



**HAL**  
open science

# **Formation d'un sédiment dans le lait stérilisé en deux étapes. Influence de quelques caractéristiques de la matière première et de variables technologiques**

J. Mottar, R. Moermans

## ► **To cite this version:**

J. Mottar, R. Moermans. Formation d'un sédiment dans le lait stérilisé en deux étapes. Influence de quelques caractéristiques de la matière première et de variables technologiques. *Le Lait*, 1981, 61 (607), pp.393-406. <hal-00928899>

**HAL Id: hal-00928899**

**<https://hal.science/hal-00928899v1>**

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.



HAL Authorization

## **Formation d'un sédiment dans le lait stérilisé en deux étapes**

**Influence de quelques caractéristiques de la matière première  
et de variables technologiques**

par

J. MOTTAR\* et R. MOERMANS\*\*

### **I. INTRODUCTION**

Le lait est un système physico-chimique sensible à la température. De ce fait, des problèmes peuvent surgir au cours d'un processus de stérilisation, entre autres de par la formation d'un sédiment dans le lait chauffé. La quantité de sédiment dans le récipient peut parfois être assez considérable pour constituer un grave défaut organoleptique.

L'épreuve à l'alcool est généralement appliquée comme critère d'appréciation de l'aptitude à la stérilisation d'un lait. Les opinions diffèrent cependant quant à la fiabilité de cette épreuve. Samuelsson *et al.* [16] ont trouvé une corrélation négative significative entre la stabilité à l'alcool de la matière première et la quantité de sédiment dans le lait chauffé à ultra-haute température. Claesson *et al.* [2] ont constaté en outre qu'il existe une relation directement proportionnelle entre la stabilité à l'alcool et la stabilité à la chaleur et que ces deux paramètres sont de bons critères de l'aptitude à la stérilisation du lait. Metro *et al.* [9], par contre, ont été amenés à conclure que la stabilité à l'alcool n'est pas toujours représentative de la stabilité thermique du lait et qu'il est préférable de déterminer cette stabilité à la chaleur si l'on veut juger de l'aptitude à la stérilisation.

---

\* Station Laitière de l'Etat, Melle. Centre de Recherches Agronomiques de l'Etat, Gand (Belgique).

\*\* Bureau de Biométrie, Centre de Recherches Agronomiques de l'Etat, Gand (Belgique).

L'objectif des recherches décrites ici était d'étudier l'influence d'un certain nombre de caractéristiques de la matière première, ainsi que de quelques variables technologiques, sur la formation d'un sédiment dans la bouteille. Pendant une période d'environ 1 an, il a été recherché en quelle mesure la stabilité à la chaleur et/ou à l'alcool du lait de mélange cru et réfrigéré peut ou peuvent fournir des indications quant à la sédimentation dans la bouteille après une stérilisation en deux étapes. Etant donné que la stabilité thermique du lait dépend de son pH [15], de sa teneur en azote non protéique (NPN) [11, 14] et de sa teneur en urée [12], ces caractéristiques de la matière première ont été déterminées également.

Dans l'étude de l'effet des facteurs de production, l'attention s'est portée sur l'influence d'un processus de préchauffage ou de stabilisation, sur l'influence de l'homogénéisation, sur celle de la température et de la durée du traitement de prétéilisation et sur celle de l'addition d'acide caprique. Selon Al-Roubaie et Burton [1], cet acide gras serait adsorbé sur les micelles de caséine et rendrait ainsi plus difficile la formation d'agrégats, de sorte qu'il en résulte moins de dépôt sur la surface des échangeurs de chaleur.

La composition du sédiment qui se forme dans la bouteille a également été étudiée afin de procurer des vues sur le processus de formation du sédiment.

## II. MATERIEL ET METHODES

### II.1. Conditions d'essai

Des laits de mélange crus et réfrigérés, de qualités diverses, ont été traités après ajustement à 3,5 p. 100 de leur teneur en matière grasse. La prétéilisation était effectuée dans un échangeur de chaleur pilote, du type à plaques ; la stérilisation finale, dans la bouteille, avait lieu dans une tour de stérilisation continue, où le lait était chauffé pendant 12 min à 118° C.

