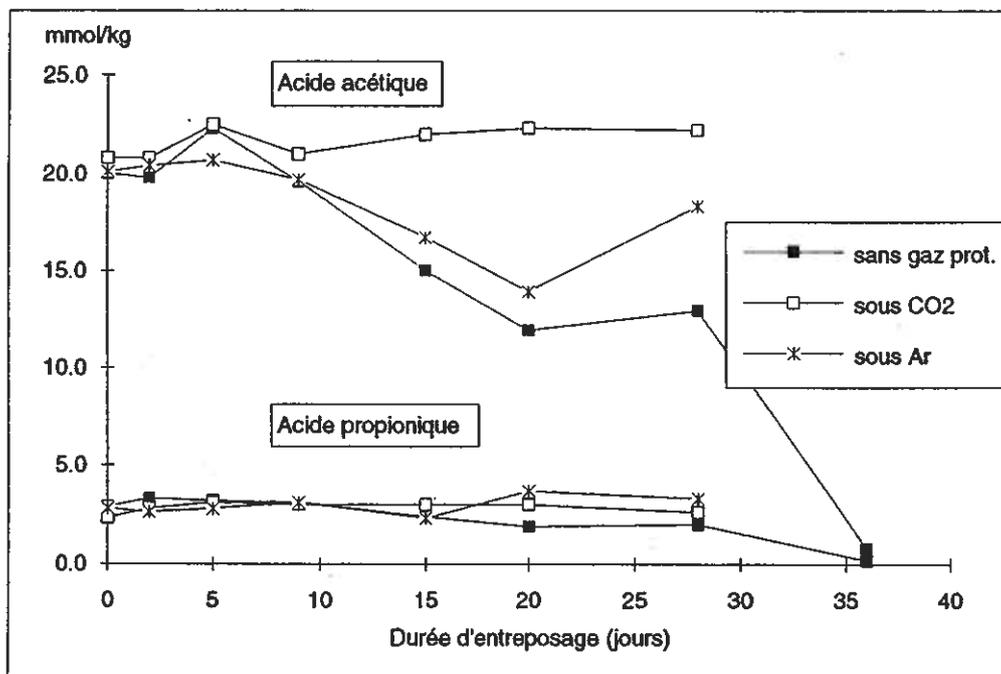


Optimisation des conditions d'entreposage des échantillons de fromage en laboratoire à l'aide d'analyses chimiques

M. Collomb, Monika Spahni
et R. Badertscher



Optimisation des conditions d'entreposage des échantillons de fromage en laboratoire à l'aide d'analyses chimiques

M. COLLOMB, M. SPAHNI et R. BADERTSCHER
Station fédérale de recherches laitières,
3097 Liebefeld-Berne

Reçu le 11 décembre 1991

L'objectif du présent travail consiste à optimiser les conditions d'entreposage des échantillons de fromage en laboratoire. L'influence de différentes températures (4 °C, 15 °C et -30 °C) et de gaz protecteurs (Ar et CO₂) sur la qualité des résultats des dosages de l'eau, de la matière grasse, des fractions azotées et des acides gras volatils durant l'entreposage a été comparée. On a démontré que les basses températures sont plus efficaces que les gaz protecteurs pour la prolongation de la conservabilité des fromages et que le gaz carbonique est meilleur que l'argon. A l'état congelé, on ne constate aucune modification des paramètres mesurés durant les 28 jours d'entreposage. Les conditions les plus mauvaises sont réalisées pour l'entreposage à 15 °C sans gaz de protection. On constate une forte diminution d'acide acétique, des augmentations du rapport WLN/TN ainsi que des teneurs en acides n-butyrique et n-caproïque. Un entreposage sous gaz carbonique à 15 °C protège les échantillons pendant env. 20 jours alors que celui sous argon diminue seulement les changements observés pour les échantillons exposés à l'air. Durant l'entreposage à 4 °C, on ne constate qu'une faible diminution des teneurs en acide acétique pour les trois modes d'entreposage et l'influence des gaz protecteurs n'est déterminante qu'entre le 20^e et le 28^e jour d'entreposage.

1. Introduction

La conservation des échantillons de fromage en laboratoire est une étape souvent négligée du contrôle de qualité des résultats analytiques. De mauvaises conditions peuvent provoquer une prolifération rapide et anarchique de bactéries, de moisissures et de levures ainsi que des modifications des activités enzymatiques et de certaines réactions physicochimiques (7, 8, 13). L'activité microbienne désordonnée peut provoquer une formation accélérée de produits de la lipolyse (5, 11) et de la protéolyse (5, 6, 9) et même de mycotoxines dont certaines sont dommageables pour la santé (18, 19). Les réactions physicochimiques peuvent engen-

drer diverses modifications des fromages dont les plus importantes sont celles de la couleur par des réactions d'oxydation des carotènes, de la texture par séchage de la surface et du goût par oxydation de la matière grasse. La vitesse d'altération du fromage dépend de la température d'entreposage, de la concentration en oxygène dans la pâte et dans l'espace de tête des emballages, du pH, de l'activité de l'eau, de la surface spécifique du produit et de la durée d'exposition à la lumière. Par modification de ces divers facteurs, on peut prolonger la durée de conservation des fromages. C'est la raison pour laquelle l'industrie fait appel à des procédés de conditionnement sous vide ou sous gaz protecteurs pour divers produits laitiers tels que les fromages préemballés. Ces mêmes techniques peuvent être utilisées en laboratoire pour assurer une conservation irréprochable des échantillons de fromage avant l'analyse.

