

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE et POPULAIRE**

**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**

Université

**M'Hamed BOUGUERRA**

**Boumerdes**



Faculté

des

**Sciences de l'Ingénieur**

**Département de Technologie Alimentaire**

*MEMOIRE*

*pour l'obtention du*

**MAGISTER**

en technologie alimentaire

Présenté par :

**Mme YELLES- CHAUCHE Fouzia**

THEME :

*« Contribution à la valorisation  
du lactoserum doux par lyophilisation »*

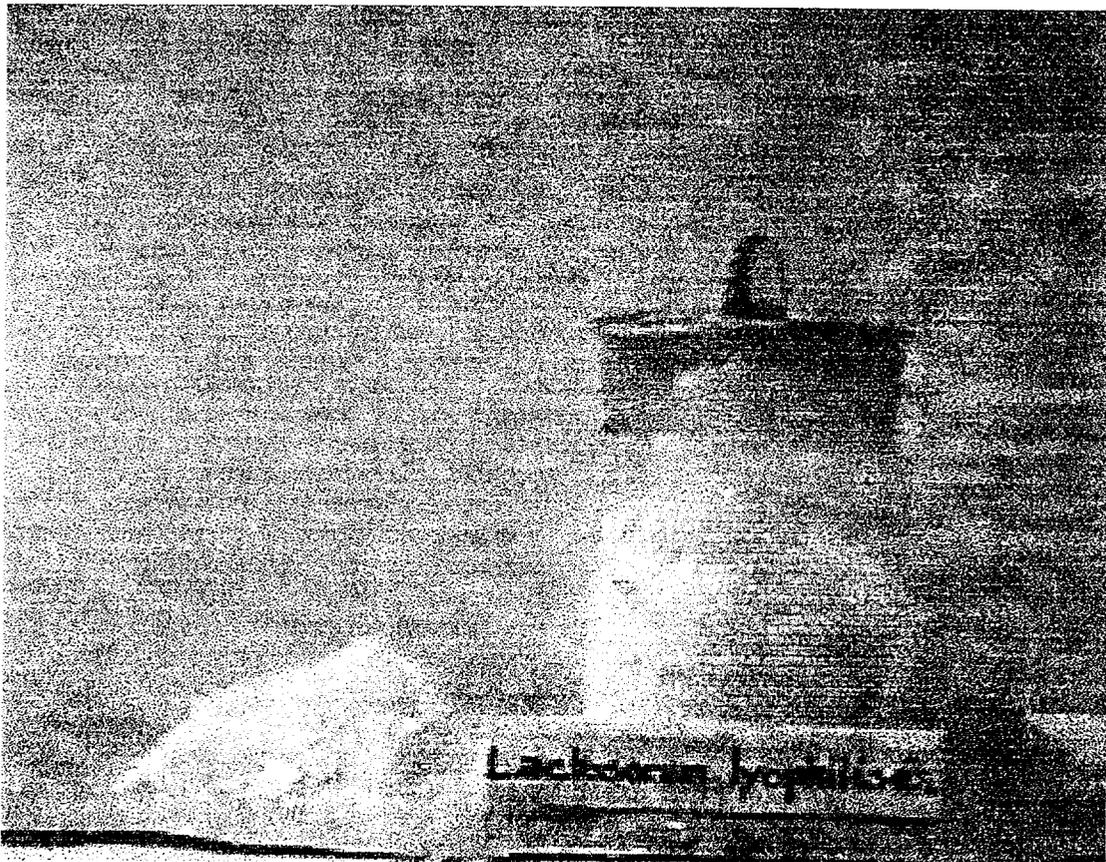
Soutenu le 02/07/2002.....devant le jury composé de

<b>Mme F. FAZOUANE</b>	<b>Maître de conférence</b>	<b>Université de Boumerdes</b>	<b>Présidente</b>
<b>Mr M. HAMMADI</b>	<b>Maître de conférence</b>	<b>Université de Boumerdes</b>	<b>Rapporteur</b>
<b>Melle A. TAZROUTI</b>	<b>Maître de conférence</b>	<b>USTHB</b>	<b>Examinatrice</b>
<b>Melle L. BADACHE</b>	<b>Maître de conférence</b>	<b>USTHB</b>	<b>Examinatrice</b>

## AVANT-PROPOS

La valorisation du lactosérum permet non seulement la récupération des éléments nutritifs du lait mais également la réduction de la pollution environnementale.

Selon une citation d'**Alais [5]**, la récupération totale des constituants du lactosérum pour les ramener dans les circuits alimentaires humain ou animal n'est pas seulement une entreprise utile et nécessaire, c'est fondamentalement une entreprise honorable. Le rejet du lactosérum est, sur les plans matériel et moral, une déchéance et un avilissement.



## Remerciements

Tout d'abord, je voudrais adresser mes vifs remerciements à Monsieur HAMMADI M., Maître de conférence à l'université de Boumerdès , pour avoir suivi ce travail avec patience et à Madame FAZOUANE F. pour avoir accepté de présider ce modeste travail.

Egalement, avec une reconnaissance toute particulière, mes remerciements à Madame GOUGAM H., Chargée de cours à l'université de Boumerdès , pour ses précieux conseils qui m'ont constamment accompagné et soutenu durant l'élaboration de cette étude .

Merci à Mesdames TAZROUTI A., Maître de conférence, et BADACHE L., Maître de conférence à L'U.S.T.H.B pour avoir accepté d'évaluer ce travail et de faire partie du jury .

Que Messieurs CHAHAD K., BOUSSA R. et SABAOUI K., sans oublier Madame AMALOU H. , trouvent ici l'expression de ma gratitude pour l'accueil et l'amabilité qu'il m'ont réservé au sein du laboratoire de l'unité laitière et fromagère de Boudouaou où j'ai réalisé une bonne partie du travail.

Une reconnaissance toute particulière s'adresse à Monsieur ZEMMOURI M., chef de service du laboratoire du C.R.D de Boumerdès, pour avoir partagé sa compétence et m'avoir aidé à réaliser le dosage des acides gras par C.P.G . Sans omettre de remercier Monsieur MAMOUNI B., responsable du laboratoire de chimie de la S.N.T.A à Boumerdès et Monsieur CHABOUNI A., responsable du laboratoire de chimie de C.N.T.C à Boumerdès, pour m'avoir permis, respectivement, d'utiliser leur spectromètre d'absorption atomique et leur spectrophotomètre.

Un clin d'œil amical à Madame BOURERSA N. pour sa patience dans la frappe de ce projet et à Mademoiselle BOUANANE A. pour m'avoir gracieusement fourni certains réactifs non disponibles.

Une pensée particulière à ma famille pour avoir supporté mon indisponibilité .

Que tous les collègues des départements de Technologie Alimentaire et Biologie soient remerciés pour leur sympathie .

## Table des matières

<b>INTRODUCTION GENERALE.....</b>	<b>1</b>
<b>PREMIER PARTIE: ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....</b>	<b>3</b>
Chapitre 1 : Le lactosérum.....	3
<b>I. Définition et types de lactosérums.....</b>	<b>3</b>
<b>II. Composition du lactosérum .....</b>	<b>4</b>
A. Le lactose .....	4
B. Les protéines .....	8
C. Les vitamines .....	11
D. La matière grasse.....	12
E. La matière minérale.....	12
Chapitre.2 Valorisation du lactosérum.....	13
<b>I. Les méthodes de traitement .....</b>	<b>13</b>
A. La concentration .....	13
B. Le séchage .....	16
C. La déminéralisation .....	16
D. L'extraction des lactoprotéines .....	18
E. L'extraction du lactose .....	20
F. L'hydrolyse du lactose.....	21
G. Conclusion .....	22
<b>II. Les domaines d'utilisation des produits de lactosérum .....</b>	<b>22</b>
A. Utilisation en alimentation humaine .....	22
B. Utilisation en alimentation animale .....	23
Chapitre 3 . La lyophilisation .....	24
<b>I. Définition et principe .....</b>	<b>24</b>
A. Définition .....	24
B. Principe .....	24
1. Congélation .....	24
2. Déshydratation .....	24
3. Conditionnement .....	25
<b>II. Description d'un lyophilisateur .....</b>	<b>25</b>
A. Pompe à vide .....	26
B. Condensateur .....	26
<b>III. Avantages et inconvénients de la lyophilisation.....</b>	<b>26</b>

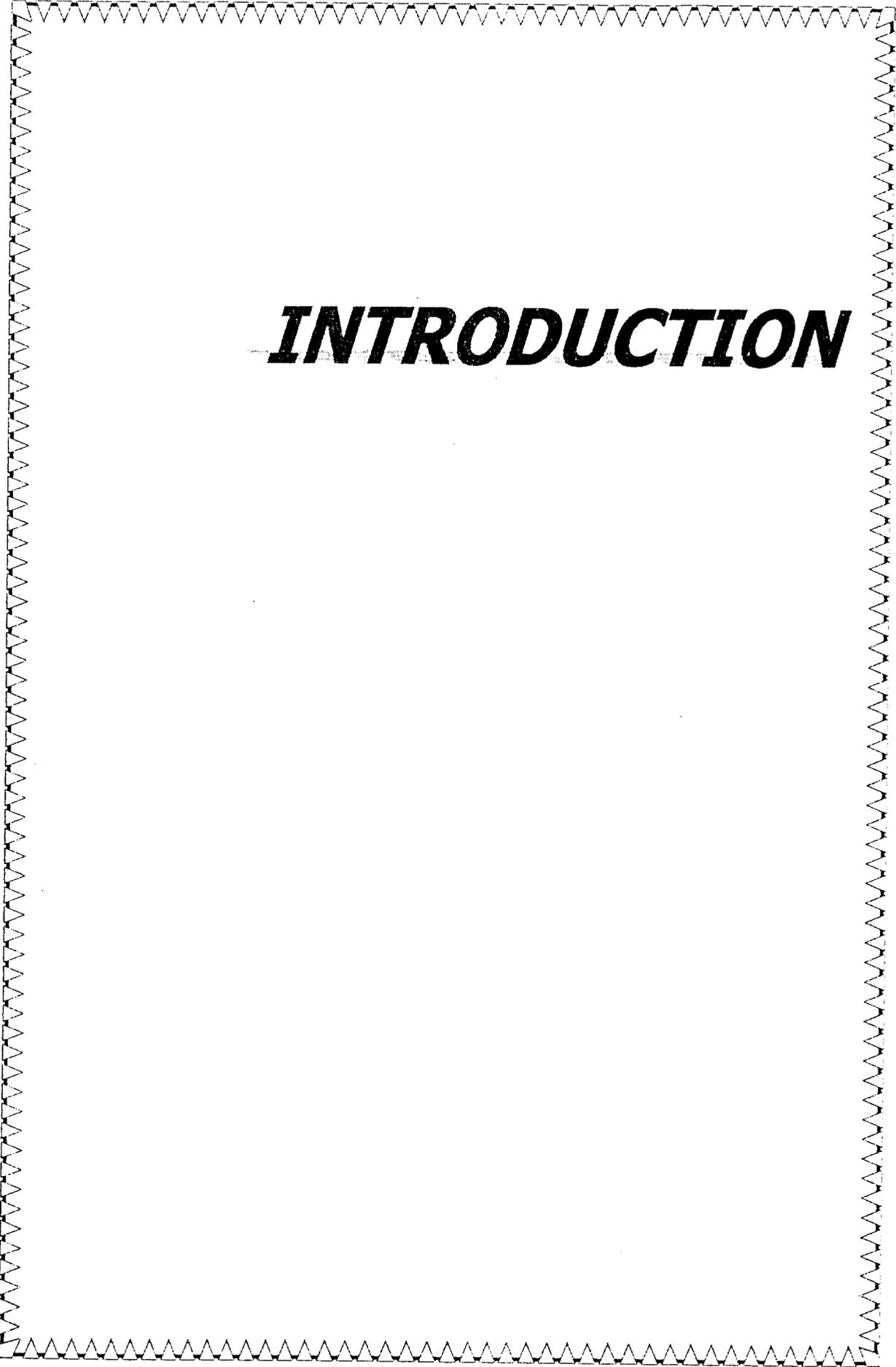
<b>DEUXIEME PARTIE : ETUDE EXPERIMENTALE.....</b>	<b>28</b>
<b>Chapitre 1 : MATERIELS ET METHODES.....</b>	<b>29</b>
<b>I. Matériels .....</b>	<b>29</b>
A. Appareillage .....	29
B. Matériel biologique .....	29
<b>II. Méthodes.....</b>	<b>30</b>
A. Méthode d'obtention du lactosérum doux liquide .....	30
B. Méthode d'obtention de la poudre de lactosérum doux.....	34
1 . Concentration .....	34
2 . Congélation .....	34
3 . Lyophilisation .....	34
C. Méthodes d'analyses .....	37
1. Détermination du p H .....	37
2. Détermination de l'acidité .....	37
3. Détermination de l'indice de solubilité (poudre ) .....	37
4. Dosage de la matière sèche .....	38
5. Dosage de la matière grasse .....	38
6. Dosage des cendres .....	38
7. Dosage des protéines ( Méthode Kjeldahl ) .....	38
8. Dosage du lactose ( Méthode polarimétrique ) .....	39
9. Dosage des chlorures ( Méthode Charpentier Vohlard .....	40
10. Dosage des éléments minéraux ( K , Ca , Na , Mg , P ) (sérum liquide).....	40
11. Dosage et identification des acides gras du lactosérum ( liquide ).....	42
D. Essai d'utilisation de la poudre de sérum dans la préparation d'un yaourt .....	44
<b>Chapitre 2 : RESULTATS ET DISCUSSIONS .....</b>	<b>47</b>
<b>I. Caractérisation du lactosérum doux liquide.....</b>	<b>47</b>
A. Etude comparative entre le lactosérum et le lait .....	47
1. Comparaison entre les extraits secs .....	47
2. Comparaison entre les matières grasses .....	48
3. Estimation des quantités d'E.S et de M.G du lactosérum doux.....	50
B. Caractères physico-chimiques du lactosérum doux liquide .....	51
1 . composition en acides gras .....	53
2 . Composition de la matière minérale .....	54
C. Etude de l'évolution de l'acidité à température ambiante et à 4°C.....	55

D. Conclusion .....	56
<b>II. Caractérisation du lactosérum doux concentré.....</b>	<b>56</b>
A. Composition biochimique et caractères physiques.....	56
B. Conclusion.....	58
<b>III . Caractérisation de la poudre de lactosérum lyophilisé .....</b>	<b>58</b>
A. Composition biochimique .....	58
B. Caractères physiques et organoleptiques .....	59
C. Détermination des humidité résiduelles et des rendements.....	61
D. Etude de l'évolution de la teneur en eau au cours de la lyophilisation .....	63
E . Conclusion .....	66
<b>IV. Evaluation sensorielle du yaourt.....</b>	<b>67</b>
A. Les tests sensoriels.....	67
B. Interprétation statistique des résultats ( Test de Freadman ) .....	69
C. Conclusion . .....	71
<b>CONCLUSION GENERALE .....</b>	<b>72</b>
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....</b>	<b>74</b>

ANNEXES.

LISTES DES FIGURES ET DES TABLEAUX .

LISTES DES ABREVIATIONS.



# ***INTRODUCTION***

# INTRODUCTION GENERALE

L'industrie de lactosérum a connu un essor très important ces dernières années dans les pays développés. La stimulation de ce développement est liée d'une part au potentiel énorme de pollution provoqué par ce produit et d'autre part au fait que la majorité de sa matière sèche est constituée d'éléments à valeur nutritive élevée.

De par sa richesse en éléments nutritifs tels que le lactose, les protéines solubles, les vitamines hydrosolubles, les éléments minéraux et la matière grasse le lactosérum constitue un excellent milieu de culture pour les micro-organismes, ce qui fait de lui un facteur de pollution redoutable [ 8 ]. En effet la demande biologique en oxygène d'un litre de sérum est de 40 à 50 gr d'oxygène [ 30, 39 ].

Néanmoins, le lactosérum est considéré, par tous ceux qui ont contribué à son étude, comme un produit noble. Il est utilisé soit à l'état non modifié (Lactosérum brut, concentré ou encore lactosérum en poudre ), soit à l'état modifié (lactosérum déminéralisé ou fractionné). La poudre de lactosérum peut être utilisée dans les aliments destinés à l'homme comme substitut du lait écrémé dans les boissons [22], dans les produits laitiers [6], dans les pâtes alimentaires [71], en pâtisserie et biscuiterie [ 44 ], en panification [24,76] en charcuterie [57]. Tandis que les produits de fractionnement sont utilisés dans l'industrie pharmaceutique [62,15] comme produit diététique [64] , dans les productions d'alcool [52] et de levure de boulangerie [ 41].

Il est utile de noter que le lactosérum entre aussi dans la composition des aliments pour divers animaux d'élevage [ 59,25].

En Algérie, la quasi-inexistence d'une mise en valeur du lactosérum se pose avec acuité en raison de l'absence d'une réglementation stricte, émanant des pouvoirs publics, pouvant interdire le rejet de ce produit dans la nature. La pollution provoquée par le lactosérum est, dans ce cas, une menace sous-estimée sinon totalement ignorée. En sus, il serait regrettable de "jeter le bébé avec l'eau du bain", le rejet du lactosérum dans les égouts représentant une perte sèche en éléments nutritifs, alors que la ration alimentaire des algériens est caractérisée par un déficit chronique notable en protéines animales. Le lactosérum pourrait certainement constituer un facteur non négligeable dans le règlement de nos problèmes alimentaires. Ramener dans le circuit alimentaire les constituants protéiques et glucidiques de ce noble produit et préserver simultanément notre environnement, serait non

seulement pratique mais hautement judicieux.

Grâce au séchage du lactosérum on élimine le transport d'eau, on facilite la manutention du produit et on améliore la qualité de conservation.

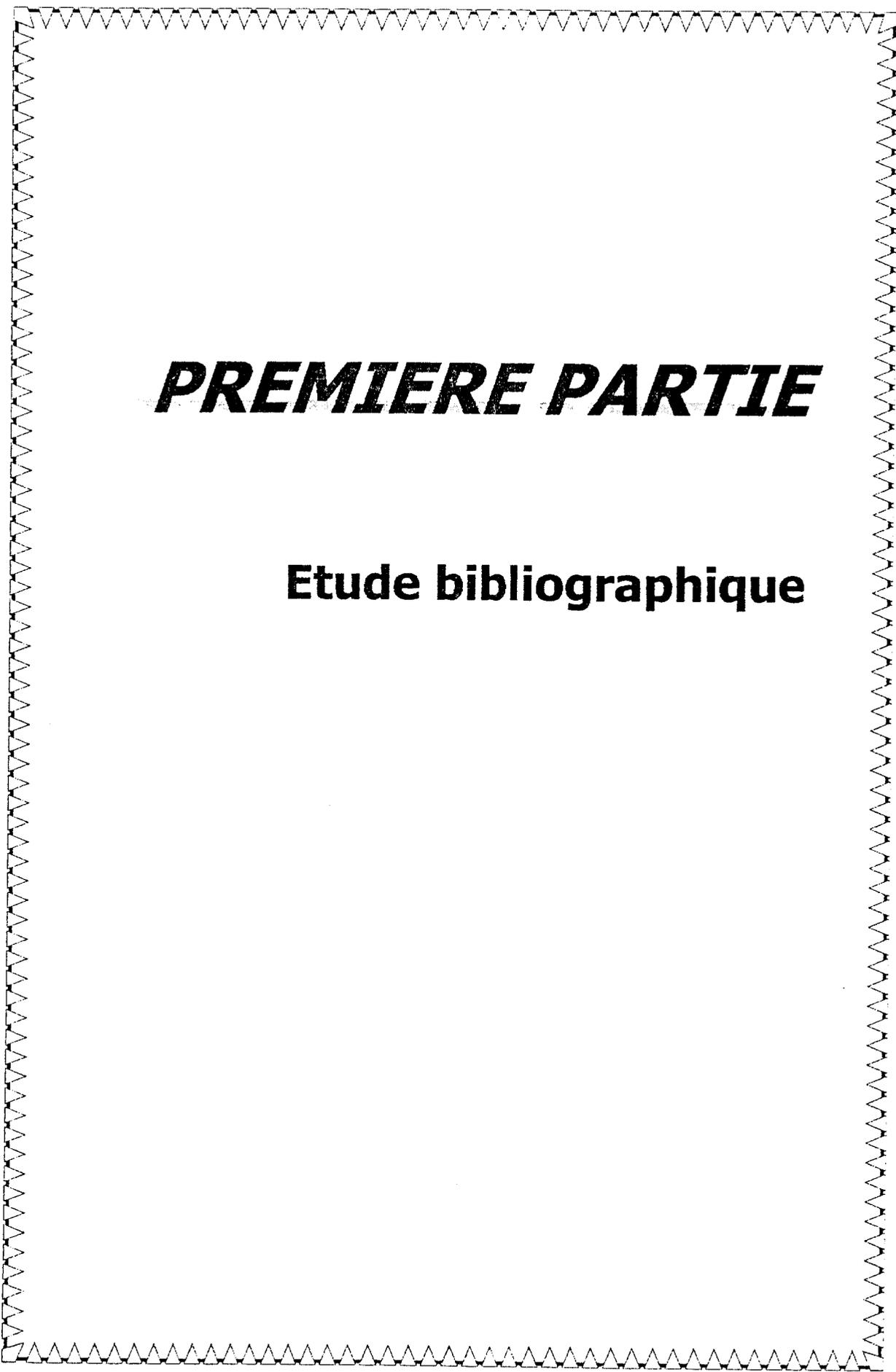
Au cours de ces dernières années, plusieurs travaux apportant de nouvelles connaissances sur la valorisation du lactosérum ont été réalisés au niveau des universités algériennes . Malheureusement aucune réalisation pratique n'a été faite jusqu'à présent .

Pour la réalisation de notre étude, nous nous sommes intéressés au lactosérum doux de l'unité de Boudouaou . Lors de la fabrication de fromage type " Edam" , 912000 litres de lactosérum sont produites chaque année au niveau de la laiterie et fromagerie de Boudouaou, cela équivaut à environ 56031 kg de matière sèche lactosérique. Cette importante masse d'éléments nutritifs est malheureusement traitée comme déchet. Il est utile de noter que la production avant 1997 était beaucoup plus importante, en effet elle était de 14500 l /j soit 5220 tonnes / an. ce qui a engendré une perte d'environ 300 tonne d'éléments nutritifs par an .

L'objectif de notre étude consistera donc à récupérer la matière sèche du lactosérum doux de l'unité laitière de Boudouaou par lyophilisation. Cette technique permet de conserver la valeur nutritive du produit, de le stabiliser, de faciliter son stockage et de réduire les frais de transport .

Le présent travail comportera trois étapes :

- première étape : caractérisation biochimique et physique du lactosérum liquide.
- deuxième étape: lyophilisation du lactosérum , préalablement concentré , Analyses biochimiques et physiques du lactosérum concentré et analyses biochimiques, physiques et organoleptiques de la poudre obtenue.
- troisième étape: utilisation de la poudre de lactosérum dans le yaourt , comme substitut de la poudre de lait écrémé ,



# ***PREMIERE PARTIE***

## **Etude bibliographique**

# ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

## CHAPITRE 1: LE LACTOSERUM

### I .Définition et types de lactosérums

Le lactosérum est le liquide, jaune verdâtre, qui se sépare du caillé, par égouttage, lors de la fabrication des fromages.

Le fromage concentre la caséine et la matière grasse tandis que le lactosérum se caractérise par l'ensemble des composants solubles du lait :

- le lactose
- les protéines solubles.
- les sels minéraux.
- les vitamines hydrosolubles.
- un peu de matière grasse.

En considérant la répartition des matières sèches en cours de fabrication d'un fromage à pâtes pressées à partir d'un lait entier, on remarque que plus de la moitié de la matière sèche se retrouve dans le lactosérum.

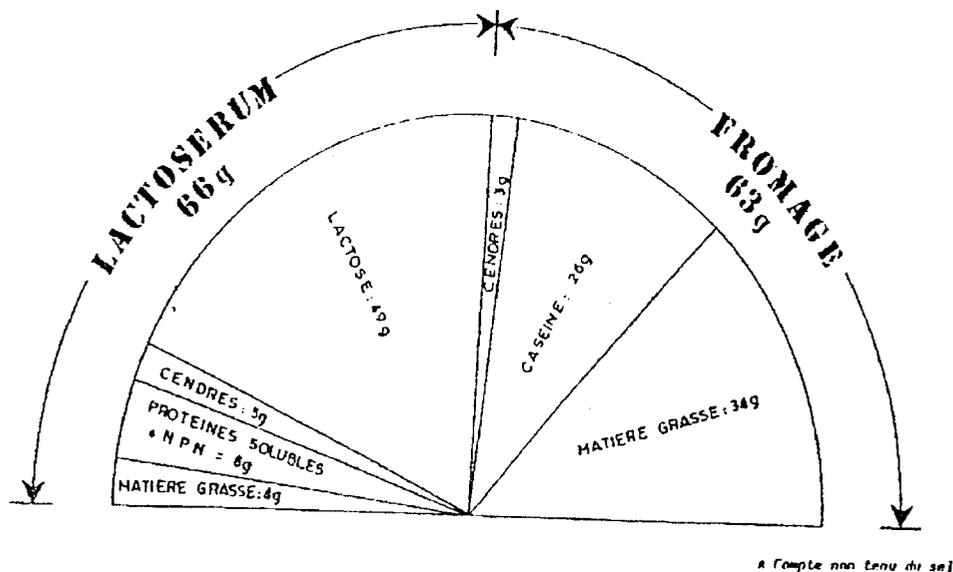


Fig. 1. 1 : Exemple de répartition des matières sèches du lait entier entre :

- Le fromage (type pâtes pressées )
- Le lactosérum (type doux ) [ 66]

L'exemple pris dans la figure 1 est basé sur un lait à :

- 129g/l de matière sèche
- 38g/l de matière grasse
- 32g/l de matière azotée [66].

On distingue généralement deux catégories de sérums, selon que l'acidité est inférieure ou supérieure à 1.8 g d'acide lactique par litre :

*\*Le lactosérum doux* obtenu par action de la présure qui coagule la caséine sans acidification préalable, on obtient alors un sérum doux, pauvre en sels minéraux et riche en lactose et en protéines. En plus des protéines solubles du lait, ce type de lactosérum contient une glycoprotéine qui provient de l'hydrolyse de la caséine K par la présure. Le lactosérum doux est issu de la fabrication de fromage à pâtes pressées cuites ou non cuites (Emmenthal, Saint Paulin, Edam... etc.).

*\*Le lactosérum acide* issu de la coagulation du lait par acidification ou fermentation lactique, la caséine est combinée à des sels de calcium, l'acidification entraîne sa déminéralisation qui fait passer dans le sérum une part importante d'éléments minéraux notamment de calcium et de phosphore. Le lactosérum acide provient de la fabrication des pâtes fraîches et des pâtes molles. Selon **Adrian et Boudier [2]** les lactosérums doux sont moins minéralisés que les sérums acides. **Goursaud [33]** précise que le lactosérum doux, grâce aux protéines solubles qu'il contient, est plus valorisant que le sérum acide et les perméats d'ultrafiltration. En effet, d'après le tableau n° 1, nous remarquons la richesse du lactosérum doux à la fois en lactose et en protéines solubles.

## II. Composition du lactosérum.

### A. Le lactose

C'est le constituant prépondérant de la matière sèche du lactosérum. C'est un diholoside constitué par l'union d'une molécule de  $\alpha$  ou  $\beta$ -D- glucose et d'une molécule de  $\beta$ -D- galactose, ce qui est à l'origine de la présence de 2 lactoses stéréo-isomères réducteurs. La structure de  $\alpha$  et  $\beta$  lactose sont représentés dans la figure 2.1.

Le lactose se caractérise par :

- une solubilité limitée.
- un pouvoir sucrant faible. A titre d'exemple, le fructose a un indice de 170, le saccharose 100, le glucose 75 et le lactose seulement 17.

