



Mardi 22 octobre 2019  
Maison du Lait, Paris

# JOURNÉE DE RESTITUTION

## « MINÉRAUX LAITIERS »

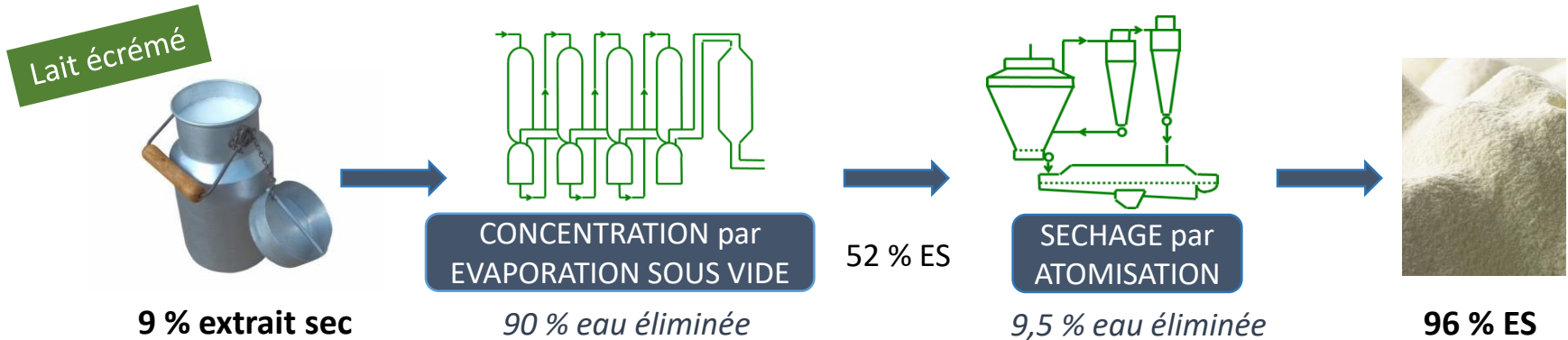
**Implication de la fraction minérale  
dans l'encrassement des évaporateurs à flot tombant**

Gaëlle TANGUY



# « MINÉRAUX LAITIERS » »

Du produit liquide à la poudre



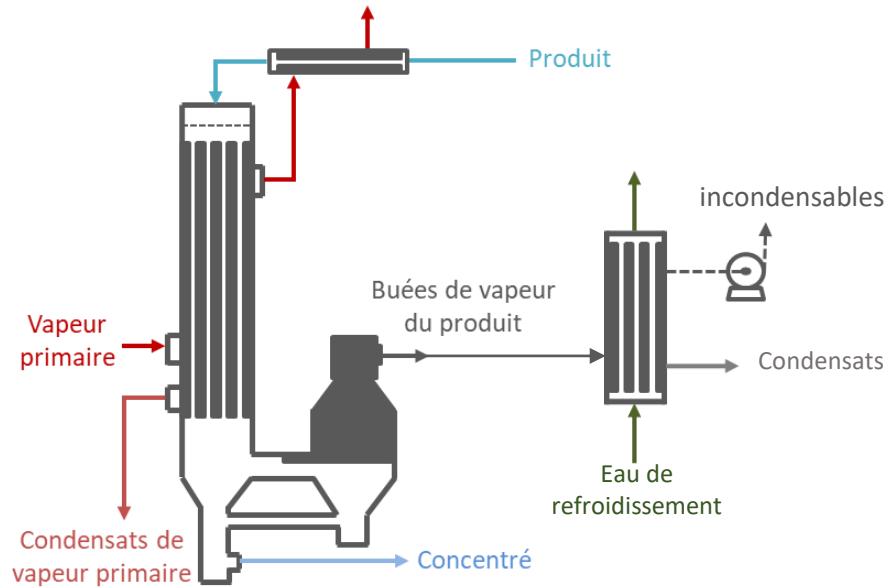
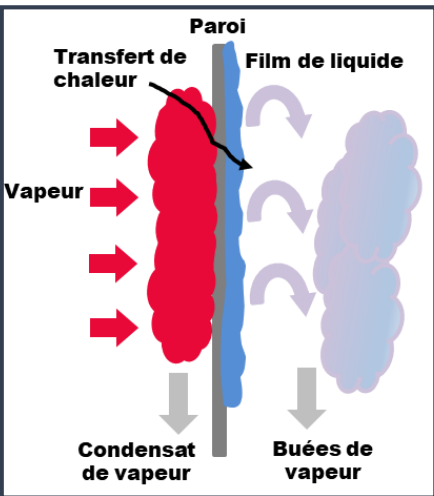
lactosérum	55-60 % ES
isolats de protéines	20-25 % ES

*Extraits secs en sortie des évaporateurs*

# « MINÉRAUX LAITIERS » »



(Morison, 2006)

