

# Modulation der Mikrogel-partikel in fetthaltigem Frischkäse durch Temperieren

## Mikrostruktur und Textureigenschaften

**Unsere Autoren:** Theo Ralla, Christian Hahn & Jörg Hinrichs, Universität Hohenheim, Institut für Lebensmittelwissenschaft und Biotechnologie, Garbenstraße 21, 70599 Stuttgart

**F**etthaltige Frischkäseprodukte mit sensorisch cremiger Textur werden vom Verbraucher bevorzugt. Große, aggregierte Mikrogelpartikel sind nicht nur visuell störend, sondern können auch die sensorische Wahrnehmung beeinträchtigen und sollten deshalb durch eine geeignete Technologie im Endprodukt vermieden werden. Aber wie entstehen große Mikrogelpartikel und welchen Einfluss hat enthaltenes Fett auf die Aggregation, die Mikrostruktur und die Festigkeit des Endprodukts?

### Einleitung

Unter dem Begriff Frischkäse werden in Deutschland verschiedene Käsesorten zusammengefasst, die einen feinsäuerlichen Geschmack aufweisen und einen Wassergehalt von mehr als 73 % in der fettfreien Käsemasse enthalten. Basierend auf dem Fettgehalt in der Trockenmasse (F. i. Tr.) werden die Käsesorten weiter unterteilt, beispielsweise in die Magerstufe (< 10 % F. i. Tr.), die Dreiviertelfettstufe ( $\geq 30$  % F. i. Tr.) oder die Doppelrahmstufe (60 – 85 % F. i. Tr.). Unabhängig vom Fettgehalt in der Trockenmasse ist ein cremiges Produkt gewünscht, worauf die Technologie ausgelegt werden sollte. In der Produktion

sind Fermentieren und Konzentrieren die Hauptprozessschritte, wobei die Technologie so gestaltet wird, dass die gewünschten textuellen Eigenschaften mit optimiertem Rohstoffeinsatz erreicht werden. Vereinfacht wird die Frischkäseherstellung durch eine kombinierte mikrobielle und enzymatische Fermentation hochechtem Milch eingeleitet, während der die in der Milch enthaltenen Caseinmicellen (0,1 – 0,3  $\mu\text{m}$ ) zu einem Gel aggregieren. Wenn der Ziel-pH-Wert ( $\sim$  IEP 4,6 der Caseine) erreicht ist, wird das dreidimensionale Gelnetzwerk durch Aufrühren in Mikrogelpartikel zerkleinert (1 – 100  $\mu\text{m}$ ) (Ciron et al. 2010). Die so entstandene Suspension aus Mikrogelpartikeln wird einem Separator bzw. einer Ultrafiltrationsanlage zugeführt, darin konzentriert, indem Molke bzw. Permeat abgetrennt wird, und gekühlt. Die konzentrierte Suspension aus Mikrogelpartikeln stellt die Frischkäsegrundmatrix dar, aus der sich durch Zugabe von z. B. Sahne, Hydrokolloiden und Gewürzen in Kombination mit einer thermischen und/oder mechanischen Nachbehandlung die breite Vielfalt der auf dem Markt erhältlichen Frischkäseprodukte ableitet. Nicht nur die Zutaten beeinflussen die Sensorik und Textureigenschaften, sondern auch die

thermische und/oder mechanische Nachbehandlung (Hahn et al. 2011, 2012 a,b).

### Kenntnisstand

In einem AiF-geförderten Forschungsprojekt (AiF 15584N) wurde in einer Arbeitsgruppe an der Universität Hohenheim die thermische und mechanische Nachbehandlung von Frischkäse (8,2 % Protein, 12,7 % Trockensubstanz) hergestellt aus Magermilch experimentell untersucht. Die mittels Membrantrennverfahren konzentrierte Mikrogelsuspension wurde direkt nach dem Konzentrieren für 1 bis 300 min auf 23 – 54 °C temperiert und jeweils die Partikelaggregation verfolgt. Beobachtet wurde eine zeitliche Verschiebung der Partikelgrößenverteilung zugunsten größerer Partikelaggregate, wobei die Anzahl an kleinen Mikrogelpartikeln stetig abnahm. In weiteren Experimenten wurde als sensorisch wahrnehmbare kritische Partikelgröße ein  $d_{75,3} > 40 \mu\text{m}$  ermittelt (Hahn et al., 2011). Vereinfacht kann das zeitabhängige Partikelwachstum bei einer Temperatur über eine Potenzfunktion beschrieben werden. Aus den temperaturabhängigen Geschwindigkeitskonstanten wurde die Aktivierungsenergie,  $E_A$ , der Mikrogelpartikelaggregation berechnet. Aus dem

