Technique de concentration du lactosérum

Caractéristique des concentrés

par

W. BEDNARSKI*, P. SLOTH HANSEN, G. KJAERGAARD JENSEN,
H. SOERENSEN et S. POZNANSKI

I. INTRODUCTION

L'élaboration des procédés nouveaux et économiques pour l'utilisation de lactosérum est un des problèmes principaux des recherches dans des pays où la fabrication des fromages est considérable [2, 4, 7, 19].

En 1974, un Symposium s'est tenu à Ottawa au sujet de l'utilisation du lactosérum et l'on a constaté que 45 p.100 environ du latosérum produit, c'est-à-dire plus 1,2 million de tonnes environ, est évacué aux eaux ouvertes. Des rapports présentés démontrent, que l'alimentation directe des animaux avec du lactosérum n'est rentable que dans un rayon de 80 km de la laiterie [23].

Des conclusions et des communications présentées au Symposium ont abouti à formuler la nécessité des recherches suivantes :

— évaluation d'utilité de l'osmose inverse pour la concentration du lactosérum ;

— mise au point des élaborations sur l'utilisation du lactose et du lactosérum concentré à teneur en protéine basse ;

— études sur la valeur nutritive du lactose et l'efficacité économique de son utilisation comme source d'énergie pour les animaux ;

— recherches sur des possibilités élargies de l'utilisation des produits de lactosérum.

A cet égard, un intérêt considérable est prêté à la récupération des protéines de lactosérum, qui sont les composants les plus déficients dans le bilan de consommation mondiale.

* Travail accompli au cours d'un stage scientifique à l'Institut laitier d'Hillerød (Danemark).

Les protéines de lactosérum se caractérisent par leur valeur biologique élevée. Pour confirmer leur haute valeur nutritive, il suffit de constater que le besoin d'un jour en acides aminés pour un homme (70 kg) peut être satisfait par la consommation de 17,4 g de blanc d'œuf de poule, 14,5 g de protéines de lactosérum et 28,4 g de caséine [20].

Pourtant, la consommation directe de lactosérum par les gens est très difficile et pratiquement impossible. La consommation traditionnelle des concentrés de lactosérum est aussi entravée par la proportion défavorable lactose/protéine (5,5 : 1). Outre cela, les concentrés de lactosérum présentent une consistance défavorable, avec la cristallisation avancée du lactose et la saveur douce-salée. Récemment, les méthodes d'ultrafiltration, d'osmose inverse, l'électrodialyse, ou bien celle de la séparation des composants du lactosérum sur des colonnes remplies de gel spécialement préparé, sont de plus en plus propagées dans la technique de fabrication des concentrés de lactosérum [1, 2, 6, 10, 13, 17].

L'objectif de cette communication a été :

— d'obtenir des concentrés de lactosérum à l'aide d'ultrafiltration ou bien d'osmose inverse, ou encore par concentration en usant du procédé d'évaporation, accompagnée de thermocompression ;

— de comparer la composition chimique et les propriétés physico-chimiques des concentrés de lactosérum, selon la technique de fabrication.

II. MATERIEL ET METHODES

Les expérimentations ont été faites à l'Institut laitier d'Hillerød, à l'échelle industrielle (Danemark).

On utilisait le lactosérum obtenu à partir de la fabrication des fromages extra-gras du type hollandais Maribo.

Le schéma du procédé se présentait de la manière suivante :

Hyperfiltration osmose inverse (OR)

Le lactosérum était concentré dans un appareil fabriqué par la Compagnie DDS Nakskov (Danemark). On employait des membranes du type 985, ayant une surface de 27,6 m².

5 000 l de lactosérum étaient concentrés d'un seul coup. La température du lactosérum à l'entrée de l'appareil était de 14,5° C et de 13,5° C à la sortie.

La pression à l'entrée était de 41,5 kg/cm², celle de la sortie de 39,5 kg/cm² environ. En circulation, le lactosérum coulait d'un réservoir à l'appareil, tandis que l'écoulement était évacué à l'égout. La condensation était effectuée jusqu'à la concentration de 15 p. 100 et 22 p. 100 ES. La durée de marche de l'appareil était de 8-12 h.