Pour les essais portant sur l'influence exercée par la matière première sur la sédimentation, le lait était préchauffé à 60° C, puis homogénéisé ensuite en deux étapes sous des pressions successives de 21 et de 4,9 MPa, pour être chauffé ensuite à 135° C et maintenu 2,5 s à cette température. Ensuite, après refroidissement à 30° C, le lait était soutiré en bouteilles de 1 l, en polyéthylène. Comme on opérait toujours dans les mêmes conditions, toute influence exercée sur les résultats par des paramètres en liaison avec l'appareillage utilisé était éliminée.

Dans les recherches sur l'effet de variables technologiques, il a été veillé à ce que le pH du lait de départ se situât entre 6,65 et 6,75 et restât inchangé au cours d'une double épreuve à l'alcool effectuée avec de l'éthanol concentré à 74 p. 100. Le processus

d'homogénéisation avait lieu avant le chauffage à ultra-haute température et sous des pressions de 21,6, 19,6 ou 17,6 MPa dans la première étape et de 4,9 MPa dans la seconde. La température d'homogénéisation était de 60 ou de 80° C. Les ultra-hautes températures appliquées au cours des essais étaient de 135 et de 140° C. Le lait y restait exposé pendant 2,5 s ou pendant 5 s. Lorsqu'un traitement de préchauffage ou de stabilisation était appliqué, le lait était maintenu 90 s à 85° C. Les additions d'acide caprique étaient effectuées à raison de 5 mg/kg, dose reconnue optimale au cours d'essais préparatoires.

## II.2. Méthodes d'analyse

La teneur en sédiment a été déterminée par centrifugation dans les 2 semaines suivant la production. Une quantité de 750 g de lait stérilisé, préalablement homogénéisée par agitation, était versée dans un tube de centrifugation dûment pesé et centrifugée pendant 15 min à 3 000 g. On versait le liquide surnageant et séchait le sédiment pendant 2 h à 80° C. La quantité de sédiment pouvait être calculée par différence après refroidissement dans un dessiccateur et pesage. Une correction était appliquée pour les restes de lait adhérent à la paroi du tube de centrifugation. On appliquait à cette fin le processus déjà décrit, à l'exception de la centrifugation. Les résultats reproduits ici sont les moyennes de quatre déterminations, exprimées en mg/kg.

L'épreuve à l'alcool a été effectuée comme suit : à 1 ml de lait on ajoutait 1 ml (épreuve simple) ou 2 ml (épreuve double) d'une solution aqueuse d'éthanol en concentrations croissantes. Les intervalles de concentration étaient de 2 p.100. Les résultats reproduits indiquent la concentration maximale d'alcool à laquelle on n'observait pas encore de floculation au bout de 1 min.

La stabilité thermique a été déterminée selon la technique de Davies et White [4], au pH propre du lait. Le temps nécessaire pour obtenir à 135° C une coagulation visible a été mesuré et exprimé en minutes.

La teneur en azote non protéique (NPN) a été dosée dans le filtrat après précipitation par le TCA (20 p.100) par micro-Kjeldahl et exprimée en mg/100 g.

La méthode de Fawcett et Scott [7] a été adaptée pour doser la teneur en urée du lait : 1 ml de lait écrémé a été allongé d'eau bidistillée, jusqu'à 10 ml, et 0,2 ml de cette dilution ont été mis à incuber avec une solution d'uréase. Les ions  $\text{NH}_4^+$  issus de l'urée ont été déterminés par colorimétrie. Tous les réactifs étaient fournis en pochette d'essai (Boehringer).

La teneur en protéines du sédiment a été calculée d'après la teneur en azote (facteur 6,38) déterminée par la méthode de Kjeldahl. Le taux de matières grasses du sédiment a été déterminé par la

technique d'extraction au solvant selon Weibull [5]. Le taux de calcium des cendres a été dosé par photométrie de flamme, après redissolution selon le procédé de Kahlhofer [8]. La teneur en phosphate des cendres a été mesurée par colorimétrie selon la méthode au phosphomolybdate [13].

### II.3. Analyse statistique

Les effets exercés par des variables technologiques sur la formation du sédiment ont été examinés par une analyse de variance selon un schéma factoriel de 2<sup>5</sup>. L'ensemble de l'essai était étalé dans le temps, mais une série complète de combinaisons de variables technologiques a été traitée dans un laps de temps aussi court que possible (2 semaines). Des différences entre les séries d'essai, attribuables à des variations de la matière première, ont ainsi pu être exclues [3]. Seules les interactions jusqu'au deuxième ordre, celui-ci compris, ont été prises en considération dans l'analyse. Les moyennes des différentes combinaisons ont en outre été comparées deux à deux, par application du test de Duncan [6].

