

N° d'ordre : 03 /2009-D/C.I

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

**UNIVERSITE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE
« HOUARI BOUMEDIEN »
FACULTE DE GENIE MECANIQUE & GENIE DES PROCÉDES**



THESE

Présentée pour l'obtention du diplôme de DOCTORAT

**EN : CHIMIE INDUSTRIELLE
Spécialité : GENIE DES PROCÉDES
Par : MAHDI Youcef**

THEME

**SIMULATION ET MODELISATION DU PHENOMENE
D'ENCRASSEMENT PAR LE LAIT DANS
UN ECHANGEUR DE CHALEUR**

Soutenue le 27 / 04 / 09 devant le jury composé de :

M ^{me} BENTAHAR Fatiha	Professeur USTHB	Président
M OUFER Lounès	Professeur USTHB	Directeur de thèse
M MOULAI MOSTEFA Nadji	Professeur U. Médéa	Examineur
M DAOUD Kamel	Professeur USTHB	Examineur
M HANNANE Farouk	Professeur U. Blida	Examineur
M MOUHEB Abdelkader	Maître de conférences USTHB	Examineur

A :

Mes Parents

Latifa et mes deux enfants Manar et Issam Eddine

Sofiane, Faiza, Zakaria et Asmaa

Lyes, fabienne

Les Apaches, lisa et tout mes amis

...

Remerciements

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance et gratitude à mon directeur de thèse, Monsieur le **Professeur Lounès OUFER**, malheureusement absent aujourd'hui, de m'avoir accueilli au sein de son équipe du Laboratoire des Phénomènes de Transfert (**LPT**) de l'Université des Sciences et de la Technologie de Bab-Ezzouar et m'avoir supporté toutes ces années. Sa compréhension, son soutien m'ont souvent été bien précieux et l'intérêt marqué avec lequel il a suivi le déroulement de mes recherches, ont grandement contribué à l'aboutissement de ce travail.

Madame **Fatiha BENTAHAR**, **Professeur** à l'Université des Sciences et de la Technologie de Bab-Ezzouar m'a fait l'honneur d'accepter de présider le jury de soutenance. Je la remercie cordialement.

Je tiens également à remercier Madame **Fatiha BENTAHAR** pour avoir bien voulu diriger l'aboutissement de ce travail et plus particulièrement la préparation de ma soutenance après le départ du **Professeur Lounès OUFER**.

Je suis reconnaissant à Monsieur **Nadj MOULAI MOSTEFA**, **Professeur** à l'Université de Médéa, Monsieur **Farouk HANNANE**, **Professeur** à l'Université de Blida, Monsieur **Kamel DAUD Maître de conférence** à l'Université des Sciences et de la Technologie de Bab-Ezzouar, et Monsieur **Abdelkader MOUHEB Maître de conférences** à l'Université des Sciences et de la Technologie de Bab-Ezzouar, d'avoir accepté la tâche ingrate d'examiner cette thèse malgré leurs charges de travail.

Je tiens spécialement à remercier Monsieur le professeur **Nadj MOULAI MOSTEFA** pour ses conseils et son aide durant tout mon cursus universitaire depuis plus de vingt années.

Ma profonde gratitude et mes plus sincères remerciements vont également à Monsieur **Abdelatif AMRANE**, **Professeur** à l'Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Rennes, pour sa collaboration.

Nombre de mes collègues, chercheurs, ont apporté à mes réflexions le concours de leur savoir. Je leur sais profondément gré de leur collaboration.

J'associe à mes remerciements à l'ensemble de mes collègues de l'université de Médéa.

Que tous mes amis trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude. En particulier **Othmane BENKORTBI** qui en plus de son amitié, il n'a pas cessé de me prodiguer des conseils pour aller de l'avant dans mes investigations.

Hommage particulier



Il m'est très difficile de trouver les mots pour exprimer mon profond regret de voir ce travail de recherche aboutir sans la présence de mon directeur de thèse et ami Lounès suite à son tragique accident de la circulation survenu le 17 janvier 2007.

J'espère qu'il pourra retrouver sa famille, ses amis et toute la communauté universitaire dans un proche avenir. C'est un homme de science dont les qualités humaines sont tout simplement extraordinaires.

Médeá le, 15 Octobre 2008.

SOMMAIRE

RÉSUMÉ

NOMENCLATURE

INTRODUCTION GÉNÉRALE 001

CHAPITRE I : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE 004

I.1. Les échangeur de chaleur	004
I.1.1. Généralités	004
I.1.2. Principaux types d'échangeurs	005
I.1.2.1. Echangeur tubulaire	005
I.1.2.2. Echangeur à plaques	005
I.1.2.2.a. Caractéristiques générales	005
I.1.2.2.b. Paramètres géométriques	009
I.1.2.2.c. Ecoulement dans une plaque	011
I.1.2.2.d. Etude globales d'une plaque	013
A. Caractérisation d'une plaque	013
B. Performances thermo – hydrauliques d'une plaque	013
I.1.2.2.e. Nombres adimensionnels	016
I.1.2.2.f. Perte de pression	016
I.1.2.2.g. Distribution de débit dans des échangeurs de chaleur à plaques	017
I.1.2.2.h. Avantages et inconvénients des échangeurs de chaleur à plaques	018
I.2. Le lait et les traitements thermiques	018
I.2.1. Le lait	018
I.2.1.1. Généralités	018
I.2.1.2. Composition chimique du lait	018
I.2.1.3. Les protéines du lait	020
I.2.1.4. Composition microbiologique du lait	020
I.2.2. Les traitements thermiques du lait	021
I.2.2.1. Généralités	021
I.2.2.2. Cinétique de la destruction microbienne et d'inactivation enzymatique	021
I.2.2.3. Principaux traitements thermiques et mise en œuvre	023
I.2.2.3.a. But	023
I.2.2.3.b. Pasteurisation	023
I.2.2.3.c. Stérilisation	023
I.3. L'encrassement dans les échangeurs de chaleur	023
I.3.1. Introduction	023
I.3.2. Définition	025
I.3.3. Classification	026

I.3.4. Courbes d'encrassement	026
I.3.5. Prise en compte de l'encrassement dans la phase de conception d'un échangeur	027
I.3.6. Mesure de la résistance d'encrassement	027
I.3.7. Cinétique de l'encrassement	028
I.3.7.1. Introduction	028
I.3.7.2. Encrassement asymptotique	028
I.3.7.3. Encrassement non asymptotique	029
I.3.7.4. Encrassement linéaire	029
I.3.7.5. Encrassement " en dent de scie "	030
I.3.8. Mécanisme d'encrassement	030
I.3.8.1. Introduction	030
I.3.8.2. Etape 2 : Transfert des particules à de la paroi	031
I.3.8.2.a Relaxation des particules	031
I.3.8.2.b Transport par diffusion	032
I.3.8.2.c Transport par inertie	032
I.3.8.2.d Transport par impaction	032
I.3.8.3. Etape 3 : Adhésion des particules	033
I.3.8.3.a Les forces hydrodynamiques à la paroi	033
I.3.8.3.b Les forces de surfaces	034
A. La force de Van der Waals	034
B. La force électrostatique	034
I.3.8.4. Etape 4 : Le réentraînement et l'autoretardation de dépôt	035
I.3.9. Modèles d'encrassement	035
I.3.9.1. Modèle de Kern – Seaton	035
I.3.9.2. Modèle de Watkinson et Epstein	036
I.3.9.3. Modèle de Cleaver et Yates	037
I.3.9.4. Modèle de Pinheiro	037
I.3.9.5. Modèle de Vatistas	037
I.3.10. Revue bibliographique des différents paramètres	038
I.3.10.1. Introduction	038
I.3.10.2. La température	038
I.3.10.3. La vitesse de l'écoulement et le nombre de Reynolds	039
I.3.10.4. Caractéristiques des particules	041
I.3.10.4.a Diamètre des particules	041
I.3.10.4.b Concentration des particules	042
I.3.10.5. Présence de sels	042
I.3.10.6. Caractéristiques de la surface	045
I.3.10.7. La turbulence	047
I.3.10.8. Le pH et force ionique de la solution	048
I.3.10.9. Le préchauffage	049
I.3.10.10. La présence d'air	049
I.3.10.11. Conclusion	050
I.3.11. Prévention de l'encrassement	050
I.3.12. Aspects économiques liés à l'encrassement	051
I.3.13. Encrassement des équipements thermiques par le lait	052
I.3.13.1. Introduction	052
I.3.13.2. Revue bibliographique	052
I.3.13.3. Réduction des dépôts	058
I.3.13.4. Elimination des dépôts	059

I.3.13.5. Conclusion	060
CHAPITRE II : FORMULATION MATHÉMATIQUE	061
II.1. Description du système	061
II.2. Mécanisme	062
II.3. Modèle unidimensionnel	063
II.3.1. Equation de continuité et de vitesse	063
II.3.2. Modèle thermique de l'échangeur	064
II.3.3. Bilan de masse	066
II.3.3.1. Bilan de masse des protéines dans le fluide	066
II.3.3.2. Bilan de masse des protéines dans la couche limite	067
II.3.4. Conditions initiales et conditions aux limites	068
II.3.5. Calcul des propriétés de transport	069
II.3.6. Calcul de la masse de la crasse déposée	070
II.4. Modèle bidimensionnel	071
II.4.1. Equation de continuité et de vitesse	071
II.4.2. Modèle thermique de l'échangeur	071
II.4.3. Bilan de masse	072
II.4.3.1. Bilan de masse des protéines dans le fluide	072
II.4.3.2. Bilan de masse des protéines dans la couche limite	073
II.4.4. Conditions initiales et conditions aux limites	073
II.4.5. Calcul de la masse de la crasse déposée	074
CHAPITRE III : MODÉLISATION NUMÉRIQUE	075
III.1. Généralités	075
III.2. Maillage	075
III.3. Méthodes numériques de discrétisation	076
III.3.1. Méthode des volumes finis	077
III.3.2. Méthode d'Euler	077
III.4. Algorithme et résolution	080
III.5. Convergence	080
III.6. Validation	080
III.6.1. Introduction	080
III.6.2. Description du système	081
III.6.3. Résistance d'encrassement	081
III.6.4. Dosage des protéines	083
III.7. Conclusion	084
CHAPITRE IV : RÉSULTATS	085

IV.1. Introduction	085
IV.2. Résultats du modèle unidimensionnelle	085
IV.2.1. Evolution de la température du lait	085
IV.2.2. Evolution de la masse de dépôt dans l'échangeur	087
IV.2.3. Evolution de la composition du dépôt	088
IV.2.4. Evolution du coefficient d'échange global	090
IV.2.5. Evolution de la masse de dépôt en fonction du nombre de Reynolds	091
IV.2.6. Evolution de la concentration de la β -lactoglobuline	092
IV.2.7. Evolution de la température dans le pasteurisateur	093
IV.2.8. Evolution du coefficient de réduction du diamètre	094
IV.3. Résultats du modèle bidimensionnelle	095
IV.3.1. Evolution de la température du lait	095
IV.3.2. Evolution de la masse de dépôt	096
IV.3.3. Evolution de la masse de dépôt en fonction du nombre de Reynolds	100
IV.3.4. Evolution de la résistance thermique d'encrassement	101
IV.3.5. Evolution de la concentration de la β -lactoglobuline	103
IV.4. Partie expérimentale	103
IV.4.1. Evolution de la perte de charge dans l'échangeur principal	103
IV.4.2. Evolution de la résistance thermique d'encrassement dans l'échangeur principal	105
IV.4.3. Evolution de la perte de charge sur la résistance thermique d'encrassement	107
IV.4.4. Influence du pH sur la masse déposée	108
IV.4.5. Test de pasteurisation	110
IV.5. Conclusion	111
CONCLUSION GÉNÉRALE	113
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	116
ANNEXES	
A : Dosage du lait	126
B : Installation d'essai	136
C : Efficacité E en fonction de NUT pour différentes valeurs de R pour un échangeur de chaleur à plaques	137
D : Evolution de la masse de dépôt dans les différents canaux de l'échangeur	138
E : Propriétés thermodynamiques employées dans les simulations	144
F : Evolution de la composition du dépôt en protéines puis en sels par canal (de 1 à 20)	145
G : Evolution du coefficient d'échange global par canal (de 1 à 20).	157
H : Détermination de l'activité de la phosphatase alcaline dans les produits laitiers	163

ملخص

ظاهرة تسيخ المبدلات الحرارية عن طريق الحليب و ذلك خلال طور المعالجة الحرارية و المسماة البسترة تقدم في هذا العمل . النموذج الرياضي المقترح، في حالة حركة، مبني أساسا على مختلف المبادلات الكتلية و الحرارية الكائنة في هذه الطريقة من المعالجة. الحل الرقمي المقترح للنموذج الرياضي منجز عن طريق الشفرة ماتيماتيكا V5. 01. بصفة عامة النتائج توضح أن ظاهرة التسيخ مرتبطة بشدة بمختلف شروط سير الطريقة. كتلة الوسخة الموضوعة مرتبطة كليا و نوعيا بدرجة حرارة الحليب، أيضا بوقت المعالجة. الكتلة الموضوعة تؤثر على المبادلات الحرارية بين السائلين، و مركبة أساسا من البروتينات و الأملاح مع نسب تزداد بفعل الحرارة. الكتلة الموضوعة تنقص مع ارتفاع عدد رينولص (Reynolds) . التزايد آسي لحرارة سطح المبدلات الحرارية يولد تفاعل البروتينات و يرفقه بتزايد مقاومة الحرارية الناتجة عن الترسب. الترسب يولد أيضا نقص في الضغط بسبب نقص في طريق المرور أبان الترسب. أبحاث التجريبية بينت أن المقاومة الحرارية تناسبية مع نقص في الضغط الناتج عن الترسب. كمية الترسب ترتفع مع نقص pH للمنتوج المسخن.

كلمات مفاتيح الحليب – البسترة - التسيخ – مبدل حراري – نمذجة

Résumé

Le phénomène de l'encrassement dans les échangeurs de chaleur par le lait lors d'une phase de traitement thermique appelée pasteurisation est considéré dans ce travail. Le modèle mathématique proposé, en dynamique, est basé, principalement, sur les différents échanges massiques et thermiques ayant lieu dans le procédé. La résolution numérique du modèle mathématique proposé est effectuée à l'aide d'un code sur Mathematica v5.01.

Globalement, les résultats montrent que le phénomène de l'encrassement est intimement lié aux différentes conditions de déroulement du procédé. La masse de crasse déposée dépend, quantitativement et qualitativement, de la température du lait et du temps de traitement. Le dépôt affecte les échanges thermiques entre les deux fluides. Il est composé, principalement, de protéines et de sels avec des proportions qui évoluent en fonction de la température. La masse du dépôt diminue avec l'augmentation du nombre de Reynolds. L'augmentation exponentielle de la température de la surface de l'échangeur thermique à plaques génère l'agrégation des protéines qui est accompagnée par une augmentation de la résistance thermique d'encrassement. Le dépôt du au protéines β -lactoglobuline dénaturées génère également une augmentation de la perte de pression due à la réduction de la section de passage durant le processus d'encrassement. Les investigations expérimentales indiquent que la résistance d'encrassement est proportionnelle à la perte de pression causée par l'encrassement. La masse de dépôt augmente avec la diminution du pH du produit chauffé.

Mots Clés : Lait - Pasteurisation - Encrassement - Echangeur de chaleur – Modélisation

Abstract

A chemical reaction fouling in the plate heat exchangers by milk in a thermal treatment phase called pasteurisation is considered in this work. The mathematical model suggested in dynamics was based on modelling of the different phenomena occur in the reactor using mass and balance energy and certain empirical expressions. The numerical resolution of the equation resulting from the construction of a mathematical model suggested is carried out using Mathematica v5.01 code.

The related results indicate that the phenomenon of fouling is related to the various operating conditions of the process. The mass of the deposit depends quantitatively and qualitatively of the milk temperature and the processing time for treatment. The deposit affects quality of heat exchange between the two fluids. It is composed of proteins and salts with a ratio which depends on the operating temperature. The mass deposition decreases with an increase in the Reynolds number. Exponential increasing of plate heat exchanger area temperature generate aggregation rate of unfolded protein and accompanied by a substantial increasing of thermal fouling resistance. The deposits due to the heat denatured β -lactoglobulin also generate an increase of drop pressure due to the decrease section passage during fouling process. The experimental investigation indicates that the fouling resistance is proportionally with pressure drop caused by mass deposition. The mass deposition increase with an decrease in the pH of the heated product.

Keywords: Milk - Pasteurisation - Fouling – Heat Exchanger – modelling

NOMENCLATURE

LETTRES LATINES

A	Surface d'échange	m^2
a, b	Constantes des lois de frottement et de transfert	-
a_t	Constante de temps	-
Bi	Nombre de Biot	-
C	Concentration	Kg/m^3
c	Constante des lois de frottement et de transfert	-
C_c	Constante de corrélation de Nusselt	-
C_p	Capacité calorifique	$J/Kg.K$
D	Coefficient de diffusivité	m^2/s
D_e	Diamètre hydraulique	m
Do_2	Diffusivité massique de l'oxygène	m^2/s
D_m	Coefficient de diffusion moléculaire	m^2/s
D_{θ}	Temps de réduction décimale	s
d	Constante des lois de frottement et de transfert ou diamètre	-/m
d_a	Distance d'arrêt	m
E	Energie d'activation	KJ/mol
\bar{E}	Efficacité d'un échangeur	-
e	Epaisseur	m
F	Force	N
f	Coefficient de frottement	-
f	facteur de frottement	-
H_o	Hauteur de la corrugation	m
h	Coefficient de convection	$W/m^2.K$
I	Produit d'activité du sel	-
J_T	Facteur de Colburn thermique	-
K	Constante de vitesse	s^{-1}
K_{ad}	Coefficient d'adhésion	m/s
K_m	Constante de vitesse de transfert de masse	m/s
K_d	Coefficient de dépôt	m/s
K_t	Coefficient de transport	m/s
K_r	constante de vitesse de réaction	$(m^3)^{n-1}Kg^{1-n}s^{-1}$
$K_{ré}$	Coefficient de réentraînement	m/s
K_S	Coefficient de singularité ou constante de dépôt du sulfate de calcium	- / (Kg/m^2s)
K_w	vitesse de réaction à la paroi	m/s
L	Longueur effective de la plaque	m
L_L	Produit de solubilité du sel	-
l	Largeur de la plaque	m
M	Masse du dépôt sec	g/m^5
Mass	Masse par unité de surface	g/m^2
m	Débit massique	Kg/h
N	Nombre des microorganismes à l'instant t ou nombre de molécules i par volume de solution	-
N_{AV}	Nombre d'Avogadro	-
N_i	Nombre de molécules i par volume de solution	-
Nu	Nombre de Nusselt	-
n	Ordre de réaction ou sens de l'écoulement (1,-1)	-
P	Puissance échangée	W

\bar{P}	Pression ou probabilité d'adhésion	Pa / -
P_m	Périmètre mouillé	m
Pr	Nombre de Prandtl	-
\dot{P}_i	Potentiel d'ionisation des particules i	-
p	Pas de corrugation	m
R	Constante des gaz parfait	KJ/mol.°C
\bar{R}	Rapport de débit massique	-
Re	Nombre de Reynolds	-
R_g	La résistance globale	m ² .K/W
R_d	La résistance relative à la crasse	m ² .K/W
R_d^{asy}	La résistance asymptotique relative à la crasse	m ² .K/W
R_0	La résistance à l'état propre	m ² /K.W
S	Section rectangulaire du canal	m ²
Sc	Nombre de Schmidt	-
Sh	Nombre de Sherwood	-
S_m	Surface mouillée	m ²
St_t	Nombre de Stanton thermique	-
T	Température	K
t	Temps	S
t_p	Temps de relaxation des particules	S
U	coefficient d'échange global	W/m ² K
u	Vitesse	m/s
u_m	Vitesse moyenne débitante du fluide	m/s
\bar{u}	Vitesse de frottement	m/s
V	Volume	m ³
\bar{V}	Volume produit par le dépôt	m ³
v	Vitesse	m/s
Z	Elévation de température	°C

LETTRES GRECQUES

α	Angle de corrugation	°
Φ_d	Flux de déposition	Kg/s
Φ'_d	Densité du flux de dépôt	Kg/m ² s
Φ_n	Flux net de dépôt	Kg/s
Φ_r	Flux de réentraînement	Kg/s
β	Coefficient de corrélation de Nusselt	-
ΔC	Perte de concentration de protéines	Kg/m ³
ΔP	Perte de pression	Pa
ΔP_C	Perte de pression au niveau du collecteur	Pa
ΔT	Différence moyenne logarithmique de température	K
ε	Efficacité du réentraînement ou coefficient de pondération	-
λ	Conductivité thermique	W/m.K
δ	Epaisseur de la couche limite dynamique	m
δ_T	Epaisseur de la couche limite thermique	m
μ	Viscosité dynamique	Pa.S

η	Viscosité cinématique	m^2/s
ϕ	Rapport de la surface développée	-
ρ	Masse volumique	Kg/m^3
τ	Contrainte de cisaillement	Pa
ξ	Fraction de la surface couverte par le dépôt = 0.05	-
σ	Efficacité d'enlèvement du dépôt	-
ϖ_i	Polarisabilité des particules i	C^2m/J
ς	Critère de convergence	-
θ	Fraction de protéine dénaturée	-
Λ	Coefficient de réduction du diamètre	-
ψ	Facteur de rugosité	mm

INDICES ET EXPOSANTS

A	Agrégée
ad	Adhésion
Amb	Ambiant
asy	Asymtotique
C	Chaud
D	Dénaturée
d	Dépôt
e	Entrée
encra	Conditions d'encrassement
F	Froid
fl	Fluide
j	Canal j
l	Local
i	Protéine
M	Déposée
min	Minimal
N	Native
p	A la paroi
part	Particule
pl	Plaque
pro	Conditions propres
s	Sortie
sat	saturation
ss	A la surface
walls	Van der Walls
x	Direction x
0	Conditions initiales ou standard
*	Couche limite

ABBREVIATIONS

CFD	Computational fluid dynamics
CLSM	Scanner microscopique laser
DLC	Date limite de consommation
FT-NIR	Analyse infrarouge

GRETh	Groupement pour la Recherche sur les Echangeurs Thermiques
HPLC	High performance liquid chromatography
NUT	Le nombre d'unités de transfert.
PAGE	Electrophorèse des protéines
RSM	Modèle à contraintes de Reynolds.
RSC	Reactive sputtering coating
SEM	Scanning electron microscopy.
TEMA	Tubular Exchanger Manufacturers association.
UHT	Ultra Height traitement (traitement thermique à 140 ° C durant 4 secondes)
WPN	Teneur en azote des protéines de lactosérum
WPNI	Indice d'azote des protéines solubles (L'indice de protéines)

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Durant le fonctionnement quotidien d'un échangeur, les surfaces d'échange sont souvent sujettes à des dépôts formés par des impuretés du fluide, formation de la rouille ou de produits d'autres réactions entre le fluide et le matériau de la paroi de l'échangeur. La source de ce dépôt reste très variée allant des composés insolubles aux composés de réactions chimiques ou biologiques, produits de corrosion des parois...etc. Ceci conduit à la diminution de l'efficacité de l'échangeur ainsi qu'à des pertes économiques importantes dues au coût d'arrêt consacré au nettoyage, aux produits de nettoyage ainsi qu'à l'énergie supplémentaire fournie due à l'augmentation des pertes de pression en particulier.

Il existe actuellement dans l'industrie, différents comportements face au problème des dépôts sur les échangeurs thermiques. Pour certains, il s'agit d'un phénomène inévitable, que l'on compense par un surdimensionnement préalable de l'échangeur lors de la conception des équipements très souvent exagéré comme c'est le cas des pasteurisateurs des laiteries algériennes, ou par la mise en place d'échangeurs supplémentaires de rechange pour éviter les phases d'arrêts des installations ; pour d'autres à l'inverse, il s'agit plus de recherche des méthodes de prévention en continu des dépôts.

Ces dépôts sont éliminés par des nettoyages souvent coûteux par usage de moyens mécaniques (jet d'air ou de vapeur d'eau, brosse...) ou par des lavages chimiques qui peuvent user les parois de l'échangeur à long terme vu la fréquence importante des nettoyages qui sont quotidiennes dans le cas de l'industrie agroalimentaire pour des raisons de sécurité évidentes.

Les échangeurs de chaleur à plaques qui composent principalement les pasteurisateurs industriels sont conçus avec d'excellents matériaux conducteurs de chaleur avec la limite de faisabilité et de coût, des caractéristiques qui devraient leur permettre normalement de résister à l'encrassement (inoxydables, surfaces polies ...). Leur grande compacité leur permet d'avoir des coefficients d'échange nettement supérieurs à ceux obtenus avec des échangeurs à tubes et calandre. De ce fait, ils occupent une place de plus en plus importante et remplacent déjà les échangeurs tubes et calandre dans des domaines aussi variés que la climatisation, l'industrie de la chimie et plus particulièrement l'agroalimentaire. Le haut degré de turbulence présent dans les échangeurs à plaques réduit également leur tendance à l'encrassement. Mais du fait de leur grande efficacité déjà évoquée, les échangeurs à plaques sont également plus sensibles à ce phénomène. Ainsi, un encrassement même minime peut dégrader fortement les performances de cette classe d'échangeur qui compose les systèmes employés pour traiter thermiquement les produits agroalimentaires. Ces produits subissent des transformations de plus en plus élaborées afin de présenter des qualités organoleptiques et une texture désirable. Les équipementiers ainsi que les transformateurs cherchent à définir les lignes de processus fournissant le produit recherché dans des conditions sanitaires et économiques optimales en prenant en compte les modifications physiques, biochimiques, etc. des matières premières et plus particulièrement les phénomènes d'encrassement. Ces derniers ont la particularité de limiter les performances des équipements thermiques augmentant ainsi le coût de production. En outre, ils peuvent influencer considérablement sur la qualité des produits agroalimentaires tel que le lait en aval des chaînes de production.

Une variété de traitements thermiques est utilisée dans les industries agroalimentaires ; Un exemple typique est la pasteurisation du lait qui consiste en une opération de chauffage de ce dernier pour augmenter sa durée de vie. Ce chauffage est nécessaire car le lait peut devenir

une source d'infection sérieuse vu qu'il héberge des micro-organismes qui peuvent dégrader ses qualités et rendre sa consommation une source de maladies. Le traitement inhibe l'action destructive de certaines de ces bactéries, sans influencer nettement sur les propriétés physiques et chimiques.

Les produits laitiers sont sensibles au chauffage car il peut modifier certaines de leurs qualités. Certains composés du lait, par exemple, se coagulent et s'incrustent à l'intérieur d'une casserole utilisée pour chauffer de lait. Le même phénomène se produit dans les échangeurs de chaleur, les protéines du lait, entre autres, se coagulent et se déposent en fine couche sur les cloisons. La chaleur devra alors être transférée également à travers cette couche de dépôt. Ce dépôt de solides formé sur la surface de l'échangeur de chaleur n'affecte pas considérablement la composition du lait. Cependant, il génère des perturbations thermiques et hydrodynamiques qui affectent la production et qui créent ainsi le besoin de nettoyer les équipements concernés. Cette opération de nettoyage est nécessaire afin de reconstituer la surface initiale propre de l'échangeur et assurer ainsi la qualité et l'hygiène des productions ultérieures. Dans l'industrie laitière, c'est une pratique courante de procéder au nettoyage des échangeurs toutes les 5 à 10 heures. A titre d'exemple, les frais de nettoyage des équipements thermiques sujets à l'encrassement par le lait ont été estimés à environ 140 millions de dollars par an aux Etats-Unis dans les années quatre vingt dix. **O'donnell** (2001) reporte également que le coût annuel de nettoyage des échangeurs où a lieu l'encrassement de produits pétrolier atteignent 22.000 US\$ pour une production de 12 millions barils par jour. Le coût qui peut doubler ou même triplé si les produits sont de nature plus encrassante.

Dans ce travail, on s'intéresse à l'étude du phénomène de l'encrassement des échangeurs de chaleur à plaques lors d'une phase de pasteurisation du lait.

Le manuscrit comporte plusieurs chapitres.

Le chapitre I, où nous introduisons quelques notions essentielles pour la compréhension du phénomène de l'encrassement des échangeurs de chaleur à plaques lors de la pasteurisation du lait. Il s'agit de présenter les échangeurs de chaleur et plus particulièrement les échangeurs à plaques. Une revue bibliographique des différents travaux numériques et expérimentaux traitant l'encrassement par le lait est donnée. Cette partie, traite également le lait, source responsable de l'encrassement des échangeurs et les traitements thermiques. Il s'agira également de mettre en évidence les mécanismes mis en œuvre et les différents paramètres intervenant lors des différentes étapes de l'encrassement.

Dans le chapitre II, nous formulons mathématiquement le problème en décrivant les différents phénomènes ayant lieu lors de la pasteurisation du lait. Le modèle de l'encrassement considéré sera basé sur le schéma de la réaction de déposition, le phénomène de transfert de masse et les différents facteurs intervenant lors du traitement thermique du lait. Le modèle sera couplé aux modèles dynamiques des échangeurs de chaleur à plaques résultant ainsi sur un modèle final qui comportera un ensemble d'équations différentielles partielles, intégrales et algébriques.

Dans le chapitre III, nous exposons la méthode numérique employée pour la résolution. Le choix du maillage, la discrétisation des équations, ainsi que le processus de résolution du modèle sont également présentés. Un code spécifique sera développé pour le modèle proposé.

Dans le chapitre IV, nous présentons l'évolution des différentes entités plus particulièrement la température, la masse de dépôt, le coefficient d'échange global et ce pour revoir tout les aspects qui peuvent concerner l'encrassement des échangeurs par le lait. Des résultats expérimentaux sont également présentés dans ce chapitre.

Enfin, nous terminons par une conclusion sur les différents résultats trouvés et en annonçant des perspectives futures et des solutions aux problèmes étudiés dans ce travail.

CHAPITRE 1

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1. LES ÉCHANGEURS DE CHALEUR

I.1.1. Généralités

Dans les sociétés industrielles, l'échangeur de chaleur est un élément essentiel de toute politique de maîtrise de l'énergie. Une grande partie de l'énergie thermique utilisée dans les procédés industriels transite au moins une fois par un échangeur de chaleur, aussi bien dans les procédés eux-mêmes que dans les systèmes de récupération de l'énergie thermique de ces procédés. On les utilise principalement dans le secteur de l'industrie: chimie, pétrochimie, sidérurgie, agroalimentaire, production d'énergie, etc.

Il existe plusieurs critères pour classer les d'échangeurs de chaleur :

Selon le type, les échangeurs de chaleur rencontrés sont les suivants :

1. à tubes : monotubes, coaxiaux ou multitubulaires ;
2. à plaques : à surface primaire ou à surface secondaire ;
3. autres types : contact direct, à caloducs ou à lit fluidisé.

Suivant qu'il y ait ou non stockage de chaleur, on définit également un critère selon le fonctionnement en récupérateur ou en régénérateur de chaleur :

Le passage des fluides dans l'échangeur peut s'effectuer avec ou sans changement de phases ; suivant le cas, on dit que l'on a un écoulement monophasique ou diphasique.

La compacité, considérée comme un critère, est définie par le rapport de l'aire de la surface d'échange au volume de l'échangeur. Un échangeur est considéré comme compact si sa compacité est supérieure à $700 \text{ m}^2/\text{m}^3$; cette valeur est susceptible de varier de 500 à $800 \text{ m}^2/\text{m}^3$.

On retiendra également comme critère, la nature de la paroi

Ces considérations nous amènent à adopter un choix d'utilisation selon :

1. tout d'abord les échangeurs tubulaires et à plaques pour des raisons technologiques,
2. puis, les évaporateurs et condenseurs pour leurs applications,
3. et, enfin, quelques autres types d'échangeurs en fonction de la nature de la paroi.

Enfin, le choix d'un échangeur de chaleur pour une application donnée dépend de nombreux paramètres : les propriétés physiques des fluides, leur agressivité, les températures ainsi que les pressions de service. Les contraintes d'encombrement et de maintenance doivent aussi être prises en compte, ainsi que les considérations économiques.

I.1.2. Principaux types d'échangeurs

I.1.2.1. Echangeur tubulaire

Pour des raisons historiques et économiques, les échangeurs utilisant les tubes comme constituant principal de la paroi d'échange sont les plus répandus. On peut distinguer trois catégories suivant le nombre de tubes et leur arrangement, toujours réalisés pour avoir la meilleure efficacité possible pour une installation donnée.

I.1.2.2. Echangeur à plaques

I.1.2.2.a Caractéristiques générales

Dans ce qui suit, nous intéressons exclusivement aux échangeurs à plaques, objet d'encrassement lors de la pasteurisation du lait.

Marriott (1971) présente l'échangeur à plaques comme un empilement de tôles entre lesquelles circulent les deux fluides, et dont l'étanchéité est assuré par des joints, par des brasures ou des soudures. Les plaques sont faiblement écartées les unes des autres, en général de 2 à 5 mm.

Le concept d'échangeurs à plaques date du début du siècle. **Vidil et al.** (1990) explique que ces échangeurs ont été étudié à l'origine pour répondre aux besoins de l'industrie laitière, puis utilisés ensuite dans diverses branches. On regroupe, sous ce vocable d'échangeurs à plaques, différentes technologies dont certaines sont d'un développement assez récent. On peut distinguer, suivant le type de géométrie de canal utilisé, les échangeurs à surface primaire et les échangeurs à surface secondaire. Parmi les échangeurs à surface primaire, le type le plus commun est l'échangeur à plaques et joints : Les applications des échangeurs à plaques et joints sont limités par la pression maximale de service ainsi que par la pression différentielle entre les deux fluides. Il est possible de concevoir et de construire des échangeurs à plaques et joints supportant à une pression de 25 bars et une pression différentielle de 25 bars; on admet aujourd'hui fréquemment des pressions de service de l'ordre de 16 à 20 bars.

Vidil et al. (1990) indiquent que la température maximale de service limite également le domaine d'utilisation des échangeurs à plaques et joints. Les échangeurs à plaques soudées ou brasées permettent d'utiliser les surfaces d'échanges primaires avec des niveaux de pression et de température plus élevés que les échangeurs à plaques et joints. Tous les fluides peuvent être véhiculés dans ces échangeurs mais les fluides chargés sont à utiliser avec précaution. Les échangeurs à surface secondaire utilisent des tôles gaufrées (ondes) séparées par des tôles planes.

Huetz et Petit (1997) sont parmi ceux qui ont caractérisé le rôle d'un échangeur à plaques, en utilisant les paramètres tels que le débit, le nombre d'unités de transfert (NUT) et la perte de pression.

Les échangeurs à surface primaire sont constitués de plaques corruguées, nervurées, picotées, obtenues par emboutissage, le dessin du profil géométrique peut être assez varié, mais il a toujours un double rôle d'intensification du transfert de chaleur et de tenue à la

pression par multiplication de nombre de contact. Le type le plus commun dans cette catégorie est l'échangeur à plaques et joints.

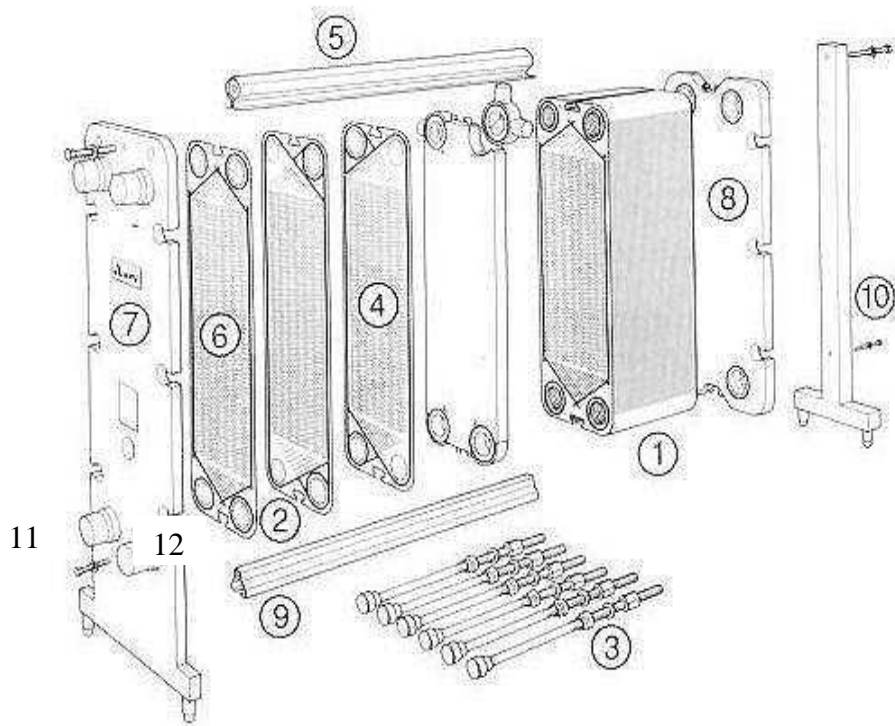
Faux (2003) a présenté le principe et la description des échangeurs à plaques. Il explique que l'échangeur à plaques est construit d'un empilement de tôles embouties (repère 1 figure I.1), constituant à la fois la surface d'échange et les parois de l'écoulement des deux fluides entre lesquels on veut échanger de la chaleur.

Les plaques ont une forme assurant la rigidité de l'empilement et la turbulence de l'écoulement pour accroître le coefficient d'échange de chaleur. Elles sont équipées de joints, qui maintiennent les produits à l'intérieur de l'empilement (figure I.3). L'ensemble est aligné par des barres support supérieure et inférieure (repères 5 et 9 figure I.1). Une tête fixe (repère 7) constitue le support principal de l'assemblage. Elle peut reposer au sol ou servir à l'accrochage sur un mur ou une charpente. Elle porte des raccords de tuyauterie qui viennent dans l'alignement des trous ménagés dans les plaques pour la circulation des produits. Une première plaque (repère 6) vient à son contact pour que le produit, souvent salissant ou agressif, soit toujours enfermé dans un paquet de plaques semblables. Cette plaque d'extrémité ne compte pas pour la surface d'échange, mais elle est indispensable. Une tête mobile (repère 8, figure I.1) vient à l'autre extrémité du paquet de plaques. Elle peut également porter des raccords. La dernière plaque du paquet est à son contact. Elle ne fait pas non plus partie de la surface d'échange, mais reste indispensable pour contenir l'un des produits.

L'ensemble du paquet de plaques et des têtes fixes et mobiles peut être fermé par des barres de serrage (repère 3, figure I.1) ou des vérins entre tête mobile et pied d'extrémité, selon les conceptions. La figure I.1 représente la disposition de deux échangeurs sur un même bâti. On peut en effet, faire une telle combinaison en se servant de cadre de raccordement (repère 11); ils permettent des sorties (ou des entrées) de fluides entre deux paquets de plaques d'échange par l'intermédiaire des bossages de raccordement (repère 12). Un cadre de raccordement constitue une tête mobile intermédiaire, où l'on peut faire intervenir les canalisations de produit ou de fluide auxiliaire. On évite de raccorder des canalisations pour fluides très chauds, car à chaque ouverture de l'échangeur il faudra démonter ces tuyauteries avec les risques engendrés pour la sécurité. Chaque plaque est équipée d'un joint d'étanchéité ; la conception du joint permet la circulation des fluides alternativement tous les deux entre plaques.

Les parties circulaires des joints empêchent le fluide de circuler verticalement le long des plaques pour rejoindre le collecteur opposé. Le fluide concerné ne peut donc que poursuivre son chemin horizontal dans ce collecteur formé par l'empilement des plaques appliquées les unes sur les autres (voir figure I.3). Lorsqu'il n'y a pas de joint annulaire, le fluide pour une part poursuit son chemin horizontal et pour une autre part circule verticalement le long de la plaque pour rejoindre le collecteur disposé en quinconce à l'autre extrémité.

La conception du joint est faite pour que les deux fluides ne soient pas en contact de part et d'autre du joint. Entre le joint annulaire qui par exemple bloque la circulation du 1^{er} fluide dans l'entre plaque où circule le 2^{ème} fluide, l'espace trapézoïdal n'est pas hermétique, selon les fabricants un méplat ou une encoche dans le joint établit un contact avec l'atmosphère extérieure, et la possibilité visuelle de détecter une fuite. Il reste cependant le risque d'une plaque percée par la corrosion, les plaques subissent régulièrement des essais d'étanchéité (voir figure I.2).



Légendes :

- 1- Jeu de plaques
- 2- Plaques d'échange avec entrée et sorti
- 3- Vis de serrage
- 4- Joint et gorge de joint
- 5- Barre supérieure
- 6- Plaque d'extrémité
- 7- Tête fixe avec raccords
- 8- Tête mobile
- 9- Barre inférieure
- 10- Pied arrière
- 11- Cadre de raccordement
- 12- Bossage

Figure I.1 : Vue éclatée échangeur à plaques et joints

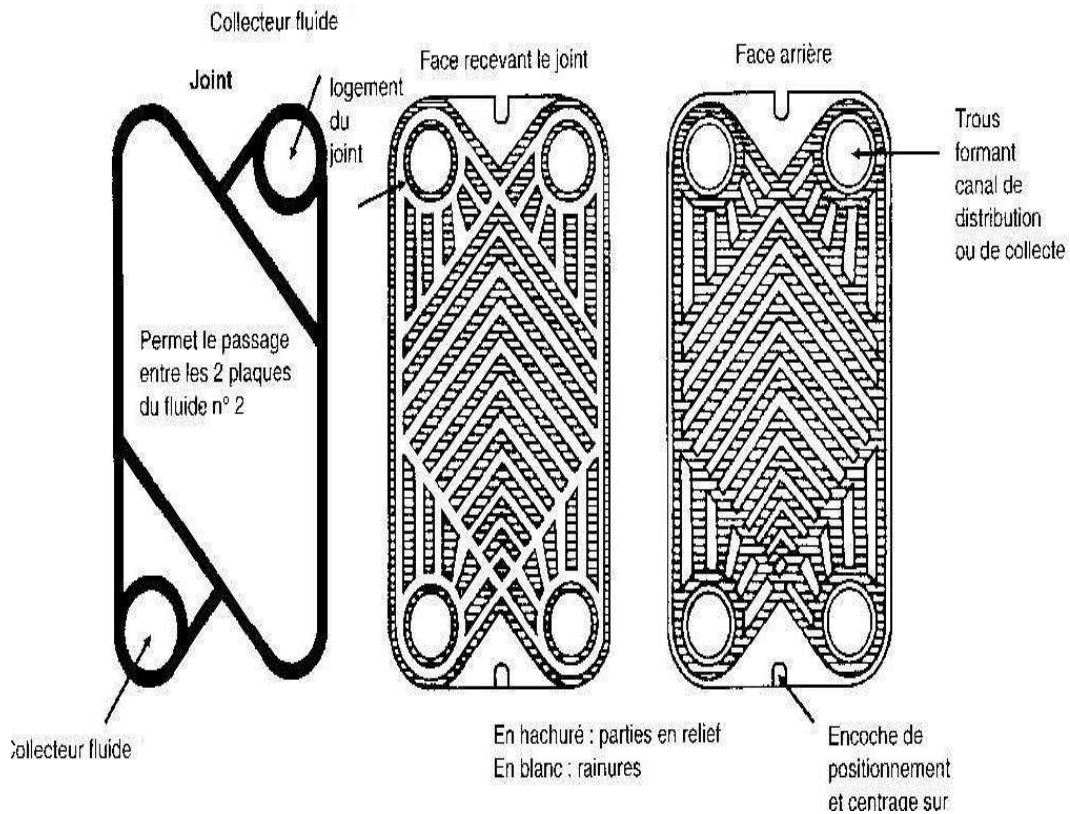


Figure I.2 : Détail d'une plaque avec joint d'étanchéité.

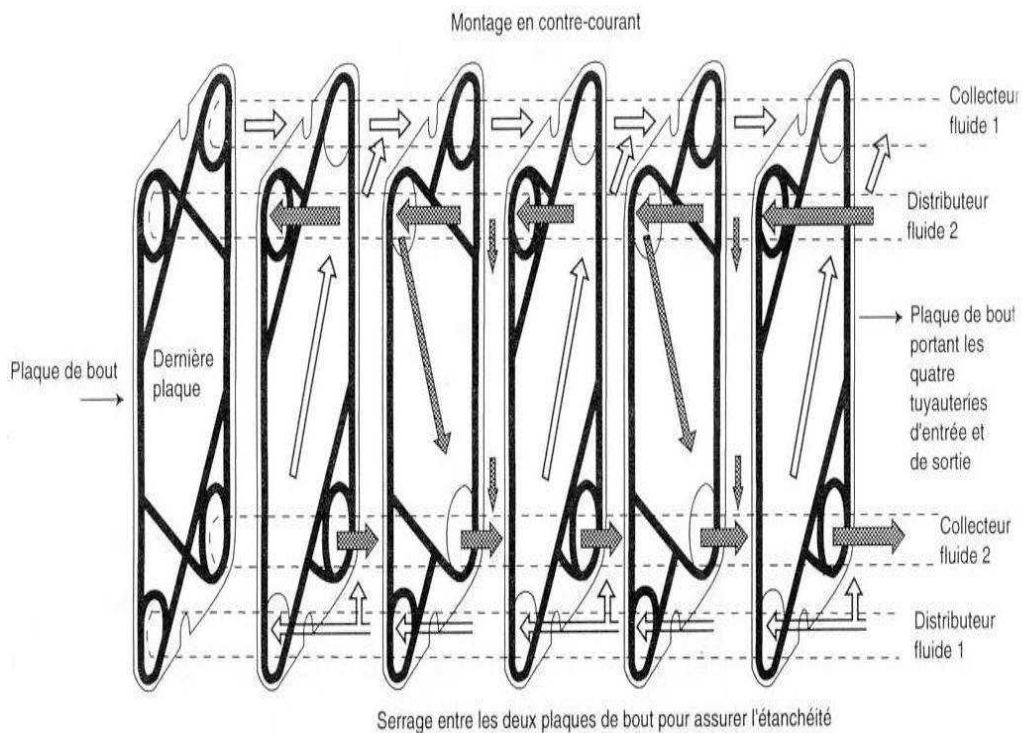


Figure I.3 : Principe d'écoulement alterné des fluides entre plaques.

L'emboutissage des plaques en chevron favorise la turbulence des fluides et assure une bonne tenue à la pression. Le passage en régime turbulent se passe très rapidement. Les plaques peuvent se monter de façon identique (chevrons en parallèle, figure I.4) ou en sens

inverse (chevrons croisés, figure I.4), ce cas favorise la turbulence mais également augmente la résistance à l'écoulement et donc les pertes de charges.

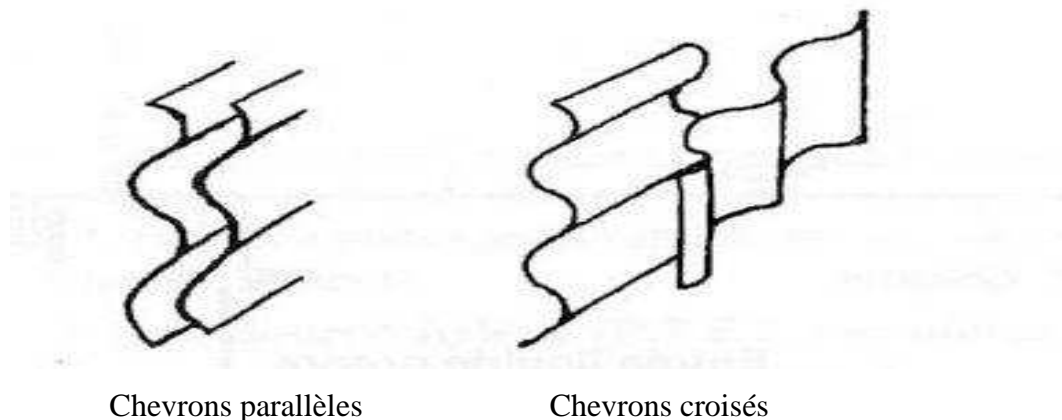


Figure I.4 : Arrangement chevrons - plaques

Selon **Faux** (2003) toujours les joints sont collés dans les gorges autour des plaques et des orifices d'alimentation et assurent l'étanchéité vis-à-vis de l'environnement externe. En général, un double joint autour des orifices évite le mélange entre les deux fluides. Les joints sont les composants qui limitent les niveaux de température et de pression des échangeurs à plaques. Il s'agit, la plupart du temps, d'élastomères. Les orifices d'alimentation d'un échangeur à plaques doivent être dimensionnés de telle sorte que les pertes de pression y soient les plus faibles possibles.

Le dessin des plaques et les cannelures d'une plaque présentés par **Leroy** (1988) ont pour but essentiel d'augmenter la turbulence et, ainsi, d'accroître les coefficients de transfert de chaleur, mais également d'assurer la rigidité mécanique par un grand nombre de contact métal métal. Les deux géométries de cannelures les plus fréquemment utilisées sont les cannelures droites ou les cannelures en chevrons.

I.1.2.2.b Paramètres géométriques

Les canaux corrugés sont caractérisés par les géométries suivantes (figure I.5):

α : angle de corrugation mesuré par rapport à la direction principale de l'écoulement. La direction des corrugations $\alpha = 90^\circ$ pour les plaques à cannelures droites et $\alpha < 90^\circ$, pour les plaques à cannelures en chevrons;

p : pas de corrugation, distance inter - sommets de deux corrugations successives ;

H_0 : hauteur de la corrugation;

L : longueur effective de la plaque;

l : largeur de la plaque.

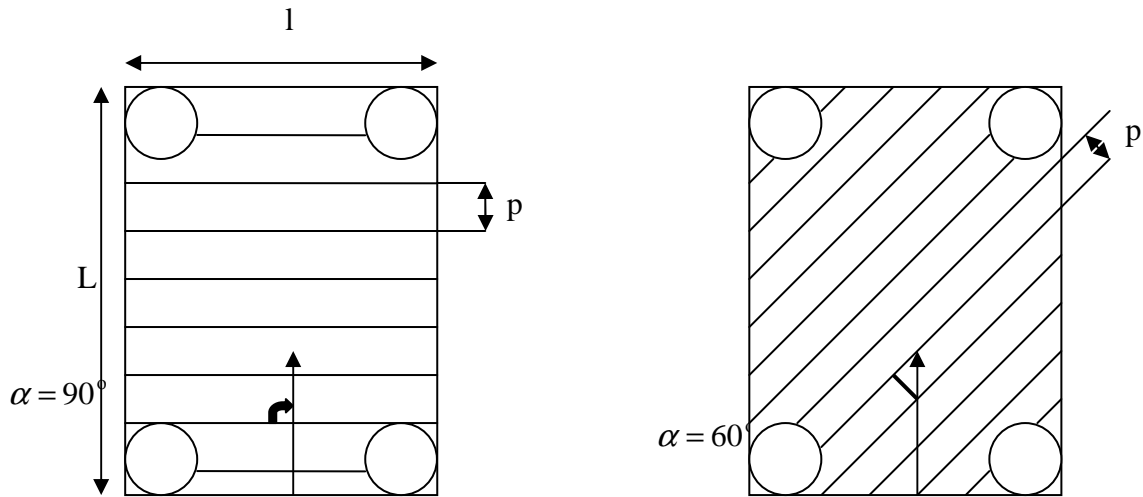


Figure I.5: Géométrie de plaques caractérisées par l'angle de corrugation α .

Un paramètre très souvent rencontré lors de la caractérisation d'un canal d'échangeur à plaques doit également être introduit : le diamètre hydraulique D_e . Ce dernier est défini comme étant quatre fois le volume du canal/surface mouillée du canal. D'ou :

$$D_e = \frac{4S_m}{P_m} = \frac{4lLH_0}{2(l+H_0)L\varphi} = \frac{2H_0}{\varphi} \quad (\text{car } l \geq H_0) \quad \text{I.1}$$

$$D_e = \frac{2H_0}{\varphi} \quad \text{I.2}$$

Le paramètre φ est compris généralement entre 1,1 et 1,3 est relativement complexe à calculer, c'est pourquoi dans la plupart des cas, une expression simplifiée est employée :

$$D_e = 2H_0 \quad \text{I.3}$$

Selon **Shah** et **Wanniarachchi** (1991), il n'existe pas de justification expérimentale ou de tout autre ordre qui prouverait que la définition donnée par l'équation I.2 est préférable à la définition simplifiée. De la même façon, les corrélations concernant les coefficients de transfert sont généralement calculés en considérant la surface projetée.

Dans les deux tableaux suivants (Tableaux I.1 et I.2) sont présentés, par auteur, quelques exemples de géométrie globale des échangeurs :

Tableau I.1. Présentation de différentes géométries étudiées.

Auteur	Géométrie	P (mm)	H ₀ (mm)	h (mm) (Note)	p/H ₀	p/h	α (°)
Goldstein <i>et al.</i> (1977)	Profil rectangulaire à 20°	9,25	1,65	1,65	5,6	égal à p/H ₀	90
Kullendrof (1974)	Profil sinusoïdal	10	3,17		3,15		15, 30, 45, 60, 75
Leuilet (1988)	V13 (Vicarb) corrugation en w	11	3,5		3,14		60
Sappow et Clomb (1983)	Profil triangulaire à 30°	20,3	5,9	8,51	3,45	2,39	90
Thonon (1991)	CIAT corrugation en w					égal à p/H ₀	30, 60
Kouidri (1997)	Hugonnot (1989)						90
Grillot (1991)	Type PEPITO	11 13 15	3,75 3,9 3,75	3,75 3,9 3,75	2,93 3,33 4	égal à p/H ₀	60, 90
Hugonnot (1989)	Profil idéalisé	65	20	20	3,25	égal à p/H ₀	60, 90
Gaiser et Kottke (1990)	Type PEPITO Profil sinusoïdal				1/1, 8/2,	égal à p/H ₀	

(Note): h est la distance inter - plaques généralement égale à H₀.

Tableau I.2. Présentation de différentes géométries étudiées en simulation.

Auteur	Géométrie	P (mm)	H ₀ (mm)	H (mm)	p/H ₀	p/h	α (°)
Suden (1999)	ALVA-LAVAL	10 10.7	3,6 3,05	3,6 3,05	2,78 3,51	égal à p/H ₀	0 22 5 45
Kouidri (1997)	Hugonnot (1989)						90
Asako <i>et al.</i> (1988)	Enchevêtrée Profil sunusoïdal					3,73 7,46 14,93 1,73 2,39	15 30 45

I.1.2.2.c Ecoulement dans une plaque

On appelle un écoulement pleinement développé un écoulement dont la distribution des vitesses est indépendante de la position le long de cet écoulement à une distance suffisamment grande de l'entrée dans un canal de section constante. Toutefois, en ce qui concerne le champ des températures, il n'est pas aussi simple de définir un régime pleinement développé. L'allure des courbes des profils de températures est la même pour des positions

successives dans l'écoulement ; c'est-à-dire que l'on peut passer de l'une à l'autre par simple changement d'échelle. Le coefficient de transfert de chaleur est alors indépendant de la position dans cette situation.

A l'échelle d'un canal, les paramètres les plus influant sur l'écoulement sont :

1. l'angle de corrugation α ;
2. le pas adimensionnel P/H_0 ;
3. régime d'écoulement.

Selon **Focke** et **Knibbe** (1985), l'écoulement dans un canal corrugué est très complexe. Il dépend principalement de l'angle de corrugations et du régime de l'écoulement. Deux structures ont été visualisées en 3D en fonction de l'angle. Pour des valeurs faibles, l'écoulement se fait généralement à fond de sillon. Dans ce cas, le filet fluide s'écoule dans le sillon pour se réfléchir au niveau du joint et s'écouler alors dans le sillon de la plaque opposée. Pour des angles importants, l'écoulement se produit dans un sous-canal défini entre les points de contact des plaques corruguées. Ce changement de structure est dû à l'interaction du fluide dans un sillon donné avec le fluide s'écoulant dans le sillon opposé et dans la direction perpendiculaire au premier sillon.

Gaiser et **Kottke** (1994) observent que dans ces deux cas extrêmes de structure, l'efficacité reste relativement médiocre car il n'y a quasiment pas d'interactions entre chaque filet fluide. Ils recommandent une combinaison entre les deux structures pour avoir des coefficients de transfert locaux importants.

D'après **Gaiser** (1990), le pas adimensionnel P/H_0 a également un rôle important sur la nature de l'écoulement au sein du canal. **Gaiser** établit une carte d'écoulement en fonction de l'angle de corrugation et du pas adimensionnel ; ceci afin de caractériser la structure de l'écoulement. Il montre ainsi que même pour un angle à 30° , si le pas est suffisamment grand, on peut avoir un écoulement en sous-canal. Pour des valeurs de l'angle plus importantes, l'influence de ce paramètre est également plus importante. L'auteur propose un mélange des deux structures pour avoir une efficacité meilleure.

Béreiziat (1993) trouve que les structures évoluent avec le nombre Reynolds.

A l'échelle de la corrugation, peu de travaux concernent l'étude du transfert de chaleur. **Kullendrof** (1974) est parmi ceux qui ont traité ce thème en présentant la variation du coefficient d'échange local le long d'une corrugation sinusoïdal 3D pour différents Reynolds en utilisant l'analogie entre transfert de masse et de chaleur. Il détermine le coefficient d'échange moyen sur la sinusoïde complète pour une géométrie donnée et établit de même des corrélations pour les zones élémentaires de la forme $Nu = C_c Re^\beta Pr^{1/3}$; avec $\beta = 1 + n$ et $Nu = J_T Re Pr^{1/3}$ avec J_T le facteur de Colburn thermique.

En conclusion, il ressort que :

1. à pas adimensionnel fixé, l'angle de corrugation régit directement la structure locale de l'écoulement ;

2. à angle de corrugation constant, l'augmentation du pas adimensionnel favorise une structure d'écoulement en sous-canal ;
3. le nombre de Reynolds favorise également la structure de l'écoulement ;

I.1.2.2.d Etude globales d'une plaque

A. Caractérisation d'une plaque

Le coefficient de frottement du canal est estimé expérimentalement en connaissant le débit circulant dans le canal:

$$f = \frac{\Delta P}{2\rho u_m^2} \frac{D_e}{L} \quad \text{I.4}$$

Il existe différents types de lois permettant de décrire l'évolution du coefficient de frottement mais dans le cas des échangeurs à plaques, il est généralement décrit par:

➤ $f = a \text{Re}^{-b}$ (Reynolds très élevés) I.5

➤ $f = a + \frac{b}{\text{Re}}$ (laminaire ou de transition) I.6

Les performances thermiques d'une plaque d'échangeur s'expriment par une corrélation type :

$$\text{Nu} = a \text{Re}^b \text{Pr}^c \left(\frac{\mu}{\mu_p}\right)^d \quad \text{I.7}$$

Les valeurs suivantes des différentes constantes sont adoptées (Tableau I.1) :

Tableau I.3. Valeurs des constantes.

	a	b	c	d
Marriot (1971)	0,15 – 0,4	0,65 – 0,85	0,3 – 0,45	0,05 – 0,2
Edwards (1983) Reynolds élevées Reynolds faibles		2/3 1/3		
Shah et London (1978)			1/3	
Gnielinski (1983)			1/4	

B. Performances thermo – hydrauliques d'une plaque

Amblard (1986) résume dans le tableau suivant (Tableau I.4) l'ensemble des lois de frottement obtenues pour des géométries testées.

Tableau I.4. Loïs de frottement.

Géométrie	Corrélations	Gamme de validité	H ₀ (mm)	P (mm)
Lisse	$f=Re^{-1}$ $f=0,079Re^{-0,25}$	Re<2000 Re>1000	3,9	13
15°	$f=27,55Re^{-0,895}$ $f=0,888Re^{-0,391}$	40<Re<90 900<Re<13700	3,9	
30°	$f=23,33Re^{-0,809}$ $f=0,557Re^{-0,211}$	40<Re<500 500<Re<17000	3,9	13
45°	$f=0,21Re^{-0,708}$ $f=0,690Re^{-0,087}$	40<Re<260 260<Re<15000	3,9	13
60°	$f=45,47Re^{-0,680}$ $f=3,917Re^{-0,175}$	20<Re<140 140<Re<4500	3,9	13
75°	$f=46,05Re^{-0,633}$ $f=5,739Re^{-0,191}$	25<Re<115 115<Re<1000	3,9	13
90°	$f=63,8Re^{-0,809}$ $f=4,82Re^{-0,312}$	40<Re<180 180<Re<700	3,9	13

Amblard (1986) observe que l'augmentation de l'angle de corrugation donne :

1. Une amélioration du transfert thermique ;
2. Une augmentation très importante du coefficient de frottement.

Globalement, ces résultats et ceux de **Kullendrof** (1974) et **Focke** et **Knibbe** (1985) font apparaître une remontée des performances thermiques pour un angle de 85°.

D'autres travaux se sont intéressés à l'influence du pas adimensionnel sur les performances hydrauliques pour des géométries bien définies. C'est le cas de **Leuliet** (1988), **Gaiser** et **Kottke** (1994), **Focke** et **Knibbe** (1985) et enfin **Grillot** (1991). Ils sont unanimes, le coefficient de frottement diminue quand le pas adimensionnel augmente.

Les mêmes auteurs se sont intéressés à l'influence du pas adimensionnel sur les performances thermiques pour des géométries bien définies. Ils observent que la géométrie à faible pas est plus efficace thermiquement pour des conditions opératoires bien définies.

Les travaux de **Okada** (1972) montrent que le rapport P/H₀ influe moins sur les lois de frottement et d'échange que l'angle de corrugation α.

Stasiek et al. (1996) montre que augmenter la profondeur de la corrugation entraîne une baisse du coefficient d'échange global du canal. Ils expliquent ce phénomène par une accentuation de la part de l'écoulement en fond de sillon, structure moins efficace au niveau du transfert thermique.

Amano (1998) s'est intéressé à l'effet de l'espacement inter-plaques sur les performances thermo-hydraulique d'une plaque et ce en utilisant le modèle à contraintes de Reynolds (RSM) pour une géométrie donnée. Ses travaux purement numériques ont montré que le nombre de Nusselt est quasiment indépendant de l'espacement. Il trouve également que le coefficient de frottement augmente avec l'espacement et que la perte de pression diminue avec l'augmentation avec l'espacement.

Sparrow et Clomb (1983) montrent numériquement qu'un accroissement du diamètre hydraulique fait augmenter le nombre de Nusselt et le coefficient de frottement en étudiant l'influence des conditions d'entrée et de l'espacement sur le transfert thermique, les pertes de charge et la structure de l'écoulement dans un canal corrugué.

Buonopane et Troupe (1969) considèrent l'effet de l'espacement sur la perte de charge pour une géométrie de forme triangulaire ayant des corrugations horizontales ($\alpha=90^\circ$). Ils trouvent que la perte de pression croît quand l'épaisseur croît pour des corrugations enchevêtrées ($P/H_0 < 1$) et ce pour une vitesse donnée du fluide. Par contre, elle diminue lorsque l'épaisseur augmente pour des corrugations non enchevêtrées ($P/H_0 > 1$) et ce pour une vitesse donnée.