Ultrafiltration (UF)

On employait un appareil fabriqué par DDS Nakskov (Danemark), pourvu de membranes du type G.R. 6 x. Le procédé était effectué par le système continu, 5 000 - 10 000 l de lactosérum étaient travaillés d'un seul coup. La température à l'entrée du lactosérum dans l'appareil était de 10° C, celle à la sortie de 15° C, la pression de 6,3 kg/cm² et de 2,1 kg/cm², respectivement. L'ultrafiltration était effectuée jusqu'à obtenir des concentrations correspondant aux proportions protéine/lactose : 1 ; 2 ; 2,5 ; respectivement.

La durée du procédé était de 10-18 h.

L'écoulement d'ultrafiltration était condensé par osmose inverse, tout en continuant la condensation du concentrat par évaporation.

Evaporation (Ev)

La condensation par évaporation était effectuée au moyen d'évaporateurs à trois étapes, type Wiegand, avec thermocompression. Le rendement du procédé était de 1 000 l d'eau évaporée par heure. La consommation de vapeur 0,25 kg/1 kg d'eau évaporée.

La condensation était effectuée jusqu'à une teneur en extrait sec de 15-58 p. 100, selon le substrat employé et le lactosérum, le concentrat d'OR ou le concentrat d'UF.

Aux diverses étapes de condensation, les températures suivantes étaient obtenues : I - 60° C, II - 41,5° C, III - 36,5° C.

Méthodes analytiques

Pour le lactosérum et pour les concentrés, les déterminations suivantes étaient effectuées : teneur en extrait sec, en lactose, en cendres, en azote (d'après Kjeldahl, suivi d'une conversion en

protéine selon le facteur 6,38), substances azotées solubles à pH 4,6 (NCN), substances azotées non protéiques (ANP) [8, 10, 21, 22].

Outre cela, le pouvoir spumogène et la stabilité d'écume étaient déterminés dans les concentrés selon la méthode décrite par Jelen [5]. Les concentrés de lactosérum (50 g) étaient traités mécaniquement dans un mixeur à 3 000 t/mn pendant 20 mn. Le pouvoir spumogène était calculé en proportion entre des poids de mêmes volumes de concentrés avant et directement après apparition de l'écume.

Pour en déterminer la stabilité, l'écume était transportée dans un entonnoir de verre, placé dans un cylindre gradué, en notant le moment où la première goutte de la fraction liquide de concentré était apparue. En même temps, la viscosité dynamique des concentrés était déterminée à l'aide du Haake Rotovisco viscosimètre [18]. La détermination de la viscosité était effectuée à la température de 20° C. Dans les concentrés de lactosérum qui étaient obtenus exclusivement par le procédé d'évaporation, ou bien par le procédé combiné : osmose inverse + évaporation, le degré de cristallisation était calculé selon la formule suivante [11] :

$$x = \frac{a - (558,66 b - 743,18) \times 100}{a \cdot \frac{c}{d}}$$

où :

- x = degré de cristallisation de la lactose,
- a = teneur des concentrés en ES (p. 100),
- b = lecture du réfractomètre,
- c = teneur du lactosérum en lactose avant la concentration (p. 100),
- d = teneur de lactosérum en ES avant la concentration (p. 100).

III. RESULTATS ET DISCUSSION

La composition chimique des concentrés de lactosérum a varié d'une manière évidente, selon la technique de fabrication. On a constaté des différences de la teneur en protéine, à partir de 13,8 p. 100 d'ES dans le cas des concentrés préparés par évaporation jusqu'à 69,2 p. 100 d'ES dans celui des concentrés produits par ultrafiltration (tab. 1).

L'ultrafiltration permet d'obtenir des concentrés de lactosérum ayant la proportion désirée des composants dans le produit tout fait. C'est surtout la proportion protéine/lactose qui y est concernée

(tab. 1). Dans les concentrats en question, la teneur en substances azotées solubles à pH 4,6 tendait à diminuer, à mesure que le degré de concentration augmentait. A cet égard, des changements significatifs étaient observés au cours de la fabrication des concentrés par le procédé combiné (à deux étapes), ultrafiltration + évaporation, où la diminution de la teneur en substances azotées solubles à pH 4,6 aboutit à 56-65 p.100, en comparaison avec le lactosérum avant la concentration. Ce fait est une preuve qu'au cours de la concentration par évaporation, ou bien par ultrafiltration, une dénaturation partielle des protéines a lieu. Cette constatation démontre que le concentré doit être utilisé immédiatement après l'ultrafiltration, ou bien qu'il doit être séché par atomisation, à l'exclusion d'évaporation. Pour comparer, il faut souligner que la teneur en substances azotées solubles à pH 4,6 de la préparation de protéine obtenue par ultrafiltration et puis séchée par atomisation, était de 60 p.100, ce qui prouve que le séchage par atomisation ne causait la dénaturation des protéines de lactosérum qu'à un degré limité. Les observations que nous avons faites exigent que les études soient continuées sur la nature de la dégradation des protéines de lactosérum et les facteurs qui en causent la déstabilisation.

