

Utilisation de la technique d'ultrafiltration pour récupérer du lactosérum des enzymes coagulantes des protéines du lait

par

W. CHOJNOWSKI, S. POZNANSKI, A. REPS
et Z. SMIETANA

*Institut du Génie et de la Biotechnologie alimentaire
de l'Université Agrotechnique d'Olsztyn (Pologne)*

Au cours des dernières années, le manque de présure s'est fait remarquer sensiblement sur le marché mondial. Les prix de la présure ont augmenté plusieurs fois et ils continuent de manifester la même tendance [5].

De crainte que le déficit en présure ne puisse entraîner la limitation de la fabrication des fromages, on a trouvé nécessaire d'entreprendre des recherches sur la possibilité de remplacer la présure, totalement ou partiellement, par d'autres préparations enzymatiques [12, 14, 15, 16, 17, 18]. Quelques pays ont déjà mis en œuvre la production de succédanés de présure à l'échelle industrielle. Parmi les produits les plus connus et les plus répandus, on peut citer des préparations enzymatiques, telles que le « Meito », produit au Japon, la « Fromase », d'origine française, la « Rennilase », fabriquée au Danemark, et le « Suparen » provenant des Etats-Unis [14]. Un des moyens pour diminuer l'usage de la présure, est l'immobilisation des enzymes. L'avantage de l'enzyme immobilisée est de pouvoir l'employer dans des procédés continus et discontinus, et de l'utiliser de nouveau après la reconstitution. Le désavantage de ce procédé est d'être bien coûteux et de durer trop longtemps, et ce fait est un obstacle pour l'utilisation en fromagerie [19].

Maubois et Mocquot rapportent que la quantité d'enzymes coagulantes des protéines de lait peut être diminuée de 80 p. 100 environ en utilisant l'ultrafiltration dans la fabrication des fromages [11].

De nombreuses recherches ont fait constater que, au cours de la fabrication du fromage, 70-80 p. 100 des préparations enzymatiques, qui étaient employées pour la coagulation des protéines du lait, pas-

saient dans le lactosérum et que, jusqu'à présent, il était impossible de les récupérer [3, 9, 13].

Dans notre Institut, on a développé et breveté un procédé pour récupérer ces enzymes coagulantes qui passent dans le lactosérum, en se servant des installations d'ultrafiltration [2]. Cette méthode permet de récupérer les enzymes avec des pertes minimales de leur activité.

Dans le présent rapport, on a étudié l'activité de coagulation des préparations enzymatiques récupérées qui se trouvaient dans ces concentrés de lactosérum, directement après le procédé d'ultrafiltration et après conservation. On a aussi déterminé l'influence de l'enrichissement du lait avec du concentré de lactosérum sur les changements de coagulabilité et la fermeté du caillé.

PROTOCOLE EXPERIMENTAL

Dans nos expériences, les préparations enzymatiques suivantes étaient employées :

- « Présure » : préparation en poudre, d'activité 1/100 000, produite au Danemark par la Société Hansen.
- « Meito » : préparation en poudre, d'activité 1/300 000, produite au Japon par la Meito Sangyo Co Ltd.
- « Fromase » : préparation en poudre, d'activité 1/100 000, produite en France par la Société « Rapidase ».
- « Rennilase » : préparation en poudre, d'activité 1/100 000, produite au Danemark par « Novo Industri A/S/ ».

Le lactosérum était obtenu du lait écrémé, après coagulation des protéines en utilisant des préparations mentionnées. Ces préparations étaient introduites dans le lait à la température de 32-35° C, en quantité suffisante pour obtenir, après 30 mn, un caillé susceptible d'être coupé. Séparé du caillé, le lactosérum était centrifugé et pasteurisé à 60° C pendant 3-5 mn. Refroidi jusqu'à 10-12° C, le lactosérum subissait le procédé d'ultrafiltration dans un dispositif du type « DDS Reverse Osmosis System UT/HT Modèle 20-036 LAB », en utilisant des membranes DSS 600, à la pression 5-6 atmosphères, ainsi que dans un dispositif Amicon DC 30 E High-Yield Hollow Fiber Concentration/Dialysis System, en utilisant des membranes H 10 P 5, à la pression de 1-1,5 atmosphère. L'ultrafiltration était effectuée jusqu'à obtenir la concentration de dix ou vingt fois, en comparaison du volume initial.

