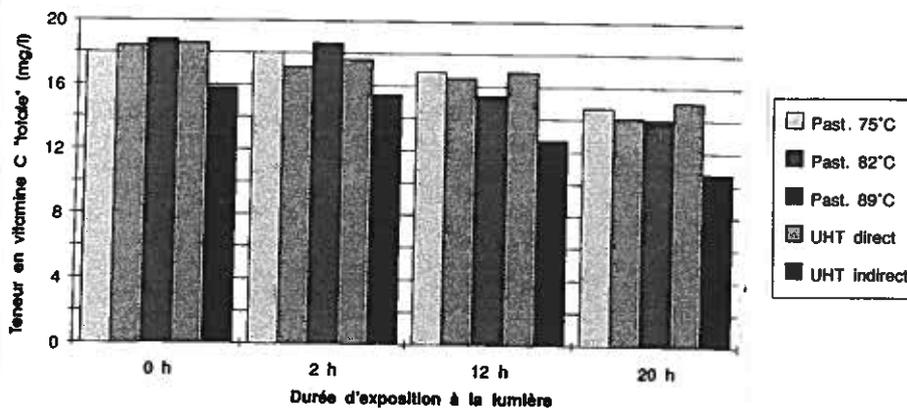


Evaluation de quelques critères d'altération du lait entier soumis à divers traitements thermiques et mécaniques ainsi qu'à diverses durées d'exposition à la lumière

Partie I: Etude de la vitamine C

J.O. Bosset, P. Eberhard, U. Bütikofer et R. Sieber(1)
E. Tagliaferri (2)

- 1) Station fédérale de recherches laitières (FAM)
3097 Liebefeld-Berne
- 2) Département assurance de qualité, Nestec SA
1800 Vevey



Evaluation de quelques critères d'altération du lait entier soumis à divers traitements thermiques et mécaniques ainsi qu'à diverses durées d'exposition à la lumière

Partie I: Etude de la vitamine C*

Evaluation of Criteria of Milk Deterioration after Various Heat and Mechanical Treatments as well as Light Exposure of Different Durations
Part I. Vitamin C

J. O. Bosset, P. Eberhard, U. Bütikofer et R. Sieber
Station fédérale de recherches laitières, Liebefeld-Berne
Assistance technique: Doris Fuchs et Miroslava Imhof

E. Tagliaferri
Département assurance de qualité, Nestec SA, Vevey

Introduction

La teneur du lait en vitamine C est de l'ordre de 18 mg/l. Elle peut fluctuer de 5 à 30 mg/l selon les conditions d'obtention du lait. Dans du lait fraîchement trait, on ne trouve pratiquement que la forme de l'acide ascorbique (1). Dans du lait stocké, on peut doser également une partie de la «vitamine C» sous la forme d'acide déhydroascorbique. Si l'on considère que le besoin journalier de l'adulte en vitamine C est de 75 mg (2) et que la consommation moyenne de lait en Suisse est d'environ 0,3 l par jour et par habitant (3), le lait ne représente pas une source importante (<10%) d'un point de vue nutritionnel. De par sa sensibilité à l'oxygène et à la lumière, cette vitamine pourrait en revanche être considérée comme une substance intéressante comme critère d'altérations (photo)oxydatives d'un lait entier soumis à divers traitements thermiques et mécaniques (homogénéisations) ainsi qu'à diverses durées d'exposition à la lumière (4, 5).

* Conférence présentée sous la forme de poster lors de la 103e assemblée annuelle de la Société suisse de chimie analytique et appliquée, du 5 au 7 septembre 1991 à Engelberg.

Un premier objectif de la présente étude est donc d'évaluer l'intérêt qu'offre cette vitamine (sous la forme des acides ascorbique et déhydroascorbique) comme indicateur dans ce contexte, à côté d'autres composés tels que la vitamine B₁ (dite thermosensible, partie II) et la vitamine B₂ (photosensible, partie III). La détermination de la teneur en azote non caséinique NCN, du degré d'homogénéisation et de la couleur du lait (partie IV) ainsi qu'une analyse sensorielle (partie V) complèteront cette étude. Ces divers critères d'évaluation de la qualité du lait, déterminés en parallèle sur les mêmes laits, donneront lieu à une série de publications dans cette revue. D'autres paramètres tels que la teneur en lactulose, en hydroxyméthylfurfural HMF et lysinoalanine (6) feront probablement aussi l'objet d'une évaluation analogue, mais nécessitent auparavant certains travaux de développement et de mise au point analytique dans nos laboratoires.

Un second objectif de cette étude est de vérifier si l'application d'un traitement thermique plus énergique, produisant par conséquent plus de composés soufrés réducteurs, pourrait être garante d'une meilleure protection naturelle à l'égard de la photodégradation du lait. *Dai-Dong et al.* (7) prétendent que la β -lactoglobuline, riche en groupe SH (8), a un effet protecteur sur la vitamine C lors du traitement thermique.

Ce travail, à caractère largement bibliographique, comparera également les résultats expérimentaux obtenus avec ceux déjà publiés par d'autres auteurs dans le cadre d'essais comparables.

Partie expérimentale

Origine, composition globale et préparation des échantillons de lait

Dans le cadre d'un premier essai, un seul et même lait frais de mélange («pool»), de composition usuelle (tableau 1) et dont une partie a été conservée à l'obscurité comme lait cru de référence, a été soumis aux différents traitements thermiques suivants (fig. 1):

- | | | |
|---|---|--|
| - une pasteurisation à 75 °C pendant 16 s | } | avec une homogénéisation à 1 étage (à 120 bar) et à resp. 75, 82 et 89 °C* |
| - une pasteurisation à 82 °C pendant 16 s | | |
| - une pasteurisation à 89 °C pendant 16 s | | |
| - un traitement UHT direct (150 °C / 2,4 s) | } | avec une homogénéisation à 200 bar avant et à 50 bar après l'UHT |
| - un traitement UHT indirect (140 °C) | | |

* La température de l'homogénéisation était la même que celle de la pasteurisation.

Tableau 1. Compositions chimique et microbiologique globale des laits avant et après traitements thermiques et mécaniques (homogénéisations)

Traitements thermique et mécanique	TN (mol/kg)	MG (g/kg)	Point congél. (°C)	Germes totaux (UFC/ml)
Premier essai				
Lait cru	0,34	37,5	524	132 000
Past 75 °C/120 bar	0,34	37,5	524	1 030
Past 82 °C/120 bar	0,35	37,3	524	240
Past 89 °C/120 bar	0,35	37,5	523	10
UHT direct 150 °C/200/50 bar	0,35	39,0*	521	0
UHT indirect 140 °C/200/50 bar	0,35	37,4	522	0
Deuxième essai				
Lait cru	0,35	37,0	523	42 000
Past 82 °C/60/30 bar	0,36	37,0	524	2 400
Past 82 °C/120/30 bar	0,35	37,5	523	2 400
Past 82 °C/180/30 bar	0,35	37,3	524	2 100

TN = azote total (9)

MG = matière grasse selon Gerber (10)

Point de congélation, mesuré à l'aide d'un cryoscope Fiske (11)

Germes totaux (d'après 12)

* Inhomogénéité de la teneur en MG par suite d'un léger crémage du lait de départ utilisé, sans incidence sur les résultats de ce travail

Tous ces laits ont été conservés dans des bouteilles de verre transparent incolore de 1 l de contenance, remplies aux 3/4 seulement afin de garantir la présence d'un volume d'espace de tête suffisant pour saturer le lait en air (250 ml). Les 5 laits traités thermiquement ont alors été exposés à l'éclairement (750 ± 50 lx) d'une rampe composée de 2 tubes fluorescents de type «blanc chaud» Philips TLD 58W/33 montés parallèlement selon une disposition analogue à celle déjà décrite (13). 4 durées d'exposition à la lumière ont été testées, soit: 0 heure (laits gardés à l'obscurité complète), 2, 12 et 20 heures consécutives, tous les échantillons ayant le même âge en fin d'essai, soit un jour.

Dans le cadre d'un second essai du même type, le lait initial («pool») a été soumis aux traitements mécaniques suivants:

- homogénéisation à deux étages 60/30 bar
 - homogénéisation à deux étages 120/30 bar
 - homogénéisation à deux étages 180/30 bar
- } et à 65 °C

La pasteurisation appliquée a été ajustée à 82 °C, correspondant à la température intermédiaire de l'essai précédent.

