



HAL
open science

Effets de l'homogénéisation à haute pression sur les propriétés du lait et son aptitude à la coagulation enzymatique

G. Humbert, A. Driou, J. Guerin, C. Alais

► **To cite this version:**

G. Humbert, A. Driou, J. Guerin, C. Alais. Effets de l'homogénéisation à haute pression sur les propriétés du lait et son aptitude à la coagulation enzymatique. *Le Lait*, 1980, 60 (599_600), pp.574-594. hal-00928871

HAL Id: hal-00928871

<https://hal.science/hal-00928871>

Submitted on 11 May 2020

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Effets de l'homogénéisation à haute pression sur les propriétés du lait et son aptitude à la coagulation enzymatique

par

G. HUMBERT*, A. DRIOU*, J. GUERIN** et C. ALAIS*

I. INTRODUCTION

Le premier appareil d'homogénéisation est apparu il y aura bientôt 80 ans : Gaulin [5]. La raison principale de son emploi a été, et reste encore la stabilisation de l'émulsion de matière grasse du lait, surtout dans le cas du lait stérilisé ; l'effet de laminage sous pression réduit et uniformise la taille des globules gras et diminue la force ascensionnelle. D'autres produits laitiers subissent aujourd'hui ce traitement, notamment les mélanges pour crèmes glacées et des caillés lactiques à haute humidité, sans parler d'utilisations industrielles diverses comme l'affinage des émulsions de cire ou le traitement des fuels pour améliorer les combustions.

Les effets de l'homogénéisation ne se limitent pas aux globules gras ; les protéines sont aussi affectées et peut-être l'équilibre salin. Les modifications ont été passées en revue par différents auteurs et en particulier Jenness et Patton [8], Brunner [3], Mulder et Walstra [16]. Parmi les modifications diverses, nous retiendrons les suivantes :

— propriétés organoleptiques : augmentation de l'opacité (lait plus blanc) et de la viscosité ; plus grande susceptibilité aux défauts de saveur au cours de la conservation du fait d'une sensibilité photochimique accrue et d'une accentuation de la lipolyse ;

— changements limités dans la répartition de l'azote : augmentation de l'azote non caséinique, surtout de la fraction « protéoses-
peptones » ;

* Laboratoire de Biochimie Appliquée, Université de Nancy I - 54037 Nancy.

** Centre de Recherches des Fromageries F. Paul-Renard - 89800 Chablis.

— modification de l'état micellaire, avec formation de petits agrégats de micelles plus ou moins déformées, et établissement de complexes entre les protéines et les globules gras. La plus faible fermeté des caillés-présures et la plus grande rétention d'eau seraient la conséquence de telles modifications ;

— dénaturation d'agglutinines et complexation avec la caséine K.

Il a été avancé qu'un phénomène de cavitation interviendrait au cours de l'homogénéisation à haute pression [9, 10]. Il est donc intéressant de faire un rapprochement avec les effets des ultrasons, récemment étudiés par Raharintsoa *et al.* [19].

Le but de notre travail est de préciser les effets de l'homogénéisation de 200 à 600 bars sur les fractions azotées, les formes solubles du calcium et du phosphore, l'aptitude à la coagulation par les enzymes utilisées en fromagerie et sur les propriétés rhéologiques des caillés. En outre, des essais de fromagerie expérimentale seront rapportés.

II. MATERIELS ET METHODES

II.1. Appareil d'homogénéisation

Nous avons utilisé un appareil de laboratoire modèle 15 M 8 TA de Manton-Gaulin. Une pompe monopiston alternative refoule le produit liquide à travers un clapet d'homogénéisation sous une pression pouvant atteindre 700 bars.

La forme du clapet (fig. 1) constitue une nouveauté « Micro-Gap » [13] ; il développe de manière optimum les effets de cavitation mis en évidence par Kurzahls [9, 10]. Ce clapet fait l'objet d'un

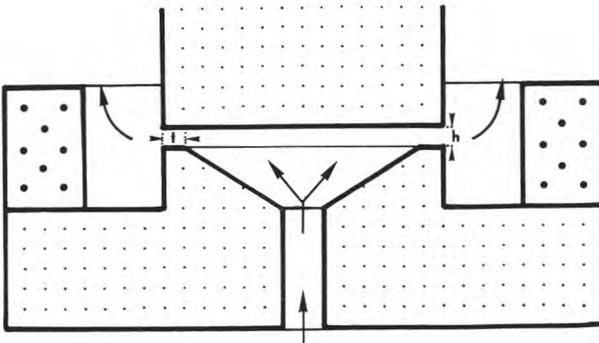


fig. 1

Schéma du clapet « Micro-Gap à bord tranchant »
(t = trajet, h = hauteur, \rightarrow écoulement du produit).

dépôt de brevet (Gaulin Corporation, U.S.A.). Il a été appliqué industriellement dans les domaines qui font appel aux ultrasons, comme le broyage mécanique de cellules vivantes pour l'extraction de certaines enzymes ou la dépolymérisation contrôlée de certaines résines.

II.2. Paramètres d'homogénéisation

Tous les essais ont été faits avec le clapet dit « à bord tranchant » qui donne un effet maximal de cavitation. Nous avons choisi des pressions d'homogénéisation totales de 200, 400 et 600 bars avec des contre-pressions de 20 p. 100 de ces valeurs.

L'appareil a un débit fixe (57 l/h) c'est pourquoi le paramètre durée d'homogénéisation sera arbitrairement défini par un nombre de passages dans l'appareil, donc par un recyclage discontinu.

La température peut jouer un rôle, conjointement à la cavitation, dans les modifications biochimiques des constituants ou des équilibres du lait. L'homogénéisation de la phase grasse se pratique usuellement vers 70 à 80° C ; pour notre étude, nous avons choisi une température inférieure : 50° C afin d'éviter des actions thermiques sur les protéines. Le produit entrant dans l'appareil sera préchauffé à une température convenable selon la pression d'homogénéisation car une élévation de pression de 40 bars provoque une augmentation de température de 1° C environ.

