RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication : **2 519 235**
(A n'utiliser que pour les commandes de reproduction).

A1

# DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

# (21) N° 82 00054

(54) **Matière première laitière enrichie en protéines et applications, notamment en fromagerie.**

(51) Classification internationale (Int. Cl. ³). A 23 J 1/20; A 23 C 9/20, 19/00; A 23 J 3/02.

(22) Date de dépôt ..... 5 janvier 1982.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du public de la demande ..... B.O.P.I. — « Listes » n° 27 du 8-7-1983.

(71) Déposant : CENTRALE LAITIERE DE HAUTE NORMANDIE et MONTIGNY Jean. — FR.

(72) Invention de : Jean Montigny.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Harlé et Phélip,
21, rue de La Rochefoucauld, 75009 Paris.

2e demande divisionnaire bénéficiant de la date de dépôt du 25 juin 1981 de la demande de brevet initiale n° 81 12523 (art. 14 de la loi du 2 janvier 1968 modifiée).

L'invention concerne le domaine de la technique laitière. Elle a pour objet un procédé de remise en suspension de la caséine floculée du lait en vue de l'obtention d'une matière première laitière enrichie en protéines. Une telle matière peut trouver des applications,spécialement pour la production de fromages, mais aussi pour l'obtention de produits à usage alimentaire ou diététique,tels que des poudres de lait enrichies en substances protéiques. Le domaine dans lequel l'invention trouve une application particulièrement avantageuse est celui de la fromagerie.

La caséine est la principale protéine du lait. Sensible à l'acidité et à la présure,elle représente près des 4/5èmes des matières protéiques qui y sont contenues. Les autres substances protéiques, appelées "protéines du sérum" ou "protéines sériques",indifférentes à l'action de la présure,sensibles à celle de la chaleur,constituent un peu plus du 1/5ème restant.

Les procédés mis en oeuvre pour la séparation des protéines du lait se sont perfectionnés dans le temps,en vue d'en récupérer une proportion toujours plus importante et aussi peu dénaturée que possible. Au procédé rudimentaire mais aussi économique,que constitue la préparation de la caséine industrielle,est venue s'ajouter la technique dite des co-précipités.

Parmi les procédés les plus récents de traitement du lait, on a proposé l'ultrafiltration en vue d'obtenir un rétentat pouvant constituer un pré-fromage, c'est-à-dire une matière première dont la composition correspond très sensiblement à celle du fromage égoutté. Un tel rétentat contient toutes les protéines du lait initial à l'état non dénaturé,lesdites protéines n'ayant subi aucune floculation. L'ultrafiltration, indépendamment du caractère cyclique de son fonctionnement, ne permet pas d'assurer la maîtrise complète de la composition du rétentat,du fait de sa non-instantanéité qui laisse place à l'évolution du produit soumis à la filtration. En outre ,sur un plan technologique,la récupération des protéines sériques à l'état soluble,pour souhaitable qu'elle soit pour certaines utilisations,peut s'avérer contre-indiquée en

fromagerie,par exemple, où, restant à l'état de solution, ces protéines apportent de la fluidité et non de la fermeté. Sur le plan technologique, l'ultrafiltration est une technique douce mais coûteuse. Dans la pratique,il faut veiller à utiliser des membranes offrant des garanties suffisantes de solidité, de durée de vie et d'aptitude au nettoyage sans subir des détériorations. Dans l'état actuel de la technique, l'ultrafiltration du lait,en vue de la production de fromages, constitue un procédé très intéressant sur le plan théorique mais qui peut donner lieu à des difficultés pratiques de mise en oeuvre.

Parmi les procédés connus,on peut également citer le procédé dénommé CENTRI-WHEY développé par la Société ALFA LAVAL,qui consiste à floculer les protéines du sérum en l'absence de caséine,c'est-à-dire dans le sérum lui-même,et à incorporer ces protéines floculées dans le lait des fabrications suivantes de fromages. Les protéines du sérum sont coagulées par la chaleur et sont présentes sous forme d'une suspension suffisamment stable pour ne pas déposer. Le procédé conduit donc à un concentré protéique de lait dans lequel la caséine se trouve à l'état de dispersion colloïdale, et qui contient les protéines sériques à l'état floculé. Sur le plan diététique,les nutritionistes estiment qu'il n'y a aucun inconvénient,bien au contraire,à consommer les protéines sériques à l'état coagulé plutôt qu'à l'état soluble. Pour intéressant qu'il soit au point de vue diététique aussi bien qu'économique,le procédé CENTRI-WHEY ne conduit pas à une matière première laitière constituant un véritable préfromage.Le lait de protéines résultant de la floculation des protéines du sérum est incorporé au lait de fabrication,ce qui donne lieu à une nouvelle synérèse,qui permet de poursuivre la mise en oeuvre du procédé.

La présente invention a pour but d'éliminer les inconvénients des procédés de la technique antérieure,même les plus récents,tels qu'ils sont utilisés en particulier pour la production fromagère. Ainsi,tout en respectant entièrement les données de la tradition fromagère,le procédé permet d'obtenir une matière première laitière utilisable à

titre de pré-fromage,dont la composition est parfaitement bien ajustée aux besoins. A cet égard, l'invention a aussi pour objet un procédé pour l'obtention d'une matière première laitière,utilisable en fromagerie,dans laquelle la teneur en substances minérales,également appelée "taux de minéralisation" peut être ajustée de manière précise. Le procédé de l'invention peut être mis en oeuvre en continu et il fait appel à des matériels utilisés en laiterie. Ainsi qu'on l'a dit précédemment,le domaine préféré d'application est celui de la production fromagère,le procédé,par remise en suspension de la caséine,fournissant une matière première laitière sensible à la coagulation par la présure. Toutefois, le procédé de l'invention n'est pas limité aux applications fromagères,ladite matière première pouvant être utilisée à des fins alimentaires ou diététiques,par exemple pour la fabrication de produits pouvant être déshydratés,qui sont enrichis en matières protéiquesprovenant du lait.

