



**HAL**  
open science

# Modifications des propriétés fonctionnelles des poudres de protéines laitières: Impact de la concentration et du séchage

Pierre Schuck

► **To cite this version:**

Pierre Schuck. Modifications des propriétés fonctionnelles des poudres de protéines laitières: Impact de la concentration et du séchage. *Innovations Agronomiques*, 2011, 13, pp.71-99. 10.17180/1zta-n709 . hal-01454219

**HAL Id: hal-01454219**

**<https://hal.science/hal-01454219v1>**

Submitted on 29 May 2020

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

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



Distributed under a Creative Commons Attribution - NonCommercial - NoDerivatives 4.0 International License

## **Modifications des propriétés fonctionnelles des poudres de protéines laitières: Impact de la concentration et du séchage.**

Schuck P.<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> : INRA, UMR1253, F-35000 Rennes, France

<sup>2</sup> : Agrocampus Ouest, UMR1253, F-35000 Rennes, France

Correspondance : pierre.schuck@rennes.inra.fr

### **Résumé**

La concentration sous vide et le séchage par atomisation sont des techniques d'élimination d'eau utilisées pour stabiliser biologiquement la majorité des ingrédients laitiers. Le développement des technologies membranaires a permis de diversifier ces ingrédients en termes de composition avec un besoin de mieux comprendre les effets de la concentration membranaire, sous vide et du séchage par atomisation sur la qualité des poudres. De nombreuses publications ont montrés le rôle des protéines dans le transfert d'eau au cours du séchage et de la réhydratation. Le temps de séjour de la gouttelette et de la poudre dans une tour de séchage est si court qu'il est très difficile d'étudier les modifications de structures de protéines sans étudier les interactions procédés-produits. Toutefois, plusieurs travaux ont montré que les principaux changements sont obtenus avant séchage, lors des étapes de concentration et de traitements thermiques. Ainsi, après une introduction sur les poudres laitiers, cet article va dans un premier temps expliquer les procédés majeurs mis en œuvre dans la fabrication d'ingrédients protéiques laitiers en poudre, puis dans un deuxième temps détailler les différentes propriétés/qualités de ces poudres pour terminer sur les modifications biochimiques et physico-chimiques induites au cours du procédé technologique.

**Mots-clés:** Séchage par pulvérisation, procédé, poudre, protéines, propriété physico-chimique

### **Abstract: Modifications of functional properties of milk protein powder: impact of concentration and drying**

Vacuum concentration and dehydration by spray drying are valuable techniques for water evaporation, used to stabilize most dairy ingredients. In view of the increasing development of filtration processes, the dairy industry needs to better understand the effects of concentration and spray drying on the quality of protein powders. Several publications have reported that proteins have an important role in the mechanisms of water transfer during drying and rehydration. In a spray dryer, the residence time of the droplet and then the powder is so short that it is very difficult to study the mechanism of the structural changes in the protein without fundamental research into the process/product interactions. However, many papers report that the major modifications occur before spray drying, during the concentration by vacuum evaporation and the heat treatment. Following an extensive introduction on dairy powders, this article covers three major areas, i.e. an overview of major dairy powder processes, the properties of these powders and the effects on these processes on the powder qualities.

**Keywords:** Spray drying, process, powder, proteins, physico-chemical property

## Introduction

La déshydratation du lait puis des lactosérums avait à l'origine comme objectif de stabiliser ces produits afin d'en assurer le stockage et le report. Ces poudres étaient pour l'essentiel destinées à l'alimentation animale. Avec l'évolution de la politique agricole communautaire (mise en place des quotas et baisse progressive du soutien des prix), les industriels laitiers étaient contraints de rechercher une meilleure valorisation des surplus de la production laitière et également des co-produits générés par la transformation du lait en fromage (lactosérum) et de la crème en beurre (babeurre). Leurs efforts se sont portés immédiatement sur les fractions protéiques dont les qualités nutritionnelles et "techno-fonctionnelles" laissaient entrevoir de multiples applications. Il en résulte une évolution de la nature des poudres d'origine laitière au cours des vingt dernières années. Le tonnage global de poudre n'a guère évolué. Par contre, la production de poudre de lait a diminué, en contre partie, la production de poudre de lactosérum a progressé durant cette même période. Cette augmentation s'est répercutée sur tous les types de lactosérum et produits dérivés (concentrés protéiques). En 2009, les co-produits générés par les principales transformations laitières représentaient un peu plus de 50% de la matière sèche du lait transformé. Ces poudres de babeurre, de lactosérum et de lait écrémé ont constitué la 1<sup>ère</sup> génération de poudres laitières (Brulé, 2004).

A partir des années 80, l'industrie laitière de première transformation dont l'activité technologique concernait essentiellement l'extraction et la purification des protéines (caséines, caséinates, protéines solubles, ...), s'est développée. L'émergence des techniques séparatives sur membrane (microfiltration, ultrafiltration, nanofiltration et osmose inverse) a permis de généraliser l'obtention de diverses matrices protéiques telles que les concentrés de protéines laitières, les concentrés de protéines de lactosérum (CPL), les concentrés en caséines micellaires, le phosphocaséinate natif de calcium (PPCN), les concentrés de lactosérum déminéralisé sélectivement et les concentrés de lait épuré (Goudédranche et al., 1981 ; Fauquant et al., 1988 ; Schuck et al., 1994a,b ; Jeantet et al., 1996). Ces produits correspondent à la 2<sup>e</sup> génération de poudres laitières et sont exploités pour leurs propriétés nutritionnelles et/ou pour leurs propriétés technologiques.

Les connaissances acquises d'une part sur les mécanismes de texturation et de stabilisation des systèmes dispersés (mousse - émulsions) et d'autre part sur les relations entre les structures des protéines et leur fonctionnalité ont contribué à concevoir des traitements de nature physico-chimique, thermique, enzymatique qui permettent de fonctionnaliser les matrices protéiques. Des ingrédients fonctionnels de nature protéique aux propriétés texturantes, gélifiantes, filantes, moussantes, émulsifiantes, fromagères, etc. ont ainsi pu être développés. Ces ingrédients techno-fonctionnels constituent la 3<sup>e</sup> génération.

La maîtrise des séparations moléculaires associées éventuellement à des procédés d'hydrolyse enzymatique, a permis d'envisager à l'échelle industrielle d'isoler des protéines ( $\beta$ -caséine,  $\alpha$ -lactalbumine, lactoferrine, lactoperoxydase, etc.) ou de produire et purifier des fractions peptidiques de protéines diverses (caséinomacropéptide, phosphopeptide,  $\beta$ -casomorphine, etc.). Ces protéines et fractions peptidiques présentent des propriétés biologiques (transport, hypertensive, antithrombotique, immunostimulante, antistress, etc.) dont certaines sont déjà exploitées. Ces ingrédients bio-fonctionnels correspondent à la 4<sup>e</sup> génération (Brulé, 2004).

La plupart de ces bases protéiques utilisées comme ingrédients nutritionnels et/ou fonctionnels sont commercialisées sous forme déshydratée (Figure 1). Le "cracking" du lait en diverses formes séchées et stables a permis un renouveau dans l'utilisation des produits laitiers intermédiaires. Beaucoup de nouvelles utilisations de ces constituants sont ainsi apparues à travers la fabrication de produits de formulation, de substitution ou de matière première adaptée.

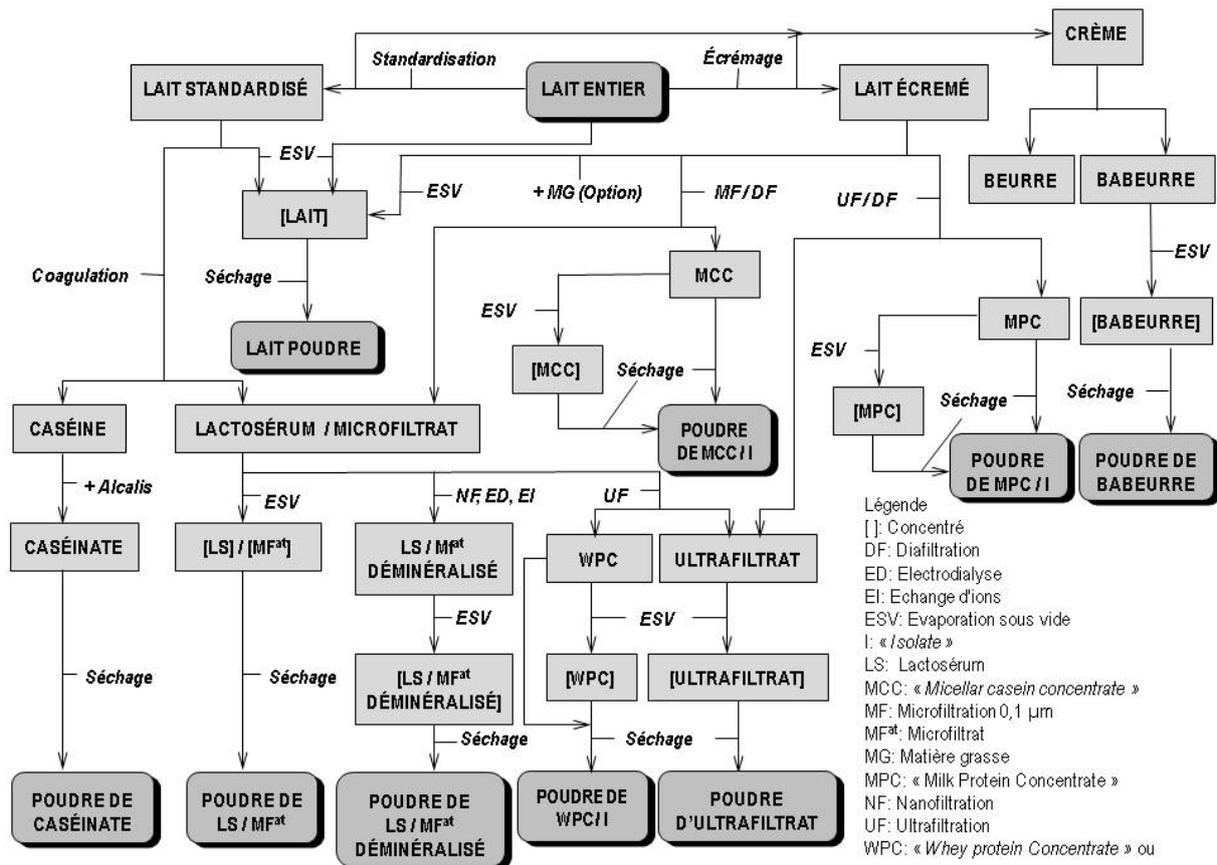


Figure 1 : Schéma représentant différents procédés de séparation et de stabilisation d'ingrédients majeurs du lait

La technique la plus employée pour la déshydratation des produits laitiers est le séchage par atomisation/pulvérisation. C'est à partir des années 70 que cette technique s'est imposée au monde industriel. Il existait peu ou pas de travaux scientifiques et techniques sur le séchage par atomisation et notamment sur l'incidence des paramètres de séchage et des caractéristiques physico-chimiques et microbiologiques des concentrés sur la qualité des poudres obtenues. Les industriels ont acquis une bonne maîtrise du séchage du lait et par la suite du lactosérum, souvent de façon empirique. Aujourd'hui, face à la diversité et à la complexité des préparations à sécher, une démarche plus rigoureuse basée sur des approches physico-chimiques et thermodynamiques s'impose. Une meilleure connaissance biochimique des produits avant séchage, des transferts d'eau au cours du séchage, des propriétés des poudres et des facteurs d'influence devient indispensable dans le secteur des produits industriels laitiers. Le manque de données techniques et économiques et de méthodes scientifiques, ne permet plus à l'industriel d'optimiser son installation en termes de coûts énergétiques et de qualité des poudres.

Une poudre d'origine laitière ne se caractérise pas uniquement par sa teneur en extrait sec. Elle possède également des caractéristiques biochimiques (composition protéique, glucidique, lipidique et minérale,...), microbiologiques et physiques (masse volumique, air intra et extra vacuolaire, granulométrie, solubilité, dispersibilité, mouillabilité, écoulement, éboulement, hygroscopicité,...) qui conditionnent sa qualité finale. Ces caractéristiques dépendent à la fois des paramètres de séchage (type de tour, type de pulvérisation soit par buses soit par turbines, caractéristiques des buses ou des turbines, recyclage des particules fines, conditions thermodynamiques de l'air : température, humidité relative (HR), vitesse) et des caractéristiques du concentré avant pulvérisation (composition et caractéristiques physico-chimiques, viscosité, thermo-sensibilité, disponibilité de l'eau) (Pisecky, 1986 ;

Masters, 1991). Une telle complexité ne permet pas de concevoir un modèle mathématique simple qui prendrait en compte tous ces paramètres. De plus, la qualité physique et biochimique de la poudre dépend de la diffusion de l'eau dans la matrice jusqu'à l'interface gouttelette - air qui est influencée par la composition du concentré à atomiser. Plusieurs auteurs ont tenté de modéliser les mécanismes de transfert d'eau et les cinétiques de séchage dans une gouttelette (Chen, 1994 ; Chen et Lin, 2005 ; Lin et Chen, 2006 ; Lin et Chen, 2007). Toutefois, la complexité des modèles mathématiques présentés ne permet pas aux industriels de les exploiter facilement. De plus, ces études, essentiellement axées sur le lait écrémé, sont difficilement extrapolables à d'autres bases laitières.

La polyvalence des procédés de déshydratation par pulvérisation, associée à la filtration tangentielle modifiant à la fois l'environnement physico-chimique, la pureté et les propriétés biochimiques des éléments, conduisent à une gamme de poudres ayant des propriétés physiques et fonctionnelles variables. Or, peu d'indices physico-chimiques permettent à l'industriel d'appréhender les paramètres de séchage de ces nouveaux concentrés laitiers. Il en est de même pour la caractérisation des nouvelles poudres laitières. Les analyses de solubilité, dispersibilité et mouillabilité, dont les méthodes sont issues de celles appliquées aux poudres de lait (Haugaard Sorensen et al., 1978 ; ADPI, 1990) donnent des résultats insuffisants et inadaptés ne recouvrant qu'imparfaitement les fonctionnalités nouvelles recherchées (Schuck, 2002).

L'objectif de ce papier est de décrire les modifications des propriétés fonctionnelles des poudres de protéines laitières engendrées par la concentration et le séchage.