II.3. Produits à homogénéiser

Nous avons utilisé soit des laits entiers individuels prélevés au moment de la traite du troupeau, soit des laits entiers de grand mélange refroidis à la ferme et dès l'arrivée à l'usine. Nous avons également fait une expérience avec un lait écrémé au laboratoire par centrifugation à 5 000 g, 30 min.

II.4. Méthodes analytiques

L'azote est dosé par microanalyse Kjeldahl. Le dosage de la fraction non caséinique (NCN) selon Rowland [20] se fait sur le filtrat à pH 4,6. La fraction non protéique (NPN) est déterminée sur le filtrat à 12 p. 100 d'acide trichloracétique. La fraction NSN représente l'azote non sédimentable par ultracentrifugation à 64 000 g pendant 45 min.

Le calcium est dosé par spectrophotométrie d'absorption atomique (appareil Varian Techtron AA 5) en présence de chlorure de lanthane selon Linden [15].

Le phosphore est dosé par la méthode colorimétrique de Bamman *et al.* [2].

L'examen électrophorétique est réalisé selon Wake et Baldwin [26] en gel d'amidon à pH 8,6 et milieu dissociant (urée 7 M + mercaptoéthanol 0,03 M) à 180 volts pendant 16 h.

II.5. Coagulabilité et mesures rhéologiques

La détermination du temps de floculation (t_c) est effectuée selon la méthode la plus simple de Sommer et Matsen [22] à 35° C sur 10 ml de lait « emprésuré » par 0,5 ml de solution enzymatique. On a utilisé la chymosine sous forme de présure en poudre (Hansen) et l'enzyme coagulante de *Mucor miehei* (Rennilase de Novo).

Les paramètres thrombélastographiques selon Tarodo de la Fuente *et al.* [25] sont déterminés au moyen du Thrombocord (Lara), à 35° C avec les mêmes enzymes.

Nous mesurons la fermeté d'un caillé obtenu à 35° C, après 30 min d'emprésurage, à l'aide du Pénétrromètre automatique Veb-Feinmess AP 4/2 muni d'un corps pénétrant en matière plastique de 40 mm de diamètre et pesant 18 g, selon Schalinatus et Behnke [21].

II.6. Synérèse et égouttage

Le pH des laits crus et des laits homogénéisés est fixé à 6,5. La coagulation à 35° C est réalisée par une solution de présure animale à 0,3 p. 100 dans du tampon phosphate 0,05 M, pH 6,5. Le temps de coagulation est déterminé comme ci-dessus.

En nous inspirant des travaux de deux auteurs, et après divers tâtonnements, nous avons mis au point au laboratoire deux systèmes de dimensions très réduites permettant des mesures en séries. Pour cela, nous avons utilisé des tubes en chlorure de polyvinyle (P.V.C.).

a) *Méthode « in whey »* inspirée de Cheeseman [4]

10 ml de lait préchauffé, emprésuré à 35° C (2,5 ml de solution enzymatique pour 50 ml de lait), sont transférés dans un tube en P.V.C. (160 × 13 mm) lui-même préchauffé à 35° C. Au temps t_0 , correspondant à la coagulation, le tube bouché est transféré dans un bain-marie à 55° C pour accélérer la synérèse. Après différents intervalles de temps, le tube est prélevé et le caillé déposé sur une toile de nylon, puis le volume de sérum égoutté pendant 1 min est mesuré ; chaque volume donné à un temps t_x correspond à la moyenne obtenue à partir de trois tubes (trois fois 10 ml de lait emprésuré).

b) *Méthode « out of whey »* inspirée de Lawrence [11, 12]

10 ml de lait préchauffé et emprésuré à 35° C comme ci-dessus sont transférés dans un moule en P.V.C. (30 × 23 mm) préchauffé à 35° C. Après un séjour à 35° C d'une durée égale au temps de coagulation plus 20 min, le caillé est tranché (deux coupes verticales perpendiculaires), le moule est retourné sur une toile de nylon et le tout rapidement transféré dans une enceinte à 30° C. Nous mesurons

ensuite le volume de sérum égoutté, en fonction du temps de séjour à 30° C. Chaque résultat à un t_x donné sera la moyenne de cinq essais.

N.B. : Nous avons utilisé les expressions « in whey » (dans le sérum) et « out of whey » (hors du sérum) qui font partie du langage technique international.

III. RESULTATS ET DISCUSSION

III.1. Elévation de température et diminution du pH

Le traitement d'homogénéisation provoque une augmentation de la température du produit de 2 à 3° C à 200 bars, 7 à 8° C à 400 bars et 10 à 12° C à 600 bars.

Parallèlement, nous observons une baisse générale du pH, de l'ordre de 0,10 à 0,25 unité, de tous les laits traités quelle que soit la pression d'homogénéisation. Nous n'avons pas vu mentionné ce phénomène dans la littérature.

III.2. Etude des protéines

3.2.1. RÉPARTITION DES FRACTIONS AZOTÉES (tab. 1)

3.2.1.1. *Influence de la pression d'homogénéisation*

L'homogénéisation des laits entiers n'a pas modifié de façon régulière et importante la teneur en protéines solubles à pH 4,6. Nous observons une faible augmentation dans un cas (lait A), de 0,8 à 1,4 p. 100 entre les pressions de 200 et 600 bars ; ceci concorde avec l'observation rapportée par Alais [1] d'une diminution de l'azote caséinique à la suite du traitement. Dans l'expérience suivante (B) on observe une variation également faible mais de sens contraire.

En ce qui concerne l'azote non protéique, les variations sont très limitées, les écarts maximums enregistrés après homogénéisation ne dépassent pas en général 0,25 p. 100 de N_t quelle que soit la pression exercée ; les valeurs dans les laits témoins sont voisines de 5,5 p. 100 de N_t (N_t = azote total).

Les variations de l'azote non sédimentable par ultracentrifugation sont beaucoup plus marquées ; il s'agit dans tous les cas d'une chute qui peut atteindre 15 p. 100 de N_t par rapport au lait témoin ; cependant cette diminution des protéines du surnageant n'est pas du même ordre dans les différents essais et elle n'est pas en relation avec la pression utilisée ; dans deux cas, elle est plus faible à 600 bars qu'à 200 bars.

