

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

UNIVERSITE BADJI MOKHTAR - ANNABA  
BADJI MOKHTAR – ANNABA UNIVERSITY



جامعة باجي مختار – عنابة

Faculté : Sciences de l'ingénierat.  
Département : Génie des procédés.  
Domaine : Ingénierat.  
Filière : Génie des procédés.  
Spécialité : Génie des procédés pharmaceutique.

## Mémoire

Présenté en vue de l'obtention du Diplôme de Master

Thème :

**VALORISATION DU LACTOSERUM : PRODUCTION DU LA  
WHEY PROTEINE PAR LYOPHILISATION.**

Présenté par : *Mezlini Aya*

Encadrant : *Meme Guechi EL.Kh* M.C.A *université de Badji Mokhtar Annaba*

## Jury de Soutenance :

Khellaf Nabila	Professeur	Université de Badji Mokhtar Annaba	Présidente
Guechi EL Khamssa	M.C.A	Université de Badji Mokhtar Annaba	Encadrant
Tobal Abed EL Aziz	Professeur	Université de Badji Mokhtar Annaba	Examineur

Année Universitaire : 2020/2021

# *Remerciements*

*En premier lieu, je remercie Dieu le Tout Puissant de m'avoir donné la volonté,  
le courage pour réaliser ce travail.*

*Je tiens à exprimer toute ma gratitude à madame Guechi EL.K , MCA à  
l'université de Badji Mokhtar-Annaba et ma encadreur , pour avoir  
parfaitement dirigé ce travail, pour son aide. Merci pour ces conseils,  
orientations et ses encouragements qui m'ont permis de progresser, et d'élargir  
mon champ de vision du travail de recherche.*

*Une très grande reconnaissance va au monsieur Bentoumi, chef laboratoire  
d'analyses à la laiterie EDOUGH-Annaba, le technicien de labo physico-chimie  
monsieur Belghit HAMZA et les ingénieurs de labo bactériologie à l'université  
du Guelma pour ces efforts de me donner le max des informations et de  
m'accompagner tout la période de stage.*

*Enfin, je remercie toutes les personnes qui mon aidé de près ou de loin.*

*Mezlini aya*

# *Dédicaces*

*A cœur vaillant rien d'impossible, à conscience tranquille tout est accessible  
Les études sont avant tout, Notre unique et seul a tout. Ils représentent la  
lumière de notre existence, L'étoile brillante de notre réjouissance, Je dédie  
cette thèse :*

***A Ma très chère mère***

*Mercie beaucoup pour tous les sacrifices que tu n'as cessé de me donner depuis  
ma naissance, durant mon enfance et même à cet âge.*

*Je dédie spécialement ce travail en témoignage de mon profond amour. Puisse  
Dieu, le tout Puissant, de lui préserver à moi et de lui accorder santé, longue vie  
et bonheur.*

# Sommaire

<b>Liste des figures</b>	05
<b>Liste des Tableaux</b>	06
<b>Liste des équations</b>	06
<b>Introduction générale</b>	07
<b>Partie I. Etude bibliographique</b>	08
<b>I.1. le lactosérum</b>	08
• I.1.1. Introduction	08
• I.1.2. Définition et caractéristiques du lactosérum	08
• I.1.3. Sources industrielles du lactosérum	08
○ a. La fromagerie	08
○ b. La beurrerie	08
• I.1.4. Différents types de lactosérum	09
○ a. Lactosérum acide	09
○ b. Lactosérum doux	09
• I.1.5. Composition du lactosérum	09
○ a. Protéines du lactosérum	10
○ b. Minéraux	11
○ c. Vitamines	11
○ d. Lactose	12
• I.1.6. Utilisation et valorisation de lactosérum	12
○ a. Dans l'alimentation animale .	12
○ b. Dans l'alimentation humaine.	13
○ c. Autres utilisations	19
• I.1.7. séchage de lactosérum	19
• I.7. Pouvoir polluant du lactosérum.	21
<b>I.2. La Whey protéine.</b>	22
• I.2.1. Introduction	22
• I.2.2. Définition	22
• I.2.3. L'intérêt de la Whey protéine	22

• I.2.4. La composition de la Whey protéine	22
• I.2.5. Consommation de la Whey	23
• I.2.6. Dosage et consommation de la Whey protéine	23
• I.2.7. Etapes de fabrication de Whey (méthode courante)	23
• I.2.8. Types des Whey protéine	25
○ a. la whey native	25
○ b. La whey isolate	26
○ c. la whey concentrée	27
○ d. la whey hydrolysée	28
<b>I.3. La lyophilisation</b>	<b>29</b>
• I.3.1. Introduction	29
• I.3.2. Principe de la lyophilisation	29
• I.3.3. Le lyophilisateur	30
• I.3.4. Les étapes de lyophilisation	31
○ a. Congélation	32
- Etat cristallin ou amorphe pour la lyophilisation	33
○ b. La Sublimation	35
- Importance de la température de transition vitreuse $T_g$ .	35
- Transfert de masse pendant la phase de sublimation	37
- Transfert de chaleur pendant la phase de sublimation	37
○ c. La dessiccation secondaire (désorption).	39
• I.3.5. Paramètres clés du procédé de lyophilisation	40
• I.3.6. La transition vitreuse	42
• I.3.7. Qualité finale du lyophilisat.	42
○ a. Propriétés physiques du lyophilisat	42
○ b. l'humidité résiduelle de lyophilisat	43
Conclusions	43
<b>Partie II. Etude expérimentale</b>	<b>44</b>
II.1. Introduction	44
II.2. Présentation de la laiterie l'Edough-Annaba	44
II.3. les modes opératoires	44

II.3.1. Lactosérum	44
• a. Caractérisation physico-chimique du lactosérum brut	46
• b. Caractérisation bactériologique du lactosérum brut	48
- Prélèvement du lactosérum doux	48
- Milieux de culture utilisés	48
- Dénombrement des coliformes totaux	49
- Dénombrement des germes aérobies mésophiles	50
- Identification de clostridium sulfito-réducteur	50
- Dénombrement des staphylocoques	51
- Dénombrement des salmonelles	51
- c. Obtention de la poudre de lactosérum	52
II.4. Résultats et discussion	53
II.4.1. Analyses physico-chimiques du lactosérum	54
a. pH et acidité titrable	55
b. Extrait sec total	55
c. Teneur en cendre (minéraux)	55
d. Les protéines	55
e. Lactose	55
II.4.2. Analyses bactériologique du lactosérum.	56
II.4.3. Lyophilisation	57
II.4.4. Le mélange lactosérum-Lactose	57
II.4.5. Transferts de chaleur et de matière	58
II.4.6. Suivi de la lyophilisation	60
II.4.7. Variation de la température et la pression au court de lyophilisation	60
II.4.8. Propriétés de produit finale ( le Whey protéine)	62
<b>Conclusions</b>	63
<b>Conclusion générale</b>	64
<b>Référence bibliographiques</b>	65
<b>Annexes</b>	66

## LISTE DE FIGURES

N° figure	Titre de figure	N° page
1	Teneur en minéraux du lactosérum	11
2	Teneur en vitamines du lactosérum	12
3	Diagramme de production de Whey protéine	24
4	La Whey protéine Native	25
5	La Whey protéine Isolée.	26
6	La Whey protéine concentrée	27
7	La Whey protéine Hydrolysée	28
8	Le procédé de lyophilisation dans le diagramme d'état de l'eau pure	31
9	Lyophilisateur Pilote SMH 45 USIFROID (La gep)	32
10	Mise en évidence de phénomène d surfusion	33
11	Profil thermique lors de la congélation d'un système cristallin eau/chlorure de Sodium	35
12	Lyophilisation d'une solution aqueuse de lactose 10% (massique)	36
13	Transfert de masse durant la phase de sublimation	37
14	Étapes de la préparation du lactosérum	46
15	Diagramme d'état solide-liquide pour un système lactosérum-lactose.	57
16	Le transfert thermique au cour de la lyophilisation	95
17	Cycle de lyophilisation	60
18	la forme de lyophilisat sous microscope au cour de lyophilisation	62
19	la forme de la poudre final de Whey protéine	62

## LISTE DE TABLEAUX

<b>N° tab</b>	<b>Titre de tableau</b>	<b>N° page</b>
1	Composition moyenne des sous-produits de l'industrie fromagère	10
2	Paramètres biologique des protéines du lactosérum	10
3	Composition en acides aminés essentiels (g/100g de protéines)	11
4	Application des protéines de lactosérum	18
5	Paramètres Physico- Chimiques du lait (LEA).	53
6	Les résultats d'analyses physico-chimiques du lactosérum	54
7	Résultats d'analyses bactériologique du lactosérum	56
8	Propriétés physico-chimique de produit finale	62
9	Propriétés bactériologique de produit finale	



## Liste d'équations

N° eq	Titre d'équation	N° page
1	Loi de Raoult	31
2	Flux de chaleur extérieure totale	38
3	Coefficient globale de transfert de chaleur	38
4	Acidité	45
5	Extrait sec total	46
6	Flux de chaleur des étagères	59
7	Equilibre des flux	59

## Introduction générale

De nombreux sous-produits de l'industrie alimentaire sont rejetés dans la nature et constituent de ce fait un facteur de pollution de par leur grande quantité. Parmi ceux-ci, nous nous sommes intéressés à l'industrie laitière, l'unité EDOUGH de ANNABA qui pour la production fromagère rejette quotidiennement 18000 litres/jour de lactosérum, soit pour chaque kilogramme de fromage produit, un résidu de 4 à 12 kg de lactosérum est rejeté. Par sa composition biochimique (lactose, protéines, vitamines...).

Le lactosérum est un exemple typique de la transformation d'un sous-produit du lait en matière première. Ceci est dû d'une part à une demande biochimique d'oxygène (D.B.O.) considérable qui interdit son élimination dans les rivières et, d'autre part, à la grande valeur nutritive de ses protéines. Celles-ci, plus équilibrées en acides aminés que la caséine, présentent beaucoup d'intérêt aussi bien pour les pays développés, car elles permettent la fabrication de produits diététiques spéciaux, que pour les pays en voie de développement, où elles servent de supplémentation aux aliments traditionnels.

Plusieurs études ont été consacrées à l'étude de la valorisation du lactosérum à savoir la transformation des protéines de lactosérum en poudre par différents procédés qui permettant la séparation de ses constituants ainsi que leurs possibles voies de valorisation, parmi ces procédés, dans ce travail on a choisies la lyophilisation, et on la proposée à la laiterie Edough-Annaba comme traitement de rejets.

Dans la première partie, on a parlé de quelques généralités sur le lactosérum, puis on a cité les types des Whey protéines existants, et le dernier chapitre de cette partie, détaille la technique de lyophilisation.

La deuxième partie, donne les méthodes et le matérielle utilisés pour réaliser le travail et aussi les résultats bien détaillés et leur discussion.

## I.1. GENERALITE SUE LE LACTOSERUM

### I.1.1. Introduction

Le lactosérum est un des exemples le plus typique de la transformation d'un sous-produit du lait en matière première. Ceci est dû d'une part à une demande biochimique d'oxygène (D.B.O.) considérable qui interdit son élimination dans les rivières, et, d'autre part, à la grande valeur nutritive de ses protéines. Celles-ci, plus équilibrées en acides aminés que la caséine, présentent beaucoup d'intérêt aussi bien pour les pays développés, car elles permettent la fabrication de produits diététiques spéciaux, que pour les pays en voie de développement ( voir annexes 1 ), où elles servent de supplémentation aux aliments traditionnels.

### I.1.2. Définition et caractéristiques du lactosérum.

Le lactosérum est un liquide vert-jaunâtre qui provient de la fabrication du fromage et de la caséine.

La qualité de la composition et les propriétés du petit-lait peuvent différer grandement, en fonction de la technologie de production et de la qualité du lait utilisée Les nutriments du lactosérum les plus abondants sont le lactose, les protéines solubles, et les sels minéraux. Le lactosérum contient aussi d'autres composants, tels que l'acide lactique (0.05%) et citrique, des matières azotées non protéiques (urée et acide urique), et des vitamines du groupe B [1].

### I.1.3. Sources industrielles du lactosérum

#### a. La fromagerie

La fabrication des fromages et l'extraction de la caséine du lait écrémé laissent comme produit dérivé un liquide clair, jaune verdâtre : le lactosérum qui a une composition variable avec le type de fabrication dont il provient [1].

#### b. La beurrerie

Le babeurre ou « lait de beurre » est le résidu issu de la fabrication du beurre à partir de lait ou de crème. Le babeurre coagulé peut y être transformé en fromage et en lactosérum [1].

#### **I.1.4. Différents types de lactosérum**

Le caillage du lait, qui correspond à l'insolubilisations de la caséine, est obtenu soit par adjonction directe d'acides organiques ou minéraux, soit par une acidification indirecte au moyen des bactéries lactiques, soit encore par action enzymatique de la présure ou de ses substituts. L'acidification entraîne une modification profonde de la structure originelle de la micelle, en particulier sa déminéralisation, qui fait passer dans le lactosérum une part importante d'éléments minéraux. Pour cette raison, les lactosérums sont classés en fonction des processus utilisés en fromagerie [1] .

##### **a. Lactosérum acide**

Le lactosérum « acide » est obtenu après acidification lente du lait. Ce type de lactosérum est créé soit par l'activité des lactobacilles soit par l'addition d'acides organiques (acide lactique) ou minéraux et séparation du caillé. Il découle des fabrications de pâtes fraîches, de pâtes molles (Camembert, etc.) et aussi de la fabrication de la caséine-acide. Le pH du lactosérum acide varie entre 4 et 5 [1].

##### **b. Lactosérum doux**

Le lactosérum « doux » est le liquide d'exsudation obtenu lors de la fabrication des fromages à pâte cuite ou pressée, et résulte également de la caséine-présure. Le pH du lactosérum doux varie entre 5,7 et 6,5 [1].

#### **I.1.5. Composition du lactosérum**

La composition moyenne de lactosérum est donnée dans le tableau 01. Elle peut varier, étant donné qu'elle dépend du lait d'origine. La présence de constituants à valeur nutritive élevée et aux aptitudes fonctionnelles intéressantes ainsi que de molécules à haute valeur ajoutée (lactoferrine, lactoperoxydase) sont les arguments qui plaident en faveur de la valorisation de ce co-produit de l'industrie laitière [1].

**Tableau 1.** Composition moyenne des sous-produits de l'industrie fromagère

	Lactosérum doux		Lactosérum acide		
	Pâte pressée cuite (Emmental)	Pâte pressée non cuite (Edam)	Pâte fraîche	Caséine	Camembert
Teneur en eau (%)	93.5	95	94	94	93.5
extrait sec en (%)	6.5	5.00	6.00	6.00	6.5
pH	6.70	6.50	6.00	4.60	6.1
Composition en g/l					
Lactose	76.00	75.00	65.5	74.00	75.00
Protéines	13.50	13.50	12.00	12.00	12.00
Cendres	8.00	8.00	9.00	12.00	8.25
Acide lactique	1.80	2.80	10.00	1.080	2.20
Matière grasse	1.00	1.00	0.50	0.50	1.00

### a. Protéines du lactosérum

Les protéines ne forment pas la fraction la plus abondante du lactosérum, mais elle est la plus intéressante sur le plan économique, nutritionnel et des utilisations potentielles.

Les protéines du lactosérum (tableau.2) ont en effet une valeur nutritive supérieure à celle des caséines, grâce au fait qu'elles sont plus équilibrées en acides aminés (tableau.3). Les coefficients d'utilisation digestive et la valeur biologique sont élevées et proche de ceux des protéines de l'œuf [1].

**Tableau 2.** Paramètres biologique des protéines du lactosérum

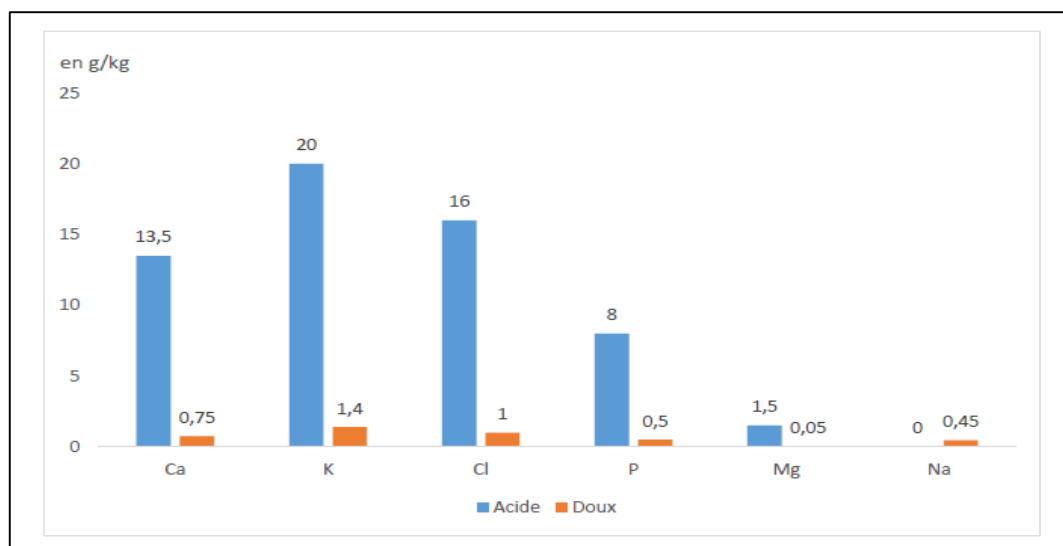
Pourcentage respectifs	%
$\beta$ lactoglobuline	50
$\alpha$ lactalbumine	23
Immunoglobulines	10
Protéase peptones	17
Métalloprotéines	< 1

**Tableau 3.** Composition en acides aminés essentiels (g/100g de protéines)

	Concentration (mg/ml)	Besoin quotidiens (mg)
Thiamine (vit.B1)	0.38	1.5
Riboflavine (vit.B2)	1.2	1.5
Acide nicotique (vit.B3)	0.85	10-20
Acide pantothénique (vit.B5)	3.4	10
Pyridoxine (vit.B6)	0.42	1.5
Cobalamine (vit.B12)	0.03	2

### b. Minéraux

La concentration des minéraux contenus dans le lactosérum (tableau 6) constitue une autre voie de valorisation de ce sous-produit. Les sels de calcium, de potassium, de sodium et de magnésium constituent l'essentiel de ces minéraux (> 50% NaCl et KCl, sels de calcium) avec des traces de métaux tels que le zinc et le cuivre [1].