Betrag  $E_A = 26 \text{ kJ mol}^{-1}$  (bei pH 4,5) wurde auf ein überwiegend diffusionslimitiertes Partikelwachstum geschlossen (Hahn et al. 2011, 2012 a,b). Untersucht wurde ebenfalls der Einfluss des Proteingehalts, und es wurde eine Modellgleichung für das Partikelwachstum in fettfreien fermentierten Milchprodukten während einer thermischen Nachbehandlung aufgestellt (Proteingehalt: 3,5 – 11 %, Temperatur: 23 – 54 °C, Haltezeit: 1 – 300 min) (Hahn 2014, Reicherter et al. 2013). Aus der Modellgleichung ergibt sich auch, dass die Aggregation unterbunden wird, sofern direkt nach dem Konzentrieren schnell auf Temperaturen < 13 °C gekühlt wird. Andererseits konnte gezeigt werden, dass durch eine gezielte thermische Nachbehandlung der konzentrierten Mikrogelsuspension die Viskosität und Festigkeit gesteigert werden können. Erfolgt danach noch eine mechanische Behandlung, kann im Vergleich zum Standard ein sensorisch glattes Produkt mit einer höheren Festigkeit erreicht werden (Hahn 2014). Dass durch eine thermische und mechanische Nachbehandlung der Mikrogelsuspension die Textureigenschaften von Frischkäse der Magerstufe gezielt eingestellt werden können, wurde damit aufgezeigt. Allerdings wurde bisher nicht untersucht, ob sich fetthaltige Frischkäsesysteme ähnlich verhalten bzw. wie die thermisch-induzierte Aggregation der Mikrogelpartikel bei Anwesenheit von Fettkugeln abläuft.

Ziel dieser Studie war es deshalb, den Einfluss des Temperierens für 1 – 300 min von fetthaltigem Frischkäse (34,6 % F. i. Tr.) auf die textuellen Eigenschaften näher zu untersuchen. Dabei sollte insbesondere der Einfluss von Fett auf das Partikelwachstum, die rheologischen Eigenschaften sowie die Mikrostruktur erforscht und mit den Erkenntnissen zu Frischkäsesystemen der Magerstufe verglichen werden.

## Material und Methoden

### Herstellen des fetthaltigen Frischkäses

Standardisierte, pasteurisierte Milch (74 °C für 30 s; Protein: 3,38 %; Fett: 2,77 %; Trockenmasse: 12,2 %) wurde zweistufig homogenisiert (7,5/1,5 MPa; 55 °C) und in einer Pilotanlage (150 l h<sup>-1</sup>, Asepto-Therm, Asepto GmbH, Dinkelscherben) bei 95 °C für 256 s erhitzt. Mit der gewählten Kombination aus Temperatur und Heizhaltezeit

wird eine Molkenproteindenaturierung von > 95 % sichergestellt. Die Fermentation erfolgte bei 20 °C in einem Fermentationsbehälter (200 l; Südmo Holding GmbH, Riesbürg) mit der Starterkultur F-DVS CC-06 (0,02 %; Chr. Hansen, Nienburg). Die Starterkultur enthielt hauptsächlich *Lactococcus lactis* subsp. *cremoris* und *Lactococcus lactis* subsp. *lactis* und produzierte weder CO<sub>2</sub> noch Exopolysaccharide. Bei pH 6,5 wurde Flüssiglab (0,001 % Chymax Plus, Chr. Hansen; mind. 190 IMCU/ml) hinzugegeben und bis pH 4,50 fermentiert. Nach Aufrühren wurde die zerkleinerte Mikrogelsuspension mit einer Impellerpumpe (Typ IP 2, Kiesel GmbH, Heilbronn) zur Pilotanlage gepumpt, dort im Röhrenwärmetauscher auf 38 ± 1 °C temperiert und anschließend mittels Filtration (Membralox, cut off 0,1 µm, Pall Seitz Schenk GmbH, Dreieich) konzentriert. Die Filtrationstemperatur, die Überströmgeschwindigkeit und der Transmembrandruck wurden konstant auf 38 ± 1 °C, 7,0 ± 0,2 m s<sup>-1</sup>, und 100 ± 10 kPa gehalten. Der Frischkäse (Protein: 7,39 ± 0,19 %; Fett: 6,67 ± 0,01 %; Trockenmasse: 19,3 ± 0,4 %; F. i. Tr.: 34,6 ± 0,6 %) wurde in zylindrische Gläser (100 ml) abgefüllt und bei 23, 38 und 54 °C für 1, 30, 60, 100 und 300 min temperiert. Zum Stoppen des Partikelwachstums (Hahn et al. 2012a) wurden die Proben in einem Wasserbad gekühlt (6,0 ± 0,3 °C) und anschließend bei 6,0 ± 0,3 °C über Nacht für die weiteren Analysen gelagert. Alle folgenden Analysen wurden für jede Probe mindestens in Doppelbestimmung durchgeführt.

### Chemische Analysen

Trockenmasse, Protein- und Fettgehalt der Ausgangsmilch wurden mittels LactoScope FTIR Advanced (Delta Instruments B.V., Drachten, Niederlande) bestimmt. Im fetthaltigen Frischkäse wurde der Proteingehalt mittels Dumas-Methode DIN 10467 (Typ FP-528, Leco Instrumente GmbH, Mönchengladbach; Faktor: 6,38), der Fettgehalt mittels Gerber-Standard-Methode (VDLUF, 2003) und die Trockenmasse mittels Seesandmethode (C 35.3 – VDLUF, 2003) ermittelt.

