

MÉMOIRES ORIGINAUX ⁽¹⁾

SUR LA SOLUBILITÉ DE LA POUDRE DE LAIT,

par MM. G.-C. SUPPLEE et B. BELLIS,

du Laboratoire de recherches de la Société « The Dry Milk Company »
à Adams (New-York.)

La question de solubilité présente une importance capitale dans l'étude des caractéristiques physiques de la poudre de lait. Par « solubilité », on entend, au cours de cet article, la faculté qu'a le lait desséché de se mélanger avec de l'eau pour former une solution, une suspension ou une émulsion qui produiront les caractéristiques physiques du lait naturel. La solubilité du lait en poudre à l'état rigoureusement frais varie avec le procédé appliqué pour sa fabrication, avec l'acidité du lait liquide qui a été desséché et avec certaines conditions dépendant du mode opératoire employé pour la dessiccation.

Un autre facteur dont la valeur est égale, sinon supérieure, et dont il y a à tenir compte pour déterminer le degré de solubilité de la poudre de lait après une certaine période d'emmagasinage, c'est la question de la teneur en humidité, qu'il s'agisse de celle contenue à l'origine dans le produit ou de celle prise par lui dans l'atmosphère.

La diminution de la solubilité du lait en poudre pendant son emmagasinage est un type de détérioration commun aux poudres contenant de la matière grasse et aux poudres de lait écrémé. D'études faites sur la détérioration de ces produits, on en est arrivé à conclure très nettement que cette manifestation de la détérioration est un résultat direct de l'excès d'humidité et doit, ainsi qu'on l'a constaté dans la grande majorité des cas, être attribuée à l'impossibilité pour le récipient de s'opposer à l'accès d'humidité atmosphérique plutôt qu'à un excès en humidité du produit au moment de sa fabrication. Etant donné l'importance de ce genre de détérioration de la poudre de lait, on a cherché et obtenu des données expérimentales qui montrent que des variations dans les pourcentages d'humidité causent des changements progressifs dans la solution de la caséine de la poudre de lait.

(1) Reproduction interdite sans indication de source.

ESSAIS.— Comme l'objet de ces recherches était de déterminer les effets de l'humidité initiale et de l'humidité absorbée sur la solubilité des protéines, on se livra à des comparaisons portant uniquement sur cet élément constitutif, et non pas sur le total des éléments solides du lait. On prit de la poudre de lait fraîchement obtenue par le procédé du double cylindre de JUST et on la plaça dans des pots imperméables à l'air construits de telle façon qu'on pouvait, soit faire circuler à volonté de l'air dans la masse de la poudre, soit boucher hermétiquement les pots. Des prises diverses d'échantillons furent faites du même lot initial de poudre et traitées ainsi qu'il sera dit par la suite. On fit périodiquement des analyses portant sur l'humidité, sur la teneur totale en protéines maintenues en suspension après traitement dans un appareil centrifuge et sur la caséine en suspension dans le liquide surnageant. Afin de bien être sûr que les résultats seraient uniformes pendant tout le cours de la période d'observation, on détermina le total des éléments solides contenus dans le lait liquide originel et, en se basant sur ces données, on mélangea de la poudre et de l'eau dans les proportions convenables pour obtenir la même concentration d'éléments solides dans le lait reconstitué existant dans le lait originel avant dessiccation. La poudre fut mélangée avec de l'eau à 65° C., et on agita le mélange sans arrêt pendant 40 minutes ; après quoi, un échantillon de 40 cm³ fut soumis pendant 40 minutes à l'action d'un appareil centrifuge de 13 centimètres de diamètre, tournant à 2.000 tours par minute. On détermina la teneur totale en protéines et en caséine dans le liquide surnageant que l'on décanta aisément du précipité au fond du tube. Les tableaux I et II montrent les résultats obtenus après avoir fait circuler 1.600 cm³ d'air humide par minute à travers 300 grammes environ de poudre pendant une durée de 60 minutes par jour. L'humidité de l'air, mis en circulation, était maintenue entre 75 et 80 % à une température d'environ 75 à 80° F. (1). Pendant les périodes de temps où l'air ne circulait pas, la poudre était conservée dans les pots fermés hermétiquement. Les pourcentages de protéines et de caséine sont notés sur la base du lait liquide initial. Étant donné qu'il était impossible de faire l'analyse du total des éléments solides contenus dans le lait liquide originel lorsque le séchage avait été effectué par le procédé de pulvérisation (la poudre en question ayant été achetée) le rapport des concentrations, fut déterminé aussi près que possible du produit à l'état sec. Il faut signaler ici que la poudre obtenue d'après le procédé JUST provenait d'un lait partiellement écrémé, tandis que la poudre obtenue par le procédé de pulvérisation provenait de lait complet.

