden unmittelbar vor der Untersuchung durch vorsichtiges Umschwenken durchmischt

Es wurden der mikrobiologische Zustand, Farbabweichungen, die Rheologie, die Partikelgrößenverteilung, der pH-Wert, die Entmischung, Veränderungen des Peptidspektrums sowie sensorische Veränderungen untersucht. Weiterhin sind produktspezifische Parameter, wie die Kaffeestabilität der Kaffeesahne, die

Aufschlageigenschaften der Schlagsahne und die Festigkeit des Quarks geprüft worden. Einen genauen Überblick über den Ablauf der Untersuchungen gibt der nachfolgende schematische Versuchsplan (Abb. 4).

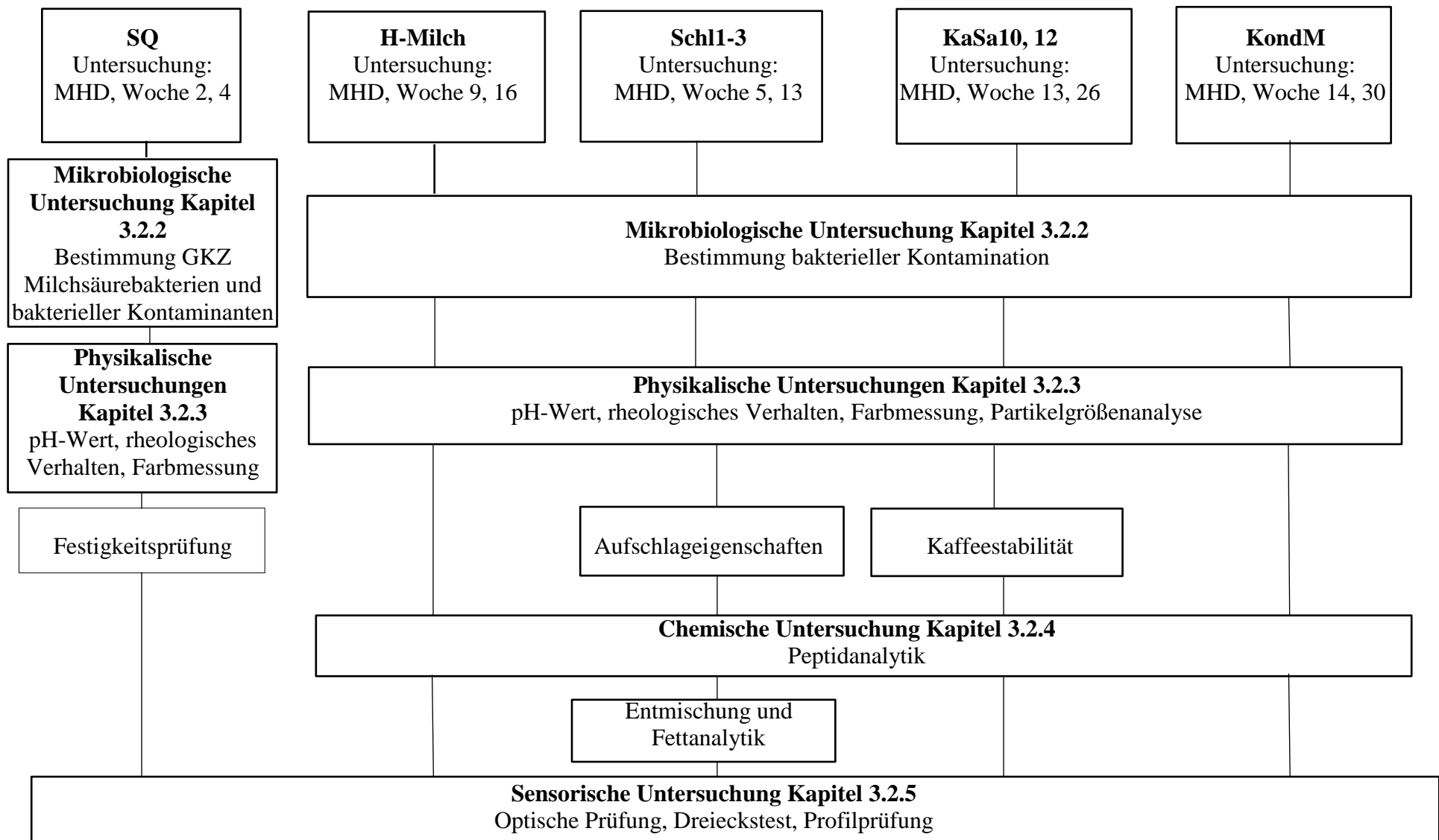


Abb. 4: Schematischer Versuchsplan

3.2.2 Mikrobiologische Methoden

Die mikrobielle Kontrolle der erhitzten Milchprodukte erfolgte auf BHI-Agar (Hirn-Herz-Glucose-Agar). 0,1 ml der Proben wurden auf BHI-Agar ausplattiert und in Doppelbestimmung bei 36 °C und 55 °C für 48 h bebrütet. BHI-Agar ist ein klassisches Universalmedium, welches sich zur Kultivierung zahlreicher Mikroorganismen einschließlich vieler Pathogentypen eignet.

Der Quark, als nicht erhitztes Produkt, wurde zum einen auf die Zellzahl der relevanten Milchsäurebakterien und zum anderen auf mögliche mikrobielle Kontaminanten untersucht. Es erfolgte jeweils eine Doppelbestimmung.

In einem Stomacher Filterbeutel wurden 5 g der Probe eingewogen, mit 45 ml Ringerlösung versetzt und 2 min bei Raumtemperatur mit einem Stomacher-Homogenisator für 2 min homogenisiert. Von dieser 1:10 Verdünnung wurde eine Verdünnungsreihe bis zu $1:10^5$ angefertigt. Dazu wurde 1 ml der Probe mit 9 ml Ringerlösung verdünnt, mit einem Vortexmixer vermischt und 1 ml zur weiteren Verdünnung entnommen. Zur Bestimmung der Zellzahl von *Lactococcus lactis* ssp. *cremoris* und *lactis* wurden 0,1 ml der Verdünnungsstufen 10^5 - 10^7 auf M17 Agar gegeben, ausgespartelt und bei 30 °C für 48 h bebrütet. Mögliche mikrobielle Kontaminanten wurden wie nachfolgend in Tab. 4 aufgeführt für die Verdünnungsstufen 10^{-2} und 10^{-3} bestimmt.

Tab. 4: Verwendete selektive Medien, Inkubationszeiten und –temperaturen für die Untersuchung auf mögliche mikrobielle Kontaminanten

mikrobielle Kontaminanten	Medium	Inkubationszeit und –temperatur
Enterobacteriaceae	VRBD-Agar ¹	24 h 30 °C
Enterokokken	KAA-Agar ²	48 h 37 °C
Pseudomonaden	CFCD-Agar ³	72 h 25 °C
Hefen und Schimmel	YGC-Agar ⁴	72 h 25 °C

¹ Kristallviolett-Neutralrot-Galle-Glucose-Agar

² Kanamycin-Äsculin-Azid-Agar

³ Cetrimid-Fucidin-Cephaloridin-Dextrose-Agar

⁴ Hefeextrakt-Glucose-Chloramphenicol-Agar

Die Auszählung der Kolonien erfolgte mit einem Koloniezähler.

Zur Berechnung der koloniebildenden Einheiten pro ml wurde die nachfolgende Formel 1 herangezogen.

Formel 1: Berechnung der Anzahl der koloniebildenden Einheiten pro ml

$$c = \frac{\sum c}{n_1 \cdot 1 + n_2 \cdot 0,1} \cdot d$$

c = Anzahl der koloniebildenden Einheiten pro ml

$\sum c$ = Summe aller ausgezählten Kolonien

n_1 = Anzahl der Petrischalen der niedrigsten auswertbaren Verdünnungsstufe, die zur Berechnung herangezogen wurde

n_2 = Anzahl der Petrischalen der nächsthöheren Verdünnungsstufe, die zur Berechnung herangezogen wurde

d = Faktor der niedrigsten ausgewerteten Verdünnungsstufe, auf n_1 bezogene Verdünnungsstufe

3.2.3 Chemische Methoden

Peptidanalytik

Die Proben wurden zum jeweiligen Untersuchungszeitpunkt bei -22 °C tiefgefroren. Um die ausgewählte Methode auf ihre Eignung und Wiederholbarkeit zu prüfen, erfolgte zunächst eine Fünffachbestimmung einer Probe.

Die Analyse der einzelnen Proben erfolgte jeweils in Doppelbestimmung. Die Proben wurden aufgetaut auf 40 °C erwärmt, gut vermischt und auf 20 °C abgekühlt. Ca. 5 ml der Sahne wurden mit 15 ml Natriumphosphatpuffer (0,1 Mol) mit einem pH-Wert von 6,7 vermischt. Die Sahnelösung wurde bei 4000 g, 4 °C für 20 min mit einer Sorvall-Zentrifuge zentrifugiert und der klare Überstand weiterverarbeitet.

0,5 ml des Überstands der Proben wurden über SPE-Kartuschen aufgearbeitet.

Die Konditionierung der Kartusche erfolgte mit 6 ml Methanol und anschließend mit 6 ml 0,1 % Trifluoressigsäure (TFA). 0,5 ml der Probenlösung wurden auf die Kartusche aufgegeben. Die Verunreinigungen wurden mit 3 x 2 ml 0,1 % TFA heruntergespült. Die Peptide wurden durch 2 x 2 ml 70:30:0,1 Acetonitril/H₂O/TFA eluiert und in einem Glasröhrchen aufgefangen und am SpeedVac-Konzentrator eingeeengt. Die Proben wurden in 500 µl Laufmittel A (Nano-LC) gelöst und anschließend 1:5 in Laufmittel A verdünnt.

Aufgrund des Zeitpunktes der Analyse konnten nicht alle Proben analysiert werden, da die notwendige Lagerdauer noch nicht für alle Proben erreicht wurde.

Entmischung und Fettanalytik

Die Sahneproben und zusätzlich zwei frische Proben wurden zu den entsprechenden Untersuchungszeitpunkten nach unbewegter Lagerung bei -22°C tiefgefroren. Im gefrorenen Zustand wurden die Verpackungen in der Mitte mit einer Bandsäge zerteilt. Die Verpackung wurde entfernt und sofern vorhanden die Serumschicht gemessen. Die gefrorenen Sahnehälften wurden in separate Plastikbecher gefüllt und aus der Differenz des Leergewichts und der befüllten Becher das Gewicht der Hälfte bestimmt. Die Proben wurden zunächst bei Raumtemperatur aufgetaut und anschließend gekühlt bei 6 °C aufbewahrt. Vor der Fettbestimmung wurden die Proben auf ca. 30 °C im Wasserbad temperiert.

Der Fettgehalt wurde im Rahm-Butyrometer mit der Abmessmethode nach Köhler bestimmt. In das Rahm-Butyrometer wurden nacheinander 10 ml Schwefelsäure (90-91 Massen %), 5,05 ml Sahne mit einer Rahmspritze, 5 ml Wasser und 1 ml Amylalkohol eingefüllt. Das Rahm-Butyrometer wurde verschlossen, geschüttelt und 5 min mit 1100 Umdrehungen pro Minute bei 55 °C zentrifugiert. Der Fettgehalt wurde nach 5 min temperieren im 67 °C heißen

Wasserbad abgelesen. Die Abweichung der Doppelbestimmung darf maximal bei 0,5 % liegen. Je nach Bedarf wurden Rahm-Butyrometer bis 40 % oder bis 50 % Fett verwendet.

Der Gesamtfettgehalt der Proben wurde anhand der Mischungsformel aus der oberen und unteren Sahnehälfte annäherungsweise berechnet.

Formel 2: Mischungsformel

$$c_1 \cdot m_1 + c_2 \cdot m_2 = c_{gesamt} \cdot m_{gesamt}$$

$$\frac{c_1 \cdot m_1 + c_2 \cdot m_2}{m_{gesamt}} = c_{gesamt}$$

Mit:

c_1 = Fettkonzentration der oberen Hälfte [%]

m_1 = Gewicht der oberen Hälfte [g]

c_2 = Fettkonzentration der unteren Hälfte [%]

m_2 = Gewicht der unteren Hälfte [g]

c_{gesamt} = Fettkonzentration der gesamten Sahneprobe [%]

m_{gesamt} = Masse der oberen und unteren Hälfte [g]

3.2.4 Physikalische Methoden

pH-Wert

Der pH-Wert wurde mit dem pH-Meter gemessen, welches an jedem Messtag mit zwei Standardlösungen mit einem pH-Wert von 4,00 und 7,01 kalibriert wurde. Zwischen den Proben wurde die pH-Sonde mit destilliertem Wasser und einem Papiertuch gereinigt.

Rheologie

Die Rheologie beschäftigt sich mit der Verformung und dem Fließverhalten von Materie. Es wird dabei die Änderung der Viskosität unter Einwirkung verschiedener Kräfte, wie Druck-, Zug-, Schub- und Scherspannungen beobachtet. (Rao 2014; Römpf online Lexikon 2018)

Verschiedene Faktoren wie die Fettkonzentration, der Zustand des Caseins, der Caseingehalt beeinflussen die Viskosität von Milch. Typische Werte bei 20 °C für Trinkmilch mit 2,5 % Fett liegen bei 1,76 mPa s und für Kondensmilch mit 10 % Fett bei 23 mPa s. Milch hat einen nahezu newtonsches Verhalten, geht aber bei beispielsweise einem erhöhten Fettgehalt wie bei Sahne in einen strukturviskosen Charakter über. Dies kann zur Ausbildung einer Fließgrenze führen. (Raeuber & Spreer 2010)

Das Herschel/Bulkley Modell ist eine Modellfunktion für Fließkurven von Fluiden mit scheinbarer Fließgrenze. Daraus kann die Viskosität und die Fließgrenze berechnet werden. Das Modell zeigte bereits in der Literatur für Milchprodukte ein hohes Bestimmtheitsmaß (Long et al. 2012).

Die Methode geht davon aus, dass die Viskosität nach Überschreiten der Fließgrenze bzgl. der Scherrate und der Schubspannung nicht konstant bleibt. Die Gleichung lautet:

Formel 3: Modellgleichung nach Herschel/Bulkley

$$\tau = \tau_0 + b \cdot \dot{\gamma}^{n_1}$$

Mit:

τ_0 = Fließgrenze [Pa]

b = Fließkoeffizient [Pa sⁿ]

$\dot{\gamma}$ = Schergeschwindigkeit [s⁻¹]

n_1 = Fließindex (dimensionslos), mit:

$n < 1$: strukturviskos, $n = 1$: newtonsch, $n > 1$: dilatant

Wenn $n = 1$ und $\tau_0 = 0$ ergibt sich daraus das Newtonsche Gesetz: $\tau = \eta \dot{\gamma}$. Der Fließkoeffizient wird auch Herschel/Bulkley-Viskosität oder Konsistenzfaktor genannt und kann als Parameter für die Viskosität verwendet werden. (Mezger 2000)

Das rheologische Verhalten der hocherhitzten Milchprodukte wurde mit dem Rheometer MCR 302 von Anton Paar im Rotationsmodus untersucht. Das Rheometer wurde mit einem Kegel/Platte-Messsystem ausgestattet. 0,7 ml der Probe wurden mit einer Pipette auf das untere, durch den Peltier bei $20 \pm 1^\circ\text{C}$ beheizte, Plattenelement aufgebracht. Bei einer Scherrate zwischen 1 und 1000 s^{-1} mit 22 Messpunkten wurde das Fließverhalten den Proben untersucht. Zur Auswertung wurde die Modellgleichung nach Herschel/Bulkley verwendet.

Der Quark wurde mit einem Platte/Platte-Messsystem, PP50, bei $20 \pm 1^\circ\text{C}$ auf seine Fließeigenschaften untersucht. Mit einer Spritze wurden 2 ml der Probe aufgenommen und auf das Plattenelement aufgebracht. Das Fließverhalten wurde bei einer Scherrate zwischen 1 und 1000 s^{-1} in 16 Messpunkten alle 30 s bestimmt.

Farbmessung

Die Farbmessung erfolgte an dem Kolorimeter nach dem CIELAB Prinzip. Die Abkürzung CIE steht für die Commission Internationale de l'Eclairage (Internationale Beleuchtungskommission).

Die Bezeichnung der Raumkoordinaten im LAB-Farbraum erfolgt nach a^* für die Rot-Grün-Achse, b^* für die Gelb-Blau-Achse und L^* für die Helligkeitsachse. Der Maximalwert für die Helligkeit liegt bei $L = 100$ und entspricht einer idealen weißen Fläche. Der Farbabstand wird nach dem LAB-Farbraum mit ΔE^* angegeben. (Lübbe 2013; Völz 2008)

Die Berechnung von ΔE^* als Gesamtfarbabstand erfolgt aus den L^* a^* b^* -Koordinaten wie folgt:

Formel 4: Berechnung des Gesamtfarbabstandes (Eichler 2018)

$$\Delta E^* = \sqrt{(dL^*)^2 + (da^*)^2 + (db^*)^2}$$

Mit:

$\Delta E^* = \text{Gesamtfarbabstand}$

$dL^* = \text{Helligkeitsunterschied}$

$da^* = \text{Farbunterschied Grün} \leftrightarrow \text{Rot}$

$db^* = \text{Farbunterschied Gelb} \leftrightarrow \text{Blau}$

Die gemessenen Farbabstände können, wie folgt in Tab.5 beschrieben, interpretiert werden. Faktoren für die Farbwahrnehmung sind neben der Raumhelligkeit, der Größe der Probe, der Art der Präsentation und der räumlichen Nähe auch die Erfahrung des Betrachters und die Zeit der Adaptation.

Um einen Abstand ΔE^* von 15 zu erkennen braucht ein unerfahrener Beobachter etwa 5 s, für ΔE^* von 10 um die 10-15 s sowie für ΔE^* von 5 etwa 15-20 s. (Wisotop 2018)

Tab. 5. Interpretation der gemessenen Farbabstände nach Wisotop 2018.

Farbdifferenz ΔE^*	Wirkung
< 0,2	Nicht sichtbar
0,2-1,0	Sehr gering
1-3	gering
3-6	mittel
> 6	groß

Die jeweilige Probe wurde in den zum Gerät gehörigen Probenbehälter gefüllt und in die Messhalterung gestellt. Die Messung erfolgte auf der Grundlage einer Farbunterschiedsmessung im Vergleich zu einem Weißstandard. Nach einer dreimaligen Messung jeder Probe wurde der Mittelwert der ΔE^* -Werte ermittelt.

Partikelgrößenanalyse

Die Partikelgrößenanalyse der Fettpartikel wurde mit zwei unterschiedlichen Messprinzipien durchgeführt. Für alle Proben erfolgte die Messung der Partikelgröße auf der Grundlage der Laserbeugung. Einige der Proben wurden zusätzlich nach dem Prinzip der dynamischen Lichtstreuung analysiert.

Statische Laserbeugung

Bei der statischen Laserbeugung wurde die Mie-Theorie der Lichtstreuung zur Berechnung der Partikelgröße verwendet.

Alle Proben bis auf die H-Milch wurden aufgrund des höheren Fettgehaltes mit dest. Wasser 1:10 verdünnt. Zur Vorbereitung und zwischen den einzelnen Messungen wurde das Messsystem dreimal gespült und entgast. Die Probenaufgabe erfolgte mit einer Eppendorfpipette bis zu einem PIDS (Polarization Intensity Differential Scattering)-Wert von ca. 40 %. Die Messzeit betrug 92 s. Die Messung erfolgte auf der Grundlage eines nach Hinrichs modifizierten optischen Modells. Als Brechungsindex für Wasser wurde 1,327 und

für Milchfett 1,45 festgelegt. Die Auswertung erfolgte volumenbezogen nach dem De Brouckere - Durchmesser $D(4,3)$. Der Messbereich des Gerätes liegt bei 0,040 bis 2000 μm .

Dynamische Lichtstreuung (DLS)

Die Streuung von Laserlicht mit unterschiedlichen Intensitäten wird durch die Brownsche Molekularbewegung von Partikeln oder Molekülen in Suspensionen verursacht. Mit zunehmender Größe eines Partikels nimmt seine Geschwindigkeit im Medium ab und damit auch die Änderung der von ihm gestreuten Lichtmenge.

Mit Hilfe der Stokes-Einstein-Beziehung kann die Partikelgröße aus der Geschwindigkeit der Brownschen Molekularbewegung berechnet werden, welche sich aus der Analyse der Laserintensitätsschwankungen ergibt. (Malvern 2008)

Formel 5: Stokes-Einstein-Beziehung

$$d(H) = \frac{k_B \cdot T}{3 \cdot \pi \cdot \eta \cdot D}$$

Mit:

$d(h)$ = hydrodynamischer Durchmesser der Probe [m]

k_B = Boltzmannkonstante [$\text{Nm} \cdot \text{K}^{-1}$]

T = Temperatur [K]

η = Viskosität des Mediums [$\text{Ns} \cdot \text{m}^{-2}$]

D = Diffusionskoeffizient [$\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$]

Die zu messende Probe wurde 1:100 mit destilliertem Wasser verdünnt. 1400 ml wurden in die Messküvette gegeben und am Zetasizer bei 20 °C mit einem Streuwinkel von 173° analysiert. Als Material wurde Milchfett mit einem RI (Brechungsindex) von 1,460 und einer Absorption von 0,001 angegeben. Als Dispergens wurde Wasser mit einer Viskosität von $1,0031 \times 10^{-3} \text{Ns/m}^2$ und einem RI von 1,330 eingestellt. Die Messposition und die Anzahl der Messläufe wurden von dem Gerät automatisch festgelegt. Zur Auswertung wurde der Z-Durchschnittswert betrachtet. Der Messbereich des Zetasizer nano ZS liegt zwischen 0,6 nm und 6 μm .

Festigkeitsprüfung des Quarks

Die Festigkeit des Quarks wurde in dem 250 g Becher mit einem zylindrischen Messstempel ausgestatteten Texture Analyser untersucht. Der Messtempel wurde mit einer Geschwindigkeit von 1 mm/s heruntergefahren und ab einer Oberflächenkraft von 0,1 g mit einer Testgeschwindigkeit von 0,5 mm/s bis zu einer Tiefe von 10 mm in den Quark gefahren. Die Festigkeit wurde anhand der Maximalkraft in g im Kraft-Zeit-Diagramm bestimmt.

