



## (12) FASCICULE DE BREVET

(11) N° de publication : **MA 34989 B1** (51) Cl. internationale : **A23J 1/20**

(43) Date de publication :  
**03.04.2014**

---

(21) N° Dépôt :  
**34483**

(22) Date de Dépôt :  
**22.12.2011**

(71) Demandeur(s) :  
**UNIVERSITE IBN TOFAIL, Campus Universitaire B.P. 242 KENITRA (MA)**

(72) Inventeur(s) :  
**Azzedine EL MIDAOUI ; Sakina BELHAMIDI ; Jamal EDDOUHBANI ; Salma CHOUNI ; Aziz ACHTAEI ; Mohamed TAKY ; Mohamed EBN TOUHAMI**

(74) Mandataire :  
**Jamila Jennane**

---

(54) Titre : **Valorisation et épuration du lactosérum par concentration, réincorporation et réutilisation des protéines et du lactose**

(57) Abrégé : Le lactosérum (petit lait) est l'un des sous-produits de l'industrie laitière. Le petit lait contient les protéines dites solubles du lait, soit environ 20% des protéines totales et une quantité appréciable de lactose, responsable de la charge polluante élevée. La présente invention concerne la valorisation du lactosérum initialement rejeté, par récupération, concentration, réincorporation des protéines et réutilisation du lactose. Cette démarche permet aussi de réduire à zéro le rejet de ce fort polluant qui constitue plus de 50% de la charge polluante des rejets d'une industrie fromagère. Elle permet aussi de produire de l'eau épurée pour divers usages. L'invention s'appuie sur le couplage de plusieurs opérations unitaires conventionnelles et membranaires notamment le couplage d'une Ultrafiltration (UF) à une Osmose Inverse (OI). L'Ultrafiltration permet la séparation, la concentration et la réincorporation des Protéines initialement rejetées. Ces protéines, qui étaient rejetées par le passé, sont réincorporées dans l'industrie laitière. L'Osmose Inverse (OI) permet d'une part la concentration et la récupération du Lactose en vue d'une valorisation et d'autre part la production d'une eau de bonne qualité à réutiliser. Ces deux opérations permettent de valoriser un produit polluant initialement rejeté et d'avoir un rejet zéro. Mots clés: Lactosérum; Ultrafiltration (UF); Osmose Inverse (OI); Protéines sériques; Lactose; Charge polluante; DBO5 (Demande Biologie en Oxygène); DCO (Demande Chimique en Oxygène).

## Abrégé du contenu technique

Le lactosérum (petit lait) est l'un des sous-produits de l'industrie laitière. Le petit lait contient les protéines dites solubles du lait, soit environ 20% des protéines totales et une quantité appréciable de lactose, responsable de la charge polluante élevée.

La présente invention concerne la valorisation du lactosérum initialement rejeté, par récupération, concentration, réincorporation des protéines et réutilisation du lactose. Cette démarche permet aussi de réduire à zéro le rejet de ce fort polluant qui constitue plus de 50 % de la charge polluante des rejets d'une industrie fromagère. Elle permet aussi de produire de l'eau épurée pour divers usages. L'invention s'appuie sur le couplage de plusieurs opérations unitaires conventionnelles et membranaires notamment le couplage d'une Ultrafiltration (UF) à une Osmose Inverse (OI).

L'Ultrafiltration permet la séparation, la concentration et la réincorporation des Protéines initialement rejetées. Ces protéines, qui étaient rejetées par le passé, sont réincorporées dans l'industrie laitière.

L'Osmose Inverse (OI) permet d'une part la concentration et la récupération du Lactose en vue d'une valorisation et d'autre part la production d'une eau de bonne qualité à réutiliser. Ces deux opérations permettent de valoriser un produit polluant initialement rejeté et d'avoir un rejet zéro.

**Mots clés :** Lactosérum ; Ultrafiltration (UF) ; Osmose Inverse (OI) ; Protéines sériques ; Lactose ; Charge polluante ; DBO<sub>5</sub> (Demande Biologie en Oxygène) ; DCO (Demande Chimique en Oxygène).

**Description de l'invention**

Les objectifs de l'invention sont multiples : Récupérer, concentrer et recycler les protéines ; Récupérer, concentrer et valoriser le lactose ; Diminuer la charge polluante envoyée vers les stations d'épuration d'environ 50% ; Produire de l'eau pour divers usages.