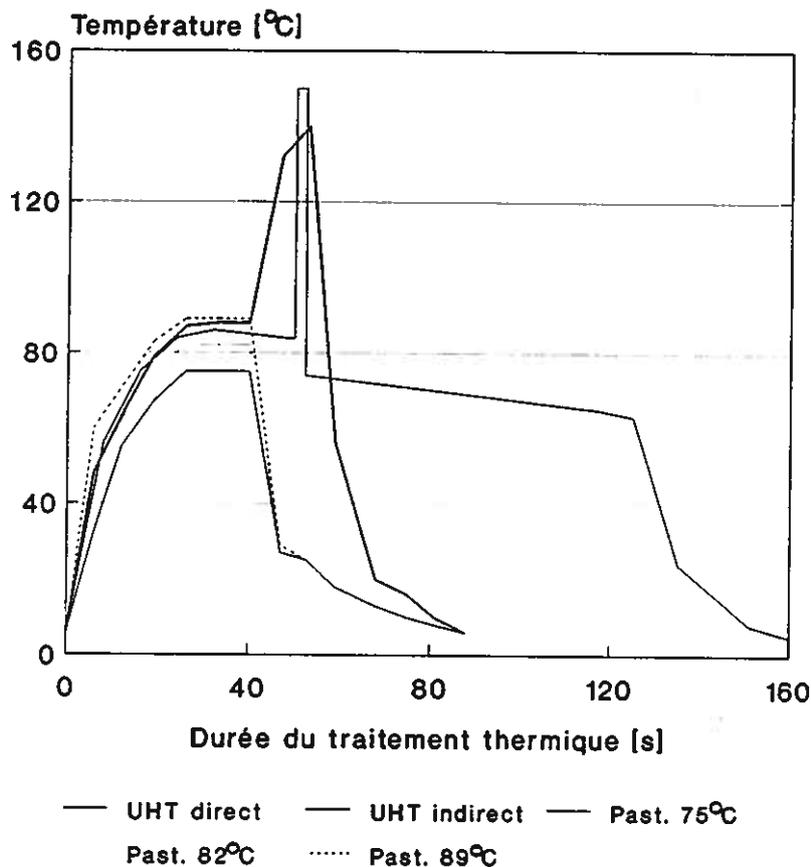


Fig. 1. Diagramme température/durée des traitements thermiques appliqués

Les divers laits ainsi obtenus ont à nouveau été exposés à la lumière dans les mêmes conditions que précédemment.

Méthodes d'analyse

Dosages de l'acide ascorbique et de la vitamine C «totale»

La teneur en acide ascorbique a été déterminée parallèlement par plusieurs méthodes, soit:

- un dosage par RP-HPLC en mode isocratique avec une première détection photométrique dans l'UV à 245 nm, suivie par une seconde détection électrochimique (ESA Coulochem® 5200: $E_1 = -100$ mV; $E_2 = +50$ mV) montée en série;
- un titrage visuel classique au 2,6-dichlorophénolindophénol (DCPIP)*;
- un titrage automatique par bivalentométrie avec le même oxydant (DCPIP)* effectué à l'aide d'un titroprocesseur 686 (avec une double électrode de platine lisse) et sous un courant de polarisation de + 1 μ A délivré par un polariseur de type E585 (équipement complet livré par Metrohm AG, Herisau).

* La «valeur à blanc» (témoin) après oxydation avec du sulfate de cuivre a été déterminée et corrigée pour chaque échantillon.

Aux erreurs analytiques près de chacune de ces méthodes, de l'ordre de ± 5 à 10% relatifs, pratiquement tous les résultats concordent. Les valeurs indiquées dans les figures 2 à 4 sont les moyennes arithmétiques calculées sur la base de ces 4 méthodes. Ces dosages ont été effectués en double, parfois en triple.

La teneur en vitamine C «totale» (somme des teneurs en acides déhydroascorbique et ascorbique, après oxydation de ce dernier en acide déhydroascorbique à l'aide de 2,6-dichlorophénolindophénol) a été dosée par RP-HPLC en mode isocratique avec une détection fluorimétrique (excitation à 350 nm; émission à 430 nm) du composé (quinoxaline) obtenu par une prédérivation manuelle à l'orthophénylènediamine. Ce dosage a été effectué à simple.

La description de ces diverses méthodes de dosage et la discussion des résultats correspondants feront l'objet d'une publication détaillée séparée (en préparation). Pour d'évidentes raisons de planification du travail, toutes les déterminations n'ont pu être effectuées le même jour. Les figures 2 à 4 indiquent à chaque fois l'âge des laits correspondants.

Contrôle de la saturation en oxygène dissous

La saturation du lait en oxygène (air dissous) a été vérifiée à l'aide d'une mesure de la pO_2 selon Clark (électrode industrielle d'Ingold, \varnothing de 25 mm), préalablement calibrée dans l'air pour ajuster la pente de l'électrode. La saturation des échantillons en air est d'ailleurs garantie par l'important volume de l'espace de tête des bouteilles de verre utilisées.

Resultats et discussion

Influence du traitement thermique

L'influence des traitements thermiques sur la teneur en vitamine C du lait fait l'objet de bien des controverses dans la littérature, tout particulièrement en ce qui concerne les pasteurisations. D'après certains auteurs, de tels échauffements du lait n'entraînent aucune perte en acide ascorbique, alors que d'autres rapportent des pertes de 10 à 20% de la teneur initiale (tableau 2). Les pertes dues aux traitements de type UHT sont élevées (tableau 3), comparables à celles occasionnées par des traitements thermiques beaucoup plus dommageables tels que cuissons, stérilisations et traitements aux rayons γ (tableau 4), à l'exception de celles causées par des traitements aux rayons UV qui sont de l'ordre de 0 à 15% (19, 40). Des raisons d'ordre tant analytique que technologique pourraient expliquer les (apparentes) contradictions entre auteurs. Au nombre des explications analytiques, assez probables, il faut mentionner la préparation et le traitement des échantillons ainsi que le choix des méthodes de dosage utilisées (sensibilité, répétabilité, limite de détection et artefacts éventuels). Cet aspect de la question revêt une importance toute particulière pour les méthodes procédant par titrage au 2,6-dichlorophénolindo-

Tableau 2. Influence de différentes conditions de pasteurisation sur la teneur en vitamine C du lait

Premier auteur, année	Traitement thermique température (°C)/durée (s)	Méthode de dosage	Teneur du lait de départ (mg/l)		Perte (% du lait de départ)		Remarques
			Asc	Total	Asc	Total	
Kon, 1936 (14)	62/1800	DCPIP+H ₂ S	18,5		2		
Whitnah, 1936 (15)	71,1/60	DCPIP	21,0	17,1	0	2	
Woessner, 1940 (16)	72/1800	DCPIP+H ₂ S	16,1	19,9	17	32	a.a.
Holmes, 1945 (17)	72-83/22	DCPIP	39,5	45,6	38	16	additionné
Petersen, 1948 (18)	72-16	DCPIP	16,4		0		
Wodsak, 1960 (19)	Past. courte durée	DCPIP+H ₂ S	18,5		2		
Kisza, 1966 (20)	80/15	n. i.		21,1		17	
Romans'ka, 1969 (21)	72-72/30	n. i.	13,6	18,9	10	17	
Renner, 1971 (22)	85/10	DCPIP	5,3	10,4	13	36	
Kylä-S., 1972 (23)	74/15	DNP _H	20,8	21,1	1	6	avec O ₂ : 4, 16, 21
Bgantsov, 1973 (24)	74-76/20	n. i.	19,0	20,8	4	4	
Reuter, 1978 (25)	100/400	DCPIP			0		
Mottar, 1979 (26)	n. i.	DCPIP			7%	de plus qu'à 60 °C	
Blanc, 1980 (27)	72/15	DCPIP			13		
Haddad, 1984 (28)	72/16	OPDA		23,3	4	5	
Kessler, 1984 (29)	72/40	DCPIP	19,2		21	17	21
Ford, 1986 (30)	72/	DCPIP	~ 23		17	0	
Lavigne, 1989 (31)	76/16 85/4	HPLC		50			5-10 25 5-10 40
Manasterny, 1990 (32)	50-100/4-186	enzymatique			stable		

Abbreviations: DCPIP = titrage au 2,6-dichlorophénolindophénol; DNPH = dinitrophénylhydrazine; OPDA = o-phénylènediamine
Asc = acide ascorbique; Total = acides ascorbique et déhydroascorbique; n.i. = non indiqué

Tableau 3. Influence de différents traitements thermiques de type UHT sur la teneur en vitamine C du lait

Premier auteur, année	Traitement thermique température (°C)/durée (s)	Méthode de dosage	Teneur du lait de départ (mg/l)		Perte (% du lait de départ)		Remarques	
			Asc	Total	Asc	Total		
Bernhard, 1953 (33)	direct					9	lait past.	
Ford, 1969 (34)	indirect	DCPIP+H ₂ S	n. i.	17,0	n. i.	35	20	2 essais avec 2 procédés
			10,9	7,7	13,6	14,2	0	
Burton, 1970 (35)	direct/indirect indirect	DCPIP+H ₂ S	14,0	18,7	9	7	27	avec 1/9 mg/l O ₂
			14,9	19,6	1/11	22/30		
Bgantsov, 1973 (24)	n. i.	n. i.	n. i.		34			
Mottar, 1979 (26)	direct	DCPIP			18	32	d: n = 9 i: n = 17	
Blanc, 1980 (27)	direct/indirect	DCPIP			5/12			
Haddad, 1984 (28)	140/3,5	OPDA		23,3		30	26	
Kessler, 1984 (29)	indirect	n. i.	19,2		19			
Lavigne, 1989 (31)	indirect	HPLC		50		30	lait de chèvre	
Oamen, 1989 (36)	138/20,3	DCPIP	21,3		32	33		