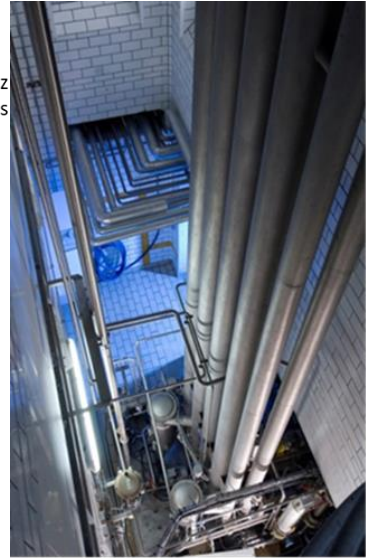
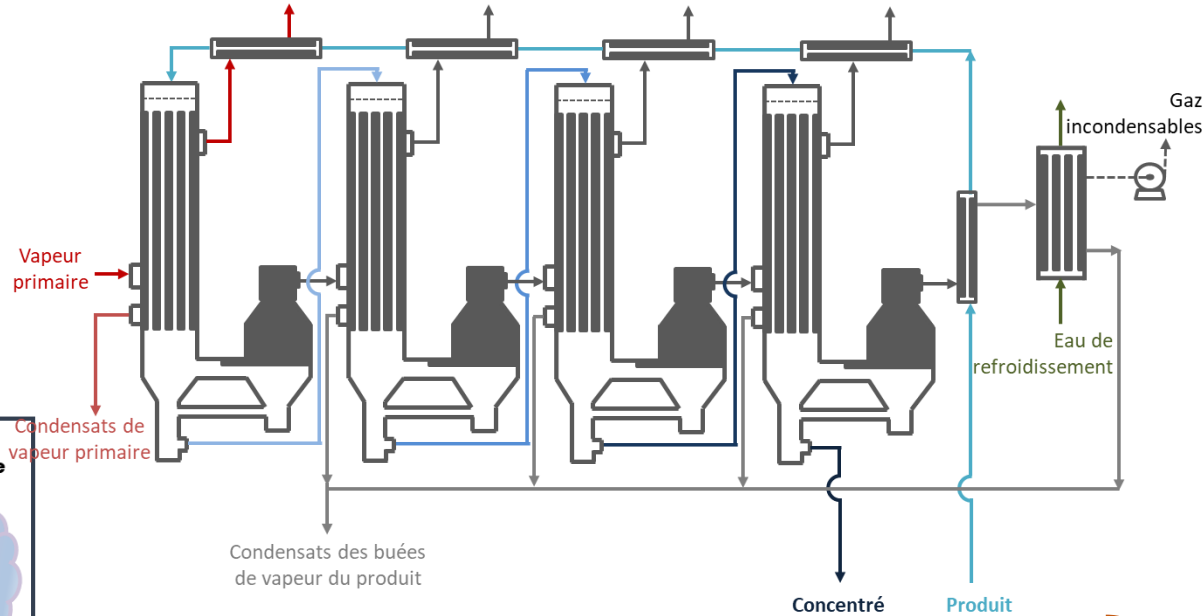


© Bionov

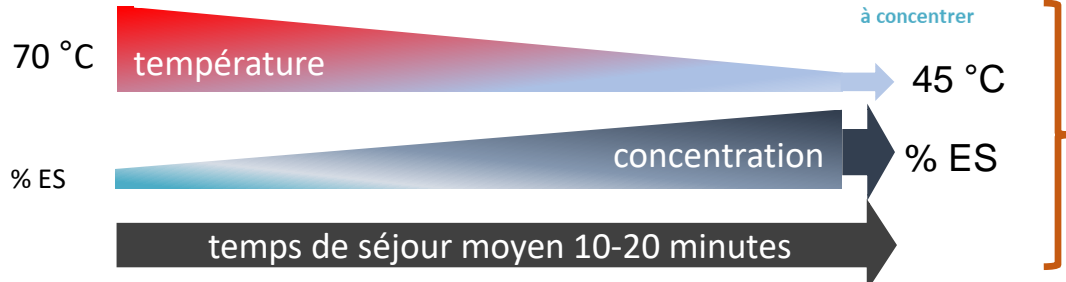
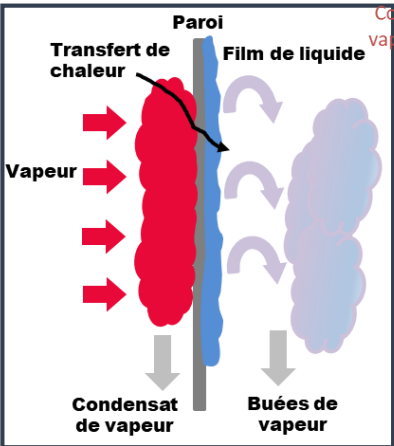
# « MINÉRAUX LAITIERS » »



(Morison, 2006)



