Composition minérale du lactosérum

**Influence des facteurs technologiques, saisonniers
et géographiques**

par

J. ADRIAN et G. BOURLIER*

(avec la collaboration technique de A. SABEL)

INTRODUCTION

Le caillage du lait, qui correspond à l'insolubilisation de la caséine, est obtenu soit par adjonction directe d'acides organiques ou minéraux, soit par une acidification indirecte au moyen des bactéries lactiques, soit encore par action enzymatique de la présure ou de ses substituts.

L'acidification entraîne une modification profonde de la structure originelle de la micelle, en particulier sa déminéralisation, qui fait passer dans le lactosérum une part importante d'éléments minéraux. La présure respecte beaucoup mieux la composition minérale de la micelle, son action étant essentiellement une coupure de la fraction de K caséine en un point précis [16].

Pour cette raison, les lactosérums sont classés en fonction des processus utilisés en fromagerie :

Les lactosérums « acides » découlent des fabrications de pâtes fraîches, de pâtes molles (Camembert, etc.) et aussi de la fabrication de la caséine-acide.

Les lactosérums « doux » sont obtenus par les autres traitements de fromageries (pâtes pressées, pâtes cuites, etc.) et résultent également de la caséine-présure.

* Chaire de Biochimie, C.N.A.M., 292, rue Saint-Martin - 75003 Paris.

TABLEAU 1

Composition moyenne des lactosérums en fonction de leur origine technologique*

	Lactosérums doux		Lactosérums acides		
	Liquides	En poudre	Liquides provenant de		En poudre
			pâtes fraîches	Camembert	
Matière sèche (g/100 g ou ml)	25,1 ± 1,6	96,7 ± 1,6	5,84 ± 0,59	5,36 ± 0,77	94,9 ± 1,1
Cendres (g/100 g sec)	10,87 ± 0,78	10,52 ± 0,53	14,77 ± 0,92	13,77 ± 1,25	12,12 ± 0,53
Potassium (g/100 g sec)	2,33 ± 0,15		2,83 ± 0,15	3,27 ± 0,57	2,30 ± 0,10
Calcium (g/100 g sec)	0,46 ± 0,05		1,67 ± 0,21	0,88 ± 0,14	0,54 ± 0,02
Magnésium (g/100 g sec)	0,11 ± 0,008		0,15 ± 0,01	0,15 ± 0,03	0,11 ± 0,008
Phosphore (g/100 g sec)	0,73 ± 0,08		1,26 ± 0,15	1,11 ± 0,10	0,75 ± 0,02
Rapport Ca/P	0,63		1,33	0,79	0,72
Zinc (mg/100 g sec)	0,20 ± 0,08		4,60 ± 0,40	0,58 ± 0,43	0,19 ± 0,04
Fer (mg/100 g sec)	0,28 ± 0,14		0,38 ± 0,07	0,66 ± 0,19	0,40 ± 0,06
Cuivre (µg/100 g sec)	47 ± 24		59 ± 9	61 ± 7	40 ± 5
Manganèse (µg/100 g sec)	20 ± 5		49 ± 5	45 ± 7	35 ± 6
Molybdène (µg/100 g sec)	< 300		< 300	< 300	< 300
Cadmium (µg/100 g sec)	< 60		< 60	< 60	< 60
<i>En p. 100 des cendres :</i>					
Calcium	4,21		11,27	6,42	4,45
Potassium	21,39		19,66	23,78	18,97
<i>En p. 10000 des cendres :</i>					
Zinc	0,18		3,11	0,42	0,15
Fer	0,26		0,25	0,48	0,33

* Moyenne et écart-type.

Ces sous-produits sont commercialisés à l'état brut, avec un extrait sec de l'ordre de 6 p. 100, ou sous forme partiellement concentrée, ou encore à l'état de poudre obtenue par atomisation.

Le but de ce travail est de déterminer la composition minérale des lactosérums commerciaux en fonction de leur origine technologique, de la saison et de l'aire géographique de production.

MATERIELS ET METHODES

Origine des échantillons

Nous avons disposé de 66 échantillons de lactosérums recueillis entre septembre 1978 et octobre 1979, provenant mensuellement de quatre firmes industrielles localisées dans le Nord, l'Est, l'Ouest et la Haute-Normandie. La nature des lactosérums analysés est la suivante :

— 42 échantillons sont des lactosérums acides dont 27 échantillons liquides de pâtes fraîches, 8 échantillons liquides de Camembert et 7 poudres de lactosérums* ;

— 24 échantillons de lactosérums doux, provenant de fabrication d'Emmental, dont 8 à l'état liquide et 16 sous forme de poudre.

