



# Hitzebelastung von Pastmilch

Pius EBERHARD, Walter STRAHM und Peter U. GALLMANN, Eidgenössische Forschungsanstalt für Milchwirtschaft, Liebefeld (FAM), CH-3097 Liebefeld-Bern

**Die thermische Belastung von Konsummilch wird mittels «Hitzeindikatoren» nachgewiesen. Der Pasteurisationsprozess konnte bis anhin mit der Aktivität bestimmter Milchenzyme (Phosphatase und Peroxidase) überprüft werden. Die Bestimmung des  $\beta$ -Lactoglobulin erlaubt eine zusätzliche und quantitative Beurteilung der erfolgten thermischen Belastung. Einflussfaktoren auf die  $\beta$ -Lactoglobulin-Werte sind das Verfahren, die Pasteurisationstemperatur und die Heisshaltezeit. Zusätzlich hat sich in diesen Untersuchungen die Homogenisation als zu beachtende Einflussgrösse erwiesen.**

## Begriffe

### Phosphatase

Ein Enzym der Rohmilch, welches bei der Pasteurisation vollständig inaktiviert wird.

### Peroxidase

Ein Enzym der Rohmilch, welches bei der Pasteurisation nicht vollständig inaktiviert wird.

### $\beta$ -Lactoglobulin

Temperaturempfindliches Molkenprotein, Gehalt in der Rohmilch zwischen 3500 und 3800 mg/l.

verschiedenen Milchen aus der ganzen Schweiz zeigten, dass die Erhitzungsart und die Homogenisation im Grenzbereich von 2600 mg/l  $\beta$ -Lactoglobulin das Messergebnis beeinflussen können. Das Ziel der vorliegenden Untersuchungen bestand darin, den Einfluss der Erhitzungsart (Chargen- bzw. kontinuierliche Erhitzung) und der Homogenisation im Temperaturbereich der Peroxidase-Inaktivierung zu quantifizieren.

## Einfluss der Pasteurisation

Für die Denaturierung von  $\beta$ -Lactoglobulin sind die Verweilzeiten im kriti-

schon Temperaturbereich entscheidend. Gegenüber der Pasteurisation im kontinuierlichen Verfahren sind im Batch-Verfahren die Aufheiz- und Abkühlzeiten verlängert. Dies wirkt sich bei Temperaturen über 75 °C deutlich aus, indem die längeren Verweilzeiten über 75 °C beim Batch-Verfahren auch ohne Heisshaltung auf der Pasteurisationstemperatur zu einer stärkeren Denaturierung der Molkenproteine führen (Abb. 2 und 3). Dadurch ist auch die Nichtlinearität der Denaturierungskurve beim Batch-Verfahren erklärbar.

Ohne Homogenisation resultierten sowohl im Batch- wie auch im kontinuierlichen Verfahren bis zur Pasteurisationstemperatur 78 °C  $\beta$ -Lactoglobulin-Werte über 3000 mg/l. Selbst nach der Pasteurisation mit 81 °C wies die nicht homogenisierte Milch (Peroxidase-negativ) noch deutlich über 2600 mg/l  $\beta$ -Lactoglobulin auf. Die Homogenisation senkte die  $\beta$ -Lactoglobulin-Werte um 200 bis 500 mg/l (Abb. 3). Mit steigender Temperatur nahm die Differenz zwischen nichthomogenisierter und homogenisierter

Um eine übermässige Erhitzung zu verhindern, muss Pastmilch gemäss der EU-Richtlinie 92/46 Peroxidase-positiv sein. Die Peroxidase wird unter üblichen Pasteurisationsbedingungen bei 78 bis 80 °C inaktiviert. Der Nachweis der Peroxidase dient somit als oberer Grenzwert für die thermische Belastung der Pastmilch. Die  $\beta$ -Lactoglobulin-Bestimmung ist ein Zusatzkriterium, mit welchem die thermische Belastung von Pastmilch zuverlässig beurteilt werden kann. Im Rahmen der internationalen Harmonisierung der Produkthanforderungen wird die Einführung eines unteren Grenzwertes für Pastmilch von 2600 beziehungsweise 3000 mg  $\beta$ -Lactoglobulin pro Liter vorgeschlagen (Schlimme et al. 1994). In diesem Bereich wird normalerweise auch die Peroxidase inaktiviert. Untersuchungen von zwölf