### Partikelgrößenverteilung

Die Partikelgrößenverteilung der konzentrierten Mikrogelsuspensionen wurde mittels Small Volume Moduls LS 230 (Beckman-Coulter Inc., Miami, Florida, USA) bestimmt (Brechungsindex für Protein n = 1,75 und

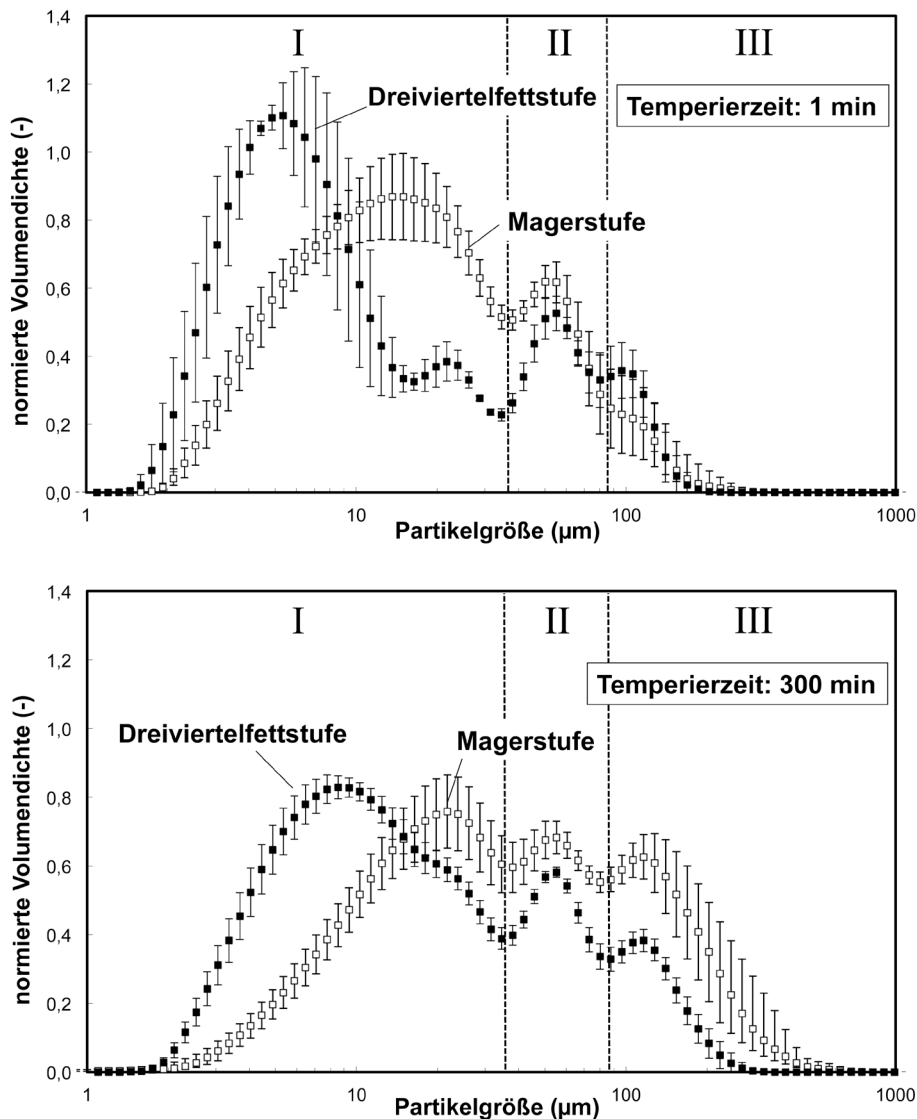
für Wasser n = 1,33). Als repräsentativer Wert wurde wie bei Hahn et al. (2012b) der volumengewichtete Partikeldurchmesser  $d_{75,3}$  genutzt. Der volumenbezogene  $d_{75,3}$  repräsentiert den Durchmesser, unterhalb dessen 75 % des Gesamtvolumens der dispergierten Partikel vorliegen. In ein Becherglas wurden 3 g Frischkäse gegeben und mit bidestilliertem Wasser auf 50 g aufgefüllt. Nach 15 min Rühren auf einem Magnetrührer bei 150 rpm wurde mit einer gekürzten Pipettenspitze eine Probe von 900 µL entnommen und in die Messzelle des LS 230 pipettiert. Wenn eine „Obscuration“ von 14 – 16 % erreicht wurde, wurde die Partikelgrößenverteilung aus drei aufeinanderfolgenden Messzyklen gemittelt.

### Oszillative Rheologie

Für die oszillatorischen Messungen wurden die Frischkäseproben schonend in einem 100 ml-Becherglas gemischt und etwa 16 g Probe wurden in das Messsystem ( $d_{\text{Stator}} = 31,1 \text{ mm}$ ) eingewogen. Der Messzylinder ( $d_{\text{Rotor}} = 28,7 \text{ mm}$ , L = 43 mm) wurde langsam eingeführt, und die Probe wurde vor der Messung bei 10 °C für 15 min equilibriert. Mittels „strain sweep“ wurde zu Beginn der Experimente der linear-viskoelastische Bereich ermittelt und basierend darauf ein Frequenzsweep ( $\omega = 0,05\text{--}628 \text{ rad s}^{-1}$ , Deformation  $\gamma = 0,0025$ ) durchgeführt. Der linear-viskoelastische Bereich wurde an jedem Messtag für die unterschiedlichen Mikrogelsuspensionen überprüft. Als repräsentative Größe und als Maß für die Festigkeit wurde das Speichermodul  $G'_{(10 \text{ rad s}^{-1})}$  ausgewählt.