Techniques analytiques

Les échantillons liquides sont homogénéisés au moyen d'ultra-sons. La matière sèche est déterminée par passage à l'étuve sous vide à 60° C, jusqu'à poids constant.

La minéralisation est effectuée par voie sèche. Les produits sont d'abord traités à 150° C sous une lampe à infra-rouge, puis incinérés à 450° C pendant 48 h. Le résidu est repris par l'acide nitrique et incinéré à nouveau pendant quelques heures.

Les cendres sont dissoutes, après pesée, dans l'acide nitrique dilué. Les éléments suivants sont dosés par spectrométrie d'absorption atomique (flamme air-acétylène) : potassium, calcium, magnésium, zinc, fer, cuivre, manganèse, molybdène et cadmium. Ces deux derniers sont extraits par l'ammonium pyrrolidine dithiocarbamate (APDC) dans la méthyl-isobutyl cétone (MIBK).

Le phosphore est déterminé colorimétriquement sous forme de complexe vanado-molybdique [4].

* Les analyses montreront que les poudres doivent provenir de la fabrication de Camembert.

RESULTATS EXPERIMENTAUX

Matière sèche et cendres totales

Les sérums doux liquides renferment en moyenne 25,1 p. 100 de matière sèche, avec un coefficient de variation de 6,4 p. 100*. Les poudres ont une humidité résiduelle de 3,3 p. 100 (tab. 1). Cette déshydratation poussée est indispensable pour que les poudres conservent une bonne stabilité au cours de leur conservation [2, 3].

Les sérums acides liquides ne contiennent qu'environ 5,5 p. 100 de matière sèche (coefficient de variation de 12 p. 100), les sous-produits de pâtes fraîches étant légèrement plus concentrés que les sérums de Camembert. Les poudres seront légèrement moins stables que celles de lactosérums doux : leur teneur en eau dépasse 5 p. 100 en moyenne.

Les cendres constituent 10,7 p. 100 de la matière sèche des lactosérums doux, avec un coefficient de variation de 6 p. 100. Les produits acides sont significativement plus minéralisés et, de surcroît, leur teneur en cendres offre une variabilité en fonction de la technologie dont ils proviennent. En moyenne, les poudres renferment 12,1 p. 100 de cendres ; les échantillons livrés liquides sont encore plus riches en minéraux puisque la matière sèche des sérums de Camembert et de pâtes fraîches renferme de l'ordre de 14 p. 100 de minéraux. L'analyse détaillée des lactosérums acides fera ressortir l'hétérogénéité de cette catégorie de sous-produits ; pour l'instant, il faut noter la corrélation étroite entre la teneur en matière sèche des sérums acides liquides et la richesse en cendres de cet extrait sec ($r = + 0,90$).

Composition minérale en fonction des facteurs technologiques

a) Les lactosérums doux

La composition minérale de ces échantillons est très constante, à tel point qu'il n'existe aucune différence décelable entre les produits liquides et ceux qui sont séchés. Aussi, le tableau 1 rapporte la valeur moyenne de l'ensemble des sérums doux.

Pour les macro-éléments, les coefficients de variation se situent entre 6,5 et 10,5 p. 100 ; pour les éléments mineurs ils sont beaucoup plus importants (26 à 51,5 p. 100).

D'une manière générale, quel que soit le constituant, les teneurs des lactosérums doux tendent à être inférieures à celles des fabrications acides.

* Les teneurs élevées en matière sèche indiquent que ce type de lactosérum est préconcentré avant sa commercialisation.

b) *Les lactosérums acides*

Dans cette catégorie, l'hétérogénéité des concentrations est telle que les échantillons doivent être classés en fonction de leur origine technologique précise. Même dans ces conditions, à l'intérieur de chaque sous-catégorie, les coefficients de variations demeurent importants. Les échantillons liquides offrent une dispersion sensiblement plus grande que celle des produits déshydratés :

Coefficients de variations extrêmes des sérums acides

	Sérums de pâtes fraîches	Sérums de Camembert	Poudres
Macro-éléments	5,0 - 12,5	8,5 - 17,5	3,5 - 7,5
Oligo-éléments	8,5 - 19,0	11,5 - 75,5	12,5 - 18,5

Pour l'ensemble des composants minéraux, la composition moyenne des poudres montre que ces produits présentent, dans la plupart des cas, un niveau inférieur à celui des échantillons commercialisés à l'état liquide. Dans certains cas, les écarts apparaissent considérables ; c'est ainsi que les cendres des sérums de pâtes fraîches contiennent trois fois plus de calcium et près de vingt-cinq fois plus de zinc que les mêmes sérums acides livrés à l'état déshydraté (tab. 1).