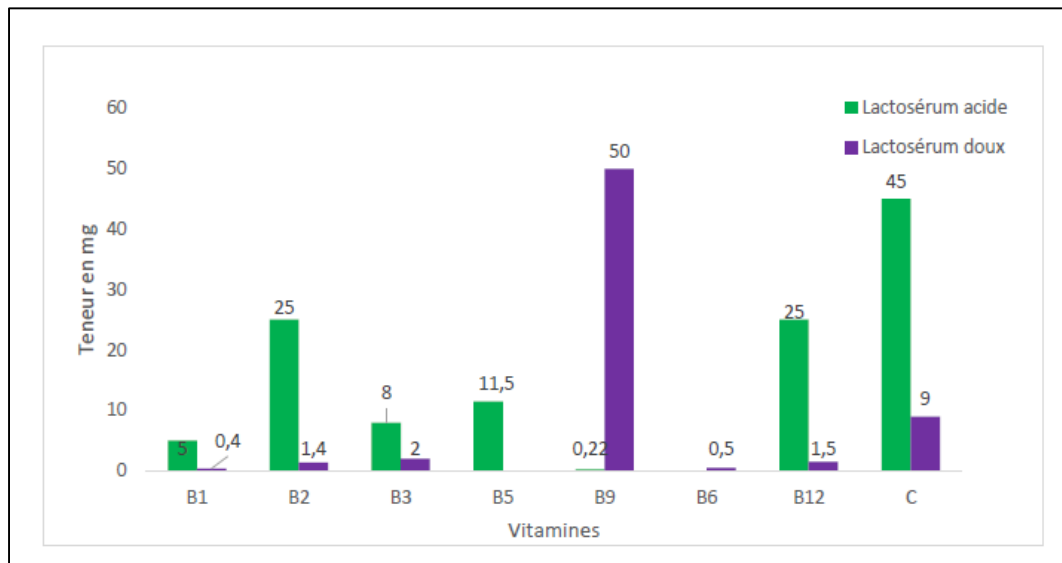


**Figure 1.** Teneur en minéraux du lactosérum.

### c. Vitamines

Le lactosérum contient la majeure partie des vitamines hydrosolubles présentes dans le lait (tableau5), il est particulièrement riche en riboflavine (qui lui donne sa

couleur verdâtre) et la teneur par litre en vit B correspond à la couverture d'une proportion appréciable -surtout B2, B5 et B6- des besoins quotidiens humains [1].



**Figure 2.** Teneur en vitamines du lactosérum

#### d. Lactose

Lactose et ses dérivés peuvent être purifiés à partir de lactosérum ou de perméat de fromage par cristallisation. Il est utilisé comme complément dans les laits infantiles et comme excipient pour les produits pharmaceutiques. Bien que la production de lactose à partir de petit-lait ait augmenté constamment à l'échelle internationale depuis 1940 et les quantités de lactose purifié produites dans le monde entier nécessiteraient l'utilisation de 5% du lactosérum disponible [1].

### I.1.6. Utilisation et valorisation de lactosérum

#### a. Dans l'alimentation animale

Les poudres sont principalement utilisées dans les aliments d'allaitement pour veaux. Elles sont également employées, de même que les concentrés liquides, en mélange avec d'autres aliments, avec de la mélasse ou de la farine de soja, pour divers animaux d'élevage (bovins, porcins, volailles). Le remplacement total des protéines du lait par celles du lactosérum dans les aliments d'allaitement chez le veau préruminant entraîne une accélération de la vidange stomacale.

Le petit-lait utilisé tel quel comme source d'énergie et de protéines dans l'élevage des veaux [1].

### **b. Dans l'alimentation humaine**

Le lactosérum peut être utilisé pour fabriquer des produits alimentaires humains tels que le fromage et les boissons au lactosérum. Les boissons de lactosérum les plus courantes sont les jus de fruits mélangés au petit-lait. La qualité nutritive du lactosérum tient à la fois à la présence du lactose et des protéines sériques. La richesse en lactose en fait un auxiliaire actif dans le brunissement enzymatique ou réaction de maillard apprécié en boulangerie, biscuiterie...etc [1].

Les sérums concentrés et en poudre ont des applications dans les produits à base de céréales, où ils agissent à la fois comme renforçateur des farines et améliorateur de goût et de couleur. La poudre de lactosérum déminéralisé est utilisée dans les formules pour nourrissons nutritionnelles (richesse en acides aminés essentiels), dans les aliments diététiques, en confiserie, pâtisserie et peut partiellement remplacer la poudre de lait écrémé dans la crème glacée Les propriétés fonctionnelles liées aux protéines sériques en font des produits intéressants (tableau 6), Elles sont employées dans l'industrie agro-alimentaire pour la fabrication des potages en poudre, des fromages fondus...etc [1].

Les concentrés de protéines de dont le lactose a été hydrolysé peuvent être utilisés comme agents édulcorants et stabilisants dans les desserts congelés [1].

#### **- Les protéines**

Elles possèdent une haute valeur nutritionnelle mais sont aussi utiles pour élaborer des produits diététiques et thérapeutiques. En effet, ces protéines laitières présentent plusieurs caractéristiques intéressantes, elles sont employées pour leurs bonnes solubilités (environ 95 % de de pH 1 à 4 et de pH 6 à 8), leurs propriétés moussantes et émulsifiantes. Enfin, leurs structures et propriétés fonctionnelles sont également à la base de la texturisation de certaines préparations alimentaires. Il est à noter que la gélification, qui regroupe le pouvoir moussant et émulsifiant, est généralement obtenue par acidification ou par coagulation enzymatique [2].



A partir du lactosérum, on peut aussi former des Co-précipités en modifiant la teneur de certains éléments qui le composent. Ainsi, on peut parvenir à concentrer davantage les protéines dans la poudre résiduelle pour ensuite améliorer la teneur protéique des produits laitiers tels que les yaourts ou encore dans des produits de boulangerie ou réservés à l'alimentation infantile. Ce procédé s'effectue à basse température pour préserver la conformation native des protéines. Ces dernières viennent donc enrichir les aliments. On parle de WPC (Whey Protéine Concentrées) : il contient en général 35 à 85 % de protéines [2].

Par ailleurs, la technique d'hydrolyse, par une digestion enzymatique, appliquée aux protéines du lactosérum permet l'obtention d'hydrolysats de protéines riches sur le plan nutritionnel et facilement valorisables dans des préparations diététiques. L'hydrolyse maîtrisée des protéines peut également permettre de supprimer leur pouvoir allergisant, et elles pourront donc être utilisées pour la fabrication de produits hypoallergéniques. Enfin, une hydrolyse très poussée conduit à l'obtention de petits peptides constitués d'uniquement 2 à 5 acides aminés. Ces derniers ont souvent un rôle biologiquement très actif [2].

Plus particulièrement, les protéines sériques sont celles qui présentent un intérêt majeur étant donné qu'elles sont riches en acides aminés essentiels. De plus, elles entrent dans la confection de plats cuisinés en favorisant la rétention d'eau. Elles peuvent être introduites dans tout type de boissons car solubles à n'importe quel pH et leur pouvoir moussant est employé en confiserie. Elles sont généralement préalablement coagulées par chauffage ou concentrées par ultracentrifugation.

Lorsqu'elles sont coagulées, elles sont surtout ajoutées aux produits laitiers fermentés et aux fromages. En revanche, si elles subissent une ultracentrifugation, on les utilisera principalement en diététique infantile. Cette technique d'ultracentrifugation permet notamment d'enrichir des fromages en lactoprotéines : par ultrafiltration du lait de fromagerie, on conservera les protéines sériques dans le fromage (15 % au lieu de 2,5% sans appliquer ce traitement) [2].

## - Sels minéraux et vitamines

Les sels minéraux recueillis à partir du lactosérum peuvent venir enrichir des préparations alimentaires où l'on désire obtenir un contrôle strict des quantités et des types de sels minéraux ajoutés. Par exemple, la plupart des sels minéraux sont stables dans les eaux minérales. Les réutiliser dans la fabrication d'eaux minérales initialement faiblement minéralisée pourrait être éventuellement envisagé. Ils peuvent aussi être introduits dans les boissons destinées à la récupération du sportif où un apport contrôlé permettrait de combler les déficits en sels minéraux dus à l'effort prolongé effectué. Ces boissons contiennent surtout du sodium, du potassium et du magnésium. Les vitamines B et C sont aussi des composants majeurs de ces boissons énergétiques mais leurs bienfaits seraient contestés.

Les vitamines sont aussi des acteurs majeurs des voies métaboliques des mammifères. Le lactosérum contient en majorité des vitamines B1, B2, B3, B5, B6, B9 et de la vitamine C [2].

Parmi les vitamines B évoquées, les vitamines B1, B2 et B3 participent au métabolisme des glucides, des lipides et des protéines. Les vitamines B3, B5 et B6 sont impliquées dans la synthèse de neurotransmetteurs et/ou d'hormones. Enfin, les vitamines B8, B9 et B12 jouent un rôle dans la division cellulaire et éventuellement dans la formation d'ADN et d'ARN.

Elles sont présentes dans de nombreux compléments alimentaires destinés à contrer un déficit ou une carence en ces éléments. La vitamine B2 a un rôle particulier dans le domaine des industries agroalimentaires où elle agit comme additif alimentaire en tant que colorant [2].

Néanmoins, la stabilité des sels minéraux et des vitamines est relativement peu importante. En effet, ils sont sensibles à une mauvaise conservation, à une cuisson trop intense ou longue et à la congélation. Leur destruction peut donc altérer les propriétés de certains aliments. Il devient alors intéressant de réincorporer ces éléments détruits lors des processus de transformation, conservation ou transport dans les préparations pour récupérer toutes les qualités nutritionnelles initiales du produit. Par exemple, la grande majorité des vitamines sont détruites à des températures voisines de 100°C, et sont vulnérables à lumière, aux agents

d'oxydation et aux catalyseurs minéraux. A cette même température de 100°C, il y a précipitation des sels minéraux et ils deviennent alors non assimilables par l'organisme. Ainsi, une minéralisation ultérieure aux processus de cuisson, de concentration par distillation, de pasteurisation, ou encore de transport serait envisageable pour restaurer les qualités nutritionnelles du produit. Si on prend l'exemple du jus d'orange, on pourrait réincorporer des vitamines C après la concentration et la pasteurisation qui lui sont appliquées [2].

### **c. Valorisation pharmaceutique et cosmétique**

#### **- À partir du lactose**

Le lactose peut être utilisé directement, sans transformation, en tant qu'excipient dans le domaine pharmaceutique et plus particulièrement dans celui de la pharmacie galénique (mise en forme médicamenteuse). Un excipient est un élément inerte qui donne une plus grande stabilité aux substances actives. Il a également des propriétés physiques qui confèrent leur forme, leur solubilité, leur dissolution correcte et ciblée aux comprimés. On retrouve ces caractéristiques propres à un bon excipient sur la figure X [2].

Utiliser le lactose comme excipient est économiquement intéressant car il est peu coûteux, compatible avec un bon nombre de substances actives, très stable et a une excellente solubilité avec l'eau. Il faut tout de même noter le fait qu'une partie non négligeable de la population est intolérante au lactose.

En plus de sa valorisation directe, il existe des transformations du lactose qui aboutissent à des produits utilisés en pharmaceutique [2].

Le lactose permet d'obtenir, par isomérisation, la lactulose qui est fréquemment utilisé en tant que laxatif pour traiter la constipation et pour traiter des maladies telles que l'encéphalopathie hépatique (cirrhose du foie) [2].

#### **- À partir des protéines**

Les isolats de protéines sont particulièrement riches en immunoglobulines qui jouent le rôle d'anticorps et ont pour effet de stimuler le système immunitaire. Cet effet thérapeutique a également été observé chez l' $\alpha$ -lactalbumine, en effet son hydrolyse libérerait certains di- et tri-peptides capables d'amplifier la réponse

immunitaire en augmentant le nombre de lymphocytes sanguins. Des résultats similaires ont été observés avec la lactoferrine. De manière générale, des essais ont montré que l'ingestion de quelques grammes d'isolat de lactosérum chaque jour chez des patients immuns déficients avait des résultats positifs sur les fonctions immunitaires ; particulièrement chez des personnes atteintes du sida et de l'hépatite B. En effet, l' $\alpha$ -lactalbumine, la  $\beta$ -lactoglobuline et la lactoferrine possèdent toutes des propriétés antivirales remarquables. C'est le plus souvent une forme modifiée de ces protéines qui est la plus efficace. Dans le cas de l' $\alpha$ -lactalbumine, alors que sa forme naturelle n'a aucun effet, sa forme succinylée a une grande affinité pour la protéine gp120 du VIH-1 ce qui permet d'inhiber l'infection des cellules. La  $\beta$ -lactoglobuline modifiée a également des capacités d'inhibition de l'infection par le VIH importantes. La protéine du lactosérum ayant le plus d'activité anti-virale reste la lactoferrine ; puisqu'elle inhibe plusieurs virus tels que le VIH, l'hépatite C, l'herpès et le cytomégalovirus humain.

**Tableau 4.** Application des protéines de lactosérum

Produits	Fonctions
Produits de boulangerie-biscuiterie	Apport protéique, rétention d'eau, gélifiant, texture (interaction avec gluten)
Pâtes alimentaires	Apporte protéique, texture
Pâtisserie (meringue, génoise...)	Émulsifiant, moussant, rétention d'eau, gélifiant
Confiserie (caramel, nougats...), chocolat au lait	Émulsifiant, arôme, texture
Potage, sauces	Épaississant (interaction avec amidon), émulsifiant
Plats cuisinés	Épaississant, émulsifiant, rétention d'eau
Farines lactées	Apporte protéique, solubilité
Boissons lactées ou fruitées	Soluble à chaud ou/et pH acide, épaississant
Aliments diététiques et infantiles (alimentation entérale...)	Apport protéique, solubilité, épaississant
Fromages naturels et fondus	Épaississant, émulsifiant, gélifiant
Pâtes à tartiner, crèmes glacées	Épaississant, émulsifiant
Crèmes, desserts, flans, yoghourts	Épaississant, émulsifiant, gélifiant
Produits carnés (saucisse...)	Épaississant, émulsifiant, gélifiant, rétention d'eau et de matière grasses

Des propriétés anti-bactériennes ont également été révélées chez les protéines du lactosérum. C'est, en général, l'hydrolyse de ces protéines par des endopeptidases qui libère des peptides aux propriétés bactéricides ou bactériostatiques. Grâce à sa capacité de liaison au fer, la lactoferrine peut faire baisser le niveau de fer d'un milieu et ainsi inhiber la croissance des bactéries le métabolisant. Elle jouerait aussi un rôle sur la modification des membranes bactériennes, ce qui lui confère des propriétés bactériostatiques. L'utilisation de la lactoferrine est donc courante dans les dentifrices ou les bains de bouches puisqu'elle empêche l'adhésion de certaines bactéries sur la plaque dentaire [2].

Enfin, les protéines de lactosérum attirent l'attention de par leur effet sur le cancer. Par exemple, certaines formes de l' $\alpha$ -lactalbumine humaine seraient capables de provoquer l'apoptose des cellules cancéreuses. Ces propriétés anti-tumorales ont aussi été détectées chez la lactoferrine : selon des expériences menées sur des rats mâles à qui on a administré de la lactoferrine sur plusieurs semaines, cette protéine a pour effet de freiner significativement le développement du cancer du côlon et des poumons. Enfin, de récentes études se sont penchées sur l'impact des protéines de lactosérum sur la chimiothérapie : bien que les données restent insuffisantes pour le moment, les premiers résultats tendent à montrer que l'isolat de lactosérum augmente l'efficacité du traitement. Ainsi, certaines protéines, en concentration suffisante, auraient pour effet de sensibiliser les cellules atteintes à la chimiothérapie ; ce qui constitue une piste prometteuse [2].

#### - **A partir des sels minéraux**

Dans le domaine pharmaceutique, ils interviennent notamment dans les contrôles du pH, de l'équilibre hydrique et participent à la catalyse de réactions lors du métabolisme de l'organisme. On les retrouve aussi comme constituants des os, dents. Enfin, ils sont des composants majeurs des enzymes et des hormones. Le domaine pharmacologique les intègre donc dans des compléments alimentaires ou des traitements [2].

