

- [42] Ch. PORCHER. *Le Lait*, 1930, **10**, 667.
- [43] T. POSTERNAK et H. POLLACZER. *Helv. Chim. Acta*, 1941, **24**, 1190.
- [44] M. POTTERAT et H. ESCHMAN. *Trav. Chim. Alim. et Hyg.*, 1954, **45**, 312.
- [45] F. W. PUTNAM, « The proteins », H. NEURATH et K. BAILEY. *Acad. Press*, New York, 1953, I B, chap. 9.
- [46] H. W. SCHULTZ, W. H. SEEGERs et H. A. MATTILL. *Proc. Soc. exp. Biol.*, 1935, **32**, 1026.
- [47] R. C. WARNER. *J. Am. Chem. Soc.*, 1944, **66**, 1725.
- [48] A. J. WOJWOD et F. V. LINGGOOD. *Nature*, 1949, **163**, 218.
- [49] M. M. YENSON. *Bull. Fac. Med. Istambul*, 1946, **9**, 166, d'après C. A., 1947, 1046 h.
- [50] Ch. ZINZADZE. *Ind. Eng. Chem. Anal. Ed.*, 1935, **7**, 227.

---

## SUPPLÉMENT TECHNIQUE

---

### L'EMPLOI DE L'ACIDE LACTIQUE DANS LA FABRICATION DE LA CASÉINE

par

G. GÉNIN

Ingénieur E.P.C.I.

Depuis quelques années, l'industrie mondiale de la caséine a subi certaines modifications sous l'influence de facteurs économiques et techniques. Tout d'abord, les difficultés d'écoulement de la poudre de lait écrémé ont incité certains fabricants à convertir leur installation de fabrication de poudre en installation de fabrication de caséine, afin de trouver un écoulement rémunérateur au lait écrémé constituant un sous-produit de certaines de leurs fabrications. D'autre part, la consommation de la caséine ayant sensiblement évolué, certaines utilisations, comme la fabrication de la fibre de caséine, ont pratiquement disparu ; par contre les emplois de la caséine comme matière de couchage dans l'industrie du papier se sont développés et enfin surtout la caséine est devenue une matière première pour certaines industries alimentaires, particulièrement sous la forme de son sel de sodium, ce qui a obligé les fabricants de caséine à livrer un produit plus pur que la caséine destinée à des applications techniques. Enfin, l'augmentation continue des dépenses de main-d'œuvre a conduit certains producteurs à adopter un procédé de fabrication continu de la caséine, prenant

la place de l'ancien procédé où l'on opérait par lots successifs et dans ce procédé, il a donc fallu adopter une méthode de précipitation continue de la caséine reposant sur l'emploi d'un acide minéral ajouté au lait écrémé, le plus souvent de l'acide chlorhydrique.

C'est en particulier en Australie que ce procédé de fabrication continue a pris une certaine importance ; mais, lorsque les laiteries de la Nouvelle-Zélande voulurent à leur tour entreprendre cette fabrication, elles furent arrêtées par le prix élevé de l'acide chlorhydrique en vigueur dans ce pays qui ne possède pas de fabrique d'acide chlorhydrique, le produit devant par conséquent être importé et subissant de ce fait d'importants frais d'emballage et de transport.

C'est alors que les spécialistes de Nouvelle-Zélande, envisagèrent de remplacer, dans la fabrication de la caséine, l'acide chlorhydrique par l'acide lactique brut et dilué que l'on peut obtenir par fermentation du sérum provenant justement de la séparation de la caséine. Les recherches entreprises sur ce nouveau procédé ont fait l'objet d'une publication de N. OETKER de la Rangitaiki Plains Dairy Co de Edgecumbe (Nouvelle-Zélande), à laquelle nous empruntons les renseignements qui suivent.

### Fabrication de l'acide lactique

On sait que la réaction de base de la fabrication de l'acide lactique est la fermentation du lactose en acide lactique qui est neutralisé au fur et à mesure de sa formation par addition de chaux, le lactate de calcium finalement obtenu étant traité par l'acide sulfurique pour libérer l'acide lactique, avec formation de sulfate de calcium comme sous-produit. Le sérum provenant de la fabrication de la caséine, qui contient 4,6 p. 100 de lactose, peut fournir 7,8 p. 100 de lactate de calcium. Mais dans le cas qui nous intéresse, l'acide lactique destiné à la précipitation de la caséine n'a pas besoin d'être purifié, de telle sorte que de nombreuses opérations, nécessaires dans la fabrication de l'acide lactique du commerce, ne sont plus ici indispensables.