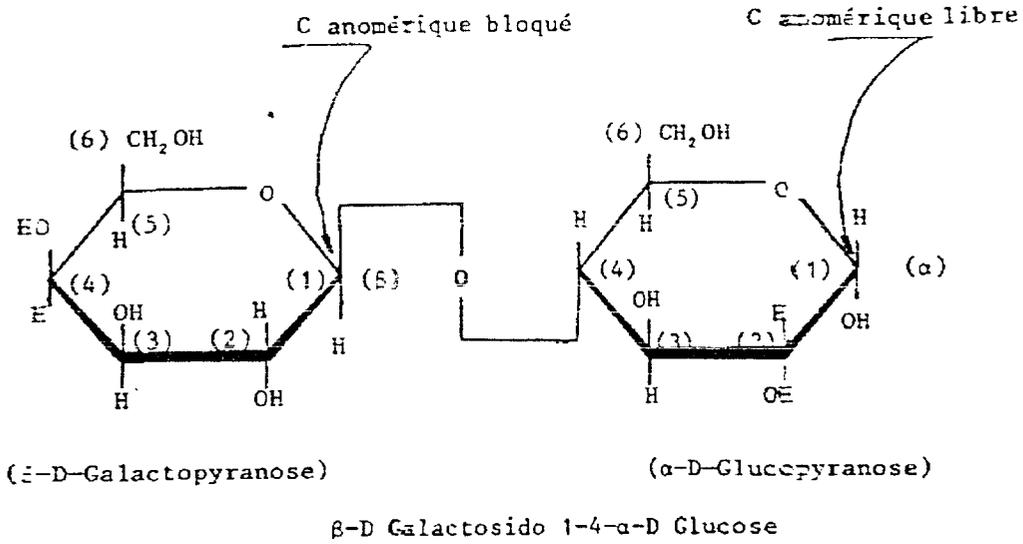
**Tableau 1.1 : Composition moyenne des lactosérums en % [5] .**

	Lait	Lactosérum	Lactosérum	Perméat de Lactosérum doux
		Doux	Acide	
Eau	87,6	93,0	93,5	94,3
Matière sèche	12,4	7,0	6,5	5,7
Matière grasse	3,4 (27,5)	0,4 (1,5)	0,1 (1,5)	0
Caséine	2,6 (21,0)	Tr	Tr	Tr
Protéines solubles**	0,7 (5,6)	0,9 (13,0)	0,7 (10,5)	0,15 (2,3)
Lactose	4,7 (38,0)	5,0 (71,0)	4,5 (69,0)	4,9 (86,2)
Sel (Cendres)	0,9 (7,3)	0,6 (8,6)	0,7 (10,5)	0,5 (8,8)
Acide lactique		0,1 (1,5)	0,6 (0,9)	0,15 (2,6)

(...) Représente les valeurs en % de E.S

\*\* Y compris les matières azotées non protéiques

LACTOSE  $\alpha$



LACTOSE  $\beta$

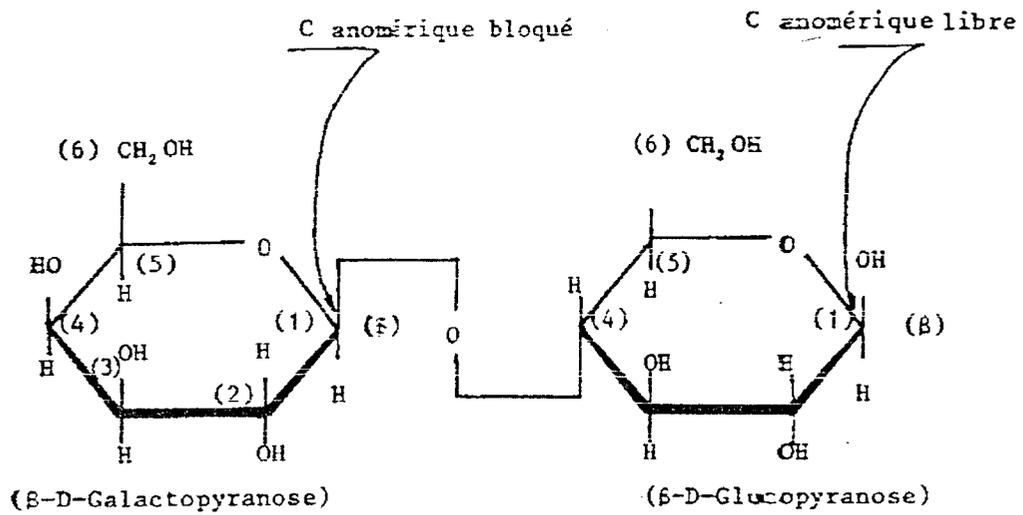


Fig. 2.1 : Formules spatiales des lactoses  $\alpha$  et  $\beta$ . [32].

Comme tous les composants des aliments de l'homme et des animaux, le lactose présente d'abord un intérêt nutritionnel. Sa seule source importante dans la nature est le lait. Il est le seul sucre présentant une importance biologique déterminante pour la vie de l'être humain et de nombreux autres animaux. Il contribue à stabiliser le pH intestinal [73]. En plus de son apport énergétique, le lactose est considéré comme un sucre de structure [74]. En effet, il intervient dans la fixation du calcium par l'organisme et sa consommation permet par conséquent de lutter contre le rachitisme [73]. Une fois digéré, il fournit du galactose qui est indispensable pour la constitution des cellules nerveuses des jeunes animaux. Bien d'autres aspects positifs sont présentés par le lactose sur le plan nutritionnel.

Cependant, il peut présenter une intolérance physiologique chez certains individus déficients en lactase. En effet, le lactose ne peut être assimilé par l'organisme qu'après son hydrolyse en oses plus simples par une enzyme spécifique appelée lactase ou  $\beta$  galactosidase de l'intestin grêle [18]. Or, la sécrétion de cette enzyme maximale, au moment de la naissance, décroît rapidement jusqu'à devenir nulle s'il y a arrêt de la consommation du lait. Les populations des pays du tiers monde souffrent généralement de dénutrition et leur consommation en lait est souvent très insuffisante, même pendant leur jeune âge. Le tube digestif se trouve dans ce cas moins ou pas du tout en contact avec le lactose et par conséquent perd sa capacité de sécréter la lactase. Le manque de cette enzyme se traduit par des troubles intestinaux dus à la fermentation par la flore intestinale, ce qui provoque des diarrhées, vomissement et ballonnement [61 ;33 ;40].

Pour remédier à ce problème, plusieurs auteurs suggèrent l'emploi des laits et ses dérivés à lactose hydrolysé [33 ;63 ;40]. Ainsi, l'hydrolyse du lactose présente un intérêt nutritionnel évident pour les individus alactasiques. En outre, elle présente un intérêt technologique certain. L'hydrolyse du lactose permet l'amélioration du pouvoir sucrant, l'augmentation de la solubilité qui se traduit par la facilité de la conservation ainsi que la simplification des techniques de concentration et de séchage, puisqu'il n'y a plus à contrôler une éventuelle cristallisation du lactose [41,63].

## B. Les protéines.

La fraction protéique totale représente 30 à 35g/l de lait de vache. Elle varie selon l'alimentation de l'animal, les saisons et le cycle de lactation. La figure 3.1 montre les différentes fractions des protéines : 26 à 28g environ des protéines sont présentes sous forme de caséine tandis que 4 à 7 g / l sont des protéines solubles qui se trouvent dans le lactosérum, accompagnées des substances azotées non protéiques représentant environ 0.3 g/l [34].

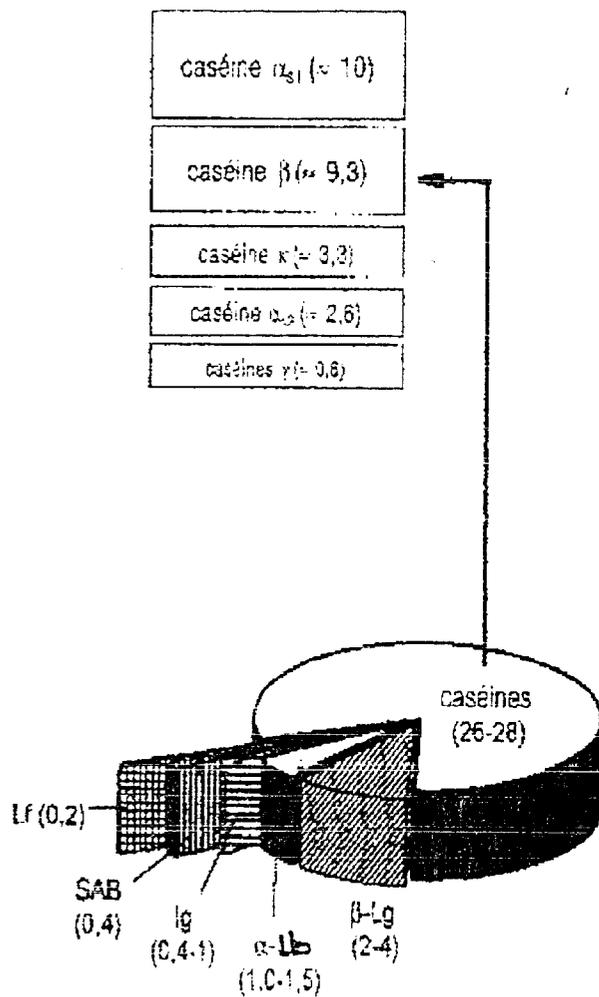


Fig 3.1 : Concentration massique ( g / l ) des différentes protéines du lait [17 ].

- $\beta$ -Lg :  $\beta$ -lactoglobuline
- $\alpha$ -Lb :  $\alpha$ -lactalbumine.
- Ig : immoglobuline.
- SAB : sérum albumine.
- Lf : lactoferrine .

Les protéines sériques ou lactoprotéines sont solubles, globulaires. Parmi elles on distingue : la  $\beta$  lactoglobuline, l' $\alpha$  lactalbumine, des protéines d'origine sanguine, des protéoses et peptones, et la lactoferrine .

Les propriétés de ces protéines sont présentées dans le tableau 2.1.

**Tableau 2.1 : Propriétés des Protéines solubles [34 ].**

	$\beta$ .lactoglobuline.	$\alpha$ .lactalbumine	Sérum-albumine	Immunoglobulines	Protéose et Peptone
Nombre. Acide.A.	162	123	582	>100	28 à 107
Nombre de cystéines	2 (S-S) et (1)- SH 5	(4)-S-S- 8	(17)-S-S- et (1)- S-H 35		
g/l	3,2	1,2	0,4	0,8	1,0

\*  **$\beta$  lactoglobuline** : C'est la protéine dominante du lait de vache qui en contient 2 à 4 g/l. Sa masse moléculaire est d'environ 18000. Le groupement sulphydrique libre est à l'origine de sa réactivité thermique, utilisée pour la formation de gel [ 48 ].

\*  **$\alpha$  lactalbumine** : Le lactosérum en contient de 1 à 1,5 g/l. Sa masse moléculaire est d'environ 14200. Elle se caractérise par une très forte teneur en tryptophane. Ainsi, elle représente une source alimentaire spécifique pour cet acide aminé [70]. En outre, **Mauboi [48]** précise que cette protéine possède un rôle physiologique majeur dans le fonctionnement du système nerveux. L' $\alpha$  lactalbumine est l'une des deux protéines du système lactose synthétase présent dans les cellules de la glande mammaire [14 ].

Quantitativement, ces lactoprotéines sont beaucoup moins abondantes que les caséines, en revanche, sur le plan nutritionnel, elles sont fort intéressantes et sont les meilleures sources nutritionnelles d'acides aminés pour les êtres humains.

En effet, **Linden et Lorient [39]** ; **Vrignaud [74]** et **Casalis [15]** considèrent que les protéines de lactosérum ont une meilleure valeur nutritive que la caséine, du fait qu'elles constituent une source parfaitement équilibrée en acides aminés indispensables surtout en raison de leur teneur en lysine, acides aminés soufrés et en tryptophane. Par contre la caséine présente un léger déficit en ces acides aminés. D'après **Sottiez [66]** la composition de ces protéines est très riche en acides aminés essentiels (voir tableau 3.1).

**Tableau 3.1. Composition en acides aminés essentiels de différentes protéine en g pour 100 g de protéines [66].**

Acides Aminés	Protéines De Sérum	Albumine de l'œuf	Caséine	Protéines Totales Du lait	Soja
Isoleucine	6.55	6.45	5.80	6.10	5.15
Leucine	14.00	8.30	9.50	10.00	7.85
Lysine	10.90	7.05	7.60	7.90	6.20
Méthionine	2.35	3.40	2.95	2.60	1.35
Cystine	3.15	2.25	0.40	1.00	1.35
Phénylalanine	4.05	5.80	5.40	4.80	5.10
Tyrosine	4.80	4.05	5.70	5.20	3.40
Thréonine	6.70	5.15	4.00	4.70	4.10
Tryptophane	3.20	1.50	1.30	1.50	1.25
Valine	6.85	7.15	6.80	6.80	5.30
Total	62.55	51.10	49.45	50.60	41.50

Il considère qu'elles sont même supérieures aux protéines du blanc d'œuf qui sont prises comme protéines de référence.

En outre, ces protéines possèdent une grande valeur biologique du fait qu'elles sont solubles et franchissent l'estomac sans coagulation. Les acides aminés sont donc plus rapidement disponibles que ceux de la caséine [34].

Il faut souligner aussi les excellentes propriétés fonctionnelles des protéines de sérum, solubilité, capacité à absorber et à fixer l'eau, gélification, propriétés émulsifiantes et moussantes [48].

### C. Les vitamines

Les vitamines de sérum sont en majorité, des vitamines hydrosolubles du groupe B puisque la matière grasse a été presque totalement éliminée, entraînant avec elle les vitamines liposolubles.

**Tableau 4.1 : Teneurs en vitamines du lactosérum [39].**

	Concentration (mg/l)	Besoins quotidiens (mg)
Thiamine (vit. B1)	0.38	1.5
Riboflavine (vit. B2)	1.2	1.5
Acide nicotinique (vit.B3)	0.85	10 – 20
Acide pantothénique (vit.B5)	3.4	10
Pyridoxine ( vit.B6)	0.42	1.5
Cobalamine (vit.B12)	0.03 µg	2 µg
Acide ascorbique (v. C)	2.2	10 - 75

Le lactosérum est particulièrement riche en riboflavine ( vitamine B2) qui lui confère sa couleur verdâtre . Selon **Goursaud [33]**, la vitamine B2 est la plus intéressante nutritionnellement. La teneur par litre en vitamine B correspond à la couverture d'une proportion appréciable des besoins quotidiens humains ( Voir tableau 4.1)

#### D. La matière grasse.

Une certaine quantité de lipides de lait est entraînée dans le lactosérum. Cependant cette quantité est faible. Le plus souvent, dans les traitements industriels, le lactosérum est écrémé ; la matière grasse ainsi récupérée est utilisée dans la fabrication d'un beurre de second choix [28].

#### E. La matière minérale .

Bien que selon certaines pratiques fromagères , il y a ajout de sel, ce dernier avec toutes les matières minérales en solution dans le lait se retrouvent dans le lactosérum . Les 8 à 10 % des matières salines de l'extrait sec du sérum sont constituées pour plus de 50 % de chlorure de sodium et de potassium et pour le reste, de différents sels de calcium, principalement sous forme de phosphate de calcium [74].

D'après Méreo [49] ces sels minéraux constituent en quelque sorte les éléments " indésirables " du sérum. En effet, il semblerait qu'une quantité relativement élevée constitue un obstacle à l'utilisation du lactosérum dans l'alimentation humaine et infantile. Elle est aussi un écueil pour les traitements technologiques, notamment en vue de préparation de lactose pur et des protéines. Il est donc avantageux de déminéraliser le sérum partiellement grâce à des techniques physico-chimiques tel que l'électrodialyse [39] .

## **CHAPITRE 2 : VALORISATION DU LACTOSERUM.**

La valorisation du lactosérum aboutit d'une part à la récupération totale des constituants protéiques et glucidiques, éléments à valeur nutritionnelle élevée et présentant des aptitudes fonctionnelles très intéressantes au niveau des industries alimentaires. D'autre part, cette valorisation contribue à l'élimination de la pollution de l'environnement causée par ce produit, du fait qu'il est extrêmement polluant. En effet, le lactosérum est un bon milieu de culture pour de nombreux germes. La demande biologique en oxygène ( $DB_0$ ) d'un litre de sérum est de 40 à 50 g d'oxygène [30 ; 39 ; 50].

Pour valoriser le lactosérum doux, il faut d'abord empêcher son acidification par un refroidissement immédiat et une pasteurisation si nécessaire.

### **I. Les méthodes de traitements .**

Les méthodes de traitements appliquées au lactosérum sont variées et permettent d'obtenir de nombreux produits. Parmi les techniques utilisées nous développerons la concentration, le séchage, la déminéralisation et l'ultrafiltration.

Selon la qualité du sérum mis en œuvre, il existe différentes variétés de concentrés ou de poudres (sérum doux, sérum acide, sérum déminéralisé, sérum délactosé, lactose, lactoprotéine) [75 ; 5 ; 36].

#### **A. La concentration .**

Etant donné le faible extrait sec des sérums, la première opération consiste à concentrer ce liquide qui sera utilisé sous forme de concentré ou séché.

La concentration, ou élimination partielle de l'eau, se fait soit par osmose inverse, soit par évaporation sous vide, soit les deux méthodes combinées.

### 1. Par osmose inverse .

L'osmose inverse, comme l'ultrafiltration, repose sur la perméabilité des membranes qui jouent le rôle de tamis moléculaire. On provoque une osmose inverse en exerçant sur la solution la plus concentrée une pression supérieure à la pression osmotique. On utilise une membrane ne laissant passer que l'eau. Le principe de l'osmose inverse est montré dans la figure 4.1.

Selon **Kjaergaard et Kaar Oxlund [42]** la concentration est généralement de l'ordre de 20 à 25 % d'extrait sec et permet ainsi la réduction des frais de transport.

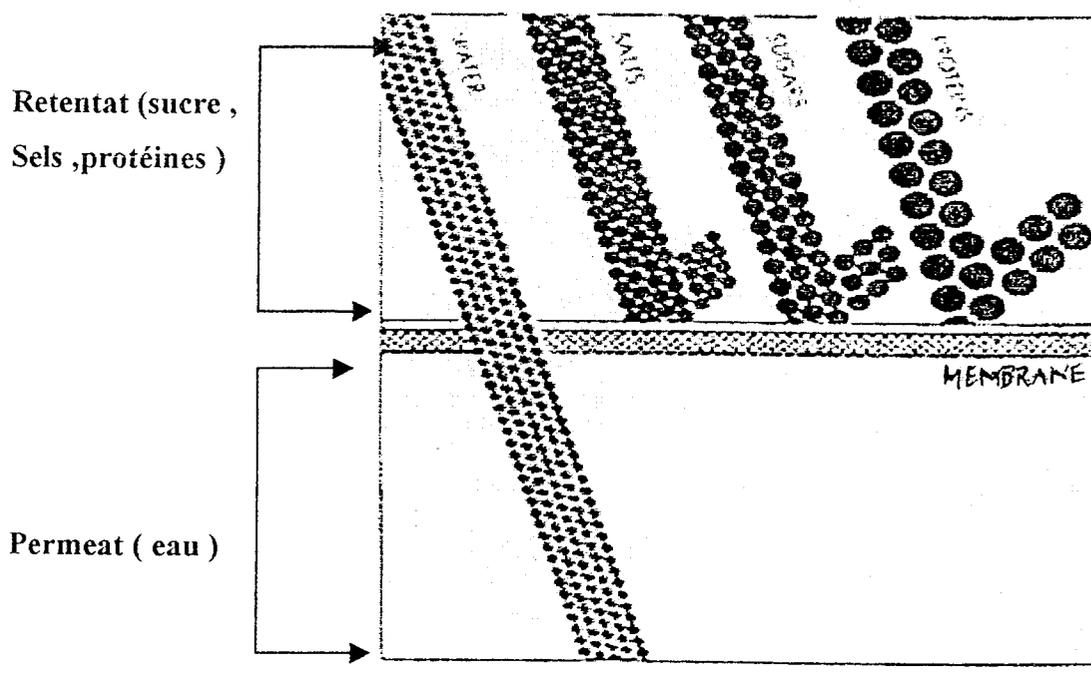


Fig 4.1 : Représentation schématique de l'osmose inverse [55].

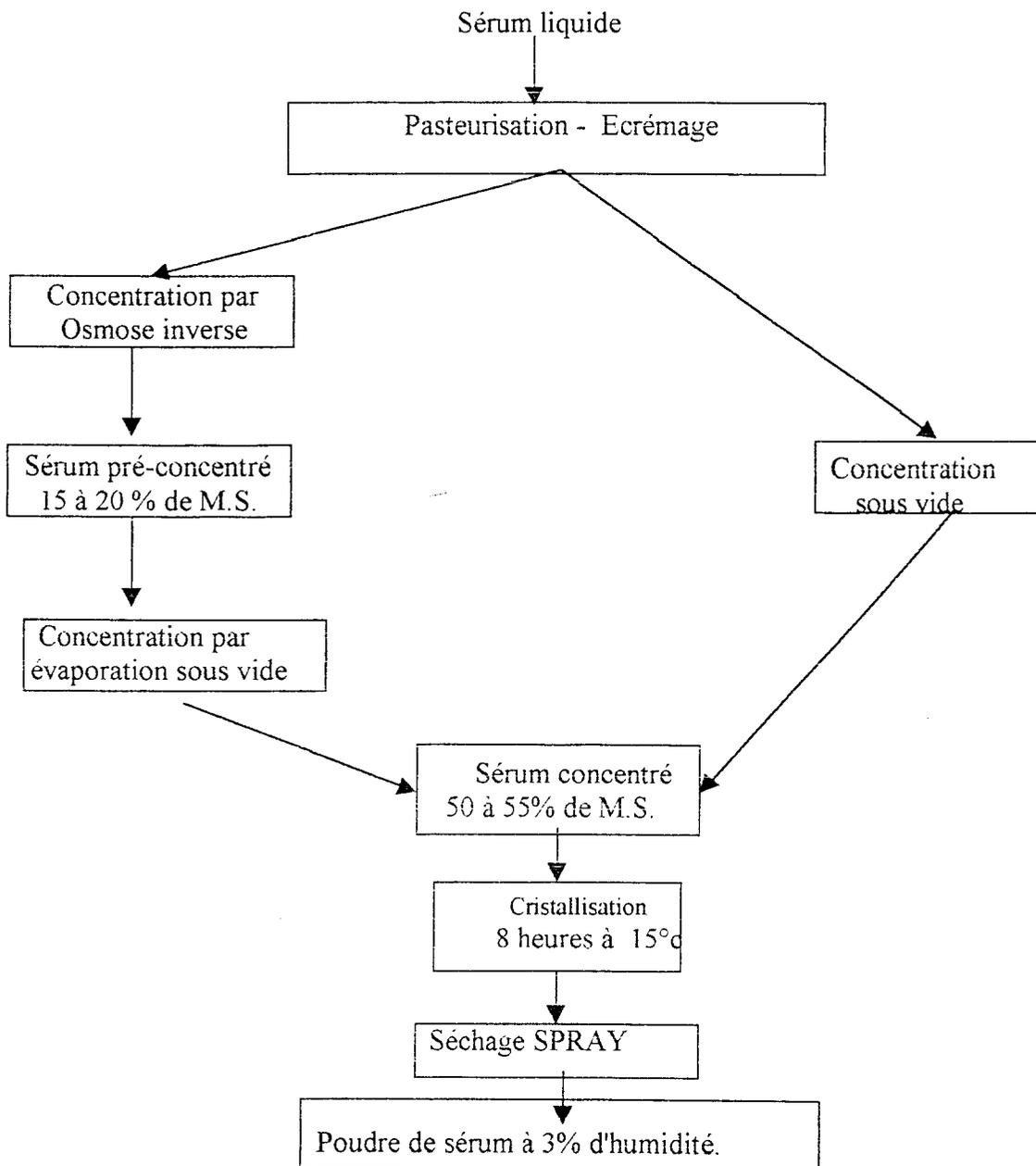
### 2. Par évaporation sous vide .

Le procédé classique de concentration est obtenu par l'effet conjugué de la chaleur et du vide dans les appareils d'évaporation. La concentration du sérum doux se fait sans problème. Par contre en ce qui concerne le lactosérum acide, il est indispensable de le désacidifier préalablement par électrodialyse sinon il y a risque de floculation des protéines [74].

Après évaporation, le concentré ne peut être séché tel quel, il contient en effet, une grande quantité de lactose sous forme amorphe hygroscopique qui risque de donner une poudre collante. Pour faciliter le séchage il est nécessaire de cristalliser le lactose.

La cristallisation est favorisée par un refroidissement à 20°C, immédiatement après l'évaporation suivie d'un stockage de quelques heures. Selon **Sottiez [66]** une durée de stockage de 8 heures permet la cristallisation à 90% pour le lactosérum doux .

On peut en déduire que la présence de lactose cristallisé favorise le séchage en tour. Mais ce phénomène ne semble pas être le seul, en effet selon **Chanput [19]** l'état des protéines sériques évolue au cours du stockage, on observe une légère floculation sans dénaturation réversible, et cela semble aussi favoriser le séchage. La figure 5.1 illustre le procédé de fabrication de poudre de lactosérum doux par *séchage spray* .



**Fig 5.1 . Schéma de fabrication de la poudre de lactosérum [66]**

## B. Le séchage

Le séchage ou déshydratation, terme utilisé de préférence pour les produits liquides [20] est le meilleur procédé de conservation pour des produits stockés en boîte hermétiquement close. En effet l'élimination de l'eau offre une excellente protection contre les principales causes d'altération des aliments, les micro-organismes ne peuvent pas se développer dans un environnement privé d'eau. De plus aucune activité enzymatique n'est possible dans ces conditions, et la majorité des réactions chimiques sont fortement ralenties.

Par ailleurs, la réduction du poids des produits constitue une baisse très importante des frais de transport et de stockage, et particulièrement pour les produits liquides tel que le lactosérum.

Il existe plusieurs méthodes de déshydratation, parmi elles nous citerons le séchage par atomisation appliqué le plus souvent en industrie laitière pour la fabrication de la poudre de lait [1] ainsi que la poudre de lactosérum [66 ; 39]. Le principe de cette technique consiste à pulvériser le produit en fines gouttelettes de manière à former un brouillard. Ce brouillard est véhiculé par de l'air chaud à environ 200°C. L'évaporation de l'eau transforme les gouttelettes en poudre sèche et l'air usé est séparé dans un premier cyclone. Un deuxième cyclone récupère les fines gouttelettes restantes dans l'air usé. Le séchage est instantané. Selon **Cheftel et al. [20] et Adriane, [1]** le séchage par atomisation respecte les propriétés organoleptiques et nutritionnelles des aliments, en raison de la rapidité du séchage.

Nous développerons, dans le chapitre 3, la lyophilisation méthode utilisée lors de notre étude pour la fabrication de poudre de lactosérum doux.

## C. La déminéralisation

La teneur élevée en éléments minéraux du lactosérum [42], surtout le lactosérum acide, limite les applications de la poudre de lactosérum en industrie alimentaire. La teneur en éléments minéraux peut être réduite par électrodialyse ou par échange d'ion sur résine.

### *1. Electrodialyse*

Le principe est montré dans la figure 6.1 C'est un procédé utilisé pour dessaler les eaux saumâtres. Le sel se dissout dans une solution aqueuse en ion positif et ion négatif, qui sont ensuite mis en mouvement par un courant électrique à travers des membranes anioniques

et cationiques, ce qui diminue la quantité des sels dans le lactosérum . D'après **Casalis [15]** l'électrodialyse est utilisée surtout pour désacidifier et déminéraliser les sérums acides qui seront utilisés en alimentation humaine.