Les concentrés de lactosérum qui avaient été fabriqués par le procédé d'osmose inverse se distinguaient par leur teneur moins élevée en substances azotées non protéiques, en comparaison aux concentrés de lactosérum fabriqués par évaporation. La teneur en ANP des concentrés produits par évaporation était de 26,6-28,2 p.100 et elle s'approchait du niveau d'ANP du lactosérum. Par contre, la teneur desdites fractions azotées des concentrés obtenus par des procédés à membranes était de 20,3-23 p.100 en cas d'osmose inverse et de 6,2-10,4 p.100 en cas d'ultrafiltration, ce qui prouve que les substances azotées à poids moléculaire bas passaient à l'écoulement. L'application du procédé à deux étapes pour la concentration de lactosérum : osmose inverse + évaporation, ou bien ultrafiltration + évaporation, entraîne une réduction de la teneur en ANP, en comparaison avec des concentrés qui ont été obtenus par un procédé à membrane, en une étape (tab. 1). Le phénomène observé peut être expliqué par une dénaturation partielle des substances azotées au cours de l'évaporation.

Les concentrés de lactosérum montraient les variations essentielles de la teneur en lactose, de 24,5 p.100 d'ES dans le cas des produits obtenus par ultrafiltration jusqu'à 74,5 p.100 dans celui des concentrés produits par le procédé d'évaporation. La teneur des concentrés en cendres était de 3,7 p.100 d'ES après ultrafiltration et de 10,9 p.100 d'ES après évaporation.

L'emploi de l'ultrafiltration permet de réduire de 66 p.100, le niveau de la teneur en cendres des concentrés. L'effet du fractionnement des composants pendant la fabrication des concentrés de

TABLEAU 1. — Composition chimique des concentrés de

Concentration jusqu'à la teneur en ES (p. 100)	Extrait sec	Protéines N × 6,38		Substances	
				solubles à pH 4,6 NCN	
	%	abs. %	ES %	abs. %	N tot. %
Concentration par évaporation	16,25	2,20	14,1	2,17	84,64
	21,00	2,96		2,46	83,10
	30,53	4,31		3,74	82,77
	39,31	5,44		4,07	75,46
	48,74	6,88		5,21	75,72
	58,23	8,22		5,56	67,63
Hyperfiltration (osmose inverse) + Evaporation	13,50	1,82	13,8	1,59	87,36
	21,02	2,91		2,34	80,40
	31,36	4,34		2,82	64,97
	39,95	5,53		3,56	64,38
	51,91	7,16		4,52	63,63
	56,57	7,83		4,77	60,90
Ultrafiltration protéine/lactose 1 : 1,04 + Evaporation	10,17	4,40	43,2	2,89	65,68
	20,88	9,09		5,29	58,21
	30,08	12,94		6,60	51,00
	43,26	17,70		6,76	38,02
Ultrafiltration protéine/lactose 1 : 1,9 + Evaporation	12,68	8,26	65,2	4,96	60,04
	19,38	12,64		7,08	56,01
	29,86	19,41		6,21	32,18
Ultrafiltration protéine/lactose 1 : 2,5 + Evaporation	18,53	12,81	69,2	7,84	61,20
	21,95	15,17		8,82	58,14
	30,03	20,82		9,90	47,55
Lactosérum (moyenne)	5,81	0,82	14,1	0,75	91,46