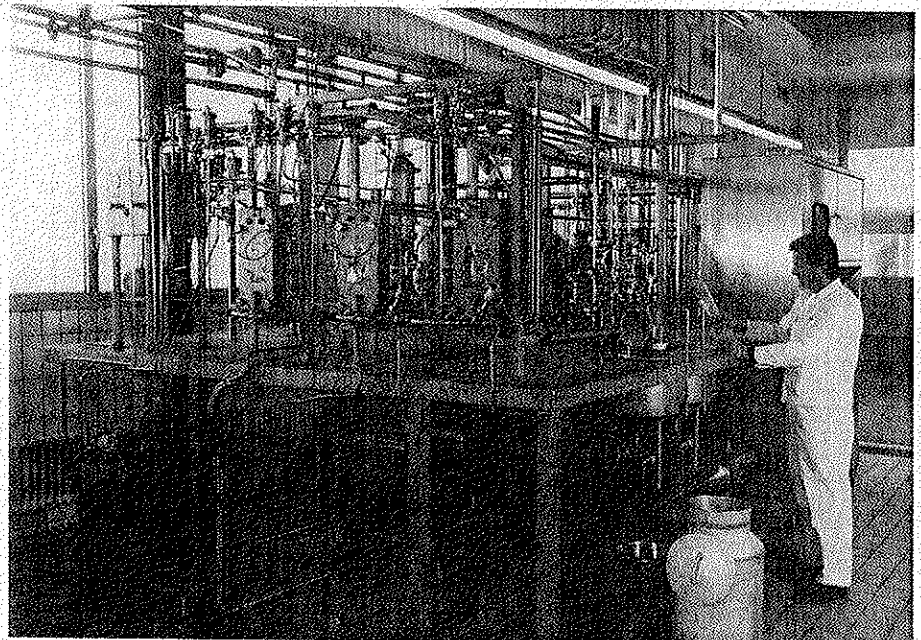


Abb. 1. Versuchsanlage für alle Hitzebehandlungsarten (Leistung: 150 l/h).

## Versuche

Rohmilch aus einer Milchsammelstelle mit durchwegs normalen Gehalten wurde während 24 h bei 4 °C gelagert (Tab. 1). Die anschliessende Batch-Pasteurisation (nicht kontinuierlich) erfolgte in einem Mehrzweckerhitzer in Chargen zu 20 Liter. Die kontinuierliche Pasteurisation wurde mit einer Pilotanlage (Plattenwärmetauscher, 150 l/h) durchgeführt.

Die Bedingungen bei den verschiedenen Pasteurisations-Varianten sind in Tabelle 2 zusammengestellt. In einer 1. Versuchsserie (1A, 1B, 1C) wurde das Schwergewicht auf den Einfluss des Erhitzungsverfahrens und der Pasteurisationstemperatur gelegt. Die Homogenisation erfolgte in dieser Serie auf der jeweiligen Pasteurisationstemperatur mit konstantem Druck von 120 bar. Die 2. Versuchsserie diente der Beurteilung des Homogenisierens. Hier war der Homogenisationsdruck die einzige variable Grösse.

## Untersuchungsmethoden

- Peroxidase qualitativ nach Töpel (1976)
- Peroxidase quantitativ: Enzymatische Methode nach Wüthrich *et al.* (1964), modifizierte FAM-Methode ME103010.211
- $\beta$ -Lactoglobulin: HPLC-Methode nach Resmini: Provisorischer Standard ISO/CD 13875 (1993)
- Total Stickstoff (TN) und Nichtcasein-Stickstoff (NCN): Nach Schweiz. Lebensmittelbuch
- Fettgehalt und Homogenisationsgrad: Nach Schweiz. Lebensmittelbuch
- Gefrierpunktdifferenz (GPD): IDF-Standard (Bosset und Rüegg 1984)
- Teilchengrößenverteilung: Coulter LS Particle Size (Luginbühl 1993)