Sous sa forme la plus générale,l'invention a pour objet un procédé de remise en suspension de la caséine floculée du lait en vue de l'obtention d'une matière première laitière enrichie en protéines,caractérisé en ce qu'on soumet le lait à un traitement combiné d'acidification et de chauffage dans des conditions fournissant un sérum et un floculé protéique, constitué de caséine et/ou des protéines sériques,en ce qu'on sépare,après refroidissement,le floculé et le sérum, ce dernier ne contenant pratiquement pas de protéines du lait, alors que le floculé contient pratiquement toutes les protéines du lait à l'état floculé,en ce qu'on soumet le floculé à un traitement dit de "frigi-compression"combinant une mise en pression supérieure à 100 bars et un refroidissement à une température comprise entre 0 et 5°C,ce qui conduit à un produit liquide concentré en protéines,dans lequel la caséine est remise en suspension.

Le procédé de l'invention est applicable aux laits les plus divers,quelle qu'en soit la nature ou l'origine. Il peut s'agir aussi bien de lait entier ou écrémé,de lait naturel ou reconstitué,en particulier après réhydratation de

poudre de lait. On peut mettre en oeuvre des laits provenant de toutes les femelles laitières, vaches, chèvres, brebis, bufflesses, anesses et similaires. Le lait de départ peut avoir subi un traitement préalable d'homogénéisation ou un traitement thermique. On peut ainsi faire appel à des laits pasteurisés ou des laits UHT(ultra haute température).

La première étape du procédé de l'invention consiste à soumettre le lait à un traitement combiné d'acidification et de chauffage. Les conditions de ce traitement diffèrent, car il y a corrélation entre l'acidité du milieu et la température. Ainsi la température permettant la précipitation de la caséine peut varier entre 50 et 95°C environ sous la pression normale,selon l'acidité du lait.

Par exemple à un pH voisin de 6,la floculation de la caséine se produit vers 80°C. Le chauffage, s'il est réalisé avantageusement à la pression normale,peut également être mis en oeuvre sous pression. Les températures supérieures à 95°C sont donc envisageables.

La différence de comportement de la caséine suivant qu'elle est douce ou acide,est que les protéines sériques peuvent être,ou ne pas être,coagulées par la chaleur, selon la température du chauffage. Avec une caséine douce,on peut chauffer jusqu'à 95°C sans inconvénient,de sorte que, en prolongeant le maintien à température élevée,les protéines sériques peuvent floculer en même temps que la caséine et être récupérées par la même décantation centrifuge. Le dépôt obtenu est enrichi en protéines et en calcium par rapport au lait mis en oeuvre. A titre d'exemple, à pH 6, le sérum extrait lors de la décantation dose approximativement 2 à 3 g/l de protéines,0,5 à 0,6 g/l de calcium et moins de 60 g/l d'extrait sec.

Avec un lait acide, il n'est pas possible de chauffer de façon prolongée,à haute température,donc de récupérer en même temps les protéines sériques et la caséine. Le dépôt récupéré par décantation est privé des protéines du sérum et non enrichi en calcium,son taux étant celui du lait utilisé,à la différence d'extrait sec près. A titre

d'exemple, à pH 4,6, le sérum séparé dose 7 à 8 g/l de protéines, 1,2 g/l de calcium et environ 62 à 63 g/l d'extrait sec. C'est la raison pour laquelle il convient,dans ce cas, de procéder à un chauffage prolongé du sérum à 95°C,afin de récupérer les protéines qui y sont contenues,sous la forme d'un lait qui peut être ajouté au floculé de caséine. Le traitement combiné d'acidification et de chauffage selon l'invention peut donc comporter,dans le cas d'un lait acide, un premier chauffage permettant de récupérer un concentré protéique essentiellement à base de caséine,et un deuxième chauffage, sur le sérum séparé,permet de récupérer les protéines sériques,lesquelles sont ensuite ajoutées au premier concentré protéique.

Alors que la préparation d'un concentré protéique de lait doux ne requiert qu'une décanteuse à convoyeur permettant l'extraction des floculés de protéines à extrait sec élevé, celle d'un concentré de lait acide exige en plus un clarificateur pour assurer la récupération des protéines sériques.

Selon une variante,qui est préférée,la récupération de la caséine et des protéines sériques peut être obtenue simultanément, quelle que soit l'acidité du lait soumis à floculation en suivant une technique différente et plus simple qui permet de séparer un sérum présentant un extrait sec acceptable, par exemple voisin de 57 à 58 g/l-et une teneur en matière azotée totale faible,par exemple comprise entre 2 et 3 g/l. Cette variante consiste à provoquer la floculation des protéines sériques dans le lait mis en oeuvre, avant son acidification,c'est-à-dire à l'occasion de sa pasteurisation. La température du lait est portée à un degré plus élevé et pendant une durée plus longue qu'habituellement, par exemple à 90-95°C et durant 3 à 5 mn . A la faveur de ce chauffage,les protéines sériques floculent dans des conditions telles que lors de la floculation qui affecte postérieurement la caséine,il se produit un véritable collage qui assure la récupération de la quasi-totalité des matières protéiques.

Il est à remarquer que la floculation des protéines sériques affecte par la suite,après refroidissement,acidification et nouveau réchauffement,les conditions dans lesquelles la caséine flocule à son tour. En effet,les grains de caséine qui se forment sont alors plus petits,plus réguliers que ceux qui apparaissent sur un lait n'ayant pas subi un chauffage et un chambrage à température élevée. Cette technique ne nécessite l'emploi que d'une décanteuse centrifuge et permet donc l'obtention d'un floculé à extrait sec élevé.