Abbreviations: voir tableau 2

Tableau 4. Influence d'autres traitements (thermiques et par irradiation) sur la teneur en vitamine C du lait

Premier auteur, année	Traitement thermique	Méthode de dosage	Teneur du lait de départ (mg/l)		Perte (% du lait de départ)		Remarques
			Asc	Total	Asc	Total	
Henry, 1938 (37)	stérilisation	DCPIP+H ₂ S	11,5	18,3	71	43	n = 15
Ford, 1957 (38)	stérilisation	DCPIP	30		57		en présence de N ₂ : perte de 12%
Wodsak, 1960 (19)	cuisson	DCPIP+H ₂ S		18,9		20	n = 4
Wodsak, 1960 (19)	autoclavage	DCPIP+H ₂ S		19,7		40	n = 4
Wodsak, 1960 (19)	homogén., stérilis.	DCPIP+H ₂ S		14,8		24	n = 3
Wodsak, 1960 (19)	UV	DCPIP+H ₂ S				0	
Ford, 1966 (39)	rayon γ	DCPIP	18		91		1 Mrad
Kisza, 1966 (20)	cuisson 5 min	n. i.	13,6	18,9	15	22	
Renner, 1971 (22)	cuisson/stérilis.	DCPIP	20,7 / 20,7		18 / 25		
Kylä-S., 1972 (23)	homogén., stérilis.	DNPH		18,6		6	
Mottar, 1979 (26)	stérilisation	DCPIP	n. i.		50 / 67		polyéthylène/verre
Lavigne, 1989 (31)	stérilisation	HPLC		50		70	lait de chèvre

Abbreviations: voir tableau 2

phénol avec lesquelles les «valeurs à blanc» sont non seulement difficiles à déterminer, mais encore très élevées. Quant aux explications technologiques, il n'est pas exclu que d'importantes différences dans les laits de départ (teneur en oxygène (20, 35), en cuivre (30, 41, 42) etc.) et dans les procédés proprement dits, surtout avec des installations modernes, ne puissent rendre compte des différences observées.

L'acide déhydroascorbique paraît être en grande partie détruit par les traitements UHT du lait (34), ce que semblent contredire les résultats obtenus (fig. 2).

Les résultats obtenus dans le cadre de la présente étude n'indiquent aucune diminution significative de la teneur en vitamine C du lait par suite des 3 pasteurisations ou du traitement UHT direct appliqués (fig. 2). Seul le traitement UHT indirect cause une légère perte de l'ordre de 15% relatifs (fig. 2).

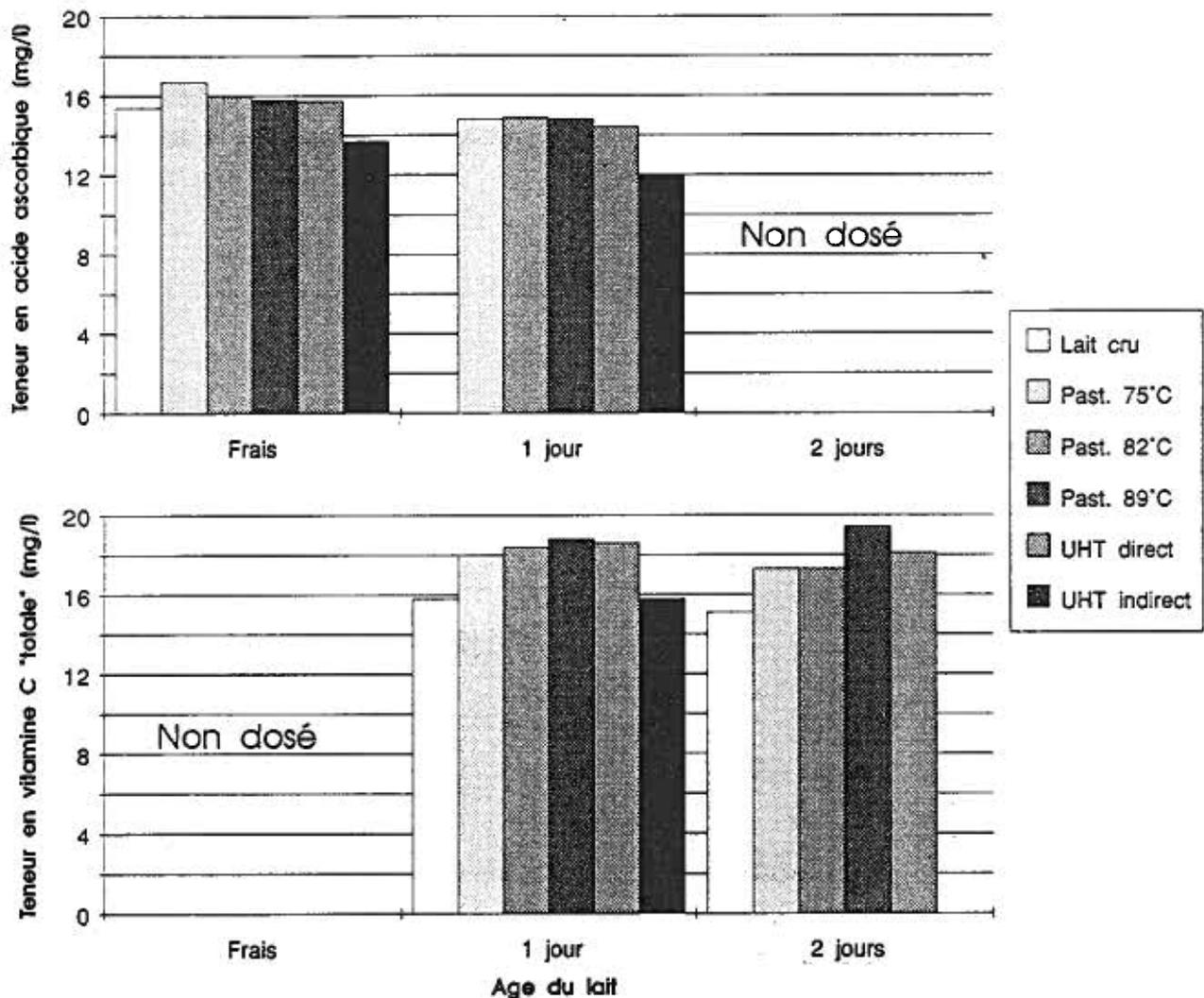


Fig. 2. Influence du traitement thermique et de l'âge du lait sur sa teneur en acide ascorbique et en vitamine C «totale»

Le lait cru présente en revanche des teneurs en vitamine C légèrement plus faibles que les laits traités thermiquement. Cette constatation, plus particulièrement marquée avec le lait cru du second essai (homogénéisations) pour lequel les dosages n'ont pu être effectués que le lendemain, est difficile à expliquer (fig. 2). La présence de germes vivants dans le lait cru pourrait être à l'origine de ce phénomène qui ne semble pas avoir été décrit dans la littérature.

L'efficacité des traitements thermiques appliqués est suffisante du point de vue microbiologique puisque plus de 95% des germes totaux dans le second essai et plus de 99% dans le premier ont été détruits. On ne constate par ailleurs qu'un très faible mouillage «technologiquement inévitable» des laits traités par UHT direct (tableau 1: point congel.).

Influence de l'homogénéisation

D'après *Woessner et al.* (16), l'homogénéisation ne détruit pas les acides ascorbique et déhydroascorbique du lait. La figure 3 confirme le fait que le degré d'homogénéisation obtenu par application de pressions différentes (homogénéisations à deux étages dans le second essai) ne joue aucun rôle sur la teneur en acide ascorbique du lait, quelle que soit d'ailleurs la durée de l'exposition à la lumière.