## III. RESULTATS ET DISCUSSION

### III.1. Relation entre quelques caractéristiques de la matière première et la formation de sédiment

Le tableau 1 donne un aperçu des taux de sédiment et des caractéristiques de matière première correspondantes.

Une évaluation de la stabilité à l'alcool du lait cru en relation avec la formation de sédiment dans le lait stérilisé permet de supposer que l'épreuve à l'alcool peut avoir quelque valeur indicative. Une corrélation linéaire a été trouvée entre la quantité de sédiment, d'une part, et les épreuves à l'alcool simple ( $r = -0,65$ ) et double ( $r = -0,51$ ), d'autre part. Ces relations sont reproduites dans la figure 1.

Cette figure montre qu'une grande stabilité à l'alcool allait généralement de pair avec une sédimentation minimale et inversement. Il y avait toutefois des exceptions. D'un point de vue pratique, on pourrait conclure que si la concentration d'alcool à laquelle se manifeste une coagulation des protéines du lait est inférieure ou égale à 80 p. 100 dans l'épreuve simple et à 75 p. 100 dans l'épreuve double, il existe une chance de formation d'un sédiment important dans le lait stérilisé. Un lait qui ne satisfait pas à ces exigences ne présentera toutefois pas nécessairement beaucoup de sédiment après le traitement de stérilisation, de sorte que la sélection est trop sévère. La stabilité à l'alcool du lait ne procure donc pas une certitude absolue quant à la formation d'un sédiment. Ceci concorde avec les constatations de Metro *et al.* [9].

TABLEAU 1

Taux de sédiment et caractéristiques de la matière première correspondante

Sédiment (mg/kg)	Stabilité à l'alcool* (p. 100)		Stabilité à la chaleur (min, 135° C)	pH	NPN (mg/100 g)	Urée-N (mg/100 g)
	simple	double				
747	88	80	22,2	6,73	29,0	—
2 235	80	76	19,5	6,68	20,6	9,6
958	78	76	20,6	6,70	26,3	13,6
893	80	76	21,9	6,73	28,4	13,5
1 067	78	76	20,3	6,69	29,0	12,1
600	86	78	22,3	6,70	29,1	12,8
1 005	68	58	17,1	6,59	—	11,4
782	82	76	21,0	6,65	26,8	12,1
872	80	74	—	6,60	—	13,6
18 436	56	48	0,2	6,38	—	—
2 823	76	72	—	6,75	24,0	9,4
332	90	80	19,0	6,65	24,3	13,0
409	88	84	18,3	6,70	25,0	13,0
816	86	82	17,5	6,70	23,0	10,9
2 950	72	68	22,7	6,70	28,2	11,7
1 695	80	76	23,5	6,71	29,2	—
2 220	76	68	20,7	6,72	25,6	12,7
1 072	80	74	17,0	6,77	31,7	14,4
3 213	76	68	20,1	6,70	30,5	11,4
495	82	76	20,5	6,72	30,6	14,7
463	88	82	26,5	6,72	33,8	14,0
794	84	78	23,0	6,72	30,4	14,7
294	82	78	25,2	6,74	30,9	15,4
877	84	78	28,0	6,63	35,8	15,0
288	88	82	26,6	6,74	38,2	15,7
1 045	88	78	32,0	6,79	38,6	15,7
496	86	80	35,5	6,72	42,9	18,5
111	90	80	24,0	6,71	38,2	12,7
135	80	72	22,2	6,72	32,0	12,2
207	86	74	27,2	6,70	25,7	11,2
312	84	72	27,0	6,75	25,2	11,9
1 374	82	76	20,0	6,74	31,4	8,8

\* Concentration maximale de l'éthanol en solution aqueuse ne déterminant pas de coagulation.



cas d'extrêmement faible stabilité à la chaleur, le calcul a donné un coefficient de corrélation non significatif, de  $-0,27$ , pour le lait normal à pH compris entre 6,60 et 6,75. Les variations de la teneur en sédiment ne sont, de toute évidence, pas imputables d'une façon générale à des différences de stabilité à la chaleur. Une explication de ce phénomène pourrait être cherchée dans le fait que la sédimentation et le processus de coagulation induit par la chaleur lors de la détermination de la stabilité thermique sont en fait deux phénomènes différents. La formation d'un sédiment est la conséquence de processus d'agrégation avec floculation seulement partielle de la caséine ; dans la détermination de la stabilité à la chaleur on obtient une coagulation des micelles de caséine avec, en conséquence, une floculation totale des protéines. Il est évident qu'il n'existe pas nécessairement une relation entre les deux processus.