(1) Soit 24 à 27° C.

TABLEAU I.

Effet de l'air humide sur la solubilité des protéines du lait desséché,
(Procédé Just).

Age de l'échantillon	Humidité de la poudre %	Teneur totale de la protéine en suspension %	Caséine en suspension %
Frais	1,95	2,05	1,88
4 jours	3,18	2,01	1,65
11 —	5,60	1,80	1,55
18 —	7,57	1,47	1,16
25 —	8,15	1,21	0,98
32 —		0,82	0,68
39 —		0,67	0,46
46 —	10,13	0,43	0,10
53 —	11,49	0,19	0

Dans l'échantillon entier :

a) Teneur totale en protéine : 2,95 %.

b) Teneur totale en caséine : 2,43 %.

TABLEAU II.

Effet de l'air humide sur la solubilité des protéines du lait desséché,
(procédé de pulvérisation).

Age de l'échantillon	Humidité de la poudre %	Teneur totale de la protéine en suspension %	Caséine en suspension %
Frais	1,96	2,27	1,78
7 jours	5,77	2,14	1,70
21 —	7,25	1,21	0,92
41 —	9,79	0,80	0,36
52 —	10,80	0,25	0

Dans l'échantillon entier :

a) Teneur totale en protéine : 2,37 %.

b) Teneur totale en caséine : 1,84 %.

Des résultats indiqués dans les tableaux I et II, il semble bien qu'on soit autorisé à conclure d'une façon décisive qu'il y a une relation directe entre la teneur en humidité et le développement de l'insolubilité de la caséine dans la poudre de lait pendant l'emmagasinage. Quelle que soit la solubilité initiale de la poudre, la valeur d'absorption de l'humidité et l'insolubilité qui en résulte sont tout-à-fait parallèles dans les poudres obtenues par les deux procédés différents.

Le tableau III indique les résultats analytiques de la poudre obtenue par le procédé Just, et prise dans le même récipient que la poudre dont on s'est servi pour les déterminations précédentes. On fit subir à cet échantillon la même manipulation appliquée aux deux premiers échantillons, avec cette différence que l'air mis en circulation fut d'abord desséché jusqu'à ce que sa teneur d'humidité fut très minime. Au cours des 26 premiers jours, il se produit une légère diminution, mesurable néanmoins, de la solubilité des protéines ; puis, pendant la période suivante de 5 mois environ, où l'on fit continuellement circuler de l'air sec, il ne se manifesta aucun changement appréciable dans la solubilité de la caséine. Ces résultats prouvent très nettement que, quel que soit le rôle que l'air seul (gaz normaux de l'atmosphère, à l'exception toutefois de la vapeur d'eau), peut jouer dans la détérioration d'autres constituants de la poudre de lait, il n'intervient cependant pas comme facteur pour occasionner l'insolubilité des protéines, *ce mode de détérioration étant entièrement dû à l'humidité.*

TABLEAU III.

Effet de l'air sec sur la solubilité des protéines du lait desséché, (procédé Just).