Aufschlageigenschaften der Schlagsahne

Vor der Prüfung wurden alle Proben für mindestens 24 h bei 6 °C gelagert. Vor dem Aufschlagen fand eine vorsichtige Durchmischung des Inhaltes statt.

Die Aufschlageigenschaften der H-Schlagsahne wurden nach der VDLUFA Methode (2000) zur physikalischen Prüfung von Schlagsahne geprüft. Es wurden jeweils zwei Proben der gelagerten H-Schlagsahne untersucht und aus den Ergebnissen Mittelwerte gebildet.

100 ml der Sahne wurden in einen bei 6 °C temperierten Schlagbecher gegeben und mit zwei Schlägern aufgeschlagen, während sich der Schlagbecher in einem Kühlmantel mit Eiswasser befand. Bis zum Erreichen einer bestimmten Festigkeit der Sahne, welche als Grundlage für alle weiteren Untersuchungen diente, wurde die optimale Schlagdauer ermittelt. Zu diesem Zeitpunkt lag die höchste Leistung einer gerätespezifischen Anzeige vor.

Die Oberfläche der Sahne im Schlagbecher inklusive der Reste an den Schlägern wurde glatt gestrichen und das Volumen durch Eintauchen des Messstabes abgelesen. Die Festigkeit wurde mit Hilfe eines Stempels, welcher mit einem Zusatzgewicht von 5 g belastet war, gemessen. Die Zeit, die der Stempel benötigte um 3 cm tief in die Sahne einzusinken, ist ein Maß für die Festigkeit.

Um das Absetzen zu prüfen, wurde ein Sieb auf einen Trichter aufgebracht und auf dem Sieb ein Sahnewürfel von 6 cm Kantenlänge mit Hilfe einer Schablone platziert. Unter dem Trichter wurde ein Messzylinder gestellt an dem nach 2 h die abgetropfte Flüssigkeitsmenge abgelesen wurde.

Die Bewertung der Sahneproben erfolgte nach den Prüfbestimmungen der DLG.

Die Volumenzunahme wurde folgendermaßen berechnet:

Formel 6: Berechnung der Volumenzunahme der aufgeschlagenen Sahne

$$V_Z = V_{gs} - V_{fl.s}$$

Mit:

V_Z = Volumenzunahme in %

V_{gs} = Volumen geschlagene Sahne in ml

$V_{fl.s}$ = Volumen flüssige Sahne in ml

Die Angabe der Volumenzunahme erfolgte in %. Dabei sollte die Volumenzunahme für eine qualitativ hochwertige Schlagsahne bei mindestens 80 % liegen.

Für die Bewertung der Festigkeit und des Absetzens der Sahne nach dem 5-Punkte-Schema sind die nachfolgenden Kriterien in Tab. 6 festgelegt.

Tab. 6: Kriterien zur Bewertung der Sahne nach dem 5-Punkte-Schema. (VDLUFA 2000)

Festigkeit (gemessene Zeit)	Absetzen (Flüssigkeitsmenge)	Punkte
über 10 s	höchstens 1 ml	5
über 8 s	höchstens 2 ml	4
über 6 s	höchstens 4 ml	3
über 4 s	höchstens 6 ml	2
über 2 s	höchstens 8 ml	1
über 2 s	höchstens 8 ml	0

Kaffeestabilität

Zur Prüfung der Kaffeestabilität wurde 940 ml kochendes destilliertes Wasser in einem 2 l Glasgefäß über 60 g gemahlenen Bohnenkaffee gegossen und kurz umgerührt. Nach 10 min Ziehzeit wurde die Kaffeelösung durch einen Papierfaltenfilter gegossen und im Wasserbad auf 20 °C heruntergekühlt. Von der abgekühlten Kaffeelösung wurde der pH-Wert gemessen und 50 ml in 100 ml Erlenmeyerkolben abgefüllt. Die benötigte Anzahl der 50 ml Portionen wurde auf einer Wärmeplatte auf die vorgesehenen Testtemperaturen, 67,5, 70, 72, 75, 77, 80, 82,5, 85 und 87,5 °C erwärmt. Die Temperaturkontrolle der Kaffeelösung erfolgte mit einem Thermometer. 3 ml der zu prüfenden Kaffeesahneproben wurden in 100 ml Bechergläser gegeben. Beim Erreichen der Solltemperatur wurden die 100 ml Kaffeelösung sehr schnell auf die Kaffeesahne gegossen. Es erfolgte keine weitere Vermischung und nach 1 min Standzeit wurde der Flockungsgrad visuell beurteilt. Die Einteilung des Flockungsgrades erfolgte in den Stufen 0 (keine), 1 (feinste), 2 (feine), 3 (mittlere), 4 (grobe) oder 5 (sehr grobe Gerinnung). Keine und eine feinste Gerinnung wird im Allgemeinen als gleichwertig angesehen und der zugehörige Temperaturwert als Maßzahl für die Kaffeestabilität der Probe genommen.

3.2.5 Sensorische Methoden

Vor der Untersuchung der Proben wurden die Verpackungen vorsichtig geöffnet, die Proben, bis auf den Sahnequark, langsam abgegossen und die Optik beurteilt. Eine mögliche sichtbare Sedimentbildung, eine Serumschicht oder eine starke Phasentrennung sollten so beurteilt werden. Außerdem können so sichtbare Veränderungen des Produktes in der Verpackung erkannt werden, die durch ein Durchmischen und Umfüllen in Behälter zur sensorischen Prüfung verloren gehen können.

Die Milchprodukte wurden in durchsichtige Einwegplastikbecher mit Deckel abgefüllt und mit dreistelligen Zufallscodes versehen. Vor der Verkostung standen die Proben etwa zwei Stunden bei Zimmertemperatur. Zum Neutralisieren wurde Wasser gereicht und bei den Schlagsahneproben aufgrund des höheren Fettgehaltes zusätzlich Matzen.

Die Verkostung wurde von dem institutseigenen Sensorikpanel durchgeführt, welches aus speziell geschulten Mitarbeiter/-innen besteht. Die Teilnehmerzahl variierte je nach Verfügbarkeit der Mitarbeiter/-innen. Die sensorische Prüfung wurde in abgetrennten Sensorikkabinen des Instituts durchgeführt. Die Profilprüfung wurde zuerst und anschließend der Dreieckstest durchgeführt.

Dreieckstest

Zur Prüfung auf Unterschied wurde der Dreieckstest angewendet. Mit diesem Test können nur generelle Unterschiede und keine einzelnen Merkmale untersucht werden. Die gelagerten Proben wurden gegen eine frische Standardprobe verkostet. Dabei ergeben sich sechs mögliche Probenaufstellungen.

A B B	B B A
A A B	B A A
A B A	B A B

Die Prüfer durften beliebig oft rückkosten. Ein Muster des Prüfbogens befindet sich im Anhang (Abb. 17).

Die zu prüfenden Hypothesen sind:

H₀: Die gelagerte und die frische Probe sind identisch.

H₁: Es gibt einen Unterschied zwischen der frischen und der gelagerten Probe.

Die Proben wurden nach der Signifikanztabelle für Dreieckstests nach Meilgaard et al. (2007) ausgewertet (siehe Tab. 18 im Anhang). Wurde ein Unterschied in dem Dreieckstest festgestellt, ist die Profilprüfung ausgewertet worden, um zu prüfen welche Attribute zu der

Unterscheidung der Proben geführt haben, bzw. ob ein signifikanter Unterschied bei einzelnen Attributen bestätigt werden konnte.

Profilprüfung

Die Profilprüfung ist eine einfach beschreibende Prüfung. Für jedes der verschiedenen Produkte wurde eine Liste von Attributen festgelegt, die mit einer Intensität von 0 (nicht erkennbar) bis 3 (stark erkennbar) bewertet werden sollten. Geprüft wurde das Aussehen, der Geruch, der Geschmack und die Konsistenz der Proben (Beispiel Prüfbogen siehe Abb. 18 im Anhang).

Die frische Probe wurde zuerst und anschließend die gelagerte Probe verkostet. Bei der Schl1 und Schl2 fand zur dritten Untersuchung ein Herstellerwechsel des frischen Produktes statt. Die Auswertung der Ergebnisse erfolgte mittels Spinnwebdiagramm. Ob Unterschiede in der Beurteilung der einzelnen Attribute auch dazu geführt haben, dass die Proben signifikant voneinander unterschieden werden konnten, ist mittels Dreieckstest überprüft worden. Zusätzlich wurde untersucht, ob sich signifikante Unterschiede für einzelne Attribute im Verlauf der Lagerung ergeben haben.

3.2.6 Statistische Auswertung

Die statistische Auswertung wurde mit der Software SigmaPlot 13.0 (Systat Software Inc., San Jose, CA) durchgeführt. Um zu ermitteln, ob signifikante Unterschiede zwischen den Prüfergebnissen im Verlauf der Lagerung aufgetreten sind, wurde eine einfaktorielle Varianzanalyse (ANOVA) und als Post-hoc-Test der Tukey Test mit $p < 0,05$ durchgeführt. Wenn keine Normalverteilung oder Varianzhomogenität angenommen werden konnte, wurde die Kruskal-Wallis einfaktorielle ANOVA nach Rangsummen durchgeführt. Die Voraussetzungen für die ANOVA wurden mit dem Shapiro-Wilk Test auf Normalverteilung und dem Brown-Forsythe Test auf Varianzhomogenität getestet. Soweit nicht anders beschrieben, wurde auf einem Signifikanzniveau von $p < 0,05$ getestet.

Die Testhypothesen für die ANOVA lauteten hierbei:

H_0 : Es besteht kein signifikanter Unterschied zwischen den Prüfergebnissen im Verlauf der Lagerung.

H_1 : Es besteht ein signifikanter Unterschied zwischen mindestens zwei Testtagen im Verlauf der Lagerung.

Bei der Untersuchung auf sensorische Veränderungen wurde bei dem Dreieckstest das Signifikanzniveau anhand der Anzahl der Prüfpersonen und Anzahl der richtigen Antworten aus der Tab. 18 direkt bestimmt. Bei der Profilprüfung wurde mit einem zweiseitigen t-Test das Ergebnis des Standards gegen das der Probe für jedes Attribut getestet. Weiterhin wurden die Ergebnisse der drei gelagerten Proben untereinander für jedes Attribut mit einer ANOVA getestet.

4 Ergebnisse

4.1 Veränderungen mikrobiologischer Parameter

Die untenstehende Abb. 4 zeigt die berechneten mittleren Keimzahlen von *Lactococcus* (kurz *Lc.*) *lactis ssp. cremoris* und *lactis* in log KbE/g auf M17 Agar.

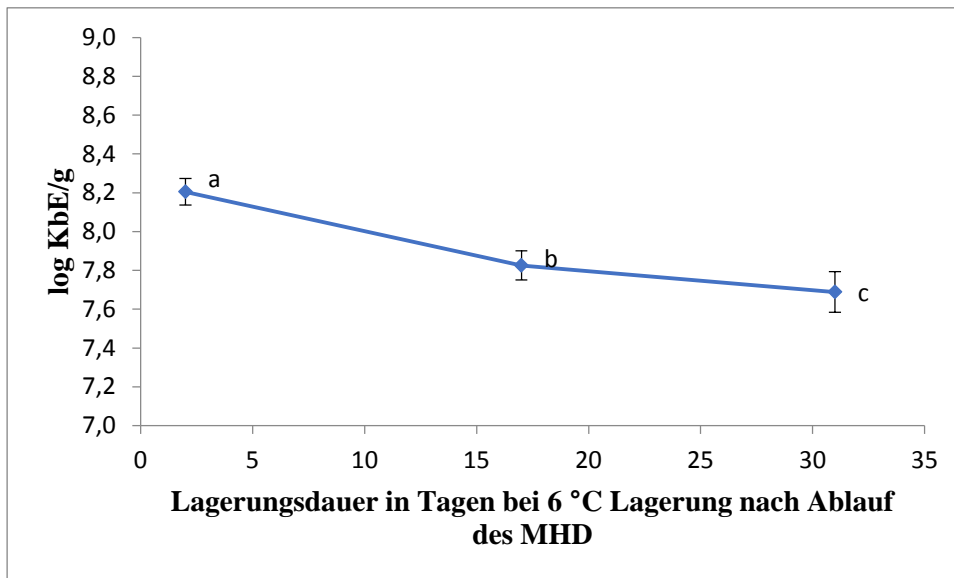


Abb. 4: Wachstum von *Lc. lactis ssp. cremoris* und *lactis* in Sahnequark zum MHD, nach 2 und 4 Wochen nach Ablauf des MHD.

Die Keimzahl nimmt von log 8,2 KbE/g an dem MHD auf log 7,69 KbE/g zum 2-fachen MHD ab.

Wie die nachfolgende Tab. 7 zeigt, sind keine Enterobacteriaceae, Enterokokken oder Pseudomonaden im Sahnequark identifiziert worden.

Tab. 7: Ergebnisse der Untersuchung auf bakterielle Kontaminanten im Sahnequark .

Lagerung nach MHD in Wochen	VRBD	KAA [KbE/g]	CFCD	YGC
0	<100	<100	<100	<100
2	<100	<100	<100	150*
4	<100	<100	<100	<100

*eine von 5 Proben mit 150 KbE/ml Schimmel/Hefen, sichtbarer Befall an der Oberfläche

In einer Probe wurde 2 Wochen nach MHD an der Oberfläche ein Bewuchs von Schimmel und/oder Hefen, wie in Abb. 5 zu sehen, festgestellt. Bei der Beprobung 2 Wochen nach MHD ergibt sich die Keimzahl von 150 KbE/g auf YGC Agar.



Abb. 5: Befall von Schimmel/Hefen auf der Oberfläche zweier SQ-Proben 17 Tage nach MHD.

Die erhitzten Milchprodukte wurden auf generelles Bakterienwachstum mit einem BHI Agar untersucht. Bei keiner der Proben kann ein Wachstum von > 10 KbE/ml festgestellt werden.

4.2 Physikalische Veränderungen

pH-Wert

In der nachfolgenden Tab. 8 sind die gemessenen pH-Werte der Milchprodukte im Verlauf der Lagerung aufgelistet.

Tab. 8: Durchschnittliche pH-Werte der Proben im Verlauf der Lagerung.

Probe	MHD	1,5 MHD [pH]	2 MHD
SQ	4,60 ^a	4,56 ^{ab}	4,53 ^b
H-Milch	6,65 ^a	6,59 ^b	6,60 ^{ab}
Schl1	6,54 ^a	6,46 ^b	6,50 ^{ab}
Schl2	6,64 ^a	6,49 ^b	6,59 ^{ab}
Schl3	6,57 ^a	6,53 ^{ab}	6,52 ^b
KaSa12	6,66 ^a	6,62 ^b	6,57 ^c
KaSa10	6,56 ^a	6,47 ^b	6,43 ^c
KondM	6,16 ^a	6,16 ^a	6,14 ^a

^{a-c} verschiedene Exponenten zeigen signifikante Unterschiede der pH-Werte im Verlauf der Lagerung an.

Der pH-Wert des Sahnequarks liegt mit ca. 4,50-4,60 durch die Säuerung der Milchsäurebakterien deutlich unter den pH-Werten der anderen Milchprodukte.

Für alle untersuchten Produkte bis auf die KondM können signifikante Unterschiede der pH-Werte im Verlauf der Lagerung gemessen werden. Bei der KaSa12 und der KaSa10 sinken die pH-Werte in allen drei Messungen signifikant ab. Der pH-Wert der KaSa12 ist um pH 0,1 höher als der der KaSa10. Im Verlauf der Lagerung sinkt der pH-Wert der KaSa12 durchschnittlich um pH 0,09 und der pH-Wert der KaSa10 um pH 0,13. Bei dem SQ und Schl3 nimmt der pH-Wert zum MHD im Vergleich zum doppelten MHD signifikant ab. Bei Schl1, Schl2 und der H-Milch kann ein signifikantes Absinken des pH-Wertes zwischen der Messung zum MHD und nach der 1,5-fachen MHD Dauer beobachtet werden.

Rheologie

In der nachfolgenden Tab. 9 sind die gemessenen Viskositäten bei Scherraten von 10 s⁻¹, 100 s⁻¹ und 1000 s⁻¹ des Sahnequarks zum MHD, 2 Wochen und 4 Wochen nach MHD bei einer Lagerung von 6 °C angegeben.

Tab. 9: Durchschnittliche gemessene Viskosität von SQ bei verschiedenen Scherraten im Verlauf der Lagerung.

Lagerdauer nach MHD in Wochen	Viskosität [Pa s] bei verschiedenen Scherraten		
	10 s ⁻¹	100 s ⁻¹	1000 s ⁻¹
0	3,55 ^a	1,62 ^a	0,23 ^a
2	4,39 ^a	1,71 ^a	0,20 ^a
4	5,32 ^a	1,82 ^a	0,21 ^a

^{a-c} verschiedene Exponenten zeigen signifikante Unterschiede im Verlauf der Lagerung an.

Der Sahnequark zeigt während der rheologischen Untersuchung ein scherverdünnendes Verhalten. Die Viskosität nimmt mit zunehmender Scherrate ab. Für die verschiedenen Scherraten können im Verlauf der Lagerung keine signifikanten Unterschiede aufgezeigt werden.

Die nachfolgende Tab. 10 zeigt eine Übersicht über die Ergebnisse der verschiedenen Proben im Verlauf der Lagerung nach der Modellierung nach Herschel/Bulkley.

Tab. 10: Durchschnittliche Ergebnisse für die Fließgrenze (τ_0), den Fließkoeffizienten (b) und den Fließindex (n) nach der Modellierung nach Herschel/Bulkley im Verlauf der Lagerung.

Probe	Lagerdauer	τ_0 [Pa]	b [Pa s ⁿ]	n
H-Milch	1	0,008	0,002	1,02
	1,5	0,007	0,003	0,97
	2	0,005	0,003	0,98
Schl1	1	0,062	0,054 ^a	0,85
	1,5	0,203	0,025 ^b	1,05
	2	0,153	0,026 ^{bc}	1,0
Schl2	1	0,475	0,059 ^a	1,07
	1,5	0,097	0,047 ^{ab}	0,87
	2	0,238	0,012 ^{ac}	1,26
Schl3	1	0,342 ^a	0,032	0,94
	1,5	0,072 ^b	0,029	0,92
	2	0,233 ^{ac}	0,015	1,07
KaSa12	1	0,006	0,014 ^a	0,91 ^a
	1,5	0,021	0,021 ^{ab}	0,88 ^{ab}
	2	0,023	0,020 ^b	0,87 ^b
KaSa10	1	0,009	0,004	0,97 ^a
	1,5	0,015	0,015	0,91 ^b
	2	0,009	0,003	0,98 ^{ab}
KondM	1	0,023	0,052	0,82
	1,5	0,035	0,050	0,82
	2	0,021	0,055	0,81

^{a-c} verschiedene Exponenten zeigen signifikante Unterschiede im Verlauf der Lagerung an.

Bei den Messungen der Proben wurde durchgängig ein hohes Bestimmtheitsmaß erreicht, was die gute Eignung des Modells bestätigt.

Für alle Produkte kann eine Fließgrenze (τ_0) gemessen werden. Die geringste Fließgrenze weist im Mittel die H-Milch mit 0,008 Pa am MHD und 0,005 Pa zum Ende der Lagerung auf. In der fünffachen Bestimmung konnten am 1,5-fachen MHD für drei und am doppelten MHD für zwei Proben keine Fließgrenze gemessen werden. Die Fließgrenze am 1,5-fachen MHD ist bei der Schl3 signifikant niedriger als zu den beiden weiteren Untersuchungszeitpunkten.

Die KondM zeigt die niedrigsten Werte für den Fließindex n mit 0,81-0,82 und damit ein scherverdünnendes Verhalten. Die KaSa10 zeigt eine signifikante Abnahme des Fließindex n

zum MHD im Vergleich zu dem Wert zum 1,5-fachen MHD. Beide Kaffeesahneproben zeigen mit $n < 1$ ein scherverdünnendes Verhalten.

Die Viskosität der KondM liegt bei etwa $0,05 \text{ Pa s}^n$. Statistisch signifikante Veränderungen können für diese Probe nicht beobachtet werden. Die Viskosität der H-Milch beträgt $0,002\text{--}0,003 \text{ Pa s}^n$ und weist damit die geringste Viskosität im Vergleich zu den weiteren Proben auf. Die Probe weist keine signifikanten Veränderungen im Verlauf der Lagerung auf.

Bei der Schl1 nimmt die Viskosität vom MHD zum 1,5-fachen MHD signifikant ab. Bei der Schl2 ist eine signifikante Viskositätserniedrigung zwischen dem 1,5-fachen und dem doppelten MHD zu messen. Bei Schl3 ist ebenfalls eine Abnahme der Viskosität zu beobachten, welche nicht signifikant ist.

Bei der KaSa12 nimmt die Viskosität von der Probe am MHD zu der Probe am 2-fachen MHD signifikant zu und der Fließindex n von 0,91 auf 0,87 ab.

Farbmessung

In der nachfolgenden Tab. 11 sind die Farbabstände zu einem Weißstandard angegeben als ΔE^* im Verlauf der Lagerung aufgeführt.

Tab. 11: Mittlere Farbabstände der Proben zu einem Weißstandard im Verlauf der Lagerung als ΔE^* .

Probe	Lagerdauer nach MHD		
	1	1,5 ΔE^*	2
SQ	19,49 ^a	18,93 ^b	19,33 ^c
H-Milch	21,85 ^a	19,28 ^b	19,08 ^{bc}
Schl1	21,41 ^a	21,61 ^{ab}	23,30 ^c
Schl2	22,00 ^a	23,80 ^a	21,61 ^a
Schl3	24,71 ^a	23,49 ^{ab}	20,96 ^b
KaSa12	18,36 ^a	18,41 ^{ab}	18,13 ^{ac}
KaSa10	21,92 ^a	20,40 ^b	21,03 ^{ab}
KondM	44,14 ^a	29,95 ^b	30,56 ^{ab}

^{a-c} verschiedene Exponenten zeigen signifikante Unterschiede im Verlauf der Lagerung an.