Pas plus linéaire n'est l'évolution de la relation entre la formation de sédiment et le degré d'acidité, dans les limites de pH examinées. Aucun rapport n'a été trouvé pour le lait à pH situé entre 6,60 et 6,75. Une valeur pH anormalement basse entraînait toutefois une haute teneur en sédiment. Une baisse du pH dans les limites normales ne provoque pas nécessairement une augmentation de la quantité de sédiment.

Les teneurs en azote non protéique et en azote uréique se sont révélées non déterminantes de la formation de sédiment. Les coefficients de corrélation respectifs,  $-0,30$  et  $0,29$ , font conclure que ces paramètres ne sont pas assez fiables comme critères de sélection du lait destiné à la stérilisation en deux étapes.

Il existait une corrélation significative entre la stabilité à la chaleur du lait et la teneur en azote non protéique et la teneur en urée. D'après les calculs, les coefficients de corrélation étaient respectivement de 0,65 et 0,61. La fraction d'azote non protéique comportait en moyenne 44 p. 100 d'azote uréique.

### **III.2. Influence de quelques variables technologiques sur la sédimentation**

Le tableau 2 reproduit les teneurs en sédiment moyennes de cinq productions expérimentales, pour différentes combinaisons de variables technologiques classées selon leur ordre d'importance. Certaines combinaisons de variables déterminent nettement plus de sédimentation que d'autres. Ceci permet de supposer que certains paramètres de production influent sur la formation de sédiment. Le tableau 3 présente les résultats de l'analyse de variance, qui peuvent être résumés en termes d'effets principaux.

Le recours à un processus de stabilisation ( $F = 10,46^{**}$ ) a eu un effet néfaste. L'explication de ceci doit probablement être cherchée dans le fait que, pendant le préchauffage, les protéines lactosériques dénaturées se déposent sous forme de microprécipitations sur les

TABLEAU 2

Classement des combinaisons de facteurs contrôlés selon leur importance pour la formation de sédiment\*

combinaisons de variables technologiques	quantité moyenne de sédiment (mg/kg)
A <sub>2</sub> B <sub>2</sub> C <sub>2</sub> D <sub>1</sub> E <sub>2</sub>	4803
A <sub>2</sub> B <sub>2</sub> C <sub>2</sub> D <sub>2</sub> E <sub>2</sub>	4391
A <sub>1</sub> B <sub>2</sub> C <sub>2</sub> D <sub>1</sub> E <sub>2</sub>	3647
A <sub>2</sub> B <sub>1</sub> C <sub>2</sub> D <sub>1</sub> E <sub>2</sub>	3536
A <sub>2</sub> B <sub>2</sub> C <sub>2</sub> D <sub>1</sub> E <sub>1</sub>	3389
A <sub>2</sub> B <sub>2</sub> C <sub>2</sub> D <sub>1</sub> E <sub>2</sub>	3194
A <sub>1</sub> B <sub>2</sub> C <sub>2</sub> D <sub>2</sub> E <sub>2</sub>	3155
A <sub>2</sub> B <sub>1</sub> C <sub>1</sub> D <sub>1</sub> E <sub>2</sub>	2997
A <sub>1</sub> B <sub>2</sub> C <sub>2</sub> D <sub>1</sub> E <sub>2</sub>	2638
A <sub>2</sub> B <sub>2</sub> C <sub>1</sub> D <sub>2</sub> E <sub>2</sub>	2355
A <sub>2</sub> B <sub>1</sub> C <sub>2</sub> D <sub>1</sub> E <sub>1</sub>	2331
A <sub>2</sub> B <sub>2</sub> C <sub>2</sub> D <sub>2</sub> E <sub>1</sub>	2193
A <sub>2</sub> B <sub>1</sub> C <sub>2</sub> D <sub>2</sub> E <sub>2</sub>	1989
A <sub>1</sub> B <sub>2</sub> C <sub>2</sub> D <sub>1</sub> E <sub>1</sub>	1919
A <sub>1</sub> B <sub>1</sub> C <sub>2</sub> D <sub>1</sub> E <sub>2</sub>	1895
A <sub>1</sub> B <sub>2</sub> C <sub>1</sub> D <sub>2</sub> E <sub>2</sub>	1830
A <sub>2</sub> B <sub>1</sub> C <sub>2</sub> D <sub>2</sub> E <sub>1</sub>	1601
A <sub>1</sub> B <sub>1</sub> C <sub>1</sub> D <sub>1</sub> E <sub>2</sub>	1452
A <sub>1</sub> B <sub>2</sub> C <sub>1</sub> D <sub>1</sub> E <sub>1</sub>	1430
A <sub>1</sub> B <sub>1</sub> C <sub>2</sub> D <sub>1</sub> E <sub>1</sub>	1333
A <sub>1</sub> B <sub>1</sub> C <sub>2</sub> D <sub>2</sub> E <sub>2</sub>	1256
A <sub>1</sub> B <sub>2</sub> C <sub>1</sub> D <sub>2</sub> E <sub>1</sub>	1071
A <sub>2</sub> B <sub>1</sub> C <sub>1</sub> D <sub>2</sub> E <sub>2</sub>	952
A <sub>1</sub> B <sub>1</sub> C <sub>1</sub> D <sub>1</sub> E <sub>1</sub>	933
A <sub>2</sub> B <sub>2</sub> C <sub>1</sub> D <sub>2</sub> E <sub>1</sub>	883
A <sub>1</sub> B <sub>1</sub> C <sub>1</sub> D <sub>2</sub> E <sub>2</sub>	833
A <sub>1</sub> B <sub>2</sub> C <sub>2</sub> D <sub>2</sub> E <sub>1</sub>	724
A <sub>2</sub> B <sub>1</sub> C <sub>1</sub> D <sub>1</sub> E <sub>1</sub>	614
A <sub>1</sub> B <sub>1</sub> C <sub>2</sub> D <sub>2</sub> E <sub>1</sub>	442
A <sub>1</sub> B <sub>1</sub> C <sub>1</sub> D <sub>2</sub> E <sub>1</sub>	371
A <sub>2</sub> B <sub>1</sub> C <sub>1</sub> D <sub>2</sub> E <sub>1</sub>	280