Il y a également un intérêt à les incorporer dans la préparation de dentifrices. Actuellement, le calcium utilisé dans le dentifrice est issu d'os d'animaux ou de chaux. Il serait donc intéressant de pouvoir réutiliser un déchet des

transformations laitières pour permettre une valorisation au niveau de sa teneur en calcium [2].

#### **d. Autres utilisations**

La production de produits chimiques précieux à partir du lactosérum a été considérée comme une option intéressante en raison de sa richesse en éléments nutritifs. Le lactosérum de fromage a été utilisé comme substrat pour la production d'acide organique, d'éthanol, et de méthane.

Le lactosérum typique du fromage contient 5 à 6% de lactose, 0,8 à 1% de protéines et 0,06% de matière grasse constituant une matière première peu coûteuse et riche en nutriments, un taux de production élevé et un rendement élevé pour la fermentation lactique qui est initiée par l'hydrolyse du lactose par les bactéries lactiques (LAB). Le lactosérum a également été utilisé comme engrais agricole, mais avec l'inconvénient de laisser des dépôts salins élevé [2].

### **I.1.7. SÉCHAGE DES LACTOSÉRUMS ET DÉRIVÉS**

Il existe 2 grands types de procédés de séchage : le séchoir à cylindres ou le séchage par atomisation. Bien que la première méthode soit la moins coûteuse, cette technique peut causer, en raison de l'effet thermique, des dommages indésirables dans la plupart des applications fonctionnelles des produits de lactosérum. Elle n'est donc pratiquement plus utilisée sauf pour des applications particulières nécessitant un traitement thermique intensif comme la production de poudre de lait à forte teneur en matière grasse libre ou à forte réaction de Maillard pour l'industrie chocolatière. Le séchage de concentré de lactosérum par atomisation est devenu la méthode d'obtention des poudres la plus utilisée. Une fois séchées, les poudres sont stockées et expédiées [3].

La transformation des lactosérums liquides en poudre implique la combinaison de plusieurs étapes unitaires : pré-traitement (deminéralisation, pasteurisation et ultrafiltration), concentration par évaporation sous vide (ESV), pré-cristallisation, séchage par atomisation, post-cristallisation, et séchage en lit fluidisé (voir annexe 4) [4].

La concentration par évaporation sous vide du lactosérum permet de passer d'un extrait sec de 6,5 % à 50–60 %. L'énergie nécessaire est apportée sous forme de vapeur à pression réduite. Pour réduire les coûts de fonctionnement, les évaporateurs « modernes » comportent plusieurs effets avec thermocompression de la vapeur [3].

Un « flash cooler » ou refroidissement par détente en sortie d'ESV permet de refroidir rapidement le concentré (de 40 à 30 °C par exemple) et de démarrer la cristallisation qui se poursuivra en cuve. Selon le type de cristallisation (pré ou postséchage), la forme des cristaux de lactose obtenus varie, respectivement « tomahawk » et forme en aiguille. Le produit précristallisé est ensuite séché par atomisation [3].

La technique actuelle est l'atomisation en tour deux temps ou tour trois temps (multiple effet). Le séchage deux temps consiste à limiter le séchage par atomisation au profit d'un procédé à temps de séjour plus long, et donc plus proche de l'équilibre thermodynamique. Le produit à la sortie de l'unité de séchage par atomisation aura l'humidité maximale compatible avec une évacuation continue et un maintien de conditions d'exploitation acceptables [3].

Ceci entraîne une sensible diminution de la température d'air de sortie, et permet également une augmentation de la température d'air d'entrée ; le produit plus humide, sera moins sensible au choc thermique. Le séchage final pour obtenir l'humidité résiduelle requise a lieu dans un lit fluidisé externe (ou vibro-fluidiseur) dont les débits d'air et températures sont adaptés à la préservation de la qualité du produit. Le principe du séchage deux temps indiquait clairement la voie à suivre pour réduire le coût du séchage et améliorer les performances et la qualité des produits déshydratés : transférer la plus grande partie possible de la phase dite « d'atomisation » à la phase dite de « fluidisation ». La limite est le contact produit humide avec les parois de l'unité, contact inévitable compte tenu de la turbulence interne nécessaire à l'échange thermique. L'élimination de cette limite a été la naissance de la tour de séchage trois temps ou multiple effet. En effet, faute de pouvoir éliminer les parois de l'unité de séchage par atomisation, les équipementiers ont cherché à éviter tout contact entre celles-ci et le produit

humide en stabilisant et séchant ce dernier dans un lit fluidisé interne (ou lit statique) à l'unité. Le couplage de la technique d'atomisation à la technique de fluidisation interne et/ou externe a ainsi permis d'améliorer la qualité des poudres par rapport aux séchages en un temps [3].

### **I.1.8. Pouvoir polluant du lactosérum**

Pendant longtemps, le lactosérum a constitué un effluent de l'industrie fromagère. Par sa composition riche en matière organique, son rejet dans l'environnement constitue une source de pollution à cause de sa demande biochimique en oxygène qui est très élevée entre 32000 à 60000 mg d'O<sub>2</sub>/L, c'est-à-dire qu'un litre de sérum nécessite 40 g d'oxygène pour que ses matières organiques soient détruites par oxydation microbienne. Le lactosérum engendre une pollution organique importante soit : 1 L correspond à environ 85% de la pollution journalière générée par un habitant. Encore faut-il que son traitement soit économiquement acceptable, et parmi les méthodes de traitement du sérum, qui sont variées et permettent aussi d'obtenir de nombreux produits [4].

## **I.2. LA WHEY PROTÉINE**

### **I.2.1. Introduction**

La Whey protéine est une source de protéines à haute valeur biologique, qui présente un profil d'acides aminés complet. Elle se distingue également par sa rapidité d'absorption ce qui en fait une référence pour une consommation autour des entraînements. Lorsque le lait contient de la présure, ce dernier commence à cailler et à créer des petits grumeaux. Le liquide restant contient une forte concentration en Whey !

### **I.2.2. Définition**

La Whey est une protéine en poudre issue du lait de vache. Elle est également appelée protéine de « petit-lait » ou de « lactosérum ». En fonction des techniques d'extractions utilisées, on obtient une poudre plus ou moins pure. C'est pour cette



raison qu'il existe différents types de Whey sur le marché. Le lait est naturellement riche en protéines et il contient environ 80% de caséine et 20% de Whey [5].

### **I.2.3. L'intérêt de la Whey protéine**

La Whey représente un moyen simple et rapide d'apporter des protéines. Ce complément alimentaire fait d'ailleurs partie des plus populaires et appréciés par les sportifs et surtout les pratiquants de musculation. La Whey contient principalement des protéines qui peuvent agir sur de nombreux fronts les rendant très utiles pour les sportifs. En effet, il a été prouvé par les études scientifiques que les protéines favorisaient les gains de masse musculaire lorsqu'ils sont associés à un entraînement en résistance (1) comme la musculation par exemple. Pour faire simple, la Whey protéine remplace une source de protéines comme de la viande ou bien une barre protéinée si consommée en collation [5].

### **I.2.4. La composition de la Whey protéine**

La Whey protéine est issue du lait et contient des protéines et des acides aminés dans sa composition. Elle est d'ailleurs déclinée sous plusieurs formes différentes avec des caractéristiques qui lui sont propres. Vous allez pouvoir retrouver de la Whey concentrée, isolante, native, hydrolysée, nature, sans lactose ou encore biologique. Selon sa forme, elle peut être plus ou moins riche en protéines, glucides, sucres, lipides, acides aminés, calories ou avec une vitesse d'assimilation plus ou moins rapide [5].

### **I.2.5. Consommation de la Whey**

La Whey est traditionnellement utilisée par les culturistes et athlètes à la recherche de développement musculaire. Cependant, elle est aussi bien adaptée aux sportifs amateurs que confirmés ! On s'aperçoit que de nos jours, de plus en plus de personnes consomment des protéines en poudre, même si elles n'ont pas une pratique sportive régulière. La Whey peut vous aider à enrichir vos apports en protéines si cela est nécessaire. Elle permet à n'importe qui de maintenir sa masse musculaire et une ossature normale.

Que vous soyez un expert du sport, un sportif occasionnel ou simplement une personne qui souhaitent suivre un régime alimentaire équilibré, la Whey peut vous convenir [5].

### **I.2.6. Dosage et consommation de la Whey protéine**

En ce qui concerne le dosage en protéines, il est recommandé de prendre entre 1,8 à 2g de protéines par kilos de poids de corps par jour, dans le cadre d'une pratique sportive. Par exemple, si vous êtes un homme de 80 kilos, vous pouvez prendre jusqu'à 160g de protéines par jour (soit 80 kilos x 2 grammes). Une consommation excessive ne vous apportera pas plus de résultats et il est donc inutile d'en consommer plus [5].

Il est également crucial de répartir sa prise sur plusieurs repas car le corps est incapable d'absorber de grandes quantités de protéines en un seul et même repas. Nous vous conseillons donc de répartir cette quantité sur 4 à 5 repas sur votre journée [5].

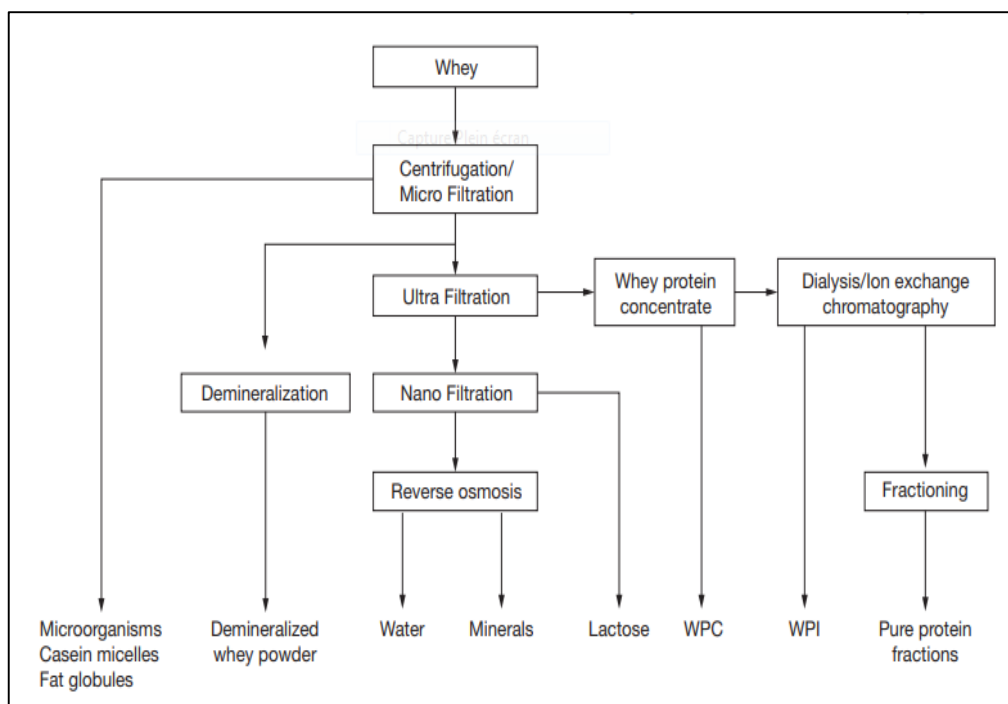
Vous pouvez également associer de la Whey dans vos recettes culinaires. Il est de plus en plus courant de préparer des desserts protéines à base de Whey comme des muffins allégés, des pancakes protéines ou encore des puddings [5].

### **I.2.7. Etapes de fabrication de Whey (méthode courante)**

En fonction du type de Whey que l'on souhaite obtenir, on lui fait subir différentes étapes de filtration. Le diagramme ci-dessous vous donne une meilleure vision sur les diverses étapes de fabrication de la Whey. Ce n'est que la partie droite du diagramme qui nous intéresse dans le cadre de la Whey. Ce diagramme vous expose toutes les étapes successives à l'étape 6 présentée dans le diagramme précédant de l'EWPA [5].

- En premier lieu, la Whey subit une microfiltration et ultrafiltration afin d'extraire la protéine concentrée. On obtient donc en premier lieu de la Whey Protéine Concentrate (WPC) qu'on connaît plus généralement sous le nom de Whey concentrée [5].

- Une deuxième étape de filtration, permet d'obtenir de la Whey Protéine Isolate (WPI) plus communément dénommée Whey isolate. Cette étape permet d'isoler la protéine et d'éliminer la majorité des impuretés comme le lactose ou le cholestérol.
- Enfin, pour les puristes, une troisième étape de fractionnement permet d'obtenir des peptides de Whey, qui sont des fractions pures de protéines. En revanche, dans ce diagramme, on nous ne parle pas de l'hydrolyse qui permet d'obtenir de la Whey hydrolysée car cette dernière reste un produit cher et de niche [5].
- C'est donc avec l'une de ces Whey que vos marques préférées fabriquent leurs protéines en poudre. En effet, la WPC, WPI ou peptides de Whey pures ne peuvent pas se consommer à l'état brut. Il faut les mélanger à des arômes, des édulcorants et autres substances pour obtenir un produit fini digne de ce nom, qui sera agréable en bouche et facile à consommer dans votre shaker [5].



**Figure 3.** Diagramme de production de Whey protéine.

### I.2.8. Types des Whey protéine :

### a. LA whey native

#### - Extraite du Lait

La Whey Native est issue de lait liquide, et non de résidus fromagers. Pour faire simple, il s'agit de la meilleure qualité de Whey à l'heure actuelle. En misant sur la qualité des matières premières, vous n'avez plus à vous soucier de l'absorption, de la digestion et de l'efficacité de votre Whey protéine [6].

#### - Une Protéine non dénaturée

L'idéal est de miser sur une Whey native non dénaturée. Cette appellation certifie que le processus de filtration est respectueux du produit. Concrètement, l'extraction se déroule à froid permettant de conserver toutes les qualités du produit, comparativement à un traitement à chaud [6].

#### - Une qualité préservée

Le processus de fabrication n'implique pas l'utilisation de produits chimiques. Ce respect de la matière première de bout en bout assure aux consommateurs une Whey native pure. Enfin, la qualité a un coût. Le prix est supérieur à une Whey fromagère. Néanmoins, en disposant de protéines complètes, vous mettez toutes les chances de votre côté pour progresser. La Whey Harder de Fitness Boutique est composée de protéines natives non dénaturées. Elle a été élue meilleur Whey du marché par le magazine 60 millions de consommateurs [6].



Figure 4. La Whey protéine Native.

## b. La whey isolate

### - Sans Lactose

Le choix de s'orienter vers une Whey Isolante est souvent motivé par l'absence de lactose. La Whey isolate présente la particularité d'être faible, voire dépourvue en glucides et en lipides, d'où l'absence de lactose. Ce supplément est idéal pour les personnes intolérantes. De plus, elle présente un excellent rapport qualité / prix [6].

### - Digestion facilitée

Le procédé de fabrication d'une Whey isolate permet d'en faciliter grandement la digestion ainsi que l'assimilation. Quelques minutes après ingestion, les acides aminés sont utilisables par votre organisme pour lutter contre le catabolisme musculaire et accélérer votre récupération [6].

### - Forte concentration en protéines

Une Whey isolate renferme entre 80 % et 95 % de protéines. Il s'agit donc d'un complément indispensable pour les pratiquants de musculation. La Whey isolate est une protéine dite de « haute qualité ». Elle séduit les sportifs soucieux de consommer moins de lactose sans pour autant faire l'impasse sur leur ration de protéines journalières. La Whey Isolante Zero Sugar Zero Fat IsoGreat de Scitec Nutrition contient 91 g de protéines, 0 g de glucides, 0 g de lipides pour 100 g [6].



Figure 5. La Whey protéine Isolée.

### c. La whey concentrée

#### - Une Whey Économique et Efficace

La Whey Concentrée est plébiscitée en raison de son coût ainsi que son efficacité. Il s'agit d'un complément alimentaire économique fournissant aux muscles près de 70 g de protéines pour 100 g. Il s'agit du type de protéine le plus vendue à travers le monde [6].

#### - Une bonne Valeur Biologique

Avec une valeur biologique de 104, elle permet une assimilation rapide par l'organisme. Ceci s'explique en raison de son profil en acides aminés [6].

#### - Une Protéiné "Passe-Partout"

Contenant aussi bien des protéines, que des glucides ou des lipides, elle peut être consommée toute l'année. Que ce soit en prise de masse, en maintenance ou en phase de sèche, la Whey concentrée se veut universelle afin de vous faciliter la tâche.

Vous l'aurez compris, la Whey concentrée a pour objectif de vous apporter une supplémentation en protéines et en acides aminés à moindre coût. La Whey Protein d'Inshape Nutrition pourrait correspondre à vos besoins [6].

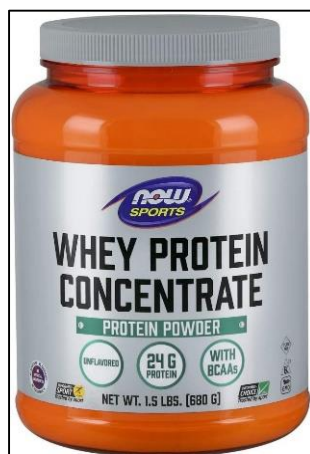


Figure 6. La Whey protéine concentrée.