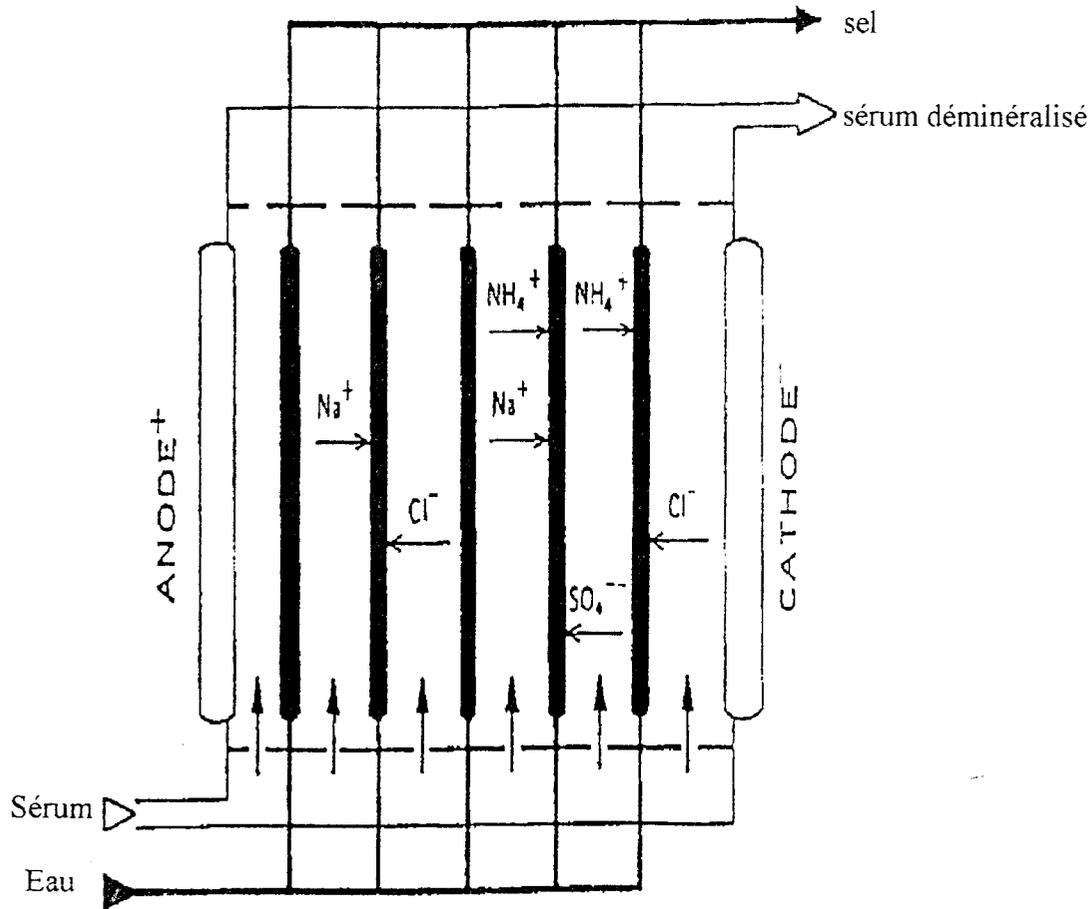


Fig. 6.1 : Représentation schématique de l'électrodialyse[42] .

## 2. Echange d'ion sur résine ( Voir fig 7.1).

L'échange d'ions sur résine se fait en deux étapes :

*\*Première étape* : Elimination des cations par passage du sérum à travers un lit de résine cationique. Les cations des sels ( $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$  ) se fixent sur les résines en libérant les ions  $\text{H}^+$

*\*Deuxième étape :* Le sérum décationné est envoyé à travers un lit de résine anionique dont les ions  $\text{OH}^-$  sont remplacés par les anions du lactosérum ( $\text{Cl}^-$ ). Les ions  $\text{OH}^-$  neutralisent les ions  $\text{H}^+$  issus de l'opération précédente.

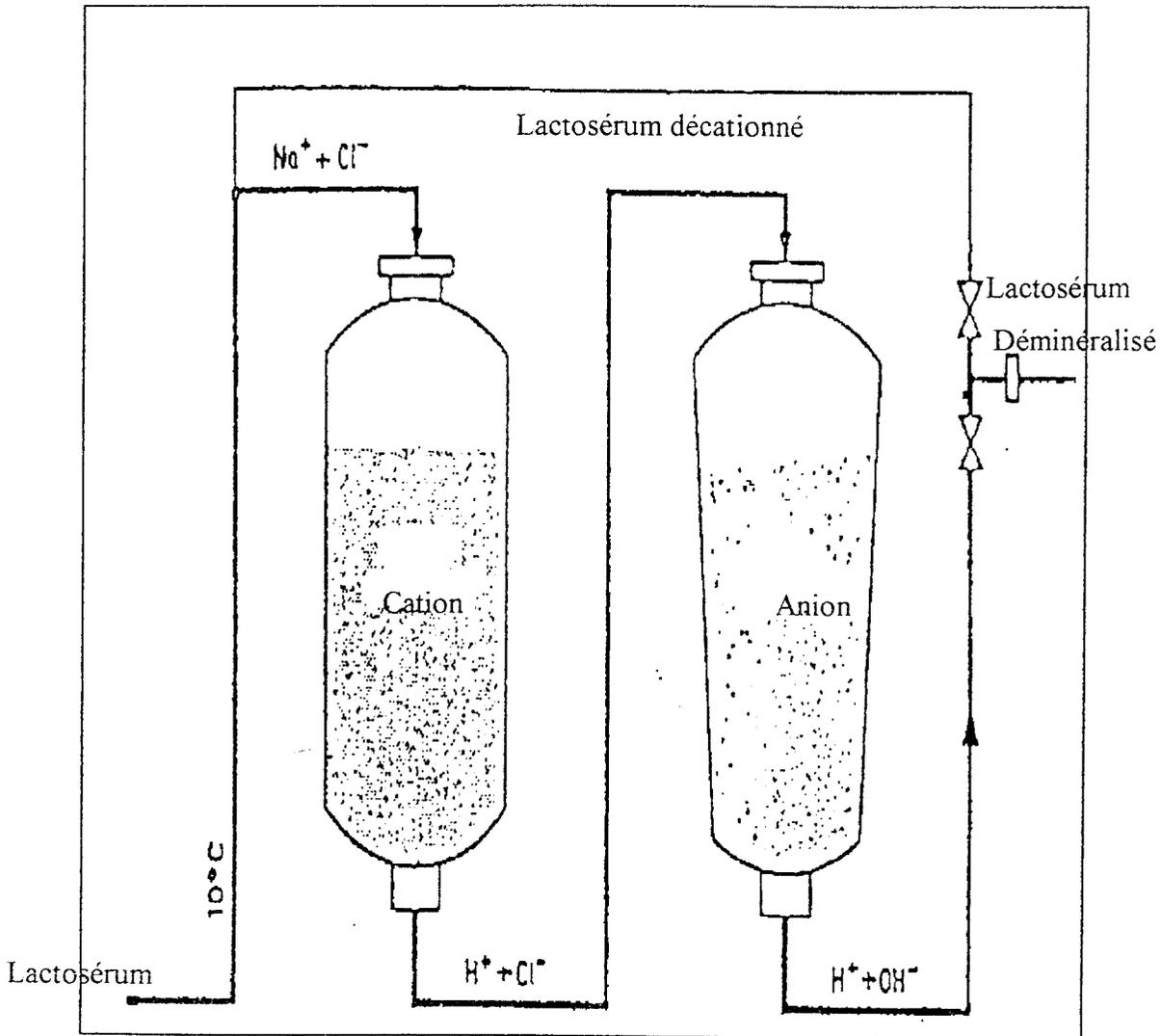


Fig. 7.1 : Schéma de principe de l'échange d'ion [35].

#### D. L'extraction des lactoprotéines

Bien qu'en faible quantité dans le sérum, leur extraction présente beaucoup d'intérêt en raison de leur grande valeur nutritionnelle. Il existe diverses techniques d'extraction dont la thermocoagulation et l'ultrafiltration.

### 1. La thermocoagulation.

C'est le procédé le plus ancien et le moins coûteux. Il consiste à faire précipiter du sérum par chauffage en milieu acide à pH de 5 à 5,5 [17]. Le lait de protéines obtenu est incorporé au caillé de fromage (procédé Centre-Whey). Dans ce cas, on obtient des protéines dénaturées. Ce procédé ne modifie pas la valeur nutritive des protéines mais modifie défavorablement leurs propriétés fonctionnelles.

### 2. L'ultrafiltration.

C'est le procédé le plus répandu en industrie laitière. Par ultrafiltration on peut obtenir des concentrations plus ou moins importantes, permettant d'aboutir à des poudres de 35 à 70% de matière protéique.

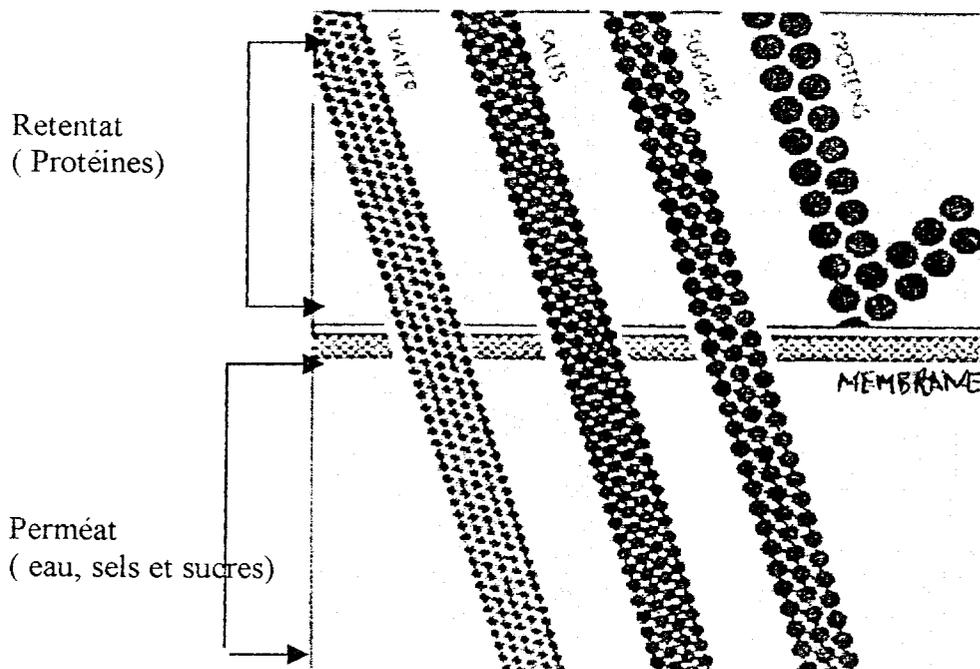


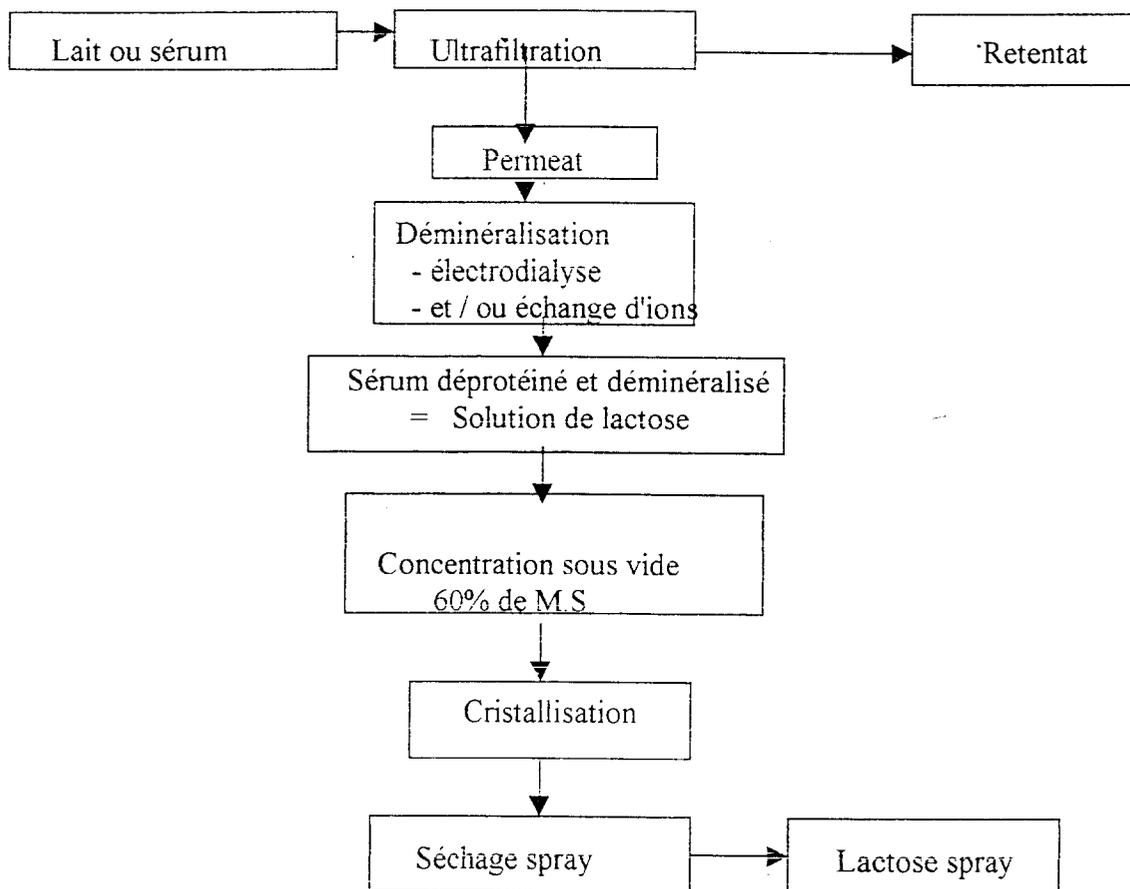
Fig. 8.1 : Représentation schématique de l'ultrafiltration [55].

C'est un procédé de séparation sur membrane semi-perméable. Cette membrane permet de retenir les molécules d'un poids moléculaire supérieur à 5000 [66]. Selon Sée Glover [31] la séparation des protéines se réalise sous condition de pH et de température sans dénaturation. La figure 8.1 illustre ce procédé.

La solution dans laquelle les protéines sont concentrées avec la matière grasse est retenue par la membrane (retentat). L'eau avec les molécules à bas poids moléculaires, lactose, éléments minéraux, traversent la membrane (perméat).

### E. L'extraction du lactose

Le lactose est obtenu soit à partir du lactosérum soit à partir du lactosérum déprotéiné (perméat d'ultrafiltration) concentré au maximum puis refroidi, pour réaliser la cristallisation du lactose qui est ensuite séparé par centrifugation avant séchage.



**Fig. 9.1 : Schéma de fabrication du lactose spray à partir de Perméat d'ultrafiltration [66].**

Le procédé de fabrication de lactose en poudre est présenté sur la figure 9.1. Il existe deux qualités principales du lactose :

- le lactose alimentaire à 97,5% de lactose
- le lactose pharmaceutique (codex) à 99,8% de lactose [18].

## F. L'hydrolyse du lactose .

L'hydrolyse est généralement réalisée par voie enzymatique en utilisant une lactase, la  $\beta$ -D galactosidase de *saccharomyces lactis*. Elle se réalise soit par enzyme libre soit par enzyme fixé [68 ; 63 ;33]. Le lactose hydrolysé a un pouvoir sucrant plus élevé que le lactose normal du fait du clivage de celui-ci en glucose et galactose (figure 10.1 ). Ces produits obtenus par hydrolyse ont ouvert de nouveaux débouchés en industrie alimentaire.

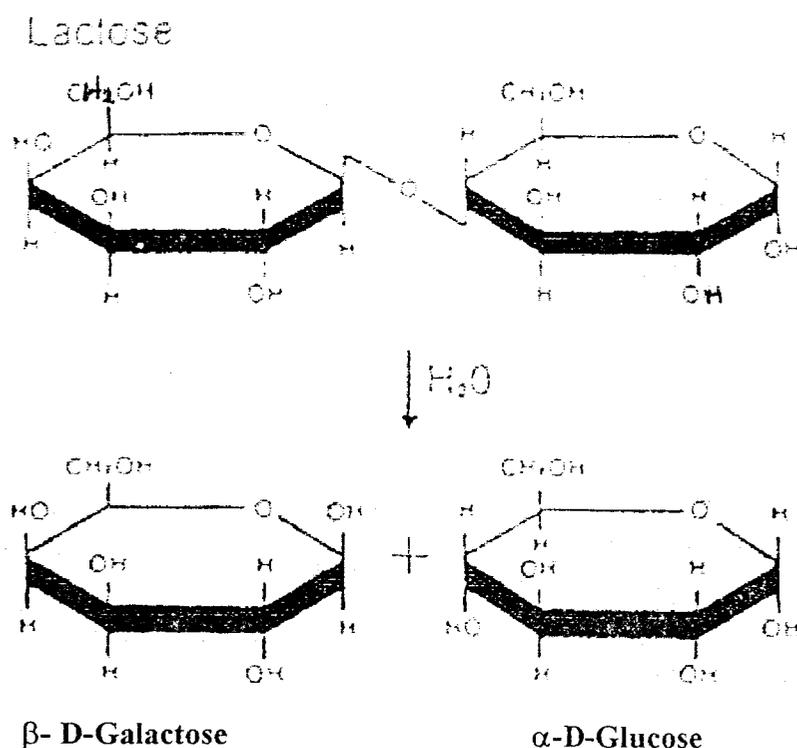


Fig : 10.1 : Hydrolyse du lactose [63]

L'hydrolyse du lactose évite le phénomène de cristallisation observé lors de la concentration. En effet, selon Kadri [41], les perméats d'ultrafiltration et les lactosérums hydrolysés peuvent être concentrés à des taux de 70 à 80% d'extrait sec . Le sirop ainsi obtenu est stable et les dépenses du séchage sont éliminées .

## G. Conclusion

L'osmose inverse, l'électrodialyse, l'échange d'ion sur résine, l'ultrafiltration, sont des techniques qui ont l'immense avantage de pouvoir être pratiquées à basses températures et de préserver ainsi les caractères natifs des constituants du lactosérum .

## **II. Les domaines d'utilisation des produits de lactosérum**

La diversification des produits obtenus à partir du lactosérum ( concentrés, poudre de lactosérum, lactose, lactoprotéine), par suite de nouvelles possibilités technologiques, lui ouvre chaque jour de nouvelles utilisations dans les industries de l'alimentation humaine où ses constituants apportent des améliorations technologiques et organoleptiques très intéressantes.

### A. Utilisation en alimentation humaine

Les domaines d'application sont l'alimentation infantile, les boissons, les produits laitiers ( fromages et yaourts), les crèmes glacées, industries de panification, les confiseries, les produits carnés, la production de biomasse et les produits cosmétiques.

Grâce aux propriétés fonctionnelles de ses composants notamment dues au pouvoir émulsifiant, moussant, gélifiant et de rétention d'eau, de ses protéines, le lactosérum permet d'améliorer la qualité de nombreux produits alimentaires. Par ailleurs, sa richesse en lactose en fait un auxiliaire actif dans le brunissement enzymatique apprécié en boulangerie, biscuiterie et viennoiserie .

Les lactosérums doux en poudre sont largement utilisés en substitut de la poudre de lait, dans la biscuiterie, pâtisserie, panification, chocolaterie et dans les produits de charcuterie [37 ;15] . En effet, utilisée comme ingrédient, la poudre de lactosérum doux apporte une amélioration du goût, de l'arôme et de la texture du produit fini [17] ainsi qu'une amélioration de la valeur nutritionnelle. D'après Arbukle [9] le lactosérum doux serait un ingrédient optimal pour les crèmes glacées et sorbets. Selon le même auteur, pour 2,8% de poudre de lactosérum dans un mixe de crème glacée, soit un taux de remplacement du lait de 24,7%, un test organoleptique n'indique aucune préférence entre les échantillons testés et les échantillons

témoins. Selon Pinel [57], la teneur maximale autorisée en poudre de lactosérum doux, dans les produits de charcuterie, est en général de 2 à 3%.

Une déminéralisation du lactosérum doux permet encore d'améliorer ses qualités organoleptiques et d'élargir son domaine d'application. En effet, la poudre de lactosérum déminéralisée est un ingrédient bien adapté pour les aliments diététiques. Elle est utilisée dans la composition des laits maternisés pour nourrissons. Selon Chaput [18], l'incorporation de poudre de lactosérum déminéralisé, riche en lactalbumine, au lait de vache, donne un lait dont la composition est proche de celle du lait maternel.

Les sérums hydrolysés par voie enzymatique sont utilisés avec succès dans différents pays, en confiserie, chocolaterie, boissons non alcoolisées, biscuiterie, crèmes glacées, [41]. D'après une enquête réalisée par Kadri [41] aux USA, le perméat hydrolysé est utilisé pour la production industrielle de levure de boulangerie.

Les propriétés fonctionnelles liées aux protéines sériques en font des produits intéressants pour l'alimentation humaine. Les concentrés de protéines sériques sont utilisés pour remplacer les blancs d'œufs [37] dans les sauces pour salades, mayonnaises et dans certains produits de charcuterie [57]. L'adjonction du concentré de protéines au pain et aux nouilles contribue considérablement à améliorer la valeur nutritive de ces aliments d'origine végétale [60 ;76]. Cette amélioration est due à l'apport d'acides aminés essentiels, méthionine, tryptophane, lysine qui sont en quantité limitée dans la farine de blé.

Dans le domaine diététique et thérapeutique, l'emploi des protéines est préférable à celui du lactosérum brut [39].

## B. Utilisation en alimentation animale.

Les poudres de lactosérum sont utilisées dans les aliments d'allaitement pour veaux [25]. Elles sont également employées, de même que les concentrés liquides, en mélange avec d'autres aliments ( hachis de paille, farine,..) pour animaux d'élevage ( bovins, porcins, volailles).

# CHAPITRE 3 - LA LYOPHILISATION

## I. Définition et principe

### A. Définition

Lyophiliser un produit c'est l'amener, par sublimation et désorption, à une humidité résiduelle permettant sa conservation à long terme et son utilisation ultérieure.

### B. Principe

La lyophilisation, appelée encore la cryodessiccation, est un procédé basé sur l'utilisation à la fois du vide et du froid. Elle consiste à extraire l'eau contenue dans les produits par sublimation et désorption.

Le produit préalablement congelé à basse température est placé dans une enceinte sous vide. L'abaissement de la pression en dessous du point triple de l'eau (0°C à 6 mbar) entraîne une sublimation de la glace [20], c'est à dire que l'eau à l'état de glace s'élimine sous forme de vapeur sans passer par l'état liquide.

Le cycle de lyophilisation comporte deux étapes, la congélation et la déshydratation.

#### *1. La congélation*

Elle est considérée comme une étape préalable à l'opération de déshydratation. Elle peut être effectuée à l'intérieur ou à l'extérieur de l'enceinte de lyophilisation. La congélation est capitale pour l'obtention du résultat final. En effet, pour la réussite de l'opération et l'obtention d'un produit de haute qualité, il est indispensable que la majeure partie de l'eau du produit soit congelée. Il faut aussi que la température de la partie congelée du produit reste inférieure à 20°C pendant la lyophilisation afin d'éviter la fusion [ 20].

#### *2. La déshydratation*

La phase de déshydratation se divise en deux parties qui correspondent aux deux formes d'existence de l'eau dans un produit : eau libre et eau liée .

La première phase est la déshydratation primaire qui correspond à la sublimation.

La deuxième phase est la déshydratation secondaire ou désorption finale de la quantité d'eau résiduelle non congelée .

#### **a. Sublimation.**

Elle correspond à l'élimination de l'eau libre ou eau congelée et s'effectue sous vide poussé. En effet, pour qu'il y ait sublimation de la glace, il est nécessaire d'entretenir au voisinage de l'échantillon, une pression de vapeur d'eau inférieure à la pression de vapeur saturante du produit congelé. Plus la différence est grande entre les deux pressions, plus la vitesse de sublimation est élevée [65]. La vapeur d'eau formée est éliminée par condensation, dans un piège à vapeur, à l'état de glace afin de maintenir très faible la pression dans le lyophilisateur.

#### **b. Désorption.**

La désorption s'effectue par le maintien d'un vide très poussé dans l'enceinte de la lyophilisation .Elle correspond à l'élimination de l'eau liée ou eau incongelable. Elle ne se termine théoriquement jamais. On est donc obligé de laisser subsister une quantité d'eau résiduelle. Le but de cette dessiccation est de réduire aux maximum la teneur en eau résiduelle afin d'assurer une stabilité maximale de l'aliment pendant l'entreposage.

### **3. Conditionnement.**

En raison de la très forte hygroscopicité du produit lyophilisé, son retour à la pression atmosphérique, en fin de la déshydratation, est une opération qui doit se réaliser dans un milieu sec ( sans eau ). Il est ensuite indispensable de conditionner le produit dans un emballage étanche à la vapeur d'eau et à la lumière.

## **II. Description d'un lyophilisateur .**

Un lyophilisateur comprend classiquement :

- ◆ une pompe à vide
- ◆ un piège de récupération de la vapeur d'eau ou condensateur
- ◆ une source chauffante ( le lyophilisateur utilisé dans notre étude expérimentale ne renferme pas de plaque chauffante)

- ◆ une enceinte munie d'un support avec des plateaux sur lesquels sont disposés les produits congelés à lyophiliser.

#### A. Pompe à vide.

Elle permet d'établir le vide initial nécessaire au démarrage de la lyophilisation en soustrayant des incondensables [45 ; 46] et contribue ainsi à l'abaissement de la pression totale dans l'enceinte de lyophilisation, puis son maintien pendant toute la déshydratation à des valeurs compatibles avec les conditions de sublimation. Dans notre cas ces conditions seront de  $-50^{\circ}\text{C}$  et de  $10^{-1}$  à  $10^{-2}$  mb .

#### B. Condenseur

Généralement, le condenseur ou piège à froid est placé entre le produit et la pompe à vide. Les vapeurs d'eau émises par le produit viendront se condenser sur la surface froide sous forme de glace. Le condensateur assure l'abaissement de la pression de l'enceinte.

### **III. Avantages et inconvénients de la lyophilisation**

#### A. Avantages

La lyophilisation est une technique de séchage très intéressante pour la qualité des produits et leur conservation . La transition du produit de l'état congelé à l'état déshydraté, en absence d'une forte proportion d'eau liquide, réduit considérablement les possibilités de développement des réactions d'altération [46]. La lyophilisation permet :

- ◆ d'atteindre des humidités résiduelles très basses par rapport à la plupart des techniques de séchage .
- ◆ de conserver la qualité biochimique des aliments.
- ◆ d'obtenir des poudres à texture poreuse d'où une très grande avidité de l'eau lors de la réhydratation .
- ◆ d'améliorer la qualité microbiologique du produit.

Selon **Marin et René [46]** l'avantage technologique majeur de la lyophilisation repose sur la capacité du produit lyophilisé à se rehydrater instantanément.

## B. Inconvénients

Connue comme une technique respectueuse de la qualité originelle de l'échantillon, la lyophilisation est aussi réputée comme technique au prix de revient élevé.

En effet la faible productivité en lyophilisation est due au mode de fonctionnement, sous vide, qui se traduit par des durées de traitement importantes par conséquent une consommation énergétique élevée qui est de l'ordre de 1500 à 2500 kWh par tonne d'eau à éliminer [46].



# ***DEUXIEME PARTIE***

## **Etude expérimentale**

## ETUDE EXPERIMENTALE

Le présent travail consistera à récupérer, par lyophilisation, les constituants originaires du lait qui, habituellement, se retrouvent dans les effluents de l'unité laitière de Boudouaou. Cette étude comportera plusieurs étapes :

### *\*Première étape :*

- estimation des quantités de la matière sèche et de la matière grasse qui se retrouvent dans le lactosérum lors la fabrication du fromage type "Edam" en réalisant une étude comparative entre les teneurs de la matière sèche et de la matière grasse du lactosérum et celles du lait d'origine.

- caractéristiques biochimiques et physiques du lactosérum doux liquide

- étude de l'évolution de l'acidité à température ambiante et à 4°C

### *\*Deuxième étape :*

- obtention d'une poudre à partir du lactosérum concentré .

- caractéristiques biochimiques et physiques du sérum concentré.

- caractéristiques biochimiques , physiques et organoleptiques de la poudre obtenue.

- étude de l'évolution de l'eau au cours de la lyophilisation .

### *\*Troisième étape :*

- essai d'élaboration d'un yaourt en utilisant la poudre de sérum doux comme substitut de la poudre de lait écrémé .

Nos analyses ont été réalisées au niveau de différents laboratoires nationaux de recherche :

- pour les déterminations de l'acidité, la matière sèche, le pH et la matière grasse au niveau du laboratoire de l'unité Fromagerie et Laiterie de Boudouaou.

- pour le dosage des acides gras au niveau du C.R.D de Boumerdès .

- pour les dosages des calcium, sodium, potassium et magnésium au laboratoire de chimie de la S.N.T.A de Boumerdès .

- pour le dosage du phosphore au laboratoire de chimie C.N.T.C de Boumerdès .

- pour la lyophilisation, la concentration, la congélation, la conservation ainsi que les dosages du lactose, des protéines et des cendres au laboratoire du département de technologie alimentaire de l'Université de Boumerdès.

# CHAPITRE I. MATERIELS ET METHODES.

## **I. Matériels.**

### A. Appareillage

- Lyophilisateur de laboratoire type Cryodos - 50 .
- Evaporateur rotatif Büchi Watherbath B 480 .
- Réfrigérateur.
- Balance analytique type Preciso 1212 MSCS .
- Four à moufle Nabertherm .
- Appareil de Kjeldahl constitué d'un minéralisateur, unité Büchi 424. et d'un distillateur unité Büchi 320 .
- Analyseur d'humidité à infrarouge type Sartorius MA30 .
- Centrifugeuse Gerber.
- Butyromètre Gerber .
- pH mètre Jenwey -30-30.
- Dessiccateur.
- Polarimètre type Polartronic II .
- Spectromètre d'absorption atomique type Unicam 939.A.A .
- Spectrophotomètre UV/VIS type Unicam PU 8600 .
- Chromatographe type Chrompack CP9003.
- Verrerie courante de laboratoire

### B. Matériel biologique

Les échantillons utilisés dans cette étude proviennent de l'unité laitière et fromagerie de Boudouaou. Le lactosérum est de type doux, issu du premier soutirage lors de la fabrication du fromage à pâtes pressées non cuites type "Edam" selon le procédé représenté dans la figure 1.2 .