En conclusion, il semble que les différentes observations sont assez cohérentes mais l'influence du diamètre hydraulique sur les performances thermo-hydrauliques reste délicate à déterminer. L'évolution est différente suivant que les corrugations sont enchevêtrées ou non.

L'influence de l'arrondi des corrugations sur les performances thermiques et hydrauliques d'un canal 2D corrugué a été étudiée numériquement par **Sparrow et Hossfeld** (1984) et par **Asako et al.** (1988) expérimentalement. Les seconds nommés ont réalisé des essais avec trois géométries différentes. Ils montrent une nette diminution du nombre de Nusselt et du coefficient de frottement avec des géométries de plus en plus arrondies pour des écoulements pleinement développés. Une baisse qui augmente avec l'augmentation du nombre de Reynolds. Tout ceci est expliqué par le fait que la présence d'un arrondi diminue la taille des zones de recirculation, donc diminue le degré d'agitation globale. Les premiers nommés ont réalisé des simulations numériques qui ont porté sur l'effet de l'arrondi sur la perte de pression et le transfert thermique de canaux corrugués. Il en déduisent que :

1. La perte de pression est plus faible pour des corrugations de plus en plus aiguës;
2. Le nombre de Nusselt moyen est plus faible avec l'augmentation des corrugations de plus en plus aiguës;
3. Le transfert de chaleur diminue si on change les corrugations aiguës en corrugations arrondies mais cette dernière forme de géométrie génère des gains de puissance de pompage significatifs;

Enfin, il est important de signaler que les performances thermo-hydrauliques d'un canal arrondi par rapport à celui des corrugations aiguës dépendent de l'angle α , du rapport P/H_0 et plus particulièrement du nombre de Reynolds.

En conclusion, il ressort :

1. l'augmentation de l'angle de corrugation α provoque l'augmentation de l'échange thermique mais fait augmenter également les pertes de pression ;
2. la diminution du pas adimensionnel P/H_0 fait augmenter les frottements. Par contre, il influe moins sur les échanges thermiques.
3. l'espace inter plaques influe sur la perte de pression. Un espace minimal crée un passage difficile pour le fluide.
4. une géométrie de plus en plus en arrondi de la corrugation donne des zones de recirculations courtes donc une réduction des frottements mais des échanges thermiques plus faibles.

Dans l'étude actuelle on prendra les plaques avec des géométries constantes mais il a été clairement établi à travers cette recherche bibliographique que ces paramètres peuvent influencer l'écoulement et ses caractéristiques hydrauliques et thermiques. Nous verrons plus loin que ces caractéristiques influence l'encrassement des plaques lors de la pasteurisation du lait d'une façon significative. Il serait donc intéressant de prévoir des études plus poussées pour voir leur effet sur ce phénomène.

I.1.2.2.e Nombres adimensionnels

Les principaux nombres adimensionnels caractéristiques des phénomènes sont :

Lors du dimensionnement des échangeurs à plaques, on emploie des corrélations qui se présentent sous la forme de nombres adimensionnels. L'intérêt de cette technique est de pouvoir comparer rapidement une géométrie à une autre par le biais de similitudes.

1. $Re = \frac{\rho u_m D_e}{\mu}$; le nombre de Reynolds, rapport des forces d'inertie sur les forces visqueuses, où u_m la vitesse débitante est calculée comme étant le rapport du débit à l'entrée du canal sur la section rectangulaire de ce canal ($S = H_0.l$);
2. $Pr = \frac{\mu C_p}{\lambda}$; le nombre de Prandtl, rapport de la diffusivité de la quantité de mouvement sur la diffusivité thermique;
3. $f = \frac{\tau_p}{\rho u^2/2}$; le facteur de frottement, rapport de la contrainte de frottement à la paroi sur la contrainte inertielle;
4. $Nu = \frac{h D_e}{\lambda}$; le nombre de Nusselt, rapport du flux convectif sur le flux diffusif;
5. $St_t = \frac{h}{\rho C_p u_m} = \frac{Nu}{Re Pr}$; le nombre de Stanton thermique, rapport du flux transmis réellement à la paroi à ce qui aurait pu l'être.

I.1.2.2.f Perte de pression

La perte de pression totale est présentée entre autre par **Hugonnot** (1989), qui indique que lorsqu'un liquide s'écoule à travers un échangeur à plaques et joints, peut se décomposer en deux parties : la perte de pression dans les plaques principalement due à l'encrassement, s'il existe, et la perte de pression dans les tubulures d'alimentation. Il est difficile d'isoler chaque terme mais, en général, on considère que les dimensions des tubulures sont suffisamment importantes pour que les pertes de pression y soient négligeables devant celles des plaques.

La perte de pression d'une plaque (Δp) entre les collecteurs d'entrée et de sortie en écoulement isotherme, dépend de nombreux paramètres tels que la densité, la viscosité et la vitesse du fluide, ainsi que de la géométrie des plaques.

En considérant le diamètre hydraulique moyen D_e comme dimension caractéristique du canal et L la longueur de la plaque, le problème peut se réduire à l'équation suivante selon **Amblard** (1986) :

$$\Delta p = 4f \frac{u_m^2}{2} \frac{L}{D_e} + \Delta p_c \quad \text{I.8}$$

Autrement, on peut exprimer la perte de pression par la somme des pertes :

1. Par singularité à l'entrée et à la sortie;
2. Par frottement ;

D'où l'équation :

$$\Delta p = 4f \rho \frac{u_m^2}{2} \frac{L}{D_e} + \frac{1}{2} \rho (K_{s_e} + K_{s_s}) \quad \text{I.9}$$

Le calcul de la perte de pression nécessite donc la connaissance des coefficients de singularités K_s qui sont estimés par différents auteurs en particulier par **Midoux** (1988) et **Scruton et al.** (1988). Vu que le coefficient de frottement est relativement élevé ; ceci nous permet de considérer que les frottements sont largement prédominants dans la plaque ($4 \frac{fL}{D_e} \gg K_s$) d'où l'équation de la perte de pression qui se ramène à:

$$\Delta p = 4f \frac{u_m^2}{2} \frac{L}{D_e} \quad \text{I.10}$$

I.1.2.2.g Distribution de débit dans des échangeurs de chaleur à plaques

Le problème de la distribution de débit dans un échangeur à plaques a été abordé par différents auteurs car une mauvaise distribution du fluide affecte considérablement les performances hydrauliques (pertes de pression) du système et affecte également les performances thermiques (puissance thermique échangée) mais à un degré moindre et provoquent notamment des problèmes d'ordre mécanique. Ils préconisent ainsi un critère de qualité de la distribution afin d'éviter un mauvais fonctionnement de l'échangeur.

Thonon (1991) *et al.* ont décrit l'écoulement dans un collecteur en utilisant un volume de contrôle centré sur la conduite principale afin d'établir la vitesse moyenne dans le collecteur.

Pour le canal de section constante, le débit qui y circule est connu et surtout uniformément repart.

I.1.2.2.h Avantages et inconvénients des échangeurs de chaleur à plaques

Marriott (1971) présente les avantages offerts par un échangeur à plaques:

1. Haut rendement thermique dû au rapport élevé surface / volume ainsi qu'à la forte turbulence engendrée par la géométrie des plaques.
2. Récupération élevée étant donné que l'énergie thermique est récupérée à un taux de 90% environ.
3. Flexibilité : selon le nombre de plaques et leurs groupage. La capacité de l'échangeur et ses caractéristiques thermiques est ainsi déterminée. La disposition des plaques peut être modifiée.
4. Contrôle rapide.
5. Augmentation du débit ou adaptation du système au traitement des produits spéciaux.
6. Faible encombrement : toutes les opérations de chauffage et de refroidissement sont réalisées dans l'échangeur.

Roussel (1987) par contre, présente les inconvénients pour un échangeur à plaques:

1. Ne peut pas être utilisé pour des fluides très visqueux ou des fluides contenant des particules solides à cause du faible espace entre les plaques.
2. Importante perte de charge.
3. Domaine de température relativement faible même si certains échangeurs à plaques peuvent aller jusqu'au 300°C.

I.2. LE LAIT ET LES TRAITEMENTS THERMIQUES

I.2.1. Le lait

I.2.1.1. Généralités

Le lait a été en 1908 défini lors du premier congrès international pour la répression des fraudes à Genève comme le produit intégral de la traite totale et ininterrompue d'une femelle.

I.2.1.2. Composition chimique du lait

La composition du lait est caractérisée par une grande complexité dans la nature et la forme de ses composants. Ces derniers sont particulièrement adaptés aux besoins nutritionnels et aux possibilités digestives du jeune animal qui y trouve tous les éléments nécessaires à sa croissance. Quatre composants sont dominants du point de vue quantitatif: l'eau, les matières grasses, les protéines et le lactose. Les composés mineurs sont représentés par les matières minérales, les enzymes, les vitamines et les gaz dissous.

Les tableaux I.5 et I.6 résument la composition chimique moyenne et les propriétés physiques du lait de vache:

Tableau I.5. Les constituants du lait sur 1000 grammes.

Constituants	Quantités (g)
Eau	900–910
Extrait sec total	125–130
Extrait sec dégraissé	90–95
Matière grasse	35–45
Lactose	47–52
Matières azotées	33–36
Matières minérales	9–9,5

➤ **Biocatalyseurs :**

Pigments – Enzymes - Vitamines

➤ **Gaz dissous :**

Gaz carbonique - Oxygène - Azote (4 à 5% du volume du lait à la sortie de la mamelle)

Tableau I.6. Les constantes physiques du lait.

Constantes	Valeurs
Densité, Kg/m ³	$\rho = 1033,7 - 0,2308T - 0,00246 T^2$
Chaleur spécifique, J/Kg.K	$C_p = 1.68T + 3864,2$
Point de congélation, °C	- 0,55
Viscosité, Pa.S	$\mu = (- 0,00445T + 0,947)10^{-3}$
pH	6,5 à 6,6
Indice de réfraction à 20° C	6,5 à 6,6
Conductivité thermique, w/m.K	$\lambda = 0,00133 T + 0,539911$

I.2.1.3. Les protéines du lait

Les protéines du lait sont les protéines animales les plus anciennement et abondamment consommées par l'être humain. Du fait de la simplicité avec laquelle on sait les isoler du lait nature. Elles présentent une grande diversité de structure et de propriétés physico-chimiques ; par ailleurs l'existence de grandes variations inter espèces compliquent leur description comparée.

Dans un lait ordinaire, la proportion moyenne en protéines est de 30 à 35 g/L ce qui représente 95% de l'azote total. Environ 80% se trouvent sous la forme de complexes macromoléculaires.

Il est important de noter que la variation du pH entraîne des transformations de structure de la β -lactoglobuline. Ceci peut être expliqué par le fait que les principales variantes de cette molécule possèdent des groupes -COOH dont le pK_A d'ionisation est modifié. Une autre variante de la molécule contient des résidus histidyl non titrables entre pH 6 et 4,5.

La configuration d'une protéine liée à ses structures secondaire et tertiaire est fragile. Il en résulte que le traitement des protéines par la chaleur, les acides, les bases, les solutions salines concentrées, les solvants...etc. peut modifier d'une façon plus ou moins importante cette configuration. La dénaturation, souvent irréversible, est considérée comme toute modification de structure. Il en résulte, en particulier la baisse de la solubilité et l'accroissement de la viscosité. Elle est suivie ; en particulier par électrophorèse (migration des protéines dans un champ électrique).

La dénaturation thermique reste la plus importante. La vitesse de dénaturation s'accroît de 600 fois chaque 10°C selon **Jeantet et al.** (2000). Elle dépend particulièrement de la concentration, du pH et des ions présents.

Tanford (1970) montre par des considérations thermodynamique de la dénaturation, que la β -lactoglobuline est la protéine ayant la plus faible énergie d'activation de la dénaturation. Ces considération restent très complexes car certaines liaisons ne pouvant être rompues qu'après d'autres.

Patel et al. (2007) expliquent une méthode de détermination de la dénaturation et de l'agrégation des protéines dans des poudres de lait écrémé. Des poudres de différentes classifications thermiques sont utilisées dans les laits et produits laitiers recombines. Ces poudres sont en général classées en «low-heat», «medium-heat» et «high-heat» selon leur indice d'azote des protéines solubles (WPNI). Cet indice mesure la teneur en azote des protéines de lactosérum (WPN) non dénaturées exprimée en mg/g de poudre. Cette classification thermique, basée sur le WPNI, donne une indication indirecte sur la dénaturation et l'agrégation des protéines de lactosérum et ainsi sur la sévérité des traitements thermiques utilisés au cours de la fabrication des poudres de lait, sévérité dont dépendent les propriétés fonctionnelles des poudres et leur aptitude à différentes applications.

I.2.1.4. Composition microbiologique du lait

Le lait contient toujours un nombre variable de cellules. Celles-ci correspondent à la fois à des constituants normaux comme les globules blancs, mais également à des éléments d'origine exogène que sont pour la plupart des micro-organismes contaminants.

De très nombreuses variétés de micro-organismes peuvent contaminer le lait. L'importance et la nature des contaminants dépendent de l'état sanitaire de l'animal, mais également des conditions hygiéniques observées lors de la traite, de la collecte et de la température de conservation du lait. Un lait est considéré comme peu contaminé s'il renferme quelques centaines à quelques milliers de germes par millilitre, un lait fortement pollué peut en contenir plusieurs centaines de milliers à plusieurs millions par millilitre.

1.2.2. Les traitements thermiques du lait

1.2.2.1. Généralités

A la fin du 19^e siècle, le traitement thermique du lait était devenu si courant que la plupart des laiteries utilisaient ce procédé pour toute application. Avant l'apparition du traitement thermique, le lait était une source d'infection, car il constitue un milieu de croissance parfait pour les micro-organismes. Le terme 'Pasteurisation' commémore Louis Pasteur qui, au milieu du 19^e siècle, réalisa ses travaux fondamentaux sur l'effet létal de la chaleur sur les micro-organismes et l'utilisation du traitement thermique comme technique de conservation.

La pasteurisation du lait est un type de traitement thermique spécial, que l'on peut définir comme, tout traitement du lait assurant la destruction certaine du Bacille Tuberculeux, sans influencer nettement sur les propriétés physiques et chimiques.

Tout traitement thermique devra prendre en compte la conservation des propriétés organoleptiques et nutritionnelles des produits finis.

Les traitements thermiques appliqués aux produits laitiers ont plusieurs objectifs:

1. la destruction des micro-organismes pour améliorer la qualité hygiénique et augmenter la DLC des produits finis ;
2. l'inactivation de certaines enzymes pour améliorer la stabilité des produits au cours de leur stockage;
3. la modification de la structure de certaines molécules telles que les protéines pour influencer sur la texture du produit fini, voire sur le rendement des opérations technologiques mises en oeuvre ultérieurement.
4. Mise en œuvre des produits de la réaction de Maillard pour certaines applications.

1.2.2.2. Cinétique de la destruction microbienne et d'inactivation enzymatique

Une souche pure de microorganismes en milieu aqueux est portée à une température létale constante (θ) et ce pour réaliser la mortalité des microorganismes. Cette mortalité ou destruction suit une cinétique d'ordre 1:

$$\frac{dN}{dt} = -k_{\theta}(N) \quad \text{I.11}$$

Cette équation s'intègre entre une population N_0 au temps zéro et une population N au temps t selon:

$$\int_{N_0}^N \frac{dN}{N} = \int_0^t -k_\theta t \Leftrightarrow \ln(N_0/N) = k_\theta t \quad \text{I.12}$$

Elle se ramène à :

$$\log(N_0/N) \approx \frac{k_\theta}{2.3} t = \frac{t}{D_\theta} \quad \text{I.13}$$

D_θ est le temps nécessaire pour détruire 90% de la flore initiale.

Pour passer de 3000 spores à 3 spores, il faut prévoir un traitement à 110 °C durant 600 secondes.

Si la température augmente, le temps de réduction décimale diminue. En effet, la relation entre les constantes de vitesse des cinétiques (temps 1 et 2) de destruction et la température est déduite de l'équation d'Arrhenius :

$$k_\theta = k_0 e^{\frac{-E}{RT}} \quad \text{I.14}$$

Par suite, on obtient:

$$\log(k_{\theta_2}/k_{\theta_1}) = \frac{E}{2.3R} (T_2 - T_1/T_1 \cdot T_2) = \frac{E}{2.3R} (\theta_2 - \theta_1/T_1 \cdot T_2) \quad \text{I.15}$$

L'équation précédente se ramène à la forme suivante car le facteur $\frac{E}{2.3R} (1/T_1 \cdot T_2)$ peut être considéré constant dans le domaine létale 70-90°C:

$$\log(k_{\theta_2}/k_{\theta_1}) = \frac{\theta_2 - \theta_1}{Z} \quad \text{I.16}$$

Le temps de traitement correspondant t_θ à la température θ se définit, pour effectuer n réductions dans le but d'assurer la stabilité, par :

$$t_\theta = n \cdot D_\theta \quad \text{I.17}$$

Donc :

$$\log(n \cdot D_{\theta_1}/n \cdot D_{\theta_2}) = \log(t_{\theta_1}/t_{\theta_2}) = \frac{\theta_2 - \theta_1}{Z} \quad \text{I.18}$$

Le temps de traitement est toujours rapporté à une température de référence (121,1°C), d'où:

$$t_{\theta} = t_{\theta.ref} \cdot 10^{\frac{\theta.ref - \theta}{Z}}$$

I.19

I.2.2.3. Principaux traitements thermiques et mise en œuvre

I.2.2.3.a But

On distingue classiquement deux types de traitements thermiques destinés à améliorer la qualité hygiénique et assurer une longévité de la durée de conservation des produits:

I.2.2.3.b Pasteurisation

La pasteurisation a pour objectif la destruction des formes végétatives incluant certains pathogènes et la réduction de la flore banale. Trois zones de couples temps température sont pratiqués:

1. Pasteurisation basse (62 à 65°C durant 30 minutes).
2. Pasteurisation haute (71 à 72°C durant 15 à 40 secondes).
3. Flash pasteurisation (85 à 90°C durant 1 à 2 secondes).

I.2.2.3.c Stérilisation

Par contre, la stérilisation concerne la destruction de l'ensemble des microorganismes susceptibles de se développer dans le produit. Deux couples temps – températures sont employés :

1. Stérilisation à 120°C durant 20 minutes.
2. Stérilisation à 140°C durant 4 secondes (Ultra - Haute Température ou UHT).

I.3. ENCRASSEMENT DES ÉCHANGEURS DE CHALEUR

I.3.1. Introduction

Les principaux problèmes rencontrés par les utilisateurs d'échangeurs thermiques ont trait aux phénomènes d'encrassement, de corrosion, de vibrations et de tenue mécanique. Malgré tout, un certain nombre d'études publiées montre que l'encrassement reste au premier rang des préoccupations des industriels du secteur des équipements de transferts thermiques. Une connaissance approfondie des facteurs influençant l'encrassement permettra de mieux gouverner ce problème à l'échelle industriel et ce pour réduire les coûts qui lui sont directement attribués.

L'encrassement des échangeurs de chaleur est un processus qui évolue en fonction du temps. Il se déroule généralement de manière continue d'une période allant de quelques

heures à plusieurs mois selon le secteur, et même plusieurs années jusqu'à atteindre un équilibre ou jusqu'à ce qu'il soit obligatoire de nettoyer.

En dépit du développement de corrélations, de modèle complexe de transfert de chaleur et de mécanisme de formation de crasse comme celui proposé par **Mansoori** (2001) dans le dimensionnement d'échangeur de chaleur, une attention relativement limitée a été apportée aux problèmes d'encrassement alors que ces derniers ont d'importances capitale sur l'efficacité de transfert de ces mêmes installations. Le problème est pris en considération par les constructeurs lors de la phase de conception des échangeurs et plus particulièrement lors du calcul de la puissance échangée, recherchée en introduisant un facteur correctif. Cette solution engendre des coûts de fabrication et d'exploitation supplémentaire et ne donne pas forcément les résultats escomptés.

Le problème de l'encrassement suscite l'intérêt des industriels dans les domaines telle que l'industrie pétrochimique, agroalimentaire et de la chimie et ce en raison de l'importance des installations de transfert de chaleur employées dans ces industries et sujets de cet encrassement dans un souci de politique générale de réduction de la consommation d'énergie.

Quel que soit le phénomène d'encrassement considéré, il est plus ou moins critique selon la nature des fluides employés et/ou la conception des échangeurs. Dans les situations réelles d'encrassement, il est bien évident que ces différents mécanismes interagissent ou se superposent de manière plus ou moins complexe.

Le couplage encrassement – dégradation des échanges thermiques a de fortes répercussions sur la rentabilité de l'opération. Les coûts liés à l'encrassement des échangeurs avoisinent les 5 milliards de \$ par an aux Etats-Unis dont 2 milliards rien que dans l'industrie du raffinage selon une étude réalisée par Van Norstrand (**Bailey**, 1999). Une autre étude présentée par **Chaudagne** (1992) réalisée pour le compte de GRETh (Groupement pour la Recherche sur les Echangeurs Thermiques) a révélée des coûts relatifs à l'encrassement de l'ordre de 4 milliards de Francs en France pour l'année 1990. Elle révèle également que l'encrassement particulaire et l'entartrage restent les deux types d'encrassement les plus fréquent.

Ces coûts intègrent les dépenses liées, d'une part, au dimensionnement (surdimensionnement de la surface d'échange à mettre en œuvre, incorporation d'équipements de nettoyage) à hauteur de 20% et, d'autre part, au fonctionnement (perte de production, diminution du transfert, frais de maintenance et nettoyage) à hauteur de 80% et ce malgré les efforts considérables déployés depuis les premiers travaux de **Kern** et **Seaton** (1959).

L'encrassement demeure encore un phénomène bien mal compris où l'empirisme reste le moyen le plus couramment utilisé. En effet, la large gamme d'écoulements et la panoplie des conditions industrielles existantes contribuent grandement à la méconnaissance du phénomène.

Les recherches sont actuellement menées sur deux voies, totalement différentes mais néanmoins complémentaires. La première à laquelle nous souhaitons nous rallier concerne entre autre la détection de l'encrassement, et la seconde, les produits et appareillages permettant le nettoyage de tels dépôts.

Le lait dès son extraction de la glande mammaire, et jusqu'à sa consommation, entre en contact avec une multitude de surfaces. La qualité du lait et des produits laitiers reflètent l'état de propreté de ces surfaces. Ces surfaces constituent ainsi des endroits où l'encrassement risque de se produire. Les crasses attachées aux surfaces réduisent l'efficacité des équipements de transformation, et plus particulièrement les équipements thermiques comme les échangeurs de chaleur où la température peut amplifier le phénomène et des unités de filtration. L'encrassement des surfaces engendre des frais considérables, d'abord pour le nettoyage, mais aussi pour l'achat d'équipements surdimensionnés nécessaires afin de compenser les manques d'efficacité. Seul le contrôle rigoureux de l'encrassement permet d'assurer la qualité des produits laitiers et la rentabilité des procédés de transformation.

1.3.2. Définition

L'encrassement, dans sa forme la plus générale peut être défini comme l'accumulation d'éléments solides indésirables sur une interface introduits ou créés involontairement dans le procédé, affecte une grande variété de processus industriels. Cette accumulation se fait par sédimentation, précipitations, réaction chimique, effet interfacial, colloïdal, électrocinétique, cristallisation, aggrégation ou suite à des phénomènes biologiques.

Dans le cas des échangeurs thermiques, la présence d'un gradient thermique élevé près de la surface peut perturber les mécanismes d'encrassement isotherme rencontrés, par exemple lors de l'utilisation de membrane ou de filtre.

Certains composés du lait et les bactéries peuvent se fixer aux surfaces des équipements. De plus, la nature des surfaces et des conditions d'utilisation des équipements ont une forte répercussion sur la formation de dépôts.

Ces constituants du lait ont tendance à venir s'attacher sur les surfaces. Parmi ces constituants, les protéines qui, en raison de leur nature chimique, peuvent s'accrocher aux parois chaudes des équipements. La chaleur fait changer la structure des protéines qui deviennent encore plus accrochantes. Les surfaces chaudes sont donc des endroits préférentiels des dépôts protéiques.

Le calcium et le phosphore et d'autres minéraux du lait, se déposent également sur les surfaces chaudes des différents équipements thermiques principalement en raison de leurs concentrations élevées dans le lait et provoquent l'obstruction des filtres employés pour concentrer certains produits laitiers pour l'obtention de poudres par exemple. La chaleur des équipements réduit la solubilité du phosphore et du calcium déjà en état de sursaturation dans le lait naturel et de ce fait il y a formation de précipités sur ces surfaces chaudes.

Les matières organiques peuvent également se déposer et offrent les conditions optimales à la contamination microbienne. Elles procurent aux bactéries tous les aliments nécessaires à leurs croissance et leurs fournissent une protection lors du processus de nettoyage. Cet environnement empêche la pénétration des éléments bactéricides ou encore les neutralisent. Certaines bactéries peuvent également produire des substances qui leurs permettent une meilleure adhérence sur les surfaces et une meilleure résistance face aux désinfectants.

1.3.3. Classification

Pour diminuer les coûts liés à l'encrassement et pour améliorer l'utilisation des échangeurs de chaleur, il est plus que nécessaire de comprendre les différents types et mécanismes élémentaires mis en jeu. Les types d'encrassements les plus rencontrés sont classés par **Faux** (2003) selon deux critères:

1. Origine de l'encrassement :
 - a. L'encrassement par cristallisation.
 - b. L'encrassement par corrosion.
 - c. L'encrassement biologique.
 - d. L'encrassement par réaction chimique.
 - e. L'entartrage.
 - f. L'encrassement particulaire.

2. Nature de l'encrassement:
 - a. Dépôt mou.
 - b. Dépôt dur.
 - c. Dépôt poreux.

1.3.4. Courbes d'encrassement

La crasse déposée sur la surface de l'échange thermique crée une nouvelle résistance au flux thermique transféré d'où une diminution de ces performances. A la résistance thermique de l'échangeur à l'état propre R_0 vient s'additionner une nouvelle résistance relative à cette crasse R_d . La résistance globale R_g est la somme des deux résistances placées en série:

$$R_g = R_{pro} + R_d \quad \text{I.20}$$

La résistance d'encrassement peut évoluer de plusieurs façons et ce en fonction des propriétés physiques, du pouvoir encrassant du fluide et de la géométrie de l'échangeur. Ces évolutions présentées sur la figure I.6 ont été formulées par **Duffau et al.** (1991).

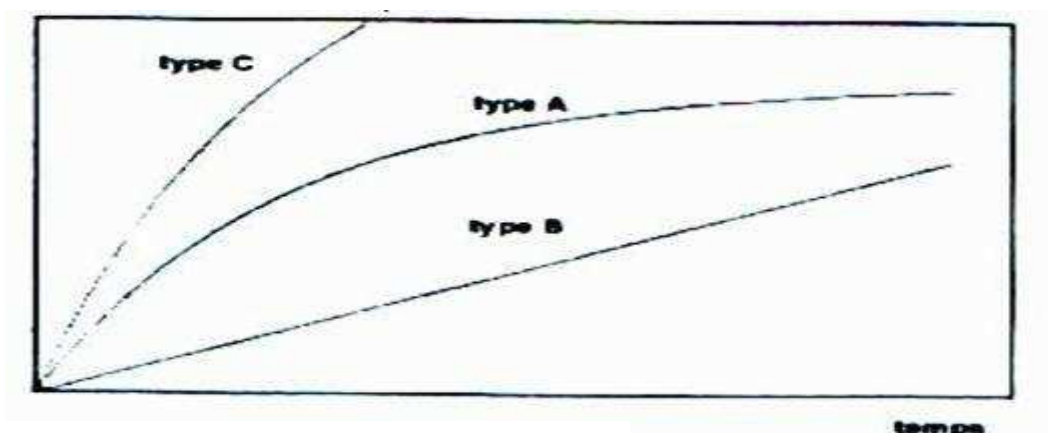


Figure I.6 Courbes d'encrassement.

L'évolution A est de classe asymptotique. Après un certain temps, le dépôt atteint un état d'équilibre. La vitesse de dépôt est égale à la vitesse de réentraînement.

L'évolution B est de classe linéaire. La vitesse de dépôt est constante et celle du réentraînement est négligeable.

L'évolution C est de classe à taux décroissant sans asymptotique.

1.3.5. Prise en compte de l'encrassement dans la phase de conception d'un échangeur

Les tableaux TEMA (Tubular Exchanger Manufacturers association) présentés par **Chenoweth** (1990) donnent des valeurs empiriques des résistances d'encrassement. Certains fournisseurs donnent également leurs valeurs des résistances d'encrassement issues de leurs propres essais.

Elles sont utilisées pour évaluer le surdimensionnement de l'échangeur nécessaire pour contrecarrer cet encrassement. Malheureusement ce surdimensionnement mène à une augmentation des coûts par rapport aux coûts en conditions.

En tenant compte de l'encrassement, la puissance transmise à travers un échangeur est donné par :

$$P = U_{\text{encra}} A_{\text{encra}} \Delta T_{\text{log}} \quad \text{I.21}$$

Cette même puissance est obtenue avec les conditions propres selon :

$$P = U_{\text{pro}} A_{\text{pro}} \Delta T_{\text{log}} \quad \text{I.22}$$

Epstein (1988a) et d'autres, **Müller-Steinhagen** et **Middis** (1989) etc., donnent la résistance de du dépôt qui vient s'additionner à la résistance dans les conditions propres selon :

$$\frac{1}{U_{\text{encra}}} = \frac{1}{U_{\text{pro}}} + R_d \quad \text{I.23}$$

Avec :

$$R_d = \frac{\text{Mass}_d}{\rho_d \lambda_d} \quad \text{I.24}$$

1.3.6. Mesure de la résistance d'encrassement

Il existe deux théories pour calculer la résistance d'encrassement.

La première suppose que la loi de transfert côté fluide encrassant n'évolue pas ou peu et dans cette situation la résistance d'encrassement est donnée par l'équation précédente.

La deuxième par contre indique que la loi de transfert évolue au cours de l'encrassement car la résistance d'encrassement peut diminuer au début de l'opération et peut même prendre des valeurs négatives du fait de la perturbation de la sous-couche visqueuse due à la rugosité de la surface de dépôt. Le coefficient de transfert peut donc changer dans ces

conditions et tout ceci en considérant que le canal ne s'obstrue pas. Cette théorie est présentée principalement par **Pinheiro** et **Melo** (1988) et **Crittenden** et **Kolaczowski** (1992). Dans cette situation, on a en conditions propres:

$$\frac{1}{U_{\text{pro}}} = \frac{1}{h_{\text{proC}}} + \frac{1}{h_{\text{proF}}} + \frac{e_{\text{pl}}}{\lambda_{\text{pl}}} \quad \text{I.25}$$

En conditions d'encrassement, une résistance, notée R_d , due à l'encrassement s'ajoute :

$$\frac{1}{U_{\text{enca}}} = \frac{1}{h_{\text{proC}}} + \frac{1}{h_{\text{encaF}}} + \frac{e_{\text{pl}}}{\lambda_{\text{pl}}} + R_d \quad \text{I.26}$$

I.3.7. Cinétique de l'encrassement

I.3.7.1. Introduction

Il paraît jusqu'à ce stade de notre réflexion qu'il n'est pas possible d'éliminer totalement l'encrassement. On cherche donc à réduire au minimum cet encrassement en ayant une cinétique de formation la plus lente possible.

Epstein (1988b) observe qu'il existe plusieurs formes d'évolution de la résistance d'encrassement en fonction du temps : asymptotique, non asymptotique, linéaire et "en dent de scie".

En général, un temps de retardation ou induction est observé avant que la résistance devienne importante et que l'on puisse observer une forme d'évolution bien caractérisée.

I.3.7.2. Encrassement asymptotique

Cette classe est observée surtout pour l'encrassement particulière selon **Epstein** (1989).

Le modèle de **Kern et al.** (1959) stipulent que le flux de déposition augmente linéairement avec la masse du dépôt par unité de surface en ayant en permanence une existence collégiale entre la déposition et l'enlèvement de ce dépôt. Le modèle de **Kern et al.** (1959) mène à une équation du type:

$$R_d = R_d^{\text{asy}}(1 - e^{-a_t t}) \quad \text{I.27}$$

Epstein et **Bowen** (1989) quand à eux indiquent qu'il faut un certain temps t_{asym} ($t_{\text{asym}} = 1/a_t$) pour aboutir à la résistance asymptotique. Ce temps dépend principalement des flux de déposition Φ_d et de réentraînement Φ_r et de la contrainte de cisaillement τ_{ss} et de la résistance d'encrassement asymptotique selon **Kern** et **Seaton** (1959) et **Taborek et al.** (1972).

Plusieurs expressions ont été présentées dans la littérature mais celle de **Cleaver** et **Yates** (1973) appliquée avec certaines conditions reste la plus plausible, où:

$$t_{\text{asym}} = 100 \frac{\mu/\tau_{ss}}{\xi\sigma} \quad \text{I.28}$$

I.3.7.3. Encrassement non asymptotique

Cette classe est observée surtout pour l'encrassement par entartrage selon **Hasson** (1981). Lors de l'encrassement type non asymptotique, la déposition est plus importante que l'enlèvement.

Reitzer (1964) est parmi ceux qui ont proposé des mécanismes pour l'entartrage à solubilité inverse par rapport à la température. En effet, si la température du fluide augmente, la solubilité du sel dissous initialement diminue. Sa théorie conduit à une configuration non asymptotique.

La variation de la résistance d'encrassement en fonction du temps est donnée par:

$$\frac{dR_d}{dt} = (\Phi_d - \Phi_r) = K(C_1 - C_{\text{sat}})^n \quad \text{I.29}$$

Si on néglige le réentraînement:

$$\frac{dR_d}{dt} = \Phi_d = K(C_1 - C_{\text{sol}})^n \quad \text{I.30}$$

Avec:

C_1 : Concentration en sel d'une solution saturée à la température T_1 ($C_1 > C_{\text{trav}}$, C_{trav} concentration du sel à la température de travail).

C_{sol} : Solubilité du sel à la température de travail T_{trav} de la surface chaude ($T_{\text{trav}} > T_1$).

$$\frac{1}{U_{\text{encra}}^n} - \frac{1}{U_{\text{pro}}^n} = K(n+1)t \quad \text{I.31}$$

I.3.7.4. Encrassement linéaire

Cette classe est observée surtout lorsque l'encrassement se fait à vitesse constante et l'enlèvement se fait à vitesse négligeable.

$$\frac{dR_d}{dt} = \frac{\Phi_d}{\lambda_d \rho_d} \quad \text{I.32}$$

1. Il est possible de considérer dans certaines conditions que le flux de déposition Φ_d est constant ce qui mène à une configuration linéaire.

$$\Phi_d = \frac{C_{fl} - C_{sat}}{\frac{1}{K_m} + \frac{1}{K_r (C_p - C_{sat})^{n-1}}} \quad \text{I.33}$$

Qui se résume à:

$$\Phi_d = \frac{C_{fl} - C_{sat}}{\frac{1}{K_m}} \quad \text{I.34}$$

Lors de l'encrassement par réaction, le cas de la corrosion par exemple, le flux de déposition est constant si:

2. En néglige le terme $\frac{e_d}{D_{O_2}}$ par rapport à $\frac{1}{K_m} + \frac{1}{K_r C_p^{n-1}}$ dans l'équation suivante :

$$\Phi_d = \frac{C_{fl}}{\frac{1}{K_m} + \frac{e_d}{D_{O_2}} + \frac{1}{K_r C_p^{n-1}}} \quad \text{I.35}$$

Si l'encrassement par réaction domine celui par réaction, le flux devient :

$$\Phi_d = K_m C_{fl} \quad \text{I.36}$$

I.3.7.5. Encrassement "en dent de scie"

Cette classe est observée lorsque le flux net de l'encrassement dépasse une valeur critique où les forces de cisaillement capables d'enlever le dépôt dépassent les forces d'adhésion et ainsi le détachement devient périodique sous certaines conditions de l'écoulement, de la température et de la concentration et qui donne un amoindrissement du dépôt.

Selon **Ritter** et **Suitor** (1977) ce type de cinétique est probablement dû au mariage de deux types de cinétiques qui donnent deux sortes de dépôts dont l'un peut se détacher et l'autre non. Ainsi, les modèles déjà revus peuvent être considérés pour ce type de cinétique d'encrassement.

I.3.8. Mécanisme d'encrassement

I.3.8.1. Introduction

Dans cette partie, on s'intéressera exclusivement au mécanisme d'encrassement particulière, objet de notre recherche, prépondérant dans le domaine agroalimentaire. Il faut

signaler que d'autres mécanismes existent pour décrire le déroulement de la déposition en particulier le mécanisme de l'encrassement crée par une réaction chimique.

Cooper et al. (1980) sont parmi ceux qui ont décrit le processus de l'encrassement particulaire en considérant son déroulement en cinq étapes.

1. Etape 1: C'est un temps où la surface d'un échangeur de chaleur, par exemple, fonctionne à l'état propre sans encrassement. C'est l'étape d'initiation.
2. Etape 2 : C'est le transfert des particules au voisinage de la paroi.
3. Etape 3 : C'est l'adhésion et l'agrégation des particules sur la paroi.
4. Etape 4 : C'est le réentraînement du dépôt ou d'une partie du dépôt.
5. Etape 5 : C'est le vieillissement du dépôt sur la surface.

Selon **Müller – Steinhagen** et **Middis** (1989) l'étape d'initiation est assez souvent négligée lors de l'élaboration des modèles, traitent le mécanisme d'encrassement et celle du vieillissement, reste très peu étudiée dans la littérature spécialisée.

I.3.8.2. Etape 2 : Transfert des particules à de la paroi

I.3.8.2.a Relaxation des particules

Le temps de relaxation définit par **Fridlander** et **Johnstone** (1957) est un paramètre, noté t_p , très important pour l'estimation des coefficients de transport en fonction du régime d'écoulement. Il est le rapport de la vitesse initiale de la particule u_0 sur la distance d'arrêt d_a . Un bilan des forces sur la particule permet la détermination de cette distance nécessaire à la seule force de traîne exercée par un fluide pour arrêter une particule :

$$3\pi\eta u_{part} d_{part} = -\frac{\pi d_{part}^3 \rho_{part}}{6} u_{part} \frac{d(u_{part})}{d(d_a)} \quad I.37$$

Après intégration et simplification:

$$d_a = \frac{\rho_{part} d_{part}^2 u_0}{18\mu} \quad I.38$$

On a donc :

$$t_p = \frac{\rho_{part} d_{part}^2}{18\mu} \quad I.39$$

Puisque :

$$d(d_a) = u_{part} dt \quad I.40$$

I.3.8.2.b Transport par diffusion

Les particules en suspension dans le cas d'un écoulement turbulent se déplacent avec le fluide et sont transportées vers la paroi à travers la sous-couche visqueuse par l'agitation des molécules du fluide.

Les corrélations d'échange thermique peuvent être présentées sous la forme :

$$\text{Nu} = a \text{Re}^b \text{Pr}^c, \text{ ou encore } \text{St}_t = a \text{Re}^{b-1} \text{Pr}^{c-1} \quad \text{I.41}$$

Le coefficient de transfert de masse K_m est obtenu en réalisant des corrélations du transfert de chaleur et en opérant l'analogie entre le transfert de chaleur et le transfert de masse pour des surfaces lisses. Il est donné par :

$$\text{St}_t \text{Pr}^{2/3} = \frac{K_m}{u_m} (\mu/\rho D_m)^{2/3} = a \text{Re}^{b-1} \quad \text{I.42}$$

Le coefficient de diffusion pour des solutions diluées et pour des particules sphériques est donné par **Einstein** (1956) :

$$D_m = (1,3810^{-3} T/3 \pi \mu d_{\text{part}}) \quad \text{I.43}$$

On trouve également dans la littérature une expression du coefficient de transfert de masse en phase diffusionnelle donnée par **Friend et Metzner** (1958) :

$$K_m = 0.084 u_m (f/2)^{1/2} \text{Sc}^{-2/3} \quad \text{I.44}$$

I.3.8.2.c Transport par inertie

En régime turbulent, l'énergie cinétique fournie par le fluide aux grosses particules leur permet de traverser la sous-couche visqueuse et atteindre ainsi la paroi.

I.3.8.2.d Transport par impaction

Dans cette situation, la vitesse de la particule s'approche de celle du frottement et la particule s'arrête pratiquement à l'approche de la paroi. Dans cette configuration de transport les particules ne suivent plus les lignes de courant.

La vitesse de frottement est donnée par :

$$\bar{u} = u_m (f/2)^{1/2} \quad \text{I.45}$$

On peut conclure à l'image de cette revue que :

1. La diffusion où le coefficient de transport est confondu avec le coefficient de transfert de masse. Ce dernier dépend de la vitesse de frottement et du diamètre de la particule.
2. La phase d'inertie où le coefficient de transport dépend fortement de la vitesse de frottement et du diamètre de la particule.
3. La phase d'impaction où le coefficient de transport dépend uniquement de la vitesse de frottement.

Pour des surfaces rugueuses, l'expérience montre que le transport des particules est meilleur pour les différentes phases et ce en raison d'une turbulence meilleure et une diminution de l'épaisseur de la sous-couche visqueuse selon **Bailer** (1998).

I.3.8.3. Etape 3 : Adhésion des particules

Watkinson (1970) définit la densité de flux de dépôt par:

$$\Phi_d = K_t C_{fl} \bar{P}_{part} \quad I.46$$

Où :

\bar{P}_{part} exprime la probabilité d'adhésion de la particule sur la paroi et qui fournit une indication sur la capacité de la particule à s'attacher sur la paroi. Elle est donnée par:

$$\bar{P}_{part} = \frac{K_d}{K_t} \quad I.47$$

I.3.8.3.a Les forces hydrodynamiques à la paroi

Une particule sphérique accrochée à une paroi dans un écoulement turbulent est soumise à des forces qui luttent contre le mécanisme d'adhésion de la particule:

1. Une force de drainage qui traduit l'augmentation de la résistance visqueuse du fluide quand une particule s'approche de la paroi. Elle dépend du diamètre de la particule.
2. Une force de lift défini par **Saffman** (1965) perpendiculaire à l'écoulement. Elle est subie par une particule ayant une vitesse longitudinale par rapport au fluide dans un écoulement cisailé. Elle dépend fortement du diamètre de la particule dans la sous-couche visqueuse. **Adomeit** et **Renz** (1996) considèrent le dépôt de particules de SiO_2 sur une surface d'échangeur de chaleur pour mettre en évidence l'importance de cette force. Il montre que le dépôt est moins prononcé pour des débits de plus en plus élevés avec la force de lift et inversement. Ce dépôt est également de plus en plus faible avec des probabilités d'adhésion plus faible.
3. Une force tangentielle à la surface. Elle dépend de la contrainte de cisaillement à la paroi τ_p et du diamètre de la particule. En général, cette force domine la force de lift.

I.3.8.3.b Les forces de surfaces

En milieu ionique, le transport est en régime diffusionnel, les forces de surface entre une particule et une paroi sont :

A. La force de Van der Waals

C'est une force attractive étant le résultat de l'interaction des moments dipolaires dus aux mouvements des électrons autour des noyaux d'atomes neutres.

Visser (1988) exprime cette force dans le cas idéal pour deux particules sphériques par :

$$F_{\text{Walls}} = \frac{A_w R_1 R_2}{6(R_1 + R_2)H_{12}^2} \quad \text{I.48}$$

Avec :

A_w : constante de Hamaker (de l'ordre de 10^{-20} Joules), R_1 et R_2 respectivement le rayon des particules 1 et 2 et H_{12} : la distance entre les deux particules.

$$A_w = (\sqrt{A_{11}} - \sqrt{A_{33}})(\sqrt{A_{22}} - \sqrt{A_{33}}) \quad \text{I.49}$$

L'indice 3 correspond au milieu. Les constantes A_{ii} sont calculées selon :

$$A_{ii} = \frac{3}{4} \pi^2 N_i^2 P_i \varpi_i^2 \quad \text{I.50}$$

Avec :

$$\varpi_i = \frac{3}{4\pi N_i} \frac{n_i^2 - 1}{n_i^2 + 2}, \text{ où } n_i \text{ exprime l'indice de réfraction des particules } i.$$

B. La force électrostatique

C'est une force résultant de l'interaction entre les charges obtenues par les particules et les surfaces introduites dans un liquide. Les ions de signe opposés à la paroi sont attirés vers celle et dans ce cas la force électrostatique est attractive et inversement pour les ions de même signe et dans ce cas la force sera répulsive. C'est ainsi qu'il existe une double couche électrique à l'entourage de la paroi qui fait qu'une couche préliminaire peut se déposer sur la paroi.

En conclusion :

L'adhésion des particules sur une surface métallique reste un phénomène très complexe qui dépend des :

1. Forces de Van der Waals.
2. Forces électrostatiques.

Un encrassement peut se produire si l'énergie d'interaction entre le dépôt et la surface exprimée par **Zhao** (2005) est négative.

I.3.8.4. Etape 4 : Le réentraînement et l'autoretardation de dépôt

Le réentraînement et l'autoretardation de dépôt permettent de le réduire lors de l'encrassement particulaire et ce durant des conditions hydrodynamiques stables.

Le réentraînement fait suite à l'équilibre entre les contraintes de cisaillement à la paroi et les forces de cohésion du dépôt. Il dépend principalement de la taille des particules et du débit du fluide.

Le flux de réentraînement est donné par:

$$\Phi_r = K_{re} \text{Mass}_d \quad \text{I.51}$$

Plusieurs auteurs se sont penchés sur le problème pour expliquer l'origine du réentraînement d'un dépôt. En particulier, **Cleaver** et **Yates** (1976), **Hobbe** (1985) et plus récemment **Karabelas** et **Yiantos** (1995). Ils suggèrent que la force tangentielle est la cause de l'enlèvement des particules déposées sur la paroi en les faisant rouler sur celle-ci avant d'être arrachée.

Thomas (1973) exprime ainsi le flux de dépôt par :

$$\Phi_d = \Phi_{d0} \exp(-b \text{Mass}_d) \quad \text{I.52}$$

Φ_{d0} et b sont présentés par expression empiriques en fonction du nombre de Reynolds selon :

$$\text{Mass}_d = a \text{Re}^b \ln(1 + a C_{fl} t / \text{Re}^b) \quad \text{I.53}$$

Enfin, il faut signaler que certains travaux contestent tout simplement l'existence de cette phase d'enlèvement du dépôt lors d'essais expérimentaux effectués avec différentes particules et différents fluides. C'est le cas de **Williamson** et **Bott** (1996) et **Vasak et al.** (1995).

I.3.9. Modèles d'encrassement

I.3.9.1. Modèle de Kern – Seaton (1959)

Kern et **Seaton** (1959) proposent un flux net de dépôt Φ_n défini comme étant la différence entre un flux de dépôt et un flux de réentraînement selon :

$$\Phi_n = \frac{d \text{Mass}_d}{dt} = (\Phi_d - \Phi_r) \quad \text{I.54}$$

Avec :

$$\Phi_d = K_m (C_n - C_p) \quad \text{I.55}$$

Le dépôt est ainsi gouverné par le transfert de masse à la paroi. Par contre, le réentraînement est gouverné par la masse de dépôt et la contrainte de cisaillement. Ceci fait que les particules les plus récemment déposées sur les dernières couches sont plus concernées par le réentraînement que les plus anciennes.

L'intégration de l'équation du flux net donne la masse de dépôt pour une masse initiale nulle et un flux de dépôt constant :

$$\text{Mass}_d = \text{Mass}_d^{\text{asy}} (1 - \exp(-t/a_t)) \quad \text{I.56}$$

Avec :

$$\text{Mass}_d^{\text{asy}} = \Phi_d a_t \quad \text{I.57}$$

C'est ainsi que **Kern** et **Seaton** (1959) trouvent que l'encrassement suit une évolution asymptotique.

Cleaver et **Yates** (1976) propose pour la constante:

$$a_t = \frac{210^4 \mu}{\varepsilon \tau_p} \quad \text{I.58}$$

La résistance d'encrassement est donnée par:

$$R_d = R_d^{\text{asy}} (1 - \exp(-t/a_t)) \quad \text{I.59}$$

Car :

$$R_d = \frac{\text{Mass}_d}{\rho_d \lambda_d} \quad \text{I.60}$$

I.3.9.2. Modèle de Watkinson et Epstein (1970)

Watkinson et **Epstein** (1970) considèrent que l'encrassement se déroule en deux étapes :

1. Transport des particules vers à la paroi.
2. Adhésion des particules sur la paroi propre ou sur les particules déjà déposées.

Ils expriment une nouvelle loi pour le flux de dépôt, en conservant celle pour le réentraînement annoncée par **Kern** et **Seaton** (1959), par :

$$\Phi_d = K_m \bar{P} (C_{fl} - C_p) \quad I.61$$

Avec :

$$\bar{P} = \frac{a e^{-E/RT_p}}{u_m^2 f} \quad I.62$$

I.3.9.3. Modèle de Cleaver et Yates (1976)

La nouveauté du modèle de **Cleaver** et **Yates** (1976) est de considérer un mécanisme nouveau pour le réentraînement en faisant intervenir la théorie de la structure de la turbulence dans la sous-couche visqueuse.

I.3.9.4. Modèle de Pinheiro (Melo et Pinheiro, 1988)

Le modèle de **Pinheiro** (1988) est un modèle assez général qui reprend pratiquement l'ensemble des modèles déjà évoqués pour le mécanisme.

La densité du flux de dépôt est donnée par :

$$\Phi_d' = \frac{C_{fl}}{\frac{1}{K_1 \sqrt{f u_m}} + \frac{u_m^b}{K_0 e^{-E_{ad}/RT_p}}} = \frac{C_{fl}}{\frac{1}{K_t} + \frac{1}{K_{ad}}} \quad I.63$$

Où K_0 et K_1 des constantes de proportionnalité.

Pour le réentraînement, **Pinheiro** (1988) reprend le modèle de **Cleaver** et **Yates** (1976) qui indiquent qu'il se produit au-delà d'une certaine vitesse de fluide minimale. Il exprime le flux de réentraînement par :

$$\Phi_r = K_p f \left(u_m / u_{min} \right)^{2-a} R_d \quad I.64$$

Où K_p est une constante de proportionnalité et a une constante avec : $0 < a \leq 2$.

I.3.9.5. Modèle de Vatistas (1989)

Vatistas (1989) reprend le modèle de **Cleaver** et **Yates** (1976) mais considère qu'il faut un certain temps pour que la particule puisse adhérer à la paroi contrairement à **Cleaver** et **Yates** (1976) qui considère que l'adhésion est instantanée.

En conclusion, il ressort de cette revue bibliographique des modèles d'encrassement que la détermination des mécanismes reste difficile vu la complexité des phénomènes ayant lieu d'une part et des différentes géométries complexes qui peuvent être employées d'autre part. La difficulté est également accentuée par la présence d'écoulements tridimensionnels qui peuvent évoluer en raison de l'influence du dépôt. On note enfin, que pratiquement l'ensemble des modèles proposés optent pour un encrassement en deux étapes : le transport et l'adhésion pour une évolution asymptotique de la résistance d'encrassement particulaire.

1.3.10. Revue bibliographique des différents paramètres

1.3.10.1. Introduction

Plusieurs paramètres peuvent influencer l'encrassement à différents niveaux du processus et à différents degrés selon presque la totalité de la documentation revue.

Il faut noter qu'il n'est pas très rigoureux de comparer différents résultats car ils ne sont jamais réalisés dans les mêmes conditions opératoires ou de simulations. Dans ce travail on se limitera à certains paramètres sans considérer le reste et qui peuvent faire l'objet de travaux futurs vu la complexité et l'interdépendance des différents paramètres.

1.3.10.2. La température

Nous avons déjà noté que les forces d'adhésion sont fonction de la température avec une relation type Arrhenius et de ce fait la température est le paramètre le plus important et le plus influent sur l'encrassement.

Le chauffage du lait augmente la formation de dépôts. Plus l'écart de température entre la surface chauffante et le produit est grand, plus le dépôt est important. On peut minimiser l'encrassement en réduisant le différentiel de température entre le produit et la surface. Lorsque le procédé le permet, les traitements thermiques lents, à différentiel faible, sont recommandables.

Pratiquement tous les travaux revus étudient la température vu son importance et montrent qu'elle est le paramètre moteur de l'encrassement : **Burton** (1968) ; **Kessler** et **Beyer** (1991) ; **Belmar-Beiny et al.** (1993) ; **Toyoda et al.** (1994) ; **Corredig** et **Dalgleish** (1996) ; **Elofsson et al.** (1996) ; **Jeurnink et al.** (1996) ; **Santos et al.** (2003).

Plusieurs modèles décrivent le transport et l'adhésion supposant le fait que le flux de dépôt augmente avec la température.

Adomeit et **Renz** (1992 et 1996) montrent que la densité du flux de dépôt moyen augmente avec la température à différents pH pour des particules de Rutile TiO_2 et ce en calculant le potentiel des forces de surface en fonction de la distance particules paroi.

En conclusion, l'augmentation de la température peut donner lieu à une adhésion ou non selon le pH et le milieu considéré.

De Jong (1996 et 1997) ; **Visser** et **Jeurnink** (1997) montrent expérimentalement dans des travaux similaires que l'augmentation de la température provoque un dépôt sur la surface d'un échangeur de chaleur lors d'une phase de traitement du lait. Ils proposent deux types d'encrassements, le premier vers une température de 90°C composé essentiellement de protéines (70%) et le second composé de sels (80%) à une température de 110°C. Ils proposent un modèle d'encrassement et les différents paramètres qui influent sur l'encrassement. En particulier, la température motrice de cet encrassement et ce par le biais d'une relation type Arrhenius qui a été déterminée et validée expérimentalement à une température de 115°C.

Jun et **Puri** (2006) montre par simulation que la vitesse d'encrassement et la masse de dépôt augmentent avec la température le long des canaux de plusieurs types d'écoulements dans des échangeurs de chaleur à plaques en se basant sur un modèle composé essentiellement par des équations issues des bilans de masse et d'énergie. Cette augmentation est due à la diminution du débit d'écoulement et du coefficient d'échange global. Enfin, l'auteur observe une excellente adéquation lors de la validation du modèle avec ceux de **Georgiadis et al.** (2000).

I.3.10.3. La vitesse de l'écoulement et le nombre de Reynolds

Les conditions d'utilisation des équipements laitiers peuvent contribuer à l'encrassement des surfaces. Ainsi, les faibles vitesses d'écoulements et, pire encore, la stagnation du lait favorisent la formation et le développement des dépôts. Les attentes prolongées en bassins non agités ou dans les chaînes de transformation sont donc à éviter.

Plusieurs auteurs se sont intéressés au rôle de la vitesse d'écoulement ou du nombre de Reynolds sur l'encrassement. Une augmentation de la vitesse peut faire diminuer l'encrassement puisque le réentraînement devient important selon **Rakes et al.** (1986) mais engendre des pertes de pression importante et exige ainsi un apport énergétique à cette perte.

Delplace et al. (1997), **Belmar-Beiny et al.** (1993), **Bradley** et **Fryer** (1992), montrent que la distribution et la nature de l'écoulement, le cas par exemple d'écoulement pulsatoire, peut donner lieu à une diminution aléatoire ou irrégulière de l'encrassement et même des fois à une absence totale de diminution de l'encrassement quand la vitesse de l'écoulement augmente.

Dans un travail antérieur, **Müller - Steinhagen et al.** (1986) montrent, dans le cas d'une température constante à la paroi, que la résistance d'encrassement diminuait lorsque la vitesse d'écoulement augmentait.

Müller -Steinhagen et **Middis** (1989) étudient l'influence des conditions opératoires sur l'encrassement des particules d' Al_2O_3 sur un échangeur à plaques. Les résultats montrent particulièrement qu'une augmentation de la vitesse engendre une diminution de la résistance asymptotique d'encrassement du fait de l'accroissement des contraintes de cisaillement à la paroi. La loi de dépendance établit correspond à celle proposée par le modèle de **Watkinson** et **Epstein** (1970) où l'encrassement est contrôlé par l'adhésion.

Paterson et Fryer (1988), Changani et al. (1997) indiquent qu'une augmentation de la vitesse fait diminuer l'épaisseur et le volume de la couche limite laminaire et tout ceci fait diminuer la quantité de la crasse déposée.

Gotham (1990) aboutit aux mêmes résultats pour un échangeur tubulaire et explique ceci par l'augmentation du nombre de Reynolds qui est lié au facteur de friction et qui donne ainsi des contraintes de cisaillement importantes.

L'encrassement dans des pipes a été considéré par **Becker et al. (1996)**. Ils stipulent que différentes industries sont concernées par ce problème qui engendre des problèmes de natures dynamique et thermique. Le document développe un modèle qui calcule l'encrassement dans la tuyauterie en temps réel. Il est implanté sur une unité industrielle existante pour diriger correctement l'encrassement. Le modèle considère l'influence du nombre de Reynolds et qui montre une dépendance très intime avec ce paramètre.

Basset et al. (2000) considèrent en particulier l'effet de la vitesse lors de la déposition de particules de magnétites en suspension dans l'eau à une température nominale de 90°C sur des surfaces d'Alliage-800 qui a été étudiée par des techniques chimiques et de radio traçage dans des conditions d'écoulement, de chimie et de transfert de chaleur par ébullition variées. Les expériences indiquent que dans des conditions de non ébullition, les mécanismes basés sur la diffusion et la thermophorèse contrôlent la déposition tandis que le réentraînement est négligeable. Pour l'ébullition sous-refroidie à une faible vitesse, la saisie des particules par les bulles est importante; à une vitesse élevée, la déposition pendant l'évaporation de la microcouche domine.

Adomeit et al. (2000) présentent une méthode numérique permettant de prédire et d'étudier le rôle de la vitesse de déposition de microparticules suspendues dans un écoulement liquide sur les parois voisines. Le transport des particules est non seulement diffusif mais il est également soumis à la force de poussée hydrodynamique et à la mobilité réduite des particules. Une expression appropriée pour la migration induite par la poussée est introduite dans la méthode numérique. Les résultats de cette expression concordent de façon quantitative avec des données expérimentales publiées antérieurement, ce qui montre un effet significatif de la vitesse des particules induit par la poussée.

Ian et al. (2000) utilisent une solution de lysozyme de 1% en poids comme fluide modèle pour tester un modèle mathématique préalablement formulé pour la vitesse d'encrassement de réaction chimique initiale d'une surface de transfert de chaleur. Les résultats expérimentaux montrent qu'à une température de paroi donnée, il existe une vitesse d'encrassement initiale maximale dans une gamme de vitesses de fluide. La vitesse maximale et la vitesse de fluide auxquelles se produit l'encrassement augmentent toutes deux avec l'augmentation de la température.

Jun et Puri (2006) montre par simulation que l'encrassement et la vitesse de l'écoulement et sa distribution dans les canaux de l'échangeur sont intimement liés et ce on se basant sur un modèle établi sur les deux directions de l'écoulement.

En se basant sur le modèle d'encrassement de **Kern et Seaton (1959), Pinheiro et Melo (1988)** montrent qu'une augmentation de la vitesse se traduit par une contrainte de cisaillement plus forte mais tend à créer un dépôt plus compact. Un dépôt obtenu à forte

vitesse est plus fin mais plus stable qu'un dépôt obtenu à vitesse plus faible. Hypothèse confirmée par les travaux de **Müller-Steinhagen** (1988).

C'est ainsi que **Pinheiro** et **Melo** (1988) suggèrent que la structure du dépôt n'est pas homogène mais constituée d'au moins de deux couches, l'une proche de la paroi solide et adhérente et l'autre externe en contact avec le fluide composée de particules plus détachables. Ils concluent que la vitesse de réentraînement concerne essentiellement la couche externe.

D'un autre côté, Ils indiquent également qu'à des vitesses faibles, le transport des particules à la paroi limite le processus puisque le transfert de masse est faible. Une augmentation de la vitesse fait à la fois augmenter le flux de réentraînement, le flux de dépôt et la cohésion des particules. L'épaisseur du dépôt sera donc plus grande.

La vitesse influait également sur le mécanisme de dépôt. Pour des nombres de Reynolds élevés, un changement dans le mécanisme limitant l'encrassement a lieu et le processus de dépôt est commandé par l'adhésion. Le flux de dépôt cesse de croître mais le flux de réentraînement devient de plus en plus important.

Les essais expérimentaux de **Pinheiro** et **Melo** (1988) fond apparaître un point de transition à partir duquel l'augmentation de la vitesse n'a plus d'influence sur l'arrachement du dépôt. Ceci confirme l'idée d'un dépôt composé de deux couches.

Epstein (1997) analyse l'effet de la vitesse de l'écoulement sur l'encrassement en adoptant le modèle de **Kern** et **Seaton** (1959) comme point de départ : une allure asymptotique entièrement due au réentraînement des particules, sans autoretardation. Il montre que la résistance asymptotique diminue quand la vitesse de frottement augmente et ce pour des dépôts contrôlés soit par l'adhésion ou par le transport:

$$R_d^{asy} \propto \frac{1}{u^4} \quad I.65$$

I.3.10.4. Caractéristiques des particules

I.3.10.4.a Diamètre des particules

Le diamètre des particules gouverne le mode de transport (diffusion, inertie, impaction), l'amplitude des forces hydrodynamiques et l'adhésion à la paroi. Il joue ainsi un rôle primordial dans le mécanisme de dépôt.

Müller - Steinhagen et al. (1988) ont trouvé que l'augmentation du diamètre fait diminuer l'encrassement pour un système annulaire.

Yiantsos et **Karabelas** (1997) montrent qu'à pH constant les particules de verre de plus en plus petites nécessitent des conditions hydrodynamiques extrêmes pour leur réentraînement suite à un encrassement sur une paroi en verre.

Plus récemment, **Yiantsos** et **Karabelas** (2003) confirment les résultats évoqués précédemment par simulation. Ils présentent un modèle qui tient compte de la gravité, des forces de lift et les différentes interactions physico-chimiques. Ces résultats sont expliqués par le fait que les forces d'adhésions sont d'autant plus fortes que le diamètre des particules est faible, alors que c'est l'inverse pour les forces de réentraînements.

Jun et Puri (2006), **Georgiadis** (1998) montrent par simulation que le coefficient de transfert des particules dépend du diamètre de ces dernières par le biais du coefficient de diffusion. Le phénomène de l'encrassement se trouve ainsi intimement lié aux diamètres des particules.

I.3.10.4.b Concentration des particules

La plupart des modèles revus à travers la bibliographie montrent une augmentation linéaire de la résistance asymptotique d'encrassement avec l'augmentation de la concentration des particules. L'effet de la concentration s'atténue lorsque l'on travaille à des concentrations très élevées. Les travaux de **Blöchl et Müller - Steinhagen** (1990) confirment ses hypothèses et indiquent que ceci est dû à l'agglomération des particules.