actosérum et variations de la teneur en substances azotiques

Teneur en composants

Azotées		Autres						
non-protéiques ANP		lactose		cendres		acide lactique	matière grasse	pH
abs. %	N tot. %	abs. %	ES %	abs. %	ES %	%	%	
0,64	28,20	12,05	74,3	1,68	10,9	0,31	0,14	6,30
0,81	27,36	15,59		2,17		0,43	0,18	6,15
1,17	27,86	22,68		3,15		0,69	0,26	5,95
1,52	28,16	29,20		4,30		0,94	0,35	5,82
1,82	26,45	36,24		5,20		1,29	0,42	5,66
2,19	26,60	43,29		5,74		1,47	0,50	5,65
0,43	23,46	10,31	74,5	1,40	10,6	0,32	0,10	6,25
0,47	20,09	15,68		2,24		0,54	0,17	6,00
0,91	20,90	23,36		3,34		0,78	0,25	5,68
1,16	20,97	29,79		4,26		1,04	0,32	5,54
1,37	19,73	38,57		5,51		1,46	0,42	5,35
1,48	18,90	42,17		6,03		1,55	0,45	5,34
0,46	10,39	4,24	41,6	0,72	7,1	0,26	0,40	6,05
0,88	9,60	8,69		1,48		0,69	0,82	6,15
1,19	9,20	12,47		2,12		0,95	1,18	6,00
1,46	8,20	18,02		3,06		1,02	1,70	5,95
0,69	8,35	4,37	34,4	0,71	5,5	0,32	0,61	6,21
1,02	5,75	6,67		1,07		0,36	0,93	6,30
1,09	5,62	10,22		1,66		0,54	1,43	6,25
0,79	6,17	4,56	24,5	0,70	3,7	0,41	0,46	6,15
1,01	6,65	5,38		0,82		0,66	0,54	5,82
1,25	6,00	7,39		1,13		0,92	0,74	5,82
0,24	28,78	4,32		0,64		0,12	0,05	6,45

lactosérum est présenté à la figure 1, qui montre les variations de la proportion : protéine/lactose/cendres dans le produit fini selon la technique de production. La caractéristique des écoulements obtenus après ultrafiltration et après l'osmose inverse montre des différences essentielles dans leur composition chimique, surtout dans la teneur en lactose, substances azotées et cendres. Des données obtenues indiquent que l'écoulement d'ultrafiltration devrait être soumis à l'utilisation ultérieure, car elle constituera un danger considérable pour les eaux ouvertes.

fig. 1

Influence du mode de production des concentrés de lactosérum sur la proportion protéine/lactose/cendre

1. Concentration par évaporation.
2. Hyperfiltration + évaporation.
- 3, 4, 5. Ultrafiltration + évaporation.
3. Protéine/lactose : 1/1,04.
4. Protéine/lactose : 1/1,9.
5. Protéine/lactose : 1/2,5.

On sait, de la littérature, que la DBO₅ de l'écoulement d'ultrafiltration n'est inférieure que de 30 p.100 en comparaison du lactosérum [20]. Un élément essentiel de beaucoup de rapport sur le sujet en question est la suggestion concernant l'utilisation de l'écoulement d'ultrafiltration [12]. Une des solutions assez intéressantes paraît être la concentration des écoulements UF par le procédé d'osmose inverse ou par évaporation et la fabrication des concentrés de sucre, ou bien des sirops de sucre [14]. L'écoulement d'ultrafil-

TABLEAU 2

Caractéristiques de l'écoulement d'ultrafiltration et d'osmose inverse

Analyse		Origine de l'écoulement		
		Ultrafiltration UF		Osmose inverse OR
		non concentré	concentré OR*	
Extrait sec	p. 100	4,85	10,75	0,49
Azote total	p. 100	0,14	0,31	0,09
Lactose	p. 100	4,23	8,24	0,00
Cendre	p. 100	0,48	1,32	0,42
Acide lactique	p. 100	0,19	0,21	0,13
pH		5,80	5,30	5,35

* L'écoulement d'ultrafiltration concentré par le procédé d'osmose inverse.

fig. 2

Viscosité des concentrés de lactosérum en relation à la proportion : protéine/lactose.

Concentration jusqu'à la teneur en ES (%)		Viscosité (CP)	Pouvoir spumogène (%)	Stabilité de l'écume Temps d'une goutte (mn)
Evaporation jusqu'à la teneur en ES (%)	16,25	27,4	0,0	—
	21,00	30,5	0,0	—
	30,53	36,6	0,0	—
	29,31	54,9	520,0	35
	48,74	1249,7	650,0	135
	58,23	6328,0	400,0	153
Osmose inverse jusqu'à la teneur en ES (%) + Evaporation	13,50	13,3	0,0	—
	21,02	15,4	0,0	—
	31,36	16,4	710,0	4,0
	39,95	48,8	620,0	50,0
	51,91	518,2	400,0	155,0
	56,57	2440,8	400,0	228,0
Ultrafiltration jusqu'à obtenir la proportion protéine/lactose 1 : 1,04 + Evaporation	10,17	15,4	0,0	—
	20,88	20,5	0,0	—
	30,08	51,8	500,0	108
	43,26	670,6	400,0	203
Ultrafiltration jusqu'à obtenir la proportion protéine/lactose 1 : 1,9 + Evaporation	12,68	17,4	0,0	—
	19,38	32,8	0,0	—
	29,86	883,9	300,0	35,0
Ultrafiltration jusqu'à obtenir la proportion protéine/lactose 1 : 2,5 + Evaporation	18,53	22,5	690,0	0,5
	21,95	823,0	400,0	26
	30,03	993,0	320,0	235

fig. 3

Influence du temps de conservation des concentrés de lactosérum sur leur viscosité.