A : température d'homogénéisation A<sub>1</sub> = 60° C ; A<sub>2</sub> = 80° C.

B : température de préstérilisation B<sub>1</sub> = 135° C ; B<sub>2</sub> = 140° C.

C : temps de séjour C<sub>1</sub> = 2,5 s ; C<sub>2</sub> = 5 s.

D : additif D<sub>1</sub> = - ; D<sub>2</sub> = +.

E : stabilisation E<sub>1</sub> = - ; E<sub>2</sub> = +.

\* Les combinaisons de variables technologiques reliées par des accolades sont significativement différentes à  $\alpha = 0,05$  (test de Duncan).

TABLEAU 3  
Analyse de variance

Paramètre	Degrés de liberté	Carré moyen	Fcalc.
séries d'essais	4	54.210.742	
A	1	65.780.708	5,07*
B	1	95.695.875	7,37**
C	1	96.411.802	7,42**
D	1	73.561.644	5,67*
E	1	135.786.722	10,46**
AB	1	12.432.807	<1
AC	1	46.185.233	3,56
AD	1	17.515.861	1,35
AE	1	24.385.165	1,88
BC	1	26.065.296	2,01
BD	1	7.631.333	<1
BE	1	37.275.060	2,87
CD	1	17.195.732	1,32
CE	1	15.580.656	1,20
DE	1	19.210.653	1,48
ABC	1	17.764.224	1,37
ABD	1	6.967.657	<1
ABE	1	9.829.235	<1
ACD	1	11.902.264	<1
ACE	1	3.649.065	<1
ADE	1	22.352.492	1,72
BCD	1	15.524.536	1,20
BCE	1	23.027.303	1,77
CDE	1	3.983.187	<1
BDE	1	5.677.275	<1
Erreur résiduelle	124	12.984.888	

A : température d'homogénéisation.

B : température de pasteurisation.

C : temps de séjour.

D : additif.

E : stabilisation.

Niveau de signification : \* 1 p. 100 < P ≤ 5 p. 100.

\*\* 0,1 p. 100 < P ≤ 1 p. 100.

micelles de caséine, qui font office de colloïde protecteur. Ceci peut sans doute faire diminuer les dépôts à la surface de l'échangeur de chaleur au cours de la pasteurisation, mais, d'autre part, il se forme

probablement pendant les processus de pr st rilsation et de st rilsation finale de plus grands agr gats de cas ine, qui se d posent plus facilement et forment ainsi une plus grande quantit  de s diment.