Les échantillons ont été prélevés au niveau de la cuve de coagulation, dans des flacons stériles et conservés à 4°C avant chaque analyse et chaque traitement.

## II- Méthodes

### A. Méthode d'obtention de lactosérum doux (liquide)

Le lactosérum est obtenu à partir d'un mélange constitué de lait en poudre reconstitué, de lait de vache local pasteurisé et enrichi en matière grasse laitière (M.G.L.A ) si nécessaire. Après les opérations de standardisation, homogénéisation, pasteurisation, refroidissement et maturation , le lait standardisé est envoyé dans la cuve de coagulation (7000 litres). C'est à ce moment que l'on fait des apports en :

♦ *Ferments mésophyles homofermentaire ( SM 306 )* : ces ferments ont une grande importance durant le processus de fabrication et d'affinage.

♦ *Phosphate mono calcique* : l'addition de ce sel permet d'améliorer sensiblement le problème de manque de cohésion du caillé qui se pose en fromagerie [29]. Elle permet aussi de favoriser la coagulation.

♦ *Colorant rocou* : le rocou référence E160 est ajouté au lait destiné à la fabrication des fromages [69].

♦ *Présure* : la présure extraite de la caillette de veau contient une enzyme, la chymosine, qui, compte tenu des conditions du milieu, entraîne une hydrolyse de la caséine k présente en surface des micelles [13 ; 67 ], favorisant ainsi la coagulation du lait . L'emprésurage se fait en général 20 à 30 mn après l'ensemencement lactique. On utilise la présure lyophilisée, la dose incorporée est de 210g pour 7000 litres de lait .

S'ensuivent les processus suivants :

♦ *La coagulation* : Le temps de coagulation est lié directement à la dose de présure appliquée, le temps de prise est de 10 minutes et la coagulation trois fois le temps de prise, c'est à dire 30 minutes.

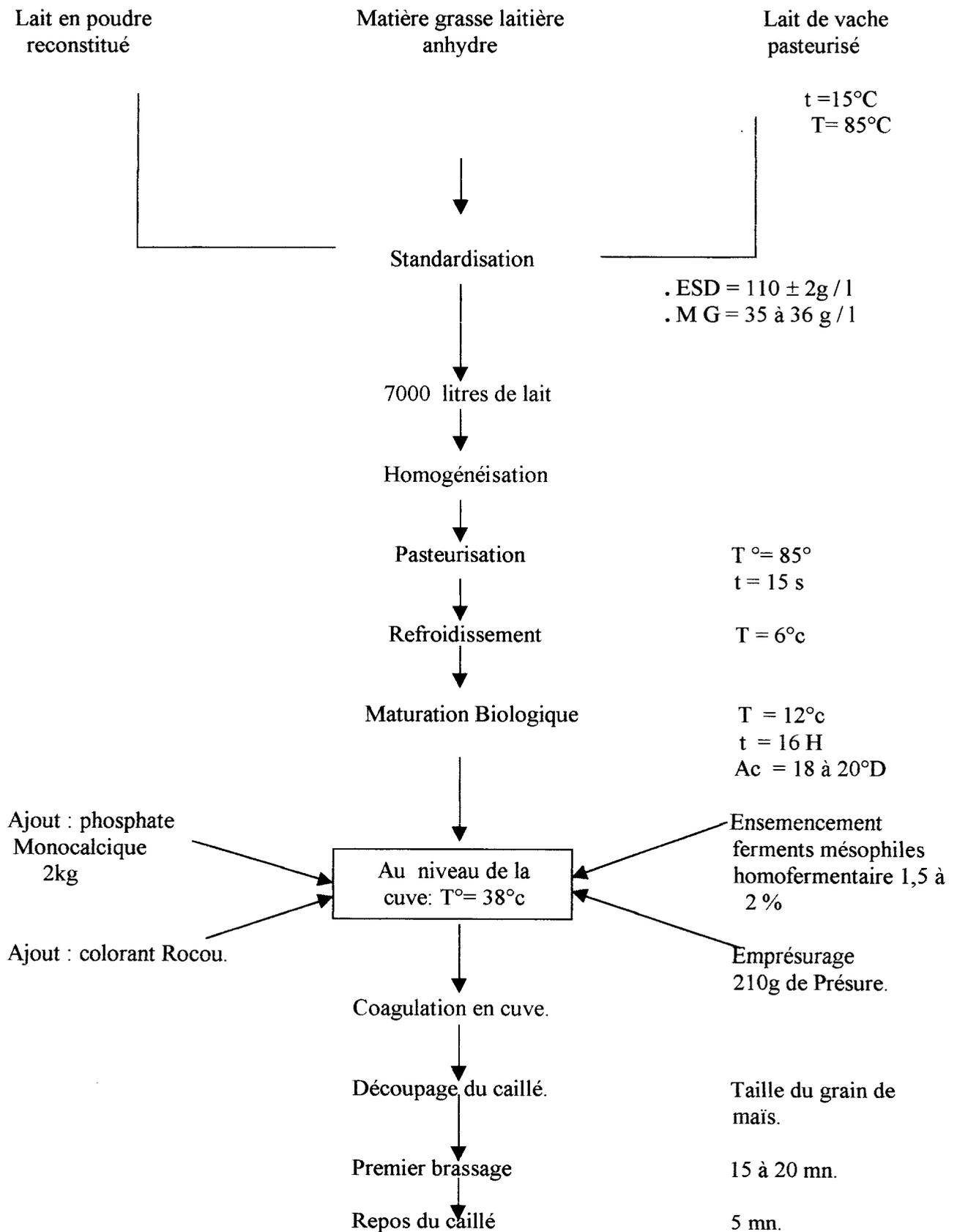
♦ *Le décaillage* : Il a pour but de transformer le caillé en grains créant des surfaces libres par lesquelles le sérum peut s'échapper [58]. Le décaillage se réalise par des tranches caillées à une vitesse très faible afin d'obtenir des grains de fromage de la taille d'un grain de blé. Elle dure 15 à 20 mn . C'est au cours de cette opération qu'il y a exsudation du lactosérum .

♦ *Brassage, délactosage* : Le premier brassage dure environ 20mn. Les brassoires sont ensuite stoppées afin de permettre le dépôt des grains au fond de la cuve .

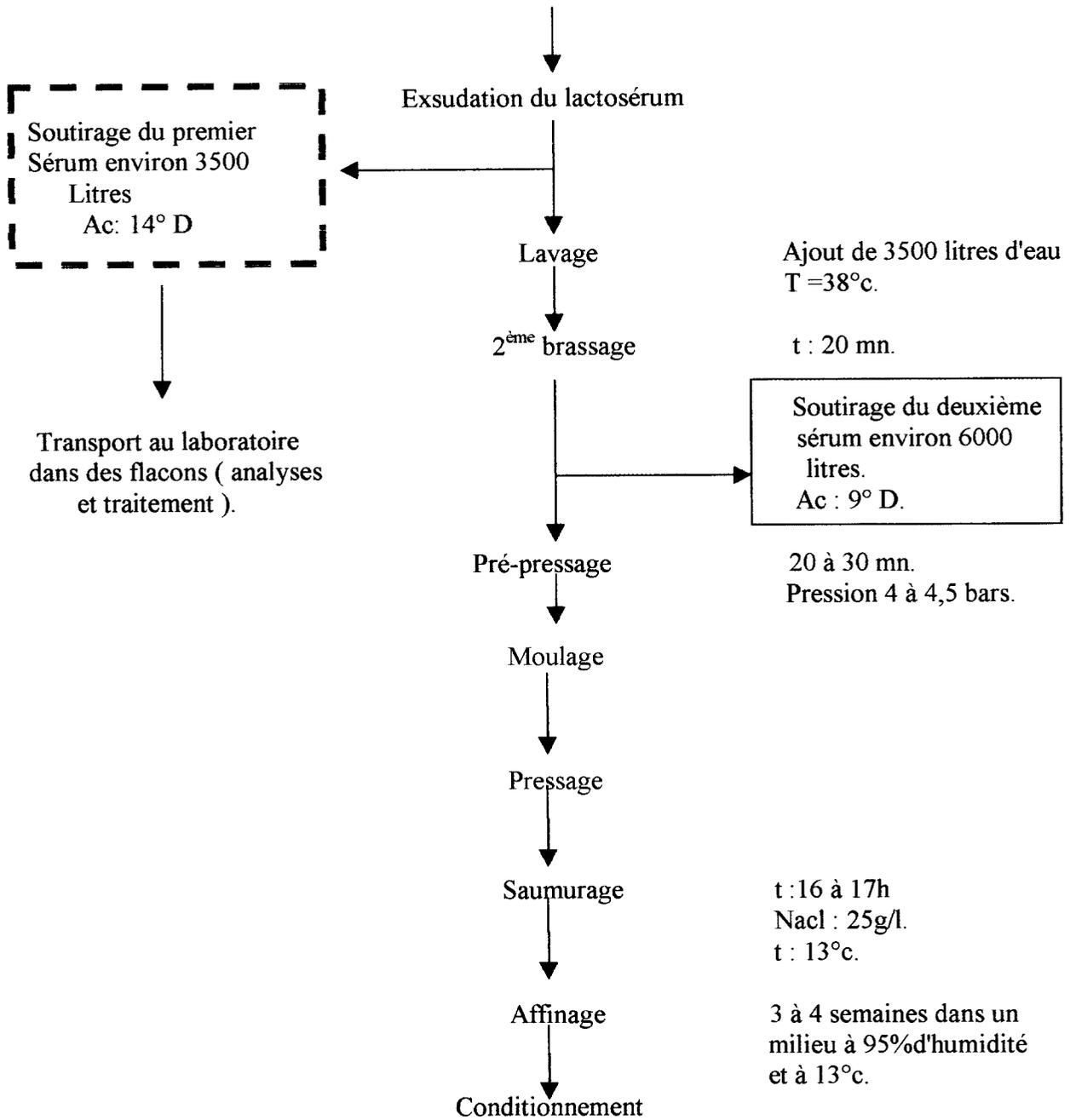
Le liquide surnageant dans la cuve est le premier lactosérum, les échantillons utilisés tout au long de notre étude ont été prélevés à ce stade de fabrication ( Sérum I). Le volume du sérum I soutiré, représentant environ 50% du volume total, est remplacé par la même quantité d'eau. L'eau est utilisée pour le délactosage (lavage ).

Après le deuxième brassage, le deuxième liquide soutiré est le deuxième lactosérum ( Sérum II ). Ce sérum est caractérisé par une acidité d'environ 9°D et une teneur en matière sèche d'environ 4% soit la moitié de celle du lactosérum I .

La figure 1.2 nous montre qu'environ 9500 litres de lactosérum sont obtenus à partir de 7000 litre de lait utilisé par fabrication de fromage type "Edam" ce qui équivaut à 912000 litres de lactosérum doux évacués dans les effluents de la laiterie de Boudouaou annuellement.



**Fig.1.2. Procédé d'obtention du lactosérum issu de la fabrication du fromage type "EDAM" de l'unité laitière de Boudouaou.**



**Fig. 1.2. Procédé d'obtention du lactosérum issu de la fabrication du fromage type "Edam" de l'unité laitière de Boudouaou ( suite ).**

## B. Méthode d'obtention de la poudre de lactosérum doux

L'obtention de la poudre de lactosérum a été réalisée en trois étapes (fig.3.2) : concentration, congélation et enfin lyophilisation.

### *1. Concentration*

Comme le lactosérum est constitué en moyenne de 92% d'eau, sa concentration avant lyophilisation nous semble indispensable afin de réduire la durée de séchage.

La concentration est réalisée dans un évaporateur rotatif sous vide, type Buchi-Watherbath B 480, à une température de 60 à 70°C et une pression de 0.2 à 0.3 bars.

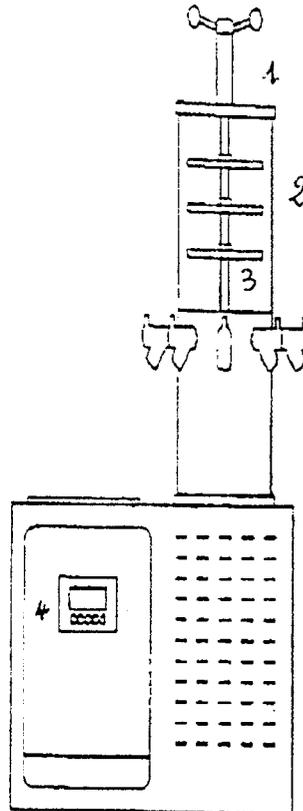
Généralement, le lactosérum est concentré jusqu'à 20 à 30% de matière sèche. Immédiatement après chaque concentration, les échantillons sont introduits dans des capsules en porcelaine de façon à avoir une épaisseur identique pour l'ensemble des échantillons. L'épaisseur est inférieure à 10 mm. Des analyses physiques et biochimiques ont été réalisées sur le lactosérum concentré.

### *2. Congélation*

C'est une étape préalable à la lyophilisation. Les capsules contenant les échantillons sont placées dans un congélateur pendant au moins 05 heures, jusqu'à la solidification totale du produit.

### *3. Lyophilisation*

Après concentration, puis congélation, les échantillons sont placés dans l'enceinte d'un lyophilisateur de laboratoire type Cryodos -50 (fig :2.2) à une température de l'ordre de - 45°C à - 55°C et une pression très réduite de  $10^{-1}$  à  $10^{-2}$  mbar.



**Fig 2.2 : Schéma d'un lyophilisateur de laboratoire type Cryodos – 50.**

- 1- Couvercle
- 2- Cylindre en verre
- 3- Support avec plateaux
- 4- Ecran ( affichage de la température et de la pression du lyophilisateur )

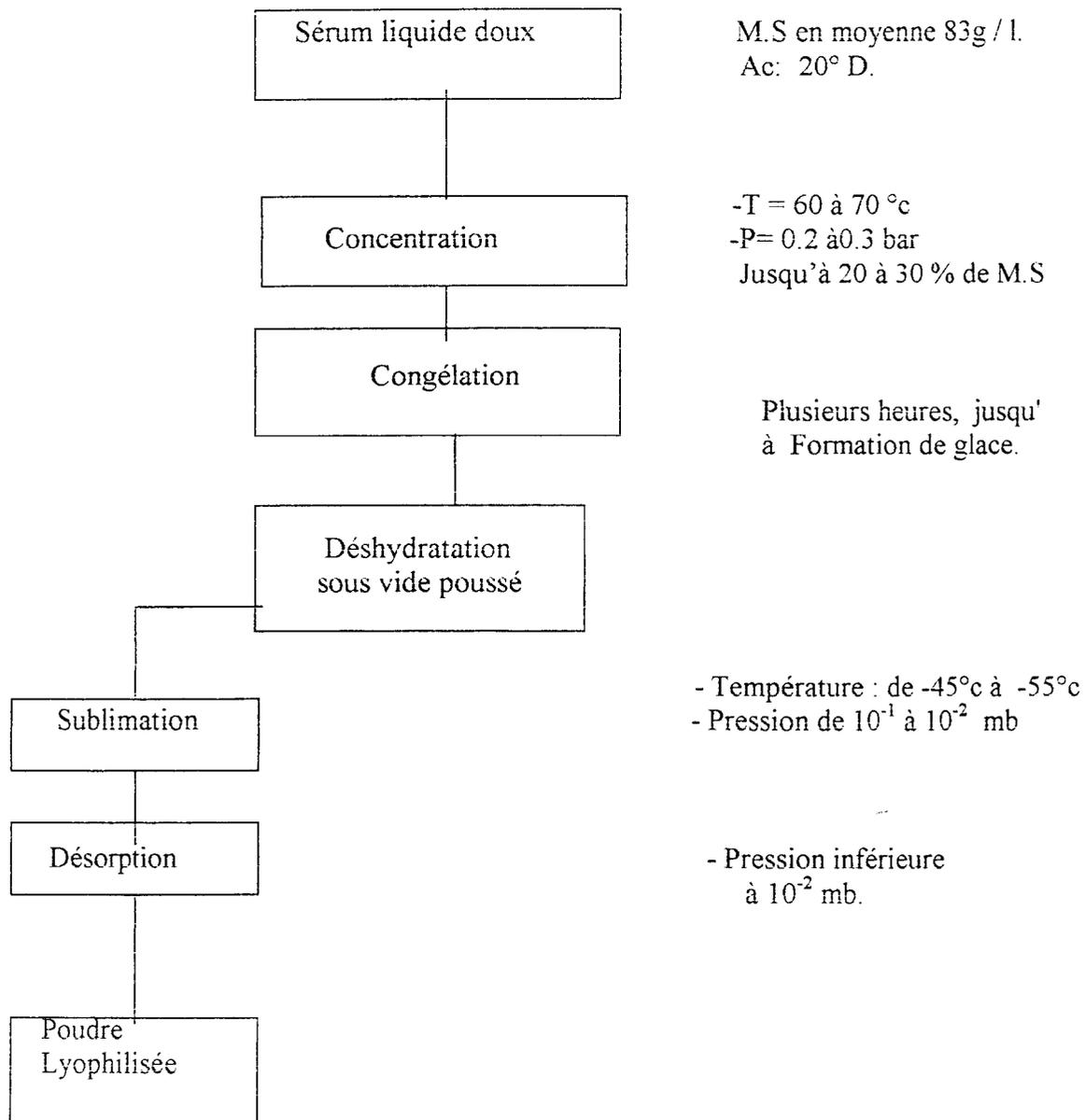
**a. Mise en place des produits dans le lyophilisateur**

- les 12 capsules contenant le produit congelé sont placées sur les supports du cylindre en verre.
- le cylindre est remis en place, ainsi que le couvercle supérieur.
- la lyophilisation débute après activation de la pompe à vide.

**b. Récupération des produits**

- la lyophilisation est terminée lorsque le niveau de vide est inférieur à  $10^{-2}$  mbar.
- la durée de la lyophilisation est fonction de l'épaisseur de l'échantillon. Dans notre cas, elle dure généralement 08 à 16 heures.
- la pompe est stoppée

- on ouvre progressivement le robinet à trois voies afin de casser le vide.
- la poudre est récupérée dans des flacons stériles, en verre et à couvercle hermétique.



**Fig. 3.2 : Procédé utilisé au laboratoire de technologie alimentaire de Boumerdès pour la fabrication de la poudre de sérum par lyophilisation .**

Ces opérations, c'est à dire, concentration, congélation, lyophilisation ont été réalisées durant toute la période de notre étude. Les poudres obtenues ont été utilisées pour la préparation du yaourt, ainsi que pour la détermination de certains critères physiques, chimiques et organoleptiques.

## C. Méthodes d'analyses :

### *1. Détermination du pH.*

Elle est réalisée à l'aide d'un pH mètre type Jenway -30-30. Le pH du sérum sec est mesuré sur la poudre diluée à 10 % [ 4 ].

### *2. Détermination de l'acidité.*

Dans l'industrie laitière, l'acidité du lait s'exprime en équivalent d'acide lactique. Le degré Dornic (°D) correspond à 0,1gr d'acide lactique par litre de lactosérum. Pour le dosage, on utilise la Soude Dornic NaOH N/9 et l'acidité en°D correspond alors à la chute de Burette en ml × 10.

La détermination de l'acidité du lactosérum sec est réalisée sur la poudre diluée à 10 % [ 4]. Elle est exprimée en gramme d'acide lactique par 100gr de poudre et donnée par la formule suivante :

$$0,01\text{gr} \times \frac{V}{2} \times 100 = \frac{V}{2}$$

V = chute de la burette.

### *3. Détermination de l'indice de solubilité ( lactosérum en poudre )*

L'indice de solubilité a été réalisé à l'aide de deux tubes cylindro-coniques, gradués de 0,1ml , à 50ml et d'une centrifugeuse tournant à la vitesse de 1000 tours / minute. La méthode consiste à diluer la poudre du sérum dans de l'eau tiède, agiter pendant 10 secondes, centrifugation, lavage, nouvelle centrifugation et lecture du volume de sédiment [4].

#### Expression des résultats :

L'indice de solubilité =  $100 - (V_1 + V_2)$

V<sub>1</sub> : représente le volume en ml, occupé par le sédiment dans l'un des deux tubes.

V<sub>2</sub> : volume de sédiment dans l'autre tube.

#### ***4. Détermination de la matière sèche***

La méthode utilisée est une méthode de contrôle industriel, pour effectuer des séchages très rapides, de l'ordre de 2 à 15 mn [53]. C'est la méthode utilisée, également, au laboratoire de l'unité de laiterie et fromagerie de Boudouaou.

La matière sèche est déterminée à l'aide d'un appareil à infrarouge type Sartorius MA30.

Cet appareil comporte :

- un dispositif de chauffage ( une lampe infrarouge placée au-dessus de l'échantillon.)
- un dispositif de pesée donnant par affichage digital la teneur en eau ou la teneur en extrait sec du produit .

#### ***5. Détermination de la matière grasse ( méthode Gerber )***

La matière grasse a été dosée par la méthode Gerber ou méthode acido- butyrique [ 3]. Après dissolution des protéines par addition d'acide sulfurique, séparation de la matière grasse du produit, par centrifugation dans un butyromètre. La séparation étant favorisée par l'addition d'une petite quantité d'alcool amylique, on obtient la teneur en matière grasse par lecture directe sur l'échelle du butyromètre .

#### ***6. Dosage des cendres***

Nous avons utilisé la méthode classique préconisée par AFNOR [3]. Son principe consiste en une évaporation à sec d'une quantité connue du produit, puis incinération à 530°C, dans un four à moufle, pendant 4 heures et refroidissement dans un dessiccateur.

Expression des résultats en % :

$$\text{Teneur en cendre \%} = \frac{P_1 - P_0}{\text{Prise d'essai}} \times 100$$

$P_1$  = Poids de la capsule avec échantillon après incinération

$P_0$  = Poids de la capsule vide.

#### ***7. Dosage des protéines par la méthode Kjeldahl***

Les protéines ont été déterminées après le dosage de l'azote total et de l'azote non protéique par la méthode Kejdahl .

La teneur en protéine est exprimée en g / l pour le lactosérum liquide et concentré et en g / kg pour la poudre de lactosérum .

Teneur en protéine = 6.38 ( NT – NNP)

**a) Dosage de l'azote total .**

Pour le dosage de l'azote total ( NT ) nous avons utilisé la méthode Kjeldahl. Elle consiste en la minéralisation des composés organiques en milieu acide et en présence d'un catalyseur. L'azote ammoniacal obtenu est dosé par titrimétrie après distillation en milieu alcalin .

La teneur en azote total est exprimée en gramme par litre de lactosérum .

Expression des résultats en g/l :

$$NT ( g / l ) = \frac{T \times V_1 \times 14}{V_0}$$

La minéralisation est réalisée sur unité Büchi 424 et la distillation sur unité Büchi 320.

**b) Dosage de l'azote non protéique .**

L'azote non protéique (NNP) représente environ 35 % de l'azote total [11]. Son dosage est alors indispensable pour pouvoir estimer la teneur en protéines vraies de l'échantillon. L'utilisation d'acide Trichloroacétique (T.A.C) à 15% [16] permet de précipiter les protéines du lactosérum, après filtration, la méthode Kjeldahl appliquée au filtrat permet d'apprécier la teneur en azote non protéique.

La teneur en NNP exprimée en gramme par litre de lactosérum est :

$$NNP = \frac{0.987 \times V_1 \times 14 \times T \times 100}{V_0 \times 40}$$

$V_0$  : volume de la prise d'essai .

$V_1$  : volume en ml de la solution de  $H_2SO_4$  utilisé pour le titrage.

T : titre de la solution  $H_2SO_4$ , 0.1 N

**8 . Dosage du lactose par la méthode polarimétrique .**

Le dosage du lactose a été réalisé sur un polarimètre type Polartronic II . En général on utilise la méthode de Bertrand ; nous avons procédé autrement en utilisant une autre méthode physique préconisée par [ 4]. Il s'agit de la méthode polarimétrique qui semble en fait plus efficace que la méthode de Bertrand. Elle consiste à mesurer l'activité optique (  $\alpha$  ) du filtrat obtenu après défécation du lactosérum par l'hexacyanoferrate de potassium à 15%, l'acétate de zinc à 30% et calcul de la teneur en lactose hydraté.

La teneur en lactose exprimée en gr/100 gr de produit est :

$$L = \frac{100 \alpha}{\alpha D \times l} \times \frac{100}{E}$$

$\alpha D$  : Pouvoir rotatoire spécifique du lactose soit 52,4 .

$\alpha$  : Rotation optique du filtrat.

$l$  : Longueur du tube polarimétrique = 2 décimètres.

$E$  : Prise d'essai

### ***9. Dosage des chlorures par la méthode Charpentier Vohlard :***

Après défécation du lactosérum, les chlorures sont dosés dans le filtrat par la méthode Charpentier Vohlard . Les chlorures d'un volume connu de lactosérum sont précipités en présence d'acide nitrique par un excès de nitrate d'argent titré ( 5ml ) . L'excès de sel argentique est déterminé par une solution titrée de sulfocyanure d'ammonium en présence de sulfate de fer d'ammonium.

La teneur en chlorure est donnée en gramme de NaCl par litre selon la formule suivante:

$$( 5 - n ) \times 0,585 .$$

$n$  : quantité en ml de la solution de sulfocyanure d'ammonium nécessaire pour l'obtention de la couleur rouge

### ***10. Dosage des éléments minéraux : Calcium, Potassium Magnésium, Sodium et phosphore( lactosérum liquide ).***

Les éléments minéraux sont dosés sur les cendres blanches ( voir paragraphe 6) et repris dans l'acide chlorhydrique à 5 N puis dilué dans de l'eau distillée complété à 50 ml (solution A).

#### **a ) Dosage du calcium, magnésium, potassium, et sodium par spectrométrie d'absorption atomique.**

Le calcium ( $\text{Ca}^{++}$ ), le magnésium ( $\text{Mg}^{++}$ ), le potassium ( $\text{K}^+$ ) et le sodium ( $\text{Na}^+$ ) sont dosés par spectrométrie d'absorption atomique sur appareil Unicam 939 A.A. au laboratoire de chimie de la S.N.T.A à Boumerdès. Cette méthode physique d'analyse utilise les propriétés qu'ont les atomes neutres d'absorber à une certaine longueur d'onde un quantum d'énergie. Chaque élément a une lampe spécifique ( lampe à cathode creuse ) qui émet de la lumière à une longueur d'onde spécifique. Une flamme est utilisée pour produire des atomes libres qui vont absorber la lumière de la lampe source à cette longueur d'onde. Ce qui résulte

en une baisse de l'intensité de la lumière enregistrée au niveau du détecteur. La mesure de la diminution de cette énergie permet de mesurer la quantité d'éléments rencontrés par le faisceau de photons .

La concentration de l'échantillon est déterminée en comparant l'absorption mesurée par cet échantillon avec celle d'une série d'étalons de concentration connue .

**Les solutions étalons employées sont :**

- ◆ Solution étalon standard à 1 g / l de calcium .
- ◆ Solution étalon standard à 1 g / l de magnésium .
- ◆ Solution étalon standard à 1 g / l de potassium .
- ◆ Solution étalon standard à 1 g / l de sodium .

A partir de ces solutions nous avons préparé, pour chaque élément une gamme d'étalons de :

- ◆ 2, 5 et 20 mg / l pour le sodium .
- ◆ 1, 2, 5 et 20 mg / l pour le potassium .
- ◆ 5, 10 et 20 mg / l pour le calcium .
- ◆ 1, 2 et 5 mg / l pour le magnésium .

Des dilutions sont réalisées de façon à amener les teneurs, des échantillons, dans les limites de la courbe d'étalonnage .

Les lectures sont effectuées sous les conditions suivantes :

Eléments	Longueur d'onde nm	Intensité de la source lumineuse Volt.
Sodium	589	422
Magnésium	285,2	493
Calcium	422,7	403
Potassium	766,5	439

Les teneurs en différents éléments sont déterminées à partir des courbes d'étalonnages (voir annexes ) en tenant compte du facteur de dilution utilisé. Les résultats sont exprimés en mg/l.