Une des explications possibles et partielles de cette baisse est que dans le cas du lait homogénéisé il reste plus de matière grasse

TABLEAU 1

Répartition des fractions azotées. Variations par rapport au lait témoin

Laits	Pression (bars)	NCN (1)	NPN (2)	NSN (3)	
<i>I. Laits entiers de mélange</i>					
Témoin	0	(23,0)	(5,5)	(33,0)	
Série A	200	+ 0,80	+ 0,21	— 14,5	
	400	+ 1,80	+ 0,21	— 14,2	
	600	+ 1,40	— 0,21	— 8,7	
Série B	200	— 1,30	— 0,06	— 0,8	
	400	— 0,20	+ 0,26	— 1,8	
	600	— 0,65	+ 0,26	— 1,0	
Série C	200	+ 0,35	+ 0,07	— 4,7	
	400	— 0,75	+ 0,07	— 4,9	
	600	+ 0,20	+ 0,20	— 2,2	
<i>II. Lait entier individuel</i>					
Série D	1 passage	200	+ 0,8	+ 0,1	— 6,7
	3 passages	200	+ 1,4	+ 2,0	— 5,9
<i>III. Lait écrémé individuel</i>					
Témoin	0	(24,0)	(6,1)	(33,0)	
Série E	600	+ 13,3	— 0,2	— 8,4	

(1) Azote soluble à pH 4,6 pour 100 de l'azote total.

(2) Azote soluble dans TCA-12 p. 100, pour 100 de l'azote total.

(3) Azote dans surnageant d'ultracentrifugation $64\,000 \times g$ - 45 min pour 100 de l'azote total.

en suspension dans le surnageant que dans le cas du lait témoin où la crème se trouve bien séparée en surface ; ceci doit donc fausser un peu la prise d'essai analytique. Mais il y a probablement une autre cause à cet accroissement de la sédimentation des protéines ; nous ne pouvons actuellement pas l'expliquer.

Les culots obtenus par ultracentrifugation ont l'aspect habituel des micelles de caséine dans le cas des laits témoins ; par contre, ils

sont différents pour les laits homogénéisés particulièrement à 200 et 400 bars : ils sont peu brillants, moins fermes et plus humides.

3.2.1.2. *Influence de la durée de traitement (recyclage discontinu)*

Un lait entier a été homogénéisé à 200 bars trois fois de suite afin de montrer l'influence de la durée du traitement. Les variations de NCN et de NPN semblent s'amplifier avec le nombre de passages dans l'appareil ; par contre, l'azote non sédimentable NSN n'est pas affecté par la durée d'homogénéisation. Mulder et Walstra [16] rapportent que les effets d'homogénéisations répétées s'ajoutent mais avec un certain amortissement, c'est-à-dire que l'effet de chaque passage est inférieur au précédent.

3.2.1.3. *Cas d'un lait écrémé*

Nous n'avons fait qu'une expérience exploratoire, étant donné que l'homogénéisation ne s'applique pas habituellement au lait écrémé.

L'azote non caséinique NCN subit à 600 bars une forte augmentation tandis que l'azote non protéique NPN ne varie que peu. La diminution de l'azote non sédimentable NSN (— 8 p.100 environ de l'azote total) est comparable à celle observée dans le cas d'un lait entier traité à la même pression. Iwaida et Tsugo [6] ont déjà observé cette diminution dans le cas du lait écrémé.

L'accroissement de la sédimentation des protéines après le passage dans l'homogénéisateur (diminution de plus de 13 p.100 du NCN) est surprenante. D'autres expériences devraient être faites pour la confirmer.

3.2.2. ETUDE ÉLECTROPHORÉTIQUE DES PROTÉINES

L'image électrophorétique en gel d'amidon ne diffère pas entre le lait témoin et le lait homogénéisé quelle que soit la pression, en ce qui concerne les protéines totales, les protéines sédimentées par ultracentrifugation et les protéines solubles à pH 4,6. La figure 2 représente le cas d'un lait traité à 600 bars.

III.3. Formes solubles du calcium et du phosphore

Les formes solubles du calcium et du phosphore ont été déterminées dans le surnageant d'ultracentrifugation (64 000 g 45 min). Les résultats ne sont pas homogènes ; le traitement provoque dans l'ensemble des essais une diminution du calcium soluble et une augmentation du phosphore soluble (tab. 2). Dans les essais A, B, C, la variation du phosphore soluble est parallèle à l'augmentation de pression ; elle atteint à 600 bars + 15 p.100 environ du phosphore total ; on voit cependant une baisse du phosphore soluble dans le cas d'un lait individuel (D.). La variation du calcium sous forme soluble est le plus souvent moins marquée et paraît moins dépendante

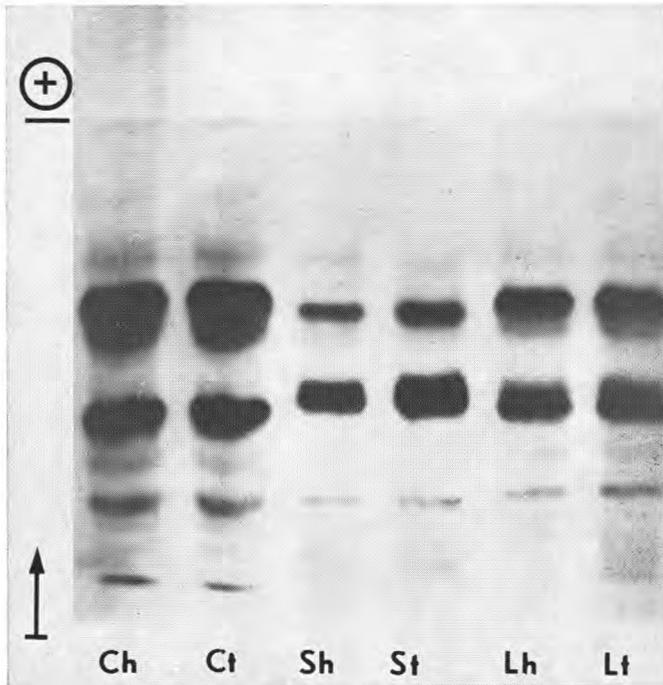


fig. 2

Electrophorégramme en gel d'amidon des protéines des laits témoins et homogénéisés (urée 7 M, 2-mercaptoéthanol 0,03 M ; pH 8,6 ; 180 volts pendant 16 h).