## 1. Présentation générale des opérations technologiques

Les opérations technologiques les plus fréquemment mises en œuvre pour stabiliser biologiquement un produit laitier sont présentées dans la figure 2.

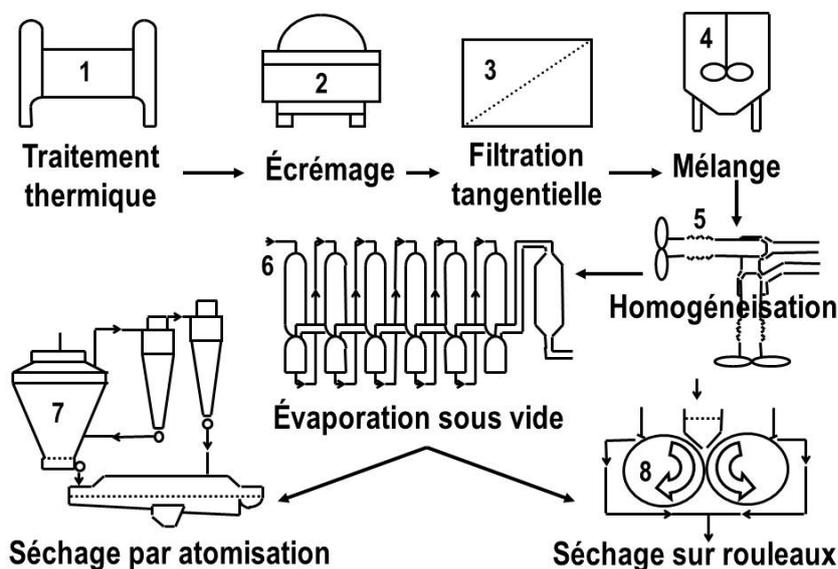


Figure 2 : Présentation générale des opérations technologiques appliquées en industrie laitière

Les matières premières sont traitées thermiquement dès leur entrée (Point n°1 ; Figure 2) puis soumises à des traitements de centrifugation (Point n°2 ; Figure 2) pour séparer soit la matière grasse, soit les éléments dispersés : fines particules de caséines. Les matières premières clarifiées, traitées thermiquement ou non, peuvent entrer directement dans diverses formules ou être soumises à des opérations de concentration différentielle (Point n°3 ; Figure 2) (microfiltration, ultrafiltration, nanofiltration). Les concentrés ainsi obtenus peuvent être, après formulation éventuelle (Point n°4 ; Figure 2), soumis à une homogénéisation (Point n°5 ; Figure 2) puis à une concentration

supplémentaire par évaporation sous vide (ESV) (Point n°6 ; Figure 2) pour être finalement séchés soit par atomisation/pulvérisation (Point n°7 ; Figure 2), soit par passage sur cylindres chauffants (Point n°8 ; Figure 2).

### 1. Traitements thermiques

Les traitements thermiques ont pour principal objectif de réduire la charge microbienne mais également dans certains cas de modifier les caractéristiques structurales des protéines en vue d'améliorer certaines propriétés fonctionnelles (Guo et al., 1996). Ces traitements, dans le cas du lait, peuvent aller des conditions de pasteurisation (72°C - 15 s) à des conditions de stérilisation (120°C - 3 min ou 140°C - 2 s) avec des préchauffages éventuels entre 85 et 95°C. Ils visent notamment à réduire l'activité protéolytique présente dans le lait (plasmine, protéases microbiennes). Il est à noter qu'en amont du traitement thermique, l'écémage est généralement réalisé dans la phase montante, à une température comprise entre 40 et 60°C.

Dans le cas des lactosérums, l'intensité des traitements thermiques est plus faible en raison de la thermo-sensibilité des protéines solubles et du risque de précipitation de phosphate de Ca. Dans certains cas, on cherche à insolubiliser auparavant des éléments constitutifs du lactosérum (phosphate de Ca, phospholipides) pouvant être des freins au transfert de masse et de chaleur dans les opérations technologiques de filtration et d'évaporation et pouvant déprécier la qualité fonctionnelle des produits. L'ajustement du pH à 7,0, l'apport de Ca ionique et le traitement thermique permettent d'insolubiliser les éléments minéraux et phospholipidiques qu'il suffit d'éliminer soit par filtration, soit par centrifugation (Fauquant et al., 1985<sub>a,b</sub>, Maubois et Ollivier, 1992).

### 2. Concentration différentielle par filtration tangentielle

Les séparations par membranes répondent particulièrement bien aux spécifications de qualité et de conservation de l'activité biologique des produits traités. N'impliquant ni changement de phase de l'eau des produits à traiter, ni réactions chimiques et/ou d'élévation de température, elles conviennent particulièrement au traitement des fluides biologiques pour lesquels les effets dégradants des traitements thermiques sont connus.

La composition des matières premières peut être modifiée tout en réduisant la teneur en eau en mettant en œuvre des membranes dont le diamètre des pores peut varier du nanomètre (nanofiltration, NF) au micromètre (microfiltration, MF). La classification des procédés de filtration est arbitraire et se fait généralement sur la base de deux critères que sont d'une part la nature et l'intensité de la force de séparation et d'autre part la taille ou la nature des espèces à séparer ou encore la taille des pores de la membrane qui joue le rôle de barrière sélective.

Les procédés les plus largement utilisés en industrie laitière sont l'osmose inverse (OI), la NF, l'ultrafiltration (UF) et la MF. Ces techniques de filtration sont dites de filtration tangentielle puisque le fluide à traiter circule tangentiellement à la membrane, donc perpendiculairement au vecteur de transfert qui est la différence de pression au travers de la membrane. Cette pression transmembranaire force l'écoulement du solvant à travers la membrane.

L'OI est essentiellement utilisée pour préconcentrer les lactosérums jusqu'à une teneur de 18 à 22% de matière sèche (MS) ou les laits écrémés de 9 à 18% de MS.

La NF permet de concentrer tous les éléments organiques et de séparer une fraction des sels monovalents (KCl, NaCl, ...) (Jeantet et al., 1996). La NF couvre un domaine de séparation intermédiaire entre l'OI et l'UF (Eriksson, 1988). Elle permet de concentrer jusqu'à 20-22 % de MS et de déminéraliser de 25 à 60 % le lactosérum (Jelen, 1991). Cette technique permet ainsi d'envisager la

fabrication de poudres de lactosérum déminéralisées avec des coûts de fonctionnement de 25 à 55 % inférieurs à ceux du procédé combiné ESV - Electrodialyse (ED) et une charge polluante des effluents réduite (rétention quasi totale du lactose). Des études récentes montrent l'énorme potentiel de la NF pour le pré-traitement de produits laitiers liquides (Jeantet et al., 1996).

L'UF concentre exclusivement la fraction protéique sans modifier les caractéristiques de la phase solvante puisque le lactose et les sels minéraux solubles ne sont presque pas retenus. Le niveau de concentration sera limité, de par l'évolution de la viscosité, à un facteur de réduction volumique (FRV) entre 6 et 7 dans le cas du lait et de 30 dans le cas du lactosérum, correspondant dans les deux concentrés à une teneur en protéine de l'ordre de 180-190 g.kg<sup>-1</sup> et à un degré de pureté des protéines (Protéines / Extrait sec) d'environ 70-75 %. Pour atteindre des niveaux de pureté supérieurs, il faut procéder à une diafiltration qui consiste à laver en continu le concentré protéique par apport d'eau contenant éventuellement des solutés de nature minérale pour éviter une trop forte réduction ionique qui pourrait altérer la solubilité des protéines (Maubois et Mocquot, 1971 ; Maubois et Ollivier, 1992).

La MF appliquée au lait permet d'accroître le rapport Caséines / Protéines solubles d'un facteur de 4,5 pour le lait à 10 pour un FRV de 6,0. Pour aller au-delà, comme dans le cas de l'ultrafiltration, il faut procéder à une diafiltration réalisée essentiellement avec de l'eau (Fauquant et al. 1988 ; Pierre et al., 1992 ; Schuck et al., 1994a,b).

Dans un procédé technologique de déshydratation, l'insertion de techniques à membranes présente un triple intérêt :

- Réduction de la teneur en eau à un coût énergétique faible car il n'y a pas de changement d'état (3 à 10 kWh / tonne de perméat)
- Modifications physico-chimiques limitées en raison d'une part des faibles températures mises en œuvre (10 à 50°C) et d'autre part d'une concentration limitée voire inexistante des solutés de nature minérale pour la MF et l'UF,
- Possibilité de réaliser facilement des produits à composition biochimique variable.

### **3. Formulation - Homogénéisation**

L'apport dans la base protéique laitière d'autres éléments de nature glucidique, lipidique, protéique et de micro-éléments (minéraux, vitamines, arômes, ...) peut se faire à trois niveaux :

- Mélange à l'état liquide, avant la concentration par ESV ou avant le séchage (Co-séchage),
- Mélange dans la chambre de séchage, soit à l'état solide, soit à l'état liquide (Bi-atomisation),
- Mélange après le séchage (Mélange à sec).

Les caractéristiques et les propriétés des poudres ainsi obtenues, pour une même composition, peuvent être différentes suivant les technologies mises en œuvre. Un traitement mécanique (homogénéisation) peut s'effectuer si la formulation est réalisée en milieu liquide en amont de la concentration par ESV ou en amont du séchage. Ce traitement entraîne plusieurs changements physiques du lait entier tels qu'une augmentation de la viscosité due à l'absorption des protéines sur les globules gras, une augmentation de la tension de surface et une diminution de l'aptitude à la coagulation. Suivant les paramètres mis en œuvre lors de l'homogénéisation (température, pression), ces changements influenceront la qualité des poudres obtenues comme cela sera décrit dans le paragraphe 3 de ce chapitre.

#### 4. Concentration par évaporation sous vide (ESV)

La concentration par ESV peut être une fin en soi ou une phase préparatoire à une opération ultérieure. Elle connaît de multiples applications : concentration de sirop, de jus de fruit, de lait, de co-produit ..., pré-concentration avant cristallisation (sucrierie, lactosérum) ou avant séchage complémentaire (produits laitiers).

##### a. Principes

La concentration par évaporation est un procédé d'élimination de l'eau par ébullition avec pour fluide caloporteur la vapeur (dite primaire) qui cède sa chaleur latente au produit à évaporer. La surface de chauffe en contact avec le produit compartimente donc l'appareil en un évaporateur (éliminant la vapeur secondaire) et un condenseur de vapeur. Tout évaporateur doit être considéré comme un échangeur de chaleur latente dont le transfert limitant est le transfert de chaleur interne à travers la couche de produit à concentrer.

La plupart des concentrateurs par évaporation travaillent sous vide partiel. En effet, quand la vapeur se condense, il y a une contraction énorme du fluide. Avec une source froide de capacité suffisante, une condensation à une température inférieure à 100°C peut avoir lieu. La pression de vapeur correspondante est alors inférieure à la pression atmosphérique. L'évaporateur travaille donc sous vide. Dans un évaporateur multiple effet, entre deux étages successifs, s'établit une chute de température de la vapeur (sans quoi, il n'y aurait pas de transfert de chaleur). Afin que le système fonctionne, il faut donc une chute de la température d'ébullition d'un étage à l'autre, ce qui nécessite une chute de pression. Le gradient de pression régnant entre la tête et la queue de l'installation est alors assuré par la pompe à vide branchée sur le condenseur recueillant la vapeur extraite du dernier étage. La température maximale d'ébullition dans les concentrateurs de l'industrie laitière est généralement inférieure à 70°C.

L'évaporation sous vide est utilisée pour deux raisons principales. Premièrement, pour une pression de vapeur de chauffage donnée, l'écart de température entre la vapeur et le produit est plus grand, ce qui permet soit d'augmenter la capacité évaporatoire, soit de doter l'évaporateur d'un plus grand nombre d'effets et de réduire ainsi la consommation de vapeur. Deuxièmement, l'emploi du vide permet d'évaporer des solutions à des températures plus faibles limitant ainsi les dénaturations thermiques par exemple.

Toute évaporation doit satisfaire à trois impératifs industriels que sont une capacité évaporatoire élevée, une consommation énergétique spécifique faible et une aptitude à préserver la qualité du produit concentré

##### b. Matériel

Depuis les premiers appareils qui fonctionnaient en batch dans des cuves chauffées par un faux fond ou des serpentins, les évaporateurs ont évolués dans le sens d'une adaptation aux produits traités, d'où leur grande diversité. Les principaux types sont les évaporateurs à flot grim pant, les évaporateurs à plaques, les évaporateurs rotatifs et les évaporateurs tubulaire à flot tombant (ou à film descendant) (Figure 3).

Ces derniers sont les plus utilisés dans l'industrie laitière. En effet, le principal progrès par rapport aux appareils à flot grim pant est une amélioration du transfert thermique grâce à de meilleures conditions d'écoulement du liquide. Comme dans le cas des évaporateurs à flot grim pant et à circulation naturelle, le corps de chauffe est vertical et de type tubulaire, mais dans ce cas, le liquide entre par le haut de l'appareil et s'écoule par gravité en formant un film contre les parois internes des tubes. Il est indispensable que toute la surface de chauffe soit en permanence en contact avec le produit faute de quoi, il risque d'y avoir à l'endroit non couvert une surconcentration donnant lieu à un dépôt. Le flot tombant apporte essentiellement les avantages suivants : l'excellence du transfert thermique, le temps

de séjour faible, la possibilité de multiplier les effets et le faible volume de liquide. Les inconvénients majeurs de ces appareils sont leur encombrement, surtout dans le sens vertical par rapport aux évaporateurs à plaques par exemple, et leur difficulté de démontage.