En lactosérum, et en concentrés du lactosérum obtenus, des déterminations suivantes étaient effectuées : teneur en extrait sec, teneur en matière azotée totale, teneur en matières azotées non protéiques (NPN) [6], acidité active et activité de coagulation des pré-

parations enzymatiques contenues. L'activité de coagulation était mesurée à l'aide de poudre de lait « soluble instantanément », et reconstitution avec une solution de CaCl à 0,01 M. Dix ml de lait étaient additionnés de 5 ml de lactosérum ou bien de 5 ml de concentrés du lactosérum obtenus, et le temps de floculation des protéines de lait y était déterminé. Des changements de la coagulabilité de lait sous l'influence de la présure, en relation avec le pourcentage du concentré de lactosérum étaient aussi étudiés. Ces déterminations étaient effectuées en mesurant la résistance que fait le lait coagulant à une sphère qui se meut, dans la masse. On se servait d'un dispositif spécial, construit par Eisele *et al.* [4]. Ce dispositif est un système balancé, où l'accroissement de la force statique est automatiquement composée par le poids d'eau, qui coule d'un vase calibré.

RESULTATS ET DISCUSSION

Le tableau 1 représente l'analyse de la composition chimique du lactosérum avant l'ultrafiltration, ainsi que celle des concentrés obtenus.

La teneur en protéines du lactosérum avant l'ultrafiltration variait de 0,88 à 1 p. 100, tandis que la teneur en extrait sec variait de 6,2 à 6,38 p. 100. Après l'ultrafiltration, des concentrés à concentration décuple contenaient 5,36-6,80 p. 100 de protéines, tandis que leur teneur en extrait sec variait entre 13,62 et 14,32 p. 100.

La teneur en azote non protéique du lactosérum avant ultrafiltration (N.P.N.) variait de 20,00-25,53 p. 100 d'azote total, tandis que celle des concentrés à concentration décuple était bien moins élevée et variait entre 2 et 2,98 p. 100.

Des concentrés du lactosérum à concentration vingtuple contenaient de 8,04 à 9,25 p. 100 de protéines, leur teneur en extrait sec étant de 18,6-19,87 p. 100, tandis que leur teneur en azote non protéique était minime et variait entre 0,79 et 1,72 p. 100 d'azote total. Ces résultats ont été confirmés par Bednarski *et al.* [1], Hays *et al.* [8] et Khorshid [10] qui ont constaté que, au cours de l'ultrafiltration du lactosérum, l'azote non protéique passait presque totalement dans l'écoulement.

On a constaté que la conservation de courte durée des concentrés du lactosérum (24 h à 8-10° C) n'entraînait pas de changements essentiels dans la teneur en matières azotées non protéiques.

Des expériences ont montré que l'acidité active du lactosérum concentré diminuait insensiblement. Les changements les plus considérables de l'acidité étaient observés en cas de concentration du lacto-

sérum qui avait été obtenu du lait coagulé par la présure. La valeur de pH de ce lactosérum diminuait de 6,6 jusqu'à 6,08 pour le concentré à concentration décuple et jusqu'à 5,68 pour celui à concentration vingtuple. En cas de concentration du lactosérum qui était obtenu après la coagulation avec les autres préparations enzymatiques, les changements du pH étaient considérablement inférieures et se présentaient de la manière suivante : pour le lactosérum concentré qui était obtenu du lait coagulé avec la préparation « Meito », la valeur de pH s'abaissait respectivement de 6,82-6,67 jusqu'à 6,74-6,59 pour le concentré à concentration décuple et jusqu'à 6,69-6,57 pour le concentré à concentration vingtuple. La préparation « Fromase » étant utilisée, la réduction du pH était de 6,7-6,62 jusqu'à 6,42-6,35 pour le concentré décuple et jusqu'à 6,3-6,21 pour le concentré vingtuple. Enfin, la préparation « Rennilase » faisait diminuer le pH de 6,76-6,7 jusqu'à 6,47-6,4 pour le concentré après la concentration décuple et jusqu'à 6,37-6,29 pour le concentré qui avait été obtenu par la concentration vingtuple (tab. 1).