La présente invention consiste à coupler plusieurs opérations unitaires, notamment des procédés membranaires en vue de valoriser le lactosérum initialement rejeté.

**Les étapes de valorisation et d'épuration du lactosérum :**

• **Prétraitement** : Le lactosérum subit une pré-filtration pour éliminer les particules en suspension (fines de caséines) et les lipides résiduels.

**Opération d'Ultrafiltration (UF)** : Le lactosérum prétraité subit une opération d'ultrafiltration permettant d'obtenir un concentrât de protéines et un perméat contenant du lactose et des minéraux. L'étape d'UF peut être, selon l'utilisation finale, précédée ou non d'un ajustement de pH.

L'Ultrafiltration est une technique membranaire qui permet de retenir des macromolécules de taille comprise entre 0.01 et 0.1  $\mu\text{m}$ , selon la nature du liquide à traiter. Elle permet d'extraire le solvant et les solutés ioniques ou moléculaires d'un effluent contenant des macro-solutés qui sont préférentiellement retenus.

• **Dénaturation des protéines** : Les protéines concentrées dans le retentât seront dénaturées par traitement thermique avant de les réincorporer dans le fromage. Cette opération consiste à augmenter la propriété d'hydratation et de coagulation des protéines concentrées du lactosérum.

• **Réincorporation des protéines** : Les protéines dénaturées sont recyclées et réincorporées dans divers produits de l'industrie laitière pour augmenter leur valeur nutritionnelle (Yaourt, fromage ...).

**Opération d'Osmose Inverse (OI)** : Le perméat d'UF est ensuite envoyé vers un module d'Osmose Inverse. Cette étape permet d'obtenir un concentrât de lactose et de minéraux et un perméat contenant de l'eau presque épurée ayant une conductivité inférieure à 459  $\mu\text{s/cm}$  et une  $\text{DBO}_5$  de l'ordre de 200 mg/l. Une double OI permettra d'obtenir une eau totalement épurée.

### Description de l'invention

Le lactosérum est le liquide jaune pâle qui reste après la coagulation du lait dans la fabrication du fromage. Le petit lait est un milieu dilué complexe contenant essentiellement du lactose, les protéines globulaires, une fraction azotée non protéique, la matière grasse et des minéraux [1] le tableau1 donne la composition du lactosérum acide et doux (en g/l).

**Tableau 1** : Composition du lactosérum acide et doux (en g/l)

	Lactosérum doux	Lactosérum acide
<b>Matière Sèche</b>	71	65,8
<b>Matières Grasses</b>	2,0	0,4
<b>Lactose</b>	49,0	44,0
<b>Azote Non Protéique</b>	0,5	0,2
<b>Protéines</b>	8,0	7,0
<b>Acide Lactique</b>	2,0	5,0
<b>Acide Citrique</b>	1,3	0,3
<b>Minéraux</b>	5,0	8,0
<b>Phosphore</b>	0,41	0,65
<b>Calcium</b>	0,47	1,25
<b>Potassium</b>	1,45	1,48
<b>Sodium</b>	0,5	0,53
<b>Chlorures</b>	2,19	2,09

La composition chimique du lactosérum dépend du lait d'origine et du procédé de coagulation des caséines au cours de la fabrication de fromage.

Le rejet sans traitement du lactosérum constitue d'une part, une perte considérable de produits de haute valeur ajoutée tels que les protéines et le lactose, et d'autre part une source importante de pollution allant parfois jusqu'à 50% du rejet total de certaines usines. En règle générale, la transformation de 1000kg de lait produit environ 100kg de fromage et génère 800 à 900 litres de lactosérum avec une perte d'environ 200g de fromage. En matière de charge polluante, la fabrication de 100 kg de fromage produit une pollution organique équivalente à celle d'une localité d'environ 800 habitants.

Généralement le lactosérum est rejeté sans traitement dans le milieu naturel ou envoyé vers une station d'épuration à boues activées, ce qui constitue habituellement une surcharge pour la station [2].

Plusieurs pistes ont été explorées pour la valorisation du lactosérum : Affouragement bovin : le petit lait peut être affouragé aux vaches laitières. C'est un aliment très appétent mais, qui, compte tenu de sa concentration élevée en sucres, présente un risque d'acidose ruminale. Sa consommation doit être limitée. De plus, à la différence avec les céréales, il n'a pas d'effet structurant et ne stimule pas l'activité de la panse bovine [3] ; Concentration et déshydratation du petit lait [3] ; Production de bioéthanol ou de biogaz [3] ; Production de sirop de sucre à partir de Lactosérum [4] ; Production de levure lactique [5] ; Utilisation du lactosérum dans l'irrigation; Séparation et valorisation de protéines [6,7].