Die ΔE^* -Werte des SQ unterscheiden sich in allen drei Messungen signifikant voneinander. Der ΔE^* -Wert verringert sich von der Messung zum MHD zur Messung am 1,5-fachen MHD und nimmt bei der dritten Messung wieder zu. Die Farbunterschiede sind als sehr gering einzustufen (siehe Tab. 5).

Die drei Sahneprouben zeigten unterschiedliche Verläufe während der Lagerung. Bei der Schl2 unterscheiden sich keine der drei Messungen signifikant voneinander. Bei der Schl1 nimmt der ΔE^* -Wert von der ersten im Vergleich zur dritten Messung signifikant um etwa 2 Einheiten auf $\Delta E^* 23,30$ zu. Die Schl3 zeigt einen gegensätzlichen Verlauf und verringert den Farbabstand von $\Delta E^* 24,71$ auf $\Delta E^* 20,96$ am Ende der Lagerdauer. Sie zeigt auch im

Vergleich zu den beiden Milsani Proben einen größeren Farbabstand zum Weißstandard zu Beginn der Messung am MHD.

Die KaSa12 zeigt insgesamt die geringsten Schwankungen von maximal ΔE^* 0,28 zwischen dem 1,5-fachen MHD und dem doppelten MHD. Die Farbveränderung ist damit als sehr gering einzustufen. Die Probe weist auch den geringsten Farbabstand zu dem Weißstandard mit ΔE^* 18,36 bei der Messung am MHD auf. Die KaSa10 zeigt eine signifikante Verringerung des Farbabstandes vom MHD zum 1,5-fachen MHD, die als gering einzustufen ist.

Der größte Farbabstand ΔE^* kann bei der KondM beobachtet werden. Hier fällt bereits bei der Beobachtung mit dem bloßen Auge eine deutlich bräunliche Färbung auf. Auch im Vergleich zu einem frischen Produkt weist die gelagerte Probe eine deutlich intensivere Braunfärbung, wie in Abb. 6 zu sehen, auf. Im Vergleich zur ersten Messung verringert sich der ΔE^* -Wert in der zweiten Messung zum 1,5-fachen MHD um etwa 14 auf 29,95. Am doppelten MHD weist die Probe mit 30,56 einen ΔE^* -Wert nahe an der vorherigen Messung auf, unterscheidet sich aber nicht signifikant von der ersten Messung.



Abb. 6: Links gelagerte Kondensmilch 30 Wochen nach MHD, rechts frisches Produkt innerhalb des MHDs.

PartikelgrößenanalytikLaserbeugung

Wie in Tab. 12 abzulesen ist können signifikante Unterschiede in der Partikelgröße bei der Schl1, Schl2, KaSa12 und der KondM beobachtet werden.

Tab. 12: Mittlere D(4,3)-Werte der Proben im Verlauf der Lagerung am Laserbeugungsgerät.

Probe	Lagerdauer nach MHD		
	1	1,5	2
	Mittelwerte D(4,3) in $\mu\text{m} \pm \text{STABW}$		
H-Milch	$0,48 \pm 0,01^a$	$0,47 \pm 0,01^a$	$0,49 \pm 0,02^a$
Schl1	$4,38 \pm 0,26^a$	$4,69 \pm 0,62^{ab}$	$5,53 \pm 0,14^b$
Schl2	$5,09 \pm 0,19^a$	$4,45 \pm 0,24^b$	$5,03 \pm 0,17^{ac}$
Schl3	$3,21 \pm 0,15^a$	$3,08 \pm 0,20^a$	$3,10 \pm 0,21^a$
KaSa12	$1,31 \pm 0,03^a$	$1,52 \pm 0,17^b$	$1,36 \pm 0,04^{ab}$
KaSa10	$0,40 \pm 0,02^a$	$0,38 \pm 0,01^a$	$0,39 \pm 0,02^a$
KondM	$4,30 \pm 0,31^a$	$4,68 \pm 0,18^{ab}$	$5,45 \pm 0,28^c$

^{a-c} verschiedene Exponenten zeigen signifikante Unterschiede im Verlauf der Lagerung an.

Bei der Schl1 nimmt die Partikelgröße von der ersten bis zur dritten Messung kontinuierlich zu. Im Gegensatz dazu ist bei der Schl2 nach der 1,5-fachen MHD Dauer ein Abfall zu beobachten, welcher in der dritten Messung zum doppelten MHD wieder auf den Ausgangswert von $5 \mu\text{m}$ ansteigt. Eine Zunahme der Partikelgröße kann bei der KaSa12 von der ersten zur zweiten Messung beobachtet werden, welche sich aber nicht bei der doppelten Lagerdauer nach MHD bestätigen lässt. Die Partikelgröße der KondM nimmt von $4,30 \pm 0,31 \mu\text{m}$ auf $5,45 \pm 0,28 \mu\text{m}$ zu. Bei der Schl3 und der KaSa10 können keine signifikanten Unterschiede festgestellt werden. Bei der H-Milch kann weder eine Zu- noch eine Abnahme der Partikelgröße beobachtet werden. Die Mittelwerte der Partikelgrößen zu den einzelnen Zeitpunkten bleiben bei $0,47\text{-}0,49 \pm 0,01 \mu\text{m}$.

Dynamische Lichtstreuung

Für die drei Chargen Schlagsahne und die Kondensmilch können keine qualitativ hochwertigen Messergebnisse erzielt werden.

In der nachfolgenden Tab. 13 sind die Z-Durchschnittswerte \pm STABW für die H-Milch, die KaSa10 und die KaSa13 aufgezeigt.

Tab. 13: Z-Durchschnittswerte der H-Milch, KaSa12, KaSa10.

Probe	Lagerdauer nach MHD		
	1	1,5	2
	Z-Durchschnittswert \pm STABW [μm]		
H-Milch		$0,28 \pm 0,01$	$0,29 \pm 0,02$
KaSa12		$1,17 \pm 0,13$	$0,89 \pm 0,06$
KaSa10	$0,42 \pm 0,05$	$0,42 \pm 0,03$	$0,39 \pm 0,03$

Bei der KaSa12 nimmt die Partikelgröße von $1,17 \mu\text{m}$ zum 1,5-fachen MHD auf $0,89 \mu\text{m}$ am 2-fachen MHD ab. Konstante Messergebnisse innerhalb der Standardabweichung zeigen sich bei der H-Milch und der KaSa10. Im Vergleich zu den ermittelten Partikelgrößen der KaSa10 aus der Laserbeugung fällt auf, dass die durch dynamische Lichtstreuung ermittelten Werte mit $0,28$ beziehungsweise $0,29 \mu\text{m}$ deutlich niedriger ausfallen.

Für die KaSa12 ergibt sich ebenfalls eine Abweichung mit etwa $1,52 \mu\text{m}$ mit Laserbeugung zum 1,5-fachen MHD im Vergleich zu $1,17 \mu\text{m}$ durch dynamische Lichtstreuung gemessen beziehungsweise $1,36 \mu\text{m}$ im Vergleich zu $0,89 \mu\text{m}$ am doppelten MHD.

Für die KaSa10 werden näher beieinander liegende Ergebnisse mit $0,40 \mu\text{m}$ zu $0,42 \mu\text{m}$ und $0,39 \mu\text{m}$ zu $0,42 \mu\text{m}$ erzielt.

4.3 Veränderungen produktspezifischer Qualitätseigenschaften

Festigkeitsprüfung des Quarkes

In der nachfolgenden Tab. 14 sind die berechneten Mittelwerte der Festigkeit in mN mit der dazugehörigen Standardabweichung des Sahnequarks 0, 2 und 4 Wochen nach Ablauf des MHDs angegeben. Zwischen den Festigkeiten können für alle drei Messtage signifikante Unterschiede gemessen werden. 2 Wochen nach überschreiten des MHDs nimmt die Festigkeit um 100 mN ab und steigt bis 4 Wochen nach MHD wieder auf einen Mittelwert von 393 mN an. Insgesamt ist demnach ein Anstieg der Festigkeit zu beobachten.

Tab. 14: Mittelwerte \pm STABW der Festigkeitsprüfung nach Ablauf des MHD.

Lagerdauer nach MHD in Wochen	Mittelwerte Festigkeit [mN]
0	358 ± 15^a
2	258 ± 22^b
4	393 ± 15^c

^{a-c} verschiedene Exponenten zeigen signifikante Unterschiede der Festigkeit im Verlauf der Lagerung an

Aufschlageigenschaften der Schlagsahne

Bei allen drei getesteten Schlagsahneproben geht die Aufschlagzeit 5 Wochen nach MHD zurück und steigt bis 13 Wochen nach MHD, wie der unten stehenden Abb. 7 zu entnehmen, an. Die Schl3 zeigt in ihrem Aufschlagverhalten einen deutlichen Unterschied zu den Schl1 und Schl2 Proben von Milsani. Schl3 weist bei der ersten Messung am MHD mit durchschnittlich 134,5 s eine um 26 beziehungsweise 32 s längere Aufschlagzeit als die anderen beiden Proben auf.

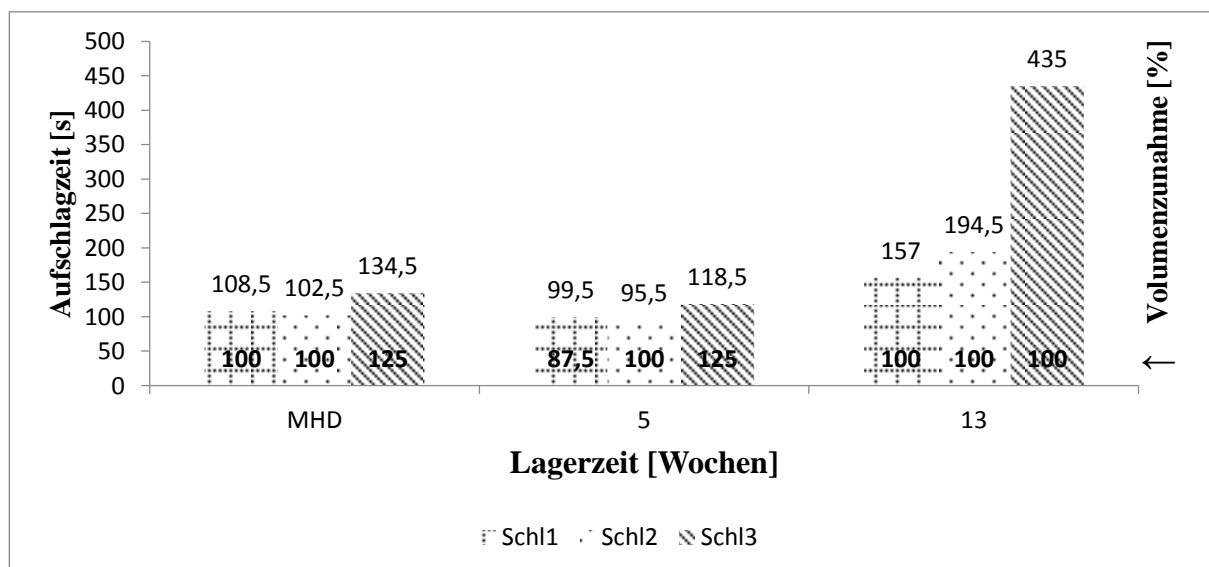


Abb. 7: Mittlere Aufschlagzeit und Volumenzunahme der drei Schlagsahneproben nach unterschiedlicher Lagerdauer.

13 Wochen nach MHD benötigten die beiden Proben der Schl3 in der Doppelbestimmung eine deutlich Differenz der Aufschlagzeiten von 275 und 595 s. Daraus ergibt sich der im

Vergleich zu den anderen beiden Proben ein um durchschnittlich 259,25 s höherer Mittelwert der Aufschlagzeit.

Bei der Volumenzunahme zeigt die Schl2 ein konstantes Verhalten von durchschnittlich 100 % Zunahme. Die Schl1 zeigt 5 Wochen nach MHD eine geringere Volumenzunahme von 87,5 % im Vergleich zu den beiden anderen Untersuchungen. Die Schl2 erzielt am MHD und 5 Wochen nach MHD die höchste Volumenzunahme mit 125 %. Alle drei Schlagsahneproben erfüllen die DLG Bestimmungen für eine qualitativ hochwertige Schlagsahne, nach der die Volumenzunahme mindestens 80 % betragen muss.

Die Tab. 15 zeigt die Ergebnisse der Festigkeitsprüfung angegeben als Eindringzeit in Sekunden und die Abtropfverluste in ml nach einer Standzeit von zwei Stunden.

Tab. 15: Mittlere Eindringzeiten und Abtropfverluste der Sahnepfung nach unterschiedlicher Lagerdauer.

Probe	Lagerzeit	Eindringzeit [s]	Abtropfverlust [ml]
Schl1	1	> 10 s	0
	1,5	> 10 s	1,0
	2	> 10 s	3,0
Schl2	1	> 10s	< 1,0
	1,5	>10 s	< 1,0
	2	> 10 s/ 3 s	2,8
Schl3	1	> 10 s/ 7 s	2,6
	1,5	> 10 s	4,0
	2	>10 s/ 9 s	7,8

Die Schl1 erreicht bei allen drei Festigkeitsprüfungen mit einer Eindringzeit > 10 s fünf Punkte nach den DLG Prüfbestimmungen. Bei der Schl2 kann bei der dritten Messung 13 Wochen nach MHD ein Eindringzeit von > 10 s in der Doppelbestimmung nicht bestätigt werden. Bei der Schl3 kann am ersten und dritten Untersuchungstermin der Zielwert von einer Eindringzeit > 10 s in der Doppelbestimmung ebenfalls nicht bestätigt werden. Laut den DLG Bestimmungen ergeben sich für die Festigkeit bei der Schl3 daraus ein Punkt und für die Schl3 am ersten Termin vier Punkte und am dritten Termin drei Punkte.

Von den drei Proben zeigt die Schl3 die höchsten Abtropfverluste im Vergleich der einzelnen Lagerzeiten. Die Schl1 und 2 erreichen am MHD und 5 Wochen nach MHD fünf Punkte nach der DLG. Die Schl3 erzielt bereits am MHD drei Punkte mit einem Abtropfverlust von 2,6 ml, welche die Schl1 und 2 am Ende der Lagerdauer erreichen. Die höchsten Abtropfverluste zeigt die Schl3 am Ende der Lagerdauer mit 7,8 ml und einer Bewertung mit einem DLG Punkt.

Entmischung und Fettbestimmung der Schlagsahne

In der Abb. 8 sind die Serumschichten in der unteren Packungshälfte der drei Schlagsahneproben im Verlauf der Lagerung zu sehen.

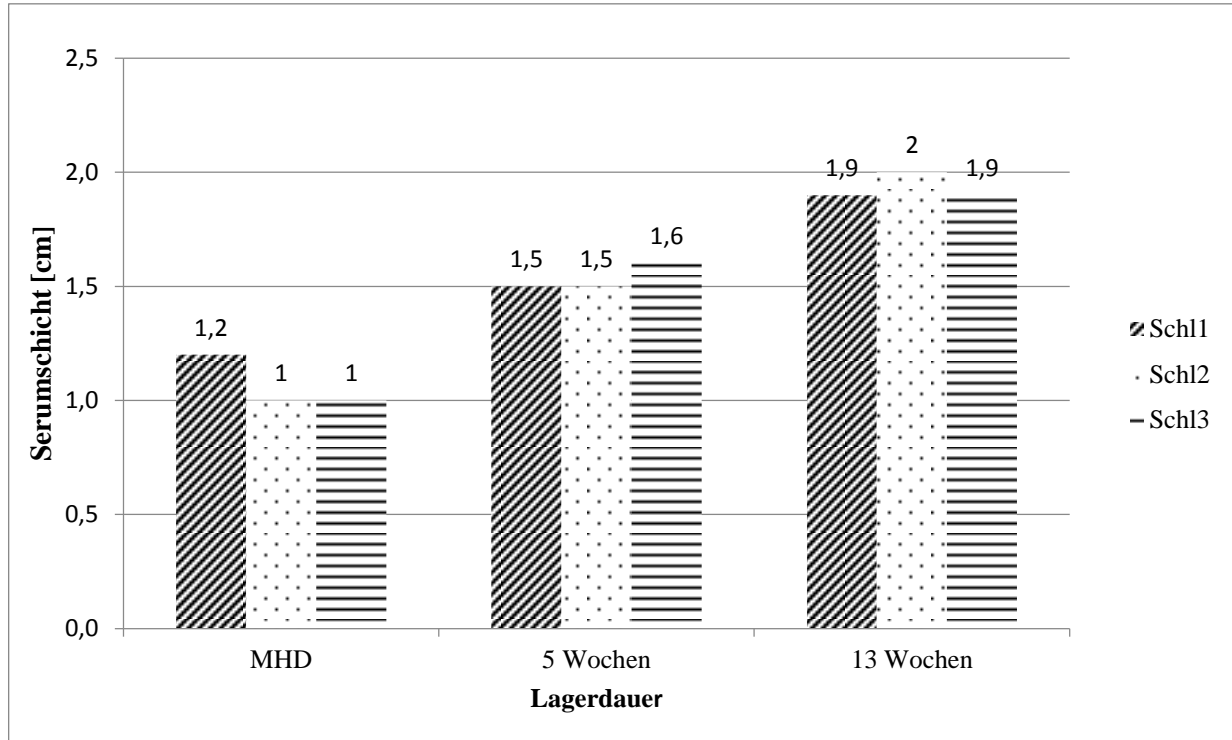


Abb. 8: Serumschichten der drei Schlagsahnechargen nach unterschiedlicher Lagerdauer.

Bei allen Sahneproben kann am MHD eine Serumschicht gemessen werden. Diese steigt bei allen Proben bis zu einer Lagerdauer von 13 Wochen ab MHD auf maximal 2 cm bei der Schl2 und 1,9 cm bei der Schl1 und Schl3 an. Dabei sind keine starken Abweichungen in den Ergebnissen der drei Proben zu beobachten. Die maximale Abweichung zu den anderen beiden Proben zeigt die Schl1 mit 0,2 cm am MHD.

In der nachfolgenden Abb. 9 ist die Zunahme der Serumschicht der Schl1 im Verlauf der Lagerung zu beobachten. Bei einer frisch gekauften Probe des gleichen Produktes kann im Vergleich dazu keine Serumschicht beobachtet werden.

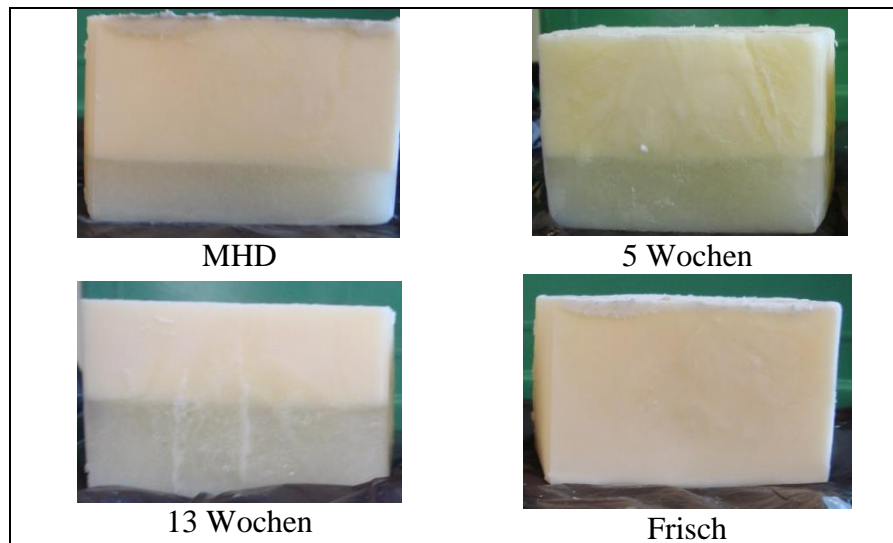


Abb. 9: Untere Hälften der Schl1 mit sichtbarer Serumschicht im Verlauf der Lagerung im Vergleich zu einer frischen Milsani H-Schlagsahne.

In der nachfolgenden Abb. 10 sind die prozentualen mittleren Fettgehalte der Doppelbestimmung in der oberen und unteren Packungshälfte der Sahneprobe aufgeführt.

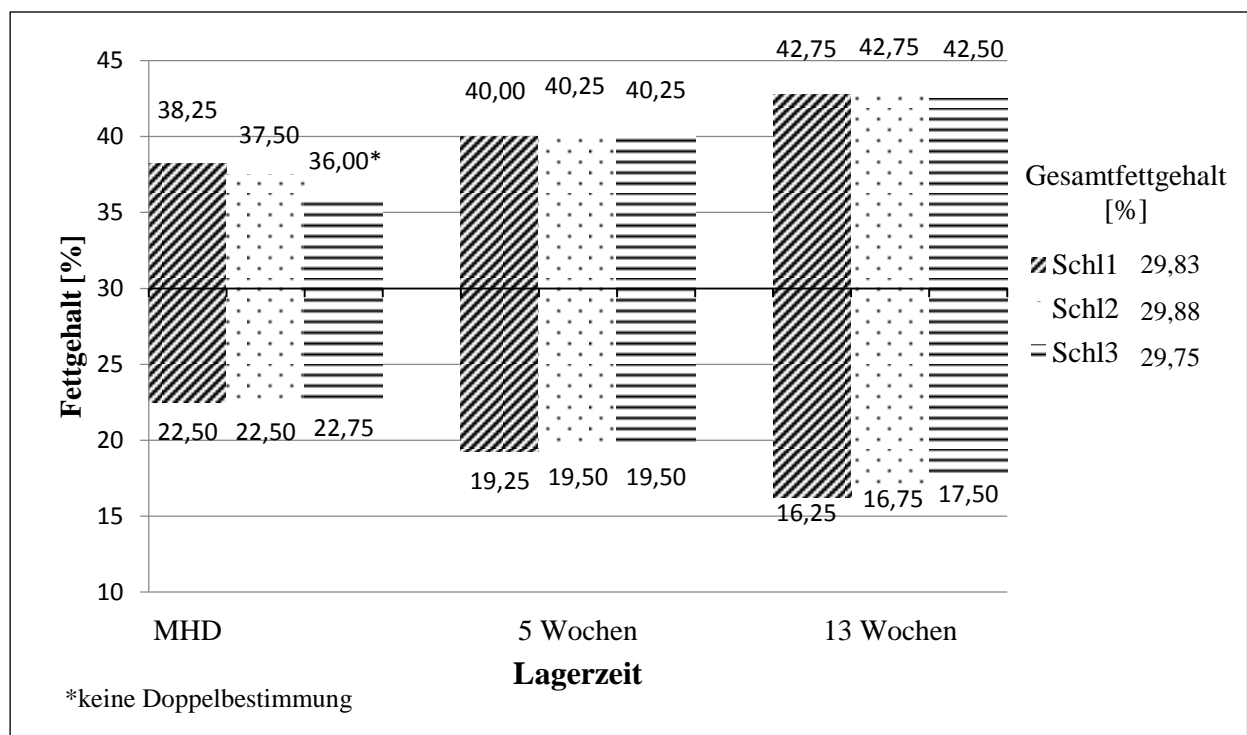


Abb. 10: Mittlere Fettgehalte in der oberen und unteren Packungshälfte der Sahneprobe nach unbewegter Lagerung bei 20 °C.

