

**Thèse de doctorat**

CONTRIBUTION A L'ETUDE DE LA FORMATION ET DE  
L'ELIMINATION DE DEPOTS PROTEIQUES D'ORIGINE  
LAITIERE DANS LES ZONES DE CHAUFFAGE ET DE  
CHAMBRAGE - DEVELOPPEMENT ET ETUDE D'UN  
CAPTEUR D'ENCRASSEMENT ET D'UN MELANGEUR  
STATIQUE TOURBILLONNAIRE

**Laurent BOUVIER**

Soutenue publiquement le 28 novembre 2018

**Jury :****Luc FILLAUDEAU**, Directeur de recherche INRA, LISBP, Toulouse**Karine LOUBIERE**, Directrice de recherche CNRS, LGC, Toulouse**Guillaume DELAPLACE**, Directeur de recherche INRA, UMET, Villeneuve d'Ascq**Sylvain LALOT**, Professeur des Universités, UVHC, Valenciennes**Président - Rapporteur****Rapporteur****Directeur de thèse****Co-directeur de thèse**



**Intitulé et adresse de l'unité où la thèse a été préparée :**

Univ. Lille, CNRS, INRA, ENSCL, UMR 8207, UMET, Unité Matériaux et Transformations

Equipe PIHM, Processus aux Interfaces et Hygiène des Matériaux

369 rue Jules Guesde

59650 Villeneuve d'Ascq

FRANCE



## **REMERCIEMENTS**

Je tiens tout d'abord à remercier l'INRA et notamment mon département de tutelle CEPIA qui m'a autorisé à réaliser cette thèse en complément de mes activités d'ingénieur d'études à l'INRA.

Je tiens également à remercier la région Hauts-de-France pour sa participation au fonctionnement de cette thèse à travers son aide apportée dans le cadre du programme CPER ALIBIOTECH.

Je remercie mes deux directeurs de thèse Sylvain LALOT, professeur UVHC et Guillaume DELAPLACE, directeur de recherches INRA pour leur participation régulière aux réunions de travail et leur conseil dans la réflexion ainsi que pour la rédaction du manuscrit et des articles scientifiques.

Enfin, je remercie tous mes collègues de l'équipe PIHM en activité ou en retraite qui ont œuvré pour que ce projet avance dans les meilleures conditions possibles.



## PUBLICATIONS ET COMMUNICATIONS

### EDITEES SUR LA PERIODE DE LA THESE

#### Revues internationales avec comité de lecture

- [1] **Bouvier L.**, Moreau A., Ronse G., Six T., Petit J., Delaplace G. A CFD model as a tool to simulate  $\beta$ -lactoglobulin heat-induced denaturation and aggregation in a plate heat exchanger, *Journal of Food Engineering* 136C, **2014**, pp. 56-63.
- [2] Khaldi M., Blanpain-Avet P., Guérin R., Ronse G., **Bouvier L.**, André C., Bornaz S., Croguennec T., Jeantet R., Delaplace G.. Effect of calcium content and flow regime on whey protein fouling and cleaning in a plate heat exchanger, *Journal of Food Engineering*, **2015**; 147:68-78.
- [3] Khaldi M., Ronse G., André C., Blanpain-Avet P., **Bouvier L.**, Six T., Bornaz S., Croguennec T., Jeantet R. and Delaplace G.. Denaturation kinetics of whey protein isolate solutions and fouling mass distribution in a plate heat exchanger. *International Journal of Chemical Engineering*, vol. **2015**, Article ID 139638, 10 pages, 2015.
- [4] Petit J., Moreau A., Ronse G., Debreyne P., **Bouvier L.**, Blanpain-Avet P., Jeantet R., Delaplace G.. Role of whey components in the kinetics and thermodynamics of BLG unfolding and aggregation. *Food and Bioprocess Technology*. **2016**. doi:10.1007/s11947-016-1726-x.
- [5] Blanpain-Avet P., André C., Khaldi M., **Bouvier L.**, Petit J., Six T., Jeantet R., Croguennec T., Delaplace G.. Predicting the distribution of a whey protein fouling in plate heat exchanger using the kinetic parameters of the thermal denaturation reaction of beta-lactoglobulin and the bulk temperature profiles. *Journal of Dairy Science*, **2016**, Vol. 99, pp. 9611-9630.
- [6] Khaldi M., Croguennec T., André C., Ronse G., Jimenez M., Bellayer S., Blanpain-Avet P., **Bouvier L.**, Six T., Bornaz S., Jeantet R., Delaplace G., Effect of the calcium/protein molar ratio on  $\beta$ -lactoglobulin denaturation kinetics and fouling phenomena, *International Dairy Journal*, **2018**, Vol.78, pp. 1-10, doi:10.1016/j.idairyj.2017.10.002.
- [7] **Bouvier L.**, Delaplace G., Lalot S., Continuous Monitoring of Whey Protein Fouling Using a Non-Intrusive Sensor, *Heat Transfer Engineering*, Vol. 41, No. 2, **2018**.

- [8] **Bouvier L.**, Fargnier I., Lalot S. et Delaplace G., Effect of swirl flow on whey protein fouling and cleaning in a straight duct, *Journal of Food Engineering*, Vol. 242, pp. 115-123, **2019**. doi:10.1016/j.jfoodeng.2018.08.024.

### **Communication dans un congrès international avec actes**

- [9] Khaldi M., Ronse G., André C., Blanpain-Avet P., **Bouvier L.**, Six T., Bornaz S., Croguennec T., Jeantet R., and Delaplace G., Relationship between  $\beta$ -lactoglobulin denaturation and fouling mass distribution in a plate heat exchanger, *International Conference on Heat Exchanger Fouling and Cleaning XI*, 7 au 12 juin **2015**, Dublin, Irlande. Communication orale. Proceedings of International Conference on Heat Exchanger and Cleaning. Published online [www.heatexchanger-fouling.com](http://www.heatexchanger-fouling.com).
- [10] **Bouvier L.**, Delaplace G., Lalot S., Continuous Monitoring of Whey Protein Fouling Using a Non-Intrusive Sensor, *International Conference on Heat Exchanger Fouling and Cleaning XII*, 11 au 16 juin **2017**, Madrid, Spain. Communication orale. Refereed Proceedings, ISBN: 978-0-9984188-0-3, Published online [www.heatexchanger-fouling.com](http://www.heatexchanger-fouling.com).
- [11] Delaplace G., Gu Y., Khaldi M., **Bouvier L.**, André C., Petit J., Guerin R., Ronse G., Six T., Moreau A., Jimenez M., Bellayer S., Croguennec T., Jeantet R., Blanpain-Avet P., Influence of calcium/B-LG molar ratio on plate heat exchanger fouling for various whey protein solutions, *International Conference on Heat Exchanger Fouling and Cleaning XII*, 11 au 16 juin **2017**, Madrid, Spain. Communication orale.

### **Communication dans des colloques sans actes**

- [12] Khaldi M., Blanpain-Avet P., André C., Ronse G., **Bouvier L.**, Six T., Moreau A., Bornaz S., Croguennec T., Jeantet R., Delaplace G., Etude du lien entre la physico-chimie de dérivés laitiers et leur aptitude à l'encrassement lors du traitement thermomécanique en échangeur de chaleur, Journées Jeunes Chercheurs Journée des Jeunes Chercheurs GEPROC-UGéPE, le 23/10/2014, Mons, Belgique. Communication orale.
- [13] **Bouvier L.**, Intérêt des turbulences induites par un mélangeur statique pour limiter l'adhésion de protéines. Journées Jeunes Chercheurs, 15 octobre **2015**, Saint Quentin, France. Poster.
- [14] **Bouvier L.**, Delaplace G., Lalot S., Dispositifs pour la mesure de la formation et de l'élimination d'un dépôt protéique. Journées de la Mesure et de la Métrologie de l'INRA, 8 au 11 octobre **2018**, Saint Pierre d'Oléron, France. Communication orale.

## LISTE DES ABREVIATIONS

|       |                                                                    |
|-------|--------------------------------------------------------------------|
| A     | $\beta$ -lactoglobuline à l'état agrégé                            |
| BLG   | $\beta$ -lactoglobuline                                            |
| CEPIA | Caractérisation et Élaboration des Produits Issus de l'Agriculture |
| ECP   | Échangeur de Chaleur à Plaques                                     |
| INRA  | Institut National de la Recherche Agronomique                      |
| MFN   | Mécanique des Fluides Numérique                                    |
| N     | $\beta$ -lactoglobuline à l'état natif                             |
| NEP   | Nettoyage En Place                                                 |
| PIHM  | Processus aux Interfaces et Hygiène des Matériaux                  |
| S     | $\beta$ -lactoglobuline soluble                                    |
| U     | $\beta$ -lactoglobuline à l'état déplié                            |
| UMET  | Unité Matériaux et Transformations                                 |
| WPI   | Isolat de protéine du lactosérum (Whey Protein Concentrate)        |

# TABLE DES MATIERES

|                                                                                                                                                   |    |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Introduction générale .....                                                                                                                       | 23 |
| 1 Contexte de l'encrassement des surfaces .....                                                                                                   | 27 |
| 1.1 Préambule.....                                                                                                                                | 27 |
| 1.2 L'encrassement des surfaces d'échange des équipements de transformation : une problématique multi-secteurs.....                               | 28 |
| 1.3 L'encrassement des surfaces d'échange dans l'industrie laitière : positionnement et enjeux                                                    | 31 |
| 1.3.1 Importance du secteur laitier Français et enjeux de maîtriser les encrassements                                                             | 31 |
| 1.3.2 Importance des opérations de texturation et de stabilisation par traitement thermique dans le secteur laitier.....                          | 32 |
| 1.3.3 Impact environnemental et économique des encrassements laitiers .....                                                                       | 33 |
| 2 Modélisation des mécanismes de dénaturation chaude de la BLG et de l'encrassement des échangeurs .....                                          | 39 |
| 2.1 Bibliographie : études traitant de l'encrassement des échangeurs de chaleur par des solutions protéiques laitières .....                      | 39 |
| 2.1.1 Composition chimique du lait et des dépôts laitiers .....                                                                                   | 39 |
| 2.1.1.1 Composition chimique du lait .....                                                                                                        | 39 |
| 2.1.1.2 Composition chimique du dépôt laitier.....                                                                                                | 40 |
| 2.1.2 Dénaturation chaude de la $\beta$ -lactoglobuline dans les solutions protéiques du lactosérum                                               | 42 |
| 2.1.2.1 Composition en protéines du lactosérum.....                                                                                               | 42 |
| 2.1.2.2 Mécanismes de dénaturation chaude de la $\beta$ -lactoglobuline .....                                                                     | 43 |
| 2.1.2.3 Modèles simplifiés couramment utilisés pour décrire les cinétiques de dénaturation chaude de la BLG dans des solutions de lactosérum..... | 45 |
| 2.1.3 Mécanismes de formation du dépôt encrassant par des solutions protéiques du lactosérum                                                      | 49 |
| 2.1.3.1 Mécanismes d'initiation et de croissance du dépôt protéique.....                                                                          | 49 |

|           |                                                                                                                                 |    |
|-----------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 2.1.3.2   | Principaux facteurs physico-chimiques influençant la masse de dépôt..                                                           | 50 |
| 2.1.3.2.1 | Effet du pH du milieu.....                                                                                                      | 51 |
| 2.1.3.2.2 | Effet du calcium .....                                                                                                          | 52 |
| 2.1.3.2.3 | Effet de l'histoire thermique (prétraitements).....                                                                             | 55 |
| 2.1.3.2.4 | Composition en protéine de la solution traitée thermiquement.....                                                               | 55 |
| 2.1.3.2.5 | Effets de la vitesse de circulation du fluide .....                                                                             | 56 |
| 2.1.3.2.6 | Les caractéristiques des parois.....                                                                                            | 56 |
| 2.1.3.2.7 | Effet de certaines conditions opératoires : température de paroi et pression                                                    | 59 |
| 2.1.4     | Méthodologie de mesure de l'encrassement laitier .....                                                                          | 59 |
| 2.1.4.1   | Pesée de la masse.....                                                                                                          | 59 |
| 2.1.4.2   | Mesure de l'encrassement à partir du suivi du coefficient de transfert de chaleur global ou de la résistance au transfert ..... | 60 |
| 2.1.4.3   | Mesure de l'encrassement à partir du suivi des pertes de charge .....                                                           | 62 |
| 2.1.5     | Modèles prédictifs de l'encrassement.....                                                                                       | 63 |
| 2.1.5.1   | Travaux sur tout type de processus encrassant.....                                                                              | 64 |
| 2.1.5.2   | Travaux sur les encrassements laitiers.....                                                                                     | 67 |
| 2.1.5.3   | Modèle type Kern et Seaton .....                                                                                                | 67 |
| 2.1.5.4   | Modèle intégrant des paramètres cinétiques.....                                                                                 | 68 |
| 2.1.5.5   | Modèle type Bilan de population - 1D .....                                                                                      | 69 |
| 2.1.5.6   | Modèle de simulation numérique - 2D et 3D .....                                                                                 | 69 |
| 2.2       | Modèle d'encrassement prenant en compte l'effet du calcium .....                                                                | 70 |
| 2.2.1     | Introduction.....                                                                                                               | 70 |
| 2.2.2     | Matériels et méthodes.....                                                                                                      | 70 |
| 2.2.3     | Résultats.....                                                                                                                  | 72 |
| 2.2.4     | Conclusion .....                                                                                                                | 74 |
| 2.3       | Modèle basé sur des bilans de population .....                                                                                  | 75 |
| 2.3.1     | Introduction.....                                                                                                               | 75 |

|       |                                                                                            |     |
|-------|--------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 2.3.2 | Méthode.....                                                                               | 75  |
| 2.3.3 | Résultats.....                                                                             | 76  |
| 2.3.4 | Conclusion .....                                                                           | 77  |
| 2.4   | Simulation numérique de la dénaturation chaude de la BLG .....                             | 79  |
| 2.4.1 | Présentation de l'étude numérique de la dénaturation de la BLG .....                       | 79  |
| 2.4.2 | Méthodologie expérimentale à l'échelle pilote .....                                        | 80  |
| 2.4.3 | Présentation du modèle numérique.....                                                      | 83  |
| 2.4.4 | Résultats obtenus et validation de l'étude numérique.....                                  | 85  |
| 2.4.5 | Conclusion de l'étude numérique .....                                                      | 91  |
| 2.5   | Modèle générique de prédiction de la masse de dépôt dans un échangeur de chaleur à plaques | 93  |
| 2.5.1 | Introduction.....                                                                          | 93  |
| 2.5.2 | Matériels et méthodes.....                                                                 | 93  |
| 2.5.3 | Résultats.....                                                                             | 96  |
| 2.5.4 | Conclusion .....                                                                           | 100 |
| 2.6   | Conclusion.....                                                                            | 100 |
| 3     | Capteur d'encrassement prototype développé et validation.....                              | 103 |
| 3.1   | Bibliographie : les capteurs de suivi d'encrassement.....                                  | 103 |
| 3.1.1 | Les mesures globales .....                                                                 | 104 |
| 3.1.2 | Les mesures locales .....                                                                  | 104 |
| 3.2   | Développement d'un capteur d'encrassement non intrusif .....                               | 110 |
| 3.2.1 | Principe et présentation du capteur.....                                                   | 110 |
| 3.2.2 | Installation expérimentale pilote mise en place .....                                      | 112 |
| 3.2.3 | Conditions opératoires des tests d'encrassement .....                                      | 114 |
| 3.3   | Résultats et discussion .....                                                              | 116 |
| 3.4   | Conclusion.....                                                                            | 122 |
| 4     | Effet d'un écoulement de type swirl sur l'encrassement.....                                | 125 |

|         |                                                                                                                      |     |
|---------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 4.1     | Bibliographie : perturbation d'écoulement et conséquences sur l'encrassement et le nettoyage des installations ..... | 125 |
| 4.1.1   | Les techniques actives .....                                                                                         | 126 |
| 4.1.2   | Les techniques passives .....                                                                                        | 127 |
| 4.1.2.1 | Étude expérimentale des techniques passives .....                                                                    | 127 |
| 4.1.2.2 | Étude numérique des techniques passives .....                                                                        | 132 |
| 4.1.3   | Les écoulements tourbillonnaires ou de swirl dans les tubes droits .....                                             | 133 |
| 4.2     | Matériels et méthodes .....                                                                                          | 137 |
| 4.2.1   | Le module de swirl utilisé .....                                                                                     | 138 |
| 4.2.2   | La solution de protéines laitières .....                                                                             | 140 |
| 4.2.2.1 | Choix d'une solution encrassante.....                                                                                | 140 |
| 4.2.2.2 | Les mesures rhéologiques .....                                                                                       | 141 |
| 4.2.3   | Les essais d'encrassement .....                                                                                      | 142 |
| 4.2.3.1 | La plateforme expérimentale .....                                                                                    | 142 |
| 4.2.3.2 | Instrumentation de la plateforme.....                                                                                | 143 |
| 4.2.3.3 | Conditions expérimentales pour la formation des dépôts.....                                                          | 144 |
| 4.3     | Résultats et discussion .....                                                                                        | 145 |
| 4.3.1   | Photographie des dépôts.....                                                                                         | 145 |
| 4.3.2   | Comparaison des masses de dépôt.....                                                                                 | 147 |
| 4.3.3   | Mesure de température en paroi interne.....                                                                          | 150 |
| 4.4     | Conclusion.....                                                                                                      | 151 |
| 5       | Effet d'un écoulement de type swirl sur le nettoyage.....                                                            | 153 |
| 5.1     | Bibliographie : le nettoyage en place des installations.....                                                         | 153 |
| 5.1.1   | Les différentes étapes du nettoyage.....                                                                             | 153 |
| 5.1.2   | Cinétique de nettoyage et élimination des dépôts .....                                                               | 154 |
| 5.2     | Matériels et méthodes pour les essais de nettoyage.....                                                              | 156 |
| 5.2.1   | Choix d'une solution encrassante pour la formation des dépôts .....                                                  | 156 |
| 5.2.2   | Dispositif de mesure vidéo pour le suivi du nettoyage.....                                                           | 157 |

|       |                                                                                      |     |
|-------|--------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 5.3   | Résultats et discussion .....                                                        | 160 |
| 5.3.1 | Comparaison des cinétiques de nettoyage .....                                        | 160 |
| 5.3.2 | Temps de nettoyage .....                                                             | 164 |
| 5.4   | Conclusion.....                                                                      | 166 |
|       | Conclusion générale et perspectives.....                                             | 167 |
|       | Références bibliographiques.....                                                     | 171 |
|       | Annexes .....                                                                        | 191 |
| 1.    | Capteurs et matériels de mesure.....                                                 | 191 |
| 2.    | Calculs relatifs au dispositif de mesure de l'encrassement .....                     | 192 |
| 1.    | Calcul d'un profil de température théorique .....                                    | 192 |
| 2.    | Calcul de la température $T_k$ .....                                                 | 192 |
| 3.    | Estimation des coefficients de transfert thermique .....                             | 193 |
| 4.    | Calcul de la résistance thermique d'encrassement à partir des mesures de température | 196 |
| 3.    | Liste des essais d'encrassement .....                                                | 197 |
| 4.    | Liste des essais de nettoyage .....                                                  | 198 |
|       | Résumé .....                                                                         | 199 |
|       | Abstract .....                                                                       | 200 |

## LISTE DES FIGURES

|                                                                                                                                                                                                                                                                     |    |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figure 1. Photographie de l'intérieur d'un échangeur de chaleur tubulaire équipant un navire (Navy Currents Winter 2015). .....                                                                                                                                     | 28 |
| Figure 2. Exemples de dépôts formés suite à un traitement thermique des aliments : a) adsorption d'une monocouche de protéine, b) cristallisation, c) dépôt protéique avec inclusion de minéraux, d) dépôt minéral avec inclusions protéiques (Boxler, 2014). ..... | 31 |
| Figure 3. Répartition par type de produits laitiers en 2017 (Source : « L'économie laitière en chiffres », 2018, CNIEL). .....                                                                                                                                      | 32 |
| Figure 4. Perte de pression relative dans un échangeur de chaleur à plaques lors du traitement thermique de solutions à base de protéines laitières (8 essais, INRA). .....                                                                                         | 34 |
| Figure 5. Photo de plaques d'un échangeur de chaleur encrassé. ....                                                                                                                                                                                                 | 35 |
| Figure 6. Répartition des dépôts de type A et B le long d'un programme thermique de stérilisation (Burton, 1994). .....                                                                                                                                             | 41 |
| Figure 7. Illustration de la structure tertiaire de la BLG montrant les positions de la cystéine notée « Cys » représentées par des sphères (A) et les feuillets $\beta$ (B). Images générées avec le logiciel RasMol (Wijayanti et al., 2019). .....               | 43 |
| Figure 8. Mécanisme de dénaturation chaude de la BLG (Tolkach et Kulozik, 2007) .....                                                                                                                                                                               | 44 |
| Figure 9. Mécanismes de dénaturation chaude de la BLG comprenant les différents complexes possibles avec d'autres protéines du lait (Boxler, 2014). .....                                                                                                           | 45 |
| Figure 10. Mécanisme de dénaturation de la BLG (Tolkach et Kulozik, 2007). ( $k$ : constante cinétique de dénaturation pour un ordre de réaction égal à $n$ ). .....                                                                                                | 46 |
| Figure 11. Courbe d'Arrhenius pour la constante de vitesse $k$ de la cinétique de dénaturation de la BLG ( $n=1.5$ ). .....                                                                                                                                         | 48 |
| Figure 12. Schéma illustrant le processus d'adsorption de la bêta-lactoglobuline sur de l'acier inoxydable (Itoh et al., 1995). .....                                                                                                                               | 50 |