#### *Fermentation.*

Pour que cette opération puisse s'effectuer d'une façon satisfaisante, trois conditions doivent être remplies :

— Le temps nécessaire à la fermentation ne doit pas dépasser 48 heures,

— Les organismes microbiens utilisés doivent pouvoir travailler dans un milieu d'un  $pH$  compris entre 4,2 et 4,6 pour éviter tout

danger de fermentation butyrique, puisque le milieu n'est pas stérile ;

— Ces organismes doivent pouvoir travailler à des températures de 48-49°C. Les chimistes australiens ont constaté que l'irradiation d'une culture de *L. bulgaricus* produit une mutation et qu'il devient possible d'extraire, de la préparation irradiée, des souches répondant aux conditions imposées ci-dessus.

On peut également concevoir une installation permettant de réaliser une fermentation continue qui permet de réduire les dépenses d'exécution et de régler plus facilement l'opération. Pour cela, il est nécessaire que le déplacement du liquide dans le récipient de fermentation n'entraîne pas une quantité de cellules supérieure au nombre de cellules formées dans l'appareil.

Pratiquement, comme le taux de conversion maximal est atteint pour une concentration en lactose de 2 p. 100, il est recommandé d'opérer avec une installation continue de fermentation en 2 étages, l'un opérant avec une concentration en lactose de 2 p. 100, le second à la concentration en lactose acceptée pour le liquide sortant de l'appareil après fermentation (0,2 p. 100).

#### *Neutralisation.*

Afin de maintenir active la flore bactérienne pendant toute la durée de la fermentation, une neutralisation fréquente de l'acide lactique est nécessaire. Avec les souches de *L. bulgaricus* utilisées, un *pH* de 4 est la valeur minimale au-dessous de laquelle il ne faut pas opérer, mais même pour un *pH* de 4,2 la vitesse de fermentation du lactose est ralentie de telle sorte qu'il y a intérêt à opérer à un *pH* supérieur. Cette neutralisation peut s'effectuer :

- soit par addition d'une boue de chaux éteinte ;
- soit par addition de carbonate de calcium à l'état solide.

Cette seconde façon d'opérer est préférable, car la totalité de l'agent neutralisant peut être ajoutée au début de l'opération, où toutes les 24 heures dans une installation opérant en continu, en outre, le carbonate de calcium peut être ajouté à l'état solide, ce qui évite toute dilution du milieu et le prix de ce réactif est inférieur à celui de la chaux éteinte.

La formation de gaz carbonique qui résulte de cette addition n'est pas un inconvénient, car au *pH* auquel on opère, la mousse qui se forme est très instable et le CO<sub>2</sub> aide à chasser l'oxygène et favorise la croissance de *L. bulgaricus*, organisme anaérobie.

On peut également procéder à la neutralisation en adoptant le principe du lit fluidisé. On constitue dans un récipient séparé un lit de carbonate de chaux dans lequel on fait circuler le liquide prélevé

dans le récipient de fermentation par un ajutage latéral. La vitesse du courant liquide doit être suffisante pour maintenir le carbonate de chaux en suspension au fond de la cuve, mais insuffisante pour qu'il y ait risque d'entraînement de particules de carbonate vers la cuve de fermentation. Cette vitesse peut être facilement calculée, connaissant la densité du liquide, celle du  $\text{CO}_3 \text{Ca}$  utilisé et les dimensions moyennes des particules de carbonate. Il faut en outre que cette vitesse permette la circulation d'une fois le volume de la cuve toutes les trois heures.

#### *Libération de l'acide lactique.*

Lorsque la fermentation du lactose est terminée, le lactate de calcium formé est traité par l'acide sulfurique pour mettre en liberté l'acide lactique. Comme l'acide lactique brut suffit pour la précipitation de la caséine, il n'est pas nécessaire de précipiter les albumines du sérum avant l'addition d'acide sulfurique, pas plus qu'il n'est nécessaire de séparer le lactate de calcium par cristallisation.

La concentration en acide lactique du produit final peut se calculer comme suit. En supposant une concentration en lactose de 5 p. 100 et en acide lactique de 0,5 p. 100 dans le sérum avant fermentation, la composition du liquide à la fin de la fermentation est de :

Acide lactique .....	0,9 à 1,3 p. 100
Lactate de calcium .....	5,6 p. 100
Lactose .....	0,1 à 0,2 p. 100

On peut compter sur une conversion du lactose en acide lactique de 98 p. 100, car la formation d'acides volatils tels que l'acide acétique est très réduite. On obtient donc finalement, compte tenu de l'acide lactique déjà présent et du lactose non fermenté, une concentration en acide lactique de 5,3 p. 100.

L'acide sulfurique concentré est ajouté directement dans la cuve contenant la solution de lactate de calcium, mais pour éviter une réaction trop violente, la vitesse d'addition de l'acide ne doit pas dépasser 21 kg d'acide à l'heure pour 500 kg de solution.