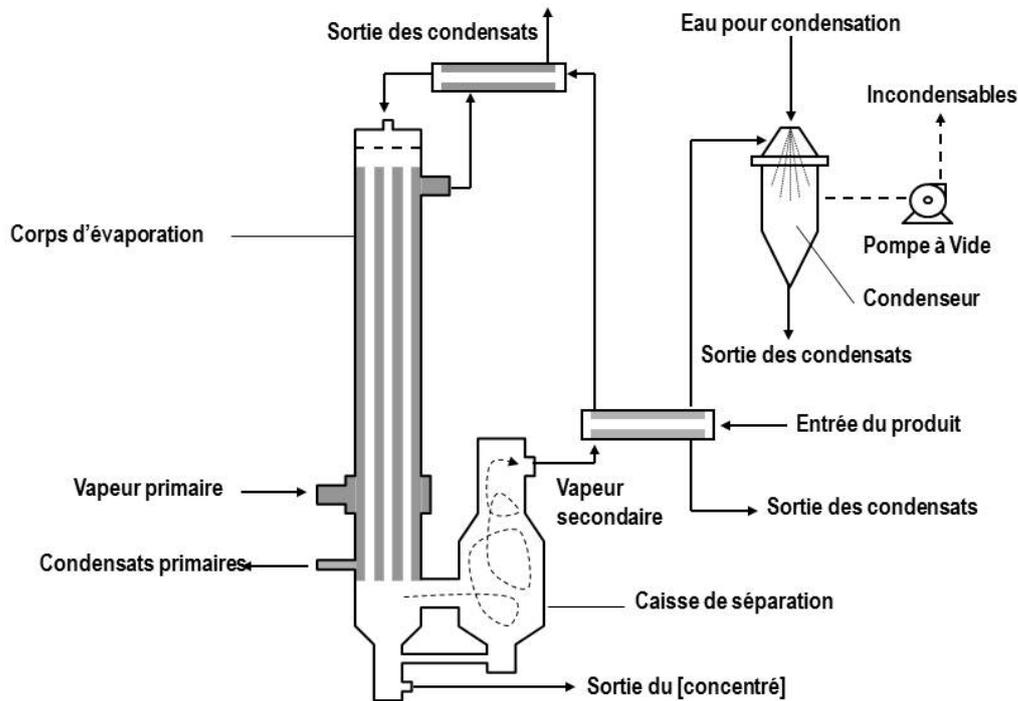


Figure 3 : Principe d'évaporateur tubulaire à flot tombant sous vide (Jeantet et al., 2006)

### c. Energie

Un évaporateur est chauffé par de la vapeur qui se condense sur une surface d'échange et celle-ci transmet son enthalpie de vaporisation à la solution en ébullition qui se trouve de l'autre côté de la surface d'échange. La solution émet à son tour de la vapeur qui peut soit être condensée dans un condenseur (simple effet), soit être utilisée pour le chauffage d'un autre évaporateur, identique au premier et fonctionnant à une température inférieure (multiple effet) (Figure 4).

Le bilan enthalpique d'une évaporation à simple effet fait ressortir les deux points. La condensation d'une tonne de vapeur primaire entraîne l'évaporation d'une tonne d'eau du produit traité. L'enthalpie massique de la vapeur secondaire ainsi obtenue est légèrement inférieure à celle de la vapeur primaire. Cette double constatation incita les équipementiers à réutiliser la vapeur secondaire en tant que vapeur de chauffe pour un effet suivant. Un système en cascade de  $n$  effets peut être ainsi conçu lorsqu'une tonne de vapeur primaire se condense au niveau du premier effet, une tonne d'eau environ s'évapore au niveau de chaque effet, soit globalement,  $n$  tonnes pour l'installation totale. La consommation énergétique spécifique du système devient alors  $1/n$  tonne de vapeur primaire par tonne d'eau extraite du produit, soit environ  $700/n$  kWh. La consommation de vapeur est théoriquement inversement proportionnelle au nombre d'effets. Cependant le coût de l'investissement de l'installation est plus important (Mafart, 1996).

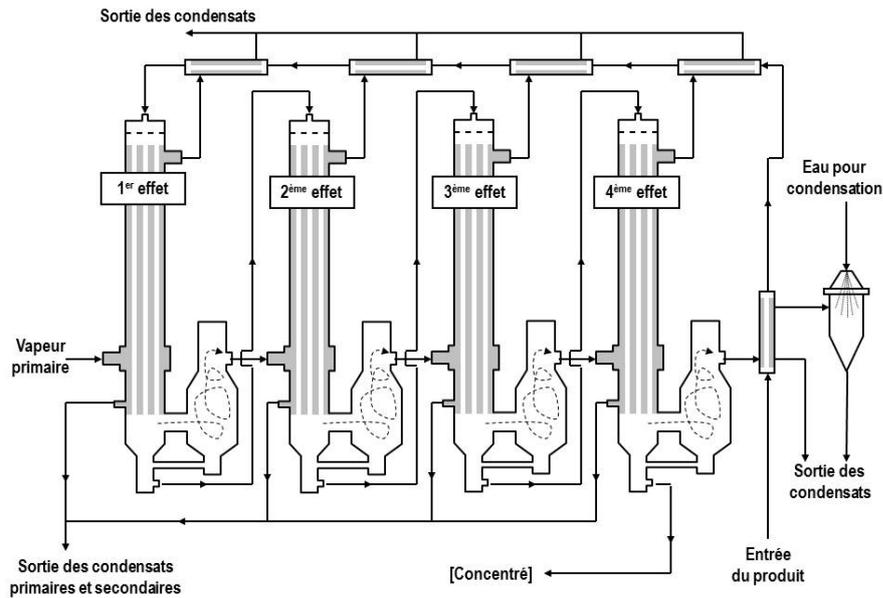


Figure 4 : Principe d'évaporateur tubulaire à flot tombant sous vide multiple effet (Jeantet et al., 2006)

Le choix du nombre optimal d'effets est un problème d'ordre économique. Le prix de revient d'une opération d'évaporation doit prendre en compte cinq paramètres essentiels que sont les charges fixes (amortissement + entretien minimal), la main d'œuvre (exploitation + entretien), le coût de la vapeur de chauffage, le coût de l'eau froide pour le condenseur, et l'énergie mécanique (moteur électrique, ...).

Les installations actuelles permettent une meilleure réutilisation de la vapeur. Ainsi, les buées peuvent être comprimées afin d'augmenter leur niveau enthalpique puis réutilisées dans le procédé technologique. Pour cela, il existe deux procédés : la thermocompression (TC) ou compression thermique et la recompression mécanique de vapeurs (RMV) ou turbocompression.

Le thermocompresseur n'est autre qu'un éjecteur à vapeur qui fonctionne selon le même principe qu'une trompe à vide. La récupération d'énergie réalisée par le thermocompresseur dépend du rapport entre le débit de vapeur aspirée et le débit de vapeur motrice. Elle n'est intéressante que si l'on dispose d'une pression motrice de vapeur supérieure à 0,6 MPa.

Au lieu de recycler une partie seulement de la vapeur secondaire, un recyclage total peut se réaliser grâce à la RMV. Cela permet de remonter l'enthalpie de la vapeur secondaire au niveau de celle de la vapeur primaire. La RMV est une pompe à chaleur ouverte. Ainsi, en dehors de la vapeur de surchauffe, la RMV ne consomme que de l'électricité. La RMV est rentable si le prix du kWh est inférieur à 3 fois le prix du kg de vapeur. Outre leur bon rendement, leur simplicité et leur standardisation, les compresseurs par RMV présentent l'avantage de régler facilement la capacité évaporatoire par différents moyens : variations des températures d'ébullition par modification des pressions régnant dans l'évaporateur, des ventelles ou de la vitesse de rotation de la turbine.

Aujourd'hui, le choix entre la TC et la RMV est un exercice économique entre le gain énergétique et l'investissement. En tout cas, l'utilisation de ces deux techniques permet à l'industriel de limiter significativement sa consommation énergétique. Ce gain peut être évalué à l'équivalent d'un ou deux effets supplémentaires.

Pour résumer cette partie concernant l'énergie de la concentration par ESV, les différents points importants à optimiser pour l'amélioration des bilans énergétiques sont au niveau du préchauffage des solutions, de la récupération de la chaleur des condensats, de la récupération de la chaleur des concentrés, du multiple effet, de l'utilisation du vide, de l'utilisation de la thermocompression, et de l'utilisation de la recompression mécanique de vapeurs.

#### **d. Intérêt de la concentration par ESV**

L'intérêt de concentrer divers produits d'origine laitière par ESV tient essentiellement à des raisons techniques et économiques d'une part (augmentation de la teneur en MS, réduction de la consommation d'énergie) et qualitatives d'autre part.

Le facteur influençant directement la qualité du concentré est le couple temps-température. En effet, suivant la durée et l'intensité de la concentration, des paramètres tels que le taux d'azote protéique de lactosérum non dénaturé (WPNI) (Haugaard Sorensen et al., 1978), la teneur en MS, la viscosité, la teneur en micro-organisme seront modifiés et agiront directement sur les propriétés et les qualités des poudres. La viscosité du concentré à sécher influence la qualité de la poudre (masse volumique, solubilité, etc.) par une variation de la taille des gouttelettes pulvérisées (Schuck et al., 2005a). Pour avoir une pulvérisation optimale, la viscosité du concentré à sécher ne doit pas dépasser 200 mPa.s après concentration par membrane et par évaporation sous vide. Ceci correspond à un extrait sec (ES) de 50-55% pour un lait écrémé, de 55-60% pour un lactosérum et de 20-25% pour des isolats de protéines.

### **5. Séchage**

Le séchage industriel du lait est utilisé depuis le début du siècle. Le premier dispositif de séchage du lait fut celui à rouleaux ou à cylindres de Just et Hatmaker, breveté en 1902. Ce n'est que vers 1930 que s'est développé dans l'industrie le séchage par atomisation (Masters, 1991). Le retard du séchage par atomisation s'explique sans doute par le faible coût d'investissement et énergétique du séchage sur rouleaux. Le séchage par atomisation s'est alors développé dans l'industrie laitière après la seconde guerre mondiale. En effet les installations de séchage sur rouleaux d'une part ne pouvaient alors plus sécher la totalité des excédents laitiers et d'autre part donnaient des poudres dont les qualités biochimiques et physiques ne correspondaient plus aux besoins.

### **6. Séchage sur cylindres chauffants**

Les séchoirs sur cylindres ne sont plus utilisés dans l'industrie laitière que pour des applications particulières telles que la réalisation de poudre de lait à forte teneur en matières grasses libres ou à forte réaction de Maillard pour l'industrie de la chocolaterie ou la réalisation de certaines poudres de caséinates.

#### **a. Principes**

Le flux thermique étant transmis par une surface chaude en contact avec le produit, le séchage sur cylindre est un procédé de séchage par ébullition. L'évaporation de l'eau est dépendante de l'apport de la chaleur latente d'évaporation. Cet apport est effectué par conduction, au contact du produit à partir d'une surface chauffée (par de la vapeur entre 130 et 150°C). Le transfert de chaleur s'effectue en principe de façon proportionnelle à la différence de température entre le fluide chaud (dont la température est en principe constante) et le liquide en ébullition sous la pression considérée (Loncin, 1961).

#### **b. Matériel**

L'appareil est constitué de deux cylindres rapprochés, à axes horizontaux, et chauffés intérieurement avec de la vapeur d'eau. Le produit liquide, plus ou moins pâteux, est versé entre les deux cylindres tournant lentement et en sens inverse. Il se forme alors une pellicule sur la surface des cylindres qui se dessèche rapidement et qui est détachée par un couteau racleur. La vapeur d'eau éliminée est aspirée par une hotte au-dessus des cylindres (Figure 5).

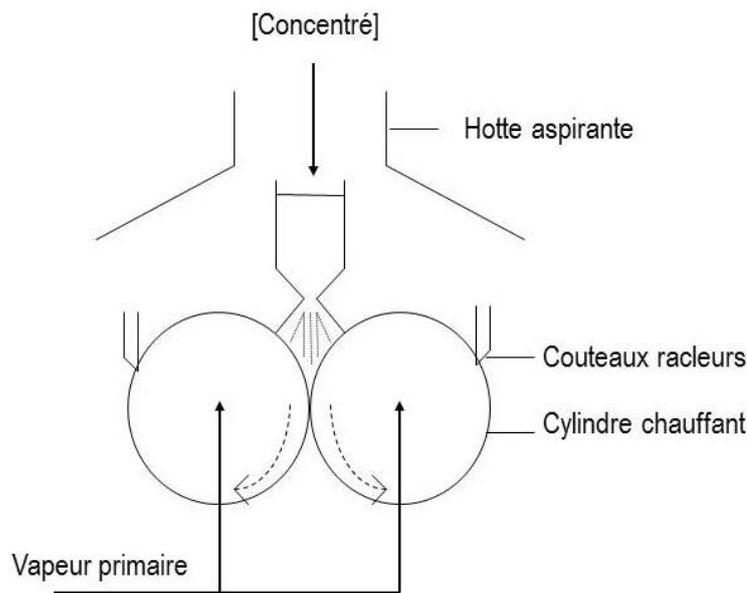


Figure 5 : Schéma de principe du séchage sur doubles cylindres (Jeantet et al., 2006)

### c. Energie

La phase de mise en température suivant l'introduction du produit est extrêmement courte. Il s'en suit une phase de très fort flux d'ébullition, nettement supérieur au flux thermique traversant la paroi de la surface de chauffe, laquelle se refroidit sensiblement. La consommation de vapeur est de l'ordre de 1,3 t de vapeur / t d'eau évaporée, ce qui correspond à une consommation spécifique d'énergie thermique d'environ 900 kWh par tonne d'eau éliminée. Le séchage sur cylindres est une technique intéressante du point de vue énergétique. Cela est d'autant plus vrai que les concentrations initiales des produits peuvent être élevées. Par exemple, un caséinate de sodium (Na) à haute viscosité avec un extrait sec de 400 g.kg<sup>-1</sup> se sèche très bien sur cylindres alors que la MS ne peut excéder 220 g.kg<sup>-1</sup> lorsqu'il est séché par atomisation. La haute viscosité engendrée par un caséinate de Na n'est pas un facteur limitant pour le séchage sur cylindres contrairement au séchage par atomisation.

### d. Qualité des poudres

Dans l'industrie laitière, le séchage sur cylindres a été dépassé par d'autres techniques telles que le séchage par atomisation, parce que le procédé est réputé pour ses exigences thermiques (température de chauffe comprise entre 120 à 130°C ; temps de séjour compris entre 2 à 20 s) et son inaptitude à répondre aux nouveaux besoins qualitatifs (solubilité > 99%, dispersibilité > 95 %, WPNI maximum, faible teneur en matières grasses libres, ...) des utilisateurs de poudres. Le tableau 1 montre les différences qualitatives existant entre des poudres réalisées sur cylindres et des poudres réalisées par atomisation. Un des avantages des produits traités sur cylindres est qu'ils ne sont pas en contact avec l'oxygène de l'air puisqu'une enveloppe protectrice de vapeur d'eau entoure le cylindre sur une grande partie du séchage.