Age de l'échantillon	Humidité de la poudre 0/0	Teneur totale de la protéine en suspension 0/0	Caséine en suspension 0/0
Frais	1,95	2,05	1,88
26 jours	2,33	2,01	1,80
76 —	2,63	2,01	1,78
107 —	2,85	2,00	1,78
140 —	2,88	2,01	1,78
174 —	2,88	2,01	1,78

Dans tout l'échantillon :

a) Teneur totale en protéine : 2,95 0/0.

b) Teneur totale en caséine : 2,43 0/0.

Les résultats précédents furent obtenus par un traitement dans une atmosphère artificielle d'air et d'humidité. C'est pourquoi on ne peut pas les interpréter pour fixer des durées et des teneurs en humidité produisant le développement d'une certaine insolubilité dans des conditions normales. Afin d'obtenir de plus amples renseignements sur ce point particulier, on soumit la poudre fraîchement préparée prélevée sur le même lot que celui dont on s'était servi pour les essais antérieurs à un traitement dans lequel la teneur en humidité de trois échantillons différents fut portée au point voulu aussitôt après la

fabrication. Ces échantillons furent emballés dans des récipients d'un modèle tel que la teneur en humidité pouvait aisément être maintenue à un pour cent près pendant une période indéfinie. On fit des analyses à intervalles réguliers pendant une année environ ou jusqu'au moment où l'on constata l'absence de caséine en suspension après reconstitution et traitement centrifuge, ainsi qu'il a été décrit plus haut. Sur le tableau IV, on a indiqué les résultats obtenus avec la poudre à teneur d'humidité maintenue entre 2,30 et 3,50 % pendant un an environ. Des chiffres semblables sont indiqués dans le tableau V pour de la poudre à teneur d'humidité maintenue entre 4,30 et 5,30 % pendant la même période. Etant donné que l'on désirait cesser ce travail au bout d'une année et que la nature de la détérioration était nettement déterminée à l'issue de cette période, la teneur en humidité de ces deux échantillons fut rapidement élevée pendant les deux derniers jours de la période d'observation, en donnant des résultats qui sont en harmonie parfaite avec ceux précédemment enregistrés.

TABLEAU IV.

*Effet de la teneur en humidité de la poudre de lait
sur la solubilité des protéines pendant l'emmagasinage.
Humidité de 2,30 à 3,50 %.*

Age de l'échantillon	Humidité de la poudre %	Teneur totale de la protéine en suspension %	Caséine en suspension %
Frais	1,95	2,05	1,88
21 jours	2,30	2,05	1,74
42 —	2,60	2,05	1,68
70 —	2,65	2,04	1,70
100 —	2,55	2,04	1,70
135 —	2,58	2,04	1,70
175 —	2,61	2,01	1,68
210 —	3,01	2,03	1,74
238 —	3,20	2,03	1,74
273 —	3,23	2,04	1,70
298 —	3,50	2,02	1,73
329 —	3,45	1,94	1,70
358 —	3,80	1,83	1,54
369 —	7,00	0,35	0

Dans l'échantillon entier :

a) Teneur totale en protéine : 2,95 %.

b) Teneur totale en caséine : 2,43 %.

Sur le tableau IV, on a indiqué les résultats donnés par un échantillon dont la teneur en humidité fut maintenue aussi près que possi-

ble de 5 %. On constata que, dans cet échantillon, la caséine était devenue insoluble en moins d'un an et, bien que la teneur en humidité de cet échantillon ne fut pas de beaucoup supérieure à celle de l'échantillon du tableau V, on y observa néanmoins une différence bien prononcée dans la solubilité des protéines à la fin de n'importe quelle période choisie pour la comparaison.

TABLEAU V.

Effet de la teneur en humidité de la poudre de lait sur la solubilité des protéines pendant l'emmagasinage. Humidité de 4,30 à 5,20 %.