Changani et al. (1997) aboutit aux mêmes conclusions en considérant une phase de traitement thermique du lait. Les investigations expérimentales et numériques menées par ces auteurs montrent que l'augmentation de la concentration en protéines, particule qui s'encrasse, engendre une augmentation du nombre de Biot, paramètre qui indique le changement de la qualité de l'échange thermique.

Hofling et al. (2003) étudient l'encrassement d'une solution aqueuse composée des sels CaSO_4 et CaSO_3 dans un système de chauffage tubulaire. Ils considèrent principalement le rôle du pH et de la concentration des sels. Les résultats montrent une augmentation de la résistance d'encrassement avec l'augmentation de la concentration des sels.

Lei et al. (2004) considèrent l'encrassement d'un système d'échangeurs de chaleur composé d'un compartiment de chauffage et un compartiment de refroidissement, lors d'une opération de traitement thermique d'une sauce de fromage à 105 et 120°C. Les résultats montrent particulièrement que l'augmentation de la concentration des différents composants de la sauce donne un encrassement plus important dans la section de chauffage.

Pelegrine et Gasparetto (2006) considèrent en partie dans leurs travaux l'encrassement de la particule β -lactoglobuline lors de l'écoulement du lait dans la partie intérieur d'un double tube chauffé par de l'eau chaude qui circulent dans l'espace libre entre les deux tubes. La cinétique de l'encrassement dépend du transfert de masse de la protéine vers la paroi qui est fonction de sa solubilité dans le milieu. Les résultats montrent qu'il faut un certain temps pour voir la diminution de l'espace initialement disponible pour l'écoulement du lait. Cette diminution est due à l'encrassement qui se produit d'une façon irrégulière le long du tube et ce en raison de l'augmentation progressive de la température. Une diminution de l'ordre de 30% est observée pour des températures élevées.

Cet encrassement de la β -lactoglobuline est montré dans les travaux de **Grillot** (1997) qui indique une diminution de la concentration suite à l'opération de chauffage d'une solution protéique et ce pour des résultats expérimentaux et numériques.

I.3.10.5. Présence de sels

La présence de sels dans les fluides sujets d'encrassement peut jouer un rôle très important. En effet, le phosphate de calcium par exemple possède une solubilité inverse par rapport à la température (**Jeurnink**, 1996 ; **Visser et al.**, 1997 ; **De Jong**, 1997 ; **Changani et**

al., 1997 ; **Bansal et Chen**, 2006 ; ...etc.) et il peut influencer la dénaturation et la précipitation des protéines selon **Hiddink et al.** (1986), **Robbins et al.** (1999), **Petermeier et al.** (2002)...etc.

Smith et Driks (1985) montrent cette tendance. Il analyse un dépôt dû à l'encrassement des sels sur une surface chaude. L'analyse montre un mélange entre le phosphate de calcium dihydraté $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ et le phosphate de octacalcium $\text{Ca}_8\text{H}_2(\text{PO}_4)_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ avec un rapport de 1,6 en Ca/P. **Schraml** (1993) confirme ces résultats mais avec un rapport de 1,5 et un rôle déterminant du pH.

Hiddink et al. (1986) étudient l'influence de la température sur le traitement thermique d'un lait entier. Ils montrent un encrassement composé essentiellement de protéines à 85°C (56%) et peu de sels (10%). Cette tendance qui s'inverse à 136°C (15 et 40%) selon **Hiddink et al.** (1986), **Robbins et al.** (1999)...etc. Ce type de composition a été auparavant proposé par **Gallot-Lavallée et al.** (1982).

De La Fuente et al. (2002) propose une solution originale pour empêcher l'encrassement des sels lors de la pasteurisation du lait. Il étudie la pasteurisation du lait à 85°C dans un micro-onde sous une puissance de 500 watt durant 60 secondes. Les résultats montrent que la composition en sels avant et après traitement reste très comparable à celle issue d'un système de traitement classique.

Visser et Jeurnink. (1997) retrouvent les résultats de **Smith et Driks** (1985) lors d'une phase de traitement thermique du lait et proposent un mécanisme d'encrassement des sels qui dépend de la température du pH et de la composition du lait. L'analyse du dépôt montre un mélange entre le phosphate de calcium dihydraté $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ et le phosphate de l'octacalcium $\text{Ca}_8\text{H}_2(\text{PO}_4)_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ qui se transforme en hydroxyle d'apatite $\text{Ca}_5\text{OH}(\text{PO}_4)_3$. Les ions calcium et phosphate forment le phosphate de calcium qui se dépose directement ou indirectement après avoir participé à l'agrégation des protéines. Les auteurs indiquent la possibilité du changement du mécanisme de contrôle de l'encrassement des sels à partir d'une certaine limite de saturation. Cette hypothèse a été confirmée par les travaux de **Grillot** (1997) qui indiquent qu'à partir d'une certaine limite de saturation, il remarque une augmentation significative de l'encrassement des sels.

Höfling et al. (2003) s'intéressent à l'encrassement d'un système aqueux composé du couple $\text{CaSO}_4/\text{CaCO}_3$ à différentes concentrations en fonctionnement batch ou continu, et plus particulièrement à l'effet du pH. Le dépôt observé, suite au chauffage, est analysé par la diffraction des rayons X et par un scanner microscopique (SEM). Les résultats montrent que le pH gouverne l'encrassement et sa structure. L'encrassement est maximal à pH 4 et tend vers un minimum pour un pH 7. La théorie de la saturation montre que pour un seul composant, la saturation du carbonate de calcium augmente pour des valeurs élevées du pH par contre la saturation du sulfate de calcium reste sensiblement constante pour ce domaine de pH. Les résultats trouvés ne sont pas clairement expliqués par cette théorie et l'établissement d'une corrélation reste difficile.

Fillaudeau et al. (2006) étudie l'encrassement par deux approches expérimentale et numérique lors d'une phase de traitement thermique du lait. Cette étude vise à mieux comprendre les couplages entre les phénomènes thermiques, électriques et hydrodynamiques générés en présence d'un encrassement sous l'effet d'un chauffage par effet Joule direct d'une géométrie plane.

Le système expérimental se compose essentiellement de deux échangeurs de chaleur à plaques (préchauffage et chauffage) et une unité de chauffage ohmique. La régulation de la température de sortie est effectuée par le contrôle de la puissance électrique fournie.

Dans le premier échangeur, la température augmente de 72 à 120°C et dans le deuxième, elle augmente de 120 à 138°C. La masse sèche du dépôt est mesurée sur la surface d'échange, donnant ainsi la distribution de la quantité de dépôt dans l'échangeur.

L'encrassement dans les échangeurs a été observé durant l'expérience grâce à la mesure de la perte de charge et la mesure du coefficient global d'échange. Les pertes de charge sont utiles pour la caractérisation des changements géométriques à l'intérieur d'un canal lorsque l'encrassement prend place.

Les résultats montrent que les performances thermiques et hydrodynamiques ainsi que la distribution massique du dépôt sont similaires à celles décrites dans les travaux de **Delplace** (1995), composée essentiellement de minéraux, de lipides et de protéines. Les pertes de charges et la résistance thermique augmentent avec une allure classique comprenant des périodes d'induction, d'encrassement et de post-encrassement (**Delplace**, 1995; **Delplace** et **Leuliet**, 1995). Dans cette configuration, la durée d'un essai est limitée par l'augmentation des pertes de charge.

Deux sortes d'encrassement peuvent être observés par **Fillaudeau et al.** (2006). Le premier type d'encrassement est généré pour les températures proche de 100°C. Il est constitué de protéines (50-60%), de minéraux (30-50%) et de matière grasse (environ 1%). Il a une apparence spongieuse et une couleur blanche crème. Le deuxième type d'encrassement apparaît pour des températures supérieures à 115°C. La composition de ce dépôt a été identifiée comme étant majoritairement constituée de minéraux (70%) avec une faible proportion de protéines (15-20%) et de matière grasse (4-8%). Ce dépôt adhère fortement à la surface et est dur, dense et compact. Des analyses complémentaires ont permis de déterminer la composition moyenne de la fraction protéique pour le premier type d'encrassement comme étant à 62% β -lactoglobuline, 9% Immunoglobuline, 9% β -Lactalbumine et 9% K-Caséine et pour le deuxième type: 50% K-Caséine et 27% K-sl-Caséine.

Une approche numérique a été développée par ces mêmes auteurs en se basant sur un code spécifique pour simuler entre autre les performances thermiques du système. Il s'appuie sur l'analyse théorique des différentes technologies de chauffage. L'établissement des équations fondamentales de la thermique, la prise en compte des corrélations semi empiriques entre invariants de similitudes pour les procédés considérés et la thermo dépendance des propriétés physiques des fluides constituent un système d'équations différentielles pouvant être résolu par des méthodes numériques, facilement programmable si les conditions d'initialisation et les critères de convergence (respect des bilans matière et thermique) sont imposés. La résolution numérique des systèmes d'équations différentielles (thermique, hydraulique, chimique, dépôt encrassant) se fait par discrétisation unidimensionnelle en fonction de la longueur d'échangeur par la méthode de Runge- Kutta d'ordre 4 qui assure un bon compromis entre précision et rapidité.

Les résultats des simulations numériques confortent les résultats expérimentaux obtenus lors de la stérilisation du lait entier et rapportant l'instabilité des variables thermiques et hydrodynamiques en fonction de la formation d'un dépôt encrassant à la surface des électrodes.

Spanos et al. (2006) montrent que le pH et la température influencent considérablement l'encrassement du sulfate de calcium lors du traitement thermique du lait. L'étude cinétique suggère un mécanisme de contrôle diffusionnel.

Rosmaninho et al. (2007) étudient l'influence des propriétés de plusieurs classes de surfaces en acier sur l'encrassement du sulfate de calcium et des protéines du lait lors d'une phase de traitement thermique. Les résultats montrent pratiquement que pour tout les cas, la nature et la qualité de la surface jouent un rôle déterminant sur l'encrassement et même sur le nettoyage des équipements. Le choix de la surface est primordial pour diminuer l'effet de l'encrassement. Dans cette optique, les auteurs recommandent certains types de surfaces selon la nature de l'encrassement microbiologique ou non.

Dans le même ordre d'idée, **Rosmaninho et al.** (2007a) considèrent l'influence de l'énergie de surface de l'acier modifié sur la masse, le type de dépôt et les paramètres de nettoyage lors de l'encrassement du sulfate de calcium. Plus particulièrement, ils considèrent deux types de mécanismes de dépôt du sulfate de calcium, l'un contrôlé par les ions et l'autre contrôlé par les particules. Les résultats montrent que le processus de déposition dépend de l'énergie de surface des différentes surfaces proposées qui augmentent avec la température et qui dépend du mécanisme.

I.3.10.6. Caractéristiques de la surface

Les caractéristiques générales d'une surface et les conditions de fonctionnement auxquelles elle est soumise influent sur l'encrassement. Certaines surfaces sont plus susceptibles à la formation de dépôts que d'autres et leur nature chimique détermine le type de résidus pouvant s'y fixer. La nature de son matériau, sa rugosité; les forces de surface...etc. sont des paramètres importants qui peuvent jouer en faveur de l'encrassement ou inversement. L'acier est en général employé comme matériau de base. La présence d'oxydes, de charge, de résidus, de rugosités ou autres irrégularités peuvent influencer le comportement de cette surface modifiée face à l'encrassement car ces différents facteurs agissent sur les caractéristiques physico-chimiques de cette surface (énergie de surface, polarité,...etc.).

L'irrégularité des surfaces est également un facteur favorisant la formation de dépôts. La rugosité, la porosité, la présence d'éraflures et de fissures permettent aux dépôts de bien s'accrocher à la surface. Les joints soudés des canalisations d'acier inoxydables sont particulièrement sensibles à l'encrassement en raison des défauts de surface à ces endroits.

Pour des surfaces rugueuses par exemple, l'expérience montre que le transport des particules qui s'encrassent est meilleur par rapports aux surfaces lisses et ce en raison d'une turbulence meilleure et d'une diminution de l'épaisseur de la sous-couche visqueuse selon **Bailer** (1998) et **Hoffman** (2004). La résistance d'encrassement peut ainsi évoluer selon les résultats de **Grillot** (1997) avec certaines conditions de concentration et de vitesse d'écoulement. Le coefficient de transfert peut également changer (**Pinheiro et Melo**, 1988; **Crittenden et Kolaczowski**, 1992).

Dans le cas où la surface est une plaque d'un échangeur de chaleur par exemple, nous avons longuement développé les paramètres géométriques qui peuvent influencer ces performances hydrodynamiques et thermiques et donc l'encrassement.

Gaiser et Kottke (1994) considèrent le rôle de l'agitation lors d'un processus d'encrassement dans des échangeurs de chaleur à plaques. Ils montrent par une méthode de transfert de masse que l'intensité de l'agitation influe sur l'encrassement dans des conduits corrugués et dépend de l'écoulement et de la géométrie des conduits qu'il soit corrugué ou

non et type de corrugation. **Delplace** (1995), **Delplace et al.** (1995a), **Visser et al.** (1997), **Jeurnink et al.** (1996) et **Schreier** (1995),...etc. confirment cette dépendance en montrant que le changement du type de la corrugation peut diminuer l'encrassement.

Turner et al. (2000) ont effectué des mesures de la résistance thermique de dépôts poreux de diverses épaisseurs dans des conditions de convection forcée monophasique et d'écoulement bouillonnant et ce pour considérer l'effet de l'état de la surface sur l'encrassement. La résistance thermique a été modélisée comme étant la somme de deux composantes : l'une liée à la conduction dans le dépôt poreux, l'autre liée à l'effet de la rugosité de surface. La composante conductive de la résistance thermique est toujours positive, tandis que la rugosité de surface apporte une contribution négative à la résistance thermique, c'est-à-dire que la rugosité améliore la vitesse du transfert de chaleur. Les résultats sont analysés relativement à l'effet de la composition, de la morphologie, de la rugosité de surface et du mode de transfert de chaleur sur la résistance thermique du dépôt poreux.

Bouris et al. (2001) indiquent que l'utilisation des tubes elliptiques est très prometteuse pour augmenter le transfert de chaleur en réduisant la perte de pression et la vitesse d'encrassement lors de la combustion de la lignite dans un système d'échangeurs où les particules en suspension sont susceptibles de s'encrasser en comparaison avec d'autres classes de tubes. Les simulations sont basées sur la résolution des équations hydrodynamiques de l'écoulement considéré et sur un modèle de l'interaction des particules avec la surface. Ils montrent l'effet du diamètre des particules sur l'encrassement et ils indiquent que la turbulence joue un rôle déterminant. Les résultats sont validés expérimentalement.

Grijpspeerdt et al. (2003) proposent une application du CFD à l'étude de l'hydrodynamique de l'écoulement d'un échangeur de chaleur à plaques lors de l'encrassement du lait en phase de traitement thermique en considérant deux formes de corrugations. Le calcul permet de montrer que, à la sortie de la corrugation, la turbulence est importante, donc des températures les plus élevées sont possibles. Ces zones sont ainsi les plus exposées à l'encrassement. En effet, la corrugation permet de piéger les particules et influe ainsi sur la vitesse de l'écoulement et par conséquent sur la température.

Dans le même esprit d'idées, **Jun et Puri** (2005) étudient l'encrassement des échangeurs en se basant sur un modèle utilisant une application CFD. Le modèle est basé également sur les performances hydrodynamiques, thermodynamiques et les différentes réactions de dégradation et d'absorption des protéines dans un environnement en 3D. Les résultats montrent que seul le modèle 3D est en mesure de montrer l'influence de la forme et de l'orientation des corrugations. Cette nouvelle approche permet de proposer un nouveau dimensionnement d'échangeurs de chaleur à plaques qui tiendrait en compte des corrugations et qui minimiserait considérablement l'encrassement.

Hoffman (2004) montrent que le coefficient de transfert de chaleur évolue avec les paramètres de travail et les caractéristiques de surface, ce qui influe sur l'encrassement dans les différents systèmes thermiques testés de l'industrie agroalimentaire. Ils trouvent en particulier que les valeurs théoriques du coefficient de transfert de chaleur sont inférieures à celles obtenues par l'expérience.

Une gamme de surfaces a été considérée par **Liu et al.** (2006) pour développer l'effet de l'énergie de surface sur l'effort nécessaire pour enlever différents types de dépôts agro-

alimentaires. Les résultats expérimentaux montrent une dépendance entre la nature de la surface et les forces nécessaires pour enlever la crasse.

En établissant une relation entre l'énergie de surface et le coefficient d'adhésion, **Rosmaninho et al.** (2007a) quantifient l'encrassement du sulfate de calcium et les paramètres de son enlèvement et ce pour cinq classes de surfaces en aciers modifiés pour deux valeurs de température et en recherchant également le mécanisme d'encrassement. Les résultats montrent clairement que l'évolution linéaire du dépôt augmente avec la température et surtout avec le type de surface. Une faible énergie de surface engendre un faible dépôt qui est plus facilement détachable par la suite.

Rosmaninho et al. (2007) considèrent dans un autre travail, l'effet du changement du type de la surface sur l'encrassement des protéines et du sulfate de calcium lors de la pasteurisation du lait. Des alliages d'acier obtenus par implantation des ions SiF_3^+ , MoS_2^+ , TiC , un revêtement par des couches de silice...etc. sont conçus pour que la surface ainsi modifiée se comporte mieux vis à vis de l'encrassement. Les auteurs trouvent que l'acier modifié Ni-P-PTEE donne des résultats très prometteurs par rapport à l'acier ordinaire.

I.3.10.7. La turbulence

Une bonne turbulence dans le milieu permet d'accroître le coefficient d'échange de chaleur entre les deux fluides circulant dans l'échangeur. Elle est meilleure dans le cas des échangeurs à plaques que dans les échangeurs tubulaires selon **Visser et al.** (1997). Les plaques d'un échangeur de chaleur ont une forme assurant la rigidité mécanique de l'empilement et une bonne turbulence (**Riverol et Napolitano**, 2005). **Leroy** (1988) a présenté les deux formes de cannelures les plus employées dans les échangeurs de chaleur à plaques, cannelures droites et les cannelures en chevrons, qui font augmenter la turbulence par un grand nombre de contact métal – métal. Une bonne turbulence donne lieu également à un meilleur transport des particules et une diminution de l'épaisseur de la sous-couche visqueuse selon **Bailer** (1998) et ce, grâce à l'emploi d'une surface rugueuse.

Auparavant, **Cleaver et Yates** (1976) avaient présenté une théorie qui considère que le réentraînement de l'encrassement est dû principalement à la structure de la turbulence dans la sous-couche visqueuse. Cette théorie indique que la contrainte de cisaillement à la paroi varie périodiquement en raison de l'existence d'une nouvelle forme de turbulence tridimensionnelle importante à la paroi due à une vitesse de frottement importante.

Gaiser et Kottke (1994) montrent par la suite que l'intensité de la turbulence de l'agitation dans les corrugations d'un échangeur de chaleur à plaques dépend du régime d'écoulement de la géométrie de la conduite. Une intensité élevée implique un moindre encrassement selon les investigations expérimentales de **Belmar-Beiny et al.** (1993).

Fahmi et al. (2003) considèrent deux modèles semi empiriques de turbulence lors de la simulation de l'encrassement du sulfate de calcium sur une surface chaude plate et ce en utilisant un code CFD qui offre plusieurs choix pour la présentation de la turbulence. Ils sont valables pour le cœur de l'écoulement et doivent être adaptés pour l'écoulement près des parois. Deux approches sont ainsi considérées, dans la première une approche semi empirique prend en considération l'effet de la viscosité près des parois et dans la seconde une formulation d'un modèle phénoménologique pour résoudre l'équation de la viscosité qui n'est plus adéquate

pour des nombres de Reynolds inférieurs à 10000. Les auteurs considèrent que la prise en compte de la turbulence a permis d'obtenir des validations meilleures.

I.3.10.8. Le pH et force ionique de la solution

La force ionique et le pH sont deux variables importantes qui peuvent être reliés : une modification du pH s'accompagne d'un changement de la force ionique mais l'inverse n'est pas forcément vrai.

L'adhésion des particules est la résultante d'un équilibre entre les forces attractives de Van der Waals et les forces généralement répulsives dues aux interactions de la double couche électrique. Dans le cas où cette dernière est prédominante, il existe deux barrières d'énergie. A la première barrière, deux corps en interactions auront une stabilité maximale. La deuxième permet d'expliquer la réversibilité du processus. En effet, deux corps stabilisés au niveau de cette deuxième barrière d'énergie peuvent être facilement réentraînés. En conclusion, une augmentation de la force ionique baisse la barrière d'énergie, et par conséquent favorise l'encrassement.

Newlson et al. (1988) étudient le dépôt de particules d'hématite Fe_2O_3 sur une surface tubulaire en aluminium et en acier dans l'eau. Les auteurs trouvent que le pH contrôle l'amplitude et le signe de la charge des particules pour une gamme de Reynolds et pour une concentration constante en particules. Les auteurs préconisent ainsi une gamme de pH dans laquelle l'encrassement peut être limité.

La composition de la crasse due au traitement thermique du lait dépend du degré du pH. L'influence du pH est considérée en raison de son implication dans le mécanisme de la dégradation des protéines et du mécanisme de la précipitation des sels (**Höfling et al.**, 2003 ; **Rosmaninho et al.**, 2007).

Schraml (1993), **Skudder** (1986), **Dannenberg** (1986), **Foster** (1989), **Hege et al.** (1985), **Hege** (1986), **De Jong** (1997),...etc. indiquent qu'une augmentation de la quantité déposée correspond à une diminution du pH due probablement à l'hydrolyse des acides gras libres.

Visser et al. (1997), **Gotham et al.** (1992), **Visser et Jeurnink** (1997) expliquent qu'à l'approche du point isoélectrique (pH=5,15) en raison de la variation du pH les protéines ne se repoussent plus et tend vers l'agrégation. A des valeurs basses du pH, la solubilité des sels du lait est très élevée et la cristallisation du sulfate de calcium est à son minimum. Par conséquent, à pH bas de faibles spongieux dépôts sont observés constitués principalement de protéines et de liquide pris en piège par le dépôt. **Yoon et Lund** (1989) observent cette dépendance inverse lors d'un traitement de lait dans un échangeur de chaleur à plaques.

Grillot (1997) indique la possibilité du changement du mécanisme de contrôle de l'encrassement des sels à partir d'une certaine limite de pH. Deux possibilités de mécanisme, l'un contrôlé par la surface et l'autre contrôlé par les ions.

Yiantzos et Karabelas (2003) expliquent de la même manière l'influence du pH lors du dépôt de particule de verre sur une surface en acier inox. En effet, l'interaction

électrostatique entre les particules et la surface dépend du pH et de l'approche du point isoélectrique.

Riverol et al. (2005) décrivent une procédure basée sur les réseaux neurones pour prédire les performances d'une installation d'échangeur de chaleur à plaques suite à l'encrassement de quelques composés du lait lors de son traitement thermique. La méthode est une combinaison entre une technique fondamentale et des mesures expérimentales en utilisant des conditions opératoires obtenues à l'échelle industrielle. Les résultats trouvés montrent en particulier une diminution de l'encrassement avec l'augmentation du pH.

Sudmalis et Sheikholeslami (2000) étudient les caractéristiques de coprécipitation du CaCO_3 et du CaSO_4 sous l'influence du pH. Les résultats de coprécipitation ont été comparés à des résultats expérimentaux portant sur la cristallisation d'un sel unique. Il s'avère que la période d'induction et la cinétique de coprécipitation de deux sels suivent celle du CaCO_3 pur. La relation entre les concentrations thermodynamiques du Ca pour des solutions de CaCO_3 et CaSO_4 purs dépend du pH de la solution de CaCO_3 .

I.3.10.9. Le préchauffage

Les connaissances de bases du processus de préchauffage et son influence sur la formation de dépôt sont basées sur les investigations de la dénaturation thermique des protéines du lait. La quantité de dépôt diminue avec l'augmentation du degré de dénaturation des protéines selon **Dannenberg** (1986). Dans le cas d'une dénaturation totale, aucun dépôt ne sera ainsi observé théoriquement.

Le préchauffage à une température constante selon **Lewis et Heppell** (2000) a pour but de faire dénaturer partiellement les protéines solubles et fait précipiter lentement les minéraux du lait qui forment alors de fins agrégats peu susceptibles d'adhérer aux surfaces et ainsi pouvoir l'éviter au cours du traitement thermique du lait dans le système de chauffage (**De Jong et al.**, 1992; 1994; **De Jong et Van Der Linden**, 1992 ; **De Jong**, 1997). **Visser et Jeurnink** (1997) confirment cette tendance pour un préchauffage à 80-85 °C durant 5 à 10 minutes.

Le prolongement du temps de séjour du lait à des températures de pasteurisations sera ainsi possible selon **Kessler** (1982) sans risquer le colmater les équipements thermiques.

Petermeier (2002) *et al.* observent que le lait une fois préchauffé donne également une moindre perte de pression dans la section de chauffage.

I.3.10.10. La présence d'air

Le simple contact avec de l'air entraîne la formation de dépôts importants (**De Jong**, 1997). Au contact de l'air, l'eau de surface s'évapore. Les matières organiques se concentrent alors, coagulent et adhèrent aux parois. Ce phénomène se traduit par la présence d'un cerne à la ligne de niveau du lait dans les réservoirs et pour réduire leurs formations, il importe de maintenir les réservoirs bien fermes. L'humidité de l'air en contact avec le lait est élevée et la déshydratation est réduite.

Des bulbes se forment et se dissolvent dans le lait suite à l'augmentation de la température (**De Jong**, 1997) et font considérablement augmenter l'encrassement en formant conjointement avec les protéines dénaturées une mousse qui s'expande et obstrue le courant du fluide et qui se dépose sur la surface chaude (**Thon**, 1975). La formation de bulbes peut être augmentée par les forces mécaniques induites par les valves et les différents organes selon **Burton** (1988). **Jeurnink** (1995) indique que l'évaporation de ces bulbes au contact de la surface chaude fait changer ainsi la composition du dépôt qui devient plus importante en protéines dégradées. Il est important de maintenir une pression élevée dans l'installation afin d'éviter la formation de ces bulbes (**Changani et al.**, 1997) et de séparer les gaz dissous naturellement présents dans le lait avant tout traitement thermique.

Gynning et al. (1958) trouvent que le dépôt diminue quand la présence de l'air dans le lait est faible qui provient par exemple lors de la traite du lait ou au cours de l'ébullition du lait durant son traitement thermique.

Enfin, l'âge du lait peut également contribuer à l'augmentation de l'encrassement dans les équipements thermiques. Des expériences menées par **De Jong et al.** (1993) et **Jeurnink** (1991) ont montré que l'action des enzymes protéolytiques produites par des bactéries fait augmenter l'encrassement par l'ajout probablement d'un dépôt microbiologique. Un lait frais donne un moindre encrassement par rapport à un lait âgé.

I.3.10.11. Conclusion

Il apparaît nécessaire, étant donné le nombre important de paramètres qui peuvent influencer l'encrassement de particules et plus particulièrement dans le cas du lait, de considérer ceux qui présentent un intérêt majeur et qui sont particulièrement déterminants dans le procédé de traitement thermique du lait.

Dans cette optique, celui qui présente le plus grand intérêt est sans doute, la température, car elle influe directement sur la dégradation des protéines et sur la sursaturation des sels.

De plus, il a été clairement établi que la physico-chimie du milieu, en l'occurrence le lait, était un facteur, qui bien que difficilement quantifiable vu l'interdépendance des paramètres avec la température, devait retenir une attention toute particulière.

Nous avons choisis de considérer dans cette présentation presque la totalité des paramètres qui devraient influencer l'encrassement, mais il faut noter que certains resteront constants lors du traitement thermique du lait, en particulier, le pH, le diamètre des particules et les caractéristiques de surfaces.

I.3.11. Prévention de l'encrassement

Face au problème de l'encrassement des échangeurs thermiques, pour lequel aucune solution miracle ne semble exister, il est néanmoins possible d'utiliser une ou plusieurs des nombreuses méthodes en vigueur. Le choix de l'une ou de plusieurs d'entre elles est conditionné par la nature de la surface d'échange et par le type d'encrassement auquel sera soumis l'échangeur.

Dans un premier temps, il faut choisir parmi les différents types d'échangeurs, celui qui est le mieux adapté au problème posé. Dans ce choix, il ne faut pas négliger certains types d'échangeurs qui possèdent des comportements avantageux vis-à-vis de certaines formes d'encrassement. Dans un second temps, il faut choisir des configurations et des modes de fonctionnement, l'état des surfaces, l'optimisation des vitesses ou le choix des matériaux pour limiter au maximum les effets néfastes de l'encrassement. La prise en compte de techniques d'intensification des échanges thermiques par des actions simultanées sur les matériaux, ou sur l'hydrodynamique du système paraît essentielle lors de cette étape. Pour finir, le choix de la résistance d'encrassement est primordial.

Lors de la conception des échangeurs, des précautions doivent être prises telle que la protection des surfaces d'échange de tout l'environnement favorisant le dépôt ou la corrosion. Lors de la mise en service de l'installation, compte tenu de l'excès de surface attribué pour tenir compte de l'encrassement, l'échangeur ne fonctionne pas dans des conditions optimales. En effet, des vitesses de circulation plus lentes et des températures de surface plus importantes favorisent l'encrassement. Ainsi, des efforts doivent être faits au démarrage de l'installation pour atteindre les valeurs nominales de fonctionnement.

Des opérations de maintenance et d'entretien sont utilisées pour prévenir la formation de dépôts encrassant dans l'échangeur. Elles permettent ainsi d'augmenter la durée de vie de l'appareil entre deux arrêts pour maintenance.

Suivant la nature de l'encrassement, différents procédés existent :

Procédés mécaniques pour les liquides afin de nettoyer en continu la surface interne d'échangeurs tubulaires ou pour des échangeurs fonctionnant avec des gaz encrassant.

En ce qui concerne les échangeurs à plaques, des systèmes analogues existent.

De la même façon, des procédés mécaniques, chimiques, électriques ou magnétiques sont utilisés pour éviter ou minimiser les dépôts entartant ou l'encrassement biologique.

Une autre solution consiste à introduire des filtres en amont des échangeurs.

Il est souvent nécessaire, malgré les procédés précédemment cités, de nettoyer complètement l'appareil. Le démontage de l'appareil permet des interventions comme le nettoyage mécanique où plusieurs techniques peuvent être mises en œuvre, le nettoyage hydraulique ou le nettoyage chimique.

1.3.12. Aspects économiques liés à l'encrassement

L'appréciation du coût supplémentaire que représente l'encrassement des échangeurs thermiques n'est pas facile à évaluer de manière directe. Les différentes études réalisées sur le sujet sont d'accord pour répartir les dépenses relatives à l'encrassement selon quatre grandes catégories :

1. Investissement supplémentaire en surface d'échange lors du dimensionnement (20%).
2. Coût de maintenance incluant les phases de nettoyage (18%).
3. Non récupération d'énergie sur les effluents encrassant (41%).

4. Coûts supplémentaires en énergie nécessités par l'encrassement pendant les phases de production (21%).

I.3.13. Encrassement des équipements thermiques par le lait

I.3.13.1. Introduction

La formation de dépôts représente une menace pour la salubrité des produits et l'efficacité des procédés de transformation de l'industrie agroalimentaire et plus particulièrement l'industrie laitière.

Lors des différents cycles de transformations en vu de son utilisation, le lait subit des transformations de plus en plus élaborées afin de présenter des qualités organoleptiques et une texture désirable et surtout augmenter sa durée de vie. Les équipementiers ainsi que les transformateurs cherchent à définir les lignes de processus fournissant le produit recherché dans des conditions sanitaires et économiques optimales en prenant en compte les modifications physiques, biochimiques, etc. des matières premières et plus particulièrement les phénomènes d'encrassement. **Tissier** et *al.* (1984) indiquent que ces derniers ont la particularité de limiter les performances des équipements thermiques augmentant ainsi le coût de production. En outre, ils peuvent influencer considérablement sur la qualité des produits laitiers en aval des chaînes de production.

I.3.13.2. Revue bibliographique

Rose et al. (2000) utilisent une solution de lysozyme de 1% en poids comme fluide modèle pour tester un modèle mathématique préalablement formulé pour la vitesse d'encrassement de réaction chimique initiale d'une surface de transfert de chaleur. Les résultats expérimentaux montrent qu'à une température de paroi donnée, il existe une vitesse d'encrassement initiale maximale dans une gamme de vitesses de fluide. La vitesse maximale et la vitesse de fluide auxquelles se produit l'encrassement augmentent toutes deux avec l'augmentation de la température. Ces observations concordent avec le modèle. Sur le plan quantitatif, l'écart en pourcentage absolu moyen entre les résultats expérimentaux et les prédictions du modèle optimal sont de 23,3%. La diminution de la vitesse d'encrassement initiale observée avec l'augmentation de la vitesse à de hautes vitesses de fluide est même plus importante que celle prédite par le modèle.

Hill J. (2001) et ses collègues étudient l'effet d'une variante génétique de β -lactoglobuline et K-caseine sur l'encrassement des échangeurs de chaleurs au cours de la phase de préchauffage du lait reconstitué dans une unité industrielle et lors d'un traitement UHT du lait de vache et du lait reconstitué. Les résultats montrent un intérêt particulier d'encrassement pour une variante de la protéine sans donner plus de précision sur la structure de cette variante et ce pour trois gammes de chauffage (72°C durant 15 secondes, 95°C durant 20 secondes et enfin 120°C durant 180 secondes).

Carol H.C. et al. (2002) examinent l'effet de l'ajout, à différentes concentrations, de lipides commerciaux sur l'encrassement des échangeurs de chaleur tubulaires. Les résultats montrent que des lipides dégradent la qualité du lait en augmentant son acidité. Les acides

gras subissent une coalescence et migrent puis adhèrent à la paroi plus facilement par rapport à l'acide gras qui n'a pas subi de modifications. Le pH évolue ainsi et provoque une modification de l'encrassement des protéines et des sels. Cette couche crée ainsi une résistance thermique supplémentaire et encourage un développement microbien sur la surface ce qui engendre une augmentation des coûts de production. Les auteurs avancent le chiffre d'une augmentation de 300% de la masse sec du dépôt par rapport à la masse de dépôt sans ajout de lipides avec formation d'agrégats plus volumineux composés de protéines et d'acides qui pourront plus facilement bloquer l'écoulement du lait dans l'échangeur.

Les auteurs proposent également un modèle mathématique d'encrassement basé sur la dégradation des acides gras avec une cinétique d'ordre un en créant un lien mathématique entre la concentration des acides gras et la variation du nombre de Biot en fonction du temps. Une bonne adéquation est observée entre les résultats expérimentaux et ceux prévus par le modèle.

Le vitesse de formation et la distribution de l'encrassement du lait entier chauffé à 72°C durant 15 secondes ont été examinés dans les travaux de **Tuan Truong H. et al. (2002)** en fonction de la géométrie de l'écoulement dans un système d'échangeur de chaleur. Un programme CFD est également employé pour établir les propriétés locales de transports reliés à la vitesse locale de formation de dépôt. L'ampleur de l'encrassement est estimée en six endroits par une mesure indirecte du flux thermique. Une proportionnalité entre la géométrie de l'écoulement et l'encrassement est établie lors du chauffage du lait en particulier pour la vitesse de cisaillement à la paroi, la viscosité à différents endroits.

Mohammadi T. et al. (2002) relatent l'effet de l'encrassement dû principalement aux protéines, aux microorganismes, aux sels et enfin aux acides gras sur une membrane employée pour l'ultrafiltration du lait en vu de sa concentration par précipitation de ses composants lors du traitement du lait sur des membranes polysulfonique. Le nettoyage chimique des membranes est ainsi essentiel. Ils présentent l'effet de différents agents de nettoyage sur l'encrassement. Les résultats montrent qu'une combinaison du sulfate de dodecyl et du hydroxyde de sodium peut être utilisée comme une matière de nettoyage pour atteindre la récupération optimum des membranes utilisées. Aussi un mélange d'hypochlorite de sodium et hydroxyde de sodium montre des résultats acceptables où laver avec matière acide n'a aucune performance considérable.

Maruli Manik (2003) présente une synthèse de différents travaux pionniers sur la modélisation et l'optimisation des procédés de traitement thermique du lait.

Il dégage deux types de traitement :

1. Chauffage court qui implique un lavage court mais fréquent.
2. Chauffage long qui implique un lavage long.

Différents modèles d'encrassement ont été présentés:

1. Cinétique de transformations des protéines : **Fryer et Patterson (1988)**.
2. Chauffage continu du lait : **Belmar (1993)**.
3. Mécanisme d'encrassement : **Toyoda et Fryer (1997)**.
4. Modélisation et optimisation du traitement thermique : **Georgiadis (1998)**.

Les résultats montrent une interdépendance entre différents paramètres. **Maruli Manik** (2003) présente quelques recommandations pour restreindre le phénomène. Vu les différents travaux, Il préconise également lors de la modélisation de prendre en compte:

1. Les propriétés du lait.
2. La perte de pression.
3. L'effet de l'état de la surface.

Georgiadis (1998) propose une modélisation en dynamique et une simulation des échangeurs de chaleur à plaques lors de l'encrassement du lait. Le modèle considère les échanges thermiques et massiques ayant lieu en utilisant trois types de configuration d'écoulements en prenant en compte le modèle dynamique des échangeurs de chaleurs à plaques avec certaines simplifications et ce pour faciliter la résolution du modèle:

1. Pas de diffusion de la chaleur dans la direction axiale.
2. Le débit de l'écoulement et la température sont considérés constants selon l'épaisseur et la largeur de la plaque (problème monodimensionnel).
3. Le fluide est divisé en égale partie entre les canaux de l'échangeur pour une configuration d'écoulement donnée.
4. Les pertes de chaleur vers l'environnement sont négligées.

Le modèle d'encrassement proposé repose sur celui présenté par **Toyoda et Fryer** (1997) qui donne le schéma des réactions des différentes transformations de la protéine β -lactoglobuline suite au chauffage du lait. Le modèle comprend également des expressions empiriques nécessaires pour le calcul du nombre de Nusselt entre autre et les propriétés de transport. Le modèle est enfin un ensemble d'équations algébriques, différentielles partielles et des équations intégrales.

La dégradation de la qualité de l'échangeur thermique est mise en évidence par le biais du nombre de Biot qui dépend, entre autres, de la concentration des protéines agrégées et qui se déposent sur la paroi de l'échangeur.

L'analyse des paramètres est faite à la base d'une solution optimisée en dynamique. Le modèle est ensuite résolu par des logiciels appropriés (langage gPROMS) en deux phases :

1. Une phase de discrétisation.
2. Une phase d'intégration.

Les résultats de simulation sont en bonne concordance avec ceux trouvés expérimentalement. L'auteur présente également le rôle de certains paramètres qui influencent l'encrassement des échangeurs de chaleur à plaques, en particulier la concentration initiale des protéines et les conditions de l'écoulement. Ceci a permis de prévoir une ligne de conduite à tenir pour atténuer son effet. L'auteur remarque également qu'un prétraitement thermique fait diminuer l'encrassement par la suite ce qui a été constaté le long des canaux. **Georgiadis** signale également que l'encrassement reste moins important en comparaison avec celui trouvé dans les échangeurs tubulaires.

Pour un type de configuration d'écoulement **Georgiadis** montre que la température augmente le long des canaux suite à l'échange thermique ayant lieu avec le fluide caloporteur. Le coefficient d'échange global chute au cours du fonctionnement du système en raison de la dégradation de la qualité de l'échange thermique suite à la formation d'un dépôt dont la conductivité thermique est faible (0.5 w/mK selon **LeClercq Perlat et Lalande**, 1991).

Hinton et al. (2002) présentent dans ce travail la vitesse d'adhésion des Bacilles stearothermophilus du lait sur différentes surfaces. Une modélisation du développement et de la contamination des Bacilles a également été présentée. L'encrassement de ces particules est obtenu suite à un chauffage de laits entier et demi écrémé exposés à un bouillon de cultures de Bacille stearothermophilus à différentes concentrations durant une vingtaine de minutes. Des analyses par impédance microbiologiques, fluorescence microscopique et un scanner microscopique laser (CLSM) ont permis de visualiser cet encrassement. Les résultats montrent qu'il n'y a pas de différences entre l'encrassement des différents laits employés. Ils montrent également que la concentration en Bacille stearothermophilus et la qualité de la surface peuvent influencer l'encrassement des particules.

Ozmen et al. (2002) montrent que l'augmentation de la température au delà d'une certaine limite et du débit de l'air ainsi que le débit du lait à l'entrée d'un système de séchage font augmenter l'encrassement des particules du lait léger dans un séchoir type cylindre de forme conique employé pour obtenir du lait en poudre.

Hardin et al. (2002) découvrent l'encrassement des acides gras et des protéines lors du traitement thermique d'un lait entier et léger par le suivi de la conductivité électrique de la couche isolante formée par le dépôt encrassant transformée en conductivité thermique les deux paramètres sont étroitement liés. Les résultats montrent qu'une augmentation de la concentration en protéine et de la température de pasteurisation donnent un encrassement plus important. Les auteurs trouvent également qu'un lait entier donne moins d'encrassement qu'un lait léger où la concentration en protéines est plus élevée. La technique développée promet beaucoup d'intérêt pour une utilisation en vue de détecter l'encrassement avant obstruction totale des conduites.

Georgiadis et al. (2000) développent un modèle neuronal pour prédire l'encrassement rapide d'une classe spéciale d'échangeurs de chaleur lors du traitement thermique du lait et surtout prévoir le lavage quand cela est nécessaire. Une caractéristique saillante de ce problème est la dégradation des performances de n'importe quel échangeur de chaleur au cours du temps de fonctionnement suite à l'encrassement des composantes du lait et les performances ne peuvent être restaurées qu'après avoir effectué un lavage approprié.

Le modèle non linéaire proposé est composé d'équations intégrales non linéaires faisant intervenir un profil d'encrassement. Le modèle est linéarisé par une technique appropriée et résolu par une technique d'optimisation globale pour un ensemble d'échangeurs en série puis en parallèle. Une fonction objective permet d'estimer les coûts dus au lavage et l'apport énergétique nécessaire. L'algorithme optimisé permet de déterminer simultanément:

1. Le nombre d'opérations de nettoyage nécessaires.
2. La conduite à tenir pour une optimisation optimale.

Riverol et al. (2005) décrivent une procédure basée sur les réseaux neurones pour prédire l'épaisseur du dépôt ainsi que le coefficient d'échange global suite à l'encrassement de quelques composés du lait lors de sa pasteurisation dans des échangeurs de chaleur à plaques. La méthode décrit également la prédiction du temps critique pour déclencher le processus de lavage des équipements faisant suite à un encrassement limite pour donner une durée de vie plus longue aux équipements encrassés. La méthode est une combinaison entre une technique fondamentale et des mesures expérimentales en utilisant des conditions opératoires obtenues à l'échelle industrielle. Les résultats trouvés montrent une bonne

concordance avec ceux issus de l'expérimentation réalisée à l'échelle industrielle. Ils montrent également que le déclenchement du lavage donne un meilleur fonctionnement de l'unité.

Les résultats montrent que la vitesse de déposition augmente avec la température qui fait déclencher le processus de dégradation des protéines principales responsable de l'encrassement. Le processus de dégradation devient significatif vers des températures de l'ordre de 90°C. Ceci fait qu'à une température de 72°C la qualité de l'échange thermique est toujours constante car la déposition n'a pas eu lieu puisque le processus de dégradation a probablement débuté mais il n'y a pas de dépôt qui pourrait faire chuter le coefficient d'échange global. Phénomène qui devient important à 90°C.

Grijpspeerdt et al. (2004) appliquent un modèle à trois systèmes d'échangeur de chaleur commerciaux dont deux échangeurs tubulaires et un échangeur à plaques où a lieu un traitement thermique indirect du lait. Le modèle calcule l'épaisseur de la couche encrassante et prévoit la destruction bactérienne en considérant les réactions et les échanges de chaleur ayant lieu en adoptant deux stratégies d'optimisation pour minimiser l'encrassement. Le modèle produit d'une manière très satisfaisante avec l'expérience les profils de température pour les trois systèmes. Une stratégie d'optimisation du processus de fonctionnement en prenant en compte l'encrassement est considérée. Les auteurs indiquent qu'une minimisation de l'encrassement est possible mais avec un nouveau dimensionnement des systèmes avec une section préliminaire de préchauffage.

Ces résultats montrent que la température augmente au cours du temps dans les compartiments chauffage et diminue dans les compartiments refroidissement. Le modèle est ainsi parfaitement capable de reproduire ceux de l'expérience. L'épaisseur de la couche encrassante est fonction de la position du système à mi-chemin ou à la fin du processus. Elle est formée au bout de 100 secondes de fonctionnement dans le deuxième échangeur de chauffage où la température atteint celle de la pasteurisation.

Un modèle d'encrassement lors du traitement thermique du lait dans un système d'échangeur de chaleur tubulaire a été considéré par les travaux de **Petermeier et al.** (2002). Le but final est de définir un nouveau procédé qui permettrait d'allonger le temps entre deux cycles de nettoyage sans altérer la qualité des produits. Pour ce faire, les auteurs proposent un modèle hybride du processus d'encrassement dans les échangeurs de chaleur tubulaires et un système d'équations différentielles déterministe avec des éléments cognitifs. L'effet du chauffage sur la perte de pression et sur d'autres paramètres a été considéré par les auteurs. Ces résultats sont en bonne adéquation avec ceux observés sur le modèle expérimental.

Bansal et Chen (2006) focalisent leurs interventions sur le mécanisme d'encrassement du lait qui reste très délicat et mal compris selon ces auteurs. Ils recherchent le rôle de la dénaturation, l'agrégation des protéines et leur transfert vers la surface chaude. Ils se sont efforcés également de considérer le rôle de différents paramètres influençant l'encrassement:

1. La qualité du lait.
2. Les conditions opératoires.
3. Les caractéristiques de l'échangeur de chaleur.
4. La présence de microorganismes.
5. Le transfert et la localisation de l'encrassement quand il a lieu.

Les différents aspects sont ainsi considérés pour application sur des unités industrielles. Il n'est pas possible de changer les propriétés du lait en amont et ce en intervenant par exemple sur sa source, les moyens de collectes, la saison...etc.

L'abaissement de la température de la surface et l'augmentation de la vitesse de l'écoulement tend vers la réduction de l'encrassement.

La réduction du transfert thermique, la rugosité de la surface et sa tension superficielle peuvent baisser l'absorption des protéines sur la surface.

L'utilisation de nouvelles technologies de chauffage comme celles utilisant les micro-ondes et le chauffage ohmique peuvent réduire également l'encrassement et ce en raison probablement de la rapidité de l'opération de chauffage.

La présence de microorganismes peuvent également créer des problèmes en particulier quand ils sont présents dans le fluide source du chauffage du lait. Ils créent un encrassement biologique qui vient s'ajouter à l'encrassement particulière du lait et peuvent dégrader la qualité des produits laitiers issus du traitement.

La location de l'encrassement est un aspect important car il permet d'intervenir rapidement et efficacement sur l'encrassement quand il a lieu en particulier au début de son apparition.

L'utilisation des échangeurs de chaleur à plaques reste plus recommandable que les échangeurs de chaleur tubulaires car ils offrent une meilleure turbulence et des températures de surfaces plus basses.

Morison (2005) analyse la stabilité et l'effet des troubles observés d'une part sur la température et le débit du lait à la sortie d'un système de pasteurisation composé d'échangeurs de chaleur à plaques et d'autre part sur la température et le débit de l'eau de chauffage. L'expérience montre par exemple des troubles de l'ordre de 25% sur le débit. Une approche de contrôle est établie pour stabiliser la température. L'algorithme de contrôle permet de calculer la température de l'eau chaude nécessaire pour permettre cette stabilité. L'algorithme donne des résultats satisfaisants et permet un bon contrôle des températures.

Sahoo et al. (2005) étudient l'encrassement des échangeurs de chaleur lors d'une phase de stérilisation UHT à des températures de 90 à 115°C où a lieu la déposition des sels et des protéines. Ce dépôt crée une résistance au transfert thermique et dégrade les performances des équipements thermiques. Les auteurs établissent un modèle basé sur les bilans hydrodynamiques et massiques et simulent l'encrassement en fonction du temps à différentes positions pour un triple échangeur de chaleur tubulaire hélicoïdal. Au début de l'opération, les auteurs trouvent, sur la surface externe du tube intérieur et sur la surface intérieure du tube central, une déposition uniforme le long de l'échangeur à différentes positions, due à une température constante des parois. Par la suite, la température augmente graduellement le long de l'échangeur en fonction du temps en respectant le mode des noeuds adopté. Une valeur de 118°C est observée au bout de 105 minutes d'opérabilité. Les valeurs obtenues restent très comparables à celles de l'expérience.

Par la suite, le dépôt augmente avec le nombre de Biot, qui reflète localement l'encrassement, le long de l'échangeur vu l'augmentation de la température en allant vers la sortie de l'échangeur. La tendance de l'encrassement est remarquée sur les deux surfaces. Par la suite la vitesse de dépôt est égale à la vitesse de réentraînement.

Nema et Datta (2004) suivent numériquement l'évolution de la diminution de la température de sortie du lait due à l'encrassement des équipements lors d'une phase de traitement thermique. L'augmentation de la température ou de la pression de la vapeur est préconisée pour contrecarrer la diminution de la température du lait et ce dans le but de

pousser au plus tard le cycle de lavage suivant. Les auteurs développent un modèle pour contrôler la température du lait affectée par l'encrassement suite à la chute des échanges thermiques avec la vapeur. Le modèle calcule l'évolution de la température et la pression de la vapeur nécessaire pour maintenir une pasteurisation suffisante en préconisant une température de sortie pour le lait et ce pour un triple échangeur de chaleur tubulaire hélicoïdal. Les résultats montrent que le contrôle adopté permet de contrecarrer efficacement l'encrassement pour différentes classes d'échangeurs avec de très légers changements.

Dans un autre travail plus récent, **Nema et Datta** (2006) considèrent l'encrassement du lait dans un triple échangeur de chaleur tubulaire hélicoïdal et ce en améliorant le modèle établi auparavant pour estimer l'épaisseur de la couche encrassante et la température de sortie du lait traité en fonction du temps le long de l'échangeur en se basant sur le nombre de Biot qui exprime localement l'encrassement. Les résultats montrent en particulier une épaisseur de crasse importante au début et qui diminue au fur et à mesure du temps. Par contre la température qui contrôle l'encrassement avec les forces de cisaillement diminue avec l'augmentation de l'épaisseur de la crasse. Les auteurs remarquent également que les différents paramètres tels que les propriétés du fluide dépendent de la température qui évolue au cours du fonctionnement d'où la complexité du phénomène et du modèle qui en découle.

Les résultats montrent une augmentation de la température le long de l'échangeur. Par contre, elle diminue en fonction du temps suite à l'encrassement qui vient dégrader la qualité des échanges thermiques avec la vapeur. Ce résultat est en bonne adéquation avec celui de l'expérience avec une différence de 4°C due en partie à la valeur de la conductivité thermique du dépôt considérée comme constante dans le code de calcul mais qui évolue réellement avec la température.

La masse du dépôt augmente sur la surface externe du tube intérieur le long de l'échangeur. L'encrassement trouvé est de nature asymptotique et n'est pas uniforme le long de l'échangeur pour un temps donné.

Le nombre de Biot augmente le long de l'échangeur durant le fonctionnement du système. Ceci est dû à la différence entre la température du fluide qui évolue est celle de la paroi qui reste constante.

Ansari et al. (2003) développent une simulation du phénomène d'encrassement en combinant des équations différentielles et ce pour un échangeur de chaleur tubulaire. Les auteurs utilisent la méthode d'intégration Euler pour résoudre ces équations et simuler numériquement le modèle en se basant sur des méthodes caractéristiques. Le domaine est divisé en 30 nœuds distants de 10 cm le long de l'échangeur de 3 m de longueur, de diamètre 6 et 7,5 cm de rayon intérieur et extérieur respectivement. Le modèle permet de prévoir la température du lait et l'encrassement qui se produit sur les parois. Des simulations sont conduites pour un temps d'opérabilité de 4500 secondes. Les résultats sont assez encourageants en bonne adéquation avec ceux de l'expérimentation. Ils montrent que l'épaisseur de l'encrassement augmente le long de l'échangeur et se stabilise après un temps de fonctionnement de 2750 secondes pour des échangeurs de différentes longueurs. La température augmente également et se stabilise pour un temps de fonctionnement de 4500 secondes. Ces résultats suggèrent que l'encrassement engendre une augmentation de la vitesse de l'écoulement et des forces d'enlèvement importantes qui empêchent de nouveaux dépôts.

I.3.13.3. Réduction des dépôts

Le prétraitement thermique du lait est employé pour allonger les cycles de production des pasteurisateurs, des évaporateurs ou des systèmes de filtration afin de réduire la formation

de crasse. Le préchauffage diminue la formation de dépôts dans les échangeurs de chaleur ou le colmatage des membranes de filtration. Ce traitement préliminaire entraîne la précipitation prématurée et lente des minéraux et la dénaturation partielle des protéines qui forment alors de fins agrégats peu susceptibles de s'attacher aux parois de l'échangeur.

L'entreposage du lait à froid (4°C durant 24 heures) avant l'opération de pasteurisation est également une solution efficace pour réduire la formation de crasse dans les pasteurisateurs.

Le traitement des surfaces peut faire changer le comportement de cette surface vis-à-vis de l'encrassement. Des techniques permettent de rendre ces surfaces moins adhésives en déposant, par exemple, un mince film à la surface des équipements thermiques en particulier. Ce film modifie ainsi la nature chimique de la surface et de ses propriétés adhésives. On peut également citer le traitement de surface par l'élaboration d'alliages avec différents métaux qui s'intègrent et qui apportent une amélioration des propriétés adhésives.

Pour une meilleure maîtrise du problème d'encrassement il convient de citer l'adoucissement de l'eau utilisée pour la dissolution de la poudre en particulier pour les laiteries algériennes, l'utilisation d'une commande de température sous forme de palier et qui permettrait d'atteindre la température de pasteurisation en douceur, l'ajout de tensioactifs alimentaires dans le pasteurisateur qui contribuerait à créer une compétitivité d'adsorption entre les tensioactifs et les protéines sur la surface du pasteurisateur, et enfin l'ajout d'émulsifiants qui protégerait les protéines en formant des complexes stables.

Malheureusement, ces solutions augmentent des frais d'exploitation des unités de production mais qui pourront éventuellement concurrencer les frais exorbitants des produits chimiques utilisés pour le nettoyage.

En général, il n'existe pas de solutions miracles au problème d'encrassement des équipements thermiques. Par contre, la connaissance des mécanismes de formation des dépôts permet d'en limiter au moins l'ampleur. Nous pensons également que la connaissance du dépôt dans sa structure et sa nature est capitale.

I.3.13.4. Elimination des dépôts

Le lavage effectué à la fin de chaque cycle de production des équipements atteints par l'encrassement, est la solution la plus évidente et la plus employée. Elle consiste à enlever les dépôts qui se sont formés. Une autre approche vise à résoudre le problème à la source en tentant d'éliminer la formation de crasse. Le prétraitement du lait permet de réduire d'une façon significative l'encrassement des surfaces tandis que les techniques de traitement des surfaces pourraient rendre les surfaces des équipements de l'industrie laitière antiadhésives.

La procédure de lavage est réalisée avec des produits qui s'attaquent aux composés organiques et minéraux qui composent le dépôt. Les premiers sont éliminés par un lavage alcalin suivis par un lavage acide qui élimine les minéraux. L'efficacité du procédé dépend des conditions opératoires de l'opération. Un lavage avec de l'eau est enfin effectué et ce pour éliminer les traces d'acides ou de bases qui pourraient éventuellement se trouver sur les parois. Des tests chimiques et microbiologiques sont enfin réalisés pour confirmer l'état de propreté de la surface des équipements prête pour des productions futures.

I.3.13.5. Conclusion

La remarque principale qu'on peut dégager de cette revue bibliographique est que les auteurs des différents travaux ne considèrent pratiquement que l'encrassement par la protéine β -lactoglobuline (**Lalande et al.**, 1984) qui se dégradent et ce pour des considérations bien claires. Sa structure lui confère un rôle déterminant dans le processus de l'encrassement. Des considérations thermodynamiques confortent également cette l'idée (**Lalande et al.**, 1984 et **Tanford**, 1970).

Il est clair également, que l'encrassement des protéines dépend énormément de la température puisque la protéine subit des transformations suite à l'augmentation de la température selon une loi type Arrhenius.

L'encrassement par cristallisation n'est pas pris en compte dans les principaux modèles établis, phénomène qui peut devenir très influant à des températures supérieures à 90°C. Il peut devenir également important si l'eau employée pour la préparation de la solution de lait à partir de la poudre de lait est dure.

Il est également clair que, si l'on procède à un préchauffage à plus de 85°C suivi d'un chambrage, le dépôt dans le pasteurisateur sera moins important. Ceci est dû à la dénaturation de protéines et à la dégradation lente de la sursaturation en phosphate de calcium par formation de germes cristallins dans le pasteurisateur.

D'autres travaux montrent que le pH et la vitesse d'écoulement exercent une influence sur la formation de la crasse.

D'autres travaux évoquent le rôle que peut jouer les bulles de gaz dans le processus de l'encrassement, bulles qui se libèrent au cours du chauffage et qui adhèrent aux surfaces et forment une mousse avec les protéines dégradées qui bloquent l'écoulement.

Certains auteurs considèrent d'autres paramètres tels que la rugosité de la surface, le type de matériau et la charge superficielle qui influent la turbulence et par conséquent l'échange thermique entre les deux fluides.

Sur un autre article, l'auteur s'est intéressé à l'étude du rapport Ca : P dans la crasse et a trouvé une valeur proche de la valeur caractéristique du $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ de 1,5. Ceci confirmera l'hypothèse d'un encrassement par cristallisation du phosphate du calcium.

CHAPITRE 2

FORMULATION MATHÉMATIQUE

Ce chapitre concerne la formulation du problème d'encrassement des échangeurs de chaleur lors d'une opération de pasteurisation du lait.

La modélisation mathématique d'un système d'échangeurs de chaleur à plaques faisant suite à un encrassement par le lait est présentée en utilisant un modèle dynamique de l'écoulement du fluide. Le modèle de l'encrassement considéré est basé sur le schéma de la réaction, le phénomène de transfert de masse et les différents facteurs intervenant lors du traitement thermique du lait. Le modèle sera couplé aux modèles dynamiques des échangeurs de chaleur à plaques résultant ainsi sur un modèle final qui comportera un ensemble d'équations différentielles partielles, intégrales et algébriques.

L'analyse portant sur l'estimation des paramètres d'équations est exécutée en se basant sur l'optimisation d'un problème dynamique. Ce modèle permettra de simuler le fonctionnement du système via un code Mathematica.V5.01.

II.1. DESCRIPTION DU SYSTÈME

Le schéma du pasteurisateur choisi est celui d'une installation thermique classique qui comporte trois compartiments (chauffage, refroidissement et récupération) et qui existe pratiquement dans toutes les laiteries algériennes spécialisées dans la transformation et la production de divers produits laitiers tels que le yaourt, le lait pasteurisé, le lait stérilisé ...etc.

La pasteurisation consiste en un chauffage du lait à une température donnée dite de pasteurisation pendant un temps donné afin d'éliminer l'action pathologique des bactéries. C'est un traitement obligatoire que doit subir le lait avant toute utilisation pour des raisons de sécurité alimentaires évidentes.

Le lait provenant des réservoirs de préchauffage, entre dans un premier ensemble d'échangeurs à plaques pour récupérer la chaleur du lait sortant (figure II.1). Le lait, pénètre ensuite dans un nouvel échangeur où il subit une opération de chauffage par la vapeur d'eau. A la sortie de celui-ci, il parcourt, pendant 15 secondes, un tube à la température de 90°C pour subir l'opération dite de chambrage. Enfin, le lait pénètre dans l'échangeur de récupération afin de chauffer le lait entrant puis l'échangeur de refroidissement pour en ressortir à une température basse. Le lait est ensuite stocké dans des réservoirs hermétiques et ce pour des utilisations futures. Dans les installations réelles, le lait, avant d'aborder le pasteurisateur, entre dans divers équipements pour en subir le dégazage et autres. Ces opérations ne sont pas considérées dans ce modèle.

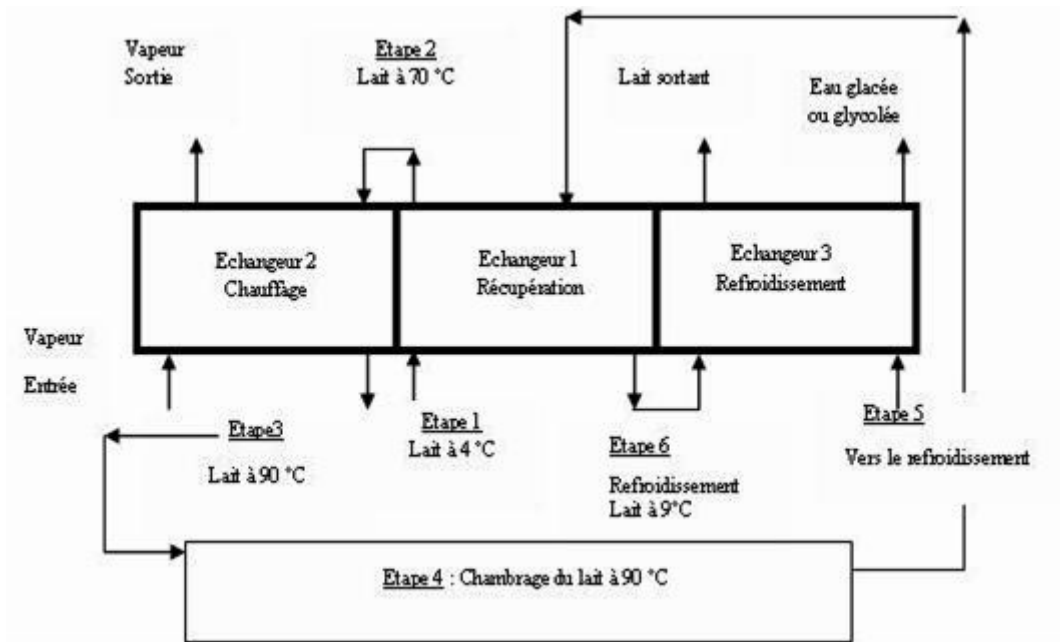


Figure II.1. Cycle de Pasteurisation du Lait.