La temp rature de pr st rilsation ( $F = 7,37^{**}$ ) et le temps d'exposition   cette temp rature ( $F = 7,42^{**}$ )  taient aussi significativement d terminants pour la formation de s diment. Plus cette temp rature est  lev e et/ou plus le temps d'exposition est long, plus grande est la quantit  de s diment apr s la st rilsation. En pratique, ceci signifie que la combinaison temp rature-dur e d'exposition du traitement de pr st rilsation doit  tre maintenue aussi basse que possible, surveillant   ce que l'effet de st rilsation s ffise encore   tuer les spores thermor sistantes.

Il est aussi apparu que l'addition de 5 mg d'acide caprique libre par kg de lait entra ne une r duction de la teneur en s diment ( $F = 5,67^*$ ). Selon Al-Roubaie et Burton [1], l'acide caprique serait adsord  sur les micelles de cas ine et rendrait ainsi plus difficile la formation d'agr gats, ce qui peut expliquer une s dimentation moins abondante.

La temp rature d'homog n sation ( $F = 5,07^*$ ) ayant exerc  une influence restreinte, mais significative, il est conseill  d'homog n ser   des temp ratures peu  lev es.

La pression d'homog n sation a aussi exerc  une influence sur la formation de s diment. Comme le montre la figure 2, il est souhaitable d'homog n ser sous une pression aussi basse que possible si l'on veut obtenir le moins de s diment possible. Le degr  d'homog n sation doit toutefois  tre encore suffisamment  lev  pour qu'il ne se produise pas de ph nom nes de cr mage ind sirables.

L'homog n sation entra ne des modifications de la structure de la membrane des globules gras, principalement par adsorption de micelles de cas ine et de submicelles. En outre, il se peut que des prot ines lactos riques partiellement d natur es, form es du fait de l'homog n sation et d'autant plus nombreuses que la temp rature et/ou la pression augmentent, se d posent aussi. Aux hautes temp ratures et/ou pressions d'homog n sation, il se produit ainsi une lib ration de plus nombreux points de r action, pouvant donner lieu   la formation d'agr gats et par cons quent   un taux de s dimentation plus  lev .

Les param tres examin s ne pr sentaient pas d'interactions notables. Les valeurs  $F$  calcul es pour les interactions, jusques et y compris celles du deuxi me ordre,  taient non significatives, sans aucune exception. Ceci veut dire que dans une combinaison de facteurs de production donn e, un ou plusieurs facteurs peuvent varier sans que cela modifie, en ce qui concerne la s dimentation, l'influence des facteurs tenus constants.

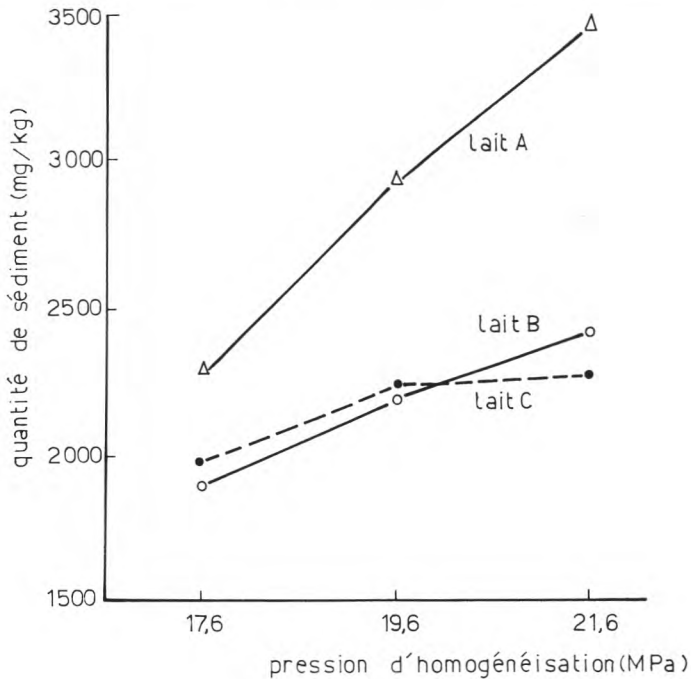


fig. 2

Relation entre la pression d'homogénéisation et la formation d'un sédiment.