Comme on l'a vu, la température et la durée du chauffage doivent être dégressives en fonction de l'acidité du lait,afin d'obtenir un grain de caséine dont la fermeté permet tout à la fois une décantation centrifuge aisée et une remise correcte en suspension dans des étapes ultérieures du procédé.

Les matériels utilisés pour la mise en oeuvre du procédé de l'invention peuvent varier en fonction de l'acidité du lait mis en oeuvre et par conséquent de sa température de floculation, Lors du chauffage concourant à sa floculation et au début de la synérèse , en dehors des échangeurs classiques,divers moyens complémentaires tels qu'une injection de vapeur d'eau sont possibles. Lorsqu'il s'agit d'élever la température d'un lait déjà coagulé à la température ordinaire c'est-à-dire présentant un pH inférieur à 4,8, il ne se pose pratiquement pas de problème,le salissement des parois chauffantes étant insignifiant.Par contre, lorsque le chauffage concerne un lait qui n'est pas floculé à la température ordinaire - 25°C -,les appareils de chauffage commencent à s'encrasser quelques degrés en dessous de la température de floculation. C'est la raison pour laquelle tous les systèmes de chauffage s'adressant à un liquide susceptible de floculer lors de la montée en température,comportent en fin de traitement une injection de vapeur. Cette méthode présente l'inconvénient,en introduisant de la vapeur,d'apporter de l'eau condensée et ainsi de diluer le lait ou le sérum mis en oeuvre,opération inopportune quand il s'agit,

par la suite,de sécher les produits séparés,ou contre-indiquée,dans le cas d'une production fromagère puisque,mises à part les pâtes lavées,on risque de s'éloigner des caractéristiques de la fabrication traditionnelle considérée.

Il est donc avantageux d'éviter tant le salissement des parois chauffantes que la dilution du lait ou du sérum mis en oeuvre. A cet effet, il est avantageusement prévu,selon l'invention,pour gagner les dix ou vingt derniers degrés permettant d'atteindre la température de floculation,de faire appel à un appareil échangeur dans lequel le lait s'écoule,sous une faible épaisseur , par exemple 0,5 mm,à une très grande vitesse, 7 à 20 m/s. Un balayage de la surface chauffante est ainsi réalisé. La formation d'un dépôt,préjudiciable au maintien des échanges thermiques,est de la sorte évitée. Cet objectif est atteint en faisant circuler le lait déjà réchauffé à l'aide d'un échangeur,dans plusieurs éléments comportant chacun un disque tournant à grande vitesse, par exemple 2.800 t/mn,et une surface chauffante fixe,également circulaire et très peu distante du disque en rotation. C'est dans un tel échangeur que se réalise la floculation.

Les moyens à mettre en oeuvre pour réaliser l'acidification dans la première étape du procédé de l'invention,sont à la portée de l'homme de l'art et dépendent uniquement du pH à obtenir. Dans le cas où une acidification limitée est désirée,c'est-à-dire en vue de la préparation de concentré de protéines de lait doux,on peut recourir à une addition d'acide,par exemple d'acide chlorhydrique alimentaire. Il est, bien entendu,également possible de procéder à une fermentation lactique. Pour atteindre des degrés plus élevés d'acidité,la fermentation lactique est préférée. D'une manière générale, lorsqu'il s'agit de préparer une matière première destinée à la production fromagère,il est préféré d'atteindre l'acidité souhaitée grâce à une fermentation lactique.

Selon une caractéristique très importante du procédé de l'invention,le réglage du pH du lait,au départ du procédé, permet d'ajuster la teneur en substances minérales,particulièrement en calcium,c'est-à-dire le taux de minéralisation de la matière première laitière finalement obtenue. Cette

caractéristique présente une importance décisive lors de la production fromagère. La deuxième étape du procédé,outre une remise en suspension de la caséine, exerce une fonction de concentration du volume. On illustrera maintenant par des considérations chiffrées,les possibilités de réglage du taux de minéralisation. On supposera dans ce qui suit qu'on part d'un lait titrant 1,2 g de calcium et contenant 90 g d'extrait sec par litre.

Si l'acidification d'un tel lait est effectuée à pH 6, le sérum qui s'écoule titrera environ 0,5g de calcium par litre. Si le procédé de l'invention procure un effet de concentration de l'ordre de 6,l'extrait sec dans la matière première laitière obtenue représente la différence de 540 g/l et de l'extrait sec correspondant à 5 volumes de sérum à 58 g d'extrait sec environ,soit 540-290 = 250 g/l. Quant à la teneur en calcium,la teneur totale serait de 7,2 g de calcium par litre,la teneur dans le sérum de 5 x 0,5= 2,5 g de calcium par litre,de sorte que la teneur en calcium dans la matière première laitière finalement obtenue est de 4,7 g de calcium par litre.

Si le même lait de départ est acidifié à un pH de 5,4, le sérum contiendra environ 0,9 g de calcium par litre. En adoptant la même concentration de 6,la teneur totale en calcium est de 6 x 1,2 = 7,2 g de calcium par litre,alors que dans le sérum cette teneur est de 5 x 0,9 = 4,5 g de calcium par litre. Finalement,la teneur en calcium dans la matière première laitière obtenue est de 2,7 g de calcium par litre. On rappelera à ce propos que dans des fromages à pâte molle du type camenbert,la teneur en calcium est de l'ordre de 1,7 à 3 g par litre.

Si le même lait de départ est acidifié à un pH de 4,6, le sérum contiendra environ 1,2 g de calcium par litre,par exemple. Toujours avec une teneur totale de 7,2 g de calcium par litre,le sérum contenant 5 x 1,2 = 6 g de calcium par litre,on obtiendra dans la matière première laitière finale une teneur en calcium de 1,2 g/l.