L : lait entier.

S : sérum à pH 4,6.

C : culot d'ultracentrifugation (64 000 g - 45 min).

t : lait témoin.

h : lait homogénéisé.

de la pression ; on remarque qu'il n'y a aucune valeur positive ; la proportion de calcium soluble, ou bien ne change pas, ou bien diminue ; c'est un effet inverse à celui des ultrasons cavitants [19].

III.4. Coagulabilité par les enzymes

Cette étude a été faite sur des laits individuels et sur des laits de grand mélange (tab. 3). Dans tous les cas, le passage dans l'homogénéisateur provoque une réduction du temps de coagulation par les deux enzymes utilisées.

TABLEAU 2

Répartition des formes solubles du calcium et du phosphore.
Variations par rapport au lait témoin

Laits	Pression (bars)	Calcium	Phosphore
<i>Laits entiers</i>			
Témoin (mélange)	0	(46)	(47)
Série A (mélange)	200	- 6	+ 7
	400	- 17	-
	600	- 9	+ 12
Série B (mélange)	200	0	+ 2
	400	- 1	+ 2
	600	0	+ 15
Série C (mélange)	200	- 5	+ 11
	400	- 5	+ 13
	600	0	+ 17
Série D (individuel)			
	1 passage	200	- 5
3 passages	200	- 4	- 18
<i>Lait écrémé</i>			
Témoin	0	(31)	(50)
Série E (individuel)	600	- 1	- 12

(...) p. 100 du calcium ou du phosphore total.

Nous avons observé comme Webb [27] ou Peters [17] une diminution du temps de coagulation des laits entiers individuels par la chymosine et par la Rennilase ; la diminution est plus forte pour cette dernière. Le facteur de raccourcissement du temps de coagulation est d'autant plus faible que la pression augmente. Cette dépendance est beaucoup plus marquée pour la chymosine que pour l'enzyme fongique.

La durée de traitement par recyclage discontinu à 200 bars d'un autre lait entier individuel amplifie la diminution du temps de floculation par l'enzyme fongique, mais n'influe pas significativement

TABLEAU 3

Temps de coagulation* des laits témoins et homogénéisés (min)

Laits	Pression (bars)	Enzymes coagulantes	
		Chymosine	Rennilase
<i>Laits entiers de mélange</i>			
Série A	0	2,06	
	200	1,26 (0,61)	
	400	1,25 (0,60)	
	600	1,35 (0,65)	
Série B	0	2,50	
	200	1,43 (0,57)	
	400	1,50 (0,60)	
	600	1,90 (0,76)	
Série C	0	4,05	
	200	2,16 (0,53)	
	400	2,13 (0,52)	
	600	2,30 (0,57)	
<i>Laits entiers individuels</i>			
Série a	0	3,85	11,03
	200	3,38 (0,88)	7,51 (0,68)
Série b	0	6,04	16,58
	400	4,49 (0,74)	9,47 (0,60)
Série c	0	4,90	11,43
	600	3,14 (0,64)	6,75 (0,59)
<i>Lait entier individuel</i>			
Série D	0	4,70	14,42
	200	3,05 (0,65)	5,12 (0,36)
	3 passages	200	2,85 (0,61)
<i>Lait écrémé individuel</i>			
Série E	0	4,34	11,39
	600	4,15 (0,95)	9,59 (0,84)

* A 35° C - Chymosine 0,3 p. 100, Rennilase 1 p. 100.

(...) Facteur de raccourcissement du temps de coagulation :

$$\frac{\text{T. lait homogénéisé}}{\text{T. lait témoin}}$$

 T. lait témoin

sur le facteur de raccourcissement du temps de coagulation par la chymosine.

L'homogénéisation à 600 bars du lait écrémé individuel a un effet beaucoup moins marqué que le même traitement appliqué au lait entier ; le facteur de raccourcissement du temps de coagulation est de 0,95 pour la chymosine et 0,85 pour l'enzyme fongique. On peut remarquer que Webb [27] a observé une diminution du temps de coagulation d'autant moins prononcée que la concentration en matière grasse est plus faible.

La coagulation par la chymosine des laits de grand mélange est accélérée (facteur de raccourcissement de l'ordre de 0,6) mais ici l'influence de la pression d'homogénéisation est faible. Il faut néanmoins signaler, contrairement à Webb [27] que l'effet du traitement est un peu moins marqué à 600 bars qu'aux pressions inférieures.

La diminution générale observée du temps de coagulation, quel que soit le lait, ne doit pas être simplement due à la chute de pH enregistrée après le traitement, car elle est identique dans tous les essais à différentes pressions alors que la modification de ce temps de coagulation ne l'est pas. Une baisse de pH de 0,2 unité au maximum ne peut engendrer une diminution de moitié environ du temps de coagulation. Il y a certainement un effet direct du traitement sur les micelles de caséine et qui se répercuterait sur leur aptitude à s'agréger. Mais il peut y avoir aussi un effet de la modification des équilibres salins. La diminution du calcium soluble, que nous avons signalée plus haut, est défavorable à la coagulation lorsqu'elle est la conséquence du chauffage, car le calcium peut passer à l'état insoluble non colloïdal ; mais dans le traitement d'homogénéisation à température modérée, il s'agit plus probablement d'une fixation sur les micelles, ce qui est un facteur d'amélioration de la coagulabilité [18].

Au cours de leur étude sur les effets de l'irradiation ultrasonore du lait provoquant la cavitation, Raharintsoa *et al.* [19] n'ont pas observé d'écart notable du temps de coagulation par la présure (par contre, l'activité coagulante des enzymes fongiques est accrue) ; il y a donc une différence notable dans les effets de chaque type de traitement, comme nous l'avons déjà remarqué à propos du calcium soluble.

