

## Valorisation du lactosérum par technique membranaire

S.Lachebi \* (1,2), F.Yelles (3)

(1): Unité de Recherche Matériaux-Procédés et Environnement, (UR-MPE), Université M'Hamed Bougara, 35000, Boumerdes. Algérie; (2) : Unité de Recherche en Analyses et Développement Technologique en Environnement (UR-ADTE)/ Centre de Recherche Scientifique et Technique en Analyses Physico-chimiques (CRAPC), Tipaza, Algérie ; (3) : Laboratoire de Recherche Technologie Alimentaire, Université M'Hamed Bougara, 35000, Boumerdes. Algérie

\*Corresponding author E.mail: samia\_lachebi@yahoo.fr

### ARTICLE INFO

#### Article History :

Received : 10/09/2018

Accepted : 20/11/2018

#### Mots clés :

Lactosérum;  
Membranes;  
Protéines du lactosérum;  
Techniques membranaires;  
Ultrafiltration.

#### Key Words:

Whey;  
Membranes;  
Whey protein;  
Membrane techniques;  
Ultrafiltration.

### ABSTRACT/RESUME

**Résumé :** La quantité de lactosérum produite chaque année, à partir de 20000 litres de lait mis en œuvre par jour pour la fabrication de camembert tassili, a été estimée à 5 840 000 litres soit 581 605.6 kg d'éléments nutritifs qui sont purement et simplement évacués dans les effluents de la laiterie de Draa Ben Khedda.

L'analyse biochimique du sérum a permis de mettre en évidence des aptitudes nutritionnelles très intéressantes pour l'alimentation humaine.

En effet, le lactosérum est caractérisé par sa richesse en matière sèche représentant 67.02 % des éléments nutritifs originaires du lait. Il est riche en lactose, protéines, matière grasse et éléments minéraux représentant respectivement 64.34 %, 5.63 %, 2.55% et 8.35 %. Et d'autre part d'après les valeurs très élevées obtenues de la DCO (127 712 mg d'O<sub>2</sub>/l) et la DBO<sub>5</sub> (49333.32 mg d'O<sub>2</sub>/l), nous pouvons affirmer que ce sous produits est un facteur de pollution très redoutable de l'environnement donc il serait nécessaire de le valoriser. L'objectif de notre étude vise à récupérer les protéines du lactosérum par le procédé d'ultrafiltration et de réduire ainsi le caractère polluant de ce sous produit par l'utilisation d'une membrane en polyéther-sulfone (PES) et de 10KDa de seuil de coupure.

L'influence de la pression transmembranaire sur le flux de perméation sera étudiée et le taux de rétention des protéines ainsi que l'évolution du colmatage de la membrane seront déterminés.

**Abstract :** The quantity of whey produced each year, from 20000 liters of milk used per day for the manufacture of tassili Camembert, has been estimated at 5 840 000 liters or 581 605.6 kg of nutrients which are simply evacuated in the effluents of the Draa Ben Khedda dairy.

The biochemical analysis of the serum made it possible to highlight nutritional skills that are very interesting for human nutrition.

The biochemical analysis of the serum made it possible to highlight nutritional skills that are very interesting for human nutrition. It is rich in lactose, protein, fat and mineral elements respectively representing 64.34%, 5.63%, 2.55% and 8.35%. On the other hand, according to the very high values obtained of COD (127,712 mg of O<sub>2</sub> / l) and BOD<sub>5</sub> (49,333.32 mg of O<sub>2</sub> / l), we can affirm that this by-product is a factor of very formidable pollution of the environment so it would be necessary to value it. The objective of our study is to recover whey

proteins by the ultrafiltration process and thus reduce the pollutant character of this by-product through the use of a polyether sulphone (PES) membrane and 10KDa cutoff threshold.

The influence of the transmembrane pressure on the permeation flux will be studied and the retention rate of the proteins as well as the evolution of the clogging of the membrane will be determined.

## I. Introduction

Le lactosérum représente 90% du volume original de lait utilisé en fromagerie et en est le principal sous produit [1]. Il est riche en protéines et en lactose, ce qui le rend dommageable aux écosystèmes aquatiques (DBO<sub>5</sub> de 40 à 50gr d'O<sub>2</sub>/l de lactosérum) [2, 3], alors que la norme de rejet pour une entreprise est de 30mg d'O<sub>2</sub>/litre [4].