Le lactosérum contient des quantités importantes de Protéines (7g/l) et de lactose (44g/l). Son rejet, constitue une perte considérable de produits valorisables de forte valeur ajoutée et une source de pollution estimé à environ 50% pour une industrie de fromagerie (50 – 80g/l en DCO et 40 – 60g/l en DBO5 [5]). La présente invention a pour but de valoriser le lactosérum et de réduire la charge polluante globale. La valorisation permet de récupérer, de concentrer et de recycler les protéines et le lactose et d'éliminer totalement le rejet de ce sous produit. Elle permet aussi de produire de l'eau pour divers usages.

En effet, le rejet pour une industrie moyenne de production de fromage, produisant quelques 100.000l/j de lactosérum entraîne une perte d'environ 700Kg de protéines et 4400Kg de lactose. À raison de 30 Dh le kilo, la perte en protéine est estimée à 21000 Dh par jour et à plus de 07 millions de Dh par an. La perte en lactose et l'apport en pollution sont aussi considérables.

Les objectifs de l'invention sont multiples : Récupérer, concentrer et recycler les protéines ; Récupérer, concentrer et valoriser le lactose ; Diminuer la charge polluante envoyée vers les stations d'épuration d'environ 50% ; Produire de l'eau pour divers usages.

La présente invention consiste à coupler plusieurs opérations unitaires, notamment des procédés membranaires en vue de valoriser le lactosérum initialement rejeté. Les étapes de valorisation et d'épuration du lactosérum sont schématisées dans la figure 1. **S** : Lactosérum brut ; **P** : Prétraitement ; **UF** : Ultrafiltration ; **OI** : Osmose Inverse ; **P** : Perméat ; **R** : Retentât ; **E** : Eau ; **A** : Concentrât des protéines ; **B** : Dénaturation des protéines ; **C** : Réincorporation des protéines ; **D** : Concentrât de lactose et de minéraux ; **F** : Réutilisation comme alimentation pour les bétails ou source de bio-méthanisation.

- **Prétraitement** : Le lactosérum subit une pré-filtration pour éliminer les particules en suspension (fines de caséines) et les lipides résiduels.

- **Opération d'Ultrafiltration (UF)** : Le lactosérum prétraité subit une opération d'ultrafiltration permettant d'obtenir un concentrât de protéines et un perméat contenant du lactose et des minéraux. L'étape d'UF peut être, selon l'utilisation finale, précédée ou non d'un ajustement de pH.

L'Ultrafiltration est une technique membranaire qui permet de retenir des macromolécules de taille comprise entre 0.01 et 0.1  $\mu\text{m}$ , selon la nature du liquide à traiter. Elle permet d'extraire le solvant et les solutés ioniques ou moléculaires d'un effluent contenant des macro-solutés qui sont préférentiellement retenus. Le suivi de l'opération d'UF nécessite la fixation du Facteur de Réduction Volumique (FRV) donné par la formule suivante :  $VFR = V_0/V_R = V_0/(V_0 - V_P)$  ;  $V_0$  représente le volume initial de l'échantillon brut (lactosérum ou lait),  $V_R$  le volume du Retentât et  $V_P$  le volume du Perméat.

Le tableau 2 donne la composition du lactosérum avant et après UF. Le tableau 3 donne un exemple de concentration à FRV<sub>9</sub>.  $C_1$  : Concentration initiale en Protéines ;  $C_2$  : Concentration initiale en Lactose ;  $C_3$  : Concentration initiale en Matière Grasse (MG) ;  $C_4$  : Demande Biologique en Oxygène (DBO<sub>5</sub>) avant UF ;  $C_5$  : Demande Chimique en Oxygène (DCO) avant UF ;  $C'_4$  : Demande Biologique en Oxygène (DBO<sub>5</sub>) après UF ;  $C'_5$  : Demande Chimique en Oxygène (DCO) après UF ;  $C'_2$  : Concentration du lactose dans le concentrât après UF ;  $C_6$  : Conductivité ;  $x$  : Facteur de Concentration ; FRV : Facteur de Réduction Volumique.