	Poudre de lait écrémé séchée sur cylindres chauffants	Poudre de lait écrémé séchée par atomisation
Matière sèche (%)	96,0	96,2

Indice de solubilité (%)	94,6	> 99,5
Indice de dispersibilité (%)	88,0	98,9
Filtration	A	A
WPNI (mg d'N.g <sup>-1</sup> de poudre)	7,0	9,2

**Tableau 1** : Qualités d'une poudre de lait écrémé séchée par atomisation et séchée sur cylindres

## 7. Le séchage par atomisation / pulvérisation

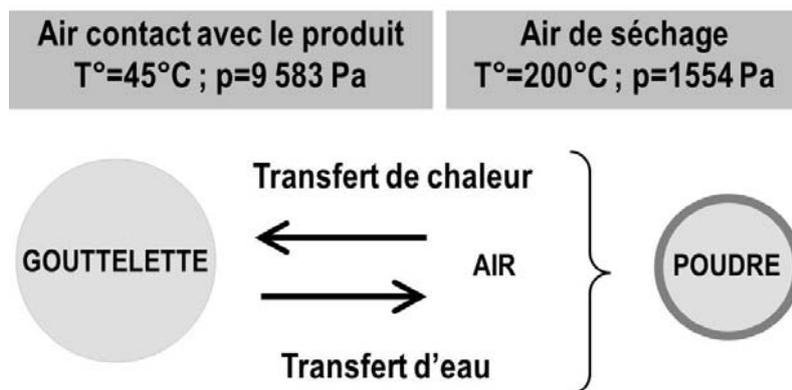
Depuis plus de quarante ans, le séchage par atomisation / pulvérisation est la technique de séchage la plus employée dans l'industrie laitière. L'expansion des ateliers de séchage de lait et de produits laitiers par pulvérisation remonte aux années 70. En effet, c'est à partir de cette date qu'il y a eu une augmentation des capacités évaporatoires des tours d'atomisation de 1000 kg à 6000 kg d'eau.h<sup>-1</sup>. Récemment, des tours de 25000 kg d'eau.h<sup>-1</sup> ont été installées en Océanie et en Asie.

### a. Principes

Le séchage par pulvérisation, souvent appelé séchage par atomisation, est une technique de séchage particulaire. Il consiste à pulvériser le produit à sécher (qui se présente sous forme liquide ou en suspension) dans un courant de gaz chaud de manière à obtenir une poudre. Le séchage par pulvérisation est également un séchage par entraînement. En effet, lorsqu'un corps humide est placé dans un courant d'air (ou un autre gaz) suffisamment chaud et sec, il s'établit spontanément entre ce corps et l'air un écart de température et de pression partielle d'eau tel :

- qu'un transfert de chaleur s'effectue de l'air vers le produit sous l'effet de l'écart de température,
- qu'un transfert d'eau s'effectue en sens inverse du fait de l'écart de pression partielle d'eau entre l'air et la surface du produit (Figure 6).

L'air sert donc à la fois de fluide chauffant et de gaz vecteur pour l'eau enlevée. Entrant chaud et sec dans la tour de séchage, il ressort humide et refroidit. La figure 6 montre que la température de surface du produit (45°C) est nettement inférieure à celle demandée pour le séchage par ébullition à la pression atmosphérique (100°C).



**Figure 6** : Transfert couplés de chaleur et d'eau entre une gouttelette et l'air de séchage (Jeantet et al., 2006)

La vitesse de séchage est proportionnelle à trois facteurs :

- La surface d'évaporation, créée par le diamètre des particules. La pulvérisation augmente la surface d'échange.

- La différence entre les pressions partielles de l'eau, au niveau de la particule et de l'air de séchage. Un assèchement de l'air et/ou une augmentation de la température de l'air permet d'augmenter la différence de pression partielle de l'eau entre la particule et l'air de séchage.
- La vitesse de migration de l'eau de l'intérieur de la particule vers sa surface (Sougnez, 1983). Ce facteur est essentiel dans la préservation ou non de la qualité des poudres. En effet, il est important qu'il y ait toujours de l'eau à la surface du produit afin que ce dernier soit le plus longtemps possible à la température humide. Cette vitesse dépend du coefficient de diffusion de l'eau qui varie selon la composition biochimique, la teneur en eau et la température de la gouttelette. Mistry et Hassan, (1991a,b), Schuck et al. (1994a,b, 1998b, 2007) montrent que la composition biochimique des concentrés protéiques laitiers influence la migration de l'eau de l'intérieur de la gouttelette vers la surface lors de la pulvérisation, sans pour autant calculer un coefficient de diffusion de l'eau.

### **b. Matériel**

Au niveau de la pulvérisation, il existe trois types de pulvérisateurs à savoir, la turbine centrifuge, les buses sous pression de liquide et la buse bi-fluide

Au niveau du circuit d'air, l'aspiration de l'air atmosphérique se fait au travers de filtres dont le type dépend des conditions locales et de la nature du produit à traiter. Le chauffage de l'air peut s'effectuer de deux façons différentes : par chauffage direct (gaz) et/ou par chauffage indirect (vapeur, gaz, huile, électricité).

Concernant l'enceinte de séchage ou la chambre, cette dernière est de forme cylindrique ou cylindro-conique suivant les installations et le type de pulvérisateur.

Au niveau de la séparation des particules, la majeure partie du produit ayant été recueillie en bas de la chambre de séchage, le séparateur a pour but de récupérer les particules fines entraînées par l'air. De façon courante, les installations sont équipées de cyclones. Suivant les unités de séchage et leur configuration, les particules fines peuvent être réincorporées à différents endroits de façon à modifier les propriétés physiques des poudres résultantes. D'autres systèmes de séparateurs de particules fines telles que les laveurs d'air ou les filtres à manches sont utilisés dans les installations industrielles de séchage, essentiellement en complément des cyclones, pour limiter les rejets dans l'atmosphère. Les dernières normes européennes exigent que ces rejets soient inférieurs à 40 mg.Nm<sup>-3</sup> d'air pour un débit massique supérieur à 1 kg.h<sup>-1</sup> de poussières ou à 100 mg.Nm<sup>-3</sup> d'air pour un débit massique inférieur à 1 kg.h<sup>-1</sup> de poussières.

### **c. De l'atomisation "simple effet" à l'atomisation "multiple effet"**

La conception d'une unité d'atomisation "simple effet" ou "un temps" est telle que le temps de séjour dans la tour de séchage est très court (20 à 60 secondes en moyenne). Ainsi, il n'y a pas de réel équilibre entre l'humidité de l'air et celle du produit. De ce fait, la température de sortie de l'air de séchage doit être plus élevée ; le rendement thermique de l'unité est alors amoindri (Masters, 1991).

Le séchage "deux effets " ou "deux temps " consiste à limiter le séchage par atomisation au profit d'un procédé à temps de séjour plus long (plusieurs minutes), et donc plus proche de l'équilibre thermodynamique. Le produit à la sortie de l'unité de séchage par atomisation devra avoir une humidité maximale compatible avec une évacuation continue et un maintien de conditions d'exploitation acceptables. Ceci entraîne une sensible diminution de la température d'air de sortie, et également une augmentation de la température d'entrée. Le séchage final, pour obtenir l'humidité résiduelle requise, a lieu dans un lit fluidisé interne ou externe vibrant (vibro-fluidiseur) dont les débits d'air et les températures de traitement sont plus faibles que dans la chambre et donc mieux adaptés à la préservation qualitative de la poudre (Masters, 1991).

Le principe du séchage "deux temps" indiquait clairement la voie à suivre pour réduire les coûts de séchage et améliorer les performances des unités : transférer la plus grande partie possible du séchage

de la phase "atomisation" à la phase "fluidisation". La limite est le début de collage entre le produit humide et les parois. Ce contact est inévitable compte tenu de la turbulence interne nécessaire à l'échange thermique. L'élimination de cette limite nécessitait de reprendre entièrement la conception de la phase "atomisation" ; le résultat de cette étude a été la naissance du séchage "trois temps" ou "trois effets" ou "multiple effet" (MSD : Multi Spray ou System ou Stage Drying), le plus grand progrès réalisé dans ce domaine depuis l'apparition du séchage par atomisation. Ne pouvant pas éliminer les parois de l'unité, on a cherché à éviter tout contact entre celles-ci et le produit humide ; ce dernier est stabilisé et séché dans un lit fluidisé à l'intérieur de l'unité ou lit fluidisé interne ou lit statique (Sougnez, 1983 ; Pisecky, 1985 ; Knipschildt, 1986 ; Masters, 1991) (Figure 7).

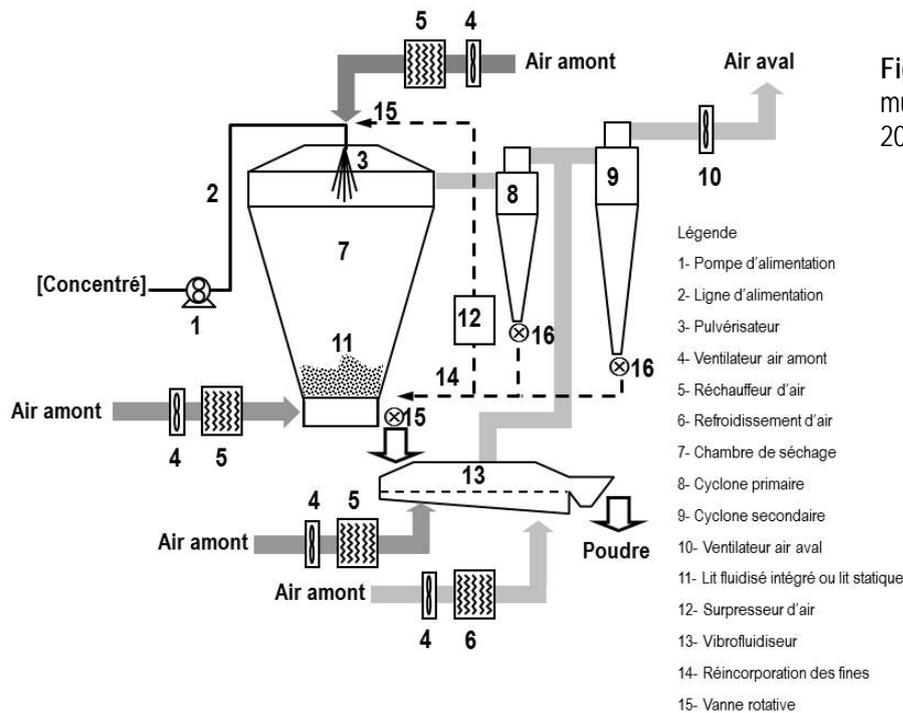


Figure 7 : Tour de séchage multiple effet (Jeantet et al., 2006)

L'optimisation du procédé, libéré de ses contraintes initiales, a permis une remarquable amélioration des performances, et de plus, le produit obtenu est généralement de meilleure qualité. Les divers avantages se situent au niveau de l'amélioration du rendement thermique, de la réduction de l'encombrement du matériel, de la diminution sensible des rejets atmosphériques, de l'amélioration de la qualité du produit (Pisecky, 1990).

#### d. Energie

Pour calculer des rendements énergétiques, Bimbenet et al. (2002) définit deux critères : la consommation énergétique massique (CEM) et le rapport de consommation énergétique (RCE) d'un séchoir. La CEM est la quantité de chaleur à fournir pour sécher l'unité de masse d'eau. Elle est exprimée en kJ par kg d'eau évaporée. Le RCE est le rapport entre la CEM et l'énergie latente de vaporisation de l'eau, à la température moyenne  $T$  du produit au cours du séchage ( $\Delta h_{v,T}$ ). Le  $RCE_T$  s'exprime en kg de vapeur par kg d'eau évaporée. Les calculs de la consommation énergétique d'une tour de séchage multiple effet sont plus complexes du fait des nombreuses entrées et sorties d'air. Toutefois, Schuck et al. (1998a, 2005b) et Zhu et al. (2009) proposent une méthode de calcul utilisant le diagramme enthalpique de l'air humide.

Le séchage par pulvérisation est en théorie un séchage isenthalpique (Masters, 1991). L'énergie nécessaire à la vaporisation de l'eau est exactement égale à celle apportée par l'air chaud. Au cours du séchage des gouttelettes, il s'établit entre l'air et les gouttelettes un double transfert de chaleur et de masse. Tant que la gouttelette reste humide en surface, sa température ( $T_s$ ) est égale à la température

humide de l'air ( $T_e$ ). A titre d'exemple, quand un air sec est chauffé à 200°C ou à 300°C, la température humide de cet air est respectivement de 45°C ou de 53°C. Le transfert de chaleur et le transfert de masse s'équilibrent. L'évaporation est constante et rapide. Il s'agit de la période à allure constante de séchage ou d'évaporation superficielle de l'eau. A partir du moment où la gouttelette commence à être sèche à l'extérieur, il se crée une résistance au transfert de masse. Plus le front d'évaporation migre au centre de la particule, plus cette résistance augmente et plus la vapeur d'eau doit diffuser au travers des porosités de la particule sèche. Le séchage est ralenti, le taux d'évaporation diminue et la température de la particule augmente.  $T_s$  quitte la valeur de  $T_e$ , ce qui correspond au passage à la période de ralentissement. L'intérieur du produit s'échauffe par conduction. De ce fait, l'enthalpie n'est plus tout à fait respectée. La température du produit tend alors vers celle de l'air  $T$ . Le séchage s'arrête lorsque  $T_s = T$ . L'activité de l'eau ( $a_w$ ) du produit est alors égale à l'HR de l'air. A partir du moment où la température du produit a tendance à augmenter, des dégradations qualitatives de la poudre peuvent survenir. C'est pourquoi, le transfert d'eau de l'intérieur vers la surface de la gouttelette est donc un paramètre primordial qu'il faudrait appréhender au mieux afin de prévoir le comportement de l'eau dans un produit au cours du séchage, en fonction de sa composition biochimique (Schuck et al., 2009).

Concernant les coûts énergétiques de différentes opérations unitaires vues précédemment, l'élimination de l'eau par les techniques à membranes est globalement 10 fois moins chère que par ESV, qui est, elle, 10 fois moins chère que le séchage par atomisation lui-même 5 fois moins cher que la lyophilisation (Masters, 1991 ; Westergaard, 1994). Le choix de la technologie à utiliser pour éliminer de l'eau se fait en fonction du coût énergétique mais également en fonction de la préservation de la qualité du produit.

## 2. Qualité des produits laitiers déshydratés

La qualité des différentes poudres dépend de nombreux facteurs dont la qualité du produit avant séchage et la qualité de l'opération de séchage proprement dite.