C'est également cette vitesse d'addition qui affecte la formation du sulfate de calcium légèrement soluble dans le liquide. Celui-ci commence à cristalliser dès que la solution est sursaturée et pour permettre la formation de gros cristaux de  $\text{SO}_4 \text{Ca}$  qui décanteront facilement, ce qui permet d'obtenir une solution limpide d'acide lactique, il y a intérêt à ajouter lentement l'acide sulfurique. On emploie également un léger excès d'acide sulfurique pour diminuer

la solubilité du sulfate de calcium et éviter la présence de ce produit dans la caséine, ce qui augmenterait la teneur en cendres de cette dernière.

Cependant, cet excès d'acide sulfurique provoquera la précipitation à l'état de  $\text{SO}_4 \text{Ca}$  du calcium contenu dans le lait écrémé, mais un simple calcul montre que dans ces conditions, la concentration en  $\text{SO}_4 \text{Ca}$  est telle que ce produit reste encore soluble et il ne risque pas d'être entraîné par la caséine précipitée.

Pratiquement, dans les usines australiennes, on s'arrange pour obtenir une solution brute d'acide lactique contenant 5,3 p. 100 de cet acide et une quantité d'acide sulfurique libre équivalent à 0,7 p. 100 d'acide lactique.

Tout en reconnaissant la valeur douteuse que peuvent avoir les renseignements qui suivent et qui tiennent compte de conditions particulières à un pays très éloigné, nous donnons ci-dessous le prix de revient de la quantité de solution d'acide lactique préparée par le procédé précédent nécessaire à la fabrication d'une short ton (907 kg) de caséine.

	£	s	d
Carbonate de chaux : 115 kg à £ 4/4/2 par ton .....	0	11	3
Acide sulfurique : 68 kg à £ 18 par ton .....	1	4	0
Dépenses de combustible et de vapeur pour porter le sérum à la température de fermentation .....	0	2	6
Main-d'œuvre .....	0	12	0
Amortissement et intérêt du capital .....	0	11	0
	<hr/>		
	3	0	9

Il faut d'ailleurs signaler que dans des pays comme la Nouvelle-Zélande, le sulfate de calcium obtenu comme sous-produit présente une certaine valeur marchande, il peut être, après séchage et broyage, vendu à des fabricants de ciment ou utilisé pour la fabrication du plâtre.

### Fabrication de la caséine

Lorsque l'on prépare la caséine lactique par le procédé conventionnel, le précipité qui se forme au sein du lait écrémé est soumis à l'action de l'acide lactique et à l'action de certains autres produits de l'action bactérienne, à la fois pendant toute la durée de la fermentation et jusqu'à ce que la précipitation soit complète, c'est-à-dire pendant un temps beaucoup plus long que dans le nouveau procédé. Il se peut donc que le précipité obtenu, tout en ayant un aspect analogue, soit différent du produit préparé par le procédé orthodoxe.

D'autre part, si la caillebotte n'est pas soumise à une acidulation suffisante, on obtient une caséine à forte teneur en cendres, car les cendres du lait sont solubles dans les acides, mais non dans l'eau. Il en résulte que pour produire une caséine précipitée par addition d'acide lactique, de même qualité et de même teneur en cendres que la caséine normale, il faut dissoudre les cendres dans l'acide lactique et séparer le liquide de la caillebotte avant de procéder au lavage. On voit que l'opération d'acidification va jouer un rôle important.

Il faut également que cette précipitation se fasse au point iso-électrique de la caséine ( $pH = 4,6$ ) ; dans le cas contraire, la précipitation est incomplète ou on obtient un produit plus difficile à traiter, en même temps que les pertes deviennent importantes par suite de la formation de particules extrêmement fines. Pratiquement, le  $pH$  sera contrôlé par un dispositif électrométrique permettant de faire des mesures à 0,01 unité près de  $pH$ .

#### *Précipitation.*

Le lait écrémé est chauffé à une température de 42-43°C et l'acide et le lait sont mélangés en les faisant circuler dans une tuyauterie de 75 mm de diamètre. La durée de contact entre l'acide et le lait, avant l'arrivée dans la cuve d'acidification, doit être de l'ordre de 2 à 3 secondes. Pour parvenir à ce résultat, l'acide est injecté dans la tuyauterie dans laquelle circule le lait écrémé à environ 1,80 à 2,40 m du point de décharge dans la cuve. Le sérum et la caillebotte sont étendus sur un plateau muni de nervures, dont le but est d'obtenir une masse de grandeur raisonnable. La forme du plateau ne présente pas une grande importance tant que la vitesse de circulation du liquide reste insuffisante pour briser la masse de la caillebotte.