La réduction de la DBO<sub>5</sub> d'un effluent industriel de fromagerie peut se faire efficacement par récupération totale des glucides et des protéines par évaporation, séchage ou filtration membranaire.

Les procédés basés sur la séparation par membrane permettent de coupler dépollution et valorisation [5] et de travailler dans des conditions particulièrement douces [6]. Par ailleurs, les membranes permettent de réduire voire même supprimer la consommation de produit chimique (floculant, coagulant...) pour le traitement de l'effluent [7]. Ceci est un avantage non négligeable dans l'objectif d'élaborer des systèmes plus propres.

L'ultrafiltration permet de récupérer et de concentrer les protéines du lactosérum tout en éliminant le lactose et les sels minéraux. Ces opérations assurent la rétention des protéines en amont de la membrane filtrante et laissent apparaître un permeat constitué essentiellement d'eau ; de lactose et des sels minéraux.

L'objectif de notre étude vise à donner aux industries fromagères Algériennes un outil de valorisation des protéines du lactosérum par un procédé économique et efficace (ultrafiltration) et de réduire ainsi le caractère polluant de ce sous produit.

## II. Matériels et méthodes

### II.1. Produit étudié

Les échantillons utilisés dans cette étude proviennent de l'unité laitière et fromagère de *Draa*

*Ben Khédde* (D.B.K.) le lactosérum est de type doux, issu du premier soutirage lors de la fabrication du fromage type camembert selon le procédé représenté sur la figure 1 ; les échantillons ont été prélevés au niveau de la cuve de coagulation, dans des flacons en plastiques stériles et conservés à 4°C jusqu'à analyse et traitement.

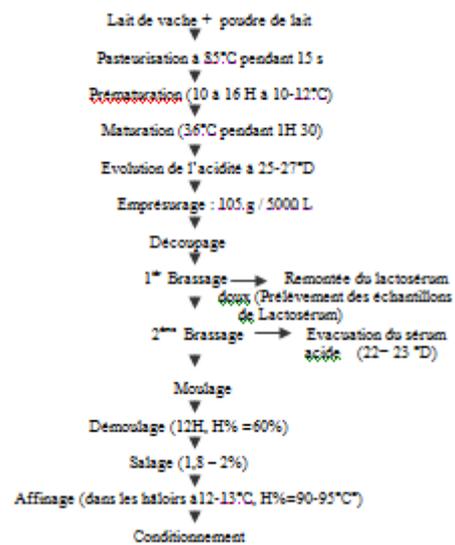


Figure 1. Diagramme de fabrication du camembert à Draa Ben Khedda et les niveaux de soutirage des lactosérums

### II.2. Caractérisation des lactosérums

1. Détermination du pH à l'aide d'un pH mètre type JENWAY 3510.
  2. Détermination de l'acidité titrable.
  3. Détermination de la matière sèche par étuvage.
  4. Détermination de la matière grasse (méthode Gerber).
  5. Dosage des cendres (méthode classique préconisée par AFNOR).
  6. Dosage des protéines par la méthode Kjeldahl
- Les protéines ont été déterminées après le dosage de l'azote total et de l'azote non protéique

, par la méthode *Kjeldahl*. L'azote non protéique a été dosé sur le filtrat obtenu après précipitation des protéines par l'acide trichloracétique (T.A.C) à 15%. Teneur en protéine = 6.38 (NT – NNP)

7. Dosage du lactose par la méthode polarimétrique.  
 8. Dosage des chlorures par la méthode *Charpentier Vohlard*.

9. Dosage des éléments minéraux : Calcium, Potassium Magnésium, Sodium et Phosphore. Le calcium (Ca<sup>++</sup>), le magnésium (Mg<sup>++</sup>), le potassium (K<sup>+</sup>) et le sodium (Na<sup>+</sup>) ont été dosé par spectrométrie d'absorption atomique sur appareil FS 95 *Furane Autosampler* ; Le dosage du phosphore total a été effectué par spectrophotomètre *UV/VIS type Unicam* à 820 nm.