#### d. La whey hydrolysée

##### - Assimilation Intégrale

Le processus de filtration d'une Whey Hydrolysée a permis de diviser les maillons de la protéine en peptides. De fait, cette whey « pré-digérée » présente une digestion facile ainsi qu'une assimilation inégalée. Fini les ballonnements ! Ce complément apporte très rapidement aux muscles les acides aminés nécessaires, tout en respectant votre organisme [6].

##### - Sans Lactose

L'absence de lactose participe directement à votre confort intestinal. En remplacement, les fabricants intègrent des enzymes digestives à l'image du Tolerase™, une forme de lactase mieux assimilée. Les avancées scientifiques permettent donc d'obtenir un produit riche en protéines et facilement assimilable pour tous [6]

##### - Riches en Protéines

L'hydrolysate de Whey mise sur le développement de sa masse musculaire ainsi que sa récupération. Par conséquent, ce supplément contient entre 80 % et 95% de protéines. Il s'agit de la Whey protéine la plus filtrée et la plus pure. Sans lactose et très digeste, la whey hydrolysate séduit les sportifs sujets aux troubles digestifs. Grâce à une protéine comme l'Hydro Whey de Nutrend, vous n'avez plus à redouter les désagréments intestinaux. [6].



**Figure7.** La Whey protéine Hydrolysée.

## I.3. LA LYOPHYLISATION

### I.3.1. Introduction

Ce chapitre permet de poser les bases de la lyophilisation. Après un rappel des principes de la lyophilisation, nous présenterons les paramètres clés du procédé ainsi que les mécanismes de transferts de matière et chaleur,

Habituellement retenus pour l'analyse et la compréhension des nombreux processus élémentaires rencontrés. Une grande partie de ce travail bibliographique est consacrée à la lyophilisation des produits pharmaceutiques en milieu organique qui est le sujet même de la thèse.

### I.3.2. Principe de la lyophilisation.

La lyophilisation appelée autrefois cryodessiccation, est une opération de déshydratation à basse température et à basse pression qui consiste à éliminer principalement par sublimation, la majeure de l'eau contenue dans un produit.

Par abaissement de l'activité de l'eau, vitesses de réactions chimiques ou biochimiques peuvent alors être fortement ralenties. Par conséquent, une conservation à long terme du produit est possible [7].

Cette technologie conduit à un lyophilisat (produit sec) sous forme de poudre microporeuse et hygroscopique dont la réhydratation est quasi-instantanée.

Le procédé de lyophilisation est composé de 3 étapes principales, successives et Indissociables :

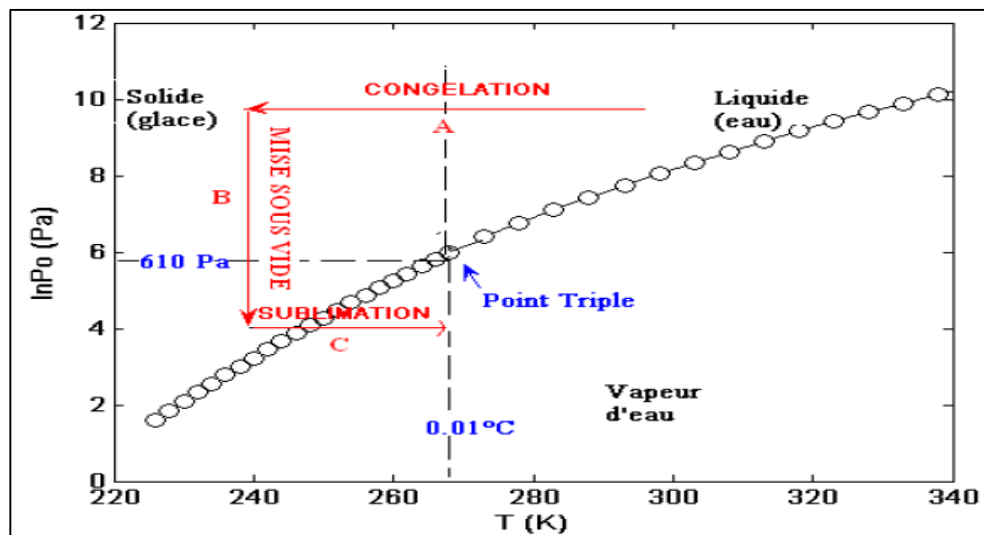
- La congélation qui transforme l'eau libre en cristaux de glaces
- La dessiccation primaire (sublimation) qui permet de sublimer les cristaux de glace formées.
- La dessiccation secondaire (désorption) qui élimine l'eau liée e et non congelée adsorbée à la surface des pores de la matière sèche ou incluse dans la masse du lyophilisat [7].

La figure 08 ci-dessous schématise le procédé de lyophilisation dans le diagramme d'état de l'eau pure. À partir de l'étape de congélation (trajet A) qui se déroule



généralement à pression atmosphérique, il sera donc nécessaire en premier lieu d'abaisser la pression de vapeur d'eau dans l'enceinte au-dessous du point triple (trajet B). Puis la glace est sublimée en maintenant la température de celle-ci inférieure à sa température de fusion (trajet C) [7].

La zone de sublimation correspond donc à la zone des basses pressions de vapeur d'eau et des faibles températures, en dessous du point triple de l'eau (610 Pa ; 0,01 °C). Dans le cas où un soluté est dissous dans l'eau, les courbes délimitant chacune des phases dans le diagramme d'état (ln P, T) sont légèrement décalées. En effet, les solutés induisent un abaissement cryoscopique qui correspond à une diminution de la température de congélation commençante ce qui déplace les coordonnées du point triple (P, T) par rapport à celle du solvant pur (eau pure) [7].



**Figure 8.** Le procédé de lyophilisation dans le diagramme d'état de l'eau pure

- L'abaissement cryoscopique pour une solution très diluée est défini par le loi de Raoult :

$$\Delta T_f = \frac{k_w \cdot C}{M_s} \quad \dots \text{ (Eq 1)}$$

Tel que :  $\Delta T_f$  : abaissement cryoscopique (K).

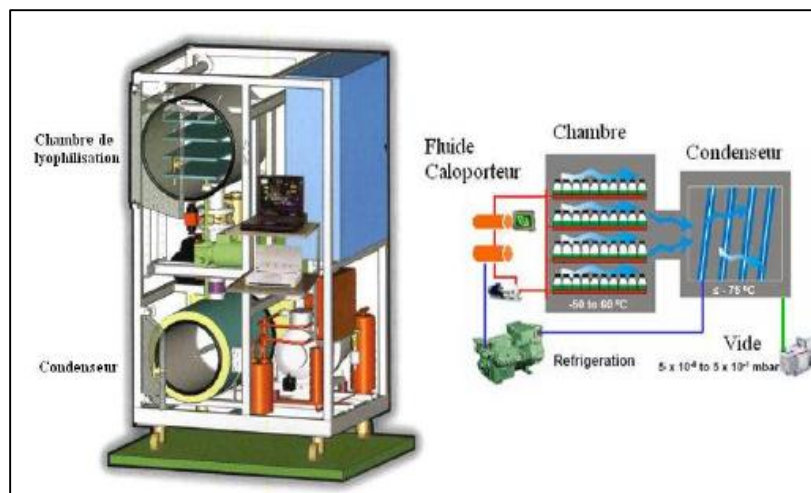
$K_w$  : constante cryoscopique de l'eau (K.kg de solvant/ kmol).

$C$  : concentration (kg de soluté/kg de solvant).

$M_s$  : masse molaire du soluté (kg/kmol).

### I.3.3. Le lyophilisateur.

En général, un lyophilisateur est composé de deux parties : une chambre de lyophilisation avec des étagères à température contrôlée par le fluide caloporteur (sublimation) ou réfrigérant (congélation) et un condenseur pour séparer la vapeur d'eau à des températures très basses variant entre  $-50^{\circ}\text{C}$  et  $80^{\circ}\text{C}$  (figure 02). Les deux chambres sont reliées par un tube de gros diamètre pour assurer le passage de la vapeur d'eau, tube parfois équipé d'une vanne à fermeture rapide. Une pompe à vide ou plusieurs en série sont présentes afin d'assurer le vide dans tout le système. Le produit à lyophiliser (la lactosérum) est introduit sous forme de solution aqueuse dans des flacons spécialement conçus pour la lyophilisation. Les flacons sont posés sur les différentes étagères et sont munis de bouchons qui permettent le passage de la vapeur d'eau de l'intérieur du flacon vers la chambre de lyophilisation. Puis, l'eau qui sublimée durant la phase de dessiccation primaire, est condensée sur les parois froides du condenseur dans la chambre de condensation [7].



**Figure 9.** Lyophilisateur Pilote SMH 45 USIFROID (La gep)

Plusieurs variables opératoires (température d'étagère, pression de la chambre, vitesse de congélation) sont à déterminer précisément à fin d'assurer les bonnes propriétés d'usage du produit lyophilisé appelé lyophilisat (porosité, aspect, couleur, etc) [7].

### I.3.4. Les étapes de lyophilisation

On considère 3 étapes essentielles qui sont:

#### a. Congélation

##### - Cristallisation de la glace (Notion de surfusion).

La congélation représente la première étape de la lyophilisation. En pratique, lors du refroidissement d'une solution aqueuse, l'eau reste à l'état liquide jusqu'à des températures bien inférieures à la températures d'équilibre thermodynamique de cristallisation de l'eau, jusqu'à des valeurs avoisinant les  $-15\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Ce phénomène est appelé surfusion et le degré de surfusion est défini comme l'écart entre la température de fusion à l'équilibre thermodynamique ( $T_f$ ) et la température à laquelle il y a apparition spontanée des premiers cristaux de glace (nucléés), notée  $T_{sN}$  (figure 10) [7].

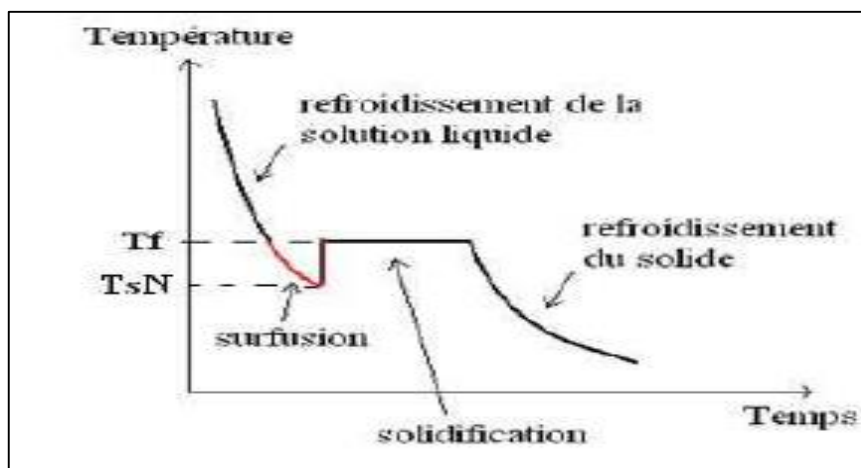


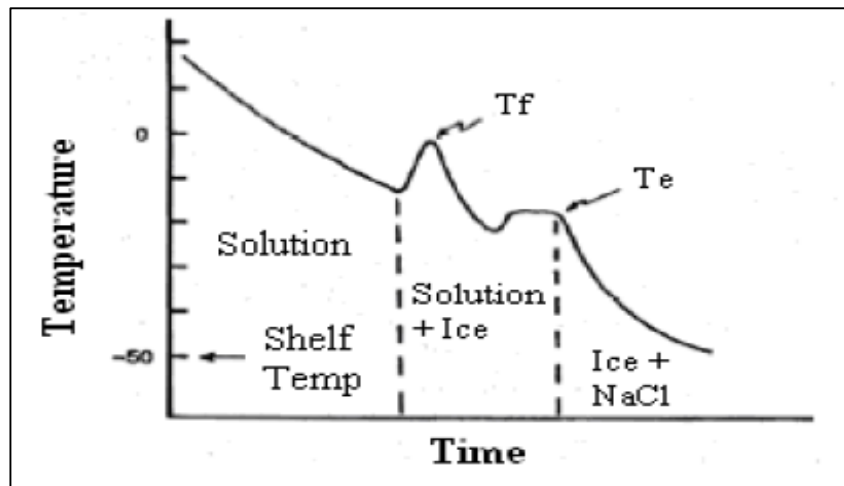
Figure 10. Mise en évidence de phénomène d surfusion

La cristallisation de la glace est un phénomène fortement exothermique, qui s'accompagne d'une remontée en température du produit. Dans la solution aqueuse, la formation des premiers cristaux de glace induit la Cryoconcentration des solutés au sein d'une phase de plus en plus visqueuse, jusqu'à la solidification totale (cristalline ou amorphe) de cette phase, aussi appelée « matrice ». Le degré de surfusion est très important car il détermine la morphologie des cristaux de glace (forme, taille, nombre) et, par conséquent, la texture (taille, forme) des pores du lyophilisat. Un grand degré de surfusion (congélation rapide) aura pour conséquence la formation d'un grand nombre de cristaux de petite taille. Ceci a

conséquence direct sur l'étape de sublimation. En effet, une faible porosité de la matrice amènera une limitation du transfert de masse de la vapeur d'eau et donc conduira à des temps de sublimation très importants. Préconise une surfusion modérée et uniforme dans l'ensemble de la solution sous-froid ainsi qu'une vitesse de croissance rapide des cristaux. Ainsi le protocole optimal de congélation consiste tous d'abord à refroidir la solution à  $-5^{\circ}\text{C}$  puis de la laisser reposer pendant 15 à 30 minutes, avant de la soumettre enfin à une rampe de refroidissement dite modérée de  $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$  jusqu'à  $-45^{\circ}\text{C}$ . De manière générale, la taille des cristaux est inversement proportionnelle au degré de surfusion. Un trop faible degré de surfusion peut conduire à la formation de gros cristaux de glace. Ceci aura pour conséquence une diminution de la surface spécifique des pores du lyophilisat donc à une diminution de la vitesse de réhydratation de ce dernier. Il faut donc trouver un compromis entre un temps de sublimation le plus court possible (coûts opératoires) et une réhydratation rapide du produit lyophilisé [7].

#### - **Etat cristallin ou amorphe**

Lors de l'étape de congélation, la croissance des cristaux de glace de proche en proche, épuise le liquide de la phase interstitielle avoisinante (cryoconcentrat) qui devient de plus en plus concentrée en soluté et pauvre en eau. L'augmentation de la concentration des solutés a pour conséquence une augmentation rapide de la viscosité, freinant ainsi le phénomène de cristallisation de la glace jusqu'à l'empêcher complètement. Cette solution viscoélastique peut alors se transformer soit en un solide cristallin soit en un solide amorphe. Dans le premier cas, le composé cristallin, ayant la solubilité la plus faible, forme avec les cristaux de glace un mélange solide. La température augmante jusqu'à la température de cristallisation de l'eutectique ( $T_{eut}$ ) comme le montre la figure 06, pour le système chlorure de Sodium/eau. L'eutectique est défini comme étant un mélange de deux ou plusieurs composés cristallins solides présentant certaines propriétés physiques identiques à celle d'un corps pur [7].



**Figure 11.** Profil thermique lors de la congélation d'un système cristallin eau/chlorure de Sodium.

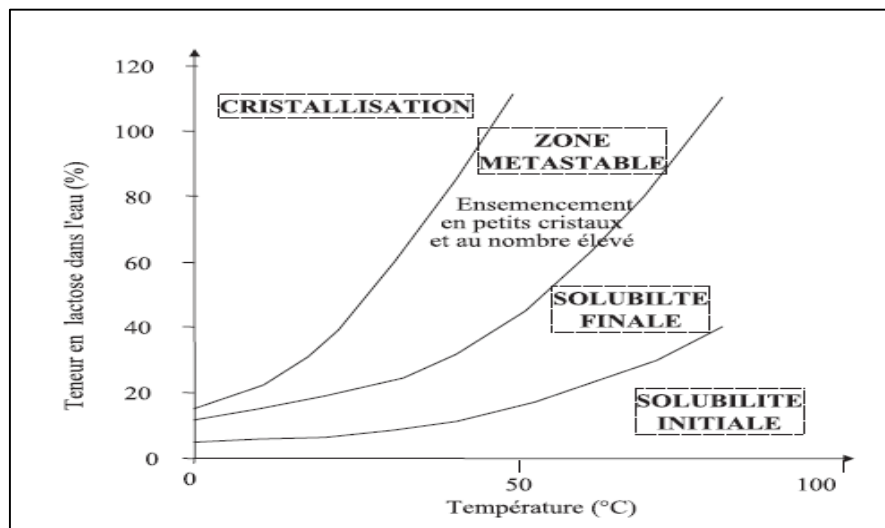
Lorsque la solution concentrée atteint des viscosités à l'ordre de  $10^{12}$  à  $10^{14}$  Pa.s, elle est à l'état vitreux. Cette transition progressive intervient autour d'une température dite « température vitreuse » notée  $T'_g$ . La structure amorphe obtenue appelée verre se situe sur le plan microscopique entre l'état liquide et l'état cristallin car elle correspond à la prise en masse d'un liquide, sans changement d'état au sens thermodynamique du terme ou au niveau de l'organisation moléculaire (sans formation de cristaux) [7].