Le but du présent travail consiste à optimiser les conditions d'entreposage des échantillons de fromage en laboratoire pour certains dosages chimiques en comparant diverses techniques de conservation à l'air ou sous gaz protecteurs à différentes températures et durées d'entreposage.

2. Partie expérimentale

Préparation des échantillons et choix des conditions d'entreposage

Des échantillons de 50 g de fromage râpé de Gruyère âgé de trois mois, représentatifs d'un mélange homogène, sont conservés dans des flacons étanches en polyéthylène selon les sept variantes d'entreposage suivantes:

- sans gaz de protection à 4 °C, 15 °C et -30 °C
- sous gaz carbonique et sous argon à 4 °C et 15 °C.

Deux échantillons de chaque variante sont analysés après 0, 2, 5, 9, 15, 20 et 28 jours d'entreposage. Des échantillons de la variante à 15 °C sans gaz protecteur sont encore analysés à 36 jours après avoir renouvelé l'atmosphère de l'espace de tête par de l'air à 28 jours d'entreposage. Ce renouvellement a pour but d'ac-

centuer la mise en évidence de l'influence de l'air sur la conservabilité des échantillons de fromage.

Les températures d'entreposage de 4 °C, 15 °C et de -30 °C ont été choisies parce qu'elles sont communément employées pour la conservation des échantillons de fromage en laboratoire; celle de 15 °C permet d'éviter une éventuelle condensation d'eau sur les parois intérieures des emballages ou de résorber la vapeur d'eau formée après un entreposage à des températures plus basses.

L'emballage a été choisi à cause de son étanchéité (double couvercle) et de sa forme carrée. Il est particulièrement approprié pour des envois par poste lors d'essais collaboratifs. Le volume de 500 ml a été choisi volontairement dans le but d'accentuer l'influence des gaz de l'espace de tête sur l'altération du fromage.

Les gaz protecteurs ont été choisis selon les études optimisées par l'industrie pour permettre une prolongation de la conservabilité des aliments préemballés (4, 7, 8, 13). L'argon a été choisi en raison de sa densité supérieure à celle de l'air et de son inertie. L'introduction de ce gaz dans l'espace de tête des emballages provoque une réduction de la teneur en oxygène par déplacement de l'air qu'il produit. On obtient ainsi une diminution de la vitesse de formation des produits d'oxydation et de celle du métabolisme et de la croissance des microorganismes proliférant en aérobie. En général, l'effet protecteur est optimal pour des conservations de longue durée lorsque les concentrations en oxygène dans l'espace de tête des emballages sont inférieures à 1 % (4, 13). Le gaz carbonique assure non seulement une réduction de la teneur en oxygène mais provoque en plus une acidification du fromage qui inhibe certaines activités microbiennes (une légère acidification de la surface du produit augmente déjà sa conservabilité), un empoisonnement des spores des microorganismes sporulés et une diminution de la pression partielle d'oxygène dans l'espace de tête des emballages par l'effet de vide qu'il provoque lors de sa dissolution dans le fromage (4, 8). Ce gaz a donc un effet bactériostatique et fongicide. Selon la lit-

térature (4), la conservabilité sous CO₂ est comparable à celle obtenue par l'action d'agents chimiques tels que l'acide sorbique ou le propionate de calcium.

Choix des critères de dosage de l'altération du fromage

Pour les sept modes d'entreposage, on a déterminé les teneurs en eau, en matière grasse, en acides gras volatils et en azote des fractions azotées. Ces critères de mesure de la maturation et de l'altération du fromage ont été choisis en raison de leur spécificité reconnue et de leur fréquence d'utilisation dans la recherche fromagère. Pour le mode d'entreposage à 15 °C sans gaz de protection, on a en plus effectué le dosage de la composition en gaz de l'espace de tête des emballages en raison des conditions de conservation favorables à une croissance microbienne en aérobie.

Méthodes d'analyse

Dosage de l'eau

L'eau est déterminé selon la méthode du manuel suisse des denrées alimentaires (MSDA) (14). Le fromage râpé est mélangé avec du sable de quartz et séché pendant quatre heures à 102 °C.

Dosage de la matière grasse

La matière grasse est déterminé par voie butyrométrique selon la méthode du MSDA (15).

Dosage de l'azote total

L'azote total est déterminé selon Kjeldahl (3, 16).

Dosage de l'azote soluble dans l'eau (WLN)

L'azote soluble dans l'eau est déterminé selon Collomb et al. (3). On agite une suspension de fromage dans l'eau jusqu'à saturation de la phase aqueuse en produits azotés. Après centrifugation, on prélève une partie du filtrat pour le dosage de l'azote selon Kjeldahl.

Dosage de l'azote non protéinique (NPN)

L'azote non protéinique est déterminé selon Collomb et al. (3). On précipite les protéines et la matière grasse de la partie non centrifugée du WLN avec de l'acide trichloracétique. Après filtration, on prélève une partie du filtrat pour le dosage de l'azote selon Kjeldahl.