On voit donc que le procédé de l'invention permet à la fois de maîtriser la floculation de toutes les protéines du lait,y compris les protéines sériques,et de régler le taux de concentration du lait mis en oeuvre comme le taux de minéralisation que l'on désire obtenir dans la matière première laitière. Un tel procédé est donc parfaitement adapté à la production fromagère.

Une conséquence avantageuse du traitement combiné d'acidification et de chauffage est une stabilisation de la matière qui subit les opérations ultérieures de traitement. En effet, le chauffage inhibe ou détruit les germes lactiques, de sorte que l'acidité totale ou réelle ne varie pas pratiquement dans la suite des opérations. On constate seulement une légère diminution de l'acidité totale et une remontée du pH. Contrairement à l'ultrafiltration,le procédé de l'invention traite donc une matière qui reste stable pendant toutes ses opérations.

Après la première étape du procédé - acidification et chauffage - le procédé de l'invention implique un refroidissement et une séparation consécutive du sérum et du floculé protéique. Ainsi qu'on l'a dit précédemment,cette séparation peut s'effectuer par tout moyen technique connu à la portée de l'homme de l'art,tel que décantation et/ou centrifugation.

La dernière étape du procédé de l'invention consiste en un traitement dit de "frigi-compression". Un tel traitement, qui est effectué sur le floculé protéique,combine une mise en pression à une pression supérieure à 100 bars et un refroidissement à une température comprise entre 0 et 5°C.

Dans la première étape du procédé, la floculation acide de la caséine,par fermentation lactique ou addition d'acide, s'accompagne d'un phénomène de déshydratation des micelles de caséine, la synérèse. Dans les conditions de température utilisées au cours de cette première étape,la synérèse est pratiquement instantanée. Toutefois,le degré d'acidité du lait conditionne, ainsi qu'on l'a dit précédemment,la température à laquelle se produit la floculation et exerce aussi une influence sur la vitesse à laquelle se développe la

synérèse .

Dans la dernière étape du procédé,l'invention tire profit du fait que la synérèse présente,au moins dans une première phase,un caractère réversible,de sorte qu'il est possible de réhydrater les micelles de caséine et de leur faire retrouver ainsi l'état de dispersion colloïdale qui était le leur avant la floculation.

Cette remise en suspension de la caséine est réalisée conformément à l'invention par un traitement combinant la réfrigération et les hautes pressions,et qui permet vraisemblablement au liquide intermicellaire d'exercer une pression sur les micelles et de favoriser ainsi leur pénétration par les molécules d'eau.

Le degré de déshydratation consécutif à la synérèse est fonction de l'action conjuguée de la température et de l'acidité,ainsi d'ailleurs que de l'agitation. Alors que la floculation et la synérèse n'apparaissent qu'à une température élevée, 75 à 80°C,pour un lait accusant une acidité limitée, 26°D ou pH 6,00,ce phénomène se développe à une température beaucoup plus basse,20°C,pour un lait présentant une acidité très élevée, 78°D ou pH 4,60,c'est-à-dire au point isoélectrique de la caséine. A contrario,un lait faiblement acide, 23°D ou pH 6,20,flocule à une température élevée. La synérèse,faible à basse température,ne se développe qu'avec la chaleur et l'agitation.

Dans les trois cas, la caséine acquiert une texture granuleuse propice à sa séparation. Celle-ci s'opère naturellement en une ou plusieurs heures ou rapidement en faisant appel à la force centrifuge,sans qu'il soit nécessaire de recourir à des appareils aux performances élevées.

Il est aussi opportun de retenir, qu'à faible acidité, malgré une température élevée,le maintien de celle-ci pendant une dizaine,voire une vingtaine de minutes,n'apporte pas d'inconvénients majeurs,alors qu'à une acidité élevée, la rapidité de montée en température et le temps de maintien avant refroidissement également rapide,ont une influence déterminante sur la réversibilité de la floculation.

Le retour à l'état colloïdal de la caséine floculée et légèrement déshydratée,est d'autant plus facile que la caséine mise en oeuvre est douce,c'est-à-dire éloignée,quant à sa réaction,de la zone d'acidité où elle reste à l'état floculé quelle que soit la basse température ou la pression appliquée par la suite,pratiquement en dessous de pH 4,50.

On notera que la consistance du floculé de protéines est d'autant plus grande que son extrait sec est important et son acidité élevée, deux caractéristiques engendrant,au cours de la frigi-compression,la formation d'états intermédiaires d'une viscosité considérable.

Le traitement de mise en pression prévu par l'invention exerce un effet mécanique sur le produit,qui a pour résultat de réincorporer l'eau aux micelles floculées de caséine. Cette compression peut être réalisée par tout moyen approprié, par exemple par pompage.

La dispersion de la caséine floculée est d'autant plus malaisée que sa concentration est grande et que sa réaction est acide. A son point isoélectrique,cette dispersion est plus difficile et cette difficulté se trouve renforcée par la présence d'air qui,du fait de la viscosité du produit,se sépare mal. En effet,la présence de l'air déstabilise la dispersion colloïdale de la caséine. Il est aisé de s'en rendre compte en observant la mousse qui peut se former à la surface d'un lait écrémé à pH 4,60,maintenu à une température inférieure à 5°C ,dans une enceinte présentant également une température inférieure à 5°C,lorsqu'on l'agite sans précaution. Alors que le lait observé par transparence,montre une homogénéité parfaite,le film des bulles qui se forment en surface,recèle la présence de grumeaux de caséine. Pour cette raison,l'existence de bulles d'air dans le floculé protéique en voie de liquéfaction,empêche celui-ci de parvenir à son terme ou en gêne le déroulement et ce d'autant plus que sa viscosité est considérable.

Il est donc recommandé de procéder à un débullage que la simple mise sous vide ne permet pas d'obtenir. Pour expulser radicalement l'air occlus,il convient de compléter l'action du vide par celle de la force centrifuge.