**Tab. 1. Beschreibung der Versuchsvarianten**

Versuchsreihe	Produkt	Verfahren	Pasteurisation*	Homogenisation	
				Temperatur	Druck
1A	Vollmilch	Batch	72; 75; 78; 81 °C	-	-
1B	Vollmilch	kontinuierlich	72; 75; 78; 81 °C	-	-
1C	Vollmilch	kontinuierlich	72; 75; 78; 81 °C	72; 75; 78; 81 °C	120 bar
2A	Magermilch	kontinuierlich	75 °C	65 °C	0; 60; 120; 180 bar
2B	Vollmilch	kontinuierlich	75 °C	65 °C	0; 60; 120; 180 bar

\* Batch-Verfahren ohne Heisshaltung; kontinuierliches Verfahren mit 16 s Heisshaltung

**Tab. 2. Charakteristik der Rohmilch** (1. Versuchsserie; n = 4)

Untersuchung	Einheit	Mittelwert	Standardabweichung
Fett	g/kg	41,5	1,6
Total Stickstoff (TN)	mmol/kg	360	8
Nichtcasein Stickstoff (NCN)	mmol/kg	86	3
Gefrierpunktdpression (GPD)	°C	-0,525	0,001
$\beta$ -Lactoglobulin	mg/l	3776	16
Peroxidase	IU/l	1290	104

ter Milch zu. Beim kontinuierlichen Verfahren war die Streuung der Einzelwerte kleiner als beim Batch-Verfahren. Die exakten kontrollierbaren Erhitzungsbedingungen dürften dafür verantwortlich sein.

## Peroxidase-positiv bei weniger als 78 °C

Unter den eingesetzten Erhitzungsbedingungen waren gemäss qualitativer Bestimmung sämtliche Proben bis 75 °C Per-

oxidase-positiv. Bei der Pasteurisation mit 78 °C war die im Batch-Verfahren pasteurisierte Milch in drei von vier Fällen noch Peroxidase-positiv. Höhere Pasteurisationstemperaturen führten zu einer negativen Peroxidase-Reaktion. Den praktisch identischen Befund ergab die kontinuierliche Pasteurisation ohne Homogenisation. Die mit 78 °C pasteurisierte und homogenisierte Milch war hingegen durchwegs Peroxidase-negativ. Die quantitative enzymatische Bestimmung der Peroxidase bestätigte diese Befunde weitgehend (Abb. 4). Einzig beim kontinuierlichen Verfahren war in einzelnen Fällen noch eine geringe Restaktivität nachzuweisen. Wird, wie vorgesehen, als oberer Grenzwert für die Pasteurisation eine positive Peroxidase-Reaktion vorausgesetzt, so muss im Batch-Verfahren mit Temperaturen kleiner als 78 °C pasteurisiert werden. Die Inaktivierungskurve der Lactoperoxidase zeigt, dass das Enzym theoretisch bei 16 Sekunden Haltezeit mit einer Pasteurisationstemperatur von 78,7 °C vollständig inaktiviert wird (Abb. 5). In der Praxis ist jedoch der gesamte Zeit-/Temperaturverlauf zu berücksichtigen. Die Aufheiz- und Abkühlphasen verlängern die effektive Heisshaltezeit. Für die vorliegenden Versuche wurde anlage-spezifisch unter Berücksichtigung des Volumenstromes ein Effekt berechnet, welcher einer zusätzlichen Heisshaltezeit von 13,4 s entspricht. Bei einer gesamten Heisshaltung von 29,4 s (16 s + 13,4 s) wird die Peroxidase gemäss Inaktivierungskurve schon bei 77,3 °C inaktiviert. Kleine Unterschiede gegenüber der Inaktivierungskurve können im Grenzbereich durch unterschiedliche Verfahren und abweichende Bestimmungsmethoden für die Peroxidase entstehen. Dies ist auch ein Grund dafür, dass zusätzliche Kriterien, wie zum Beispiel der  $\beta$ -Lactoglobulin-Wert zur Charakterisierung einer Hitzebehandlung eingesetzt werden.