Dosage des acides gras volatils (AGV)

Les acides gras volatils sont déterminés selon la méthode du MSDA (17). Les acides gras volatils du fromage sont distillés à la vapeur d'eau et dosés par titrage avec une solution de NaOH 0,1 mol/l. Après évaporation du distillat contenant

les sels de sodium des acides gras, suivie d'une extraction du résidu sec par de l'éther en milieu acide (hydrogénosulfate de potassium), les acides individuels sont dosés par chromatographie gaz/liquide.

Dosage des gaz de l'espace de tête des emballages

Les gaz N₂, O₂ et CO₂ sont dosés dans l'espace de tête par chromatographie gaz/liquide (1). Après avoir collé sur l'emballage un septum autocollant, on prélève l'échantillon à l'aide d'une seringue d'échantillonnage préalablement purgée avec le gaz porteur. Le mélange est injecté dans un anneau de stockage et piloté à travers des colonnes de séparation à l'aide d'une vanne de commutation.

Appareillage

Chromatographe gaz/liquide à détection catharométrique Varian 3700. Courant du pont ajusté à 160 mA pour le dosage des acides gras volatils. Gaz porteur: He. Intégrateur électronique Perkin-Elmer LCI 100.

Chromatographe gaz/liquide à détection catharométrique Perkin-Elmer type Sigma 300, modifié pour le dosage de mélanges de gaz dans l'espace de tête des emballages. Gaz porteur: He. Courant du pont ajusté à 240 mA. Intégrateur électronique Perkin-Elmer LCI 100.

Blocs de minéralisation type Kjeldatherm et appareil de distillation type Vapodest pour le dosage de l'azote selon Kjeldahl, Gerhardt GmbH, Borenheimstrasse 100, D-5300 Bonn 1.

Armoire à sécher Thermocenter type TC-100, Salvis AG, CH-6015 Reussbühl.

Flacons en polyéthylène de 500 ml, Semadeni, CH-3072 Ostermundigen-Berne, art. n° 2.0062.

CO₂, qualité 30 et Ar, qualité 48, Carbagas, CH-3097 Liebefeld-Berne.

Septum autocollant, Gummi Maag, CH-3172 Niederwangen, art. n° 128 078.

Seringue à gaz de 10 ml (1010 TTL Supelco, art. n° 2-1000) avec robinet (HV 1-1 Kontron art. n° 86725 04/9) et aiguille à trou latéral (Supelco art. n° 2-1742) pour la prise d'échantillon dans des emballages souples.

3. Résultats et discussion

Les résultats ci-après représentent la moyenne arithmétique des résultats d'analyse de deux échantillons identiques de chacune des sept variantes mesurés une fois chacun.

Même pour des échantillons de fromage conservés dans des conditions d'entreposage identiques, les vitesses d'altération peuvent varier en fonction d'influences difficiles à contrôler, telles que l'étanchéité des emballages, des différences de température dues à l'emplacement des échantillons dans le réfrigérateur, des contaminations bactériologiques, etc. Les courbes d'évolution des paramètres analytiques (fig. 1-4) peuvent ainsi présenter des fluctuations relativement importantes. Pour l'interprétation des résultats de cet essai, on tiendra donc plutôt compte des tendances d'évolution des paramètres analytiques que de leurs valeurs absolues.

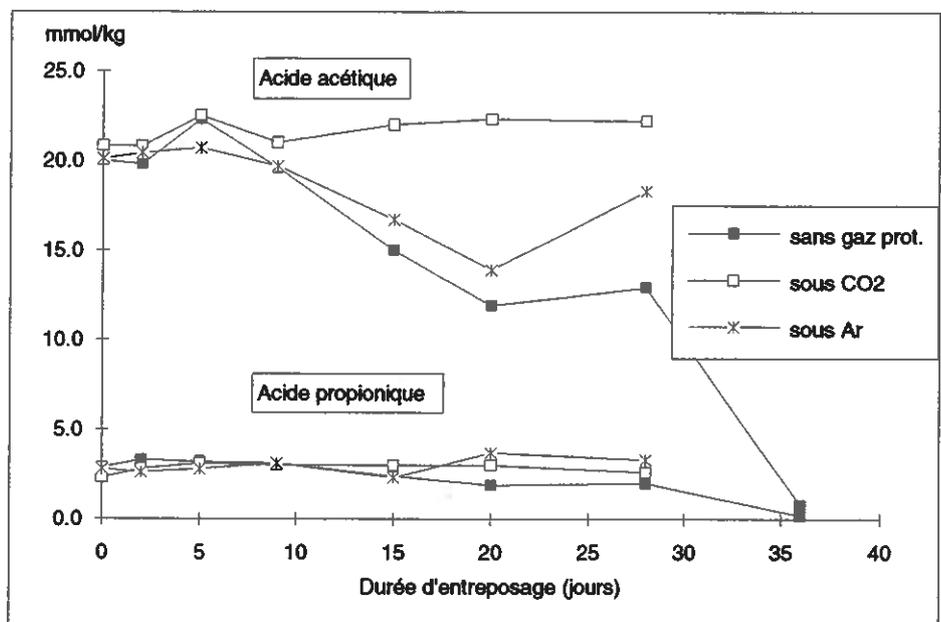


Fig. 1 Evolution des teneurs en acides acétique et propionique durant l'entreposage sous et sans gaz protecteurs à 15 °C

Evolution des teneurs en acides acétique et propionique

Les acides acétique (C2) et propionique (C3) sont des indicateurs de fermentations et de croissances microbiennes. Pour les fromages analysés (trois mois), les teneurs en C2 et C3 peuvent encore augmenter durant l'entreposage en cas de fermentations propionique et butyrique (12) ou diminuer en raison de leur consommation par divers microorganismes qui les utilisent comme source de carbone durant leur prolifération (5).