© Bionov



**triplet  
(temps, T°C,  
concentration)**

# « MINÉRAUX LAITIERS »

## Evolution du produit

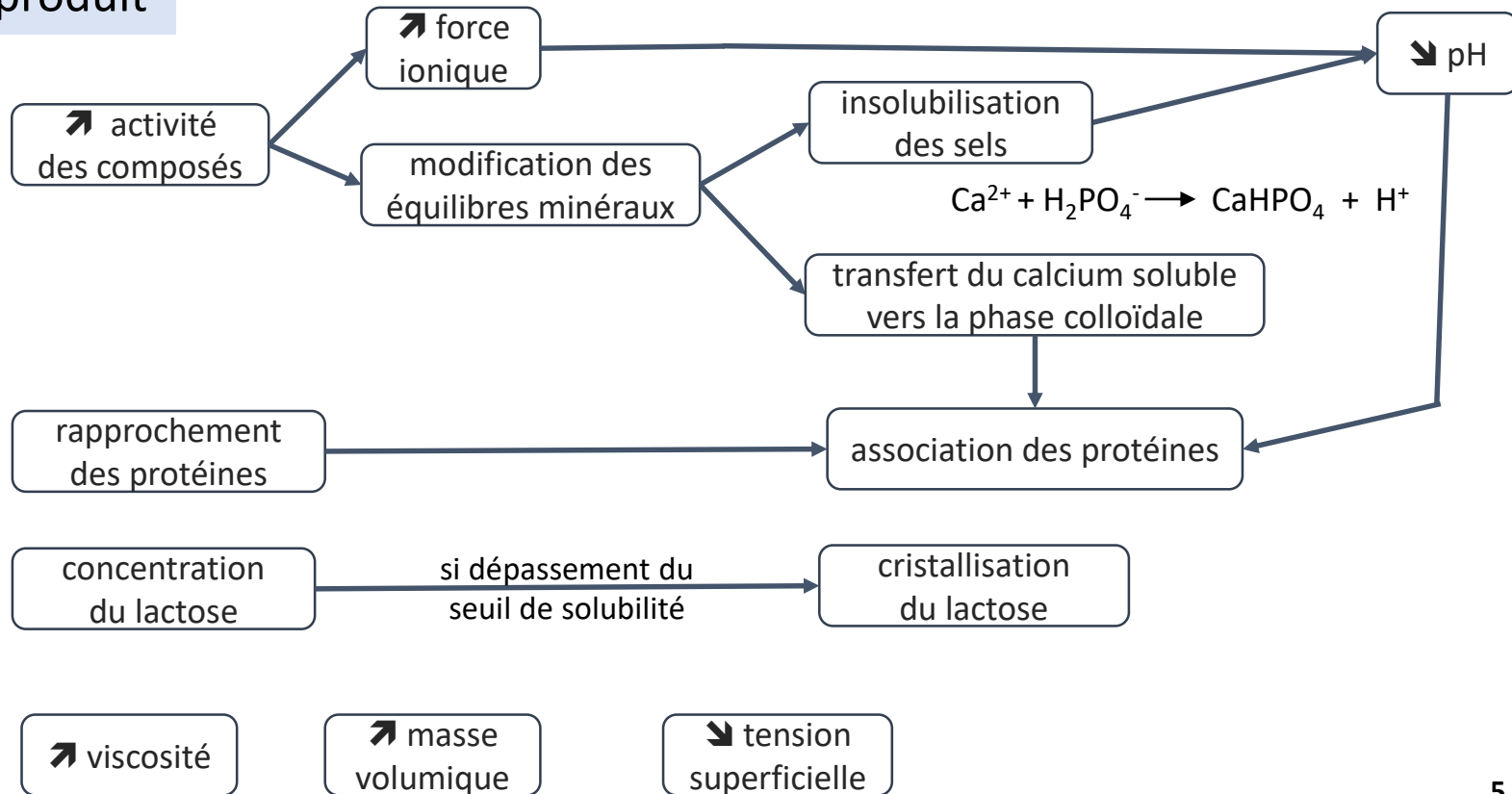
### COMPOSITION

fraction minérale

fraction protéique

lactose

### PROPRIETES PHYSIQUES



# « MINÉRAUX LAITIERS »

évaporateur = échangeur de chaleur latente



conditions opératoires différentes  
entre évaporateur et échangeur

concentration

T°C

temps de séjour

Composition des dépôts  
d'encrassement différents



Procédures de nettoyage  
adaptées aux évaporateurs

(Journink and Brinkman, 1994; Morison, 2015)

% dans le dépôt (par tonne de produit traité)	lactosérum 28 % ES		
	échangeur (70 °C, 90 s)	évaporateur 28 → 55 % ES	
protéines	19	8	■ protéines
calcium	24	18	
phosphate	30	3	■ phosphate
citrate	24	62	⊕ citrate

ES: Extrait Sec

(Journink and Brinkman, 1994)

## Objectifs et stratégie d'étude



**Quels constituants du produit contribuent au dépôt d'encrassement lors de la concentration par ESV ?**

*Proposer des solutions pour limiter l'encrassement*

*Adapter les procédures de nettoyage à la nature du dépôt formé*



### Développements méthodologiques pour étudier l'encrassement et récupérer les dépôts formés

- Evaporateur pilote à flot tombant
- Détermination de la composition du dépôt suivant 2 méthodes:
  - Bilan-matière sur les constituants des concentrés
  - Caractérisation de la nature du dépôt
- Application à la concentration par ESV de lactosérum acide chlorhydrique