|                                                                                                                                                                                                                                                                                                      |    |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figure 13. Dépôt et détachement à la surface d'un échangeur de chaleur des protéines de lactosérum (Boxler, 2014). .....                                                                                                                                                                             | 51 |
| Figure 14. Impact du ratio molaire calcium /protéine sur la distribution de la masse totale de dépôt (Khaldi, 2016). .....                                                                                                                                                                           | 53 |
| Figure 15. Plaque utilisée pour les essais d'encrassement.....                                                                                                                                                                                                                                       | 71 |
| Figure 16. Comparaison entre les masses de dépôt par canal ( $M_{d,i}/\rho.e^3$ ) expérimentales et prédites. ....                                                                                                                                                                                   | 74 |
| Figure 17. Masse de dépôt sec mesurée, température du produit et bilan de population de BLG simulé pour une solution de WPI à 1% p/p et 100 ppm de calcium (Khaldi, 2016). ....                                                                                                                      | 77 |
| Figure 18. Maillage du premier canal à l'entrée de l'ECP. ....                                                                                                                                                                                                                                       | 84 |
| Figure 19. Courbe de frottement obtenu par la mesure et le calcul numérique. ....                                                                                                                                                                                                                    | 84 |
| Figure 20. Champ de température (Kelvin) avant la sortie du 4 <sup>ème</sup> canal. ....                                                                                                                                                                                                             | 85 |
| Figure 21. Profils de vitesse et de température transversaux à proximité de la sortie du 4 <sup>ème</sup> canal. ....                                                                                                                                                                                | 86 |
| Figure 22. Concentration (kg/L) en BLG dans l'état natif (a), déplié (b) et agrégé (c).....                                                                                                                                                                                                          | 87 |
| Figure 23. Comparaison du niveau de dénaturation de la BLG du produit A obtenu par simulation numérique et expérimentalement. ....                                                                                                                                                                   | 88 |
| Figure 24. Comparaison du niveau de dénaturation de la BLG du produit B obtenu par simulation numérique en 2 dimensions, par calcul simplifié en 1 dimension et expérimentalement. ....                                                                                                              | 89 |
| Figure 25. Evolution des différentes espèces natives (N), dépliés (U) et agrégés (A) de la BLG obtenue par simulation numérique et de la masse de dépôt sec mesurée dans chacun des canaux de l'ECP. Les figures (a), (b) et (c) correspondent respectivement aux expérimentations #2, #1 et #3..... | 91 |
| Figure 26. Masses de dépôt prédites et expérimentales pour les poudres P1 à P3 et les essais FR32 à FR38. ....                                                                                                                                                                                       | 99 |

|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            |     |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Figure 27. Schéma du dispositif ultrasonore (Collier et al., 2015).....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    | 105 |
| Figure 28. Schéma et prototype du dispositif de mesure du facteur d'encrassement par onde acoustique (Merheb et al., 2007).....                                                                                                                                                                                                                                                                                            | 106 |
| Figure 29. Représentation schématique de la cellule de mesure du capteur mécatronique (Pereira et al., 2006).....                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | 106 |
| Figure 30. Schéma de la sonde FDG (Ali et al., 2013).....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  | 107 |
| Figure 31. Photo du dispositif de mesure de la conductivité électrique (Guerin et al., 2007).....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | 107 |
| Figure 32. Sonde à fil chaud (Crattelet et al., 2013).....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                 | 108 |
| Figure 33. Schéma du capteur à excitation thermique interne (Perez, 2003).....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             | 108 |
| Figure 34. Photo du capteur de température collé à la surface du tube. ....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                | 110 |
| Figure 35. (a) Vue en coupe du capteur d'encrassement. (b) Schéma thermique équivalent sur un rayon. $T_p$ , $T_k$ et $T_a$ symbolisent respectivement la température du fluide en circulation, du capteur et de l'air ambiant. $h_a$ , $\Phi$ et $R_f$ représentent respectivement le coefficient de transfert thermique vers l'air ambiant, le flux de chaleur surfacique et la résistance thermique d'encrassement..... | 111 |
| Figure 36. Schéma de l'installation pilote. $T_{hi}$ , $T_{ho}$ , $T_{pi}$ , $T_{po}$ et $T_{pho}$ correspondent respectivement à la température d'entrée et de sortie du fluide chaud, d'entrée et de sortie du produit et de sortie de la zone de chambrage. Les circuits d'eau chaude sont symbolisés par des traits en pointillé. ....                                                                                 | 113 |
| Figure 37. Profils de température dans l'échangeur de chaleur à plaques dans des conditions propres pour les différentes combinaisons de températures de sortie du produit et de débits d'eau chaude. ....                                                                                                                                                                                                                 | 115 |
| Figure 38. Masses de dépôt sec (valeurs minimum, moyenne et maximum) observées dans l'échangeur de chaleur. Le débit d'eau chaude et la température sont indiqués pour chacun des profils de température A à C.....                                                                                                                                                                                                        | 116 |
| Figure 39. Masse totale de dépôt sec en fonction de la perte de pression. ....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             | 118 |
| Figure 40. Températures enregistrées lors de l'encrassement avec le profil C. ....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         | 119 |

|                                                                                                                                                                                                                       |     |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Figure 41. Comparaison des résistances d'encrassement calculées à partir des températures d'entrée/sortie de l'échangeur ( $R_i$ , en noir) et du capteur d'encrassement ( $R_s$ , en vert).....                      | 120 |
| Figure 42. Epaisseur de dépôt mesurée par le capteur d'encrassement en fonction des masses de dépôt sec obtenues dans le canal 2 de l'échangeur pour les profils de température A, B et C.....                        | 121 |
| Figure 43. Dispositifs étudié par Ahmadvand, Najafi, et Shahidinejad (2009).....                                                                                                                                      | 128 |
| Figure 44. Les différents types de ruban utilisés dans l'étude de Chang et Huang (2014). ....                                                                                                                         | 128 |
| Figure 45. Les différents type de rubans torsadés étudiés par Khoshvaght-Aliabadi et Eskandari (2015c).....                                                                                                           | 129 |
| Figure 46. Générateur de swirl étudié par Eichler et Lederer (2015). ....                                                                                                                                             | 130 |
| Figure 47. Module de swirl en ABS. Vue de profil (a), vue du côté de l'entrée du fluide (b) et équipé de brides d'adaptation pour des raccords tri-clamp (c).....                                                     | 138 |
| Figure 48. Module de swirl à 8 ailettes. (a) Vue en perspective du modèle 3D. (b) Vue de côté du module de swirl (c) Photo du dispositif côté sortie (d) Paramètres dimensionnels de l'ailette.....                   | 139 |
| Figure 49. Décroissance exponentielle du nombre de Swirl S en fonction de la distance axiale ( $Re = 10\,000$ ).....                                                                                                  | 140 |
| Figure 50. Évolution au cours du temps de la viscosité de l'eau et de la BLG portées à 80 °C...142                                                                                                                    |     |
| Figure 51. Schéma de la plateforme expérimentale (UMET, INRA, Villeneuve d'Ascq). ....                                                                                                                                | 143 |
| Figure 52. Dispositif de mesure de la température en paroi interne des tubes. ....                                                                                                                                    | 144 |
| Figure 53. Photos des dépôts formés après une section de tube droit (1) et après le module de swirl (2). Les lettres A à F correspondent aux conditions expérimentales utilisées et décrites dans le Tableau 16. .... | 146 |
| Figure 54. Évolution de la masse de dépôt sèche en aval du module de swirl ou d'un tube droit dans les conditions expérimentales A à F. L'erreur de mesure est inférieure à 1 g/m <sup>2</sup> . ....                 | 148 |
| Figure 55. Masse totale de dépôt sec obtenue après un tube droit ou un module de swirl dans les conditions A à F avec les barres d'erreur de pesée.....                                                               | 149 |

|                                                                                                                                                                                                                                                                   |     |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Figure 56. Augmentation de la température de paroi à l'intérieur du tube en présence du module de swirl par rapport à la température mesurée sans module. ....                                                                                                    | 151 |
| Figure 57. Courbes d'Arrhenius pour la constante de vitesse $k$ des cinétiques de dénaturation de la BLG. ....                                                                                                                                                    | 157 |
| Figure 58. Schéma du dispositif conçu pour étudier l'effet d'un écoulement swirl sur l'efficacité du nettoyage en place (UMET, INRA, Villeneuve d'Ascq). ....                                                                                                     | 158 |
| Figure 59. Images du tube de verre droit (a) avant l'étape de nettoyage et (b) jusqu'à élimination complète du dépôt. Le rectangle noir délimite les pixels pris en compte pour le calcul du niveau de gris moyen noté $I$ . ....                                 | 159 |
| Figure 60. Évolution au cours du temps des mesures du niveau de gris normalisé lors du nettoyage par de l'hydroxyde de sodium en présence ou non du module de swirl. Les étiquettes indiquent la masse de dépôt sec. ....                                         | 163 |
| Figure 61. Comparaison des vitesses de nettoyage par une solution d'hydroxyde de sodium à 0,5 % (p/p) à une température de 40 °C (a) et 50 °C (b) après un tube droit ou un module de swirl. Les valeurs minimales, moyennes et maximales sont représentées. .... | 165 |
| Figure 62. Schéma équivalent du dispositif de mesure des flux thermiques. ....                                                                                                                                                                                    | 192 |
| Figure 63. Profils de température pour un dépôt très conducteur de chaleur ( $\lambda_d = 0,38 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ). ....                                                                                                                            | 195 |
| Figure 64. Profils de température pour un dépôt peu conducteur de chaleur ( $\lambda_d = 0,13 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ). ....                                                                                                                             | 195 |

## LISTE DES TABLEAUX

|                                                                                                                                                                            |     |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Tableau 1. Estimation du coût annuel de l'encrassement dans plusieurs pays pour l'année 1998 (Awad, 2011). .....                                                           | 36  |
| Tableau 2. Composition chimique du lait de vache (Walstra et al., 2006). .....                                                                                             | 39  |
| Tableau 3. Paramètres de procédé mesurés ou calculés imposés dans l'ECP pour les essais d'encrassement. ....                                                               | 71  |
| Tableau 4. Caractéristiques géométriques des plaques V7 (Leuliet, 1988). ....                                                                                              | 72  |
| Tableau 5. Dépendance thermique des propriétés physiques des solutions A et B. La température T est exprimée en degré Celsius (Leuliet, 1988). ....                        | 80  |
| Tableau 6. Conditions expérimentales utilisées pour le produit A. ....                                                                                                     | 82  |
| Tableau 7. Conditions expérimentales appliquées au produit B. ....                                                                                                         | 82  |
| Tableau 8. Paramètres de la cinétique réactionnelle de dénaturation de la BLG. ....                                                                                        | 83  |
| Tableau 9. Composition du lactosérum en poudre (P1 : PROMILK 852 FB1, IDI SAS-France; P2 : PROTARMOR 750, Armor Proteines-France; P3 : PROLACTA 95, Lactalis-France). .... | 94  |
| Tableau 10. Masse de dépôt obtenue, composition en calcium et protéine des solutions encrassantes et conditions opératoires des essais expérimentaux. ....                 | 95  |
| Tableau 11. Nombre de passe et profils de température des essais expérimentaux. ....                                                                                       | 95  |
| Tableau 12. Liste des paramètres d'intérêt dans le traitement thermique d'une solution de lactosérum dans un échangeur de chaleur à plaques. ....                          | 97  |
| Tableau 13. Méthodes de mesure (Collier, 2014). ....                                                                                                                       | 109 |
| Tableau 14. Etudes numériques des techniques passives. ....                                                                                                                | 132 |
| Tableau 15. Composition de la poudre de protéines de lactosérum. ....                                                                                                      | 141 |
| Tableau 16. Conditions expérimentales pour la réalisation des essais avec ou sans écoulement swirl. ....                                                                   | 145 |

|                                                                                                                     |     |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Tableau 17. Conditions expérimentales utilisées lors des essais de nettoyage avec ou sans écoulement tournant. .... | 159 |
| Tableau 18. Description des paramètres utilisés pour le calcul de la résistance thermique d'encrassement. ....      | 193 |



# INTRODUCTION GENERALE

---

Les besoins en produits lactés des grands pays émergents comme la Chine, l'Inde ou le Brésil sont en forte augmentation. Pour répondre à ces besoins, l'industrie agroalimentaire doit élaborer et transformer de nouveaux produits lactés. La hausse des coûts des matières premières associée à une forte concurrence mondiale conduit les industriels à devoir optimiser l'utilisation des composés du lait tels que les protéines solubles issues de procédés mis en œuvre dans les industries laitières (lactosérum ou perméat de microfiltration). Pour obtenir un produit fini, plusieurs étapes unitaires de transformation sont mises en œuvre comprenant le plus souvent une étape de traitement thermique permettant la stabilisation microbiologique du produit par pasteurisation ou stérilisation. L'étape de traitement thermique permet aussi d'atteindre des qualités organoleptiques correspondant à une texture particulière. L'équipement le plus utilisé dans l'industrie laitière pour le traitement thermique d'un produit est l'échangeur de chaleur à plaques et joints. Les inconvénients de ce type d'équipements sont l'encrassement des surfaces d'échanges de chaleur et les difficultés liées au nettoyage de celle-ci.

La présence éventuelle de souillures non souhaitées à la surface des équipements peut avoir des conséquences en termes de qualité et de sécurité alimentaire et conduire à un risque de contamination des surfaces. Pour les industriels de l'agro-alimentaire, la médiatisation des accidents sanitaires (Toxi Infection Alimentaires Collectives, TIAC) ou l'impact environnemental lié à l'utilisation de grande quantité d'eau et de produits chimiques alcalins ou acides lors des cycles de nettoyage sont désormais des facteurs nuisibles à leur image. C'est pourquoi l'étude de l'encrassement et du nettoyage des installations est toujours un sujet d'actualité.

La formation et l'élimination des dépôts à la surface des équipements de transformation mettent en jeu une combinaison de phénomènes complexes qui ne sont pas encore tous expliqués. Une des principales lacunes concerne la relation entre les réactions chimiques, les transferts de chaleur et de quantité de mouvement et la croissance puis l'élimination d'un dépôt.

Cette thèse contribue à une meilleure compréhension du phénomène d'encrassement avec deux grands objectifs :

- Mieux modéliser le rôle des paramètres de procédé et la physico-chimie de la solution protéique laitière sur les phénomènes d'encrassement. Pour ce faire, un certain nombre

de modèles ont été construits à mon initiative [1] ou avec mon aide [2-6] sur la durée de la thèse (2014-2018).

- Apporter un éclairage sur l'intérêt de placer des promoteurs de turbulence en aval des pasteurisateurs constitués d'échangeurs à plaques pour réduire l'encrassement et favoriser le nettoyage des boucles de traitement thermique. Ces dispositifs, pour réduire l'encrassement ou faciliter le nettoyage, n'avaient jusqu'ici jamais été testés à l'UMET-PIHM et par conséquent la production de connaissances sur l'intérêt de ces dispositifs est nouveau pour l'unité [8]. Pour y parvenir, un certain nombre de développements méthodologiques, dont je suis à l'origine, ont été élaborés [7].

Par conséquent, dans ce manuscrit de thèse, je vais exposer certaines actions de recherche sur la modélisation des encrassements (chapitre 2) et sur l'intérêt des promoteurs de turbulence par rapport à la contamination de surface (chapitres 4 à 5) et les développements méthodologiques associés sur le capteur de suivi d'encrassement (chapitre 3) pour évaluer l'intérêt de ces dispositifs. Pour l'ensemble des travaux exposés, je m'appuierai sur les valorisations qui ont été soumises ou publiées pour décrire les résultats. Le manuscrit comprend 4 grands chapitres qui présentent les résultats obtenus.

Le premier chapitre de cette thèse a pour but de réaliser une bibliographie de l'état des connaissances sur les mécanismes d'encrassements laitiers. Après avoir donné quelques éléments de contexte pour positionner l'enjeu de la thématique, on verra que les phénomènes physico-chimiques liés aux encrassements laitiers sont complexes à appréhender et que des lacunes existent au niveau de la compréhension et de la modélisation des mécanismes. A partir de ce constat, j'illustrerai ma contribution sur les travaux de modélisation au sein de l'UMET-PIHM, en tant qu'équipier (Ingénieur d'étude titulaire au sein de L'UMET-PIHM) et en tant que porteur. Je détaillerai plus en détail les résultats obtenus sur la mise au point d'un modèle de mécanique des fluides numériques pour lesquels je suis pleinement à l'initiative et qui montrent l'importance de prendre en compte le couplage structure de l'écoulement, transferts de chaleurs et cinétique chimique pour avancer sur la compréhension des mécanismes de formation des dépôts protéiques laitiers. L'ensemble des résultats des publications [1-8] à comité de lecture valorisé sur la période de thèse sur les aspects modélisation seront présentés dans les chapitres 2 à 5.

Dans le troisième chapitre, on verra également qu'en l'état actuel, le suivi du dépôt en continu dans ces équipements fermés n'est pas une chose immédiate et qu'un manque de métrologie existe. Dans la suite de ce chapitre, je présenterai le développement métrologique initié sur le capteur d'encrassement pour pouvoir évaluer l'intérêt des promoteurs de turbulence en

amont des conduites de chambrage, pour limiter l'encrassement ou favoriser son élimination. Au-delà, de cette thèse, la connaissance de l'évolution de l'état d'encrassement du système en temps réel est une information importante pour maîtriser une opération unitaire de transfert de chaleur mais aussi pour aller plus loin dans la compréhension des mécanismes dynamiques d'encrassement.

Le quatrième chapitre commencera par rappeler la bibliographie sur les promoteurs de turbulence dans les tubes pour limiter les dépôts au niveau de la paroi ou favoriser le nettoyage. On présentera ensuite l'étude expérimentale réalisée afin de mieux comprendre l'impact d'un promoteur de turbulence particulier (un mélangeur statique tourbillonnaire ou module de swirl) sur l'encrassement. L'objectif de cette étude expérimentale inédite, est de mieux comprendre l'impact d'un écoulement swirl sur la formation du dépôt. Le module de swirl choisi génère un écoulement tournant avec une augmentation des contraintes pariétales sur une grande distance axiale. Les expérimentations consistent à mieux comprendre comment les paramètres procédés à l'entrée du dispositif modulent la structure de l'écoulement et ses conséquences sur la formation des dépôts lors d'un traitement thermique.

Enfin, le dernier chapitre présentera les résultats visant à quantifier l'effet d'un écoulement swirl lors du nettoyage d'un tube droit en zone de chambrage pour plusieurs régimes d'écoulement et différentes températures de traitement thermique. On verra également qu'au regard des connaissances actuelles, il s'agit d'une des toutes premières études expérimentales qui essaie de quantifier les conséquences d'une modification de la structure de l'écoulement sur l'élimination d'un dépôt.



# 1 CONTEXTE DE L'ENCRASSEMENT DES SURFACES

---

## 1.1 PREAMBULE

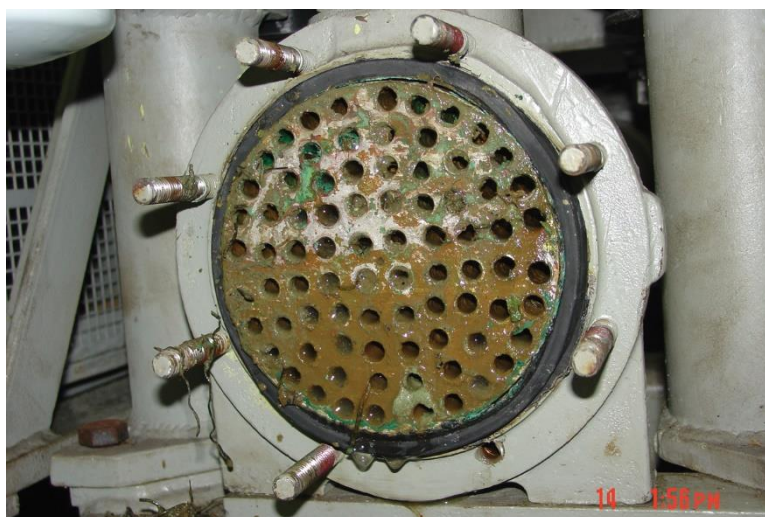
Dans ce premier chapitre, nous allons tout d'abord réaliser une bibliographie de l'état des connaissances sur les mécanismes d'encrassements dans les échangeurs de chaleur.

En tout premier lieu, nous donnerons quelques généralités sur l'encrassement des surfaces d'échange des équipements industriels. Puis, nous centrerons notre propos exclusivement sur les phénomènes d'encrassement des échangeurs de chaleur traitant des produits laitiers. Nous montrerons d'abord l'importance du secteur laitier en France et des opérations de thermisation en échangeurs de chaleur afin de texturer ou stabiliser les produits laitiers. Ceci nous aidera à illustrer les impacts économiques et environnementaux des encrassements laitiers. Nous présenterons ensuite la composition chimique du lait et d'un dépôt laitier pour mettre en avant les protéines majoritairement impliquées dans les encrassements selon les paramètres de transformation. Puis, nous détaillerons les travaux portant sur l'identification des mécanismes de dénaturation et d'encrassement des solutions protéiques de lactosérum proposés dans la littérature. Une attention particulière sera portée pour illustrer le rôle de certains facteurs physico-chimiques clés sur les mécanismes de dénaturation et d'encrassement et les modèles proposés. Enfin, nous présenterons quelques approches de modélisation sur les phénomènes d'encrassement habituellement mises en œuvre en échangeurs. Nous nous focaliserons uniquement sur les méthodes qui seront appliquées ultérieurement dans le cadre de ce travail de thèse afin de détecter les cinétiques d'encrassement dans les échangeurs de chaleur.

Je dresserai ensuite un constat sur certaines lacunes de cet état de l'art en ce qui concerne la modélisation. A partir de ce constat, j'illustrerai ma contribution sur les travaux de modélisation au cours de cette période de thèse pour combler quelques trous de connaissance.

## 1.2 L'ENCRASSEMENT DES SURFACES D'ÉCHANGE DES ÉQUIPEMENTS DE TRANSFORMATION : UNE PROBLÉMATIQUE MULTI-SECTEURS

Presque tous les secteurs de l'industrie sont confrontés à l'encrassement (Kuppan, 2000 ; McDonalds et Magande, 2012). Cette formation non désirée de dépôt organique ou minéral à la surface des équipements (Melo, Bott, et Bernardo, 1988 ; Oliveira et al., 1993 ; Taborek, 1972) empêche le fonctionnement optimal des équipements. L'encrassement est un problème fréquent lors du traitement thermique dans des échangeurs de chaleur. L'encrassement des parois va limiter les échanges de chaleur qui sont la fonction première de ces équipements. Plusieurs grands secteurs de l'énergie sont concernés comme la pétrochimie et le nucléaire mais aussi l'industrie navale. La Figure 1 montre la présence d'un important dépôt d'origine minérale sans contamination microbiologique à l'intérieur d'un échangeur tubulaire utilisé sur un navire qui réduit ses performances. Les mécanismes d'encrassement sont souvent complexes et différents suivant le procédé mis en œuvre.



**Figure 1. Photographie de l'intérieur d'un échangeur de chaleur tubulaire équipant un navire (Navy Currents Winter 2015).**

Résoudre ou diminuer les encrassements restent encore aujourd'hui un défi majeur pour les équipementiers concevant et fabriquant des échangeurs de chaleur (Bott, 2001). L'encrassement des équipements industriels engendre des coûts économiques importants (réduction de l'efficacité du transfert thermique, augmentation de la fréquence des opérations de maintenance et de nettoyage, etc.).