## Homogenisationsdruck und Teilchengrösse

Der Einfluss der Homogenisation wurde bei vier Druckstufen an Magermilch und Vollmilch geprüft. Die Kennzahlen der Rohmilch sind aus Tabelle 3 ersichtlich. Die Homogenisationstemperatur betrug 65 °C und die Pasteurisationstemperatur 78 °C (Tab. 1). Der Homogenisationsgrad der Vollmilch zeigte die erwartete Abhängigkeit vom eingesetzten Homogenisationsdruck (Tab. 4). Auch ohne eingestell-

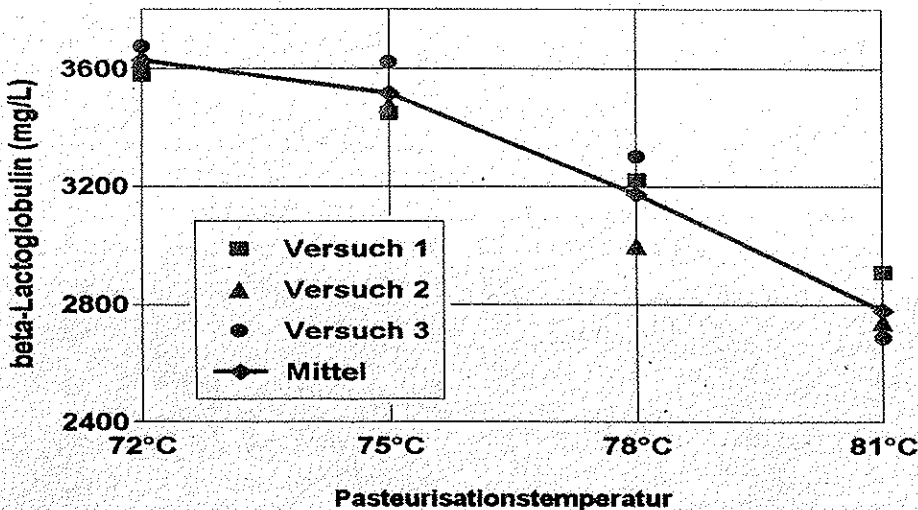


Abb. 2.  $\beta$ -Lactoglobulin bei Pasteurisation im Batch-Verfahren ohne Homogenisation (Mittelwert und Einzelwerte aus 3 Versuchen).