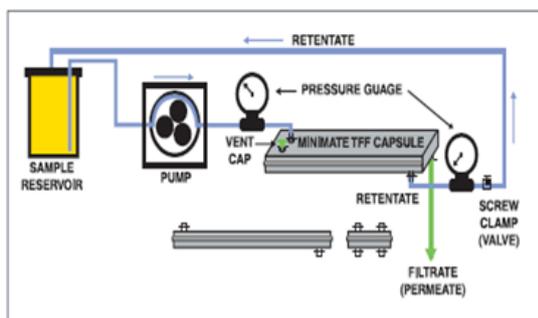
Afin de mettre en évidence le pouvoir polluant du lactosérum on a déterminé :

10. La demande biochimique en oxygène (DBO<sub>5</sub>) à l'aide d'un DBO mètre type *OXITOP BOX*.

11. La demande chimique en oxygène (DCO) à l'aide d'un DCO mètre type *VELP Scientifica*

### II.3 Récupération des protéines par ultrafiltration

La récupération des protéines a été réalisée au laboratoire sur une membrane plane, type Oméga en polyéther sulfone (PES), de 50 cm<sup>2</sup> de surface et de seuil de coupure de 10 KDa disposée à l'intérieur d'un module d'ultrafiltration type *minimate TFF OA010C12* en polypropylène de 8cm d'épaisseur, 20cm de longueur et 3,8cm de largeur.



**Figure 2.** Dispositif d'ultrafiltration

Le lactosérum a été circulé à partir d'un réservoir de 500 ml en utilisant une pompe péristaltique *FS700M01*. Deux indicateurs de pression type *FS700X14* ont été utilisés l'un à l'entrée et l'autre à la sortie de la membrane pour mesurer la pression transmembranaire (PTM). Le liquide a été

homogénéisé à l'aide d'une agitation continue tout au long de la filtration à l'aide d'une plaque magnétique. Au cours de la circulation du lactosérum, le permeat a été collecté dans un cylindre gradué tandis que le retentat a été retourné vers le réservoir (figure 2).

### II.4 Détermination de pression transmembranaire (PTM)

#### Expérience 1

Le lactosérum clarifié a été ultrafiltré à un débit de 40ml/min, température de 20°C, pH=6,3 et à des pressions transmembranaires de 0,1 ; 0,55 ; 0,65 ; 0,75 ; 0,95 ; 1,05 ; 1,15 ; 1,3 et 1,4 bar.

#### Expérience 2

Un suivi de flux d'ultrafiltration en fonction du temps à un débit de 40 ml/min, température de 20°C et à un pH de 6,3 ; les pressions transmembranaires étudiées situées autour de la pression trouvée dans l'expérience précédente. Des échantillons de 5 à 10ml de permeat et de retentat étaient prélevés à différents facteur de concentration (FC) : 2 ; 5 et 10 pour la détermination de la concentration en protéines, en cendres, en lactose (extrait sec total). Le calcul du taux de rétention (T<sub>R</sub>) permet de tracer la courbe du taux de rétention en fonction du facteur de concentration.

$$T_R = 1 - C_p / C_r \times 100 \quad (4)$$

C<sub>p</sub> : Concentration des protéines dans le permeat.

C<sub>r</sub> : Concentration des protéines dans le retentat.

### III. Résultats et discussions

**Tableau 1.** Caractérisation physicochimique du lactosérum doux liquide

	pH	acidité (°D)	EST (gr/l)	Cendres (gr/l)	MG (gr/l)	Protéines (gr/l)	Lactose (gr/l)	Phosphore (mg de P/l)	DCO (mgd'O <sub>2</sub> /l)	DBO <sub>5</sub> (mgd'O <sub>2</sub> /l)
	6,20	16,10	72,98	5,20	1,00	3,10	57,25	600	84480	40000
	6,30	16,20	72,90	5,80	1,00	3,84	57,25	606	84480	42500
	6,40	16,00	72,89	5,60	1,00	3,80	57,25	594	84470	42000
moyenne	6,30	16,10	72,92	5,53	1,00	3,58	57,25	600,00	84476,66	41500
En %EST	-	-	-	7,58	1,37	4,91	78,51	0,82	-	-
Ecart type	±0,1	±0,1	±0,05	±0,3	±0,00	±0,4	±0,0	±6	±5,77	±1322,9

La clarification a été réalisée afin de limiter les effets néfastes du colmatage sur la membrane d'ultrafiltration et d'augmenter le flux de perméation. Les résultats sont indiqués dans le tableau 2.