A cet effet,le floculé protéique ayant subi un premier ramollissement,est par exemple amené à l'entrée d'un cylindre présentant un diamètre de 100 mm,une longueur de 800 mm et tournant à près de 1.500 t/mn. Ce cylindre,disposé à l'intérieur d'une enceinte placée sous vide,est traversé par le floculé,lequel est plaqué par la force centrifuge sur sa paroi intérieure. Au cours de son déplacement transversal dans le cylindre en rotation,ralenti dans son avancement vers l'autre extrémité par un dispositif approprié- spire fixée à la paroi intérieure,séparations à intervalles réguliers,munies d'ouïes - le floculé abandonne l'air occlus, puis est projeté dans l'enceinte. Il tombe alors vers la partie inférieure d'où il est extrait par une pompe.

Par ailleurs,il convient de signaler que la mise en pression du floculé à basse température peut requérir une préparation préalable de celui-ci. En effet,lorsqu'il accuse un extrait sec supérieur à 18% environ, le floculé présente une consistance appréciable qui devient considérable entre 25 et 30% et qui le rend impropre à toute manipulation hydraulique. Il importe donc de diminuer sa consistance pour qu'il puisse être véhiculé par une pompe et introduit dans un circuit de frigi-compression.

Ce ramollissement peut être obtenu par passage dans un broyeur, le floculé ramolli étant immédiatement repris par une pompe à haute pression du type lisseuse à caillé comportant des clapets au refoulement ou mieux,une pompe P.C.M. (Moineau) comportant une vis de gavage - qui le refoule dans un premier réfrigérant à eau glacée ou glycolée,afin de consolider le ramollissement obtenu. La pression au refoulement peut, suivant le modèle de pompe utilisée,atteindre de 80 à 150 bars et la température entre 0 et 5°C.

Le floculé,nettement ramolli,est alors dirigé, suivant les cas, soit vers le débulleur,soit vers la pompe de gavage de l'homogénéisateur. Ce dernier,fonctionnant comme une pompe à haute pression,l'introduit à une pression voisine de 200 bars,dans un second circuit réfrigérant à eau glycolée, où le floculé,maintenu entre 0 et 3°C ,devient liquide. La

contre-pression est obtenue en raccordant l'extrémité du circuit réfrigérant soit à la tête d'homogénéisation,soit à un simple clapet réglable.

Compte tenu des pressions mises en oeuvre,il est évidemment indispensable de faire appel à des échangeurs tubulaires qui acceptent des performances élevées,contrairement aux appareils à plaques.

La réfrigération à une température comprise entre 0 et 5°C n'impose pas de moyen particulier. Il suffit de faire passer le caillé en échange avec un fluide de refroidissement, par exemple de l'eau glacée à 0°C ou de l'eau glycolée à -3 ou - 4°C.

Il est aussi très important,ainsi qu'il a été expliqué précédemment,de proscrire toute introduction d'air dans le circuit de frigi-compression. Des précautions particulières doivent également être apportées lors de la décompression, celle-ci favorisant l'élution des gaz dissous - air - dans le floculé de protéines,c'est-à-dire l'apparition de mousse.

L'action de la haute pression est améliorée par l'interposition , dans le circuit de réfrigération,de têtes d'affinage utilisées habituellement pour le lissage de la pâte fraîche.

L'élimination d'air, ou débullage,préalablement à la frigi-compression,représente aussi une étape préférée de l'invention. Elle se réalise par action conjointe du vide et d'un effet mécanique,notamment de la force centrifuge,sur le caillé en cours de manipulation.

Il va sans dire que les indications ci-dessus concernant les matériels et moyens à utiliser pour la mise en oeuvre du procédé de l'invention,ne sont données qu'à titre indicatif et pour l'enseignement de l'homme de l'art. Celui-ci peut faire appel à tout autre moyen équivalent. Selon une caractéristique avantageuse,l'invention peut être réalisée en continu et en utilisant des matériels,déjà connus dans la laiterie et la fromagerie traditionnelles. En outre, lors du traitement de frigi-compression,le volume de la matière première est notablement réduit par rapport à celui du lait de départ, ce qui limite les dépenses d'énergie,malgré les hautes pres-

sions nécessaires à la dernière étape du traitement.

Le procédé de l'invention trouve une application particulièrement intéressante dans la production fromagère.Il permet en effet, ainsi qu'on l'a dit précédemment, de maîtriser d'une manière très exacte le taux de minéralisation de la matière première. Celle-ci contient toutes les protéines initiales du lait, les protéines sériques ayant été floculées, et représente un pré-fromage capable de fournir des fromages en tous points conformes aux produits traditionnels. L'invention conserve intégralement l'aptitude à la coagulation de la caséine par la présure. En effet, dans la matière première laitière obtenue à l'issue du procédé,la caséine se trouve à l'état de suspension colloïdale qu'elle possèdait dans le lait de départ.

La matière première laitière selon l'invention peut avantageusement être utilisée comme pré-fromage. En ajoutant de la présure,et après un réglage approprié des taux de matière grasse et autres composants secondaires (ferments, levures, moisissures, colorants)mis en oeuvre de manière habituelle dans la production fromagère,la matière première de l'invention est transformée en fromages sans synérèse. Les fromages obtenus,par exemple à pâte fraîche, molle ou pressée,présentent les propriétés rhéologiques et organoleptiques des fromages habituels,car leur teneur en substances minérales est essentiellement la même.

A cet égard, il convient de rappeler que le taux d'extrait sec d'un fromage obtenu par emprésurage du lait,puis par moulage et égouttage du caillé correspondant,et avant salage, est, toutes autres conditions restant égales par ailleurs, fonction de sa teneur en matières minérales.

L'extrait sec du pré-fromage devra donc être identique à celui auquel aurait abouti un caillé présentant la même minéralisation ou se situer, en pourcentage, à un point de plus, mais non à un ou plusieurs points en dessous,sous peine de voir se prolonger un certain temps la synérèse, avec tous les inconvénients que cela comporte.