### III.3. Composition du sédiment

Les matières protéiques étaient les principaux composants du sédiment formé après la stérilisation en bouteille. Calculée sur l'extrait sec, cette fraction s'élevait à 54 p.100. On sait que les protéines lactosériques dénaturées par la chaleur peuvent former des agrégats. Selon Morr et Josephson [10], deux processus différents sont en jeu : de petits agrégats naîtraient par formation de ponts disulfures entre les protéines du lactosérum dénaturées et la caséine, ensuite plusieurs de ces petits agrégats en formeraient de plus grands, le calcium étant impliqué dans le mécanisme d'agrégation. Le dépôt de ces grands agrégats pourrait donner lieu à formation d'un sédiment.

La fraction minérale du sédiment représentait environ 8 p.100 de l'extrait sec. Les cendres contenaient 29 p.100 de calcium et 46 p.100 de phosphate. Ces minéraux proviennent probablement des protéines précipitées, avec lesquelles ils forment des complexes.

Le résidu de dessiccation du sédiment contenait 28 p.100 de matières grasses. Il se peut que les matières lipidiques parviennent dans le sédiment conjointement avec la fraction de protéines macromoléculaires dans lesquelles les globules gras se trouvent en suspension. Etant donné que des sédimentations peuvent se produire aussi dans le lait écrémé stérilisé, on peut supposer que la fraction grasse n'exerce pas d'influence causale sur le phénomène de sédimentation.

#### IV. CONCLUSION

La formation d'un sédiment dans le lait stérilisé en bouteille est un phénomène complexe qu'il est impossible de prédire avec une certitude suffisante à la lumière d'une caractéristique de matière première pouvant être déterminée de façon simple.

La détermination de la stabilité à la chaleur a été reconnue peu fiable pour sélectionner le lait en vue d'une stérilisation en deux étapes. Des caractéristiques de matière première déterminantes de la stabilité à la chaleur, tels le pH, l'azote non protéique et l'urée, s'y sont également révélés impropres. La stabilité à l'alcool peut donner dans beaucoup de cas une idée approximative quant à la sédimentation possible. On risque toutefois de juger trop sévèrement quand on applique certaines normes, une médiocre stabilité à l'alcool n'allant pas toujours de pair avec une haute teneur en sédiment.

Des variables technologiques peuvent influencer dans une mesure importante sur la quantité de sédiment. L'introduction d'une stabilisation dans le processus de production exerce une influence très défavorable. Défavorable aussi est l'influence de températures élevées et/ou de longues expositions à la chaleur au cours de la prestérilisation. Des teneurs accrues en acide caprique libre et, dans certaines limites, une température et une pression d'homogénéisation plus basses ont un effet favorable. Des interactions des facteurs de productions examinées n'ont pas été constatées.

La complexité du sédiment permet de présumer de la complexité du processus de formation de ce sédiment, où sont impliqués de nombreux facteurs inhérents à la matière première. La formation d'agrégats protéiques au cours du processus d'échauffement détermine dans une importante mesure l'apparition d'un sédiment dans le lait stérilisé en deux étapes.

#### Résumé

Afin de découvrir un « screening test » permettant d'évaluer l'aptitude à la stérilisation du lait de mélange cru, un certain

nombre de caractéristiques de la matière première ont été étudiées et mises en corrélation avec la sédimentation du même lait stérilisé en bouteille. L'influence d'un certain nombre de variables technologiques a également été étudiée.

La détermination de la stabilité thermique du lait de départ s'est avérée inutilisable comme critère. Il en fut de même de caractéristiques étroitement liées à la stabilité thermique, en l'occurrence le pH, la teneur en NPN et la teneur en azote uréique. Dans beaucoup de cas, la stabilité à l'alcool peut procurer une idée approximative de la sédimentation que l'on peut escompter après une stérilisation en deux étapes, mais elle ne donne aucune certitude absolue.

Des variables technologiques influent considérablement sur la quantité du sédiment. Le recours à une stabilisation et l'application de températures plus élevées et de plus longues durées d'exposition au cours du processus de présterilisation ont été néfastes. Favorables étaient de plus hautes teneurs en acide caprique libre et de plus basses températures et pressions d'homogénéisation. Des interactions entre les facteurs de production et intéressant la sédimentation n'ont pas été constatées.

Le sédiment du lait stérilisé dans la bouteille par le procédé traditionnel consiste principalement en protéines (54 p. 100), matière grasse (28 p. 100) et minéraux (8 p. 100). Cette composition illustre la complexité du processus de sédimentation.