Pour l'entreposage à 15 °C, la fig. 1 présente l'évolution de ces teneurs pour les modes d'entreposage sans et sous gaz de protection.

On constate des différences très marquées des évolutions des teneurs en C2 entre les trois modes d'entreposage. Pour l'entreposage sous CO₂, ces teneurs restent dans les limites de précision de la méthode (c_v: env. 5%) pendant toute la durée de l'entreposage. Ce gaz assure donc une protection efficace du fromage contre son altération. Pour l'entreposage sans gaz protecteur, les teneurs en C2 passent de 20 à 12,9 mmol/kg après 28 jours d'entreposage et à une valeur presque nulle (0,8 mmol/kg) après 36 jours d'entreposage. La diminution la plus conséquente entre 28 et 36 jours est attribuable à une croissance accélérée de microorganismes proliférant en aérobic en raison du renouvellement de l'oxygène effectué à 28 jours d'entreposage. Pour l'entreposage sous argon, les teneurs en C2 se situent entre celles des deux autres variantes. Ce gaz assure donc une protection plus limitée que le CO₂ contre l'altération du fromage. Quant aux te-

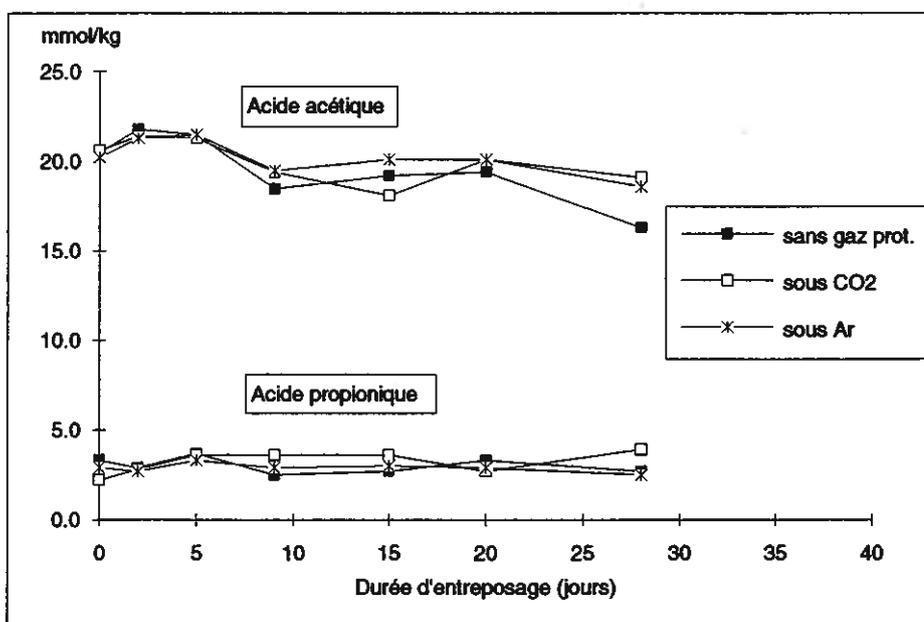


Fig. 2 Evolution des teneurs en acides acétique et propionique durant l'entreposage sous et sans gaz protecteurs à 4°C