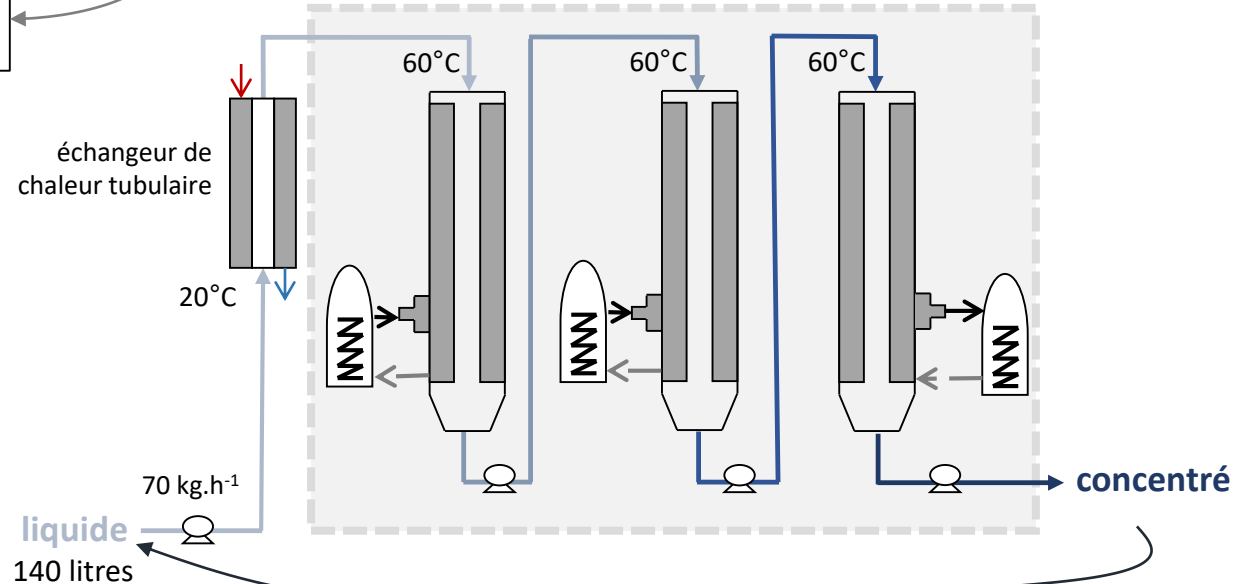
# « MINÉRAUX LAITIERS » »

## Dispositif expérimental



3 faisceaux monotubes  
raccordés au même condenseur

triplet (tps,  $T^{\circ}\text{C}$ , CC)  
constante



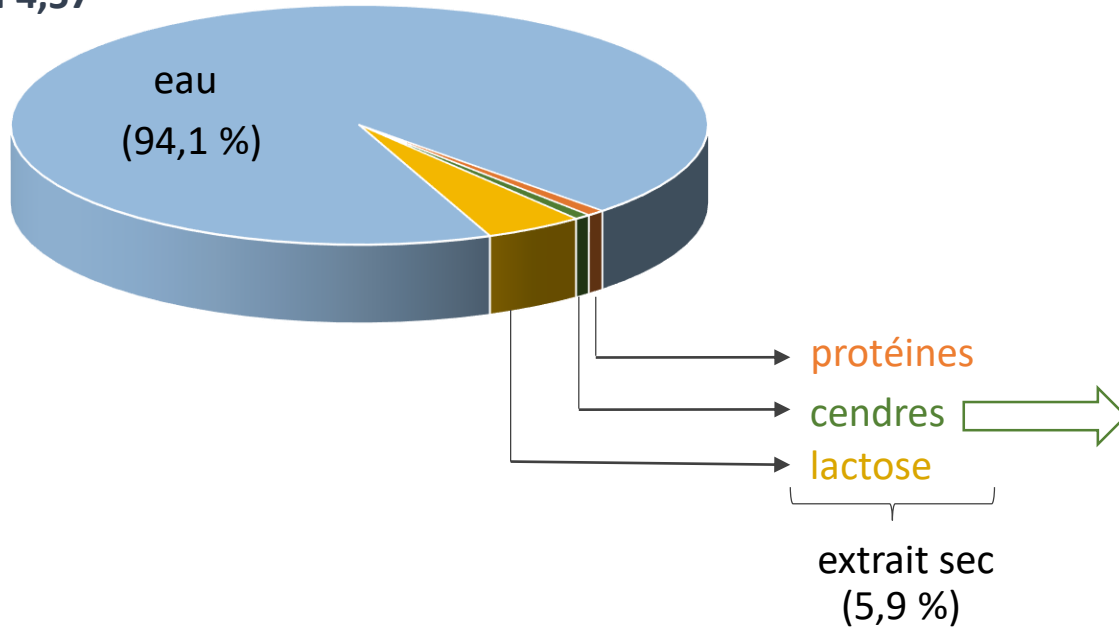
Production de concentrés à différents facteurs de concentration  
par passages successifs dans l'évaporateur