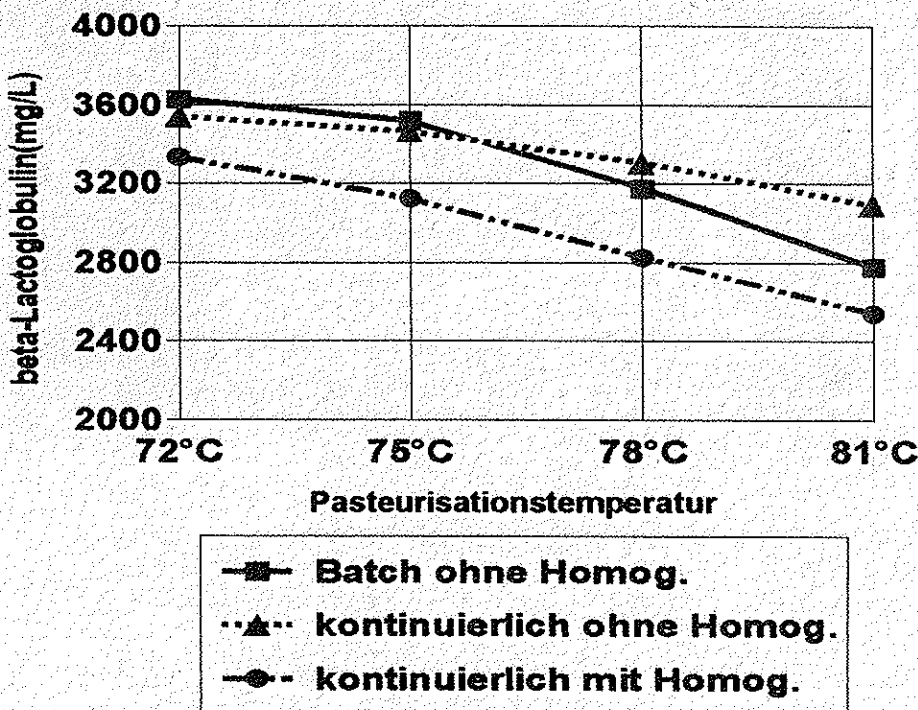


Abb. 3. Vergleich des  $\beta$ -Lactoglobulin-Gehaltes bei Pasteurisation im Batch-Verfahren sowie im kontinuierlichen Verfahren ohne beziehungsweise mit Homogenisation (Mittelwerte (n=3)).

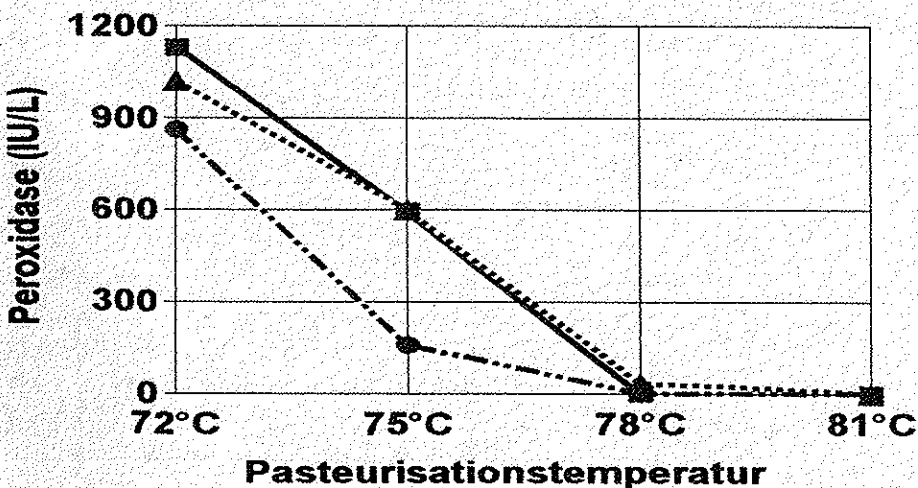


Abb. 4. Peroxidase (quantitativ) in Abhängigkeit des Verfahrens und der Pasteurisationstemperatur (Legende siehe Abb. 3).

ten Homogenisationsdruck (Variante 0 bar) wurde in der Anlage ein Druck von ca. 15 bar erzeugt. In den vorliegenden Untersuchungen wurde die Teilchengröße durch den Mittel- und «Mode»-Wert charakterisiert. Während der Mittelwert den berechneten mittleren Durchmesser zeigt, gibt der «Mode»-Wert die häufigste Grösse der Partikel wieder. Bis 120 bar Druck ist der Mittelwert grösser als der «Mode»-Wert. Bei höherem Druck (180 bar) werden zwar die meisten Fettkügelchen weiter verkleinert («Mode»-Wert). Der Mittelwert sinkt jedoch nicht entsprechend, weil einige grössere Restpartikel den Wert wesentlich beeinflussen. Der Mittelwert korreliert somit natürlich besser mit dem Homogenisationsgrad, bei welchem die Aufrahmungstendenz bestimmt wird.

Die rohe Magermilch wies im Mittel 3766 mg/l lösliches  $\beta$ -Lactoglobulin auf. Die Pasteurisation (78 °C; 30 s) ohne Homogenisation senkte die  $\beta$ -Lactoglobulin-Werte um 5 bis 10%. Die Homogenisation mit 180 bar Druck hatte auf den  $\beta$ -Lactoglobulin-Gehalt der Magermilch keinen signifikanten Einfluss (Abb. 6). Bei der Vollmilch war hingegen eine klare Abhängigkeit des bestimmten  $\beta$ -Lactoglobulins vom Homogenisationsdruck festzustellen. Ein Druck von 180 bar hatte gegenüber der Variante ohne Homogenisation einen um über 500 mg/l tieferen Wert zur Folge. In der Praxis genügen 90 bis 100 bar Druck, um während der befristeten Haltbarkeit das Aufrahmen der Pastmilch zu verhindern. Dadurch ist, unabhängig von der temperaturbedingten Denaturierung, mit einem um ca. 300 mg/l tieferen  $\beta$ -Lactoglobulin-Wert zu rechnen.