**Tableau 2.** Caractéristiques physico-chimiques du lactosérum clarifié

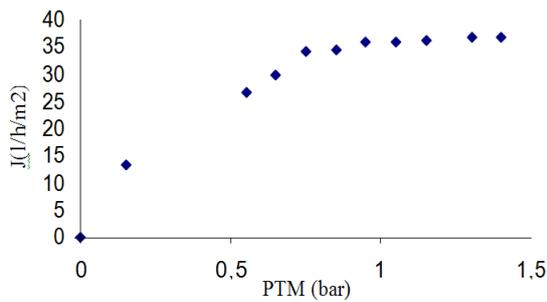
	pH	acidité (°D)	EST (gr/l)	Cendres (gr/l)	MG (gr/l)	Protéines (gr/l)	Lactose (gr/l)	Phosphore (mg de P/l)	DCO (mgd'O <sub>2</sub> /l)	DBO <sub>5</sub> (mgd'O <sub>2</sub> /l)
	6,20	15,90	60,31	3,85	0,00	2,27	52,48	371,80	62404	31800
	6,30	16,00	61,12	4,12	0,00	2,26	52,48	371,90	62400	31800
	6,40	16,10	60,77	3,83	0,00	2,25	52,48	371,70	62396	31800
moynne	6,30	16,00	60,73	3,93	0,00	2,26	52,48	371,80	62400	31800
En %EST	-	-	-	6,47	0,00	3,72	86,41	0,61	-	-
Ecart type	±0,1	±0,1	±0,4	±0,161	±0,00	±0,01	±0,00	±0,1	±4	±0,00

### III.1 Ultrafiltration du lactosérum clarifié

#### III.1.1 Choix de la pression transmembranaire optimal

Le flux de perméation est augmenté avec l'augmentation de la pression transmembranaire jusqu' un point critique (PTM= 0.95-1.05 bar) correspond à un flux limite de 36,08 l/h/m<sup>2</sup>, au dessus du quel le flux devient indépendant de la pression transmembranaire, ceci est dû au dépôt de protéines sur la surface membranaire et la formation d'une couche de polarisation de concentration ; ce phénomène a été observé par plusieurs auteurs [8, 9,6].

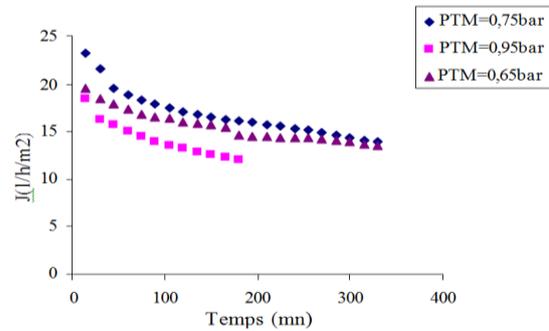
Cette expérience nous a permis de sélectionner trois pressions transmembranaires au dessous de la pression critique trouvée (0,95 ; 0,75 et 0,65 bar).



**Figure 3.** Flux du lactosérum en fonction de la pression transmembranaire, Q=40ml/min, t°=20°C ; FCV=1, pH=6.3

Afin de sélectionner la pression transmembranaire optimale une deuxième expérience a été réalisée avec la même membrane après nettoyage chimique et rinçage.

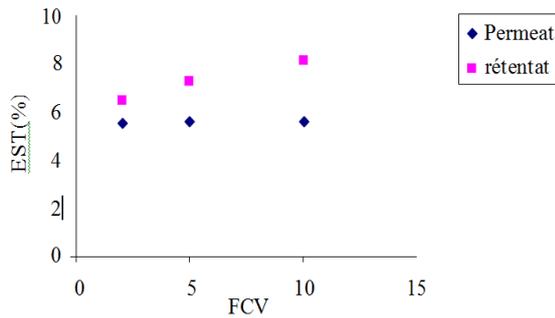
Les courbes de filtration en fonction du temps ont une allure hyperbolique. On note que le flux décroît rapidement pendant la première heure quelque soit la valeur de la pression transmembranaire, ceci est dû à l'adsorption des protéines et la formation d'une couche de polarisation de concentration qui est susceptible d'engendrer une pression osmotique [8, 9], puis diminue lentement à cause de l'établissement d'un dépôt de gel à la surface membranaire [6, 10].