La matière première laitière selon l'invention peut aussi être utilisée dans le domaine alimentaire ou diététique, en tant que telle ou en combinaison avec d'autres substances alimentaires pour constituer des boissons lactées, des desserts et autres produits alimentaires. Les produits alimentaires en question peuvent être présents sous forme liquide ou déshydratée. Ils contiennent du lactose,mais pour certains besoins une élimination partielle ou totale du lactose peut être prévue. Bien entendu,la matière première laitière peut être déshydratée.

L'invention sera maintenant illustrée,sans être aucunement limitée,par les exemples ci-après. Dans les exemples,on a utilisé les abréviations suivantes:

E.S. extrait sec
MAT matière azotée totale
MG matière grasse
Ca calcium

EXEMPLE 1-

Cet exemple illustre la préparation d'une matière première laitière légèrement acidifiée et enrichie en protéines.

Matériel utilisé

-cuve chauffante et refroidissante GUERIN, de 60 l, siphon pour le soutirage du sérum
-broyeur FRYMA
-pompe REGIS 1 R, pour l'alimentation de l'homogénéisateur
-homogénéisateur RANNIE
-tête d'affinage, type AUGUSTE et DES MOUTIS
-réfrigérant tubulaire à eau glacée
-bac à eau glacée pour la conservation du floculé et du concentré,
-bassines et co[illegible]ches pour les transferts de floculé,sérum et concentré.

Lait de départ

-55 litres de lait partiellement écrémé

| | | | |
|---|---|---|---|
| E.S. | 97,1 g/l | M.G. | 15,0 g/l |
| M.A.T. | 32,8 g/l | Ca | 1,12 g/l |
| acidité | 16°5 D | pH | 6,604 |

On a d'abord procédé à un chauffage du lait à 92°C, et on a maintenu cette température 5 mn,après quoi on a refroidi jusqu'à 11°C.

En vue de l'acidification,on a effectué à 11°C une addition de 220 ml d'acide chlorhydrique 3N aux 55 litres de lait écrémé partiellement, agités vigoureusement;l'acidité atteint 26°5 D, correspondant à un pH de 5,895.Après cinq minutes,on a chauffé avec agitation jusqu'à 93°C-la floculation apparaît à 70°C-on a maintenu la température durant 5 mn, puis on a refroidi jusqu'à 15°C.

Après avoir arrêté et enlevé l'agitateur,on a mis au repos le lait floculé.

On a procédé ensuite au soutirage du sérum et à la récupération du floculé. Le sérum présentait les caractéristiques suivantes:

| | | | |
|---|---|---|---|
| E.S. | 55,6 g/l | M.G. | 0,44 g/l |
| M.A.T. | 2,79 g/l | Ca | 0,46 g/l |
| acidité | 15,5°D | pH | 5,930 |

Le floculé est disposé dans un sac en "Nylon" et mis au froid. Au bout de cinq heures environ,on a obtenu 14 kg de floculé présentant un extrait sec de 22,4%.Le floculé est alors additionné de 3 kg 200 de sérum pour ramener l'extrait sec entre 18 et 19%,puis introduit dans le broyeur FRYMA, pour le ramollir.

En vue du traitement de frigi-compression,on met en pression le floculé sortant du broyeur et véhiculé par la pompe REGIS via l'homogénéisateur RANNIE en le faisant passer à travers une tête d'affinage AUGUSTE et DES MOUTIS. Le produit est refoulé dans un réfrigérant à eau glacée tubulaire qui amène sa température à 3°C.

On a ainsi obtenu une matière première laitière liquide, concentrée en protéines,présentant les caractéristiques suivantes:

| | | | |
|---|---|---|---|
| E.S. | 19,32% | M.G. | 50g/l |
| M.A.T. | 103,0 g/l | Ca | 2,77 g/l |
| pH | 6,170 | | |

Une telle matière est un préfromage. On a réalisé un essai d'emprésurage en prélevant deux échantillons: échantillon A, 0,5 l de concentré à 30°C,pas de présure, échantillon B, 0,5 l de concentré à 30°C,additionné de 2 gouttes de présure GRANDAY au 1/5000°.

Trois quarts d'heure après l'addition de présure à l'échantillon B,on a obtenu un caillé très ferme,alors que l'échantillon A était toujours liquide.

Les résultats de l'exemple 1 montrent:

1°) que la teneur en E.S., en M.A.T. et en M.G. du sérum est tout à fait satisfaisante, car faible,

2°)que l'augmentation de rendement enregistrée est consécutive à la présence de matière grasse dans le lait mis en oeuvre,

3°)qu'un chauffage préalable du lait à 90-95°C, pendant quelques minutes,assure la récupération de la quasi totalité des protéines sériques.

EXEMPLE 2-

Cet exemple illustre encore la préparation d'une matière première laitière acidifiée partiellement et enrichie en protéines.

Matériel utilisé

identique à celui mis en oeuvre dans l'exemple 1

Lait de départ

-55 litres de lait écrémé

| | |
|---|---|
| E.S. | 92,8 g/l |
| M.A.T. | 35,7 g/l |
| acidité | 17°5 D |
| pH | 6,617 |
| Ca | 1,28 g/l |

Le lait a d'abord été chauffé à 80°C,puis refroidi à 26°C,après quoi on l'a acidifié par ensemencement avec 12 ml de ferments lactiques concentrés et congelés.