De même, les sous-produits de Camembert sont deux fois plus riches en fer que ceux provenant des pâtes fraîches.

A l'inverse, le taux moyen d'autres éléments comme le potassium, le manganèse et même le cuivre demeure assez constant.

Si on exclut l'éventualité d'additions volontaires de minéraux en cours de fabrication, deux mécanismes peuvent être invoqués pour expliquer les variations observées à l'intérieur du groupe des lactosérums acides. En ce qui concerne le calcium, l'opération du caillage peut être conduite en présence d'une acidité particulièrement forte ou bien l'égouttage entraîne une solubilisation plus importante des éléments minéraux de la micelle. L'uniformité des taux de potassium (électrolyte de la phase aqueuse du lait) conforte cette hypothèse.

Les écarts constatés dans le domaine des oligo-éléments ne peuvent relever entièrement du même phénomène, bien que le fer, le cuivre [1] et le zinc [5, 6] soient (pour une part plus ou moins importante) fixés initialement sur la micelle de caséine. Malgré cette localisa-

tion, on doit envisager que l'enrichissement des sérums acides liquides en ces éléments provient (au moins pour une part) de la nature des matériaux utilisés pour leur traitement et des durées de contact avec des équipements métalliques.

La variabilité observée concernant tout particulièrement des composants comme le fer et le zinc, on peut avancer que le taux de cette catégorie de lactosérums traduit le degré de corrosion des équipements industriels. Cette hypothèse explique également les teneurs plus faibles des produits séchés : ils séjournent moins longtemps à l'état liquide dans des installations métalliques.

Composition minérale en fonction de la saison et de la région

Si l'on range les échantillons analysés en fonction de l'aire géographique de leur production : Est, Nord, Ouest et Haute-Normandie, il n'apparaît aucune différence significative entre eux. Ceci n'est pas pour surprendre étant donné l'économie de marché dans laquelle se situe l'élevage en Europe : les animaux sont loin de ne consommer que les productions locales du territoire sur lequel ils vivent et, en conséquence, la composition minérale du sol d'une région ne saurait retentir sur une production comme le lait et ses dérivés.

L'influence d'un cycle saisonnier n'est guère plus aisée à mettre en évidence. Le petit nombre de sérums doux ne permet pas d'étudier valablement sur cette catégorie d'échantillons un rôle possible de la saison.

Nous avons tenté de faire apparaître cette influence en classant les 35 échantillons de sérums acides liquides en fonction de leur mois de production et en attribuant arbitrairement la valeur 1 aux valeurs du mois d'octobre 1978. Les variations mensuelles des composants majeurs sont rapportées dans la figure 1 et celles des éléments mineurs dans la figure 2.

On n'enregistre aucune dispersion importante des macro-éléments tout au long du cycle annuel (fig. 1) : les écarts maximum se situent dans un intervalle de ± 15 p. 100 et ne présentent pas de liens évidents avec la saison.

Les oligo-éléments offrent, dans l'ensemble, une variabilité beaucoup plus grande à l'exception du manganèse dont les teneurs oscillent à l'intérieur d'une marge de ± 20 p. 100. Pour les autres composants les écarts peuvent atteindre 50 p. 100 de la valeur de référence ; cependant (même avec des variabilités aussi importantes) il est difficile de percevoir l'influence d'un facteur saisonnier (fig. 2).

En effet, d'une part cette variabilité porte sur le zinc (maximum : 56 p. 100), le fer (49 p. 100) et le cuivre (35 p. 100) qui sont des composants du matériel industriel ; de l'autre, la dispersion de ces teneurs est beaucoup trop anarchique dans le temps pour pouvoir être associée à l'influence d'un facteur saisonnier ou d'un cycle annuel.

fig. 1

Variations mensuelles du lactosérum en macro-éléments minéraux.

fig. 2

Variations mensuelles du lait en oligo-éléments minéraux.

DISCUSSION

Nos résultats ne se distinguent pas fondamentalement des données existantes [5, 8, 9, 12, 14, 17, 18, 19]. A la lumière des travaux déjà effectués dans ce domaine, les dispersions des teneurs en minéraux dans le lactosérum ont plusieurs origines :

a) Le caillé lui-même présentant une composition minérale assez variable [11], ce phénomène retentit inévitablement au niveau du lactosérum qui en est le sous-produit.