## b. La Sublimation

### - Importance de la température de transition vitreuse $T'_g$

La température de transition vitreuse de la phase Cryoconcentrée maximale, notée  $T'_g$ , est un paramètre très important dans l'optimisation du procédé de lyophilisation.

Elle correspond au point de transition de phase entre un état liquide (viscoélastique) et une phase solide amorphe (verre), au maximum de concentration en soluté. On utilise la notation  $T_g$  pour représenter la température de transition vitreuse d'un produit (exemple saccharose) en l'absence de glace et la notion  $T'_g$  pour désigner la température de transition vitreuse d'une phase amorphe coexistant avec de la glace.



**Figure 12.** Lyophilisation d'une solution aqueuse de lactose 10% (massique).

La figure 12 ci-dessus met en évidence que par refroidissement de la solution, lorsque la température de nucléation spontanée de la glace est atteinte, les premiers nucléés apparaissent [7].

Puis la croissance des cristaux de glace se déroule de proche en proche ce qui conduit à l'appauvrissement du milieu en eau [7].

La phase interstitielle atteint sa concentration maximale en soluté ( $C'_g$ )

Et la température  $T'_g$ , et cette phase se vitrifie. Seule la fraction d'eau qui a cristallisé subira l'étape de sublimation. Cette étape consiste à placer le produit dans une atmosphère dans laquelle la pression partielle de vapeur d'eau est inférieure à la pression de vapeur saturante de la glace, tout en lui apportant suffisamment d'énergie (contact avec l'étagère, rayonnement) pour entretenir la sublimation de la glace. Pour que le produit ne subisse pas de dégradation, il faut maintenir la température de celui-ci en dessous de la température  $T$  eutectique pour un système cristallin ou de  $T'_g$ ) pour un système amorphe. Pour maintenir une température constante de sublimation, on doit fournir une la chaleur latente de sublimation de la glace soit 2809J/g de glace. La température moyenne du produit et en particulier celle du front de sublimation résultera d'un équilibre entre les transferts couplés d'énergie et de matière au sein du produit. Nous détaillerons

ces aspects dans les paragraphes suivants. Nous détaillerons ces aspects dans les paragraphes suivants [7].

#### - La température de collapse $T_c$

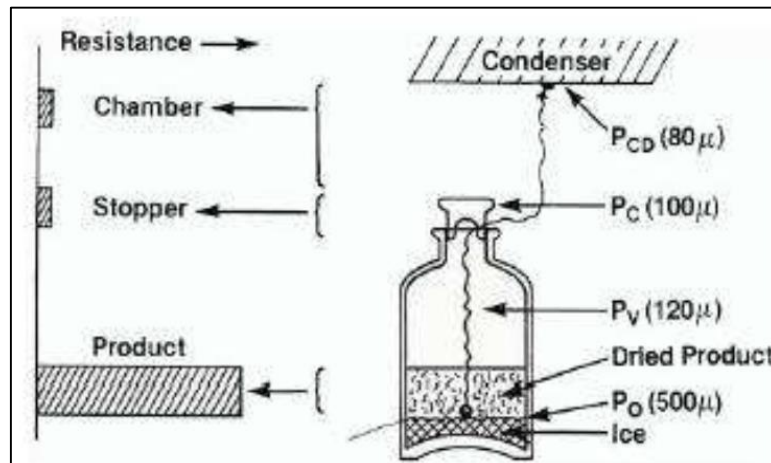
Le collapse ou effondrement de la structure de la zone sèche se produit pendant l'étape de dessiccation primaire (sublimation) lorsque la température du produit est suffisamment élevée pour induire un écoulement visqueux au sein de la matrice sèche. N'étant plus maintenue et rigidifiée par les cristaux de glaces, la couche sèche poreuse perd sa structure mécanique indispensable pour obtenir de bonnes propriétés de réhydratation et de stockage (teneur final en solvant). On observe ce phénomène lorsque la température du produit dépasse une certaine valeur critique appelé température de collapse notée  $T_c$ . La température de transition vitreuse  $T'_g$  et la température de collapse  $T_c$  sont généralement très proches, la valeur  $T'_g$  étant légèrement inférieure à  $T_c$  pour les petites molécules de carbohydrates et les polysaccharides. Afin d'éviter le collapse, préconise de toujours se maintenir, pendant l'étape de sublimation, à une température de produit inférieure à  $T'_g$  [7].

#### - Transfert de masse pendant la phase de sublimation

Le front de sublimation se déplace de haut en bas du flacon. Le transfert de la vapeur d'eau à partir du front de sublimation jusqu'au condenseur appelé aussi transfert de masse est limité par plusieurs résistances en séries qui sont :

- ✓ La résistance de la couche sèche, notée ( $R_p$ ).
- ✓ La résistance du goulot du flacon et du bouchon partiellement fermé, notée ( $R_s$ )
- ✓ La résistance liée à la distance parcourue par les molécules d'eau ou de solvant à travers, la chambre de lyophilisation, le tube de connexion et la chambre de condensation, notée  $R_c$ .

Les différentes résistances sont schématisées sur la figure 13 [7].



**Figure 13.** Transfert de masse durant la phase de sublimation.

- **Transfert de chaleur pendant la phase de sublimation.**
- ✓ **Transfer de chaleur externe**

La chaleur transmise au produit à travers le flacon par l'extérieur de celui-ci résulte de plusieurs mécanismes élémentaires de transfert de chaleur. Le flacon est entreposé entre deux étagères. Le fond du flacon est en contact direct avec l'étagère comme le montre la figure 13. Une partie du flux est transmise par conduction, par contact direct entre l'étagère et le fond du flacon. La majorité des flacons utilisés pour la lyophilisation présentent un fond incurvé vers l'intérieur. Il existe alors une couche de gaz entre l'étagère et le fond de flacon qui est le siège d'un gradient de température. Le transfert de chaleur se fait par conduction par l'intermédiaire des molécules de gaz entre l'étagère et le fond du flacon. L'autre mode de transfert est le rayonnement. Le produit subit à la fois le rayonnement de l'étagère supérieure, de l'étagère inférieure des parois de la chambre de sublimation [7].

Une description fine et détaillée de ces trois modes de transfert a été proposée par Sheehan et Liapis (1998).

Une modélisation simplifiée et globale des différents mécanismes de transfert consiste à admettre que le flux global de chaleur reçu par l'échantillon s'exprime à l'aide de la différence de température entre l'étagère et le produit au fond du flacon,



et un coefficient global de transfert de chaleur, noté  $K_v$  (W/m<sup>2</sup> K), par la relation suivante :

$$Q = A_v \times K_v (T_{shelf} - T_B) \quad \dots \text{ (Eq 2)}$$

Où  $Q$  représente le flux de chaleur externe totale (W) transmis,  $A_v$  l'aire de la section du flacon calculée à partir du diamètre externe (m<sup>2</sup> du flacon calculé à partir du diamètre externe (m<sup>2</sup>),  $T_{shelf}$  la température de l'étagère et  $T_b$  la température du produit au fond du flacon. La température du produit au fond du flacon [7].

La résistance globale au transfert de chaleur, notée  $K_v$ , est fonction de nombreux paramètres expérimentaux, tels que la pression totale dans l'enceinte de lyophilisation, la vitesse de sublimation, le type (nature, taille et forme) du flacon ainsi que des caractéristiques géométriques et technologiques de la chambre de lyophilisation [7].

En première approximation  $K_v$  (W/ m<sup>2</sup> K) peut être décomposé en trois termes correspondant à chacun des trois mécanismes élémentaires impliqués à savoir :

$$K_v = K_c + k_t + K_g \quad \dots \text{ (Eq 3)}$$

#### ✓ **Transfert de chaleur à l'intérieur du produit**

L'énergie apportée sert à la sublimation et à l'échauffement de la masse totale du flacon. Le transfert de masse interne s'effectue essentiellement par conduction.

Le front de sublimation se déplace de haut en bas du flacon délimitant deux couches : la couche sèche et la couche congelée. Cette configuration du produit en deux zones conduit à exprimer un transfert de chaleur par conduction au sein de la couche sèche et un transfert de chaleur par conduction au sein de la couche congelée. En toute rigueur, l'énergie apportée au front de sublimation provient principalement, d'une part, par conduction du fond et de la couche sèche, et d'autre

part, par rayonnement de l'étagère supérieure et des parois de la chambre de lyophilisation [7].

### **c. La dessiccation secondaire (désorption).**

Le principal objectif de l'étape de dessiccation secondaire est la désorption et la diffusion de l'humidité résiduelle, correspond à l'eau non congelée/adsorbée à la surface des pores ou insérée dans la phase concentrée. L'eau adsorbée sur la surface de la matrice poreuse n'a pas cristallisé pendant la congélation et elle est souvent appelée eau liée. La fixation des molécules d'adsorbat sur la surface des pores résulte essentiellement des forces de Van der Waals et des forces dues aux interactions électrostatiques de polarisation, dipôle et quadripôle pour les adsorbants ayant une structure ionique. L'adsorption physique se fait sans modification de la structure moléculaire de l'adsorbat et est parfaitement réversible ; c'est le processus de physisorption. L'eau peut être liée à la surface des cristaux du produit cristallin, ou piégée dans la matrice très visqueuse amorphe. Dans les deux cas elle doit être éliminée jusqu'à un niveau optimal (normes) garantissant la stabilité du produit pendant le stockage, ce qui correspond souvent à teneurs inférieures à 3 % [7].

L'étape de dessiccation secondaire dans le cas d'un produit cristallin peut être courte, puisqu'une température plus élevée et une rampe de vitesse de chauffe modérée [0,3 °C/min à 0,4°C/min] peuvent être appliquées sans risque d'effondrement de la structure ou collapse. Au contraire, dans le cas d'un produit amorphe, la désorption de l'eau liée demande plus de temps, à cause d'une part des mécanismes de diffusion moléculaire très lents au sein de la matrice amorphe visqueuse et d'autre part en raison des concentrations élevées en eau liée à la fin de l'étape de sublimation, entre 10 et 40 %. Par ailleurs, il faut maintenir la température du produit en dessous de la température de collapse pour éviter la déformation du gâteau et son effondrement. Ainsi, la température de l'étagère dans le cas des produits amorphes doit être augmentée modérément avec une faible rampe de vitesse de chauffe (0,10°C/min à 0,15°C), juste après la fin de l'étape de sublimation quand l'humidité résiduelle est très élevée. Cependant Pika et Shah (1990) ont montré que si l'on maintient la température des étagères la température

des étagères pendant les premières heures au même niveau qu'en fin de sublimation, la température de transition vitreuse augmente beaucoup plus rapidement que la température du produit. Cette même étude montre que le niveau diminue rapidement pendant les premières heures - par conséquent la température de l'humidité résiduelle diminue rapidement pendant les premières heures – par conséquent la température de transition vitreuse augmente – puis atteint un palier qui ne dépend que de la température de séchage. La température des étagères pendant la dessiccation secondaire doit être la plus élevée possible, typiquement comprise entre 25°C et 50 °C [7].

### I.3.5. Paramètres clés du procédé de lyophilisation

#### a. La transition vitreuse $T_g$

Le passage de l'état viscoélastique à l'état amorphe peut s'observer par mesure des variations de différentes propriétés du système considéré, à savoir [7] :

- **Propriétés rhéologiques :**

Variation de la viscosité dynamique en fonction de la Température avec forte diminution lors de la transition vitreuse à l'approche de la valeur de  $T_g$  [7].

- **Propriétés thermodynamiques :**

Variation du volume spécifique par dilatomètre ou par variation d'enthalpie, par analyse enthalpie différentielle (DSC) [7].

- **Propriétés électriques :**

Diminution sensible de l'impédance électrique au passage de la transition vitreuse mais cette variation reste beaucoup moins sensible que celle obtenue avec les mesures enthalpies ou calorimétriques [7].

Dans la majorité des cas, la température de transition vitreuse, notée  $T_g$ , est mesurée par DSC modulée en température, technique la plus utilisée dans notre domaine pour ses nombreux avantages. En effet, cette technique consiste à mesurer la différence de quantité de chaleur libérée ou consommée par l'échantillon analysé par rapport à une référence subissant le même traitement thermique. Les changements de phase comme la fusion ou la cristallisation sont dites du premier ordre et se traduisent par des pics endothermiques ou

exothermiques tandis que la transition vitreuse est une transition du second ordre. La valeur de  $T_g$  est habituellement obtenue au pointait  $T_g$ -midpoint qui correspond au point d'inflexion du flux thermique dans l'intervalle [ $T_g$  - onset,  $T_g$  - offset]. Ce point correspond à la diminution de 50% de la valeur du  $C_p$ . Les valeurs de  $T_g$  sont plus facilement identifiables en DSC modulée car cette technique détecte de faibles transitions thermiques. En effet, cette technique de DSC modulée permet de séparer le flux de chaleur lié à des phénomènes provoquant le changement de capacité calorifique : « reversing heat flow » (transition vitreuse) de ceux liés à des phénomènes cinétiques : « non-reversing heat flow ». Toutefois, cette méthode est beaucoup plus longue que la DSC standart à cause d'une vitesse moyenne de chaffage plus lente qu'une DSC standart et du fait de la nécessité d'optimiser la régulation des paramètre d'oscillations (periode et amplitude [7]).

#### **b. Importance de la transition vitreuse pour le contrôle du procédé de lyophilisation.**

Le concept de température de transition vitreuse est utilisé pour évaluer la stabilité physique de la structure amorphe, d'abord pendant toute la durée de la lyophilisation - i.e. pendant la sublimation de la glace et la désorption de l'eau non congelée - puis ensuite pendant la période de stockage. Au-dessus de cette température, cette structure amorphe devient viscoélastique et la mobilité de toutes les molécules en présence au sein de cette phase vitreuse augmente. Slade et Levine (1995) définissent deux zones de stabilité en fonction de la différence entre la température du produit  $T_p$ , et la température de transition vitreuse :

- Pour  $T_p - T_g < 0$ , le matériau est stable
- Pour  $T_p - T_g > 0$ , le matériau est instable et les réactions de dégradations (couleur, résistance mécanique, activité biologique) sont accélérées [7].

#### **I.3.6. Qualité finale du lyophilisat.**

Enfin d'opération de lyophilisation, le lyophilisat sec, sous forme d'une poudre microscopeuse, doit être facilement réhydratable. La porosité et la texture du lyophilisat conditionnent donc cette dissolution lors de la reconstitution de la

solution. Il est donc important de parvenir à certains critères de qualité du lyophilisat et de rappeler les caractéristiques physiques et chimiques principales pour sa bonne conservation tout au long du stockage [7].

De plus, d'autres paramètres importants qui suivent la lyophilisation sont aussi à contrôler comme la température de stockage, l'humidité finale, la nature de la solution de reconstitution (tamponnée ou non, temps de reconstitution, etc.) [7].

### **a. Propriétés physiques du lyophilisat**

Différentes propriétés physico-chimiques du lyophilisat fournissent des informations capitales sur sa conservation à moyen et à long terme, notamment sur le maintien de l'activité biologique et thérapeutique dans le cas des produits pharmaceutiques (vaccins, sérums, vitamines, hormones, enzymes, etc.) [7].

Parmi ces propriétés, la température de transition vitreuse à partir de laquelle le lyophilisat se déforme mécaniquement (collapse) ou passe à l'état visco-élastique est la plus importante [7].

Cette température est liée bien évidemment à la teneur en eau dans le lyophilisat, teneur fixée par les conditions opératoires du procédé et par la composition de la formulation [7].

De plus, la morphologie du lyophilisat, sa couleur ainsi que sa texture font partie intégrale des critères de qualité recherche. Le terme de texture regroupe l'ensemble des paramètres morphologiques tels que la porosité, la surface spécifique, la taille moyenne et la distribution que la porosité de taille des pores du produit. Ils sont directement liés aux conditions opératoires du procédé [7].

### **b. L'humidité résiduelle du lyophilisat**

L'humidité dite résiduelle du lyophilisat est aussi un facteur de qualité très important. En effet, si la teneur en eau est trop élevée, l'eau résiduelle peut donner des réactions chimiques impliquant les groupes aminoacides. Cette quantité d'eau résiduelle et la surface spécifique du lyophilisat étant liées, il est nécessaire de rechercher une surface spécifique optimale pour la sublimation et le stockage. Par ailleurs, une surface spécifique trop faible conduit à une reconstitution difficile de l'échantillon, la reconstitution pouvant être instantanée ou atteindre 1 heure.

Dans certain cas, la teneur en eau d'un échantillon peut augmenter très rapidement pendant le stockage surtout à cause de la perméabilité du bouchon.

Ainsi, c'est l'humidité de l'air extérieur entrant dans le flacon qui provoque l'augmentation de la teneur en eau et non l'eau résiduelle contenue dans le lyophilisat à la fin de la dessiccation secondaire [7].

## CONCLUSIONS

Il existe une grande diversité de lactosérums dont l'hétérogénéité de composition est due aux origines et au passé technologique du produit. La valeur nutritionnelle du lactosérum peut conduire ces produits à trouver de plus en plus d'applications dans l'alimentation humaine comme substitut du lait écrémé, et comme source de protéine et de lactose. La nécessité de développer des techniques de traitement doux est impérative pour mettre à disposition du marché des produits de qualité.