Die rechnerisch aus den Fettgehalten der oberen und der unteren Probenhälfte ermittelten Gesamtfettgehalten liegen knapp unter 30 %.

In der oberen Hälfte aller Proben ist ein kontinuierlicher Anstieg des Fettgehaltes zu beobachten während dieser in der unteren Hälfte absinkt. Die höchsten Fettgehalte in der oberen Packungshälfte erzielen die Schl1 und 2 mit 42,75 % 13 Wochen nach MHD. Die Schl3 liegt mit einem Fettgehalt von 42,50 % um 0,25 % darunter.

Kaffeestabilität der Kaffeesahne und Kondensmilch

Wie in der nachfolgenden Tab.16 zu sehen, kann bei allen Proben beobachtet werden, dass die Kaffeestabilität mit zunehmender Lagerzeit abnimmt. Am jeweiligen MHD der Proben sind Unterschiede in der Kaffeestabilität gemessen worden.

Tab. 16: Einstufung der Gerinnung im Kaffeestabilitätstest nach 1 min Standzeit.

Probe	Lagerungsdauer MHD	pH- Wert Kaffee	Flockungsgrad 1-5							
			Kaffeetemperatur [°C]							
			67,5	70,0	72,5	75,0	77,5	80,0	82,5	85,0 87,5
KaSa12	1	4,95			0	2	3	5	5	
	1,5	4,95	0	1	3	4	5	5		
	2	4,91	3	4	5					
KondM	1	4,92								0
	1,5	4,92							0	2
	2	4,85				0	1	1	2	3
KaSa10	1	4,88							0	1
	1,5	4,88							0	4
	2	4,88							0-1	4

Die KondM und die KaSa10 zeigen am MHD eine Kaffeestabilität bis einschließlich 87,55 °C. Bei der KaSa12 tritt bei 77,5 °C eine deutliche Gerinnung auf. Diese verschiebt sich nach dem 1,5-fachen MHD auf 72,5 °C und tritt am Ende der Lagerung bei der niedrigsten untersuchten Temperatur von 67,5 °C auf. Bei der KondM findet am Ende der Lagerzeit eine feine Gerinnung bei einer Temperatur von 82,5 °C statt. Die Kaffeestabilität der Probe liegt bei 80,0 °C. Die KaSa10 zeigt die höchste Kaffeestabilität. Bei dieser Probe tritt am Ende der Lagerzeit eine Gerinnung bei der höchsten Temperatur von 87,5 °C auf. Die Kaffeestabilität der Probe liegt bei 85,0 °C.

4.4 Sensorische Veränderungen

Sichtbare Veränderungen in der Verpackung

Bei dem Abgießen der H-Milch ist bei allen drei Untersuchung aufgerahmtes Fett durch Fettschlieren sichtbar. Eine Serumschicht am Boden ist ab dem 1,5-fachen MHD sichtbar. Bei der KondM ist an allen drei Zeitpunkten ein brauner Bodensatz, wie in Abb. 11 zu sehen, welcher nach optischer Beurteilung im Verlauf der Lagerung zugenommen hat. Bei dem Öffnen der Schlagsahneverpackungen ist bei den drei Schlagsahnechargen aufgerahmtes Fett sichtbar gewesen. Im Verlauf der Lagerung hat die Fettschicht der optischen Beurteilung nach zugenommen. Am Ende der Lagerdauer hat sich bei allen drei Schlagsahneproben eine dicke Rahmschicht im Kopfraum gebildet, siehe Abb. 11, so dass der Rahm trotz Umschwenken nicht mehr mit der flüssigen Phase vermischt werden konnte und diese dünnflüssiger erschien.

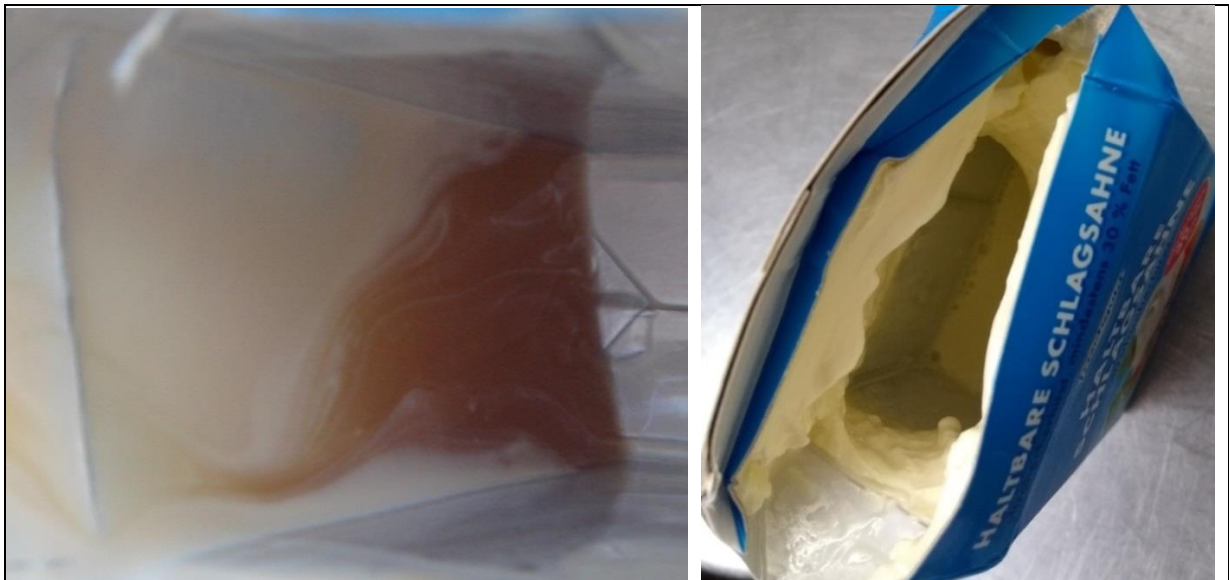


Abb. 11: Links KondM 14 Wochen nach MHD, rechts Schl3 13 Wochen nach MHD.

Bei dem Sahnequark ist Molkenflüssigkeit auf dem Produkt sichtbar gewesen. Eine Bombage ist an keiner Verpackung aufgefallen.

Dreieckstest

Die nachfolgende Tab. 17 gibt eine Übersicht über die Anzahl der Prüfpersonen, deren richtige Antworten und das gegebenenfalls daraus resultierende Signifikanzniveau auf dem die H_0 -Hypothese verworfen werden kann.

Tab. 17: Ergebnisse des Dreieckstest zur Prüfung auf Unterschied.

Probe	Lagerdauer [Wochen]	Prüfpersonen	Anzahl richtige Antworten	Signifikanz- niveau α
SQ	MHD	22	14	0,01
	2	10	6	-
	4	8	6	0,05
H-Milch	MHD	16	5	-
	9	10	3	-
	16	13	7	-
Schl1	MHD	15	1	-
	5	11	2	-
	13	11	8	0,01
Schl2	MHD	12	8	0,05
	5	7	5	0,05
	13	14	10	0,01
Schl3	MHD	14	6	-
	5	12	6	-
	13	12	8	0,05
KaSa12	MHD	25	12	-
	13	11	7	0,05
	26	10	4	-
KaSa10	MHD	11	5	-
	13	10	2	-
	26	10	4	-
KondM	MHD	16	15	0,001
	14	15	14	0,001
	30	12	11	0,001

Für die H-Milch können keine sensorischen Unterschiede im Verlauf der Lagerung im Vergleich zu einer frischen Probe nachgewiesen werden. Dies gilt ebenso für die KaSa10.

Für alle anderen Proben kann an mindestens einem Untersuchungszeitpunkt auf einem Signifikanzniveau von 0,05 oder kleiner die H_0 -Hypothese verworfen werden, das heißt ein Unterschied zwischen der gelagerten und einer frischen Probe nachgewiesen werden. Für die KondM kann an allen drei Untersuchungszeitpunkten die H_0 -Hypothese auf einem Signifikanzniveau von 0,001 abgelehnt werden.

Für die drei Schlagsahneproben kann 13 Wochen nach MHD ein signifikanter Unterschied zwischen der gelagerten und der frischen Probe auf einem Signifikanzniveau von 0,01 für Schl1 und 2 und 0,05 für Schl3 nachgewiesen werden. Bei der Schl2 zeigt sich zusätzlich ein

signifikanter Unterschied von 0,05 zu der frischen Probe am MHD und am 1,5-fachen MHD. Die KaSa12 zeigt 13 Wochen nach MHD einen signifikanten Unterschied zu einer frischen Probe, welcher 26 Wochen nach MHD nicht bestätigt werden kann.

Der SQ zeigt einen hoch signifikanten Unterschied zu einer frischen Probe am MHD und einen signifikanten Unterschied 4 Wochen nach MHD. 2 Wochen nach MHD können keine Unterschiede festgestellt werden. Bei dieser Probe liegt die größte Schwankung in der Anzahl der Prüfpersonen vor. Am MHD nehmen 22 Prüfpersonen an dem Dreieckstest teil. Die Anzahl der Teilnehmer reduziert sich 4 Wochen nach MHD auf acht Prüfpersonen.

Profilprüfung

Bei der Profilprüfung wird überprüft, ob ein im Dreieckstest ermittelter signifikanter Unterschied auf bestimmte Attribute zurückzuführen ist.

Für den SQ ergeben sich im Dreieckstest signifikante Unterschiede für die gelagerte Probe zum MHD und die Probe 4 Wochen nach MHD. In der Profilprüfung kann für diese Proben keine signifikanten Unterschiede zu einem frischen Produkt erkannt werden. Über die Lagerung hinweg zeigt sich, dass die Probe zum MHD signifikant gleichmäßiger wahrgenommen wird als die Probe 4 Wochen nach MHD (Siehe Abb. 19 im Anhang).

Bei der H-Milch und der KaSa10 werden bei allen Dreieckstests keine signifikanten Unterschiede zwischen den frischen und den gelagerten Proben festgestellt. Bei der H-Milch zeigt sich, dass die Probe am doppelten MHD im Vergleich zu der Probe am MHD einen signifikant weniger ausgeprägten Kochgeschmack aufweist (Siehe Abb. 20 im Anhang). Der Unterschied wird im Vergleich zu der jeweiligen frischen Probe als nicht so stark wahrgenommen, dass dies zu einem signifikanten Unterschied geführt hat.

Bei dem Dreieckstest der KaSa12 ergibt sich nur für die Probe 13 Wochen nach MHD ein signifikanter Unterschied zu dem Standard. In der Auswertung der Profilprüfung kann dieser Unterschied bei keinem Attribut im Vergleich zu dem Standard bestätigt werden. Die erste Profilprüfung wurde mit einem eingeschränkten Profil mit weniger Attributen durchgeführt, welches ab der zweiten Profilprüfung ausgeweitet worden ist. Daher ist die erste Prüfung mit den beiden darauffolgenden nur bedingt vergleichbar.

Bei der KondM wird im Dreieckstest für alle drei gelagerten Produkte höchst signifikant ein Unterschied zu dem frischen Standard erkannt. Für die KondM am MHD und 30 Wochen nach MHD kann dieser Unterschied in der Profilprüfung für das Attribut bräunlich bestätigt werden. Die beiden gelagerten Produkte werden als bräunlicher wahrgenommen als der Standard. Für das Produkt nach 14 Wochen Lagerung ergibt sich für kein Attribut ein

signifikanter Unterschied zu dem Standard. In Abb. 12 ist zu sehen, dass der brandig/kochige Geruch bei der KondM zum MHD als signifikant intensiver als zum Ende der Lagerung wahrgenommen wird.

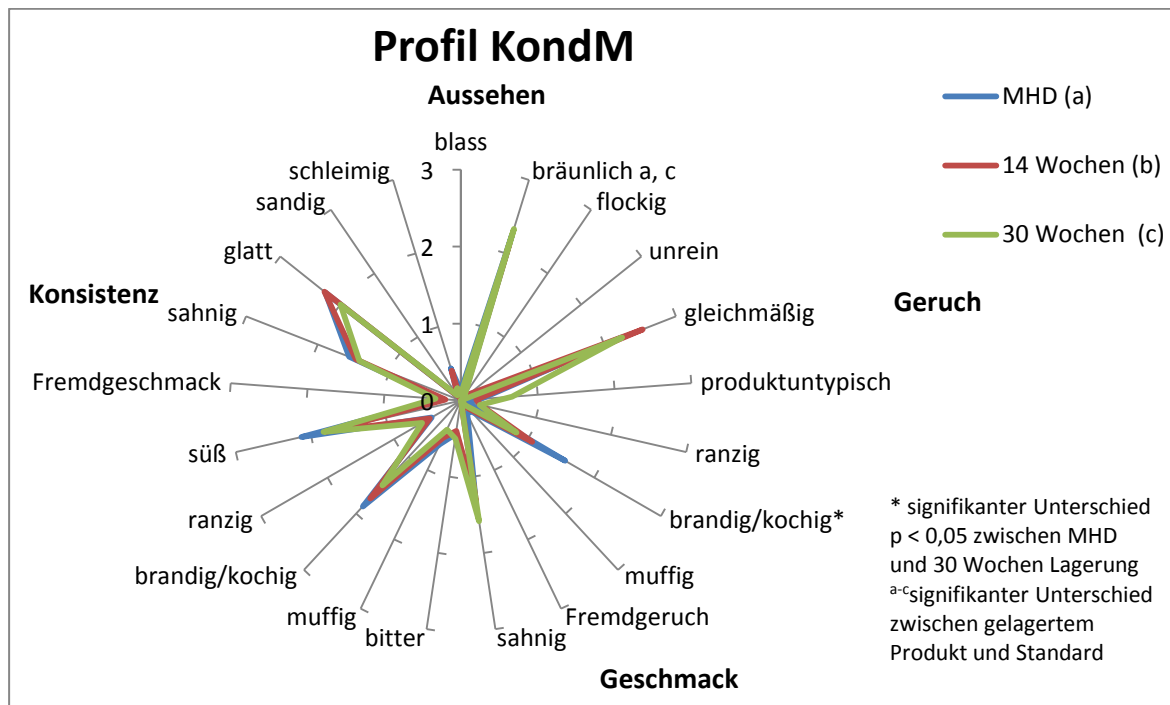


Abb. 12: Ergebnis der Profilprüfung der KondM zum MHD, nach 14 und 30 Wochen Lagerung, dargestellt als mittlere Intensitäten.

In der Abb. 13 ist das Ergebnis der drei Profilprüfungen der gelagerten Schl1 zu sehen. Für keine der Probe kann ein signifikanter Unterschied bei einem Attribut im Vergleich zu einem frischen Standardprodukt festgestellt werden, obwohl bei dem Dreieckstest für das 13 Wochen nach MHD gelagerte Produkt ein Unterschied zu dem Standard erkannt wird. Bei dem Vergleich der drei gelagerten Produkte wird die Schlagsahne 13 Wochen nach MHD im Vergleich zu dem Produkt am MHD als flockiger, unreiner, weniger sahnig und weniger süß empfunden.

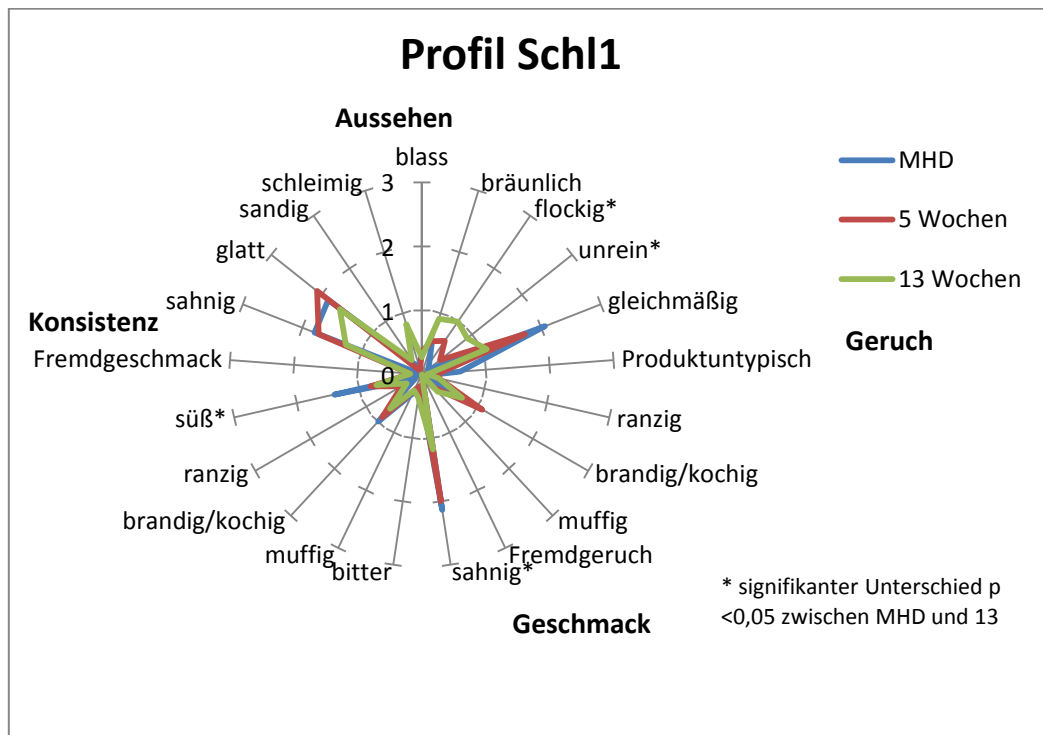


Abb. 13: Ergebnis der Profilprüfung der Schl1 zum MHD, nach 5 Wochen und 13 Wochen Lagerung dargestellt als mittlere Intensitäten.

Bei der Schl2 wird im Dreieckstest für alle drei gelagerten Proben ein signifikanter Unterschied zu den frischen Produkten festgestellt. In der Profilprüfung kann dieser Unterschied nur für die 13 Wochen gelagerte Schlagsahne für das Attribut „flockig“, wie in der nachfolgenden Abb. 14 zu sehen, bestätigt werden. Zusätzlich wird das Produkt 13 Wochen nach MHD als weniger gleichmäßig als 5 Wochen nach MHD empfunden.

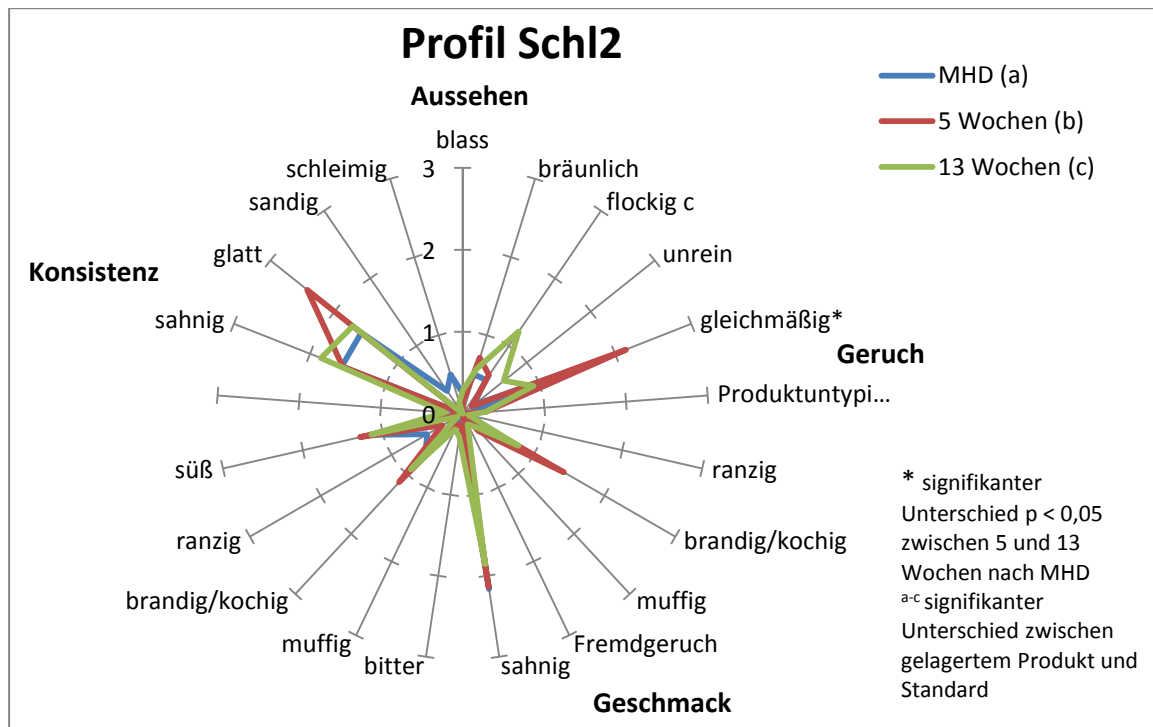


Abb. 14: Ergebnis der Profilprüfung der Schl2 zum MHD, nach 5 Wochen und 13 Wochen Lagerung dargestellt als mittlere Intensitäten.