III.5. Fermeté des caillés

Nous avons calculé, à partir des valeurs de pénétration dans le caillé (P_t , témoin ; P_x , lait traité) un indice de fermeté (IF) qui sera inférieur à 100 lorsque le caillé est plus mou que le témoin et supérieur à 100 dans le cas contraire.

$$IF = \frac{P_t}{P_x} \times 100$$

TABLEAU 4

Indice* de fermeté pénétrométrique des caillés obtenus à partir des laits individuels témoins et homogénéisés

Laits	Pression (bars)	Enzymes coagulantes**	
		Chymosine	Rennilase
<i>Laits entiers</i>			
a	200	109	105
b	400	100	117
c	600	112	109
D 1 passage	200	72	79
3 passages	200	84	91
<i>Lait écrémé</i>			
E	600	89	102

* Indice de fermeté (voir texte).

** A 35° C - Chymosine : 0,3 p.100 ; Rennilase : 1 p.100, caillé 30 min après « emprésurage ».

Le tableau 4 concernant les laits individuels analysés précédemment ne révèle pas de variations régulières de la fermeté dues à l'homogénéisation. Dans le cas des laits (a, b, c) on observe un léger accroissement de la fermeté qui ne dépend pas du niveau de la pression. Dans le cas du lait recyclé (D), l'homogénéisation à 200 bars réduit sensiblement la fermeté, mais celle-ci remonte un peu après trois cycles de passage.

Brunner [3] rapporte que la fermeté du caillé est plus faible pour le lait homogénéisé.

Dans le cas du lait écrémé individuel homogénéisé à 600 bars (E) la fermeté n'est légèrement diminuée que dans le cas du « caillé présure », comme l'ont déjà rapporté Iwaida et Tsugo [7].

III.6. Etude thrombélastographique

Dans le cas de la présure, le temps de coagulation thrombélastographique (r) des laits entiers individuels est diminué, comme le temps de floculation, et ce d'autant plus que la pression est élevée (tab. 5). Pour l'enzyme fongique il y a également une diminution, mais moins régulière.

Le paramètre K_{10} montre que pour les deux enzymes utilisées, la vitesse de raffermissement du caillé est fortement accrue par l'homogénéisation. Cette accélération ne semble pas linéaire avec l'augmentation de pression. Le calcul du paramètre $K_{10/r}$, mesurant lui aussi la vitesse de raffermissement du caillé, en éliminant l'effet des variations du temps de coagulation, permet de constater que l'effet de l'homogénéisation est inversement proportionnel pour l'enzyme fongique et proportionnel pour la chymosine à l'élévation de la pression. L'amplitude maximale Am (fermeté) est accrue dans tous les cas quelles que soient la pression et l'enzyme coagulante. La relation avec l'élévation de pression n'est linéaire que dans le cas de l'enzyme fongique.

Le recyclage discontinu à 200 bars d'un autre lait individuel n'accroît l'effet de l'homogénéisation sur r et K_{10} que dans le cas de la Rennilase ; l'effet semble inverse pour la chymosine. Par contre, quelle que soit l'enzyme utilisée, la vitesse de raffermissement du caillé ($K_{10/r}$) et l'amplitude maximale (Am) sont d'autant plus accrues que la durée d'homogénéisation est grande.

L'homogénéisation à 600 bars d'un lait individuel écrémé provoque un raccourcissement du temps de coagulation et une accélération de la vitesse de raffermissement du caillé plus marqués pour la chymosine, mais ne semble pas modifier la fermeté et la vitesse de raffermissement du caillé corrigée ($K_{10/r}$).

Dans cette étude thrombélastographique nous avons relevé après homogénéisation une augmentation du paramètre Am qui représente les propriétés mécaniques maximales du coagulum. Or, nous n'avons pas trouvé de modification significative de la fermeté lors des études pénétrométriques qui étaient faites à 30 min après emprésurage ; le paramètre Am n'a donc pas la même signification que la fermeté mesurée par la pénétrométrie classique.

La différence par rapport aux références bibliographiques où l'on rapporte une diminution de la fermeté du caillé après homogénéisation peut être due à l'utilisation dans ce travail d'un clapet bien particulier dit « à bord tranchant » dont les effets doivent être différents de ceux obtenus avec un clapet « plan » classique.

Nous pouvons constater que les effets de l'homogénéisation sont en général assez complexes, particulièrement sur les propriétés mécaniques obtenues à partir des laits homogénéisés. Iwaida et Tsugo [7] nous en donnent une idée lorsqu'ils étudient la résistance au découpage (« Curd tension ») des caillés ; ils observent avec

TABLEAU 5

Facteurs d'allongement ou de raccourcissement* des paramètres thrombélastographiques de la coagulation des laits individuels témoins et homogénéisés

Laits	Pressions (bars)	Chymosine**				Rennilase***			
		r	k ₁₀	k ₁₀ /r	Am	r	k ₁₀	k ₁₀ /r	Am
<i>Laits entiers</i>									
Série a	200	0,74	0,61	0,83	1,72	0,48	0,53	1,10	2,44
Série b	400	0,66	0,50	0,75	2,80	0,83	0,80	0,97	2,52
Série c	600	0,61	0,60	1,00	1,26	0,64	0,52	0,83	2,58
Série D 1 passage	200	0,44	0,30	0,68	2,42	0,30	0,32	1,06	1,82
3 passages	200	0,56	0,35	0,62	2,65	0,21	0,19	0,89	2,14
<i>Lait écrémé</i>									
Série E	600	0,72	0,77	1,06	1,00	0,90	0,88	0,98	0,95

* Lait homogénéisé/lait témoin.