II.2. MÉCANISME

Toyoda et Fryer (1997), De Jong *et al.* (1992) etc. indiquent qu'une fois le lait chauffé à plus de 65°C, seule la protéine β -lactoglobuline devient instable et se transforme en précurseur de dépôt et ce pour des considérations qui ont été déjà soulevées précédemment, selon le schéma de la figure II.2 suite particulièrement à des considérations thermodynamiques:

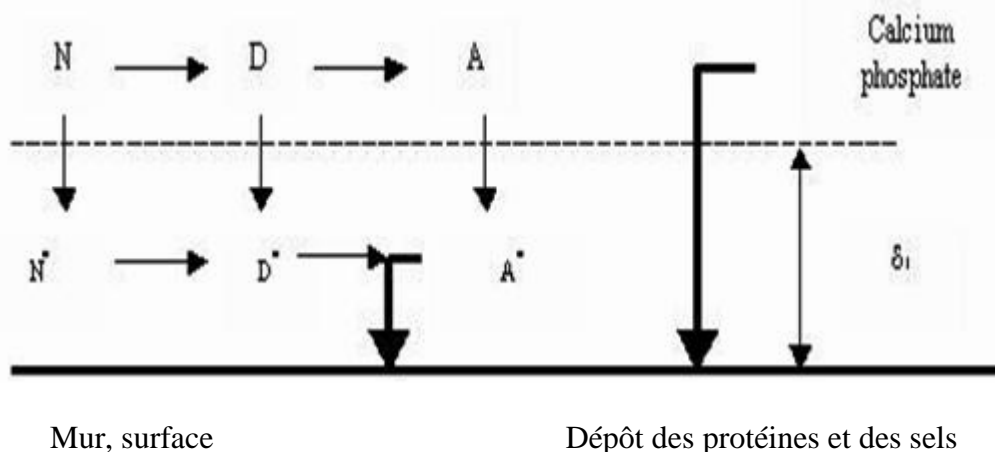


Figure II.2. Encrassement des protéines et des sels.

1. La protéine β -lactoglobuline (protéine N, N : Native) subit une dénaturation (altération de sa structure) en dévoilant ses groupements (S-H) et devient ainsi réactive (protéine D).
2. Une réaction de polymérisation irréversible donne naissance à des particules insolubles sous forme d'agréats (amas de matière), notée protéine A.

Les cinétiques des différentes réactions sont connues (**De Jong et al.**, 1992). Un transfert de masse des trois formes de protéines a lieu entre le fluide et la couche limite et le dépôt est formé par la protéine agrégée.

Il est important de connaître les cinétiques et les différents paramètres physicochimiques des différents phénomènes ayant lieu pour pouvoir quantifier le dépôt et connaître la résistance due à l'encrassement.

Nous préconisons un autre type d'encrassement qui a lieu en même temps que celui des protéines et que nous considérons avec le modèle de **Toyoda et Fryer** (1997) ce qui résulte ainsi sur un nouveau modèle que nous appelons le modèle de Toyoda modifié. C'est celui du phosphate du calcium, qui possède une solubilité inverse par rapport à la température, à un gradient de solubilité négatif. Lors du préchauffage du lait, le produit ionique dépasse la concentration limite de solubilité. Les sels sédimentent sous forme cristalline et se déposent sur la paroi.

L'expression de la constante de vitesse pour les différentes réactions de transformation de la protéine (**Grijnspeerdt**, 2004) est de la forme:

$$K = K_0 \exp(-E/RT) \quad \text{II.1}$$

$$\log_{10} K = 37.95 - 14.51(103/T), T < 363.15 \text{ K}$$

$$\log_{10} K = 5.98 - 2.86(103/T), T > 363.15 \text{ K.}$$

Les paramètres cinétiques sont donnés dans le tableau II.1:

Tableau II.1. Paramètres cinétiques (**Grijnspeerdt**, 2004 et **Georgiadis**, 1998).

	T(°C)	E(J/mol)	Ln k ₀
Protéine native	70-90	2,614.10 ⁵	86,41
Protéine dénaturée	70-90	3,370.10 ³⁷	89,40
Protéine agrégée	70-90	2,885.10 ⁵	91,32

II.3. MODÈLE UNIDIMENSIONNEL

II.3.1. Equation de continuité et de vitesse

En supposant une plaque plate et lisse, on écrit les équations simples de continuité et de vitesse présentées comme suit :

$$\frac{\partial u}{\partial x} = 0 \quad \text{II.2}$$

$$\frac{\partial u}{\partial t} + u \frac{\partial u}{\partial x} = -\frac{1}{\rho} \frac{\partial \bar{P}}{\partial x} + \eta \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} \quad \text{II.3}$$

II.3.2. Modèle thermique de l'échangeur

Dans le cas de traitements thermiques du lait, les échangeurs de chaleur à plaques sont généralement recommandés car ils présentent l'avantage de traiter des débits importants et surtout d'offrir un coefficient d'échange thermique très élevé.

Un échangeur de chaleur à plaques consiste en un certain nombre de canaux d'écoulement de fluide (figure II.3), métalliques parallèles et séparés par une garniture, qui assure l'étanchéité, et qui entoure le périmètre de chaque plaque. Un échange thermique a lieu entre deux fluides qui circulent dans des canaux voisins.

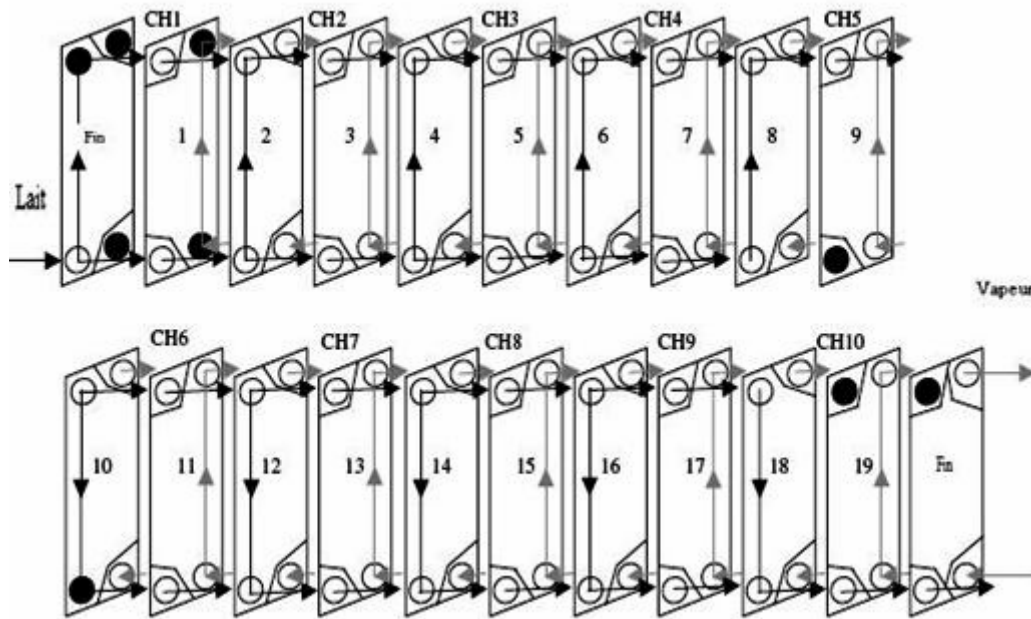


Figure II.3. Arrangement des plaques de l'échangeur de pasteurisation et circulation des fluides avec deux types d'écoulements possibles (lait et vapeur d'eau par exemple).

La modélisation de l'échangeur est basée sur les hypothèses simplificatrices suivantes :

1. le transfert de chaleur selon la direction axiale est négligeable ;
2. le débit et la température sont constants suivant la largeur de la plaque ;
3. Les débits des deux fluides sont constants dans tous les canaux ;
4. Les pertes de chaleur vers l'environnement sont négligeables.

Considérons le volume élémentaire d'un échangeur à plaque de la figure II.4 afin d'établir sa modélisation.

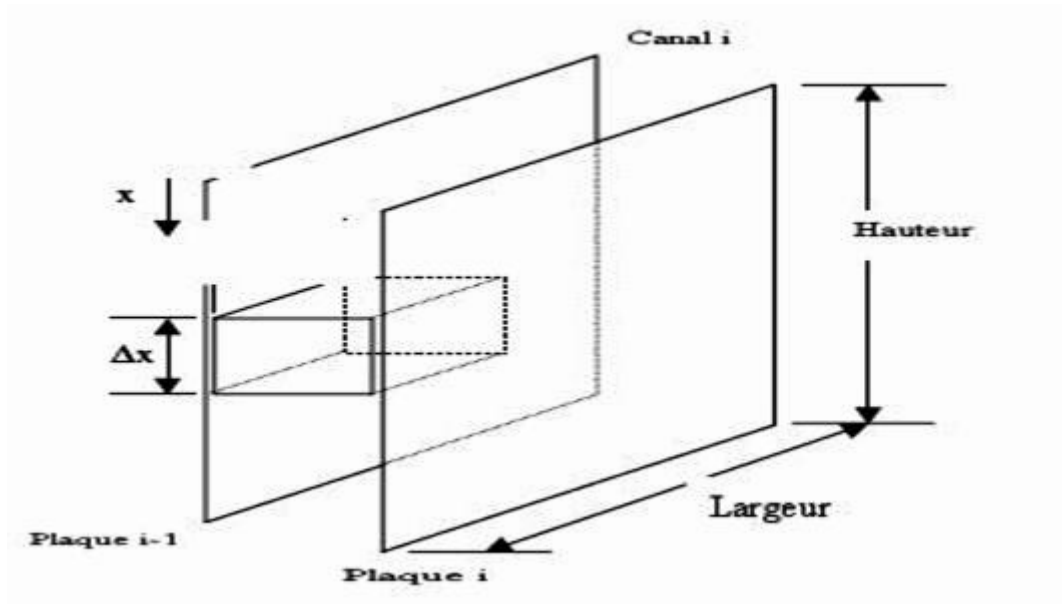


Figure II.4. Élément d'une plaque d'un échangeur (1D).

L'équation décrivant l'échange thermique entre le fluide s'écoulant dans le canal J en contact avec les plaques P_J et P_{j+1}, en se basant sur la loi de conservation de l'énergie, est :

$$A_x \rho_j C_{p_j} \frac{\partial T_j}{\partial t} + n_j u_x \frac{\partial T_j}{\partial x} = U_j A_j (T_{p_{j-1}} - T_j) + U_j A_j (T_{p_j} - T_j) \quad \text{II.4}$$

Bilan d'énergie pour la plaque j :

$$\rho_j C_{p_p} A_{xp} \frac{\partial T}{\partial t} = U_j A_j (T_j - T_{p_j}) + U_{j+1} A_j (T_{j+1} - T_{p_j}) \quad \text{II.5}$$

Pour le premier et le dernier canal :

$$A_x \rho_1 C_{p_1} \frac{\partial T_1}{\partial t} + n_j u_j \frac{\partial T}{\partial x} = U_j A_j (T_{p_1} - T_1) \quad \text{II.6}$$

$$A_x \rho_m C_{p_m} \frac{\partial T}{\partial t} + n_m u_m \frac{\partial T_m}{\partial x} = U_m A_m (T_{p_{m-1}} - T_m) \quad \text{II.7}$$

Le coefficient global de transfert U_0 avant l'encrassement est calculé grâce au nombre de Nusselt qui est fonction du nombre de Reynolds et du nombre de Prandtl selon les expressions suivantes (**Delaplace et al.**, 1994):

$$Nu = 0.214(Re^{0.662} - 3.2)Pr^{0.4} = \frac{h D_e}{\lambda} \quad \text{II.8}$$

$$\text{Avec: } Pr = \frac{C_p \mu}{\lambda}, \text{ le nombre de Prandtl} \quad \text{II.9}$$

$$Re = \frac{D_e u_x \rho}{\mu}, \text{ le nombre de Reynolds} \quad \text{II.10}$$

$$D_e = 2e_j \quad \text{II.11}$$

$$\frac{1}{U_0} = \frac{1}{h_C} + \frac{1}{h_F} + \frac{P_j}{\lambda_p} \quad \text{II.12}$$

Le coefficient global de transfert après encrassement est donné par (**Fryer et Slater, 1985**):

$$U = \frac{U_0}{1 + Bi} \text{ où } Bi \text{ est le nombre de Biot} \quad \text{II.13}$$

II.3.3. Bilan de masse

La modélisation est basée sur les hypothèses simplificatrices suivantes:

1. La variation des différentes constantes physico-chimiques du lait en fonction de la température est négligeable. Par contre, les propriétés de transport sont calculées.
2. Le transfert de masse selon la largeur de la plaque est négligeable.

Il est important de distinguer entre les données d'écoulement, telles que les températures et les concentrations, et celles dans la couche limite où ont lieu les différentes réactions y compris l'encrassement. Par exemple, la température dans l'écoulement est T_j et celle dans la couche limite est T_{pj} pour une plaque donnée. Elle change d'une plaque à une autre puisqu'au fur et à mesure que le lait aborde de nouvelles plaques, au cours de l'opération de chauffage par exemple, sa température croît, donc la température dans la couche limite croît également. Par conséquent, les deux profils de concentration et de température engendrent des encrassements différents d'une plaque à une autre.

Des bilans de masse des différentes formes de la protéine sont établis pour chaque canal:

II.3.3.1. Bilan de masse des protéines dans le fluide

Les bilans de masse des différentes formes de protéines sont établis comme suit:

Le bilan de masse de la protéine native est donné par:

$$\frac{\partial C_{Nj}}{\partial t} + n_j u_x \frac{\partial C_{Nj}}{\partial x} = -K_{N0} \exp(-E_N/RT_J) C_{Nj} + \frac{\partial}{\partial x} (D_N \partial C_{Nj} / \partial x) + \frac{K_{mn}}{e_j} (C_{Nj} - C_{Np}^*) \quad \text{II.14}$$

Le bilan de masse de la protéine dénaturée est donné par:

$$\frac{\partial C_{Dj}}{\partial t} + n_j u_x \frac{\partial C_{Dj}}{\partial x} = K_{N0} \exp(-E_N/RT_J) C_{Nj} + K_{D0} \exp(-E_D/RT_{TJ}) C_{Dj}^2 + \frac{\partial}{\partial x} (D_D \partial C_{Dj} / \partial x) + \frac{K_{mD}}{e_j} (C_{Dj} - C_{Dp}^*) \quad \text{II.15}$$

Le bilan de masse de la protéine agrégée est donné par:

$$\frac{\partial C_{Aj}}{\partial t} + n_j u_x \frac{\partial C_{Aj}}{\partial x} = K_{D0} \exp(-E_D/RT_J) C_{Dj}^2 + \frac{\partial}{\partial x} (D_A \partial C_{Aj} / \partial x) + \frac{K_{mA}}{e_j} (C_{Aj} - C_{Ap}^*) \quad \text{II.16}$$

II.3.3.2. Bilan de masse des protéines dans la couche limite

Le bilan de masse de la protéine native est donné par:

$$\frac{\partial C_{Np}^*}{\partial t} + n_j u_x \frac{\partial C_{Np}^*}{\partial x} = -K_{N0} \exp(-E_N/RT_J) C_{Np}^* + \frac{\partial}{\partial x} (D_N \partial C_{Np}^* / \partial x) - \frac{K_{mN}}{\delta_T} (C_{Np}^* - C_{Nj}) \quad \text{II.17}$$

Le bilan de masse de la protéine dénaturée est donné par:

$$\frac{\partial C_{Dp}^*}{\partial t} + n_j u_x \frac{\partial C_{Dp}^*}{\partial x} = K_{N0} \exp(-E_N/RT_J) C_{Np}^* + \frac{\partial}{\partial x} (D_D \partial C_{Dp}^* / \partial x) - K_{D0} \exp(-E_D/RT_J) C_{Dp}^* - \frac{K_{mD}}{\delta_T} (C_{Dp}^* - C_{Dj}) \quad \text{II.18}$$

Le bilan de masse de la protéine agrégée est donné par:

$$\frac{\partial C_{Ap}^*}{\partial t} + n_j u_x \frac{\partial C_{Ap}^*}{\partial x} = K_{D0} \exp(-E_D/RT_{PJ}) C_{Dp}^{*2} + \frac{\partial}{\partial x} (D_A \partial C_{Ap}^* / \partial x) - \frac{1}{\delta_T} [K_{mA} (C_{Ap}^* - C_{Aj}) + K_w C_{Ap}^*] \quad \text{II.19}$$

Le nombre adimensionnel de Biot permet d'exprimer la variation de la qualité du transfert thermique, pour toutes les plaques, en reliant le taux du dépôt, dû à l'encrassement des protéines, à la concentration des protéines agrégées dans la couche limite par le coefficient K_w selon la relation (**Toyoda et Fryer, 1997**)

$$\frac{\partial Bi_p}{\partial t} = \beta K_w C_{Ap}^* \quad \text{II.20}$$

Et,

$$Bi = R_d U_0 \quad \text{II.21}$$

La constante β est obtenue par une technique de régression optimale des données expérimentales (**Georgiadis, 1998**). Cette constante est égale à 129 pour un arrangement à contre-courant.

II.3.4. Conditions initiales et conditions aux limites

Initialement, on suppose que le lait circule et que l'opération de pasteurisation se réalise normalement sans encrassement, d'où :

A $t = 0$ avec: $\forall j$ et $\forall x \in (0, L)$:

$$\frac{\partial T_j}{\partial t} = 0 \quad \text{II.22}$$

$$\frac{\partial T_{pj}}{\partial t} = 0, \forall p \quad \text{II.23}$$

$$C_{Nj}(x,t) = C_{Dj}(x,t) = C_{Aj}(x,t) \quad \text{II.24}$$

$$C_{Np}^*(x,t) = C_{Dp}^*(x,t) = C_{Ap}^*(x,t), \forall p \quad \text{II.25}$$

La température du lait à la sortie du canal J est noté $T_f(J,L)$ est égale à la température à l'entrée du canal suivant notée $T_f(J+1,L)$ d'où :

$$T_f(1,0) = T_{fe} \quad \text{II.26}$$

$$T_f(J,L) = T_f(J-1,L) \text{ Pour } J=2, 4, 6, \dots, 2n \quad \text{II.27}$$

$$T_f(J,0) = T_f(J-1,0) \text{ Pour } J=3, 5, \dots, 2n+1 \quad \text{II.28}$$

$$T_c(19,L) = T_{ce} \quad \text{II.29}$$

$$T_c(J,0) = T_c(J-1,0) \text{ Pour } J=2, 4, 6, \dots \quad \text{II.30}$$

$$T_c(J,L) = T_c(J-1,L) \text{ Pour } J=3, 5, \dots \quad \text{II.31}$$

$$C_{Ne} = 5 \text{ Kg/m}^3. \quad \text{II.32}$$

$$C_{De} = C_{Ae} = 0 \text{ Kg/m}^3. \quad \text{II.33}$$

Le même raisonnement est suivi pour la concentration. La concentration à la sortie d'un canal est égale à celle de l'entrée du canal suivant. Il faut assurer une continuité des concentrations.

Les conditions concernant les protéines dans la couche limite sont appliquées pour les deux cotés d'une même plaque pour tous les canaux.

Les conditions limites dépendent de la géométrie employée.

II.3.5. Calcul des propriétés de transport

La modélisation du phénomène de l'encrassement dans les échangeurs à plaques fait intervenir plusieurs propriétés de transport tels que les coefficients de diffusion et de transfert de masse.

L'épaisseur de la couche limite thermique δ_T , est reliée à l'épaisseur de la couche limite dynamique δ , par la relation (**Schmidt**, 1993):

$$\frac{\delta_T}{\delta} = \text{Pr}^{1/3} \quad \text{II.34}$$

Avec:

L'utilisation de l'intégrale approximative de Van Terman peut conduire à ce type de relation entre δ_T et δ connaissant les conditions limites et les profils de température et de vitesse (**Schmidt**, 1993).

Le coefficient de transfert de masse de la protéine i est relié au coefficient de diffusion de la même protéine par :

$$K_{mi} = \frac{D_i}{\delta} \quad \text{II.35}$$

Le coefficient de diffusion d'une protéine peut être calculé par l'équation suivante connaissant son diamètre (**Perry et Green**, 1984):

$$D_i = 1,3 \cdot 10^{-17} \frac{T_j}{\mu V_i^{0.6}} \quad \text{II.36}$$

Les valeurs des diamètres des trois formes de la protéine ont été déterminées expérimentalement par les travaux de **De Jong et al.** (1992) et reprises dans la quasi-totalité des travaux sur le thème:

$$V_i = N_{AV} \frac{1}{6} \Pi D_i^3, i = N, D, A \quad \text{II.37}$$

L'épaisseur de la couche limite dynamique δ , est calculée par (**De Jong**, 1996) :

$$\delta = \frac{D_e}{Sh} \quad \text{II.38}$$

Avec (**De Jong**, 1996):

$$Sh = 0.214 (Re^{0.622} - 3.2) Sc^{0.4} \quad \text{II.39}$$

$$Sc = \frac{\mu}{\rho D} \quad \text{II.40}$$

Avec les conditions : $2000 < Re < 10^5$ et $Sc > 0.7$

II.3.6. Calcul de la masse de la crasse déposée

La masse, exprimée en Kg/m^2 , de la crasse déposée sur une plaque de l'échangeur en fonction de x ($0 < x < L$) pour n'importe quelle plaque, est donnée par (**Mahdi et al.**, 2009) :

$$Mass_p(x) = \frac{\lambda_p \cdot Bi_p(x) \cdot \rho_d}{U_0} + t \cdot k_{sel} \cdot \log \frac{I}{L_L} \quad \text{II.41}$$

Avec :

$$K_s = K_{sel0} \exp(-E_s/RT) \quad \text{II.42}$$

Le premier terme concerne la crasse due au dépôt de la protéine, et le second terme concerne le dépôt du phosphate de calcium.

Quand le produit ionique ou le produit d'activité (I) dépasse le produit de solubilité (L_L), le dépôt de phosphate de calcium a lieu.

On peut conclure, selon cette expression, que l'augmentation du nombre de Biot fait diminuer la valeur du coefficient global de transfert.

II.4. MODÈLE BIDIMENSIONNEL

II.4.1. Equation de continuité et de vitesse

En supposant une plaque plate et lisse, on peut présenter les équations simples de continuité et de vitesse en coordonnées cartésiennes (**Jun et al.**, 2003):

$$\frac{\partial u}{\partial x} + \frac{\partial v}{\partial y} = 0 \quad \text{II.43}$$

$$\frac{\partial u}{\partial t} + u \frac{\partial u}{\partial x} + v \frac{\partial u}{\partial y} = -\frac{1}{\rho} \frac{\partial \bar{P}}{\partial x} + \eta \left(\frac{\partial^2 u}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 u}{\partial y^2} \right) \quad \text{II.44}$$

$$\frac{\partial v}{\partial t} + u \frac{\partial v}{\partial x} + v \frac{\partial v}{\partial y} = -\frac{1}{\rho} \frac{\partial \bar{P}}{\partial y} + \eta \left(\frac{\partial^2 v}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 v}{\partial y^2} \right) \quad \text{II.45}$$

II.4.2. Modèle thermique de l'échangeur

Considérons le volume élémentaire d'un échangeur à plaque de la figure II.5 afin d'établir sa modélisation.

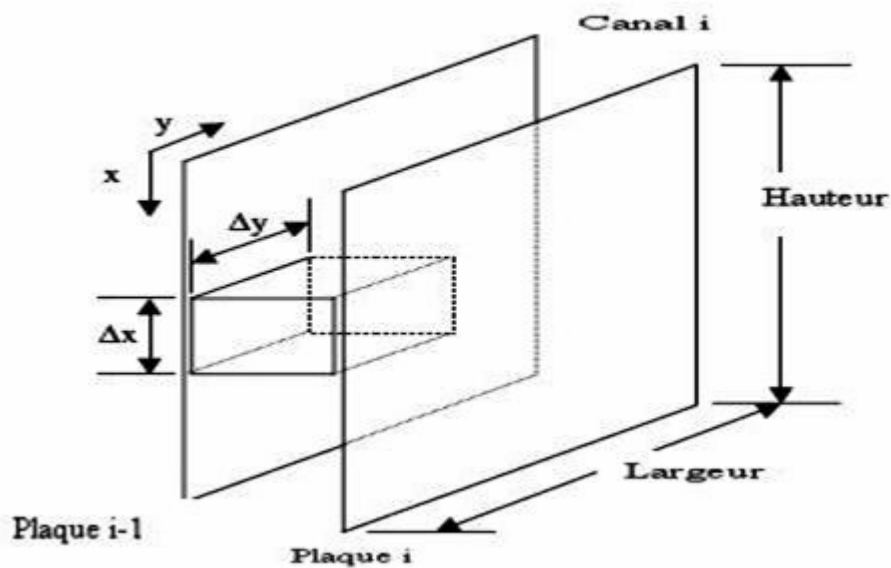


Figure II.5. Élément d'une plaque d'un échangeur (2D).

L'équation d'énergie dans le cas d'un transfert bidimensionnel pour un volume élémentaire d'un échangeur de chaleur à plaque s'écrit :

$$e_j \rho_j C_{P_j} \left[\frac{\partial T_j}{\partial t} + u_j \left(\frac{\partial T_j}{\partial x} \right) + v_j \left(\frac{\partial T_j}{\partial y} \right) \right] = U_j (T_{p(j-1)} + T_p - 2 T_j) \quad \text{II.46}$$

$$C_p \rho_p \delta_p \frac{\partial T_{pj}}{\partial t} = U_j (T_j + T_{j+1} - 2T_{pj}) \quad \text{II.47}$$

II.4.3. Bilan de masse

La modélisation est basée sur le modèle d'encrassement présenté auparavant avec les mêmes hypothèses simplificatrices déjà énoncées.

Des bilans de masse des différentes formes de la protéine sont établies pour chaque canal:

II.4.3.1. Bilan de masse des protéines dans le fluide

Les bilans de masse des différentes formes de protéines sont établis comme suit:

Le bilan de masse de la protéine native est donné par:

$$\begin{aligned} \frac{\partial C_{Nj}}{\partial t} + u \frac{\partial C_{Nj}}{\partial x} + v \frac{\partial C_{Nj}}{\partial y} = & -k_{NO} \exp\left[-\frac{E_N}{(RT_j)}\right] C_{Nj} + \frac{\partial}{\partial x} \left[D_N \left(\frac{\partial C_{Nj}}{\partial x} \right) \right] \\ & + \frac{\partial}{\partial y} \left[D_N \left(\frac{\partial C_{Nj}}{\partial y} \right) \right] - \frac{k_{mN}}{\delta_T} (C_{Nj} - C_{Np}^*) \end{aligned} \quad \text{II.48}$$

Le bilan de masse de la protéine dénaturée est donné par:

$$\begin{aligned} \frac{\partial C_{Dj}}{\partial t} + u \frac{\partial C_{Dj}}{\partial x} + v \frac{\partial C_{Dj}}{\partial y} = & k_{NO} \exp\left[-\frac{E_N}{(RT_j)}\right] C_{Nj} - k_{DO} \exp\left[-\frac{E_D}{(RT_j)}\right] C_{Dj}^2 + \\ & \frac{\partial}{\partial x} \left[D_D \left(\frac{\partial C_{Dj}}{\partial x} \right) \right] + \frac{\partial}{\partial y} \left[D_D \left(\frac{\partial C_{Dj}}{\partial y} \right) \right] - \frac{k_{mD}}{\delta_T} (C_{Dj} - C_{Dp}^*) \end{aligned} \quad \text{II.49}$$

Le bilan de masse de la protéine agrégée est donné par:

$$\begin{aligned} \frac{\partial C_{Aj}}{\partial t} + u \frac{\partial C_{Aj}}{\partial x} + v \frac{\partial C_{Aj}}{\partial y} = & k_{DO} \exp\left[-\frac{E_D}{(RT_j)}\right] C_{Dj}^2 \\ & + \frac{\partial}{\partial x} \left[D_A \left(\frac{\partial C_{Nj}}{\partial x} \right) \right] \frac{\partial}{\partial y} \left[D_A \left(\frac{\partial C_{Nj}}{\partial y} \right) \right] - \frac{k_{mA}}{\delta_T} (C_{Aj} - C_{Ap}^*) \end{aligned} \quad \text{II.50}$$

II.4.3.2. Bilan de masse des protéines dans la couche limite

Le bilan de masse de la protéine native est donné par:

$$\begin{aligned} \frac{\partial C_{Np}^*}{\partial t} + u \frac{\partial C_{Np}^*}{\partial x} + v \frac{\partial C_{Np}^*}{\partial y} = & -k_{NO} \exp\left[-\frac{E_N}{(RT_p)}\right] C_{Np}^* + \frac{\partial}{\partial x} \left[D_N \left(\frac{\partial C_{Np}^*}{\partial x} \right) \right] \\ & + \frac{\partial}{\partial y} \left[D_N \left(\frac{\partial C_{Np}^*}{\partial y} \right) \right] - \frac{k_{mN}}{\delta_T} (C_{Np}^* - C_{Nj}) \end{aligned} \quad \text{II.51}$$

Le bilan de masse de la protéine dénaturée est donné par:

$$\begin{aligned} \frac{\partial C_{Dp}^*}{\partial t} + u \frac{\partial C_{Dp}^*}{\partial x} + v \frac{\partial C_{Dp}^*}{\partial y} = & k_{NO} \exp\left[-\frac{E_N}{(RT_p)}\right] C_{Np}^* - k_{D0} \exp\left[-\frac{E_D}{(RT_j)}\right] C_{Dp}^{*2} \\ & + \frac{\partial}{\partial x} \left[D_D \left(\frac{\partial C_{Dp}^*}{\partial x} \right) \right] + \frac{\partial}{\partial y} \left[D_D \left(\frac{\partial C_{Dp}^*}{\partial y} \right) \right] - \frac{k_{mD}}{\delta_T} (C_{Dp}^* - C_{Dj}) \end{aligned} \quad \text{II.52}$$

Le bilan de masse de la protéine agrégée est donné par:

$$\begin{aligned} \frac{\partial C_{Ap}^*}{\partial t} + u \frac{\partial C_{Ap}^*}{\partial x} + v \frac{\partial C_{Ap}^*}{\partial y} = & k_{D0} \exp\left[-\frac{E_D}{(RT_p)}\right] C_{Dp}^{*2} + \frac{\partial}{\partial x} \left[D_A \left(\frac{\partial C_{Ap}^*}{\partial x} \right) \right] \\ & + \frac{\partial}{\partial y} \left[D_A \left(\frac{\partial C_{Ap}^*}{\partial y} \right) \right] - \frac{k_{mA}}{\delta_T} (C_{Ap}^* - C_{Aj}) - k_w C_{Ap}^* \end{aligned} \quad \text{II.53}$$

1. Protéine déposée :

$$\frac{\partial C_{Mp}^*}{\partial t} = \frac{k_w}{\delta_T} C_{Ap}^* \quad \text{II.54}$$

II.4.4. Conditions initiales et conditions aux limites

Initialement, on suppose que le lait circule et que l'opération de pasteurisation se réalise normalement sans encrassement, d'où:

$$\begin{aligned} \forall j, \forall x, \forall y, t = 0 \\ T_j(x, y, t) = T_0 \end{aligned} \quad \text{II.55}$$

$$\begin{aligned} \forall p, \forall x, \forall y, t = 0 \\ T_p(x, y, t) = T_{amb} \end{aligned} \quad \text{II.56}$$

$$\begin{aligned} \forall j, \forall x, \forall y, t = 0 \\ C_{Nj}(x, y, t) = C_{Dj}(x, y, t) = C_{Aj}(x, y, t) = 0, \end{aligned} \quad \text{II.57}$$

$$\forall j, \forall x, \forall y, t = 0$$

$$C_{Np}^*(x,y,t) = C_{Dp}^*(x,y,t) = C_{Ap}^*(x,y,t) = 0, \quad \text{II.58}$$

$$\forall p, \forall x, \forall y, t = 0$$

$$C_{Nj}(x,o,t) = C_{Np}^*(x,o,t) = 5 \text{ Kg/m}^3 \quad (\text{conditions d'entrée}) \quad \text{II.59}$$

$$\forall j, \forall p, \forall t, x \in [0, 0,1]$$

$$C_{Dj}(x,o,t) = C_{Dp}^*(x,o,t) = 0 \text{ Kg/m}^3 \quad (\text{conditions d'entrée}) \quad \text{II.60}$$

$$\forall j, \forall p, \forall t, x \in [0, 0,1]$$

$$C_{Aj}(x,o,t) = C_{Ap}^*(x,o,t) = 0 \text{ Kg/m}^3 \quad (\text{conditions d'entrée}) \quad \text{II.61}$$

$\forall j, \forall p$ (Au sommet et au fond d'une plaque, condition limite)

$$\frac{\partial C_{Nj}}{\partial y} = \frac{\partial C_{Dj}}{\partial y} = \frac{\partial C_{Aj}}{\partial y} = \frac{\partial C_{Np}^*}{\partial y} = \frac{\partial C_{Dp}^*}{\partial y} = \frac{\partial C_{Ap}^*}{\partial y} = 0, \quad \text{II.62}$$

$\forall j, \forall p$ (A droite et à gauche d'une plaque, condition limite)

$$\frac{\partial C_{Nj}}{\partial x} = \frac{\partial C_{Dj}}{\partial x} = \frac{\partial C_{Aj}}{\partial x} = \frac{\partial C_{Np}^*}{\partial x} = \frac{\partial C_{Dp}^*}{\partial x} = \frac{\partial C_{Ap}^*}{\partial x} = 0 \quad \text{II.63}$$

Le modèle massique des protéines susmentionné a été validé en vérifiant l'évolution de la concentration à la sortie du système de pasteurisation par des dosages de l'azote totale par la minéralisation de Kjeldhal (**Hach et al.**, 1985 ; **Hach et al.**, 1987) et par des dosages spécifiques aux protéines par trois techniques pour confirmation :

- la méthode de Biuret (**Verbert et al.**, 1971).
- la méthode de dosage par le bleu de Coomassie.
- La méthode de **Lowry** (1951).

II.4.5. Calcul de la masse de la crasse déposée

La masse, exprimée en Kg/m^2 , de la crasse déposée sur une plaque de l'échangeur en fonction de x ($0 < x < L, 0 < y < 1$) pour n'importe quelle plaque, est donnée par (**Mahdi et al.**, 2009) :

$$\text{Mass}_p(x, y) = \frac{\lambda \cdot \text{Bi}_p(x, y) \cdot \rho_d}{U_0} + t \cdot k_s \log \left[\frac{I}{L_L} \right] \quad \text{II.64}$$

Le premier terme concerne la crasse due au dépôt de la protéine, et le second terme concerne le dépôt du phosphate de calcium. Quand le produit ionique ou le produit d'activité (I) dépasse le produit de solubilité (L_L), le dépôt de phosphate de calcium a lieu.

En conclusion, l'augmentation du nombre de Biot fait diminuer la valeur du coefficient global de transfert. Il est fonction, entre autres, de la concentration de la protéine agrégée dans la couche limite des vitesses des réactions de transformation. Cela nous ramène à conclure que les deux principales variables de commande du phénomène d'encrassement sont la température et les concentrations des protéines et des sels dans le fluide.

CHAPITRE 3

MODÉLISATION NUMÉRIQUE

III.1. GÉNÉRALITÉS

Nous avons opté dans le cas de la présente étude du phénomène de l'encrassement des échangeurs de chaleur par le lait lors de son traitement thermique pour une résolution numérique et ce en raison de l'absence de solutions analytiques adéquates.

Dans une approche numérique, la représentation du ou des phénomènes n'est pas continue mais discrète. En d'autres termes, la résolution des équations ne pourra se faire que pour des valeurs définies initialement. Par exemple pour des valeurs de temps et/ou d'espace données.

L'écriture du (des) modèle(s) pour chacune de ces valeurs s'appelle la discrétisation.

Pour résoudre numériquement ces équations, plusieurs méthodes existent et donnent des résultats plus ou moins fiables et plus ou moins rapides selon la nature du problème. Enfin, l'obtention des résultats est ensuite traité, pour l'analyse physique de la réponse au problème posé.

Le calcul numérique donne toujours des résultats qui peuvent être, à la limite, complètement erronés. Il est donc nécessaire de les soumettre à une critique pour validation.

Il est donc nécessaire de confronter ces résultats avec des étalons pour s'assurer de la validité du résultat. Cette confrontation peut être faite, soit par rapport à un autre modèle, dont la validité n'a pas été mise en défaut, soit par rapport à un montage expérimental, où est réalisé le problème posé et muni de suffisamment de points de mesure pour assurer une comparaison objective. Néanmoins, si cette comparaison conduit à des écarts acceptables, la simulation effectuée n'en reste pas moins relative à un cas particulier donné initialement. Le modèle ne sera complètement validé que lorsqu'il aura été confronté avec succès avec un nombre suffisant d'étalons. Dès lors, l'outil créé peut alors servir les objectifs pour lesquels il a été conçu.

III.2. MAILLAGE

L'opération de division du domaine en un certain nombre de volumes est appelée maillage. La précision des résultats tient de la qualité de cette division. Cette qualité influence également le temps et l'opération de calcul en général. Le maillage peut être uniforme ou non uniforme selon que l'on calcule près des parois ou dans le fluide.

Le maillage est effectué de telle sorte à ce que les interfaces de discrétisation opérées correspondent avec celle des domaines fluide – dépôt susceptibles être présent et ce pour assurer la continuité du flux de chaleur transmis à travers le domaine et surtout de la température. Lors de la pasteurisation, le dépôt se forme sur la paroi de l'échangeur et évolue en fonction du temps. Le maillage doit tenir compte de cette opérabilité près de la paroi. Dans cette optique, des pas de plus en plus petits sont conçus en s'approchant de la paroi en considérant initialement une couche limite de dépôt. C'est ainsi que 66.000 éléments

discrétisés sont conçus. Il convient donc d'opérer avec un maillage très fin: plus le maillage est fin, plus l'espace est à modéliser, et donc l'incertitude liée à la modélisation des petites structures, diminue. La modélisation de cette région bien visible influence énormément la précision des résultats numériques. En effet, c'est dans cette région que l'on rencontre les forts gradients. Près des parois, le maillage est suffisamment fin pour que la première maille se situe à l'intérieur de la sous couche visqueuse. Les simulations sont effectuées avec $\Delta x=10\text{mm}$, $\Delta y=25\text{mm}$ et $\Delta t=0,5$ s et ce pour satisfaire le critère de stabilité de la solution explicite. C'est ainsi que 66000 éléments discrétisés sont créés.

Le maillage ne peut être augmenté sans limite dans le but de rechercher des solutions de plus en plus exactes puisque les méthodes numériques dépendent de la discrétisation employée car on est limité par le temps de calcul et la capacité de la mémoire de la machine. Il faut ainsi rechercher un maillage judicieux qui garantit un compromis entre précision des résultats et capacité des outils. Dans cette optique, des tests de susceptibilité sont effectués à chaque fois selon les cas pour résoudre l'équation en question avec différents maillage en allant d'un maillage grossier jusqu'au un maillage le plus fin. On se limite au maillage qui donne une reproduction des résultats, avec une marge acceptable, obtenus avec le maillage précédent, plus grossier, donc moins fin. Par conséquent, il n'est plus utile d'aller plus dans la finesse du maillage.

Il faut assurer l'indépendance des résultats vis à vis du maillage. Un maillage grossier donne des résultats non exacts et même parfois erronés mais qui prend un temps de calcul faible. Par contre, un maillage fin nécessite plus de temps et de capacité de calcul et qui donne, en général, des résultats acceptables. Il faut trouver un compromis entre les deux paramètres.

III.3. MÉTHODES NUMÉRIQUES DE DISCRÉTISATION

La résolution numérique d'un système d'équations aux dérivées partielles par une méthode discrète consiste à transformer ces équations en systèmes d'équations algébriques de dimensions égales au nombre de points discrets. Les systèmes d'équations ainsi établis sont résolus par des méthodes qui dépendent de la nature et de la taille des matrices. Ces méthodes peuvent être directes ou itératives. Les méthodes directes sont généralement plus précises et nécessitent moins de temps de calcul. Cependant, les méthodes itératives sont recommandables pour les équations complexes en raison de forts couplages entre elles et de leurs non linéarités.

Les méthodes numériques de discrétisation les plus employées sont :

1. la méthode des éléments finis ;
2. la méthode des différences finis ;
3. la méthode des volumes finis.

Cette dernière méthode est avantageuse en raison :

1. de sa souplesse ;
2. de sa simplicité ;
3. de la réduction de l'ordre de dérivation des équations par rapport aux autres méthodes ;

4. D'un développement mathématique simple par rapport aux autres méthodes.

Néanmoins, il est utile de noter que le choix d'une méthode résulte d'un compromis entre :

1. la précision recherchée des résultats ;
2. de la souplesse de la mise en œuvre ;
3. de la puissance des moyens informatiques disponibles.

III.3.1. Méthode des volumes finis

La méthode des volumes finis consiste à diviser le domaine de la plaque d'un échangeur de chaleur en un certain nombre de sous domaines, appelés volumes de contrôle. Un nœud est placé dans chacun de ces volumes de contrôle et la variable dépendante considérée est calculée en ces points. Les équations discrétisées qui sont des algébriques définies en ces nœuds sont obtenues par intégration des équations à travers les volumes de contrôle pour chacun des nœuds. L'estimation des différentes variables non situées sur les points de calcul se fait à l'aide d'interpolations appropriées. Il est important de considérer l'hétérogénéité des domaines et la discontinuité des conditions aux limites s'il y a lieu lors de l'établissement des sous domaines et ce pour éliminer les demis volumes de contrôle non homogène.

III.3.2. Méthode d'Euler

La discrétisation dans l'espace s'effectue par exemple en choisissant un pas d'espace uniforme qui donc implique la connaissance des positions x_i des différents volumes.

$\frac{dT}{dx}$, représente la dérivée de la fonction T au point x. Sa valeur est par conséquent égale à la pente de la tangente à la courbe T en x.

Dans la mesure où le système est discrétisé en espace, l'accès à la valeur de la dérivée n'est accessible que pour les valeurs x_i .

La méthode d'Euler consiste à écrire que :

$$\left. \frac{dT}{dx} \right|_i = \frac{T_{i+1} - T_i}{x_{i+1} - x_i} \quad \text{III.1}$$

On notera que cette écriture ne fait intervenir pour la dérivée calculée en i que des termes en i et i+1 donc à droite du point considéré. C'est une discrétisation selon un schéma aval. L'utilisation d'un schéma amont (donc à gauche) consiste à écrire:

$$\left. \frac{dT}{dx} \right|_i = \frac{T_i - T_{i-1}}{x_i - x_{i-1}} \quad \text{III.2}$$

Une troisième possibilité revient à combiner chacune des deux formulations avec un coefficient pondérateur ε :

$$\left. \frac{dT}{dx} \right|_i = \varepsilon \frac{T_{i+1} - T_i}{x_{i+1} - x_i} + (1 - \varepsilon) \frac{T_i - T_{i-1}}{x_i - x_{i-1}} \quad \text{III.3}$$

Nous avons employé cette troisième possibilité avec un coefficient de pondération égal à 0,5. C'est un schéma centré, la méthode de la tangente améliorée ou méthode d'Euler modifiée.

On remarquera enfin que cette dernière expression permet d'envisager tous les cas précédents :

1. $\varepsilon=0$: schéma amont,
2. $\varepsilon=0,5$: schéma centré,
3. $\varepsilon=1$: schéma aval.

On voit donc que face à un objectif, il existe plusieurs possibilités de procéder.

L'erreur due à la discrétisation est la différence entre dérivée vraie en x (si on était capable de la calculer) et celle calculée après discrétisation (à certaines positions x_i seulement) et que cette erreur est d'autant plus grande que dx est grand.

Bien évidemment cette erreur diminue avec dx (augmentation du nombre de points de calcul) puisqu'on tend vers la valeur vraie. Il y a donc un compromis entre la précision que l'on recherche et le temps de calcul directement proportionnel au nombre de points à traiter.

L'équation d'énergie en bidimensionnelle prise comme exemple est discrétisée selon par la méthode d'Euler modifiée :

$$e_j \rho_j C_p \left(\left. \frac{\partial T_j}{\partial t} \right|_i + u_i \left. \frac{\partial T_j}{\partial x} \right|_i + v_j \left. \frac{\partial T_j}{\partial y} \right|_j \right) = U_j \left(T_{p(j-1)} + T_p - \frac{2}{T_j} \right) \quad \text{III.4}$$

Le développement donne :

$$e_j \rho_j C_p \left(\varepsilon \frac{T_{i,j,t+1} - T_{i,j,t}}{\Delta t} + (1 - \varepsilon) \frac{T_{i,j,t} - T_{i,j,t-1}}{\Delta t} + \varepsilon \frac{T_{i+1,j,t} - T_{i,j,t}}{x_{i+1} - x_i} u_{i,t} + (1 - \varepsilon) \frac{T_{i,j,t} - T_{i-1,j,t}}{x_i - x_{i-1}} u_{i,t} \right. \\ \left. + \varepsilon \frac{T_{i,j+1,t} - T_{i,j,t}}{y_{j+1} - y_j} v_{j,t} + (1 - \varepsilon) \frac{T_{i,j,t} - T_{i,j-1,t}}{y_j - y_{j-1}} v_{j,t} \right) = U_j \left(T_{p(j-1)} + T_p - \frac{2}{T_j} \right) \quad \text{III.5}$$

Puis :

$$\varepsilon \frac{T_{i,j,t+1} - T_{i,j,t}}{\Delta t} + (1 - \varepsilon) \frac{T_{i,j,t} - T_{i,j,t-1}}{\Delta t} + \varepsilon \frac{T_{i+1,j,t} - T_{i,j,t}}{x_{i+1} - x_i} u_{i,t} + (1 - \varepsilon) \frac{T_{i,j,t} - T_{i-1,j,t}}{x_i - x_{i-1}} u_{i,t} \\ + \varepsilon \frac{T_{i,j+1,t} - T_{i,j,t}}{y_{j+1} - y_j} v_{j,t} + (1 - \varepsilon) \frac{T_{i,j,t} - T_{i,j-1,t}}{y_j - y_{j-1}} v_{j,t} = \frac{U_j \left(T_{p(j-1)} + T_p - \frac{2}{T_j} \right)}{e_j \rho_j C_p} \quad \text{III.6}$$

Pour un schéma centré:

$$\begin{aligned} & \frac{T_{i,j,t+1} - T_{i,j,t}}{2\Delta t} + \frac{T_{i,j,t} - T_{i,j,t-1}}{2\Delta t} + \frac{T_{i+1,j,t} - T_{i,j,t}}{2(x_{i+1} - x_i)} u_{i,t} + \frac{T_{i,j,t} - T_{i-1,j,t}}{2(x_i - x_{i-1})} u_{i,t} \\ & + \frac{T_{i,j+1,t} - T_{i,j,t}}{2(y_{j+1} - y_j)} v_{j,t} + \frac{T_{i,j,t} - T_{i,j-1,t}}{2(y_j - y_{j-1})} v_{j,t} = \frac{U_j(T_{p(j-1)} + T_p - 2T_j)}{e_j \rho_j C p_j} \end{aligned} \quad \text{III.7}$$

Après réarrangement, on obtient :

$$\begin{aligned} & -\frac{T_{i,j,t}}{2\Delta t} + \frac{T_{i,j,t}}{2\Delta t} + \frac{(-T_{i,j,t})}{2(x_{i+1} - x_i)} u_{i,t} + \frac{T_{i,j,t}}{2(x_i - x_{i-1})} u_{i,t} + \frac{(-T_{i,j,t})}{2(y_{j+1} - y_j)} v_{j,t} + \frac{T_{i,j,t}}{2(y_j - y_{j-1})} v_{j,t} \\ & + \frac{T_{i,j,t+1}}{2\Delta t} + \frac{(-T_{i,j,t-1})}{2\Delta t} + \frac{T_{i+1,j,t}}{2(x_{i+1} - x_i)} u_{i,t} + \frac{(-T_{i-1,j,t})}{2(x_i - x_{i-1})} u_{i,t} + \frac{T_{i,j+1,t}}{2(y_{j+1} - y_j)} v_{j,t} + \frac{(-T_{i,j-1,t})}{2(y_j - y_{j-1})} v_{j,t} = \frac{U_j(T_{p(j-1)} + T_p - 2T_j)}{e_j \rho_j C p_j} \end{aligned} \quad \text{III.8}$$

Finalemment :

$$\begin{aligned} & T_{i,j,t} \left(\frac{(-1)}{2(x_{i+1} - x_i)} u_{i,t} + \frac{1}{2(x_i - x_{i-1})} u_{i,t} + \frac{(-1)}{2(y_{j+1} - y_j)} v_{j,t} + \frac{1}{2(y_j - y_{j-1})} v_{j,t} \right) \\ & + \frac{T_{i,j,t+1}}{2\Delta t} + \frac{(-T_{i,j,t-1})}{2\Delta t} + \frac{T_{i+1,j,t}}{2(x_{i+1} - x_i)} u_{i,t} + \frac{(-T_{i-1,j,t})}{2(x_i - x_{i-1})} u_{i,t} + \frac{T_{i,j+1,t}}{2(y_{j+1} - y_j)} v_{j,t} + \frac{(-T_{i,j-1,t})}{2(y_j - y_{j-1})} v_{j,t} \\ & = \frac{U_j(T_{p(j-1)} + T_p - 2T_j)}{e_j \rho_j C p_j} \end{aligned} \quad \text{III.9}$$

La discrétisation de certains termes nécessite l'évaluation des variables aux interfaces d'un volume de contrôle. Le schéma employé est un schéma centré qui consiste à évaluer la variable à l'interface par une moyenne arithmétique des variables aux noeuds adjacents.

En régime transitoire, les termes aux dérivées partielles par rapport au temps sont intégrés sur l'intervalle Δt utilisé. Dans cette optique, le schéma de discrétisation simple de premier ordre peut être employé et ce pour plus de simplicité dans le calcul. La stabilité de ce dernier dépend du choix du pas du temps Δt choisi.

Le calcul nécessite également la connaissance des propriétés thermodynamiques aux interfaces telles que la masse volumique et la viscosité. Elles sont évaluées au moyen d'une interpolation linéaire entre les valeurs des points voisins.

Différentes méthodes itératives peuvent être employées pour résoudre les systèmes d'équations algébriques. La méthode de Gauss Seidel et Runge Kutta d'ordre 4 qui assurent en particulier un bon compromis entre rapidité et précision dans la discrétisation unidimensionnelle pour des systèmes linéaires et non linéaires.

III.4. ALGORITHME ET RÉOLUTION

Pour résoudre le système proposé, il est nécessaire de considérer une méthodologie et une succession de procédures selon le schéma général:

1. Définir les variables du système.
2. Introduire les différentes constantes telles que la conductivité du dépôt et des plaques.
3. Introduire les données initiales telles que les températures et les concentrations en protéines.
4. Introduire les conditions d'entrée.
5. Introduire la structure du maillage et ses propriétés.
6. Calcul des propriétés de transport et des différentes constantes.
7. Calcul du coefficient d'échange global avant encrassement.
8. Calcul du coefficient d'échange global après encrassement.
9. Résolution de l'équation d'énergie.
10. Résolution des équations des bilans de masse.
11. Calcul de la masse de dépôt.
12. Acceptabilité des résultats (critère de convergence).

Il est important de signaler qu'un critère de convergence est considéré pour justifier l'acceptabilité des solutions fournies par le calcul.

III.5. CONVERGENCE

Les méthodes itératives fournissent des solutions approchées au système résolu dans les meilleurs des cas. De ce fait, un critère de convergence est exigé pour approcher des solutions tolérables. En général, l'erreur relative entre deux itérations successives pour la concentration, par exemple, doit être inférieure à la valeur imposée, soit :

$$\left| \frac{C - C_0}{C_0} \right| < \zeta \quad \text{III.10}$$

Après avoir fait des essais, une valeur de 10^{-5} a été considérée dans ce travail qui donne une bonne sécurité aux résultats.

III.6. VALIDATION

III.6.1. Introduction

Au cours de l'accomplissement d'un travail numérique, il est important de procéder à la validation des résultats obtenus. Dans cette optique, deux voies sont possibles:

1. Réaliser des essais expérimentaux qui reproduisent les phénomènes physiques simulés.

2. Comparer les résultats obtenus avec ceux des simulations similaires de la littérature.

En absence de simulations similaires réalisées avec des configurations analogues appropriées, nous avons opté pour des essais expérimentaux avec une validation indirecte des résultats obtenus et ce en raison des difficultés rencontrées pour réaliser des montages adéquats à l'échelle du laboratoire.

III.6.2. Description du système

Pour valider nos résultats, on s'est proposé d'étudier expérimentalement en circuit fermé le phénomène de l'encrassement sur un ensemble d'échangeurs de chaleur à plaques (modèle HT32 Plate Heat Exchanger, Armfield, Annexe B), par une solution protéique de la β -lactoglobuline lors d'une phase de traitement thermique en reproduisant les concentrations de départ de la protéine principale présente dans le lait. Cet encrassement engendre des perturbations de nature dynamique et thermique à l'écoulement. La caractérisation de la concentration en β -lactoglobuline en amont et en aval de l'installation est accomplie par différentes techniques (les méthodes de Kjeldahl, de Lowry et de Bleu de Coomassie). L'opération consiste en un chauffage d'une solution ayant une concentration en β -lactoglobuline analogue à celle dans le lait de vache (3,4 g par 1000 g de lait). Par la suite ces résultats sont comparés avec ceux issus des simulations.

La solution préchauffée, provenant d'un petit réservoir, entre dans un ensemble d'échangeurs à plaques à un débit faible où elle subit une opération de chauffage par une eau chaude. A la sortie, un suivi de la perte de pression et de la température est accompli avec des dosages de la protéine.

D'un autre côté, on s'est proposé d'évaluer la résistance thermique due à cet encrassement en établissant un lien avec la perte de pression. La perte de pression considérée étant la différence entre la pression de l'entrée et celle de la sortie de l'échangeur. Il faut noter à ce niveau qu'un étalonnage des pertes de pression due à l'écoulement a été considéré à blanc pour ne considérer par la suite que la perte de pression due à l'encrassement des protéines.

III.6.3. Résistance d'encrassement

La valeur de la résistance d'encrassement est calculée d'après les relations suivantes :

$$R_d = \frac{1}{U} - \frac{1}{U_0} \quad \text{III.11}$$

Avec :

$$\frac{1}{U_0} = \frac{1}{h_c} + \frac{1}{h_f} + \frac{e_p}{\lambda_p} \quad \text{III.12}$$

Les coefficients h_c et h_f sont calculés selon :

$$h_f = \frac{0.214}{D_e} \left[\left(\sqrt[3]{\Delta P_f \frac{D_e}{a \rho_f u_f^2 (4L)}} - 3.2 \right) \text{Pr}_f^{0.4} \frac{\lambda_f}{D_e} \right] \quad \text{III.13}$$

Visser *et al.*, 1997 donne :

$$\Delta P_f = a \text{Re}_f^b \left(\frac{4L}{D_e} \right) \rho_f u_f^2 \quad \text{III.14}$$

Avec a et b des constantes.

Pour estimer le coefficient d'échange global après encrassement, nous avons opté pour la méthode (NUT) :

$$\text{NUT} = \frac{UA}{m \text{cp}_{\min}} \quad \text{III.15}$$

Puis le calcul de E et R selon :

$$\bar{E} = \frac{T_{\text{Ce}} - T_{\text{Cs}}}{T_{\text{Ce}} - T_{\text{fe}}} \quad \text{III.16}$$

$$\bar{R} = \frac{m \text{cp}_{\min}}{m \text{cp}_{\max}} \quad \text{III.17}$$

La valeur du nombre d'unité de transfert est déduite à l'aide de l'abaque (**Padet** 1994 (Annexe C)).

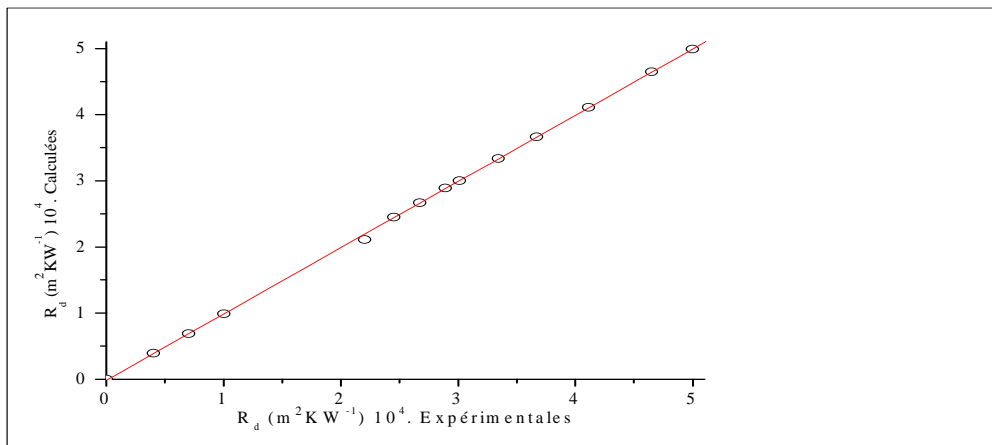


Figure III.1 Validation. Premier test.

Dans ce cas, le code de calcul a été effectué avec les conditions et les paramètres du banc d'essai. Le code par exemple ignore l'encrassement par des sels car l'expérience a été

accomplie uniquement par une solution protéique. La figure III.1 (Test 1) montre une comparaison de l'évolution de la résistance d'encrassement entre les valeurs calculées par le code et celle issues de la mesure de la perte de pression. Il est constaté que les résultats sont en bon accord avec un léger écart enregistré.

Il paraît selon ce graphique que la résistance d'encrassement évolue d'une façon asymptotique selon la présentation de **Duffau et al.** (1991).

III.6.4. Dosage des protéines

Avec la même expérience et le même banc d'essai, on s'est proposé de mesurer la concentration de la protéine β -lactoglobuline en amont et en aval d'un système de traitement thermique.

Le dosage des protéines a été effectué principalement par la méthode de Kjeldhal avec entraînement à la vapeur automatisée. Des tests de confirmation des résultats obtenus par cette technique ont été effectués par deux autres techniques (voir annexe). Il faut noter également qu'il existe des techniques apparemment plus performantes que nous n'avons pas pu explorer expérimentalement faute de moyens. Des techniques basées sur l'utilisation de l'HPLC (**Elgar et al.**, 2000 ; **Palmano et Elgar**, 2002).

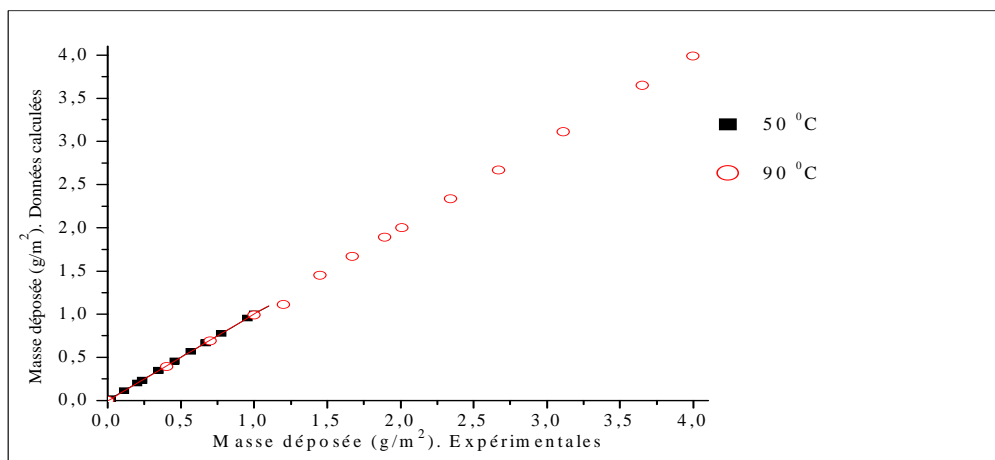


Figure III.2 Validation. Deuxième test.

Dans ce cas également, le code de calcul a été effectué avec les conditions et les paramètres du banc d'essai. La figure III.2 (Test 2) montre une comparaison de l'évolution de la masse de la β -lactoglobuline déposée entre les valeurs calculées par le code et celle obtenues par le dosage d'échantillons à la sortie du système et ce pour deux températures. Il est constaté également que les résultats sont en bon accord.

III.7. CONCLUSION

Ce chapitre décrit la méthode numérique employée pour simuler le phénomène de l'encrassement des échangeurs de chaleur lors de la pasteurisation du lait, car le modèle proposé n'admettant pas de solution analytique.

Un aperçu de la méthode numérique utilisée est donné, le maillage considéré qui s'adapte à la situation de dépôt sur la surface de l'échangeur et le schéma de discrétisation ainsi que la méthode de résolution.

La résolution du modèle permet de déterminer plusieurs paramètres en particulier la température.

Le code a fait l'objet d'une validation en confrontant certains de ses résultats avec ceux de l'expérience.

CHAPITRE 4

RÉSULTATS

IV.1. INTRODUCTION

Les résultats de la simulation numérique du phénomène de l'encrassement des échangeurs de chaleurs à plaques lors de la pasteurisation du lait seront présentés dans ce chapitre en résolvant un modèle qui prend en compte les échanges massiques et thermiques ayant lieu entre les deux fluides ainsi que les différentes interactions et réactions ayant lieu dans le lait et sur la surface de l'échangeur thermique à plaque côté lait. La majorité des simulations ont été réalisées selon des données de base présentées dans les tableaux en annexes.

La résolution numérique des systèmes d'équations différentielles se fait par discrétisation unidimensionnelle en fonction de la longueur d'échangeur puis en bidimensionnelle selon la hauteur et la largeur d'une plaque.

L'influence des différents paramètres opératoires est considérée également dans ce chapitre, en particulier celle de la température et du nombre de Reynolds.

D'autres résultats sont également présentés dans ce chapitre, en particulier des résultats de travaux expérimentaux réalisés en parallèles avec ceux faits pour valider le code.

IV.2. RÉSULTATS DU MODÈLE UNIDIMENSIONNEL

IV.2.1. Evolution de la température du lait dans l'échangeur principal

L'évolution de température du lait circulant dans l'échangeur principal est représentée sur la figure IV.1 pour un temps de fonctionnement d'une journée de huit heures (08h) de travail.

Le lait pénètre dans l'échangeur principal à une température de 72°C en provenance de l'échangeur de récupération. La température augmente progressivement d'un canal à un autre par suite de l'échange thermique avec la vapeur d'eau. Dans un même canal, la température augmente jusqu'à une valeur limitée par l'efficacité de la plaque. La température atteint la valeur de pasteurisation de 90°C au bout du onzième canal. Il apparaît, à l'image de ce résultat, qu'un surdimensionnement excessif est utilisé au niveau des laiteries algériennes qui comptent en général vingt canaux en raison, probablement, d'une surévaluation de la résistance d'encrassement.