In dem Dreieckstest der Schl3 wird nur für das 13 Wochen gelagerte Produkt ein signifikanter Unterschied zu der frischen Probe erkannt. In der Abb. 15 ist das Ergebnis der drei Profilprüfungen der gelagerten Schl3 zu sehen. Für die Schl3 wird ein signifikanter Unterschied der 13 Wochen gelagerten Probe zu dem Standard für die Attribute flockig, unrein, gleichmäßig und sahniger Geschmack erkannt. Die gelagerte Probe wird als flockiger, unreiner, weniger gleichmäßig und weniger sahnig im Geschmack empfunden. Die gelagerte Probe am MHD wird ebenfalls als flockiger als der Standard empfunden. Dieser Unterschied hat im Dreieckstest jedoch nicht zu einer signifikanten Unterscheidung des gelagerten Produktes zu einem frischen geführt.

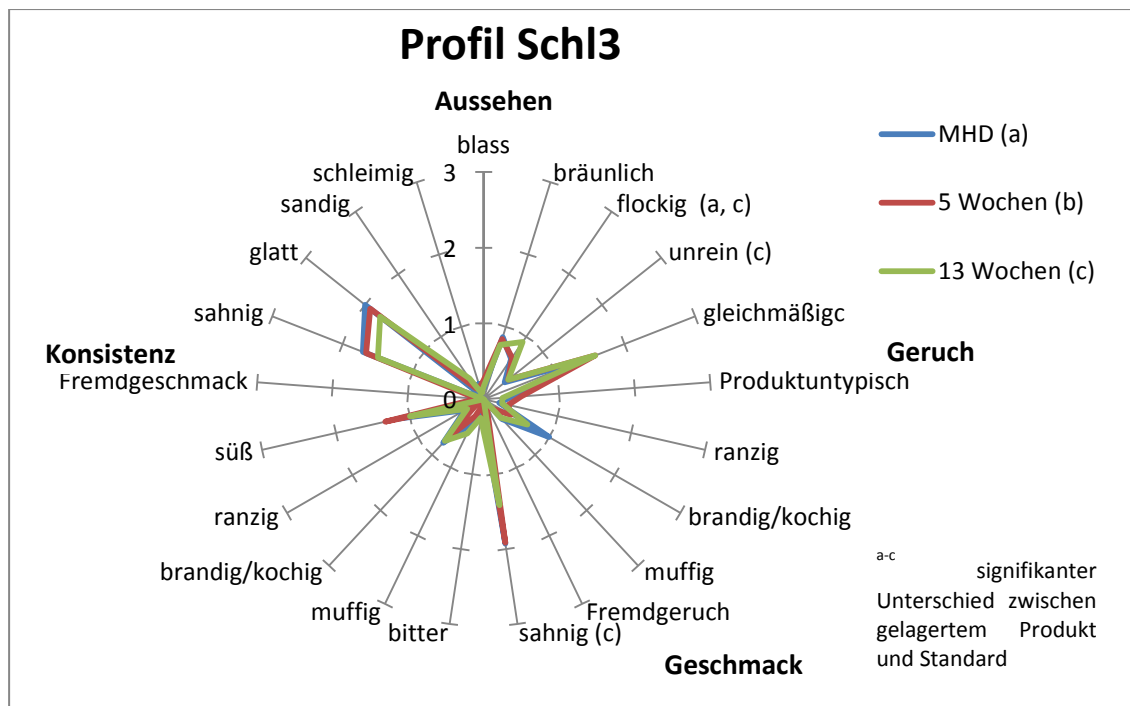


Abb. 15: Ergebnis der Profilprüfung der Schl3 zum MHD, nach 5 Wochen und 13 Wochen Lagerung dargestellt als mittlere Intensitäten.

4.5 Veränderungen des Peptidprofils

Die Fünffachbestimmung einer Schlagsahnprobe zeigt eine gute Wiederholbarkeit (siehe Abb. 23 im Anhang). Daraus wurde auf eine Eignung der verwendeten Methode und eine gut Reproduktionsleistung geschlossen.

Die Ergebnisse der anschließenden Peptidanalytik zeigen keine wesentlichen Veränderungen des Peptidprofils der Schlagsahnproben und der H-Milch im Verlauf der Lagerung. Aufgrund des Zeitpunktes der Messung konnten nicht alle Proben abschließend untersucht werden. Die Chromatogramme der Schl1 (Abb. 24), Schl3 (Abb. 25) und der H-Milch (Abb. 26) sind im Anhang zu finden. Das Peptidprofil der Schl2 ist nachfolgend in Abb. 16 zu sehen. Da keine wesentlichen Veränderungen beobachtet werden können, wird von einer Benennung der Peaks und einer weitergehenden Untersuchung abgesehen.

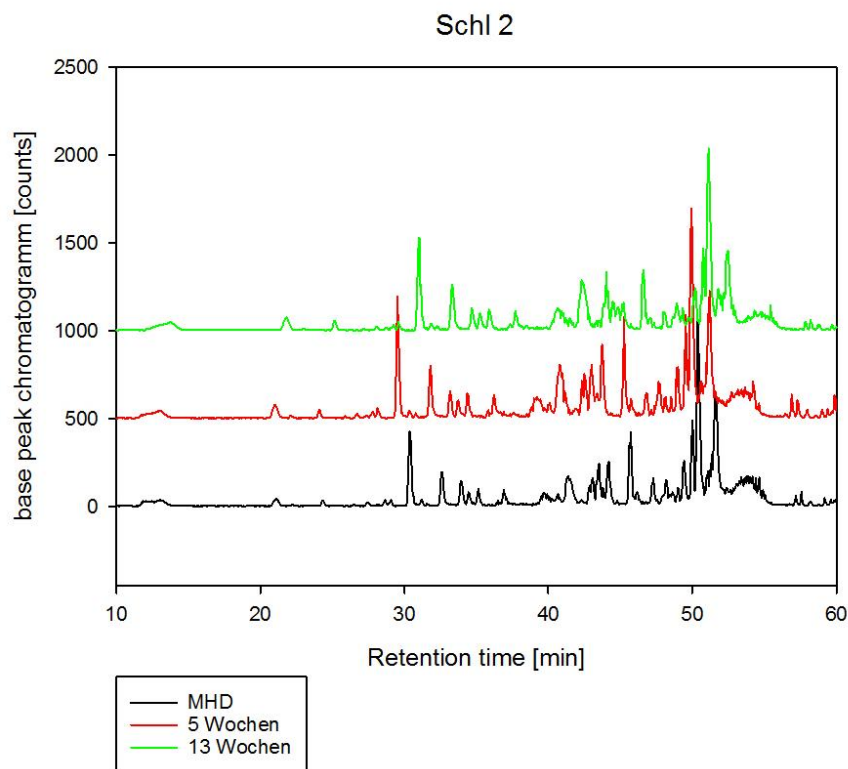


Abb. 16: Peptidprofil der Schl2 zum MHD, nach 5 und 13 Wochen Lagerung.

5 Diskussion

Ziel der Arbeit ist es zu prüfen, ob die untersuchten Produkte auch nach dem Überschreiten ihres MHDs für den Verbraucher zum Verzehr geeignet sind. Alle der untersuchten länger haltbaren Proben sind nach der doppelten MHD Dauer verzehrfähig und ohne Gesundheitsrisiko. Bei dem Sahnequark mussten Proben aufgrund von Hefen- und Schimmelbefall nach Überschreiten des MHD verworfen werden. Hier ist ein Verzehr nicht mehr zu empfehlen. Für den Verbraucher ist der Befall deutlich sichtbar, so dass die Wahrscheinlichkeit eines Verzehrs als sehr gering einzustufen ist.

Diese Einschätzung zur Verzehrfähigkeit der Produkte resultiert aus den Untersuchungen des Qualitätszustandes im Verlauf der Lagerung. Es stellten sich qualitative Veränderungen heraus, die je nach untersuchtem Produkt variieren. Diese sollen im Folgenden diskutiert werden.

Der Sahnequark wird gesondert betrachtet, da hier ein Vergleich zu den Messergebnissen einer vorangegangenen Untersuchung unter den gleichen Bedingungen von Vickovic (2017) von Bedeutung ist und sich das Produkt durch die Zugabe von Milchsäurebakterien und eine niedrigere Erhitzung deutlich von den anderen Proben unterscheidet.

Eine hohe Keimzahl von Milchsäurebakterien ist in Speisequark erwünscht und ein Qualitätsmerkmal. Fermentierte Milchprodukte sollten in Summe mindestens 10^7 KbE/g Mikroorganismen enthalten. (FAO 2011)

In der vorangegangenen Untersuchung des Sahnequarks sank die Keimzahl von dem MHD und 4 Wochen nach MHD signifikant ab, aber die Keimzahl blieb bis Ende der Lagerdauer bei $> \log 8$ KbE/g. Bei der aktuellen Messung sinkt die Keimzahl auf 7,69 KbE/ml. Damit ist die Keimzahl der Milchsäurebakterien niedriger, aber die Forderung der FAO erfüllt.

Bei Quark werden üblicherweise mesophile Starterkulturen eingesetzt, daher erfolgt die Bebrütung bei 30 °C. Da die Kolonien sehr klein waren, wurden Kolonien auf eine Platte übertragen und in Doppelbestimmung bei 43 °C bebrütet. Da die Kolonien daraufhin deutlich größer gewachsen sind, lässt sich darauf schließen, dass eine thermophile Kultur eingesetzt wurde, welche bei Herstellern zur Prozessbeschleunigung verwendet wird. (Heller & Neve 2016)

Für verlässliche Aussagen über die Keimzahl der probiotischen Milchsäurebakterien treffen zu können, sollte vorab das Temperaturoptimum der eingesetzten Kulturen experimentell bestimmt oder bei dem Hersteller erfragt werden.

In der vorangegangenen mikrobiologischen Untersuchung des SQ konnte keinerlei Befall von Schimmelpilzen und Hefen und der weiteren untersuchten mikrobiellen Kontaminanten bis zum Ende der Lagerdauer aufgezeigt werden. In der aktuellen Untersuchung lassen sich oberflächlich sichtbare Schimmel und Hefen bei zwei Proben nach dem 1,5-fachen MHD finden. Dies kann beispielsweise durch unzureichend entkeimtes Verpackungsmaterial und dadurch eingetragene Sporen auftreten. Der Verbraucher nimmt diesen Befall jedoch direkt wahr und würde das Produkt sehr wahrscheinlich nicht mehr verzehren. Es ist hier von keinem gesundheitlichen Risiko auszugehen.

Der pH-Wert sinkt signifikant im Verlauf der Lagerung von pH 4,60 auf pH 4,53, während er bei Vickovic (2017) von pH 4,51 zum MHD um etwa 0,1 absank, um zum Ende der Lagerung wieder anzusteigen. Ein Absinken des pH-Wertes kann durch die Aktivität von Milchsäurebakterien und deren Produktion von Milchsäure erklärt werden. Durch den niedrigen pH-Wert kann das Wachstum der meisten unerwünschten Mikroorganismen unterdrückt werden und das Produkt wird auf natürliche Weise konserviert. Die Abnahme des pH-Wertes ist hier als sehr gering einzustufen. (Mani-López et al. 2014)

Für die rheologischen Eigenschaften können im Verlauf der Lagerung keine signifikanten Unterschiede für den SQ festgestellt werden. In der vorangegangenen Untersuchung des Sahnequarks wurde lediglich ein signifikanter Unterschied bei einer Scherrate von 10 s^{-1} bei der Messung am MHD zu den beiden darauffolgenden Messungen gemessen. Bei der Viskosität ist während der Lagerung ein Anstieg zu beobachten, wohingegen diese bei Vickovic (2017) abnahm. In der Literatur sind ebenfalls gegensätzliche Ergebnisse zu finden. Gründe für einen Viskositätsanstieg während der Lagerung können die Umlagerung von Proteinen und eine Neuverknüpfung von Proteinen sein. Es kann vermutet werden, dass sich die rheologischen Eigenschaften von Sahnequark im Verlauf der Lagerung nicht stark ändern. (Abu-Jdayil & Mohameed 2002; Sahan et al. 2008)

Die Festigkeit des Quarks nimmt bei beiden Untersuchungen signifikant zu, wobei diese in der aktuellen Untersuchung am 1,5-fachen MHD zunächst abnimmt. Wie schon bei Vickovic (2017) beschrieben, hat die Proben temperatur durch den hohen Fettgehalt der Probe einen hohen Einfluss auf die Festigkeit. Da keine Untersuchungstemperatur vorgegeben wurde, können Schwankungen in der Festigkeit auf Temperaturschwankungen in dem Messraum zurückzuführen sein. Bei einer erneuten Festigkeitsprüfung ist daher eine definierte Produkttemperatur oder eine direkte Prüfung nach der Entnahme aus der Kühlung ratsam.

Die sensorische Prüfung zeigt keinen signifikanten Unterschied zwischen einem gelagerten Produkt und dem Standard auf. Im Verlauf der Lagerung ist ein Unterschied zwischen der

Probe zum MHD und nach 4 Wochen für das Attribut gleichmäßig erkennbar. Bei Vickovic (2017) wurden signifikante Unterschiede für eine sichtbare Synärese erkannt. Das abnehmende gleichmäßige Aussehen lässt sich ebenfalls auf dieses Phänomen zurückführen, da die gelagerte Probe als molkenlässig beschrieben wurde. Das Abscheiden von Molke in hohem Maße ist unerwünscht. Bei der Synärese schrumpft das Gel und scheidet Molke ab. (Lucey 2004)

Insgesamt ließen sich die Ergebnisse von Vickovic (2017) trotz gleicher Methoden und Produkt nicht in allen Punkten reproduzieren. Um eine eindeutige Aussage über die qualitative Entwicklung des Sahnequarks im Verlauf der Lagerung treffen zu können, ist eine höhere Probenzahl verschiedener Chargen des Produktes notwendig.

Durch den Produktionsprozess kann es zu Abweichungen der Eigenschaften einzelner Chargen kommen. Es lässt sich jedoch sagen, dass die Produkte in beiden Untersuchungen bis zum Ende der Lagerung keine Gesundheitsgefährdung für den Verbraucher dargestellt haben. In beiden Proben konnte eine Verschlechterung des Qualitätszustandes in Bezug auf die Abnahme der Gesamtkeimzahl der Milchsäurebakterien und die auftretende Synärese beobachtet werden. Die oberflächlich gewachsenen Hefen und Schimmelpilze sind für den Verbraucher gut zu erkennen, so dass dieser den Verzehr im Regelfall vermeiden würde.

Es kann grundsätzlich zu einem Verzehr des Sahnequarks nach dieser qualitativen Kontrolle bis zu 4 Wochen nach dem MHD geraten werden.

Durch die Ultraheißbehandlung beziehungsweise Wärmebehandlung wurde davon ausgegangen, dass aufgrund der hohen Abtötungsrate bei den länger haltbaren Produkten kein Wachstum von mikrobiellen Kontaminanten mehr stattfindet. In keiner der Proben können auf BHI-Agar pathogene Mikroorganismen nachgewiesen werden. Daher kann davon ausgegangen werden, dass die Produkte auch über das MHD hinaus zu keiner gesundheitlichen Beeinträchtigung des Verbrauchers bei Verzehr führen. Es kann aber nicht ausgeschlossen werden, dass es bei einzelnen Produkten produktionsbedingt zu einer mikrobiellen Kontamination kommen kann. Bei allen untersuchten hocherhitzten und wärmebehandelten Produkten können qualitative Veränderungen der Produkteigenschaften beobachtet werden.

Bei den Proben ist tendenziell ein Absinken des pH-Wertes im Verlauf der Lagerung zu beobachten. Insgesamt ist der Abfall des pH-Wertes während der Lagerung der Produkte mit einem maximalen Rückgang um pH 0,15 bei der Schl2 sehr gering und damit nur mit einem geringen Qualitätsverlust verbunden. In der sensorischen Untersuchung der Produkte hat die Verringerung der pH-Werte zu keinem stärker ausgeprägtem säuerlichen Geschmack geführt.

Der Abfall des pH-Wertes kann mit vielfältigen Prozessen, die während der Lagerung auftreten, in Verbindung stehen. Ein Grund kann, besonders bei hocherhitzten Milchprodukten, die fortschreitende Maillard-Reaktion und eine damit einhergehende Bildung von Ameisensäure sein. Weiterhin können der Abbau von Laktose und die Proteolyse zur Bildung organischer Säuren, wie Ameisen- und Essigsäure führen. (Gaucher et al. 2008; Richards et al. 2016; Sunds et al. 2018)

Bei dem Produkt mit der stärksten Braunfärbung, welche durch die Maillard-Reaktion während des Eindampfens der KondM hervorgerufen wurde, ist keine Verringerung des pH-Wertes zu verzeichnen. Jedoch hat die Kondensmilch den niedrigsten pH-Wert mit durchschnittlich pH 6,16, der unter anderem auf Bildung von Säuren aus der Maillard-Reaktion und Abbau von Laktose zurückzuführen sein kann.

Bei Lagertemperaturen von H-Milch $\geq 30\text{ °C}$ kommt es zu einem deutlich stärkeren Abfall des pH-Wertes während einer Lagerung als bei Temperaturen von $0\text{ °C} - 30\text{ °C}$. Bei Sunds et al. (2017) wurde bei der niedrigsten Lagertemperatur von 10 °C auch der geringste Rückgang des pH-Wertes von $< \text{pH } 0,1$ beobachtet.

Grewal et al. (2017) konnten nach 9 Monaten Lagerzeit von fettarmer und vollfett H-Milch keine signifikante Veränderung des pH-Wertes, trotz eines Anstiegs an gelöstem Calcium, beobachten. Die Pufferkapazität der Milch wurde bei 20 °C aufrechterhalten. Für eine Verlangsamung von Abbau-Prozessen während der Lagerung ist demnach eine möglichst niedrige Lagertemperatur empfehlenswert.

Auch bei der Untersuchung des rheologischen Verhaltens der Proben haben sich nur wenige Veränderungen im Verlauf der Lagerung ergeben. Bei der KondM sind keine Veränderungen des rheologischen Verhaltens gemessen worden. Bei der Fließgrenze kann nur bei der Schl3 eine signifikante Abnahme am 1,5-fachen MHD im Vergleich zu den beiden anderen Untersuchungen festgestellt werden. Dies lässt auf eine Destabilisierung der Emulsion schließen. Da sich diese Abnahme der Fließgrenze zum doppelten MHD nicht fortsetzt und bei keiner der anderen Schlagsahneproben zu beobachten ist, lässt sich vermuten, dass die Entmischung der Probe durch die fortschreitende Aufräumung des Fettanteils zu heterogenen Messergebnissen geführt hat.

Die Fließgrenze ist während der industriellen Verarbeitung, dem Transport und der Lagerung ein wichtiger Parameter der Qualitätskontrolle. Eine hohe Fließgrenze zeugt von einer stabilen Emulsion, da die Wahrscheinlichkeit der Destabilisierung der Emulsion durch Bewegung minimiert wird. Die Fließgrenze ist die minimale Scherspannung, die benötigt wird, um eine Fließbewegung hervorzurufen. Eine Abnahme kommt demnach einer

Verringerung der Stabilität der Emulsion gleich. Gründe hierfür können in einer Zunahme der Partikelgröße oder Abnahme der Kräfte zwischen den Partikeln liegen. (Genovese et al. 2007; Long et al. 2012)

Die absinkende Viskosität der Schlagsahneproben Schl1 und 2 kann mit der zunehmenden Phasentrennung der Proben erklärt werden. Durch zurückbleibenden Rahm im Kopfraum der Verpackungen, welcher sich nicht vollständig mit der restlichen Probe vermischen ließ, kann es zu einem geringeren Fettgehalt und damit zu einer dünnflüssigeren Probe gekommen sein. Es lässt sich vermuten, dass damit eine Viskositätserniedrigung einhergegangen ist. Mit einem Anstieg des Fettgehaltes sollte die Viskosität ebenfalls ansteigen. Ist das Fett nicht mehr gleichmäßig verteilt bzw. sinkt der Fettgehalt in der flüssigen Phase, kann dies zu Messfehlern führen. Bei der KaSa12 ist eine Viskositätserhöhung vom MHD bis zum 2-fachen MHD zu beobachten. Dies kann mit einem beginnenden Strukturaufbau oder einer Gelbildung erklärt werden. (Vélez-Ruiz & Barbosa-Cánovas 1998)

Ob bei der KaSa12 auch eine verstärkte Proteolyse stattgefunden hat, welche ebenfalls mit einer Gelbildung in Verbindung steht, ist nicht gemessen worden.

Da die durchschnittlichen Ergebnisse für den Fließindex n nahe an 1 liegen kann ein annähernd newtonsches Verhalten der Proben angenommen werden. Für n kann im Verlauf der Lagerung kein eindeutiger Trend erkannt werden. Die durchschnittlichen Ergebnisse für n bei der H-Milch und den 3 Schlagsahneproben schwanken um einen Wert von 1.

Die Ergebnisse für den Fließindex der Kaffeesahne- und die Kondensmilchproben liegen unter einem Wert von 1. Dies zeigt ein scherverdünnendes Verhalten der Produkte.

Weiterhin kann die Partikelgröße einen Einfluss auf die Viskosität und das Fortschreiten der Aufräumung der Proben haben. Mit zunehmender Partikelgröße werden die Destabilisierung der Emulsion und das Aufräumen gefördert. Mit dem Zetasizer nach dem Prinzip der dynamischen Lichtstreuung können für die 3 Schlagsahneproben und die Kondensmilch keine verlässlichen Ergebnisse erzielt werden. Da dies die Proben mit einer Partikelgröße von ca. 4-5 μm sind, besteht die Vermutung, dass die Partikelgröße verantwortlich dafür ist. So liegt die, mit dem Laserbeugungsgerät zuvor gemessene Partikelgröße, am oberen Ende des Messbereichs des Zetasizer. Auch eine Erhöhung der Verdünnung auf $> 1:1000$ erzielt keine auswertbaren Ergebnisse. Das Messverfahren mit dem Zetasizer stellte sich für diese Arbeit als ungeeignet heraus.