# « MINÉRAUX LAITIERS »

## Composition du lactosérum acide

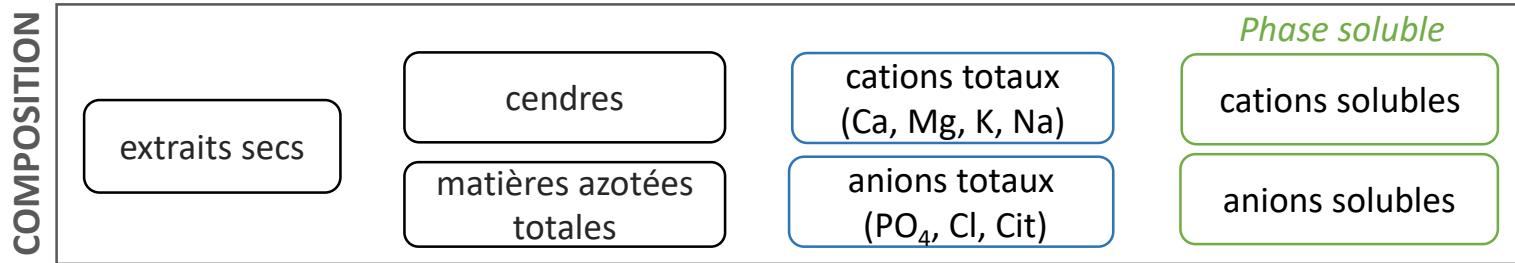
pH 4,57



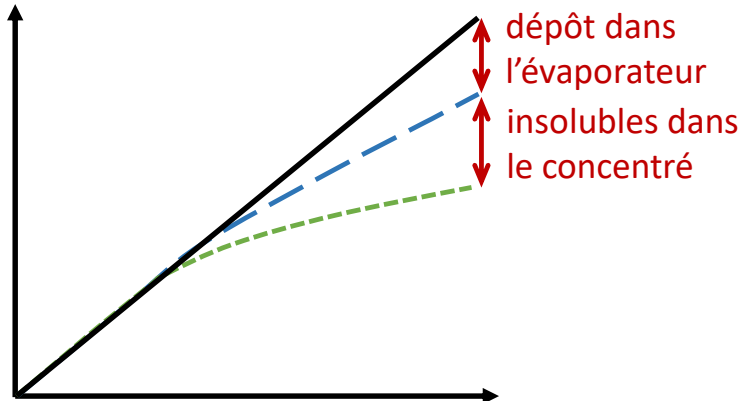
% massique de l'extrait sec	
calcium	2,5 %
sodium	0,6 %
potassium	2,5 %
magnésium	0,2 %
chlorure	5,2 %
phosphate inorganique	3,3 %
citrate	2,4 %

# « MINÉRAUX LAITIERS »

## Caractérisation des concentrés



concentration  
du constituant



facteur de concentration

### Bilans-matière sur les concentrés entrant et sortant

- — — concentration totale expérimentale en ions
- - - - concentration expérimentale en ions solubles
- — — concentration totale théorique en ions

$$= \text{facteur de concentration} \times \text{concentration ionique dans le lactosérum initial}$$

# « MINÉRAUX LAITIERS »

## Extraits secs et pH des concentrés

3 essais de concentration



15 concentrés à différents facteurs de concentration



$1 < FC < 7,6$



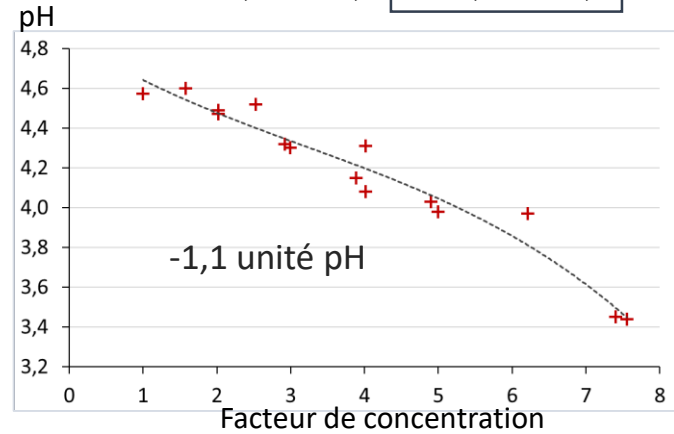
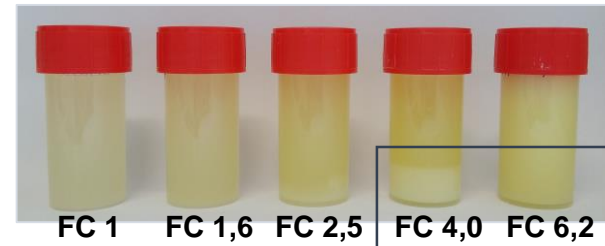
Présence d'insolubles dans les produits les plus concentrés



Dépôt blanc sur les surfaces internes des faisceaux



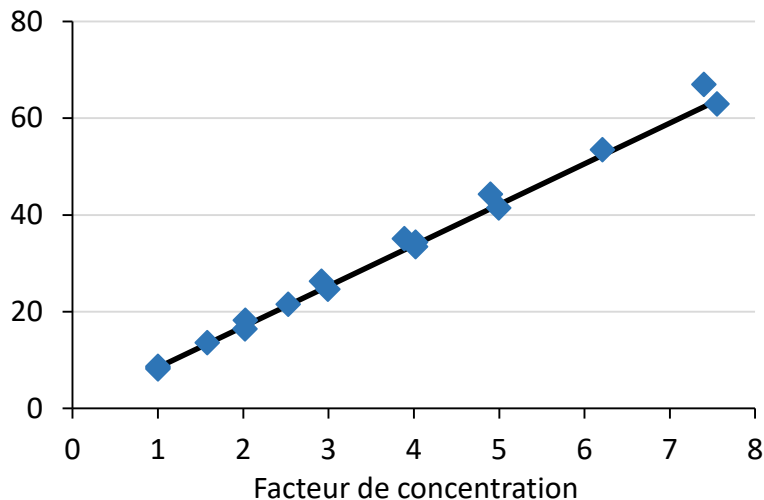
Forte baisse du pH des produits



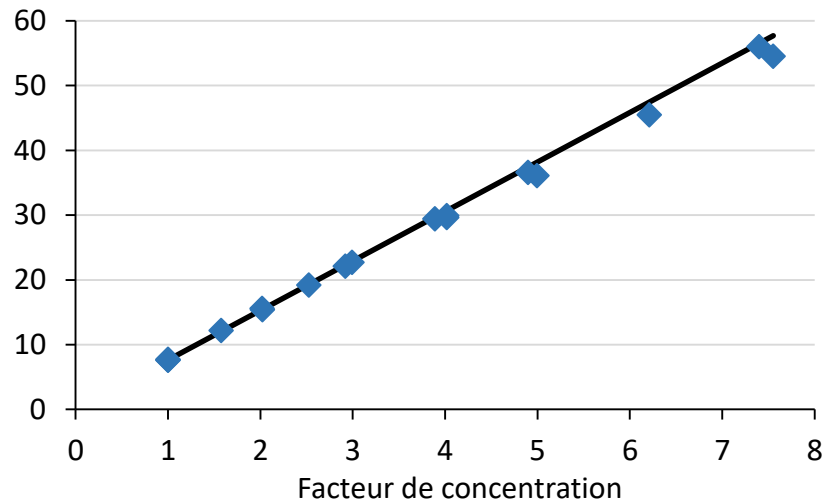
# « MINÉRAUX LAITIERS » »