- **Dénaturation des protéines :** Les protéines concentrées dans le retentât seront dénaturées par traitement thermique avant de les réincorporer dans le fromage. Cette opération consiste à augmenter la propriété d'hydratation et de coagulation des protéines concentrées du lactosérum.

- **Réincorporation des protéines :** Les protéines dénaturées sont recyclées et réincorporées dans divers produits de l'industrie laitière pour augmenter leur valeur nutritionnelle (Yaourt, fromage ...).

- **Opération d'Osmose Inverse (OI) :** Le perméat d'UF est ensuite envoyé vers un module d'Osmose Inverse. Cette étape permet d'obtenir un concentrât de lactose et de minéraux et un perméat contenant de l'eau presque épurée ayant une conductivité inférieure à  $459\mu\text{s/cm}$  et une  $\text{DBO}_5$  de l'ordre de  $200\text{mg/l}$ . Une double OI permettra d'obtenir une eau totalement épurée. Le tableau 4 donne la composition du perméat du lactosérum avant et après OI. Le tableau 5 donne un exemple de concentration à  $\text{FRV}_3$ .  $C'_2$  : Concentration en Lactose dans le Perméat d'UF ;  $C'_4$  : Demande Biologique en Oxygène ( $\text{DBO}_5$ ) du Perméat d'UF ;  $C'_5$  : Demande Chimique en Oxygène (DCO) du Perméat d'UF ;  $C''_4$  : Demande Biologique en Oxygène ( $\text{DBO}_5$ ) du Perméat d'OI ;  $C''_5$  : Demande Chimique en Oxygène (DCO) du Perméat d'OI ;  $C'_6$  : Conductivité dans le Perméat après UF ;  $C_6'$  : Conductivité du Perméat d'OI ;  $x$  : Facteur de Concentration Volumique.

**Tableau 2 : Composition du lactosérum avant et après ultrafiltration à  $\text{FRV}_x$**

Composition Paramètres	Lactosérum brut	UF à $\text{FRV}_x$	
		Concentrât	Perméat
Protéine (g/kg)	$C_1$	$x C_1$	0
Lactose (g/kg)	$C_2$	$C'_2$	$C_2$
Matière Grasse (g/kg)	$C_3$	$x C_3$	0
Cond ( $\mu\text{s/cm}$ )	$C_6$	$C_6$	$C_6$
DCO (mg/l)	$C_5$	$C_5 - C'_5$	$C'_5$
$\text{DBO}_5$ (mg/l)	$C_4$	$C_4 - C'_4$	$C'_4$

**Tableau 3 : Concentration du lactosérum à FRV<sub>9</sub>**

Composition Paramètres	Lactosérum brut	UF à FRV <sub>9</sub>	
		Concentrât	Perméat
Protéine (g/kg)	6	60	0
Lactose (g/kg)	45	50	45
Matière grasse (g/kg)	0,4	3,6	0
Cond (µs/cm)	7460	7460	7460
DBO <sub>5</sub> (mg/l)	47260	1483	45777
DCO (mg/l)	70890	2224	68666

Le lactosérum brut présente une forte charge en DBO<sub>5</sub> et en DCO. Un litre de ce produit contient 6g/kg de protéines, 45g/kg de lactose et 0,4g/kg de matière grasse. Au cours de l'opération d'ultrafiltration à FRV<sub>9</sub>, les protéines et la matière grasse se concentrent respectivement à 60g/kg et 3,6g/kg. Les teneurs en lactose et en minéraux restent pratiquement les mêmes dans le perméat et dans le concentrât.

Le lactosérum brut présente une charge polluante importante de l'ordre de 47260mg/L en DBO<sub>5</sub> et de 70890 mg/l en DCO. L'ultrafiltration permet une réduction de la pollution de l'ordre de 3%. L'essentiel de la pollution est transféré dans le compartiment perméat constitué principalement de lactose.



Tableau 4 : Composition du perméat d'UF par Osmose Inverse à FRVx

Compositions Paramètres	Perméat UF	OI à FRVx	
		Concentrât	Perméat
Lactose (g/kg)	$C'_2$	$x C'_2$	0
Cond ( $\mu\text{s/cm}$ )	$C_6$	$x C'_6$	$C''_6$
DBO <sub>5</sub> (mg/l)	$C'_4$	$C'_4 - C''_4$	$C''_4$
DCO (mg/l)	$C'_5$	$C'_5 - C''_5$	$C''_5$

Tableau 5: Traitement du perméat du lactosérum par OI à FRV<sub>3</sub>

Compositions Paramètres	Perméat UF	OI à FRV <sub>3</sub>	
		Concentrât	Perméat
Lactose (g/kg)	50	150	0
Cond ( $\mu\text{s/cm}$ )	7460	7001	459
DBO <sub>5</sub> (mg/l)	45777	45577	200
DCO (mg/l)	68666	68266	400

Le perméat d'ultrafiltration est composé essentiellement de lactose et de minéraux. A cause du lactose, le perméat reste le polluant majeur car sa charge polluante est presque la même que celle du lactosérum brut. Après osmose inverse à FRV<sub>3</sub>, Le lactose se concentre à 150g/kg.