La fermentation s'est développée comme suit:

| Temps écoulé après ensemencement | acidité | pH |
|---|---|---|
| 45 mn | 17°5 D | 6,617 |
| 8 heures | 25° D | 6,121 |
| 12 heures | 48° D | 5,300 |

La floculation est réalisée par chauffage à 70°C, 30 s - la coagulation est constatée vers 30°C -.On refroidit ensuite à 11°C. Après agitation,en vue de la décantation,on arrête et enlève l'agitateur,puis on met au repos le lait floculé. On procède ensuite,comme dans l'exemple 1,au siphonnage du sérum et à la récupération du floculé. Le sérum soutiré présentait les caractéristiques suivantes:

| | |
|---|---|
| E.S. | 64,4 g/l |
| M.A.T. | 7,5 g/l |
| acidité | 33° D |
| pH | 5,307 |
| Ca | 0,96 g/l |

Le floculé récupéré est mis en sac et placé au froid,soit:

| | | |
|---|---|---|
| 10 kg de floculé | E.S. | 22,09 % |
| | pH | 5,423 |

Pour la suite du traitement,le floculé est additionné de 1 litre de sérum puis introduit dans le broyeur FRYMA pour transformer la pâte en un liquide visqueux.

En vue du traitement de frigi-compression on opère comme dans l'exemple 1 et on travaille sous 210 bars à 5°C;après une heure,on met au repos le concentré obtenu pour éliminer les bulles d'air en suspension;une couche de mousse importante se forme en surface. Les caractéristiques du concentré sont:

| | |
|---|---|
| E.S. | 20,22% |
| M.A.T. | 135,0 g/l |
| pH | 5,380 |
| Ca | 2,38 g/l |

Cette matière première laitière ou concentré est un préfromage.

Pour l'essai d'emprésurage on prélève deux échantillons:

échantillon D1 : 0,5 l 15°C,pas de présure

échantillon D2: 0,5 l 15°C, 2 gouttes de présure

GRANDAY au 1/5000°.

Deux heures après l'emprésurage,l'échantillon D1 est toujours liquide,avec de la mousse en surface,et n'est pas pris,tandis que l'échantillon D2 est pris,mais le caillé est rempli de bulles d'air.

Les résultats de l'exemple 2 montrent:

1°) que l'absence d'un chauffage à température élevée pendant un temps suffisant,ne permet pas la récupération de la plus grosse partie des protéines sériques et l'obtention d'un sérum pauvre en E.S. et en M.A.T.,

2°) que le débullage est nécessaire.

EXEMPLE 3

Cet exemple illustre la préparation d'une matière première laitière acide,enrichie en protéines.

Matériel utilisé

-cuve chauffante et refroidissante GUERIN de 60 l
-siphon
-broyeur FRYMA
-lisseuse BREIL & MARTEL
-pompe 2R REGIS,pour alimentation de l'homogénéisateur
-homogénéisateur RANNIE de 200 l/h
-réfrigérant tubulaire à eau glacée
-tête d'affinage AUGUSTE et DES MOUTIS
-bac à eau glacée pour la conservation du floculé,du concentré et pour effectuer les essais d'emprésurage
-bassines et conches pour les transferts de floculé et de sérum et éventuellement pour les essais d'emprésurage.

Lait de départ

55 litres de lait écrémé

| | |
|---|---|
| E.S. | 90,4 g/l |
| M.A.T. | 35,5 g/l |
| acidité | 18,5°D |
| pH | 6,639 |
| Ca | 1,26 g/l |

Le lait a d'abord été chauffé à 80°C,puis refroidi à 23°C, après quoi on l'a acidifié par ensemencement avec 12 ml de ferments lactiques concentrés congelés.

La fermentation s'est développée comme suit:

| Temps écoulé après ensemencement | acidité | pH |
|---|---|---|
| 30 mn | 18°5 D | 6,639 |
| 11 heures | 64°5 D | 4,907 |
| 12 heures | | 4,750 |

La floculation est réalisée par chauffage à 61°C pendant 20 s. On refroidit ensuite à 11°C. On procède alors comme dans les exemples 1 et 2 à la décantation,à la séparation du sérum par siphonnage et à la récupération du floculé.

Le sérum présentait les caractéristiques suivantes:

| | |
|---|---|
| E.S. | 64,1 g/l |
| M.A.T. | 6,5 g/l |
| pH | 4,635 |
| acidité | 49°5 D |
| Ca | 1,24 g/l |

Le floculé est récupéré et mis au froid dans des sacs.

| | |
|---|---|
| E.S. | 24,4 % |
| pH | 4,644 |

Lorsqu'on reprend le floculé pour la suite du traitement, on corrige son extrait sec par addition de sérum,le poids étant porté de 10 à 12 kg 500.

Le floculé présente alors les caractéristiques suivantes:

| | |
|---|---|
| E.S. | 19,58% |
| M.A.T. | 13,5% |
| pH | 4,575 |
| Ca | 1,18 g/l |

On fait passer le floculé dans le broyeur FRYMA,afin d'obtenir son ramollissement.

En vue de la frigi-compression,on introduit le floculé dans l'affineuse BREIL et MARTEL et on le refoule à travers une tête AUGUSTE et DES MOUTIS, dans un réfrigérant à eau glacée, dans des conditions impliquant une compression de 150 bars à une température de 5°C . Au bout d'une demi-heure, on reprend le floculé avec la pompe REGIS et on le fait passer dans l'homogénéisateur RANNIE, en vue de son refoulement à 200 bars. On obtient un concentré très épais,comportant de très nombreuses et très fines bulles d'air et

présentant les caractéristiques suivantes:

| | |
|---|---|
| E.S. | 19,58% |
| M.A.T. | 13,5 % |
| pH | 4,575 |
| Ca | 1,18 g/l |

Pour l'emprésurage,on fait un essai comparatif sur deux échantillons:

échantillon F1: 0,5 l à 4°C,pas de présure,

échantillon F2: 0,5 l à 4°C,additionné de 2 gouttes de présure au 1/5000°

Une heure après,les deux échantillons n'ont pas changé de consistance.