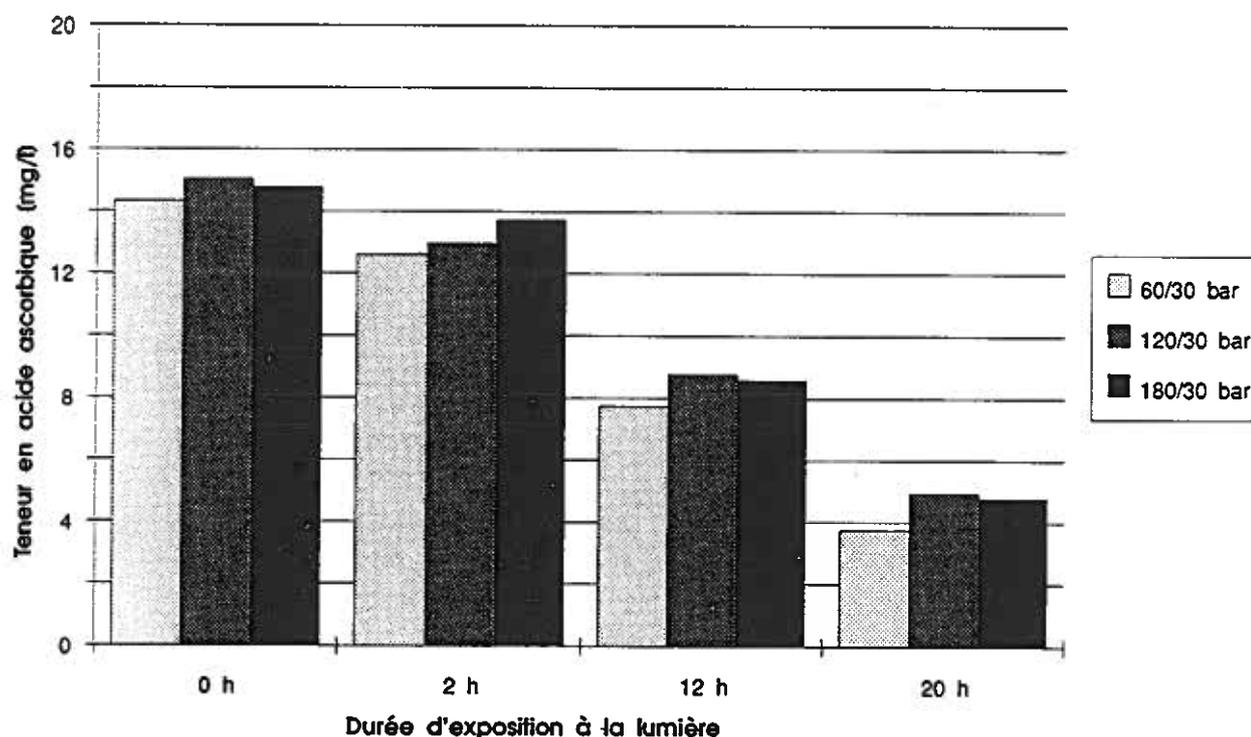


Fig. 3. Influence du traitement mécanique (homogénéisations) et de la durée de l'exposition à la lumière sur la teneur en acide ascorbique d'un lait âgé d'un jour

Ce point est intéressant à relever puisqu'il est établi que le degré de pénétration de la lumière dans un milieu dépend étroitement de son pouvoir photodiffusant, comme le montrent les mesures de la couleur L, a, b ainsi que celles du degré d'homogénéisation et de la teneur en azote non caséinique (NCN) de ces mêmes laits (cf. partie IV).

Influence de la durée du stockage

De façon générale, on constate une baisse générale de la teneur en vitamines dans les laits traités par UHT (43), en acide ascorbique en particulier, au cours de l'entreposage des laits pasteurisés et UHT (tableau 5 et fig. 2). Ces pertes dépendent de plusieurs paramètres dont la durée et la température du stockage, de la teneur en oxygène dissous, en composés oxydants ou réducteurs (notamment soufrés et vitamine E) ainsi qu'en catalyseurs d'oxydation (métaux de transition, enzymes).

Quant à l'emballage, sa translucidité et sa perméabilité à l'oxygène déterminent également dans une large mesure les pertes en vitamine C du lait considéré. D'après *Fink* (56, 57) la perte par le stockage de l'acide ascorbique dans le lait UHT est du type de:

$$L = t \cdot 2,26 \cdot 10^5 \exp\left(\frac{-6435}{T}\right)$$

L = perte d'acide ascorbique (%)

t = durée du stockage (s)

T = température du stockage (K)

Influence de l'oxygène

La vitamine C est (photo)oxydable. Le lait contient de 8–9 mg d'oxygène par litre (58). En présence de ce gaz dissous, les pertes d'acide ascorbique sont élevées pendant le traitement thermique (tableau 2 et 3) et encore plus importantes pendant le stockage (tableau 6). *Ford* et al. (31) ont montré par exemple qu'un lait ayant subi un traitement de type UHT direct en l'absence d'oxygène accuse une perte en acide ascorbique inférieure à 20% après 60 jours contre plus de 90% après 7 jours déjà dans des laits UHT indirect contenant de 6 à 8 mg/l d'oxygène. Ces constatations ont également été confirmées par les travaux de *Lechner* (61). Un lait de type UHT indirect non dégazé (avec 6–7 mg O₂/l) ne contenait plus d'acide ascorbique après 12 jours de stockage, alors qu'un lait comparable, ayant subi le même type d'échauffement, mais dégazé (teneur en O₂ résiduelle inférieure à 1 mg/l), avait encore approximativement la moitié de sa teneur initiale en ce composé après 40 jours d'entreposage. Cette étude indique encore que la présence d'un espace de tête contenant de l'air au-dessus d'un lait initialement dégazé cause une perte en acide

Tableau 5. Influence du stockage sur la teneur en vitamine C du lait cru, pasteurisé ou UHT

Premier auteur, année	Lait	Conditions stock. durée (d)/ temp. (°C)	Emballage	Méthode de dosage	'Teneur du lait de départ (mg/l)		Perte (% du lait de départ)		Remarques	
					Asc	Total	Asc	Total		
Whitnah, 1936 (15)	c	1/n. i.		DCPIP	25,0		7			
Gjessing, 1940 (41)	c	4/5		DCPIP	20,7		70		past. à 63 °C/75 °C	
	p	4/5			20,7 (c)		58	41		
Lechner, 1969 (44)	Ud/i	24/20-25		DCPIP+H ₂ S	13,9	15,6	4	3	4	
Renner, 1971 (45)	c	1 et 2 et 3/4		DCPIP	22,6		12	22	38	
Renner, 1971 (22)	p	1/4	verre opaque	DCPIP			10		à l'obscurité	
Becker, 1977 (46)	p	12/5		DCPIP	13 (c)		25		85 °C/10s 74 °C/40s 65 °C/1800s	
Goussault, 1978 (47)	p	3/6	carton plastique	DMPDA		13,3 (c)		16	9	
Haddad, 1983 (28)	p	14/40		OPDA		19,4	18,3	7	7	
Ford, 1969 (34)	Ui	90/15-19		DCPIP+H ₂ S		11,0	12,0		85/96	
	Ud					15,0 (c)		40	2 essais indirect	
Ferretti, 1970 (48)	U	90/5 et 20 et 37		DNPH			48	45	48	
Renner, 1975 (49)	Ud	56/4		DCPIP	22,8		12	14	13	
	Ui	56/20	papier plastique		12,0		71	68	69	
	Ui	56/38	papier		13,8		84	81	77	
Blanc, 1980 (27)	Ud/i	14/25 56/5 224/5		DCPIP			< 2	mg/l		
Berlage-W., 1983 (50) (51)	Ud/i	42/20		DCPIP		18,9	17,5*		58	
Blanc, 1984 (52)	Ui	112/5 56/25		DCPIP					71	
										* 1 jour
										non mesurable

(à suivre)

Tableau 5. (suite et fin)

Premier auteur, année	Lait	Conditions stock. durée (d)/ temp. (°C)	Emballage	Méthode de dosage	Teneur du lait de départ (mg/l)		Perte (% du lait de départ)		Remarques
					Asc	Total	Asc	Total	
Haddad, 1983 (28)	U	14/40		OPDA		16,4 (U)		9	
Ford, 1986 (30)	c	2/4	verre	DCPIP	n. i.		58		72 °C/82 °C
	p	14/4			~23	90	16		
Kneifel, 1986 (53)	Ui	120/5 et 20		HPLC		9,2 (U)		51	56
Flückiger, 1989 (54)	Ud/i	56/5 et 25		DCPIP			i. >> d.		5 °C plus bas que 25 °C
Oamen, 1989 (36)	Ud	140/24		DCPIP	14,5	14,3	85	84	dir. 138 °C/149 °C
Dolfini, 1991 (55)	Ud	90/5		HPLC	285		26		a.a. additionné au lait écrémé
	Ui	90/5 et 20			295		32	39	

Abbreviations: DMPDA = diméthylphénylènediamine; c = cru; p = pasteurisé; U = UHT, d = direct, i = indirect
Autres abréviations: cf. tableau 2

Tableau 6. Influence de la teneur en oxygène sur la teneur en vitamine C au cours du stockage du lait pasteurisé ou UHT