En résumé, la Whey Protéine est un excellent complément alimentaire pour favoriser l'hypertrophie musculaire et améliorer la récupération. Le choix est vaste entre une Whey fromagère concentrée économique ou une protéine native isolante extrait de lait de vache de qualité européenne, élevée en plein air. Si vous privilégiez la qualité, soyez attentif à l'origine des matières premières, les contrôles de fabrication ainsi que la garantie d'un apport en protéines et acides aminés assimilables par l'organisme. Enfin, pour maximiser vos gains musculaires, nous vous conseillons une dose de protéines avant/après votre entraînement ainsi qu'en collation pour satisfaire à vos besoins représentant 2 g / kg de poids de corps.

La lyophilisation est une opération de déshydratation à basse température et à basse pression qui consiste à éliminer principalement par sublimation, la majeure partie du solvant contenu dans un produit. Par abaissement de l'activité du solvant, les vitesses de réactions chimiques ou biochimiques peuvent alors être fortement ralenties et, par conséquent, une conservation à long terme du produit est pos.

## II.1. Introduction

La réalisation de notre projet se déroule au niveau de la laiterie Edough Annaba et laboratoire de biologie au l'université du Sidi Amar Annaba. Il a pour objectif de préparer un complément alimentaire qui est le Whey protéine à base du lactosérum qui est pour but de le valoriser par la technique de lyophilisation, ainsi que l'étude de ses caractéristiques physicochimiques et microbiologiques.

## II.2. Présentation de la laiterie l'Edough-Annaba

L'entreprise l'Edough a ouvert ses portes en 1975 sous forme d'unité de production appartenant à l'ONALAIT (office nationale du lait). La restructuration de l'ONALAIT en 1982 a donné naissance à trois offices régionaux : OROLAIT (ouest), ORLAC (centre) et ORELAIT (est). Cependant après la restructuration de cette dernière par acte notarié en date de 05/10/1997, cette unité est devenue la laiterie l'Edough qui a pu satisfaire les besoins en lait et produits laitiers (lait fermenté, camembert, beurre, etc.), non juste de la wilaya d'Annaba mais aussi d'autres wilayas voisines.

L'usine se situe dans la commune d'El-Bouni à 05 km du chef-lieu de la wilaya d'Annaba qui dispose d'un grand port, et à 12 km de l'aéroport international. Elle est construite sur une superficie de 06 hectares répartis-en :

- Bloc administratif : direction générale et administration, direction finance et comptabilité.
- Ateliers de fabrication : fromagerie et laiterie ; cette dernière est répartie en trois compartiments : service de collecte, atelier de transformation et magasin de distribution.
- Laboratoires : un pour les analyses physico-chimiques et un autre pour les analyses microbiologiques.
- Les chambres de stockage : y compris les chambres froides avec une capacité de 972 m<sup>2</sup>.

- Les utilités : chaudières, station de froid, station de traitements des eaux...aujourd'hui l'Edough a pour principe mission de couvrir une importante partie des besoins en matière de lait et laitage (lait fermenté, camembert) [6].

## II.3. Matériels et méthodes

### II.3.1. Plan d'échantillonnage

Le lactosérum provient de l'unité laitière et fromagère **Edough-Annaba**. Il est de type doux, issu de premier soutirage lors de la fabrication du fromage type camembert selon le procédé de la figure07.

Le lactosérum est obtenu à partir de lait de vache soumis à des opérations de standardisation, homogénéisation, pasteurisation, refroidissement et pré-maturation.

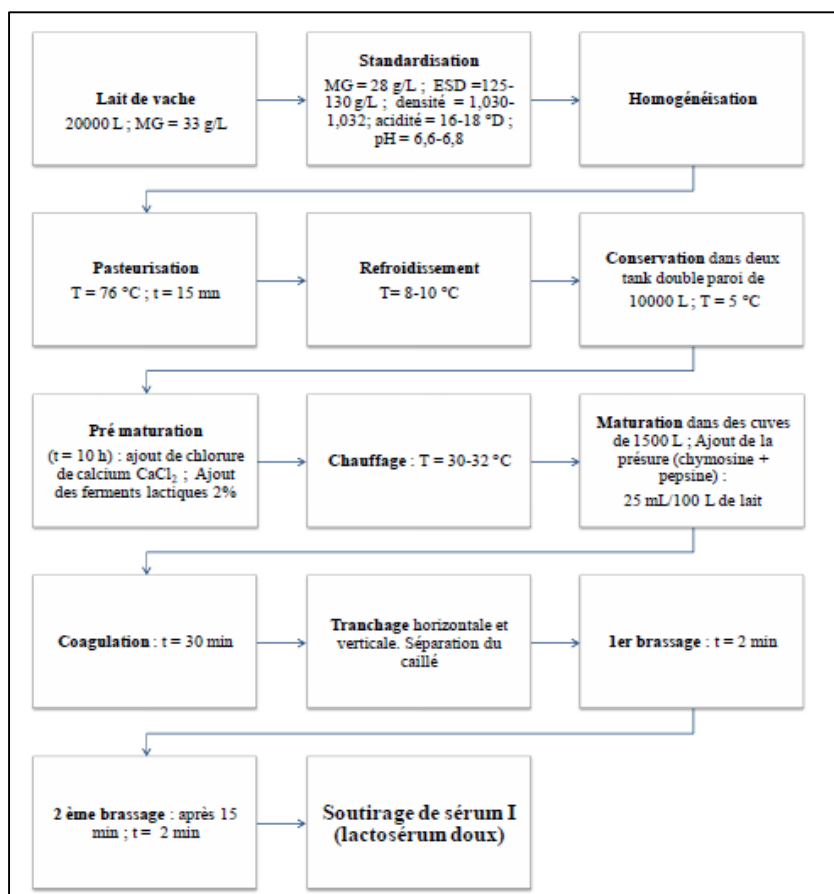


Figure 14. Étapes de la préparation du lactosérum.



Chaque semaine, à partir du mois de Avril 2021 (09 Avril au 09 du Mai), et lors de la fabrication du Camembert, une quantité de  $2 \pm 0,2$  L est récupérée dans des flacons en verre préalablement autoclaves à une température de  $121\text{ }^{\circ}\text{C}$  sous une pression de 1 bar, pendant 15 min.

Les flacons sont remplis, en respectant les Bonnes Pratiques du Laboratoire (BPL), et les règles d'asepsie (désinfection des mains). Puis des flacons sont transportés au laboratoire de Biochimie de l'Université Sidi Amar Annaba, dans une glacière pour entamer une concentration avant lyophilisation. D'autres flacons de 75 mL sont utilisés pour des analyses microbiologiques et physicochimiques au niveau du laboratoire central de la laiterie.

### II.3.2. Caractérisation physico-chimique du lactosérum brut

Les analyses physico-chimiques et bactériologiques sont réalisées selon les méthodes publiées dans **JORA (n° 35/1998)**.(voir annexe 3).

#### a. Potentiel hydrogène (pH)

La mesure est réalisée à l'aide d'un pH mètre type HANNA pH 211. Après réglage de la température affichée sur le pH mètre, une électrode de mesure est introduite dans un bécher contenant une prise d'essai de quelques millilitres pour qu'enfin, le pH soit directement lu sur le cadran de l'appareil.

#### b. Acidité titrable

La mesure se fait par hydrolyse de sodium en présence de phénophtaléine comme indicateur coloré. Dans un bécher une quantité de 10 ml de lactosérum est introduite avec une pipette, puis 3 gouttes de la solution de phénophtaléine sont ajoutées et un titrage avec la solution d'hydroxyde de sodium (9/N) est réalisé jusqu'au début de virage au rose facilement perceptible par comparaison avec un témoin constitué du même lactosérum.

L'acidité est exprimée en *degré Dornique*  $D^{\circ}$  qui égale à 1 décigramme d'acide lactique par litre [4].

Acidifié en  $D^{\circ} = V \times 10$  .... ( Eq 4)

V= le volume en millilitre de la solution NaOH verser.

**c. Extrait sec totale (EST)**

La matière sèche du lactosérum est obtenue par évaporation et dessiccation d'un volume connu de lactosérum dans des conditions définies, avec peser du résidu.

Dans une capsule séchée et tiré à 0,1 mg près. Une quantité de 10 mL de lactosérum est introduite avec une pipette. Puis la capsule découverte est placée à l'intérieur de l'étuve à  $103 \pm 2$  °C pendant 5 h. [4]

Le refroidissement est effectué dans un dessiccateur, et la capsule refroidie est pesée à 0,1 près, et la matière sèche est exprimée en gramme par litre de lactosérum :

$$(M - M_0) \times 1000/V \dots \quad (\text{Eq 5})$$

$M_0$  : masse en gramme de la capsule vide.

$M$  : masse en gramme de la capsule contenant le lactosérum après dessiccation.

$V$  : volume en millilitre de la prise d'essai.

**d. Détermination de la matière grasse (Méthode de GERBER)**

Un mix est introduit dans un butyromètre, il est constitué de 11 mL de lactosérum, 10 ml d'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ) pour la dissolution des constituants du lactosérum autre que la matière grasse et 1 mL d'alcool amylique pour la dissolution de la matière grasse. Le butyromètre est agité pour favoriser l'attaque acide, à la fin il est introduit dans une centrifugeuse (Funk GERBER) à une vitesse de 2000 trs/min pendant 5 min [4].

Faire sortir les butyromètres de la centrifugeuse et les maintenir immergés dans un bain-marie à 65 °C pendant 4 à 5 min. Puis il faut lire rapidement sur l'échelle du butyromètre : chaque centimètre dans l'échelle correspond à 10 g de matière grasse par litre de lait [4].

**e. Dosage de lactose protéines et cendres**

Le dosage des protéines, du lactose et des cendres a été réalisé à l'aide d'un Lactoscan de (MCC50) au niveau de la mini laiterie *BENI FOUGHAL* Guelma.

Le Lactoscan est utilisé pour mesurer : la matière grasse, les protéines, le lactose, les cendres, les solides non gras (SNG), les minéraux, le point de congélation et la densité du lactosérum [4].

### II.3.3. Caractérisation bactériologique du lactosérum brut

#### a. Prélèvement du lactosérum doux

Le prélèvement du lactosérum a été effectué dans un flacon stérile à l'aide d'une louche stérilisée (coton imprégné d'alcool en flamme) à partir de plusieurs coins de la cuve et après un brassage du caillé, en respectant les Bonnes Pratiques du Laboratoire (BPL), et les règles d'asepsie (désinfection des mains). [4]

#### b. Milieux de culture utilisés

Suivant les techniques employées et selon les souches à identifier, ci-dessous les milieux de culture utilisés :

**Gélose lactosée au Désoxycholate** : il permet :

- le dénombrement des coliformes totaux.
- l'inhibition des microorganismes à Gram positive, elle est essentiellement due à l'action du Désoxycholate de sodium ou les citrates de sodium.
- la différenciation des entérobactéries, qui est fondée sur la capacité de ces germes à fermenter le lactose [4].

- **Gélose à l'extrait de levure (Plate Count Agar PCA)** : Les substances nutritives apportées par la Tryptone, les facteurs vitaminiques de l'extrait de levure et le glucose favorisent la croissance des bactéries aérobies mésophiles à dénombrer.
- **Gélose glucosé viande-foie** :

Il est utilisé pour le dénombrement des spores de clostridium sulfito-réducteur, car :

- la peptone et le glucose (source d'énergie) favorisent le développement des germes anaérobies.
- l'amidon favorise la germination des spores.

- les germes anaérobies réduisent le sulfite en sulfure qui en présence de fer, provoque le noircissement des colonies par formation de sulfure de fer [4].

○ **Gélose Chapman au mannitol :**

Permet le dénombrement des staphylocoques pathogènes :

- la forte concentration en chlorure de sodium inhibe la croissance de la plupart des bactéries autre que les staphylocoques.

- la fermentation du mannitol, mise en évidence par le virage au jaune de l'indicateur pH (rouge de phénol), permet d'orienter le diagnostic.

- la mise en évidence des staphylocoques pathogènes devra être confirmé par la recherche de la coagulase et éventuellement de la désoxyribonucléase et de la phosphatase [4].

○ **Bouillon sélénite-cystine :**

Il est utilisé pour l'enrichissement sélectif des salmonelles, car :

- La teneur en sélénite permet d'assurer l'inhibition des microorganismes autres que les salmonelles et notamment des coliformes et des entérocoques.

- Le phosphate disodique contribue à assurer le maintien du pH et à réduire la toxicité du sélénite afin d'augmenter la capacité de récupération du milieu [4].

- **Dénombrement des coliformes totaux**

✓ **Ensemencement**

Il est réalisé en deux boîtes de pétri, chaque une est ensemencée par 1 mL de lactosérum dilué à  $10^0$  et l'autre à  $10^{-1}$ , 13 mL de gélose désoxycholate préalablement refroidi et maintenue à 44 °C est ajoutée, puis homogénéiser parfaitement le contenu jusqu'à la solidification [4].

✓ **Incubation**

Les boîtes sont incubées à 37 °C pendant 24 h.

### - **Lecture**

Les colonies apparaissent en couleur rouge foncé de 0,5 mm de diamètre. Les colonies sont comptées et ramenées aux nombres de germes par ml en tenant compte de la dilution [4].

### - **Dénombrement des germes aérobies mésophiles**

#### ✓ **Ensemencement**

Il est réalisé sur deux boîtes de pétri chaque une est ensemencée par 1 mL de lactosérum dilué l'une à  $10^{-4}$  et l'autre à  $10^{-5}$  ensuite on ajoute 13 mL de gélose à l'extrait de levure [Plate Count Agar (PCA)] préalablement refroidie et maintenue à 44 °C, puis homogénéiser le contenu (faire des mouvements circulaires en dessinant des 8 sur la paillasse), et enfin, laisser solidifier la culture [4].

#### ✓ **Incubation**

Les boîtes de pétri sont incubées à 30 °C pendant 48 h [4].

#### ✓ **Lecture**

Elle se fait par comptage des colonies pour chaque boîte de pétri [4].

### - **Identification de clostridium sulfito-réducteur**

#### ✓ **Ensemencement**

Dans un tube contenant 5 mL de lactosérum préalablement pasteurisé au bain marie à 80 °C pendant 5 min (conditions favorables) un choc thermique à l'eau froide (conditions défavorables) est réalisé afin de détruire la forme végétative et l'activité des spores, puis 20 ml de gélose glucosé viande-foie est introduite, enfin, une quantité 2 mL de paraffine est ajoutée pour créer l'anaérobiose de la culture [4].

#### ✓ **Incubation**

Le tube est incubé à 37 °C pendant 48 h [4].

#### ✓ **Lecture**

Les Clostridium sulfito-réducteur apparaissent sous forme de grosses colonies noires [4].

## - Dénombrement des staphylocoques

### ✓ Ensemencement

Une quantité de 19 mL de Giolitti / Contoni (milieu pour l'analyse des produits laitiers) et 10 gouttes de solution stérile de tellurite de potassium ( $K_2O_3Te$ ) à 1% dans 25 tubes stériles, puis 1 mL de lactosérum est inoculé après ensemencement et homogénéisation.

Une quantité de paraffine (2 à 3 cm de hauteur) est versée dans chaque tube pour créer l'anaérobiose de la culture [4].

### ✓ Incubation

Les tubes sont incubés à 37 °C pendant 24 h [4].

### ✓ Lecture

La culture de staphylocoques est indiquée par la formation d'un précipité noir ou le noircissement total du tube [4].

## - Dénombrement des salmonelles

### ✓ Ensemencement

- Un enrichissement sur milieu bouillon de sélénites de sodium cystine est effectué où, une quantité de 1 ml de lactosérum à analyser est introduite dans 10 ml de bouillon de sélénite après sa préparation.

- Préparation du milieu : une quantité de 250 mg de sélénite en poudre dans 250 g d'eau distillée, puis porter le milieu à ébullition sous agitation constante pendant 2 à 3 min, enfin vous pouvez répartir votre milieu en tubes ou flacons stériles [4].

### ✓ Incubation

Les tubes sont incubés à 37 °C pendant 24 h. ensuite, l'isolement sur milieu gélose pour salmonella shigella (gélose SS) est effectué où une colonie est prélevée puis ensemencée en stries sur la surface de la gélose SS [4].

### ✓ Lecture

Les salmonelles apparaissent incolores et transparentes avec des colonies de petite taille [4].

### II.3.4. Obtention de la poudre de lactosérum

Dans cette étude l'obtention de la poudre de lactosérum a été réalisée par lyophilisation (voir annexe 2) [4] :

- **Concentration** : vue la richesse du lactosérum en eau et dans le but de réduire la durée du séchage, une concentration du lactosérum est réalisée dans un évaporateur rotatif sous vide de type BUCHI Rotavapor R-215 à une température de 45 °C à 55 °C, une pression de 0,2 à 0,3 bar et à une rotation de 125 trs/min. Après l'évaporation du maximum d'eau, une quantité de 10% (v/v) de lactosérum concentré est récupérée, puis conservée dans des flacons stériles à 4 °C [4].
- **Congélation** : un volume de 50 ml de lactosérum concentré est introduit dans des capsules en verre de 75 ml de façon à avoir une épaisseur identique et inférieure à 10 mm pour l'ensemble des échantillons ; puis elles sont placées dans un congélateur pendant au moins 5 h sous température fixe égale à 0°C, jusqu'à solidification totale du produit [4].
- **Lyophilisation** : les capsules sont placées dans l'enceinte d'un lyophilisateur de laboratoire type CHRIST ALPHA 1-2 LO, à une température de l'ordre de 60 °C et une pression très réduite de 10 à 10 mbar, la lyophilisation débute après activation de la pompe à vide, sa durée varie en fonction de l'épaisseur de l'échantillon, et elle se termine lorsque le niveau de vide est inférieur à 10 mbar, la poudre est récupérée dans des flacons stériles conservés à l'abri de la lumière et l'humidité [4].