Dans les industries laitières, le coût de l'encrassement des échangeurs de chaleur à plaques associé au coût des procédures de nettoyage a été chiffré à 80 % de l'ensemble des coûts de production (Bansal et Chen, 2006). Le coût de l'encrassement dans les autres secteurs de l'industrie

est également très élevé. Il peut atteindre 1 million de dollars pour une centrale au charbon (Sheikh et al., 2000) et plusieurs milliards de pertes dans le secteur des raffineries de pétrole dans les pays industrialisés (Bohnet, 1987). Plus récemment, Walker et al. (2012) ont montré que le coût de l'encrassement peut atteindre 2,1 % des bénéfices pour une centrale électrique d'une puissance de 550 MW.

De ce fait, de nombreux industriels et chercheurs se sont intéressés à élucider les mécanismes à l'origine de l'adhésion d'un dépôt sur la surface des équipements et notamment ceux destinés au transfert de chaleur.

L'encrassement est un phénomène très complexe impliquant plusieurs mécanismes très différents selon le secteur (Mansoori, 2001). Quel que soit le secteur, les formations de dépôts sont fortement liés à la composition et aux caractéristiques physico-chimiques des produits en contact avec la surface, aux propriétés de surface de la paroi chaude (rugosité, énergie de surface), à la nature de l'échangeur de chaleur (type tubulaire ou à plaques, géométrie, circulation co ou contre-courant), au mode de transfert de chaleur (direct ou indirect), aux conditions opératoires imposées (essentiellement températures d'entrée et débits des fluides caloporteur ou calorécepteur et produits à traiter).

De ce fait, plusieurs catégories de dépôts ont été répertoriées. Le type du dépôt est différent d'une industrie à l'autre. De nombreux auteurs dont Bott (1995) puis Awad (2011) ont proposé une classification des dépôts en 6 groupes basés sur les principaux mécanismes physiques ou chimiques à l'origine de leur formation. Selon cette classification, les dépôts peuvent être cristallins, à base de matière biologique, issus de réactions chimiques, de produits de corrosion, ou de particules de matière.

- Cristallisation ou formation d'un précipité, par exemple la cristallisation de sels ou minéraux comme le carbonate de calcium, le sulfate de calcium, le sulfate de barium, la silice et le fer dans le cas du traitement de l'eau. Il s'agit du dépôt de particules en suspension sur les surfaces qui peut intervenir sous l'effet de la chaleur ou d'un refroidissement.
- Dépôt de particules solides sur des surfaces chaudes. Si le mécanisme de dépôt est lié à la force de pesanteur, on parle alors de sédimentation.
- Réaction chimique entre espèces au sein du liquide en écoulement et attachement à la paroi. La croissance du dépôt s'accélère avec une augmentation de la température.
- Biologique. Les micro-organismes présents dans les fluides peuvent s'accrocher aux parois et, si les conditions sont favorables, former une matrice adhésive et protectrice appelée

biofilm. Cela concerne aussi bien les algues ou champignons que les moisissures. La colonisation des surfaces par des coquillages font partie de cette catégorie de dépôt.

- Corrosion. C'est une altération par réaction chimique des matériaux constituant la paroi. Ce phénomène est peu présent dans les chaînes de transformation alimentaire construites en acier inoxydable.
- Solidification et formation de glace. L'encrassement par solidification se produit, par exemple, lorsque la température du fluide au sein du volume de fluide devient par refroidissement inférieure à la température de solidification.

Les dépôts rencontrés dans l'industrie agroalimentaire se classent souvent en 3 types suivant leur composition selon Toure, Mabon, et Sindic (2013) :

- Dépôt organique : il provient des fragments de matière organique contenue dans le produit. Ce sont des molécules qui contiennent du carbone comme les lipides, les glucides ou par exemple, la matière grasse et les protéines en ce qui concerne l'industrie laitière. L'encrassement par du blanc et du jaune d'œufs ou œufs entiers sont des encrassements organiques.
- Dépôt minéral : les minéraux proviennent de l'eau ou des produits et sont susceptibles d'adhérer aux surfaces dans certaine condition de procédé. C'est un problème récurrent que l'on rencontre souvent dans les échangeurs de chaleur à eau, les unités de filtration ou les générateurs de vapeur. Les sels de calcium (carbonate de calcium, sulfate de calcium...) sont les principaux types de minéraux formant les dépôts dans les échangeurs de chaleur quand les températures de traitement thermiques sont conséquentes (traitement UHT).
- Dépôt microbiologique : en présence de microorganismes dans les installations, ceux-ci peuvent coloniser les surfaces, se multiplier puis former une structure adhérente et continue appelée biofilm.

Dans la réalité, les industriels sont confrontés à une combinaison de plusieurs de ces mécanismes (Figure 2) conduisant à la formation d'un dépôt composite (Boxler, 2014 ; Sheikholeslami, 1999). Par exemple, dans l'industrie laitière, lors de traitement de pasteurisation (notre cas), le dépôt est majoritairement associé à la dénaturation thermique de protéines (la BLG) rendant son adhésion possible à la surface chaude. Dans ce cas le dépôt est composite, car des minéraux comme le calcium présent naturellement dans le lait participe aussi à la formation du dépôt.



Figure 2. Exemples de dépôts formés suite à un traitement thermique des aliments : a) adsorption d'une monocouche de protéine, b) cristallisation, c) dépôt protéique avec inclusion de minéraux, d) dépôt minéral avec inclusions protéiques (Boxler, 2014).

### 1.3 L'ENCRASSEMENT DES SURFACES D'ECHANGE DANS L'INDUSTRIE LAITIÈRE : POSITIONNEMENT ET ENJEUX

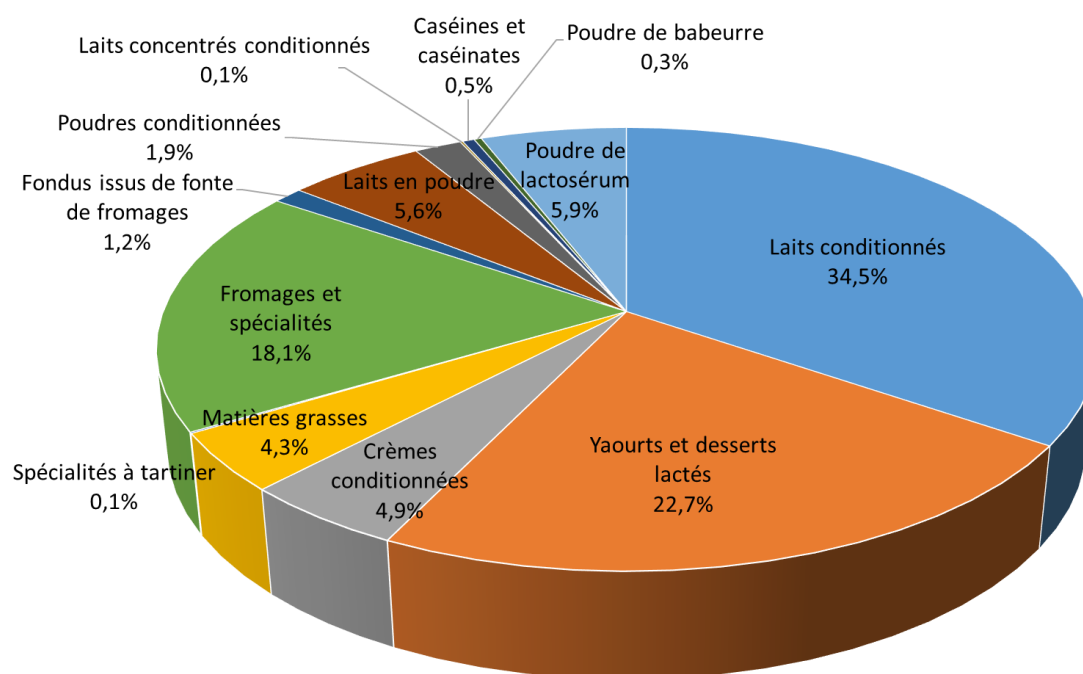
#### 1.3.1 Importance du secteur laitier Français et enjeux de maîtriser les encrassements

Moteur de l'économie française, la filière laitière affiche un chiffre d'affaires de 30 milliards d'euros en 2018 dont 7 milliards d'euros à l'export. Avec plus de 250 000 emplois (150 000 exploitations et 56 000 industries laitières) répartis sur tout le territoire, la filière laitière participe favorablement à la balance commerciale de la France. En effet, le secteur agricole et agroalimentaire (+11,5 milliards d'euros) est le deuxième secteur contributeur derrière l'industrie aéronautique (+22 milliards d'euros, source : douanes 2011). Le produit lait équivaut à 8,7 milliards d'euros de production en valeur, soit 13% de la production agricole totale (CNIEL, 2018).

La France est le deuxième producteur européen de lait après l'Allemagne (Eurostat, 2011 ; Agreste, 2011) et le 8<sup>ème</sup> producteur de lait dans le monde. Les 23,8 milliards de litres de lait de vache collectés sont utilisés pour fabriquer :

- à 75% des produits laitiers grand public : laits liquides, yaourts, desserts lactés, fromages, beurre et crème. C'est le marché grand public qui génère le plus de valeur : environ 86% du CA de la filière ;
- à 25% des produits intermédiaires utilisés dans l'alimentaire, les secteurs chimiques et pharmaceutiques. Parmi eux, le lactosérum (petit-lait), la poudre de lait, le beurre concentré, la caséine (protéine du lait) et le babeurre.

La répartition de la production de lait de vache en France en différents produits est présentée sur la Figure 3.



**Figure 3. Répartition par type de produits laitiers en 2017 (Source : « L'économie laitière en chiffres », 2018, CNIEL).**

### 1.3.2 Importance des opérations de texturation et de stabilisation par traitement thermique dans le secteur laitier

Les échangeurs de chaleur sont des équipements très souvent rencontrés dans l'industrie laitière où ils participent à de nombreuses étapes de transformation visant à assurer la qualité et la sécurité alimentaire des produits finaux. En effet, la transformation de plus 23,8 milliards de litres de lait de vache chaque année en France situe l'importance des enjeux liés à la maîtrise des traitements thermiques.

Dans l'industrie laitière, le traitement thermique est un processus d'énergie intensif puisque chaque produit est chauffé au moins une fois (de Jong, 1997). Un échangeur de chaleur est un dispositif permettant de transférer de la chaleur entre l'utilité (fluide caloporteur ou calorécepteur) et le produit à traiter. Dans la plupart des cas, les deux fluides ne sont pas en contact, et le transfert s'effectue à travers une surface d'échange. Lors de ce transfert de chaleur, une formation non souhaitée de dépôt est fréquemment observée sur les parois de l'équipement.

La pasteurisation et la stérilisation représentent les principaux traitements thermiques utilisés pour la transformation du lait. La différence se situe au niveau des gammes de température et des temps d'application. Une fois le lait traité, il doit répondre à des normes sanitaires et

qualitatives très strictes (directive 92/46/CEE du conseil du 16 juin 1992 relative aux règles sanitaires pour la production et la mise sur le marché de lait cru, de lait traité thermiquement et de produits à base de lait).

La pasteurisation est un traitement thermique modéré, visant à détruire la majeure partie des microorganismes pathogènes. Un objectif de 5 réductions décimales de la flore banale du lait est visé via la pasteurisation.

Différents barèmes thermiques (couple temps/température) sont appliqués, comme la pasteurisation à basse température (63°C pendant 30 minutes), la pasteurisation à 72–76°C pendant 15 à 20 s et la pasteurisation à haute température (80-85 °C ou plus pendant 5 s).

La stérilisation consiste à porter le lait à une température de 115 °C pendant 15 à 20 min, ou à 150 °C pendant 2 secondes pour le lait UHT (Ultra Haute Température, le lait le plus consommé en France). La quasi-totalité des micro-organismes présents sont détruits, assurant ainsi une conservation de longue durée du produit fini. Un objectif de 12 réductions décimales de *Clostridium Botulinum* est visé via la stérilisation.

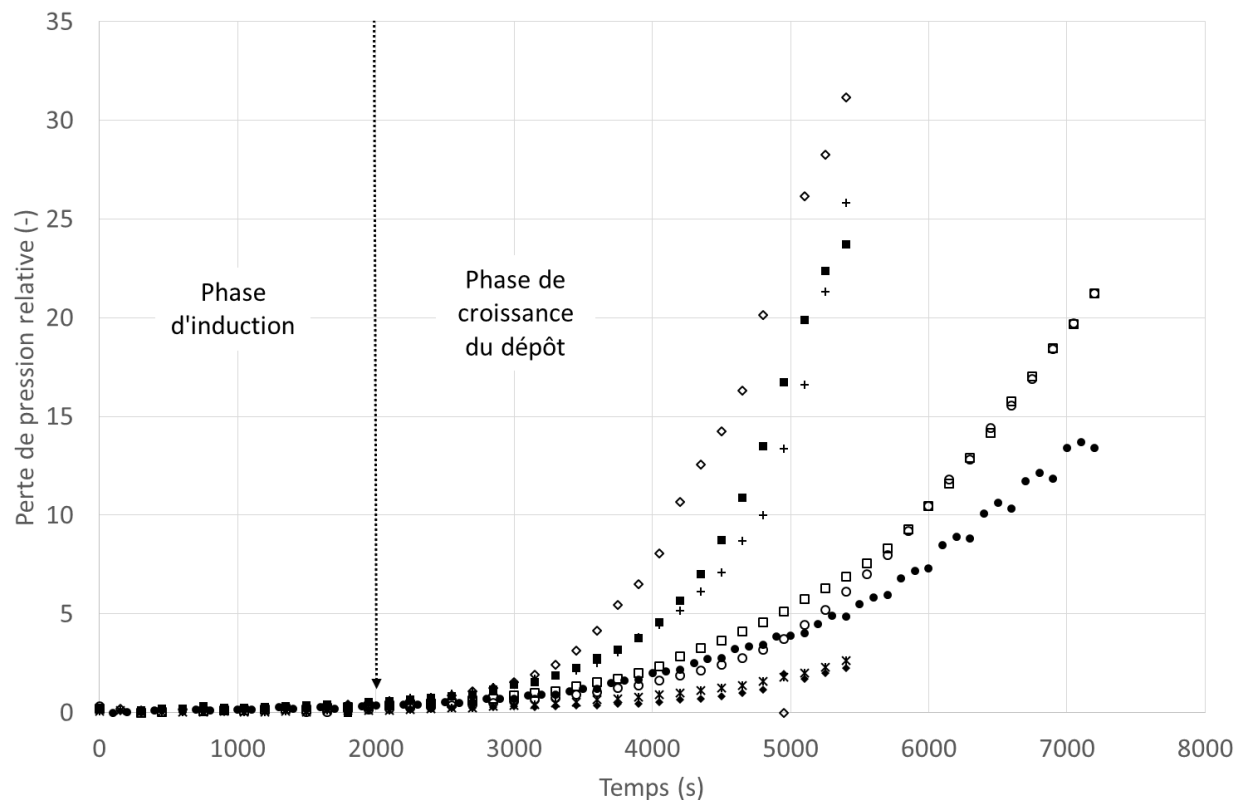
### 1.3.3 Impact environnemental et économique des encrassements laitiers

Le lait est un produit générateur d'encrassement lors de la pasteurisation ou de la stérilisation (Figure 5). L'encrassement des équipements de transformation dans l'industrie laitière a des conséquences fâcheuses et nécessite des contre-mesures plus contraignantes que dans d'autres industries comme, par exemple, dans l'industrie pétrolière. Le nettoyage des échangeurs de chaleur s'effectue au moins une fois par jour (Georgiadis, Rotstein, et Macchietto, 1998a ; Lalande, Rene, et Tissier, 1989) pour maintenir l'efficacité de la production et respecter les normes d'hygiène strictes requises dans la transformation des aliments. Dans le domaine de la production industrielle spécialiste du lait et des œufs, les arrêts de production consacrés au nettoyage en place peuvent durer de 4 à 6 heures par jour. De ce fait, des investissements supplémentaires, comme le dédoublement des lignes de production ou le développement de nouvelle technologie (Fillaudeau et al., 2001), sont souvent nécessaires pour palier à ces installations inaccessibles engendrant des coûts additionnels de maintenance.

La faible conductivité thermique des dépôts générés en paroi de l'échangeur induit une diminution de l'efficacité thermique de l'échangeur (conductivité thermique acier =  $16 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  ;  $\text{CaCO}_3$  et  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  =  $3 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  (Müller-Steinhagen, 2000) ; dépôt protéique =  $0,1\text{-}0,5 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  (Khaldi, Blanpain-Avet, et al., 2015) ). Au final, en présence d'encrassement, une augmentation de

la résistance thermique aux transferts de chaleurs est clairement constatée (Benning et al., 2003 ; Grijspeerdt et al., 2004 ; Jun et Puri, 2005a ; Mahdi, Mouheb, et Oufer, 2009). Pour pallier à ce phénomène, il est possible d'augmenter le transfert de chaleur en augmentant la surface d'échange ou la température ou le débit du fluide caloporteur. L'installation devra alors être dimensionnée pour pouvoir fournir l'énergie permettant de maintenir les conditions de fonctionnement requises en ce qui concerne le débit et la température de sortie du produit.

De plus, une diminution de l'efficacité hydraulique de l'équipement est observée en présence d'encrassement (Figure 4). En effet, une augmentation de la perte de charge dans l'échangeur de chaleur, due à une diminution de la section de passage, se produit (Benning et al., 2003 ; Fryer, Christian, et Liu, 2006 ; Grijspeerdt et al., 2004). Ceci engendre irrévocablement une augmentation de l'énergie de pompage à délivrer pour maintenir le débit d'écoulement souhaité puisque la puissance de pompage correspond au produit entre perte de pression et débit. Les systèmes de pompage doivent donc être dimensionnés en tenant compte de cette puissance de pompage supplémentaire à fournir.



**Figure 4. Perte de pression relative dans un échangeur de chaleur à plaques lors du traitement thermique de solutions à base de protéines laitières (8 essais, INRA).**



**Figure 5. Photo de plaques d'un échangeur de chaleur encrassé.**

Casanueva-Robles et Bott (2005) ont montré que la perte d'efficacité thermique et hydraulique des échangeurs encrassés, se traduisaient également par une émission accrue de dioxyde de carbone.

Cette formation de dépôt a des conséquences dès la conception des échangeurs de chaleur. Les échangeurs sont surdimensionnés de 70 à 80 % pour atteindre les performances requises et 30 à 50 % de ces surdimensionnements sont attribués à l'encrassement (Bansal, Chen, et Muller-Steinhagen, 2008). Le coût des investissements est plus important mais il faut aussi tenir compte d'autres conséquences comme les coûts de fonctionnement accrus et la perte de production.

L'encrassement des échangeurs thermiques induit aussi un certain nombre de risques sanitaires. En effet, suite à la cuisson du dépôt formé sur les parois d'échange, une détérioration de la qualité organoleptique du produit fini due au relargage dans le produit de composés indésirables (goût cuit, brunissement) peut être observée. A partir d'une certaine quantité de dépôt formée à la surface des équipements, la production doit être arrêtée pour commencer une phase de nettoyage. L'instant de déclenchement de cette phase de nettoyage n'est pas simple à identifier. Le nettoyage doit être lancé, ni trop tôt pour éviter des arrêts de production inutiles, ni trop tard pour éviter la présence de dépôts détachés des parois dans le produit fini et le colmatage de l'installation. En effet, le colmatage peut conduire à de possibles détériorations de l'installation et nécessiter un démontage suivi d'un nettoyage mécanique. L'optimisation des étapes de nettoyage fait l'objet de nombreuses études. A titre d'exemple, Perlat, Lalande, et Corrieu (1986) ont étudié l'efficacité du nettoyage en fonction de l'ordre d'utilisation des détergents.

Quand le nettoyage et la désinfection sont incomplets dans certaines zones de l'installation, on peut également craindre le développement de biofilm causant la contamination du produit (Dauvin et al., 1987 ; Fryer, Christian, et Liu, 2006 ; Jun et Puri, 2007).

L'encrassement des installations pénalise très lourdement la rentabilité des entreprises concernées. On comprend que le coût pour l'industrie mondiale de la formation de dépôt en paroi d'équipement est difficile à quantifier précisément par manque de données des différentes filières concernées. De nombreuses études (Awad, 2011 ; Bansal et Chen, 2006 ; Bohnet, 1987 ; Bott, 1995 ; Chenoweth, 1990 ; Garrett-Price, 1986 ; Müller-Steinhagen, 2000 ; Müller-Steinhagen, 1993 ; Xu, Zhang, et Yang, 2007) ont néanmoins été menées par le passé (par exemple dans son livre « Fouling of Heat Exchangers », Bott (1995) consacre un chapitre au coût de l'encrassement des échangeurs de chaleur) pour tenter de chiffrer ce coût avec des données souvent extrapolées à partir d'un site de production d'un secteur de l'industrie. Même si la plupart de ces données sont anciennes et parcellaires, elles ont le mérite de donner des ordres de grandeurs sur les coûts et permettre pour certaines de positionner le coût des encrassements par rapport au Produit National Brut (Tableau 1).

L'analyse de ces données permet de constater que l'encrassement à travers le monde constitue une perte pour l'économie de plusieurs milliards d'euros par an. En industrie, le coût de l'encrassement dans des pays industrialisés comme les États-Unis et l'Australie peut représenter des coûts annuels respectivement de 0,25 % et 0,15 % de leur Produit National Brut.

Tableau 1. Estimation du coût annuel de l'encrassement dans plusieurs pays pour l'année 1998 (Awad, 2011).

| Pays             | Coût de l'encrassement<br>(million \$) | Coût de<br>l'encrassement/PNB<br>(%) |
|------------------|----------------------------------------|--------------------------------------|
| USA              | 14 175                                 | 0,25                                 |
| GB               | 2 500                                  | 0,25                                 |
| Allemagne        | 4 875                                  | 0,25                                 |
| <b>France</b>    | <b>2 400</b>                           | <b>0,25</b>                          |
| Japon            | 10 000                                 | 0,25                                 |
| Australie        | 463                                    | 0,15                                 |
| Nouvelle Zélande | 64,5                                   | 0,15                                 |

Dans le paragraphe ci-dessous, nous donnons quelques chiffres supplémentaires extraits des études chiffrant le coût économique de l'encrassement. Même si certaines données présentées

peuvent paraître dépassées avec l'inflation et le temps écoulé, nous avons choisi de les rassembler pour donner une vue exhaustive du problème, indépendamment de l'année d'étude.

Visser et Jeurink (1997) ont indiqué que le coût de l'encrassement laitier a atteint en France 150 millions €/an en 1990 et 36 millions €/an dans les Pays-Bas en 1986.

Rebello, Richlen, et Childs (1988) estiment que le coût de l'encrassement pour les industries de l'Amérique du nord est compris entre 3 860 et 6 980 millions de dollars par an si on inclut l'eau (23,9 %) et les détergents (7,5 %) utilisés pour le nettoyage.

En 1992, le coût pour l'Europe de l'encrassement des échangeurs de chaleur était de 10 milliards d'ECU. 20 à 30 % de ce total correspond à des dépenses d'énergie supplémentaire.