Pisecky (1981) et Masters (1991) classent les principales propriétés des poudres laitières en 2 catégories telles que les propriétés inhérentes au produit (propriétés biochimiques, microbiologiques, ...) et les propriétés inhérentes au procédé (propriétés de base, propriétés fonctionnelles et défauts).

Pour clarifier ce paragraphe concernant la qualité des poudres laitières, ces propriétés sont classées en 5 parties dont les propriétés biochimiques et physico-chimiques, les propriétés microbiologiques, les propriétés technologiques, les propriétés nutritionnelles et les propriétés fonctionnelles

### 1. Propriétés biochimiques et physico-chimiques

La qualité biochimique et physico-chimique des poudres dépend essentiellement de la nature des différentes opérations technologiques mises en œuvre pour la réalisation de poudre d'origine laitière. Dans ce paragraphe, seul la teneur en eau et l' $a_w$  des poudres sont traitées.

#### a. Teneur en eau

La teneur en eau, ou humidité, d'une poudre de lait est définie par la perte de masse de ce produit soumis à la dessiccation à poids constant à  $103 \pm 2^\circ\text{C}$  et est exprimée en pourcentage en masse (Amariglio, 1986). La teneur en eau résiduelle maximale d'une poudre de lait écrémé doit être de 4 % et celle d'une poudre de lait entier (26% MG) de 2,5 %. Bien évidemment, la teneur en eau a une influence considérable sur l'aptitude à la conservation de la poudre.

Les facteurs (paramètres thermodynamiques de l'air de séchage ; conditions d'atomisation ; qualités physico-chimiques du concentré avant atomisation) influençant la teneur en eau d'une poudre sont rassemblés dans la figure 8 selon Pisecky (1981) et Schuck (2009). Une variation de  $10^\circ\text{C}$  de la

température d'air d'entrée ou de  $1^{\circ}\text{C}$  de la température d'air de sortie ou de  $3,6 \text{ g d'eau.kg}^{-1}$  d'air sec de l'air d'entrée entraîne une variation de  $0,2 \%$  de l'humidité de la poudre, à débit d'air constant. Ainsi, cela montre parfaitement bien le rôle des caractéristiques thermodynamiques de l'air. Un autre paramètre essentiel pour le contrôle de l'humidité des poudres est la taille des gouttelettes. Pour un temps donné de séjour en chambre d'atomisation, une gouttelette plus grosse séchera moins bien qu'une gouttelette plus fine et sera finalement plus humide ; le transfert d'eau de l'intérieur vers l'extérieur de la gouttelette est, dans ce cas, beaucoup plus long. La figure 8 montre que la taille des gouttelettes dépend des conditions d'atomisation (type de pulvérisation : buses ou turbine) et/ou de la qualité physico-chimique du concentré. En ce qui concerne la pulvérisation, l'augmentation de la taille de la gouttelette avec un système à buse se fait soit en augmentant la taille de l'orifice de la buse, soit en diminuant la pression de pulvérisation. Avec un système à turbine il suffit de diminuer la vitesse de la turbine ou d'augmenter le diamètre de la turbine (Masters, 1991 ; Westergaard, 1994). Au niveau de la physico-chimie, un des paramètres modifiant la taille des gouttelettes est la viscosité (Masters, 1991). Ainsi, tous les paramètres qui influencent la viscosité (température du concentré, conditions de pasteurisation, MS du concentré, conditions d'homogénéisation, ...) interviennent indirectement sur la taille des gouttelettes et donc sur l'humidité finale de la poudre (Figure 8).

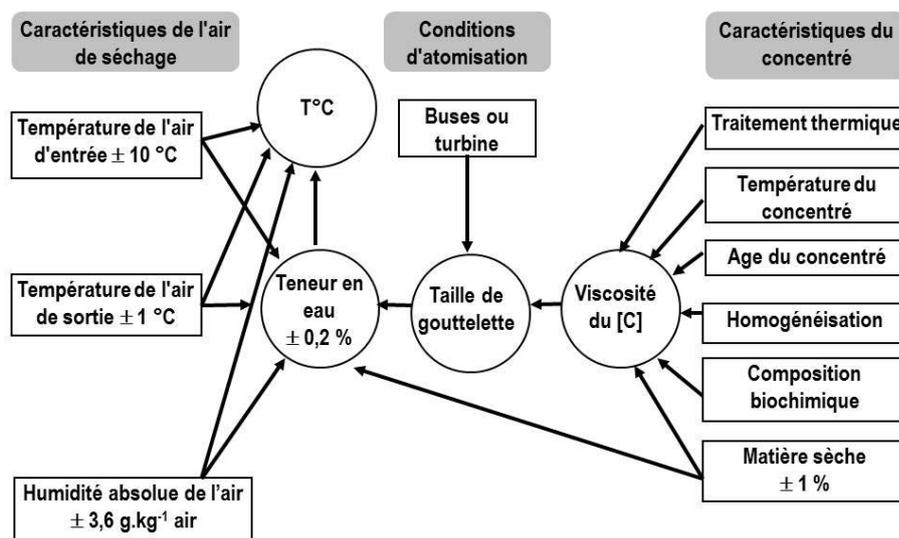


Figure 8 : Paramètres intervenant dans la teneur en eau d'une poudre (Pisecky, 1981 ; Schuck, 2009)

## b. Activité de l'eau ( $a_w$ )

L' $a_w$  d'un produit permet de rendre compte de la disponibilité de l'eau en tant que solvant ou réactif.

La mesure de l' $a_w$  d'un produit consiste à déterminer l'humidité relative (HR) (à l'aide d'un capteur de pression par exemple) d'une petite quantité d'air placée à l'équilibre avec un échantillon du produit à étudier en quantité telle que sa teneur en eau ne varie pas avec sa mise en équilibre. Parallèlement à la mesure de l' $a_w$ , il existe une relation entre l' $a_w$  et la teneur en eau du produit à mesurer  $n_p$  (kg d'eau / kg de MS) à une température donnée. Cette relation représente l'isotherme de sorption sous une forme sigmoïde. Ces isothermes de sorption reflètent la capacité d'adsorption de l'eau mais aussi de rétention de l'eau. Les isothermes de sorption varient en fonction de la température et également d'un aliment à l'autre. Ces isothermes sont la résultante du comportement des divers constituants chimiques de l'aliment vis-à-vis de l'eau. Par exemple, les protéines et l'amidon retiennent davantage l'eau, dans la région inférieure des isothermes, que les lipides et les substances cristallines. Grâce aux isothermes de sorption, la teneur en eau idéale pour une conservation optimale d'une poudre donnée peut être déterminée. C'est ainsi que pour une  $a_w$  de  $0,2$ , la teneur en eau d'une poudre de lait se situe à  $4 \%$  (réglementée), celle d'un lactosérum entre  $2$  et  $3 \%$  et celle d'un caséinate à  $6 \%$  (réglementée).

L'isotherme de sorption d'une poudre permet également d'appréhender les conditions de stockage et de savoir comment la poudre va réagir en fonction de l'HR de l'air en équilibre avec la poudre au cours du stockage, à une température donnée.

## 2. Propriétés microbiologiques

Comme les propriétés biochimiques, les propriétés microbiologiques dépendent essentiellement de la qualité initiale du produit et de la nature des opérations technologiques. Les différents traitements technologiques (traitement thermique, bactofugation, Bactocatch®) subis par le produit avant séchage conditionnent la qualité microbiologique de la poudre. Au cours du séchage, Boyaval et Schuck (1994) observent que l'atomisation détruit une partie de la flore initialement présente dans le produit, mais que cette destruction est plus limitée qu'avec les traitements technologiques amont cités précédemment.

## 3. Propriétés technologiques

L'utilisation de lait reconstitué à partir de poudres se justifie pour diverses raisons économiques, alimentaires, diététiques, géographiques et accessoirement organoleptiques et techniques. Par exemple, elle permet de répondre aux besoins des pays où la production laitière est insuffisante ou de faire du report de lait pour des pays dont la variation saisonnière de la production laitière est importante (cas du lait de chèvre ou de brebis).

Les poudres de lait utilisées pour la technologie fromagère doivent présenter d'une part une qualité microbiologique conforme à la législation et d'autre part une aptitude fromagère identique à un lait non déshydraté. Ces deux points vont dépendre de la qualité du lait utilisé et de l'intensité des traitements thermiques que va subir ce lait lors de sa transformation en poudre. Pour satisfaire ces impératifs microbiologiques et technologiques, Gilles et Lawrence (1981) et Shaker et al. (1988) préconisent un traitement de pasteurisation HTST ("high temperature, short time") de 75 °C pendant 12 s sur le lait avant séchage, de façon à garantir une qualité bactériologique tout en préservant une bonne aptitude à la coagulation. Toutefois, ces conditions s'appliquent seulement si le lait de départ est de bonne qualité microbiologique. Dans le cas contraire, le traitement thermique appliqué au lait doit être plus drastique, ce qui compromet ainsi l'aptitude à la coagulation du lait reconstitué (Van Hooydonk et al., 1987 ; Singh et al., 1988 ; Ferron-Baomy, 1992). En effet, la majeure partie des problèmes technologiques rencontrés au cours de la transformation fromagère des laits reconstitués à partir de poudre résultent d'une perte de l'aptitude à la coagulation consécutive à la formation d'un complexe entre la caséine  $\kappa$  et la  $\beta$ -lactoglobuline ( $\beta$ -Lg) induit sous l'effet des traitements thermiques nécessaires lors de la fabrication des poudres (pasteurisation, concentration par ESV, séchage). La formation du complexe caséine  $\kappa$  et  $\beta$ -Lg via les résidus cystéyles 11 et 88 de la caséine entraîne une modification de la conformation tridimensionnelles autour de la liaison Phe<sub>105</sub>-Met<sub>106</sub>. Cette modification a deux types de conséquences : d'une part, le degré d'affinité entre le site actif de la chymosine et la liaison 105-106 est abaissé (vitesse initiale d'hydrolyse en décroissance), probablement en raison de l'élévation de l'électronégativité de la molécule de caséine  $\kappa$ , due à la fixation de la  $\beta$ -Lg ; d'autre part, l'accessibilité stérique des liaisons Phe-Met diminue avec l'intensité du chauffage entraînant une baisse de la teneur final en caséino macro peptide total (Dalgleish, 1990). En se fixant sur la caséine  $\kappa$  sous l'effet du traitement thermique, la  $\beta$ -Lg diminuerait la capacité d'agrégation des particules micellaires, par augmentation de l'électronégativité et par diminution de l'hydrophobicité, et donc par augmentation des forces de répulsion électrostatique ; augmentation à l'origine de l'accroissement des temps de prise et de la réduction des vitesses de raffermissement dans les laits chauffés (Dalgleish, 1990).

Lorsque la qualité microbiologique des laits mis en œuvre est médiocre, le traitement thermique HTST ne convient pas pour la préparation d'une poudre de lait "low heat" destinée à la technologie fromagère.

Par contre, la MF tangentielle (diamètre de pore : 1,4  $\mu\text{m}$  ; procédé Bactocatch<sup>®</sup> ; Trouvé et al., 1991) suivie d'une concentration par ESV à basse température et d'un séchage par atomisation s'avère une technologie tout à fait adaptée pour la réalisation d'une poudre "low heat" (WPNI = 9,2 mg d'azote par g de poudre) ; le lait reconstitué à partir de cette poudre présente une coagulation à la présure identique à celle du lait cru initial et également une qualité microbiologique conforme à la législation et à la technologie fromagère (Schuck et al., 1994a).

La qualité technologique d'une poudre destinée à la fromagerie peut être améliorée en réduisant la teneur en protéines solubles. La mise en œuvre de la MF tangentielle avec des pores de 0,1  $\mu\text{m}$  permet de fabriquer une poudre de phosphocaseinate natif de Ca (PPCN) selon les travaux de Fauquant et al. (1988), Pierre et al. (1992) et Schuck et al. (1994a,b). Comparés à un lait cru, le temps de prise du PPCN reconstitué à 3 % à partir de la poudre est réduit de 53 % et la fermeté à 30 min est améliorée de 50 %. L'enrichissement du lait en caséine par MF 0,1  $\mu\text{m}$  permet d'améliorer significativement la productivité surtout pour les fromages à pâte dure (Maubois et Ollivier, 1992). En outre, l'élimination partielle des protéines solubles qui en résulte, limite les effets négatifs des traitements thermiques sur la coagulation à la présure dus à la formation du complexe caséine  $\kappa$ - $\beta$  Lg, (Kannan et Jenness, 1961 ; Shalabi et Wheelock, 1977). Ces résultats ont été utilisés par Quiblier et al. (1991) pour développer une nouvelle poudre "medium" ou "high heat" dont l'aptitude à la transformation fromagère est identique voir supérieure à celle du lait cru (El Shiekh et al., 1994 ; Garem et al., 2000).

#### **4. Propriétés nutritionnelles**

La qualité nutritionnelle des poudres laitières dépend énormément de l'intensité des différents traitements thermiques au cours du procédé technologique. Les traitements thermiques induisent des changements physico-chimiques qui tendent à diminuer la disponibilité des nutriments (destruction de vitamines, diminution de la teneur en lysine disponible, dénaturation des protéines solubles) ou à produire des composés nutritionnellement intéressants tels que le lactulose (Schaafsma, 1989).

#### **5. Propriétés fonctionnelles**

##### **a. Taille des particules**

La taille des particules des poudres, déterminée par granulométrie, est une caractéristique majeure dans la mesure où ce paramètre intervient dans de nombreuses propriétés physiques et fonctionnelles (écoulement, masse volumique, solubilité, mouillabilité, ...). La taille des particules sèches est essentiellement influencée par la taille des gouttelettes au moment de la pulvérisation. La figure 8 a déjà permis de montrer l'influence physico-chimique du concentré sur la viscosité et donc sur la taille des gouttelettes.

##### **b. Masse volumique**

La masse volumique des poudres de lait est une propriété importante du point de vue économique, commercial et technologique. Une poudre à masse volumique élevée permet de réduire le coût de transport calculé en fonction du volume (Pisecky, 1980). La masse volumique a également des conséquences sur certaines propriétés fonctionnelles des poudres et en particulier sur les propriétés d'hydratation. La masse volumique s'exprime en  $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ .