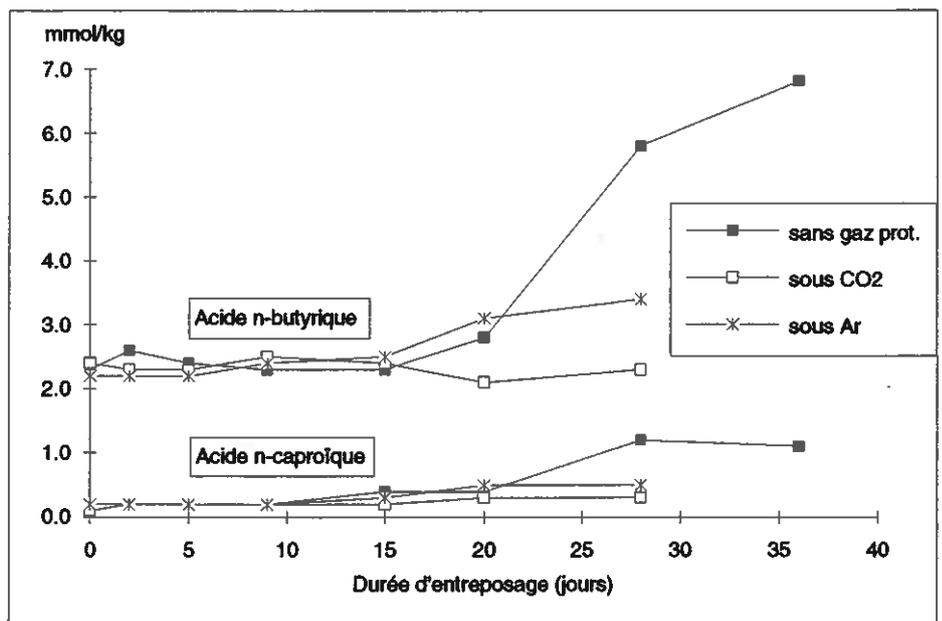


Fig. 3 Evolution des teneurs en acides n-butyrique et n-caproïque durant l'entreposage sous et sans gaz protecteurs à 15°C

neurs en C3, on constate une tendance semblable à celle constatée pour le C2 mais les différences des évolutions des teneurs entre les trois modes d'entreposages sont nettement moins marquées. La diminution la plus conséquente des teneurs en C3 a lieu pour la variante sans gaz de protection pour laquelle les valeurs passent de 2,9 à 2,0 mmol/kg après 28 jours d'entreposage et à 0,2 mmol/kg après 36 jours. Les deux autres modes d'entreposage ne peuvent pas être différenciés par le paramètre C3. Pour l'entreposage à 4 °C, la fig. 2 présente l'évolution de ces teneurs pour les trois modes d'entreposage.

On remarque que les différences des évolutions des teneurs en C2 entre les trois modes d'entreposage sont nettement moins marquées qu'à 15 °C. On constate une tendance à une faible diminution des teneurs en C2 dès le 5^e jour d'entreposage pour les trois variantes et c'est seulement entre le 20^e et le 28^e jour d'entreposage que l'influence des gaz protecteurs est déterminante. Durant cette période, les teneurs en C2 passent de 19,4 à 16,3 mmol/kg pour le mode d'entreposage sans gaz de protection alors qu'elles ne sont pas notablement modifiées pour les deux autres variantes. Ce mode d'entreposage ne permet donc pas de différencier les influences des deux gaz protecteurs. Quant aux teneurs en C3, elles restent relativement constantes et ne permettent pas de différencier les trois variantes d'entreposage.

Pour l'entreposage à l'état congelé (-30 °C), on n'a constaté aucune diminution des teneurs en ces deux acides. Les valeurs sont relativement constantes et leurs variations se situent dans le domaine de précision de la méthode (c_v: env. 5%) pendant toute la durée de l'entreposage.

Evolution des teneurs en acides n-butyrique et n-caproïque

L'acide n-butyrique (nC4) constitue un critère de la fermentation butyrique et de la lipolyse et l'acide n-caproïque (nC6) de la lipolyse et d'une putréfaction par *Putrificus* (Cl. sporogenes) (12). Ces acides peuvent donc constituer des critères de mesure de la qualité des conditions d'entreposage. La fig. 3 présente l'évolution des teneurs en nC4 et nC6 durant l'entreposage à 15 °C.

On ne constate aucun changement de ces teneurs pour les trois variantes durant les quinze premiers jours d'entreposage. Dès le 15^e jour, on observe des différences marquées entre les trois modes d'entreposage. Pour l'entreposage sans gaz protecteur, les teneurs en nC4 passent de 2,3 à 2,8 mmol/kg du 15^e au 20^e jour, à 5,8 mmol/kg après 28 jours et à 6,8 mmol/kg après 36 jours d'entreposage et celles en nC6 de 0,4 à 1,2 mmol/kg du 15^e au 28^e jour et à 1,1 mmol/kg après 36 jours d'entreposage. Cette variante représente donc le mode de conservation le plus mauvais. Pour l'entreposage sous argon, les teneurs en nC4 passent de 2,5 mmol/kg après 15 jours à 3,1 et à 3,4 mmol/kg après 20 resp. 28 jours d'entreposage; celles en nC6 restent relativement constantes durant toute la durée de l'entreposage. Ce gaz provoque donc essentiellement une modération de l'ampleur des modifications constatés pour la variante sans gaz protecteur. Pour l'entreposage sous CO₂, les teneurs en nC4 et en nC6 restent relativement constantes durant l'entreposage. On peut donc conclure que ce gaz assure un effet protecteur plus efficace que celui de l'argon.

Pour l'entreposage à 4 °C et pour l'entreposage à l'état congelé (-30 °C), on n'a observé aucun changement notable des teneurs en nC4 et en nC6 durant l'entreposage. Les valeurs sont restées dans le domaine de précision de la méthode (c_v: env. 5%) pendant toute la durée de l'entreposage. Ces résultats mettent en évidence le rôle déterminant de la température d'entreposage sur la qualité des résultats analytiques.

Tableau 1 Teneurs en gaz (% V/V) de l'espace de tête des emballages durant l'entreposage sans gaz protecteur à 15 °C

Gaz analysé	Temps d'entreposage (jours)						
	0	2	5	9	15	20	28
CO ₂	0,1	0,3	0,3	0,9	17,0	17,9	18,2
O ₂	21,9	21,7	21,7	21,2	1,7	1,4	1,3
N ₂	78,0	78,0	78,0	78,0	81,3	80,6	79,9

Evolution des teneurs en azote des fractions azotées

Les fractions azotées permettent de suivre le développement de la protéolyse «en largeur» (WLN/TN) et «en profondeur» (NPN/WLN) durant l'entreposage.