## Evolution des teneurs en MAT et en cendres

teneur en MAT ( $\text{g.kg}^{-1}$ )



teneur en cendres ( $\text{g.kg}^{-1}$ )



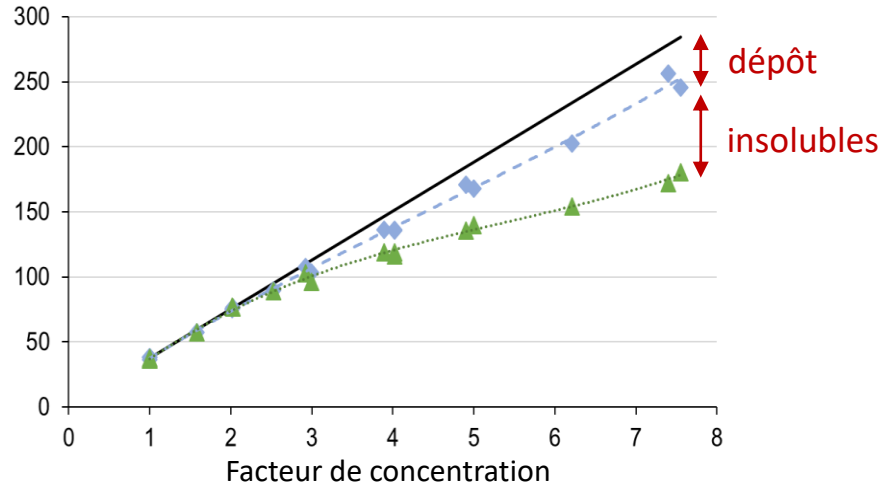
Evolution linéaire des teneurs en MAT et en cendres avec le facteur de concentration

Absence de pertes significatives en MAT et en cendres dans l'évaporateur

# « MINÉRAUX LAITIERS » »

## Evolution des teneurs en Ca, PO<sub>4</sub> et Citrate

[calcium] (mmol.kg<sup>-1</sup>)



### A partir de FC 2,5 :

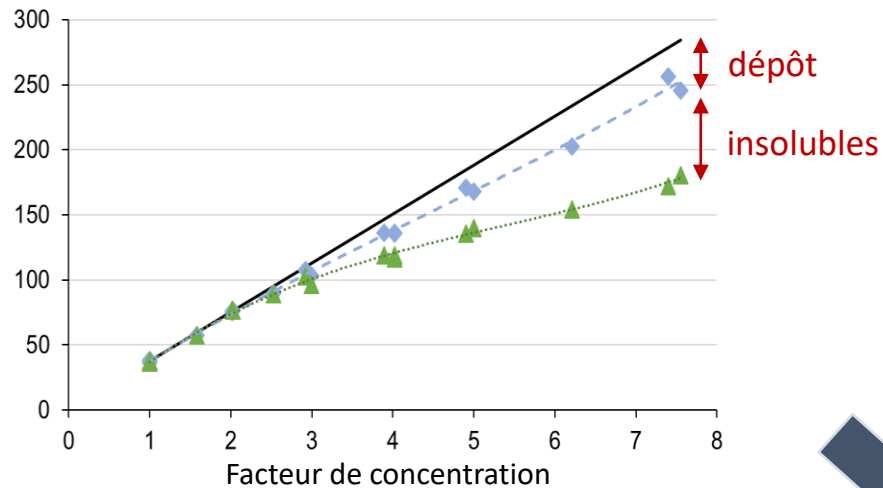
Présence d'un dépôt dans l'évaporateur et formation d'insolubles dans les concentrés

Résultats en accord avec les observations visuelles sur les concentrés et dans l'évaporateur

# « MINÉRAUX LAITIERS » »

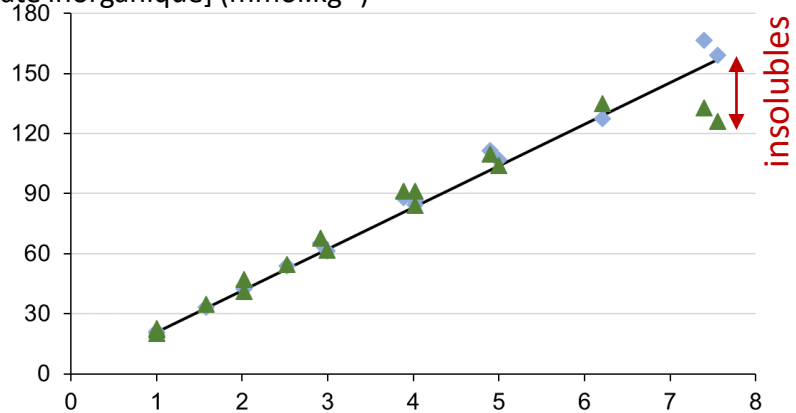
## Evolution des teneurs en Ca, PO<sub>4</sub> et Citrate