### **b) Dosage du phosphore par spectrophotométrie.**

Le dosage du phosphore total a été effectué à partir de 2 ml de la solution (A) diluée à 1/100, additionnée de 20 ml de solution de molybdat-acide ascorbique qui forme avec le phosphore un complexe coloré dont l'intensité est mesurée par spectrophotométrie à 820 nm [4] ). Cette mesure a été réalisé sur un colorimètre type UNICAM Pu 8600 UV / VIS au niveau du laboratoire de chimie de C.N.T.C (Boumerdès) . ,

#### **Préparation des solutions étalons :**

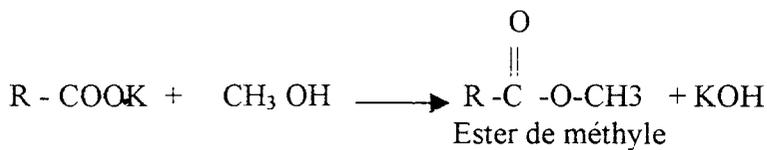
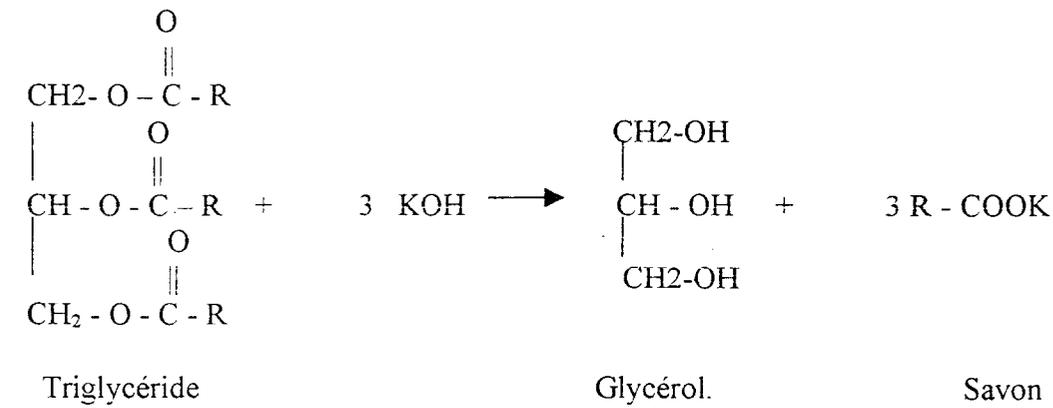
- la solution mère correspondant à 100µg de phosphore par ml est préparée à partir de . 0,4394 gr de  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  dissoute dans l'eau distillée puis complétée à 100 ml .
- à partir de la solution mère, nous avons préparé la solution étalon correspondant à 10 µ g / ml ( introduction de 10 ml de la solution mère dans 100 ml d'eau distillée).
- les échantillons sont comparés à une gamme d'étalons de 10, 20, 30 et 50 µg de phosphore par litre ( voir tableau annexe ) .
- la teneur du phosphore de l'échantillon est déterminée à partir de la courbe d'étalonnage ( voir annexe ) en tenant compte du facteur de dilution utilisé . Les résultats sont exprimés en mg/l.

### **11. Dosage et identification des acides gras ( lactosérum liquide)**

La détermination de la composition en acides gras de la matière grasse du lactosérum doux a été effectuée par chromatographie en phase gazeuse (C.P.G.) après estérification de la matière grasse selon la méthode de Wolff [77]. Cette analyse a été effectuée sur un appareil type Chromapack. C P. 9003 au laboratoire de C R D (Boumerdès) .

#### **a) Préparation des esters méthyliques**

La chromatographie directe des acides gras n'est pas possible à cause de leur température d'ébullition trop élevée et de leur instabilité thermique . La préparation d'esters méthyliques de ces acides gras permet de diminuer considérablement cette température. Les glycérides ont été estérifiés en esters méthyliques d'acide gras après dissolution de la matière grasse dans l'éther de pétrole et adjonction d'une solution d'hydroxyde de potassium en milieu méthanolique (voir fig 3.3).



**Fig. : 4.2. Réactions de saponification et de méthylation des glycérides du lactosérum doux.**

**b) Analyse chromatographique :**

Les esters méthyliques injectés dans le chromatographe sont retenus par la phase stationnaire de la colonne selon des affinités distinctes. Ils sont détectés à leur sortie de la colonne et caractérisés par leur temps de rétention . Les quantités injectées sont de 0,1 µl , aux conditions opératoires suivantes:

- Colonne : Apolaire - CP sil 88
- Gaz vecteur : He - Pression 100Kp
- Injecteur : splitter 1/100 à 270°C
- Détecteur FiD à 300°C

Température de la colonne en programmation :

- Température initiale 50°C
- Vitesse 5°C / mn .
- Température finale 230°C

## D. Essai d'utilisation de la poudre de sérum doux dans la préparation d'un yaourt.



Notre étude consistera à utiliser la poudre de sérum comme substitut de la poudre de lait écrémé additionnée au lait dans la fabrication d'un yaourt nature.

Cette étude a été réalisée au laboratoire de l'unité de Boudouaou .

### *1. Les étapes de fabrication :*

#### **a) Première étape : préparation du levain**

Nous avons introduit 0.04 gramme de poudre de ferment lyophilisé, composé de *lactobacillus bulgaricus* et de *streptococcus thermophilus*, dans un litre de lait écrémé pasteurisé. Ce mélange est incubé à 44°C, pendant 10 heures, jusqu'à une acidité de 100°D. L'acidité d'un bon levain est de 85 à 90 °D [12]

#### **b) Deuxième étape : préparation du lait.**

Nous avons utilisé :

- du lait standardisé à 1.5 % de matière grasse et 10.7 de matière sèche .

Ce lait est introduit dans cinq pots de yaourt à raison de 100 ml par pot. Les pots sont identiques et en verre .

- de la poudre de lait écrémé à 0% de matière grasse .

- de la poudre de lactosérum lyophilisé à 4 % de matière grasse.

La poudre de lait écrémé et la poudre de lactosérum ont été introduites dans les pots selon la (fig.5-2) .

L'extrait sec total obtenu dans chaque pot est de 14.7 % de matière sèche.

L'extrait sec total du lait est un facteur important dans la fabrication du yaourt, car il conditionne la consistance et la fermeté du produit .**Alais et Linden** [7 ] préconisent l'adjonction de 5%, au maximum, de poudre de lait écrémé au lait frais .

#### **c) Troisième étape : traitement thermique**

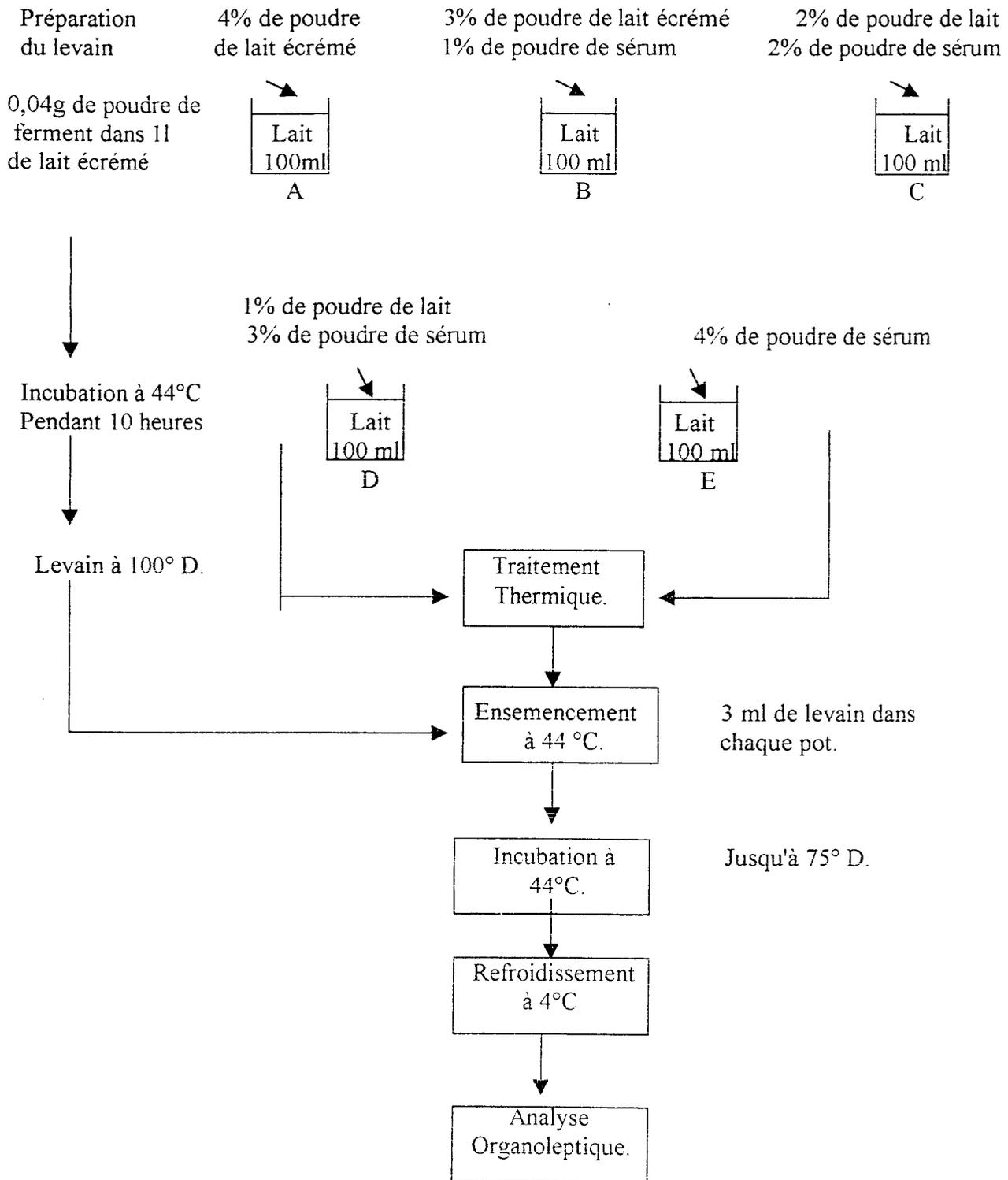
Les 5 pots de yaourt ont subi un traitement thermique à 90°C pendant 15 minutes.

#### **d) Quatrième étape : ensemencement et incubation**

L'ensemencement est l'apport des bactéries lactiques , de l'acide lactique et du caillé .

L'inoculation du levain est réalisée à 44 °c. La quantité de levain utilisée est de 3 ml par pot .  
Ces pots sont mis en étuve à 44°C, pendant environ 3 heures, jusqu'à une acidité de 70 °D.  
A la sortie de l'étuve, les yaourts sont refroidis rapidement à + 4°C.

Afin d'avoir un nombre suffisant pour la réalisation du test sensoriel, la fabrication du yaourt a été réalisée en trois séries pour chaque concentration en poudre de sérum .



**Fig. 5. 2 : Procédé de préparation d'un yaourt naturel étuvé, au laboratoire, en incorporant la poudre de sérum doux .**

## **Chapitre II : RESULTATS ET DISCUSSIONS .**

### **I . Caractérisation du lactosérum doux liquide.**

#### **A. Etude comparative entre le lactosérum et le lait .**

Cette étude a été réalisée sur le lait mis en œuvre pour la fabrication du fromage type "Edam" ainsi que sur le premier lactosérum issu de cette fabrication. Les analyses ont été effectuées sur 15 échantillons recueillis entre le 1<sup>er</sup> avril et le 26 juin 2001. Elles portent sur le dosage de la matière sèche et la matière grasse.

##### ***1. Comparaison entre les extraits secs***

Afin de mettre en évidence l'importance de la matière sèche qui se retrouve dans le lactosérum doux de l'usine de Boudouaou, la mesure de l'extrait sec a été effectuée sur le lait ainsi que sur le lactosérum. Les résultats sont portés sur le tableau 1.2.

**Tableau 1.2 : Teneurs en matière sèche du sérum doux et celles du lait d'origine .**

Fabrications	Lait g/l	Lactosérum g/l	% *
1	148	86,12	58,18
2	138	81,24	58,86
3	146,4	82,12	56,09
4	146	83,5	57,19
5	151	79,46	52,62
6	149,72	86	57,44
7	145	84,81	58,48
8	147,17	84,4	57,3
9	150,19	80,66	53,70
10	149,52	88,3	59,05
11	147,12	79,60	54,10
12	146,72	84,30	57,45
13	151,32	86,85	57,39
14	146,86	85,14	57,97
15	145,18	78,30	53,93
Moyen	147,21	83,38	56,64
Ecart type	3,25	3	2,03

%\* : Pourcentage en M.S du sérum par rapport à la matière sèche totale du lait .

Il apparaît à partir du tableau 1-2 que l'extrait sec du sérum représente plus de la moitié de l'extrait sec total du lait et ceci pour l'ensemble des échantillons.

L'extrait sec du sérum varie de 52.62 % à 59.05 % par rapport à la matière sèche du lait .

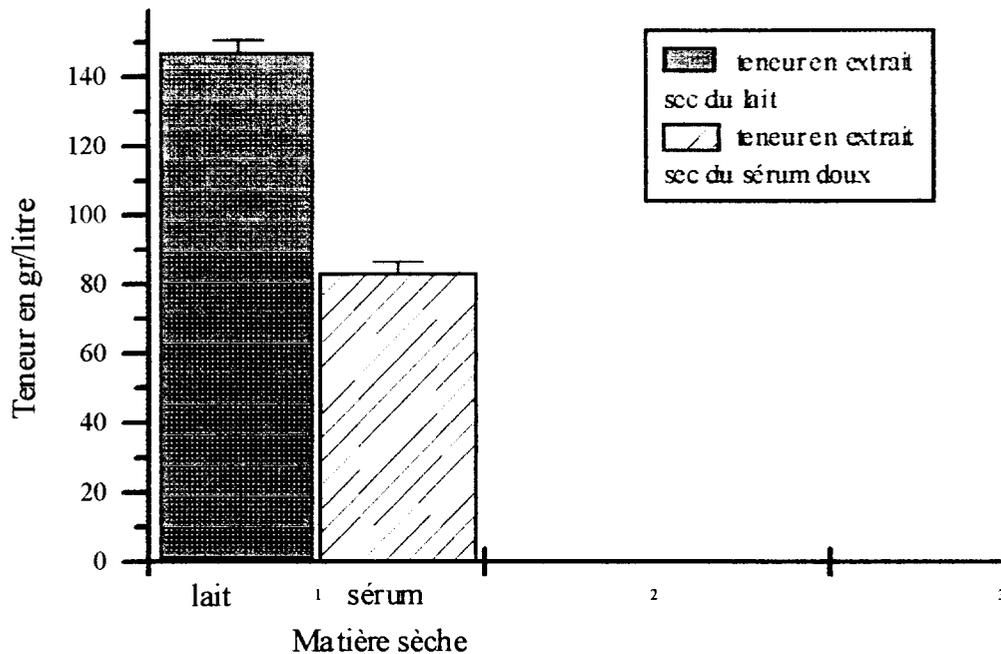


Fig : 6.2 Teneurs moyennes en M.S du lactosérum doux et du lait d'origine.

La figure 6-2 nous révèle également l'importance de la part de la matière sèche qui se retrouve dans le lactosérum de Boudouaou .En effet, nous notons qu'à partir d'une concentration moyenne de 147.21 ± 3.25 gramme par litre de lait 83.38 ± 3 gramme par litre, en moyenne, se retrouve dans le sérum , ce qui représente 56.64 % ± 2.029 de la matière sèche du lait . Elle est donc plus importante que celle qui se retrouve dans le fromage qui concentre la caséine et la majorité de la matière grasse .

**2. Comparaison entre les matières grasses**

La concentration en matière grasse a été déterminée sur 15 échantillons de sérum et 15 échantillons de lait d'origine. Les résultats sont portés sur le tableau 2. 2.

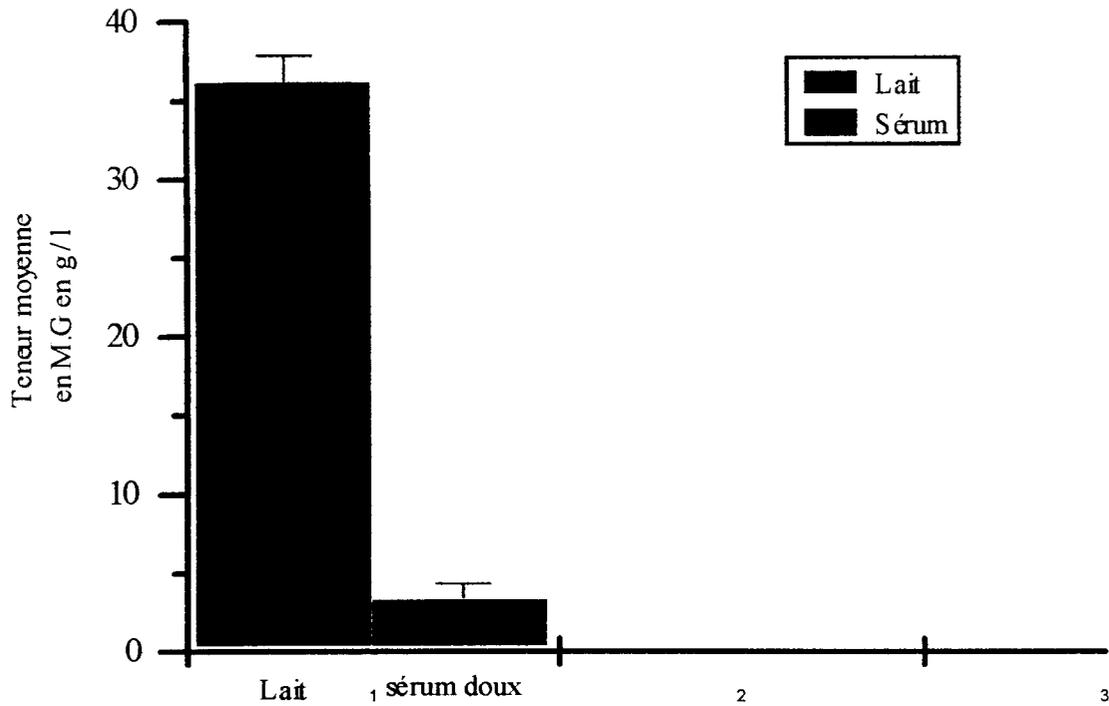
La teneur en matière grasse du sérum doux varie de 2.3 à 5.5 gr/l et celle du lait d'origine de 35 à 40 gr / l. La matière grasse se concentre généralement dans le fromage, toutefois une quantité non négligeable qu'il serait intéressant de la récupérer passe dans le sérum.

**Tableau 2.2: Teneurs en matière grasse du lactosérum doux et celles du lait d'origine.**

Echantillons	Lait g/l	Sérum g/l
1	37	3,5
2	38	3,5
3	36	2,5
4	35	3
5	40	3,5
6	35,5	4
7	35	3
8	36	2,3
9	39	2,5
10	36	5,5
11	35	2,5
12	36	4,5
13	36	4
14	35	3,5
15	35	4
Moyenne	36,3	3,45
Ecart type	1,55	0,87

La figure 7-2 montre que  $3.45 \pm 0.87$  g / l de matières grasses se retrouvent dans le sérum de l'unité de Boudouaou .

Dans les traitements industriels le sérum est centrifugé afin de récupérer la matière grasse qui peut être utilisée dans la fabrication d'un beurre de second choix [ 28; 43] .



**Fig: 7-2 Teneurs moyennes en M.G du sérum doux et du lait d'origine**

**3. Estimation des quantités d 'E.S et de M.G du lactosérum.**

En considérant la répartition des matières sèches au cours de la fabrication du fromage type "Edam "à partir d'un lait à 147.21 g/l d'extrait sec nous constatons que seulement 63.83 grammes se retrouvent dans le fromage, les 83.38 grammes restants passent dans le lactosérum . 583.660 Kg de matières sèches se retrouvent dans le lactosérum dans le cas où 7000 litres sont utilisés par fabrication. Sachant que le nombre de fabrications est de 96 par an , la quantité d'éléments nutritif originaires du lait rejetées dans les effluents de l'unité laitière de Boudouaou représente annuellement 56031.36 kg dont 2318.38 Kg de matière grasse .

## B. Caractères physico-chimiques du lactosérum doux liquide .

Les résultats des différentes analyses sont regroupés dans le tableau 3.2 .Les valeurs indiquées représentent la moyenne de 3 échantillons provenant de 3 fabrications de fromage. Le lactosérum obtenu, lors de la fabrication du fromage à pâtes pressées non cuites "Edam", est doux avec une acidité de 14.3 °D et un pH de 6.33 . C'est le résultat d'un caillage à la présure .

Les résultats obtenus mettent en évidence la richesse du lactosérum en lactose, constituant prépondérant de la matière sèche où il représente en moyenne 74,56 %. Cette valeur est similaire à celle donnée par **Vrignaud [75]** (69 à 75%), **Casper et al [16]** (71.25 ) et **Linden et Lorient[39]** ( 70 à 75% ).

**Tableau . 3.2 : Caractéristiques physico-chimiques du sérum doux liquide .**

Paramètres	Moyenne g/l	En % de Matière sèche
Matière sèche	81,84	
Lactose	61,02	74,56
Azote total	1,24 ( 7.91)*	9,66
Azote non protéique	0,37	
( NT – NNP ) x 6,38	5,55	6,78
Cendre	5,24	6,40
Acidité en °D	14,3	
pH	6,33	
Couleur	Jaunâtre	

( )\* protéines totales en g/l

La teneur en protéines vraies, exprimée par rapport à la matière sèche, est de 6.78 %. Cette valeur est légèrement faible par comparaison à celle donnée par la littérature [78] 9.59 % et [16] 8.95 % sur du lactosérum doux provenant d'un lait de vache). Cette différence est probablement due au traitement thermique, sévère subi par le lait à l'unité de Boudouaou. En effet le lait de vache est soumis à un premier traitement thermique seul, suivi d'un deuxième traitement sur le mélange (lait de vache + poudre de lait).

Selon **Chaput [19]** les traitements thermiques sont néfastes à la qualité des protéines. Cependant nous estimons que la teneur en protéines du sérum doux de l'unité de Boudouaou est satisfaisante car, d'après **Marshall [47]**, les lactosérums contiennent de 4 à 7 grammes de protéines par litre de sérum.

Le tableau 4.2 montre que l'azote total du sérum est constitué d'azote protéique et d'azote non protéique représentant respectivement 70.16 % et 29.83 %. L'azote non protéique n'a aucune valeur nutritionnelle et est considéré comme un déchet composé d'azote uréique, d'acide aminés libres et de nucléotides [33 ;7]. Quant à la matière protéique, elle est constituée de 10 % de globulines, 80 % d'albumines et de 10 % de protéose peptone [11]. **Bouanane [10]** a précisé que les protéines du sérum doux de la laiterie de Boudouaou contiennent tous les acides aminés essentiels.

**Tableau 4.2: Composition moyenne de l'azote total du sérum doux liquide.**

Eléments	Moyenne en g / l	En % de matière azotée totale	[11]
Azote total	1,24		
Azote non protéique	0,37	29,83	35 %
Azote protéique	0,87	70,16	65 %

### 1. Composition en acides gras du sérum doux .

L'analyse chromatographique en phase gazeuse de cette matière grasse met en évidence la présence de 47 acides gras dont 17 ont pu être identifiés . Les résultats sont portés sur le tableau 5-2 .Les résultats obtenus sont ,dans l'ensemble, analogues à ceux donnés par la littérature pour le lait de vache [56 ; 38 ].

Pendant nous notons une teneur en acide butyrique et acide caproïque inférieure à celle du lait de vache, ceci est probablement dû à une perte partielle, en ces deux composés , au cours de l'évaporation du solvant.

**Tableau 5.2: Composition en acides gras des lipides du sérum doux.**

Origine		Lactosérum doux	Lait de vache.
Acides gras		en %	[56] en %
Acide butyrique	( C4 : 0 )	2,03	3 à 4
Acide caproïque	( C 6 :0 )	2,10	2 à 5
Acide heptanoïque	(C7 :0 )	0,579	--
Acide caprilique	(C8 :0 )	1,271	1 à 1,5
Acide caprique	(C10 :0 )	3,247	2 à 3
Acide laurique	( C12:0 )	3,546	3 à 4
Acide Myristique	(C14:0 )	10,369	11
Acide pentadécanoïque	(C15: 0 )	1,410	1,5
Acide palmitique	(C16:0 )	25,995	25 à 30
Acide stéarique	( C18:0 )	11,102	12
Acide arachidique	(C20:0 )	0,477	0,2
Acide palmitoléique	(16 : 1)	1,484	2
Acide oléique	(18 : 1)	24,909	23
Acide linoléique	(C18:2 )	2,104	2
Acide linoléinique	(C18:3 )	0,924	0,5
Acide C <sub>18</sub> : 2 conjugué	(C18 : 2 )	1,946	0,8
Acide Myristoléique	( C14 :1 )	1,051	--
Σ des acides gras saturés		62.136	
Σ des acides gras insaturés.		33.902	

Cette analogie des résultats peut s'expliquer par le fait que les lipides du sérum proviennent essentiellement de la matière grasse laitière importée en Algérie .

Il n'apparaît pas de passage sélectif d'acide gras dans le sérum . **Montreuil [51]** a en effet mentionné que la composition en acide gras du lactosérum est analogue à celle du lait d'origine.

La composition de la matière grasse du sérum doux se caractérise par un pourcentage élevé en acide gras saturé ( 62.136 % ) dont l'acide palmitique qui représente seul 25.995 % des acides gras totaux . Dans la classe des mono insaturés, l'acide oléique est le plus abondant (24.909 % ).

L'augmentation des teneurs en acides gras à longues chaînes saturées s'explique par une hydrogénation microbienne, dans le rumen, des acides gras insaturés ingérés par l'animal [21 ;20 ;34] . Ainsi l'acide linoléique est surtout hydrogéné en acide oléique [7] .

## 2. Composition de la matière minérale du lactosérum doux .

La matière minérale du lactosérum doux représente 6.40 % de la matière sèche . Elle se compose essentiellement de potassium , sodium , phosphore , calcium , magnésium et chlorures. Les résultats obtenus sont regroupés sur le tableau 6-3.

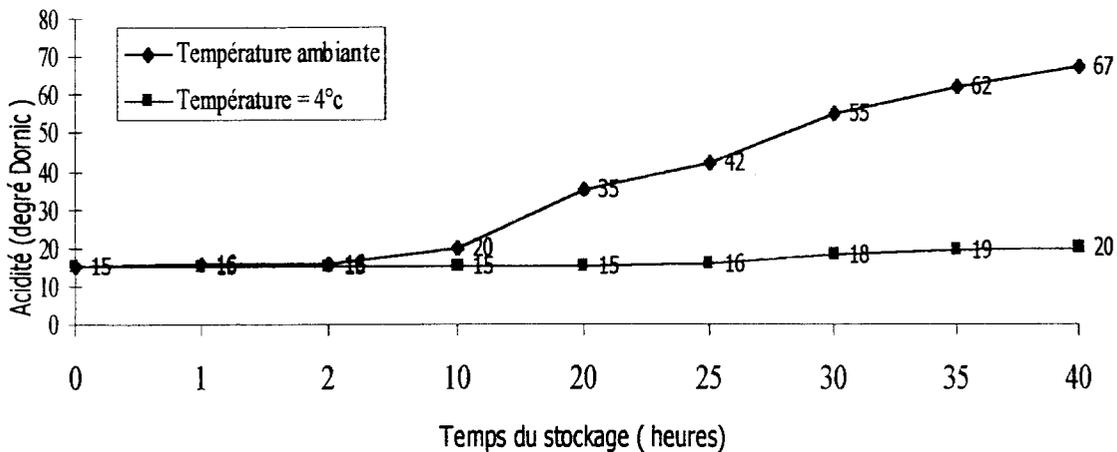
Selon **Goursaud [ 34]**, le calcium, le phosphore et le magnésium sont des minéraux essentiels en nutrition.

**Tableau 6.2 : Teneur en principaux minéraux du sérum doux .**

Eléments minéraux.	Teneur En g/l	En % de M.S.	En % de M.S. [49]
Phosphore	0,691	0,82	0,700 - 0,800
Potassium	1,89	2,23	2,4 - 2,9
Sodium	0,80	0,95	0,65 - 0,950
Calcium	1,02	1,2	0,5 - 0,725
Magnésium	0,39	0,46	0,080 - 0,160
Chlorures	2,74	3,26	2,1 - 2,7

### C. Etude de l'évolution de l'acidité à température ambiante et à 4°C

Cette étude permettra de déterminer l'aptitude du lactosérum à un éventuel stockage, dans le cas où son utilisation ne peut être immédiate. Nous avons procédé, dans ce but, à la mesure de l'acidité, toutes les heures, immédiatement après prélèvement du lactosérum. Ces mesures ont été effectuées, au laboratoire de l'unité de Boudouaou, à 26°C et à 4°C.