TABLEAU 1

Caractéristique des concentrés du lactosérum obtenus par le procédé d'ultrafiltration

Déterminations faites	A. Lactosérum avant l'ultrafiltration							
	Immédiatement après le découpage du caillé				Après conservation de 24 h à 12° C			
	P	M	F	R	P	M	F	R
Extrait sec p. 100	6,35	6,25	6,15	6,31	6,33	6,38	6,02	6,14
N total	0,16	0,15	0,15	0,15	0,15	0,16	0,14	0,14
Protéines $N_t \times 6,38$	1,00	0,96	0,96	0,96	0,96	1,00	0,89	0,89
NPN p. 100	0,033	0,030	0,035	0,036	0,030	0,038	0,034	0,036
NPN en N_t	20,63	20,00	23,33	23,38	23,08	23,75	24,28	25,53
pH	6,60	6,82	6,70	6,76	6,57	6,67	6,62	6,70

Type de préparation employée pour la coagulation des protéines du lait : P : présure, M : meito, F : fromase, R : rennilase.

Déterminations faites	B. Concentré du lactosérum à concentration décuple							
	A partir du lactosérum obtenu immédiatement après le découpage du caillé				A partir du lactosérum conservé 24 h à 12° C			
	P	M	F	R	P	M	F	R
Extrait sec p. 100	14,07	13,81	14,32	13,81	14,25	14,06	13,86	13,62
N total	1,07	0,90	0,94	0,97	1,00	0,94	0,84	0,95
Protéines $N_t \times 6,38$	6,82	5,71	6,00	6,19	6,38	6,00	5,36	6,04
NPN p. 100	0,024	0,022	0,025	0,027	0,020	0,028	0,021	0,025
NPN en N_t	2,24	2,44	2,67	2,79	2,00	2,98	2,50	2,64
pH	6,08	6,74	6,42	6,47	6,00	6,59	6,35	6,40

Type de préparation employée pour la coagulation des protéines du lait :
P : présure, M : meito, F : fromase, R : rennilase.

Déterminations faites	C. Concentré du lactosérum à concentration décuple, conservé 24 h à 8° C - 10° C							
	A partir du lactosérum obtenu immédiatement après le découpage du caillé				A partir du lactosérum conservé 24 h à 12° C			
	P	M	F	R	P	M	F	R
Extrait sec p. 100	14,07	13,81	14,32	13,81	14,25	14,06	13,86	13,62
N total	1,07	0,90	0,94	0,97	1,00	0,94	0,84	0,95
Protéines $N_t \times 6,38$	6,82	5,71	6,00	6,19	6,38	6,00	5,36	6,04
NPN p. 100	0,029	0,028	0,026	0,027	0,024	0,031	0,021	0,026
NPN en N_t	2,71	3,11	2,77	2,79	2,40	3,30	2,50	2,73
pH	6,06	6,73	6,40	6,44	6,00	6,58	6,35	6,37

Type de préparation employée pour la coagulation des protéines du lait :
P : présure, M : meito, F : fromase, R : rennilase.

Déterminations faites	D. Concentré du lactosérum à concentration vingtuple							
	A partir du lactosérum obtenu immédiatement après le découpage du caillé				A partir du lactosérum conservé 24 h à 12° C			
	P	M	F	R	P	M	F	R
Extrait sec p. 100	19,29	18,27	19,87	18,26	18,94	19,20	19,42	18,34
N total	1,34	1,28	1,45	1,36	1,26	1,26	1,31	1,32
Protéines N _t × 6,38	8,55	8,17	9,25	8,67	8,04	8,04	8,36	8,44
NPN p. 100	0,017	0,017	0,017	0,019	0,010	0,015	0,015	0,020
NPN en N _t	1,27	1,33	1,17	1,40	0,79	1,19	1,14	1,51
pH	5,68	6,69	6,30	6,37	5,60	6,50	6,21	6,29

Type de préparation employée pour la coagulation des protéines du lait :
P : présure, M : meito, F : fromase, R : rennilase.