[calcium] (mmol.kg<sup>-1</sup>)

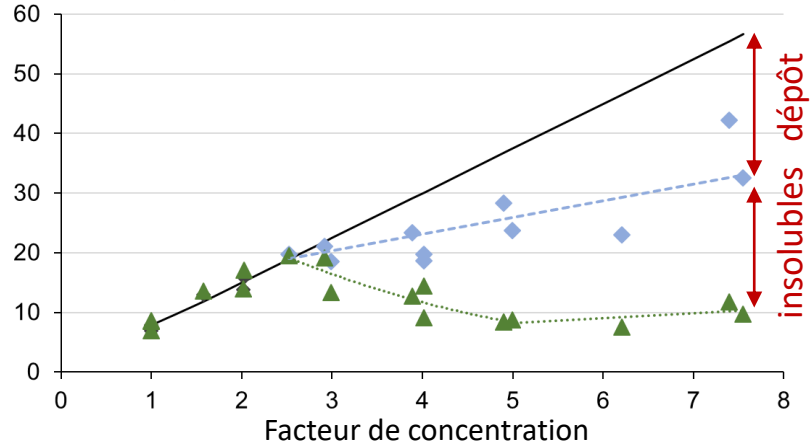


Réaction préférentielle entre l'ion calcium et l'ion citrate

[phosphate inorganique] (mmol.kg<sup>-1</sup>)



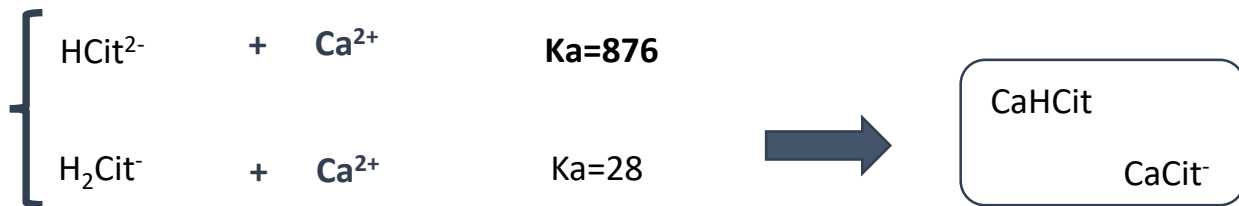
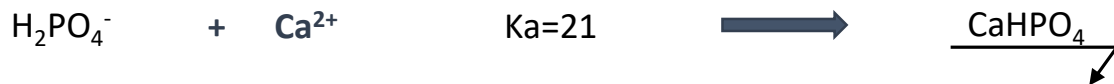
[citrate] (mmol.kg<sup>-1</sup>)



# « MINÉRAUX LAITIERS »

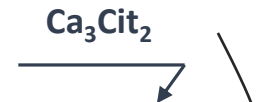
Association d'ions dans les concentrés au cours de la concentration par ESV

Concentré à FC 7,6 : pH = 3,44



Valeurs de Ka (Holt, Dalgleish and Jenness, 1981)

Conditions de saturation



ratio  $\neq 1,5$

	Dépôt dans l'évaporateur	Insolubles dans les concentrés
ratio molaire Ca/Cit	0,8	3,2

L'analyse directe du dépôt est nécessaire

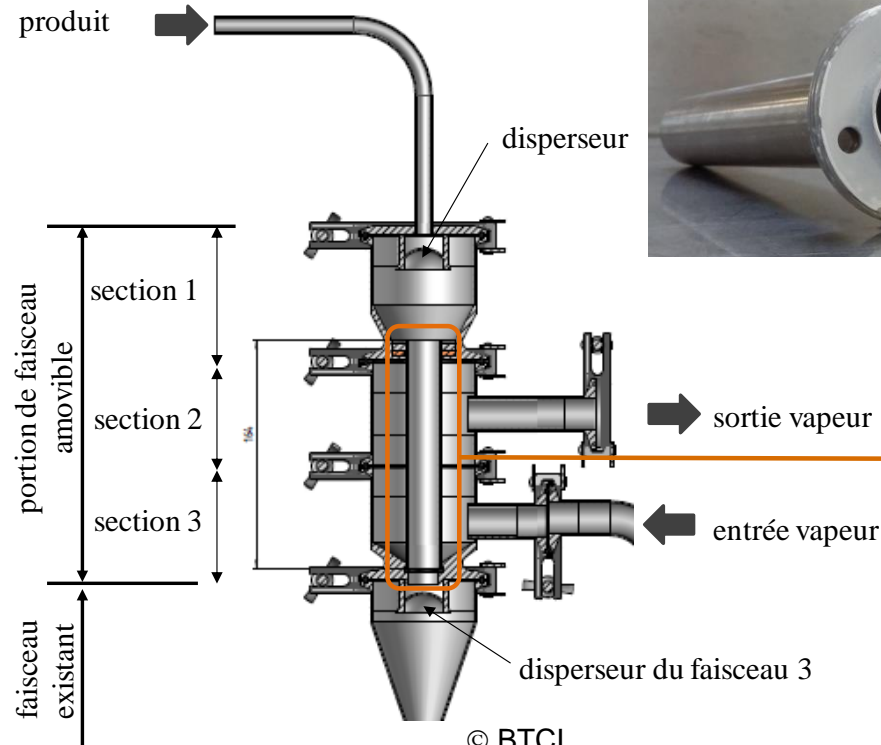
Mise au point d'un dispositif de récupération des dépôts formés dans l'évaporateur pilote