La masse volumique des poudres laitières est une propriété complexe qui dépend de facteurs primaires tels que la masse volumique vraie ou absolue du produit, le taux d'air occlus dans chaque particule et la teneur en air interstitiel entre chaque particule (Westergaard, 1994).

Ainsi, la masse volumique apparente ("bulk density") comprend la masse volumique vraie ou absolue de chaque constituant, l'air dans chaque particule (air occlus) ainsi que l'air entre chaque particule (air interstitiel). Elle est essentiellement influencée par les caractéristiques du concentré, de l'air de séchage et de la poudre, plus précisément par le traitement thermique du concentré, l'aération du concentré et capacité moussante, la température du concentré, la matière sèche du concentré, la température de l'air d'entrée, la température de l'air de sortie, la taille des particules de poudre, et l'humidité résiduelle des poudres.

### c. Propriétés d'hydratation

L'aptitude à la reconstitution du lait à partir d'une poudre dans de l'eau est une propriété essentielle pour les industriels utilisateurs d'ingrédients déshydratés en phase liquide. Cette propriété se caractérise essentiellement par trois indices de reconstitution qui sont la solubilité (IS), la dispersibilité (ID) et la mouillabilité (IM). A ces trois indices, il faut ajouter la mesure d'hygroscopicité souvent déterminée dans le cas des poudres de lactosérum. Ces propriétés dépendent d'une part, de la composition de la poudre et de l'affinité entre ses composants et l'eau et d'autre part, de l'accessibilité de l'eau en termes de structure (porosité et capillarité) aux constituants de la poudre (Gaiani et al., 2005 ; Schuck et al., 2007).

### d. Solubilité

La solubilité est un critère essentiel dans le contrôle de la qualité des poudres laitières destinées à être réincorporées en phase aqueuse. Elle permet de déterminer l'aptitude d'une poudre à se solubiliser dans des conditions préalablement définies. L'insoluble est défini comme étant le sédiment résultant de la centrifugation utilisée par ces méthodes. Une poudre de lait est soluble si son IS est supérieur à 99 % ou si la teneur en insoluble est inférieure à 1 %. De nombreux paramètres mis en œuvre lors du séchage par atomisation affectent considérablement la solubilité tels que l'augmentation de la viscosité, l'augmentation des températures de l'air d'entrée et de sortie, la composition biochimique des poudres, la structure des protéines, la taille des particules et les conditions de reconstitution.

### e. Dispersibilité

La dispersibilité d'une poudre dans l'eau représente son aptitude à se briser en particules pouvant passer à travers un tamis dont le diamètre des pores est défini préalablement. La dispersibilité est probablement le meilleur critère pris isolément pour évaluer le caractère "instantané" d'une poudre de lait, puisque dans une certaine mesure, elle est influencée par les autres propriétés de réhydratation (solubilité et mouillabilité).

D'après ces normes, une poudre de lait est dispersible si son ID est supérieur à 90 % pour du lait écrémé et supérieur à 85 % pour du lait entier. Cependant, avec l'amélioration de la technologie du séchage par atomisation, Westergaard (1994) considère qu'une poudre de lait est dispersible si son ID est supérieur à 95 %. Différents facteurs influencent la dispersibilité tels que la teneur en protéines, le profil granulométrique, la température de l'air de sortie, et les conditions de reconstitution.

### f. Mouillabilité

La mouillabilité, aptitude d'une poudre à s'immerger après avoir été déposée à la surface de l'eau (Haugaard Sorensen et al., 1978), reflète la capacité de la poudre à absorber de l'eau à sa surface (Cayot et Lorient, 1998). La mesure de cet indice consiste à mesurer le temps nécessaire à une certaine quantité de poudre pour pénétrer dans l'eau à travers sa surface libre au repos. Selon Haugaard Sorensen et al. (1978), une poudre est mouillable si son IM est inférieur à 20 secondes. Il faut également associer à la mouillabilité, l'aptitude au gonflement de la poudre. En effet, lorsqu'une poudre de protéines absorbe de l'eau, elle gonfle progressivement. Puis, la structure de la poudre disparaît lorsque les divers constituants, essentiellement les protéines, sont solubilisés ou dispersés. Parmi les facteurs influençant la mouillabilité, il y a la présence de grosses particules primaires, la

réintroduction des fines, la masse volumique de la poudre, la porosité et la capillarité des particules de poudre ainsi que la présence d'air, la présence de matières grasses à la surface des particules de poudre et les conditions de reconstitution.

#### **g. Hygroscopicité et cristallisation du lactose**

L'hygroscopicité d'une poudre est caractérisée par sa teneur en humidité finale après avoir été introduite dans un air à HR contrôlée (80 % par exemple), dans des conditions définies. Cette méthode convient particulièrement aux poudres de lactosérum ou riches en lactose mais peut être utilisée pour toutes les autres poudres laitières. Une poudre est considérée non hygroscopique si le pourcentage d'hygroscopicité est inférieur à 10 % (Haugaard Sorensen et al., 1978 ; Westergaard, 1994). Elle dépend du caractère hydrophile et hygroscopique des constituants de la poudre (lactose  $\pm$  cristallisé) et de la taille des particules.

#### **h. Ecoulement - Eboulement**

L'aptitude d'une poudre à bien s'écouler est une propriété importante pour tout ce qui concerne le stockage, la vidange, le pesage, le mélange, la compression, le transfert, etc. L'étude de cette propriété est très complexe tout comme la mise point des méthodes adéquates et l'interprétation des résultats. Carr (1965) et Svarovsky (1987) ont décrit plusieurs méthodes de mesures d'écoulement des poudres. La méthode décrite par Carr (1965) permet de déterminer deux comportements : l'écoulement et l'éboulement ou foisonnement. L'écoulement (indice compris entre 0 et 100) fait intervenir la mesure de l'angle de repos, l'angle de spatule, la cohésion et la compressibilité. L'éboulement (indice compris entre 0 et 100) fait intervenir la mesure de l'angle de chute, l'angle de différence, la dispersibilité dans l'air et la valeur de la mesure de l'indice d'écoulement. D'autres méthodes sont également utilisées pour apprécier l'écoulement d'une poudre telle que la mesure du temps nécessaire à un volume de poudre donné pour sortir d'un tambour rotatif à travers un système de fente donné (Haugaard Sorensen et al., 1978 ; Pisecky, 1986).

### **3. Modifications biochimiques et physico-chimiques induites au cours du procédé technologique**

Au cours des différentes étapes du procédé technologique, les produits subissent différents traitements thermiques associés à une réduction de la teneur en eau dans les évaporateurs et les séchoirs. Ceci se traduit par une augmentation de la concentration de tous les éléments constitutifs, un accroissement de la viscosité et une réduction du pH consécutive à une augmentation de la force ionique. Ces traitements thermiques appliqués dans des conditions physico-chimiques évolutives modifient les constituants du lait et l'organisation structurale des éléments dispersés, des micelles de caséine et des globules gras. Il en résulte des changements au niveau des caractéristiques nutritionnelles, organoleptiques et fonctionnelles des poudres. Ce chapitre présente les modifications physico-chimiques majeures induites au cours du procédé technologique de la fabrication des poudres d'origine laitière.

#### ***1. Dénaturation des protéines***

Au cours des différentes opérations technologiques impliquant des transferts thermiques (pasteurisation, évaporation, séchage), les protéines solubles sont dénaturées. Cette dénaturation peut se limiter à des changements conformationnels sans perte de solubilité, plus ou moins favorables d'un point de vue fonctionnel. Mais cette dénaturation peut également aller jusqu'à l'agrégation irréversible et la gélification, ce qui d'une part déprécie la qualité des produits et d'autre part favorise l'encrassement des surfaces d'échange thermique d'où une réduction des coefficients de transfert de chaleur. Les températures comprises entre 65 et 75°C sont des températures critiques pour l'ensemble des

protéines solubles. Selon Larson et Roller (1955) et Dannenberg et Kessler (1988), au pH du lait et à la concentration protéique initiale, l'ordre de sensibilité à la chaleur des différentes protéines du lait est :

Immunoglobuline > Bovine Sérum Albumine >  $\beta$ -Lactoglobuline >  $\alpha$ -Lactalbumine.

Dans le cas du lactosérum, l'insolubilisation et l'encrassement peuvent être très prononcés même dans le cas de faibles traitements thermiques. Le lait, par contre peut supporter des traitements plus intenses. En effet, les protéines solubles, notamment la  $\beta$ -Lactoglobuline ( $\beta$ -Lg), protéine majeure, réagissent avec les micelles de caséine ; ceci limite donc l'insolubilisation mais modifie les caractéristiques des micelles. Depuis les années 30, il est connu que des traitements thermiques appliqués à des températures supérieures à 60°C et pendant quelques secondes à quelques minutes affectent la coagulation à la présure du lait (Powell et Palmer, 1935). Le temps de coagulation du lait augmente lorsque l'intensité du chauffage appliqué s'accroît (Pyne, 1945). Ainsi, il en résulte une perte de l'aptitude à la transformation du lait en fromage (Van Hooydonk et al., 1987 ; Singh et al., 1988 ; Ferron-Baomy, 1992). Le principal facteur responsable de l'allongement du temps de prise du lait semble être le complexe thermo-induit entre la caséine  $\kappa$  et la  $\beta$ -Lg (Wilson et Wheelock, 1972 ; Wilson et al., 1974 ; Shalabi et Wheelock, 1976 ; Shalabi et Wheelock, 1977). Dans le cas du lait, les conditions des traitements thermiques seront déterminées en fonction de l'utilisation ultérieure de la poudre.

La dénaturation des protéines solubles est un indicateur de l'intensité du traitement thermique et de la qualité de la poudre. L'indice d'azote protéique de lactosérum (WPNI : "Whey Protein Nitrogen Index") et la teneur en azote non caséinique (NCN : "Non Casein Nitrogen") sont couramment utilisés pour classer les poudres selon leur historique thermique. Le WPNI est une mesure indirecte de l'intensité du traitement thermique appliqué au lait pendant le traitement de déshydratation. Il est à la base de la classification décrite dans le tableau 2. La détermination de cet indice se réalise généralement selon les méthodes décrites par Haugaard Sorensen et al. (1978), Amariglio (1986) ou l'ADPI (1990). La figure 9 donne une indication des traitements thermiques à appliquer suivant le WPNI désiré (Pisecky, 1986).

Les points critiques se situent au niveau du traitement de pasteurisation de la matière première, des premiers effets de la concentration par ESV et du séchage. Le traitement thermique de la matière première peut être réduit si la charge microbienne initiale est très faible. Si ce n'est pas le cas, il est possible de procéder à une épuration microbienne par MF tangentielle.

Classes	WPNI (mg d'N.g <sup>-1</sup> de poudre)
Low heat	≥ 6,0
Medium heat	4,5 - 5,99
Medium high heat	1,51 - 4,49
High heat	≤ 1,5

**Tableau 2** : Classification des poudres de lait écrémé selon le "WPNI"

Au niveau de l'évaporation, les températures de traitement peuvent varier de 45 à 75°C et les temps de séjour sont de l'ordre d'une à deux minutes par effet. Dans un évaporateur multiple effet, la température du produit diminue lorsque le taux de concentration augmente. Outre les effets du traitement thermique notamment au niveau des premiers corps d'évaporation, il faut également prendre en considération l'incidence de la concentration des solutés minéraux et organiques et de l'augmentation de la force ionique. En effet, cela induit une chute du pH de 6,7 à 6,2 à 45 % de matières sèches (Howat et Wright, 1934) ainsi qu'un fort déplacement du Ca et du phosphate soluble vers la micelle de caséine (Le Graët

et Brulé, 1982 ; Schuck et al., 1994a). Il en résulte un accroissement de la taille des micelles de caséine (Walstra et Jenness, 1984).

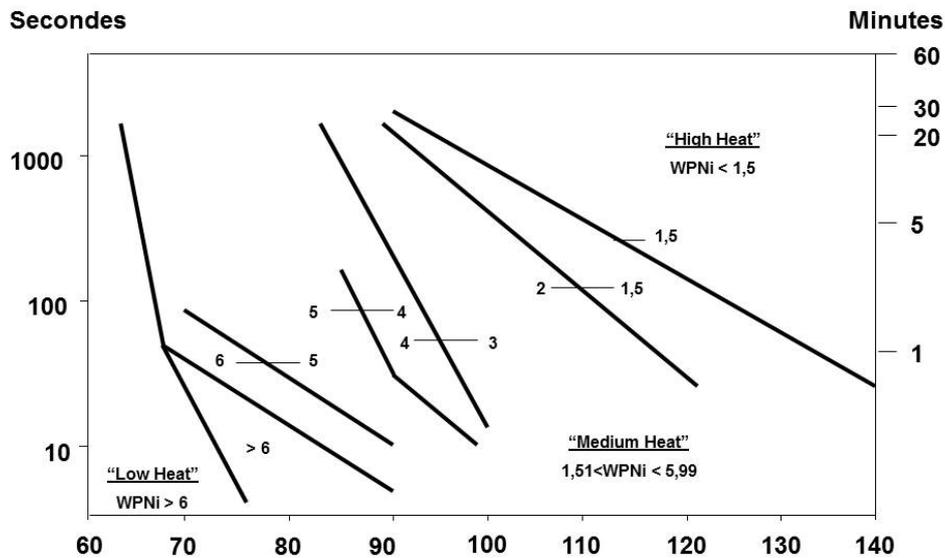


Figure 9 : Traitements thermiques à appliquer suivant le WPNI désiré (Pisecky, 1986)

Pendant la phase de séchage par atomisation, l'augmentation de la dénaturation des protéines est essentiellement influencée par l'augmentation de la température de l'air de sortie puis de la température de l'air d'entrée, de la température du concentré et du taux de concentration. Au cours du séchage, la température de surface du produit pulvérisé est assez faible (de l'ordre de 50°C) tant que cette surface est saturée en eau. Ensuite, la température de la poudre tend vers la température de l'air de sortie (entre 70°C et 100°C suivant les produits) qui est donc le paramètre de séchage influençant le plus directement la dénaturation protéique (Walstra et Jenness, 1984). Ainsi, durant le séchage, il est essentiel de pouvoir bien maîtriser les transferts d'eau à la surface du produit, pour éviter une élévation trop importante de la température du grain de poudre qui provoquerait une forte dénaturation de protéines et un "croûtage" préjudiciable pour la qualité de la poudre. Selon Walstra et Jenness (1984), dans des conditions normales de séchage avec une température de gouttelette ne dépassant pas 70°C, la dénaturation des protéines solubles est négligeable et beaucoup d'enzymes sont encore actives.