**Figure 4.** Flux du lactosérum en fonction du temps à différentes pressions transmembranaires, Q=40ml/min, t°=20°C, pH=6.3

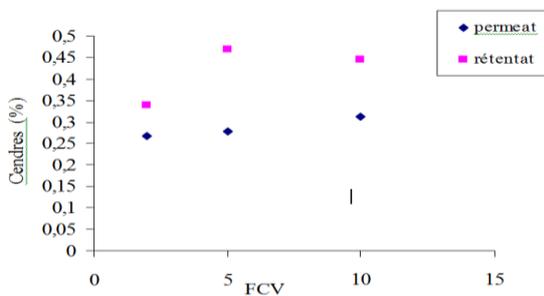
#### III.1.2 Caractérisation du retentât et du permeat durant l'ultrafiltration

La figure 5 nous montre que l'extrait sec total du retentât augmente avec l'augmentation du facteur de concentration (6,65% ; 7,35% et 8,23%).



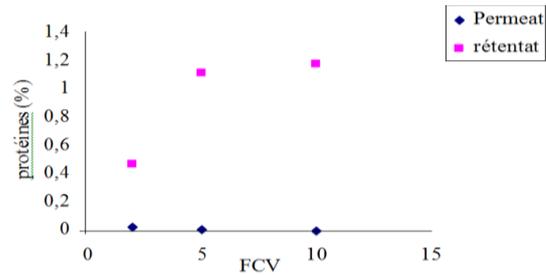
**Figure 5.** Variation de l'extrait sec total dans le retentât et dans le permeat en fonction du facteur de concentration,  $PTM=0.75$  bar  $Q=40$ ml/min,  $t^{\circ}=20^{\circ}C$ ,  $pH=6.3$

La figure 6 nous révèle que le taux des cendres au niveau du permeat augmente de 0,268% à  $FC=2$  à 0,312% à  $FC=10$ . Au niveau du retentât, le taux des cendres au facteur de concentration 2, 5 et 10 est respectivement de 0,338% ; 0,469% et 0,445%, ce qui montre que les cendres passent à travers la membrane au cours de l'ultrafiltration du lactosérum clarifié.



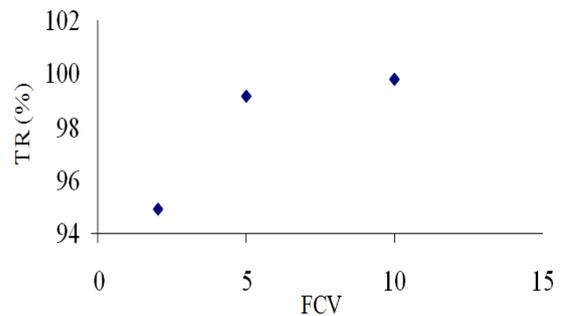
**Figure 6.** Variation de taux de cendre dans le retentât et dans le permeat en fonction du facteur de concentration,  $PTM=0.75$  bar  $Q=40$ ml/min,  $t^{\circ}=20^{\circ}C$ ,  $pH=6.3$

La figure 7 nous révèle que le taux des protéines retenues au niveau de retentât augmente avec l'augmentation du facteur de concentration, il est de 0,473% ; 1,115% et 1.182% à des facteurs de concentration de 2, 5 et 10. Parallèlement au niveau du permeat le taux des protéines diminue avec l'augmentation du facteur de concentration (2, 5 et 10), il est respectivement de 0,024% ; 0,0095% et 0,0015%.



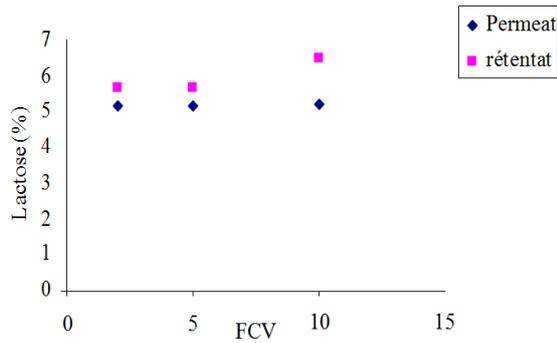
**Figure 7.** Variation du taux de protéine dans le retentât et dans le permeat en fonction du facteur de concentration,  $PTM=0.75$  bar  $Q=40$ ml/min,  $t^{\circ}=20^{\circ}C$ ,  $pH=6.3$

La figure 8 nous montre que le taux de rétention des protéines aux facteurs de concentration 2, 5 et 10 est respectivement de 94,9% ; 99,14% et 99,8%. Ces résultats sont proches de ceux trouvés par *Atra et al.*, 2005[11] qui ont obtenu un taux de rétention des protéines de 93 à 98%.