# « MINÉRAUX LAITIERS »

## Dispositif de récupération des dépôts



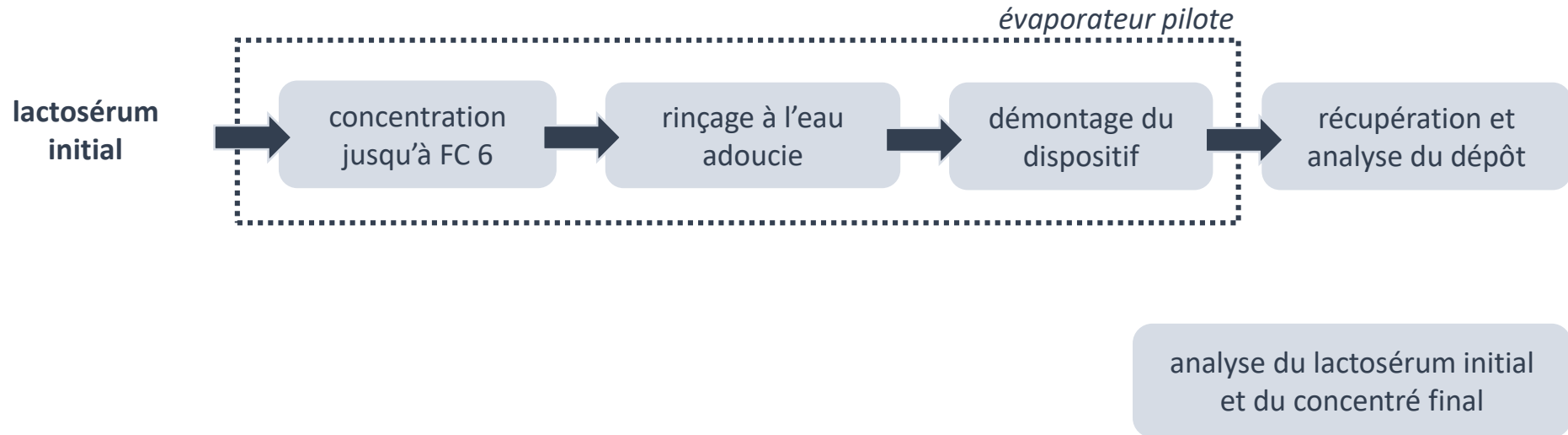
dispositif installé  
en tête du faisceau 3





# « MINÉRAUX LAITIERS » »

## Protocole expérimental



# « MINÉRAUX LAITIERS »

## Composition du concentré final et du dépôt

lactosérum  
initial



concentré  
35,5 % ES  
pH 3,93

pertes de calcium et de citrate  
dans l'évaporateur

Ca/Cit moles = 1,3  
# 1,5 ( $\text{Ca}_3\text{Cit}_2$ )

DEPOT



MAT × 6,38 (g.kg <sup>-1</sup> )	150,0
calcium (g.kg <sup>-1</sup> )	121,7
citrate (g.kg <sup>-1</sup> )	453,3
phosphate (g.kg <sup>-1</sup> )	64,1
magnésium (g.kg <sup>-1</sup> )	0,2

## Conclusions

### Concentration par ESV de lactosérum acide chlorhydrique

- **Encrassement** de l'évaporateur pilote et **formation d'insolubles** dans les produits les plus concentrés (FC > 4)
- **Détermination de la nature du dépôt formé**

#### Méthode indirecte

Bilan-matière sur les concentrés

Contribution du **calcium** et du **citrate** à l'encrassement

#### Méthode directe

Analyse du dépôt formé

- Détermination quantitative des composés présents: calcium, citrate + **ion phosphate et MAT**
- Spectroscopie IRTF: **lactose non détecté**

### Autres applications de la démarche

- Application au lactosérum acide lactique (pâtes fraîches), microfiltrat et ultrafiltrat de lait

## Perspectives

- **Identifier les conditions qui favorisent l'encrassement**, puis les leviers qui permettraient de le limiter
  - ❖ Nature du produit: pH, teneur en minéraux, protéines...
  - ❖ Paramètres procédé: T°C d'évaporation, différence de T°C caloporteur/produit...
  - Prétraitements en amont du produit ?
- **Caractériser les dépôts formés** (nature, structure)
  - ❖ Adapter les procédures de nettoyage en fonction de ces dépôts



Mardi 22 octobre 2019  
Maison du Lait, Paris

# JOURNÉE DE RESTITUTION

# « MINÉRAUX LAITIERS »

*Merci de votre attention !*



## Publications

- Tanguy, G., Siddique, F., Beaucher, E., Santellani, A.C., Schuck, P., Gaucheron, F. (2016). Calcium phosphate precipitation during concentration by vacuum evaporation of milk ultrafiltrate and microfiltrate. *LWT-Food Science and Technology*. **69**, 554-562.
- Tanguy, G., Tuler-Perrone, I., Dolivet, A., Santellani, A.-C., Leduc, A., Jeantet, R., Schuck, P., Gaucheron, F. (2019). Calcium citrate insolubilization drives the fouling of falling film evaporators during the concentration of hydrochloric acid wheys. *Food Research International*. **116**, 175-183 <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2018.08.009>