Premier auteur, année	Lait	Conditions stockage durée (d)/temp. (°C)	Méthode de dosage	Teneur en O ₂ (mg/l)	Teneur du lait de départ (mg/l)		Perte (% du lait de départ)		Remarques (notamment traitement thermique: temp. (°C)/durée (s))
					Asc	Total	Asc	Total	
Guthrie, 1946 (59)	p	3 et 7/4		O ₂ présent	18,2		18	56	
Ford, 1969 (34)	Ui	60/15-19	DCPIP+H ₂ S	5,7	6,9	96		94	2 essais UHT indirect
	Ud			8,3	11,1	95		94	
Renner, 1971 (22)	p	1/4	DCPIP	O ₂ présent	17,8	17,3	17		85 °C/10s 74 °C/40s 65 °C/1800s
					19,9	17,0	22		
					17,3	11	10		
Thomas, 1975 (60)	Ui	15/20 150/20	DCPIP	8,9	~14	100			
				3,6	1,0	54	30		
Becker, 1977 (46)	p	6 et 11/5	DCPIP	O ₂ illimité	13 (p)		90	~50	
Lechner, 1977 (49)	Ui	12 et 40/20	DCPIP	6-7	~11	100		~50	sans espace de tête
Fink, 1984 (56), 1986 (57)	Ui	62/4 et 20 et 35	DCPIP	0 ml*	16,5	85	89	95	* = espace de tête
				20 ml*	16,5	90	93	91	
Kneifel, 1986 (53)	Ui	140/5 et 20	HPLC	3,5					0
				0					32
				7,8					0
				1,0					35

Abbreviations: voir tableau 2 et 5

ascorbique comparable à celle observée sans dégazage initial, mais retardée de quelques jours.

Dans un lait de chèvre pasteurisé à diverses températures ainsi que traité par UHT et stocké sous vide ou en présence d'air, on a pu mettre encore en évidence des teneurs non négligeables en vitamine C, alors qu'il n'était plus possible de différencier ces mêmes laits après trois semaines (31).

En présence d'oxygène dissous (saturation en air), les présents essais ont permis d'établir une perte de l'ordre de 10% par 24 heures à l'obscurité (fig. 2).

Influence de la lumière

La teneur en acide ascorbique du lait peut être influencée par l'exposition à la lumière (intensité, durée et spectre d'émission). A cet égard, tant la source lumineuse que la translucidité de l'emballage sont des facteurs décisifs (14, 62-66). En présence d'oxygène, la riboflavine (vitamine B₂) joue le rôle de photosensibilisateur (partie III). Les résultats de la littérature sont indiqués dans le tableau 7.

Un lait pasteurisé exposé directement à la lumière solaire en présence d'oxygène dissous ne contient pratiquement plus d'acide ascorbique après 30 min déjà. Parallèlement, la teneur en acide déhydroascorbique croît jusqu'à 13 mg/l pendant les 5 premières minutes, puis décroît jusqu'à une concentration de l'ordre de 10 mg/l à la 30^{ème} minute pour se stabiliser à cette valeur pendant les 30 minutes suivantes (70). L'acide ascorbique des laits entiers et écrémés pasteurisés stockés dans des bouteilles de verre blanc ou vert est détruit par la lumière solaire directe après 30 min, alors qu'il en subsiste plus de 90% après ce même laps de temps si le stockage est effectué dans des bouteilles de verre brun (62). Dans un lait pasteurisé soumis 6 heures durant à des éclairagements de 700, 1500 et 2300 lx, on a pu établir des pertes de l'ordre de 20-50% dans des bouteilles de verre transparent incolore, contre des pertes de 10-30% seulement pour des verres teintés en brun. Dans les mêmes conditions expérimentales, les pertes s'élevaient à 40-70%, respectivement à 20-40% après 12 heures d'illumination (73). *Schröder* et al. (71) ont conservé des laits pasteurisés dans des emballages de carton doublé d'un film de polyéthylène et dans des bouteilles de polyéthylène sous un éclairagement de 4000 lx ainsi qu'à l'obscurité. Les pertes en acide ascorbique et, dans une moindre mesure, en acide déhydroascorbique étaient nettement plus marquées dans les échantillons exposés à la lumière. Seul le lait illuminé et stocké dans des bouteilles de polyéthylène très étanche à l'oxygène de l'air a montré simultanément une nette consommation de l'oxygène. D'après *Nordlund* (74), la perte d'acide ascorbique par photooxydation est, en présence de riboflavine, du type de:

$$AA = AA_0 \cdot 10^{(-k \cdot t + l \cdot t^2)}$$

AA = contenu de l'acide ascorbique après l'exposition à la lumière

AA₀ = teneur initiale en d'acide ascorbique

t = durée de l'exposition à la lumière

k et l = constantes

Tableau 7. Influence de l'exposition à la lumière sur la teneur en vitamine C de divers laits

Premier auteur, année	Lait	Emballage	Type de lumière	Condition durée (h)/ temp. (°C)	Méthode de dosage	Teneur du lait de départ (mg/l)		Perte (% du lait de départ)		Remarques
						Asc	Total	Asc	Total	
Kon, 1936 (14)			lumière solaire	0,5	DCPIP+H ₂ S	19,3	23,8	100	41	
Chilson, 1949 (67)			lumière solaire	0,5	DCPIP			100		
Andersen, 1959 (68)	p		lum. jour directe	4	DCPIP	22,0		56		
Hendrickx, 1962 (62)	p	V. bl., ve. V. brun	lum. solaire directe lum. jour diffuse	0,25/25 3/25	DCPIP	16,7 16,7 16,0 16,0		100 6 100 22/6		lait écrémé/entier
Radema, 1962 (69)	p	V. clair	tube fluor.: 200, 500, 1000, 1500, 2000 lx	6	DCPIP			12 46 68 86 87		
Somogyi, 1962 (63)	p	V. clair V. brun Tetrap.	tube fluor.: blanc, blanc-chaud, jaune, rouge	6	DCPIP			84 82 20 17 18 16 10 7 11 11 6 5		
Ford, 1967 (70)	p	V. clair	lumière solaire	0,3	DCPIP+H ₂ S	~ 20			~100	
Kiermeier, 1969 (64)	p	PE	lumière jour	5	DCPIP+H ₂ S	17,4	18,6	77	40	
Ferretti, 1970 (48)	Ui		lumière	90d/20 et 37	DNPH			45 51		
Renner, 1971 (45)	c		lumière solaire 360 W UV	1 6 6	DCPIP	19,5 20,4 18,0		45 66 26		
de Man, 1978 (65)		plastique	tube fluor. 2200 lx	24/4	DCPIP	n. i.		89 85 90		lait homog., 2% MG, écrémé

(à suivre)

Tableau 7. (suite et fin)

Premier auteur, année	Lait	Emballage	Type de lumière	Condition durée (h)/temp. (°C)	Méthode de dosage	Teneur du lait de départ (mg/l)		Perte (% du lait de départ)		Remarques
						Asc	Total	Asc	Total	
de Man, 1980 (66)		6 différ. Purepak plastique	tube fluor. 2200 lx 3 tube fluor. 2200 lx 3 tube fluor. 2200 lx	6 et 24/4 6 et 24/4 6 et 24/4	DCPIP	n. i.		3-32/ 9-82 1- 7/ 8-12 18-32/56-67		
Berlage-Weinig, 1983 (50)	P	V. clair C.	40 W tube fluorescent	24 /4	DCPIP	12,6 12,8		54 7		
Schröder, 1985 (71)	P	C. PE	4000 lx	17 /7 9 /8	DCPIP	18 20	15,5 16,5	18 39	9 20	
Ford, 1986 (30)	P	verre	lumière tube fluor. 4000 lx	48 /4,5	DCPIP	~23		> 90		past. à 72 et 82 °C
Renner, 1988 (72) Renner, 1989 (73)	P	C. V. clair V. brun	700, 2300 lx 700, 1500, 2300 lx	12 12	DCPIP	n. i.		< 10 40-70 20-40		

Abbréviations: voir tableau 2 et 5; V. = verre; C. = carton; PE = polyéthylène; op. = opaque; ve. = vert; bl. = bleu; lum. = lumière; fluor. = fluorescent

Les présents essais confirment ce qui précède du point de vue de la teneur en acide ascorbique (fig. 4). On constate également une diminution comparable de la teneur en vitamine C «totale» (somme des acides ascorbique et déhydroascorbique: fig. 4), mais pourtant moins rapide que pour l'acide ascorbique seul. Ce dernier est en effet oxydé en acide déhydroascorbique qui peut, à son tour, réagir avec d'autres substances du lait (hydrolyse, condensation ou même oxydation ultérieure).