La fig. 4 présente l'évolution de ces rapports durant l'entreposage à 15 °C. On constate une faible tendance à une augmentation de la protéolyse en «largeur» pour la variante sans gaz protecteur pour laquelle le rapport WLN/TN passe respectivement de 27 % à 33 % du 5^e au 28^e jour d'entreposage et à 40 % après 36 jours. Sous CO₂ et argon, les augmentations sont faibles (env. 2%) et une protéolyse «en largeur» est donc incertaine. Pour la protéolyse «en profondeur», on constate surtout de fortes fluctuations des courbes d'évolution du rapport NPN/WLN à partir du 10^e jour d'entreposage ce qui peut être attribué à la perte d'homogénéité des fromages après une conservation prolongée.

Pour l'entreposage à 4 °C et pour l'entreposage à l'état congelé (-30 °C), on n'a constaté aucune augmentation des protéolyses «en largeur» et «en profondeur». Les fluctuations des courbes d'évolution des fractions azotées sont nettement plus faibles que pour l'entreposage à 15 °C et les teneurs en azote se

situent toujours dans le domaine de précision de la méthode (c_v: env. 0,5 %).

Evolution des teneurs en gaz dans l'espace de tête des emballages

Le tableau 1 présente l'évolution des teneurs en gaz de l'espace de tête des emballages pour le mode d'entreposage sans gaz protecteur à 15 °C.

On constate que la composition relative des gaz de l'espace de tête correspond à celle de l'air jusqu'au 9^e jour d'entreposage. Entre le 9^e et le 15^e jour, on remarque une consommation presque complète d'oxygène et une forte production de gaz carbonique. Les teneurs en O₂ et CO₂ passent respectivement de 21,2% à 1,7% et de 0,9% à 17,0%. On peut donc conclure à une croissance importante de microorganismes proliférant en aérobie pendant cette période et à une modération de l'activité enzymatique à partir du 15^e jour en raison des actions bactériostatique et fongicide du CO₂ formé.

Evolution des teneurs en eau et en matière grasse

On n'a constaté aucune modification notable de ces teneurs pour les sept modes de conservation pendant toute la durée de l'entreposage. Les variations des teneurs en eau (\bar{x} = 387 g/kg; c_v = 0,45%) et en matière grasse (\bar{x} = 301 g/kg; c_v = 0,72%) durant l'entreposage sont faibles et se situent toujours dans le domaine de précision de la méthode (c_v: 0,5 % à 1 %).

4. Conclusion

Cet essai a permis de mettre en évidence l'importance des conditions d'entreposage des échantillons de fromage en laboratoire. Il permet de tirer diverses conclusions utiles à la bonne pratique de laboratoire.

On a pu constater que les teneurs en matière grasse et en eau restent inchangées pour les sept modes de conservation pendant toute la durée d'entreposage. On n'a pas constaté de pertes de matière grasse comme c'est normalement le cas pour des fromages à moisissures (10). Contrairement à une idée répandue, la congélation ne diminue pas l'exactitude des dosages de l'eau des fromages râpés. Pour obtenir des résultats aussi précis qu'avec des échantillons

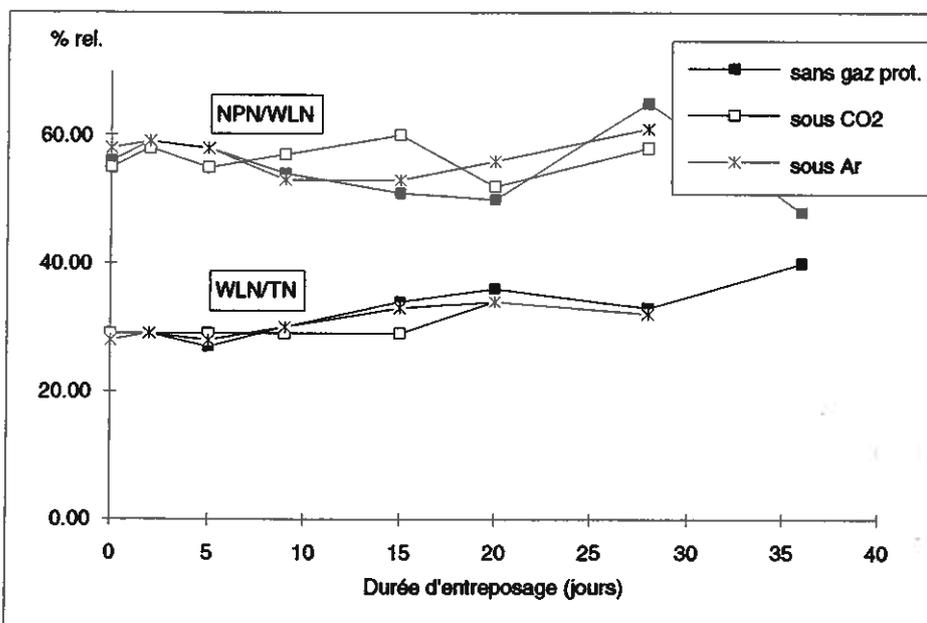


Fig. 4 Evolution de la protéolyse (WLN/TN et NPN/WLN) durant l'entreposage sous et sans gaz protecteurs à 15 °C

frais, il suffit de laisser se résorber la vapeur d'eau formée sur les parois intérieures des emballages pendant une nuit à 15 °C dans des emballages étanches (2).