Die  $\beta$ -Lactoglobulin-Werte waren nach der Lagerung (1 Woche 4 °C) stabil. Die  $\beta$ -Lactoglobulin-Anlagerung an die durch die Homogenisation freigelegte Fettoberfläche ist folglich innerhalb dieser Zeitspanne nicht reversibel.

#### LITERATUR

Bosset J.O. und Rüegg M., 1984. Einfluss der thermischen Behandlung, der Entgasung und der Lagerung auf den Gefrierpunkt und die Dichte der Milch. *Alimenta* 23, 163-170.

Gallmann P., 1994. Erhitzungsarten definieren. *Schweiz. Milchztg.* 120 (26), 4.

Luginbühl W., 1993. Qualität kann man messen! *Schweiz. Milchztg.* 119 (38), 5.

**Tab. 3. Charakteristik der eingesetzten Rohmilch (2. Versuchsserie, n = 4)**

Parameter	Einheit	Magermilch	Vollmilch
Fett	g/kg	0,46	40,65
Gefrierpunktdifferenz	°C	-0,522	-0,525
β-Lactoglobulin	mg/l	3766	3604
Peroxidase	IU/l	1665	1635
Partikelgrösse	µm	n.b.	3,995

n.b. = nicht bestimmt

**Tab. 4. Einfluss des Homogenisationsdruckes auf den Homogenisationsgrad und die Partikelgrösse (n = 4)**

Milchprobe	Homogenisationsgrad (%)	Partikelgrösse («Mode»; µm)	Partikelgrösse (Mittel, µm)	β-Lactoglobulin (mg/l)
Rohmilch	3	3,995	3,816	3604
Past 0 bar	13	2,665	2,663	3384
Past 60 bar	51	1,537	1,249	3164
Past 120 bar	76	1,260	0,796	3066
Past 180 bar	84	0,493	0,678	2842

Schlimme E., Buchheim W. und Heeschen W., 1994. Beurteilung verschiedener Erhitzungsverfahren und Hitzeindikatoren für Pastmilch. *DMZ, Lebensm. Milchwirt.* 115 (2), 64 - 69.

Töpel A., 1976. Chemie und Physik der Milch. VEB Fachbuch-Verlag, Leipzig, 472 S.

Walstra P. und Jenness R., 1984. Dairy chemistry and physics. Verlag John Wiley & Sons, New York, 467 S.

Wüthrich S., Richterlich R. und Hostettler H., 1964. Untersuchungen über Milchenzyme. *Z. Lebensm. Unters.* 124, 336-247 (1964)

**SUMMARY**

**Heat load in pasteurized milk**

Soluble β-lactoglobulin is a suitable parameter to determine the heat load of pasteurized milk. Raw milk contains between 3500 and 3800 mg/L of β-lactoglobulin. The concentrations in pasteurized milk (phosphatase-negative and peroxydase-positive) are lower by 5 to 25%, according to the conditions of treatment. Heat treatment up to 78°C is responsible only for the half of denaturation of β-lactoglobulin. Depending on

the applied pressure, homogenization may reduce the β-lactoglobulin content by up to 500 mg/L.

In non homogenized, pasteurized milk it should cause no problem to respect the limit of 3000 mg/L. However, in the case of homogenized milk it is recommended to set the limit at 2600 mg/L.