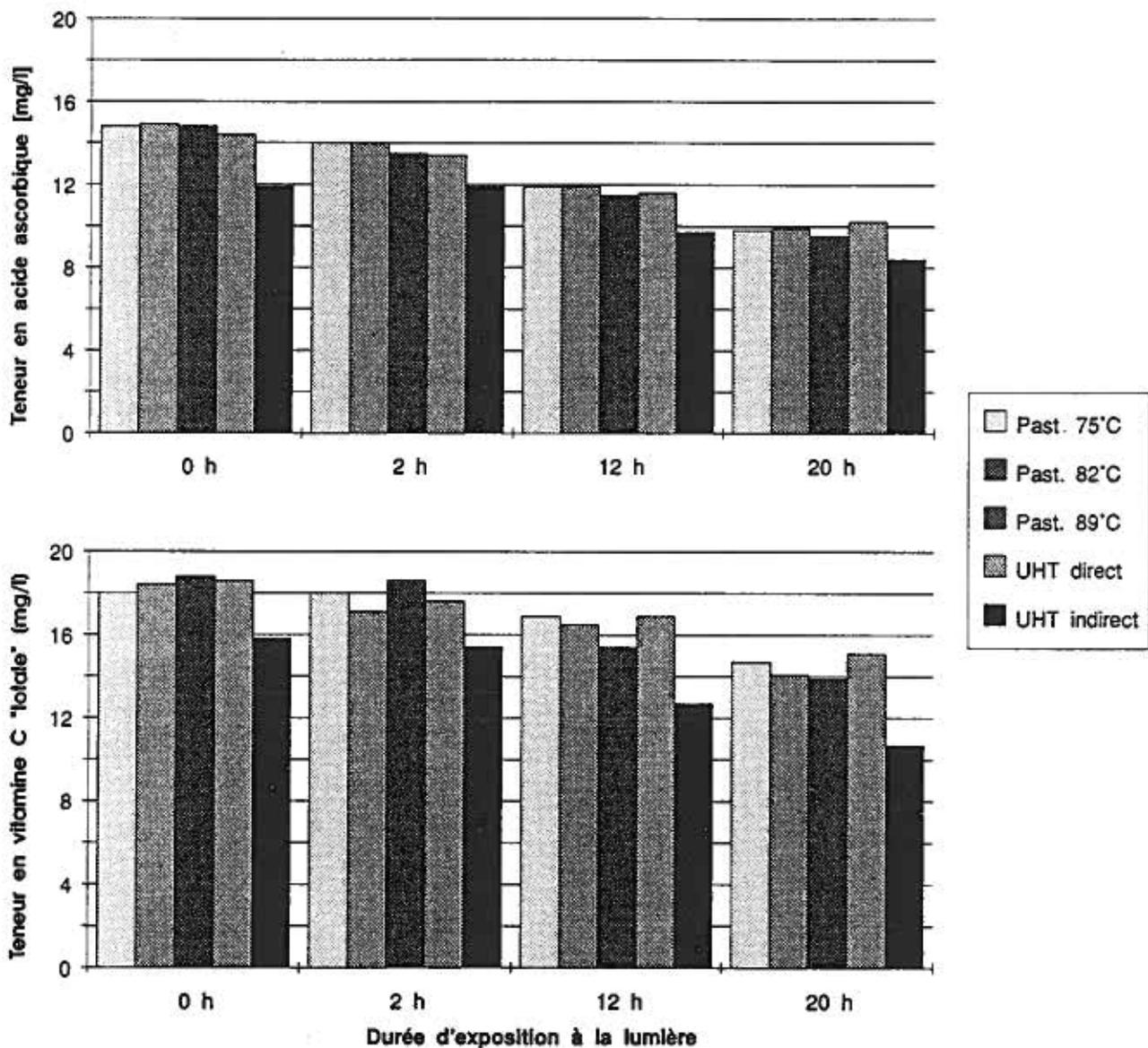


Fig. 4. Influence du traitement thermique et de la durée de l'exposition à la lumière sur la teneur en acide ascorbique et en vitamine C «totale» d'un lait âgé d'un jour

Conclusion

En l'absence d'oxygène, la vitamine C ne constitue pas un indicateur très intéressant pour différencier les traitements thermiques du lait. Il faut en effet appliquer à ce dernier des charges thermiques au moins aussi élevées qu'un traitement UHT indirect, voire une stérilisation à haute température et de longue durée pour observer des pertes sensibles en ce composé. De même, le stockage de laits pratiquement exempts d'oxygène ne représente pas un facteur de pertes importantes de cette vitamine.

La présence de teneurs, même très faibles, en oxygène est, en revanche, à l'origine de pertes significatives en vitamine C – surtout sous sa forme d'acide ascorbique –, qu'accentue encore fortement le stockage du lait. Un entreposage du lait en présence d'oxygène (saturation), mais en l'absence de lumière se traduit par une perte d'environ 10% pendant les 24 premières heures. Une exposition concomitante à la lumière, surtout en présence de teneurs élevées en riboflavine (vitamine B₂, cf. partie III) agissant comme photosensibilisateur, accroît considérablement l'oxydation de l'acide ascorbique en acide déhydroascorbique. La diminution simultanée de ce dernier composé indique clairement que cet acide n'est pas stable. Diverses réactions avec d'autres composés du lait pourraient expliquer sa destruction. Quant aux apparentes contradictions existant entre les nombreux travaux consacrés à l'effet des traitements thermiques des laits sur leur teneur en vitamine C, des raisons d'ordre purement analytique (méthode de dosage) et/ou technologique telles que teneurs très variables en oxygène – généralement non mesurées et non indiquées avant et pendant le traitement thermique – seraient à même d'en rendre compte.

L'hypothèse formulée en début de travail admettant qu'un traitement thermique plus intensif, engendrant donc une proportion plus importante de produits soufrés réducteurs susceptibles de protéger la vitamine C contre l'autooxydation ou la photooxydation, est donc infirmée. La partie V de cette étude montrera au contraire qu'il en va autrement du goût d'oxydé (ou dit aussi de «lumière»), réduit de façon significative par un traitement thermique plus conséquent.

Les traitements mécaniques (homogénéisations), s'il ne sont pas accompagnés de réactions (photo)oxydatives, n'ont aucun effet significatif sur la teneur en cette vitamine du lait, en dépit du fait que la lumière est différemment diffusée dans ce milieu en fonction des traitements tant thermiques que mécaniques appliqués.

Remerciements

Les auteurs tiennent à remercier les nombreux autres collaborateurs et collaboratrices de la FAM et de NESTEC SA qui ont participé à cet essai, notamment pour leur contribution à l'élaboration de la composition globale des laits rapportée dans le tableau 1.

Résumé

Le présent travail a pour objectif d'évaluer la perte en vitamine C «totale» (acides ascorbique et déhydroascorbique) comme indicateur d'altération d'un lait par suite de divers traitements thermiques et mécaniques ainsi que de diverses durées d'exposition à la lumière. 5 différents traitements thermiques (pasteurisations à 75, 82 et 89 °C, UHT direct et UHT indirect), 3 différents degrés d'homogénéisation (60/30, 120/30 et 180/30 bar) ainsi que 4 différentes durées d'exposition à la lumière (0, 2, 12 et 20 h sous 750 lx) ont été comparés. Il en ressort que seul le traitement UHT indirect, le plus dommageant du point de vue thermique, est en mesure d'engendrer quelques pertes en vitamine C par rapport à la teneur initiale du lait cru commun à tous ces essais. Le degré d'homogénéisation ne joue aucun rôle. En l'absence de lumière, mais en présence d'oxygène (lait saturé en air), le stockage cause une perte de 10% environ pendant les 24 premières heures. La perte de vitamine C occasionnée par une exposition à la lumière en présence d'oxygène est considérable. Elle est due à une photooxydation dans laquelle la vitamine B₂ intervient comme photosensibilisateur. Les résultats obtenus sont comparés à ceux de nombreux travaux déjà publiés dans ce domaine.

Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit hatte zum Ziel, «Gesamt»-Vitamin C (Ascorbin- und Dehydroascorbinsäure) als Indikator für Veränderungen in der Milch während deren technologischen Behandlung herbeizuziehen. 5 verschiedene thermische Behandlungen (Pasteurisation bei 75, 82 und 89 °C, UHT direkt und UHT indirekt), 3 verschiedene Homogenisationsgrade (60/30, 120/30 und 180/30 bar) und 4 verschiedene Belichtungsbedingungen (0, 2, 12 und 20 h bei 750 lx) wurden miteinander verglichen. Nur das UHT-indirekt-Verfahren bewirkte erhöhte Vitamin-C-Verluste. Der Homogenisationsgrad hatte keinen signifikanten Einfluss. In Abwesenheit von Licht, aber unter Sauerstoffeinfluss (Milch mit Luft gesättigt) verursachte eine 24stündige Lagerung einen Vitamin-C-Verlust von ungefähr 10%. Der durch die Belichtung hervorgerufene Vitamin-C-Verlust ist beträchtlich. Dieser ist auf eine Photooxydation zurückzuführen, bei der das Vitamin B₂ als Photosensibilisator dient. Die erhaltenen Resultate werden mit zahlreichen, auf diesem Gebiete bereits publizierten Arbeiten verglichen.