** 35° C - Chymosine 0,3 p. 100.

*** 35° C - Rennilase 1 p. 100.

l'augmentation de pression un effet diminuant cette résistance et comprenant deux phases : lorsque le traitement est inférieur à 200 bars la première phase correspondrait à la dispersion des globules gras et formation de complexes avec les micelles de caséine, tandis qu'au-dessus de 400 bars la deuxième phase consisterait en une modification de surface de ces micelles. Entre 200 et 400 bars il y aurait un état sensiblement stationnaire. Ces auteurs, d'autre part, recyclent le lait homogénéisé à 400 bars cinq fois et quinze fois : l'effet de la durée du traitement est peu marqué dans le cas du lait entier mais l'est beaucoup plus pour le lait écrémé. De plus, dans l'ensemble de leur étude, ils obtiennent des résultats différents selon l'enzyme utilisée : chymosine et pepsine. Il n'y a une grande différence entre le lait entier et le lait écrémé que pour la pepsine. Nous nous trouvons donc affrontés à un ensemble de phénomènes rendant l'interprétation des résultats malaisée. Il y a, dans certains de nos résultats, des indications d'un changement de propriétés à 400 bars par comparaison à ce qui se passe à 200 et à 600 bars.

Rappelons que la cavitation ultrasonore provoque un accroissement marqué de la vitesse de raffermissement et de la fermeté mesurée par Am. Il n'y a donc pas sur ce plan de différence avec les effets de l'homogénéisation. Dans les deux cas, les paramètres rhéologiques sont modifiés dans un sens favorable, au point de vue des aptitudes fromagères.

III.7. Synérèse et égouttage

Les essais ont été faits avec la présure animale (fig. 3) ; d'un point de vue général, nous constatons que les deux méthodes d'investigations (« in whey » et « out of whey ») donnent des résultats comparables en ce qui concerne le degré d'égouttage : le volume de sérum obtenu après la coagulation est toujours inférieur pour le lait homogénéisé, quelles que soient la pression, la durée du traitement et la présence ou l'absence de matière grasse sauf dans le cas de l'homogénéisation à 600 bars pour des courtes durées d'égouttage.

En se référant aux travaux déjà publiés où il est rapporté un temps nécessaire pour obtenir un certain volume de sérum, 80 p. 100 du volume initial [4] ou 50 p. 100 du volume maximal égoutté [14], nous avons défini une vitesse d'exsudation du sérum comme étant un temps nécessaire pour recueillir 5 ml de sérum à partir de 10 ml de lait emprésuré.

Nous observons pour les laits homogénéisés soit des raccourcissements, soit des allongements des vitesses d'égouttage par rapport aux témoins. Le caillé des laits entiers homogénéisés à 600 bars s'égoutte plus vite que leur témoin, c'est l'inverse dans le cas du lait écrémé. Après traitement à 400 bars ce temps d'égouttage est sérieusement modifié puisqu'il peut être multiplié jusqu'à plus de huit fois. La durée du traitement du lait entier ralentit encore la

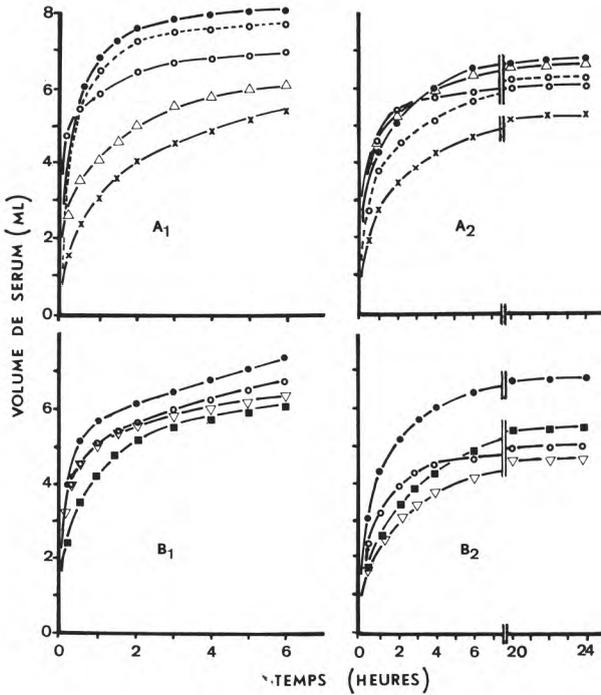


fig. 3

Effets de l'homogénéisation sur la synérèse

A : Influence de la pression, méthode « in whey » A₁ et méthode « out of whey » A₂.

- Lait entier témoin.
- △—△ Lait entier homogénéisé à 200 bars.
- ×—× Lait entier homogénéisé à 400 bars.
- Lait entier homogénéisé à 600 bars.
- Lait écrémé homogénéisé à 600 bars.

B : Influence de la durée d'homogénéisation, méthode « in whey » B₁ et méthode « out of whey » B₂.

- Lait entier témoin.
- Lait entier homogénéisé à 200 bars, une fois.
- Lait entier homogénéisé à 200 bars, deux fois.
- ▽—▽ Lait entier homogénéisé à 200 bars, trois fois.

vitesse d'égouttage ; ceci est particulièrement mis en évidence dans la méthode « out of whey ».

Après la méthode « out of whey », le sérum séparé du caillé est clair pour le lait témoin et les laits homogénéisés à 200 bars.

Dans les autres cas : 400 et 600 bars ou plusieurs passages à 200 bars, on note une perte nette de fines particules de caillé dans le sérum. Au-dessus d'un certain seuil de pression ou de durée, on peut redouter un effet défavorable sur le rendement fromager.

La méthode « out of whey » donne moins de lactosérum que la méthode « in whey » après un temps donné. Les conditions sont différentes ; la température est plus élevée dans cette dernière (55° C) ce qui accélère la synérèse [11] ; de plus la synérèse se produit dans un tube où le caillé baigne dans le sérum exsudé alors que dans la méthode « out of whey » le sérum est éliminé au fur et à mesure de son exsudation. Lawrence [12] dans les mêmes conditions de température (55° C) a observé que la synérèse « in whey » était plus lente que la synérèse « out of whey ». Cette dernière méthode conserve des conditions similaires aux techniques fromagères.

Parmi les facteurs agissant sur la synérèse, nous avons éliminé le pH en l'ajustant au départ à 6,5. Le calcium a un effet inverse sur la synérèse et sur le temps de coagulation [4, 23, 24]. Or, si le temps de coagulation raccourcit toujours après homogénéisation, la synérèse par contre ne varie pas toujours dans le même sens, puisque par exemple les vitesses d'exsudation pour le lait entier sont variables suivant la pression : accélérées à 600 bars et ralenties à 400 bars.