A ce niveau, il faut noter l'absence de références dans la littérature spécialisée pour l'estimation des résistances thermiques d'encrassement dans le domaine laitier afin de prévoir le surdimensionnement nécessaire lors des phases de conception des surfaces d'échange comme celles des tableaux TEMA d'où l'intérêt de ce travail de recherche.

Pour une position donnée, le mécanisme adopté suppose que la température locale diminuée au cours du temps en raison de la formation d'une couche isolante qui fait diminuer les échanges de part et d'autres des plaques de l'échangeur.

Il faut noter que les valeurs des températures expérimentales, observées sur site, sont légèrement inférieures aux valeurs numériques calculées. Ce décalage est probablement dû à trois raisons principales :

1. Les simulations numériques sont réalisées avec des conditions adiabatiques : l'existence d'un gradient de température entre la température du fluide et l'environnement durant les différentes saisons fait que les pertes thermiques vers l'environnement peuvent devenir importantes et donc non négligeable.
2. Une sous-évaluation de l'encrassement par les sels.
3. Des perturbations au niveau de la source de chaleur qui peuvent diminuer l'intensité de la chaleur produite.

Les constructeurs ne considèrent probablement pas l'encrassement dû aux sels lors du dimensionnement des échangeurs car ils supposent que l'eau utilisée pour la préparation du lait solution à partir de la poudre de lait est généralement douce. Dans cette optique, des normes de dureté de l'eau existent. Elles sont françaises. A ces valeurs de température de pasteurisation, l'effet de cet encrassement reste minime en comparaison avec celui des protéines selon pratiquement toute la bibliographie revue. Par contre, ce type d'encrassement peut devenir important lors d'une phase de stérilisation où la température est plus importante. Toujours selon la littérature revue, les protéines se dégradent à partir d'une température de 65°C et sels sédimentent vers 110°C.

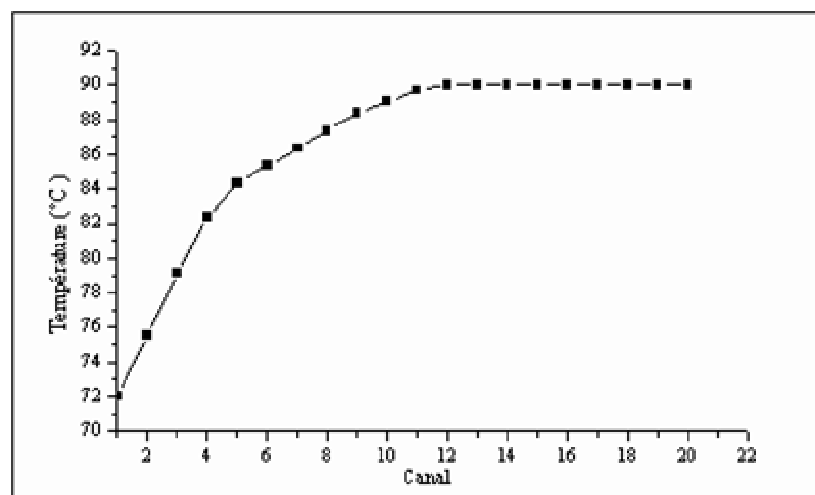


Figure IV.1. Evolution de la température du lait dans l'échangeur principal.

IV.2.2. Evolution de la masse de dépôt dans l'échangeur principal

L'évolution de la masse déposée dans l'échangeur principal est représentée sur les figures IV.2 et 3. Il est à remarquer que la masse déposée augmente avec la température puisque les phénomènes de dégradation des protéines et leurs forces d'adhésion en sont fonction avec une relation type Arrhenius. Elle augmente dès le premier canal jusqu'à atteindre une valeur importante au niveau du douzième canal au delà duquel elle reste constante. Au delà de ce canal, la vitesse de dépôt est égale à la vitesse de réentraînement ce qui pourrait parfaitement expliquer ce dépôt constant.

Le dépôt est gouverné par le transfert de masse à la paroi et le réentraînement est gouverné par les forces de cisaillement. Selon le modèle de **Cleaver** et **Yates** (1976), le réentraînement devient important à partir d'une certaine vitesse minimale. Dans notre situation, cette vitesse pourrait être atteinte après un certain temps de fonctionnement puisque le dépôt engendre la réduction de la section de passage et provoque ainsi une augmentation de la vitesse, le débit étant sensiblement constant.

La vitesse de dénaturation s'accroît de 600 fois chaque 10°C selon la théorie de **Jeantet et al.** (2000) ce qui explique l'allure croissante du dépôt dû à l'agrégation des protéines.

C'est le nombre de Biot qui permet de relier la qualité de l'échange thermique (coefficient d'échange global) avec la concentration des protéines agrégées donc déposées et par conséquent la masse de ce dépôt. Plusieurs facteurs peuvent influencer cet encrassement en raison surtout de l'interdépendance des paramètres, en particulier avec la température qui évolue au cours du fonctionnement du système, mais la concentration initiale des protéines et le débit paraissent comme des paramètres clés.

Le dépôt est principalement gouverné, par la réaction d'agrégation des protéines selon le mécanisme proposé lesquelles, une fois chauffées suite à l'échange opéré dans le système, forment des agrégats qui se déposent à la paroi et ce par des cinétiques de dépositions clairement formulées. L'allure de cet encrassement est de nature asymptotique et pourrait ainsi satisfaire le modèle d'encrassement de **Kern** et **Seaton** (1959) et même celui de **Cleaver** et **Yates** (1976).

Le dépôt des sels reste un phénomène mineur à la température de travail de pasteurisation (90°C) mais devient important avec l'augmentation de la température en raison de la sursaturation et c'est le cas, par exemple, de la stérilisation ou du traitement UHT qui se font généralement vers des températures qui avoisinent 140°C.

Ces résultats restent en bonne concordance avec la quasi totalité des travaux de recherche dans le domaine, en particulier avec ceux de **Belmar** (1993) ; **Delplace** (1995) ; **Delplace** et **Leuliet**, 1995 ; **Georgiadis**, 1998 et **Fillaudeau et al.** (2006).

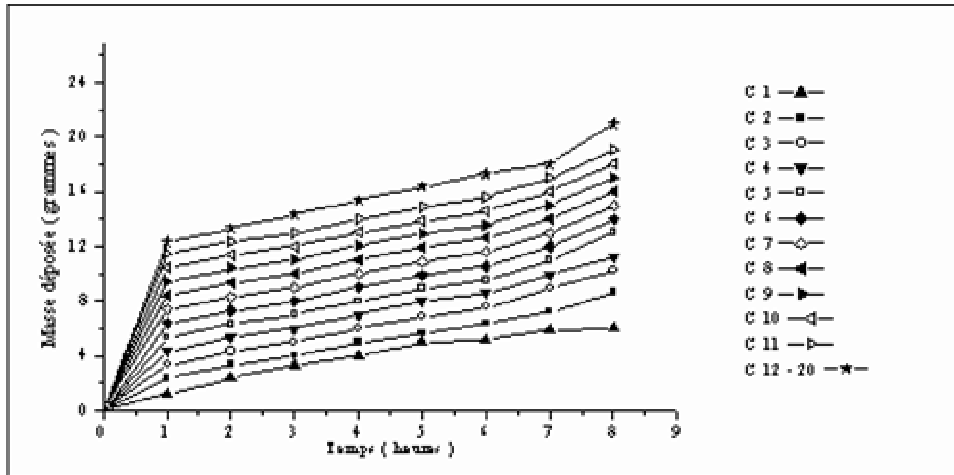


Figure IV.2. Evolution de la masse de dépôt dans l'échangeur principal (C:Canal).

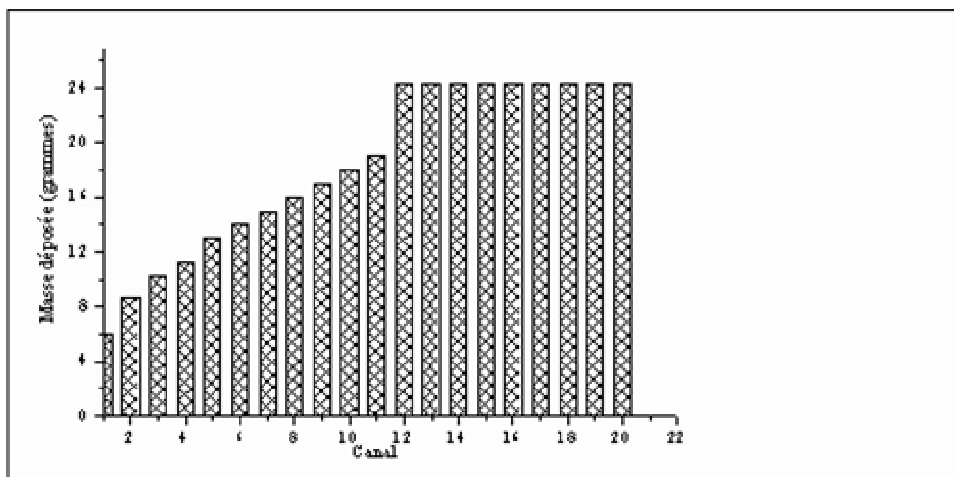


Figure IV.3. Distribution de la masse de dépôt dans l'échangeur principal.

Les évolutions de la masse de dépôt dans les différents canaux de l'échangeur principal sont données en annexe D.

IV.2.3. Evolution de la composition du dépôt dans l'échangeur principal

Nous avons établi d'après la bibliographie que le dépôt est composé principalement de protéines et de sels **Changani et al. (1997)**...etc. A partir de là, le modèle ne comporte que ces deux types d'encrassement.

L'évolution de la composition du dépôt encrassant dans les différents canaux de l'échangeur principal est représentée sur les figures IV.4 et 5 en fonction du temps. Les résultats obtenus confirment ceux déjà visualisés précédemment. La masse de la crasse déposée au cours du fonctionnement quotidien augmente progressivement d'un canal à un

autre en fonction du temps pour atteindre une valeur maximale. Les calculs par rapport à la masse de dépôt globale (Figure IV.2) montrent également que le dépôt est composé d'environ 75% de protéines et de 25% de sels pour une opération de pasteurisation et ce en considérant que les protéines se dégradent à partir de 65°C et que les sels sédimentent à partir de 110°C. Ce résultat reste similaire à celui proposé par différents auteurs, en particulier ceux de **Hiddink *et al.*** (1986), **De Jong** (1996 et 1997), **Visser et Jeurnink** (1997) et **Fillaudeau *et al.*** (2006).

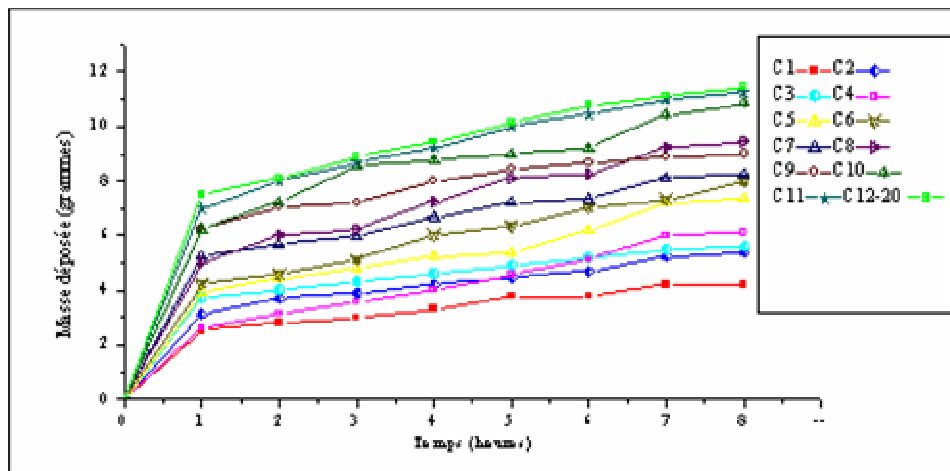


Figure IV.4.: Evolution de la composition en protéines du dépôt dans l'échangeur principal.

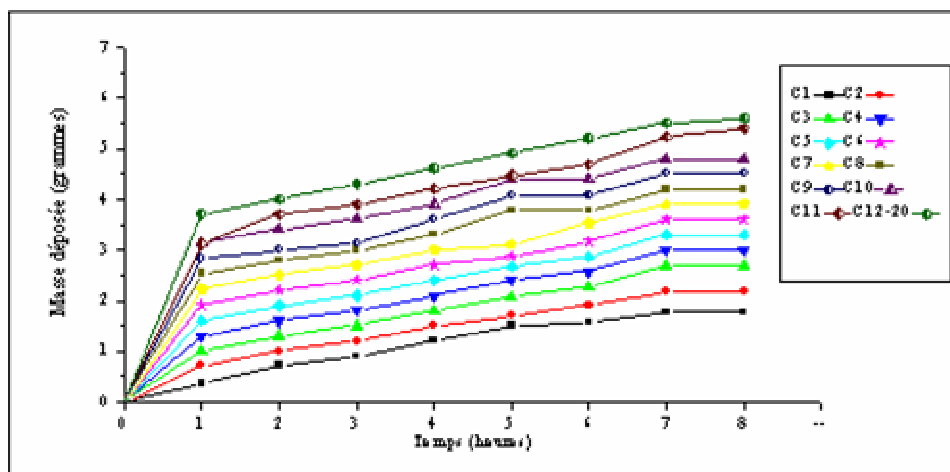


Figure IV.5.: Evolution de la composition en sels du dépôt dans l'échangeur principal.

Notons que la chaleur des équipements réduit la solubilité du phosphore et du calcium déjà en état de sursaturation dans le lait cru et de ce fait il y a formation de dépôt sur ces surfaces chaudes des échangeurs de chaleur à plaques. En plus, il faut également considérer la dureté de l'eau employée pour la préparation du lait liquide à partir des poudres.

Les sels interviennent également dans le processus de dénaturation des protéines (Visser et Jeurnink, 1997). Ceci n'est pas considéré dans le modèle et rend cette tâche très délicate compte tenu de la complexité du mécanisme d'intervention de ces sels.

Des évolutions de la composition du dépôt en protéines et en sels pour chaque canal sont données en annexe F.

IV.2.4. Evolution du coefficient d'échange global dans l'échangeur principal

Pour considérer l'effet du dépôt sur la qualité des échanges thermiques ayant lieu dans le système, il est nécessaire d'observer l'évolution du coefficient d'échange global du système thermique et/ou son efficacité. Notre choix s'est porté sur le premier paramètre.

L'évolution du coefficient d'échange global pour l'ensemble de l'échangeur principal est représentée sur la figure IV.6 en fonction de la durée de fonctionnement d'une journée de travail de (08h) huit heures. Il est établi que le coefficient global d'échange diminue progressivement au cours du fonctionnement suite à la formation du dépôt sur les parois de l'échangeur de chaleur ce qui forme une couche résistante à l'échange thermique entre les deux fluides circulant de part et d'autre dans l'échangeur ($\lambda_d=0.5$ w/m.K selon **LeClercq Perlat** et **Lalande**, 1991), ce qui se traduit par une augmentation de la résistance thermique de conduction à la paroi.

La chute du coefficient global obtenue est plus importante dans notre situation que celle obtenue pour un échangeur tubulaire pour des conditions opératoires similaires. Ce décalage peut être expliqué par le fait qu'on peut traiter une quantité de fluide beaucoup plus importante avec un échangeur à plaques donc l'encrassement sera, probablement, plus important. Cette hypothèse est confirmée par l'évolution de la masse de dépôt qui est plus importante quand il s'agit d'échangeur à plaques comparativement à l'échangeur tubulaire qui reste rarement utilisé au niveau de l'industrie laitière.

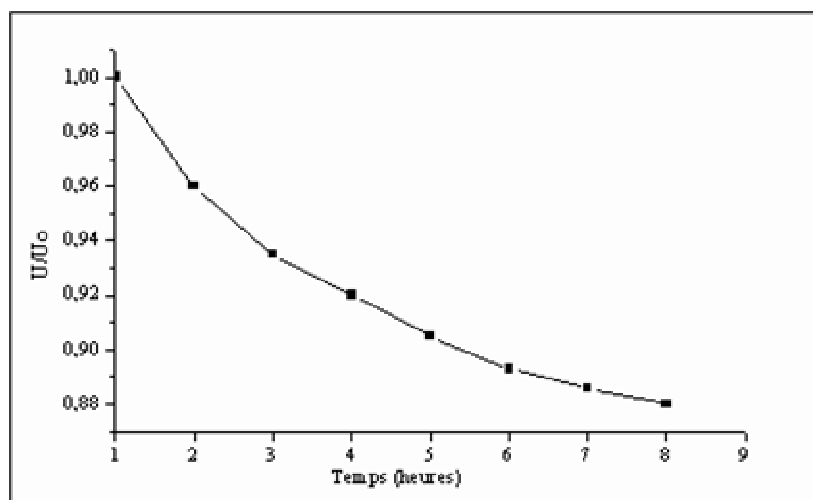


Figure IV.6. Evolution du coefficient d'échange global.

Les évolutions du coefficient d'échange global pour chaque canal sont données en annexe G.

IV.2.5. Evolution de la masse de dépôt en fonction du nombre de Reynolds

L'évolution de la masse du dépôt le long de l'échangeur en fonction du nombre de Reynolds est représentée sur la figure IV.7 pour un temps de fonctionnement d'une journée de huit heures (08h) de travail.

Nous avons considéré des valeurs de Reynolds dans les domaines transitoire (6000–8000) et complètement turbulent (>8000) uniquement et ce pour reproduire les domaines qui existent pratiquement dans les échangeurs de chaleurs à plaques lors de la pasteurisation du lait. Le domaine laminaire étant à des valeurs de Reynolds inférieur à 2000. Le régime transitoire est rapidement atteint quand il s'agit d'installations industrielles employant les échangeurs de chaleur à plaques.

Pour un même nombre de Reynolds donné, la masse de dépôt augmente pour atteindre une valeur maximale vu que la déposition dépend du débit d'écoulement (de la vitesse) donc du nombre de Reynolds. Ce dépôt fait suite au traitement thermique du lait qui se fait au fur et à mesure que le lait aborde les canaux de l'échangeur. L'augmentation de la température engendre la formation dépôt. Il apparaît également selon ces résultats que la masse de dépôt diminue avec l'augmentation du nombre de Reynolds et ce en raison, probablement, de la prédominance de la vitesse de réentraînement à celle de dépôt et au facteur de friction qui donne ainsi des contraintes de cisaillement importantes selon **Gotham** (1990). L'augmentation du nombre de Reynolds réduit l'encrassement mais provoque l'augmentation de la perte de charge qui nécessite un apport supplémentaire de pompage et pourra engendrer une baisse de la température de sortie du lait et ce en raison d'un séjour plus court dans le système de chauffage. Il s'agira de déterminer un compromis entre les différents facteurs antagonistes. Ce résultat reste en bonne concordance avec ceux de **Rakes et al.** (1986).

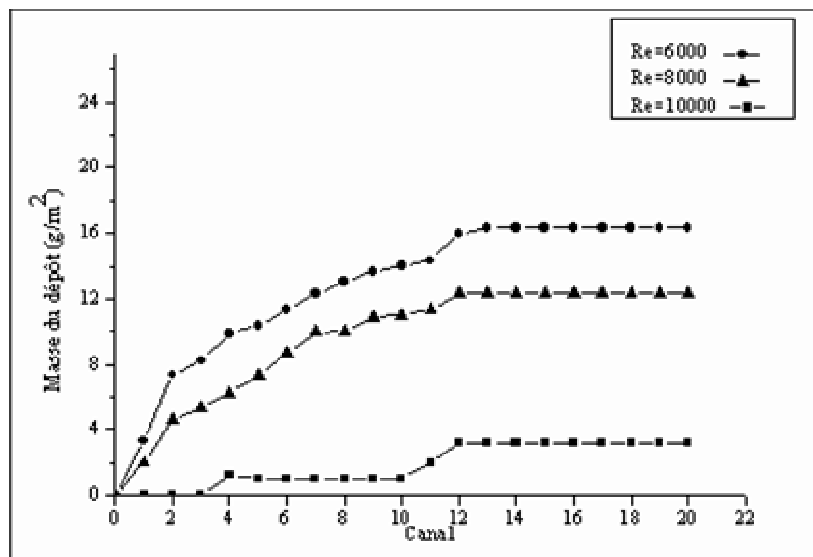


Figure IV.7. Effet du nombre de Reynolds sur l'encrassement.

Certaines théories considèrent que les phénomènes ayant lieu avec l'augmentation du nombre de Reynolds sont beaucoup plus complexes à cause de l'évolution du mécanisme d'encrassement avec la vitesse.

IV.2.6. Evolution de la concentration de la β -lactoglobuline dans l'échangeur principal

L'évolution de la concentration de la protéine β -lactoglobuline le long de l'échangeur principal est représentée sur la figure IV.8 pour une journée de fonctionnement de huit heures.

La concentration en protéine diminue faisant suite à l'encrassement d'une partie au cours de son séjour dans l'échangeur et ce en raison du processus de dénaturation qui se déroule à la suite du chauffage du lait pour aboutir à une concentration minimale au bout du onzième canal. Par la suite, elle reste sensiblement constante car une fois la température de pasteurisation atteinte, le processus de chauffage est interrompu et la température reste constante, le modèle considère une dénaturation régulière. Une réduction de l'ordre de 30% est observée. Des essais expérimentaux lors de la validation du code ont montré cet ordre de grandeur de réduction.

Cette tendance est confirmée par un autre résultat de la figure IV.9 qui montre que la concentration dans le onzième canal en protéines augmente assez rapidement pour atteindre une valeur qui reste sensiblement constante.

Notons enfin que pour des considérations thermodynamiques de la dénaturation, la β -lactoglobuline est la protéine ayant la plus faible énergie d'activation de la dénaturation selon **Tanford** (1970) et **Lalande et al.**, (1984). Ces considérations restent très complexes car certaines liaisons ne pouvant être rompues qu'après d'autres.

Des résultats expérimentaux montrent cette tendance, en particulier les analyses de dépôt effectuées par **Fillaudeau et al.** (2006).

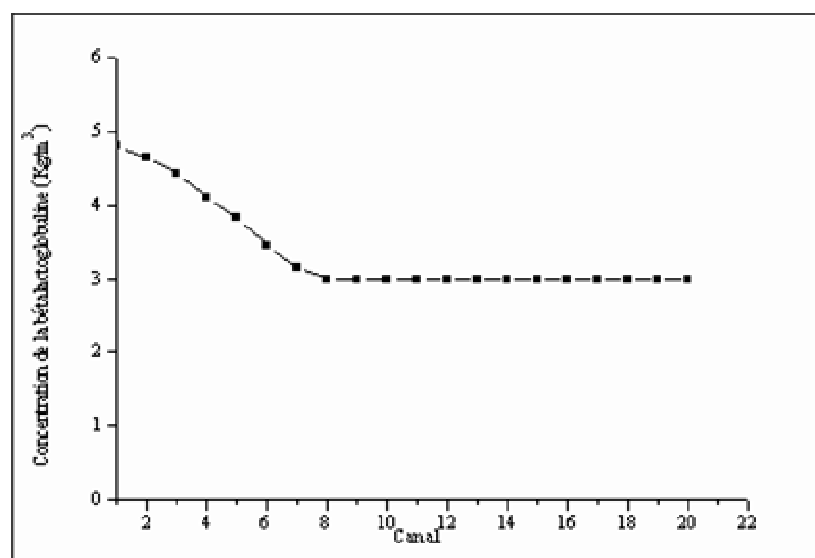


Figure IV.8. Evolution de la concentration en β -lactoglobuline.

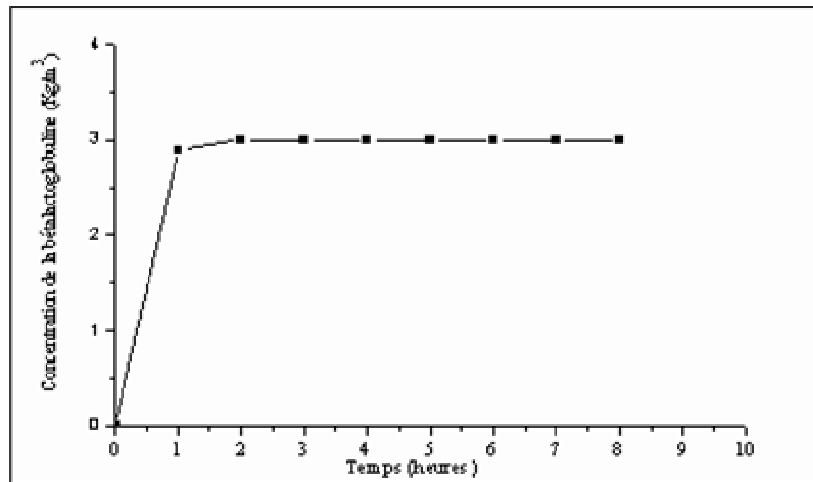


Figure IV.9. Evolution de la concentration en β -lactoglobuline dans le onzième canal.

IV.2.7. Evolution de la température dans le pasteurisateur

L'évolution de la température dans le pasteurisateur est représentée sur la figure IV.10.

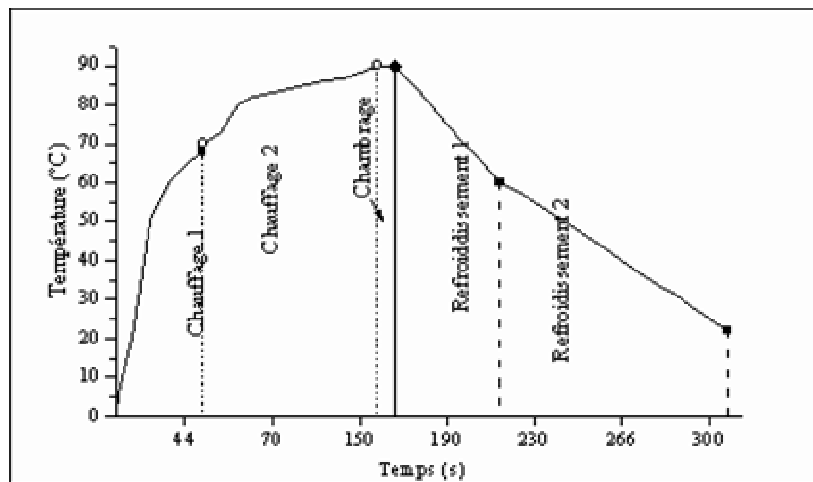


Figure IV.10. Evolution de la température dans le pasteurisateur.

Le profil de température montre que le modèle proposé est en mesure de simuler le système, car les températures de l'évolution du système aux frontières des trois zones sont imposées et non calculées par le modèle. Le lait aborde au départ l'échangeur de récupération (chauffage 1) où il reçoit de la chaleur du lait pasteurisé sortant. Ensuite, il est chauffé dans le deuxième échangeur principal (chauffage 2) par la vapeur. Sa température atteint une valeur suffisante, pour une pasteurisation, et qui est maintenue durant une quinzaine de secondes (chambrage). Cette procédure consiste pratiquement à faire circuler le lait dans un tube complètement étanche thermiquement à son environnement (système adiabatique). En sortant, le lait cède une grande partie de sa chaleur au lait entrant dans l'échangeur de récupération

(refroidissement 1) puis il est complètement refroidi grâce à l'échange avec de l'eau glacée ou de l'eau uniquement dans l'échangeur de refroidissement (refroidissement 3).

Les échangeurs de chaleur à plaques permettent un meilleur taux de récupération d'où l'intérêt de l'emploi comparativement aux échangeurs tubulaires par exemple.

IV.2.8. Evolution du coefficient de réduction du diamètre

L'évolution du coefficient de réduction du diamètre dans l'échangeur principal est représentée sur la figure IV.11.

Selon **Corrieu et al.** (1986), on définit un coefficient de réduction du diamètre hydraulique, noté Λ , pour un échangeur à plaques, du à l'encrassement par:

$$\Lambda = \frac{D_0 - D(t)}{D_0} = 1 - \left(\frac{\Delta P_0}{\Delta P(t)} \right)^{\frac{1}{3}} \quad \text{IV.1}$$

Avec:

$$D_0 = 2e \quad \text{IV.2}$$

Et :

$$\Delta P = f \frac{\rho u^2}{2} \quad \text{IV.3}$$

$$\frac{1}{\sqrt{f}} = 4 \log \frac{\psi}{3.7 D_e} + \frac{1.256}{\text{Re} \sqrt{f}} \quad \text{IV.4}$$

Puis :

$$\psi = 0,1 \text{ mm, selon Perry et Green (1984)} \quad \text{IV.5}$$

Et enfin (**Visser**, 1997):

$$u = \frac{2Q}{D} \text{ Pour un échangeurs à plaques. } Q : \text{ débit volumique.} \quad \text{IV.6}$$

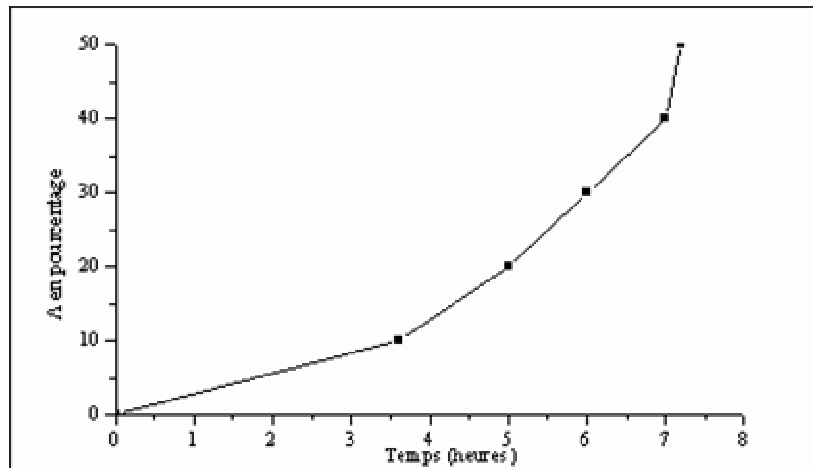


Figure IV.11. Evolution du coefficient de réduction de diamètre.

Cette évolution montre clairement que ce coefficient augmente progressivement au cours du fonctionnement du système. Le dépôt réduit le diamètre offert au passage à l'écoulement et engendre des pertes de pression supplémentaires. Même conclusion à laquelle ont aboutit **Pelegrine et Gasparetto (2006)** pour un système tubulaire.

Ce paramètre pourra pratiquement être utilisé pour définir une limite d'utilisation des échangeurs de chaleur à plaques lors de la pasteurisation du lait et ce pour déclencher éventuellement le processus de nettoyage avant le colmatage total.

IV.3. RÉSULTATS DU MODÈLE BIDIMENSIONNEL

IV.3.1. Evolution de la température du lait

L'évolution de température du lait circulant dans l'échangeur principal est représentée sur la figure IV.12 pour un temps de fonctionnement d'une journée de huit heures (08h) de travail et ce pour le quatrième canal dans les deux directions.

Le lait pénètre dans l'échangeur à une température de 70°C, elle augmente progressivement d'un canal à un autre dans les deux directions par suite de l'échange thermique avec la vapeur d'eau.

Il faut noter que les valeurs des températures expérimentales, obtenus sur site, sont inférieurs aux valeurs numériques calculée comme nous l'avons déjà souligné, ce décalage est probablement du à trois raisons principales :

1. une sous évaluation de l'encrassement par les sels: les constructeurs considèrent rarement l'encrassement des sels lors du dimensionnement des échangeurs. L'effet de cet encrassement reste minime en comparaison avec celui des protéines car , lors de la pasteurisation , la température dépasse rarement 90°C.

2. les simulations numériques sont réalisées à des conditions adiabatiques. L'existence d'un gradient de température entre la température du fluide et l'environnement fait que les pertes thermiques peuvent devenir importantes et donc non négligeable.
3. Des perturbations au niveau de la source de chaleur peuvent diminuer l'intensité de la chaleur produite.

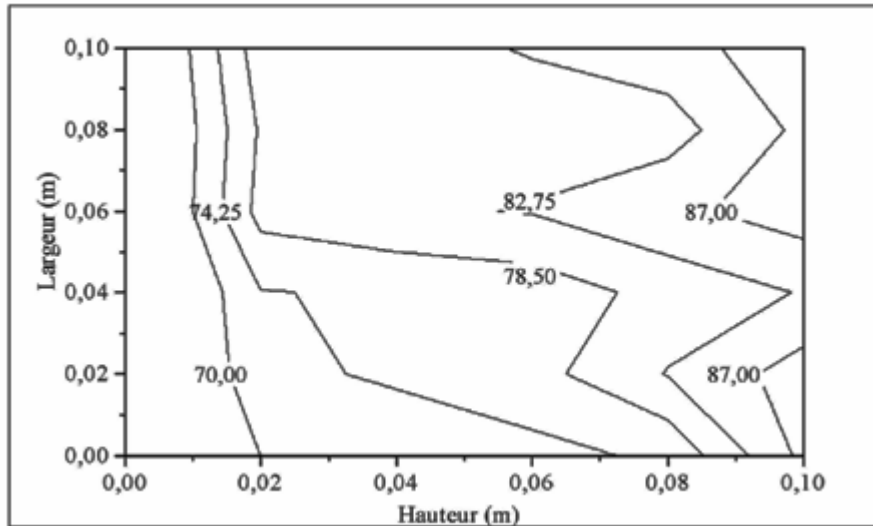


Figure IV.12. Iso-réponse de la température (°C) du lait dans le quatrième canal de l'échangeur principal en fonction des deux directions.

D'après ce résultat, un moindre courant est estimé à droite par rapport à la partie gauche en traversant l'échangeur qui fait que la température du côté droite est moins élevée. En considérant l'entrée du lait par l'orifice, l'écoulement crée une turbulence meilleure sur ce côté ce qui engendre une progression rapide de la température de ce côté par rapport au côté opposé de la plaque. Une fois la température de pasteurisation atteinte, le chauffage est arrêté.

Il apparaît également selon ce résultat que la température moyenne observée sur l'ensemble du canal est légèrement inférieure à celle observée lors de la simulation selon la direction de la longueur (section IV.2.1).

Les valeurs maximales de température, enregistrés le long de la direction de la hauteur sont le résultat d'échange thermique sur les deux côtés du canal considéré. Il faut noter enfin que la température est calculée à chaque fois pour une largeur donnée.

IV.3.2. Evolution de la masse de dépôt

L'évolution de la masse déposée, pour une journée de fonctionnement de huit heures, dans l'échangeur principal, notée Mass (g/m^2), est représentée sur la figure IV.13 et ce pour le quatrième canal. Sur les figures IV.14 et 15 sont présentées les évolutions de la masse sèche de dépôt M (g/m^5) en fonction de ΔC du modèle de **Belmar-Beiny et al.** (1993) et dans le 4^{ème} canal pour le présent modèle dans les deux directions. Sur la figure IV.16 est représentée l'évolution de l'épaisseur du dépôt.

Un potentiel maximal encrassant de 16 g/m² est observé sur l'ensemble de l'échangeur de chaleur. L'augmentation de la température déclenche le processus de dénaturation et d'agrégation des protéines ainsi que l'entartrage des sels processus qui ont été déjà développés et ce dans les deux directions de l'écoulement qui fond ainsi une augmentation de la masse de dépôt. Ce résultat est similaire à ceux trouvés par différents auteurs avec des conditions opératoires différentes mais obtenus avec des géométries similaires (**Lalande et al.**, 1984 ; **Nema et Data** 2005 ; **Bott et Melo**, 1997). Le dépôt est contrôlé par l'agrégation des protéines. Une fois chauffées, les protéines se dégradent et se collent à la paroi. Nous pensons toujours que l'encrassement des sels reste minime à une température de pasteurisation selon les résultats déjà observés. La progression différente des températures sur les deux côtés d'une plaque fait également une progression différente de la masse de dépôt vu que l'agrégation, donc l'encrassement, dépend de la température selon un mécanisme et des cinétiques qui ont été déjà développés (II.3).

La fraction de la protéine dénaturée dans la couche limite thermique est donnée selon (**Visser et al.**, 1997) par :

$$\theta = \frac{2}{Nu_1} \quad \text{IV.7}$$

Belmar-Beiny et al. (1993) proposent un modèle mathématique de dénaturation des protéines selon:

$$M = \frac{Mass_p}{V} = 0.127 \Delta C^{0.5} \quad \text{IV.8}$$

Avec :

$$\Delta C = C_0 - C_s \quad \text{IV.9}$$

L'épaisseur du dépôt est donnée par :

$$e_d = \frac{Mass_d}{\rho_d} \quad \text{IV.10}$$

En considérant la corrélation expérimentale qui donne une dépendance de la masse de dépôt avec $\Delta C^{0.5}$, nous remarquons une évolution lente de la quantité dénaturée de protéines et ce en raison de l'évolution lente du facteur $\Delta C^{0.5}$ mais qui mène rapidement à une quantité importante de dépôt. Ceci implique que même une quantité faible de protéines dénaturée conduit à un dépôt qui peut être important. Une concentration élevée en protéines dénaturées native dans le canal fait augmenter les chances de réaction avec d'autres molécules dénaturées et de s'agréger sur les parois. La figure IV.15 montre une évolution plus rapide de la masse de dépôt sec côté opposé de l'entrée du fluide en raison probablement à une turbulence meilleure de ce côté et par conséquent un dépôt plus important car une meilleure turbulence implique un meilleur échange thermique qui engendre une élévation plus importante de la température qui donne lieu enfin à une dénaturation plus importante des protéines puisque la dénaturation dépend de la température selon une cinétique type Arrhenius.

Nous pouvons remarquer également des allures semblables entre celle obtenue par le code 2D ($M = \frac{\text{Mass}_p}{V}$) et celle obtenue par le modèle de **Belmar-Beiny** ($M = 0.127 \Delta C^{0.5}$).

Ce modèle est également basé sur le même mécanisme réactionnel que nous avons décrit auparavant (section II.3). Des augmentations asymptotiques de la masse de dépôt dans les deux situations avec la diminution de la concentration en protéines sont observées.

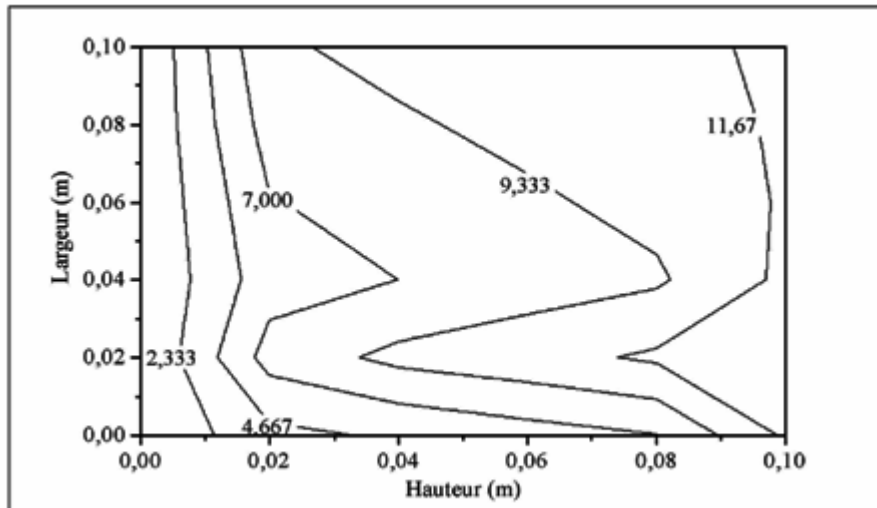


Figure IV.13. Iso-réponse de la masse (g/m^2) de dépôt dans le quatrisième canal de l'échangeur principal en fonction des deux directions.

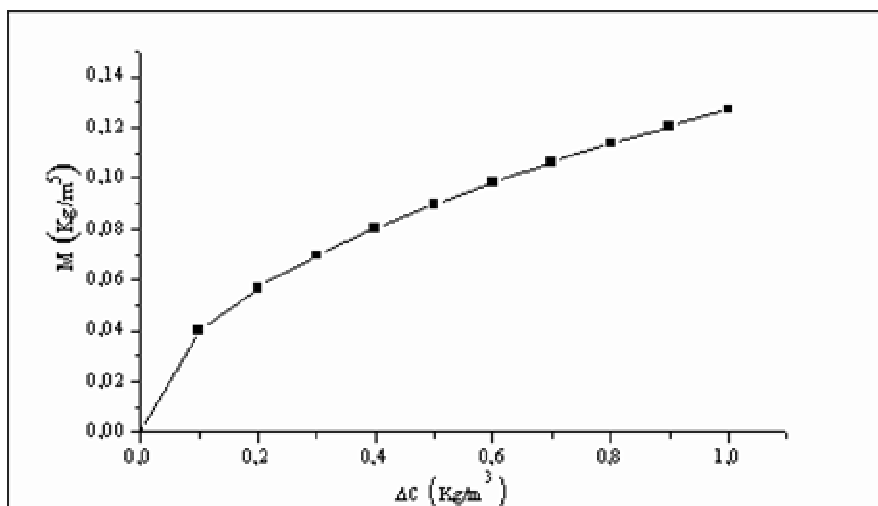


Figure IV.14. Evolution de la masse de dépôt sec en fonction de ΔC .

nécessaires pour pouvoir adapter le modèle à cette réalité industrielle. Des hypothèses similaires sont avancées par différents auteurs, en particulier **Pinheiro** et **Melo** (1988).

Il faut rappeler que l'indice WPNI mesure la teneur en azote des protéines de lactosérum non dénaturées exprimée en mg/g de poudre.

IV.3.3. Evolution de la masse de dépôt en fonction du nombre de Reynolds

L'évolution de la masse déposée dans l'échangeur principal est représentée sur les figures IV.17 (a, b et c) en fonction du nombre de Reynolds et ce pour le quatrième canal.

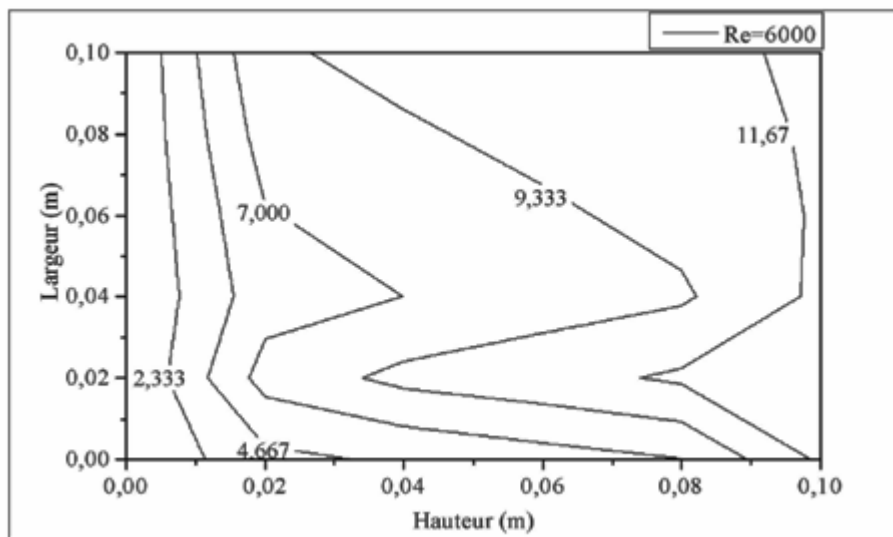


Figure a.

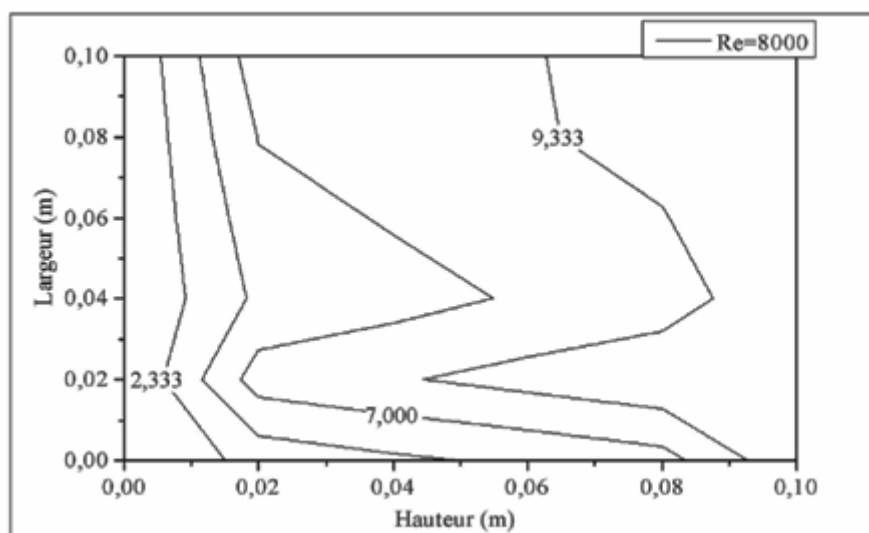


Figure b.

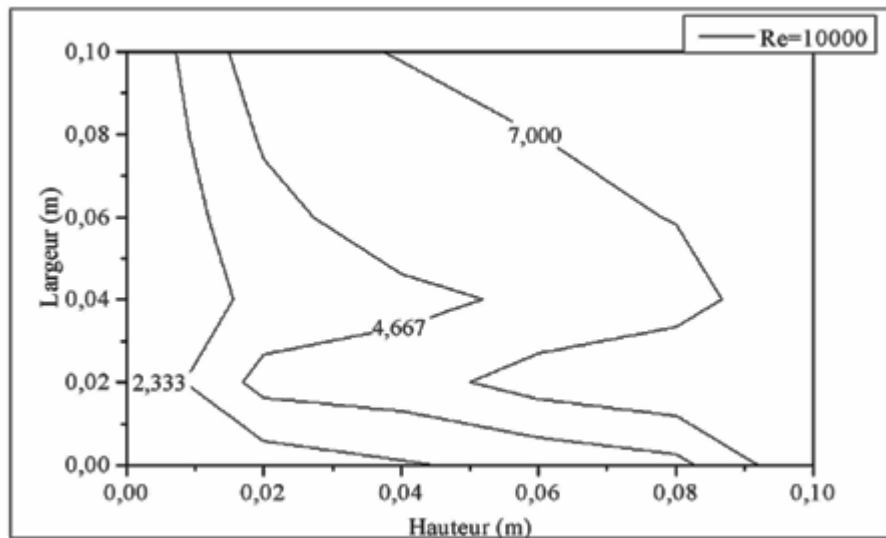


Figure c.

Figure IV.17. Iso-réponse de la masse de dépôt (g/m^2) dans le 4^{ème} canal en fonction du nombre de Reynolds dans les deux directions.

Sur ces figures, il est à noter que la masse de dépôt augmente le long du canal pour un même nombre de Reynolds. Il apparaît également qu'une augmentation du nombre de Reynolds fait diminuer l'encrassement. Ce résultat est en accord avec ceux de certains auteurs (**Rakes et al.**, 1986 ; **Belmar-Beiny et al.**, 1993 ; **Bott et Melo**, 1997 et enfin **Jeffrey et Nazaroff**, 2003). Cette évolution est expliquée par le fait que l'augmentation du nombre de Reynolds fait augmenter les vitesses de réentraînement et les forces de cisaillement à la surface mais engendre des pertes de pression supplémentaires et probablement des pertes de température du lait sortant et ce en raison d'un temps de séjour plus court.

Il apparaît également selon ce résultat que la masse déposée observée sur l'ensemble du canal est légèrement inférieure à celle observée lors de la simulation selon une seule direction (section IV.2.5).

IV.3.4. Evolution de la résistance thermique d'encrassement

L'évolution de la résistance thermique d'encrassement dans l'échangeur principal est représentée sur les figures IV.18 et ce pour le quatrième canal suivant les deux directions.

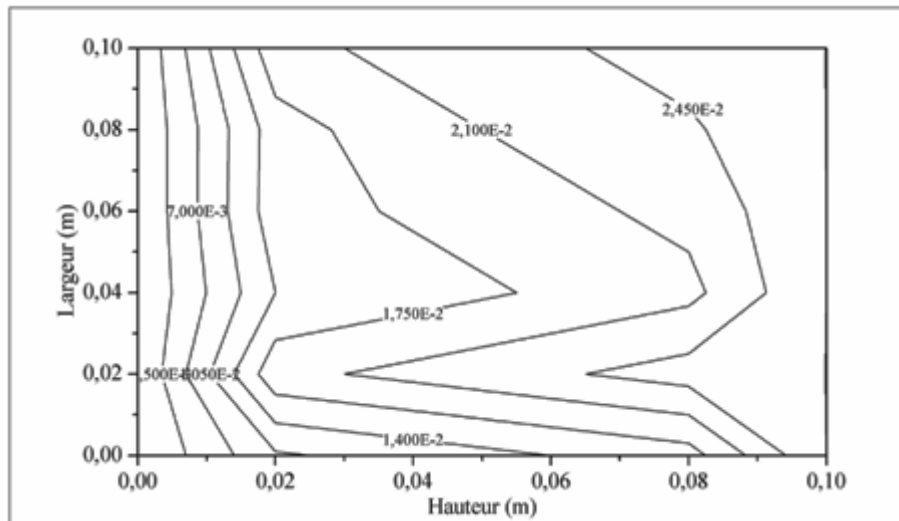


Figure IV.18 Iso-réponse de la résistance thermique ($\text{m}^2.\text{K}/\text{W}$) d'encrassement dans le 4^{ème} canal en fonction des deux directions.

Les résultats montrent un potentiel maximal de $2,45 \cdot 10^{-2} \text{ m}^2.\text{K}/\text{W}$ dû au dépôt qui se comporte en isolant ($\lambda_d=0,5 \text{ w/m}.\text{°C}$ selon **LeClercq Perlat** et **Lalande**, 1991). Les valeurs maximales de la résistance thermique d'encrassement dans la direction de la hauteur sont dues aux valeurs maximales de température que nous avons déjà relevés qui provoquent le déclenchement du processus de l'encrassement des protéines. La température du lait croît et ainsi la résistance thermique d'encrassement au fur et à mesure qu'il avance dans le canal et par la suite dans les canaux suivants de l'échangeur. Le dépôt isolant généré par l'augmentation de la température est contrôlé en premier par l'agrégation des protéines une fois chauffées et par la suite par la sédimentation des sels qui reste un phénomène mineur à la température de pasteurisation. Ce résultat est assez similaire à celui trouvé par **Grillot** (1997) et obtenu avec des conditions opératoires différentes.

Nous remarquons également une allure semblable à celle de la température et de la masse déposée sur les parois de l'échangeur. Les évolutions de la température de la masse de dépôt et la résistance thermique ainsi créée restent des phénomènes intimement liés.

Cette évolution de la résistance thermique d'encrassement suppose que la loi de transfert n'évolue ou évolue peu selon la théorie de **Pinheiro** et **Melo** (1988). La rugosité due au dépôt ne perturbe pas la sous-couche visqueuse. Dans notre situation, la surface est supposée parfaitement lisse et par conséquent aucune perturbation n'est ainsi considérée. Cette théorie reste discutable quand le canal s'obstrue en raison de l'encrassement. Il y a donc une sous-couche visqueuse. Dans une telle situation la résistance thermique pourrait diminuer et même devenir négative.

Notons à ce niveau que le colmatage rapide des échangeurs de chaleur à plaques est dû également à la formation de bulbes qui se forment et qui se dissolvent dans le lait suite à l'augmentation de la température (**De Jong**, 1997). Ils font considérablement augmenter l'encrassement en formant conjointement avec les protéines dénaturées une mousse qui s'expande et obstrue le courant du fluide et qui se dépose sur la surface chaude (**Thon**, 1975).

Un dégazage préliminaire est nécessaire avant toute opération de traitement thermique.

IV.3.5. Evolution de la concentration de la β -lactoglobuline

L'évolution de la concentration de la β -lactoglobuline dans l'échangeur principal est représentée sur la figure IV.19 et ce pour le onzième canal dans les deux directions.

L'évolution de la concentration de la β -lactoglobuline dans tout l'échangeur a été déjà présentée précédemment dans la section IV.2.6. Dans cette partie, on s'intéresse uniquement au onzième canal pour confirmer le résultat trouvé auparavant qui stipule une évolution constante de la concentration de la protéine β -lactoglobuline à partir du onzième canal et ce pour les mêmes raisons déjà évoquées dans la section IV.2.6 mais dans les deux directions.

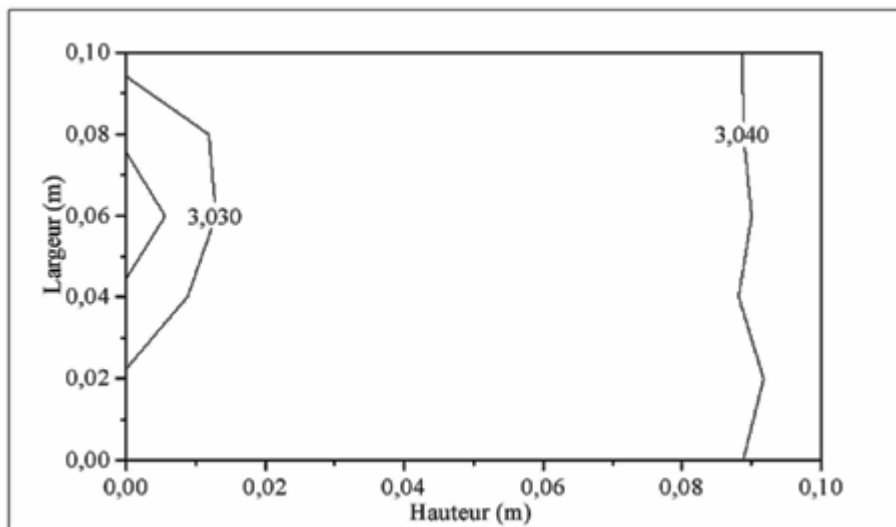


Figure IV.19 Iso-réponse de la concentration (kg/m³) de la β -lactoglobuline dans le onzième canal en fonction des deux directions.

IV.4. PARTIE EXPÉRIMENTALE

IV.4.1. Evolution de la perte de charge dans l'échangeur principal

Les données numériques et expérimentales de l'évolution de la perte de charge en fonction du temps de fonctionnement sont représentées sur la figure IV.20 comme exemple en vue d'une comparaison. A ce titre, Il faut signaler que les données numériques sont considérées dans le même ordre de grandeur que celles récupérées sur site d'une laiterie algérienne.

La perte de charge est considérée comme étant la différence de pression entre l'entrée et la sortie de tout l'échangeur. Lors des mesures expérimentales, la perte de charge diminue au début en raison du processus de démarrage puis augmente pour atteindre un maximum.

Pour les simulations numériques, il apparaît que la perte de pression augmente puis reste sensiblement constante le long du fonctionnement. Le modèle ne prend pas en compte le processus de démarrage.

Dans les deux situations, cette perte de pression traduit, en partie, la formation de dépôt qui augmente avec le temps de fonctionnement suite à son accumulation sur la surface d'échange et qui engendre ainsi des perturbations hydrodynamiques et la réduction de la section de passage du fluide. Nous pensons que la perte de charge reste plus importante lors des résultats numériques en raison, probablement, d'une exagération du rôle de l'encrassement des sels dans le modèle qui reste finalement un problème mineur en comparaison avec celui des protéines à une température de pasteurisation. Il est à noter également que les caractéristiques géométriques et physico-chimiques tel que la nature du dépôt mou ou dur ou même autres ainsi que sa distribution qui pourrait être hétérogène sur la surface, comme nous l'avons déjà souligné, peuvent influencer la perte de pression. Des paramètres que ne considère pas le modèle proposé.

Il faut noter également que la qualité de la poudre employée pour préparer les solutions de lait influence également la perte de pression et l'encrassement d'une façon général. L'indice d'azote des protéines (WPNI) est un paramètre qui permet de déterminer le degré de dénaturation des protéines. Plus il est élevé et moins la dénaturation donc la poudre et meilleur. Différentes poudres importées sont employées dans les laiteries algériennes et qui ont des indices différents donc des comportements différents de point de vue encrassement. L'expérience montre par exemple que la poudre importée de Belgique est meilleure par rapport à celle de Pologne de point de vu encrassement.

Selon plusieurs auteurs, en particulier **Petermeier** (2002) *et al.*, la perte de pression dans un échangeur de chaleur à plaques est due en partie à l'encrassement des protéines et des sels lors de la pasteurisation du lait. Des essais sur un montage d'échangeurs de chaleur à plaques (modèle HT32 Plate Heat Exchanger, Armfield) ont montré que l'écoulement d'une solution protéique donne lieu à une perte de pression plus importante que celle observée avec de l'eau pure. L'autre partie de la perte de pression est due à l'écoulement dans les conduites et dans les orifices. **Hugonnot** (1989) indique que les dimensions des tubulures sont suffisamment importantes dans un échangeur de chaleur à plaques pour que les pertes de pression y soient négligeables devant celles des plaques dues à l'encrassement.

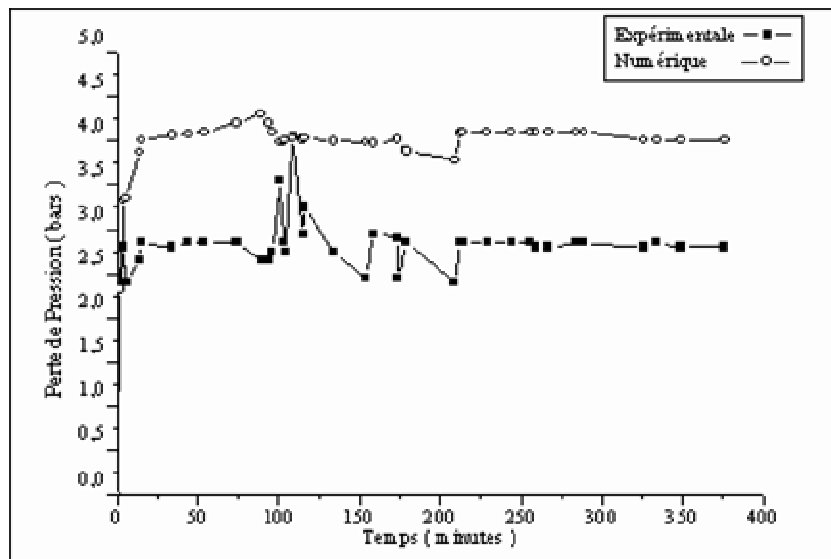


Figure IV.20. Evolution de la perte de pression en fonction du temps

IV.4.2. Evolution de la résistance thermique d'encrassement dans l'échangeur principal

On a quantifié expérimentalement la résistance thermique due à l'encrassement lors d'une phase de pasteurisation du lait et ce en exploitant des valeurs de pertes de pression récupérées sur un site industriel. Le calcul est basé sur un modèle qui établit une relation entre la perte de pression, le coefficient d'échange global et la résistance thermique d'encrassement.

Les évolutions de la perte de pression et du coefficient d'échange global dans l'échangeur principal sont représentées sur les figures IV.21 et 22 et ce pour une journée de fonctionnement prise comme exemple.

La perte de pression est considérée comme étant la différence de pression entre l'entrée et la sortie de l'échangeur. Lors des mesures expérimentales, la perte de pression augmente progressivement pour atteindre un maximum.

Cette perte de pression traduit principalement la formation de dépôt qui augmente au fil du temps de fonctionnement suite à une accumulation sur la surface d'échange et qui engendre ainsi des perturbations hydrodynamiques suite à la réduction de la section de passage du fluide.

Au début du fonctionnement et avant l'apparition de l'encrassement, le coefficient de transfert global prend une valeur constante de $1150 \text{ w/m}^2 \cdot \text{K}$ pendant deux heures, cette valeur est prise comme une valeur de référence de l'échangeur propre.

Après une durée de temps de fonctionnement, l'encrassement débute, ce qui provoque une chute assez rapide de la valeur du coefficient de transfert jusqu'au $527 \text{ w/m}^2 \cdot \text{K}$ puis elle reste sensiblement constante.

A partir de cette zone, il est clair que l'échangeur est encrassé suite à la formation du dépôt sur les parois des plaques ce qui donne lieu à une couche résistante à l'échange

thermique entre les deux fluides circulant dans l'échangeur. Par la suite, il semble également que l'échange thermique n'est plus affecté par l'encrassement.

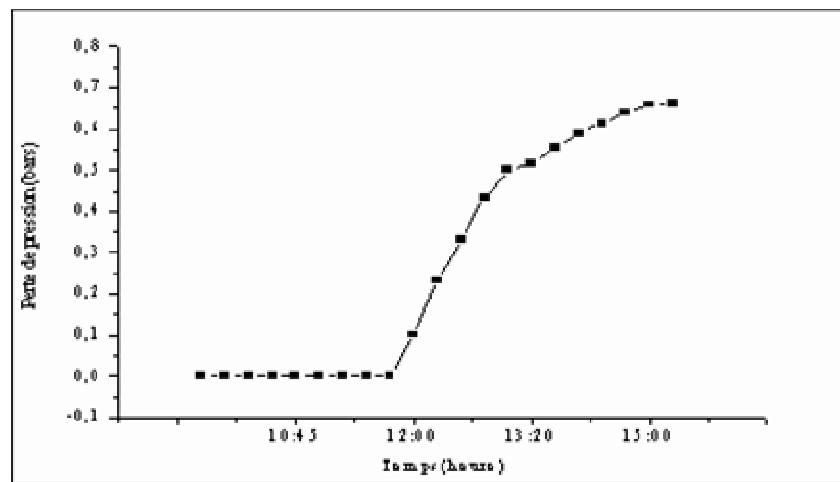


Figure IV.21. Evolution de la perte de charge au cours d'une journée de fonctionnement.

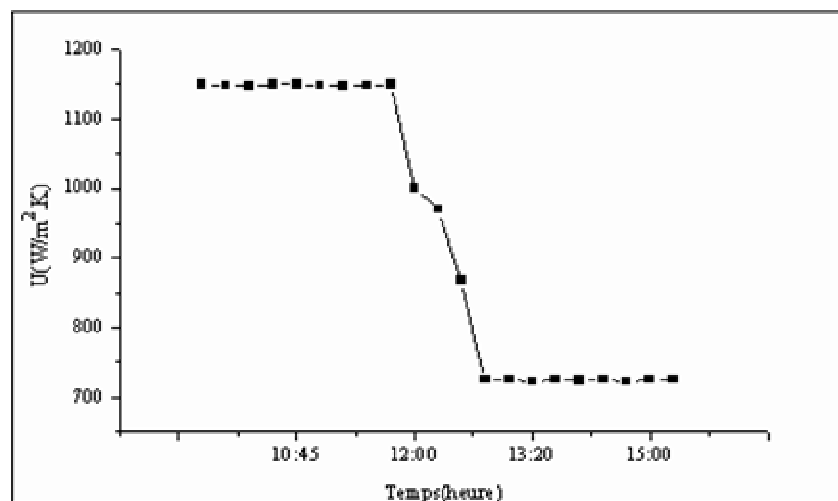


Figure IV.22. Evolution du coefficient d'échange global au cours d'une journée de fonctionnement.