Summary

The purpose of this paper was to use the loss of vitamin C (ascorbic and dehydroascorbic acid) as an indicator of milk deterioration during technological operations. 5 different heat treatments (pasteurization at 75, 82 and 89 °C, UHT direct and UHT indirect), 3 different homogenization pressures (60/30, 120/30 and 180/30 bar) as well as exposure to light for 4 different durations (0, 2, 12 and 20 h at 750 lx) were compared. Only the UHT indirect treatment appeared to cause some vitamin C loss. Homogenizations did not produce any significant effect. Dark storage under the influence of oxygen (milk saturated with air) induced a vitamin C loss of about 10% during the 24 first hours. Exposure to light decreased the vitamin C level considerably. This is due to a photooxidative reaction, in which vitamin B₂ acts as a photosensitizer. The results obtained were compared with several studies already published in this field.

Bibliographie

1. Renner, E.: Milch und Milchprodukte in der Ernährung des Menschen. Volkswirtschaftlicher Verlag, München 1982.
2. Deutsche Gesellschaft für Ernährung: Empfehlungen für die Nährstoffzufuhr. 4. erweiterte Überarbeitung. Umschau Verlag, Frankfurt 1985.
3. NN: Milchstatistik der Schweiz 1989. Statistische Schriften des Schweiz. Bauernsekretariates, Brugg, Nr. 158, 1990.
4. Desarzens, C., Bosset, J.O. et Blanc, B.: La photodégradation du lait et de quelques produits laitiers. Partie I: Altérations de la couleur, du goût et de la teneur en quelques vitamines. Lebensm.-Wiss. -Technol. 17, 241–247 (1983).
5. Bosset, J.O., Desarzens, C. et Blanc, B.: La photodégradation du lait et de quelques produits laitiers. Partie II: Influence de certains facteurs chimiques et chimico-physiques sur l'altération de la seule couleur. Lebensm.-Wiss. -Technol. 17, 248–253 (1983).
6. Klostermeyer, H.: Hitzeinduzierte Veränderungen von Milch Inhaltsstoffen. Milchwirt. Ber. 17–24 (86) (1986).
7. Dai-Dong, J.X., Novak, G. et Hardy, J.: Stabilisation de la vitamine C par la bêta-lactoglobuline lors du traitement thermique. Sci. Alim. 10, 393–401 (1990).
8. Kiermeier, F. und Hamed, M.G.E.: Sulfhydrylgehalt von Milch und Milchprodukten unter dem Einfluss technischer Prozesse. I. Mitteilung. Einfluss von Temperatur und Erhitzungsdauer. Z. Lebensm. Unters. -Forsch. 115, 322–330 (1961).
9. Collomb, M., Spahni-Rey, M. et 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. Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg. 81, 499–509 (1990).
10. NN: Manuel suisse des denrées alimentaires. Méthode 1/1.3.1. Eidg. Drucksachen- und Materialzentrale, Bern 1987.
11. Rüegg, M., Bosset, J.O. und Wittwer, A.: Eignung verschiedener Kryoskope und Osmometer für die Messung des Gefrierpunktes von Milch und Rahm. Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg. 72, 345–358 (1981).
12. Forster, I., Grand, M. und Glättli, H.: Mikrobiologische Qualität der Rohmilch in verschiedenen Regionen der Schweiz. Schweiz. Milchw. Forsch. 16, 79–83 (1987).
13. Bosset, J.O., Daget, N., Desarzens, C., Dieffenbacher, A., Flückiger, E., Lavanchy, P., Nick, B., Pauchard, J.-P. et Tagliaferri, E.: Influence de la translucidité et de la perméabilité aux gaz de différents matériaux d'emballage sur la qualité du yoghurt entier nature en cours de stockage. Lebensm.-Wiss. -Technol. 19, 104–116 (1986).
14. Kon, S.K. and Watson, M.B.: The effect of light on the vitamin C of milk. Biochem. J. 30, 2273–2290 (1936).
15. Whitnah, C.H., Riddell, W.H. and Caulfield, W.J.: The influence of storage, pasteurization, and contamination with metals on the stability of vitamin C in milk. J. Dairy Sci. 19, 373–383 (1936).
16. Woessner, W.W., Weckel, K.G. and Schuette, H.A.: The effect of commercial practices on ascorbic acid and dehydroascorbic acid (vitamin C) in milk. J. Dairy Sci. 23, 1131–1141 (1940).
17. Holmes, A.D., Lindquist, H.G., Jones, C.P. and Wertz, A.W.: Effect of high-temperature-short-time pasteurization on the ascorbic acid, riboflavin and thiamin content of milk. J. Dairy Sci. 28, 29–33 (1945).
18. Petersen, N.: Schwankungen im C-Vitamingehalt der Milch und ihre Ursachen. Molck.-Ztg. 7–9 (1/2) (1948).

19. *Wodsak, W.*: Die Haltbarkeit der Vitamine der Milch beim Pasteurisieren, Sterilisieren und bei der Herstellung von Kondensmilch. *Nahrung* 4, 209–224 (1960).
20. *Kisza, J., Batura, K. und Kruk, A.*: Vitamin-C-Verluste in thermisch behandelter Milch. XVII. Int. Milchw. Kongr. EF, 91–97 (1966).
21. *Roman'ska, N.M.*: (Changes in ascorbic acid content of milk during storage, processing and retail). *Karchova Prom.* 30–31 (3) (1969), cité d'après DSA 33, 160 (1971).
22. *Renner, E. und Baier, D.*: Einfluss von Temperatur und Sauerstoff auf den Gehalt an Ascorbinsäure und ungesättigten Fettsäuren in Milch. *Dt.Molk.Ztg.* 92, 75–78 (1971).
23. *Kylä-Siurola, A.-L. und Antila, V.*: Der Einfluss von milchtechnologischen Prozessen auf den C-Vitamingehalt der Milch. *Suomen Kemistilehti B* 45, 65–67 (1972).
24. *Bgantsov, I.E., Smirnov, A.N., Belyanina, L.F. and Makarova, A.I.*: (Use of previously pasteurized milk for UHT sterilization). *Molochnaya Promyshlennost* (4), 16–18 (1973), cité d'après DSA 35, 515 (1973).
25. *Reuter, H. and Hoppe, A.*: Degradation of vitamin C during UHT treatment of milk. XX. Int. Dairy Congr. E, 712–713 (1978).
26. *Mottar, J. et Naudts, M.*: La qualité du lait chauffé à ultra-haute température comparée à celle du lait pasteurisé et stérilisé dans la bouteille. *Lait* 59, 476–488 (1979).
27. *Blanc, B.*: Einfluss der thermischen Behandlung auf die wichtigsten Milchinhaltsstoffe und auf den ernährungsphysiologischen Wert der Milch. *Alimenta, Sonderausgabe* 5–25 (1980).
28. *Haddad, G.S. and Loewenstein, M.*: Effect of several heat treatments and frozen storage on thiamine, riboflavin, and ascorbic acid content of milk. *J. Dairy Sci.* 66, 1601–1606 (1983).
29. *Kessler, H.G.*: Beeinflusst das Pasteurisieren wertbildende Eigenschaften der Milch? *Deut. Milchwirt.* 35, 394–396 (1984).
30. *Ford, J.E., Schröder, M.J.A., Bland, M.A., Blease, K.S. and Scott, K.J.*: Keeping quality of milk in relation to the copper content and temperature of pasteurization. *J. Dairy Sci.* 53, 391–406 (1986).
31. *Lavigne, C., Zee, J.A., Simard, R.E. and Béliveau, B.*: Effect of processing and storage conditions on the fate of vitamins B₁, B₂, and C and on the shelflife of goat's milk. *J. Food Sci.* 54, 30–34 (1989).
32. *Manasterny, K. und Reuter, H.*: Stabilität von Vitamin C in Milch beim Erhitzen. *dmz Lebensmittelind. Milchwirt.* 111, 116–120 (1990).
33. *Bernhard K., Gschaedler, L. und Sarasin, A.*: Die biologische Wertigkeit der uperisierten (= ultrapasteurisierten) Milch. *Bull. Schweiz. Akad. med. Wiss.* 9, 312–324 (1953).
34. *Ford, J.E., Porter, J.W.G., Thompson, S.Y., Toothill, J. and Edwards-Webb, J.*: Effect of ultra-high-temperature (UHT) processing and of subsequent storage on the vitamin content of milk. *J. Dairy Res.* 36, 447–454 (1969).
35. *Burton, H., Ford, J.E., Perkin, A.G., Porter, J.W.G., Scott, K.J., Thompson, S.Y., Toothill, J. and Edwards-Webb, J.D.*: Comparison of milks processed by the direct and indirect methods of ultra-high-temperature sterilization. IV. The vitamin composition of milks sterilized by different processes. *J. Dairy Res.* 37, 529–533 (1970).
36. *Oamen, E.E., Hansen, A.P. and Swartzel, K.R.*: Effect of ultra-high temperature steam injection processing and aseptic storage on labile water-soluble vitamins in milk. *J. Dairy Sci.* 72, 614–619 (1989).
37. *Henry, K.M. and Kon, S.K.*: The effect of commercial sterilization on the nutritive value of milk. V. The effect of commercial sterilization on the vitamin C of milk. *J. Dairy Res.* 9, 185–187 (1938).