Huit jours après,les deux échantillons F1 et F2 n'ont toujours pas changé, sinon qu'une mousse importante s'est formée à leur surface. On reprend alors le concentré correspondant et on le dilue par addition de sérum acide d'un essai en cours:

| | |
|---|---|
| E.S. ramené à | 16,7 % |
| pH - | 4,651 |

On procède alors à un nouveau traitement de frigi-compression à 200 bars et 3°C après élimination de la mousse apparue à la surface du concentré durant sa conservation dans le bac à eau glacée.

On fait un nouvel essai comparatif d'emprésurage sur deux échantillons:

échantillon G1: 0,5 l à 5°C, pas de présure

échantillon G2:0,5 l à 5°C ,additionné de 2 gouttes de présure GRANDAY au 1/5000°

Deux heures et demie après:

échantillon n°1 , pas de prise

échantillon n°2, début de prise.

Douze heures après, il n'y a pas de prise sur l'échantillon n°1,tandis que dans l'échantillon n°2,le concentré est pris, mais le coagulum reste assez mou.

Les résultats de l'exemple 3 mettent en évidence

1°) la difficulté de récupérer les protéines sériques sans un chauffage prolongé à température élevée du lait mis en oeuvre , lorsque l'essai porte sur un lait qui a été

acidifié avant floculation,

2°)la nécessité d'éliminer les bulles d'air pour faire recouvrer à la caséine sa sensibilité à la présure.

EXEMPLE 4

Matériel utilisé

identique à celui mis en oeuvre dans les exemples 1 et 2.

Lait de départ

55 litres de lait écrémé:

| | |
|---|---|
| E.S. | 92,8 g/l |
| M.A.T. | 36,2 g/l |
| acidité | 17°5 D |
| pH | 6,626 |
| Ca | 1,26 g/l |

Le lait a d'abord été chauffé à 94°C pendant 10 mn puis refroidi à 26°C;après quoi on a acidifié par ensemencement avec 12 ml de ferments lactiques concentrés et congelés. La fermentation s'est développée comme suit:

| Temps écoulé après ensemencement | acidité | pH |
|---|---|---|
| 30 mn | 17°5 D | 6,626 |
| 9,5 heures | 40°D | 5,493 |
| 15,5 heures | 78°5 D | 4,622 |

La floculation est réalisée par chauffage du lait caillé à 62°C,pendant 10 s,puis on refroidit immédiatement jusqu'à 20°C.

La décantation ,le soutirage du sérum et la récupération du floculé s'effectuent comme dans les exemples 1 à 3 précédents.

Le sérum présente les caractéristiques suivantes:

| | |
|---|---|
| E.S. | 58,65 g/l |
| M.A.T. | 2,6 g/l |
| acidité | 52°D |
| pH | 4,653 |
| Ca | 1,20 g/l |

On récupère 12,5 kg de floculé dosant:

| | |
|---|---|
| E.S. | 19,28% |
| pH | 4,575 |

Le floculé est mis en sac et conservé au froid. En vue de son traitement ultérieur,on le fait passer dans le broyeur FRYMA, de manière à lui donner une consistance sirupeuse.

En vue du traitement de frigi-compression,on reprend le floculé ramolli avec la pompe REGIS pour alimenter l'homogénéisateur RANNIE. Celui-ci le refoule à la pression de 200 bars, dans le réfrigérant tubulaire à eau glacée. En l'absence de débulleur,on met au repos le concentré obtenu, à 3°C, dans le bac à eau glacée,de manière à ce que les bulles d'air remontent en surface.

Cinq heures après, environ,on reprend le concentré,on enlève la mousse qui s'est accumulée en surface et on réalise un second passage dans l'ensemble de frigi-compression,pour obtenir le concentré recherché,dont les caractéristiques sont:

| | |
|---|---|
| E.S. | 19,28% |
| pH | 4,587 |
| Ca | 1,20 g/l |

L'essai d'emprésurage est effectué sur deux échantillons maintenus à basse température:
échantillon A, 0,5 l, 3°C, pas de présure
échantillon B, 0,5 l, 3°C,additionné de 2 gouttes de présure GRANDAY au 1/5000°

Trois heures après emprésurage:
l'échantillon A est toujours liquide,
l'échantillon B est pris.

L'essai de l'exemple 4,réalisé sur un lait acidifié, confirme les résultats favorables relatés dans l'exemple 1, portant sur du lait doux,car il comporte un chauffage préalable du lait à haute température pendant un temps appréciable, ce qui conduit à des valeurs E.S. et M.A.T. faibles dans le sérum.

On constate également la nécessité de débuller dès que l'on a affaire à un floculé concentré et acide.

2519235

REVENDICATIONS

1. Matière première laitière enrichie en protéines, dans laquelle toutes les protéines du lait mis en oeuvre se retrouvent, la caséine à l'état de solution colloïdale et les protéines sériques à l'état floculé mais sous forme d'une suspension stable.

2. Application de la matière première laitière selon la revendication 1 à la production fromagère, selon laquelle ladite matière est transformée en fromage, essentiellement sans synérèse, par simple addition de présure, après réglage approprié des taux de matière grasse et autres composants, tels que ferments, levures, colorants, moisissures et autres composants mis en oeuvre de manière habituelle dans la production fromagère.

3. Application selon la revendication 2, dans laquelle la caséine est capable de subir la coagulation par la présure après avoir recouvré sa forme de suspension colloïdale au sein de la matière première, et dans laquelle on maîtrise le réglage du taux de minéralisation, en particulier du calcium, du fromage final, grâce au choix du degré d'acidité du lait lors de la floculation.

4. Fromages, en particulier à pâte fraiche, à pâte molle ou pressée, obtenus à partir de la matière première laitière selon la revendication 1 et/ou résultant de l'application selon l'une des revendications 2 ou 3.

5. Application de la matière première laitière selon la revendication 1, à titre d'aliment ou de produit diététique.

6. Matière première laitière selon la revendication 1, présentée sous forme déshydratée.