### Mikrostruktur

Die Mikrostruktur wurde nach der Methode von Heilig et al. (2009) mittels konfokalem Laser-Scanning-Mikroskop (Eclipse-C1, Nikon GmbH, Düsseldorf) visualisiert, das mit einem 63-fachen Immersions-Öl-Objektiv sowie einem Krypton/Argon-Laser ( $\lambda_{\text{ab}} = 543 \text{ nm}$ ,  $\lambda_{\text{em}} = 590 \text{ nm}$ ) ausgestattet war. Die Probe wurde in die Kavität eines Objektträgers gegeben und 35 µL einer 0,012 %-igen Rhodamin B-Lösung (M = 479 g mol<sup>-1</sup>, CAS 81-88-9, Merck, Darmstadt) zur Färbung von Proteinen dazu pipettiert. Die Probe wurde mit einem Deckglas und Nagellack verschlossen und für eine Stunde in einem lichtdichten Kühlschrank bei 10 °C equilibriert. Das Fett wurde durch Zupipettieren von 35 µL einer 0,002 %-igen



**Bild 1:** Einfluss des Temperierens (oben 1 min, unten 300 min) von Frischkäse der Magerstufe (□) (8,2 % Protein, 12,7 % TS; Daten übernommen von Hahn et al., 2012a) und Dreiviertelfettstufe (■) (34,6 % F. i. Tr., 7,4 % Protein, 19,3 % TS) auf die normierte Volumendichte. Alle Proben wurden bei 38 °C temperiert. Dargestellt ist der Mittelwert mit Standardabweichung für n ≥ 3.

**Tabelle 1:** Einfluss des Temperierens bei verschiedenen Temperaturen auf die Mikrogel-Partikelgröße  $d_{75,3}$  in Frischkäse der Mager- und Dreiviertelfettstufe

Temperatur in °C	Temperierzeit in min	Partikelgröße $d_{75,3}$ in µm	
		Magerstufe < 0,3 % Fett <sup>a</sup>	Dreiviertelfettstufe 6,7 % Fett <sup>b</sup>
38	1	36 ± 8	27 ± 8
23	300	61 ± 16	33 ± 5
38	300	92 ± 24	44 ± 2
54	300	174 ± 16	77 ± 6

Friskkäse der Magerstufe (8,2 % Protein, 12,7% TS) und Dreiviertelfettstufe (34,6 % F. i. Tr., 7,4 % Protein, 19,3 % TS),

<sup>a</sup> Mittelwert und Standardabweichung, übernommen von Hahn et al. (2012a) (n = 5),

<sup>b</sup> Mittelwert und Standardabweichung (n ≥ 3)

V03-01136-Lösung angefärbt (M = 698 g mol<sup>-1</sup>, Dyomics, Jena). Die Auflösung betrug 1024x1024 Pixel; ausgewertet wurde im Averagemodus von 2 Bildern mit der Software Nikon CZ1 (Nikon GmbH, Düsseldorf).

## Ergebnisse

Bild 1 zeigt beispielhaft die normierte Volumendichte über der Partikelgröße der jeweils für 1 und 300 min bei 38 °C temperierten Friskkäse. Zu Beginn des Temperierens (1 min) lag sowohl im Friskkäse der Magerstufe als auch der Dreiviertelfettstufe eine trimodale Verteilung vor. Die Peaks können nach Hahn et al. (2012a) in drei Klassen unterteilt werden: Klasse I mit Partikelgrößen zwischen 1 und 40 µm, Klasse II mit Partikelgrößen zwischen 40 und 90 µm sowie Klasse III mit Partikeln größer 90 µm. Nach einer Temperierzeit von 1 min waren in beiden Produkten im Bereich III, mit Partikelgrößen größer 90 µm, kaum Aggregate vorhanden, wobei in der Dreiviertelfettstufe tendenziell mehr größere Partikel um 100 µm zu finden sind. Nach einer Temperierzeit von 300 min (Bild 1, unten) hat sich im Vergleich zu 1 min (Bild 1, oben) die normierte Volumendichte von Klasse I zu Klasse III verschoben, wobei die Kurven in der Klasse II kaum verändert erscheinen. Ferner finden sich im Friskkäse der Magerstufe mehr Partikel in der Klasse III > 90 µm als in der Dreiviertelfettstufe.