Selon Lechevalier et al. (2007), malgré les cisaillements considérables qui ont lieu au moment de la pulvérisation, notamment avec des buses hautes pressions, et l'augmentation de la surface de contact entre la gouttelette et l'air, les propriétés moussantes du blanc d'œuf ne seraient pas directement affectées par la pulvérisation indépendamment du séchage. Une analogie pourrait se faire au niveau d'une partie des protéines de lactosérum qui sont également de type globulaires. Toutefois, même si le séchage par atomisation ne modifie que légèrement le comportement des protéines laitières par rapport aux traitements amonts, il n'en est pas forcément de même pour les protéines d'œuf. Par exemple, selon Galet et al., 2010, un traitement de séchage dont l'air serait à 130°C serait favorable aux propriétés moussantes, tandis qu'un air de séchage à 190°C serait favorable aux propriétés émulsifiantes.

## 2. Insolubilisation des sels phosphocalciques

La répartition des sels phosphocalciques entre la phase solvante et la phase colloïdale dépend à la fois du pH, de la force ionique, de l'activité calcique et de la température qui conditionnent la solubilité du

phosphate de Ca. L'élévation de la température diminue la solubilité, ce qui explique un déplacement des sels vers la phase colloïdale. Ce transfert sera accentué si parallèlement au traitement thermique, on procède à une concentration des espèces ioniques. Lorsque le lait est concentré 5 fois par ESV, le Ca et le phosphate soluble n'augmentent que d'un facteur 2. Ceci signifie que plus de la moitié du Ca et du phosphate de la phase solvante est transférée dans l'édifice micellaire (Le Graët et Brulé, 1982 ; Schuck et al., 1994a). Cette diminution de solubilité des sels s'accompagne souvent d'un dépôt sur les surfaces d'échanges thermiques. L'insolubilisation et l'encrassement sont d'autant plus faibles que le taux de caséine est élevé. Dans le cas des lactosérums, les protéines n'ont pas la même capacité à mobiliser le Ca en sursaturation et les phénomènes de précipitation et d'encrassement des échangeurs et évaporateurs sont beaucoup plus marqués. La formation de phosphate tricalcique s'accompagne d'une chute de pH.

### 3. Dégradation du lactose

Le lactose, de par son caractère réducteur, présente une très grande réactivité vis à vis des groupements aminés des protéines. La fixation de lactose sur la  $\beta$ -Lg dans des conditions thermiques très modérées a été mise en évidence par Léonil et al. (1997) et Morgan et al. (1997).

Le développement de la réaction de Maillard a pour conséquence d'altérer à la fois la qualité nutritionnelle (perte en lysine disponible) et la qualité organoleptique (brunissement et défaut de goût). Dans le cas d'un traitement thermique intense des matières premières (stérilisation), il y a formation de lactulose qui résulte de la transformation du motif glucosidique du lactose en fructose (Andrews, 1986, Andrews et Prasad, 1987). L'intensité du traitement thermique auquel a été soumis le produit au cours du procédé technologique peut être estimée soit par la teneur en lactulose, soit par la teneur en furosine libérée par hydrolyse acide de l' $\epsilon$ -lactolosyl-lysine (composé d'Amadori), produit de la réaction de Maillard (Van Renterghem et De Block, 1996, Leclerc et Birlouez-Aragon, 2001 ; Birlouez-Aragon et al. 2010). La dégradation du lactose se traduit également par une production d'acide formique qui induit une légère baisse de pH (Berg et Van Boekel, 1994).

### 4. Effets sur la structure du globule gras

Les contraintes mécaniques subies par le produit au cours de la concentration par filtration ou par évaporation, de l'homogénéisation ou de l'atomisation modifient la structure des globules gras (Walstra et Jenness, 1984). La contrainte la plus forte est appliquée par l'homogénéisation qui réduit le diamètre et transforme les caractéristiques physico-chimiques de la membrane du globule gras en favorisant l'adsorption de micelles de caséine et de protéines solubles (Walstra, 1975 ; Caric, 1993). C'est pourquoi, les conditions d'homogénéisation et de température ont un rôle déterminant sur la stabilité de la fraction lipidique et ses qualités technologiques. Ce traitement mécanique permet entre autres de réduire la teneur en matières grasses libres qui en enrobant les grains des poudres grasses altère sa qualité (oxydation de la matière grasse, diminution de l'indice de dispersibilité (ID) et de la mouillabilité (IM), mauvais écoulement, etc.) (Vignolles et al., 2007, 2009 ; Boudier et Schuck, 2010).

### 5. Evolution durant le stockage

Les changements observés au cours du stockage de poudre de lait dépendent des conditions opératoires, de la composition de la poudre et des conditions de stockage. Selon Litman et Ashworth (1957), seuls les prétraitements thermiques "high heat" redéfinis par Pisecky (1985) diminuent considérablement la solubilité ; celle-ci continue à diminuer au cours du stockage. La teneur en eau des poudres et la température de stockage sont des paramètres critiques. Une teneur en eau supérieure à

5 % pour une poudre de lait, due soit à une déshydratation insuffisante soit à une reprise d'eau, entraîne une insolubilisation protéique, même à basse température de stockage (Singh et Newstead, 1992). La solubilité des poudres de lait à teneur en eau  $<$  à 5 % ou à  $a_w <$  à 0,6 et stockées à 40°C est peu modifiée (Henry et al., 1948 ; Kieseker et Clarke, 1984).

Parallèlement à ces modifications de solubilité, d'autres changements apparaissent au cours du stockage de poudres de lait à teneur en eau  $>$  à 5 %. En effet, les principaux produits de la réaction de Maillard (hydroxyméthylfurfural, furosine, lysinoalanine) se développent (Nangpal et al., 1990 ; Corzo et al., 1994 ; Van Renterghem et De Block, 1996). Kieseker et Clark (1984), Baldwin et Ackland (1991) et Van Mil et Jans (1991) observent également une augmentation des teneurs en matières grasses libres et des temps de coagulation, et une diminution des teneurs en lysine disponible.

Quelques études plus récentes (Mine, 1996 ; Matsudomi et al., 2002 ; Hammershøj et al., 2006 ; Van der Plancken et al., 2007 ; Galet et al., 2010 ; Lechevalier et al., 2010) ont montré qu'à des températures, des teneurs en eau et des  $a_w$  données, l'étuvage de poudres laitières et d'ovoproduits pouvaient améliorer certaines propriétés fonctionnelles telles que les propriétés moussantes. Par exemple, la pasteurisation sur poudre est un procédé original de l'industrie des ovoproduits qui s'est développé sur le blanc d'œuf. Il permet d'obtenir des valeurs pasteurisatrices bien supérieures à celles obtenues sur le blanc d'œuf liquide. Il a été dans un premier temps utilisé entre 55 et 65°C pendant 3 à 5 jours pour réduire la charge microbienne. Puis des conditions thermiques plus exigeantes de 80°C pendant 5 à 10 jours ont été testées (Kato et al., 1989 ; Kato et al., 1993). Ces auteurs ont démontré l'intérêt d'un tel traitement pour obtenir des propriétés fonctionnelles considérablement améliorées. Ainsi, ce procédé a permis le développement d'ingrédients exempts de pathogènes avec de surcroît des propriétés moussantes, émulsifiantes et gélifiantes remarquables. Aujourd'hui la recherche d'un procédé continu explore les traitements entre 90 et 130°C pendant une à plusieurs heures sur des protéines d'œuf mais également sur des protéines laitières.

## Conclusions

L'industrie laitière est confrontée aujourd'hui à de nombreuses difficultés liées à l'évolution de la PAC qui doit se traduire à terme par la suppression des restitutions sur les produits beurre et poudre. Les industriels sont donc contraints d'abandonner les produits basiques de 1<sup>ère</sup> génération tels que les poudres de lait et développer des produits plus techniques (2 à 4<sup>e</sup> génération), mieux adaptés aux attentes du marché. Leur savoir faire en matière de séchage acquis de façon empirique est souvent limité à quelques produits (lait, lactosérum, caséinate). Le développement de nouveaux ingrédients déshydratés avec une parfaite maîtrise de leur qualité technologique, nutritionnelle et fonctionnelle implique une approche thermodynamique et physico-chimique rigoureuse ; une telle approche nécessite de lever un certain nombre de verrous cognitifs et méthodologiques. C'est pourquoi, au travers de la connaissance des enjeux technico-économiques du secteur laitier, la recherche doit viser à contribuer à la production et au développement de connaissances scientifiques pour répondre aux questions issues des stratégies et objectifs des industriels du séchage.

En effet, une poudre laitière est l'aboutissement "temporaire" (avant réhydratation) d'une succession d'opérations technologiques (fractionnement, assemblage, traitement thermique, concentration, cristallisation, séchage par atomisation puis par fluidisation, réhumidification), réalisées dans un environnement physico-chimique lié à la nature de la matrice à déshydrater. Ces opérations technologiques ont des conséquences sur la qualité et les propriétés d'usage des poudres, en parallèle de l'impact physico-chimique de la matrice laitière.

Les qualités et propriétés d'usage des poudres laitières dépendent de la nature physico-chimique de la matrice et des paramètres technologiques mis en œuvre sans que le poids de l'un et de l'autre puisse facilement être identifié. La composition physico-chimique de la poudre dépend essentiellement de celle

de la matrice de départ (approche "Physico-chimique"), et ses propriétés physiques et qualités d'usage dépendent essentiellement des opérations technologiques mises en œuvre (approche "Génie des Procédés"). Toutefois, il ne faut pas oublier qu'un des objectifs de la déshydratation est d'assurer la stabilisation biologique des constituants du lait par abaissement de l'activité de l'eau ( $a_w$ ), par élimination de l'eau sous forme liquide (concentration par filtration) et vapeur (concentration par évaporation et séchage), dans un environnement donné. L'eau a donc un rôle majeur au cours du séchage, mais également au niveau de la concentration par filtration ou de l'évaporation sous vide, la cristallisation, la fluidisation, la réhumidification, le stockage voire la réhydratation, étape ultime du processus.

Compte tenu des interactions entre l'eau et les constituants de la matrice, de la réactivité de la matrice et des caractéristiques rhéologiques sur la diffusion de l'eau, nous ne pouvons pas dissocier l'approche "Physico-chimique" de l'approche "Génie des Procédés". Pour une composition physico-chimique de matrice donnée, les questions de recherche de base sont alors de deux ordres :

- En quoi les procédés mis en œuvre modifient les transferts d'eau et donc la qualité et les propriétés d'usage de la poudre ?
- En quoi, la composition physico-chimique de la matrice modifie les transferts d'eau et donc la qualité et les propriétés d'usage de la poudre ?

L'amélioration de la qualité des poudres laitières et de leurs propriétés d'usage ne peut donc se faire qu'au travers de l'étude des "interactions procédés-produits" au niveau de la dynamique de l'eau avant, pendant et après le séchage.

### Références bibliographiques

- ADPI, 1990. Standards for grades of dry milks, including methods of analysis. American Dairy Products Institute, Chicago, USA, Bulletin n° 916.
- Amariglio S., 1986. Contrôle de la qualité des produits laitiers. Analyses physiques et chimiques. AFNOR, ITSV, 3e ed., Paris, France, 1030p.
- Baldwin A.J., Ackland J.D., 1991. Effect of preheat treatment and storage on the properties of whole milk powder. Changes in physical and chemical properties. Netherland Milk Dairy Journal 45, 169-181.
- Berg H.E., Van Boekel M.A., 1994. Degradation of lactose during heating of milk. 1 Reaction pathways. Netherlands Milk Dairy Journal 48, 157-175.
- Bimbenet J.J., Schuck P., Roignant M., Brule G., Mejean S., 2002. Heat balance of a multistage spray-dryer: principles and example of application. Le Lait 82, 541-551.
- Birlouez-Aragon I., Morales F., Fogliano V., Pain J.P., 2010. The health and technological implications of a better control of neoformed contaminants by the food industry. Pathologie Biologie 58, 232-238.
- Boudier J.F., Schuck P., 2010. Les laits en poudres. Sciences des Aliments 29, 51-60.
- Boyaval P., Schuck P., 1994. Le séchage des microorganismes par atomisation. Industries Alimentaires et Agricoles 111, 807-818
- Brulé G., 2004. La filière laitière bretonne : quel avenir ? Rapport auprès du Conseil régional de Bretagne, 7 p.
- Caric M., 1993. Concentrated and dried dairy products. In: Dairy Science and Technology Handbook, 2. Product Manufacturing (VCH publishers Inc, ed), New York, USA, p. 257-300.
- Carr R.L. Jr., 1965. Evaluating flow properties of solids. Chemical Engineering 72, 163-168.
- Cayot P., Lorient D., 1998. Structures et technofonctions des protéines du lait. Tec et Doc, Lavoisier, Paris, France, 363 p.