Da die Fetttröpfchen deutlich größer sind als die im Durchschnitt etwa 150 nm großen Caseinmicellen, fließt ihre Größe insbesondere bei den fettreichen Proben, den Schlagsahne- und Kondensmilchproben, in die Messung ein. Durch einen höheren Homogenisierungsdruck

wird die Größe der Fetttropfchen erniedrigt und der durchschnittliche Abstand zwischen den Partikeln verringert. Dies führt dazu, dass die Partikel schwerer zu bewegen sind, welches zusätzlich in einer messbaren Viskositätserhöhung resultiert. Zusätzlich kann durch die Reduktion der Partikelgröße die Anzahl der adsorbierenden Proteinfractionen erhöht werden, was ebenfalls zu einer Viskositätserhöhung führt. Bei Abnahme der Partikelgröße stabilisiert sich demnach die Emulsion. (Long et al. 2012)

Damit einhergehend lassen sich bei den Produkten mit der geringsten Partikelgröße, der H-Milch mit 0,47-0,49 μm und der KaSa10 mit 0,38-0,40 μm , keine Veränderungen messen. Bei der KaSa12 kann zwar zum 1,5-fachen MHD eine signifikante Zunahme der Partikelgröße auf 1,52 μm gemessen werden, jedoch zeigt diese Messung eine mit $\pm 0,17 \mu\text{m}$ eine deutlich höhere Standardabweichung als in den beiden anderen Messungen mit $\pm 0,03$ beziehungsweise 0,04 μm auf. Da die Partikelgröße zum doppelten MHD wieder abnimmt, kann vermutet werden, dass ein Messfehler aufgetreten ist.

Bei der Schl1, Schl2 und der KondM kann bis zum doppelten MHD eine Zunahme der Partikelgröße beobachtet werden. Da besonders bei den Schlagsahneproben eine deutliche Aufräumung zu beobachten ist, ist die Zunahme der Partikelgröße wahrscheinlich auf eine Aggregation und Koaleszenz der Fettkügelchen zurückzuführen. Bei der Schl3 kann keine signifikante Zunahme beobachtet werden, diese Probe weist von den Schlagsahneproben die geringste Partikelgröße auf und damit eine vermutlich stabilere Emulsion.

Bei Malmgren et. al (2017) wurde bei einer Lagerung von H-Milch bei 22 °C eine Verringerung der durchschnittlichen Partikelgröße bis zum 4. Monat der Lagerung beobachtet. Im 5. Monat stieg die Partikelgröße, vermutlich aufgrund einer beginnenden Aggregation als Vorstufe einer Gelbildung infolge der Proteolyse. Ein Rückgang der Partikelgröße kann durch einen vorherigen Proteinabbau erklärt werden.

Bei der untersuchten H-Milch kann keine Gelbildung festgestellt werden. Jedoch wurde die Probe nur bis zu einer Lagerdauer von 4 Monaten untersucht. Ob zu einem späteren Zeitpunkt eine Gelbildung aufgetreten wäre, kann daher nicht ausgeschlossen werden. Bei einer Lagerung bei 30 °C trat bei Malmgren et al. (2017) bereits eine Gelbildung nach 3 Monaten auf. Diese kann aber auch durch die erhöhte Lagertemperatur beschleunigt werden.

Die Veränderung der Partikelgröße ist nur bei der durchmischten gesamten Probe untersucht worden. Es ist anzunehmen, dass die Partikelgröße an der Oberfläche nach dem Gesetz von Stokes höher gewesen ist, als am Boden der Proben. Bei Long et al. (2012) zeigte sich bei gelagerten Schlagsahneproben eine verstärkte Zunahme des Partikeldurchmessers im oberen

Bereich im Vergleich zu den mittleren und unteren Schichten. Dies kann mit der Koaleszenz von Fettkügelchen erklärt werden, die aufgrund der geringeren Dichte nach oben steigen.

Diese Aufrahmung der Fettkügelchen lässt sich in dieser Arbeit ebenfalls beobachten. Die berechneten mittleren Fettgehalte der Schlagsahneproben liegen knapp unter 30 %. Durch eine Abweichungstoleranz von 0,5 % der Fettbestimmung und geringe Verluste während des Aufsägens können Schwankungen entstehen. Bei allen Proben ist davon auszugehen, dass der reale Fettgehalt nah an 30 % liegt. Bei der Analyse des Fettgehalts im Verlauf der Lagerung kann eine deutliche Zunahme auf über 42 % in der oberen Packungshälfte gemessen werden, während in der unteren Hälfte eine Abnahme auf unter 17,5 % erfolgt ist. Dies lässt sich auch bei der Beurteilung der eingefrorenen Schlagsahneproben beobachten. Eine deutlich sichtbare Serumschicht von 1-1,2 cm hat sich bereits zum MHD am Boden der Verpackung gebildet und kontinuierlich bis zum doppelten MHD auf bis zu 2 cm zugenommen. Dies kann wie oben beschrieben mit dem Aufsteigen der leichteren Fettkügelchen nach dem Gesetz von Stokes erklärt werden. Ab dem 1,5-fachen MHD ist die Aufrahmung bei den Schlagsahneproben so stark gewesen, dass sich eine deutliche Rahmschicht im Kopfraum der Packungen gebildet hat und somit eine homogene Durchmischung der Proben nicht mehr möglich gewesen ist. Es ist anzunehmen, dass es durch die Heterogenität der Proben zu Schwankungen der Messergebnisse gekommen sein kann. Allen Schlagsahneproben ist von dem Hersteller Carrageen zugesetzt worden. Es ist zu vermuten, dass ohne diesen Zusatz eine frühere und stärkere Aufrahmung zu beobachten gewesen wäre, da Carrageen als Hydrokolloid die Emulsion stabilisiert. Bei den Schlagsahneproben stellt die starke Aufrahmung den hauptsächlichen Qualitätsverlust dar. Die zunehmende Aufrahmung kann Einfluss auf weitere Produkteigenschaften, wie zum Beispiel die Farbe, nehmen.

Insgesamt ist bei den durchschnittlichen Ergebnissen der Farbabstände zu einem Weißstandrad im Verlauf der Lagerung kein eindeutiger Trend abzusehen. Es kann eine Zu- und Abnahme des Farbabstandes beobachtet werden. Auch hier lässt sich vermuten, dass die ungleichmäßige Verteilung des Fettanteils die Messergebnisse beeinflusst haben kann. Die leicht gelbliche Farbe des MilCHFetts wird durch β -Carotin und Xanthophyll hervorgerufen. Ist dieses nicht mehr gleichmäßig in der Probe emulgiert, kommt es zu einer Farbveränderung. Bei einer inhomogenen Probe kann der Messpunkt für die gemessene Farbe entscheidend sein. (Baltes & Matissek 2011)

Die Braunfärbung der Proben könnte sich je nach Charge infolge des Produktionsprozesses unterscheiden. Es könnte die deutlich stärker bräunlich gefärbte gelagerte Kondensmilchprobe in Abb. 6 auch innerhalb des MHDs eine dunklere Farbe als die frische Probe innegehabt

haben. Durch eine fortschreitende Maillard-Reaktion kann es während der Lagerung zu einer stärkeren Braunfärbung kommen. Die Aldehyd-Gruppe der Laktose bindet an die ϵ -Aminogruppe der Lysyl-Reste verschiedener Milchproteine. Nach einer Reihe verschiedener Reaktionen werden braungefärbte Verbindungen wie Pyrazine und Melanoidine, polymerisierte Moleküle wie Lactuloselysin und Fructoselysin und kleine Säuremoleküle gebildet. Valero et al. (2001) konnten einen deutlichen Anstieg von Furfural, welches bei der Maillard-Reaktion aus Laktose gebildet wird, bei verschiedenen H-Milchproben im Verlauf der Lagerung messen. Bei Gaucher et al. (2008) konnten eine beginnende Maillard-Reaktion bei fettreduzierten H-Milchproben bei allen Lagertemperaturen (4, 20, 40 °C) beobachtet werden, welche sich verstärkt bei hohen Temperaturen fortsetzt. Farbveränderungen bei Raumtemperatur sind nicht der entscheidende Faktor für eine Begrenzung der Haltbarkeit. Farbveränderungen der Proben sprechen jedoch dafür, dass damit auch weitere physikalische, chemische oder sensorische Veränderungen einhergehen. (Gaucher et al. 2008; Sunds et al. 2018)

Eine Verringerung des gemessenen ΔE^* -Wertes spricht für eine Angleichung des Farbtons der Probe an den des Weißstandards und kann als Aufhellung interpretiert werden. Die zunehmende Abnahme von ΔE^* von der H-Milch, der Schl2 und 3, der KaSa10 und 12 und der KondM im Verlauf der Lagerung deutet auf eine Aufhellung der Proben hin. Diese kann mit der zunehmenden Entmischung wie oben beschrieben in Verbindung stehen.

Am Boden der Kondensmilchproben hat sich ein deutlich sichtbarer brauner Bodensatz gebildet (siehe Abb. 11). Eine nicht ausreichende Vermischung der Probe vor der Messung kann diese stark beeinflusst haben. Durch die blickdichte Verpackung kann trotz mehrmaligem Umschwenken nicht sichergestellt werden, dass eine gleichmäßige Durchmischung erfolgt ist. Bei zukünftigen Untersuchungen sollte ein besonderes Augenmerk auf die Herstellung einer homogenen Probe gelegt und die Benutzung eines Magnetrührers in Betracht gezogen werden. Die Farbe der Proben wird nicht nur physikalisch gemessen, sondern ist auch Bestandteil der sensorischen Prüfung der Proben.

Ein im Dreieckstest festgestellter signifikanter Unterschied von einer frischen und gelagerten Probe kann in der Profilprüfung nicht bei allen Untersuchungen bestätigt werden. Da in der Profilprüfung gegen ein frisches Produkt der gleichen Marke getestet wird und es produktionsbedingt chargenweise zu Schwankungen der Produkteigenschaften kommen kann, sind die Produkte nur bedingt vergleichbar. Es ist anzunehmen, dass die im Dreieckstest erkannten Unterschiede nicht stark genug wahrgenommen werden, um zu einem signifikanten Unterschied in der Profilprüfung zu führen.

Weiterhin sinkt durch eine geringe Anzahl an Prüfpersonen die statistische Sicherheit und es kommt leichter zu einem falsch positiven Ergebnis. Außerdem hat die Anzahl der Prüfpersonen stark geschwankt, so dass die statistische Sicherheit nicht bei allen Untersuchungen gleich hoch ist. Bei zukünftigen Untersuchungen sollte eine Anzahl von mindestens 10 Prüfpersonen nicht unterschritten und auf eine konstante Anzahl an Prüfpersonen geachtet werden.

Bei den beiden Kaffeesahneproben können im Verlauf der Lagerung keine sensorischen Veränderungen festgestellt werden. Es kommt demnach zu keiner Verminderung der sensorischen Qualität. Im Vergleich zu einem frischen Produkt können bei der H-Milch keine Unterschiede festgestellt werden. Bei der H-Milch und der KondM wird zum 2-fachen MHD der Geschmack als weniger kochig eingestuft als zum MHD. Der Kochgeschmack wird auch als schwefelig oder kohlantig beschrieben. Er wird mit der Bildung von flüchtigen Schwefelverbindungen aus der Milch, wie schwefelhaltige Aminosäuren, assoziiert. Eine Verringerung des Kochgeschmackes ist auf einen Rückgang der flüchtigen Schwefelverbindungen zurückzuführen. Je höher dabei die Lagertemperatur ist, desto schneller lässt der Kochgeschmack nach, da der Oxidationsprozess beschleunigt abläuft. Eine Abnahme des Kochgeschmacks ist nicht als eine negative Qualitätsveränderung einzustufen, da dieser bei Konsumenten meist unerwünscht ist. (Al-Attabi et al. 2009)

Die sensorischen Abweichungen im Verlauf der Lagerung der Schlagsahneproben, können mit der starken Phasentrennung der Produkte erklärt werden. So kann der weniger sahnige Geschmack der Schl1 und Schl3 nach dem doppelten MHD darauf zurückzuführen sein, dass ein Teil des Rahms im Kopfraum der Verpackung zurückgeblieben ist und somit der Gesamtfettgehalt der Verkostungsprobe gesunken ist. Auch das als unreiner wahrgenommene Aussehen der Schl1 und Schl3, der flockigere Eindruck der Schl1-3 und die als weniger gleichmäßig wahrgenommene Schl2 zum Ende der Lagerung oder im Vergleich zu einem frischen Produkt können darauf zurückzuführen sein.

Bei der KondM wird im Dreieckstest bei allen drei Untersuchungen ein höchst signifikanter Unterschied zu dem frischen Produkt festgestellt. In der Profilprüfung kann dieser Unterschied zum MHD und nach 30 Wochen Lagerung für das Attribut bräunlich bestätigt werden. Dies kann wie schon beschrieben mit einer fortschreitenden Maillard-Reaktion in der Probe erklärt werden. Es kann jedoch auch sein, dass diese Charge durch den Produktionsprozess eine stärkere Braunfärbung als die frischen Produkte aufweist. Nach 14 Wochen Lagerung kann kein signifikanter Unterschied in der bräunlichen Färbung zu

einem frischen Produkt festgestellt werden. Es lässt sich demnach vermuten, dass diese Charge des Vergleichsproduktes eine intensivere Braunfärbung aufweist.

Valero et al. (2001) verzeichneten im Verlauf der Lagerung über 100 Tage von fettarmer und vollfettiger H-Milch eine Abnahme der sensorischen Qualität. Diese ließ sich auf unterschiedliche Reaktionen zurückführen. Bei der fettarmen Milch wurden Furanverbindungen und Octanal gebildet, welche eine Maillard-Reaktion und Lipidoxidation anzeigen. Der Gehalt an Methylketonen war in Vollmilch deutlich höher als in fettarmer Milch. Dies lässt sich mit dem höheren Fettgehalt erklären, da Methylketone aus Lipiden entstehen. (Valero et al. 2001)

Deutlich negative Geschmacksabweichungen der Proben oder Bildung von Fehlgeschmäckern können nicht festgestellt werden. Ein signifikanter Anstieg eines ranzigen Geschmacks ist in der sensorischen Untersuchung nicht erkannt worden. Dieser würde auf eine verstärkte Lipidoxidation hindeuten. Es kann kein Anstieg in dem bitteren Geschmack der Milchprodukte festgestellt werden. Der Bittergeschmack wird mit Peptiden, die durch die Proteolyse von Milchproteinen gebildet werden, in Verbindung gebracht. Die Annahme, dass kein deutlicher Peptidabbau stattgefunden hat, kann auch durch die Peptidanalytik bestätigt werden.

Das Peptidprofil der untersuchten Proben hat sich über die Lagerdauer hinweg nicht wesentlich verändert. Es ist demnach zu keiner vermehrten Proteolyse gekommen. Durch die Erhitzung während der Produktion der Produkte sind die milcheigenen und bakteriellen Proteasen vermutlich größtenteils inaktiviert worden. Da lediglich eine Analyse des Peptidspektrums erfolgt und die freien Aminosäuren nicht bestimmt werden, kann nicht gesagt werden, ob es zu einem Anstieg der freien Aminosäuren gekommen ist. Bei einer gleichmäßigen Verschiebung ist dies nicht unbedingt im Peptidspektrum abzulesen. Stoeckel et al. (2016) konnten in einer Untersuchung von H-Milchproben keine vermehrte Proteolyse feststellen. Die hitzestabilen bakteriellen Proteasen sind in frischer Milch nicht vorhanden, sondern werden erst während der Lagerung von psychrotrophen Bakterien wie *Pseudomonas spp.* gebildet. Bei einer ausreichenden Inaktivierung der Mikroorganismen und hitzestabilen Proteasen wird eine verlängerte Lagerstabilität erreicht. Hier können entsprechend zu den Ergebnissen der Peptidanalytik in den Proben keine Mikroorganismen nachgewiesen werden. (Stoeckel et al. 2016a; Stoeckel et al. 2016b)

Neben einem geschmacklich und mikrobiologisch einwandfreien Zustand sind produktspezifische Qualitätseigenschaften, wie das Aufschlagverhalten von Schlagsahne, von Bedeutung. Die Schlagsahneproben zeigen im Verlauf der Lagerung eine Verschlechterung

der Aufschlageigenschaften. Alle Proben weisen zum 2-fachen MHD die höchsten Aufschlagzeiten auf. Hoffmann (1999) zeigte in einer Untersuchung zur Lagerstabilität von H-Schlagsahne, dass eine Kaltlagerung zu einer Erhöhung der Aufschlagzeit und zu einer höheren Volumenzunahme als eine Lagerung bei 20 °C führt. Bei H-Schlagsahne ist aus mikrobiologischer Sicht keine Kaltlagerung notwendig, sie verlangsamt aber die Phasentrennung deutlich.

In dieser Arbeit sind die Proben bei 20 °C gelagert worden und bereits zum MHD ist bei allen drei Schlagsahneproben eine Serumschicht zu beobachten, welche im Verlauf der Lagerung zugenommen hat. Die Werte sind vergleichbar mit denen, die Hoffmann (1999) in einer ähnlichen Untersuchung erzielte. In den bei 5 °C kaltgelagerten Proben differierte der Fettgehalt jedoch nur um 2,25-5,75 %. Eine Kaltlagerung ist demnach empfehlenswert, um der Phasentrennung entgegenzuwirken. Dem Verbraucher ist zu empfehlen die H-Schlagsahne im Kühlschrank aufzubewahren. (Hoffmann 1999)

Durch die fortschreitende Bildung einer Rahmschicht an der Oberfläche ist es zum Ende der Lagerung trotz Umschwenken der Proben vor der Öffnung der Packungen nicht möglich gewesen eine homogene Sahneprobe zu erzeugen. Es ist anzunehmen, dass die Fettgehalte der Proben dadurch schwanken. Dies kann die Aufschlagzeit, Abtropfverluste, Schaumfestigkeit und Volumenzunahme deutlich beeinflusst haben. Es ist besonders zum Ende der Lagerung bei allen Sahneproben ein Teil des Rahms im Kopfraum der Verpackung verblieben. Dies kann zu der erhöhten Aufschlagzeit, den erhöhten Abtropfverlusten und der verringerten Festigkeit führen. Bei einem geringeren Fettgehalt ist eine erhöhte Volumenzunahme zu erwarten gewesen. Dies lässt sich hier nicht eindeutig bestätigen. (Kessler 2002)

Nach dem doppelten MHD erreicht keine der Proben in dem Aufschlagversuch mehr die 5 Punkte nach den DLG-Kriterien. Dies liegt besonders an den Abtropfverlusten. Bei der Festigkeitsprüfung werden in der Doppelbestimmung teilweise stark abweichende Ergebnisse erzielt. Dies kann auf Lufteinschlüsse und Fehler beim Glattstreichen zurückzuführen sein. Die Qualitätseigenschaften im Verlauf der Lagerung können weiterhin stark von dem Hersteller abhängig sein. So zeigt die Schl3 von Frischgold deutlich höhere Aufschlagzeiten und Abtropfverluste als die Schl1 und Schl2 von Milsani. Bei den beiden Milsani Schlagsahneproben kommt es zu ähnlichen Ergebnissen.

Insgesamt lässt sich im Verlauf der Lagerung eine deutliche Abnahme des Qualitätszustandes der Schlagsahneproben beobachten. So muss der Verbraucher bei deutlich über dem MHD gelagerter H-Schlagsahne Abstriche in den Aufschlageigenschaften und der Stabilität in Kauf nehmen. Sie kann dennoch verzehrt und beispielweise zum Kochen verwendet werden.

Für Milchprodukte, die dazu bestimmt sind diese in heißen Kaffee zu geben, ist die Kaffeestabilität ein besonderes Qualitätsmerkmal, da eine starke Ausflockung vermieden werden soll. Mit zunehmender Ausflockung sinkt die Weißkraft. Der Geschmack des Produktes wird stark von dem Kaffeegeschmack überdeckt und ist daher nicht das wichtigste Qualitätsmerkmal. (Kessler 2002)

Bei allen Proben nimmt die Kaffeestabilität im Verlauf der Lagerung ab. Die höchste Stabilität zeigt die KondM und die KaSa10. Bei der KondM sind Natriumphosphate zugesetzt, welche den pH-Wert stabilisieren und so der Ausflockung im Kaffee entgegenwirken. Dies kann ein Grund für die erhöhte Stabilität sein. Geht man davon aus, dass die Serviertemperatur bei 70 °C bis 80 °C und die Trinktemperatur um die 60 °C liegt und die Kondensmilch erst unmittelbar vor dem Genuss zugegeben wird, so wird die zunehmende Ausflockung kaum bemerkbar sein (Brown & Diller 2008). Die KaSa10 zeigt die höchste Stabilität und lediglich bei den letzten beiden Untersuchungen eine starke Ausflockung bei einer Temperatur von 87,5 °C. Auch hier liegt die Grenztemperatur der Kaffeestabilität oberhalb der üblichen Trinktemperatur. Bei diesem Produkt nimmt die Kaffeestabilität nur um 2,5 °C ab. Im Gegensatz dazu zeigt die KaSa12 einen deutlichen Rückgang der Kaffeestabilität und bereits am MHD eine deutlich geringere Kaffeestabilität mit 72,5 °C. Dies kann auf Unterschiede in den Produktionsverfahren und Produkteigenschaften, die deutlich größere Partikelgröße der KaSa12 zurückzuführen sein.

Die Homogenisierung hat einen starken Einfluss auf die Kaffeestabilität der Milchprodukte. Mit zunehmendem Homogenisierungsdruck neigt die Sahne zum schnelleren Ausflocken. Alle Produkte sind homogenisiert worden, es liegen jedoch keine Informationen über den verwendeten Homogenisierungsdruck der Hersteller vor. Je saurer die Milchprodukte sind, desto schneller erfolgt ebenfalls ein Ausflocken. Hier kann die Abnahme des pH-Wertes mit der abnehmenden Kaffeestabilität in Verbindung stehen. (Kessler 2002)

Die Kaffeestabilität von verschiedenen Kaffeesahne- und Kondensmilchprodukten kann nach den Ergebnissen dieser Arbeit im Verlauf der Lagerung variieren. Aber auch nach der doppelten Lagerdauer des MHDs kann ein Produkt noch eine hohe Kaffeestabilität aufweisen und muss keinesfalls entsorgt werden. Dies kann auch der Verbraucher durch einen einfachen Test im Kaffee feststellen.

Inwiefern eine Lagerung deutlich über das MHD hinaus einen Einfluss auf die Qualität der aus ernährungsphysiologischer Sicht relevanten Inhaltsstoffe, wie beispielsweise eine Abnahme der Vitamingehalte hat, bleibt noch zu prüfen. Darüber hinaus ist unklar wie hoch

die Verbraucherakzeptanz gegenüber stark entmischten Proben, wie der stark aufgerahmten Schlagsahne, ist.