## II.4. Résultats et Discussion

Les résultats relatifs à l'analyse du lait sont représentés dans le tableau02. Les valeurs trouvées ne dépassent pas la norme surtout pour la concentration de la matière grasse. Cette dernière varie en fonction des conditions d'élevage. C'est le constituant le plus variable du lait, constituée d'un mélange de lipides simples (98,5 %) qui se trouvent en suspension dans le lait sous forme de minuscules

gouttelettes (globules gras) et forment une émulsion. La concentration en lipides varie de 10 à 500 g/l suivant les espèces. Dans un lait au repos, cette matière grasse s'agglutine à la surface, formant la crème. Dans la famille des lipides simples, on trouve dans le lait environ 95-96 % de triglycérides, 2-3 % de diglycérides et 0,1 % de monoglycérides.

**Tableau 5.** Paramètres Physico- Chimiques du lait (LEA).

composition	1 <sup>er</sup> ech	2 <sup>ème</sup> ech	3 <sup>ème</sup> ech	4 <sup>ème</sup> ech	moyenne	norme*
pH	6,8	6,6	6,5	6,7	6,65	6,5 – 6,7
Acidité (D°)	16	16	17	18	16,75	≤ 18
Densité	1028	1029	1030	1031	1029,55	1030-1034
MG (gr/l)	34,30	24	31	36	31,32	37 g/l
T (C°)	5,3	8	6	7	6,57	5°C ≤ T° ≤ 10°C
T ébullition (C°)	100,5					
T congélation (C°)	-0,50 – -0,55					

Sachons que les normes sont mentionner dans le journal officielle (JORA 13/07/2017)

#### II.4.1. Analyses physico-chimiques du lactosérum.

- Le lactosérum rejeté de la laiterie EDOUGH est considéré comme polluant organique qui menace l'environnement naturel par l'asphyxie du milieu. Notre contribution à valoriser le lactosérum est bien différente de celle de **Gana, (2001)** qui à valoriser le lactosérum par la production de levures lactiques à travers les procédés de fermentation discontinue et continue. Aussi de celle de **Boumadiène, (2012)** qui à valoriser la production de la Ricotta qui est un



fromage frais obtenu par thermo-coagulation des séroprotéines contenues dans le lactosérum. Le procédé envisageable que nous avons essayé de mettre en évidence est celui de rendre le lactosérum un complément alimentaire « Whey protéine » consommable et à faible cout.

**Tableau 6.** Les résultats d'analyses physico-chimiques du lactosérum.

Paramètres	Résultats	Normes*
pH	6,49	5 – 7
Acidité (°D)	11	≤ 18
Extrait sec totale (g/l)	68,16	≈ 65
Humidité (%)	93,18	≈ 93,5
Matière grasse (g/l)	01	01
Lactose (g/l)	50,37	≈ 75
Protéines (g/l)	33,28	≈ 13,5
Cendre (g/l)	7,05	08

Norme\* : JORA 13/07/2017

- D'après les résultats obtenus, nous avons constaté que pour le lactosérum doux procuré de la laiterie EDOUGH, les caractéristiques physico-chimiques sont conformes aux normes.

#### a. pH et acidité titrable

Le pH du lactosérum analysé est de 6,49 qui est une valeur incluse dans l'intervalle trouvé dans les normes qu'est entre un pH de 5 à 7. En outre, l'acidité titrable du lactosérum est de 11 D° et cette valeur est au norme donnée qui ont noté que le lactosérum doux a une acidité inférieure à 18 D°.

**b. Extrait sec total**

La valeur de l'extrait sec total noté dans le lactosérum étudié est de 6,8% est plus importante que la valeur trouvée qui est de 6.5 %. L'évaluation de ce paramètre nous renseigne sur la composition du lait initialement utilisé ainsi que sur les procédés de fabrication d'où provient ce lactosérum, cette valeur indique la bonne qualité du lait utilisé.

**c. Teneur en cendre (minéraux)**

Selon les résultats obtenus, nous remarquons que la teneur des cendres dans le lactosérum est de 0,705%, cette valeur est égale à celle qui est donnée est de 0.7 %.

**d. Les protéines**

On constat que le teneur de protéine égale à 33,28 g/l est plus importante que la valeur donnée par la norme 13,5 g/l ; et ça donne une prévue très importante sur la qualité de notre poudre.

**e. Lactose**

D'après les résultats obtenus, la valeur de lactose dans ce lactosérum est de 50,37 g/l qui est une valeur inférieure à celle qui mentionnée dans les normes qui est de 75 g/l. Le faible teneur en lactose du lactosérum analysé est expliqué par sa faible valeur de °Brix. Dans mon produit, le lactose ce n'est pas un produit favorisé.

- Le caractère doux du lactosérum favorise une bonne solubilité de la poudre et aussi les ingrédients avec une légère différence au niveau du goût.

**II.4.2. Analyses bactériologique du lactosérum.**

Les résultats des analyses bactériologiques du lactosérum sont exprimés dans les tableaux ci-dessous : (après pasteurisation)

- Le résultat obtenu dans le tableau ci-dessus montre que le lactosérum analysé est de bonne qualité bactériologique sont conformes aux normes du **Journal Officiel Algérien** en ce qui concerne les coliformes totaux, salmonelles, les bactéries lactiques.... Qui sont absences parce que le lactosérum est préparé à partir de lait UHT (stérile), chauffé à 95 °C pendant 10 min et pasteurisé à 85 °C pendant 15 min.

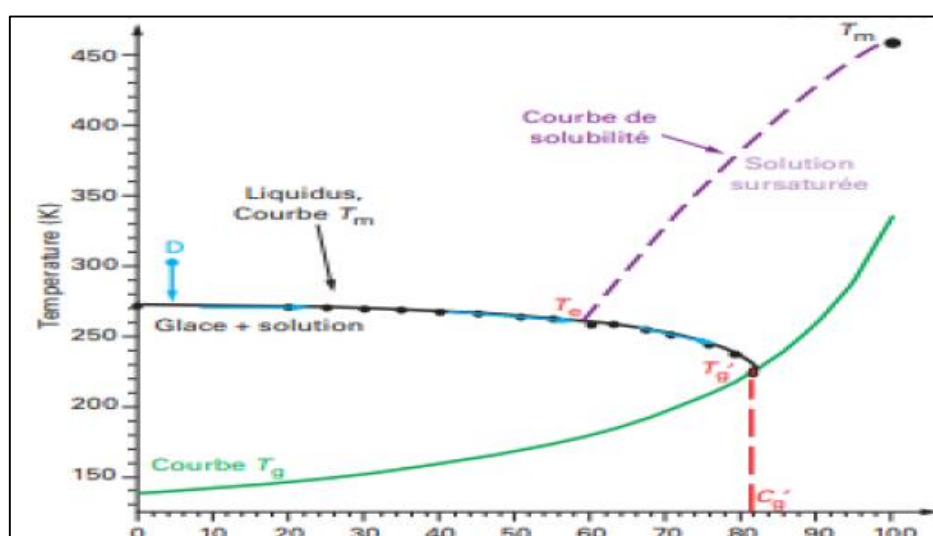
**Tableau 7.** Résultats d'analyses bactériologique du lactosérum.

Germes recherchée	Résultats	Normes*
Coliformes totaux	00,00	$10 - 10^2$
les salmonelles	Abs	Abs
clostridium sulfito-réducteur	00,00	$10 - 10^2$
les staphylocoques	Abs	Abs
Flore totale	Abs	Abs
bactéries lactiques	Abs	Abs

### II.4.3. Lyophilisation

#### a. Le mélange lactosérum-Lactose

Une des propriétés caractéristiques d'un produit lyophilisé est son état physique (amorphe ou cristallin) à la fin de l'opération. Dans notre travail, nous cherchons qu'une poudre lyophilisée riche en protéines et minéraux c'est tout, donc si l'un des autres composants du lactosérum (lactose) cristallise intempestivement, les propriétés caractérisant notre produit lyophilisé, ou sa solubilité peuvent être modifiées.


**Figure 15.** Diagramme d'état solide-liquide pour un système lactosérum-lactose.

Le degré d'instabilité de l'état amorphe de l'excipient, favorisant sa cristallisation, dépend de l'effet corrélé du degré de sursaturation de la solution (Lactose – eau de lactosérum non congelée) et du degré de sous-refroidissement de la formulation. Ce dernier correspond à l'aptitude de la formulation à ne pas cristalliser sous la température de fusion ( $T_m$  melting temperature). [8]

### - **Interprétation :**

La figure 15 présente le diagramme d'état de lactosérum contenant de l'eau et des différents composants solubles sous forme de soluté (protéines, lactose, minéraux...). Le lactose qui est un composant régulièrement trouvé lors de lyophilisation de lactosérum. Ce diagramme, tracé à partir de données expérimentales, montre l'effet plastifiant de l'eau, c'est-à-dire sa capacité à réduire la température de transition vitreuse  $T_g$  du soluté (lactose) et par conséquent à accroître sa mobilité moléculaire à une température donnée. Un accroissement de mobilité moléculaire favorise la nucléation et donc la cristallisation du lactose. En partant d'une solution contenant 5% de lactose à température ambiante (point D sur la figure 09), les flèches montrent le chemin suivi dans le diagramme d'état lors de la congélation. On observe que lorsque la température de la solution est abaissée à la température eutectique  $T_e$ .

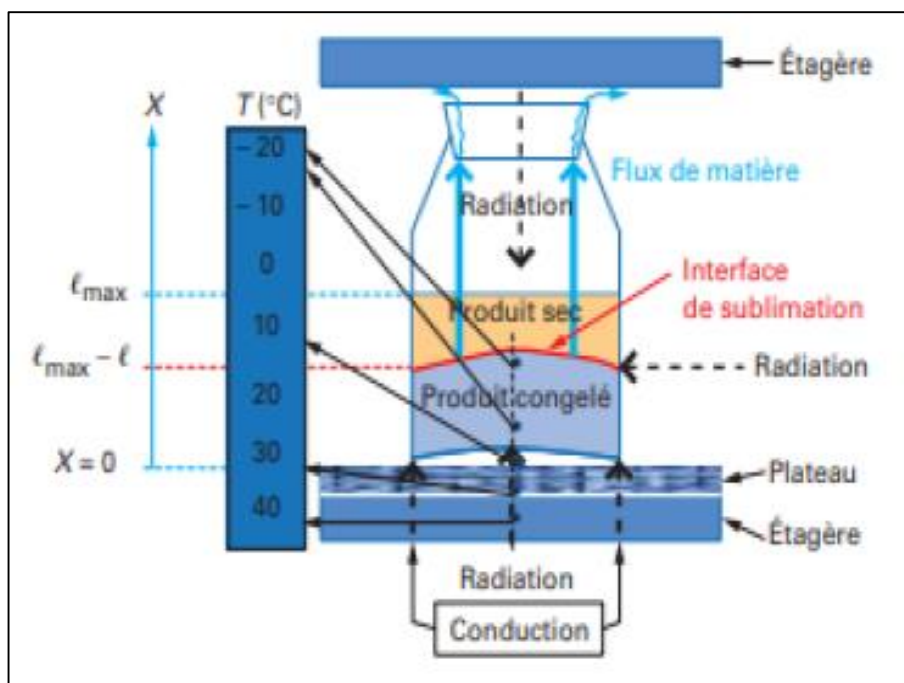
Le lactose ne précipite pas dans une phase cristalline, mais forme une solution sursaturée avec l'eau non congelée. Cette solution contient de manière générale 15 à 20% d'eau non congelée. La solution sursaturée est thermodynamiquement instable, et son apparente stabilité repose sur sa viscosité extrêmement élevée. Une fois que le mélange de deux phases (glace + solution sursaturée) a atteint sa composition limite, caractérisée par une concentration de soluté et une température de transition vitreuse notée, la sublimation de la glace peut commencer à la température inférieure ou égale à  $T_e$ . Si la température est élevée au-dessus de  $T_e$ , la glace fond et modifie la composition de la solution sursaturée, ce qui peut avoir des effets dommageables pour le lyophilisat. La température est un point atypique du diagramme lactose eau, qui est l'intersection d'une ligne d'instabilité correspondant à la courbe de la température de transition vitreuse  $T_g$  (glass transition temperature) et d'une ligne de métastabilité correspondant à la

température de fusion  $T_m$  (melting temperature), elle dépend de la composition de la solution mais pas de sa concentration initiale. Le choix de certains paramètres (température de congélation, température du produit pendant la sublimation...) est en fonction de la valeur de cette température.

- Notons que La température de la transition vitreuse de lactose est entre 95 °C – 120 °C.

### b. Transferts de chaleur et de matière

Afin de simplifier les mécanismes de transferts de chaleur et de matière, ceux-ci ont été analysés sur la base de deux approximations principales :



**Figure 16.** Le transfert thermique au cours de la lyophilisation

- La première consiste à traiter les flux de chaleur et de matière de manière unidimensionnelle, considérant une propagation suivant la direction verticale.
- La seconde consiste à considérer la cinétique de sublimation comme une succession d'états stationnaires de très courte durée. Cette approximation impose d'une part, un flux de chaleur  $dQ/dt$  constant de l'étagère au front de

sublimation, et d'autre part un gradient de température  $dT/dx$  linéaire à travers la couche congelée à chaque instant du séchage primaire.

- Le flux de chaleur des étagères au produit s'exprime par l'équation

$$\frac{dQ}{dt} = A_{fl} \cdot K_{fl} (T_{\text{étag}} - T_p) \quad \dots \text{(Eq 6)}$$

- Equilibre des flux :

L'équation qui permet de modéliser la cinétique de sublimation de la glace afin de définir au mieux les paramètres opératoires  $P_{ch}$ ,  $T_{\text{étag}}$ , et de prévoir la durée de la cinétique de sublimation est:

$$\frac{dQ}{dt} = \Delta H_S \frac{dm}{dt} \quad \dots \text{(Eq 7)}$$

### c. Suivi de la lyophilisation

Le contrôle de la lyophilisation est important car il doit assurer les standards de la qualité finale du produit pour des coûts opératoires minimaux. Les principaux paramètres opératoires à contrôler sont la température des étagères et la pression de la chambre. Ainsi, il est important de détecter avec précision la fin de la sublimation pour éviter tout effondrement du produit si la température des étagères est augmentée trop tôt [7].

En raison de la forte hétérogénéité des durées des étapes de séchage directement liée à la congélation et l'emplacement de chaque flacon à l'intérieur de la chambre, une marge de sécurité est appliquée pour s'assurer de bien terminer la sublimation. De ce fait, plusieurs techniques en sus de la méthode classique par sonde de température ou par thermocouple doivent être utilisées pour détecter avec une bonne précision la fin de la période de sublimation [7].

- **Variation de la température et la pression au court de lyophilisation**

La suivie de la variation de la température on fonction de la pression au court de lyophilisation est présenté dans ce graphe :

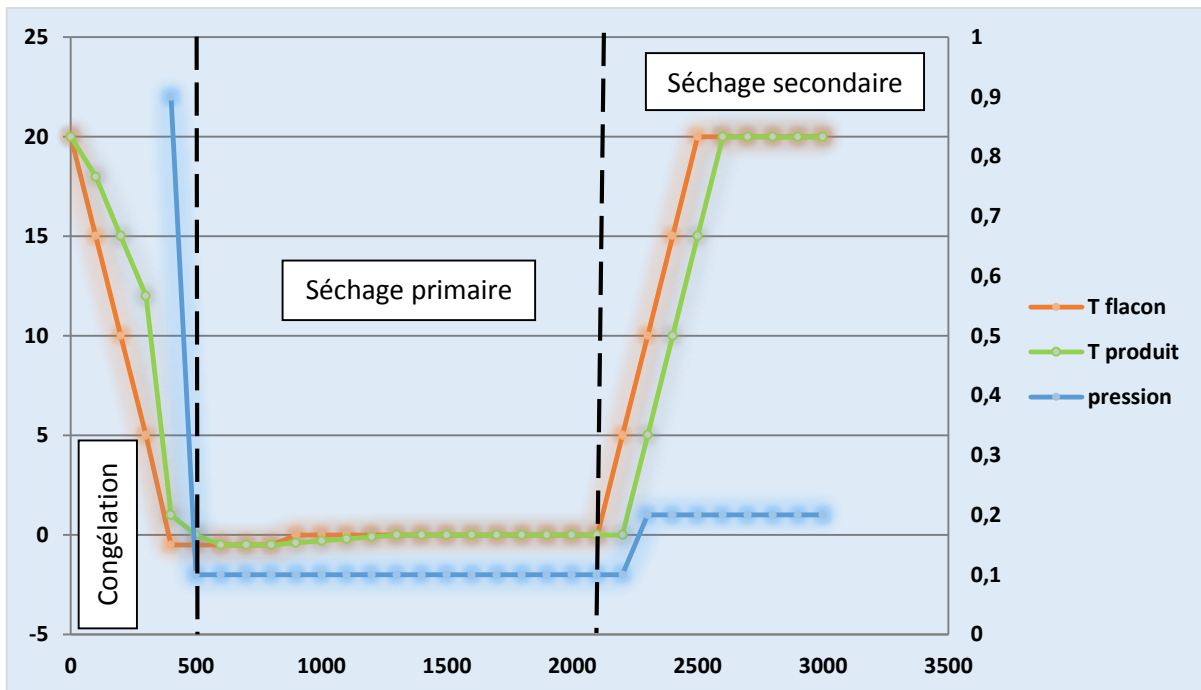


Figure 17. Suivi de cycle de lyophilisation.