En 1995, Bott (1995) mentionne que pour une unité de production de barils de pétrole brut, le coût annuel serait de 10 M\$US en 1981 et l'utilisation d'un additif anti-encrassant permet de réduire de 50 % ce coût annuel en tenant compte du coût de l'additif. Les extrapolations à toutes les industries d'un pays conduisent à des chiffres conséquents. Pour l'industrie du Royaume-Uni, ce coût avoisinerait 1/2 milliard de livres sterling en 1979. Ce coût est estimé à 8 à 10 milliards de dollars pour les États-Unis en 1985 et à 10 milliards de Francs pour la France en 1991 dont 1 milliard pour l'industrie laitière uniquement.

Parmi les coûts supplémentaires liés aux contre-mesures découlant de l'encrassement, nous pouvons noter :

- de nouveaux investissements de 10 à 50 % (Awad, 2011) en raison d'un surdimensionnement et d'un remplacement précoce des échangeurs détériorés. (Müller-Steinhagen, 2000) a montré qu'un surdimensionnement des échangeurs de chaleur de 30 à 40 % entraîne des coûts supplémentaires d'environ 25 %. Une mauvaise évaluation de l'encrassement peut également engendrer un sous-investissement entraînant un mauvais fonctionnement de l'installation ;
- le coût du nettoyage des équipements dû à l'utilisation excessive d'eau de rinçage et de détergents (acide, soude). L'encrassement des installations et leur nettoyage représente 80 % des coûts de production dans les industries laitières (Bansal et Chen, 2006 ; Van Asselt et al., 2005). Environ 1,7 kg de soude et 0,6 kg d'acide (Spreer, 2005) ou 3 kg d'agents désinfectants et nettoyeurs et 1,5 m<sup>3</sup> d'eau (Guignard et al., 2009) sont nécessaires par tonne de lait traité, correspondant en Allemagne à une consommation annuelle de 70–90 millions de tonnes d'agents nettoyeurs et désinfectants et 45 millions de m<sup>3</sup> d'eau (Boxler, 2014).

Pour d'autres produits laitiers tels que le fromage ou le yaourt, la consommation de l'eau peut aller jusqu'à 6 m<sup>3</sup> par tonne de produit (Guignard et al., 2009) ;

- le coût des opérations supplémentaires de maintenance. Environ 15 % de ces coûts sont attribués à l'entretien des échangeurs de chaleur et des chaudières et 50 % sont dus à l'encrassement (Thackery, 1980) ;
- les dépenses énergétiques supplémentaires générées par la diminution du coefficient de transfert thermique et par l'augmentation de la puissance mécanique nécessaire au pompage du fluide ;
- le coût de l'immobilisation des installations pour procéder à des opérations de nettoyage impactant fortement la marche globale du site. Müller-Steinhagen (2000) a estimé cette perte à environ 1,5 millions \$/jour.

Ainsi, pour toutes les raisons évoquées précédemment, l'encrassement des échangeurs de chaleur a des conséquences économiques fâcheuses.

Dans ce contexte, la minimisation de l'encrassement représente un enjeu important autant d'un point de vue scientifique (compréhension des mécanismes d'encrassement) qu'industriel (réduction des coûts de production et amélioration de la qualité des produits).

## 2 MODELISATION DES MECANISMES DE DENATURATION CHAUDE DE LA BLG ET DE L'ENCRASSEMENT DES ECHANGEURS

---

### 2.1 BIBLIOGRAPHIE : ETUDES TRAITANT DE L'ENCRASSEMENT DES ECHANGEURS DE CHALEUR PAR DES SOLUTIONS PROTEIQUES LAITIERES

Dans cette partie, nous reviendrons sur la connaissance actuelle des phénomènes d'encrassement des échangeurs de chaleur traitant des produits laitiers. Nous commencerons par présenter la composition chimique du lait et d'un dépôt laitier pour identifier les protéines majoritairement impliquées dans les encrassements selon les paramètres de transformation.

#### 2.1.1 Composition chimique du lait et des dépôts laitiers

##### 2.1.1.1 *Composition chimique du lait*

Le lait est un fluide complexe constitué d'un certain nombre de composants thermiquement instables (protéines, minéraux, etc.). Les proportions respectives de ces composants sont représentées dans le Tableau 2. La composition est très variable et dépend de la race des animaux, de leur alimentation et des saisons.

**Tableau 2. Composition chimique du lait de vache (Walstra et al., 2006).**

|                   | Moyenne<br>(% p/p) | Plage de variation<br>(% p/p) |
|-------------------|--------------------|-------------------------------|
| Eau               | 87,1               | 85,3-88,7                     |
| Lactose           | 4,6                | 3,8-5,3                       |
| Matière grasse    | 4,0                | 2,5-5,5                       |
| Protéines         | 3,25               | 2,3-4,4                       |
| Minéraux          | 0,7                | 0,57-0,83                     |
| Acides organiques | 0,17               | 0,12-0,21                     |

La composition des poudres de protéines laitières est mieux contrôlée mais la quantité de minéraux reste souvent non maîtrisée. Les caséines constituent 78,5 % des protéines et comprennent 5 composants qui sont  $\alpha_{s1}$ ,  $\alpha_{s2}$ ,  $\beta$ ,  $\kappa$  et  $\gamma$  comptant respectivement pour 30,1, 8, 28, 10 et 2,4 % p/p. Ces caséines sont organisées dans le lait sous forme de micelles, constituées à 92 % de protéines et à 8 % de minéraux inorganiques, essentiellement de phosphate de calcium (Ribadeau-Dumas et Grappin, 1989). D'autres protéines sont présentes dans le lait comme la  $\beta$ -lactoglobuline (0,32 % p/p) ou l' $\alpha$ -lactalbumine (0,12 % p/p).

### ***2.1.1.2 Composition chimique du dépôt laitier***

La composition et le type de dépôt laitier dépendent très fortement de la composition du dérivé laitier initial et du traitement thermique appliqué.

Le dépôt laitier peut être classé en deux catégories (Burton, 1968 ; Changani, Belmar-Beiny, et Fryer, 1997 ; Lund et Bixby, 1975 ; Visser et Jeurink, 1997) :

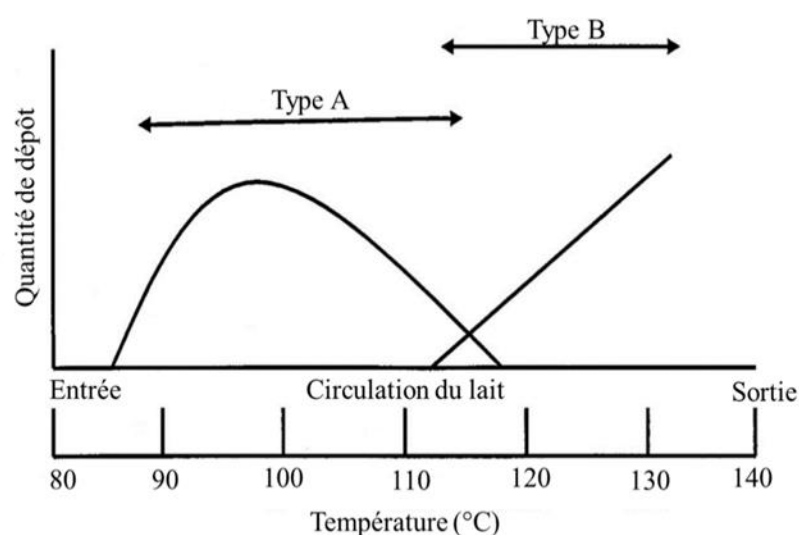
- Le dépôt de type A ou dépôt protéique se forme à des températures comprises entre 75°C et 100°C à la surface d'un échangeur de chaleur. Il est blanc, spongieux et peu dense. Ce dépôt est essentiellement composé de 50 à 60 % de protéines (essentiellement des protéines du lactosérum et plus particulièrement la  $\beta$ -lactoglobuline), 30 à 35 % de minéraux (essentiellement du calcium et du phosphate) et 5 % de lipides (Belmar-Beiny et al., 1993 ; Daufin et al., 1987 ; Lyster, 1965). Delplace, Leuliet, et Tissier (1994) notent une différence significative entre la composition chimique du lait entier et celle d'un dépôt laitier. Bell et Sanders (1944) ; Hiddink et al. (1986) ; Jong, Bouman, et Linden (1992) ; Lalande, Rene, et Tissier (1989) ont montré le rôle fondamental que jouent les protéines du lactosérum dans la formation du dépôt de type A. Il est établi que la protéine majoritaire de ce dépôt laitier est la BLG ;
- le dépôt de type B ou dépôt minéral apparaît à des températures supérieures à 105°C. Il est gris, compact, granuleux et dur. Il est composé de 70 % de minéraux (principalement du phosphate de calcium), 15 à 20 % de protéines et 5 % de matières grasses. Lyster (1965) a étudié la composition en minéraux de ce type de dépôt et a noté que le calcium et le phosphore représentent 90 % de la teneur totale en minéraux dans le dépôt encrassant contre seulement 30 % de la teneur en minéraux dans le lait. Ce dépôt est dû essentiellement à la précipitation des phosphates de calcium à des températures élevées. Burton (1968) ; Lalande, Rene, et Tissier (1989) ; Lalande, Tissier, et Corrieu (1984) ont montré que les formes des phosphates de calcium trouvés dans les dépôts de type B peuvent être très

diverses : phosphates de calcium hydratés ( $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), phosphates octocalciques ( $\text{Ca}_8\text{H}_2(\text{PO}_4)_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) et hydroxyapatite ( $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3 \cdot \text{OH}$ ).

La Figure 6 illustre la répartition des dépôts de type A et B susceptibles de se produire au cours d'un programme thermique de stérilisation. Selon l'intervalle de températures rencontré, le dépôt de type A ou B peut être prépondérant.

Compte tenu du fait que le dépôt de type A, est le plus redoutable pour l'industrie laitière de par son volume et sa présence en quantité importante, beaucoup d'études se sont intéressées à la compréhension de la formation de ce type de dépôt.

De même, compte tenu du fait que la BLG est la protéine la plus abondante dans le dépôt, beaucoup d'études ne se sont pas intéressées au lait directement mais à des solutions de lactosérum, riche en BLG (protéine la plus abondante dans le lactosérum) à pH neutre. Le travail sur les solutions de lactosérum présente aussi l'avantage de s'affranchir de la présence de caséine qui complexifie le milieu et les interactions moléculaires sous-jacentes.



**Figure 6. Répartition des dépôts de type A et B le long d'un programme thermique de stérilisation (Burton, 1994).**

Le lactosérum est un sous-produit de la fabrication du fromage et du beurre. Il présente aujourd'hui un intérêt de valorisation en tant qu'ingrédient par les propriétés fonctionnelles qu'il apporte. En effet, en raison de leurs propriétés tensioactives (Chobert, 2012 ; Kilara, 1994), les protéines sériques sont des ingrédients intéressants pour augmenter l'aptitude au fouettage,

l'émulsification, le pouvoir moussant, la stabilisation, la gélification et la texturation d'une solution protéique (De Wit, 1990 ; Donato et al., 2009 ; Patel et al., 2007).

## **2.1.2 Dénaturation chaude de la $\beta$ -lactoglobuline dans les solutions protéiques du lactosérum**

Dans ce qui suit, les protéines majoritaires du lactosérum ( $\beta$ -lactoglobuline,  $\alpha$ -lactalbumine) seront présentées. Puis nous décrirons le mécanisme de dénaturation chaude de la BLG, protéine majoritaire du lactosérum et du dépôt laitier de type A. Nous évoquerons les modèles cinétiques simplifiés qui ont été proposés pour rendre compte de cette dénaturation. Nous discuterons dans un troisième temps, l'effet de certains paramètres physico-chimiques sur la dénaturation de la BLG.

### **2.1.2.1 Composition en protéines du lactosérum**

Les fractions des protéines sériques contiennent un très grand nombre de composants, à savoir : la BLG, l' $\alpha$ -lactalbumine ( $\alpha$ -la), le sérum albumine bovin et les immunoglobulines avec des teneurs respectives de 2,7, 1,2, 0,25 et 0,65 g.L<sup>-1</sup>. La BLG est majoritaire (54%), correspondant à environ 3,5 g.L<sup>-1</sup> dans le lait (Lalande, Rene, et Tissier, 1989), suivie de l' $\alpha$ -la (21 %). Elles représentent 90 % des protéines totales du lactosérum (Kinsella et Morr, 1984). Le reste de la fraction protéique est constituée de protéines dites mineures telles que : la lactoperoxydase et la transferrine (Fox et Kelly, 2006).

Nous présentons ici les principales propriétés physico-chimiques de la BLG et l' $\alpha$ -la :

- la BLG est constituée de 162 acides aminés pour un poids moléculaire de 18,3 kDa (Hambling, McAlpine, et Sawyer, 1992 ; Papiz et al., 1986 ; Verheul et al., 1999) et une taille d'environ 3 nm (Mulvihill et Donovan, 1987). Son point isoélectrique (pHi) est d'environ 5,3 (Lalande et Rene, 1988) et sa température de dénaturation est estimée à 77°C (Havea, Singh, et Creamer, 2001 ; Lindmark Månsson et al., 2005 ; Nielsen, Singh, et Latham, 1996 ; Relkin et Mulvihill, 1996), qui dépendent fortement de l'environnement chimique. Sa structure moléculaire comporte 6 à 10 % d'hélices  $\alpha$ , 44 à 52 % de feuillets  $\beta$  et 15 à 20 % de coudes  $\beta$  (Casal, Köhler, et Mantsch, 1988 ; Dong et al., 1996 ; Qi et al., 1997). La molécule de BLG, comme le montre la Figure 7, contient deux ponts disulfures (Cys<sub>106</sub>-Cys<sub>119</sub> et Cys<sub>66</sub>-Cys<sub>160</sub>) et un groupement thiol libre caché à l'intérieur de la molécule (Cys<sub>121</sub>) à l'état natif (Labouré, Cases, et Cayot, 2004 ; Perez et Pilosof, 2004 ; Relkin et Mulvihill, 1996) ;

- l' $\alpha$ -la renferme 123 acides aminés pour un poids moléculaire de 14,3 kDa. Elle présente deux ponts disulfures et un ion calcium intervenant dans sa stabilisation (Ribadeau-Dumas et Grappin, 1989). Elle contient une faible proportion d'acides aminés structurés en hélice  $\alpha$  (30 %) et en feuillets  $\beta$  (9 %). Elle possède une plus grande résistance aux traitements thermiques que la BLG (Delplace, Leuliet, et Tissier, 1994 ; Gotham, Fryer, et Pritchard, 1992 ; Lalande, Tissier, et Corrieu, 1985 ; Lyster, 1970 ; Mulvihill et Donovan, 1987).

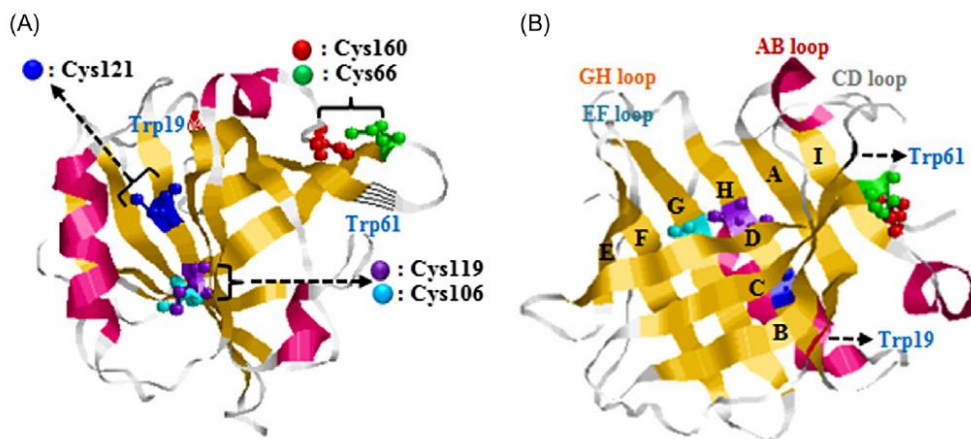
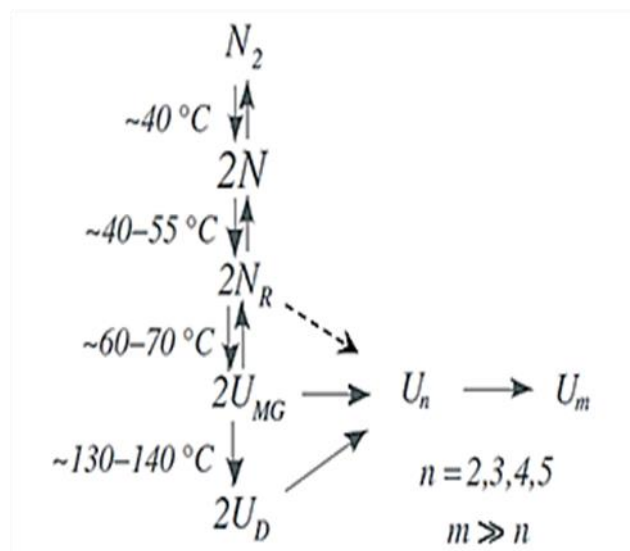


Figure 7. Illustration de la structure tertiaire de la BLG montrant les positions de la cystéine notée « Cys » représentées par des sphères (A) et les feuillets  $\beta$  (B). Images générées avec le logiciel RasMol (Wijayanti et al., 2019).

### 2.1.2.2 Mécanismes de dénaturation chaude de la $\beta$ -lactoglobuline

La dénaturation chaude de la BLG est un mécanisme à l'échelle moléculaire qui explique la déstabilisation des molécules et les changements d'interactions à l'origine de la formation de dépôts à la paroi interne des équipements (Erabit, Flick, et Alvarez, 2014). Une approche du type cinétique réactionnelle est communément utilisée pour expliquer la transformation de la BLG à pH neutre qui va passer de l'état natif à un état déplié puis agrégé sous l'effet de la chaleur (Petit et al., 2011 ; Tolkach et Kulozik, 2007).

La structure de la BLG (Figure 7) a fait l'objet de nombreuses études qui permettent d'expliquer les mécanismes de transformation de cette protéine. Wijayanti, Bansal, et Deeth (2014) ont présenté une synthèse des connaissances théoriques concernant la dénaturation et l'agrégation des protéines du lactosérum.



**Figure 8. Mécanisme de dénaturation chaude de la BLG (Tolkach et Kulozik, 2007)**

La Figure 8 résume le mécanisme de dénaturation chaude de la BLG. Celle-ci à l'état natif et à pH neutre se présente sous la forme d'un dimère  $N_2$ . Lorsqu'on augmente la température jusque  $65^\circ\text{C}$ , la BLG se transforme de manière réversible en monomère natif  $N$  puis subit des changements mineurs de conformation qui permettent une formation négligeable d'agrégats due à une légère exposition des groupements thiol situés à l'intérieur de la molécule. Lorsque la température dépasse  $60^\circ\text{C}$ , le dépliement de la molécule est toujours réversible suite à la rupture des liaisons non covalentes. C'est l'état « molten globule »  $U_{MG}$  sous lequel les molécules forment des agrégats  $U_n$  ou des polymères  $U_m$  de manière irréversible. A partir de  $130^\circ\text{C}$ , la BLG est dénaturée de manière irréversible  $U_D$ .

Le mécanisme détaillé de la dénaturation chaude de la BLG a fait l'objet de nombreuses études (Boxler, 2014 ; Dong et al., 1996 ; Elofsson, Dejmek, et Paulsson, 1996 ; Griffin et al., 1993 ; Iametti et al., 1996 ; Oldfield, Singh, et Taylor, 2005 ; Petit et al., 2011 ; Qi et al., 1995 ; Tolkach et Kulozik, 2007). De nombreux facteurs physico-chimiques agissent sur le mécanisme de dénaturation de la BLG sous l'effet de la chaleur. Galani et Apenten (1997) ont montré que des interactions avec d'autres molécules présentes en solution peuvent modifier le niveau de stabilité de la BLG. La concentration en BLG sous forme native (Oldfield, Singh, et Taylor, 2005), la composition en minéraux (Croguennec, O'Kennedy, et Mehra, 2004 ; Navarra, Leone, et Militello, 2007), la force ionique de la solution (Verheul et al., 1999), le pH (de Wit, 2009) et le profil thermique subi par le produit (Oldfield et al., 2000) impactent également le mécanisme de dénaturation.

Une fois dépliée, la BLG peut réagir avec les autres molécules de BLG ou les autres protéines présentes au sein de la solution de lactosérum. Dans le cas du lactosérum, comprenant uniquement des protéines sériques, principalement BLG et  $\alpha$ -la, les molécules de BLG dépliées peuvent former un complexe avec l' $\alpha$ -la (chemin IV, Figure 9) (de la Fuente, Singh, et Hemar, 2002 ; Jeurnink et Dekruif, 1995 ; Kim et Lund, 1998). Préférentiellement, les molécules de BLG dépliées vont interagir entre elles afin de former des agrégats contenant encore un groupe thiol libre (chemin V, Figure 9) ou vont former des agrégats sans groupe thiol libre (chemins II et XI, Figure 9).

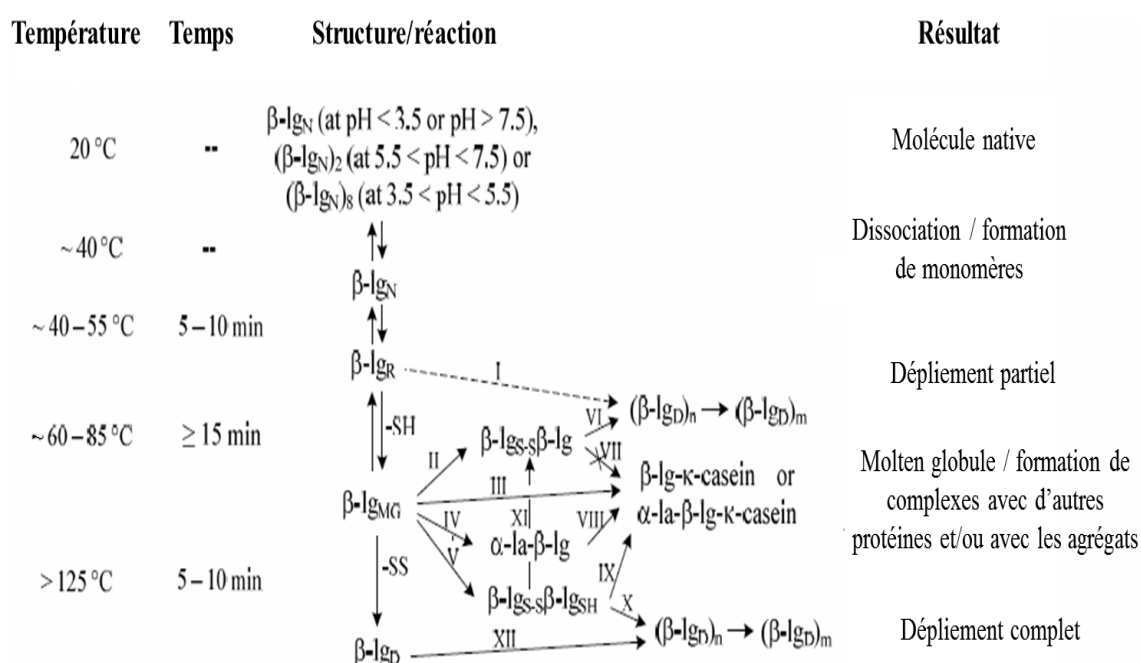


Figure 9. Mécanismes de dénaturation chaude de la BLG comprenant les différents complexes possibles avec d'autres protéines du lait (Boxler, 2014).