L'évolution de la résistance d'encrassement en fonction du temps est représentée sur la figure IV.23.

La résistance d'encrassement prend une valeur nulle au début car l'échangeur est propre, puis elle commence à augmenter progressivement jusqu'à atteindre une valeur maximale due à la formation de dépôt. On remarque que la résistance d'encrassement évolue d'une façon asymptotique selon la présentation de **Duffau et al.** (1991). Une allure qui a été déjà formulée lors de la validation du modèle dans la section III.6.3.

Selon **Duffau et al.** (1991) cette classe d'allure est observée pour des dépôts mous et fragiles. Ceci est confirmé par l'expérience qui montre que généralement un lavage modéré permet d'éliminer assez facilement les dépôts lors de la pasteurisation du lait.

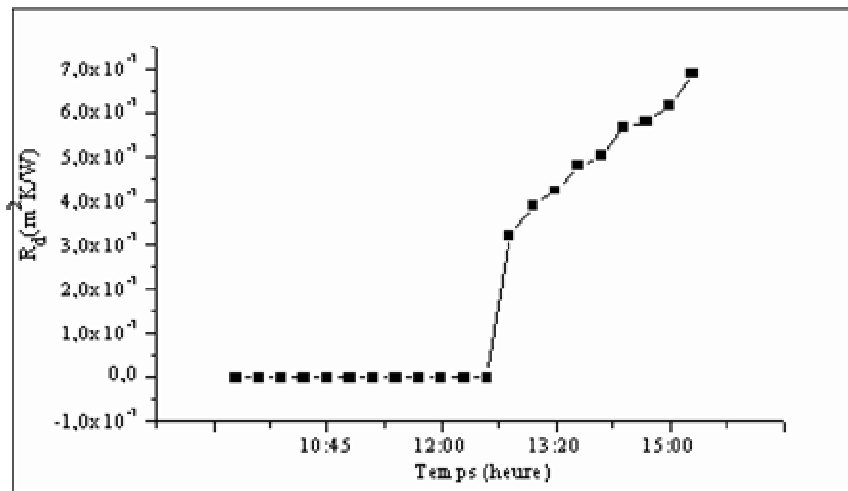


Figure IV.23. Evolution de la résistance thermique d'encrassement au cours d'une journée de fonctionnement.

IV.4.3. Evolution de la perte de pression sur la résistance thermique d'encrassement

On a présenté l'évolution de la résistance d'encrassement le long du système de pasteurisation en fonction de la perte de pression sur la figure IV.24.

L'augmentation de la perte de pression est due à la formation du dépôt encrassant d'une résistance d'encrassement. Au début, il faut un certain temps pour que la température atteigne une valeur nécessaire pour que le phénomène de l'encrassement se déclenche, ce qui explique au début et pendant un laps de temps une perte de pression nulle.

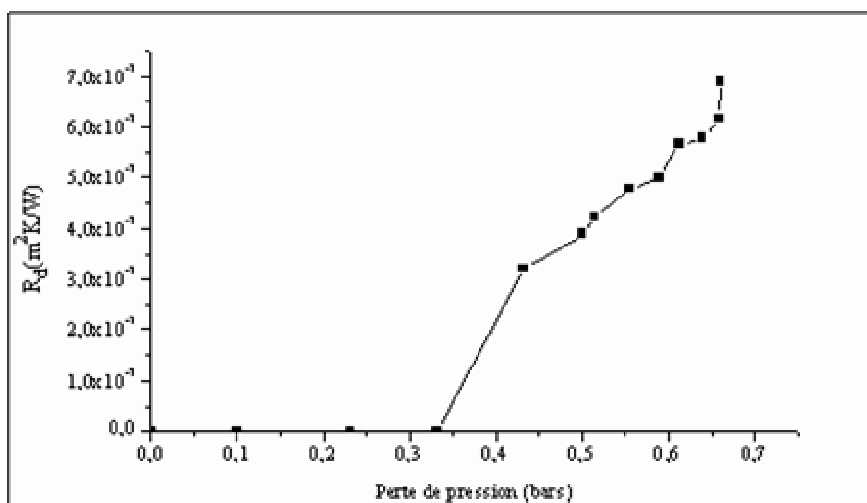


Figure IV.24. Evolution de la résistance thermique d'encrassement en fonction de la perte de pression.

IV.4.4. Influence du pH sur la masse déposée

Lors de la réalisation d'essais expérimentaux sur le système d'échangeurs de chaleur à plaques (modèle HT32 Plate Heat Exchanger, Armfield) pour la validation du code, nous avons considéré l'effet du pH sur l'encrassement d'une solution protéique.

Le mode opératoire est analogue à celui décrit dans la section III.6.2. La masse déposée est déterminée indirectement connaissant la quantité initiale dans la solution protéique. Il s'agit d'une reproduction de la concentration des protéines dans le lait. La quantité en protéine est déterminée par un dosage Kjeldhal.

L'évolution de la quantité de protéine déposée en fonction de la température pour deux valeurs de pH est représentée sur la figure IV.25. Le pH de la solution protéique a été mesuré puis ajusté selon les valeurs indiquées. Il paraît selon les résultats qu'une diminution du pH engendre une augmentation du dépôt. Une confirmation de cette tendance est signalée dans la bibliographie (**Hege et al.**, (1985) ; **Hege** (1986) ; **Skudder** (1986) ; **Dannenberg** (1986) ; **Foster** (1989) ; **Schraml** (1993) ; **De Jong** (1997) ; **Riverol et Napolitano**, 2005 etc.).

A l'approche du point isoélectrique ou appelé barrière électrique, les protéines ne se repoussent plus et tendent à s'agréger (**Hege**, 1986 et **Kessler**, 1986). La variation du pH entraîne des transformations de structure de la β -lactoglobuline lors du processus de la dénaturation. Ceci peut être expliqué par le fait que les principales variantes de cette molécule possèdent des groupes -COOH dont le pK_A d'ionisation est modifié. Une autre variante de la molécule contient des résidus histidyl non titrables entre un pH de 6 et 4,5. La configuration d'une protéine liée à ses structures secondaires et tertiaires est fragile. Il en résulte que le traitement des protéines par les acides, par exemple, peut modifier d'une façon plus ou moins importante cette configuration.

Ces résultats sont confirmés par différents travaux (**Höfling et al.**, 2003 ; **Rosmaninho et al.**, 2007 ; ...etc.). Certains auteurs expliquent cette aptitude par l'hydrolyse des acides gras libres (**Schraml**, 1993 ; **Skudder**, 1986 ; **Dannenberg**, 1986 ; **Foster**, 1989 ; **Hege et al.**, 1985 ; **Hege**, 1986 ; **De Jong**, 1997 ; **Carol et al.**, 2002 ; etc.).

Grillot (1997), par contre, indique qu'une variation du pH peut changer le mécanisme d'encrassement lors de la pasteurisation du lait, ce qui rend l'interprétation des résultats beaucoup plus délicate.

Nous avons par la suite nettoyé l'installation avec une solution basique préconisée dans les travaux de **Graßhoff et Potthof-Karl** (1995) à une concentration de 2,5 g/L et une température de 60°C en circuit fermé pendant une heure et ce pour enlever la crasse qui s'est déposée sur les parois de l'échangeur thermique. L'évolution de la concentration de la β -lactoglobuline dans la solution de lavage en aval de l'installation est représentée sur la figure IV. 26 en fonction du nombre de nettoyages effectués. Il faut noter qu'on ne peut doser que la protéine monomérique mais la protéine sous forme agrégée ne peut être dosée car sa structure est altérée d'où l'obtention de traces de protéines qualitativement non significative par rapport à la quantité qui s'est encrassée (**Patel et al.** 2007). Ses résultats restent en bonne concordance avec ceux de **Grillot** (1997).

Le résultat montre que la quantité de protéine diminue avec le nombre de lavages effectués et ce en raison de l'entraînement progressif des molécules de protéines présentes dans l'échangeur de chaleur par l'écoulement des solutions de lavages. Nous pensons qu'il est

nécessaire de prévoir des dosages des protéines plus précis à la sortie du système de traitement thermique car les protéines agrégées et qui ne se sont pas déposées sont entraînées dans l'écoulement et passent sans être considérées par le dosage et ceci fauche l'estimation des quantités qui se sont déposées réellement sur les parois puisque le calcul se fait indirectement. La chromatographie en phase liquide (HPLC) paraît comme une technique appropriée et que nous n'avons pas pu réaliser faute de moyens (la colonne).

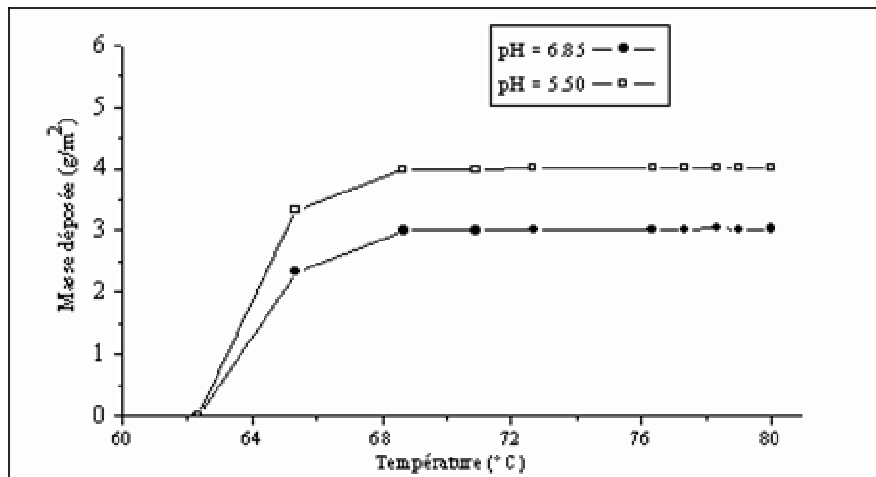


Figure IV.25. Evolution de la masse déposée en fonction du pH.

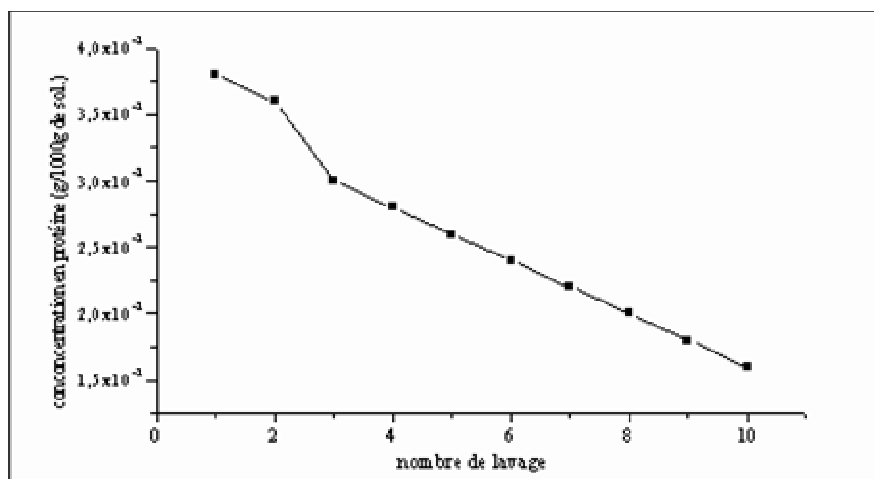


Figure IV.26. Evolution de la concentration en β -lactoglobuline en fonction du nombre de lavages effectués.

IV.4.5. Test de pasteurisation

Lors de la réalisation des essais expérimentaux, nous avons vérifié si une température de 90°C durant 15 secondes pour l'obtention d'une pasteurisation suffisante du lait cru et frais. Pour cela, nous avons chauffé des échantillons de lait à différentes températures dans

des Bains-marie en maintenant le même temps de pasteurisation de 15 secondes. Les tests de pasteurisation ont été effectués avec la méthode de la détermination de l'activité de la phosphatase alcaline dans les produits laitiers qui permet de déterminer l'indice de pasteurisation.

Il paraît selon les résultats (Tableau IV.1 et IV.2) qu'une pasteurisation à 74°C est suffisante pour inhiber l'action des bactéries nocives pour la consommation humaine puisque les tests sont négatifs à partir de cette température. C'est une pasteurisation haute préconisée par **Jeantet et al.** (2000).

Des tests plus poussés dans des échangeurs de chaleur à plaques sont nécessaires pour confirmer ces résultats pour des raisons de sécurité alimentaire. Cette voie de recherche reste très intéressante dans la mesure où si elle aboutit à des résultats positifs elle permettrait :

1. un gain important en énergie ;
2. un gain en temps de production ;
3. de minimiser l'encrassement puisque travailler à une température plus basse permettrait de réduire la dégradation des protéines et des sels ;
4. de minimiser les frais quotidiens dus aux lavages (acide, base, eau, énergie etc.) ;
5. d'augmenter le pourcentage de protéines dans les produits dérivés issus de cette pasteurisation et par conséquent améliorer sa qualité et sa valeur nutritive.

Tableau IV.1 Première série de test de pasteurisation.

Température (°C)	50	70	80	90
Test	positif	positif	négatif	négatif

Tableau IV.2 Deuxième série de test de pasteurisation.

Température (°C)	72	74	76	78
Test	positif	négatif	négatif	négatif

IV.5. CONCLUSION

Les résultats du modèle représentant le phénomène de l'encrassement des échangeurs de chaleur à plaques lors d'une phase de pasteurisation du lait ont été présentés.

En se basant principalement sur le modèle proposé, il apparaît que la température est le paramètre moteur de cet encrassement. Son élévation le long du système de pasteurisation composé de trois échangeurs à plaques (récupération, chauffage et refroidissement) déclenche le processus de dégradation des protéines par l'altération de sa structure. Les résultats sur les deux directions permettent de suivre cette évolution et de mieux comprendre le processus.

Nous pensons également qu'un surdimensionnement est employé vu que la température nécessaire pour une pasteurisation suffisante est largement atteinte avant que le lait ne sorte de l'échangeur. Une recherche plus poussée dans cette voie est nécessaire pour réduire éventuellement les coûts énergétiques mis en jeu.

Les protéines agrégées se déposent sur les parois de l'échangeur. Le dépôt augmente au fur et à mesure que le lait aborde les différents canaux de l'échangeur. Cette augmentation suit l'évolution de la température vu qu'elle en dépend selon des cinétiques bien connues. Une étude plus poussée pour connaître les caractéristiques physico-chimiques et géométriques du dépôt est nécessaire pour mieux comprendre le processus de colmatage des échangeurs. Le modèle proposé ne considère pas ces caractéristiques. Dans ce sens, le modèle propose une épaisseur moyenne et constante du dépôt dans les différents canaux de l'échangeur.

De plus, les résultats montrent que le dépôt est principalement composé de protéines. A la température de pasteurisation la sédimentation des sels reste un phénomène mineur.

Il s'est avéré que, vu la nature isolante du dépôt, donc création d'une résistance thermique supplémentaire à l'échange, le dépôt provoque la chute du coefficient d'échangeur global et la réduction de la section de passage à l'écoulement du lait. Cette réduction engendre des pertes de pression supplémentaires à l'écoulement.

Le nombre Reynolds, influence nettement l'encrassement. Son augmentation fait diminuer le dépôt et ce en raison de la prédominance de la vitesse de réentraînement mais il provoque, en particulier, des pertes de pression supplémentaires. Il s'agira donc de trouver un compromis entre différents paramètres antagonistes.

L'évolution de la concentration de la protéine β -lactoglobuline montre qu'elle diminue le long de l'échangeur en raison de l'encrassement d'une partie de la quantité initiale présente dans le lait.

Dans ce même chapitre, nous avons également présenté quelques résultats expérimentaux réalisés sur un montage d'échangeurs de chaleur à plaques. Des mesures de températures et des pressions en amont et en aval de l'installation et des dosages des protéines ont été effectuées. Nous avons exploité également des valeurs de pertes de pression récupérées sur un site industriel.

La déposition engendre une perte de pression supplémentaire dans l'échangeur et ce en réduisant la section de passage du fluide vu que son débit reste constant. Les pertes de pression numériques restent plus importantes en raison probablement de l'exagération du rôle

de l'encrassement des sels. Les résultats montrent également que le dépôt, les pertes de pression et les autres paramètres restent intimement liés.

Les essais montrent entre autres que la diminution du pH donne un encrassement protéique plus important et ce raison de son rôle dans le processus d'altération des protéines.

Les essais de dosages des protéines montrent que les lavages chimiques effectués après encrassement éliminent les restes de protéines présentes dans les canaux. La méthode de Kjeldhal nous semble inadaptée aux dosages des protéines à l'aval des installations car cette technique ne peut doser que les protéines monomériques et non agrégées.

Il semble également qu'une température démesurée est employée dans les laiteries algériennes. Une étude plus poussée dans cette optique est recommandée pour éventuellement la faire diminuer et qui permettrait un gain sur plusieurs plans notamment une réduction des coûts.

CONCLUSION GÉNÉRALE

Une étude de l'encrassement des échangeurs de chaleur à plaques lors d'une phase de pasteurisation du lait a été formulée dans ce travail.

L'analyse bibliographique a mis en évidence la complexité des mécanismes vu l'interdépendance des paramètres en particulier vis à vis de la température. Des paramètres influencent l'encrassement des particules du lait lors des différentes étapes du processus. Afin d'en limiter la portée, nous avons délibérément choisi de considérer certains paramètres clés au détriment d'autres sans altérer l'acceptabilité de nos investigations vis à vis d'autres travaux.

La simulation numérique du phénomène de l'encrassement des échangeurs à plaques lors de la pasteurisation du lait a été considérée en prenant en compte les échanges thermiques ayant lieu entre les deux fluides ainsi que les différentes interactions et réactions ayant lieu dans le lait au cours du procédé de pasteurisation. Un mécanisme de déposition a été ainsi formulé sur lequel se base le mode mathématique proposé. Il se base sur un mécanisme de la littérature que nous avons adopté à la situation des laiteries algériennes.

Globalement, les résultats numériques montrent que le phénomène de l'encrassement est intimement lié aux différentes conditions de déroulement du procédé. La masse du dépôt dépend de deux paramètres clés à savoir la température du lait et le temps de traitement. Le dépôt est principalement composé de protéines et de sels avec des proportions qui évoluent en fonction de la température du procédé. Les résultats du code ayant fait l'objet d'une validation préliminaire se rejoignent, en général, qualitativement avec les différentes données bibliographiques.

Concernant les résultats expérimentaux, il a été difficile de réaliser des essais avec un montage approprié et adéquat qui peut réellement reproduire le phénomène. Nous avons effectué des essais qui ont confirmé globalement ceux obtenus par le code et qui ont permis de le valider.

Il apparaît clairement que l'augmentation de la température du lait suite à l'échange thermique effectué dans l'échangeur de chaleur à plaques déclenche le processus de déposition des protéines faisant suite à un processus réactionnel défini préalablement. Les résultats sur les deux directions permettent de mieux voir cette évolution et de mieux comprendre le processus en considérant la nature de l'écoulement et le rôle de la turbulence.

Le résultat de la température nous laisse croire qu'un surdimensionnement est employé au niveau des laiteries algériennes vu que la température nécessaire pour une pasteurisation suffisante est largement atteinte avant que le lait n'achève tout le parcours de l'échangeur thermique à plaques. Nous avons déjà noté que le surdimensionnement est souvent préconisé par les constructeurs d'équipements thermiques pour palier au problème de l'encrassement lors des phases de conception.

La structure altérée des protéines sous l'effet de la température conduit à leurs agrégations puis à leurs dépositions sur les parois de l'échangeur thermiques à plaques. Le dépôt augmente au fur et à mesure que le lait aborde les différents canaux de l'échangeur et ce en raison de l'augmentation de sa température. Il est composé principalement de protéines et

de sels mais l'encrassement des sels à une température de pasteurisation reste un phénomène mineur.

Le dépôt de nature isolante génère une résistance thermique à l'échange et provoque la chute du coefficient d'échangeur global et réduit la section de passage à l'écoulement. Cette réduction engendre des pertes de pression supplémentaires à l'écoulement.

Le nombre de Reynolds influence également l'encrassement d'une manière très nette. Son augmentation fait diminuer le dépôt et ce en raison de la prédominance de la vitesse de réentraînement mais il provoque, en particulier, des pertes de pression supplémentaires et peut faire baisser la température de sortie du lait qui peut devenir insuffisante pour une pasteurisation acceptable.

La concentration de la protéine β -lactoglobuline diminue le long de l'échangeur thermique et ce en raison de l'encrassement d'une partie de la quantité initiale constante présente dans le lait cru.

Les résultats expérimentaux réalisés sur un montage d'échangeurs de chaleurs à plaques avec des mesures des températures et des pressions en amont et en aval de l'installation et des dosages des protéines montre que la déposition crée une perte de pression supplémentaire dans l'échangeur.

Ils indiquent entre autres que la diminution du pH donne un encrassement plus important vu son rôle dans le processus d'altération des protéines.

Les essais de dosages des protéines montrent que les lavages chimiques et répétés effectués après encrassement de protéines éliminent les restes des protéines non altérées présentes dans les canaux.

PERSPECTIVES

Les résultats montrent qu'un surdimensionnement est employé dans les pasteurisateurs des laiteries algériennes pour probablement palier prématurément au problème de l'encrassement lors des phases de conception. Il serait utile de réaliser des travaux dans cette voie et ce pour réduire éventuellement les coûts énergétiques mis en jeu.

Il est également nécessaire de mieux connaître le dépôt et sa structure pour expliquer par exemple le phénomène de colmatage rapide des pasteurisateurs industriels en particulier lors de l'emploi des poudres ayant des indices WPNI faible. Une étude plus poussée dans ce sens est recommandée. C'est pourquoi il est essentiel de mieux connaître les phénomènes intervenant dans l'encrassement et le processus de dégradation des protéines en particulier le rôle des sels et prévoir éventuellement l'encrassement d'autres entités telles que les acides gras et l'encrassement biologique de certains composés du lait en particulier pour le lait âgé.

On propose également d'affiner le modèle, la prise en compte de certains paramètres peut améliorer les résultats tel que le pH, la géométrie des plaques (angle des corrugations, rugosité de surface...). Dans cette optique un modèle en trois dimensions (3D) est nécessaire en prenant en compte la géométrie et la nature du matériau de la surface des échangeurs de chaleur et plus particulièrement la géométrie des corrugations qui influencent la turbulence et ainsi les échanges thermiques et massiques ayant lieu dans le processus.

Durant ce travail, nous avons considéré une source thermique stable pour chauffer le lait dans l'échangeur de chaleur à plaques. Il serait intéressant de considérer cet aspect en étudiant l'évolution de la température de la vapeur d'eau et les différents paramètres qui peuvent l'influencer. Un encrassement de sels par exemple si l'eau employée est dure pourrait créer une couche isolante côté vapeur. Les essais de **Morison** (2005) montrent que des troubles sur la température et le débit de la source de chaleur font baisser la température du lait pasteurisé.

Pour une meilleure maîtrise du problème qui passe par une minimisation des frais de production et une qualité optimale du produit, un certain nombre de solutions sont préconisées, il convient de citer :

1. l'adoucissement de l'eau utilisée pour la dissolution de la poudre de lait ;
2. l'utilisation d'une température de pasteurisation moins élevée et qui permettrait en particulier un gain d'énergie supplémentaire. Adaptée une température de pasteurisation selon l'indice d'azote (WPNI) de la poudre de lait employée ;
3. l'ajout de tensioactifs alimentaires dans le pasteurisateur contribuerait à créer une compétitivité d'adsorption entre les tensioactifs et les protéines sur la surface du pasteurisateur. Dans ce cas, une étude économique est nécessaire pour voir les conséquences de cet emploi sur le prix de revient du lait pasteurisé et des produits dérivés ;
4. l'ajout d'émulsifiants qui protégerait les protéines en formant des complexes stables ;
5. faire fonctionner l'échangeur de récupération en échangeur de préchauffage. Différents travaux (**De Jong et al.**, 1992 et 1994 ; **De Jong et Van Der Linden**, 1992 ; **De Jong**, 1997 ; **Visser et Jeurnink**, 1997) ont montré qu'un préchauffage fait diminuer considérablement l'encrassement dans l'échangeur principal de chauffage. Il permet la précipitation précoce et lente des minéraux et la dénaturation partielle des protéines qui forment alors de fins agrégats peu susceptibles de s'attacher aux parois de l'échangeur ;
6. l'emploi du chauffage ohmique et du chauffage dans les micro-ondes peut défavoriser l'encrassement ;
7. l'emploi d'un système automatisé qui se baserait par exemple sur une valeur critique de l'épaisseur du dépôt du coefficient de réduction du passage du fluide pour déclencher l'arrêt de la pasteurisation juste à temps pour éviter le colmatage des conduites est une solution à envisager et qui permettrait un meilleur suivi du processus en général.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Adomeit P. et **Renz U.**; Numerical simulation of the influence of temperature on particle deposition. Fouling mechanism. Theoretical and practical aspects; Seminar 23 Proceeding.; Eds. Européenne. Thermique. et industries.; (1992) pp 120-127.

Adomeit P. et **Renz U.**; Correlations for the particle deposition rate accounting for lift forces and hydrodynamic mobility reduction ; The Canadian Journal of Chemical Engineering; 78; (2000).

Adomeit P. et **Renz U.**; Deposition of fine particles from a turbulent liquid flow : experiments and numerical predictions ; Chemical Engineering Sciences; 57; (1996) pp 3491-3503.

Amano R.S.; Computer simulation in compact heat exchangers ; Communication Mechanics Publications 1; chapitre 5 ; Sunden et Faghri Eds. ; (1998) pp 115-149.

Amblard A.; Comportement hydraulique et thermique d'un canal plan corrugé. Applications aux échangeurs de chaleur à plaques ; Thèse de Doctorat de l'INPG (France) ; (1986).

Ansari Md. I.A, Sharma M. et **Datta A.K.**; Milk fouling simulatin in a double heat exchanger; International Convention Heat Mass Transfer; vol. 30; N 5; (2003) pp 707-716.

Asako Y., Nakamura H. et **Faghri M.**; Heat Transfer and pressure drop characteristics a corrugated duct with rounded corners; International Journal Mass Transfer; 31 N°6; (1988) pp 1237-1240.

Bailer F.; Etude des différents mécanismes de dépôt conduisant à l'encrassement particulaire en phase gazeuse des tubes d'échangeurs de chaleur ; Thèse de l'INPG (France); (1998).

Bailey K.; Optimize heat exchanger operations by minimizing fouling; Hydrocarbon Proceeding; (1999) pp 113 -117.

Bansal B. et **Chen X.D.**; A Critical Review of Milk Fouling in Heat Exchangers; Compress Reviews in food Sciences and food Safety; 5; (2006) pp 27-33.

Basset M., McInerney J., Arbeau N. et **Lister D.H.**; The fouling of alloy-800 heat exchange surfaces by magnetite particles ; Chemical Engineering Sciences; 78; (2000).

Becker B.R. et **Fricke B.A.**; Development and implantation of a new model to monitor industrial process fouling; Journal of Preceding Technical; Vol. 118 ; ISSUE: 3 ; PBD: (1996) pp 308-314.

Belmar-Beiny M.T., Gotham S.M., Paterson W.R., Fryer P.J. et **Pritchard A.M.**; The effect of Reynolds number and fluid temperature in whey protein fouling; Journal Food Engineering; 19 (1993) pp 119-139.

Béreziat D.; Structure locale de l'écoulement de fluides newtoniens et non newtoniens en canaux nodules. Application à l'échangeur de chaleur à plaques ; Thèse I.N.P.L.(France); (1993).

Blöchl R. et **Müller - Steinhagen H.M.** ; Influence of particulate size and particle / fluid combination on particulate fouling in heat exchanger; Canadian Journal Engineering; 68; (1990) pp 588-591.

Bradley S.E. et **Fryer P.J.**; A comparison of two fouling-resistant heat exchangers; Bio fouling.; 5; (1993) pp 295-314.

Bott T. R. et **Melo L. F.**; Fouling of heat exchangers; Experimental Thermal Fluid Sciences; 14; (1997) pp 315-321.

Bouris D., Papadakis G. et **Bergeles G.**; Numerical evaluation of alternate tube configurations for particle deposition rate reduction in heat exchanger tube bundles ; International Journal of heat Fluid; 22; (2001) pp 525-536.

Buonopane R.A. et **Troupe R.A.** ; A study of the effects of internal rib and geometry in rectangular channels. Part I Pressure drop. Part II Heat Transfer; AICHE; 15 N 4 (1969).

Burton H.; Deposits from whole milk in heat treatment plant—a review and discussion; Journal Dairy Research; 35 (1968) pp 317-30.

Burton H.; Ultra-high-temperature processing of milk and milk products; Elsevier; (1988).

Carol H.C. Ma., Tuoc Trinh K., Brooks J. et Kathy E.; Effect of a commercial lipase on the fouling of whole Milk; Food and Bioproducts; 9th APCCChE Congress and CHEMICAL (2002).

Changani S.D., Belmar-Beiny M.T. et Fryer P.J.; Engineering and chemical factors associated with fouling and cleaning in milk processing; Experimental Thermal Fluid Sciences; 14; (1997) pp 392–406.

Chaudagne D.; Fouling costs in the field of heat exchanger equipment in the French market; Fouling mechanisms: Pheorical and practical aspects; European Seminar 23; Grenoble; (1992) pp 21–25.

Chenoweth J.M.; Final report of the HTRI/TEMA joint committee to review the fouling section of the TEMA standards; Heat Transfer Engineering; 11 N 1; (1990) pp 73–107.

Cleaver J.W. et Yates B.; Mechanism of detachment of colloidal particles from a flat substrate in a turbulent flow; Colloid International Sciences; vol 44; (1973) pp 464–474.

Cleaver J.W. et Yates B.; The effect of reentrainment on particle deposition ; Chemical Engineering Sciences; 31; (1976) pp 147–151.

Cooper A., Suitor J.W. et Usher J.D.; Cooling water fouling in plate heat exchangers; heat Transfer Engineering 1, N3; (1980) pp 50–55.

Corredig M. et Dalglish D.G. ; Effect of temperature and pH on the interactions of whey proteins with casein micelles in skim milk; Food Research International; 29 (1); (1996) pp 49–55.

Corrieu G., Lalande M., et Ferret R. ; Mesure en ligne de l'encrassement et du nettoyage d'un stérilisateur UHT industriel ; Journal Food Engineering ;5 ;(1986) pp 231–248.

Crittenden B.D. et Kolaczowski S.T; Mass transfer and chemical kinetics in hydrocarbon fouling ; conference fouling Sciences; university Surrey UK; (1992) pp 169–184.

Dannenber F.; Zur reaktionskinetik der molkenproteindenaturierung und deren technologischer bedeutung; Ph.D thesis; Technical university Munchen weihenstephan; (1986).

De Jong P. et Van Der Linden H.J.L.J. ; Design and operation of reactors in the dairy industry. Chemical Engineering Sciences 47(13/14); (1992) pp 3761–3768.

De Jong P., Bouman S. et Van Der Linden H.J.L.J. ; Fouling of heat transfer equipment in relation to the denaturation of β -lactoglobulin; Journal Society Dairy Technology.; 45; (1992) pp 3–8.

De Jong P., Waalewijn R. et Van Der Linden H.J.L.J. ; Validity of a kinetic fouling model for heat treatment of whole milk ; In Lait ; 73 ; (1993) pp 293–302.

De Jong P., L'Ammie P.F.J. et Van Der Linden H.J.L.J. ; Mathematical optimization of heat treatment equipment with respect to fouling and product quality; Fouling and Cleaning. In Food Process; Jesus College, Cambridge, England; (1994) pp 43–50.

De Jong P.; Modelling and optimization of thermal process in the dairy industry; PhD Thesis; University of technical Delft Netherlands; (1996).

De Jong P.; Impact and control of fouling in milk processing; Training in Food Sciences and Technique; 8; (1997) pp 401–405.

De Le Fuente M.A., Olano A. et Rez M.J.; Mineral Balance in Milk Heated Using Microwave Energy ; Journal Agricultural Food Chemistry ; 50; (2002) pp 2274–2277.

Delaplace F., Leuliet J.C. et Tissier J.P.; Fouling experiments of a plate heat exchanger by whey protein solutions; Trans IChemE. ; 72 (C) ; (1994) pp 163–169.

Delplace F. ; Identification des échangeurs de chaleur à plaques. Application à l'étude de l'encrassement par les produits laitiers ; PhD thesis ; University H. Poincaré Nancy (France) ; (1995).

Delplace F., Leuliet J.C.; Modelling fouling of a plate heat exchanger with different flow arrangements by whey protein solutions; Trans IChemE.; 73, Part C; (1995) pp 112–120.

- Delplace F., Leuliet J.C et Bott T.R.;** Influence of Plates geometry on Fouling of Plate Heat Exchangers by Whey Proteins ; In Fouling Mitigation of industries; Shell Beach, California; (1995a).
- Delplace F., Leuliet J.C. et Levieux D. ;** A reaction engineering approach to the analysis of fouling by whey proteins of a six-channel-per-pass plate heat exchanger; Journal Food Engineering ; 34 ; (1997) pp 91–108.
- Duffau C., Grillot J.M., Navarro J.M. et Vidil R. ;** L'encrassement dans les échangeurs : description, prévention et remèdes ; Librairie Lavoisier ; Paris ; (1991).
- Edwards M.F. ;** Heat transfer in plate heat exchangers at low Reynolds numbers; Reynolds number flow heat exchangers; Kakac; Shah, R.K. et Bergles; A. (eds.); 1983 pp 944-947.
- Einstein A.;** The theory of Brownian movement; Daventry New York (1956).
- Elgar D.F., Norris C.S., Ayers J.S., Pritchard M., Otter D.E. et Palmano K.P.;** Simultaneous separation and quantitation of the major bovine whey proteins including proteose peptone and caseinomacropptide by reversed-phase high-performance liquid chromatography on polystyrene-divinylbenzene ; Journal of Chromatography A, 878; (2000) pp 183–196.
- Elofsson U.M., Paulsson M.A., Sellers P. et Arnebrant T. ;** Adsorption during heat treatment related to the thermal unfolding/aggregation of α -lactoglobulin A and B.; Journal Colloid Interface Sciences; 183; (1996) pp 408–15.
- Epstein N.;** Particle deposition and its mitigation; understanding heat exchanger fouling and its mitigation; engineering foundation conferences; il ciocco conference center, castelvecchio pascoli, italy; (1997).
- Epstein N. ;** Particulate fouling of heat transfer surfaces : mechanisms and models; Melo L.F.;Bott T.R.et Bernardo C.A. eds.; fouling Sciences and technique; Kluwer Academic publishers; Dordrecht (1988a) pp143–164.
- Epstein N. ;** General thermal fouling models; Melo L.F.;Bott T.R.et Bernardo C.A. eds.; fouling Sciences and technique; Kluwer Academic publishers; Dordrecht (1988b) pp15–30.
- Epstein N. et Bowen B.D. ;** Fine particle deposition in smooth parallel-plate channels ; Journal Colloid International Sciences; vol 72; (1989) pp 81–97.
- Fahmi B., Wolfgang A. et Bohnet M. ;** Numerical simulation of the fouling process; International Journal of Thermal Sciences; 42; (2003) pp 323–334.
- Fillaudeau L., Winterton P., Leuliet J. L., Tissier J.P., Maury V., Semet F., Debreyne P., Berthou M., et Chopard F.;** Heat Treatment of Whole Milk by the Direct Joule Effect—Experimental and Numerical Approaches to Fouling Mechanisms; Journal Dairy Sciences. ; 89; (2006) pp 4475–4489.
- Fridlander S.K. et Johnstone H.F.;** Deposition of suspended particles form turbulent gas streams; Industries Engineering Chemical 49; (1957) pp 1151-1156.
- Friend W.L. et Metzner A.B.;** Theoretical analogies between heat, mass and momentum transfer and modifications for fluids og high Prandtl or Schmidt numbers; Canadian Journal Chemical Engineering; 36; (1958) pp 235-240.
- Faux J. P. ;** Transferts thermiques : échangeurs de chaleurs à plaque et autres types en agroalimentaire; Thèse; Université de Technologie de Compiègne ; (2003).
- Focke W.W. et Knibbe P.G.;** Flow visualization in parallel-plate ducts with corrugated walls; Journal Fluid Mechanical; 165 (1985) pp 73-77.
- Foster C.L., Britten M. et Green M.L.;** A model heat exchange apparatus for the investigation of fouling of stainless steel surfaces by milk; Journal Dairy Research; 56; (1989) pp 201-209.
- Fryer P.J. et Slater N.K.H. ;** A Direct Simulation Procedure for Chemical Reaction Fouling in Heat Exchangers ; The Chemical Engineering Journal; 31; 1985 pp 97–107.
- Gaiser G. et Kottke V.;** Plate heat exchanger for food and drink processing—aspects for structure optimization; Food Processing Engineering Conference; bath G.B.; (1994) pp 125-134.

Gaiser G. et Kottke V.; Effect of corrugation parameters on local and integral heat transfer in plate heat exchanger and regenerators; Proceedings of the 9th Heat Mass Transfer Conference 5; Jerusalem; (1990) pp 85-90.

Gaiser G.; Strömungs – und transportvorgänge in gewelten strukturen; These University de Stuttgart; (1990).

Gallot-Lavallée T., Lalande M. et Corrieu G.; An Optical Method to Study the Kinetics of Cleaning Milk Deposits by Sodium Hydroxide; Journal Food Proceeding Engineering; 5, 131 (1982).

Georgiadis M. C.; Dynamic modelling and simulation of plate heat exchangers under milk fouling; Chemical Engineering Sciences; Vol. 44 Issue ; (1998) pp 959-971.

Georgiadis M. C., Papageorgiou L. G. et Macchietto S.; Optimal Cleaning Policies in Heat Exchanger Networks under Rapid Fouling ; Industries Engineering Chemical Research ; 39; (2000) pp 441-454.

Gnielinski L. Jr. et Sparrow E.M.; Heat/Mass transfer characteristics for flow in a corrugated wall channel; Journal of heat Transfer; 99; (1983) pp 187–195.

Goldstein L. Gr. et Sparrow E.M.; Heat/Mass transfer characteristics for flow in a corrugated wall channel; Journal of heat Transfer; 99 (1977) pp 187-195.

Gotham S.M. ; Mechanism of protein fouling of heat exchangers ; PhD these ; Cambridge univesity ; (1990).

Gotham S. M., Fryer P. J. et Pritchard A. M.; β -Lactoglobulin Denaturation and Aggregation Reactions and Fouling Deposit Formation: A DSC Study; International Journal Food. Sciences Technolgy; 27 ; (1992) pp 313-327.

Grillot J.M.; Etude du dépôt de particules en phase gazeuse dans des canaux d'échangeurs thermiques à plaques. Influence du pas de la corrugation dans le cas de la géométrie à 60°; note technique GRETh 91/238 ; (1991).

Graßhoff A., et Potthof-Karl B.; Zur wirkung unterschiedlicher komplexbildner als bestandteil alkalischer reniger bei der entfernung festverkrusteter verschmutzungen aus milchbestandteilen ; forschungsber ;35 ; (1995) pp 493-519.

Grillot J.M.; Compact heat exchangers liquid-side fouling; Applied Thermal Engineering; Vol.17, N 8-10; (1997) pp 717-726.

Grijnspeerdt K., Hazarika B. et Vucinic D.; Application of computational fluid dynamics to model the hydrodynamics of plate heat exchangers for milk processing ; Journal of Food Engineering; 57; (2003) 237–242.

Grijnspeerdt K., Mortier L., De Block J. et Van Renterghem R.; Applications of modelling to optimise ultra high temperature milk heat exchangers with respect to fouling; Food Conference; 15; (2004) 117–130.

Gynning, K., Thome, K. E. et Samuelsson, E. G.; Das Anbrennen in Plattenerhitzern. Milchwissenschaf 13; (1958) pp 62-70.

Hach C.C., Brayton S.V. et Kopelove A.B.; A powerful Kjeldhal method using peroxymonosulfuric acid; Journal agricultural Food chemistry; 33; (1985) pp 1117-1123.

Hach C.C., Bowden B.K., Brayton S.V. et Kopelove A.B.; More powerful Kjeldhal digestion method; Journal Associate off. Analytic Chemistry; 70 (5); (1987) pp 783-787.

Hardin M. T., Rochilly B. et Chen X. D. ; Investigation of Septic and Aseptic Fouling of Skim and Whole Milk during Processing using Electrical Resistance ; Food and Bioprocessing; 9th APCCHE Con. and CHEMICAL (2002).

Hasson D.; Precipitation fouling; In fouling of heat transfer equipment; Somerscales EFC et Knudsen J.G. Eds. Hemisphere Washington D.C.(1981) 527–568.

Hiddink J., Lalande M., Maas A.J.R. et Streuper A. ; Heat treatment of whipping cream. I; Fouling of the pasteurization equipment; Mich.; 41; (1986) pp 542-546.

- Hill J., Boland M. et Harris P.;** Impact of genetic polymorphism on milk powder manufacture and processing; *Live Product Sciences*; Vol. 72 Issue 1-2 ; (2001) pp 99-109.
- Hinton A. R., Tuoc K. T., Brooks J. B., Manderson G. J., Osbaldisto K., Aly O. M., Ng J. W. L, et Millward S. ;** Thermophile Adhesion to Stainless Steel and Milk Fouling From Static Cultures ; *Food and Bioprocessing*; 9th APCCChE Congress and CHEMICAL (2002).
- Hegg P. O., Castberg H. B. et Lundh G.;** The Fouling of Whey Proteins on Stainless Steel at Different Temperatures; *Journal Dairy Research*; 52; (1985) pp 213-218.
- Hege W.U. et Kessler H.G.;** Deposit formation of protein containing dairy liquids; 41; (1986) pp 356-360.
- Hobbe M.A.;** Detachment of colloidal hydrous oxide spheres from flat solids exposed to the flows 2: mechanism of release; *colloid and surface* 16; (1985) pp 29-270.
- Höfling V., Augustin W. et Bohnet M.;** Crystallization Fouling Of The Aqueous Two-Component System CaSO₄/CaCO₃ ; *ECI Conference on Heat Exchanger Fouling and Cleaning: Fund and Applied* Santa Fe, New Mexico, USA (2003).
- Hoffman P.;** Plate evaporators in food industry—theory and practice; *Journal of Food Engineering*; 61; (2004) 515–520.
- Huetz J. et Petit J.P. ;** Notions de transfert thermique par convection ; Éd. Techniques de l'Ingénieur ; *Traité Génie énergétique B 9 545*, (1997).
- Hugonnot P. ;** Etude locale de l'écoulement et performances thermohydraulique à faible nombre de Reynolds d'un canal plan corrugé ; *Application aux échangeurs de chaleur à plaques ; Thèse de l'Université de Nancy (France)*, (1989).
- Ian C. R., Watkinson P. et Epstein N. ;** Testing a Mathematical Model for Initial Chemical Reaction Fouling Using a Dilute Protein Solution ; *The Canadian Journal of Chemical Engineering*; 78; (2000).
- Jeantet R., Roignant M. et Brulé G ;** Génie des procédés appliqué à l'industrie laitière; Eds. *Technique & Documentation*; (2000).
- Jeffrey A.S. et Nazaroff W.W.;** Predicting particle deposition on HVAC heat exchangers; *Atmospheric Environment*; 37; (2003) pp 5587–5596.
- Jeurnink T.J.M.;** Effect of proteolysis on fouling in heat exchangers; in *Netherlands Mitigation dairy Journal*; 45; (1991) pp 23-32.
- Jeurnink T.;** Fouling of heat exchangers by fresh and reconstituted milk and the influence of air bubbles; *Michesty*; 50; (1996) pp 189-193.
- Jeurnink T., Verheul M., Stuart M.C. et de Kruif K.G. ;** Deposition of heated whey proteins in a chromium oxide surface; *Colloid Surface Bio interface*; 6 (1996) pp 291–307.
- Jun S., Puri V. M. et Roberts R. F. ;** A dynamic model for thermal performance of plate heat exchangers; *Trans of the ASAE*; 47(1); (2003) pp 213–222.
- Jun S. et Puri V.M. ;** 3D milk-fouling model of plate heat exchangers using computational fluid dynamics; *International Journal of Dairy Technical*; Vol 58, No 4 November (2005) pp 214-224.
- Jun S. et Puri V.M. ;** A 2D dynamic model for fouling performance of plate heat exchangers; *Journal of Food Engineering*; 75; (2006) pp 364–374.
- Karabelas A.J. et Yiantsos S.G. ;** Detachment of spherical microparticles adhering on flat surfaces by hydrodynamic forces; *Journal Colloid Interface Sciences*; 176; (1995) pp 74-85.
- Kern D.K. et Seaton R.E.;** A theoretical analysis of thermal surface fouling; *Britannic Chemistry Sciences ; 14 N 3*; (1959) pp 258–262.
- Kessler H.G.;** Neue Erkenntnisse bei der thermischen behandlung von milch und milchprodukten; *Molk-ztg Welt milch*; 36; (1982) pp 845-850.
- Kessler H.G. et Beyer H.J.;** Thermal denaturation of whey proteins and its effect in dairy Technology; *International Journal Biologic Macromolecular*; 13 (1991) pp165–73.

- Kouidri F.**; Etude des écoulements turbulents chargés en particules. Application à l'encrassement particulière des échangeurs à plaques corruguées ; Thèse ; Université J. Fourier; Grenoble (France) (1997).
- Kullendrof L.** ; Transfer studies on heat exchangers with a mercury evaporation method; PhD These; University of Technology; Göteborg (1974).
- Lalande M., Tissier J. P., et Corrieu G.**; Fouling of Plate Exchangers Used in Ultra-High-Temperature Sterilization of Milk; Journal Dairy Research; 51; (1984) pp 557-568.
- Lalande M., Tissier J. P., et Corrieu G.**; Fouling of heat Transfer Surfaces Related to B-Lactoglobulin Denaturation during Heat Processing of Milk; Biotechnology Proceeding; 1; (1985) pp 131-139.
- LeClercq Perlat M.N. et Lalande M.**; A Review on the Modelling of the Removal of porous Contaminant Deposited on Heat Transfer Surfaces ; International Chemical Engineering; 31, (1991) pp 74-93.
- Lei L., Rakesh K. S. et Jun H. L.**; Process conditions influence on characteristics of holding tube fouling due to cheese sauce ; Lebensm - Wissu - Technolgy; 37 ; (2004) pp 565-572.
- Leroy J.** ; Les échangeurs à plaques ALFA-LAVAL : une technologie en mutation ; International Chimie n° 291 (1988).
- Leuilet J. C.** ; Comportement hydraulique et thermique des échangeurs à plaques traitant des produits non - newtonien ; Thèse; Université de Nancy (France); (1988).
- Lewis M. et Heppell N.**; Fouling, cleaning, and disinfecting. In: Continuous thermal processing of foods; Gaithersburg, Md.: Aspen Publishers. Lund DB, Bixby B. 1975. Fouling of heat exchanger surfaces by milk; Proceeding Biochemical; 10 ; (2000) pp 52-55.
- Liu W., Fryer P.J., Zhang Z., Zhao Q. et Liu Y.** ; Identification of cohesive and adhesive effects in the cleaning of food fouling deposits ; Food Sciences and Technology; 7 (2006) pp 263-269.
- Mahdi Y. et Oufer L.** ; Simulation numérique de l'encrassement des échangeurs de chaleur à plaques par le lait lors d'une phase de pasteurisation ; VII^{ème} Colloque International Franco-Québécois sur la Thermique des Système, Saint-Malo France (2005).
- Mahdi Y., Mouheb A. et Oufer L.**; A dynamic model for milk fouling in a plate heat exchanger; Applied Mathematical Modelling; 33, Issues 2 (2009) pp 648-662.
- Mansoori G.A.**; Physico-chemical basis of arterial blockage / Fouling: product and previews (2001).
- Marriott J.**; Where and how to use plate heat exchangers; Chemical Engineering Journal; (1971) pp 127-133.
- Maruli Manik H.**; Modelling and optimisation; Delft university of technology; Graduate Colloque; (2003).
- Melo L.E. et Pinheiro J.D.**; Fouling by aqueous suspensions of kaolin and magnetite: hydrodynamic and surface phenomena effects; Fouling Sciences and technology; Melo et al eds; kluwer academic publishers; (1988) pp 173-189.
- Midoux N.**; Mécanique et rhéologie des fluides en génie chimique; Technique et documentation Lavoisier ; (1988).
- Mohammadi T., Madaeni S. S. et Moghadam M. K.**; Investigation of membrane fouling; Desalination 153 ; (2002) pp 155-160.
- Morison K.R.**; Steady-state control of plate pasteurisers; Food Conference; 16; (2005) pp 23-30.
- Müller - Steinhagen H., Epstein N., Watkinson A.P. et Reif F.** ; Particulate fouling during boiling and non-boiling heat transfer ; Proceeding 8 th. Heat Transfer conference, San Francisco; 5; (1986) pp 2555-2560.
- Müller - Steinhagen H., Epstein N., Watkinson A.P. et Reif F.** ; Influence of operating conditions on particulate fouling ; Canadian Journal Chemical Engineering; 66 ; (1988) pp 42-50.

Müller - Steinhagen H. et **Middis J.** ; Particulate fouling in plate exchangers ; Heat Transfer Engindring 10, N 4 ; (1989) pp 30–36.

Nema P.K. et **Datta A.K.**; A computer based solution to check the drop in milk outlet temperature due to fouling in a tubular heat exchanger; Journal of Food Engineering; 71,N 2; (2005) pp 133–142.

Nema P.K. et **Datta A.K.**; Improved milk fouling simulation in a helical triple tube heat exchanger; International Journal of Heat and Mass Transfer; 49; (2006) pp 3360–3370.

Newson I.H., Miller G.A, Haynes J.W., Bott T.R. et **Williamson R.D.**; Prticulate fouling: studies of deposition, removal and sticking mechanism in a haematite/water system; 2nd National Heat Transfer Conference, Glasgow, I. Mech.E.; (1988) pp 137-160.

Padet J.; Echangeurs thermiques: méthodes globales de calcul; colloïde Technique de l'université à l'industries; Masson Paris ; (1994).

Palmano K.P et **Elgar D.F.**; Detection and quantitation of lactoferrin in bovine whey samples by reversed-phase high-performance liquid chromatography on polystyrene–divinylbenzene; Journal of Chromatography A, 947; (2002) pp 307–311.

Patel H.A., Anema S.G., Holroyd S.E., Singh H. et **Creamer L.K.**; Methods to determine denaturation and aggregation of proteins in low, medium- and high-heat skim milk powders; Lait; 87; (2007) pp 251–268.

Paterson W.R. et **Fryer P.J.** ; A reaction engineering approach to the analysis of Fouling ; Chemical Engineering Sciences 43 (7) ; (1988) pp 1714–1717.

Pelegrine D.H.G. et **Gasparetto C.A.** ; A comparative study between ovalbumin and β -lactoglobulin fouling in a tube hot surface ; Journal of Food Engineering; 73; (2006) pp 394–401.

Perry R.H. et **Green D.**; Perry's Chemical Engineering Handbook ; McGraw-Hill Inc. ; Singapore; (1984).

Petermeier H, Benning R., Delgado A., Kulozik U., Hinrichs J. et **Becker T.**; Hybrid model of the fouling process in tubular heat exchangers for the dairy industry ; Journal of Food Engineering 55 ; (2002) 9–17.

Rakes P.A., Swartzel K.R. et **Jones VA** ; Deposition of dairy protein-containing fluids on heat exchanger surfaces ; Biotechnology Progress; 2 (4); (1986) pp 210–217.

Reitzer B.J.; Rate of scale formation in tubular heat exchangers; Industries Engineering Chemical Progress Development; vol 3; (1964) pp 345–348.

Ritter R.B. et **Suitor J.W.**; Fouling research of copper and its alloys; at battles biofouling and corrosion symposium; Seattle, Washington ; (1977).

Riverol C. et **Napolitano V.** ; Estimation of fouling in a plate heat exchanger through the application of neural networks; Journal of Chemical Technology and Biocenology.; 80; (2005) pp 594–600.

Robbins P.T., Elliott B.L., Fryer P.J., et **Belmar M.T.**; A comparison of milk and whey fouling in a pilot scale plate heat exchanger: implications for modelling and mechanistic studies; Trans IChemE; vol 77, Part C; (1999) pp 97-106.

Rose I. C., Watkinson A. P. et **Epstein N.**; Testing a Mathematical Model for Initial Chemical Reaction Fouling Using a Dilute Protein Solution; The Canadian Journal of Chemical Engineering, Volume 78; 1; (2000) pp 5.

Rosmaninho R., Santos O., Nylander T., Paulsson M., Beuf M., Benezech T., Yiantsios S., Andritsos N., Karabelas A., Rizzo G., Müller-Steinhagen H. et **Melo L.F.**; Modified stainless steel surfaces targeted to reduce fouling – Evaluation of fouling by milk components; Journal of Food Engineering; 80; (2007) pp 1176–1187.

Rosmaninho R., Rocha F., Müller -Steinhagen H. et **Melo L.F.**; Calcium phosphate fouling on TiN-coated stainless steel surfaces: Role of ions and particles; Chemical Engineering Sciences; 62; (2007a) pp 3821–3831.

- Roussel M.**; Les échangeurs de chaleur ; Analyse stratégique ELC Paris/AFMERapport public ; (1987).
- O'donnell**; Cepmagazine; AIChE Group (www.aiche.org/cep/); juin (2001).
- Okada L.** ; Design and heat transfer characteristics of new plate exchangers; Heat Transfer– Japan Research; 1 N 1; (1972).
- Ozmen L. et Langrish T. A. G.** ; Experimental Investigation of the Wall Deposition of Milk Powder in Spray Dryers ; Food and Bioprocessing; 9th APCCChE Cong. and CHEMICAL; (2002).
- Saffman P.G.** The lift on a small sphere in a slow shear flow; Journal Fluid Mechanical;22; (1965) pp 69-78.
- Sahoo P.K., Ansari I.A et Datta A.K.**; Milk fouling simulation in helical triple tube heat exchanger; Journal of Food Engineering; 69; (2005) pp 235–244.
- Santos O., Nylander T., Rizzo G., Müller-Steinhagen H., Trägårdh C. et Paulsson M.**; Study of whey protein adsorption under turbulent flow rate; In: Proceedings of heat exchanger fouling and cleaning — fundamentals and applications; Santa Fe, New Mexico, U.S.A.; May 18-22. New York, U.S.A.: Engineering Conference Int.; (2003).
- Schmidt J.**; Transmission de la chaleur; OPU ; Alger ; (1993).
- Schreier P.J.R.**; Monitoring and modelling of heat exchanger fouling; PhD thesis ; Cambridge University; (1995).
- Schraml J.E.**; Zum Verhalten konzentrierter Produkte bei der Beladung an heißen Oberflächen; PhD thesis; Munich University; (1993).
- Scruton B., Longworth D. et Mays C.J.**; Branch pressure losses for dividing single – phase flows in headers with multiple branches; 2nd Uk national heat Transfer Conference; Glasgow; imeche 1; (1988) pp 513–525.
- Shah R.K. et Wanniarachchi A.S.** ; Plate heat exchanger design theory ; Industrial exchanger ; J-M. Buchlin Lecture Series N° 1991-04 ; Von Karman Institute for fluid ; Belgium ; (1991) pp. 1-36.
- Shah R.K. et London, A.L.**; Laminar flow forced convection in ducts; supp 1 to advanced in heat Transfer; Academic press; New York; 1978.
- Skudder P.J., Brooker B.E., Bonsey A.D. et Alvarez-Guerrero N.R.**; The effect of pH on the formation of milk solids on a heated surface during UHT processing; Journal Dairy research; 53; (1986) pp 75-87.
- Smith S.A. et Driks Y.A.**; Costs of heat exchanger fouling in the U.S. industrial sector; In: A.J. Hayes, W.W. Liang, S.L. Richlen et E.S. Tabb ed.; Industries Heat Sciences. For metals, metals park, OH; (1985) pp 339.
- Sparrow E.M. et Clomb, J.W.** ; Effect of interwall spacing and fluid flow inlet on a corrugated wall heat exchanger; International Journal Heat mass transfer; 26 N° 7 ; (1983) pp 993-1005.
- Spanos N., Patis A., Kanellopoulou D., Andritsos N. et Koutsoukos P.G.** ; Precipitation of Calcium Phosphate from Simulated Milk Ultrafiltrate Solutions ; Cryogenic Group & description; vol 7, 1; (2006) pp 25–29.
- Sparrow E.M. et Hossfeld L.M.**; Effect of rounding edges on heat transfer and pressure drop in a duct; International Journal Heat Transfer; (1984) pp 1715-1723.
- Stasiek J., Collins M.V., Ciofalo M. et Chew P.E.**; Investigation of flow and heat transfer in corrugated passages-I. Experimental results; International Journal Heat Mass Transfer; 39 N 1; (1996) pp 159-164.
- Suden, B.** ; Flow and heat transfer mechanisms in plate and frame heat exchanger ; Heat Transfer Encha.; S. Kakaç et al. (eds.) ; Kluwer Aca. Publishers ; Netherlands (1999).
- Sudmalis M. et Sheikholeslami R.** ; Coprecipitation of CaCO₃ and CaSO₄ ; The Canadian Journal of Chemical Engineering; 78; (2000).

Taborek J. ; Aoki T. ; Ritter R.B.; Palen J.W. et Kundsén J.G.; Fouling – the major unresolved problem in heat transfer; Chemical Engineering Proceedings; vol 68 N 2; (1972) pp 59–67.

Tanford; Advanced Protocol chemistry; 24 ; (1970) pp 1-95.

Thomas D. ; Experimental investigation of the deposition of suspended magnetite particles from the fluid flow in steam generating boiler tubes; PhD these; Technical university of Munich (1973).

Thon R.; Über die bildung von Milchansatz in platteneritzern in Milchwi; 30; (1975) pp 84-89.

Thonon B.; Etude et optimisation de la distribution du fluide dans un échangeur de chaleur à plaques; thèse; Université de Nancy (France) (1991).

Tissier J. P., Lalande M. et Corrieu G., A Study of Milk Deposit on a Heat Exchange Surface during Ultra-High-Temperature Treatment In Engineering and Food; Engineering Sciences in the Food Industries; B. M. McKenna, Ed., Applied Sciences Published; vol 1; (1984).

Toyoda I., Schreier P.J.R. et Fryer P.J.; A computational model for reaction fouling from whey protein solutions; Fouling. and Cleaning in Food Proceedings; Jesus College, Cambridge, England; (1994) pp 222–229.

Toyoda I., et Fryer P.J.; A Computational Model for Reaction and Mass Transfer in Fouling from Whey Protein Solutions; In: Fouling. Mitigation of Industries heat Equipment; Begell House, New York ; (1997).

Tuan Truong H. et Skelte Anema G.; Fouling of Heated Whole Milk in a Sudden Expansion of Flow; Food and Bioprocessing; 9th APCCHE Congress and CHEMICAL (2002).

Turner W., Klimas S.T. et Brideau M.G. ; Thermal resistance of steam-generator tube deposits under single-phase forced convection and flow-boiling heat transfer ; The Canadian Journal of Chemical Engineering; 78; (2000).

Vasak F., Bowen B.D., Chen C.Y., Kastanek F. et Epstein N.; Particle deposition in laminar and turbulent flows; Canadian Journal chemical Engineering 73 ; (1995) pp 785-792.

Vatistas N. ; The effect of adhesion time on particle deposition ; Chemical Engineering Sciences; 44; 8; (1989) pp 1603-1608.

Vidil R., Grillot J.M., Marvillet C., Mercier P. et Ratel G. ; Les échangeurs à plaques Description et éléments de dimensionnement ; Collection Échangeur de chaleur, 2 éd. Lavoisier ; (1990).

Visser J.; Adhesion and removal of particles I; Fouling sciences and technology; Melo F.; Bott T.R.; et Bernardo C.A. Eds; Kluwer academic publishers; (1988) pp 87-123.

Visser H., Jeurnink T. J. M., Shraml J. E., Fryer P. et Delplace F. ; Fouling of heat treatment equipment; Bulletin of the IDF; 328; (1997) pp 7–31.

Visser H. et Jeurnink T. J. M.; Fouling of Heat Exchangers in the Dairy Industry; Experimental Thermal and Fluid Sciences; 14; (1997) pp 407-424.

Verbert D., Paipps P.J. et Strange R.E.; Chemical analysis of microbial cells; Methanol Enzymatic; 5B; (1971) pp 209-265.

Watkinson A.P. et Epstein N. ; Particulate fouling of sensible heat exchangers ; Proc 4th International heat Transfer conference; Paris Versailles; H.E. 1.6 ; (1970).

Williamson C.H.K. et Bott T.R.; Removal of hematite from stainless steel simulated exchanger tubes; School of chemistry engineering; university of Birmingham ; (1996).

Yiantzos S.G. et Karabelas A.J. ; Particulate fouling : appraisal of controlling factors ; Engineering foundation, understanding heat exchanger fouling and its mitigation, lucca, Italy; (1997).

Yiantzos S.G. et Karabelas A.J. ; Deposition of micron-sized particles on flat surfaces: effects of hydrodynamic and physicochemical conditions on particle attachment efficiency; Chemical Engineering Sciences Chemical Engineering Sciences; 58; (2003) pp 3105–3113.

Yates B. et Cleaver J.W.; The effect of reentrainment on particle deposition; Chemical Engineering Sciences 31 ; (1976) pp 17-155.

Yoon J. et Lund D.B. ; Effect of operating conditions, surface coatings and pre-treatment on milk fouling in a plate heat exchanger; In: H.G. Kessler et D.B Lund Ed., proc. of the third international conference on fouling and cleaning in fouling Process, Germany, institute of drairy. Science and food processing, Tech. University, Munchen ; (1989).

Zhao Q., Liu Y., Wang C., Wang S., et Müller-Steinhagen H.; Effect of surface free energy on the adhesion of biofouling and crystalline fouling; Chemical Engineering Sciences ; Vol. 60, Issue 17, (2005) pp 4858-4865.

ANNEXE A

Dosage du lait

I. MÉTHODE DE KJELDAHL (AVEC DOSAGE DIRECT)

I.1. MINÉRALISATION

La minéralisation sera conduite avec précaution car elle met en œuvre de l'acide sulfurique concentré bouillant : travail sous hotte avec des lunettes de protection.

Dans un matras de 50 mL ou un tube spécial minéralisation placer :

- la prise d'essai de la substance à doser¹(E = 2 mL de lait, m ≈ 0,2 g de lait en poudre, m ≈ 0,5 g de farine).
- 0,5 g environ de catalyseur de minéralisation ou un comprimé.
- 10 mL environ d'acide sulfurique RP concentré (d=1,84) (lunettes et flacon répartiteur).
- 1 ou 2 billes de verre (ou de pierre ponce) pour régulariser l'ébullition.