**Fig .8-2 : Evolution de l'acidité du lactosérum conservé à 4°C et à température ambiante ( 26°C).**

Il apparaît, à partir de la figure 8-2, qu'un sérum stocké à température ambiante s'acidifie beaucoup plus rapidement que celui stocké à 4°C. Ce phénomène s'explique par la multiplication des bactéries mésophiles qui sont présentes dans le lactosérum. Il est évident qu'un sérum stocké à 4°C se conserve mieux. L'intérêt de la réfrigération est de limiter le développement des bactéries. Cependant, certaines bactéries psychrotrophes et en particulier les *pseudomonas* du groupe fluorescent continuent à se développer, avec un temps de génération de 6 à 8 heures, à 4°C, en produisant des enzymes dont l'activité protéolytique est optimale à 30°C [26 ]. Cette acidification rapide entraîne une diminution de la teneur en lactose.

Au vu des résultats, le lactosérum liquide stocké à température ambiante, doit être traité dans les 10 heures qui suivent son prélèvement.

#### D. Conclusion

Les résultats encourageants obtenus plaident pour la valorisation du lactosérum de l'unité de Boudouaou. Ce produit constitue une importante source en éléments nutritifs. Il renferme 56.64 % des éléments nutritifs originaux du lait, dont 74.56 % de lactose, 6.78 % de protéines vraies, 6.40 % d'éléments minéraux et 4.13 % de matière grasse, ainsi que les vitamines hydrosolubles du groupe B. Toutefois ce liquide présente l'inconvénient d'être périssable. Il doit donc être traité dans les 10 heures qui suivent sa collecte, dans le cas où il est stocké à température ambiante. La réfrigération à 4°C permet le stockage du sérum au-delà de 40 heures en attendant son utilisation.

## **II. Caractérisation du lactosérum concentré**

### A. Composition biochimique et caractères physiques

Les résultats consignés sur le tableau 7.2 représentent la moyenne de 3 échantillons provenant de 3 fabrications de fromage type "Edam".

Selon les valeurs obtenues, la concentration du lactosérum permet d'élever la quantité d'extrait sec de plus de 3 fois et par conséquent d'éliminer une quantité importante d'eau. Cependant nous notons une légère baisse des taux de lactose et de protéines, par comparaison avec les teneurs obtenues sur le sérum liquide (Tableau 3.2). En effet la teneur en lactose du lactosérum liquide est de 74.56 % alors que celle du lactosérum concentré est de 69.11%.

La diminution du taux de lactose est due à la transformation de celui-ci en acide lactique, ce qui a provoqué une augmentation de l'acidité de 14,3°D (sérum liquide) à 20°D (sérum concentré). L'acidification s'est produite entre le moment du prélèvement du sérum et son traitement par évaporation sous vide.

La teneur des protéines vraies du lactosérum concentré est de 5.92 % et celle du sérum liquide est de 6.78 %. Cette légère baisse est due probablement à une dénaturation des protéines causée par la concentration sous vide réalisée à température de 60 à 70 °C. Pour

éviter ce phénomène, il serait préférable de concentrer le lactosérum par osmose inverse qui s'effectue à température ambiante et permet ainsi l'obtention des concentrés sans dénaturation des protéines [42]. Selon Adrian [1] les traitements thermiques modérés sont responsables d'une dénaturation des protéines solubles du lactosérum.

Ces modifications des taux de lactose et protéines n'affectent pas la valeur nutritionnelle du lactosérum concentré. En effet le sérum concentré renferme 262.6g / l d'extrait sec dont 181.5 g / l de lactose, 15.56 g / l de protéines vraies, 17.83 g / l de cendre et 11.7 g / l de matière grasse.

**Tableau 7.2 : Composition biochimique et caractéristiques physiques du lactosérum doux concentré .**

Paramètres	Moyenne g/l	En % de M.S
Matière sèche	262.6	
Lactose	181.5	69.11
Cendre	17.83	6.79
Matière grasse	11.7	4.45
Azote total	3.98 (25.39)*	9.66
Azote non protéique	1.54	
Protéines vraies	15.56	5.92
Acidité en °D	20	
pH	6.12	

(\*)\* Protéines totales

## B. Conclusion

La concentration du lactosérum permet l'élimination d'une importante quantité d'eau et donc une baisse des frais de transport. Vu sa richesse en éléments nutritifs, le concentré du lactosérum peut être incorporé dans différents produits alimentaires. A titre indicatif nous citerons l'étude réalisée par Nasli [54 ] sur l'élaboration d'une margarine de table à base de lactosérum concentré. En général, la concentration est une étape préalable au séchage.

## **III. Caractérisation de la poudre de lactosérum lyophilisé.**

A l'état liquide, le lactosérum est riche en éléments nutritifs. Il présente, cependant l'inconvénient d'être un milieu très favorable au développement de micro-organismes, c'est un liquide hautement fermentescible. Nous nous proposons de récupérer ses éléments essentiels sous une forme plus stable. L'élément principal de l'altération rapide du lactosérum est l'eau. Nous avons donc procédé à la déshydratation du sérum, préalablement concentré à 20-30 % d'extrait sec, par lyophilisation. La poudre obtenue est stable, peu encombrante et supporte de longues périodes de stockage.

Des critères physiques, organoleptiques et chimiques ont été déterminés, sur 3 échantillons, afin d'apprécier la qualité des poudres.

### A. Composition biochimique de la poudre de lactosérum lyophilisée.

Les valeurs indiquées sur le tableau 8.2 représentent les teneurs des différents éléments nutritifs de 3 échantillons ( E1 , E2 , E3 ) de poudre obtenus à partir de trois échantillons de sérums doux provenant de trois fabrications de fromage .

Le lactose est le constituant essentiel de la poudre lyophilisée, il représente en moyenne 662.6gr / kg de poudre. La teneur en protéine est de 55.09 gr / kg, les cendres et la matière grasse représentent respectivement 62.8 et 40 gr / kg de poudre . Nous considérons que la poudre lyophilisée renferme la totalité des éléments nutritifs du lactosérum concentré doux .

**Tableau 8.2 : Composition biochimique de la poudre de lactosérum doux .**

Eléments g /Kg	Poudre de Lactosérum			Moyenne g /kg	% M.S
	E <sub>1</sub>	E <sub>2</sub>	E <sub>3</sub>		
Extrait sec	957	958	965	960	
Lactose	661,2	646,4	680,3	662,6	69,0
Protéine	55,89	55,86	53,53	55,09	5,73
Cendre	72,1	58,95	57,4	62,8	6,45
Matière Grasse	35	45	40	40	4,16

### B. Caractères physiques et organoleptiques.

Les caractères physiques et organoleptiques des 3 échantillons ( E1, E2, E3) sont portés sur le tableau 9.2.

#### *1. Caractères organoleptiques.*

- **Flaveur** : la poudre de sérum possède une flaveur caractéristique des poudres de lait pour nourrisson.

- **Couleur** : la poudre lyophilisée est claire (de couleur crème). A la suite d'une réhydratation de l'échantillon il y a restauration de sa couleur initiale ( jaunâtre ). Il est probable que cette modification de couleur résulte d'une modification des propriétés d'absorption de l'échantillon vis à vis de la lumière. En effet **Simatos et al [65 ]** ont précisé que la luminance dépend du nombre et de l'orientation des surfaces qui réfléchissent la lumière, la congélation produisant des cristaux orientés au hasard, il est à attendre qu'elle engendre, après déshydratation, des échantillons de couleur plus claire .

**Tableau 9.2 : Caractères physiques et organoleptiques de la poudre de sérum doux.**

Paramètres	E1	E2	E3	Moyenne	Norme [4]
pH	6,20	6,17	6,15	6,17	
Humidité résiduelle %	4,3	4,19	3,5	4	4,5-5
Indice de solubilité %	99,8	99,7	99,5	99,66	98-99
Acidité : en g pour 100g de poudre	1,85	1,9	2,1	1,95 (2.03)*	2,5
Couleur	Homogène crème	Homogène crème	Homogène crème		Homogène
Flaveur	Bonne	Bonne	Bonne		

( )\* : en % d'ES

Norme AFNOR : des poudres sprays

## *2. Caractères physiques.*

- *pH* : les variations de PH entre les 3 échantillons sont insignifiantes et aucune valeur anormale n'est relevée. Cependant le PH est légèrement plus faible que celui du lactosérum liquide.

- *l'acidité* : elle est exprimée en g d'acide lactique par 100 gr de poudre, elle représente en moyenne 1.95 g, Cette valeur est conforme à la norme **AFNOR [ 4]**.

- *l'indice de solubilité* : il est déterminé afin d'apprécier l'aptitude des poudres à la reconstitution. L'indice de solubilité est très élevé ( 99.66 ), c'est une qualité des échantillons lyophilisés se caractérisant par une réhydratation instantanée.

- **humidité** : la teneur en eau est contrôlée dans le but d'apprécier l'aptitude au stockage de la poudre de lactosérum lyophilisé. Les résultats obtenus sont inférieurs à 7 %, seuil considéré comme critique pour une bonne tenue au cours du stockage [ 27].

L'humidité résiduelle moyenne des poudres de lactosérum est de 4 %. Il faut signaler que cette teneur a été mesurée après l'opération de conditionnement durant laquelle il y a eu absorption d'eau en raison de la forte hygroscopicité de la poudre lyophilisée. L'humidité résiduelle mesurée immédiatement après la déshydratation est en moyenne de 1.52 % ( tableau 10-2 ). Elle peut même descendre à 0.3 % ( courbe de lyophilisation ).

**Marin et René [46]** ont montré que la faible teneur en eau atteinte en fin de lyophilisation conjuguée à la porosité importante du produit lyophilisé explique sa très forte hygroscopicité. Pour éviter la réhydratation des poudres, le conditionnement devrait être réalisé en absence d'air humide.

Nous considérons qu'une teneur en eau de 4 % comme excellente et permet une bonne conservation du produit. Cette teneur est analogue à la norme des poudres spray qui est de 4.5 à 5 % au maximum.

### C. Détermination des humidités résiduelles et des rendements des poudres immédiatement après lyophilisation.

L'humidité résiduelle ainsi que le rendement ont été déterminés, immédiatement après la lyophilisation, sur 3 échantillons provenant de 3 fabrications de fromage.

Les pesées des échantillons ont été effectuées avant et immédiatement après lyophilisation.

- $P_1$  : Poids de la capsule avec échantillon avant lyophilisation.
- $P_0$  : Poids de capsule avec échantillon immédiatement après lyophilisation.

L'humidité résiduelle et le rendement sont exprimés en % :

$$\text{Humidité résiduelle \%} = \frac{(P_1 - P_0) - MS}{\text{Prise d'essai}} \times 100$$

$$\text{Rendement \%} = \frac{P_1 - P_0}{\text{Prise d'essai}} \times 100$$

Les résultats sont regroupés dans le tableau 10-3 .

L'humidité du produit lyophilisé est très faible, elle est en moyenne de 1.52 %. La lyophilisation permet d'atteindre des humidité résiduelles très basses par rapport à la plupart

des techniques de séchage. Ceci est une conséquence de la texture poreuse créée par la sublimation, qui permet une extraction efficace de l'eau jusque dans les zones profondes du produit [65 ].

**Tableau 10.2 :Humidité résiduelle et rendement de la poudre de sérum doux immédiatement après lyophilisation**

Paramètres en %	E <sub>1</sub>	E <sub>2</sub>	E <sub>3</sub>	Moyenne en %
Prise d'essai	5.007*	9.999*	10.08*	
P1-P0	1.502*	1.76*	3.05*	
Extrait sec de lactosérum liquide	8,44	8,28	8,61	8,44
Extrait sec du concentré	28,41	16,56	28,7	24,55
Humidité résiduelle	1,63	1,18	1,76	1,52
Rendement / au lactosérum concentré.	29,99	17,68	30,39	26,02
Rendement / au lactosérum brut.	8,90	8,84	9,11	8,95

\* : Exprimé en gr .

En ce qui concerne le rendement nous relevons que pour un taux de 8,44 % en moyenne en extrait sec du lactosérum à l'état liquide, nous avons obtenu un rendement de 8.95 %. Nous pouvons conclure que la matière sèche du lactosérum concentré se retrouve totalement dans la poudre lyophilisée.

## D. Etude de l'évolution de la teneur en eau au cours de la Lyophilisation

Pour l'étude de l'évolution de la teneur en eau au cours de la lyophilisation, nous avons effectué la même technique de séchage que dans le chapitre 2 paragraphe B, mais en réalisant les opérations suivantes :

- Les pesées (  $P_0$  ) des 10 capsules vides (capsule de même dimension) .
- Introduction de  $5g \pm 0,02gr$  d'échantillon dans chaque capsule pour avoir exactement la même épaisseur de l'échantillon soit 3 mm .
- Les pesées (  $P_1$  ) des capsules contenant l'échantillon ont été réalisées durant l'opération de lyophilisation à des intervalles de temps de 30mn pour les quatre premiers échantillons, et d'une heure pour le reste des échantillons.
- MS de l'échantillon est de 10.86 %

Les pesées ont été effectuées à l'aide d'une balance analytique type Preciso 1212 MSCS.

Les résultats sont exprimés en % d 'humidité:

$$\text{Teneur en eau} = \frac{(P_1 - P_0) - MS}{\text{Prise d'essai}} \times 100$$

La lyophilisation a été effectuée dans les conditions suivantes :

- Pression dans l'enceinte de lyophilisateur de  $10^{-1}$  jusqu'à  $6.8 \cdot 10^{-2}$  mb .
- Température dans l'enceinte du lyophilisateur de  $-45^\circ c$  jusqu'à  $-55^\circ$  .

Les résultats de perte de poids de l'échantillon avec les teneurs en eau correspondantes sont portés dans le tableau 11-2.

**Tableau 11.2: Evolution de la teneur en eau au cours de la lyophilisation d'un échantillon de lactosérum doux.**

Temps en mn	Teneurs en eau en %	$P_1 - P_0$ ( gr )
0	89,14	5 g
30	63,12	3,699
60	52,08	3,147
90	43,88	2,737
120	19,8	1,533
180	16,52	1,369
240	07,36	0,912
300	01,16	0,601
360	0,48	0,567
420	0,44	0,565
480	0,3	0,558
540	0,22	0,554

La courbe de lyophilisation est établie en portant sur un diagramme, en fonction du temps, la teneur en eau du produit. Elle a été réalisée afin de déterminer la durée du séchage. La forme de la courbe obtenue en lyophilisation est analogue à celle que l'on rencontre en séchage classique qui montre deux phases pendant le séchage : Une première phase à vitesse constante et une deuxième phase à vitesse décroissante [20].

La figure 9-2 nous permet de distinguer ces deux étapes pendant la déshydratation sous vide :

- La première étape correspond à l'extraction de l'eau par sublimation jusqu'à une teneur en eau d'environ 10 à 15 % en 3 heures , l'eau qui s'évapore du produit consiste en eau libre ou eau congelable . La sublimation de la glace est favorisée par l'existence d'une différence de pression entre la pression du produit et celle qui est maintenue dans le lyophilisateur. En raison de la montée capillaire rapide à la surface du produit, la pression partielle du produit reste constante donc la différence entre la pression du produit et celle maintenue dans l'appareil est constante [20] , ce qui explique la facilité de l'enlèvement de l'eau durant cette phase.
- La deuxième étape est la phase de désorption qui concerne l'élimination de l'eau liée ou eau non congelable. Elle a lieu à des niveaux de pression les plus bas en lyophilisation. Cette phase est plus lente que la première et ceci est dû à la difficulté du déplacement de l'eau de

l'intérieur à la surface du produit, en effet cette eau est liée aux constituants et son déplacement à travers la couche sèche est très lent. La phase de sublimation est plus courte que la deuxième phase ( désorption).

Nous notons que pour un échantillon de 3 mm d'épaisseur et en présence d'une pression très réduite, la durée de lyophilisation est de 6 à 8 heures.

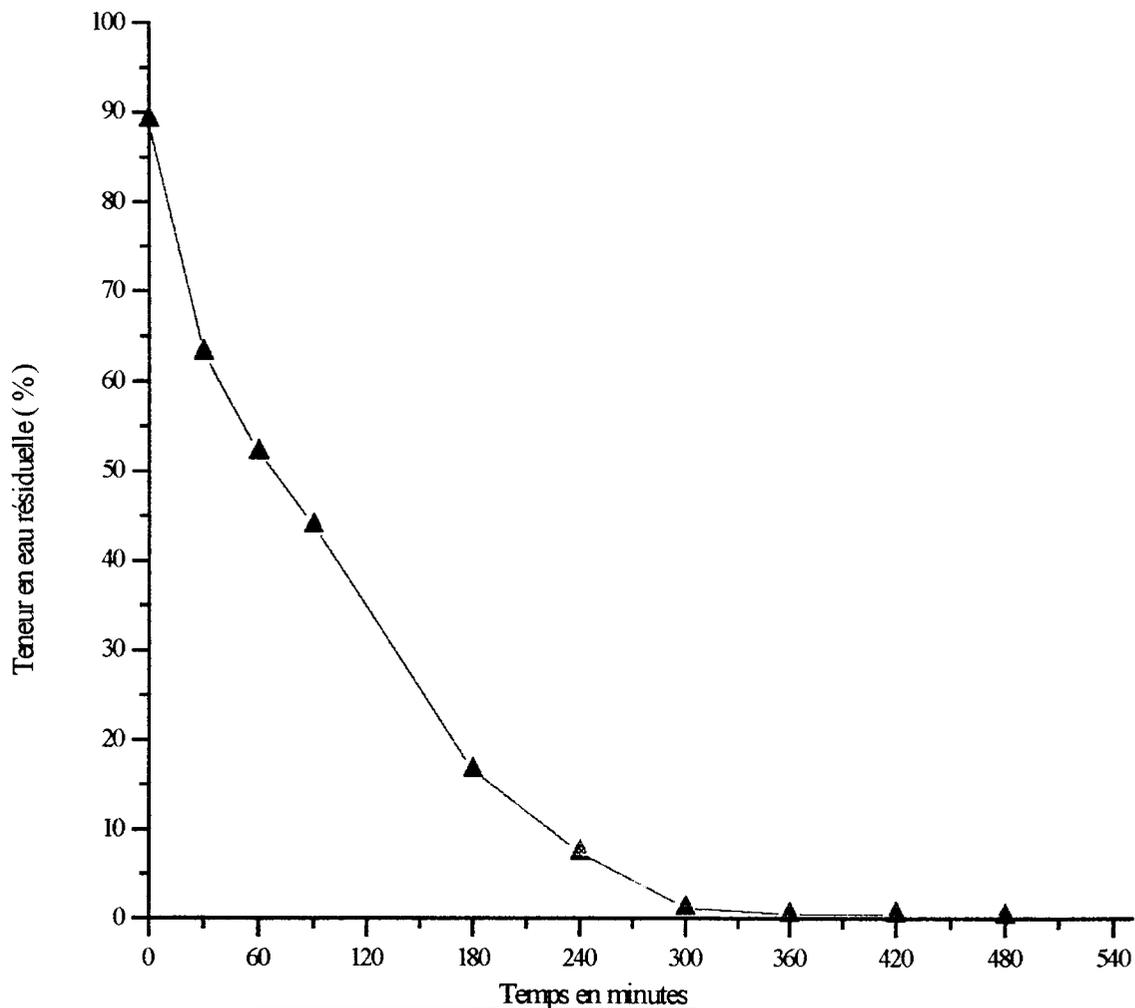


Fig :9-2 Courbe de suivi de l'évolution de la teneur en eau au cours de la lyophilisation d'un échantillon de sérum doux

## E. Conclusion

Les poudres de lactosérum obtenues présentent d'excellentes qualités physiques, se caractérisant par :

- un indice de solubilité élevé ( 99.66 ), qui lui confère une réhydratation instantanée et facile.
- une humidité résiduelle acceptable ( 4 % ) qui lui permet une bonne conservation.
- une réduction du poids qui constitue une baisse très importante des frais du transport et du stockage.
- une qualité nutritionnelle comparable à celle du lactosérum liquide puisque la matière sèche est entièrement récupérée. Cependant la durée de traitement est très importante, elle est en fonction de l'épaisseur de l'échantillon. La durée de lyophilisation est généralement de 8 à 16 heures .

## IV. Evaluation sensorielle du yaourt.

### A. Tests sensoriels

Les tests sensoriels ont été réalisés sur les cinq échantillons de yaourt et ont porté sur deux critères : le goût et la texture.

Les produits ont été numérotés comme suit :

A : yaourt à 0 % de poudre de sérum et 4% de poudre de lait écrémé .

B : yaourt à 1 % de poudre de sérum et 3% de poudre de lait écrémé .

C : yaourt à 2 % de poudre de sérum et 2% de poudre de lait écrémé .

D : yaourt à 3 % de poudre de sérum et 1% de poudre de lait écrémé .

E : yaourt à 4 % de poudre de sérum et 0% de poudre de lait écrémé .

Pour le présent travail , le nombre de panélistes retenu est de 10 (non professionnels) et le nombre de produits 5 .

Les panélistes doivent attribuer des notes de 1 à 5 pour chaque produit et chaque critère .

Afin qu'ils ne soient pas influencés par des facteurs extrinsèques aux produits, les échantillons doivent être homogènes ( récipients, quantité et température ) et présentés aux sujets d'une manière aléatoire et disposés en ligne.

La méthode de notation utilisée est la suivante :

Texture	Note	Goût
- Fermeté très bonne , brillante , lisse	5	- Agréable
- Fermeté bonne , brillante , lisse	4	- Aromatisé , bon
- Fermeté moyenne , lisse	3	- Moyennement aromatisé
- Fermeté mauvaise	2	- Goût plat , absence d'arôme
- Fermeté très mauvaise , texture granuleuse	1	- Aigre

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau 12.3 où nous remarquons qu'il existe des réponses ex-æquo . Nous devons classer ces résultats de manière à ce que la somme des rangs soit la même pour tous les sujets .

Dans notre cas la somme des rangs est égale à 15. Les rangs ont été déterminés à partir des scores donnés par les panélistes. La somme des rangs par produit et par l'ensemble des sujets a été calculée. Les résultats sont consignés sur le tableau 13.3 pour la texture et sur le tableau 14.3 pour le goût .

**Tableau 12 . 2 : Résultats des scores des critères goût et texture.**

Produit Panelistes	Goût					Texture				
	A	B	C	D	E	A	B	C	D	E
1	3	4	5	3	4	3	2	3	3	3
2	4	5	3	4	3	4	4	3	3	3
3	5	5	5	5	5	2	3	4	2	3
4	4	4	4	4	3	3	3	3	3	3
5	4	5	4	3	3	4	4	4	3	3
6	5	4	4	4	5	3	2	3	4	4
7	4	4	4	3	3	3	3	3	3	3
8	3	4	4	3	3	4	4	4	4	4
9	3	3	3	3	3	3	3	3	3	4
10	4	4	4	4	4	4	3	4	2	3

**Tableau 13 . 2 : Résultats de classement du critère texture.**

Sujet	Produits					Somme
	A	B	C	D	E	
1	2,5	5	2,5	2,5	2,5	15
2	1,5	1,5	4	4	4	15
3	4,5	2,5	1	4,5	2,5	15
4	3	3	3	3	3	15
5	2	2	2	4,5	4,5	15
6	3,5	5	3,5	1,5	1,5	15
7	3	3	3	3	3	15
8	3	3	3	3	3	15
9	3,5	3,5	3,5	3,5	1	15
10	1,5	3,5	1,5	5	3,5	15
Σ R	28	32	27	34,5	28,5	30 *

30 \* représente la somme des rangs moyenne ( celle qu' auraient tous les produits s'ils étaient classés ex æquo )

**Tableau 14 . 2 : Résultats de classement du critère goût .**

Sujet	Produits					Somme
	A	B	C	D	E	
1	4,5	2,5	1	4,5	2,5	15
2	2,5	1	4,5	2,5	4,5	15
3	3	3	3	3	3	15
4	2,5	2,5	2,5	2,5	5	15
5	2,5	1	2,5	4,5	4,5	15
6	1,5	4	4	4	1,5	15
7	2	2	2	4,5	4,5	15
8	4	1,5	1,5	4	4	15
9	3	3	3	3	3	15
10	3	3	3	3	3	15
Σ R	28,5	23,5	27	35,5	35,5	30 *

\* :voir légende du tableau 14.2

### B. Interprétation statistique des résultats ( test de Friedman )

L'interprétation statistique des résultats s'inspire du test de Friedman basé sur le calcul de F.

#### Test de Friedman :

C'est le test non paramétrique le plus employé en évaluation sensorielle car il correspond à une expérience équilibrée ou n sujets ont noté chacun les p produits de l'étude . Les données sont donc appariées et la statistique du test utilise les rangs des produits . Ces rangs peuvent être calculés à partir des notes données par les panélistes [ 23 ].

Le test de Friedman est un test de  $\chi^2$  d'écart entre la somme des rangs obtenus par chaque produit et une somme des rangs moyenne ( celle qu'auraient tous les produits s'ils étaient classés ex-æquo , soit  $\frac{n(p+1)}{2}$  ).

$$F = \frac{12}{n.p(p+1)} \sum_{i=1}^p \left[ \frac{R_i - \frac{n(p+1)}{2}}{2} \right]^2$$

Ri désigne la somme des rangs affectés au produit i .

On calcule F sous la forme suivante :

$$F = \frac{12}{n.p(p+1)} [ R_1^2 + R_2^2 + \dots + R_p^2 ] - 3n(p+1)$$

-n = nombre de sujets

-p = nombre de produits

-  $R_1, R_2, \dots, R_p$  = somme des rangs calculés à partir des scores donnés aux produits par les n sujets .

Pour conclure: F doit être comparée à la valeur théorique (s) lue dans la table du  $\chi^2$  à p -1 degré de liberté au niveau 5 % ( seuil de signification choisi  $\alpha = 0.05$  ) ou 1 % ( $\alpha = 0,01$  ) ( voir annexe ).

Si F est supérieur à la valeur ( s ) on peut conclure à l'existence d'une différence significative globale entre les échantillons.

Si F est inférieure à la valeur ( s ) lue sur la table on peut conclure qu'il n'y a pas de différence significative entre les produits .

**- Calcul de la valeur de F du test de Friedman pour le critère texture .**

$$F = \frac{12}{10 \times 5 ( 5 + 1 )} [ 28^2 + 32^2 + 27^2 + 34.5^2 + 28.5^2 ] - 3 \times 10 ( 5 + 1 )$$

$$F = 1.58$$

La valeur théorique, lue dans la table ( annexe ) , pour 4 degré de liberté et au seuil de 5 % est de **S = 9.49**

**F < S** donc du point de vue texture il n'existe pas de différence significative, au niveau 5%, entre les 5 produits ( A, B, C, D, E, ) .