### 2.1.2.3 Modèles simplifiés couramment utilisés pour décrire les cinétiques de dénaturation chaude de la BLG dans des solutions de lactosérum

La BLG étant la protéine principale intervenant dans la structuration du dépôt, les modèles de dénaturation proposés concernent principalement cette protéine.

Oldfield, Singh, et Taylor (2005) ont proposé un modèle simplifié de la dénaturation chaude de la BLG dans des solutions de lactosérum (absence de caséine) qui consiste en la succession des deux réactions suivantes :

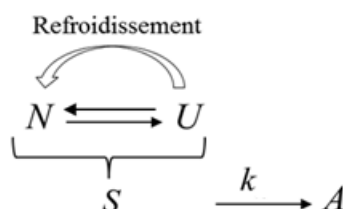


Sous l'effet de la chaleur, la BLG native (N) se déplie pour former l'espèce U appelée BLG molten globule. Cette espèce dépliée va ensuite réagir avec les différentes formes de protéines pour former des agrégats protéiques (A) grâce à des échanges disulfures ou une oxydation de thiol.

Notons qu'en principe la forme dépliée U de la BLG n'est pas stable, la BLG reprend sa forme native à la suite d'un refroidissement et la cinétique réactionnelle devrait en toute rigueur s'écrire :



Tolkach et Kulozik (2007) ont ainsi modifié le modèle d'Oldfield, Singh, et Taylor (2005) et proposé une méthode d'identification des paramètres cinétiques de la dénaturation (perte de solubilité) à partir d'une quantification des protéines de BLG solubles (S, avec  $S = N + U$ ) par analyse HPLC (Figure 10).



**Figure 10. Mécanisme de dénaturation de la BLG (Tolkach et Kulozik, 2007).**  
(k : constante cinétique de dénaturation pour un ordre de réaction égal à n).

Ainsi l'évolution de la quantité de BLG soluble est donnée par l'équation suivante :

$$-\frac{d[S]}{dt} = k[S]^n = \frac{d[A]}{dt} \quad \text{Équation 3}$$

La thermo-dépendance des constantes réactionnelles est décrite par une loi d'Arrhenius :

$$k = k_0 e^{-\frac{E_A}{RT}} \quad \text{Équation 4}$$

Avec :

|                |                                                                                              |
|----------------|----------------------------------------------------------------------------------------------|
| [S]            | Concentration en BLG soluble, g.L <sup>-1</sup>                                              |
| t              | temps, s                                                                                     |
| k              | constante de vitesse, g <sup>1-n</sup> .L <sup>n-1</sup> .s <sup>-1</sup>                    |
| n              | ordre de la réaction                                                                         |
| [A]            | Concentration en BLG agrégée, g.L <sup>-1</sup>                                              |
| k <sub>0</sub> | facteur de fréquence ou pré-exponentiel, g <sup>1-n</sup> .L <sup>n-1</sup> .s <sup>-1</sup> |
| E <sub>A</sub> | énergie d'activation, J.mole <sup>-1</sup>                                                   |
| R              | constante universelle des gaz parfaits, J.K <sup>-1</sup> .mole <sup>-1</sup>                |
| T              | température, K                                                                               |

La grande majorité des auteurs qui ont déterminé expérimentalement les constantes cinétiques de cette réaction par diverses méthodes (Lyster, 1970 ; Petit et al., 2011 ; Tolkach et Kulozik, 2007 ; Wolz et Kulozik, 2015) ont trouvé que l'ordre n de la réaction de dénaturation de la BLG est compris entre 1 et 2. La méthode expérimentale souvent employée consiste à enregistrer la décroissance de la concentration en BLG native à différentes températures. L'ordre de la réaction et les constantes réactionnelles sont obtenus par un ajustement des courbes. L'ordre de réaction 1,5 est souvent utilisé dans la littérature (Khaldi, Ronse, et al., 2015).

La Figure 11 représente un exemple de l'évolution de la constante k avec la température pour une solution modèle de WPI à 0,5 % p/p contenant 100 ppm de calcium total, extraite des travaux de thèse de Khaldi et al. (2015).

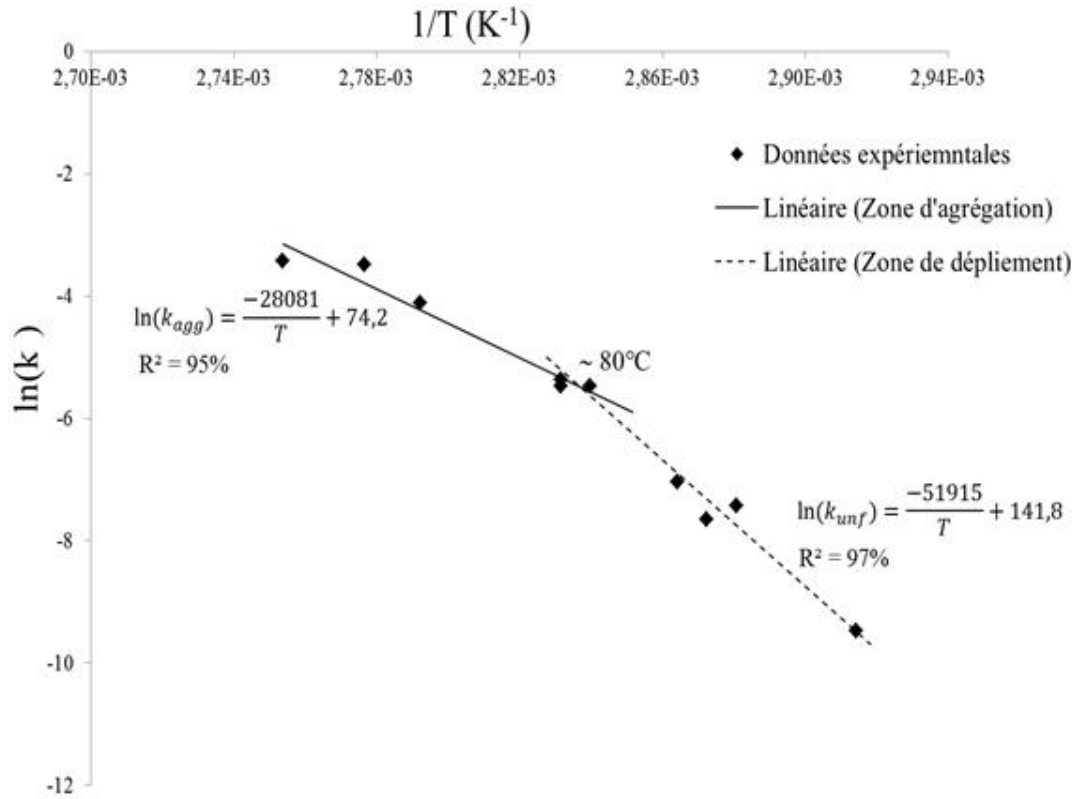


Figure 11. Courbe d'Arrhenius pour la constante de vitesse  $k$  de la cinétique de dénaturation de la BLG ( $n=1.5$ ).

On observe une rupture de pente vers 353 K (80 °C) qui indique la présence de deux mécanismes différents. D'autres travaux ont montré l'existence de cette rupture de pente (Khaldi, 2016 ; Petit et al., 2011 ; Tolkach et Kulozik, 2007). Cette rupture s'explique par la présence d'une étape limitante de dépliement au-dessous de 80 °C et d'agrégation au-dessus de cette valeur de température. Les paramètres cinétiques obtenus de manière expérimentale se décomposent en deux jeux de données correspondant à l'étape de dépliement et d'agrégation.

$$\ln(k_{\text{unf}}) = -\frac{51915}{T} + 141,8 \text{ pour } T < 353 \text{ K} \quad \text{Équation 5}$$

$$\ln(k_{\text{agg}}) = -\frac{28081}{T} + 74,2 \text{ pour } T > 353 \text{ K} \quad \text{Équation 6}$$

A partir de ces relations et connaissant l'évolution de la température de la solution au cours du temps, il serait alors possible de calculer l'évolution de la concentration des différentes formes de BLG (N, U et A) au sein des échangeurs à plaques (à partir des équations différentielles par une

méthode de Runge-Kutta par exemple) et de les mettre en relation avec la masse de dépôt dans chaque canal de l'échangeur pour établir les espèces précurseur de dépôts.

*A l'exception des travaux de Chen et al. (1998) purement théorique, à l'orée de cette thèse, aucun calcul théorique de concentration des espèces protéiques au sein de l'échangeur n'avait été tenté et il était impossible de dresser le lien entre masse de dépôt et certaines espèces précurseurs de dépôts. Par ailleurs, compte tenu de l'importance des réactions chimiques dans la formation des dépôts, les modèles prédictifs de masse de dépôts doivent intégrer la réactivité. L'intégration des constantes de dénaturation dans la modélisation des phénomènes de dépôt n'était pas réalisée à l'heure actuelle, cette thèse apporte une contribution dans ce domaine.*

### **2.1.3 Mécanismes de formation du dépôt encrassant par des solutions protéiques du lactosérum**

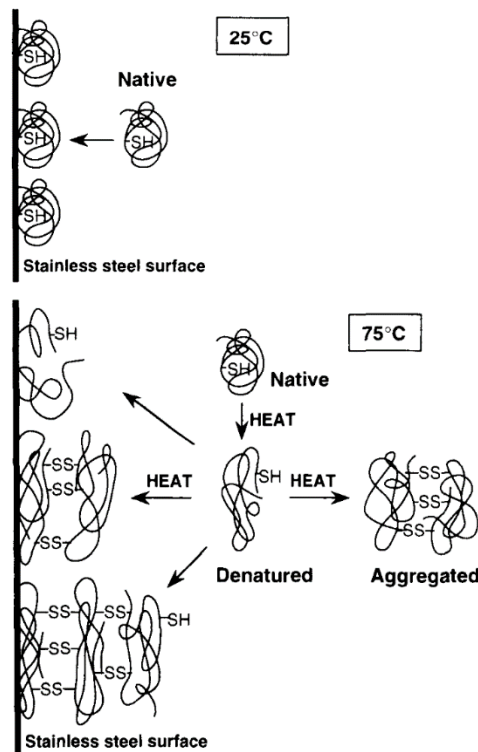
Dans ce qui suit, les mécanismes d'initiation et de croissance du dépôt laitier sur les surfaces d'échange seront présentés. Finalement, nous discuterons l'effet de certains paramètres physico-chimiques sur les mécanismes d'adhésion du dépôt et nous présenterons les modèles prédictifs proposés dans la littérature.

#### ***2.1.3.1 Mécanismes d'initiation et de croissance du dépôt protéique***

Le mécanisme général de formation d'un dépôt à la surface d'un échangeur de chaleur a été décrit par Burton (1968) dans une synthèse sur les progrès réalisés en science du lait. Ce mécanisme résulte de l'interaction entre plusieurs phénomènes :

- les réactions chimiques ayant lieu au sein du produit,
- le transport des éléments vers la surface,
- la formation d'une première couche de dépôt,
- la formation d'une deuxième couche fixant les mêmes constituants que la première ou d'autres constituants,
- la formation de couches successives en compétition avec l'élimination du dépôt par des contraintes mécaniques liées à l'écoulement du produit dans l'installation.

Itoh et al. (1995) ont étudié les mécanismes spécifiques à la formation des dépôts d'origine laitière. La Figure 12 présente le mécanisme d'adhésion de la BLG à la surface d'une paroi en acier inoxydable.

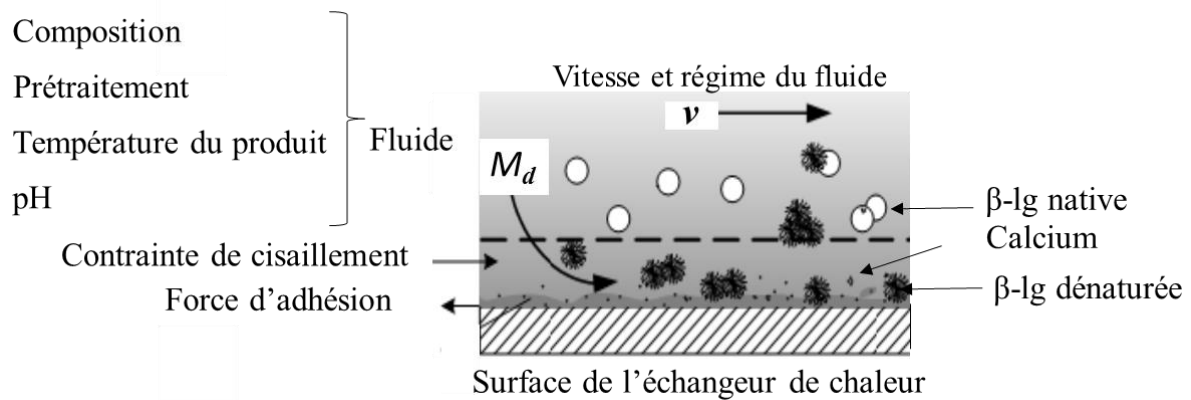


**Figure 12. Schéma illustrant le processus d'adsorption de la bêta-lactoglobuline sur de l'acier inoxydable (Itoh et al., 1995).**

A basse température, les interactions entre les molécules de BLG natives et la surface qui conduisent à la formation d'une monocouche varient en fonction du pH, de la température, des propriétés de surface et de la conformation des protéines. A plus haute température, la monocouche se forme rapidement et le groupement thiol au sein des molécules de BLG est libéré ce qui permet la formation de liaisons appelées pont disulfure. La BLG ou les agrégats protéiques peuvent ainsi se lier à des molécules présentes en paroi ou aux autres protéines en solution pour former des agrégats de plus grande taille.

### **2.1.3.2 Principaux facteurs physico-chimiques influençant la masse de dépôt**

Les principaux éléments intervenant dans la formation d'un dépôt sur une surface chaude sont présentés dans la figure suivante :



**Figure 13. Dépôt et détachement à la surface d'un échangeur de chaleur des protéines de lactosérum (Boxler, 2014).**

La masse de dépôt formée, notée ici  $M_d$ , dépend des interactions ayant lieu au sein du fluide avant d'arriver au niveau de la zone de dépôt, des interactions entre le fluide et la surface et des interactions au niveau du dépôt. La combinaison de ces mécanismes étant complexe, dans la section ci-dessous, l'effet de chaque paramètre apparaissant dans la Figure 13 est présenté.

#### 2.1.3.2.1 Effet du pH du milieu

L'effet du pH sur l'encrassement est très complexe. Il est lié au processus de dénaturation des protéines (essentiellement la BLG) et au mécanisme de précipitation des minéraux. Le pH du lait varie entre 6,6 et 6,8 (Visser et Jeurink, 1997). La quantité de dépôt augmente nettement avec un pH acide mais son effet diffère selon la nature de l'encrassement (dépôt protéique ou dépôt minéral). Pour les dépôts protéiques qui nous concernent : à des faibles valeurs de pH ( $\text{pH} < 2$ ), les ponts disulfures ne peuvent pas se former et le dépôt est considérablement réduit. A  $\text{pH} = 4,65$ , proche du point isoélectrique de la BLG ( $\text{pH} = 5,13$ ), les protéines commencent à s'agréger conduisant ainsi à la formation d'un dépôt plus important. Pour des valeurs de pH allant de 5,6 à 6,5 et à des températures supérieures à  $60^\circ\text{C}$ , le groupement thiol devient réactif, le phénomène d'agrégation s'intensifie avec le temps de chauffage et une accumulation de dépôt protéique est observée sur les surfaces de l'échangeur de chaleur (Visser et Jeurink, 1997). Pour des valeurs de pH entre 6,5 et 7 (cas de la majorité des produits laitiers), la BLG se dénature et adhère aux surfaces de l'échangeur de chaleur suite à la formation d'agrégats de plus grande taille.

Le pH n'affecte pas uniquement la quantité de dépôt mais également sa composition et sa structure. Cette dernière subit plusieurs modifications telles que l'augmentation de la teneur en

minéraux et la diminution de la teneur en protéine, suite à la chute du pH (Lewis et Heppell, 2000 ; Skudder et al., 1986).

#### 2.1.3.2.2 Effet du calcium

De multiples preuves existent attestant que les ions calcium jouent un rôle clé dans la formation de dépôts laitiers.

Xiong (1992) mentionne que les ions de calcium sont essentiels à la croissance des couches de dépôt. Jeurnink et Dekruif (1995) ont montré qu'aussi bien l'augmentation que la diminution de la teneur en calcium entraîne une augmentation de l'encrassement laitier. Changani, Belmar-Beiny, et Fryer (1997) ont montré qu'en présence de calcium la quantité de dépôt augmente linéairement. Dans le cas du lait, de Jong, (1997) mentionne qu'une augmentation ou une diminution artificielle de la quantité de calcium conduit à une augmentation de la quantité de dépôt.

Des travaux de l'unité ont également quantifié que, pour diverses solutions protéiques de lactosérum, la masse de dépôt à la surface des plaques d'échangeur dépend de la concentration en calcium (Guérin et al., 2007 ; Khaldi, 2015 ; Blanpain-Avet, et al., 2016 ; Khaldi, 2018 ).

Récemment, Khaldi et al. (2015) et Khaldi et al. (2018) ont montré que le ratio protéine/calcium est un paramètre clé pour contrôler la masse de dépôt (Figure 14) et ont établi qu'une quantité minimale de calcium doit être présente pour qu'un dépôt se forme. Les expérimentations ont été réalisées avec une concentration totale en calcium fixée à 100 ppm sauf pour une expérimentation réalisée à 120 ppm. Ce seuil est donc dépendant de la quantité de protéines de BLG en solution. Cela se traduit aussi par une augmentation de la réaction de dénaturation de la BLG qui reflète une réaction gouvernée par le ratio calcium/protéine.

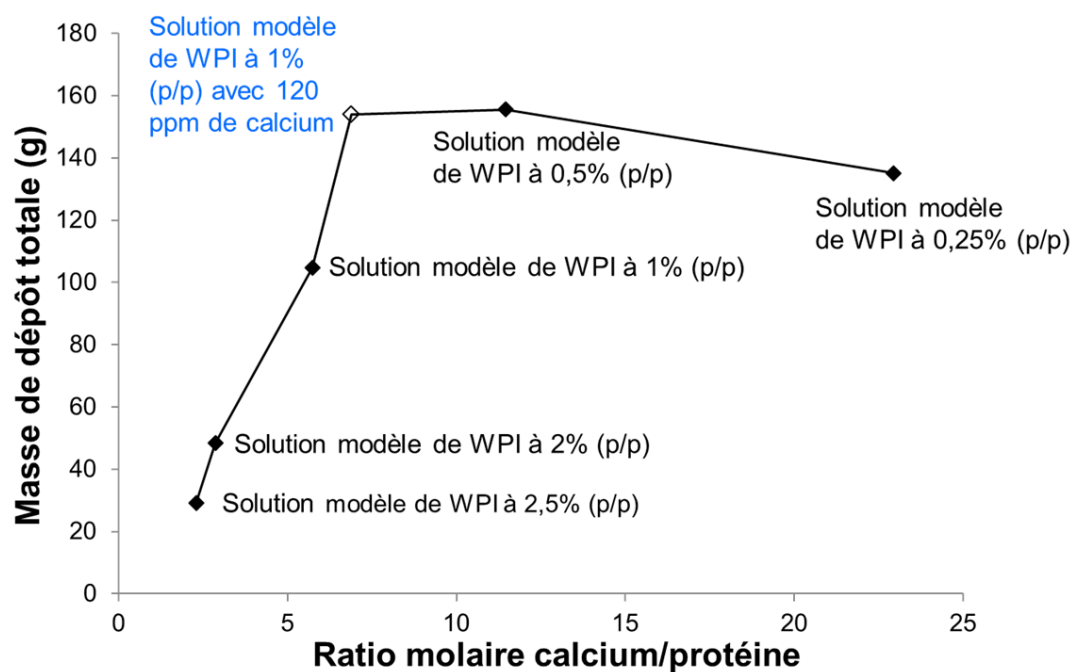


Figure 14. Impact du ratio molaire calcium /protéine sur la distribution de la masse totale de dépôt (Khaldi, 2016).

L'analyse du dépôt encrassant révèle que les couches de dépôt formées à faible teneur en calcium ont une texture spongieuse et molle alors que le dépôt formé à forte teneur en calcium est plus dense et élastique (Guerin et al., 2007). Cette observation est en accord avec les travaux de Jimenez et al. (2013) et Khaldi et al. (2018) sur l'observation de la structure de dépôt à l'échelle moléculaire, montrant l'implication du calcium dans le dépôt. Jeurnink et Dekruif (1995) précisent que lors de la formation des agrégats, les molécules de BLG dénaturées peuvent s'associer à des molécules de phosphate de calcium présentes dans le lait. Par ailleurs, Daufin et al. (1987), De Jong, van der Horst, et Waalewijn (1998) et Delsing et Hiddink (1983) ont montré que l'ajout de calcium contribue non seulement à l'accroissement de la quantité de dépôt mais aussi à l'augmentation de la quantité de caséines présentes dans le dépôt.

Jeurnink et Dekruif (1995) et Roefs et Kruif (1994) ont rapporté qu'une augmentation ou une diminution de la teneur en calcium dans le lait affecte la stabilité à la chaleur et entraîne un encrassement plus important. O'Kennedy et Mounsey (2009) ont montré qu'un excès en calcium entraîne un effet inhibiteur sur l'agrégation de la protéine. Différentes études expérimentales ont montré qu'une augmentation de la quantité de calcium avait un effet significatif sur les mécanismes de dénaturations de la BLG sous l'effet de la chaleur (Croguennec, O'Kennedy, et Mehra, 2004 ; Navarra, Leone, et Militello, 2007). En passant d'une concentration en NaCl de 5 à 20 mmol.L<sup>-1</sup>, Xiong (1992) a constaté que la température seuil d'agrégation de la BLG diminuait de plusieurs degrés Celsius. Simmons, Jayaraman, et Fryer (2007) ont observé une diminution de la taille des

agrégats suite à l'augmentation de la teneur en calcium. Dans notre unité, Petit et al. (2011) ont montré que les cinétiques de dénaturation d'une solution quasi-pure de BLG étaient plus rapides lorsque la quantité de calcium augmentait. Khaldi et al. (2015) ont confirmé par la suite ces résultats pour d'autres solutions de lactosérum comportant aussi de l' $\alpha$ -lactalbumine.