Déterminations faites	E. Concentré du lactosérum à concentration vingtuple conservé 24 h à 8° C - 10° C							
	A partir du lactosérum obtenu immédiatement après le découpage du caillé				A partir du lactosérum conservé 24 h à 12° C			
	P	M	F	R	P	M	F	R
Extrait sec p. 100	19,29	18,27	19,87	18,26	18,94	19,20	19,42	18,34
N total	1,34	1,28	1,45	1,36	1,26	1,26	1,41	1,32
Protéines N _t × 6,38	8,55	8,04	8,36	8,44	8,04	8,04	8,99	8,44
NPN p. 100	0,020	0,022	0,018	0,020	0,014	0,024	0,016	0,021
NPN en N _t	1,49	1,72	1,24	1,47	1,11	1,90	1,22	1,59
pH	5,65	6,66	6,27	6,34	5,54	6,47	6,20	6,27

Type de préparation employée pour la coagulation des protéines du lait :
P : présure, M : meito, F : fromase, R : rennilase.

Une série d'essais avait pour but d'examiner l'activité de coagulation des préparations enzymatiques qui passaient dans le lactosérum, directement après la coagulation des protéines de lait et après 24 h de conservation à 12° C, ainsi que les changements d'activité de ces préparations enzymatiques au cours de la concentration du lactosérum par l'ultrafiltration. L'activité de coagulation des préparations enzymatiques utilisées était essayée après la concentration décuple et vingtuple, immédiatement après l'ultrafiltration et après une conservation de 24 h à 8-10° C.

Le tableau 2 présente des changements de la durée de floculation des protéines de lait due aux préparations enzymatiques contenues dans le lactosérum et dans les concentrés du lactosérum. La durée de la floculation des protéines de lait par des préparations enzymatiques présentes dans le lactosérum pris immédiatement après la coagulation des protéines de lait variait de 1250 s pour la « Fromase » jusqu'à 1805 s pour la présure. Le temps de floculation des protéines de lait par les préparations étudiées n'était pas prolongé dans le cas de lactosérum conservé pendant 24 h à 12° C, il était de 1440 s pour la « Fromase » et de 1930 s pour la présure. La réduction de l'activité était, en pourcentage, de 7 p. 100 pour la présure, de 25 p. 100 pour le « Meito », 15 p. 100 pour la « Fromase » et de 9 p. 100 pour la « Rennilase ».

Dans les concentrés du lactosérum à concentration décuple, qui étaient obtenus du lactosérum immédiatement après le découpage du caillé, le temps de la floculation des protéines de lait par les préparations contenues variait de 320 s pour le « Meito » et la « Fromase » jusqu'à 626 s pour la présure. En pourcentage, l'augmentation de l'activité de coagulation se présente de la manière suivante : la présure - de 197 p. 100, le « Meito » et la « Fromase » - de 300 p. 100, la « Rennilase » - de 250 p. 100.

Dans les concentrés du lactosérum à concentration décuple, qui étaient obtenus du lactosérum après conservation de 24 h à 12° C, le temps de floculation des protéines du lait par des préparations enzymatiques était prolongé, ce qui résultait également de l'activité moins élevée des enzymes qui y étaient contenues avant l'ultrafiltration. La réduction d'activité était, en pourcentage, de 13 p. 100 pour la présure, de 40 p. 100 pour le « Meito », de 20 p. 100 pour la « Fromase » et de 25 p. 100 pour la « Rennilase ».

Pour des préparations enzymatiques, qui étaient contenues dans des concentrés du lactosérum à concentration vingtuple, obtenu immédiatement après le découpage du caillé, le temps de floculation des protéines de lait variait de 203 s pour le « Meito » jusqu'à 455 s pour la présure. L'augmentation de l'activité, en pourcentage, était la suivante : de 300 p. 100 pour la présure, de 520 p. 100 pour le « Meito », de 500 p. 100 pour la « Fromase » et de 600 p. 100 pour la « Rennilase ». Pourtant, dans le cas de l'ultrafiltration du lactosérum, conservé pré-

TABLEAU 2

Variations du temps de floculation des protéines du lait en utilisant des préparations enzymatiques contenues dans le lactosérum et les concentrés du lactosérum

Type de la préparation	Sorte de lactosérum	Temps de la floculation des protéines du lait par la préparation enzymatique contenue dans le lactosérum (sec.)	Floculation des protéines du lait par la préparation contenue dans le concentré du lactosérum			
			A concentration décuple		A concentration vingtuple	
			Temps de conservation			
			Immédiatement après l'ultrafiltration	24 h à 8° C - 10° C	Immédiatement après l'ultrafiltration	24 h à 8° C - 10° C
Présure	1	1805	626	644	455	495
	2	1930	710	718	520	540
Meito	3	1260	320	252	203	220
	4	1560	490	430	320	335
Fromase	5	1250	320	300	210	175
	6	1440	395	475	280	230
Rennilase	7	1416	405	305	205	180
	8	1550	510	500	325	285

1, 3, 5, 7 : lactosérum employé immédiatement après le découpage du caillé.