**- Calcul de la valeur de F de Friedman pour le critère gout .**

$$F = \frac{12}{10 \times 5 ( 5 + 1 )} [ 28.5^2 + 23.5^2 + 27^2 + 35.5^2 + 35.5^2 ] - 3 \times 10 ( 5 + 1 )$$

$$F = 4.56$$

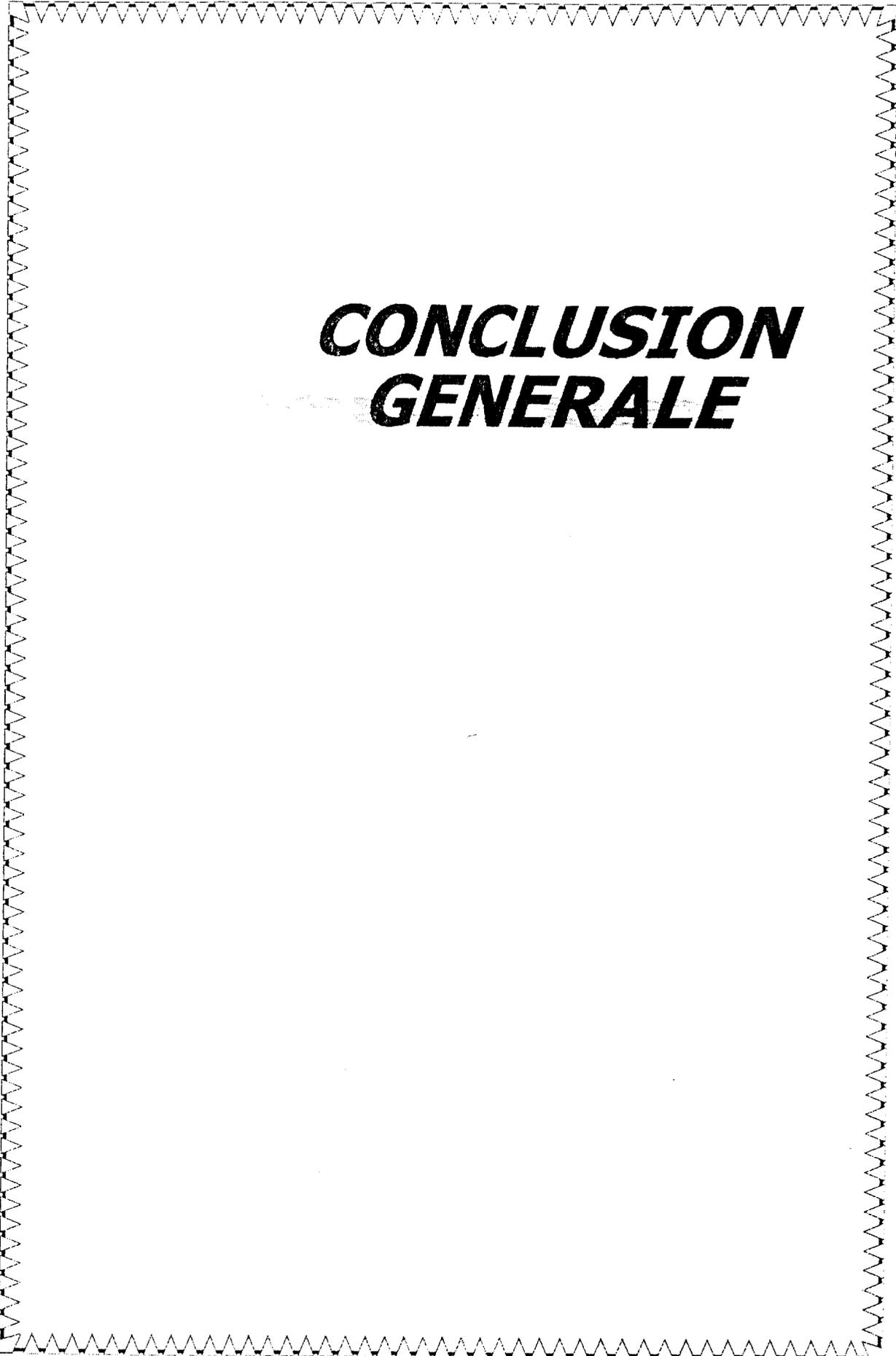
$$S = 9.49$$

$F < S \Rightarrow$  Du point de vue goût, il n'y a pas de différence significative, au seuil 5 %, entre les 5 produits (A, B, C, D, E).

### C. Conclusion

L'analyse sensorielle du produit et l'interprétation statistique des résultats n'ont montré aucune différence significative dans la texture et le goût des cinq produits (A, B, C, D, et E). La poudre de sérum lyophilisé peut donc remplacer la totalité de la poudre de lait écrémé. Cependant d'un point de vue nutritionnel, il est évident que la poudre de lait écrémé contient davantage de protéines (caséine, protéines solubles) que la poudre de sérum (protéines solubles). Pour cette raison nous préconisons les proportions suivantes : 2 % de poudre de sérum et 2 % de poudre de lait écrémé dans la recette du yaourt.

L'incorporation de la poudre de lactosérum doux dans les produits alimentaires, en remplacement de la poudre de lait permet, dans une certaine mesure, de limiter les importations du lait en poudre.



***CONCLUSION  
GENERALE***

## CONCLUSION GENERALE

L'objectif de notre travail a consisté à la valorisation du lactosérum doux de la station de Boudouaou par lyophilisation et l'obtention d'une poudre, produit stable, non encombrant et facilement rehydratable.

◆ La quantité du lactosérum produite chaque année, à partir de 7000 litres de lait mise en œuvre par fabrication de fromage type " Edam", a été estimée à 912000 litres soit 56031 kg d'éléments nutritifs, dont 2318 kg de matière grasse, qui sont purement et simplement évacués dans les effluents de la laiterie de Boudouaou .

Il est inconcevable que l'on continue à jeter dans la nature des quantités considérables de glucides, de protéines et de matières grasses qui pourraient aider d'un côté à remédier en partie à la malnutrition qui sévit dans notre pays, et de l'autre à limiter la pollution de l'environnement .

◆ L'analyse biochimique du sérum a permis de mettre en évidence des aptitudes nutritionnelles très intéressantes pour l'alimentation humaine.

En effet, le lactosérum est caractérisé par sa richesse en matière sèche représentant  $56,64 \% \pm 2.03$  des éléments nutritifs originaires du lait. Il est riche en lactose, protéines, matière grasse et éléments minéraux représentant respectivement  $74.56 \%$  ,  $6.78 \%$  ,  $6.40\%$  et  $4.13 \% \pm 1.04$ . Le profil chromatographique des acides gras du sérum doux a révélé la présence de  $62.13\%$  d'acide gras saturé dont le plus abondant est l'acide palmitique ( $25.995\%$ ), et de  $33.909 \%$  d'acide gras insaturé parmi lesquels l'acide oléique représentant à lui seul  $24.909\%$ .

Cependant, le sérum doux liquide présente l'inconvénient d'être un produit périssable. Par conséquent, il doit être traité dans les 10 heures qui suivent son prélèvement dans le cas ou il est stocké à température ambiante . Le stockage à  $4^{\circ}\text{C}$  permettra de prolonger ce délai .

◆ La concentration, par évaporation sous vide, a permis l'obtention d'un concentré à  $26.26 \%$  en moyenne d'extrait sec caractérisé par une richesse en lactose ( $181.5 \text{ g/l}$ ), protéines ( $15.56 \text{ g/l}$ ) , éléments minéraux ( $17.83 \text{ g/l}$ ) et en matière grasse ( $11.7 \text{ g/l}$ ). Nous avons noté néanmoins :

- une augmentation de l'acidité dû à la transformation du lactose en acide lactique.
- une légère baisse des protéines vraies causée par ce traitement .

- ◆ La déshydratation par lyophilisation a engendré l'obtention d'une poudre caractérisée par :
  - un taux d'humidité, correspondant à la norme soit de 4 %, ce qui lui permettra une conservation illimitée.
  - un indice de solubilité très élevé (99.66 % ), par conséquent une réhydratation très rapide.
  - une récupération totale des éléments nutritifs du lactosérum concentré.

Cependant, la durée de séchage est très élevée. Elle est de 8 à 16 heures pour des échantillons dont l'épaisseur varie de 3 à 10 mm. La consommation en énergie est, dans ce cas, très importante. Néanmoins, le sérum doux est un produit noble et sa récupération peut se révéler nécessaire nonobstant son prix. Certes, la lyophilisation est une technique coûteuse, mais avec la rapidité du développement technologique et sa généralisation ce procédé pourrait devenir abordable.

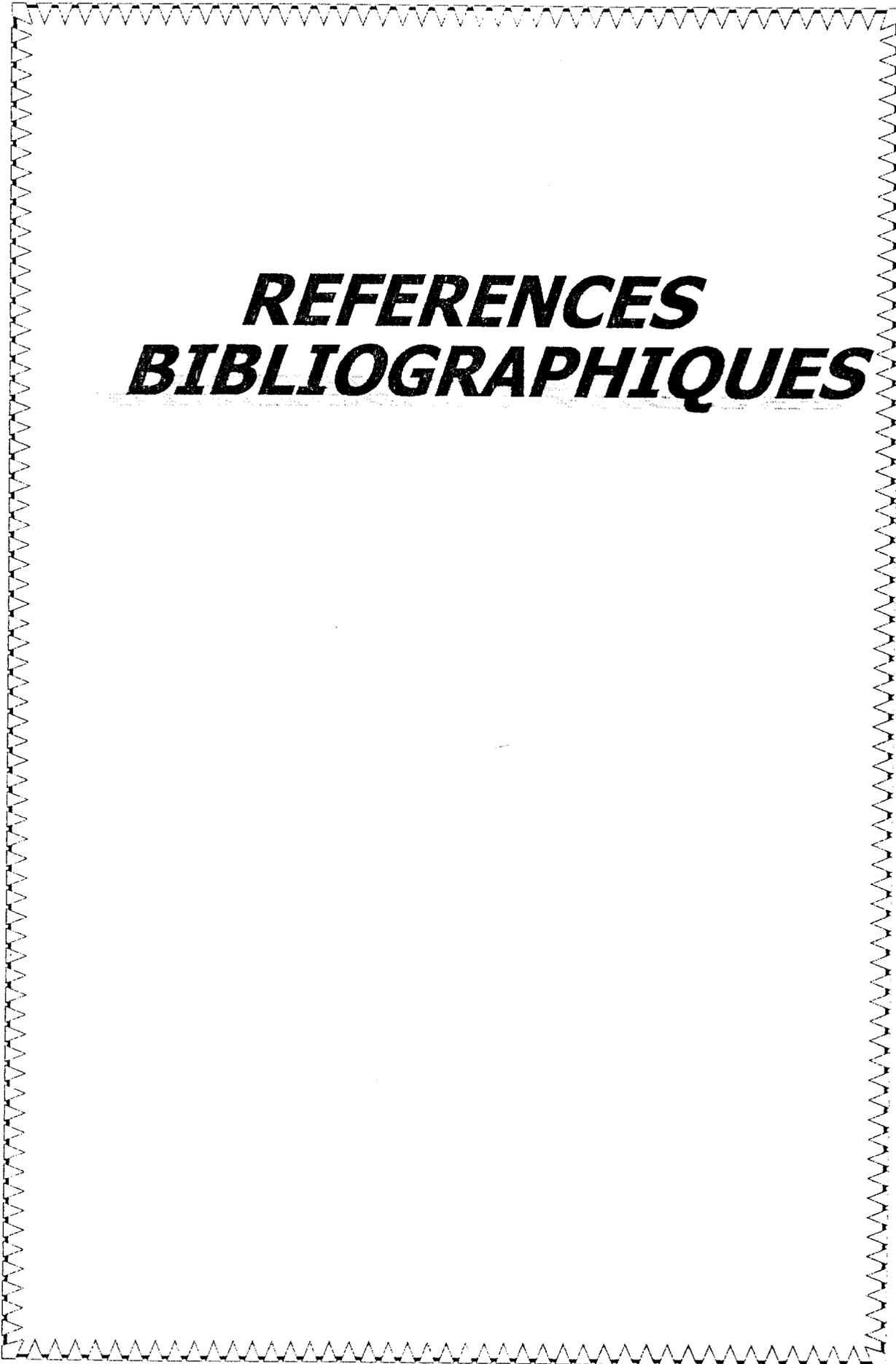
◆ L'incorporation de la poudre de sérum doux dans la recette d'un yaourt comme substitut de la poudre de lait écrémé, à des concentrations de 0%, 2%, 3% et 4% , a abouti à l'obtention de cinq produits dont le test sensoriel n'a révélé aucune différence significative au seuil de 5%. La poudre de lactosérum doux pourrait, donc, être utilisée comme substitut de la poudre de lait écrémé dans l'élaboration du yaourt et autres produits alimentaires. Ceci permettra à l'état de réduire ses importations en poudre de lait écrémé.

Compte tenu des propriétés physiques et chimiques intéressantes de la poudre de lactosérum obtenue, la mise en place d'une étude sur le développement et l'utilisation industrielle de ce produit nous semble donc intéressante.

La poursuite de ce travail pourrait, éventuellement , se faire dans les axes suivants :

- l'extraction des composants essentiels du lactosérum comme :
  - les protéines par le procédé d'ultrafiltration .
  - le lactose par cristallisation .
  - l'hydrolyse enzymatique du lactose.

Au vu des résultats encourageants obtenus, il apparaît clairement que l'aboutissement de ces travaux apporterait quelques réponses positives à portées écologiques, économiques et financières sur le plan national.



***REFERENCES  
BIBLIOGRAPHIQUES***

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES :

- ( 1 ) **Adrian.J , 1975 .**  
Les traitements thermiques appliqués aux produits laitiers et leurs conséquences dans le domaine azoté . *Rev, géné, des questions laitières* n° 543-544, pp : 183-203
- (2) **Adrian. J , Bourlier . G , 1980 .**  
Composition minérale du lactosérum . Influence des facteurs technologiques , saisonniers et géographiques . *Rev, géné, des questions laitières*, n° 598 , pp : 447-455 .
- ( 3 ) **Afnor, 1980 .**  
Lait et produits laitiers . Méthodes d'analyse . Recueil des normes Françaises
- ( 4 ) **Afnor, 1986 .**  
Méthodes d'analyses du lait et ses produits laitier . Recueil de normalisation Française, 2<sup>ème</sup> Ed , 580 p .
- ( 5 ) **Alais C , 1981 .**  
La valorisation du lactosérum . *Techniques laitières* n°952 pp : 7-10
- ( 6 ) **Alais C , 1985 .**  
Science du lait , principes . Ed Sepaic ,Paris, 815 p .
- ( 7 ) **Alais C. , Linden G. ,1997 .**  
Abrégé de biochimie alimentaire. Ed, Masson, Paris, 243 p .
- ( 8 ) **Agnes N. , 1986 .**  
Production des protéines à partir de lactosérum brut . Thèse de 3<sup>ème</sup> cycle Université de Lyon .
- ( 9 ) **Arbuckle W. , 1972 .**  
Whey solid in ice cream . *American Dairy Review* . 34 , n°4 , p :15 .
- ( 10 ) **Bouanane N , 2000 .**  
Enrichissement du lactosérum par voie biologique pour la production de lactoprotéines levurées , en vue de leur incorporation en alimentation animale .  
Thèse de Magister en génie de l'environnement. E. N. Polytechnique .
- ( 11 ) **Boudier J. F. , Luquet , 1980 .**  
Utilisation des lactosérums en alimentation humaine et animale . *APRIA* n° 21 , 136 p .
- ( 12 ) **Boudier J.F. , 1990 .**  
Produits frais . Lait et produits laitiers , volume 2 , Ed Lavoisier , Paris , pp : 35-65 .
- ( 13 ) **Boutonnier J-L. , 2000 .**  
Fabrication du fromage fondu . *Techniques de l'ingénieur , traité agroalimentaire*, F 6310 , pp :1-14 .

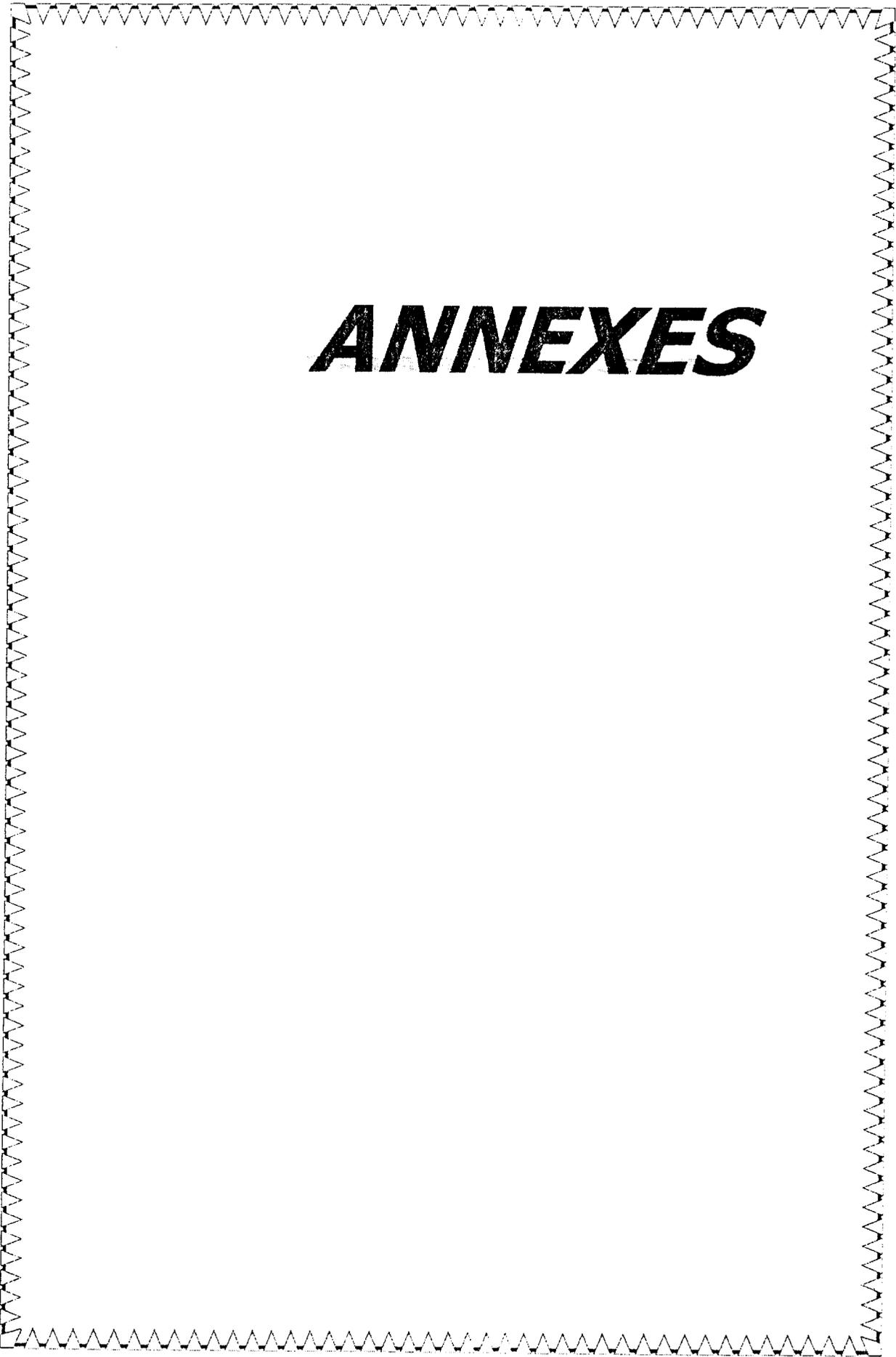
- ( 14 ) Bruno. R. , 1979.  
 Progrès récents dans la biochimie des protéines du lait . *Revue laitière française*, n° 371 , pp : 45- 59 .
- ( 15 ) Casalis J , 1975 .  
 Considération sur l'utilisation du lactosérum dans l'industrie alimentaire .  
*Rev , Lait , Fr* , N° 332 , pp : 403-419 .
- ( 16 ) Casper J.L. , Wen Dorff W.L. , Thomas D.L. , 1998 .  
 Seasonal changes in protein composition of whey from commercial manufacture of caprine and ovine specialty cheeses . *Journal of Dairy science*. vol 81 , n° 12, PP : 3117-3122
- ( 17 ) Cayot P. Lorient D. , 1998 .  
 Structures et technofonctions des protéines du lait . Ed , Lavoisier , Paris , 361 p
- ( 18 ) Chaput M. , 1979 .  
 Le lactose , extraction , hydrolyse et déminéralisation du lactosérum . *Revue laitière Française* . n°372 , pp : 23-27 .
- ( 19 ) Chaput G. , 1981 .  
 Problèmes techniques et économiques posés par le stockage , le séchage du lactosérum .  
*Revue laitières Fr* .n° 952 – p :25-28 .
- ( 20 ) Cheftel J.C., Cheftel H. , Besançon P. , 1976 .  
 Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments . vol 2 , Ed , Lavoisier , Paris . 411 p .
- ( 21 ) Collomb M. , Butikofer V., Spahni M., Jeangros B. & Bosset J. , 1999.  
 Composition en acide gras et en glycerides de la matière grasse du lait de vache en zone de montagne et de plaine. Science des aliments . *An international journal of food science and technology* , vol , 19, n° 1 pp : 97 –110 .
- ( 22 ) Crippen K.L., Jeon J.J. , 1983 .  
 Direct acid set cottage cheese whey as a base for a self stable athletic type drink . *Journal food protection* , 47, pp : 53-57 .
- ( 23 ) Danzart. M. 1998 .  
 Statistique . Evaluation sensorielle . Technique et documentation , Ed Lavoisier Paris , pp : 219-300 . ,
- ( 24 ) De La Gueriviere J.F. , 1981 .  
 Un exemple concret en matière de biotechnologie . La production et la valorisation des levures lactiques . Les levures lactiques cultivées sur lactosérum déprotéiné . *Tech. Lait*. 952, pp : 89-92 .
- ( 25 ) Devos P. ,1975 .  
 A propos des utilisations du lactosérum . *Revue laitière Française*, n° 328 . pp : 131-134

- ( 26 ) Dousset X., Levesque A. , 1986 .  
Action des protéases des bactéries du lait sur la qualité des produits laitier .  
I.A.A ,n°5 , pp : 5-9 .
- ( 27 ) Enry K.M. , Kon S.K. , Lea C.H. , White J.C.D. , 1948 .  
Deterioration on storage of dried skim . *J. Dairy , Res* , 15, pp : 292-363 .
- ( 28 ) Evette J.L. , 1975.  
LA fromagerie . Technique vivante . Pres, Univ, Franc, Paris, 141p .
- ( 29 ) F.A.O. ,1980 .  
Les laits reconstitués et leurs utilisation . 133 p .
- ( 30 ) Ghaly A .E., Singh R. K., 1989 .  
Pollution potential reduction of cheese whey through yeast fermentation. *Art biochemistry and biotechnology* , vol. 22 , pp : 220-228 .
- ( 31 ) Glover F.A.,1985 .  
Ultrafiltration and reverse osmotic for the dairy industry . *Technical Bulletin* , 5. Reading U.K. the national institue for research in dairying .
- ( 32 ) Goursaud J., 1985 .  
Composition et propriétés physico-chimiques . *Lait et produits laitiers* vol,1 , pp : 1-90 .
- ( 33 ) Goursaud J. , 1986 .  
Biotransformation du lactose . *I. A. A. n°5* , pp : 349-357 .
- ( 34 ) Goursaud J. , 2000 .  
Composition du lait et potentialités technologiques . *Industries alimentaire et agricole* n°12 ,  
PP : 27-36 .
- ( 35 ) Houdsworth , D.W. 1980 .  
Journ , of the soc. Of Dairy techn , vol 33,N°2 pp : 15-51 .
- ( 36 ) Horton B.S, 1993 .  
Whey processing and utilization. *Bulletin of the IDF* n°279, pp 46-49 .
- ( 37 ) Leroy C., 1997 .  
Des constituants du lait pour remplacer le lait . *R.I.A, Paris, ISSN ,0035-4244, n° 571* , pp 36-39 .
- ( 38 ) Linder. M. , Fanny. J. , Parmentier. M. , 2000 .  
Propriétés technologiques et nutritionnelles des lipides du lait . *I.A.A .n° 12* ,pp : 37-40 .
- ( 39 ) Linden.G.,Lorient. D. , 1994 .  
Valorisation des co-produits . *Biochimie agro-alimentaire . Valorisation alimentaire de la production agricole* . Ed , Masson , Paris , pp : 183-194 .

- ( 40 ) **Lorient. D. , 1998 .**  
Modification biochimique des constituants alimentaires . *Technique de l'ingénieur, traité agro-alimentaire* . F, 3400 , pp : 1-20 .
- ( 41 ) **Kadri. A , 1985 .**  
Le lactose hydrolysé arlésienne ou serpent de mer . *Revue laitière Fr* , n°437 ,pp : 43-48 .
- ( 42 ) **Kjaergaard. J., Kaar oxlund. J. , 1988.**  
Concentration and drying of whey and permeates . Trends in utilization of whey and derivatives . *Bulletin of I.D.F .n°233* , pp : 4-20 .
- ( 43 ) **Kosikowski. F.V. , 1979.**  
Utilisation du lactosérum et produits à base de lactosérum . *Revue laitière Fr* . n°372 , pp : 11-29 .
- ( 44 ) **Mann. E. ,1984 .**  
L'utilisation des produits laitiers en boulangerie et en pâtisserie . *Re , lait , France* , 432 , pp : 31-34 .
- ( 45 ) **Mantel C. , 1995 .**  
Le froid en lyophilisation . *IAA* , Mai , pp : 322- 330 .
- ( 46 ) **Marin .M., Réne .F. ,2000 .**  
Lyophilisation . *Techniques de l'ingénieur, traité agro-alimentaire* , F-3240 , pp : 1-10 .
- ( 47 ) **Marshall .K.R., Harper W.J.,1988.**  
Whey protein concentrates . *Bulletin of I.D.F* , 233, pp : 21-32 .
- ( 48 ) **Maubois J.L. , 2000 .**  
Techniques séparatives appliquées à la valorisation du lait . *I.A.A. déc*, n°12, pp : 32-36 .
- ( 49 ) **Meréo M. , 1971 .**  
Les utilisations industrielles du sérum de fromagerie . *Ind, agro-alim* , pp : 817-823 .
- ( 50 ) **Moletta R., Torrijos M., 2001**  
Traitement des effluents de la filière laitière . *Techniques de l'ingénieur, traité de génie de procédés* . F 1501 pp : 4-21 .
- ( 51 ) **Montreuil L. , 1971 .**  
Les lactosérums, une richesse alimentaire . col, D.G.R.S.T.,Apria,Paris, pp.7-11
- ( 52 ) **Moulin G., Laham-Guillaum M. & Galzy P. , 1980 .**  
Etude de la production d'alcool sur lactosérum déprotéiné . *I.A.A. n°97* , pp : 471-474 .
- ( 53 ) **Multon J.L., Bizot H. & Martin G.,1981.**  
Eau ( teneur, activité, absorption, propriétés fonctionnelles ) . Humidité relative .  
*Techniques d'analyse et de contrôle dans les industries Agro-Alimentaires* . Ed, Lavoisier .  
pp : 1-52 .