fig. 4

Degré de cristallisation du lactose en relation avec la teneur en lactose des concentrés de lactosérum.

tration peut être employé à la fabrication des boissons fermentées, ou bien comme milieu de culture pour des micro-organismes [20].

Les résultats de nos recherches sont présentés dans le tableau 2. Ils montrent que la viscosité, le pouvoir spumogène et la stabilité

d'écume des concentrés de lactosérum dépendent, eux aussi, du procédé de fabrication choisi.

La viscosité des concentrats de lactosérum dépend de la teneur en ES et de la proportion protéine/lactose (fig 2, tab. 3).

Dans le cas des concentrés de lactosérum, obtenus par évaporation, ou bien si le lactosérum était préconcentré par hyperfiltration avant la fabrication, c'était le temps de conservation du produit à 5° C qui déterminait la viscosité, ainsi que la concentration de lactose, donc les facteurs qui influençaient le degré de cristallisation du lactose (tab. 3, fig. 3).

Le pouvoir spumogène et la stabilité d'écume des concentrats ne dépendaient que bien peu de la teneur en protéines. On a démontré pourtant, que le degré de dénaturation des protéines (réduction du niveau des substances azotées solubles à pH 4,6) (tab. 1) déterminait la diminution des pouvoirs spumogènes des concentrés de lactosérum (tab. 3).

Les études de Jelen [5] et de De Vilbiss [4] démontrent que les concentrats de lactosérum peuvent être utilisés avec succès pour la production des écumes dans l'industrie alimentaire.

CONCLUSIONS

Les résultats, que nous avons obtenus dans ce travail, ont permis de constater que le mode de fabrication des concentrés de lactosérum déterminait les propriétés du produit fini d'une manière considérable. L'utilisation des procédés à membrane et surtout de l'ultrafiltration, permet d'obtenir des concentrés ayant des propriétés physicochimiques définies, qui en conditionnent l'utilisation dans la technologie alimentaire [9].

La concentration préliminaire du lactosérum par hyperfiltration précédant l'évaporation n'a fait changer que bien peu ces propriétés, en comparaison avec les concentrés qui étaient concentrés exclusivement par évaporation.

Il faut souligner que l'usage de l'hyperfiltration pour concentrer le lactosérum a été recommandé par de Boér [3] pour abaisser les frais de transport du lactosérum à des distances plus lointaines. Cet auteur a démontré que la solution proposée est moins coûteuse en comparaison avec les dépenses pour la concentration par évaporation.

Des préparations de protéine peuvent être utilisées dans plusieurs branches de l'industrie alimentaire et surtout, pour enrichir des produits de céréales et de légumes, des concentrés de protéine végétale et d'autres produits de même sorte, de valeur mineure en acides aminés nécessaires.

Les données du travail présent, indiquent que le procédé d'ultrafiltration mérite d'être propagé dans les laiteries où l'on projettera une ligne parallèle pour fabriquer des concentrés de sucre, ou bien, des boissons fermentées de haute valeur et rentables, à partir des écoulements d'ultrafiltration. Des données estimatives, préparées par l'Institut danois DGI [20] démontrent que la production rentable peut être assurée par une usine capable de transformer 400 000 l de lactosérum par jour.

Il semble qu'il y a lieu, en même temps, d'utiliser le procédé en une étape que nous avons mis au point précédemment, de la séparation complète des protéines du lait au cours de la fabrication des fromages, de la caséine et des concentrés de lait, la dénaturation des protéines étant aussi insignifiante que possible [15, 16].

Le lactosérum fortement déprotéiné peut facilement être utilisé pour la production des concentrés de sucre à partir du lactosérum [14].

Résumé

Des concentrés de lactosérum ont été fabriqués à l'aide de l'osmose inverse, l'ultrafiltration et l'évaporation.

La composition chimique, le degré de dénaturation des protéines, la viscosité, le pouvoir spumogène et la stabilité de l'écume des concentrés ont été comparés en relation avec la technique de fabrication. On a constaté que la composition chimique des concentrats, leur teneur en AS (NCN) et ANP et les propriétés biochimiques étudiées dépendaient du procédé de fabrication.