Le calcium agit sur les changements conformationnels de la molécule de BLG, facilitant ainsi la dénaturation de la protéine, favorisant la cinétique d'agrégation et impactant les phénomènes d'encrassement.

Quatre hypothèses ou une combinaison d'entre elles sont souvent avancées pour expliquer les interactions calcium/protéine de BLG (Belmar-Beiny et al., 1993 ; O'Kennedy et Mounsey, 2009 ; Simons et al., 2002) :

- réticulation intermoléculaire de groupes carboxyliques ou chargés négativement suite à la formation de complexes protéine- $\text{Ca}^{2+}$ -protéine ;
- effet protecteur sur la protéine chargée négativement ;
- changements conformationnels causés par les ions de calcium, altérant ainsi les interactions hydrophobiques et l'agrégation à fortes températures ;
- formation de ponts entre la protéine adsorbée sur la surface et la protéine agrégée formée en solution.

L'analyse de tous ces travaux permet d'affirmer que les ions de calcium interviennent à 2 niveaux dans le processus d'encrassement :

- ils influencent la dénaturation de la BLG, impactent la formation des espèces protéiques et donc modifient la concentration des espèces préluant au dépôt,

- les ions calcium permettent également la formation de ponts entre les protéines adsorbées sur la surface de l'échangeur de chaleur et les agrégats formés en solution (Blanpain-Avet et al., 2016 ; Christian, Changani, et Fryer, 2002 ; Jimenez et al., 2013 ; Khaldi, Blanpain-Avet, et al., 2015 ; Khaldi et al., 2018 ; Xiong, 1992).

Enfin, il a été constaté que le stockage du lait pendant 24 h avant traitement thermique permet de diminuer la formation des dépôts de manière significative (Changani, Belmar-Beiny, et Fryer, 1997). Cet effet s'inverse pour des temps de stockage plus longs. Un stockage du lait à 5 °C pendant 6 jours peut conduire à un niveau d'encrassement 4 fois supérieur à la normale (de Jong, 1997). Dans ce cas, il est connu que le calcium libre en solution, non lié à la caséine, évolue lors du

stockage à basse température. Ainsi pour les solutions laitières autres que le lactosérum, il est important de disposer d'une vue précise des équilibres physico-chimiques (calcium libre ou lié) avant de procéder au traitement thermique.

*Malgré toutes ces observations étayant le fait que le calcium intervient dans les mécanismes d'encrassement du lactosérum ou du lait, aucun modèle prédictif de dépôt n'avait pour paramètre d'entrée l'évolution de la masse de dépôt en fonction de la teneur initiale en calcium des solutions protéiques. Je me suis attelée avec les autres membres de l'équipe à apporter une contribution dans ce domaine.*

#### 2.1.3.2.3 Effet de l'histoire thermique (prétraitements)

L'histoire thermique est le principal facteur contrôlant l'apparition des espèces protéiques. Il faut donc contrôler ce paramètre. Certains traitements thermiques en amont des zones de chauffes peuvent donc également influencer le phénomène d'encrassement. Le préchauffage du lait est à l'origine de la dénaturation et de l'agrégation des protéines (principalement la BLG), conduisant ainsi à un très faible encrassement lors de son passage dans la zone de chauffage de l'échangeur de chaleur (Burton, 1968 ; Foster, Britten, et Green, 1989).

#### 2.1.3.2.4 Composition en protéine de la solution traitée thermiquement

Une fois dépliée, la BLG peut réagir avec les autres molécules de BLG mais aussi avec les autres protéines présentes au sein de la solution de lactosérum. La composition en protéines influence donc les réactions d'agrégation, qui impactent à leur tour la structuration du dépôt. Selon Boxler (2014), deux réactions principales sont à privilégier (Figure 9) dans les solutions protéiques laitières :

(i) les molécules de BLG dépliées peuvent former un complexe avec la caséine  $\kappa$  via une réaction d'échange thiol-disulfure et des interactions hydrophobes à la surface de la micelle de caséine (chemin III, Figure 9) (Fink, A. et Kessler, 1985 ; Paulsson et Dejmek, 1990). Il a été constaté que la dénaturation de la BLG et son association avec les micelles de caséine entraînent une réduction du dépôt de type A (Lalande, Tissier, et Corrieu, 1985),

(ii) les molécules de BLG dépliées peuvent former un complexe avec l' $\alpha$ -la (chemin IV, Figure 9) (de la Fuente, Singh, et Hemar, 2002 ; Jeurink et Dekruif, 1995 ; Kim et Lund, 1998). Ces complexes  $\alpha$ -la-BLG peuvent eux même s'associer à la micelle de caséine (chemin VIII, Figure 9) (Oldfield et al., 2005). Boxler (2014) précise que les agrégats ne disposant plus d'un groupe thiol

libre sont incapables d'interagir via une réaction thiol-disulfure (Oldfield, Singh, et Taylor, 2005) et restent en solution.

Ces phénomènes à l'échelle moléculaires sont cohérents avec les observations de Jeurink, Walstra, et deKruif (1996) qui mentionnent qu'un changement dans la composition du dépôt protéique a été observé passant de protéines sériques à des caséines.

#### 2.1.3.2.5 Effets de la vitesse de circulation du fluide

La formation du dépôt laitier est également influencée par la vitesse de circulation du fluide dans l'échangeur de chaleur (Visser et Jeurink, 1997). Belmar-Beiny et al. (1993) et (Santos et al. (2003) ont noté une diminution de l'encrassement suite à l'augmentation de la turbulence. En effet, Lund et Bixby (1975). Bott (1990) ont montré que plus la vitesse du fluide est élevée dans l'échangeur de chaleur, plus le dépôt est faible. Belmar-Beiny et al. (1993) ont ajouté que plus la vitesse de circulation du fluide est élevée, plus le transport des molécules de la BLG vers la sortie de l'installation est rapide. Par ailleurs, Paterson et Fryer (1988) et Changani, Belmar-Beiny, et Fryer (1997) ont observé une diminution de l'épaisseur de la sous-couche limite laminaire, suite à l'augmentation de la vitesse du fluide. Des vitesses d'écoulement très élevées favorisent également le réentraînement du dépôt suite à l'augmentation de la contrainte de cisaillement (Rakes, Swartzel, et Jones, 1986).

D'autres éléments comme la position du système de pompage en amont ou en aval de l'échangeur de chaleur peuvent avoir une influence sur la distribution des contraintes pariétales et sur la formation des dépôts. Ainsi Shen et al. (2014) ont confirmé expérimentalement que la vitesse de circulation mais aussi que la position de la pompe par rapport à l'échangeur de chaleur ont une influence sur la distribution de taille des particules déposées.

De plus, il a été montré que la structure de l'écoulement à proximité de la paroi peut être modifiée par les propriétés physiques de la surface et ainsi avoir un effet important sur les mécanismes de formation des dépôts (Gomes da Cruz et al., 2015). Akhtar et al. (2010) ont montré par une combinaison de 4 types de dépôt et 3 surfaces différentes que la force d'adhésion ne dépend pas uniquement des propriétés physiques des surfaces mais aussi de la composition du dépôt.

#### 2.1.3.2.6 Les caractéristiques des parois

Comme la formation du dépôt résulte d'une interaction paroi-souillure, il est concevable que les propriétés de surface (topographie, énergie) jouent un rôle. Les modifications des propriétés de surface peuvent donc, en théorie, réduire la formation d'encrassement (Bott, 1989). En revanche,

une fois la première couche déposée, on peut s'attendre à ce que les propriétés de surface ne jouent plus aucun rôle dans la croissance ultérieure du dépôt.

### Topographie de la surface

La rugosité des surfaces peut être décrite par de nombreux paramètres comme la hauteur moyenne arithmétique notée  $R_a$  et la hauteur maximale du profil notée  $R_z$ . Une surface rugueuse implique une surface plus grande par rapport à une surface lisse et une augmentation de la turbulence proche de la paroi. De nombreux auteurs indiquent qu'une rugosité plus élevée entraîne une augmentation du transport des particules vers les parois (Epstein, 1997). Il est donc généralement admis que des surfaces rugueuses favorisent le dépôt mais les preuves sur cette question sont peu évidentes et parfois controversées (Boxler, 2014 ; Britten et al., 1988 ; Visser et Jeurnink, 1997 ; Yoon et Lund, 1989 ; Zouaghi, Six, Nuns, et al., 2018). Yoon et Lund (1989) notent une légère diminution de l'encrassement avec des surfaces électropolies mais la réduction d'encrassement ne semble pas couvrir les coûts pour atteindre cet état lisse de surface. Les études récentes de notre équipe par Zouaghi et al. (2018) semblent indiquer que la taille relative des éléments composant la surface (joint de grains, dimension moyenne et distribution des aspérités) et des souillures encrassantes est déterminante, car elle a un impact sur les phénomènes d'enchevêtrement (interlocking) et d'installation de la 1<sup>ère</sup> couche de dépôt. De même, selon Zouaghi et al. (2018), il est impossible de raisonner uniquement sur la topographie de surface pour prédire l'encrassement car l'énergie de surface agit simultanément. Il faut donc impérativement maîtriser ces 2 paramètres pour contrôler la contamination de surface. Ainsi, certaines surfaces d'acier inoxydable traditionnelles présentaient une aptitude à l'encrassement parce que leurs propriétés de surfaces (cratères de 20 à 30  $\mu\text{m}$  de large et joints de grain de 200 nm de large, respectivement) permettent la pénétration des protéines non pliées, favorisant ainsi l'enchevêtrement et la formation des couches ultérieures de dépôt.

### Énergie de surface (angle de contact)

Plusieurs études ont montré que la vitesse de formation du dépôt dépendait de l'énergie de surface du matériau. L'étude d'Oliveira (1997) montre qu'une surface avec une énergie libre faible conduit à des quantités de dépôt moindres et un nettoyage plus aisé. Kazi, Duffy, et Chen (2010) ont montré que les vitesses de dépôt de minéraux à la surface du cuivre, de l'aluminium et du laiton étaient respectivement 2,13 , 1,63 et 1,54 fois plus rapides que pour de l'acier inoxydable de type SS 316.

Boxler (2014) a montré dans sa thèse que, dans l'énergie de surface, la composante clé influençant les interactions entre le dépôt et la surface était la composante polaire. En particulier la composante donneuse d'électrons ou composante acide ( $\gamma^-$ ) de la composante polaire. Selon elle, sur les surfaces à faible ( $\gamma^-$ ), le phosphate de calcium s'installerait, tandis que les protéines s'attacheraient préférentiellement aux surfaces ayant un ( $\gamma^-$ ) élevé. La difficulté et le challenge consistent pour un matériau à réussir à imposer la composante donneur d'électrons tout en maîtrisant la composante accepteur d'électrons, ( $\gamma^+$ ) autre composante polaire et la composante dispersive ( $\gamma^L$ ).

Différentes technologies ont été utilisées pour modifier les propriétés de surface de l'inox. On peut citer les technologies à bombardement d'ions (Beuf et al., 2003 ; Müller-Steinhagen et Zhao, 1997 ; Santos et al., 2004) qui n'ont pas entièrement convaincu. Plus récemment, des technologies visant à fabriquer des revêtements fonctionnalisés sur l'acier ont été tentées : dépôt assisté par plasma atmosphérique, revêtements sol-gel nanotexturés (Boxler, 2014 ; Dawood, 2014 ; Zouaghi, Six, Bellayer, et al., 2018). Certains de ces revêtements de surface fluorosilanisés ou à base de silicone ont conduit à une réduction importante de l'encrassement laitier (Dawood, 2014 ; Zouaghi, Six, Bellayer, et al., 2018) et constituent des preuves de concept. Zouaghi et al. (2017) ont également utilisés des matériaux hydrophobes poreux imbibés d'huile pour mettre au point des surfaces biomimétiques "SLIPS" (Slippery Liquid Infused Porous Surface) à faible hystérèse d'angle de contact et des surfaces à base de graphite présentant un fort potentiel pour des applications anti-encrassement et anti-microbienne. Un des challenges consistera à optimiser la tenue au vieillissement et au nettoyage chimique de ces surfaces.

### Modélisation des forces de surface

Les principales forces intervenant au niveau des surfaces sont (Epstein, 1997) :

- les forces de van der Waals qui produisent l'attraction entre dipôles,
- les forces d'interaction de la double couche électronique qui peuvent être attractives ou répulsives.

Cette force dépend du pH. Suivant les valeurs du potentiel zêta des particules et de la surface, ces deux forces peuvent s'additionner pour constituer une barrière d'énergie. Différentes approches sont utilisées pour modéliser l'effet des forces de surface.

La prise en compte des interactions hydrophobes attractives couplées aux interactions de van der Waals et de la double couche électronique est appelée théorie XDLVO pour « extended Derjaguin, Landau, Verwey and Overbeek ». Ojaniemi et al. (2012) ont mis en œuvre cette théorie

avec succès pour modéliser les dépôts formés par des boues contenant du carbonate de calcium. *Néanmoins, pour les encrassements laitiers, on ne dénombre aucun modèle prédictif des dépôts faisant intervenir les propriétés de surface.*

#### 2.1.3.2.7 Effet de certaines conditions opératoires : température de paroi et pression

Les travaux de Belmar-Beiny et al. (1993) discutés plus tard par Bennett (2007) ont mis en évidence que les réactions de dénaturation au cœur de la veine fluide avaient sans doute plus d'impact sur les mécanismes d'encrassement que les réactions de surface à la paroi chaude de l'équipement. Néanmoins les études sur l'influence de la température de paroi ne sont pas exhaustives et on ne peut exclure que dans certaines conditions ce phénomène surfacique ne soit prépondérant. Boxler (2014) mentionne d'ailleurs dans sa thèse que la formation, la composition et la structure de la couche d'encrassement, ainsi que ses forces d'adhérence et de cohésion, et donc son élimination, sont influencées aussi par la température de surface initiale.

Enfin, d'autres phénomènes peuvent intervenir dans les mécanismes d'encrassement comme par exemple la formation de bulles d'air dans les canaux d'un échangeur de chaleur à plaques. Les travaux de Bennett (2007) montrent qu'une vitesse de fluide et une pression insuffisante conduisent à un encrassement plus rapide des installations. Si la température du produit ne dépasse pas 100 °C, une pression de fonctionnement supérieure à 1 bar est en général suffisante pour limiter le phénomène de formation de bulles au niveau des surfaces d'échange. Ces bulles agissent comme des germes pour la croissance du dépôt.

### 2.1.4 Méthodologie de mesure de l'encrassement laitier

Dans ce qui suit, nous présenterons quelques méthodes courantes de suivi de l'encrassement habituellement employées en échangeur. Ces méthodes seront précisées dans la partie 3 afin de détecter les cinétiques d'encrassement dans les échangeurs de chaleur.

#### 2.1.4.1 *Pesée de la masse*

La pesée de la masse de dépôt dans les canaux de l'échangeur de chaleur et l'observation visuelle du dépôt sont les mesures les plus directes du phénomène d'encrassement. Cependant, ces mesures ne peuvent pas se pratiquer sur tous les équipements. En effet, elles sont plus aisées dans le cas des échangeurs à plaques que dans le cas des échangeurs tubulaires, en raison de la facilité d'accès aux surfaces d'échange.

La méthodologie pour peser les plaques varie entre les études (léger rinçage ou non, mode de séchage : étuve ou à l'air ambiant, temps de séchage). En effet, en raison de la teneur en eau encore présente dans le dépôt au moment du démontage de l'échangeur de chaleur, la pesée du dépôt humide aboutit à une précision moindre que la pesée d'un dépôt sec réalisée dans des conditions standardisées (Delplace, 1995). Ainsi, de nombreux auteurs ont étudié les masses de dépôt sec présentes dans chaque canal pour évaluer l'encrassement après un certain temps de fonctionnement de l'échangeur (Burton, 1967 ; Delplace, Leuliet, et Tissier, 1994 ; Fryer et al., 1996 ; Lalande, Tissier, et Corrieu, 1984 ; Petit et al., 2013 ; Yoon et Lund, 1994).

Ces méthodes de quantification de l'encrassement présentent néanmoins un inconvénient majeur. En effet, les informations obtenues à travers ces mesures ne sont pas dynamiques. Ces mesures ne reflètent l'état de l'échangeur de chaleur qu'au moment de l'arrêt du traitement thermique et ne précisent en aucun cas l'évolution du dépôt dans le temps. De plus, les pesées ne fournissent qu'une information globale de la distribution du dépôt encrassant.

#### ***2.1.4.2 Mesure de l'encrassement à partir du suivi du coefficient de transfert de chaleur global ou de la résistance au transfert***

Le développement d'une couche de dépôt sur les surfaces d'un échangeur de chaleur entraîne une résistance au transfert thermique supplémentaire et, très souvent, une importante baisse des performances thermiques et hydrodynamiques. La mesure de l'encrassement peut donc être déterminée en suivant la diminution avec le temps des performances de l'échangeur.

Au cours de la formation d'une couche de dépôt sur la surface d'échange, il faut augmenter la puissance thermique fournie pour maintenir le programme thermique souhaité, comme l'indique l'équation suivante :

$$\dot{m}_p C_{p_p}(T_{sp} - T_{ep}) = \dot{m}_{ec} C_{p_{ec}}(T_{eec} - T_{sec}) = U_g S \Delta TLN F_T \quad \text{Équation 7}$$

$$\Delta TLN = \frac{(T_{sec} - T_{ep}) - (T_{eec} - T_{sp})}{\ln\left(\frac{T_{sec} - T_{ep}}{T_{eec} - T_{sp}}\right)} \quad \text{Équation 8}$$

avec  $\dot{m}_p$  et  $\dot{m}_{ec}$  respectivement les débits massiques du produit et de l'eau chaude,  $T_{ep}$  et  $T_{sp}$  respectivement les températures d'entrée et de sortie du produit,  $T_{eec}$  et  $T_{sec}$  respectivement les

températures d'entrée et de sortie de l'eau chaude,  $C_{p_p}$  et  $C_{p_{ec}}$  les chaleurs massiques respectivement du produit et de l'eau chaude,  $U_g$  le coefficient de transfert de chaleur global,  $S$  la surface de transfert de chaleur,  $F_T$  le facteur correctif de  $\Delta TLN$  traduisant l'écart entre l'échangeur réel et un échangeur théorique à co ou contre-courant pur et  $\Delta TLN$  la différence de température logarithmique moyenne entre le produit et l'eau chaude.

Etant donné que  $\dot{m}_p$  et  $T_{ep}$  sont le plus souvent fixés, il faut donc agir sur le système pour maintenir le programme thermique subi par le produit. Yoon et Lund (1994) ont défini deux méthodes qui peuvent être utilisées pour parvenir à cet objectif :

- la première méthode consiste à augmenter  $\dot{m}_{ec}$  ;
- la deuxième méthode consiste à augmenter  $T_{ecc}$  au fur et à mesure du développement de l'encrassement.

Yoon et Lund (1994) ont constaté que la deuxième méthode permet de garder un traitement thermique plus constant et semble donc plus indiquée que la première méthode. Il est donc possible de suivre l'encrassement d'un échangeur de chaleur en reportant l'évolution dans le temps de  $U_g$  ou les grandeurs qui en découlent. En effet, Ling et Lund (1978) ont utilisé l'évolution de  $\frac{U_g}{U_{g0}}$  (où  $U_{g0}$  est le coefficient de transfert de chaleur global de l'échangeur propre). La même représentation a été utilisée plus tard par Delplace (1995) pour décrire l'évolution de l'encrassement d'un échangeur de chaleur à plaques par des solutions de protéines sériques.

Il est également possible de suivre l'évolution de l'encrassement en reportant l'évolution de la résistance totale du dépôt encrassant ( $R_f$ ) dans le temps. Cette grandeur est définie par l'équation suivante :

$$R_f = \frac{1}{U_g} - \frac{1}{U_{g0}} \quad \text{Équation 9}$$

En supposant que l'encrassement est uniformément réparti dans l'échangeur, cette résistance peut être décrite comme étant le rapport entre l'épaisseur moyenne de la couche de dépôt sur les parois de l'échangeur de chaleur ( $e_d$ ) et la conductivité thermique de cette dernière ( $\lambda_d$ ).

$$R_f = \frac{e_d}{\lambda_d} \quad \text{Équation 10}$$

Il semble donc possible d'estimer une épaisseur moyenne de dépôt via le suivi de la résistance totale du dépôt encrassant et de la connaissance de la conductivité thermique des dépôts.

Cependant, il faut rester prudent quant à la fiabilité de cette méthode puisque l'hypothèse posée d'une uniformité de la répartition du dépôt nous amène à calculer une épaisseur moyenne équivalente, qui ne traduit pas forcément la réalité et occulte la présence probable d'épaisseurs importantes dans certaines zones critiques (points de contact, entrée/sortie de chaque canal). Par ailleurs, il est difficile d'estimer la valeur de  $\lambda_d$  car le dépôt est généralement poreux, contenant de l'eau et des protéines à différentes proportions. Pour un dépôt de BLG, Davies et al. (1997) ont indiqué une valeur de  $\lambda_d$  de  $0,38 \text{ W.m}^{-1}.\text{°C}^{-1}$ . Rose, Watkinson, et Epstein (2000) ont proposé pour le même type de dépôt des valeurs allant de  $0,13$  à  $0,33 \text{ W.m}^{-1}.\text{°C}^{-1}$  et Tuladhar, Paterson, et Wilson (2002) ont attribué la valeur de  $0,26 \text{ W.m}^{-1}.\text{°C}^{-1}$ .

#### ***2.1.4.3 Mesure de l'encrassement à partir du suivi des pertes de charge***

La formation d'une couche de dépôt sur les surfaces d'un échangeur réduit les performances hydrodynamiques des échangeurs, entraînant une augmentation de la puissance de pompage nécessaire au maintien du débit du produit à traiter. Cette diminution est exprimée par l'évolution de la perte de charge en fonction du temps de traitement. Ainsi, Burton (1966) ; Delplace et Leuliet (1995) et Fryer (1989) ont suivi la formation du dépôt encrassant lors du traitement thermique des produits laitiers.