Cependant, la répartition entre caillé et sérum obéit à des mécanismes complexes et peu prévisibles dans certains cas. La meilleure illustration en est la nature des corrélations unissant les quantités de calcium et de phosphore dans les différentes classes de lactosérums :

	Lactosérums doux	Lactosérums acides		
		Pâtes fraîches	Camembert	En poudre
Rapport Ca/P	0,62	1,32	0,79	0,72
Corrélation entre Ca et P (r)	+ 0,66	— 0,41	— 0,16	— 0,15
Signification	p > 99 p. 100	p > 95 p. 100	n.s.	n.s.

Une telle incoordination entre deux éléments aussi étroitement associés dans la micelle sous-entend l'intervention d'artéfacts lors des opérations de caillage et d'égouttage.

b) Les variabilités des teneurs en zinc et en fer sont abondamment citées par d'autres travaux. Selon les cas, les sérums acides renferment de 4 à 22 fois plus de zinc que les sérums doux [9, 14, 19] ce qui confirme le rôle de l'acidité dans l'enrichissement du sérum en cet élément. Pour des causes très probablement analogues, dans une série de 300 lactosérums, les teneurs extrêmes en fer sont dans un rapport de 1 à 24 [12].

Il a été montré que l'agressivité chimique des lactosérums était telle que même l'acier inoxydable n'est pas à l'abri d'une attaque par ce dérivé de l'industrie laitière [6, 7]. Dans ces conditions, le lait lui-même peut s'enrichir en fer dans des proportions très importantes.

c) Enfin, si le stade de la lactation [5, 11] et la saison [10, 13] conditionnent très légèrement la teneur en minéraux du lait de vache, ces influences disparaissent déjà dans les laits de grands mélanges et, à plus forte raison, au niveau d'un sous-produit comme le lactosérum, surtout en face du rôle considérable que jouent les facteurs technologiques à ce niveau.

Au total, et d'une façon schématique, dans le domaine minéral les lactosérums se caractérisent de la façon suivante :

- les produits doux, moins minéralisés, sont particulièrement pauvres en calcium et déséquilibrés sur le plan phospho-calcique. Ils présentent, par contre, l'avantage d'une composition minérale bien définie et constante ;

- les lactosérums acides constituent une famille de produits nettement plus hétérogènes. Ils offrent une variabilité à la fois considérable et fortuite en oligo-éléments provenant de la corrosion du matériel de laiterie : fer, zinc, cuivre.

Si l'irrégularité de ces teneurs n'offre guère de conséquences sur le plan nutritionnel, car les usages alimentaires du lactosérum brut sont limités, il n'en est pas obligatoirement de même pour certains emplois industriels. En effet, diverses technologies faisant appel à des réactifs biologiques sont susceptibles de se développer : conversions enzymatiques, fermentations, etc. Dans ces opérations utilisant surtout les jus lactosés dérivant du lactosérum, les variations de teneurs en éléments tels que le zinc ou le cuivre peuvent être à l'origine de rendements irréguliers, voire d'une inhibition des opérations enzymatiques.

CONCLUSION

L'analyse de 24 lactosérums doux et de 42 produits acides en 4 macro-éléments (Ca, Mg, P et K) et 6 oligo-éléments (Zn, Fe, Cu, Mn, Mo et Cd) montre que les facteurs géographiques et saisonniers n'interviennent pas dans la composition minérale de ces produits.

Par contre, les modalités technologiques exercent une influence considérable : les sérums doux sont moins minéralisés et leur composition est assez bien définie. Les teneurs des sérums acides sont beaucoup plus variables et tendent à être plus élevées. Surtout, les productions commercialisées à l'état liquide présentent une dispersion considérable des teneurs en zinc, fer et cuivre.

Summary

MINERAL COMPOSITION OF WHEY ACCORDING TO INDUSTRIAL PROCESSES

Amounts of Ca, Mg, P, K, Zn, Fe, Cu, Mn, Mo and Cd are determined within a range of 24 sweet wheys (liquid or dry powder) and 42 acid wheys (from cottage cheese and Camembert in liquid state, and dry powders). Samples come from the North, the East and the West of France are taken from September 78 to October 79.

Industrial processes have a great influence on the mineral composition of wheys; on the other hand, geographical and seasonal factors do not intervene in this field:

— Sweet wheys are less mineralized, their concentration in calcium is low. Their mineral composition is comparatively constant. The liquid and dry wheys have an identical content in macro and trace elements.