Homogénéiser puis placer sur la rampe de minéralisation en réglant le chauffage pour obtenir une ébullition douce. Agiter de temps à autre. Quand le liquide est devenu limpide régler le chauffage pour que les vapeurs se condensent vers le milieu du col du matra. Poursuivre le chauffage pendant encore 20 min.

I.2. DÉPLACEMENT DE L'AMMONIUM ET DISTILLATION DE L'AMMONIAC

Monter l'appareil à distiller (graisser soigneusement les rodages) et -le laver éventuellement par distillation d'eau distillée si nécessaire. Veiller à une parfaite étanchéité au niveau des rodages. Placer l'allonge à boule dans une fiole d'Erlenmeyer contenant 10 à 15 mL de solution d'acide ortho borique à 4% (HPO₃)_n. (cet acide très faible est sans incidence sur l'équivalence). Après refroidissement du matras sous la hotte, transvaser son contenu quantitativement dans le ballon à distiller, rincer 3 fois et joindre les eaux de rinçage. (Lunettes de protection). Compléter le volume du ballon à 250 mL environ avec de l'eau distillée pour diluer le milieu réactionnel. Alcaliniser le contenu du ballon par addition de 50 mL de lessive de soude (d=1,33) en présence de phénophtaléine (lunettes de protection). Rincer l'entonnoir (en particulier le rodage) et distiller à franche ébullition 20 min.

I.3. DOSAGE DIRECT DE L'AMMONIAC DISTILLANT

Verser à la burette, la solution d'acide sulfurique de concentration connue voisine de 0,05 mol.L⁻¹ dans la solution d'acide borique pour neutraliser l'ammoniac qui se distille. Le dosage s'effectue au fur et à mesure de la distillation en présence d'indicateur RB² (indicateur de Taschiro). Le point d'équivalence se situe à la teinte grise sale. Il faut essayer de maintenir cette coloration tout au long de la distillation par

addition d'H₂SO₄. La distillation est considérée comme terminée lorsque la teinte n'évolue plus pendant 5 min. Rincer l'allonge à boule, si la teinte repasse au vert, parfaire le dosage en la ramenant au gris.

I.4. RÉSULTATS

Justifier l'utilisation d'un indicateur de pH virant dans la zone de pH 5 à 5,5. Calculer la concentration massique ρ en protéines (g.L⁻¹) ou la fraction massique W en protéine du produit analysé. Les protéines du lait contiennent 15,67% d'azote et pour la farine il y en a environ 16 %.

Note :

¹ La masse de solide sera pesée sur un carré de papier Joseph qui sera roulé en boule puis placé dans le matra.

² Indicateur RB : pH ----- 4,2 ----- 6,2 ---->

Rouge de méthyle	rouge	orangé	jaune
Bleu de méthylène	bleu	bleu	bleu
Indicateur de Tashiro	violet	gris sale	vert

II. MÉTHODE DE KJELDAHL (AVEC DOSAGE INDIRECT)

II.1. MINÉRALISATION

La minéralisation sera conduite avec précaution car elle met en œuvre de l'acide sulfurique concentré bouillant : travail sous hotte avec des lunettes de protection.

Dans un matras de 50 mL ou un tube spéciale minéralisation placer :

- la prise d'essai de la substance à doser ⁽¹⁾ (E=2 mL de lait, m≈0,2 g de lait en poudre, m≈0,5 g de farine exactement pesé).
- 0,5 g environ de catalyseur de minéralisation.
- 10 mL environ d'acide sulfurique RP concentré (d=1,84) (lunettes - flacon répartiteur sous hotte).
- 1 ou 2 billes de verre.

Homogénéiser puis placer sur la rampe de minéralisation en réglant le chauffage pour obtenir une ébullition douce. Agiter de temps à autre. Quand le liquide est devenu limpide régler le chauffage pour que les vapeurs se condensent vers le milieu du col du matra. Poursuivre le chauffage pendant encore 20 min.

II.2. DÉPLACEMENT DE L'AMMONIUM ET DISTILLATION DE L'AMMONIAC

Monter l'appareil à distiller et le laver éventuellement par distillation d'eau distillée si nécessaire. Veiller à mettre de la graisse sur les rodages qui seront en contact

avec la lessive de soude. Placer l'allonge à boule dans une fiole d'Erlenmeyer contenant 20 mL de solution d'acide sulfurique de concentration connue voisine de $0,05 \text{ mol.L}^{-1}$. Après refroidissement du matras sous la hotte, transvaser son contenu quantitativement dans le ballon à distiller, rincer 3 fois et joindre les eaux de rinçage. (Lunettes de protection). Compléter le volume du ballon à 250 mL environ avec de l'eau distillée. Alcaliniser le milieu par addition de 50 mL de lessive de soude ($d=1,33$) en présence de phénophtaléine (Lunettes de protection). Rincer l'entonnoir (en particulier le rodage) et distiller à franche ébullition 20 min.

II.3. DOSAGE DE L'EXCÈS D'ACIDE SULFURIQUE

Doser le reste d'acide sulfurique par une solution de soude de concentration connue \approx de $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$ en présence d'un indicateur tel que le rouge de méthyle.

II. 4. RÉSULTATS

Calculer la concentration massique p en protéines ou la fraction massique W en protéine du produit analysé. Estimer le pH du point d'équivalence pour justifier le choix de l'indicateur coloré.

Donnés

Les protéines du lait contiennent 15,67% d'azote et pour la farine il y en a environ 16%.

Zone de virage de la phénophtaléine :	incolore	8,0-9,9	rouge
Zone de virage du rouge de méthyle :	rouge	4,2-6,2	jaune
Zone de virage de l'hélianthine	rouge	3,1-4,4	jaune orange

¹ La masse de solide sera pesée sur un carré de papier Joseph qui sera roulé en boule puis placé dans le matra.

III. TECHNIQUE DE KJEDAHN AVEC ENTRAÎNEMENT A LA VAPEUR AUTOMATISÉ

III.1. MINÉRALISATION

Dans un tube de minéralisation introduire :

- E=2 mL de lait.
- 15 mL d'acide sulfurique concentré (flacon répartiteur - sous hotte) en rinçant les parois du tube.
- \approx 1 g de catalyseur de minéralisation (1 comprimé).

Boucher les orifices du système d'aspiration ne recevant pas de tube de minéralisation. Adapter la rampe d'aspiration des vapeurs sur la série de tubes de minéralisation. Ne pas placer de tube vide dans l'appareil. Vérifier le fonctionnement du

système d'aspiration des vapeurs. Chauffer progressivement jusqu'à ébullition. Régler le chauffage de façon à ce que les vapeurs se condensent à mi-hauteur des tubes. Minéraliser jusqu'à décoloration totale du contenu du tube et poursuivre la minéralisation pendant 15 min après cette décoloration. Retirer la série de tube du digesteur. Laisser refroidir complètement avant de poursuivre la manipulation.

III.2. MINÉRALISATION

III.2.1. Préparation de l'appareil de distillation

Mettre l'appareil sous tension pour faire chauffer le générateur de vapeurs. Diluer le minéralisât parfaitement refroidi au 1/3 avec de l'eau distillée. Adapter hermétiquement le tube de minéralisation à l'unité d'entraînement à la vapeur. Rabattre le volet de protection. Placer à l'extrémité de l'appareil une fiole d'Erlenmeyer contenant :

- $V=20$ mL de solution d'acide sulfurique de concentration voisine de $0,05 \text{ mol.L}^{-1}$.
- 30 à 40 mL d'eau distillée pour faire tremper le tube d'arrivée du distillat. Vérifier que le réfrigérant est bien alimenté en eau.

Placer le robinet de vidange sur la position "Yes". Si le minéralisât contient des particules non dissoutes, placer ce robinet sur la position "No". Alcaliniser le minéralisât en ajoutant ≈ 45 mL de lessive de soude en actionnant la touche "NaOH". Procéder par petites fractions car la réaction est très exothermique.

III.2.2. Entraînement à la vapeur

Régler la minuterie sur 3 ou 4 min. Déclencher l'entraînement de l'ammoniac par la vapeur d'eau (touche "Start"). Après l'arrêt automatique de l'entraînement, attendre 10 à 20 s avant de vidanger le tube en actionnant le robinet de vidange (position "Drain"). Quand la vidange est terminée, retirer le tube de minéralisation avec la pince prévue à cet effet et le laisser refroidir sur le portoir. En cas de non aspiration vider avec précaution le contenu du tube à l'évier.

III.2.3. Dosage du reste d'acide sulfurique

Doser le reste de H_2SO_4 par une solution d'hydroxyde de sodium de concentration C_{NaOH} connue en présence d'un indicateur de pH (le rouge de méthyle par exemple). Soit V_e le volume d'hydroxyde de sodium versé pour atteindre le point d'équivalence.

III.2.4. Réalisation du témoin

Faire un témoin avec la même quantité d'acide sulfurique que pour le dosage. Soit V_t le volume de solution de NaOH qu'il faut verser pour atteindre l'équivalence.

III.3. RÉSULTATS

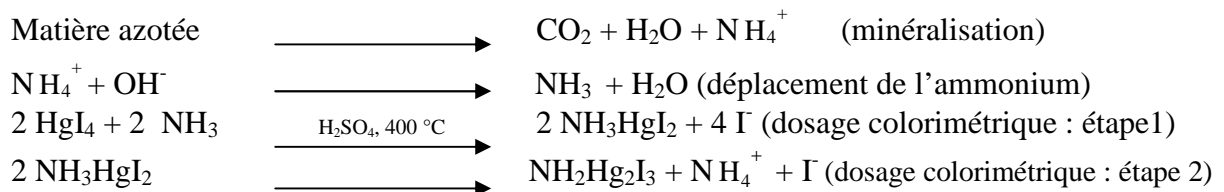
Faire un schéma de principe de l'appareil. Calculer les concentrations massiques en azote total (ρ_N) et en protéines ($\rho_{\text{protéines}}$) du lait. Les protéines du lait contiennent 15,67% d'azote.

IV. RAPPEL DU PRINCIPE DE LA MÉTHODE DE KJEDAHL

La plus grande partie de l'azote des substances biologiques est contenue dans les protéines. La proportion d'azote est remarquablement constante pour un type de protéine donné (de l'ordre de 16 % en masse). La technique de Kjeldahl consiste à minéraliser l'azote organique en ammonium pour le doser en suite par acidimétrie.

IV.1. MINÉRALISATION

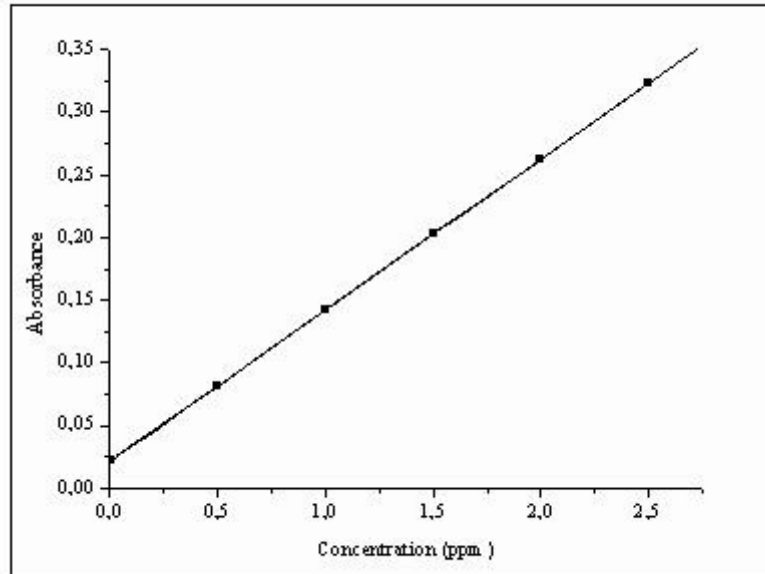
À chaud en milieu sulfurique concentré en présence de catalyseurs (Hg, Se).



Le produit obtenu a une coloration brune et la gamme de concentration en NH_4 utilisable est de 0 à 2 ppm. Le dosage de l'ammoniaque se fait par la méthode de Nessler.

Etalonnage :

L'étalonnage est accompli avec le chlorure ammoniacal NH_4Cl . La lecture des absorbances est accomplie à 420 nm. Peser 0,0298 g de chlorure ammoniacal (NH_4Cl) que l'on dissout dans 100 ml d'eau distillée. On dilue ensuite cette solution 10 fois pour obtenir une concentration en NH_4 à 10 ppm. Réactif de Nessler : 1 ml de réactif HgCl_2 + 300 μl de NaOH à 10 M. après avoir préparé 3 ml d'échantillons ou d'étalons, ajouter 100 μl de réactif de Nessler. Décaler l'ajout du réactif d'une minute par tube. Lire l'absorbance à $\lambda = 420$ nm, 10 minutes après l'ajout du réactif dans les tubes.



Courbe d'étalonnage du dosage de l'azote par Nessler.

IV.2. CALCULS : DOSAGE INDIRECT (PAR RESTE)

Au point d'équivalence le nombre de moles d'ions H^+ captés par les bases (NaOH et NH_3) est égal au nombre de moles d'ions H^+ cédés par l'acide (H_2SO_4).

$$C_{NH_3} = \frac{2C(H_2SO_4).V(H_2SO_4) - C(NaOH).V(NaOH)}{V(NH_3)} \quad \text{mol.l}^{-1}$$

$$\rho(N) = C(NH_3).M(N) \quad \text{Dans le minéralisât, dans m g de poudre}$$

$$X(N) = C(NH_3).M(N) \quad \text{Dans m g de poudre}$$

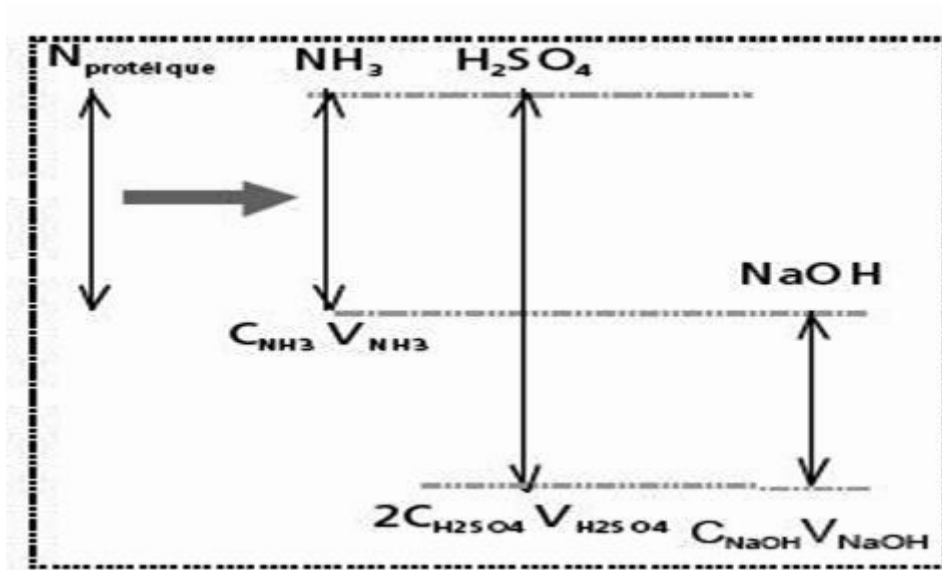
D'où la teneur en gramme d'azote :

$$T(N) = C(NH_3).M(N) \frac{100}{m} \quad \text{en gramme/100 gramme}$$

100 grammes de protéines	←————→	16 grammes d'azotes
T (protéines)	←————→	T(N)

$$\text{Teneur : } T_{\text{protéines}} = C(NH_3).M(N) \cdot \frac{100}{m} \cdot \frac{100}{16} \quad \text{en gramme/100 gramme}$$

$$\text{Fraction massique : } W_{\text{protéines}} = C(NH_3).M(N) \cdot \frac{1}{m} \cdot \frac{100}{16} \quad \text{sans unités ou g.g}^{-1}$$



IV.3. PRODUITS

Lait en poudre écrémé ou lait liquide écrémé.

Acide sulfurique concentré $d=1,83$ (flacon répartiteur 10 ml).

Lessive de soude $d=1,33$.

Catalyseur de déminéralisation : acide orthoborique à 40 g.L^{-1} .

Indicateur de Tashiro (RB).

Acide sulfurique environ $0,05 \text{ mol.L}^{-1}$.

Solution d'hydroxyde de sodium à environ $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$ (pour technique en retour).

IV.4. MATÉRIELS

Kit de distillation de Kjeldahl.

Burette de Gessler (coudée) Rampe à minéraliser.

IV.5. SÉCURITÉ

H_2SO_4 Acide sulfurique $d_{4,20^\circ} = 1,83$ R : 35 S : 26-30-45		NaOH lessive de soude $d_{4,20^\circ} = 1,33$ R : 35 S : 26-36/37/39-45	
---	--	---	--

V. MÉTHODE DE LOWRY (1951)

Il est souvent nécessaire de connaître la concentration totale de l'ensemble des différentes protéines d'un milieu, par exemple pour suivre les différentes étapes d'une purification. C'est pourquoi on cherche à mettre en œuvre les réactions capables de révéler plus ou moins stœchiométriquement toutes les protéines. Malheureusement, vu l'hétérogénéité de ces molécules, l'intensité de la réaction retenue est très variable

d'une protéine à l'autre et le résultat global dépend de la nature des protéines présentes et de leur composition relative. L'interprétation est souvent difficile, parfois fausse.

- La technique du biuret (1949) a une limite de quantification (parfois appelée à tort sensibilité) assez élevée, mais c'est une des méthodes les plus fiables pour les solutions assez concentrées comme les milieux biologiques.
- La méthode de Lowry (1951) est une technique dont la limite de quantification est 20 à 100 fois plus basse que celle de biuret, mais dont la précision n'est que de l'ordre de 5 à 10% (la loi de Beer Lambert ne semble pas respectée et la spécificité est diminuée par l'interférence de nombreux dérivés ; réducteurs en particuliers).

On dispose pour la manipulation d'une solution étalon de sérum albumine bovine (SAB) à $5,0 \text{ g.L}^{-1}$ et on dosera une solution inconnue de concentration voisine de celle de l'étalon.

V.1. GAMME D'ÉTALONNAGE

À partir de la solution de sérum albumine bovine (SAB) étalon mère à $5,0 \text{ g.L}^{-1}$, préparer une solution étalon fille de concentration convenable pour réaliser une gamme allant de 0 à $250 \mu\text{g}$ de protéines. Compléter chaque tube à 1 mL avec de l'eau. Ajouter dans chaque tube 5 mL de solution cuivrique (Lowry), agiter et attendre 10 min. Ajouter alors 0,5 mL de réactif de Folin-Ciocalteu dilué extemporanément au 1/2 (il est important d'agiter juste après l'addition de ce réactif). Agiter et laisser reposer 30 min à l'obscurité. Mesurer l'absorbance à 660 nm.

TUBE	0	1	2	3	4	5
Solution étalon fille de SAB (ml)						
Qm SAB (μg)	0	50	100	150	200	250
Eau (ml) qsp 1 ml						
Réactif de Lowry	5	5	5	5	5	5
	Agiter et attendre 10 minutes					
Réactif de Folin-Ciocalteu (ml)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
	Agiter après chaque addition de réactif et attendre au moins 30 min à l'obscurité					
A ($\lambda = 660 \text{ nm}$)						

V.2. DOSAGE (2 ESSAIS)

Opérer de même sur 1 mL de la solution à doser convenablement diluée.

V.3. COURBE

La loi de Beer Lambert n'est pas vérifiée parfaitement, une régression linéaire peut ne pas fournir un résultat satisfaisant faute d'une bonne corrélation. On pourra améliorer la corrélation en choisissant une régression polynomiale de degrés 2

(régression polynomial sur les calculatrice et choisir le modèle parabolique avec régression). Utiliser la modélisation qui donne la meilleure corrélation.

V. 4. DOCUMENTATION

Technique mise au point par Lowry (1951) qui utilise le réactif de Folin et Ciocalteu (1927) utilisé pour le dosage des phénols. L'acide phosphotungstomolybdique contenu dans le réactif est plus ou moins réduit par les protéines. On obtient ainsi plusieurs espèces réduites ayant une coloration caractéristique bleue et qui présentent une absorbance maximum vers 745-750 nm. Les résidus de la tyrosine, du tryptophane et, dans une moindre mesure, ceux de la cystéine, de la cystine et de l'histidine interviennent dans la coloration. La liaison peptidique est aussi impliquée puisque l'absorbance de l'hydrolysate diminue de 50 à 70%. L'addition de sulfate de cuivre rend la réaction nettement plus sensible en favorisant le transfert d'électrons. La technique est peu spécifique, de nombreux dérivés interfèrent, en particulier les réducteurs. La préparation du réactif est délicate. Il est préférable d'opérer avec un réactif préparé industriellement. Les temps indiqués doivent être respectés.

V.5. PRODUITS

Solution étalon de protéine (Sérum albumine) à 5 g.L⁻¹.
Solution à doser dilution au 8/10 de l'étalon.

Solution de Lowry A

Na ₂ CO ₃	1 g	20 g
NaOH≈0,1 mol.L ⁻¹	50 ml	1 L

Solution de Lowry B

CuSO ₄ .5H ₂ O	25 mg	5 g
Tartarate de K et de Na	50 mg	10 g
Eau	5 ml	1 L

Réactif de Lowry

Mélanger le jour de la manipulation :

(D. Plummer)	50 ml de la solution A et 1 ml de la solution B
(Wallach)	50 ml de la solution A et 5 ml de la solution B

Réactif de Folin-Ciocalteu (à diluer au 1/2 avant usage).

V.6. MATÉRIELS

Spectrophotomètre Visible Tubes à essai et tubes à vis Fioles de 5, 10, 20 mL pipettes automatiques. Pipettes graduées de 0,1 et 0,5 mL.

VI. MÉTHODE DE DOSAGE PAR LE BLEU DE COOMASSIE

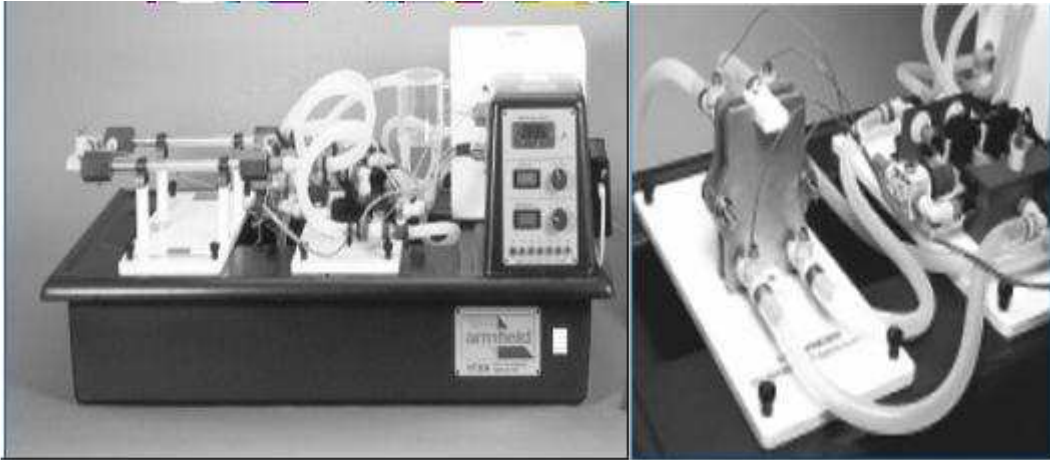
Cette méthode qui nous permettra d'estimer le taux de rejet est basée sur le principe de changement de couleur du Bleu de Coomassie G250. En effet, le Bleu de Coomassie se présente, en milieu acide, sous une couleur «brun-orange». En se complexant avec les protéines il prend une coloration bleue.

Protocole expérimental :

- On prépare une solution de 0.06% de Coomassie G250 dans 2.2% d'acide chlorhydrique (0.6N). Cette solution peut être conservée pendant environ trois mois à l'abri de la lumière et à 4°C.
- On prépare 8 échantillons de lait dont la concentration en protéines varie entre 0 et 0,1 g/l.
- On mélange 2 ml de la solution G250 préparée à 2 ml d'échantillon.
- Après avoir bien agité, on mesure la densité optique sur un Spectrophotomètre à 465 et 620 nm. Il faut noter que la coloration est stable pendant environ 30 minutes, et par conséquent la mesure de la densité optique doit se faire durant cette période.
- On trace ensuite la courbe d'étalonnage donnant la concentration en protéines en fonction du rapport des densités optiques D_{0620}/D_{0465} .
- Cette courbe d'étalonnage sera utilisée pour déterminer les concentrations en protéines des échantillons de filtrat.

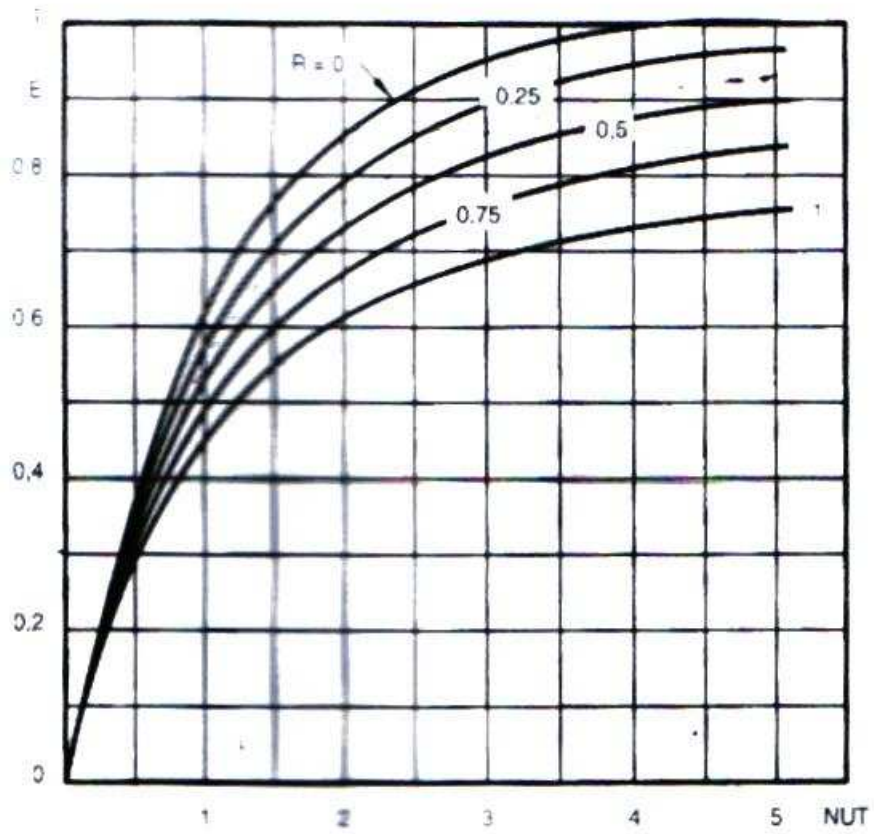
ANNEXE B

Installation d'essai



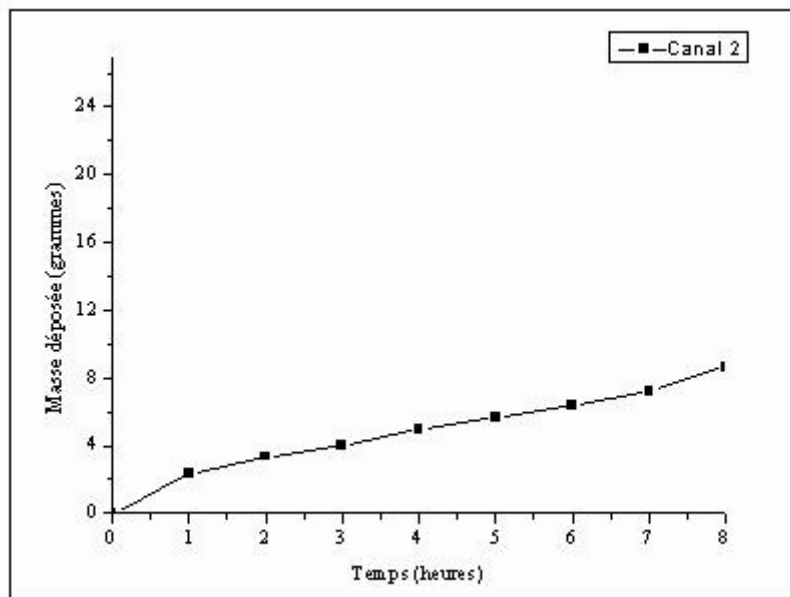
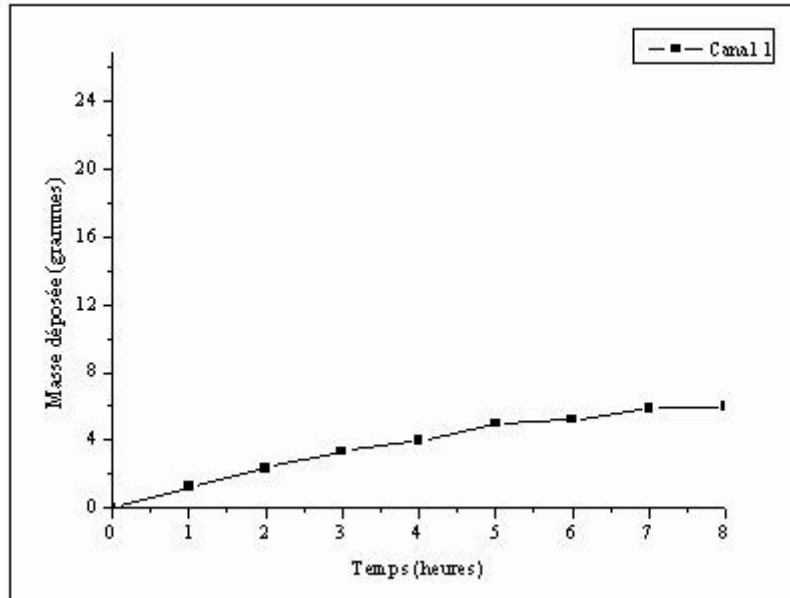
ANNEXE C

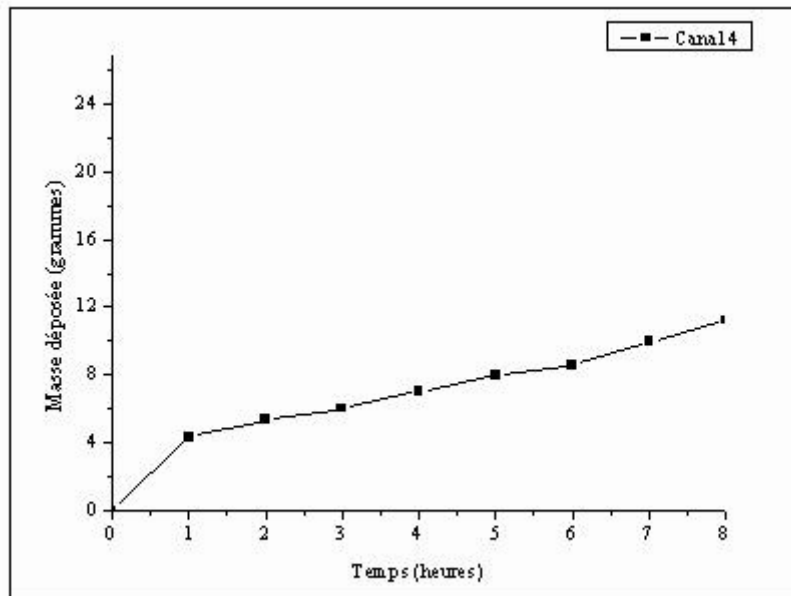
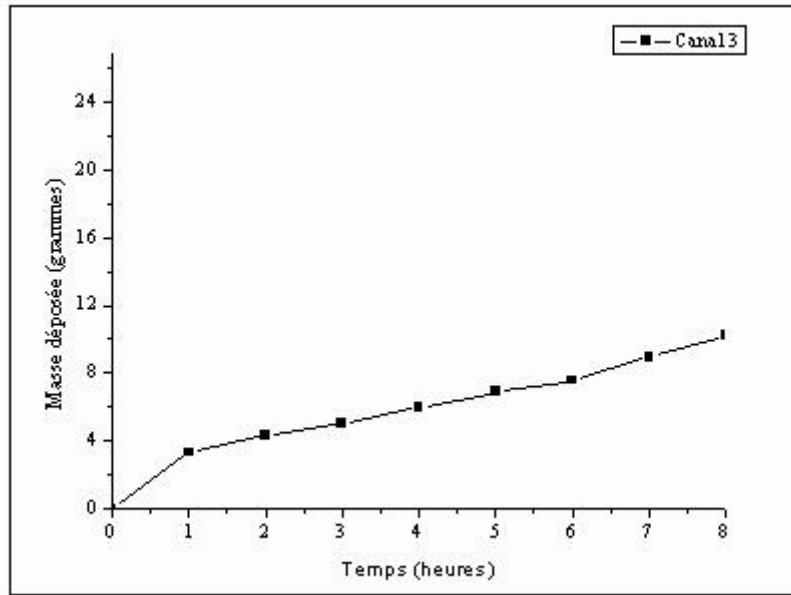
Efficacité E en fonction de NUT pour différentes valeurs de R pour un échangeur de chaleur à plaques (Padet 1994)

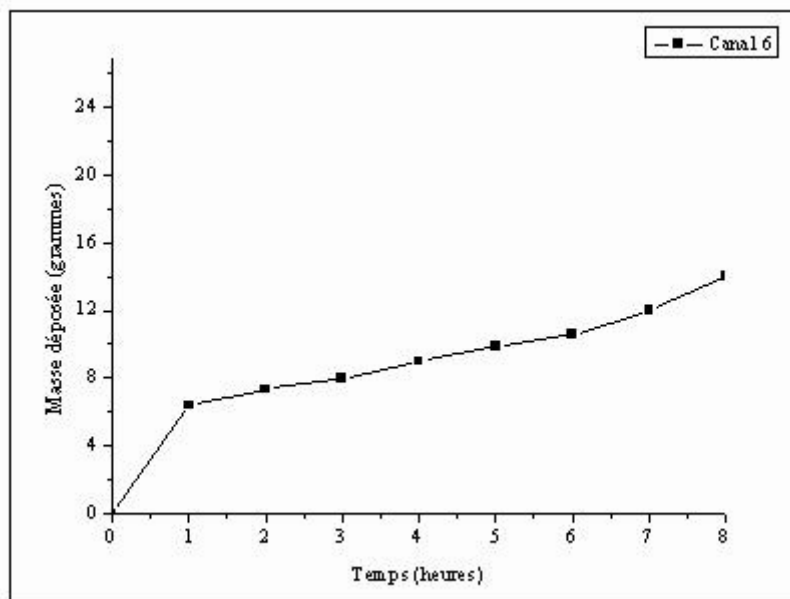
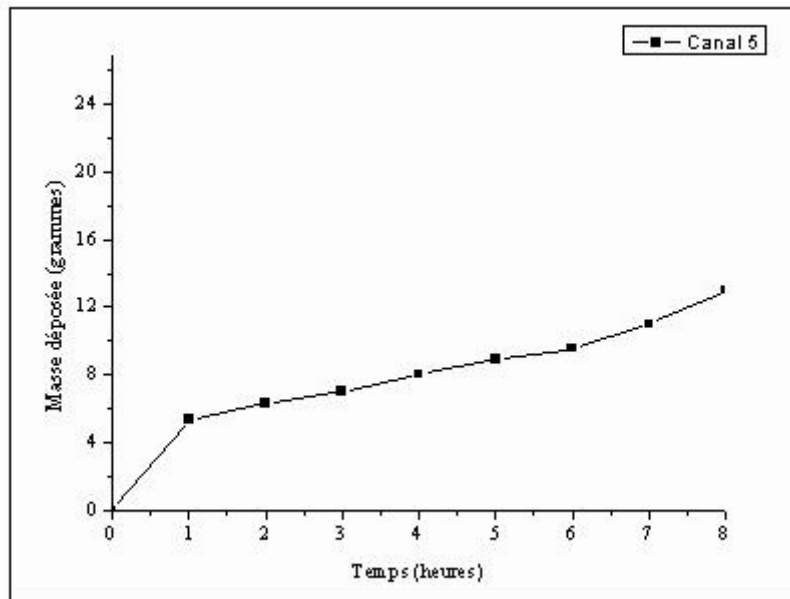


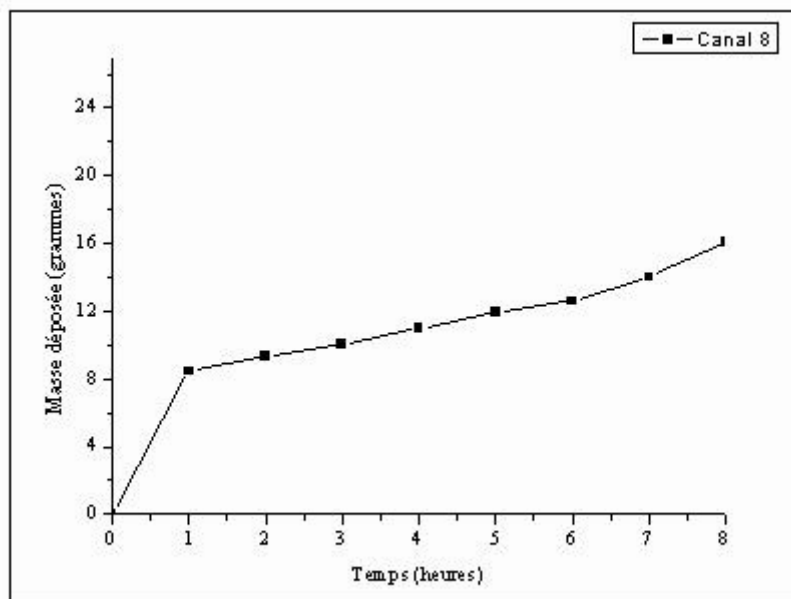
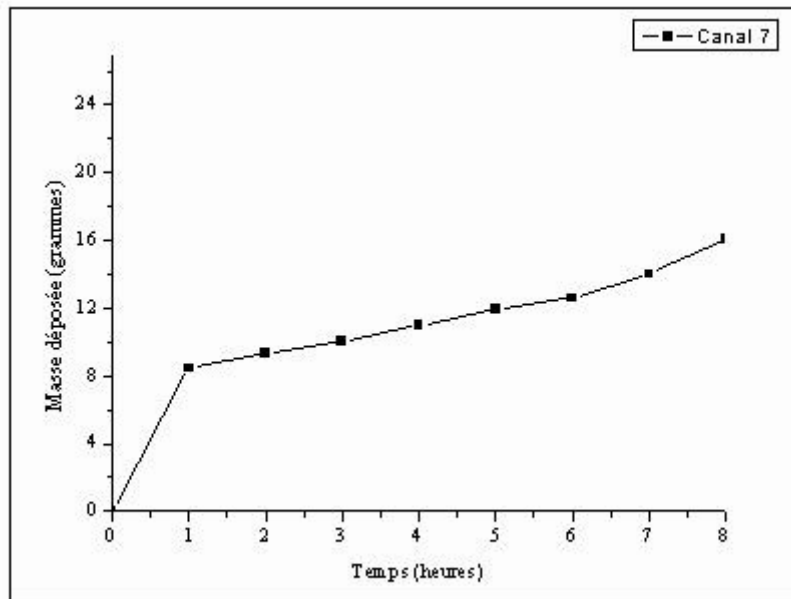
ANNEXE D

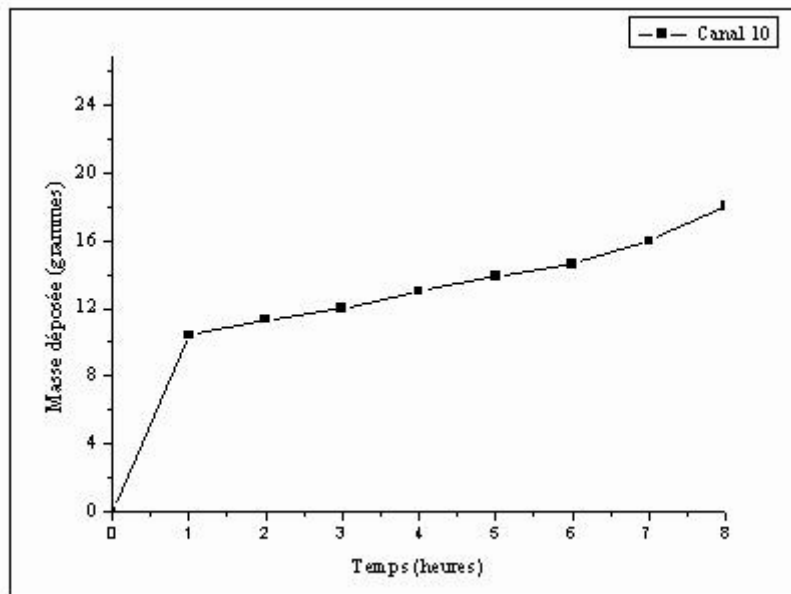
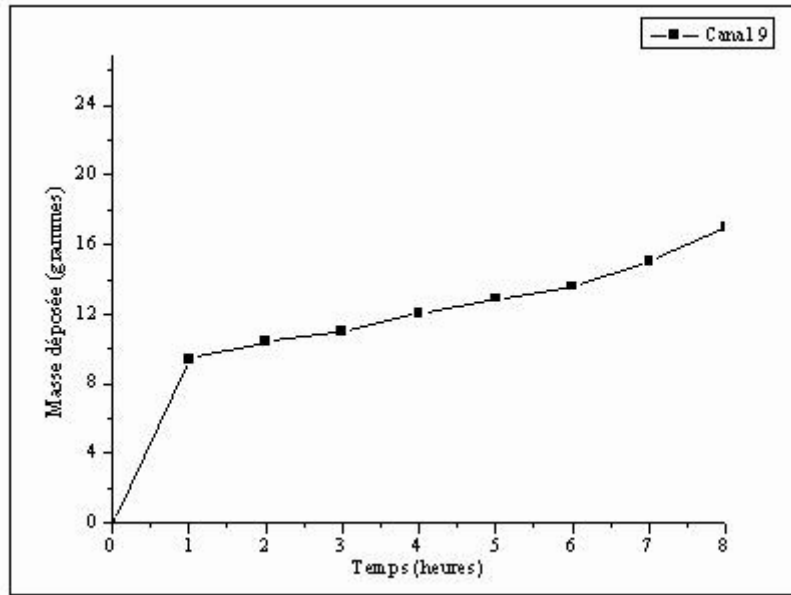
Evolution de la masse de dépôt dans les différents canaux de l'échangeur

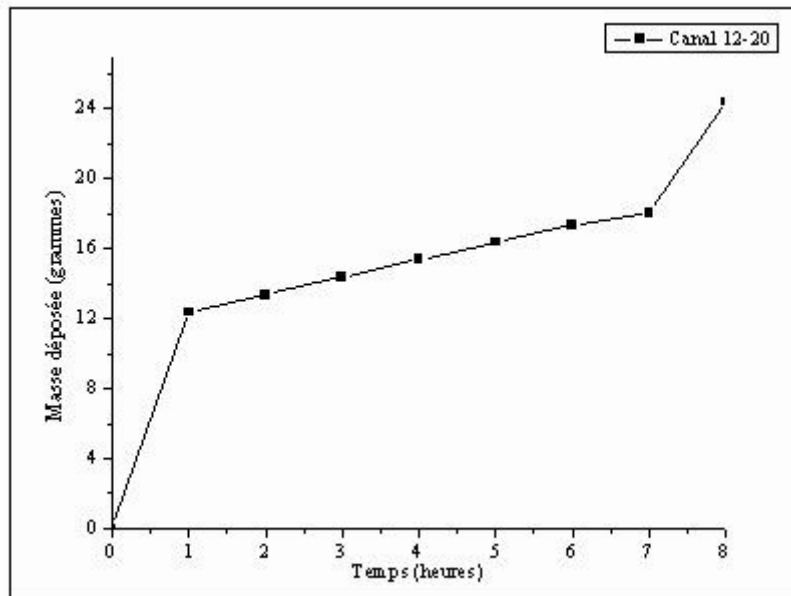
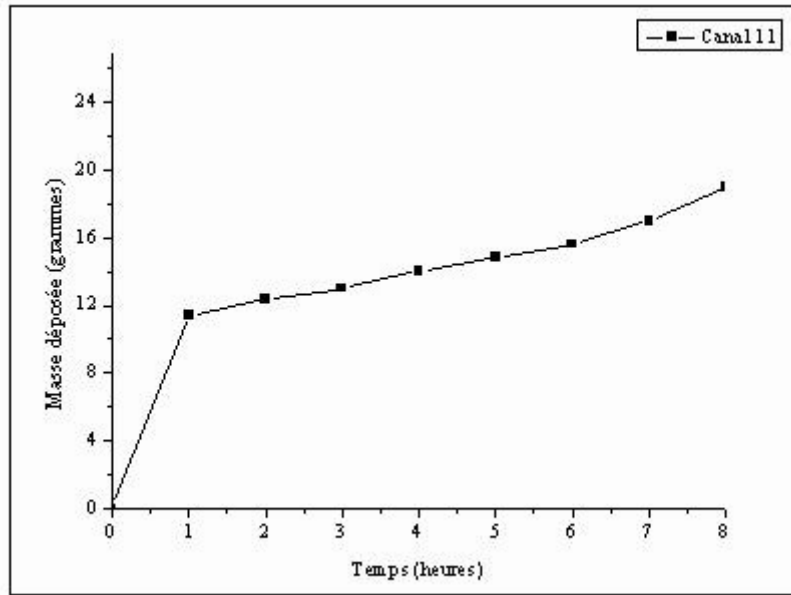












ANNEXE E

Propriétés thermodynamiques employées dans les simulations

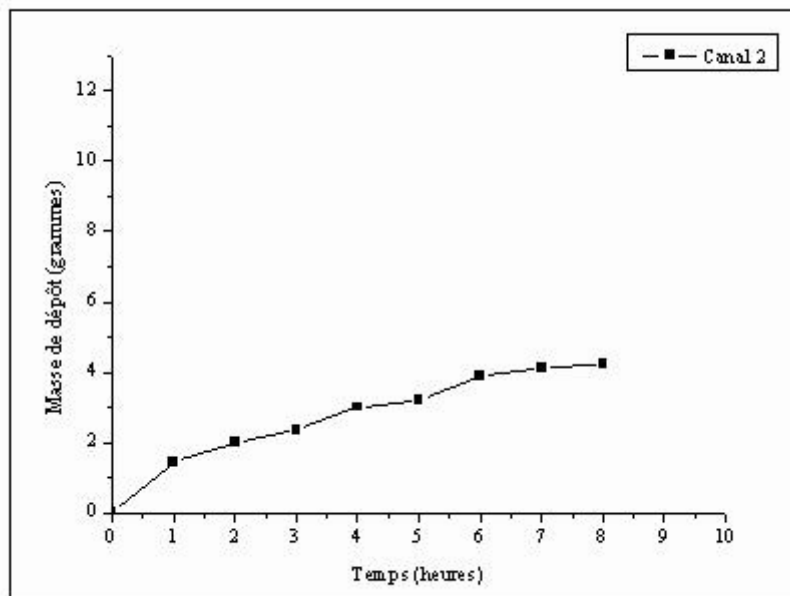
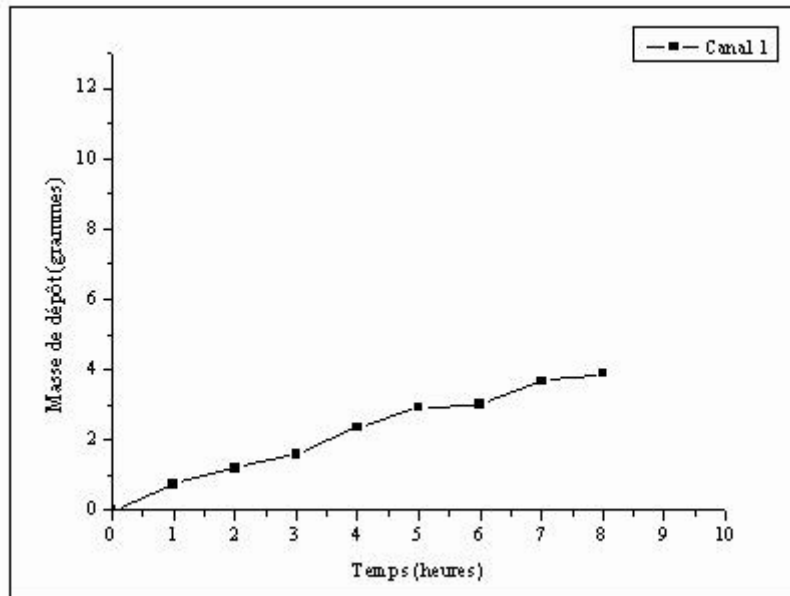
Conductivité thermique du lait, w/m °C	0.00133 T+0.539911
Densité du lait, kg/m ³	1033.7-0.2308T-0.00246T ²
Viscosité dynamique du lait, Pa.S	(-0.60445T+0.947)10 ⁻³
Capacité calorifique du lait, J/kg °C	1.68T+3864.2
Conductivité thermique des plaques, w/m °C	16.3
Capacité calorifique des plaques, J/Kg°C	450
Densité des plaques, kg/m ³	7200
Conductivité thermique du dépôt, w/m °C	0.5
Densité du dépôt, kg/m ³	1030

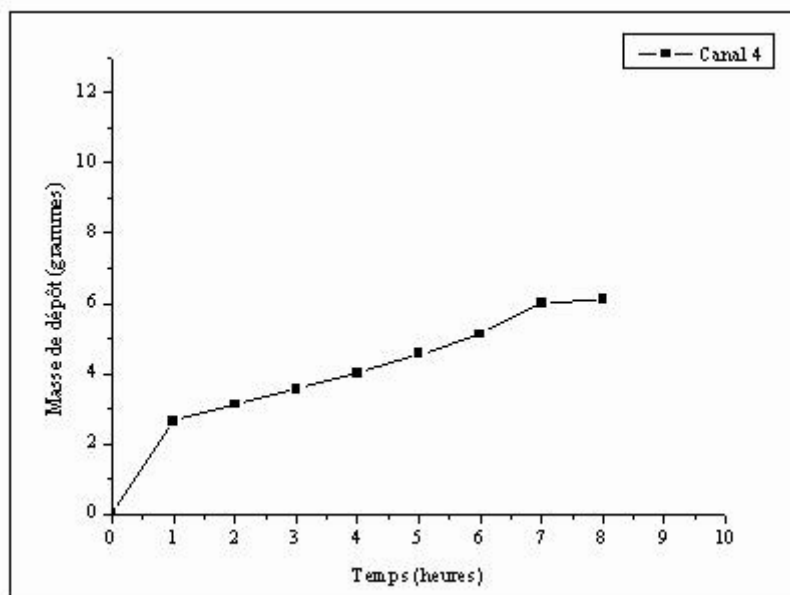
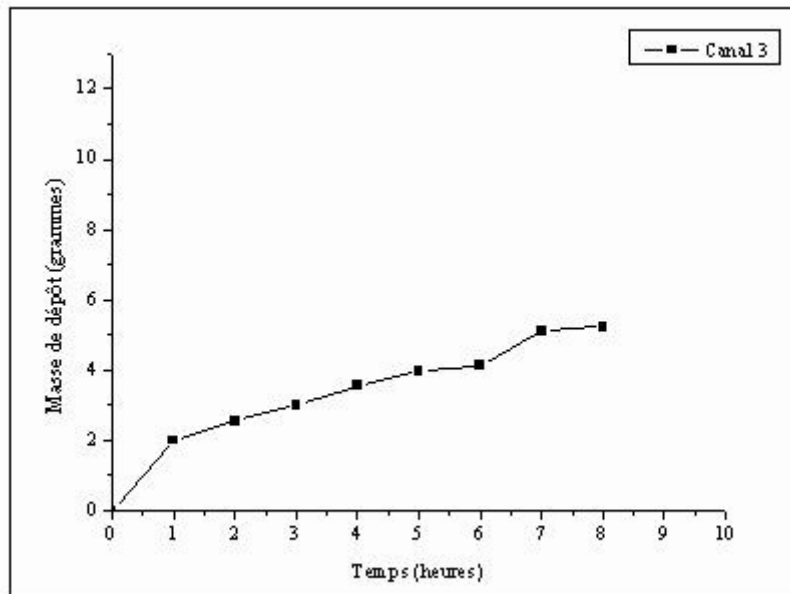
Conditions opératoires et caractéristiques des plaques

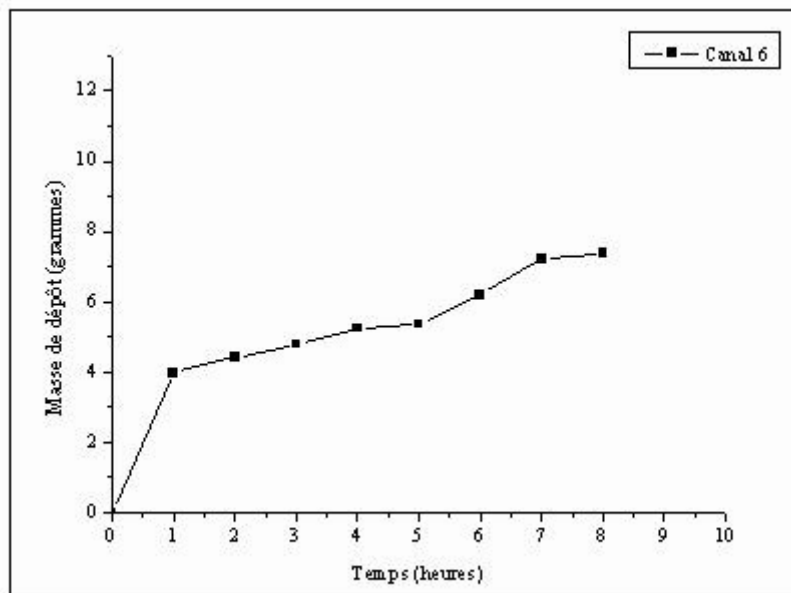
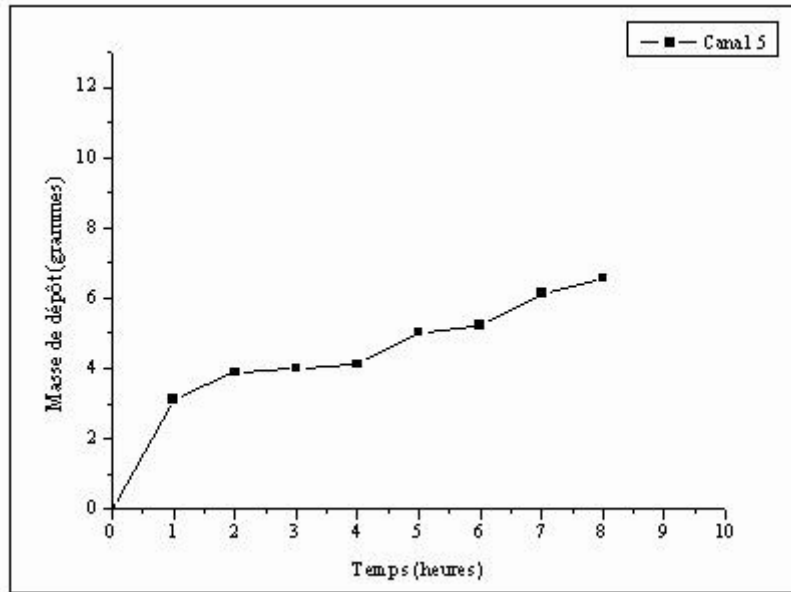
Paramètres	Symbole	Valeur
Débit massique, kg/s		0.074
Diamètre, m	D _e	0.0022
Largeur des plaques, m	l	0.1
Hauteur des plaques, m	l	0.1
Epaisseur des plaques, m	P _J	8.10 ⁻⁴
Espace entre plaques, m	e	4 10 ⁻³
Constante	β	129
Diamètre des protéines natives, m	D _N	9.92 10 ⁻¹¹
Vitesse de réaction à la paroi, m/s	k _w	10 ⁻⁷

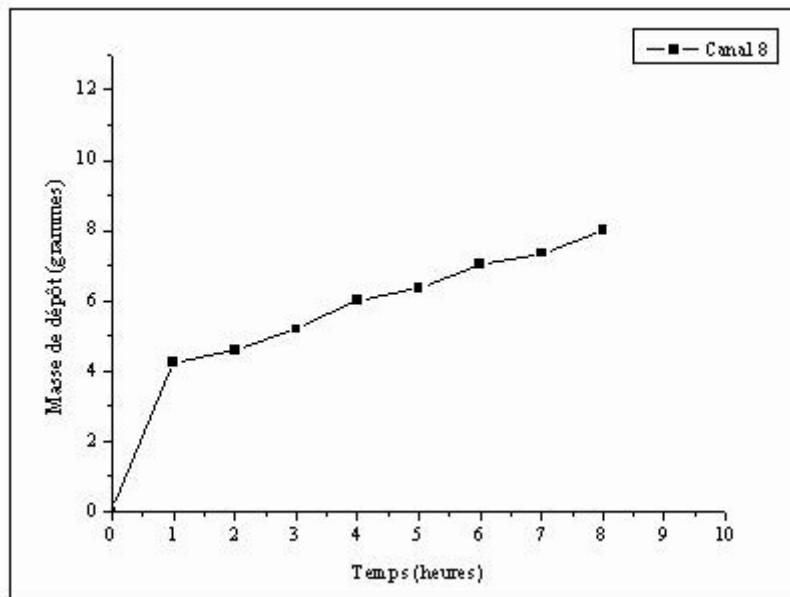
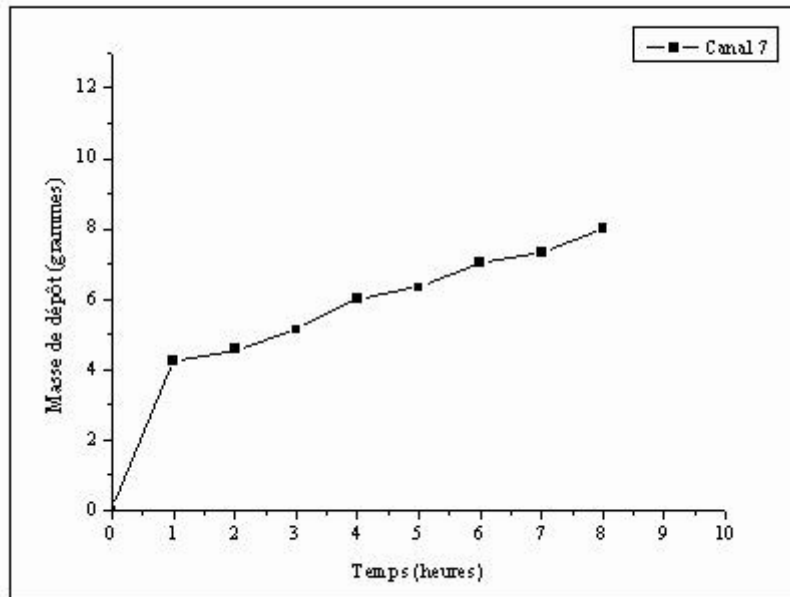
ANNEXE F

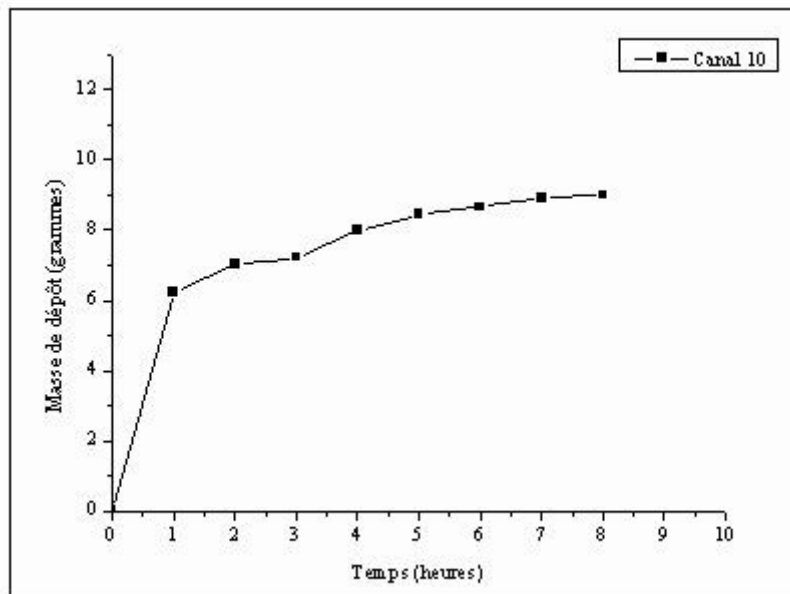
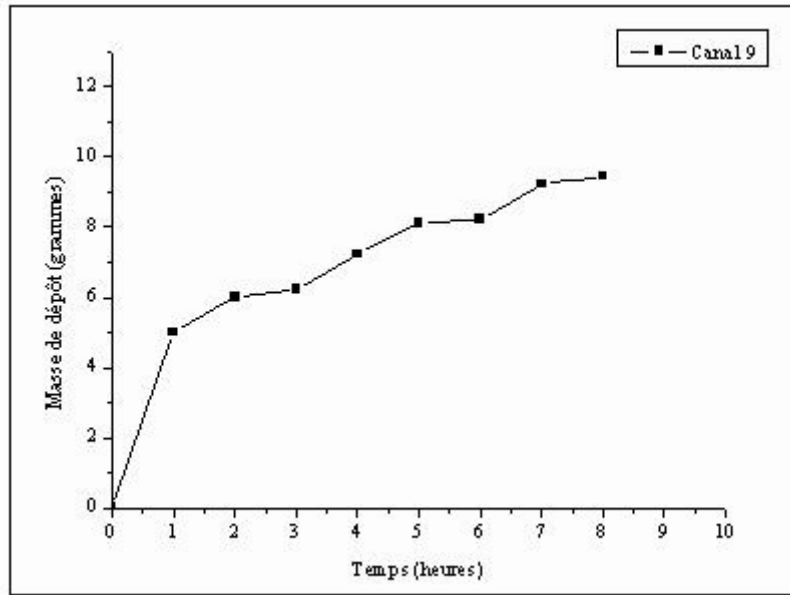
Evolution de la composition du dépôt en protéines puis en sels par canal (de 1 à 20)