2, 4, 6, 8 : lactosérum conservé pendant 24 h à 12° C.

TABLEAU 3

Variations de l'activité de coagulation des préparations enzymatiques contenues dans le lactosérum, par rapport aux changements de l'extrait sec et des matières azotées au cours de l'ultrafiltration

Type de la préparation	Sorte de lactosérum	A. Concentré du lactosérum à concentration décuple		
		Taux d'augmentation de l'extrait sec	Taux d'augmentation des matières azotées	Taux de réduction du temps de floculation
Présure	1	2,21	6,80	2,88
	2	2,25	6,66	2,72
Meito	3	2,21	5,82	3,94
	4	2,20	5,87	3,18
Fromase	5	2,33	6,30	3,91
	6	2,30	6,09	3,91
Rennilase	7	2,19	6,28	3,50
	8	2,22	6,71	3,04

Type de la préparation	Sorte de lactosérum	B. Concentré du lactosérum à concentration vingtuple		
		Taux d'augmentation de l'extrait sec	Taux d'augmentation des matières azotées	Taux de réduction du temps de floculation
Présure	1	3,04	8,55	3,97
	2	2,99	8,37	3,71
Meito	3	2,92	8,30	6,21
	4	3,01	7,87	4,87
Fromase	5	3,23	9,74	5,95
	6	3,22	9,36	5,14
Rennilase	7	2,89	9,06	6,90
	8	2,98	9,38	4,77

1, 3, 5, 7 : lactosérum employé immédiatement après le découpage du caillé.

2, 4, 6, 8 : lactosérum conservé pendant 24 h à 12° C.

cédemment pendant 24 h à 12° C, dans des concentrés à concentration vingtuple, les enzymes contenues montraient un temps de floculation légèrement prolongé, c'est-à-dire, de 280 s pour la « Fromase » jusqu'à 520 s pour la présure. A l'exception de la présure, la réduction d'activité, en pourcentage, était encore plus élevée, qu'elle n'était en concentrés du lactosérum à concentration décuple. Elle était de 9 p. 100 pour la présure, de 52 p. 100 pour le « Meito », de 31 p. 100 pour la « Fromase » et de 57 p. 100 pour la « Rennilase ».

Par contre, la conservation de 24 h à 8-10° C des concentrés du lactosérum à concentration décuple et vingtuple n'entraînait point de réduction de l'activité de coagulation des enzymes contenues, et même, dans le cas des concentrés avec la « Fromase » et la « Rennilase », l'activité de coagulation augmentait légèrement, après la conservation (tab. 2). Ces observations paraissent avoir une importance pratique, parce que la conservation d'un petit volume de concentré jusqu'au lendemain est plus facile et moins coûteuse que celle d'un grand volume de lactosérum.

Le tableau 3 représente les changements d'activité de coagulation des préparations enzymatiques, contenues dans le lactosérum, par rapport aux changements des taux d'extrait sec et de matières azotées qui avaient lieu au cours de l'ultrafiltration. La concentration décuple du lactosérum ne faisait augmenter l'extrait sec que de 2,19-2,33 fois, tandis que l'augmentation des matières azotées se révélait considérablement plus élevée, à savoir, de 5,82-6,80 fois. Dans le même concentré, le temps de floculation des protéines par les enzymes contenues était réduit de 2,72-3,94 fois, en comparaison avec le temps de la floculation des protéines de lait par les enzymes qui étaient contenues dans le lactosérum avant l'ultrafiltration. La concentration vingtuple du lactosérum faisait augmenter l'extrait sec de 2,89-3,94 fois, et des matières azotées de 8,30-9,74 fois, tout en réduisant de 3,71-6,90 le temps de floculation des protéines de lait par des enzymes qui étaient contenues dans ce concentré de lactosérum.