— Acid wheys contain more minerals, but their composition is much more varying and strongly depends on the accurate technological process. The composition of samples in a dry state is verging on the composition of sweet products. Liquid acid wheys are the richest in minerals and, particularly, contain very variable quantities of iron, zinc and copper.

Remerciements

Nous adressons nos remerciements sincères aux firmes industrielles suivantes qui ont bien voulu s'associer à ce travail, en nous envoyant avec régularité, des échantillons de leur fabrication : les Fromageries Bel, Lacto-France, la Laiterie de Haute-Normandie et la Prospérité Fermière.

Reçu pour publication en juin 1980.

Bibliographie

- [1] ADRIAN (J.) (1973). — Valeur alimentaire du lait. Un vol., Paris, La Maison Rustique, édit.
- [2] ADRIAN (J.) (1975). — Les traitements thermiques appliqués aux produits laitiers et leurs conséquences dans le domaine azoté. *Le Lait*, 55, 24-40, 182-206.
- [3] ADRIAN (J.) (1977). — Valeur nutritionnelle des produits laitiers déshydratés. *Techn. Lait.*, 912, 57-61.
- [4] A.O.A.C. (1969). — Official methods of analysis, n° 2016. Total phosphorus. 1 vol., Washington.
- [5] CAPELLA (P.), LOSI (G.), RASTELLI (R.) e LERCI (C.R.) (1974). — Su alcuni componenti minerali del latte in caldaia e dei sieri relativi: variazioni stagionali. *Sci. Techn. Alim.*, 4, 295-303.

- [6] DAUFIN (G.) et TALBOT (J.) (1971). — Etude de quelques problèmes de corrosion dans l'industrie laitière. *Le Lait*, 51, 661-677.
 - [7] DAUFIN (G.) et TALBOT (J.) (1972). — Etude de quelques problèmes de corrosion dans l'industrie laitière. 3. Corrosion par piqûres des aciers inoxydables, par des lactosérums. *Le Lait*, 52, 688-699.
 - [8] FEELEY (R. M.), CRINER (P. E.), MURPHY (E. W.) and TOEPFFER (E. W.) (1972). — Major mineral elements in dairy products. *J. Amer. Diet. Assoc.*, 61, 505-510.
 - [9] GLASS (R. L.) and HEDRICK (T. I.) (1977). — Nutritional composition of sweet and acid-type dry wheys. II. Vitamin, mineral and calorie contents. *J. of Dairy Sci.*, 60, 190-196.
 - [10] GUEGUEN (L.) (1971). — La composition minérale du lait et son adaptation aux besoins minéraux du jeune. *Ann. Nutr. Alim.*, 25, A 335-A 381.
 - [11] GUEGUEN (L.) (1979). — Apports minéraux par le lait et les produits laitiers. *Cahier Nutr. Diét.*, 14, 213-217.
 - [12] LINDEN (G.) et LORIENT (D.) (1975). — Dosage du fer dans le lactosérum de fromagerie par spectrométrie d'absorption atomique. *Ann. Technol. Agric.*, 24, 25-33.
 - [13] LUQUET (F. M.), MAHIEU (H.) et MOUILLET (L.) (1977). — A propos des variations de la composition minérale des laits durant l'été 1976. Influence de la sécheresse. *Le Lait*, 57, 509-520.
 - [14] MAVROPOULOU (I. P.) and KOSIKOVSKI (F. V.) (1973). — Composition, solubility and stability of whey powders. *J. of Dairy Sci.*, 56, 1128-1134.
 - [15] PARKASH (S.) and JENNESS (R.) (1967). — Status of zinc in cow milk. *J. Dairy of Sci.*, 50, 127-134.
 - [16] VEISSEYRE (R.) (1975). — Technologie du lait. Un vol., Paris, La Maison Rustique, édit.
 - [17] WONG (N. P.), LACROIX (D. E.), MATTINGLY (W. A.), VESTAL (J. H.) and ALFORD (J. A.) (1976). — The effect of manufacturing variables on the mineral content of cottage cheese. *J. of Dairy Sci.*, 59, 41-44.
 - [18] WONG (N. P.), LACROIX (D. E.) and VESTAL (J. H.) (1977). — Trace minerals in cottage cheese. *J. of Dairy Sci.*, 60, 1650-1652.
 - [19] WONG (N. P.), LACROIX (D. E.) and Mc DONOUGH (F. E.). — Minerals in wheys and whey fractions. *J. of Dairy Sci.*, 61, 1700-1703.
-