On a aussi analysé la composition chimique des écoulements, qui étaient obtenus par osmose inverse et ultrafiltration, en indiquant la possibilité de leur emploi dans les industries alimentaires.

Summary

THE TECHNOLOGY OF WHEY CONCENTRATION AND CHARACTERISTIC OF CONCENTRATES

Whey concentrates were produced using reverse osmosis, ultrafiltration and evaporation procedures.

The chemical composition, the extent of protein denaturation viscosity, foamability and foam stability of concentrates were compared as related to the production technique.

It found, that the chemical composition, Noncasein nitrogen (NCN), Nonprotein nitrogen (NPN) contents and other physicochemical properties of concentrates depended on manufacturing procedure. Moreover, the chemical composition of permeates after reverse osmosis and ultrafiltration were analysed and the possibilities of their utilization in the food industry were pointed out.

Reçu pour publication en juin 1977.

Références bibliographiques

- [1] BAKEL (J. T.), MOVRIIS (H. A.), RICHERT (S. H.) and MORR (C. V.) (1975). — *J. Dairy Sci.*, 58, 1794.
 - [2] DELANEY (R. A. M.) (1976). — *J. of Society Dairy Technol.*, 29, 91.
 - [3] DE BOÉR (R.), HIDDINK (J.) (P.F.C.) (1976). — *Nedh. Milk Dairy J.*, 30, 77.
 - [4] DE VILBISS (E. D.), HOLSINGER (V. H.), POSATI (L. P.) and PALLAUSCH (M. J.) (1974). — *Food Technol.*, 28, 40.
 - [5] JELEN (P.) (1973). — *J. Dairy Sci.*, 56, 1505.
 - [6] KEVIN (T.), HILL (J. and Ch. G.) and AMUNDSON (C. H.) (1976). — *J. Food Sci.*, 41, 770.
 - [7] LANG (F.) and LANG (A.) (1976). — *Food Manufacture*, 51, 63.
 - [8] MATTHEWS (M. E.), AMUNDSON (C. H.) and HILL (Ch. G.) (1976). — *J. Dairy Sci.*, 59, 1033.
 - [9] MAUBOIS (J. L.) and MOCQUOT (G.) (1975). — *J. Dairy Sci.*, 58, 1001.
 - [10] MC. DONOUGH (F. E.), HARGROVE (R. E.), MATTINGLY (W. A.), POSATI (L. P.) and ALFORD (J. A.) (1974). — *J. Dairy Sci.*, 57, 1438.
 - [11] MOLL (S. S.) and RAETMAN (K.) (1974). — *Nizo-Niews*, nr 3.
 - [12] MULLER (L. L.) (1976). — *The Australian J. of Dairy Technol.*, X, 91.
 - [13] PERI (C.) and SETTI (D.) (1976). — *Milchwiss.*, 31, 735.
 - [14] POZNANSKI (S.), MIECZKOWSKI (M.), BEDNARSKI (W.), KOWALEWSKA (J.), LEMAN (J.), CHRZANOWSKA (A.) (1977). — *Przemysł Spożywczy*, 2, 62.
 - [15] POZNANSKI (S.), SMETANA (Z.), SURAZYNSKI (A.) et KROLIK (T.) (1972). — Coagulation des protéines du lait. Brevet Polonais n° 82699.
 - [16] POZNANSKI (S.), RYMASZEWSKI (J.), SMETANA (Z.), JAKUBOWSKI (J.), KROLIK (K.), BEDNARSKI (W.), REPS (A.) and CHOJNOWSKI (1974). — XIX Int. Dairy Congress, Delhi India, C. 4, 770-772.
 - [17] WITT (J. N.) and DE BOÉR (R.) (1975). — *Neth. Milk Dairy J.*, 29, 198.
 - [18] WINGRED (W. H.), SAPAERSTEIN (S.) and LUTWAK (Z.) (1970). — *Food Technol.*, 24, 758.
 - [19] WOMACK (M.) and VANGHAN (D. A.) (1972). — *J. Dairy Sci.*, 55, 1081.
 - [20] *D.D.M.M. Kolding Information 1* (1975), Danemark.
 - [21] *International Standard FIL-IDF 20* (1962).
 - [22] *International Standard FIL-IDF 28* (1974).
 - [23] *Modern Dairy* (1976), sept.-okt., 55, 28.
-