**Figure 8.** Influence du facteur de concentration sur le taux de rétention des protéines,  $PTM=0.75$  bar  $Q=40$ ml/min,  $t^{\circ}=20^{\circ}C$ ,  $pH=6.3$

La figure 9, nous montre que le taux du lactose dans le permeat est de 5,20 ; 5,22 et 5,23% à des facteurs de concentration 2, 5 et 10 respectivement, le taux du lactose dans le retentât augmente avec l'augmentation du facteur de concentration, il est de 5,70 ; 5,72 et 6,55% aux facteurs de concentration 2, 5 et 10 respectivement. Ces résultats montrent que le lactose se concentre dans le retentât et ne passe pas totalement dans le permeat à cause de l'importance du colmatage de la membrane.



**Figure 9.** Variation du taux de lactose dans le rétentat et dans le permeat en fonction du facteur de concentration,  $PTM=0.75$  bar  $Q=40$ ml/min,  $t^{\circ}=20^{\circ}C$ ,  $pH=6.3$

#### IV. Conclusion

Ce travail constitue une contribution à l'étude de la récupération des protéines du lactosérum par le procédé d'ultrafiltration tangentielle. Il a permis de montrer que cette technique est intéressante pour limiter la pollution de notre environnement provoqué par le rejet du lactosérum dans la nature par les industries laitières algériennes.

Les quantités de lactosérum rejetées par l'unité de Draa Ben Khedda sont de 5 840 000 litres par an, soit 581 605.6 kg d'extrait sec total. 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 puisque sa  $DBO_5$  a été estimée à 49333,32 mg d' $O_2$ /l.

#### V. Références bibliographiques

1. Moletta, R. Gestion des problèmes environnementaux dans les IAA. Paris: *Techniques et Documentation* (2002), xx-600p.
2. Ghaly, A.E.; Singh, R.K. Pollution potential reduction of cheese whey through yeast fermentation. *Art biochemistry and biotechnology* 22(1989) 220-228.
3. Linden, G. ; Lorient, D. Biochimie agro industrielle ; valorisation alimentaire de la production agricole. *Masson Paris Milan Barcelone* (1994).
4. Poirier, M. Industrie de transformation du lait et environnement. *Guide technique sectoriel. Gouvernement de Québec*, (1996).
5. Pontalier, P.Y. ; Ismail, A. ; Ghoul, M. Étude de l'influence des conditions opératoires sur la séparation sélective des ions par des membranes de nanofiltration. *Cahier scientifique, Industrie Agro-Alimentaire* 112 (1995) 642- 646.
6. Aimar, P. ; Daufin, G. ; Rene, F. Les séparations à membranes dans les procédés de l'industrie alimentaire. *Techniques et documentation, Lavoisier* 1(1998) 592p.
7. Cartwright, P.S. Industrial wastewater treatment with membranes: United States Perspectives. *Water Science and technology* 10 (1992) 373- 390.
8. Myong, K.; Koand, J.; Pellegrino, J. Determination of osmotic pressure and Fouling resistances and their effects on performance of ultrafiltration membrane. *Journal of membrane science* 74 (1992) 141- 157.
9. Belford, G.; Davis R.H.; Zydney, A.L. The behavior of suspensions and macromolecular solutions in cross flow microfiltration. *Journal of membrane science* 96 (1994) 1- 58.
10. Howell, J. A.; Velicangil, O.; Le, M.S.; Herrer, A.L. Ultrafiltration of protein solutions. *Annals of the New York Academy of Sciences* 369 (1981) 355-366.
11. Atra, R.; Vtai, G.; Bekassy, M.; Balint, A. Investigation of ultra and nanofiltration for utilization of whey protein and lactose. *Journal of food engineering*, 67(2005) 325-332.

**Please cite this Article as:**

Lachebi S., Yelles F., Valorisation du lactosérum par technique membranaire, *Algerian J. Env. Sc. Technology*, 4:3 (2018) 820-825