Une approche basée sur la réduction du diamètre hydraulique ( $D_h$ ), a été proposée par Lalande, Tissier, et Corrieu (1985) puis René (1987) visant à estimer l'épaisseur de dépôt à partir de l'évolution de la mesure de la perte de charge ( $\Delta P$ ). Pendant l'encrassement de l'échangeur, la perte de charge augmente (Burton, 1966 ; Fryer, 1989). Elle est traduite par l'équation suivante :

$$\frac{D_{h0}-D_h}{D_{h0}} = 1 - \left( \frac{\Delta P_0}{\Delta P} \right)^{\frac{1}{3}} \quad \text{Équation 11}$$

Avec  $\Delta P_0$  la perte de charge de l'installation propre au débit du produit,  $D_{h0}$  et  $D_h$  respectivement les diamètres hydrauliques de l'échangeur propre et de l'échangeur encrassé.

L'épaisseur du dépôt ( $e_d$ ) peut être calculée à partir du diamètre hydraulique  $D_h = D_{h0} - 2e_d$  et par conséquent, par l'intermédiaire des mesures de perte de charge :

$$2e_d = D_{h0} \cdot \left( 1 - \left( \frac{\Delta P_0}{\Delta P} \right)^{\frac{1}{3}} \right) \quad \text{Équation 12}$$

La mesure de la perte de charge permet donc d'évaluer l'encrassement d'un échangeur de chaleur. Cependant, l'utilisation de cette relation doit se faire avec précaution, comme l'ont indiqué Burton (1967) ; Delplace (1995) et Schreier et Fryer (1995). En effet, la perte de charge peut évoluer différemment lors des essais effectués dans les mêmes conditions et donner lieu aux mêmes masses de dépôt (Burton, 1968). Cette variabilité peut s'expliquer par la sensibilité de cette mesure aux phénomènes d'encrassement. De plus, 60 à 70 % de la perte de pression est consommée au niveau des zones d'entrée et de sortie de chaque canal (Delplace, 1995). On comprend alors que cette technique n'est pas suffisamment sensible à la détection de fines épaisseurs de dépôt et ne peut nullement renseigner sur la distribution du dépôt le long de l'échangeur de chaleur. La mesure de la perte de charge renseigne donc d'avantage sur l'état des performances hydrodynamiques de l'échangeur de chaleur que sur la quantité de dépôt.

A travers les deux méthodes décrites ci-dessus, il semble que  $\Delta P$  et  $U_g$  sont reliés théoriquement à l'épaisseur du dépôt dans l'échangeur de chaleur. Il est néanmoins difficile d'obtenir des évolutions d'épaisseur de dépôts identiques en se basant sur des mesures simultanées de  $U_g$  et de  $\Delta P$ .

Les travaux de Toyoda, Schreier, et Fryer (1994) portant sur l'encrassement d'un ECP par des solutions de protéines du lactosérum sont assez significatifs sur ce point. Ces auteurs ont montré qu'on pouvait obtenir trois évolutions totalement différentes de  $\Delta P$  avec le temps et obtenir néanmoins des évolutions identiques d' $U_g$ .

### 2.1.5 Modèles prédictifs de l'encrassement

Dans ce qui suit, nous présentons d'abord les principaux modèles d'encrassement de la littérature, quelle que soit le type de processus encrassant. Nous revenons ensuite sur les modèles mis au point pour décrire les encrassements laitiers.

### 2.1.5.1 Travaux sur tout type de processus encrassant

D'un point de vue global, le processus d'encrassement est la résultante de deux processus simultanés de formation de dépôt et d'élimination. Mathématiquement, ceci signifie que le taux d'encrassement net ( $\frac{dm_s}{dt}$ ) peut être exprimé par la différence entre un taux de croissance de dépôt ( $\phi_d$ ) et un taux de décrochement ( $\phi_r$ ).

$$\frac{dm_s}{dt} = \phi_d - \phi_r \quad \text{Équation 13}$$

L'un des premiers modèles d'encrassement est celui de Kern et Seaton (1959). Dans ce modèle, les auteurs ont supposé que le taux de croissance du dépôt, ( $\phi_d$ ), restait constant avec le temps  $t$ , mais que le taux de décrochement, ( $\phi_r$ ), était proportionnel à la masse de dépôt accumulé  $m_s$  et augmentait avec le temps.

Sous ces hypothèses, l'intégration de l'équation 13 devient possible et en prenant comme condition initiale  $m_s = 0$  à  $t = 0$  on obtient :

$$m_s = m_s^* (1 - \exp^{-\beta_1 t}) \quad \text{Équation 14}$$

Où  $m_s^*$  est la valeur asymptotique de la masse de dépôt  $m_s$  et  $\beta_1$  une constante inversement proportionnelle à un temps. Le terme  $1/\beta_1$  représente en fait le temps pour que la masse de dépôt atteigne 63 % de la masse de dépôt asymptotique.

Différents auteurs ont décliné ce modèle en reprenant les équations de départ et en prenant comme variable cible la résistance thermique d'encrassement,  $R_f$  dont l'évolution avec le temps et plus simple à suivre que la masse de dépôt.

Dès lors on obtient des expressions analogues. Par exemple pour la résistance totale du dépôt encrassant

$$R_f = R_f^* (1 - \exp^{-\beta_2 t}) \quad \text{Équation 15}$$

Sous hypothèse que la conductivité thermique du dépôt ( $\lambda_d$ ) et sa masse volumique ( $\rho_d$ ) sont constantes. Notons que le passage de l'équation 14 à 15 peut être évalué aisément car on peut écrire dans ce cas :

$$\frac{dm_s}{dt} = \phi_d - \phi_r = \frac{dR_f}{dt} \rho_d \lambda_d \quad \text{Équation 16}$$

Idéalement pour que les modèles des équations 14 et 15 soient exploitables, il faudrait trouver des expressions pour ( $m_s^*, \beta_1$ ) et ( $R_f^*, \beta_2$ ) en fonction de grandeurs physiques affectant le processus d'encrassement. Ceci a été réalisé dans quelques cas spécifiques. On peut par exemple

citer les travaux de Watkinson (1980) qui donne l'évolution de la résistance asymptotique du dépôt encrassant en fonction de la vitesse de circulation du fluide,  $w$  et du diamètre du tuyau,  $D$  dans le cas d'encrassement par des cristaux de carbonate de calcium (pour une composition constante des cristaux et une température de paroi donnée) :

$$R_f^* = 0.101 / D^{0.23} w^{1.33} \quad \text{Équation 17}$$

En général, les efforts de modélisation visant à produire un modèle mathématique pour décrire le processus d'encrassement ont été basés sur le bilan matière général donné dans l'équation 13 et centrés sur l'évaluation des fonctions  $\Phi_d$  et  $\Phi_r$  pour des situations d'encrassement spécifiques.

Par exemple, Bohnet (1987) donne une expression du taux de décrochement  $\Phi_r$  pour des dépôts par sédimentation (équation 18) ou par cristallisation (équation 19). On peut constater que le taux de décrochement  $\Phi_r$  dépend des contraintes exercées par le fluide sur les dépôts à la paroi :

$$\Phi_r = K_2 x_f \frac{\tau}{\eta} \quad \text{Équation 18}$$

Une autre expression du taux de décrochage a également été donnée pour les dépôts par cristallisation :

$$\Phi_r = \frac{K_6}{\rho} \rho_f (1 + \delta \Delta T) d_p (\rho^2 \eta g)^{\frac{1}{3}} x_f w^2 \quad \text{Équation 19}$$

Avec :

$K_2, K_6$  Constantes

$x_f$  Épaisseur de la couche de dépôt, m

$\tau$  Contrainte pariétale exercée par le fluide sur la paroi, Pa

$\eta$  Viscosité dynamique, Pa.s

$\sigma_f$  Force d'adhésion de la couche de dépôt, Pa

$\delta$  Coefficient d'expansion linéaire de la couche de dépôt,  $K^{-1}$

$\Delta T$  Différence de température à travers la couche de dépôt,  $^{\circ}C$

$d_p$  Diamètre du cristal, m

$\rho$  Masse volumique du liquide,  $kg.m^{-3}$

$g$  Accélération de la pesanteur,  $m.s^{-2}$

$w$  Vitesse du fluide,  $m.s^{-1}$

Parfois, les taux de croissance de dépôt  $\phi_d$  sont donnés selon une loi d'Arrhenius, ce fût le cas du modèle de Taborek sur l'encrassement de l'eau (Taborek et al., 1972).

De nombreux modèles ont été élaborés pour prédire l'encrassement par le pétrole brut et utilisent comme variable cible la résistance d'encrassement,  $R_f$ . La structure mathématique de ces modèles est proche de celle de Kern et Seaton (1959) car des taux de croissance et d'élimination interviennent. Néanmoins ils sont basés sur le concept de l'existence d'un seuil de déposition. Ce seuil dépend de la température de film et de la vitesse d'écoulement. Ebert et Panchal (1995) ont donné le nom à ce type de modèle car ils furent les premiers à proposer une telle approche. Cela signifie que si la valeur du terme  $aRe^b e^{-\frac{E_A}{RT_f}}$  ne dépasse pas celle du terme  $c\tau_w$ , il n'y a pas formation de dépôts.

$$\frac{dR_f}{dt} = aRe^b e^{-\frac{E_A}{RT_f}} - c\tau_w \quad \text{Équation 20}$$

Avec :

a, b, c Constantes

Re Nombre de Reynolds

$E_A$  Énergie d'activation, J.mole<sup>-1</sup>

R Constante universelle des gaz, J.K<sup>-1</sup>.mole<sup>-1</sup>

$T_f$  Température de film, K

$\tau_w$  Contrainte pariétale exercée par le fluide sur la paroi, Pa

Panchal et al. (1999) propose une version modifiée qui fait intervenir le nombre de Prandtl (Pr) :

$$\frac{dR_f}{dt} = aRe^{-0,66} Pr^{-0,33} e^{-\frac{E_A}{RT_f}} - c\tau_w \quad \text{Équation 21}$$

Polley et al. (2002) modifie le modèle en faisant intervenir la température de paroi ( $T_w$ ) et en ajoutant le nombre de Reynolds dans le terme d'enlèvement :

$$\frac{dR_f}{dt} = aRe^{-0,8} Pr^{-0,33} e^{-\frac{E_A}{RT_w}} - cRe^{0,8} \tau_w \quad \text{Équation 22}$$

Jafari Nasr et Majidi Givi, (2006) ne font pas intervenir la contrainte pariétale mais uniquement le nombre de Reynolds dans le terme d'enlèvement :

$$\frac{dR_f}{dt} = aRe^b e^{-\frac{E_A}{RT_f}} - cRe^{0,4} \quad \text{Équation 23}$$

### 2.1.5.2 Travaux sur les encrassements laitiers

#### 2.1.5.3 Modèle type Kern et Seaton

Belmar-Beiny et al. (1993) et Changani, Belmar-Beiny, et Fryer, (1997) ont élaboré un modèle de formation de dépôt pour une solution de protéines circulant dans un échangeur de chaleur tubulaire à des températures inférieures à 110 °C.

Le nombre de Biot (défini comme le rapport entre la résistance thermique d'encrassement et la résistance thermique de l'échangeur propre) a été utilisé comme variable cible.

$$Bi = R_f U_0 \quad \text{Équation 24}$$

Avec :

$R_f$  Résistance d'encrassement,  $m^2.K.W^{-1}$

$U_0$  Coefficient de transfert de chaleur global de l'échangeur,  $W.m^{-2}.K^{-1}$

Après une phase d'induction et selon leurs expériences, la valeur initiale de la vitesse d'encrassement,  $\left(\frac{dBi}{dt}\right)_0$  (correspondant à  $\Phi_d$ ) est donnée par :

$$\left(\frac{dBi}{dt}\right)_0 = \frac{4,85}{Re} \times 10^{13} \exp\left(\frac{-87 \times 10^3}{RT_{fd}}\right) \quad \text{Équation 25}$$

Dans ce modèle, la variation de la résistance d'encrassement est liée à la vitesse du fluide et à la température à la surface du dépôt  $T_{fd}$ .

Belmar-Beiny et al. (1993) ne précisent toutefois pas quelle est la valeur du terme d'élimination. Quand l'encrassement est quantifié par l'évolution au cours du temps du nombre de Biot, la forme générale attendue est :

$$\frac{dBi}{dt} = \frac{k_d}{Re} \exp\left(\frac{-E}{RT_{fd}}\right) - k_r Bi \quad \text{Équation 26}$$

Avec :

$k_d, k_r$  Constantes de dépôt et d'arrachement

$E$  Énergie d'activation,  $J.mole^{-1}$

$R$  Constante universelle des gaz,  $J.K^{-1}.mole^{-1}$

$Re$  Nombre de Reynolds

$T_{fd}$  Température à la surface du dépôt en contact avec le fluide (°K)

Les expériences réalisées par Belmar-Beiny et al. (1993) montrent que les réactions ayant lieu dans le volume fluide doivent cependant être prises en compte pour modéliser correctement l'encrassement protéique et non pas uniquement les réactions en paroi.

#### 2.1.5.4 Modèle intégrant des paramètres cinétiques

Delplace et Leuliet (1995) ont étudié l'encrassement d'un ECP, sous plusieurs configurations, par un concentré de protéines de lactosérum en mesurant à la fois le coefficient de transfert de chaleur et la masse de dépôt sec. Un modèle empirique a ainsi été développé afin de prédire la masse de dépôt sec dans chaque canal par le biais du calcul de la dénaturation thermique de la BLG (équation 27).

Delplace (1995) propose de calculer la masse de dépôt du canal  $i$ , notée  $m_{d,i}$ , en utilisant la variation de la concentration en protéines natives entre l'entrée et la sortie de chaque canal d'échangeur par :

$$\frac{m_{d,i}}{SV_i} = 0,127\sqrt{\Delta C_i} \quad \text{Équation 27}$$

Où  $S$  est la surface d'échange,  $V_i$  le volume du canal et  $\Delta C_i$  la différence de concentration de BLG native entre l'entrée et la sortie du canal numéro  $i$ .

Le modèle a été validé pour 3 configurations différentes de plaques d'échangeur (1, 2 et 6 canaux par passe). D'après les auteurs, le paramètre 0,127 est fonction de l'intensité du mélange liée à la géométrie des plaques d'échangeur utilisées. La valeur 0,127 est utilisée pour un échangeur utilisant des plaques à cannelures droites (type V7, Vicarb). Pour des plaques à chevrons (type V13, Vicarb), la constante a aussi été déterminée expérimentalement et vaut 0,060. Cela se traduit par des masses de dépôt deux fois moins importantes. L'intensification du mélange provoquerait la formation plus rapide des agrégats protéiques dans le fluide plutôt qu'à la surface des parois. Cela expliquerait la réduction de l'encrassement dans le cas des plaques à chevrons. Dans ce modèle, le paramètre  $\Delta C_i$  est estimé par une méthode numérique qui utilise les paramètres cinétiques de dénaturation de la BLG proposés par Lyster (1970). Il est possible de calculer l'évolution de la concentration en protéine native  $C(t)$  au cours du temps, noté  $t$ , en résolvant le modèle cinétique d'ordre 2 :

$$C(t) = \frac{C_0}{1+kC_0t} \quad \text{Équation 28}$$

$C_0$  représente la concentration initiale en protéine native. La constante  $k$  est obtenue avec les équations suivantes proposées par Lyster (1970) puis utilisées par de nombreux auteurs :

$$\log_{10}k = 37,95 - \frac{14510}{T} \text{ pour } T \leq 363,15 \text{ K} \quad \text{Équation 29}$$

$$\log_{10}k = 5,98 - \frac{2860}{T} \text{ pour } T \geq 363,15 \text{ K} \quad \text{Équation 30}$$

Où  $T$  est la température de la solution en Kelvin. Cette température est calculée numériquement pour chaque canal à partir des conditions d'entrée.

#### ***2.1.5.5 Modèle type Bilan de population - 1D***

Dejong, Bouman, et Vanderlinden (1992) et Jong et De Jong (1996) ont développé un modèle mathématique dans lequel sont considérées à la fois les réactions en surface et celles en solution. La dénaturation de la BLG a été décrite comme une cinétique de réactions consécutives de dépliement de l'espèce native et d'agrégation (de Wit et Klarenbeek, 1989) qui inclue la formation du dépôt en surface sous la forme d'une cinétique réactionnelle. Le modèle a été appliqué aux ECP en utilisant les données empiriques de cinétiques de dépliement et d'agrégation de la BLG.

En prolongeant le travail de Dejong, Bouman, et Vanderlinden (1992), Toyoda et Fryer (1997) ont développé un modèle dans lequel ils font l'hypothèse que pour chaque protéine présente, le transfert de matière a lieu entre le fluide et la paroi. Néanmoins, ces auteurs ont indiqué que seuls les agrégats peuvent adhérer à la paroi, de telle façon que la quantité déposée est proportionnelle à la concentration de BLG agrégée au sein de la couche limite thermique. Les travaux de Toyoda et Fryer (1997) ont été approfondis par Georgiadis, Rotstein, et Macchietto (1998) et Georgiadis et Macchietto (2000) en y ajoutant le comportement hydrodynamique dans l'échangeur.

#### ***2.1.5.6 Modèle de simulation numérique - 2D et 3D***

Les modèles dynamiques 2-D permettent de réaliser une étude exhaustive de l'encrassement laitier dans les ECP en tenant en compte l'effet des corrugations des plaques (Jun et Puri, 2005a ; Jun et Puri, 2007), à l'inverse des modèles d'encrassement cités ci-dessus qui sont basés sur une distinction 1-D de l'écoulement.

Jun, Puri, et Roberts (2004) ont développé un modèle d'encrassement 2-D en l'associant avec des équations d'équilibre de matière afin de prédire la distribution du dépôt laitier. Les équations de Navier-Stokes de dynamique des fluides ont été résolues et couplées avec l'équation de l'énergie d'équilibre et une cinétique d'encrassement à trois phases.

Plus récemment, Choi et al. (2013) ont élaboré des modèles d'encrassement 3-D permettant d'évaluer l'importance de l'orientation des corrugations des plaques de l'échangeur de chaleur.

## 2.2 MODELE D'ENCRASSEMENT PRENANT EN COMPTE L'EFFET DU CALCIUM

### 2.2.1 Introduction

Des travaux récents réalisés par Blanpain-Avet et al. (2012) puis **Khalidi et al. (2015)** ont confirmé que les dépôts d'origine protéique sont constitués essentiellement de protéines dépliées. Les protéines sous une forme agrégée participent peu à la formation des dépôts. Expérimentalement, cela se traduit par un dépôt très important au début du traitement thermique et quasi-inexistant en fin de zone de chambrage. Par ailleurs, il est connu que la présence d'ions a un effet sur le dépliement et l'agrégation de la BLG (Petit et al., 2011) qui se traduit par une augmentation des constantes cinétiques associées au mécanisme de dénaturation de la BLG. On peut donc supposer qu'une variation de la concentration en calcium va avoir un effet sur la quantité de dépôt formé à la surface des parois d'échange de chaleur. De plus, même si nous avons peu de données sur le sujet, le temps de séjour dans l'ECP et le régime d'écoulement peuvent aussi agir sur l'encrassement. Belmar-Beiny et al. (1993) ont montré que lorsque le nombre de Reynolds passe de 2000 à 7000 dans un échangeur tubulaire, la masse de dépôt générée par une solution de lactosérum décroît constamment. Aucune autre étude n'a confirmé ce résultat sur la dépendance de la masse dépôt avec le régime d'écoulement. A notre connaissance il n'y a pas d'études expérimentales montrant l'effet de la concentration en calcium sur la formation des dépôts. Pour combler ces lacunes nous avons étudié l'effet de la présence de calcium pour des concentrations allant de 70 à 87,5 mg.L<sup>-1</sup> et des nombres de Reynolds variant entre 2000 et 5000 sur l'encrassement d'un échangeur de chaleur à plaques traitant une solution modèle de lactosérum pour des durées d'essai de 330 min.

### 2.2.2 Matériels et méthodes

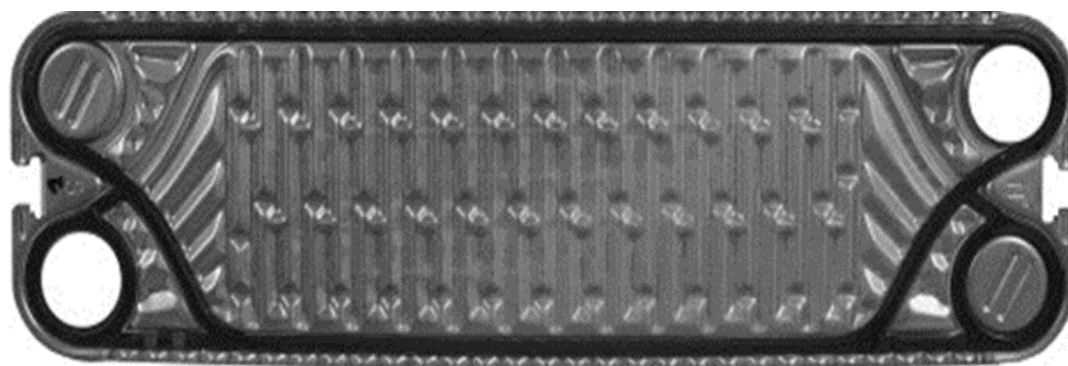
La solution encrassante est préparée à partir d'une poudre de lactosérum (WPC 75, Armor Proteines, France) dissoute dans l'eau à une concentration de 1 % p/p. La quantité de calcium est ajustée en modifiant les proportions d'eau adoucie et d'eau brute utilisées pour préparer la solution. Les concentrations en calcium ainsi que les nombres de Reynolds des 12 essais d'encrassement réalisés sont présentés Tableau 3. La durée des essais est fixée à 5h30 dans le but d'obtenir une masse de dépôt suffisante pour être pesée avec précision.

**Tableau 3. Paramètres de procédé mesurés ou calculés imposés dans l'ECP pour les essais d'encrassement.**

( $T_{ep}$  : température d'entrée du produit à traiter ;  $T_{sp}$  : température de sortie du produit).

| Essai | Nombre de Reynolds moyen | Teneur en calcium (ppm) | $T_{ep}$ (°C)  |                  | $T_{sp}$ (°C)  |                  | Masse de dépôt totale (g) |
|-------|--------------------------|-------------------------|----------------|------------------|----------------|------------------|---------------------------|
|       |                          |                         | $t = 0$<br>min | $t = 330$<br>min | $t = 0$<br>min | $t = 330$<br>min |                           |
| A     | 2000                     | 72,9                    | 62,3           | 60,0             | 96,8           | 97,2             | 214,2                     |
| B     | 2003                     | 79,8                    | 60,0           | 59,7             | 96,5           | 96,6             | 360,0                     |
| C     | 2040                     | 82,2                    | 61,5           | 61,3             | 97,1           | 96,3             | 509,0                     |
| D     | 2040                     | 85,6                    | 60,4           | 61,5             | 95,8           | 96,9             | 594,2                     |
| E     | 3394                     | 70,0                    | 63,8           | 63,9             | 95,5           | 95,7             | 367,3                     |
| F     | 3220                     | 76,3                    | 61,3           | 61,3             | 95,7           | 95,5             | 686,1                     |
| G     | 3214                     | 78,0                    | 62,6           | 62,2             | 95,0           | 95,0             | 697,6                     |
| H     | 3232                     | 86,5                    | 62,7           | 63,6             | 94,6           | 94,6             | 921,8                     |
| I     | 4938                     | 74,6                    | 60,8           | 61,4             | 95,4           | 95,2             | 324,2                     |
| J     | 4920                     | 77,4                    | 61,3           | 60,8             | 96,2           | 96,0             | 368,2                     |
| K     | 4942                     | 77,8                    | 63,2           | 63,9             | 95,4           | 95,1             | 426,1                     |
| L     | 4926                     | 87,4                    | 61,2           | 61,4             | 95,9           | 95,7             | 714,1                     |

Les mesures de concentration en ions sont obtenues par spectrométrie d'absorption atomique (Phylips, Pye Unicam). La préparation est réalisée la veille de l'essai et stockée durant la nuit à une température contrôlée de 4 °C.