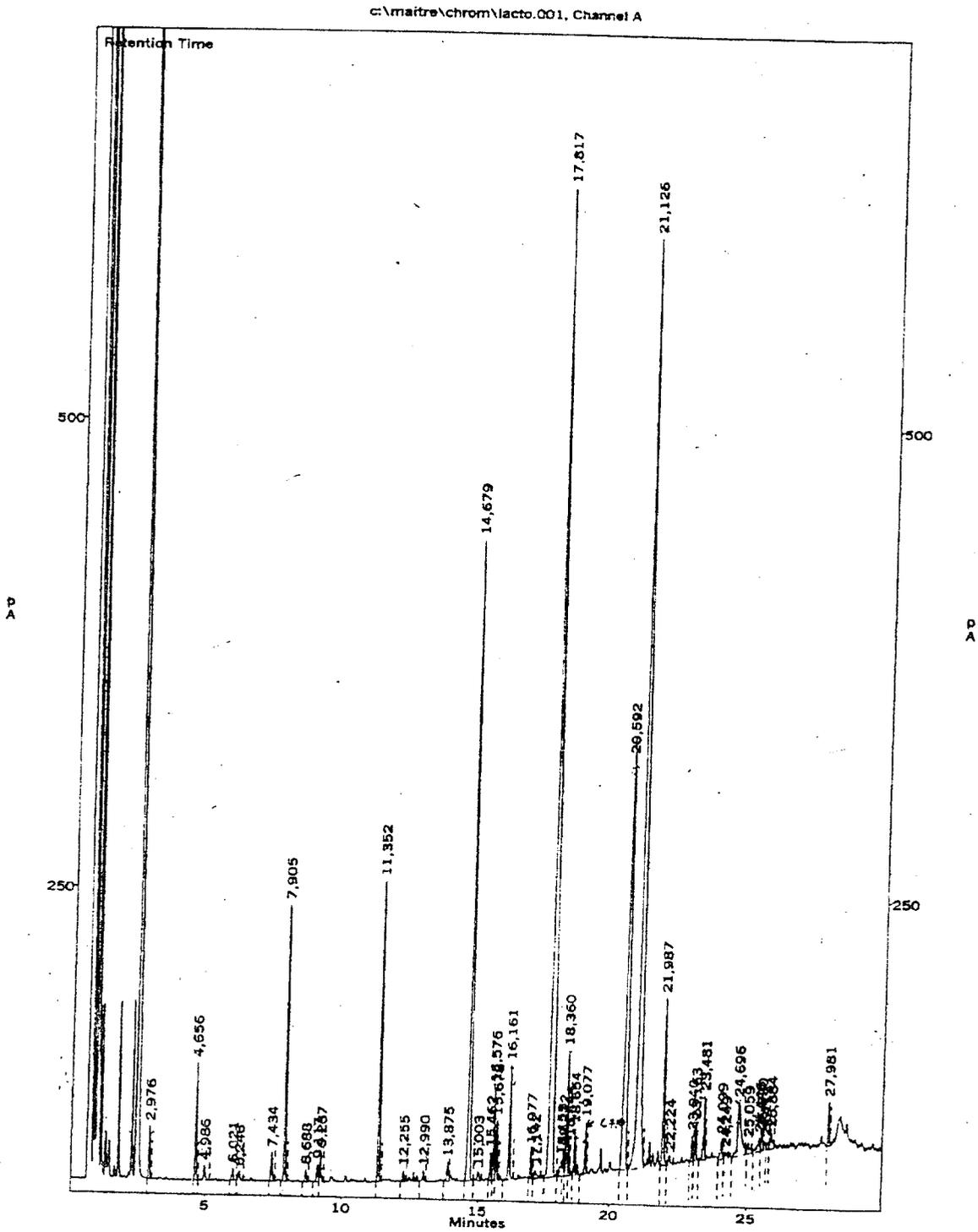
- ( 54 ) Nasli I., 1996 .  
Elaboration d'une margarine de table analogue au beurre à base du lactosérum. Mémoire de fin d'étude d'ingénieur, INIA, Boumerdes , 78 p .
- ( 55 ) Nielsen A., Sporogo J., 1997 .  
Concentrate on quality . Dairy international , ISSN 0308- 8197, coden D I N I D D , G B R , DA, Vol 62 , N° 5, pp 21-23.
- ( 56 ) Paccali N.J., Galantier M. ,1986.  
Valeur nutritionnelle du lait et des produits laitiers . Lait et produits laitier . vol,3, Ed-Lavoisier , Paris , pp 93-124 .
- ( 57 ) Pinel M. ,1981 .  
L'utilisation du lactosérum dans l'alimentation humaines traditionnelle. Produits de charcuterie, de salaison et conserves de viandes . *Tech laitière* n° 952, pp : 61-63 .
- ( 58 ) Pointurier H. , 1990 .  
Les fromages . Lait et produits laitiers . vol , 2 , Ed, Lavoisier, Paris , pp 95 – 260 .
- ( 59 ) Remond B., Coulon J. B. , 1986 .  
Digestion du lactosérum dans le rumen chez les vaches laitières . *Repro Nutr Develop* , 26 , pp 311-312 .
- ( 60 ) Renner E., Bario D. , Bressanelo M. , Bachetta R. , Castelao E. & Sanchez H.,1982.  
Amélioration des aliments végétaux par les protéines du lactosérum . *Rev, sci , Fr , le lait* n°617, pp 615-623 .
- ( 61 ) Roger L. ,Thapon J.L. , Mobois J.L. & Brule G. , 1976 .  
Hydrolyse du lactose contenue dans l'ultra-filtrat du lait ou du lactosérum en réacteur enzymatique à membrane .*Revue générale le lait* , n°551-552 , pp 56- 75 .
- ( 62 ) Roger L. , Brule G. & Mauboi J.L. , 1981.  
Nouvelles voies de valorisation des protéines lactosériques . Hydrolyse des protéines du lactosérum , intérêt thérapeutique . *Tech . Lait* , 952, pp 65-67 .
- ( 63 ) Ryder D.N. ,1988.  
Hydrolysis of lactose in whey products *Bult of I.D.F*, n°233, pp 45-52 .
- ( 64 ) Sanchez C., Pouliot M., Gauthier S.F., Paquin P., 1997.  
Thermal aggregation of whey protein isolate containing microparticulates of hydrolyzed whey proteins . *J.agric. food. Chemi.*, 45 (7) pp 2384-2392 .
- ( 65 ) Simatos D., Blond G. ,Dauvois Ph. & Sauvageot F., 1974 .  
La lyophilisation. Principe et application . Collection de l'A.N.R.T., 467 p .
- ( 66 ) Sottiez P. ,1990 .  
Produits dérivés des fabrications fromagères . Lait et produits laitiers ,tome 2 . Ed, Lavoisier , Paris. pp 357-392 .

- ( 67 ) **Tarodo de la Fluente B. , Lablée J. , Cuq J.L. , 1999 .**  
Le lait- Coagulation et synérèse . *IAA* , Vol, 116, pp 19-26 .
- ( 68 ) **Thibaut C., Evette J.L. ,1978 .**  
Procédés d'hydrolyse du lactose . *Rev, laitière Française*, n°370 , pp 785-787 .
- ( 69 ) **Tinguely P., Pernolet G. , 1990 .**  
Fromage et produits de la fromagerie .Lait et produits laitiers , vol ,2 , Ed, Lavoisier, Paris,  
pp : 69-87
- ( 70 ) **Tomé D. , 2000 .**  
Intérêt et application nutritionnels des protéines laitières . *I.A.A.* n°12 , pp 47-49 .
- ( 71 ) **Towler C. , 1982 .**  
Utilisation of whey protein products in paste NZ J , *Dairy sci, Technol* , 17 , pp 229-236 .
- ( 72 ) **Veisseyre R. ,1986 .**  
A propos de l'évolution des technologies laitières *I.A.A.*, n°5 , pp 342-344 .
- ( 73 ) **Visser R.A. , Nan Den Bos M.J. & Ferguson W.P., 1988.**  
Lactose and its chemical derivatives . *Bult, of I.D.F.*, n° 233, pp 33-44 .
- ( 74 ) **Vrignaud Y.,1979 .**  
Le lactosérum matière première noble pour les industries alimentaires , humaines et animales  
. *Rev, lait , Fr*, n°372, pp 29-39 .
- ( 75 ) **Vrignaud Y., 1983.**  
Valorisation du lactosérum , une longue histoire . *Revue laitière Française* n° 422, pp :41-46.
- ( 76 ) **Volpe J., Zabirk M., 1975 .**  
A whey protein contributing to loaf volume depression . *Cereal chemistry* , 52 , N° 2 pp 188-197 .
- ( 77 ) **Wolff.J.P., 1968 .**  
Manuel d'analyses des corps gras . Ed , Azoulay, Paris , 519 p .
- ( 78 ) **Zidoune M.N., 1983 .**  
Etude de l'ultrafiltration des lactosérums sur membrane minérales ,Thèse de docteur-Ingénieur, Université de Montpellier .



# ***ANNEXES***

**ANNEXES :**



*Chromatogramme des acides gras du sérum doux liquide.*

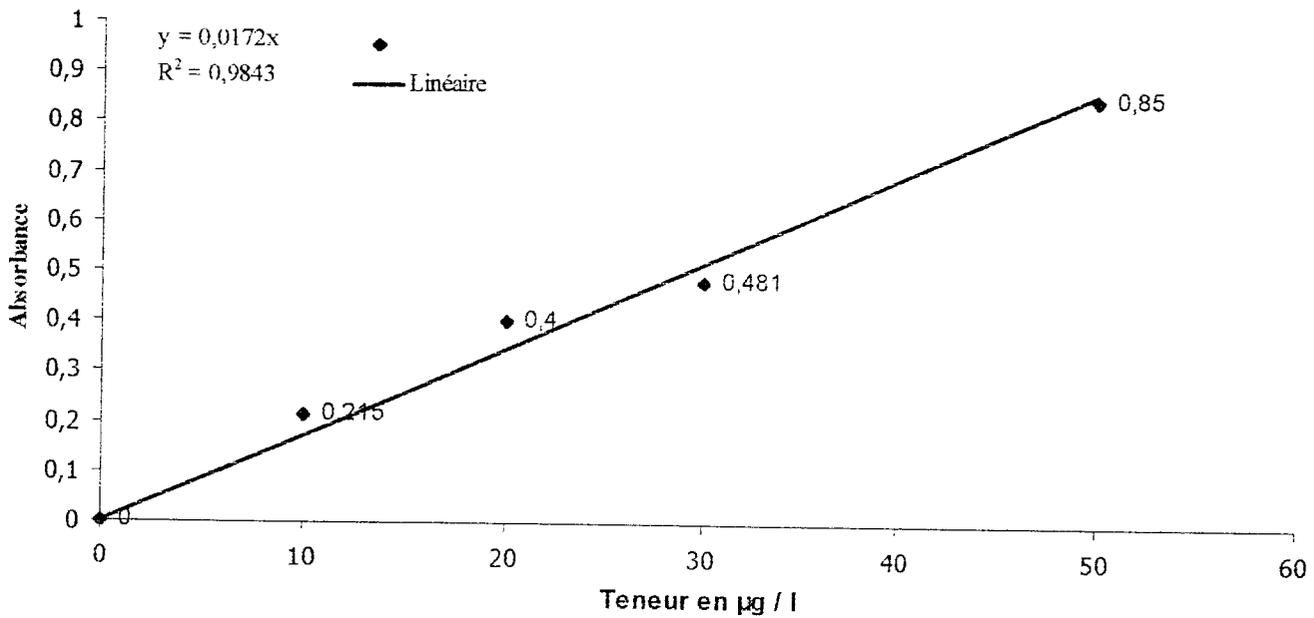
## Area % Report -- Channel A

File : c:\maitre\chrom\lacto.001  
 Method : c:\maitre\methods\Trh.met  
 Sample ID : methylesters  
 Acquired : Oct 7, 2001 14:39:21  
 User : System

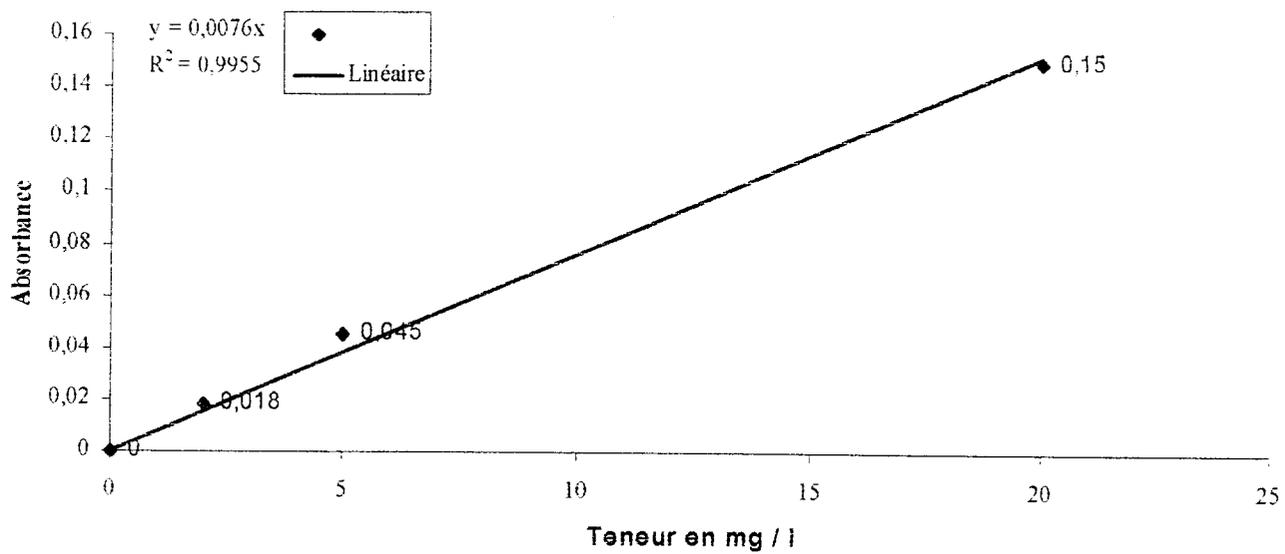
Pkno	Mig. Time	Area	Area%	Height	Height%	Flags
1	2,976	7882	0,589	2821	1,057	BV
2	4,656	16996	1,271	6282	2,353	BV
3	4,986	4146	0,310	805	0,302	VB
4	6,021	2823	0,211	652	0,244	BV
5	6,246	2340	0,175	489	0,183	VV
6	7,434	5825	0,436	1524	0,571	BV
7	7,905	43419	3,247	14741	5,522	VV
8	8,688	2720	0,203	664	0,249	VV
9	9,117	3819	0,286	958	0,359	VV
10	9,237	4644	0,347	1584	0,593	VV
11	11,352	47419	3,546	15979	5,986	BV
12	12,255	2429	0,182	563	0,211	VV
13	12,990	2155	0,161	581	0,218	VV
14	13,875	3916	0,293	1014	0,380	VV
15	14,679	138652	10,369	34091	12,771	BV
16	15,003	2922	0,219	484	0,181	VV
17	15,462	4409	0,330	1503	0,563	VV
18	15,576	14052	1,051	4963	1,859	VV
19	15,678	9359	0,700	3203	1,200	VV
20	16,161	18860	1,410	6065	2,272	VV
21	16,977	4846	0,362	1540	0,577	BV
22	17,142	3265	0,244	441	0,165	VV
23	17,817	347592	25,995	52622	19,713	VV
24	18,153	4873	0,364	879	0,329	VV
25	18,222	4396	0,329	1368	0,512	VV
26	18,360	19844	1,484	6657	2,494	VV
27	18,444	5088	0,381	1811	0,678	VV
28	18,654	7301	0,546	2499	0,936	VV
29	19,077	8973	0,671	2771	1,038	VV
30	20,592	148453	11,102	21814	8,172	VV
31	21,126	333075	24,909	49428	18,517	VV
32	21,987	28128	2,104	8895	3,332	BV
33	22,224	2421	0,181	510	0,191	VV
34	23,040	3798	0,284	1358	0,509	VV
35	23,163	5467	0,409	1933	0,724	VB
36	23,481	12354	0,924	3405	1,276	BV
37	24,099	4428	0,331	1064	0,399	VV
38	24,249	2262	0,169	342	0,128	VV
39	24,696	26020	1,946	2860	1,071	VV
40	25,059	3928	0,294	615	0,230	VV
41	25,446	4814	0,360	726	0,272	VV
42	25,530	3432	0,257	862	0,323	VV
43	25,713	2108	0,158	394	0,148	VV
44	25,884	5130	0,384	874	0,327	VV
45	27,981	6384	0,477	2300	0,862	BV
Totals		1337166	100,000	266934	100,000	

Solutions étalons du Phosphore :

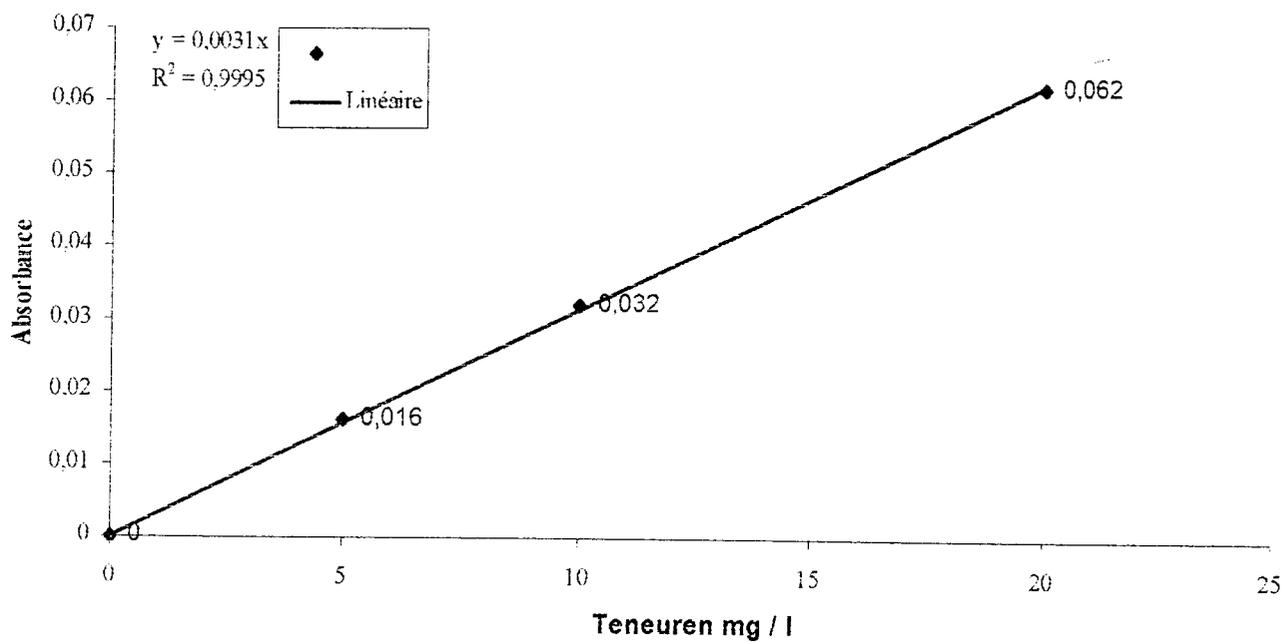
Solutions étalons	0	1	2	3	5
Solution à 10 $\mu\text{g}/\text{ml}$	0	1 ml	2 ml	3 ml	5 ml
Solution étalon à	0 $\mu\text{g}$ de P	10 $\mu\text{g}$ de P	20 $\mu\text{g}$ de P	30 $\mu\text{g}$ de P	50 $\mu\text{g}$ de P
Molybdate d'acide ascorbique	20 ml	20 ml	20 ml	20 ml	20 ml
Eau distillée complétée à	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml



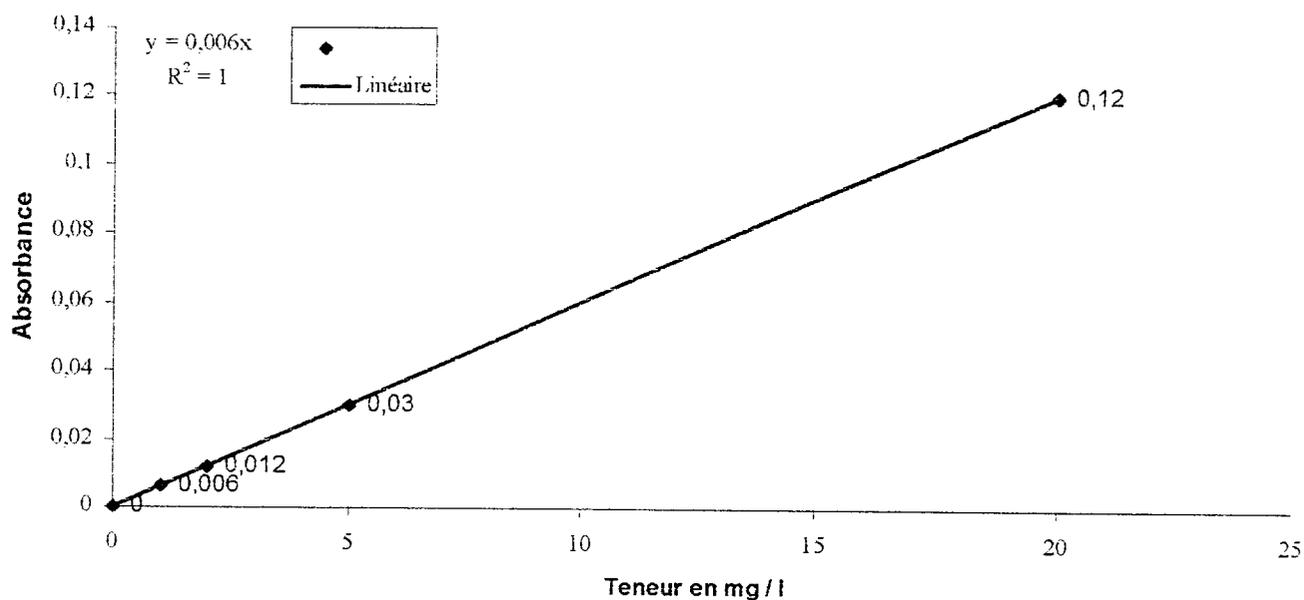
Courbe étalon du phosphore



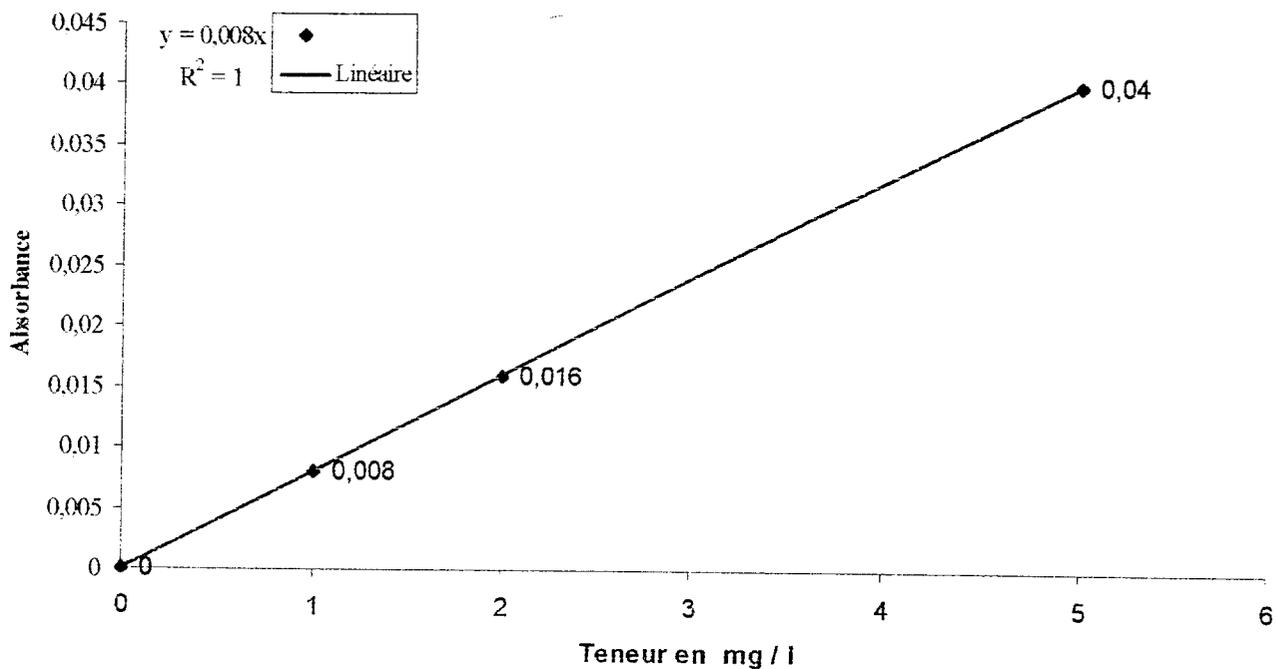
**Courbe d'étalonnage du sodium**



**Courbe étalon du calcium**



**Courbe d'étalonnage de K**



**Courbe étalon du magnésium**

- Table de  $X^2$  [ 23]

DDL $\alpha$	5%	1%
1	3,84	6,63
2	5,99	9,21
3	7,81	11,34
<b>4</b>	<b>9,49</b>	13,28
5	11,07	15,09
6	12,59	16,81
7	14,07	18,47
8	15,51	20,09
9	16,92	21,67
10	18,31	23,21
11	19,67	24,72
12	21,03	26,22
13	22,36	27,69
14	23,68	29,14
15	25,00	30,58

## Liste des figures par partie:

### **Partie bibliographique :**

Figure 1.1 : Exemple de répartition des matières sèches du lait entier entre

- Le fromage ( type pâtes pressées )
- Le lactosérum ( type doux )

Figure 2.1 : Formule spatiale des lactoses  $\alpha$  et  $\beta$  .

Figure 3.1 : Concentration massique (g / l) des différentes protéines du lait .

Figure 4.1 : Représentation schématique de l'osmose inverse .

Figure 5.1 : Schéma de fabrication de la poudre de lactosérum .

Figure 6.1 : Représentation schématique de l'électrodialyse .

Figure 7.1 : Schéma de principe de l'échange d'ion .

Figure 8.1 : Représentation schématique de l'ultrafiltration .

Figure 9.1 : Schéma de fabrication du lactose spray à partir de permeat d'ultrafiltration .

Figure 10.1 : Hydrolyse du lactose .

### **Partie expérimentale:**

Figure 1.2 : Lactosérum provenant de la fabrication du fromage à pâtes pressées non cuites type " Edam " de l'unité de Boudouaou .

Figure 2 .2 : Schéma d'un Lyophilisateur de laboratoire type CRYODOS– 50 .

Figure 3.2 : Procédé utilisé au laboratoire de technologie alimentaire pour la fabrication de poudre de sérum lyophilisé .

Figure 4.2 : Réaction de saponification et de méthylation des glycérides .

Figure 5.2 : Procédé de préparation d'un yaourt naturel , étuvé , au laboratoire, en incorporant la poudre de sérum doux .

Figure 6.2 : Teneurs moyennes en M.S du lactosérum doux et du lait d'origine .

Figure 7.2 : Teneurs moyennes en MG du sérum doux et du lait d'origine .

Figure 8.2 : Evolution de l'acidité du lactosérum doux conservé à 4°C et à température ambiante ( 26°C ) .

Figure 9.2 : Courbe de suivi de l'évolution de la teneur en eau au cours de la lyophilisation d'un échantillon de sérum doux .

## Liste des tableaux par partie :

### **Partie bibliographique :**

Tableau 1.1 : Composition moyenne des lactosérums .

Tableau 2.1 : Propriétés des protéines solubles .

Tableau 3.1 : Composition en acides aminés essentiels des différents protéines en gr par 100gr de protéines .

Tableau 4.1 : Teneurs en vitamines du lactosérum .

### **Partie expérimentale :**

Tableau 1. 2 : Teneurs en matière sèche du sérum doux et celles du lait d'origine

Tableau 2.2 : Teneurs en matière grasse du sérum doux et celles du lait d'origine .

Tableau 3.2 : Caractéristiques physico-chimiques du sérum doux .

Tableau 4.2 :Composition moyenne de l'azote total du sérum doux .

Tableau 5.2 : Composition en acides gras des lipides du lactosérum doux liquide .

Tableau 6.2 : Teneur en principaux minéraux du sérum doux .

Tableau 7.2 : Composition biochimique et caractéristiques physiques du lactosérum doux concentré .

Tableau 8.2 : Composition biochimique de la poudre de lactosérum doux .

Tableau 9 .2 : Caractères physiques et organoleptiques de la poudre de sérum doux .

Tableau 10.2 : Humidité résiduelle et rendement de la poudre de sérum doux .

Tableau 11.2 : Evolution de la teneur en eau au cours de la lyophilisation d'un échantillon de sérum doux .

Tableau 12.2 : Résultats des scores des critères goût et texture .

Tableau 13.2 : Résultat de classement du critère texture .

Tableau 14.2 : Résultats de classement du critère goût.

## **Liste des abréviations :**

A.A : acide aminé.

Ac : acidité

D° : degré Dornic.

AFNOR : Association Française de Normalisation .

ES : extrait sec .

F.A.O : food and agriculture organisation ( Organisation des Nations Unies pour l'Alimentation et l'Agriculture )

MS : matière sèche.

MG : matière grasse.

NT : azote total .

NNP : azote non protéique.

NP : azote protéique .

V : volume

## المخلص :

- ان استرجاع اللاكتوسيروم الرطب بواسطة عملية الليوفيليزاسيون مكننا من الحصول على مسحوق يتميز بالنتائج التالية :
- رطوبة باقية معتبرة 4% مما يمكننا من المحافظة عليه وقت طويل حتى ان يستخدم في فترة لاحقة .
  - نسبة النوبان جد مرتفعة 97.67% مما يؤدي الى قابلية النوبان اللحظي و الفجائي
  - الحفاظ على المكونات البيوكيماوية للاكتوسيروم المركز .
- مسحوق اللاكتوسيروم يمكن استعماله كمعوض لمسحوق الحليب الغير الدسمي في طريقة تحضير الياغورت ، مما يخفض التكلفة الاقتصادية للدولة في استيراد الحليب المسحوق .

\*\*\*\*\*

## Résumé :

- La récupération du lactosérum doux par lyophilisation a abouti à l'obtention d'une poudre caractérisée par :
- une humidité résiduelle satisfaisante ( 4% ) lui permettant sa conservation à long terme et son utilisation ultérieure .
  - un indice de solubilité très élevée (97.67%) lui permettant une réhydratation instantanée
  - une conservation des constituants biochimiques du lactosérum concentré .
  - la poudre de lactosérum peut être utilisée comme substitut de poudre de lait écrémé dans la recette d'un yaourt, ce qui permettra à l'état de réduire ses importations en poudre de lait écrémé .

\*\*\*\*\*

## Summary :

- The recovery of sweet whey using the process of freeze-drying has led to the obtaining of a powder characterized by :
- a satisfactory residual humidity (4%) allowing its long-term conservation and keeping for further use .
  - a very high solubility rate (97,67%) giving sweet whey a property of instant rehydration.
  - a conservation of the biochemical constituents of concentrated whey.
- The whey powder can be used as a substitute for skimmed milk spray, in the making of yoghurt, reducing thereafter state expenses in the imports of skimmed milk powder.