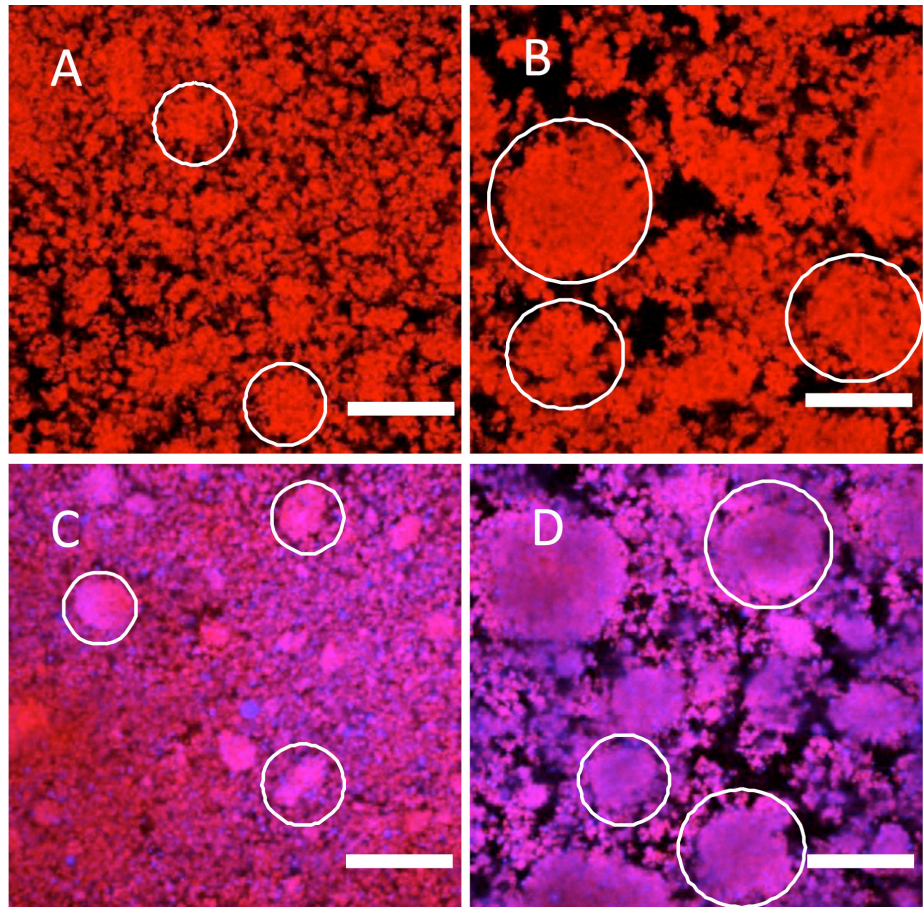
Die Experimente wurden ebenfalls bei Temperaturen von 23, 38 und 54 °C durchgeführt, wobei sich gleichfalls die drei Partikelklassen fanden. In Tabelle 1 sind die Ergebnisse zusammengestellt, wobei aus den Verteilungen jeweils der Durchmesser  $d_{75,3}$  bestimmt wurde. In einer Sensorikstudie (Hahn et al. 2012b) wurde als kritischer Durchmesser für die Grießigkeit ein Wert von  $d_{75,3} = 40 \mu\text{m}$  bestimmt. Nach Tab. 1 lag im Friskkäse der Magerstufe direkt nach dem Konzentrieren mittels Membranfiltration bei 38 °C ein  $d_{75,3} = 36 \mu\text{m}$  vor (1 min). Durch Temperieren für 300 min bei 23, 38 und 54 °C nahm der  $d_{75,3}$  um das 1,7-fache, 2,6-fache bzw. 4,8-fache zu. Daraus folgt: je höher die Temperatur, umso größere Mikrogelpartikel-Aggregate werden während einer Temperierphase gebildet. Im Friskkäse der Dreiviertelfettstufe wurde direkt nach dem Konzentrieren mittels Membranfiltration ein  $d_{75,3} = 27 \mu\text{m}$  bestimmt, wobei dieser repräsentative Wert nur etwas geringer ist als in der Magerstufe. Bild 1



zeigt jedoch deutliche Unterschiede in den Verteilungen und Partikelklassen zwischen den Produkten, die sich im repräsentativen, mehr summativen Wert  $d_{75,3}$  nicht so gut widerspiegeln. Nutzen wir dennoch vereinfacht den  $d_{75,3}$ , so zeigt sich, dass im Frischkäse der Dreiviertelfettstufe durch Temperieren bei 23, 38 und 54 °C für 300 min der  $d_{75,3}$  auf 33  $\mu\text{m}$ , 44  $\mu\text{m}$  und 77  $\mu\text{m}$  zunahm (Tab. 1). Die Werte liegen auf allen Temperaturniveaus unterhalb derer der Magerstufe, und nur für die Temperierung bei 54 °C für 300 min wird von der Dreiviertelfettstufe der kritische  $d_{75,3}$  für die sensorische Griebigkeit überschritten.

Wie sich die Mikrostruktur der beiden Proben vor und nach dem Temperieren unterscheidet zeigt Bild 2, wo Frischkäse der Magerstufe in der oberen Reihe und Frischkäse der Dreiviertelfettstufe in der unteren Reihe angeordnet ist. Die jeweils linken Bilder sind direkt nach dem Konzentrieren (1 min) aufgenommen worden, die rechten nach 300 min bei 38 °C. Bild 2A zeigt für die Magerstufe mit 8,2 % Protein (rot markiert) eine nahezu homogene Struktur aus aggregiertem Protein (Mikrogelpartikel), das an einigen Stellen etwas stärker zusammengeballt erscheint (weiß umrandet). Diese werden in der Partikelgrößenmessung als Partikel mit Durchmessern um 30  $\mu\text{m}$  detektiert. Vereinzelt finden sich Zwischenräume (schwarz), die nahezu ohne Protein vorliegen. Durch Temperieren bei 38 °C für 300 min (Bild 2B) entsteht eine heterogene Struktur, in der verdichtete Mikrogelpartikel  $> 50 \mu\text{m}$  auftauchen und zwischen denen die dunklen Bereiche einen größeren Raum einnehmen (Hahn et al., 2012a).