- **Interprétation:**

D'après la figure au-dessous on constate qu'il y'a trois phases :

**Phase 1 :** [0 min - 400 min]

Dans la première phase - Congélation - l'abaissement de la température du 20 °C à - 50°C, et aussi la diminution de pression de 900 mbar jusqu'à 0,1 mbar produire des cristaux de glace.

**Phase 2 :** [500 min – 2200 min]

La deuxième phase - séchage primaire – on observe qu'il y'a une création d'un gradient de température entre le produit congelé dans le flacon et le flacon même par l'augmentation de cette dernière de -0,50C au 0°C pour favoriser la sublimation.

Sachons que les transferts de chaleur entre flacon et le produit peuvent être perturbés par différentes causes, telles que :

- ✓ Une fuite au niveau des conduites.

- ✓ Et principalement le mauvais contact thermique entre le fond du flacon et le produit.

De ce fait, une différence de 30°C peut exister entre le plateau et le produit.

- La pression dans cette phase reste constante à 0,1 mbar.

### Phase 3 : [2200 min – 3000 min]

Durant cette dernière phase - séchage secondaire – on conclure qu’une quantité de chaleur d’environ 650cal/g( $\Delta H_S$ ) est nécessaire pour transformer la glace en vapeur d’eau. C-à-d on augmente la température de 0°C jusqu’à 35 °C en parallèle avec la pression qui a augmenté de 0,1 mbar vers 0,15 mbar.

- Finalement, on obtient une poudre lyophilisée dite, « lyophilisat ».

## III.3.2. Propriétés de produit finale (le Whey protéine)

### a. Propriétés physico-chimique

Tableau 8. Propriétés physico-chimique de produit

Paramètres	Résultats	Normes*
pH	6,9	5 – 7
Acidité (°D)	9	≤ 18
Humidité (%)	0.001	(sa dépend le type de whey)
Matière grasse (g/l)	00	(sa dépend le type de whey)
Lactose (g/l)	00	(sa dépend le type de whey)
Protéines (%)	98	90-100%
Cendre (g/l)	7,05	08
Masse obtenue (g)	60,2	-
Type de Whey	Hydrolise	-



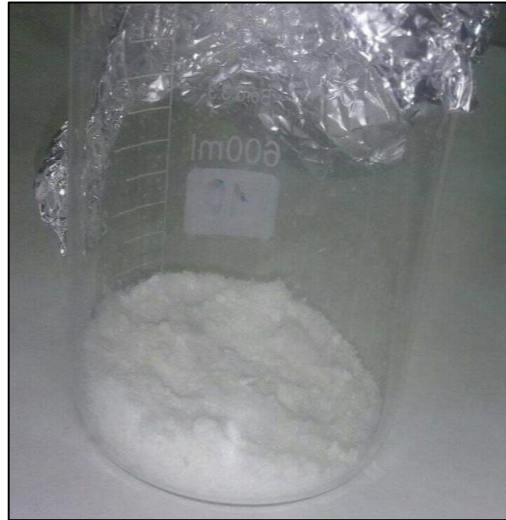
**b. Propriétés bactériologique**

**Tableau 9.** Propriétés bactériologique de produit

Germes recherchée	Résultats	Normes*
Coliformes totaux	00,00	10 – 10 <sup>2</sup>
les salmonelles	Abs	Abs
clostridium sulfito-réducteur	00,00	10 – 10 <sup>2</sup>
les staphylocoques	Abs	Abs
Flore totale	Abs	Abs
bactéries lactiques	Abs	Abs



**Figure 18.** La forme de lyophilisat captée par un MEB (microbillage électronique à grandissement × 1000) au cour de lyophilisation.



**Figure 19.** La forme de la poudre finale de Whey protéine.

## II.5. Conclusion

Les analyses physico-chimiques du lactosérum et sa composition nous ont permis de montrer que c'est un produit à valeur nutritionnelle élevée, et le rejet dans la nature de ce produit représente donc une perte très importante en éléments nutritifs du lait et une pollution redoutable pour l'environnement.

La lyophilisation est la meilleure technique et le moindre cout pour récupérer les protéines de lactosérum sans endommager ces propriétés physique et nutritifs.

## Conclusion générale

Le but de cette étude consiste d'incorporer le lactosérum lyophilisé dans la fabrication des compléments alimentaires qui est le Whey protéine et la détermination de l'impact de la technique de lyophilisation sur la faisabilité technologique et les propriétés culinaires du produit fini.

Le rejet dans la nature de ce produit représente donc une perte très importante en éléments nutritifs du lait et une pollution redoutable pour l'environnement. C'est pour cela on a proposé ce type de valorisation de lactosérum à la laiterie EDOUGH-ANNABA pour réduire leur charge des rejets nocifs à l'environnement et aussi pour gagner un revenu supplémentaire.

Les analyses physico-chimiques du lactosérum nous ont permis de montrer que c'est un produit à valeur nutritionnelle élevée.

On a pu valoriser le lactosérum en l'introduisant avec succès dans notre formule et on souhaite qu'il y aura une profonde étude sur ce projet dans notre pays, en utilisant des nouvelles techniques avec un personnel compétent qui veille sur la qualité du produit pour qu'il ne soit pas nocif pour la santé du consommateur et aussi pour l'environnement

## Références bibliographiques

[1] W.Zernadi, et F.Chebchoub. Essai de la fabrication d'une boisson fermentée à base de jus de la fraise et de lactosérum. Mémoire du master, unviersité de Jijel, (2017).

[2] S.Bardy. Valorisation de lactosérum, Ensaia ; journal de Fick MICHEL, Mai 2016, 72p.

[3] P.Schuck, S.Bouhallab, D.Durupt, P.Vareille, J-P.Humbert., Séchage des lactosérums et dérivés : rôle du lactose et de la dynamique de l'eau. Le Lait, INRA Editions, 84, pp.243-268, (2004).

[4] R.Zemouchi, A.Saoud. Valorisation du lactosérum : Incorporation dans des pâtes alimentaires. Mémoire de master, Université 8 Mai 1945 Guelma, (2016).

[5] Guillaume J. Qu'est-ce que la Whey protéine ? disponible sur : <https://www.optigura.fr/blog/qu-est-ce-que-la-whey-proteine>

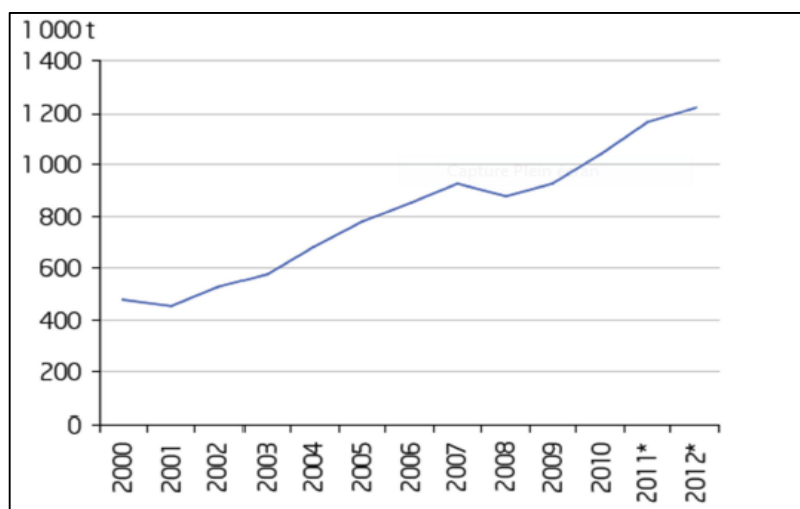
[6] FITNESS BOUIQUE. Quels sont les différents types de Whey Protéine qui existent ? disponible sur : <https://www.fitnessboutique.fr/guide-achat-differents-types-de-whey-proteine/cc-447.html>

[7] E.Bogdani. Étude expérimentale et optimisation du procédé de lyophilisation de l'ibuprofène en milieu organique. Médecine humaine et pathologie. Université Claude Bernard - Lyon I, 2011. Français

## Annexe 1. Le marché mondial du lactosérum

**Source** : France Agri Mer ; Septembre 2013 ; numéro 02

Autrefois sous-produit valoriser uniquement sous forme liquide en alimentation animale (porcherie), le lactosérum est devenu un ingrédient laitier à part entière toujours utilisé en alimentation animale (aliments pour veaux, bovins, porcins, volailles) mais aussi en alimentation humaine (poudre infantile, chocolaterie, plats préparés...). Ainsi, en Europe, près de 70% du lactosérum disponible est encore utilisé en alimentation animale et 20% pour la fabrication de lait infantile.



**Figure a.** développement de valorisation du lactosérum.

- **Tonnage (en milliers de tonnes) des exportations mondiales de lactosérum en poudre:**

\*Estimation FranceAgriMer

Source : FranceAgriMer d'après FAO

Au niveau mondial, cette deuxième utilisation tire le marché, dynamisé par une demande de plus en plus importante. Alors que le prix moyen du lactosérum en poudre était relativement stable (400-600 €/tonne) entre 2000 et 2006, il se situe en 2013 à environ 1000 €/tonne, après de fortes fluctuations.

Comme l'ensemble des produits laitiers industriels (beurre, poudre de lait et de lactosérum), il a connu une flambée des prix en 2007 avec une hausse de presque 40% entre 2006 et 2007 jusqu'à un niveau historique de 1400 €/tonne au début de l'été 2007. Il a ensuite chuté de 30% entre 2007 et 2008, puis de 15% l'année suivante, retrouvant ainsi les niveaux observés entre 200 et 2006. Ces mouvements s'expliquent par une hausse de la demande mondiale en produits laitiers plus forte que celle de la collecte mondiale de lait, puis après 2007 et jusqu'en 2009 par un excédent d'offre (reprise de la collecte en Océanie et en Europe) vis-à-vis de la demande (crise économique en lien avec la crise américaine des subprimes).

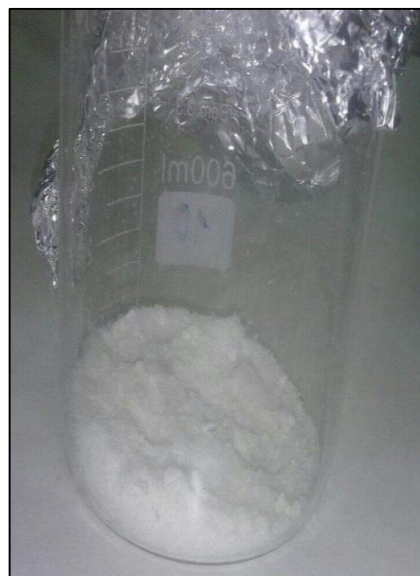
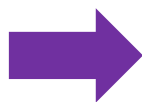
### **Annexe 2. Les résultats de lyophilisation de lactosérum réalisée dans le laboratoire de biologie université sidi Amar Annaba**



**Figure b.** Lactosérum liquide du la fromagerie.



**Figure c.** lyophilisation de lactosérum



**Figure d.** poudre de Whey Lyophilisé.

### Annexe 3. Analyses physicochimique et bactériologique du lactosérum



**Figure e.** Dosage d'acidité



**Figure f.** analyse bactériologique



**Figure j.** Teste antibiotique

## **Annexe 4 : comparaison entre le séchage par le séchoir à tambour et un lyophilisateur.**

### **I. Les séchoirs à tambour**

#### **I.1. Description de machine.**

Les séchoirs à tambour sont utilisés dans l'industrie alimentaire pour sécher une variété de produits, tels que les **produits laitiers**, aliments pour bébés, céréales pour petit-déjeuner, pulpe de fruits et légumes, purée de pommes de terre, amidon cuit, et la levure. Dans une opération de séchage, liquide, boue, ou le matériau de purée est appliqué comme une couche mince sur la surface extérieure des tambours rotatifs qui sont chauffés à l'intérieur par la vapeur. Après environ les trois quarts d'une révolution du point de se nourrir, le produit est séché et enlevé avec un grattoir statique. Les facteurs affectant le taux de séchage et la teneur en humidité finale sont le temps de résidence sur le tambour ; température de surface et épaisseur du film.

Un séchoir à tambour se compose d'un ou **deux cylindres** creux montés horizontalement (s) fait de fonte de haute qualité ou **d'acier inoxydable**, un cadre de support, un système d'alimentation de produit, un grattoir et des auxiliaires. Les structures typiques des séchoirs à tambour simple et double sont indiquées sur la Fig. 1. **Le diamètre** des fûts typiques varie de **0.5 m à 6 m** et **la longueur** de **1 m à 6 m**. En fonctionnement, **la vapeur** à une température allant jusqu'à **200 ° c chauffe** la surface interne du tambour. Le matériau humide est uniformément appliqué dans une couche mince (0.5mm-2mm) sur la surface extérieure du tambour. La plupart de l'humidité est éliminée à la température d'ébullition de l'eau. Le temps de résidence du produit sur le tambour varie de quelques secondes à des dizaines de secondes pour atteindre teneur en humidité finale souvent **inférieure à 5%** (base humide). **La consommation d'énergie dans un séchoir à tambour varie entre 1.1 kg vapeur par kg d'eau évaporée and 1.6 kg vapeur par kg d'eau évaporée**, correspondant à **l'efficacité énergétique d'environ 60%-90%**.



**Tableau a.** Fiche technique d'un séchoir à tambour.

<b>Marque</b>	ZHENGAN
<b>Type</b>	Déshumidificateur
<b>Point d'origine:</b>	Jiangsu, China
<b>Puissance</b>	Base
<b>Dimension (L*W*H):</b>	Sur mesure
<b>Certification</b>	L'ISO de la CE
<b>Poids</b>	550 Kg - 10 T
<b>Prix</b>	500 000,00 \$US

**Figure h.** Le séchoir à tambour.

## II. Lyophilisateur

### II.2. Description de machine

1. Pré-processus de lyophilisation à in situ, réduire la compliquer l'opération de séchage, automatiquement;
2. La durée de différences de température  $\pm 1$  °C, effet sec uniforme;
3. Intermédiaire de circulation moyenne technique étagère peut réfrigération, chauffage, température réglable, contrôlable, pilote d'essai et processus de production;
4. En raison de la chambre de séchage et piège à froid pour structure de fission, gaz spécial circuit conçu, capter l'eau capacité est forte et le temps de séchage à court;
5. Écran tactile intégré, contrôlé par PLC et PID température affichage commandé par lyophilisée courbe et historique;
6. Système de contrôle peut être stocké 40 lyophiliser processus programmes, chaque programme peut avoir 40 réglages de température, et pouvez choisir le fonctionnement manuel et automatique, la Presse type est équipé d'une fonction de dégivrage automatique;
7. Facultatif point eutectique dispositif d'essai;
8. Données du disque U disponible;
9. Équipé avec le logiciel PC peut imprimer la courbe, navigation, modifier des données;
10. Plateau carré est forme pas facilement déformé, facile à utiliser et à nettoyer;
11. Peut-être configuré vanne de charge rechargeable gaz inerte sec.
12. Chambre de séchage adopte haute lumière incolore transparent porte en verre organique, en processus de fonctionnement peut être observé clairement le changement de matériau;
13. Système de réfrigération utilisant chevauchement technologie de réfrigération, faible température de réfrigération, grande capacité de réfrigération, et adopter compresseur fermé importé, haute efficacité et fiable, à faible bruit.

## II.2. Fiche technique de l'appareil

Marque	Drawell		
Capacité	4 kg		
Point d'origine:	Chongqing, China		
Tension	110V/60Hz or 220V/50Hz		
Puissance	3000W		
Dimension (L*W*H):	750*640*1200 mm		
Certification	CE ; ISO		
Poids	230 kg		
Composants de base :	Roulement, Pompe, Moteur		
Méthode de chauffage	Chauffage électrique		
Température	<-70°C(No-load)		
Chambre de séchage	DW-20F	Ordinaire	Top-Pressé
	Zone de séchage	0.21 m2	0.21 m2
	Non. De Plateau	2 + 1 couche	2 + 1 couche
	Temp. Gamme	-55 ~ 60 °C	-55 ~ 60 °C
	Étagère L'écart	70mm	70mm
	Taille de tablette	400mm × 270mm	400mm × 270mm
Capture piège à eau	Φ22 Schering bouteilles	430	430
	Φ16 Schering bouteilles	810	810
	Φ12 Schering bouteilles	1300	1300
	Température	<-70 °C (Sans charge)	<-70 °C (Sans charge)
	Capacité à Absorber L'eau	4Kg/24h	4Kg/24h
Paramètres	Puissance	3 kw	3kw
	Alimentation	110-115V ou 220-240V 50/60Hz	110-115V ou 220-240V 50/60Hz
	Plaque de Capacité De Charge	3 L	1.5 L
	Dégivrage électrique		√
	Vide	<5 Pa	<5 Pa
	Dimension	750 × 640 × 1200mm	750 × 640 × 1200mm
Chambre de séchage forme	Carré	Carré	
N.W	236KG	286KG	



Figure g. Lyophilisateur