- Chen X.D., 1994. Towards a comprehensive model based control of milk drying processes. *Drying Technology* 12, 1105-1130.
- Chen, X.D., Lin X.Q., 2005. Air drying of milk droplet under constant and time-dependent conditions. *American Institute of Chemical Engineers Journal* 51, 1790-1799.
- Corzo N., Delgado T., Troyano E., Olano A., 1994. Ratio of lactulose to furosine as indicator of quality of commercial milks. *Journal of Food Protection* 57, 737-739.
- Dalgleish D.G., 1990. The effect of denaturation of  $\kappa$ -lactoglobulin on renneting. A quantitative study. *Milchwissenschaft* 45, 491-494.
- Dannenberg F., Kessler H.G., 1988. Reaction kinetics of the denaturation of whey proteins in milk. *Journal of Food Sciences* 53, 258-263.
- El Shiekh M., Ducruet P., Maubois J.L., 1994. Manufacture of Ras cheese from fresh and recombined milks. *Le Lait* 74, 297-305.
- Fauquant J., Vieco E., Brulé G., Maubois J.L., 1985<sub>a</sub>. Clarification des lactosérums doux par agrégation thermocalcique de la matière grasse résiduelle. *Le Lait*, 65, 1-20.
- Fauquant J., Pierre A., Brulé G., 1985<sub>b</sub>. Clarification du lactosérum acide de caséinerie. *Technologie Laitière* 1003, 37-39.
- Fauquant J., Maubois J.L., Pierre A., 1988. Microfiltration du lait sur membrane minérale. *Technologie Laitière* 1028, 21-23.
- Ferron-Baomy C., 1992. Contribution à l'étude des mécanismes de la coagulation présure des laits chauffés. Thèse ENSA Rennes, France, 110 p.
- Gaiani C., Banon S., Scher J., Schuck P., Hardy J., 2005 Use of a turbidity sensor to characterize micellar casein powder rehydration: influence of some technological effects. *Journal of Dairy Science* 88, 2700-2706.
- Galet O., Cassin D., Jeantet R., 2010. Les ovoproduits. In : *Science et Technologie de l'Œuf*, Vol2, de l'œuf aux ovoproduits. Nau F., Guérin-Dubiard C., Baron F., Thapon J.L. (Coord.), Tec & Doc, Lavoisier (Ed), Paris, France, 223-277.
- Garem A., Schuck P., Maubois J.L., 2000. Cheesemaking properties of a new dairy-based powder made by a combination of microfiltration and ultrafiltration. *Le Lait* 80, 25-32.
- Goudéranche H., Maubois J.L., Ducruet P., Mahaut M., 1981. Utilisation de nouvelles membranes minérales d'ultrafiltration pour la fabrication de fromage du type Saint Paulin. *Technologie Laitière* 950, 7-13.
- Guo M, Fox PF, Flynn A, Kinstedt P.S., 1996. Heat induced modifications of the functional properties of sodium caseinate. *Int Dairy J*, 6, 473-483.
- Hammershøj M., Rasmussen H.C., Carstens J.H., Pedersen H., 2006. Dry pasteurization of egg albumen powder in a fluidized bed. II. Effect on functional properties: gelation and foaming. *International Journal of Food Science and Technology* 41, 263-274
- Haugaard Sorensen I., Krag J., Pisecky J., Westergaard V., 1978. Méthodes d'analyses des produits laitiers déshydratés, Niro A/S (Ed), Copenhagen, Danemark, 109 p.
- Henry K.M., Kon S., Lea C.H., White J.C., 1948. Deterioration on storage of dried skim milk. *Journal of Dairy Research* 15, 293-363.
- Howat G.R., Wright N.C., 1934. Factors affecting solubility of milk powders. III. Some physico-chemical properties of concentrated solutions of milk solids. *Journal of Dairy Research* 5, 236-244.
- Jeantet R., Schuck P., Famelart M.H., Maubois J.L., 1996. Intérêt de la nanofiltration dans la production de poudres de lactosérum déminéralisées. *Le Lait* 76, 283-301.
- Jeantet R., Croguennec T., Schuck P., Brulé G., 2006. *Sciences des aliments. 1. Stabilisation biologique et physicochimique*. Tec & Doc, Lavoisier (Ed), Paris, France, 383 p.
- Jelen P., 1991. Nanofiltration: a new membrane processing application for demineralization in the dairy industry. *Journal de l'Institut Canadien de Science et Technologie Alimentaire* 24, 200-202.

- Kannan A., Jenness R., 1961. Relation of milk serum proteins and milk salts to the effect of heat treatment on rennet clotting. *Journal of Dairy Science* 44, 808-822.
- Kiesecker F.G., Clarke P.T., 1984. The effect of storage on the properties of non-fat milk powders. *Australian Journal of Dairy Technology*, 74-77.
- Knipschildt M.E., 1986. Drying of milk and milk products. In: *Modern dairy technology. Advances in milk processing* (Robinson RK, ed). Elsevier, London, England, 131-234.
- Larson B.L., Roller C.D., 1955. Heat denaturation of the specific serum proteins in milk. *Journal of Dairy Science* 38, 351-360.
- Lechevalier V., Jeantet R., Arhaliass A., Legrand J., Nau F. (2007) Egg white drying : influence of industrial processing steps on protein structure and fonctionnalités. *Journal of Food Engineering* 83, 404-413.
- Lechevalier V., Croguennec T., Anton M., Desfougères Y., 2010. L'œuf ingrédient alimentaire. In : *Science et Technologie de l'Œuf, Vol2, de l'œuf aux ovoproduits*. Nau F., Guérin-Dubiard C., Baron F., Thapon J.L. (Coord.), Tec & Doc, Lavoisier (Ed), Paris, France, 350-469.
- Leclère J., Birlouez-Aragon I., 2001. The fluorescence of advanced Maillard products is a good indicator of lysine damage during Maillard reaction. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 49, 4682-4687.
- Le Graët Y., Brulé G., 1982. Effet de la concentration par évaporation et du séchage sur les équilibres minéraux dans les laits et les rétentats. *Le Lait* 62, 113-125.
- Léonil J., Mollé D., Fauquant J., Maubois J.L., Pearce R.J., Bouhallab S., 1997. Characterization by ionisation mass spectrometry of lactosyl  $\alpha$ -lactoglobulin conjugates formed during heat treatment of milk and whey and identification of one lactose-binding site. *Journal of Dairy Science* 80, 2270-2281.
- Litman I.I., Ashworth U.S., 1957. Insoluble scum-like materials in reconstituted whole milk powders. *Journal of Dairy Science* 40, 403-409.
- Lin X.Q., Chen X.D., 2006. A model for drying of an aqueous lactose droplet using the reaction engineering approach. *Drying Technology* 24, 1329-1334.
- Lin X.Q., Chen X.D., 2007. The reaction engineering approach to modelling the cream and whey protein concentrate droplet drying. *Chemical Engineering and Processing* 46, 437-443.
- Loncin M., 1961. Séchage. In: *Les opérations unitaires du génie chimique*. Dunod (Ed). Paris, France p 528-636.
- Mafart P., 1996. Les procédés physiques de conservation. In: *Génie Industriel Alimentaire, Tec et Doc, Lavoisier (Ed), Paris, France, 340 p.*
- Masters K., 1991. *Spray drying*, 5<sup>e</sup> ed. Longman Scientific & Technical and John Wiley & Sons Inc (Eds). Essex, England, 724 p.
- Matsudomi N., Nakano K., Soma A., Asani O., 2002. Improvement of gel properties of dried egg white by modification with galactomannan through the Maillard reactions. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 50, 4113-4118.
- Maubois J.L., Mocquot G., 1971. Préparation de fromage à partir de préfromage liquide obtenu par ultrafiltration du lait. *Le Lait* 51, 495-523.
- Maubois J.L., Ollivier G., 1992. Milk protein fractionation. In: *New applications of membrane processes. Special issue 9201, International Dairy Federation, Brussels, Belgium, 15-22.*
- Mine Y., 1996. Effect of pH during the dry heating on the gelling properties of egg white proteins. *Food Research International* 29, 155- 161.
- Mistry V.V., Hassan H.N., 1991<sub>a</sub>. Delactosed, high milk protein powder. 1. Manufacture and composition. *Journal of Dairy Science* 74, 1163-1169.
- Mistry V.V., Hassan H.N., 1991<sub>b</sub>. Delactosed, high milk protein powder. 2. Physical and functional properties. *Journal of Dairy Science* 74, 3716-3723.

- Morgan F., Léonil J., Mollé D., Bouhallab S., 1997. Nonenzymatic lactosylation of bovine  $\alpha$ -lactoglobulin under mild heat treatment leads to structural heterogeneity of glycoforms. *Biochemical and Biophysical Research Communications* 236, 413-417.
- Nangpal A., Reuter H., Kiesner C., 1990. Reaction kinetics of lactulose and furosine formation - influence of dilution of milk during direct UHT treatment. *Kieler Milchwirtschaftliche Forschungsberichte*, 42, 53-64.
- Pierre A., Fauquant J., Le Graët Y., Piot M., Maubois J.L., 1992. Préparation de phosphocaséinate natif par microfiltration sur membrane. *Le Lait*, 72, 461-474.
- Pisecky J., 1980. Bulk density of milk powders. *Australian Journal of Dairy Technology* 35, 106-111.
- Pisecky J., 1981. Technology of skimmed milk. *Journal of the Society of Dairy Technology* 34, 57-67.
- Pisecky J., 1985. Technological advances in the production of spray dried milk. *Journal of the Society of Dairy Technology* 38, 60-64.
- Pisecky J., 1986. Standards, specifications and test methods for dry milk products. In: *Concentration and drying of foods* (Mac Carthy D, ed). Elsevier, London, England, p203-220.
- Pisecky J., 1990. 20 years of instant whole milk powder. *Scandinavian Dairy Information* 4, 74.
- Powell M.E., Palmer L.S., 1935. Behaviour of caseinate sols in a study of a hysteresis like phenomenon in the rennet coagulation of heated milk. *Journal of Dairy Science* 18, 401-414.
- Pyne G.T., 1945. Rennet hysteresis and the calcium phosphate of milk. *Biochemistry Journal* 39, 385-390.
- Quiblier J.P., Ferron-Bauby C., Garric G., Maubois J.L., 1991. Procédé de traitement des laits permettant au moins de conserver leur aptitude fromagère. *Inra, Brevet FR 2 681 218A1*.
- Schaafsma G., 1989. Effect of heat treatment on the nutritional value of milk. *Bulletin International of Dairy Federation* 238, 68-70.
- Schuck P., 2002. Spray drying of dairy products: state of the art. *Le Lait* 82, 375-382.
- Schuck P., 2009. Understanding the factors affecting spray-dried dairy powder properties and behavior. In *Dairy-derived ingredients ; food and nutraceutical uses*, Coord. Corredig M., Woodhead Publishing Limited and CRC Press LLC (Ed), New York, USA, p24-50.
- Schuck P., Piot M., Méjean S., Fauquant J., Brulé G., Maubois J.L., 1994<sub>a</sub>. Déshydratation des laits enrichis en caséine micellaire par microfiltration ; comparaison des propriétés des poudres obtenues avec celles d'une poudre de lait ultra-propre. *Le Lait* 74, 47-63.
- Schuck P., Piot M., Méjean S., Le Graët Y., Fauquant J., Brulé G., Maubois J.L., 1994<sub>b</sub>. Déshydratation par atomisation de phosphocaséinate natif obtenu par microfiltration sur membrane. *Le Lait* 74, 375-388.
- Schuck P., Roignant M., Brulé G., Méjean S., Bimbenet J.J., 1998<sub>a</sub>. Caractérisation énergétique d'une tour de séchage par atomisation multiple effet. *Industries Alimentaires et Agricoles*, 115, 9-14.
- Schuck P., Roignant M., Brulé G., Davenel A., Famelart M.H., Maubois J.L., 1998<sub>b</sub>. Simulation of water transfer in spray drying. *Drying Technology* 16, 1371-1393.
- Schuck P., Méjean S., Dolivet A., Beaucher E., Famelart M.H., 2005<sub>a</sub>. Pump amperage: a new method for monitoring viscosity of dairy concentrates before spray drying. *Le Lait* 85, 361-367.
- Schuck P., Blanchard E., Dolivet A., Méjean S., Onillon E., Jeantet R., 2005<sub>b</sub>. Water activity and glass transition in dairy ingredients. *Le Lait* 85, 295-304.
- Schuck P., Méjean S., Dolivet A., Banon S., Gaiani C., Scher J., Jeantet R., 2007. Water transfer during rehydration of micellar casein powders. *Le Lait* 87, 425-432.
- Schuck P., Dolivet A., Méjean S., Zhu P., Blanchard E., Jeantet R., 2009. Drying by desorption: a tool to determine spray drying parameters. *Journal of Food Engineering* 94, 199-204.
- Shalabi S.I., Wheelock J.V., 1977. Effect of sulphhydryl-blocking agents on the primary phase of chymosin action on heated casein micelles and heated milk. *Journal of Dairy Research* 44, 351-355.

- Singh H., Shalabi S.I., Fox P.F., Flynn A., Barry A., 1988. Rennet coagulation of heated milk: influence of pH, ajustement before or after heating. *Journal of Dairy Research* 55, 205-215.
- Sougnéz M., 1983. L'évolution du séchage par atomisation. *Chimie Magasine*, 12, 1-4.
- Svarovsky L., 1987. Powder testing guide: Methods of measuring the physical properties of bulk powders. Elsevier Applied Science (Ed), Essex, England, 146 p.
- Truvé E., Maubois J.L., Piot M., Madec M.N., Fauquant J., Rouault A., Tabard J., Brinkman G., 1991. Rétenion de différentes espèces microbiennes lors de l'épuration du lait par microfiltration en flux tangentiel. *Le Lait* 71, 1-13.
- Van der Plancken I., Van Loey A., Hendrickx M., 2007. Effect of moisture content during dry-heating on selected physicochemical and functional properties of dried egg white. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 55, 127-135.
- Van Hooydonk A.C., De Koster P.G., Boerrigter I.J., 1987. The renneting properties of heated milk. *Netherlands Milk and Dairy Journal* 41, 3-18.
- Van Mil P.J., Jans J.A., 1991. Storage stability of whole milk powder: effect of process and storage conditions on product properties. *Netherlands Milk and Dairy Journal* 45, 145-167.
- Van Renterghem R., De Block J., 1996. Furosine in consumption milk and milk powders. *International Dairy Journal* 6, 371-382.
- Vignolles M.L., Jeantet R., Lopez C., Schuck P., 2007. Free fat, surface fat and dairy powder: interactions between process and product. A review. *Le Lait* 87, 187-236.
- Vignolles M.L., Lopez C., Madec M.N., Ehrhardt J.J., Méjean S., Schuck P., Jeantet R., 2009. Fat properties during homogenization, spray-drying and storage affect the physical properties of dairy powders. *Journal of Dairy Science* 92, 58-70.
- Walstra P., 1975. Effect of homogenization on the fat globule size distribution in milk. *Netherlands Milk and Dairy Journal* 29, 279-294.
- Walstra P., Jenness R., 1984. Dairy chemistry and physics. John Wiley & Sons (Eds), New York, USA, 467 p.
- Westergaard V., 1994. Milk powder technology. Evaporation and spray drying. 4<sup>e</sup> edn., Niro A/S (Ed), Copenhagen, Denmark, 159 p.
- Wilson G.A., Wheelock J.V., 1972. Factors affecting the action of rennin in heated milk. *Journal of dairy Research* 39, 413-419.
- Wilson G.A., Wheelock J.V., Kirk A., 1974. The effect of reduction and alkylolation on the primary phase of rennin action on unheated and heated milk. *Journal of dairy Research* 41, 37-44.
- Zhu P., Jeantet R., Dolivet A., Méjean S., Schuck P., 2009. Caractérisation du comportement d'une tour de séchage pilote : bilans massiques et thermiques. *Industries Agricoles et Alimentaires* 126, 26-32.