Im Frischkäse der Dreiviertelfettstufe (Bild 2C) finden sich im Vergleich zur Magerstufe, die nur etwas mehr Protein enthält, kaum dunkle Zwischenräume. Vielmehr erkennt man die Fettkugeln (blau), die mehr oder weniger gleichmäßig in der Struktur verteilt vorliegen. Dabei finden sich die Fettkugeln sowohl in als auch angelagert an den Mikrogelpartikeln (weiße Kreise), was auf eine gute Einbindung der homogenisierten Fettkugeln innerhalb der Proteinphase hinweist. Nach dem Temperieren für 300 min (Bild 2D) finden sich, ebenso wie bei der Magerstufe (Bild 2B), vermehrt dunkle Bereiche und größere Mikrogelpartikel. Diese besitzen ebenfalls eine verdichtete Struktur, in der die Fettkugeln eingeschlossen sind.

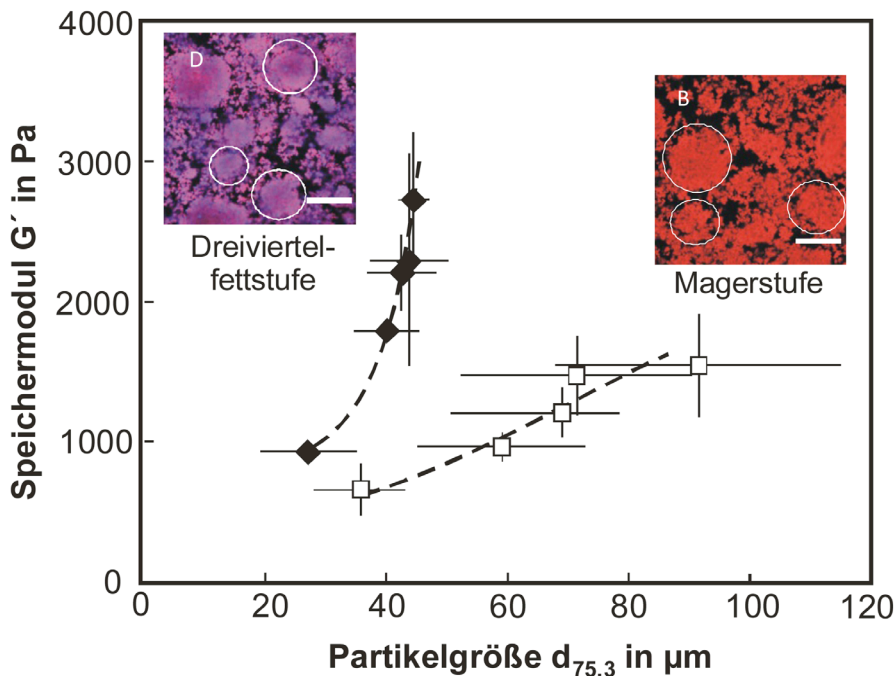


**Bild 2: Mikrostruktur von Frischkäse nach Temperieren bei 38 °C für 1 min (links) und 300 min (rechts). Oben: A, B, Frischkäse der Magerstufe (8,2% Protein, 12,7 % TS) Unten: C, D, Frischkäse Dreiviertelfettstufe (34,6 % F. i. Tr., 7,4 % Protein, 19,3 % TS). Protein (rot); Fett (blau). Größen: 50  $\mu\text{m}$  (weißer Balken)**

In der Literatur finden sich einige Arbeiten, in denen ebenfalls die Mikrostruktur von säureinduzierten fettfreien und fetthaltigen Gelen (z. B. Lucey et al., 1998a) und Joghurtgelen (z. B. Krzeminski et al., 2011) mittels konfokaler Lasermikroskopie visualisiert wurde. Die Aufnahmen sind grundsätzlich vergleichbar und bestätigen, dass die Fettphase gleichmäßig in der aggregierten Proteinmikrostruktur verteilt vorliegt, sofern die Milch homogenisiert wurde. Bereits 1989 erklärten Aguilera & Kessler diese Beobachtung über die durch das Homogenisieren geschaffene sekundäre Fettkugelmembran, die u. a. Caseine enthält, worüber die Fettkugeln mit der umgebenden Matrix interagieren. Beim Säuern werden dann die homogenisierten Fettkugeln in das sich bildende Caseinnetzwerk integriert (aktive Füller). D. h., sofern die natürlichen Fettkugeln in Milch homogenisiert/zerkleinert werden, erhalten sie eine Membran, die sie nach außen wie Casein agieren lassen. Dies bedeutet aber

auch, dass sich ein fetthaltiger Frischkäse nicht grundsätzlich anders verhält als ein Frischkäse der Magerstufe, wenn dieser temperiert wird (vergleiche Bild 2B und 2D). Es entstehen gleichfalls Aggregate, die allerdings neben Protein Fettkugeln in der Struktur enthalten, so dass bei hohen Fettgehalten die Synärese behindert wird.