L'entreposage à l'état congelé inhibe les principaux processus de fermentations et de croissances microbiennes. On n'a pas constaté de modification des teneurs en eau, en matière grasse, en acides gras volatils et en azote des fractions azotées pendant les 28 jours d'entreposage. La congélation constitue donc le mode d'entreposage le plus sûr pour des conservations de longue durée.

L'entreposage à 4 °C sous et sans gaz protecteur ne provoque aucun changement des paramètres analytiques en dehors de celui de l'acide acétique. On constate du 5^e au 20^e jour d'entreposage une diminution de sa teneur d'environ 10%. Durant cette période, cette diminution est indépendante des gaz protecteurs et dépasse légèrement le domaine de précision de la méthode (cv: env. 5%). L'influence des gaz protecteurs n'est déterminante que dès le 20^e jour d'entreposage mais ne permet pas de différencier l'efficacité des deux gaz protecteurs. Ce mode d'entreposage permet donc une durée de conservation des fromages de cinq jours sans modifications des teneurs en acide acétique ou de 20 jours avec des diminutions encore acceptables de ces teneurs.

L'entreposage à 15 °C met principalement en évidence l'influence des gaz protecteurs sur la précision des résultats analytiques. L'entreposage sans gaz protecteur ne permet pas une conservation supérieure à neuf jours sans diminution importante des teneurs en acide acétique et à 15 jours sans augmentation des teneurs en acide butyrique. La conservation sous argon modère uniquement l'ampleur de ces modifications sans augmenter la conservabilité des fromages alors que celle sous gaz carbonique provoque uniquement une faible augmentation des teneurs en acide caproïque à partir du 20^e jour d'entreposage.

Les résultats de cet essai permettent de conclure que l'influence de la température sur la conservabilité des fromages est plus importante que celle des gaz protecteurs et que le gaz carbonique assure un effet protecteur plus efficace et de plus longue durée que celui de l'Argon. On peut en outre recommander un conditionnement des fromages sous gaz carbonique et à température la plus basse possible pour l'envoi des échantillons lors des contrôles interlaboratoires.

Remerciements

Les auteurs remercient les collaborateurs du groupe «Inhaltstoffe» pour les analyses

effectuées ainsi que MM. G. Steiger et H. Glättli pour leurs excellentes critiques du manuscrit.

5. Bibliographie

- 1 BOSSET, J. O., COLLOMB, M., SPAHNI-REY, M. et GAUCH, R.: L'analyse des gaz entourant les aliments préemballés: revue des méthodes actuelles et mise au point d'un nouveau chromatographe gaz/liquide à détection catharométrique. *Trav. chim. aliment. hyg.* **80**, 430–451 (1989)
- 2 COLLOMB, M.: Methodik und Beurteilung der Fett- und Wassergehaltsuntersuchungen in Weich- und Halbhartkäse. *Int. Ber.* **33**, 1–12 (1989)
- 3 COLLOMB, M., SPAHNI, M., STEIGER, G.: Dosage de la teneur en azote selon Kjeldahl de produits laitiers et de certaines de leurs fractions azotées à l'aide d'un système automatisé. *Tav. chim. aliment. hyg.* **81**, 499–509 (1990)
- 4 CORINTH, H. G.: Haltbarkeitsverlängerung durch Anwendung von Schutzgas. *Lebensmitteltechnik* **17**, 680, 682–684 (1985)
- 5 DEIANA, P., FATICHENTI, F., FARRIS, G. A., MOCQUOT, G., LODI, R., TODESCO, R., CECCHI, L.: Metabolization of lactic and acetic acids in Pecorino Romano cheese made with a combined starter of lactic acid bacteria and yeast. *Le Lait* **64**, 380–394 (1984)
- 6 DESMAZEAUD, M. J., GRIPON, J. C., LE BARS, D., BERGERE, J. L.: Etude du rôle des microorganismes et des enzymes au cours de la maturation des fromages. *Le Lait* **557**, 379–396 (1976)
- 7 DINGLINGER, G.: Schutzgasverpacken verbessert die Haltbarkeit von Lebensmitteln. *Intern. Z. Lebensmittel-Technol., Verfahrenstechnik* **35**, 49–50, 52, 54–55 (1984)
- 8 DÜRICHEN, K., HEISS, R., BECKER, K.: Der zeitliche Verlauf der Gaskonzentrationen in Emmentaler-Weichpackungen und seine Bedeutung für die Qualitätserhaltung des verpackten Käses. *Deutsche Molkereizeitung* **91**, 385–391 (1970)
- 9 ENGEL, G., TEUBER, M.: Proteolytische Aktivität verschiedener Stämme von *Penicillium roqueforti*. *Kieler Milchw. Forsch. Ber.* **42** (4), 281–290 (1988)
- 10 HÄNNI, H., RYSER, H.: Die Bestimmung des Wasser- und Fettgehaltes von Weichkäsen. *Schweiz. Milchzeitung* **66**, 525 (1966)
- 11 MENASSA, A., LAMBERET, G.: Contribution à l'étude du système lipolytique de *Penicillium roqueforti*. *Le Lait* **62**, 32–43 (1982)
- 12 RITTER, W., HÄNNI, H.: Die Anwendung der Gas-Chromatographie in der Milchwirtschaft. I. Der Nachweis und die Bestimmung der flüchtigen Fettsäuren in Milchprodukten und Kulturen. *Milchwissenschaft* **15**, 296–302 (1960)
- 13 SACKS, B. and CORE, A.: Gas packaging – techniques and trends. *Food-Review* **14** (3) 26, 28, 31, 35, 37, 39 (1987)
- 14 Schweiz. Lebensmittelbuch, 2. Band, 5. Auflage, Methode 5/02. Eidg. Drucksachen- und Materialzentrale, Bern 1970
- 15 Schweiz. Lebensmittelbuch, 2. Band, 5. Auflage, Methode 5/03. Eidg. Drucksachen- und Materialzentrale, Bern 1970
- 16 Schweiz. Lebensmittelbuch, 2. Band, 5. Auflage, Methode 5/05. Eidg. Drucksachen- und Materialzentrale, Bern 1970
- 17 Schweiz. Lebensmittelbuch, 2. Band, 5. Auflage, Methode 5/15. Eidg. Drucksachen- und Materialzentrale, Bern 1970
- 18 SIEBER, R.: Zur Frage der gesundheitlichen Unbedenklichkeit von in der Käsefabrikation verwendeten Schimmelpilzkulturen. *Z. Ernährungswiss.* **17**, 112–123 (1978)
- 19 VAN EGMOND, H. P.: *Mycotoxins in dairy products*. Elsevier Science Publishers Ltd, London 1989