Age de l'échantillon	Humidité de la poudre %	Teneur totale des protéines en suspension %	Caséine en suspension %
Frais	1,95	2,05	1,88
21 jours	4,40	2,01	1,70
42 —	4,74	1,92	1,62
70 —	4,75	1,90	1,61
100 —	4,70	1,90	1,60
135 —	4,75	1,89	1,60
175 —	4,87	1,90	1,62
210 —	4,83	1,91	1,62
238 —	5,13	1,85	1,49
273 —	5,15	1,85	1,44
298 —	5,20	1,79	1,40
329 —	5,10	1,46	1,13
358 —	5,15	1,41	1,13
365 —	6,49	0,94	0,64
369 —	6,55	0,89	0,59

Dans l'échantillon entier :

a) Teneur totale en protéine : 2,95 %.

b) Teneur totale en caséine : 2,43 %.

Les analyses de la matière précipitée en soumettant à l'action de la force centrifuge la poudre de lait obtenue par le procédé de Just montrèrent que 93 à 94 % du poids sec étaient constitués par de la matière protéique et que ce qui restait était de la matière minérale.

La teneur en cendres de trois échantillons de lait desséché était de 6,846 %. Ces cendres contenaient 22,64 % de chaux, 29,94 % d'anhydride phosphorique et 2,32 % de magnésie. La somme combinée de ces constituants s'élevait à 54,90 % du total des cendres. L'analyse du précipité séché au four obtenu en soumettant à l'action de la force centrifuge ces trois échantillons après les avoir à nouveau mélangés avec de l'eau donna une moyenne de teneur en cendres de 7,654 %.

Ces cendres contenaient 61,67 % de chaux, 33,97 d'anhydride phosphorique et 2,65 % de magnésie. La somme combinée de ces constituants s'élevait à 98,29 % des cendres totales de l'échantillon de matière précipitée. Bien qu'on n'ait pas en vue dans cet article de discuter les changements survenus dans la solubilité des sels du lait par l'application de ce mode de dessiccation, on peut signaler ici que l'on observe, en analysant la matière minérale précipitée, que quelques-uns des sels de calcium du lait liquide original sont modifiés de telle sorte que leur précipitation par la force centrifuge a lieu très facilement. Il est manifeste que la majeure partie de la matière minérale précipitée est du phosphate de calcium insoluble et il se peut qu'il y ait aussi une faible quantité de phosphate de magnésium. Ces résultats concordent avec les observations faites par d'autres chimistes qui ont démontré qu'il se produit une précipitation de calcium pendant le chauffage et la dessiccation du lait.

TABLEAU VI.

*Effet de la teneur en humidité de la poudre de lait
sur la solubilité des protéines pendant l'emmagasinage.
Humidité : environ 5 %.*

Age de l'échantillon	Humidité de la poudre %	Teneur totale des protéines en suspension %	Caséine en suspension %
Frais	1,95	2,05	1,88
21 jours	5,15	1,99	1,62
42 —	5,15	1,87	1,59
70 —	5,20	1,86	1,56
100 —	4,95	1,88	1,58
135 —	4,95	1,86	1,56
175 —	4,95	1,86	1,58
210 —	4,95	1,34	1,05
238 —	4,85	1,12	0,69
273 —	—	0,56	0,16
298 —	5,10	0,42	0,08
329 —	—	0,22	0

Dans l'échantillon entier :

a) Teneur totale en protéine : 2,95 %.

b) Teneur totale en caséine : 2,43 %.

Résumé.

En tenant compte de l'ensemble des données ci-dessus, on est bien fondé à conclure que le développement de l'insolubilité des protéines.

du lait en poudre pendant sa période d'emmagasinage doit être attribué à la présence d'humidité. Il y avait absence complète de caséine en suspension après traitement centrifuge dans des conditions bien définies au bout de 7 à 8 semaines pendant lesquelles on y avait fait circuler chaque jour environ 100 litres d'air humide (70 à 75 % d'humidité). Pendant cette période, et dans les conditions de l'essai, la teneur en humidité de la poudre augmenta de moins de 2 % jusqu'à environ 11 %.

On constate qu'il se produit exactement la même absorption d'humidité et, par suite, le même développement de l'insolubilité de la caséine, aussi bien dans les poudres obtenues par le procédé du double cylindre de Just que dans les poudres obtenues par le procédé de pulvérisation.