Wie sich diese mikrostrukturellen Änderungen auf die textuellen Eigenschaften des Frischkäses auswirken, soll anhand Bild 3 veranschaulicht werden. Dort zeigt sich, dass mit steigender Mikrogel-Partikelgröße  $d_{75,3}$  in Frischkäse der Mager- sowie der Dreiviertelfettstufe das Speichermodul  $G'_{(10 \text{ rad s}^{-1})}$  (ein Maß für die Festigkeit der Textur) zunimmt. Der Ausgangswert für das Speichermodul der Dreiviertelfettstufe liegt höher als der der Magerstufe, und der Anstieg der Kurve für die Dreiviertelfettstufe ist steiler. Die Endwerte nach der Temperierung für 300 min bei 38 °C liegen im Fall der Dreiviertelstufe ca. 3-fach und bei den Magerstufen ca. 2-fach höher. In



**Bild 3: Zusammenhang zwischen Mikrogel-Partikelgröße und Speichermodul (Festigkeit) von Frischkäse der Magerstufe (□) (8,2 % Protein, 12,7 % TS; Daten übernommen von Hahn et al., 2012a) und Dreiviertel-fettstufe (◆) (34,6 % F. i. Tr., 7,4 % Protein, 19,3% TS) nach Temperieren bei 38 °C für 1 bis 300 min. Dargestellt sind jeweils die Mittelwerte mit Standardabweichung (Linien) für  $n \geq 3$  für beide Messgrößen. Kleine Bilder veranschaulichen jeweils die Mikrostruktur nach einer Temperierzeit von 300 min, vgl. Bild 2.**

der Dreiviertelstufe wurde nach 300 min allerdings nur ein  $d_{75,3}$  von 44  $\mu\text{m}$  erreicht, wohingegen die Magerstufen-Probe mit 92  $\mu\text{m}$  größere, sensorisch wahrnehmbare Partikel aufwies.

Zurückzuführen ist der gemessene Anstieg des Speichermoduls mit steigendem  $d_{75,3}$  vermutlich auf die Verschiebung der Partikelgrößenverteilung (Hahn 2014). Aus zahlreichen Untersuchungen an Suspensionen (feste Partikel) ist bekannt, dass ab Volumenkonzentrationen größer 50 % die Viskosität und Festigkeit u. a. von der Partikelgrößenverteilung abhängt (z. B. Chang & Powell, 1994; Chong, Christiansen & Baer, 1971; Farris, 1968). Je breiter die Partikelgrößenverteilung bei konstanter Volumenkonzentration, umso niedriger sind die Werte, und für monomodale Verteilungen werden demnach die höchsten Werte erreicht.

Nun war im Frischkäse der Magerstufe zwar nur 8,2 % Protein enthalten, aber daraus werden Mikrogelpartikel gebildet, in deren Struktur Serumphase immobilisiert ist. Betrachtet man Bild 2A und 2B, so erscheint der proteinfreie, schwarze Bereich weniger als 50 % der Fläche einzunehmen. Daraus kann geschlossen werden, dass in

der konzentrierten Mikrogelsuspension der Volumenanteil der dispergierten Mikrogelpartikel größer als 50 % sein muss. Durch das Temperieren verschwinden kleine Partikel zugunsten großer, wodurch die Partikelgrößenverteilung verändert wird; dies wirkt sich wiederum, wie bei konzentrierten Suspensionen, auf die Textur-eigenschaften aus (Bild 3). So wurde für Frischkäse der Magerstufe gezeigt, dass bei konstantem Proteingehalt allein durch Einstellen der Partikelverteilung die Viskosität und auch das Speichermodul erhöht werden können (Hahn, 2014). Vergleichbare Effekte wären für den fetthaltigen Frischkäse der Dreiviertel-fettstufe zu erwarten.

Zunächst einmal ist der Volumenanteil an Inhaltsstoffen ebenfalls > 50% (vgl. Bild 2C und 2D) und vermutlich noch höher als im Frischkäse der Magerstufe (vgl. Bild 2A und 2B), da neben dem Protein noch das emulgierte Fett enthalten ist (Tab. 1). Die Aggregationsneigung während des Temperierens scheint in der fetthaltigen Probe geringer zu sein (Tab. 1 und Bild 2D), was ggf. auf störend wirkende Fettkugeln auf den Mikrogelpartikeln zurückzuführen ist. Gleichfalls können die Mikrogelpartikel sich

während des Temperierens nicht so stark verdichten, da das emulgierte Fett die Synärese der Mikrogelpartikel behindert. Beides zusammen führt dazu, dass bereits ein geringer Anstieg in der repräsentativen Partikelgröße  $d_{75,3}$  bzw. die veränderte Partikelgrößenverteilung (vgl. Bild 2 oben und unten) das Speichermodul erhöht.

Abschließend bleibt noch anzumerken, dass hohe Temperaturen (z. B. 54 °C, Tab. 1) und langes Temperieren zu sehr großen Mikrogelpartikeln führen können und immer mehr Serumphase (schwarze Bereiche) freigesetzt wird. Dies kann u. a. zu verstärkter Synärese während der Lagerung führen (Hahn, 2014). Ferner gilt, dass zu große Partikel als sensorisch grießig wahrgenommen werden. Solche könnten allerdings durch eine mechanische Nachbehandlung wieder zerkleinert werden, so dass wieder ein cremiges Produkt resultiert (Hahn et al. 2012b). Für den Frischkäse der Dreiviertel-fettstufe wurde durch das Temperieren bei 38 °C für 300 min der sensorisch kritische Wert von 40  $\mu\text{m}$  gerade überschritten, wobei ein 3-fach höheres Speichermodul als beim Ausgangsprodukt gemessen wurde.