## Summary

### SEDIMENT FORMATION IN STERILIZED MILK INFLUENCE OF SOME RAW MILK CHARACTERISTICS AND PROCESS VARIABLES

In order to find a suitable screening test for judging the sterilization capability of raw mixed milk a number of raw milk characteristics were investigated and related to the sedimentation of in-bottle sterilized milk. The influence of various process variables was also investigated.

Determination of the heat stability of the raw milk appeared to be an unsuitable gauge. This was also the case for raw milk characteristics closely related to the heat stability, viz pH, NPN and urea-N. In many cases, the alcohol stability may give an approaching idea of the sedimentation in the milk after a two-stage sterilization, though absolute certainly is not achieved.

Process variables appeared to affect the sediment quantity to a great extent. The introduction of stabilization as well as higher temperatures and longer holding times during the presterilization process were unfavourable. Increased contents of free capric acid and lower homogenization temperatures and pressures were favou-

rable. Interactions between the production factors as to sedimentation were not observed.

The sediment of traditionally in-bottle sterilized milk mainly comprises protein (54 p.100), fat (28 p.100) and minerals (8 p.100). The composition of the sediment illustrates the complexity of the formation process.

*Reçu pour publication en mars 1981.*

### Bibliographie

- [1] AL-ROUBAIE (S.) and BURTON (H.) (1979). — Effect of free fatty acids on the amount of deposit formed from milk on heated surfaces. *J. Dairy Res.*, 46, 463.
- [2] CLAESSION (C. O.), ANDERSSON (K.) and CLAESSION (E.) (1974). — Variations in milk and their effect on UHT-treatment. 19th Int. Dairy Congress, 1 F, 192.
- [3] COCHRAN (W. G.) and COX (G. M.) (1957). — Experimental design. 2nd ed., Wiley.
- [4] DAVIES (D. T.) and WHITE (J. D. G.) (1966). — The stability of milk protein to heat. I. Subjective measurement of heat stability of milk. *J. Dairy Res.*, 33, 67.
- [5] DE VLEESCHAUWER (A.), HENDRICKX (H.) & HEYNDRIKX (G.) (1948). — Onderzoekingsmethoden van zuivelprodukten. SB, Antwerpen.
- [6] DUNCAN (D. B.) (1955). — Multiple range and multiple F-tests. *Biometrics*, 11, 1.
- [7] FAWCETT (J. K.) and SCOTT (J. E.) (1960). — A rapid and precise method for the determination of urea. *J. Clin. Path.*, 13, 156.
- [8] KAHLHOFER (H.) (1971). — Die bestimmung von K, Na, Ca und Mg in Milch, Trockenmilch und Käse mit Hilfe der Atomabsorptionsspectral-photometrie. *Oster. Milchwirtsch.*, Wiss. Beil., 26, 23.
- [9] METRO (F.), DESMAZEAUD (M. J.) et CERF (O.) (1979). — Facteurs influant sur la validité de l'épreuve à l'alcool utilisée pour la sélection des laits stables à la chaleur. *Le Lait*, 59, 431.
- [10] MORR (C. V.) and JOSEPHSON (R. V.) (1968). — Effect of Calcium, N-ethylmaleimide and casein upon heat-induced whey protein aggregation. *J. Dairy Sci.*, 51, 1349.
- [11] MOTTAR (J.) & DE VILDER (J.) (1979). — De invloed van de zoutsamenstelling en het niet-eiwit stikstofgehalte op de hittestabiliteit van melk. *Landbouwtijdschrift*, 32, 787.
- [12] MUIR (D. D.) and SWEETSUR (A. W. M.) (1976). — The influence of naturally occurring levels of urea on the heat stability of bulk milk. *J. Dairy Res.*, 43, 495.
- [13] POLLEY (J. R.) (1949). — The microcolorimetric measure of inorganic phosphate in plasma and urine. *Canadian J. Research*, E 27, 265.
- [14] ROBERTSON (N. M.) and DIXON (A.) (1969). — The influence of non-protein nitrogen on the heat stability of bulk milk. *Agroanimalia*, 1, 141.
- [15] ROSE (D.) (1963). — Heat stability of bovine milk: a review. *Dairy Sci. Abstr.*, 25, 45.
- [16] SAMUELSSON (E. G.), GYNNING (K.) and OLSSON (H.) (1962). — Sediment in sterile milk manufactured by the steam injection system. *16th Int. Dairy Congr.*, A, 685.