L'air exempt d'humidité circulant dans la poudre de lait dans les mêmes conditions que l'air humide n'a pas provoqué de changement, quel qu'il soit, dans la solubilité des protéines au cours d'une période de six mois et, d'après les résultats, ainsi que d'après la qualité et les propriétés intrinsèques de la poudre constatées par les observations faites à l'expiration de cette période, on pense que les protéines doivent conserver leur solubilité initiale pendant un temps indéfini, ou aussi longtemps que la poudre est parfaitement exempte d'humidité.

La solubilité initiale de la caséine de la poudre de lait peut se conserver pendant une année, ou plus, à condition que sa teneur en humidité soit maintenue inférieure à 3 % pendant la période d'emmagasinage. Dans de la poudre dont la teneur en humidité a été maintenue entre 4 et 5 %, on a constaté, pendant tout le cours d'une année, une insolubilité plus grande que dans les échantillons dont la teneur en humidité était maintenue à 3 % ou moins. Des échantillons dont la teneur en humidité avait été maintenue à environ 3 à 5 %, et dont la solubilité n'avait manifesté qu'un léger changement pendant la période d'une année, sont devenus presque complètement insolubles en l'espace de quelques jours lorsque leur teneur en humidité a été subitement élevée à 6,5 à 7 %. Des échantillons dans lesquels la teneur en humidité avait été maintenue aussi voisine que possible de 5 % pendant toute une année ont montré une plus grande insolubilité que les échantillons dont la teneur en humidité avait été graduellement élevée de 4 à 5 % pendant la même période.

La matière précipitée obtenue en centrifugant de la poudre de lait insolubilisée obtenue par le procédé de Just contient approximativement 93 % de matière protéique et 7 % de cendres. Les cendres se composent presque exclusivement d'oxyde de calcium, de magnésium et d'acide phosphorique. L'analyse démontre d'une manière évidente

que c'est du phosphate de calcium et sans doute aussi de magnésium insoluble qui forme le constituant principal de la matière minérale précipitée.

L'INSOLUBILISATION PROGRESSIVE DES POUDRES DE LAIT,

par M. MARC FOUASSIER,
de l'Institut Pasteur.

L'insolubilisation progressive qu'accusent certaines poudres de lait, peu de temps après leur fabrication, est un phénomène bien connu que déplorent tous ceux qui s'intéressent à ce produit, car cette grave modification dans l'état de la poudre se répercute sur son utilisation.

En effet, ces poudres insolubles ou partiellement solubles ne sauraient être employées pour l'alimentation directe des adultes, à plus forte raison des enfants, soit seules, soit incorporées à des féculents ou à du cacao, leur emploi à cet état étant subordonné à leur solubilité; leur emploi en biscuiterie ou en boulangerie n'offre pas par contre d'inconvénients sérieux.

L'insolubilisation m'est apparue particulièrement rapide pour les poudres obtenues par le procédé de dessiccation du lait répandu en nappes sur des cylindres chauffés. La pellicule lactée est, on le sait, détachée du cylindre à chaque révolution de celui-ci et ensuite tamisée, puis ensachée. Elle m'est apparue au contraire très lente, et même insensible, après une année, pour une poudre obtenue par le procédé de pulvérisation du lait en chambre chaude, comme c'est le cas pour certaines poudres américaines conservées après fabrication dans des boîtes en fer blanc.

Il n'est pas dans mon intention de démontrer dans cet exposé la supériorité d'une poudre de lait quelconque ou d'un procédé de fabrication, la comparaison entre une poudre obtenue par le procédé des cylindres et une poudre obtenue par pulvérisation ne devant servir qu'à donner l'explication d'un phénomène biologique qui a particulièrement retenu mon attention et qui est susceptible d'intéresser de nombreux fabricants. C'est à ce titre que je crois utile d'exposer plus largement ici les résultats d'un travail publié par ailleurs (1).

Selon le procédé de fabrication employé, la poudre de lait a un aspect très différent. Examinée au microscope, elle se présente en

(1) *Bulletin Soc. Chimie Biol.*, juin 1923.