III.8. Essais en fromagerie

Les essais ont été destinés à observer les effets de l'homogénéisation, à l'aide du clapet à bord tranchant, du lait ou de l'un de ses constituants (lait écrémé ou crème) sur la fabrication de fromage à pâte solubilisée (65 p. 100) selon une technologie habituelle.

Nous avons réalisé quatre fabrications :

1. Lait entier enrichi en crème, fabrication témoin à 61 g/l de matière grasse.
2. Lait entier enrichi en crème, homogénéisé à 200 et 500 bars.
3. Mélange :
60 p. 100 de lait écrémé homogénéisé à 500 bars.
40 p. 100 de crème légère à 130 g/l (non homogénéisée).
4. Mélange :
60 p. 100 de lait écrémé (non homogénéisé).
40 p. 100 de crème légère à 130 g/l homogénéisée à 500 bars.

L'homogénéisation a été pratiquée avant la pasteurisation. Il est à noter que la crème homogénéisée à 500 bars ne subit pas d'inversion de phase ; elle s'épaissit mais se remélange bien au lait écrémé.

Lorsque le lait a été totalement ou partiellement homogénéisé, nous avons observé un léger raccourcissement du temps de coagulation, de l'ordre de 15 p. 100 par rapport au témoin. L'homogénéisation à 200 bars du lait entier enrichi en matière grasse ne pose pas de problème de fabrication ; le caillé se comporte normalement lors du moulage et l'égouttage est comparable à celui du témoin. L'homogénéisation à 500 bars du lait écrémé ou enrichi en matière grasse ne pose pas non plus de problème particulier, sauf que l'échauffement au cours du traitement est de 6 à 10° C.

La coagulation dans le cas n° 4 où seule la crème a été homogénéisée à 500 bars n'est pas franche ; elle ressemble plutôt à une floculation avec présence de paillettes de caillé en suspension.

Lors du tranchage et du moulage dans les trois cas où il y a eu homogénéisation, le caillé est fragile, et il y a des pertes notables de particules fines. La synérèse est différente, l'égouttage se fait plus difficilement et les fromages restent très humides, malgré un ressuyage important. L'extrait sec des fromages obtenus à partir des laits totalement ou partiellement homogénéisés est d'environ cinq unités plus faible que pour le témoin. Leur texture est en général plus souple et ils ont tendance à couler. Seuls les fromages où la crème seulement a été homogénéisée à 500 bars (n° 4) conservent leur forme, bien que plus humides que les témoins et ont une pâte de texture acceptable (pâte fondante).

Par ailleurs, nous avons relevé que les pertes de matière grasse dans le sérum exsudé étaient différentes :

— témoin (n° 1) :	6 à 7 g/l
— totalité du lait traité (n° 2) :	3 g/l
— lait écrémé traité seul (n° 3) :	7 à 8 g/l
— crème traitée seule (n° 4) :	1 à 2 g/l

L'homogénéisation de la matière grasse entraîne donc une réduction importante des pertes dans le lactosérum.

En conclusion, l'homogénéisation de la phase grasse du lait, dans les conditions précisées plus haut présente quelques avantages au niveau de la fabrication :

- a) Réduction des pertes de matières grasses dans le lactosérum.
- b) Modification de la texture par augmentation de la rétention d'eau dans le produit ce qui augmente le caractère « fondant » du fromage.
- c) Augmentation des rendements par fixation d'eau pour une texture convenable.

Cependant, les pertes de caillés lors de l'égouttage nous obligeraient dans l'application industrielle de ce traitement à modifier la technologie de cette fabrication.

OBSERVATION GENERALE

L'homogénéisation à haute pression (400 à 600 bars) fait apparaître dans le lait un goût anormal désagréable, difficile à définir ; il pourrait s'agir d'une association de goûts de cuit et de saveurs résultant d'oxydation.

L'homogénéisation à 200 bars ne provoque pas la formation du défaut de saveur.

Remerciements

Nous remercions la Société Manton-Gaulin (MM. P. Baudez et W. J. Lecluse) pour la mise à disposition d'un homogénéisateur et les fabricants d'enzymes pour les échantillons reçus gracieusement.

Résumé

L'homogénéisation à haute pression du lait entier et écrémé modifie la répartition des fractions azotées et des formes solubles du calcium et du phosphore. Le temps de coagulation par la chymosine ou une enzyme de *Mucor miehei* dans tous les cas raccourcit. La fermeté des caillés est diversement affectée. L'étude thromboelastographique montre un raccourcissement des temps de coagulation, une accélération de la vitesse de raffermissement et une plus grande fermeté. Les caillés des laits homogénéisés s'égouttent toujours moins que les caillés des laits témoins ; il y a des pertes de particules fines de caillé entraînées par le lactosérum. Dans certaines conditions d'homogénéisation, la fabrication de fromages gras à pâte solubilisée présente des avantages.

Summary

EFFECTS OF HIGH PRESSURE HOMOGENIZATION ON THE PROPERTIES OF MILK AND ITS ENZYMIC CLOTTING CHARACTERISTICS

High pressure homogenization of whole and skim milks modifies the ratios of nitrogen fractions and soluble forms of calcium and phosphorus. Coagulation time by chymosin or by an enzyme derived from *Mucor miehei* is reduced in all cases. Curd strength is affected in various ways. A thromboelastographic study shows a reduction in coagulation time, a speed up in rate of curd firmness formation, and a greater final curd strength. The curds from homogenized milk show less whey exudation as compared to curds from control samples; losses occur of curd fines entrained by the whey. Under

certain homogenizing conditions, manufacture of fatty cheeses of soft consistency offers some advantages.