L'opération d'OI permet une réduction importante de la DCO et de la DBO<sub>5</sub>. Cette réduction atteint 99% pour le Perméat du lactosérum et 99,5% pour le Lactosérum brut. Le perméat est constitué de l'eau presque épurée. La teneur de la DBO de l'ordre de 200mg/l et celle de la DCO est de l'ordre de 400mg/l. Ces caractéristiques permettent de réutiliser le perméat sans aucun risque pour le lavage des citernes, pour l'arrosage ou toute autre utilisation de l'eau. Une double OI permettra de produire une eau totalement épurée.

- **Valorisation du concentrât de lactose et du perméat** : Etant donné sa forte valeur énergétique, le concentrât de lactose peut être utilisé pour l'alimentation du bétail. Une autre possibilité consisterait à utiliser ce concentrât comme substrat de fermentation pour produire de l'alcool (expérience en cours de réalisation au Laboratoire des Procédés de Séparation à l'Université Ibn Tofail).

Cette invention a permis de valoriser les protéines qui ont une grande valeur nutritionnelle, fonctionnelle et biologique. Elle a permis également de récupérer le lactose, qui peut être utilisé comme une source de carbone dans l'industrie de fermentation, d'excipient pharmaceutique ou alimentaire. D'autre part, cette invention a permis de réduire la charge polluante et de recycler le filtrat (osmosé) comme eau de lavage ou d'arrosage. Les procédés de récupération des protéines et de concentration de lactose ont permis un rejet zéro.

### Références bibliographique

- [1]: R. R. Zall source and composition of whey and permeate in : whey and lactose processing /ed . by Zadow JG London : Elsevier applied science 1992,172
- [2]: Smithers GW. Whey and whey proteins-from 'gutter-to-gold'. Int Dairy J 2008;18: 695-704.
- [3]: Hélène Fruteau de Laclos,.: comparaison des filières biogaz et bioéthanol 2004 .Yves Membrez ,EREP SA Chemin du Coteau 28, 1123 Aclens.
- [4]: A. THOMET, Brita REHBERGER, W. BISIG : Obtention de sirop de sucre à partir de lactosérum1, Haute école suisse d'agronomie, département technologie alimentaire en économie laitière, CH-3052 Zollikofen.
- [5]: S. Gana et A. Touzi : Valorisation du Lactosérum par la Production de Levures Lactiques avec les Procédés de Fermentation Discontinue et Continue ; Rev. Energ. Ren. : Production et Valorisation – Biomasse, (2001) 5158.
- [6]: G Daufin , Gésan ,A muller ,U Merien Rjeantet C bramaud 1998 b industrie laitière : lactosérum dans la séparation par membrane dans les procédés de l'industriel alimentaire P7 : 310329,Tec et Doc Lavoisier .
- [7]: M.S.Yorgun ,IAkemehmet balcioglu ,O saygin . performance comparison of ultra filtration ,nanofiltration and reverse osmosis on whey treatment desalination 229(2008)204-216.

## Revendications

1. Méthode de valorisation et d'épuration du lactosérum initialement rejeté par récupération, concentration, réincorporation des protéines et réutilisation du lactose.
2. Méthode de valorisation et d'épuration du lactosérum initialement rejeté selon la revendication 1, se fait par couplage de deux opérations membranaires :
  - Ultrafiltration (UF)
  - Osmose Inverse (OI)
3. Méthode de valorisation et d'épuration du lactosérum initialement rejeté selon la revendication 1 et 2, caractérisée en ce que l'opération membranaire d'UF permet la séparation et la concentration des protéines.
4. Méthode de valorisation et d'épuration du lactosérum initialement rejeté selon la revendication 1, 2 et 3, caractérisée en ce que l'opération membranaire d'OI permet la concentration et la récupération du lactose et la production d'une eau de bonne qualité.
5. Les protéines séparées selon la revendication 3, sont recyclées et réincorporées dans divers produits alimentaires.
6. Le lactose concentré selon la revendication 4, est utilisé comme un produit d'alimentation ou de fermentation.
7. Méthode de valorisation et d'épuration du lactosérum initialement rejeté selon les revendications 1 à 6, caractérisée en ce que le couplage des deux opérations membranaires permet de valoriser un produit polluant initialement rejeté conduisant à un rejet zéro.