Les résultats obtenus permettent de constater que l'extrait sec n'augmente que légèrement au cours de l'ultrafiltration, parce que, comme on le sait des études précédentes, la plus grande partie du lactose, des sels minéraux et des matières azotées non protéiques pénètre au travers des membranes et passent dans l'écoulement, et ce ne sont en général que les matières azotées des protéines qui subissent la concentration [1, 8, 10].

La réduction du temps de floculation des protéines par les enzymes présentes dans les concentrats obtenus montre que des préparations enzymatiques, qui sont contenues dans le lactosérum, subissent, elles aussi, la concentration au cours de l'ultrafiltration du lactosérum, mais en proportion différente de celle des protéines de lactosérum.

A la base des résultats obtenus, on peut aussi constater que dans des concentrés obtenus, les préparations d'origine microbienne (telles que le « Meito », la « Fromase », la « Rennilase ») montraient une activité de coagulation beaucoup plus élevée que la présure. Cela provient du fait que la présure est en partie inactivée au cours de la pasteurisation du lactosérum (60° C pendant 3-4 mn) avant l'ultrafiltration, tandis que, selon Reys *et al.* [16], la température de 60° C environ constitue un optimum pour la coagulation des protéines du lait pour les enzymes d'origine microbienne. En conséquence, les enzymes ne perdent pas d'activité au cours de la pasteurisation.

On a aussi établi la caractéristique de la coagulabilité du lait sous l'influence de la présure, après avoir été enrichi de 10, 20 et 30 p. 100 de concentré du lactosérum de présure à concentration vingtuple, obtenu par l'ultrafiltration. Les résultats obtenus étaient comparés avec la coagulabilité du lait témoin.

En résultat des mesures effectuées, des courbes de coagulation ont été tracées (diagramme d'augmentation des forces de résistance du lait par rapport au temps), dont les valeurs suivantes étaient déterminées : début de la phase de coagulation, temps maximum de coagulation et fermeté du caillé. Les résultats obtenus ont été présentés dans le tableau 4 et la figure 1.

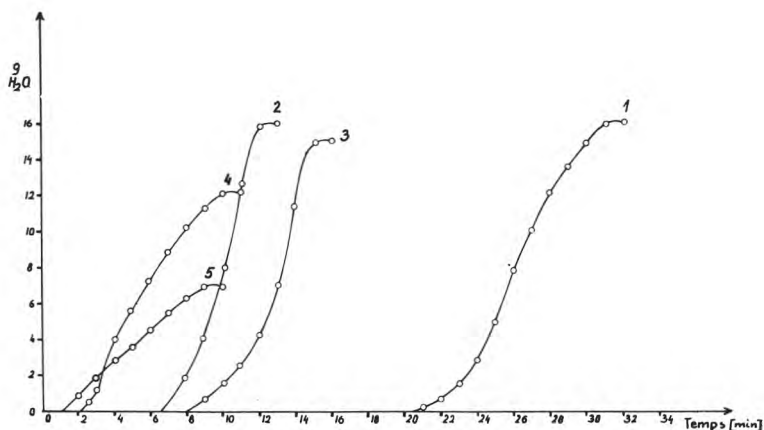


fig. 1

Courbe de coagulation du lait enrichi du concentré de lactosérum de présure à concentration vingtuple

1. Lait témoin + présure.
2. Lait + 10 p. 100 de concentré de lactosérum + présure.
3. Lait + 20 p. 100 de concentré de lactosérum + présure.
4. Lait + 30 p. 100 de concentré de lactosérum + présure.
5. Lait + 10 p. 100 de concentré de lactosérum + 1/2 de présure.

TABLEAU 4

Caractéristique de la coagulabilité du lait enrichi avec du concentré de lactosérum de présure à concentration vingtuple obtenu par l'ultrafiltration

	Teneur en protéines p. 100 $N_t \times 6,38$	Début de la phase de coagulation (mn)	Durée de coagulation (mn)	Fermeté maximale (g d'eau écoulée)	Teneur du lactosérum en protéines p. 100 $N_t \times 6,38$	Taux de matières azotées dans du lacto- sérum p. 100
Lait témoin + présure	2,93	21	32	16	0,92	31,40
Lait + 10 p. 100 de concentré de lactosérum + présure	3,36	9	12	16	1,03	30,65
Lait + 20 p. 100 de concentré de lactosérum + présure	3,81	2,5	14	12,1	2,08	54,59
Lait + 30 p. 100 de concentré de lactosérum + présure	4,24	2	11	6,9	—	—
Lait + 10 p. 100 de concentré de lactosérum + 1/2 de présure	3,36	9	15	15,1	1,06	31,55