Die Untersuchung bezieht sich auf original verschlossen gelagerte Milchprodukte. Bei geöffneten Verpackungen kann es zu einer Kontamination mit Mikroorganismen und einer stärkeren Sauerstoffexposition kommen. Aber auch geöffnete H-Milch kann bei Lagerung unter Kühlschrankbedingungen nach Brodziak et. al (2017) mindestens 7 Tage verzehrt werden. Dies ist eine 5 Tage längere Spanne als die meist auf der Verpackung angegebenen 48 h. (Brodziak et al. 2017)

6 Zusammenfassung und Fazit

Die Ausgangsqualität und die Lagerbedingungen der Milchprodukte haben einen großen Einfluss auf die auftretenden Veränderungen ihres Qualitätszustandes während ihrer Lagerung. Eine einwandfreie mikrobiologische Ausgangsqualität und Kaltlagerung können die Abnahme der Qualität deutlich verlangsamen. Es kann chargenweise aber auch bei unterschiedlichen Herstellern des gleichen Produktes zu Qualitätsunterschieden kommen. Dies zeigt sich in dieser Untersuchung beispielsweise bei der Kaffeestabilität verschiedener Kaffeesahneproben und den Aufschlageigenschaften der Schlagsahne.

In dieser Arbeit sind alle hochoverhitzten oder wärmebehandelten Proben mikrobiologisch einwandfrei. Bei dem Sahnequark zeigen einige Proben einen Befall von Schimmel und Hefen, der direkt von dem Verbraucher optisch wahrnehmbar ist. Die mikrobiologische Qualität ist ausschlaggebend für eine Bildung von Peptiden, die mit einer Gelbildung und bitterem Geschmack in Verbindung stehen. Keines dieser Phänomene kann in dieser Arbeit beobachtet werden. Trotz leichter sensorischer Veränderungen der Produkte im Verlauf der Lagerung, behalten alle Produkte einen annehmbaren Geschmack und es treten keine Fehlgeschmäcker auf.

Viele Reaktionen und Veränderungen, die im Verlauf der Lagerung zu beobachten sind, unterliegen einer Temperaturabhängigkeit. Auch wenn eine Kaltlagerung aus mikrobieller Sicht nicht notwendig ist, kann sie zu einer langsameren Entmischung und Fortschreiten der Maillard-Reaktion und geringeren pH-Veränderungen führen.

Besonders bei der Schlagsahne zeigt sich eine starke Entmischung und Bildung einer ausgeprägten Fettschicht im Kopfraum der Verpackung. Dies hat die Untersuchungsergebnisse vermutlich stark beeinflusst, kann sich auch auf das Aufschlagverhalten und den Geschmack auswirken und ist bei dem Verbraucher unerwünscht. Eine geringe Partikelgröße sorgt für eine Stabilisierung der Emulsion und ein deutlich langsames Aufrahmen.

Die Ergebnisse dieser Arbeit spiegeln nur eine Stichprobe wider und besitzen keine allgemeine Gültigkeit. Die Untersuchung kann zu einer Verbraucheraufklärung beitragen und damit der Lebensmittelverschwendung entgegenwirken. Die Arbeit zeigt, dass die untersuchten Milchprodukte auch deutlich über ihr MHD hinaus verzehrt werden können. Es können Qualitätsverluste auftreten, die nicht das Entsorgen der Produkte erfordern. Dem Verbraucher ist zu empfehlen die Produkte vor dem Verzehr mit seinen Sinnen zu prüfen und sich auf diese zu verlassen.

Literaturverzeichnis

- Abu-Jdayil B. und Mohameed H. (2002): Experimental and modelling studies of the flow properties of concentrated yogurt as affected by the storage time. In: *J FOOD ENG* 52, 359–365.
- Al-Attabi Z., D'Arcy B. R. und Deeth H. C. (2009): Volatile sulphur compounds in UHT milk. In: *CRIT REV FOOD SCI NUTR* 49, 28–47.
- Baltes W. und Matissek R. (2011): Lebensmittelchemie. 7. Auflage. Berlin, Heidelberg: Springer.
- Belitz H.-D., Grosch W. und Schieberle P. (2008): Lehrbuch der Lebensmittelchemie. Mit 634 Tabellen. 6. Auflage. Berlin, Heidelberg: Springer.
- Bleisch G., Langowski H.-C. und Majschak J.-P. (2014): Lexikon Verpackungstechnik. 2. Aufl. Hamburg: Behr.
- Brodziak A., Król, Jolanta, Litwinczuk, Zygmunt, Zaborska A. und Czernecki T. (2017): Effect of storage time under home refrigeration conditions on the quality of opened drinking milk. In: *MLJEKARSTVO*, 283–296.
- Brown F. und Diller K. R. (2008): Calculating the optimum temperature for serving hot beverages. In: *BURNS* 34, 648–654.
- Buchner N. (1999): Verpackung von Lebensmitteln. Lebensmitteltechnologische, verpackungstechnische und mikrobiologische Grundlagen mit 66 Tabellen. Berlin, Heidelberg: Springer Verlag.
- Bylund G. (2015): Dairy processing handbook. 3. Auflage. Lund: Tetra Pak Processing Systems AB.
- Coors U. (2010): Milch, Milchprodukte, Analoge und Speiseeis. In: Frede, Wolfgang (Hg.): Handbuch für Lebensmittelchemiker. Lebensmittel, Bedarfsgegenstände, Kosmetika, Futtermittel. 3. Auflage. Dordrecht: Springer, 527–546.
- Datta N. und Deeth H. C. (2001): Age Gelation of UHT Milk—A Review. In: *FOOD BIOPROD PROCESS* 79, 197–210.
- Datta N. und Deeth H. C. (2003): Diagnosing the cause of proteolysis in UHT milk. In: *LWT - FOOD SCI TECHNOL* 36, 173–182.
- Deeth H. C. (2011): Lipolysis. In: Fuquay, John W.; Fox, Patrick F.; McSweeney, Paul L. H. (Hg.): Encyclopedia of dairy sciences. Amsterdam, London: Elsevier; Academic Press, 1595–1600.
- Deeth H. C. und Datta N. (2011): Ultra-High Temperature Treatment (UHT). Heating systems. In: Fuquay, John W.; Fox, Patrick F.; McSweeney, Paul L. H. (Hg.): Encyclopedia of dairy sciences. Amsterdam, London: Elsevier; Academic Press, 2642–2652.
- DIN (2016): Qualitätsmanagement DIN EN ISO 9000 ff. Stand: Mai 2016. Berlin: Beuth Verlag.
- EG (2004): VO (EG) 853/2004 mit spezifischen Hygienevorschriften für Lebensmittel tierischen Ursprungs Des Europäischen Parlamentes und des Rates vom 29. April 2004. <https://eur-lex.europa.eu/legal-content/DE/TXT/PDF/?uri=CELEX:02004R0853-20081028&from=HU> [2018-10-29].

- Eichler A. (2018): Farbabstände in der industriellen Farbmessung. <https://www.coates.de/snd/farbabstaende.pdf> [2018-10-30].
- Elmadfa I. und Leitzmann C. (2015): Ernährung des Menschen. 5. Auflage. Stuttgart: Ulmer.
- EU (2011): VO (EU) Nr. 1169/2011 Lebensmittelinformationsverordnung vom 25. Oktober 2011.
- Falshaw R., Bixler H. J. und Johndro K. (2001): Structure and performance of commercial kappa-2 carrageenan extracts. I. Structure analysis. In: *FOOD HYDROCOLLOID* 15, 441–452.
- FAO (2011): Codex Standard for Fermented Milks. CODEX STAN-243-2003. In: *CODEX ALIMENTARIUS*, 56–58.
- Fox P. F. (2011): Fat Globules in Milk. In: Fuquay, John W.; Fox, Patrick F.; McSweeney, Paul L. H. (Hg.): Encyclopedia of dairy sciences . Amsterdam, London: Elsevier; Academic Press, 675–679.
- Gaucher I., Mollé D., Gagnaire V. und Gaucheron F. (2008): Effects of storage temperature on physico-chemical characteristics of semi-skimmed UHT milk. In: *FOOD HYDROCOLLOID* 22, 130–143.
- Gaur V., Schalk J. und Anema S. G. (2018): Sedimentation in UHT milk. In: *INT DAIRY J* 78, 92–102.
- Genovese D. B., Lozano J. E. und Rao M. A. (2007): The rheology of colloidal and noncolloidal food dispersions. In: *J FOOD SCI* 72, R11-20.
- Heiss R. und Eichner K. (2002): Haltbarmachen von Lebensmitteln. Chemische, physikalische und mikrobiologische Grundlagen der Qualitätserhaltung. 4. Auflage. Berlin: Springer.
- Heller K. J. und Neve H. (2016): Mikrobiologie. Starter- und Reifungskulturen. In: Märtlbauer, Erwin; Becker, Heinz (Hg.): Milchkunde und Milchhygiene . Stuttgart: Ulmer, 321–338.
- Hoffmann W. (1999): Lagerstabilität von H-Schlagsahne. In: *KIELER MILCHWIRTSCHAFTLICHE FORSCHUNGSBERICHTE* 51, 125–136.
- Hoffmann W. (2011): Cream Products. In: Fuquay, John W.; Fox, Patrick F.; McSweeney, Paul L. H. (Hg.): Encyclopedia of dairy sciences . Amsterdam, London: Elsevier; Academic Press, 920–925.
- Hotchkiss J. H. und Meunier-Goddik L. (2011): Packaging. In: Fuquay, John W.; Fox, Patrick F.; McSweeney, Paul L. H. (Hg.): Encyclopedia of dairy sciences . Amsterdam, London: Elsevier; Academic Press, 2201–2206.
- Kessler H. G. (2002): Food and bio process engineering. Dairy technology; 109 tables. 5. Auflage. München: A. Kessler.
- Klostermeyer H. (2004): Konsummilch und Milcherzeugnisse. In: Heiss, Rudolf (Hg.): Lebensmitteltechnologie. Biotechnologische, chemische, mechanische und thermische Verfahren der Lebensmittelverarbeitung. 6. Auflage . Berlin: Springer.
- Kováčová R., Štětina J. und Čurda L. (2010): Influence of processing and κ -carrageenan on properties of whipping cream. In: *J FOOD ENG* 99, 471–478.
- Kranert M., Hafner G., Barabosz J., Schneider F., Lebersorger D. S., Scherhauser S., Schuller H. und Leverenz D. (2012): Ermittlung der weggeworfenen Lebensmittelmengen und Ermittlung der weggeworfenen Lebensmittelmengen und Vorschläge zur

- Verminderung der Wegwerfrate bei Lebensmitteln in Deutschland. Universität Stuttgart Institut für Siedlungswasserbau, Wassergüte- und Abfallwirtschaft, Bundesministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Verbraucherschutz.
- Long Z., Zhao M., Zhao Q., Yang B. und Liu L. (2012): Effect of homogenisation and storage time on surface and rheology properties of whipping cream. In: *FOOD CHEM* 131, 748–753.
- Lübbe E. (2013): Farbempfindung, Farbbeschreibung und Farbmessung. Wiesbaden: Springer Fachmedien.
- Lucey J. A. (2004): Cultured dairy products: an overview of their gelation and texture properties. In: *INT J DAIRY TECH* 57, 77–84.
- Malmgren B., Ardö Y., Langton M., Altskär A., Bremer M. G.E.G., Dejmek P. und Paulsson M. (2017): Changes in proteins, physical stability and structure in directly heated UHT milk during storage at different temperatures. In: *INT DAIRY J* 71, 60–75.
- Malvern (2008): Zetasizer nano series user manual. Worcestershire, UK: Malvern Instruments Ltd.
- Mani-López E., Palou E. und López-Malo A. (2014): Probiotic viability and storage stability of yogurts and fermented milks prepared with several mixtures of lactic acid bacteria. In: *J DAIRY SCI* 97, 2578–2590.
- Max Rubner-Institut (2018): Aktueller Wissensstand zur Haltbarkeit von Lebensmitteln. Ergebnisbericht.
- Meilgaard M., Civille G. V. und Carr B. T. (2007): Sensory evaluation techniques. 4. Auflage. Boca Raton: Taylor & Francis.
- Mezger T. (2000): Das Rheologie-Handbuch. Für Anwender von Rotations- und Oszillations-Rheometern. Hannover: Vincentz.
- MilchErzV: Verordnung über Milcherzeugnisse vom 15. Juli 1970 (BGBl. I S. 1150), zuletzt geändert am 5. Juli 2017 (BGBl. I S. 2272). <https://www.gesetze-im-internet.de/milchv/BJNR011500970.html> [2018-10-29].
- MilchGüV: Verordnung über die Güteprüfung und Bezahlung der Anlieferungsmilch (Milch-Güteverordnung) vom 9. Juli 1980 (BGBl. I S. 878, 1081), zuletzt geändert durch Art. 1 V v. 17.12.2010 (BGBl. I S. 2132). https://www.gesetze-im-internet.de/milchg_v/MilchG%C3%BCV.pdf [2019-02-05].
- O'Brien N. M. und O'Connor T. P. (2011): Lipid Oxidation. In: Fuquay, John W.; Fox, Patrick F.; McSweeney, Paul L. H. (Hg.): Encyclopedia of dairy sciences . Amsterdam, London: Elsevier; Academic Press, 716-720.
- Raeuber H.-J. und Spreer E. (2010): Milchbearbeitung und -verarbeitung. In: Tscheuschner, Horst-Dieter (Hg.): Grundzüge der Lebensmitteltechnik. 3. Auflage . Hamburg: Behrs Verlag, 517–534.
- Rao M. A. (2014): Introduction: Food Rheology and Structure. In: Rao, M. Anandha (Hg.): Rheology of Fluid, Semisolid, and Solid Foods. Principles and Applications. 3. Auflage . Boston, MA: Springer US, 1–26.
- Richards M., Buys E. M. und Kock H. L. de (2016): Survival analysis, consumer perception and physico-chemical analysis of low fat UHT milk stored for different time periods. In: *INT DAIRY J* 57, 56–61.

- Römpp online Lexikon (2018): Rheologie. Herausgegeben von Georg Thieme Verlag.
<https://roempp.thieme.de/roempp4.0/do/data/RD-18-01213> [2018-12-13].
- Rosenbauer J. (2011): Save Food Studie Das Wegwerfen von Lebensmitteln- Einstellungen und Verhaltensmuster. Quantitative Studie in deutschen Privathaushalten.
- Runge G. (2018): Qualitätsmanagement- Milch sichert Märkte.
<https://milchindustrie.de/qualitaetsmanagement-milch-sichert-maerkte/> [2019-01-17].
- Sahan N., Yasar K. und Hayaloglu A. A. (2008): Physical, chemical and flavour quality of non-fat yogurt as affected by a β -glucan hydrocolloidal composite during storage. In: *FOOD HYDROCOLLOID* 22, 1291–1297.
- Sahm H., Antranikian G., Stahmann K.-P. und Takors R. (2013): Industrielle Mikrobiologie. 1 Auflage. Berlin Heidelberg: Springer Verlag.
- Schuchmann H. P. und Schuchmann H. (2005): Milch und Milchprodukte. In: Schuchmann, H. P.; Schuchmann, H. (Hg.): Lebensmittelverfahrenstechnik. Rohstoffe, Prozesse, Produkte . Weinheim: Wiley-VCH, 19–34.
- Schütz V., Lehnert S. und Nüssel M. (2013): Die wichtigsten Begriffe und Entwicklungen. In: Petersen, Brigitte; Bruckner, Stefanie (Hg.): Qualitätsmanagement in der Agrar- und Ernährungswirtschaft. 1. Auflage . Düsseldorf: Symposion Publ.
- Statista (2018): Konsum von Milch und Milchprodukten in Deutschland.
<https://de.statista.com/statistik/studie/id/11867/dokument/milch-statista-dossier/>.
- Stoeckel M., Lidolt M., Achberger V., Glück C., Krewinkel M., Stressler T., Neubeck M. von, Wenning M., Scherer S., Fischer L. und Hinrichs J. (2016a): Growth of *Pseudomonas weihenstephanensis*, *Pseudomonas proteolytica* and *Pseudomonas* sp. in raw milk. Impact of residual heat-stable enzyme activity on stability of UHT milk during shelf-life. In: *INT DAIRY J* 59, 20–28.
- Stoeckel M., Lidolt M., Stressler T., Fischer L., Wenning M. und Hinrichs J. (2016b): Heat stability of indigenous milk plasmin and proteases from *Pseudomonas*. A challenge in the production of ultra-high temperature milk products. In: *INT DAIRY J* 61, 250–261.
- Sunds A. V., Rauh V. M., Sørensen J. und Larsen L. B. (2018): Maillard reaction progress in UHT milk during storage at different temperature levels and cycles. In: *INT DAIRY J* 77, 56–64.
- Tetra Pak (2018): Verpackungsmaterial für Tetra Pak-Kartonverpackungen.
<https://www.tetrapak.com/de/packaging/materials> [2018-09-14].
- Valero E., Villamiel M., Miralles B., Sanz J. und Martínez-Castro I. (2001): Changes in flavour and volatile components during storage of whole and skimmed UHT milk. In: *FOOD CHEM* 72, 51–58.
- VDLUFA (2000): Physikalische Prüfmerkmale von Milch und Milcherzeugnissen, Physikalische Prüfung von Schlagsahne, 5. Ergänzung 2000. In: Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten, VDLUFA (Hg.): Handbuch der landwirtschaftlichen Versuchs- und Untersuchungsmethodik. 1. Auflage . Darmstadt: VDLUFA-Verlag.
- Vélez-Ruiz J. F. und Barbosa-Cánovas G. V. (1998): Rheological Properties of Concentrated Milk as a Function of Concentration, Temperature and Storage Time. In: *J FOOD ENG*, 177–190.

- Vickovic D. (2017): Examination of the physical, sensory and microbiological quality of selected milk products stored longer than minimum durability date (MDD). Master thesis. Technical University of Denmark, Kopenhagen.
- Voerste A. (2009): Lebensmittelsicherheit und Wettbewerb in der Distribution. Rahmenbedingungen, Marktprozesse und Gestaltungsansätze, dargestellt am Beispiel der BSE-Krise. FernUniv., Diss., Hagen.
- Völz H. G. (2008): Industrielle Farbprüfung. Hoboken: Wiley-VCH.
- Walstra P., Wouters J. T. M. und Geurts T. J. (2006): Dairy science and technology. 2. Auflage. Boca Raton: CRC Press.
- Wisotop (2018): L*a*b* Farben vergleichen und Farbabstand. <https://wisotop.de/farbabstand-farben-vergleichen.php> [2018-12-04].
- ZZulV: Verordnung über die Zulassung von Zusatzstoffen zu Lebensmitteln zu technologischen Zwecken vom 29. Januar 1998, zuletzt geändert am 05. Juli 2017. https://www.gesetze-im-internet.de/zzulv_1998/ZZulV.pdf [2018-10-29].

Anhang

H-Milch Triangeltest	
PrüferIn Name, Vorname: _____	Datum: <div style="border: 1px solid black; width: 100px; height: 20px; display: inline-block;"></div>
Proben-Nummer: _____	Abweichende Probe: _____
Proben-Nummer: _____	
Proben-Nummer: _____	
Bemerkungen: _____	

Abb. 17: Prüfbogen für den Dreieckstest von H-Milch.

PrüferIn Name, Vorname:				Datum:			
H-Milch Profilprüfung - Proben Nummer:							
Aussehen	Intensität	Geruch	Intensität	Geschmack	Intensität	Konsistenz	Intensität
weiß/milchtypisch		süß		süß		flüssig	
gelblich		sauer		kochig		glatt	
homogen		typisch/frisch		fruchtig		faulig	
leer/wässrig		schweißig/Stallgeruch		voll/milchtypisch			
		brandig/kochig		fettig/sahnig			
		faulig		bitter			
		Gesamtintensität		faulig			
		Fremdgeruch *		Gesamtintensität			
				Fremdgeschmack *			
Anmerkungen:		* Fremdgeruch - bitte charakterisieren:					
		* Fremdgeschmack - bitte charakterisieren:					
Intensität:		0 = nicht erkennbar, 1 = schwach erkennbar, 2 = deutlich erkennbar, 3 = stark erkennbar					
H-Milch Profilprüfung - Proben Nummer:							
Aussehen	Intensität	Geruch	Intensität	Geschmack	Intensität	Konsistenz	Intensität
weiß/milchtypisch		süß		süß		flüssig	
gelblich		sauer		kochig		glatt	
homogen		typisch/frisch		fruchtig		faulig	
leer/wässrig		schweißig/Stallgeruch		voll/milchtypisch			
		brandig/kochig		fettig/sahnig			
		faulig		bitter			
		Gesamtintensität		faulig			
		Fremdgeruch *		Gesamtintensität			
				Fremdgeschmack *			
Anmerkungen:		* Fremdgeruch - bitte charakterisieren:					
		* Fremdgeschmack - bitte charakterisieren:					
Intensität:		0 = nicht erkennbar, 1 = schwach erkennbar, 2 = deutlich erkennbar, 3 = stark erkennbar					

Abb. 18: Prüfbogen für die Profilprüfung von H-Milch.

Tab. 18: Dreiecksprüfung-Signifikanztabelle nach Meilgaard et al. 2007.

Dreiecksprüfung- Signifikanztabelle: Prüfung auf Unterschied

Minimale Anzahl richtiger Antworten um zu schließen, dass ein signifikanter Unterschied auf einem α -Level existiert. Der Schluss es existiert "kein Unterschied" muss abgelehnt werden, wenn die Anzahl richtiger Antworten größer oder gleich der Zahl in der Tabelle ist.