38. *Ford, J.E.*: Factors influencing the destruction by heat of vitamin B₁₂ in milk. *J. Dairy Res.* 24, 360–365 (1957).
39. *Ford, J.E., Gregory, M.E. and Thompson, S.Y.*: The effect of gamma irradiation on the vitamins and proteins of liquid milk. XVI. *Int. Milchwirt. Kongr. A*, 917–923 (1966).
40. *Burton, H.*: Ultra-violet irradiation of milk. *Dairy Sci. Abstr.* 13, 229–243 (1951).
41. *Gjessing, E.C. and Trout, G.M.*: Ascorbic acid and oxidized flavor in milk. II. The effect of various heat treatments of milk upon the stability of ascorbic acid and upon the development of the oxidized flavor. *J. Dairy Sci.* 23, 373–384 (1940).
42. *Spanyar, P. und Kevei, E.*: Über die Stabilisierung von Vitamin C in Lebensmitteln. *Z. Lebensm.-Unters. -Forsch.* 120, 1–17 (1963).
43. *Sieber, R.*: Verhalten der Vitamine während der Lagerung von UHT-Milch. *Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg.* 80, 467–489 (1989).
44. *Lechner, E. und Kiermeier, F.*: Über den Ascorbinsäure- und Dehydroascorbinsäuregehalt von Milch. *Z. Lebensm.-Unters. -Forsch.* 141, 23–29 (1969).
45. *Renner, E. und Baier, D.*: Einfluss des Lichtes auf den Gehalt an Ascorbinsäure und ungesättigten Fettsäuren. *Dt. Molk. Ztg.* 92, 541–543 (1971).
46. *Becker, K., Cerny, G., Radtke, R., Reinelt, G. und Robinson, L.*: Die Veränderungen von pasteurisierter Konsummilch in Abhängigkeit vom Sauerstoffangebot. *Molk. Ztg. Welt Milch* 31, 1073–1081 (1977).
47. *Goussault, B., Gagnepain, M.F. et Luquet, F.M.*: Contribution à l'étude de quelques vitamines du lait pasteurisé en fonction du conditionnement et du mode de stockage. *Rev. Lait. Franç.* (361), 69–72 (1978).
48. *Ferretti, L., Lelli, M.E., Miuccio, C. e Ragni, C.*: Variazioni quantitative di alcune vitamine nel latte U.H.T. durante la conservazione. *Quad. Nutr.* 30, 124–133 (1970).
49. *Renner, E. und Schmidt, R.*: Untersuchungen über die sensorische, chemische und ernährungsphysiologische Qualität verschiedener Konsummilchsorten in unterschiedlichen Verpackungen. *Deut. Milchwirt.* 26, 1620–1629 (1975).
50. *Berlage-Weinig, L.*: Untersuchungen zur sensorischen Qualität und zur Vitaminwertigkeit von UHT-Milch und pasteurisierter Milch. *Dissertation Justus-Liebig-Universität Giessen* 1–152 (1983).
51. *Berlage-Weinig, L.*: Untersuchungen über Qualitätskriterien von UHT-Milch und pasteurisierter Milch. *Deut. Molk. Ztg.* 104, 1330–1334 (1983).
52. *Blanc, B., Flückiger, E., Rüegg, M. und Steiger, G.*: Einfluss der Kühlagerung der Rohmilch mit und ohne Anreicherung psychrotropher Keime auf die Qualität von UHT-Milch. *Alimenta* 23, 53–60 (1984).
53. *Kneifel, W. und Sommer, R.*: Zum lagerungsbedingten Abbau einiger wasserlöslicher Vitamine in Haltbarmilch. *Oest. Milchwirt.* 41 (WB10), 79–87 (1986).
54. *Flückiger, E., Rüegg, M., Steiger, G., Lavanchy, P., Blanc, B. und Cerf, O.*: Einfluss von Rohmilchqualität, Erhitzungsverfahren und Lagerungsbedingungen auf Qualitätsmerkmale von UHT-Milch und in Flaschen nachsterilisierter Milch. *Schweiz. Milchw. Forschung* 18, 3–12 (1989).
55. *Dolfini, Luisita, Kueni, R., Eberhard, P., Fuchs, Doris, Gallmann, P.U., Strahm, W. und Sieber, R.*: Über das Verhalten von zugesetzten Vitaminen während der Lagerung von UHT-Magermilch. *Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg.* 82, 187–198 (1991).
56. *Fink, R.*: Über lagerungsbedingte Veränderungen von UHT-Vollmilch und deren reaktionskinetische Beschreibung. *Dissertation Technische Universität München* 1–157 (1984).

57. *Fink, R. and Kessler, H.G.*: Reaction kinetics evaluation of the oxidative changes in stored UHT milk. *Milchwissenschaft* 41, 90–94 (1986).
58. *Allen, J.C. and Joseph, G.*: Deterioration of pasteurized milk on storage. *J. Dairy Res.* 52, 469–487 (1985).
59. *Guthrie, E.S.*: The results of deaeration on the oxygen, vitamin C, and the oxidized flavors of milk. *J. Dairy Sci.* 29, 359–369 (1946).
60. *Thomas, E.L., Burton, H., Ford, J.E. and Perkin, A.G.*: The effect of oxygen content on flavour and chemical changes during aseptic storage of whole milk after ultra-high-temperature processing. *J. Dairy Res.* 42, 285–295 (1975).
61. *Lechner, E.*: Über den Gehalt der H-Milch an Sauerstoff und dadurch bedingte Veränderungen während der Lagerung. *Deut. Milchwirt.* 28, 123–126 (1977).
62. *Hendrickx, H. et de Moor, H.*: L'influence de la lumière sur le lait en bouteilles ordinaires et en bouteilles colorées. *Revue Agric.* 15, 723 (1962).
63. *Somogyi, J.C. und Ott, E.*: Die Wirkung des Lichtes auf den Vitamingehalt der Milch. *Int. Z. Vitaminforsch.* 32, 493–498 (1962).
64. *Kiermeier, F. und Waiblinger, W.*: Einfluss des Lichtes, insbesondere von Leuchtstoffröhren, auf Vitamin C- und B₂-Gehalt von in Polyäthylen verpackter Milch. *Z. Lebensm.-Unters. -Forsch.* 141, 320–331 (1969).
65. *de Man, J.M.*: Possibilities of prevention of light-induced quality loss of milk. *Can. Inst. Food Sci. Technol.* 11, 152–154 (1978).
66. *de Man, J.M.*: Effect of fluorescent light exposure on the sensory quality of milk. *Milchwissenschaft* 35, 725–726 (1980).
67. *Chilson, W.H., Martin, W.H. and Parrish, D.B.*: The relationship of ascorbic acid to the development of oxidized flavor in market milk. *J. Dairy Sci.* 32, 306–315 (1949).
68. *Andersen, K.P.*: The influence of light on ascorbic acid destruction and oxidized flavours in milk. XV. *Int. Milchw. Kongr.* 3, 1746–1753 (1959).
69. *Radema, L.*: The influence of light on milk in refrigerated display counters. XVI. *Int. Milchw. Kongr. A*, 561–568 (1962).
70. *Ford, J.E.*: The influence of the dissolved oxygen in milk on the stability of some vitamins towards heating and during subsequent exposure to sunlight. *J. Dairy Res.* 34, 239–247 (1967).
71. *Schröder, M.J.A., Scott, K.J., Bland, M.A. and Bishop, D.R.*: Flavour and vitamin stability in pasteurized milk in polyethylene-coated cartons and in polyethylene bottles. *J. Soc. Dairy Technol.* 38, 48–52 (1985).
72. *Renner, E., Renz-Schauen, A. und Drathen, M.*: Einfluss der Lichtintensität in Verkaufstheken auf die Qualität pasteurisierter Milch in unterschiedlichen Verpackungen. *Deut. Molk. Ztg.* 109, 609–612 (1988).
73. *Renner, E., Renz-Schauen, A., Drathen, M. und Jelen S.*: Einfluss der Lichtintensität auf die Qualität pasteurisierter Milch in klaren und gefärbten Glasflaschen. *Deut. Molk. Ztg.* 110, 1006–1009 (1989).
74. *Nordlund, J.*: On defects in milk induced by light. *Finnish J. Dairy Sci.* 42, 49–51 (1984).

E. Tagliaferri
 Département assurance de qualité
 Nestec SA
 CH-1800 Vevey

Dr. J. O. Bosset
 Dr. P. Eberhard
 U. Bütikofer
 Dr. R. Sieber
 Station fédérale de recherches laitières
 CH-3097 Liebefeld-Berne