ZUSAMMENFASSUNG

COLLOMB, M., SPAHNI, M. und BADERTSCHER, R.
Optimierung der Lagerungsbedingungen für Käsemuster im Laboratorium mittels chemischer Analysen
 Schweiz. Milchw. Forschung **21** (1) 6–11 (1992)

Die vorliegende Arbeit befasst sich mit der Optimierung der Lagerungsbedingungen für Käseproben im Labor. Der Einfluss verschiedener Temperaturen (4 °C, 15 °C und –30 °C) und Schutzgase (Ar und CO₂) auf die analytischen Resultate von Wasser, Fett, Stickstofffraktionen und flüchtige Fettsäuren wurde untersucht. Es konnte gezeigt werden, dass die Tempe-

ratur einen grösseren Einfluss auf die Lagerfähigkeit ausübt als die Schutzgase, von denen Kohlendioxid besser ist als Argon. Im tiefgefrorenen Zustand wurden die gewählten Parameter innerhalb von 28 Tagen nicht verändert. Die schlechtesten Lagerungsbedingungen ergeben sich erwartungsgemäss bei 15°C ohne Schutzgas. Die wesentlichen Änderungen bestehen in einer Abnahme von Essigsäure, einer Zunahme des Verhältnisses WLN/TN und der Gehalte an n-Buttersäure und n-Caprinsäure. Die Aufbewahrung bei 15°C in Anwesenheit von Kohlendioxid erlaubt eine 20tägige Lagerung ohne Veränderung der analytischen Resultate. Unter Argon werden die Veränderungen gegenüber der schutzgasfreien Variante nur verlangsamt. Bei der Lagerung bei 4°C ergibt sich bis zum 20. Tag lediglich eine kleine Abnahme des Essigsäuregehaltes bei allen drei Varianten (Ar, CO₂, ohne Schutzgas). Der Einfluss der Schutzgase wirkt sich erst zwischen 20 und 28 Tagen Lagerung positiv aus.

SUMMARY

COLLOMB, M., SPAHNI, M. and BADERTSCHER, R.

Optimisation of storage conditions of cheese samples in the laboratory with the use of chemical analyses

Schweiz. Milchw. Forschung 21 (1) 6-11 (1992)

The object of this work was to optimise the conditions of storage of cheese samples in the laboratory. The influence of different temperatures (4°C, 15°C and -30°C) and protective gases (Ar and CO₂) during storage on the quality of water, lipid, volatile fatty acid and nitrogen fraction analyses were compared. It was shown that low temperatures were more effective than protective gases for prolonging the storage of cheese and that carbon dioxide was better than argon. There were no changes of the measured parameters during storage of frozen samples over a 28 day period. The least favourable

conditions were at 15°C without protective gas. There was a general decrease in the levels of acetic acid and an increase in the water soluble nitrogen/total nitrogen ratio as well as in the levels of n-butyric and n-caproic acids. Storage under carbon dioxide at 15°C protected the sample for approximately 20 days whereas argon only diminished the changes observed when the sample was exposed to air. During storage at 4°C there was only a slight decrease in the levels of acetic acid under all conditions used and the influence of protective gas was only effective between the 20th and 28th day of storage.