Anzahl Prüfer oder Prüfungen n	Mindestzahl richtiger Urteile bei einem Signifikanzniveau von				
	= 0,20	=0,10	= 0,05	= 0,01	=0,001
6	4	5	5	6	-
7	4	5	5	6	7
8	5	5	6	7	8
9	5	6	6	7	8
10	6	6	7	8	9
11	6	7	7	8	10
12	6	7	8	9	10
13	7	8	8	9	11
14	7	8	9	10	11
15	8	8	9	10	12
16	8	9	9	11	12
17	8	9	10	11	13
18	9	10	10	12	13
19	9	10	11	12	14
20	9	10	11	13	14
21	10	11	12	13	15
22	10	11	12	14	15
23	11	12	12	14	16
24	11	12	13	15	16
25	11	12	13	15	17

Sensory Evaluation Techniques. (Meilgaard et al. 2007)

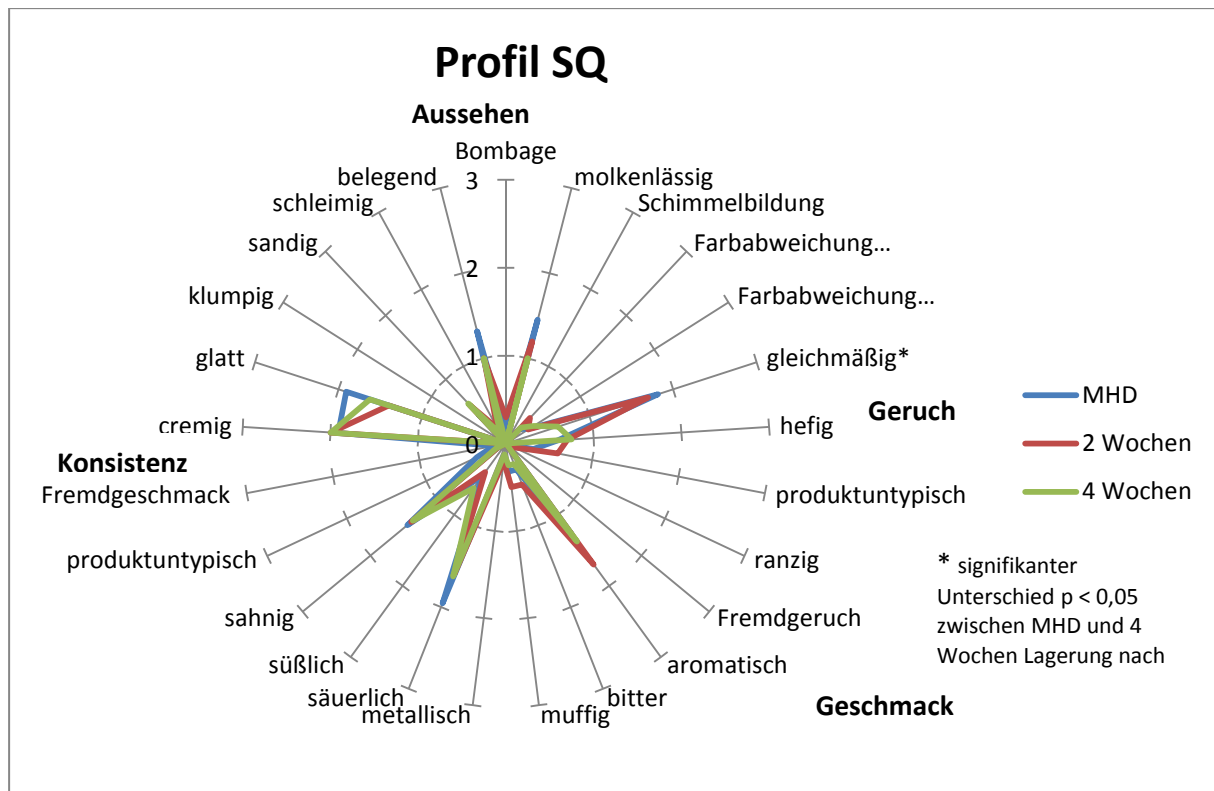


Abb. 19: Ergebnis der Profilprüfung des Sahnequarks zum MHD, nach 2 Wochen und 4 Wochen Lagerung dargestellt als mittlere Intensitäten.

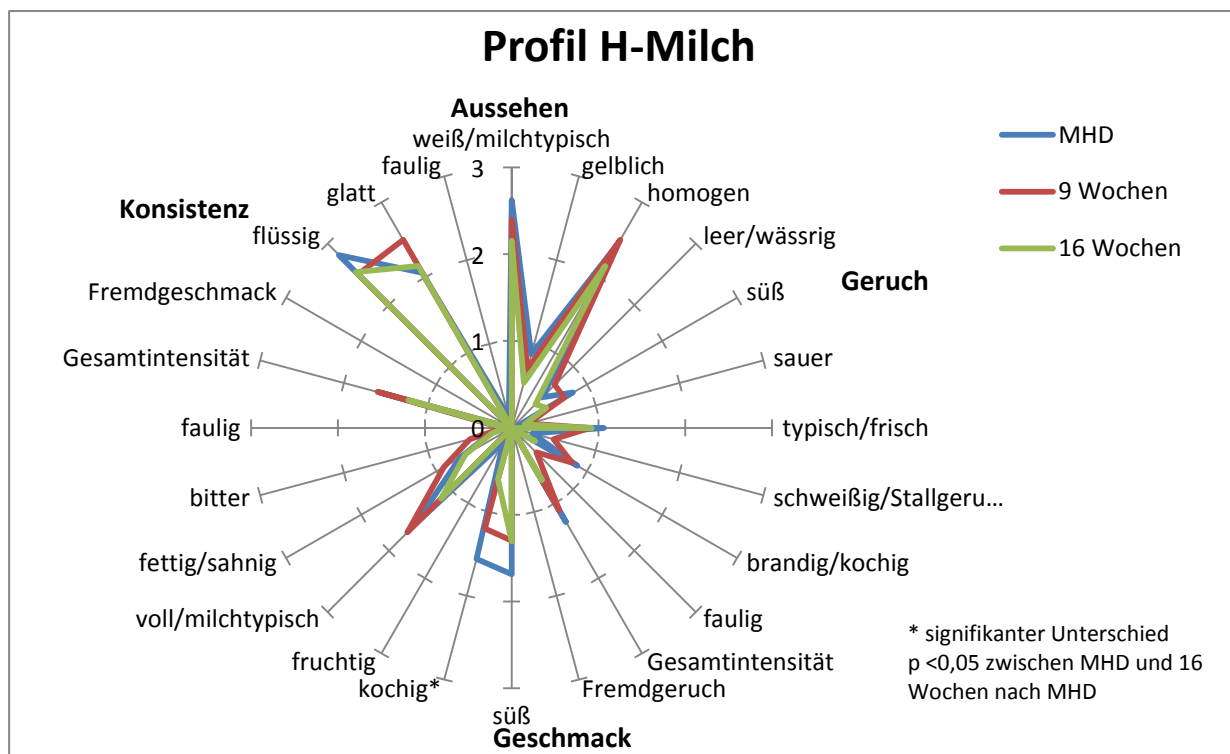


Abb. 20: Ergebnis der Profilprüfung der H-Milch zum MHD, nach 9 Wochen und 16 Wochen Lagerung dargestellt als mittlere Intensitäten.

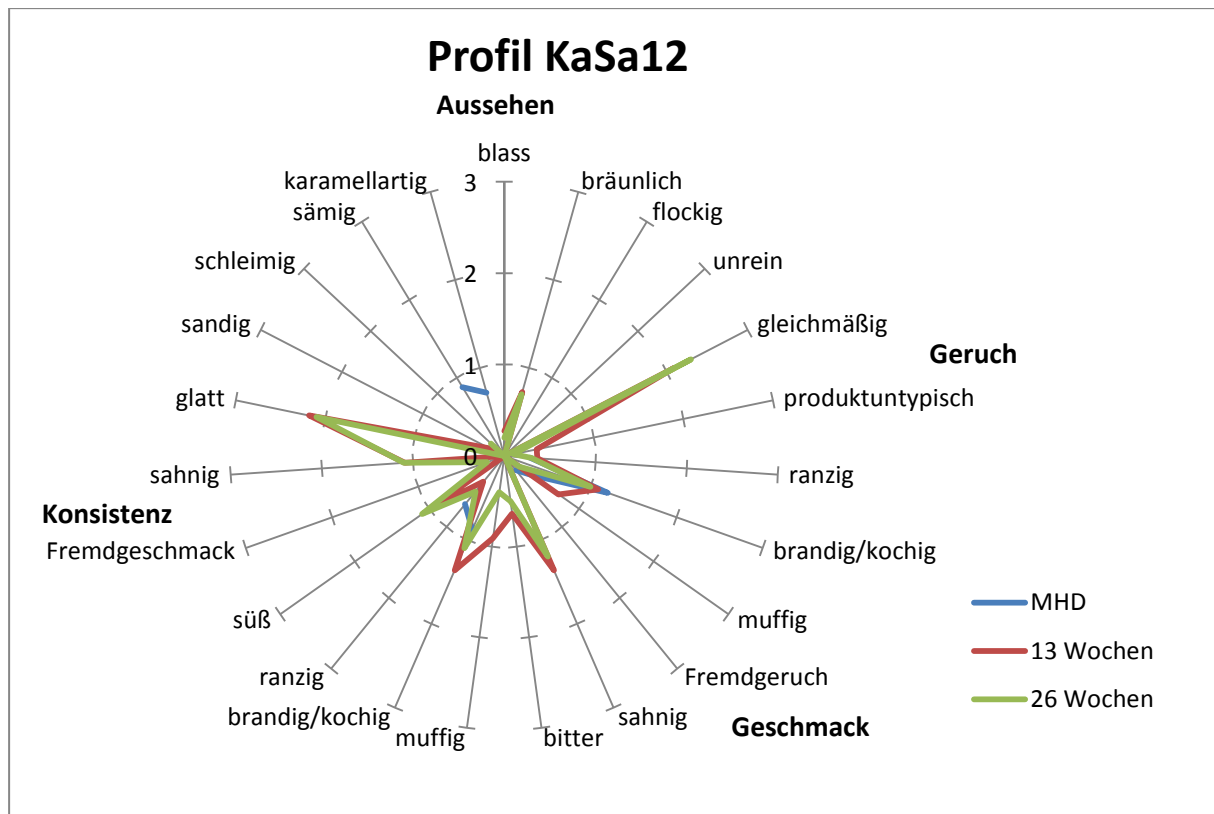


Abb. 21: Ergebnis der Profilprüfung der KaSa12 zum MHD, nach 13 Wochen und 26 Wochen Lagerung dargestellt als mittlere Intensitäten.

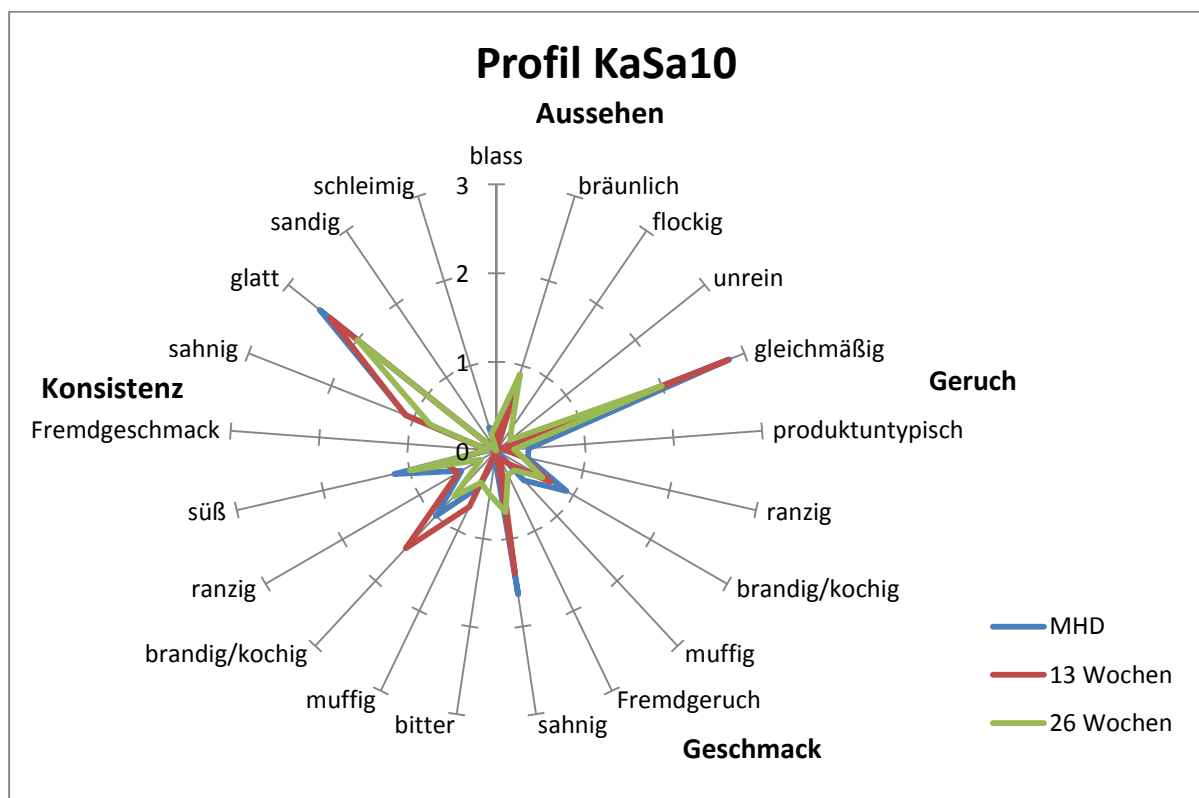


Abb. 22: Ergebnis der Profilprüfung der KaSa10 zum MHD, nach 13 Wochen und 26 Wochen Lagerung dargestellt als mittlere Intensitäten.

Schl1 1-5

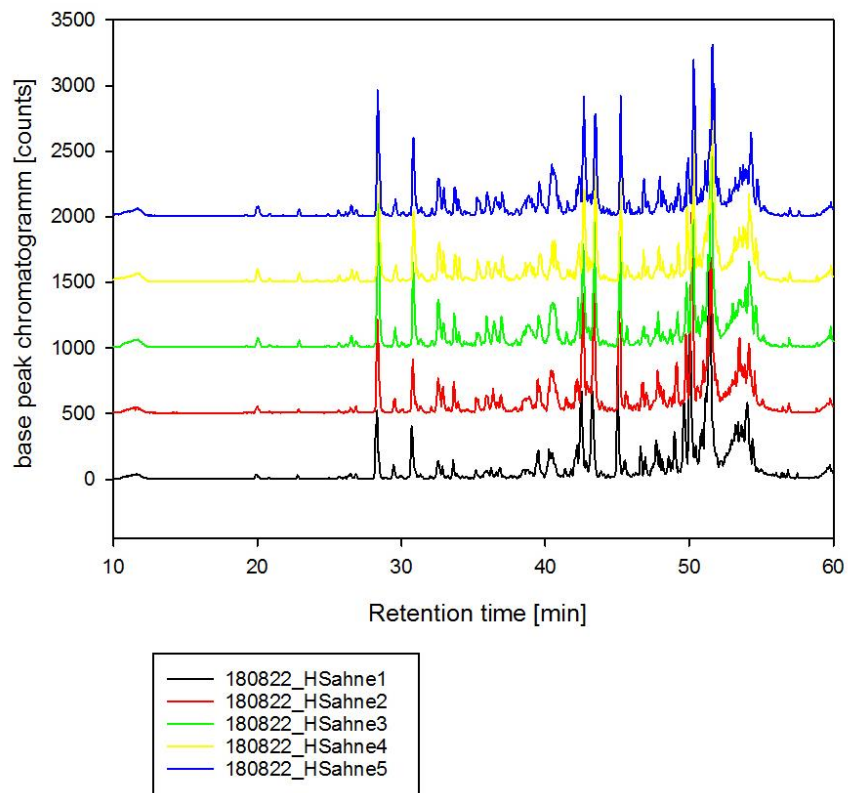


Abb. 23: Fünffachbestimmung des Peptidprofils der Schl1.

Schl1

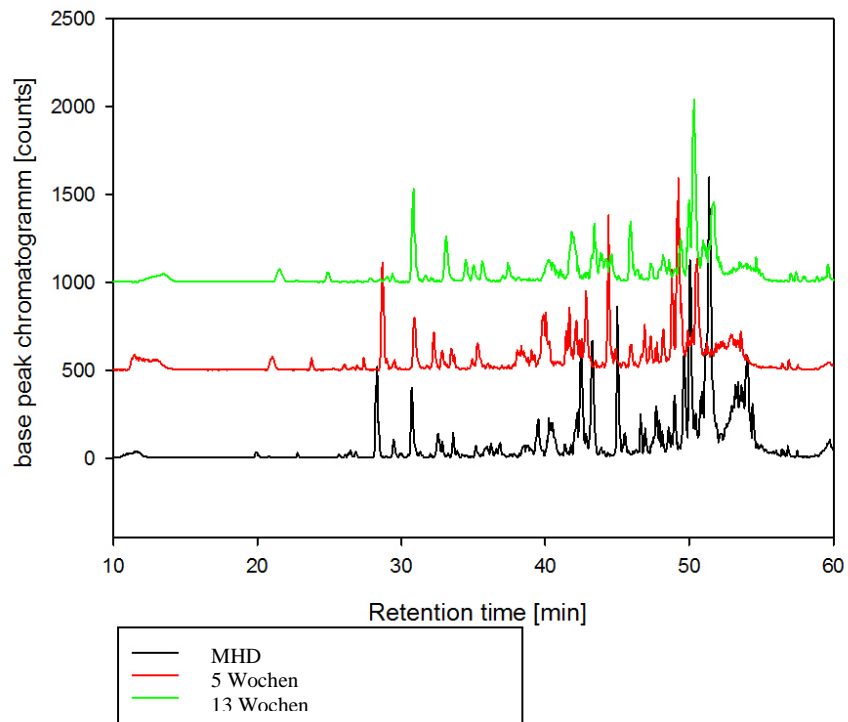


Abb. 24: Peptidprofil der Schl1 zum MHD, nach 5 Wochen und 13 Wochen Lagerung.

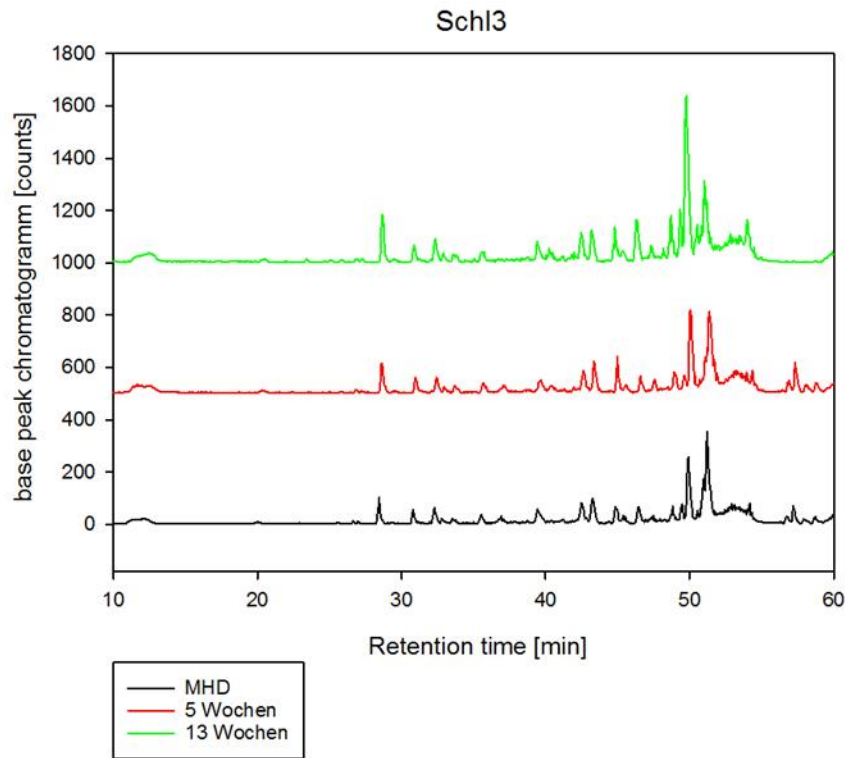


Abb. 25: Peptidprofil der Schl3 zum MHD, nach 5 Wochen und 13 Wochen Lagerung.

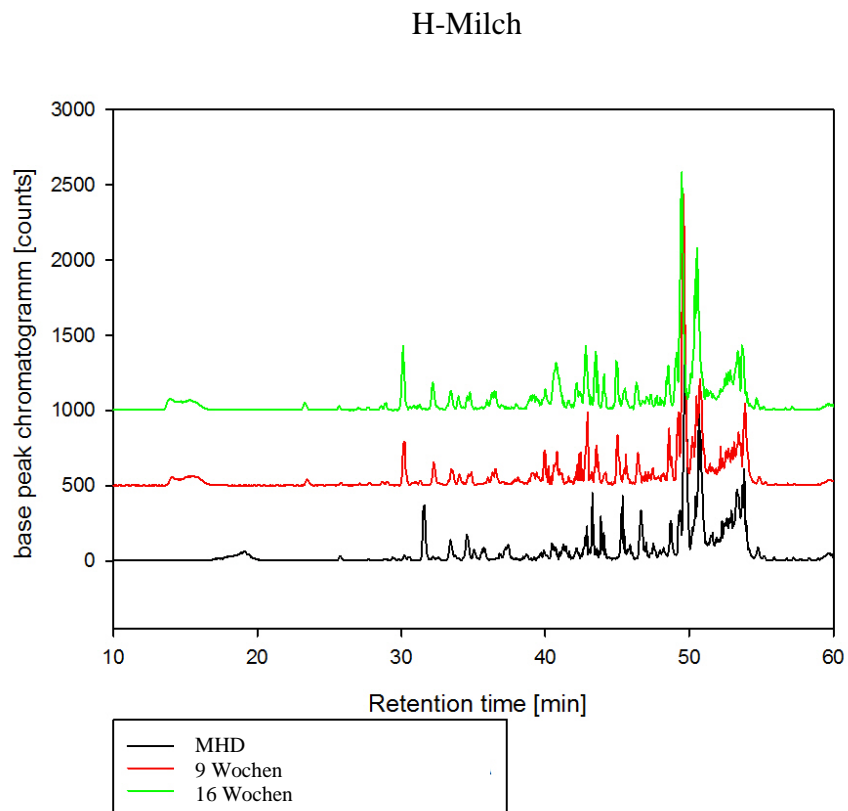


Abb. 26: Peptidprofil der H-Milch zum MHD, nach 9 Wochen und 16 Wochen Lagerung.