Dans le lait témoin, le début de la phase de coagulation était observé après 21 mn depuis le moment d'emprésurage, et le caillé a atteint la fermeté maximale après 32 mn, tandis que, dans le lait additionné de 10 p. 100 de lactosérum concentré, le début de la phase de coagulation était observé après 9 mn depuis le moment d'emprésurage, et la fermeté maximale du caillé, égale à celle du lait témoin, était atteinte après 12 mn, c'est-à-dire, dans un temps plus court de 2,5 fois. Dans le lait, qui avait été enrichi de 20 p. 100 de concentré du lactosérum, le début de la phase de coagulation était déjà observé après 2 mn 5 s et la fermeté maximale du caillé obtenue (après 14 mn) était inférieure en comparaison avec le lait témoin, tandis que dans le lait enrichi de 30 p. 100 de concentré de lactosérum le début de la phase de coagulation était observé bien plus tôt, déjà 2 mn après emprésurage, mais la fermeté maximale du caillé était considérablement inférieure en comparaison avec celle du caillé obtenu du lait témoin.

On a effectué aussi l'évaluation de la coagulabilité du lait qui avait été enrichi de 10 p. 100 du concentré du lactosérum, mais additionné d'une quantité de présure de moitié inférieure à celle qui avait été ajoutée au lait témoin et aux autres échantillons essayés.

Dans le cas de cet échantillon de lait, le début de la phase de la coagulation était observé après 9 mn, et la fermeté maximale, pareille à celle du caillé obtenu du lait témoin, était réalisée après 15 mn.

A la base des résultats obtenus, on peut constater que 10 p. 100 du concentré de lactosérum à concentration vingtuple, effectuée par ultrafiltration, ajouté au lait, ne réduit point la coagulabilité, tout en accélérant la coagulation, ce qui peut permettre de réduire jusqu'à moitié la quantité de présure à ajouter au lait de fromagerie. Le phénomène que nous avons observé peut être utilisé pour les techniques de fabrication continue de fromage.

Au cours de la coagulation du lait avec 10 p. 100 de concentré du lactosérum, la proportion des matières azotées passées dans le lactosérum était presque identique à celle du lait témoin, ce qui démontre que les protéines de lactosérum, en forme d'ultrafiltrat, passent au cours de la coagulation du lait presque entièrement dans le coagulum (tab. 4).

En résumé, on peut constater que la concentration du lactosérum, au moyen des dispositifs d'ultrafiltration, permet de récupérer non seulement des protéines de haute valeur nutritive, mais aussi les préparations enzymatiques qu'elles contiennent.

L'enrichissement du lait de fromagerie avec du concentré de lactosérum, obtenu par l'ultrafiltration, permettrait de réduire la consommation de présure et d'augmenter le rendement et la valeur nutritive du produit final.

Résumé

Au cours de la concentration du lactosérum par ultrafiltration on a constaté que ce n'étaient pas seulement les protéines de lactosérum qui subissaient la concentration, mais aussi les préparations enzymatiques qui y étaient contenues. On a constaté aussi que les préparations enzymatiques d'origine microbienne (Meito, Fromase, Rennilase) qui étaient contenues dans des concentrés du lactosérum, montraient une activité de coagulation beaucoup plus élevée que celle de la présure.

Des essais ont montré que, le lactosérum étant concentré par ultrafiltration jusqu'à un vingtième de son volume initial, 10 p. 100 des concentrés ainsi obtenus, ajoutés au lait, n'en réduisaient pas la coagulabilité tout en diminuant le temps de coagulation d'une manière considérable, ce qui peut permettre de diminuer la consommation de présure en fromagerie, tout en augmentant le rendement et la valeur nutritive du produit final.

Summary

In the course of whey concentration using ultrafiltration procedure, not only whey proteins were found to be concentrated, but also enzyme preparations which were contained in whey. Simultaneously, enzyme preparations of microbial origin (Meito, Fromase, Rennilase) which were contained in the whey concentrates obtained, were found to show much higher coagulation activity than rennin did. The assays showed that, whey being concentrated by ultrafiltration to one twentieth of its original volume, 10 p. 100 of concentrates thus obtained, when added to milk, did not reduce its coagulability while accelerating the coagulation, what would allow the consumption of rennet to be reduced in cheese manufacture simultaneously increasing yield and nutritive value of end product.