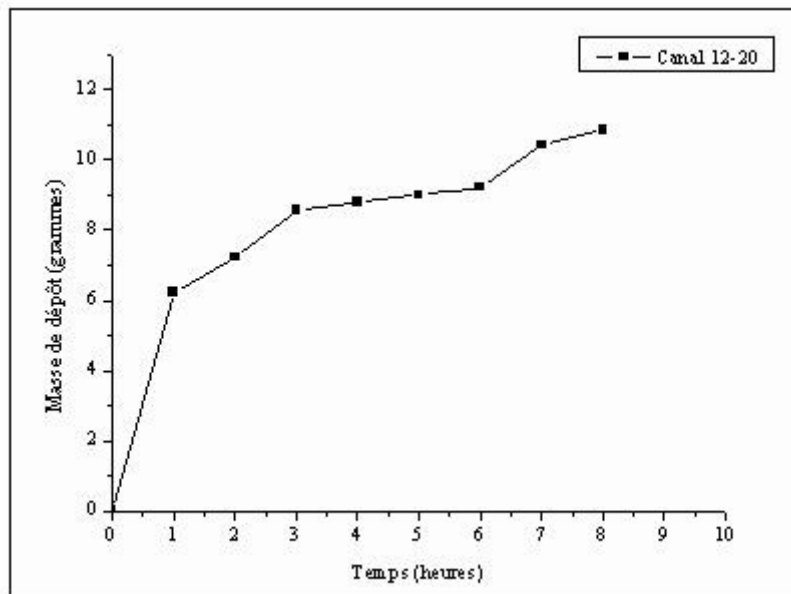
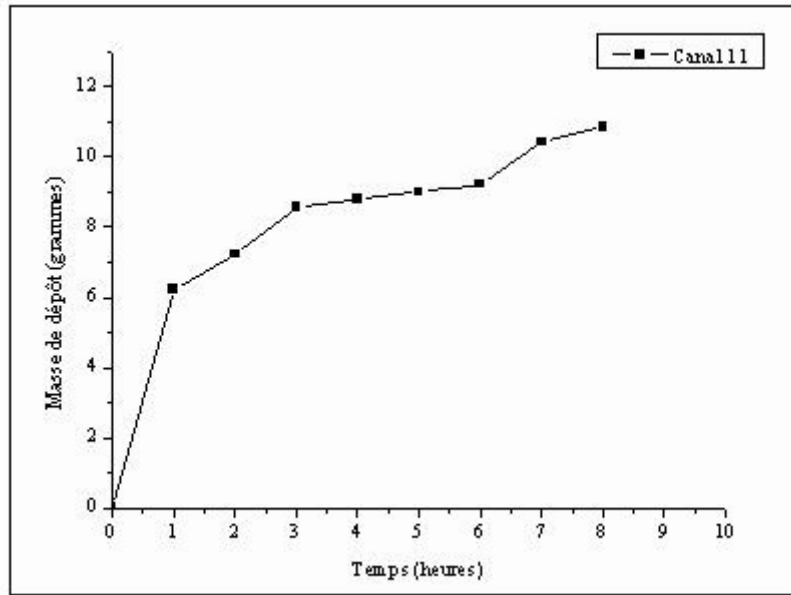


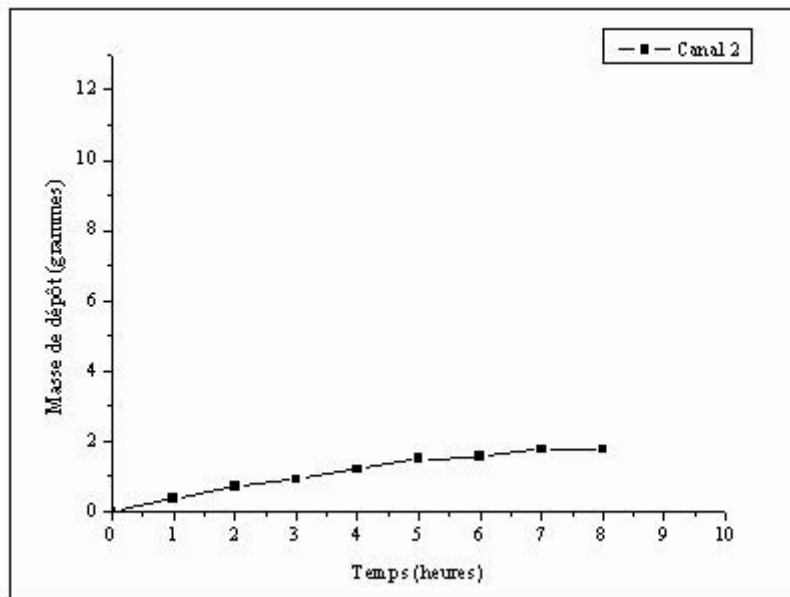
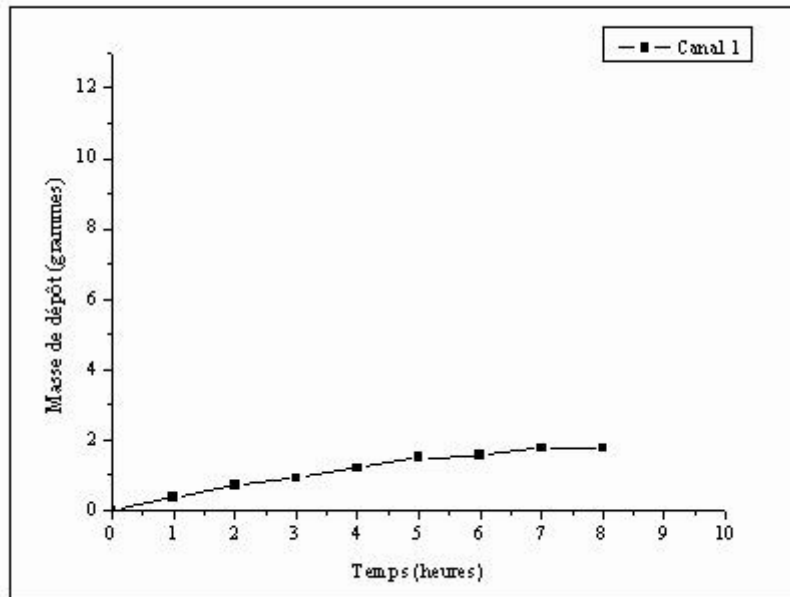


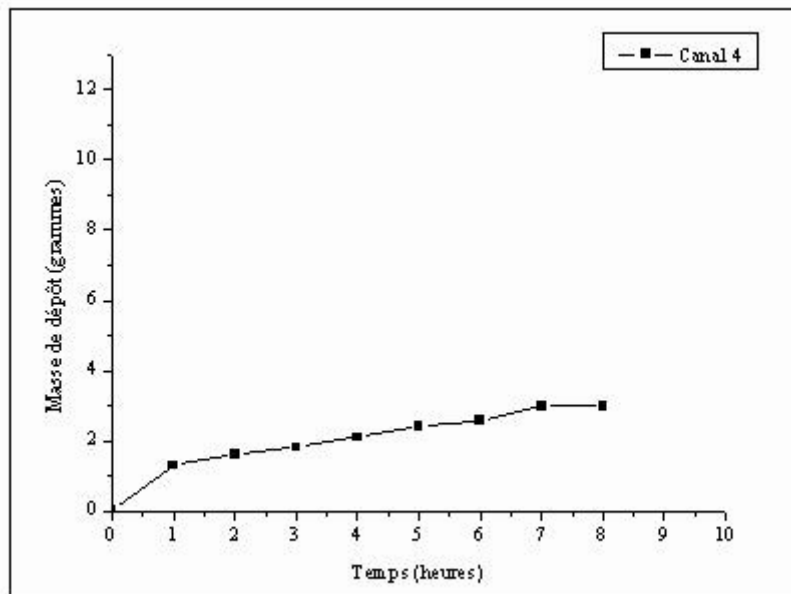
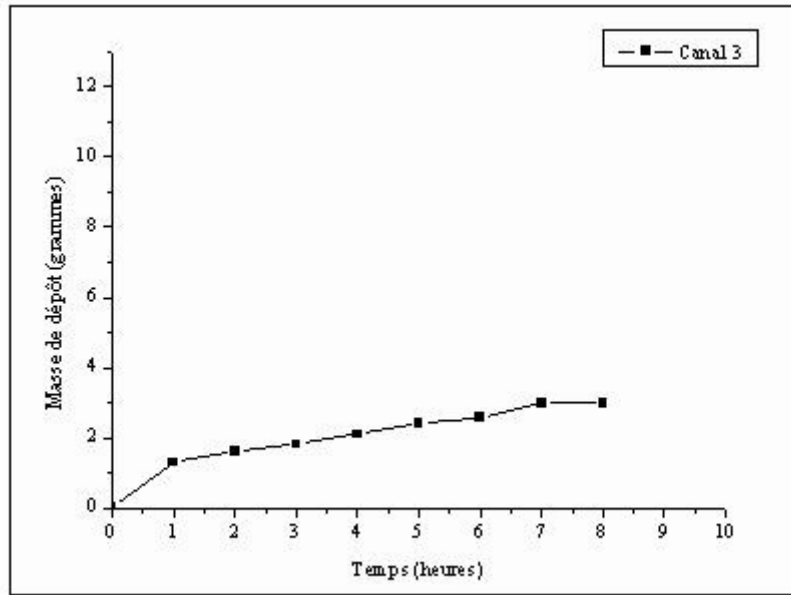


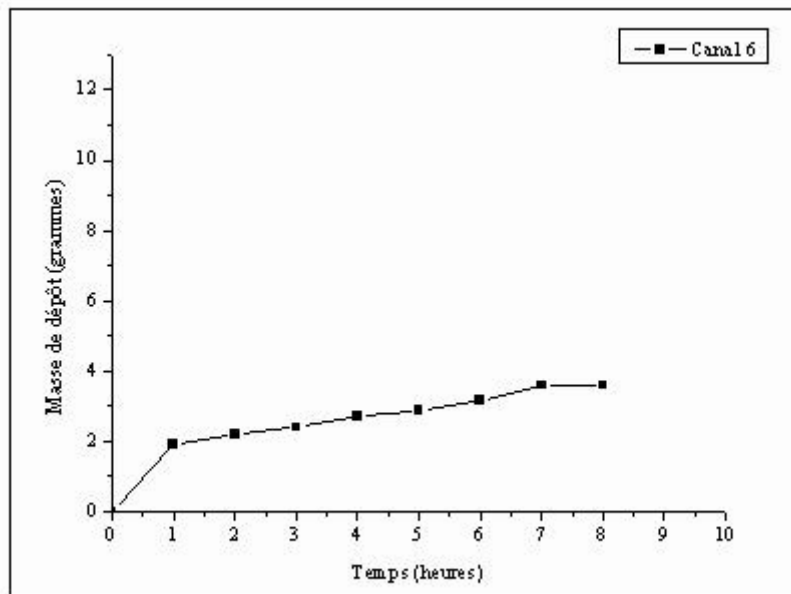
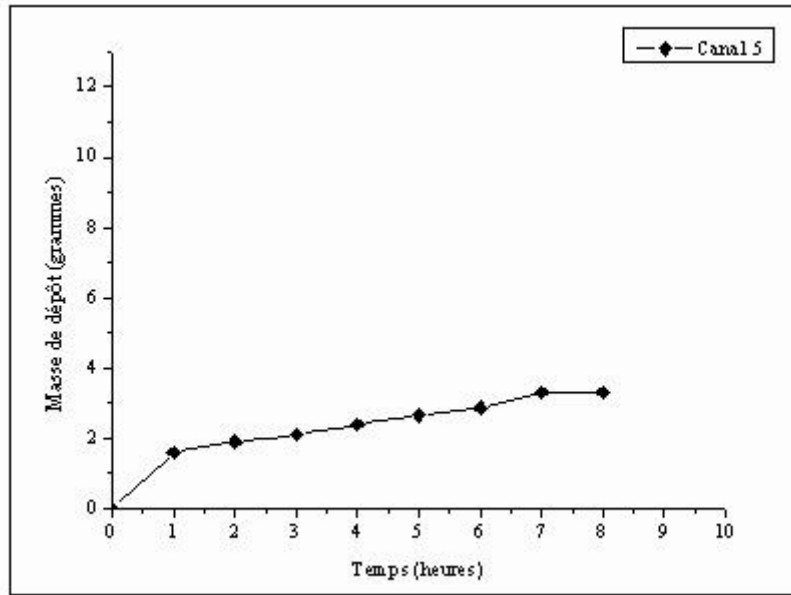


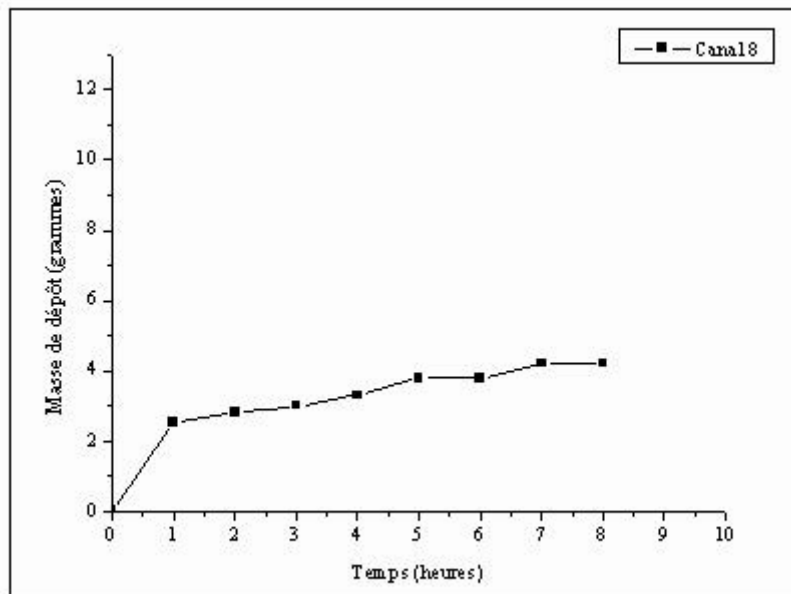
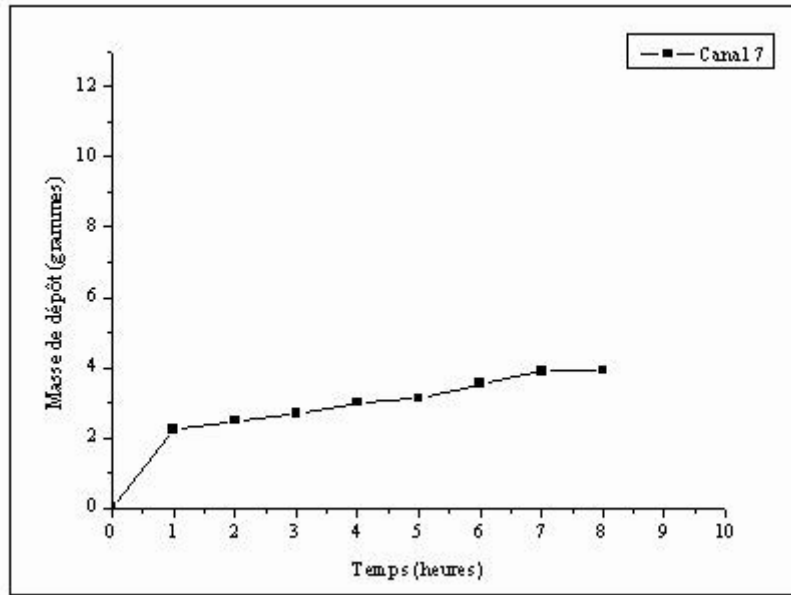


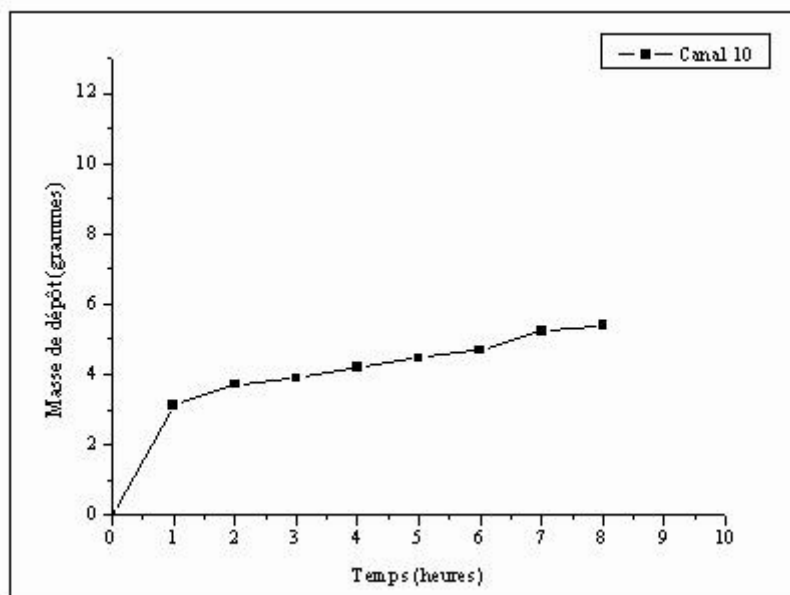
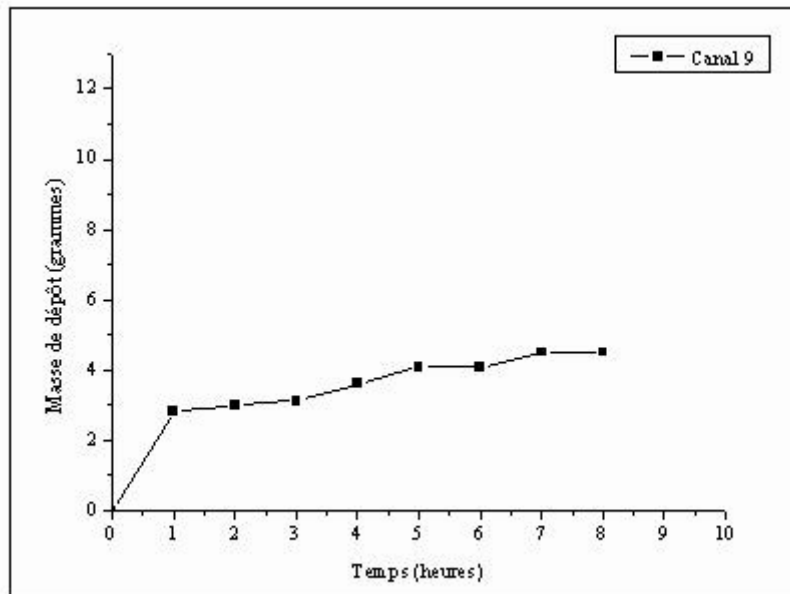


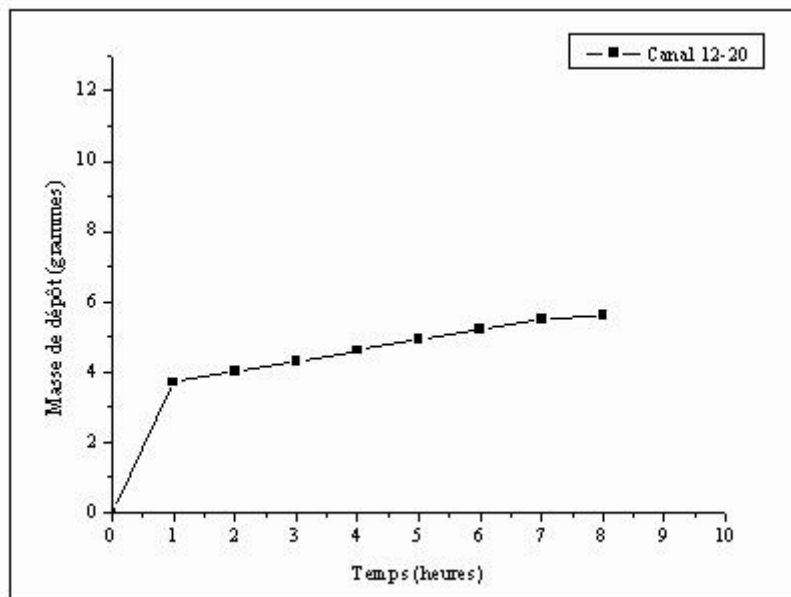
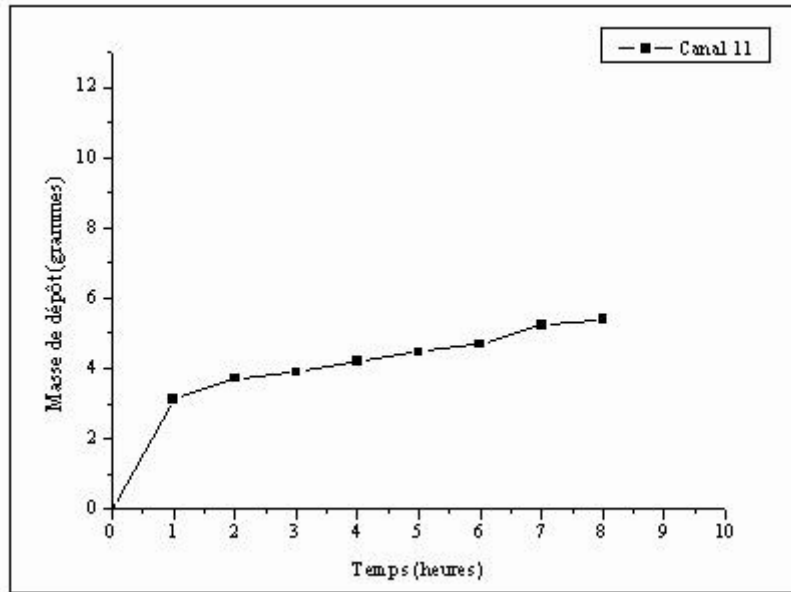






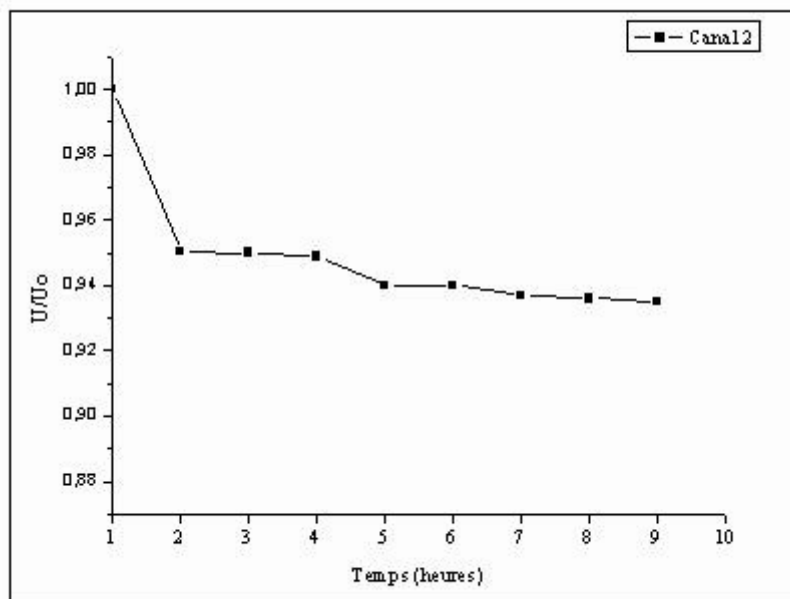
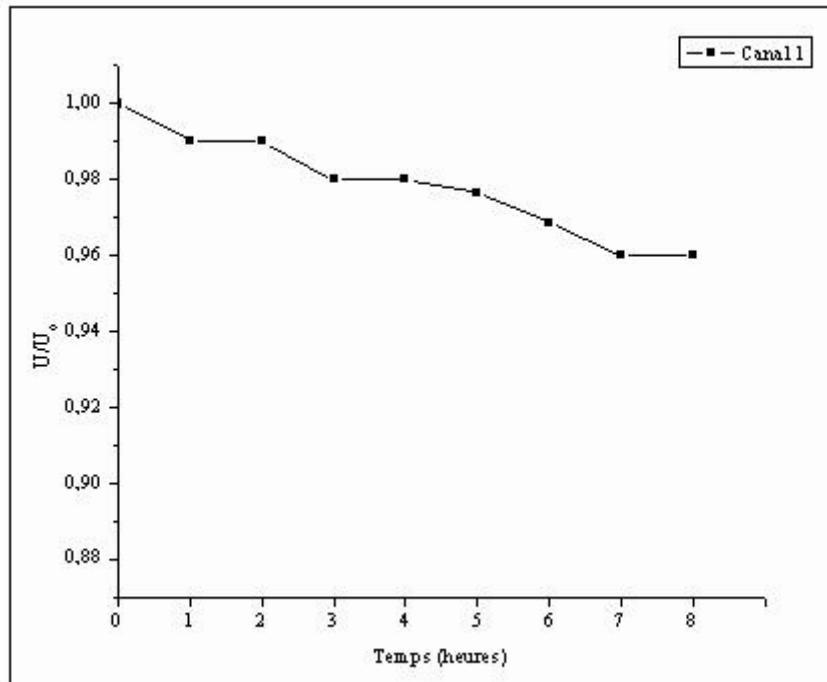


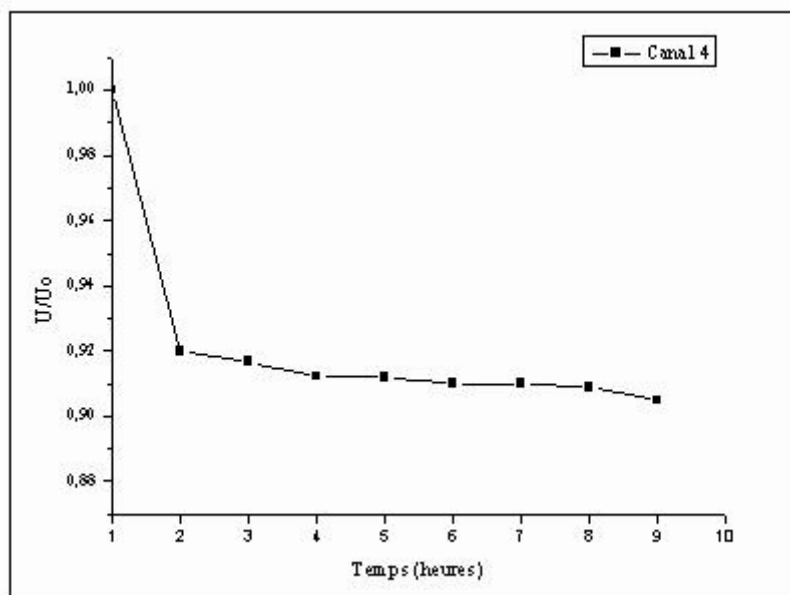
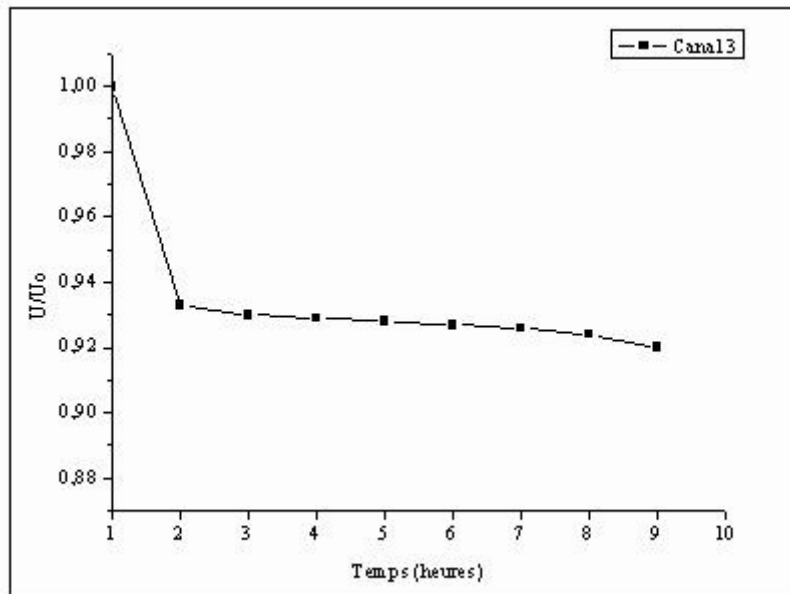


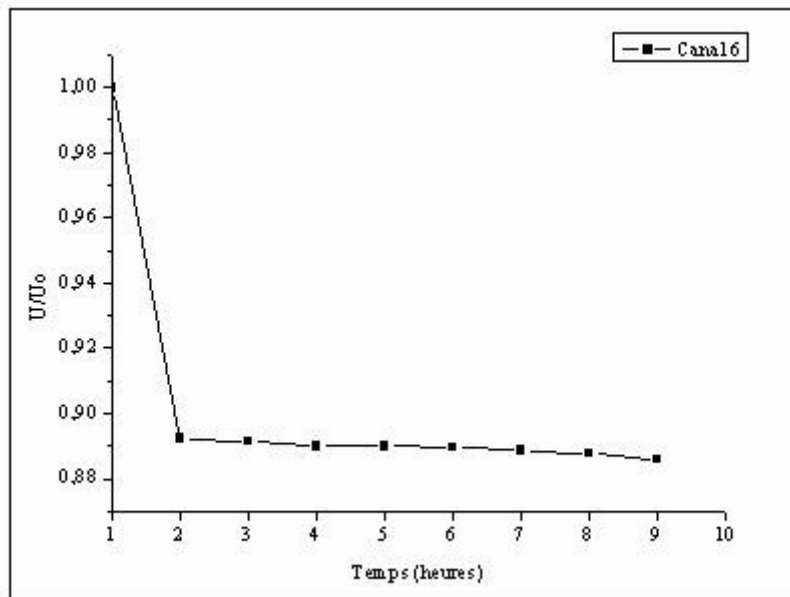
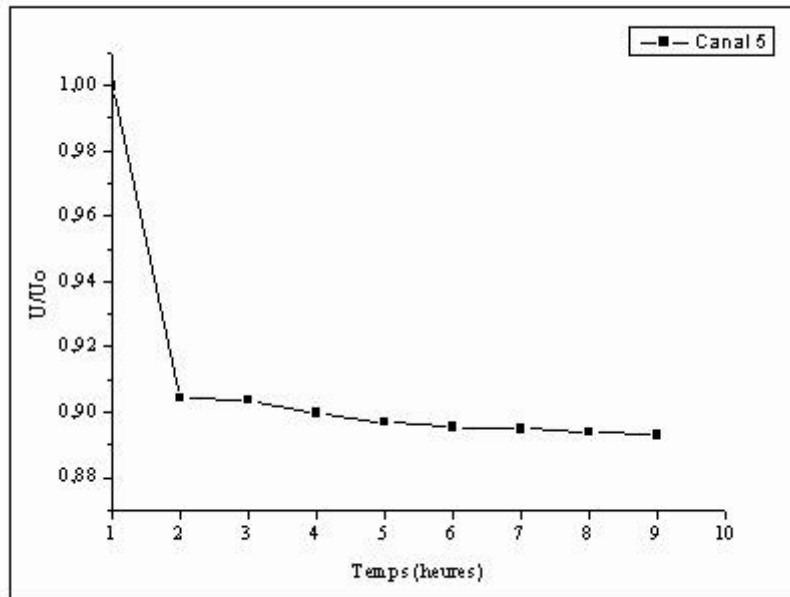


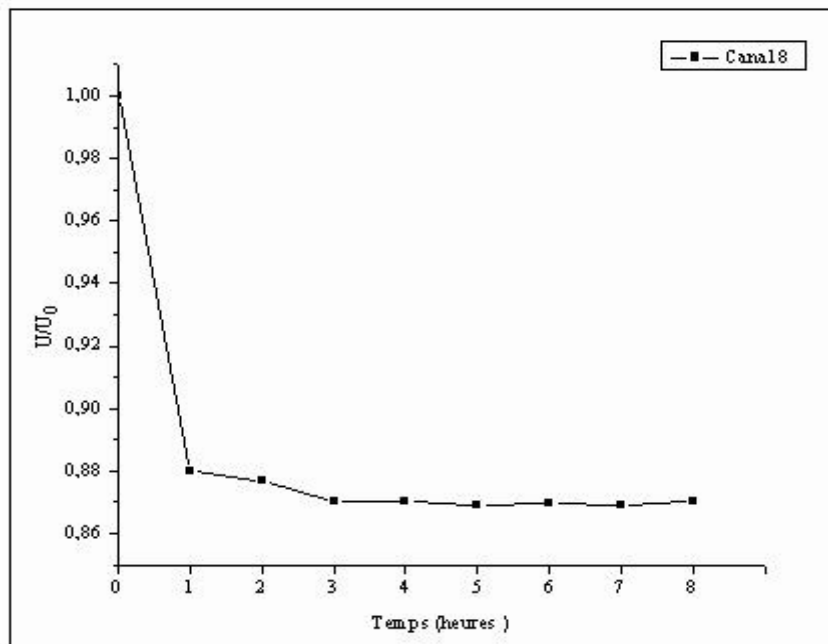
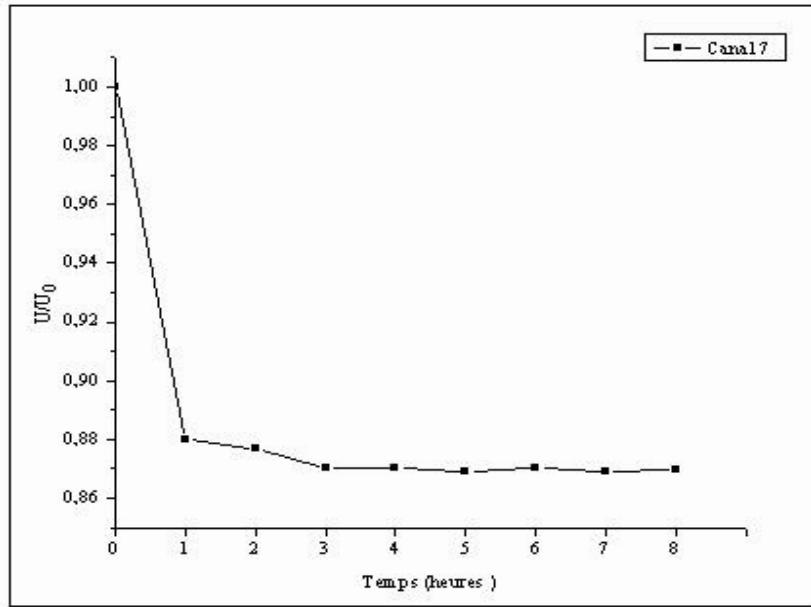
ANNEXE G

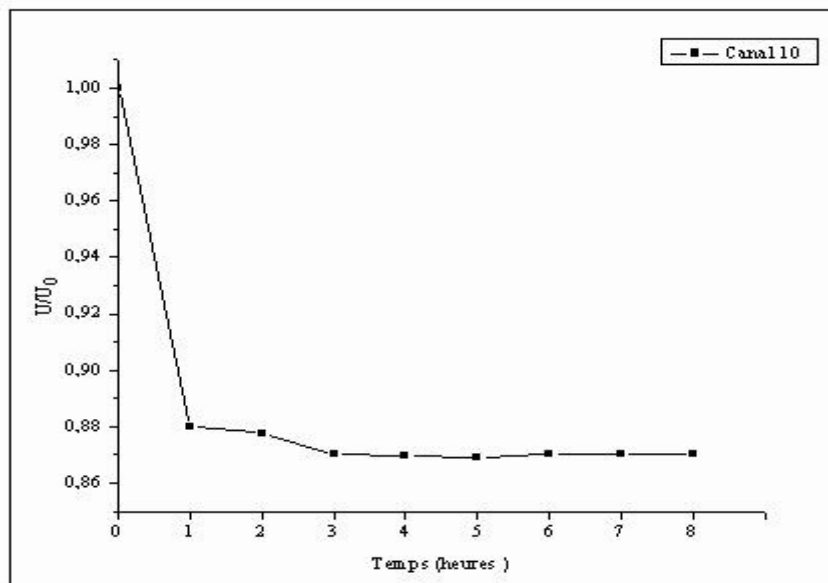
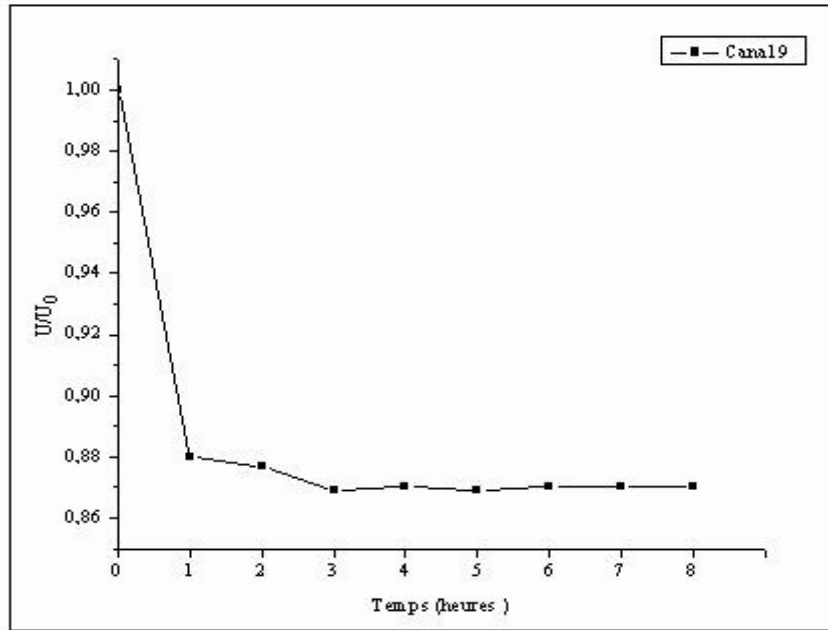
Evolution du coefficient d'échange global par canal (de 1 à 20).

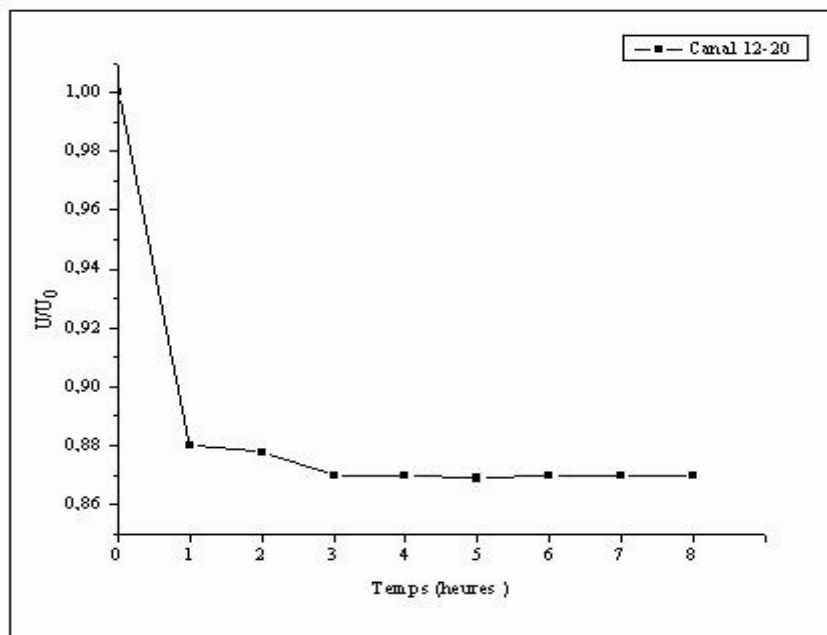
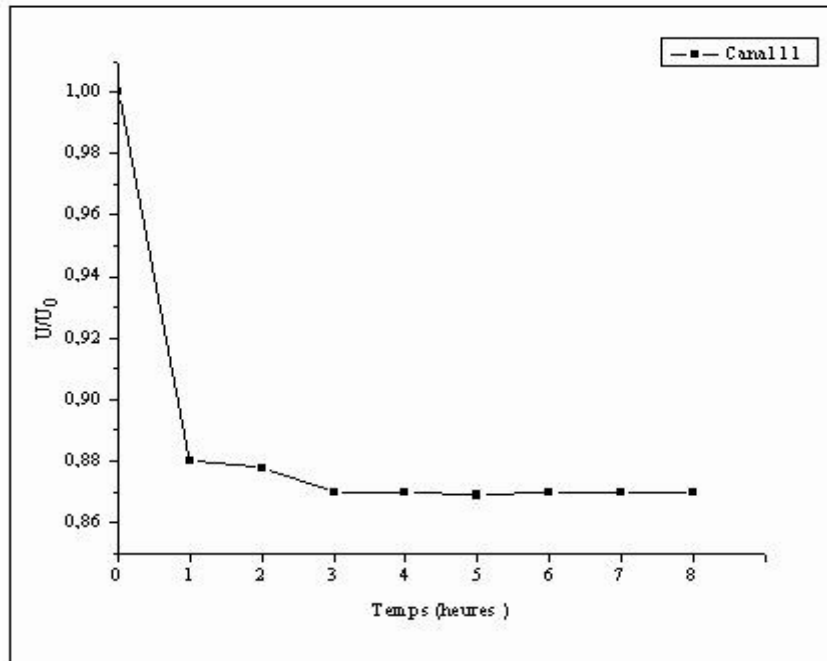












ANNEXE H

Détermination de l'activité de la phosphatase alcaline dans les produits laitiers

I. APPLICATION

La présente méthode peut servir à déterminer l'activité de la phosphatase alcaline dans les produits laitiers comme indice de pasteurisation, conformément aux normes canadiennes sur les aliments et les drogues.

II. DESCRIPTION

La phosphatase alcaline est une enzyme thermolabile [EC 3.1.3.1; phosphohydrolase de monoester ortho-phosphorique] endogène à tous les produits laitiers, y compris le lait cru. Sa température d'inactivation dépasse légèrement celle qui détruit les micro-organismes pathogènes les plus résistants qu'on est susceptible de trouver dans le lait. C'est pourquoi cette méthode sert à déterminer si la pasteurisation a été suffisante ou à repérer la contamination de produits pasteurisés par le lait cru après la transformation.

Un premier résultat positif ne signifie toutefois pas nécessairement que la pasteurisation présentait des lacunes ou que le produit a été contaminé par du lait cru. La méthode peut produire des résultats faussement positifs dans certaines situations. Le lecteur est appelé à consulter la documentation spécialisée pour plus de détails sur ces situations.

III. PRINCIPE

La phosphatase alcaline présente dans le lait cru, libère du phénol d'un substrat de phénylphosphate disodique (monoester de phosphate) à un pH et à une température contrôlés. Le phénol libéré réagit ensuite avec le 2,6-dichloroquinone-4-chloroimide (CQC) pour former du bleu d'indophénol. La quantité de phénol libérée est proportionnelle à l'activité de l'enzyme présente. On peut mesurer l'intensité par colorimétrie à 620 nm. On quantifie le niveau de l'activité enzymatique au moyen d'une courbe d'étalonnage établie préalablement.

IV. PRODUITS ET MATÉRIEL

- 1) Carbonate de sodium anhydre (Na_2CO_3) (PM 106,00 g/mol)
- 2) Bicarbonate de sodium anhydre (NaHCO_3) (PM 84,01 g/mol)
- 3) Phénylphosphate disodique, sel (sans phénol) ($\text{C}_6\text{H}_5\text{PO}_4\text{Na}_2$) (PM 218,10 g/mol)
- 4) Acide trichloroacétique ($\text{C}_2\text{HCl}_3\text{O}_2$) (PM 163,39 g/mol)
- 5) Acide chlorydrique (HCl à 37 %) (PM 36,46 g/mol)
- 6) Calgon (hexamétaphosphate de sodium) ($(\text{NaPO}_3)_6$) (PM 611,77 g/mol).
(Synonymes courants : acide métaphosphorique, sel hexasodique; métaphosphate sodique vitreux; SHMP)
- 7) 2,6-Dichloroquinone-4-chloroimide (CQC) ($\text{C}_6\text{H}_2\text{Cl}_3\text{NO}$) (PM 210,4 g/mol)
- 8) Phénol ($\text{C}_6\text{H}_6\text{O}$) (PF 94,11 g/mol)
- 9) Alcool éthylique (absolu) anhydre ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$) (PM 46,07 g/mol)
- 10) Chlorure de magnésium (hexahydraté) ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) (PM 203,31 g/mol)

- 11) Spectrophotomètre ou colorimètre pour mesures à 620 nm.
- 12) Agitateurs en verre
- 13) Filtre Whatman no 42 de 11 cm
- 14) Pipettes volumétriques (classe A) de 1, 2 et 10 mL
- 15) Fioles volumétriques

Note: Il faut éviter de contaminer la verrerie avec du phénol, du crésol ou d'autres substances phénoliques.

Ne pas laver la verrerie avec du détergent contenant des substances phénoliques.

- 16) Bain-marie capable de maintenir une température de 37°C.
- 17) Bain-marie capable de maintenir une température de 63,3°C.
- 18) Bain-marie capable de maintenir une température de 90 à 95°C.
- 19) Bain-marie capable de maintenir une température de 34°C.

Note: Il faut s'assurer que l'on maintient les incubateurs ou les bains-marie à la température recommandée.

V. MODE OPÉRATOIRE

Il est nécessaire d'analyser chaque unité d'échantillonnage individuellement et effectuer l'épreuve conformément aux instructions suivantes:

V.1. Manipulation des unités d'échantillonnage

V.1.1 À l'exception des aliments qui se conservent bien à la température de la pièce, il faut que les unités d'échantillonnage demeurent réfrigérées (0-5°C) au cours de l'entreposage et du transport. Les unités d'échantillonnage congelées doivent le rester. Faire décongeler les échantillons congelés dans un réfrigérateur, ou pendant une période et à une température qui empêche la croissance ou la mort des micro-organismes.

V.1.2 Analyser les unités d'échantillonnage le plus tôt possible après leur arrivée au laboratoire.

V.2 Préparation pour l'analyse

V.2.1 Préparer toute les solutions tampons et les solutions de la façon décrite à la section VII.

V.2.2 Établir la courbe d'étalonnage du phénol et calculer la pente de la façon décrite en V.4.1

V.2.3 Préparer tous les témoins et vérifier qu'ils conviennent de la façon décrite en V.4.2, V.4.3 et V.4.4.

V.3 Préparation des échantillons

Note: Dans le cas du lait glacé ou de la crème glacée, faire fondre une partie convenable de produit et laisser reposer (01) une heure à la température ambiante (ou toute la nuit au réfrigérateur) afin de libérer l'air emprisonné, enlever tous les fruits ou les noix et par la suite procéder comme pour le lait tel que décrit en V.3.1.

V.3.1. Lait et autres produits dérivés à l'état liquide

Pipeter des portions de 1 mL des unités d'échantillonnage dans des éprouvettes de 25 x 150 mm.

Note: Dans le cas du lait de chèvre, pipetter des portions de 3 mL.

V.3.2 Poudre de lait entier, partiellement écrémé ou écrémé

Il faut reconstituer la poudre en déposant $10 \pm 0,1$ g de produit laitier en poudre dans 90 mL d'eau distillée à la température de la pièce. Passer au mélangeur pendant 90 secondes et laisser ensuite reposer le mélange à la température de la pièce pendant cinq minutes avant de prélever l'échantillon.

(Note : Cette méthode ne s'applique pas à la caséine)

V.3.3 Déterminer l'activité initiale de la phosphatase alcaline de la façon décrite en V.5.

V.4 Courbe d'étalonnage du phénol et témoins

V.4.1 Courbe d'étalonnage du phénol

V.4.1.1 Utiliser des pipettes volumétriques pour déposer des volumes de 1 à 10 mL de la solution de phénol dans des éprouvettes séparées et diluer à 10 mL avec le tampon au carbonate (VII.1).

V.4.1.2 Ajouter 1 mL de solution de Calgon (10,5) et 1 mL de réactif CQC (VII.6) et mélanger.

V.4.1.3 Préparer de la même façon un «blanc» contenant seulement 10 mL de tampon au carbonate.

V.4.1.4 Placer toutes les éprouvettes pendant 15 min dans un bain-marie à 37°C pour que la coloration se forme complètement.

V.4.1.5 Mesurer, par rapport au «blanc» (V.4.1.3), la coloration bleue formée à une longueur d'onde de 620 nm (c.-à-d. remettre l'instrument à zéro avec le blanc à une longueur d'onde de 620 nm).

V.4.1.6 Calculer la pente de la partie rectiligne de la courbe d'étalonnage du phénol en utilisant des valeurs d'absorbance (densité optique) (c.-à-d. $2 \cdot \log\%$ divisé par les μg de phénol présents). Cette valeur servira à calculer la teneur en phénol des unités d'échantillonnage à analyser en V.5.9.

Note: Il faut tracer la courbe d'étalonnage au phénol au moins une fois tous les 6 mois.

V.4.2 Témoin négatif

V.4.2.1 Prévoir un témoin négatif pour chaque échantillon analysé (c.-à-d. 01 témoin négatif plus 01 détermination pour chacune des 3 unités d'échantillonnage).

V.4.2.2 Préparer un témoin négatif de la même façon qu'une unité d'échantillonnage, comme en V. Chauffer le témoin négatif à 90-95°C pendant 2 min, et laisser ensuite refroidir à la température de la pièce. Analyser de la même façon qu'en V.5.

V.4.3 Témoin positif

V.4.3.1 Prévoir un témoin positif pour chaque série d'unités d'échantillonnage analysées.

V.4.3.2 Préparer un témoin positif en chauffant du lait cru à 90-95°C pendant 3 min. Faire refroidir rapidement à la température de la pièce et ajouter 0,2% de lait cru frais. On peut congeler des fractions de témoin positif. À l'aide d'une pipette, prélever 1 mL dans une éprouvette de 25 sur 150mm et analyser comme en V.5. On peut aussi utiliser un échantillon positif connu de fromage fait de lait non pasteurisé et le préparer de la façon décrite en V.3.3.

V.4.3.3 Un résultat positif doit être obtenu

V.4.4 Réactif témoin

V.4.4.1 Prévoir un seul réactif témoin pour chaque série d'unités d'échantillonnage analysées.

V.4.4.2 Déposer 10 mL de substrat tamponné frais (VII.2) dans une éprouvette de 25 x 150 mm et analyser en incubant le témoin avec les échantillons de la façon décrite en V.5.1.

V.5 Détermination de l'activité initiale de la phosphatase alcaline

CQ : Prévoir un témoin négatif (V.4.2) pour chaque échantillon, un témoin positif (V.4.3) et un réactif témoin (V.4.4).

V.5.1 Ajouter 10 mL du substrat tamponné (VII.2) à chaque éprouvette contenant 1 mL de portion à analyser, bien mélanger et incuber dans un bain-marie à 37°C pendant 1 heure en agitant de temps à autre.

Note: Dans le cas des produits de lait de chèvre, ajouter seulement 8 mL de substrat tamponné.

V.5.2 Après une heure d'incubation, ajouter 1 mL de la solution d'acides trichloracétique et chlorhydrique en le laissant s'écouler lentement le long de la paroi de chaque éprouvette. Mélanger et filtrer sur papier Whatman no 42 de 11 cm.

Note: Dans le cas des produits de lait de chèvre, incuber pendant 2 heures.

V.5.3 Utiliser une pipette pour transférer 5 mL de filtrat limpide dans une éprouvette, ajouter 1 mL de solution de Calgon (10.5), 5 mL de carbonate de sodium (10,3) et 1 mL de réactif au 2,6-dichloroquinonechloroimide (CQC) (10,6).

V.5.4 Déposer toutes les éprouvettes dans un bain-marie à 37°C pendant 15 min.

V.5.5 Utiliser une longueur d'onde de 620 nm pour mettre le spectrophotomètre (ou colorimètre) à zéro avec de l'eau distillée dans un premier temps, et ensuite mettre à zéro avec le réactif témoin (V.4.4).

V.5.6 Pour chacun des échantillons, mesurer la densité optique obtenue (ou %T) du témoin négatif (V.4.2).

V.5.7 Si le témoin négatif donne un résultat de $\leq 5 \mu\text{g}$ de phénol/g pour le fromage ou $\leq 2 \mu\text{g}$ de phénol/mL de lait, il faut remettre le spectrophotomètre (ou colorimètre) à zéro au moyen du témoin négatif et effectuer la lecture de densité optique (ou %T) des échantillons préparés comme en V.5.9.

V.5.8 Si le témoin négatif donne un résultat de $> 5 \mu\text{g}$ de phénol/g dans le cas du fromage ou de $> 2 \mu\text{g}$ de phénol/mL de lait, déterminer les substances interférentes de la façon décrite en 7.6.1.

V.5.9 Pour chaque détermination, multiplier l'absorbance mesurée ($2 - \log \%T$) par le facteur 1,2 et diviser ensuite la valeur obtenue par la pente de la droite d'étalonnage du phénol (V.4.1.6). Ce calcul donne la valeur de la phosphatase en μg de phénol par 0,25 g de produit solide ou par 0,5 mL de produit liquide. Convertir le résultat final en unités de μg de phénol/g ou mL de produit.

V.5.10 Si les résultats sont négatifs, indiquer $\leq 5 \mu\text{g}$ de phénol/g pour le fromage ou $\leq 2 \mu\text{g}$ de phénol/mL de lait.

V.5.11 Si les résultats sont positifs (ce qui indique une pasteurisation incomplète), procéder aux analyses de confirmation. Il faut procéder aux analyses de confirmation suivantes :

- 1) analyses de détermination des substances interférentes ;
- 2) phosphatase microbienne ;
- 3) phosphatase réactivée.

NOTE : Un fromage fait de lait cru peut produire une coloration trop intense pour être mesurée avec précision. On peut observer des transmissions de moins de 1%, ce qui correspond à environ 60 μg de phénol par 0,25 g de fromage.

V.6 Procédures de confirmation des résultats initiaux positifs pour l'activité de la phosphatase alcaline

V.6.1 Vérification des substances interférentes

V.6.1.1 Reprendre l'épreuve ordinaire de la phosphatase, en utilisant la même quantité d'échantillon analysé. Remplacer le substrat tamponné (VII.2) par la même quantité de solution tampon au carbonate (VII.1) qui ne contient pas de phénylphosphate disodique.

V.6.1.2 Toute coloration bleue dans cette vérification est attribuable à la présence de substances interférentes. Cependant, si l'équivalent de phénol de l'épreuve pour laquelle on a utilisé le substrat tamponné est supérieur à l'équivalent de phénol de vérification, c'est un signe de pasteurisation incomplète, de contamination par le produit brut, ou de présence de phosphatase microbienne.

V.6.2 Vérification de la présence de phosphatase microbienne

V.6.2.1 Pasteuriser à nouveau une portion de l'unité d'échantillonnage à 63,3°C pendant 30 min. Agiter fréquemment et garder un thermomètre précis constamment immergé dans la portion d'unité d'échantillonnage.

V.6.2.2 Refroidir la portion d'unité d'échantillonnage.

V.6.2.3 Répéter l'analyse (V.5) avec la portion d'unité d'échantillonnage re-pasteurisée, l'unité d'échantillonnage originale et le témoin négatif.

V.6.2.4 Si l'unité d'échantillonnage re-pasteurisée ne présente pas de réduction importante en équivalent de phénol, le résultat initial doit être attribuable à la présence de phosphatase microbienne thermorésistante. Le résultat est alors faussement positif et il faut l'inscrire comme négatif.

V.6.3 Phosphatase réactivée

V.6.3.1 Diluant (échantillon inactivé) :

Échantillons liquides : Déposer une portion de 10 mL de lait ou de crème dans un bain-marie bouillant et maintenir dans le bain-marie pendant une minute après que la température des portions a atteint 95°C. Laisser refroidir les portions et utiliser celles-ci pour préparer les dilutions 1:6 requises (V.6.3.5).

Échantillons solides : Mélanger dans une éprouvette des proportions égales de l'échantillon solide et un volume égal d'eau distillée (p. ex., 2,5g d'échantillon + 2,5 mL d'eau distillée). Désactiver en maintenant dans un bain-marie bouillant pendant une minute après que la température des portions a atteint 95°C. Laisser refroidir les portions et utiliser celles-ci pour préparer les dilutions 1:6 requises (V.6.3.5).

V.6.3.2 Préparer deux aliquotes de 5mL (ou 2,5g d'échantillon solide + 2,5mL d'eau distillée) de l'échantillon à analyser et déposer dans des éprouvettes à bouchon (sans phénol). Ajouter de la solution de MgCl₂ (VII.9) à une des éprouvettes. La quantité de MgCl₂ est déterminée par la teneur en gras de l'échantillon. Le tableau 1 indique les quantités précises.

V.6.3.3 Incuber les deux aliquotes dans un bain-marie à 34°C pendant 01 heure.

V.6.3.4 Retirer les deux aliquotes du bain-marie.

V.6.3.5 Préparer une dilution de 1:6 en ajoutant 1 mL de l'aliquote qui contient le MgCl₂ à 5 mL du diluant correspondant préparé en 7.6.3.1 ci-dessus. Bien mélanger.

V.6.3.6 Utiliser une pipette pour déposer 1 mL de la fraction non diluée ne contenant pas de $MgCl_2$ (V.6.3.2) et 1mL de la fraction diluée contenant le $MgCl_2$ (V.6.3.5) dans des éprouvettes de 25 sur 150mm.

V.6.3.7 Analyser les deux fractions pour déterminer l'activité de la phosphatase de la même façon qu'en V.5.

V.6.3.8 Si la dilution à 1:6 qui contient le $MgCl_2$ a une activité égale ou supérieure à la fraction non diluée sans $MgCl_2$, on considère que l'unité d'échantillonnage est négative pour la phosphatase résiduelle. Ce résultat indique une réactivation de la phosphatase.

V.6.3.9 Si la fraction diluée contenant le $MgCl_2$ a moins d'activité que la fraction non diluée sans $MgCl_2$, et si l'épreuve initiale classique de la phosphatase a donné un résultat positif, on considère que l'unité d'échantillonnage est positive pour la phosphatase résiduelle.

Note : Si on laisse une unité d'échantillonnage susceptible de se réactiver reposer pendant plus de 04 heures à 16°C ou 2 heures à 21°C, il se peut que cette épreuve ne s'applique pas, car la phosphatase réactivée donnera les résultats de la phosphatase résiduelle. (Il peut être nécessaire d'utiliser les épreuves microbiologiques pour évaluer la qualité du produit).

Tableau 1

Quantité requise de $MgCl_2$ par rapport à la teneur en matières grasses du lait dans l'échantillon

Teneur en matières grasses du lait dans l'échantillon (%)	Solution de $MgCl_2$ par fraction de 5 mL (mL)
3-7	0,200
8-12	0,175
13-18	0,150
19-25	0,125
26-31	0,100
32-40	0,075

VI. INTERPRÉTATION

Il faut utiliser les tolérances indiquées ci-dessous, qui représentent l'activité maximale de la phosphatase alcaline mesurée à partir de la quantité de phénol libérée des produits laitiers, dans des conditions prescrites pour déterminer si le lot de produit analysé est conforme aux normes canadiennes sur les aliments.

L'activité de la phosphatase alcaline maximale permise pour chaque lot est représentée par une quantité de phénol libérée dans des conditions prescrites ne dépassant pas :

(1) 2 μ g de phénol par mL dans plus de deux des trois unités d'échantillonnage de lait ou d'autres produits laitiers liquides.

(2) 4 μ g de phénol par mL dans n'importe quelle unité d'échantillonnage de lait ou d'autre produit laitier liquide, comprise dans l'échantillon prélevé sur un lot.

(3) 5 μ g de phénol par mL dans plus de deux des trois unités d'échantillonnage de fromage ou d'autre produit laitier solide; et

(4) 10 μ g de phénol par mL dans n'importe quelle unité d'échantillonnage de fromage ou d'autre produit laitier solide, comprise dans l'échantillon prélevé sur un lot.

Tableau 2

Les tolérances :

Produit		n	Cm (µg)	M (µg)
lait	3	2	2	4
fromage	3	2	5	10

n = Nombre d'unités d'échantillonnage (sous-échantillons) qu'il faut examiner par lot.

c = Nombre maximal d'unités d'échantillonnage (sous-échantillons) par lot qui peuvent avoir une activité de la phosphatase alcaline (dosage du phénol) supérieure à la valeur prévue sous «m» sans enfreindre le règlement.

m = Activité de la phosphatase alcaline (dosage du phénol) maximale par mL ou g de produit laitier qui ne présente pas de risque (correspondant à une pasteurisation adéquate).

M = Activité de la phosphatase alcaline (dosage du phénol) maximale qui, si elle est dépassée par une unité d'échantillonnage (sous-échantillon) quelconque, rend le lot examiné non conforme au règlement.

VII. PRÉPARATION DES MILIEUX

VII.1 Tampon carbonate

Dissoudre 23 g de Na₂CO₃ anhydre et 20,3 de NaHCO₃ anhydre dans l'eau distillée et diluer à 2000 ml. pH final =9,80.

CQ : Vérifier si le tampon carbonate ne s'est pas détérioré en le chauffant à 85 ± 1°C pendant 2 min. Ajouter 2 gouttes de CQC fraîchement préparé à 10 mL de tampon et incubé à la température ambiante pendant 5 min. S'il y a formation d'une coloration, jeter le tampon.

VII.2 Substrat tamponné

Dissoudre 270±3 mg de phénylphosphate disodique (sans phénol) dans 250 mL de tampon carbonate.

CQ : Préparer immédiatement avant d'utiliser.

VII.3 Solution de carbonate de sodium à 8 % (p/v)

Dissoudre 80 g de Na₂CO₃ anhydre dans 1000mL d'eau distillée.

VII.4 Solution d'acides trichloroacétique et chlorhydrique

Dissoudre 125 ± 1 g d'acide trichloracétique dans de l'eau distillée, diluer à 250 mL avec de l'eau distillée. Avant d'utiliser, ajouter 250 mL de HCl (à environ 37%) et mélanger soigneusement.

CQ : Préparer la journée même de l'analyse

Mesure de sécurité : Porter des lunettes et des gants de sécurité appropriés pour manipuler ces produits chimiques.

VII.5 Solution au Calgon

Dissoudre 10g d'hexamétaphosphate de sodium dans de l'eau distillée et diluer à 100mL.

CQ : Le pH de cette solution doit être d'environ 6,3.

VII.6 Solution de 2,6-Dichloroquinonechloroimide (CQC) (à 0,02 % (p/v))

Dissoudre 10 mg de CQC dans 25 mL d'alcool éthylique absolu et ajouter 25mL d'eau distillée.

CQ : Conserver la solution au réfrigérateur (dans l'obscurité) pendant 02 jours au maximum.

VII.7 Solution-mère de phénol (1 000 $\mu\text{g/mL}$)

Dissoudre 100 ± 1 mg de cristaux secs de phénol dans de l'eau distillée et diluer à 100 mL.

VII.8 Solution diluée de phénol (2 $\mu\text{g/mL}$)

Utiliser une pipette volumétrique pour déposer 1 mL de solution-mère de phénol dans 500 mL de tampon carbonate (VII.1).

VII.9 Solution de chlorure de magnésium

Préparer une solution de MgCl_2 en dissolvant 100g de $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dans 25 mL d'eau distillée. Chauffer légèrement pour favoriser la dissolution. Verser la solution dans un flacon volumétrique de 100 mL, rincer le contenant initial plusieurs fois avec des portions de 5mL d'eau distillée et ajouter la solution de rinçage au flacon volumétrique. Laisser refroidir la solution et en porter le volume à 100mL. Cette solution contient 0,1196g de Mg par mL.