**KEY WORDS:** pasteurized milk, β-Lactoglobulin, heat treatment, heat load, homogenization pressure, peroxidase

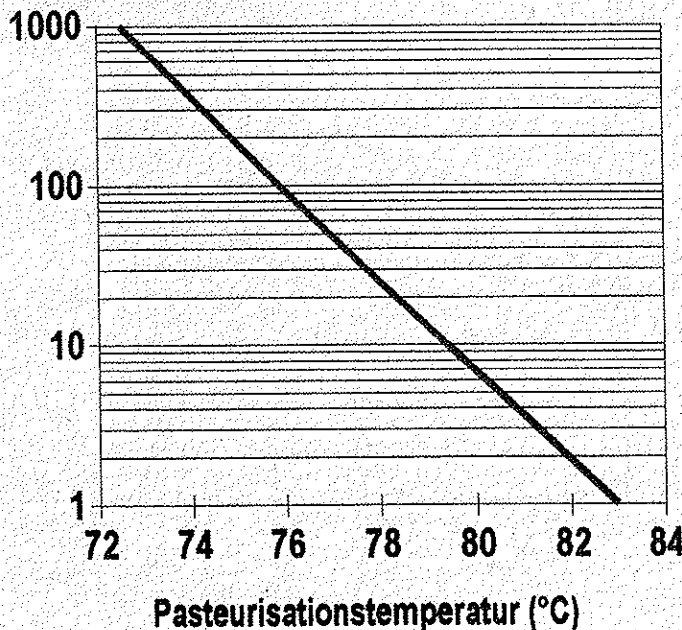
**RÉSUMÉ**

**La sollicitation thermique du lait pasteurisé**

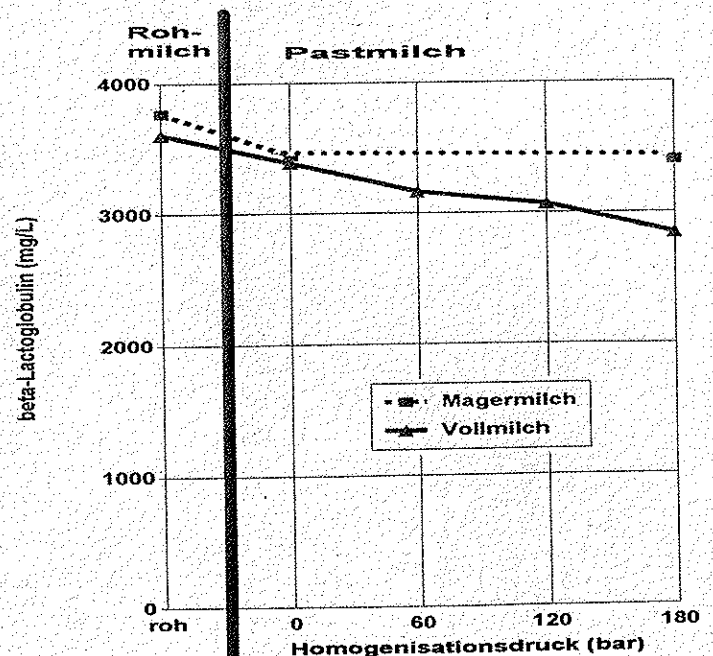
La β-lactoglobuline soluble est un paramètre adéquat pour déterminer la sollicitation thermique du lait pasteurisé. Le lait cru en contient entre 3500 et 3800 mg/l. Quant au lait pasteurisé (phosphatase négative et peroxydase positive), il indique des valeurs inférieures de 5 à 25% en fonction des conditions de traitement. En conséquence, le traitement thermique jusqu'à 78°C n'est responsable que de moitié de la dénaturation de la β-lactoglobuline. Selon la pression appliquée, l'homogénéisation peut réduire les valeurs de β-lactoglobuline de 500 mg/l au maximum.

Dans du lait pasteurisé non-homogénéisé, une valeur limite de 3000 mg/l devrait pouvoir être respectée sans problème. Pour le lait homogénéisé, il est recommandé de fixer cette valeur à 2600 mg/l.

**Heisshaltezeit (s)**



**Abb. 5. Inaktivierungskurve der Lactoperoxidase (99%) nach Walstra und Jenness (1984).**



**Abb. 6. β-Lactoglobulin in Magermilch und Vollmilch in Abhängigkeit des Homogenisationsdruckes (Past.-Temperatur 78 °C; n=4).**