## Zusammenfassung

Frischkäse stellt eine konzentrierte Mikrogelsuspension dar, in der die Mikrogelpartikel einen großen Teil des Produktvolumens ausfüllen und viel Serum immobilisieren. Aufgrund der hohen Volumenkonzentration an Mikrogelpartikeln können durch eine technologische Nachbehandlung die textuellen Eigenschaften von Frischkäse gezielt beeinflusst werden. Wird homogenisierte Vollmilch fermentiert, werden die Fettkugeln in die säure-induzierte Mikrostruktur integriert. Nach dem Konzentrieren sind in und auf den Mikrogelpartikeln intakte Fettkugeln zu finden, was durch CLSM-Aufnahmen visualisiert wurde. Sowohl Frischkäse der Mager- als auch der Viertel-fettstufe weisen nach dem Konzentrieren mittels Membranfiltration eine polymodale Partikelgrößenverteilung mit drei Größenklassen auf: 1 - 40  $\mu\text{m}$ , 40 - 90  $\mu\text{m}$  und > 90  $\mu\text{m}$ . Wird die konzentrierte Mikrogelsuspension anschließend temperiert, kommt es zur Aggregation und die Partikelgrößenverteilung wird unter Abnahme von kleinen Partikeln hin zu größeren Aggregaten verschoben. Es gilt: je höher die Temperatur und je länger die Temperierzeit, umso größere Mikrogelpartikel ent-

stehen. Die Ergebnisse verdeutlichen, dass durch Temperieren die Größe und Struktur der Mikrogelpartikel moduliert und damit auch die textuellen Eigenschaften des Endprodukts in einem gewissen Bereich variiert werden können.

## Dank

Diese Arbeit wurde ergänzend zum Forschungsvorhaben (AiF 15584 N), gefördert

im „Programm zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF)“ vom Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie (via AiF) über den Forschungskreis der Ernährungsindustrie e. V. (FEI), durchgeführt. Die Autoren danken zudem Giovanni Migliore und Luc Mertz für ihre tatkräftige Unterstützung bei der Vorbereitung und experimentellen Probenherstellung im Technikumsmaßstab.

---

## Literatur

Aguilera, J. M., & Kessler, H.-G. (1989) Properties of mixed and filled-type dairy gels. *J. of Food Science*, 54(5), 1213-1217.

Chang, C., & Powell, R. L. (1994) Effect of particle size distributions on the rheology of concentrated bimodal suspensions. *J. of Rheology*, 38, 85-98.

Chong, J. S., Christiansen, E. B., & Baer, A. D. (1971) Rheology of concentrated suspensions. *J. of Applied Polymer Science*, 15, 2007-2021.

Ciron C.I.E, Gee V.L., Kelly A.L. & Auty M.A.E. (2010) Comparison of the effects of high-pressure microfluidization and conventional homogenization of milk on particle size, water retention and texture of non-fat and low-fat yoghurts. *Int. Dairy J.*, 20, 314-320.

Farris, R. J. (1968) Prediction of the viscosity of multimodal suspensions from unimodal viscosity data. *Transactions of the Society of Rheology*, 12, 281-301.

Hahn, C., Wachter, T., Nöbel, S., Eibel, H. & Hinrichs, J., (2011) Technologische Potenziale zur Optimierung der Textur von Frischkäse. *DMW – Die Milchwirtschaft*, 1, 7-11.

Hahn, C. (2014) Textural properties of fresh cheese as affected by post-processing: particle cluster formation, characterization, and size reduction. *Diss. Universität Hohenheim, Fak. Naturwissenschaft, (submitted)*

Hahn, C., Sramek, M., Nöbel, S., & Hinrichs, J. (2012a) Post-processing of concentrated fermented milk: influence of temperature and holding time on the formation of particle clusters. *Dairy Sci. & Technol.*, 92, 91-107.

Hahn, C., Wachter, T., Nöbel, S., Weiss, J., Eibel, H. & Hinrichs, J., (2012b) Graininess in fresh cheese as affected by post-processing: Influence of tempering and mechanical treatment. *Int. Dairy J.*, 26, 1, 73-77.

Heilig, A., Göggerle, A. & Hinrichs, J. (2009) Multiphase visualisation of fat containing  $\beta$ -lactoglobulin- $\kappa$ -carrageenan gels by confocal scanning laser microscopy, using a novel dye, V03-01136, for fat staining. *LWT-Food Science and Technology*, 42, 2, 646-653.

Krzeminski, A., Grobshale, K. & Hinrichs, J. (2011) Structural properties of stirred yoghurt as influenced by whey proteins. *LWT – Food Science and Technology*, 44, 2134-2140.

Lucey, J.A., Munro, P.A. & Singh, H. (1998) Rheological properties and microstructure of acid milk gels as affected by fat content and heat treatment. *J. of Food Science*, 63, 4, 660-664

Reicherter, R., Maisch, R. & Hinrichs, J. (2013) Zwischenlagerung von Rührjoghurt vor dem Abfüllen. *DMW - Die Milchwirtschaft*, 4, 228-230.