Reçu pour publication en mai 1979.

Bibliographie

- [1] BEDNARSKI (W.), SLOTH-HANSEN (P.), KJAERGAARD-JENSEN (G.), SOERENSEN (H.) et POZNANSKI (S.) (1978). — Technique de concentration du lactosérum. Caractéristique des concentrés. *Le Lait*, 58, 57-70.
- [2] CHOJNOWSKI (W.), POZNANSKI (S.), SMJETANA (Z.), REPS (A.), JEDRYCHOWSKI (L.) et BABUCHOWSKI (A.) (1978). — Sposob odzysku enzymow koagulujacych bialka mleka z serwatki. Brevet polonais n° 206 206.
- [3] DUERSCH (J.W.) and ERNSTROM (C.A.) (1974). — Heat stability of residual milk-clotting enzymes in whey. *J. Dairy Sci.*, 57, 590.

- [4] EISELE (M.), BABUCHOWSKI (K.) et BUDNY (J.) (1962). — Proba analizy procesu podpuszczkowego scinania mleka metoda fizyczna. *Zesz. Nauk. WSR Olsztyn*, 13, 237.
- [5] F.A.O. (1973). — Production Yearbook. Roma, 27.
- [6] F.I.L./I.D.F. (1962). — International Standard, 20.
- [7] F.I.L./I.D.F. (1974). — Determination of water in dairy products. Brussels, 27 February.
- [8] HAYES (J. F.), DUNKERLEJ (J. A.), MULLER (L. L.) and GRIFFIN (A. T.) (1974). — Studies on whey processing by ultrafiltration, part. II. *Aust J. Dairy Techn.*, 29, 132.
- [9] HOLMES (D. G.) and ERNSTROM (C. A.) (1973). — Low concentration of milk-clotting enzymes. *J. Dairy Sci.*, 56, 263.
- [10] KHORSHID (M. A.) (1974). — Studies on the permeate from the ultrafiltration of whey. *Aust. J. Dairy Techn.*, 29, 37.
- [11] MAUBOIS (I. L.) and MOCQUOT (G.) (1975). — Application of membrane ultrafiltration to preparation of various types of cheese. *J. Dairy Sci.*, 58, 1001.
- [12] NELSON (J. H.) (1969). — Commercial scale cheese making trials with a milk-clotting enzyme produced by *Mucor pusillus* Lindt. *J. Dairy Sci.*, 52, 889.
- [13] OHIMIYA (K.) and SATO (I.) (1970). — Significant contribution of inter a cellular protease of lactic acid bacteria to the casein hydrolysis in cheese ripening. XVIII Int. Dairy Congr., 1 E 387.
- [14] POZNANSKI (S.), REPS (A.), BABUCHOWSKI (A.), JEDRYCHOWSKI (L.) (1974). — Deficyt podpuszczki i mozliwosci jego rozwiazania. *Przem. Spoz.*, 18, 430.
- [15] RAMET (I. P.), ALAIS (C.), WABER (F.) (1969). — Etude d'une enzyme coagulante microbienne dérivée de *Endothia parasitica*. *Le Lait*, 49, 40.
- [16] REPS (A.), POZNANSKI (S.), BABUCHOWSKI (A.) et JEDRYCHOWSKI (L.) (1979). — Propriétés des substituts de présure fabriqués à partir de *Mucor miehei*. *Le Lait*, 59, 1.
- [17] RICHARDSON (G. H.), NELSON (I. H.), LUBNOW (R. E.), SCHARBERG (R. L.) (1967). — Rennin-like enzyme from *Mucor pusillus* for cheese manufactura. *J. Dairy Sci.*, 50, 1066.
- [18] STERNBERG (M.) (1976). — Microbial rennet. *Advances in Applied Microbiology*, 20, 135-157.
- [19] TAJLOR (M. J.), RICHARDSON (T.), OLSON (N. F.) (1976). — Coagulation of Milk with Immobilized Proteases. A Review. *J. Milk Food Techn.*, 39, 864.
-