#### *Acidification.*

Cette très importante opération s'effectue généralement dans une cuve de dimensions appropriées munie d'un trop plein. Dans une installation fonctionnant en continu, l'appareil de précipitation débouche dans la cuve à une de ses extrémités et le trop plein est disposé à l'extrémité opposée. La durée de contact varie avec la vitesse d'écoulement, ainsi avec une vitesse de précipitation d'environ 10 m<sup>3</sup> à l'heure, une durée d'acidification de 30 à 35 minutes est suffisante.

### *Séparation du sérum et lavage.*

Dans l'usine néo-zélandaise, la séparation de la caillebotte et son lavage sont réalisés dans une installation exécutée par la firme McKENZIE et RIDLEY Ltd qui permet d'effectuer ces opérations d'une façon continue.

L'atelier comporte une installation de séparation du sérum de la caillebotte en acier inoxydable, une section de pré-lavage, trois postes de lavage en acier inoxydable et finalement une presse à courroie.

L'installation de séparation et de pré-lavage comporte une courroie constituée par une toile métallique à mailles fines, commandée par un moteur à vitesse variable. Au-dessous de la toile, se trouvent des plateaux destinés à recueillir le sérum qui s'égoutte de la caillebotte et le liquide provenant de la pulvérisation d'eau au-dessus de la courroie, destinée à effectuer un pré-lavage et à entraîner le sérum non complètement égoutté. La courroie passe ensuite sous un rouleau, de façon à exprimer le dépôt de caillebotte et à éliminer encore une nouvelle quantité de sérum.

Les trois sections de lavage proprement dit sont identiques de forme et de mode d'action. Chaque chambre de lavage est constituée par une large cuve munie d'un agitateur à quatre pales commandé par un disque excentrique monté sur l'axe d'un moteur. Le déplacement semi-rotatif de l'agitateur maintient en suspension le précipité dans l'eau qui est introduite dans la cuve. La concentration du précipité dans la cuve est réglée par un ajustage latéral, situé près du fond, qui permet de recueillir la suspension dans un élévateur à godets, en vue de son transfert à l'installation de filtration.

Le filtre, qui est surtout un dispositif destiné à éliminer la majeure partie de l'eau du précipité, est du type filtre à tambour rotatif dont la périphérie est recouverte d'une toile en Nylon à fines mailles. L'eau qui traverse le filtre est évacuée par une tubulure passant dans l'axe creux du tambour. Le précipité est recueilli dans un nouvel élévateur à godets et est transféré au second poste de lavage.

Les différents appareils de l'installation : agitateur, filtre et élévateur sont commandés par des moteurs à vitesse variable que l'on peut régler en fonction du débit de l'installation. La caséine sortant du dernier poste de lavage est déposée sur une courroie constituée par une toile métallique qui passe entre des rouleaux presseurs pour expulser l'humidité et elle est dirigée vers l'installation de séchage.

Le séchage, le lavage et le tamisage se font de la même façon que dans les fabriques normales de caséine.

L'installation néo-zélandaise que nous venons de décrire d'après les renseignements fournis par N. OETIKER dans son étude du procédé est aujourd'hui en fonctionnement depuis plus de deux ans. Elle a permis de produire d'abord de l'acide lactique dans des conditions avantageuses et ensuite une caésine de très bonne qualité, comparable à la caséine en vente sur les marchés mondiaux. Signalons pour terminer que le procédé est couvert par un brevet néo-zélandais [2] exploité par la Rangitaiki Plains Dairy Co Ltd et par un brevet australien [3] qui est la propriété de la James Bell Machinery Ltd.

#### RÉFÉRENCES

- [1] N. OETIKER, *Austr. J. Dairy Technol.*, avril-juin 1960, p. 69.
- [2] Brevet néo-zélandais n° 121 058.
- [3] Brevet australien n° 48 039 de 1959.

---

## Bulletin Analytique

---

### Revue

#### Plastiques, colles et peintures

Voronin (F. M.). — **Nouveaux matériaux pour la construction des bâtiments de Stalingrad.** *Stalingrad Prom. Soviet. Narod. Khoz. Stalingrad. Ekon. Admin.*, nos 2-3, p. 52, 1958.

Parmi les nouveaux matériaux utilisés dans la construction des bâtiments de Stalingrad, il est décrit la préparation d'un mastic adhésif à base de caséine, qui possède les qualités d'adhérence des colles à base de caséine, mais dont le prix de revient est plus avantageux. Ce produit est constitué par un mélange de 24 p. 100 de caséine, de 17 p. 100 de ciment Portland de la qualité 400 et de 59 p. 100 de chaux. Ces constituants sont broyés en présence d'eau, de façon à obtenir un mastic ayant une consistance convenable. Ce mastic peut être utilisé dans tous les travaux de construction de charpente, pour le collage du linoléum au sol et le collage du papier type Lincrusta aux parois. Il résiste à l'action de l'eau, il est d'une préparation économique et sa résistance au décollement est de 50 à 80 kg/cm.

G. Génin.