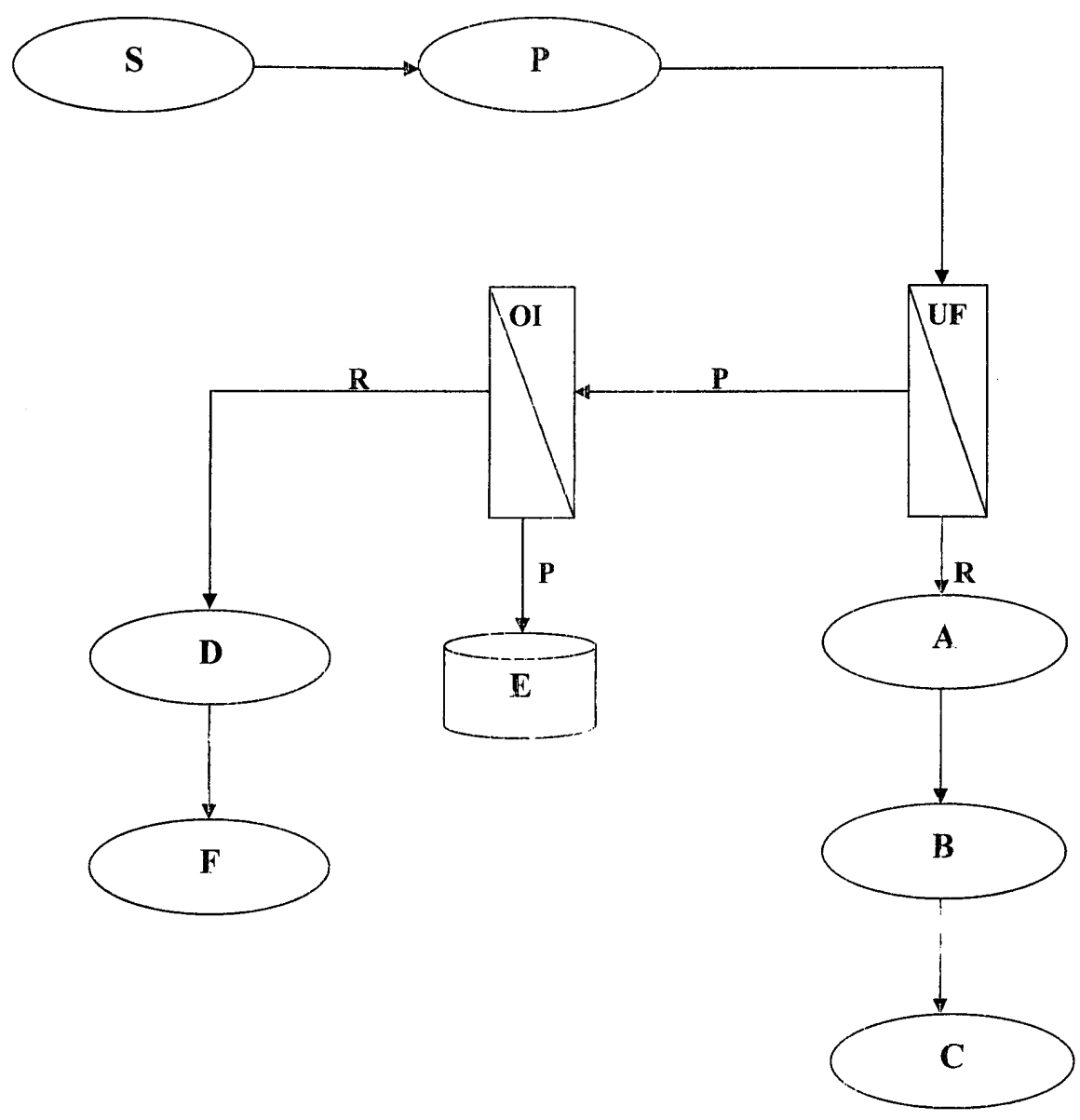


Figure 1