Zusammenfassung

EINFLÜSSE DER HOCHDRUCKHOMOGENISIERUNG AUF DIE EIGENSCHAFTEN DER MILCH UND DEREN GERINNUNGSMERKMALE

Die Hochdruckhomogenisierung der Voll- und Magermilch ändert die Verteilung der Stickstofffraktionen, sowie des löslichen Calciums und Phosphorus. Die Gerinnungszeit durch Chymosin oder ein Enzym aus *Mucor miehei* wird in allen Fällen bekürzt. Die Festigkeit des Käsebruches wird verschiedenartig beeinflusst. Ein thromboelastographische Untersuchung zeigt eine Verkürzung der Koagulierzeit, eine Steigerung der Härtungsgeschwindigkeit und eine vergrößerte Härte der Gallerte. Die Gallerten aus homogenisierter Milch geben weniger Molke ab als die Gallerten der Kontrollmuster; man beobachtet Verluste an Feinstteilchen durch den Molkeablauf. Unter gewissen Bedingungen bietet die Hochdruckhomogenisierung Vorteile für die Herstellung von fetten Weichkäsen.

Reçu pour publication en juillet 1980.

Bibliographie

- [1] ALAIS (C.) (1975). — Science du lait. Principes des techniques laitières. 3^e éd., chapitre IX, *Ed. Sepaic*, Paris.
- [2] BAMMAN (E.), NOVOTNY (E.) und ROHR (L.) (1948). — Zur Colorimetrischer Bestimmung der Phosphorsäure. *Chem. Ber.*, 81, 438.
- [3] BRUNNER (J.R.) (1974). — Physical Equilibria in Milk: The Lipid Phase. In «Fundamentals of Dairy Chemistry», 2nd Ed., chapitre 10, p. 474, Webb B. H., Johnson A. H. and Alford J. A., Westport Connecticut. *The Avi Publishing Company Inc.*
- [4] CHEESEMAN (G. C.) (1962). — Syneresis of milk and caseinate solutions. *XVI^e Congrès International de Laiterie*, Copenhague, B, section IV : 1, 465.
- [5] GAULIN (A.) (1899). — Appareil et procédé pour la stabilisation du lait. Brevet n° 295596.
- [6] IWADA (M.) and TSUGO (T.) (1961). — The effect of homogenization on nitrogen distribution in skim-milk and Ca caseinate solutions. *Agric. Biol. Chem.*, 25, 130.
- [7] IWADA (M.) and TSUGO (T.) (1962). — Effect of homogenization on curd tension of milk. *XVI^e Congrès International de Laiterie*, Copenhague, A, section II : 2, 707.
- [8] JENNESS (R.) and PATTON (S.) (1959). — The physical chemistry of milk fat globules. «Principles of Dairy chemistry», chapitre 9, p. 265. *Wiley & Sons inc. Publishers*, New York.
- [9] KURZHALS (H. A.) (1977). — In «Untersuchungen über die physikalisch-technischen Vorgängen beim Homogenisieren von Milch in Hochdruck-Homogenisiermaschinen». Ph. D. Thesis, Université Technique de Hanovre (R.F.A.).

- [10] KURZHALS (H. A.) et REUTER (H.) (1978). — Le processus physico-technique de l'homogénéisation du lait. *XX^e Congrès International de Laiterie*, Paris, F, 633.
- [11] LAWRENCE (A. J.) (1959). — Syneresis of rennet curd. Part I. Effect of time and temperature. *Aust. J. Dairy Technol.*, 14, 166.
- [12] LAWRENCE (A. J.) (1959). — Syneresis of rennet curd. Part II. Effect of stirring and of the volume of whey. *Aust. J. Dairy Technol.*, 14, 169.
- [13] LECLUSE (W. J.) (1980). — Manton-Gaulin s.a.: Some recent findings in high-pressure homogenization and its applications (à paraître).
- [14] LELIEVRE (J.) (1977). — Rigidity modulus as a factor influencing the syneresis of renneted milk gels. *J. Dairy Res.*, 44, 611.
- [15] LINDEN (G.) (1971). — Application de la spectrophotométrie d'absorption atomique dans les laboratoires d'industries alimentaires. *Ind. Alim. Agric.*, 88, 793.
- [16] MULDER (H.) and WALSTRA (P.) (1974). — «The milk fat globule» Farnham Royal, Bucks: Commonwealth Agricultural Bureaux and Wageningen: Center for Agricultural Publishing and Documentation.
- [17] PETERS (I. I.) (1964). — Homogenized milk in cheesemaking. *Dairy Sci. Abstr.*, 26, 457.
- [18] PYNE (G. T.) and Mc GANN (C. A.) (1962). — The influence of the colloidal phosphate of milk on the rennet coagulation. *XVI^e Congrès International de Laiterie*, Copenhague, B, 611.
- [19] RAHARINTSOA (C.), GAULARD (M. L.) et ALAIS (C.) (1978). — Effet des ultrasons cavitants sur la coagulation du lait par les enzymes. *Le Lait*, 58, 559.
- [20] ROWLAND (S. J.) (1938). — The determination of the nitrogen distribution in milk. *J. Dairy Res.*, 45, 1305.
- [21] SCHALINATUS (E.) und BEHNKE (U.) (1967). — Untersuchungen zur Wirkung von Labpräparaten verschiedener Herkunft. 2-Festigkeit und Schrumpfung des Brüches. *Milchwissenschaft*, 22, 601.
- [22] SOMMER (H. H.) and MATSEN (H.) (1935). — The relation of mastitis to rennet coagulability and curd strength of milk. *J. Dairy Res.*, 18, 741.
- [23] TARODO DE LA FUENTE (B.) (1971). — Physicochimie de la séparation du caillé et du sérum. *La Technique Laitière*, 719, 79.
- [24] TARODO DE LA FUENTE (B.) and ALAIS (C.) (1975). — Physicochemical studies on the enzymatic coagulation of milk. *Chimia*, 29, 379.
- [25] TARODO DE LA FUENTE (B.), ALAIS (C.) et FRENTZ (R.) (1969). — Etude de la coagulation du lait par la présure et de la synérèse du coagulum par la méthode thrombélustographique. *Le Lait*, 49, 400.
- [26] WAKE (R. G.) and BALDWIN (R. L.) (1961). — Analysis of casein fractions by zone electrophoresis in concentrated urea. *Biochim. Biophys. Acta*, 47, 225.
- [27] WEBB (B. H.) (1931). — *J. Dairy Sci.*, 14, 508 (référence citée par MULDER and WALSTRA, 1974).