**Figure 15. Plaque utilisée pour les essais d'encrassement.**

L'installation expérimentale est constituée d'une cuve d'agitation puis d'une pompe volumétrique à débit réglable permettant la circulation du produit dans les échangeurs de chaleur (modèle V7 Vicarb, Alfa-Laval, France). La géométrie des plaques est décrite dans le Tableau 4. Un

premier échangeur est utilisé pour le préchauffage du produit à une température de 60 °C puis un deuxième échangeur de chaleur à plaques permet d'atteindre la température de traitement désirée fixée à 96 °C. La zone de chauffage comprend 5 passes pour le produit et 4 passes pour le fluide caloporteur en configuration monocanal par passe montée à contre-courant.

**Tableau 4. Caractéristiques géométriques des plaques V7 (Leuliet, 1988).**

|                                                                         |                                          |
|-------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------|
| <b>Matériau</b>                                                         | Acier inoxydable 316Ti                   |
| <b>Conductivité thermique de la plaque</b>                              | 16,3 W.m <sup>-1</sup> .°C <sup>-1</sup> |
| <b>Longueur</b>                                                         | 0,495 m                                  |
| <b>Largeur</b>                                                          | 0,15 m                                   |
| <b>Epaisseur</b>                                                        | 0,8 mm                                   |
| <b>Surface d'échange</b>                                                | 0,075 m <sup>2</sup>                     |
| <b>Espace inter-plaques</b>                                             | 4,0 mm                                   |
| <b>Section de passage</b>                                               | 6.10 <sup>-4</sup> m <sup>2</sup>        |
| <b>Angle de cannelure par rapport à l'axe longitudinal de la plaque</b> | 90°                                      |
| <b>Angle de base de la cannelure</b>                                    | 35°                                      |
| <b>Pas de la cannelure</b>                                              | 15 mm                                    |

Les propriétés physiques du produit utilisées pour le calcul du nombre de Reynolds sont considérées équivalentes à celle de l'eau étant donné la faible teneur en poudre utilisée (Delplace, Leuliet, et Levieux, 1997 ; Petit et al., 2013).

Les essais sont réalisés après une phase de stabilisation des températures et débits avec de l'eau circulant dans l'installation. Après chaque essai, les plaques d'ECP sont séchées puis pesées.

### 2.2.3 Résultats

Sur le modèle de Kern et Seaton, dans **Khalidi, Blanpain-Avet et al. (2015)**, nous avons proposé la relation suivante pour le calcul de la masse de dépôt du i<sup>ème</sup> canal d'échangeur :

$$\frac{M_{d,j}}{\rho.e_0^3} = k_d(\text{Re}).A \left( \frac{C_{Ca}}{\rho}, \frac{\theta_{op,j}}{\theta_{ip}} \right) - k_r(\text{Re}) \quad \text{Équation 31}$$

Cette loi de procédé comporte un premier terme de déposition ( $k_d.A$ ) qui dépend du nombre de Reynolds (la dimension caractéristique utilisée pour le calcul de  $\text{Re}$  est  $e_0$ ), de la concentration en calcium et du rapport des températures de sortie du  $j^{\text{ème}}$  canal ( $\theta_{op,j}$ ) et de la température d'entrée dans l'ECP ( $\theta_{ip}$ ).

$$A = \left( \frac{C_{Ca}}{\rho} \right)^{1,049} . \left( \frac{\theta_{op,j}}{\theta_{ip}} \right)^{5,889} \quad \text{Équation 32}$$

$$k_d = 9,141\text{Re}^2 - 7,622.10^4.\text{Re} + 2,400.10^8 \quad \text{Équation 33}$$

Le deuxième terme  $k_r$  qui correspond au détachement dépend uniquement du nombre de Reynolds.

$$k_r = 1,123.10^{-3}\text{Re}^2 - 8,851.\text{Re} + 2,158.10^4 \quad \text{Équation 34}$$

Avec :

$M_{d,j}$  Masse de dépôt dans le  $j^{\text{ème}}$  canal d'échangeur

$\rho$  Masse volumique de la solution,  $\text{kg.m}^{-3}$

$e_0$  Espace entre les plaques d'un canal d'échangeur, m

$C_{Ca}$  Concentration en calcium,

Les valeurs prédites par le modèle et les valeurs mesurées expérimentalement sont très proches comme on peut le voir sur la Figure 16.

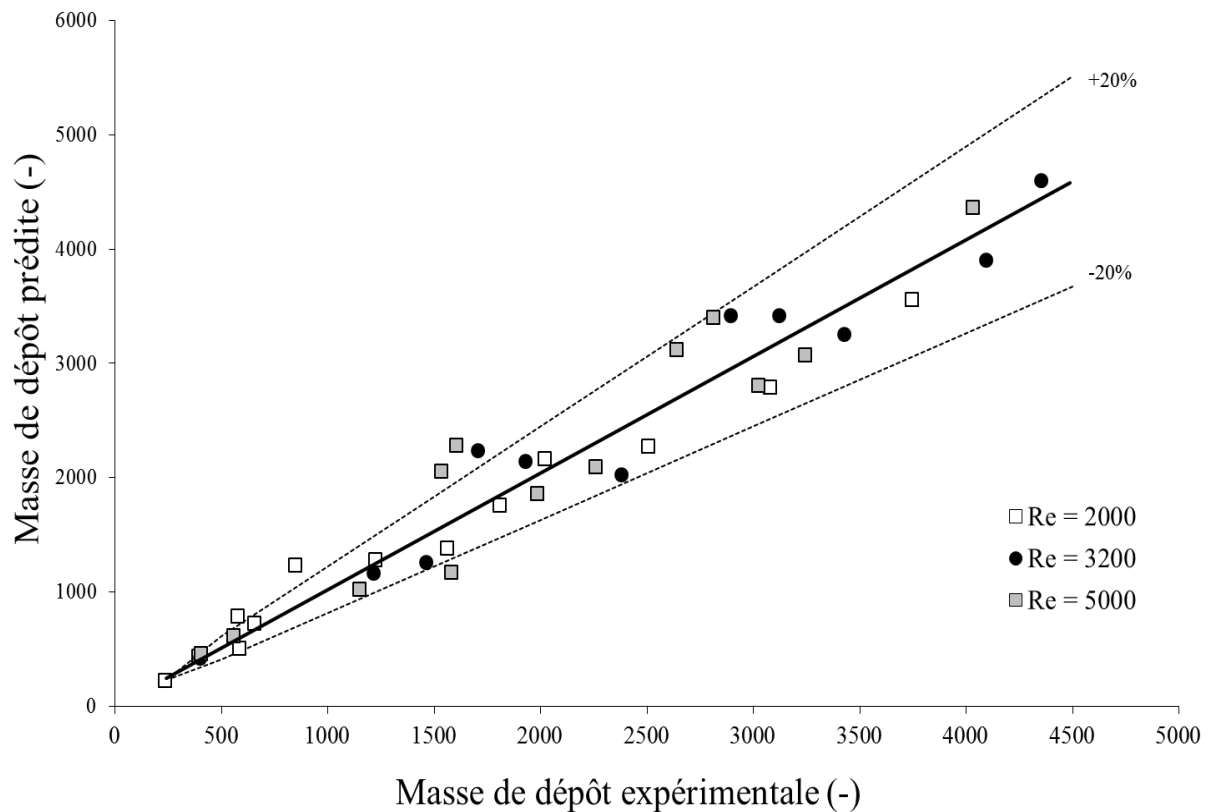


Figure 16. Comparaison entre les masses de dépôt par canal ( $M_{d,i}/\rho \cdot e^3$ ) expérimentales et prédites.

#### 2.2.4 Conclusion

Ce modèle met en évidence l'effet d'une présence plus ou moins importante de calcium ainsi que l'effet de la vitesse du fluide sur la masse de dépôt présente en fin d'expérimentation. Cependant, le domaine de validité de ce modèle est limité aux plages de variation de la concentration en calcium et à la plage de nombres Reynolds utilisées. Les relations polynomiales du 2<sup>ème</sup> ordre utilisées pour modéliser l'effet du nombre de Reynolds dans les relations  $k_d$  et  $k_r$  sont spécifiques aux essais expérimentaux réalisés et à la configuration utilisée. Il est difficile de donner un sens physique à l'ensemble des paramètres nécessaires à l'utilisation de ce modèle.

Ce premier modèle de quantification de la masse de dépôt du type Kern et Seaton montre l'importance de la prise en compte de la quantité de calcium contenu dans les solutions de lactosérum ainsi que de l'effet des vitesses de circulation dans les installations traitant thermiquement ce type de produit.

## 2.3 MODELE BASE SUR DES BILANS DE POPULATION

### 2.3.1 Introduction

Une autre approche de modélisation de l'encrassement présentée ici consiste à utiliser les connaissances acquises sur les mécanismes de dénaturation de la BLG. Le modèle de dénaturation de la BLG sous forme de cinétique réactionnelle peut être utilisé pour déterminer l'évolution des différentes formes de BLG au sein de l'échangeur de chaleur représenté en une dimension c'est-à-dire représentée simplement par l'évolution de la température moyenne du produit au cours du temps lorsque qu'il traverse l'échangeur.

### 2.3.2 Méthode

La méthode de calcul repose sur la résolution des équations différentielles décrivant l'évolution de la BLG en fonction de la température et du temps. La première étape consiste à déterminer les profils de température imposés à la solution modèle lorsqu'elle traverse l'échangeur de chaleur. Pour cela, on utilise le logiciel SPHERE développé par l'INRA en collaboration avec Danone. SPHERE est un code de calcul des échangeurs de chaleur à plaques. A partir des équations de bilan appliquées à l'échelle du canal, un calcul itératif permet ensuite d'obtenir l'évolution des températures et des pressions dans l'échangeur. La méthode de calcul est décrite dans René, Leuliet, et Lalande (1991). On fait l'hypothèse que l'écoulement est unidimensionnel et stationnaire. La quantité de BLG qui participe au dépôt et qui n'est plus présente dans l'écoulement n'est pas prise en compte.

Le système d'équations différentielles est le suivant :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{dN}{dt} = -k_u N^n \\ \frac{dU}{dt} = +k_u N^n - k_a U^m \\ N + U + A = \text{constante} \\ N_{(t=0)} = N_0 \\ U_{(t=0)} = A_{(t=0)} = 0 \end{array} \right. \quad \text{Équation 35}$$

Avec :

- N      Concentration en BLG native, g/L
- U      Concentration en BLG dépliée, g/L
- A      Concentration en BLG agrégée, g/L
- t      Temps de séjour, s

$k_u$  Constante cinétique de dépliement,  $g^{1-n}.L^{n-1}.s^{-1}$

$k_a$  Constante cinétique d'agrégation,  $g^{1-m}.L^{m-1}.s^{-1}$

$n$  Ordre de la réaction de dépliement, -

$m$  Ordre de la réaction d'agrégation, -

La dépendance thermique des constantes est décrite par une loi d'Arrhenius :

$$\begin{cases} k_u = k_{0u} \exp\left(\frac{E_{Au}}{RT}\right) \\ k_a = k_{0a} \exp\left(\frac{E_{Aa}}{RT}\right) \end{cases} \quad \text{Équation 36}$$

Avec :

$k_{0u}$  Facteur de fréquence de dépliement,  $g^{1-n}.L^{n-1}.s^{-1}$

$E_{Au}$  Énergie d'activation de dépliement,  $J.mol^{-1}$

$k_{0a}$  Facteur de fréquence d'agrégation,  $g^{1-n}.L^{n-1}.s^{-1}$

$E_{Aa}$  Énergie d'activation d'agrégation,  $J.mol^{-1}$

$R$  Constante des gaz parfaits égale à 8,314 ,  $J.mol^{-1}.K^{-1}$

Les valeurs des constantes sont présentées Figure 11. Les conditions initiales sont données par les quantités de BLG sous forme N, U et A à l'entrée de l'échangeur. Le code de calcul pour la résolution du système d'équations a été écrit sous Scilab 5.5.2, logiciel open source gratuit diffusé sous licence CeCILL (compatible GPL), développé par Scilab Enterprises (Disponible sur <http://www.scilab.org>). La solution des équations différentielles est approximée par une méthode itérative de Runge-Kutta d'ordre 4.

### 2.3.3 Résultats

La Figure 17 présente l'évolution de la BLG sous forme N, U et A tout au long de l'échangeur. A l'entrée de l'échangeur, on trouve essentiellement de la BLG sous forme native avec une petite quantité de BLG dépliée. Cette quantité n'est pas nulle car la dénaturation de la BLG commence dans le préchauffage et cela a été pris en compte dans le calcul. L'espèce N disparaît progressivement d'abord au profit de l'espèce U puis ensuite au profit de l'espèce A.

Des essais d'encrassement ont été réalisés dans les conditions du calcul avec une solution modèle contenant des protéines de lactosérum à une concentration de 1 % p/p. La quantité totale de calcium a été ajustée à 100 ppm. A la fin des essais, la masse de dépôt sèche a ensuite été pesée

dans chacun des canaux de l'échangeur constitué de 5 canaux dans une configuration à un canal par passe.

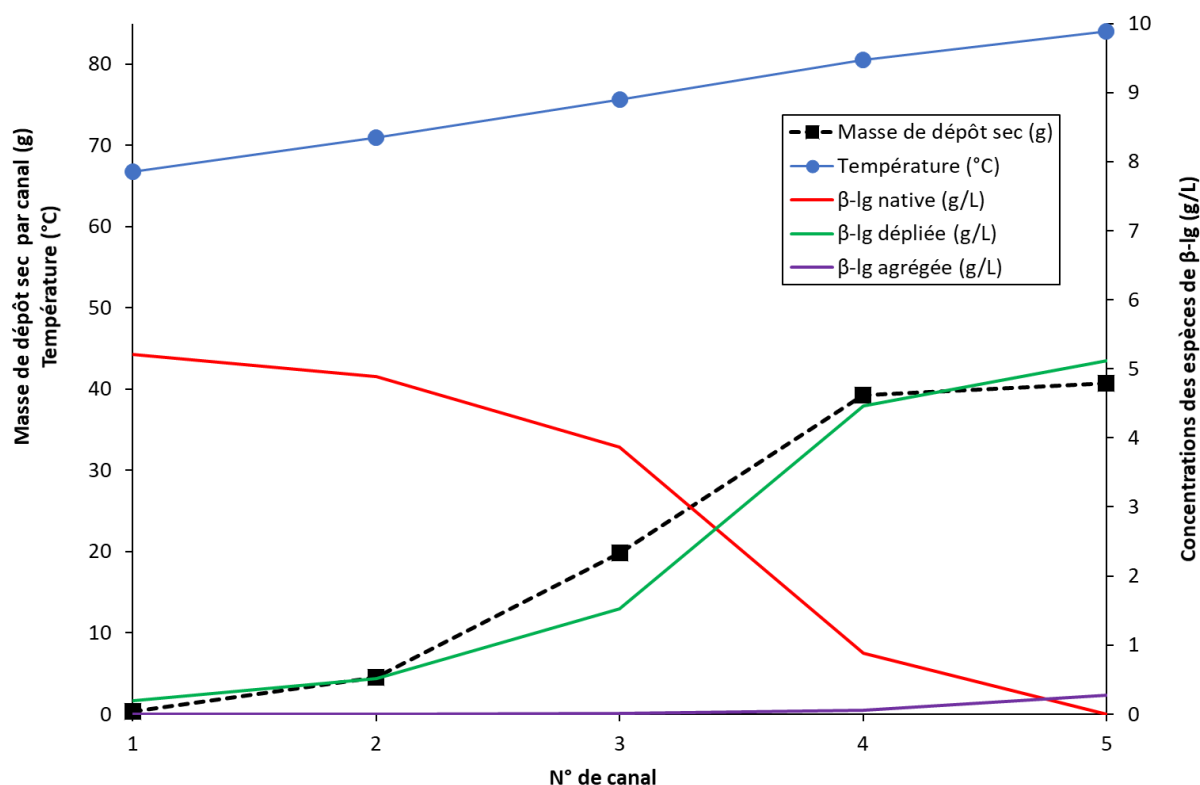


Figure 17. Masse de dépôt sec mesurée, température du produit et bilan de population de BLG simulé pour une solution de WPI à 1% p/p et 100 ppm de calcium (Khaldi, 2016).

Ainsi, à partir de la Figure 17 représentant l'évolution des différentes formes de BLG superposée à des mesures de masses de dépôt, on constate que l'apparition du dépôt coïncide avec la formation de BLG dépliée. Cela confirme que la BLG dépliée joue un rôle prépondérant dans la croissance du dépôt.

### 2.3.4 Conclusion

La méthode de calcul proposée permet d'exploiter les constantes cinétiques déterminées au laboratoire pour prédire l'évolution des formes N, U et A de la BLG. Les mesures expérimentales de la concentration en espèce agrégée de BLG à la sortie d'un ECP montrent une importante sous-estimation du niveau de dénaturation de la BLG. Si on souhaite expliquer les mécanismes de formation des dépôts par un modèle, on ne peut pas se contenter de prendre en compte uniquement l'évolution unidimensionnelle de la température au cours du temps. La prise en compte de la dispersion des temps de séjour et des gradients de température est un moyen qui peut

permettre d'estimer plus précisément la formation des différentes espèces de la BLG. Dans le chapitre ci-après, l'utilisation d'un modèle cinétique couplé à la résolution numérique des champs de vitesse et de température dans un échangeur de chaleur est décrite de manière détaillée.

## **2.4 SIMULATION NUMERIQUE DE LA DENATURATION CHAUDE DE LA BLG**

L'étude numérique présentée ici et validée expérimentalement montre que seule la prise en compte du couplage entre l'écoulement, les transferts de chaleur et les mécanismes de dénaturation de la BLG permet d'obtenir des résultats fiables si l'on souhaite modéliser la formation de dépôt d'origine protéique.

### **2.4.1 Présentation de l'étude numérique de la dénaturation de la BLG**

Même si beaucoup d'études numériques ont été menées jusqu'à maintenant, aucune ne s'est attachée à montrer la validité des modèles cinétiques présentés dans le chapitre précédent par une comparaison des résultats obtenus au moyen de la mécanique des fluides numérique avec des mesures expérimentales du taux de dénaturation de la BLG dans un échangeur réel. Chantoiseau et al. (2012) ont montré l'importance de coupler les effets dus à l'écoulement du fluide avec les transferts de chaleur pour déterminer la dénaturation de la BLG. Il est important de tenir compte de l'effet de la distribution des temps de séjour et des températures dans les installations pour comprendre les transformations qui sont à l'origine de la formation des dépôts. De nombreuses études numériques ont été réalisées pour tenter de simuler numériquement les phénomènes physiques qui ont lieu dans les échangeurs de chaleur. Malgré la progression constante des performances des calculateurs, la prise en compte de toutes les échelles de turbulence par la méthode de résolution numérique directe à l'échelle d'un échangeur de chaleur n'est pas encore possible. La solution actuelle consiste à utiliser des modèles de turbulence qui évitent de résoudre toutes les échelles de turbulence et permettent ainsi d'obtenir des résultats dans des délais de calculs raisonnables sur une simple station de travail. Dans une synthèse bibliographique concernant les modèles utilisés pour les échangeurs de chaleur, Jun et Puri (2005a) ont conclu que les puissances de calcul étaient insuffisantes à cette époque pour simuler numériquement l'encrassement de l'ensemble d'un échangeur de chaleur en 3 dimensions. Une autre difficulté concerne la fiabilité des modèles de turbulence adaptés uniquement à des conditions particulières. Freund et Kabelac (2010) ont montré que les modèles de turbulence sous-estimaient généralement les coefficients de transfert de chaleur. Devant ces difficultés, beaucoup de travaux se sont limités à simuler uniquement un canal ou une partie de canal (Grijspeerdt, Hazarika, et Vucinic, 2003) ou à travailler en régime laminaire sur un canal (Jun et Puri, 2005b).

L'objectif des travaux décrits ici était de montrer qu'une étude de MFN (Mécanique des Fluides Numérique) pouvait correctement simuler la dénaturation chaude de la BLG dans un échangeur de chaleur. Dans cette étude numérique, le profil de température est imposé à la paroi

des canaux afin de minimiser la sous-estimation des coefficients de transfert de chaleur par les modèles de turbulence. Le domaine d'étude correspond aux canaux du côté produit modélisés en 2 dimensions. Cela ne constitue pas une limitation car la géométrie des plaques étudiées (description Tableau 4) génèrent un écoulement bidimensionnel (Leuliet, 1988). Une série d'expérimentations a été réalisée pour valider le modèle qui couple les phénomènes hydrodynamiques aux transferts de chaleur et aux réactions chimiques correspondants à la transformation de la BLG. La simulation a été validée par comparaison avec les mesures expérimentales de perte de pression, de température et de niveau de dénaturation de la BLG. Les résultats montrent que les outils logiciels de MFN sont capables de simuler avec précision les transformations de produit alimentaire qui ont lieu dans un ECP.

#### 2.4.2 Méthodologie expérimentale à l'échelle pilote

Un ECP de type V7 (Vicarb) est utilisé avec un canal par passe à contrecourant. Les corrugations des plaques perpendiculaires au sens de l'écoulement génèrent un écoulement bidimensionnel. L'ECP comporte 10 canaux pour le traitement du produit A et 8 canaux pour le traitement d'un deuxième produit B. Les débits de circulation varient de 100 à 400 L/h avec une pression à la sortie de l'ECP maintenue constante à la valeur de 2 bars. En fonction de la température d'entrée souhaitée, le produit peut être préchauffé dans un ECP ou un échangeur de chaleur tubulaire à passage de courant.

La solution de protéine notée A est composée d'un isolat de protéine de lactosérum de lait (Biopure, Davisco, 89 % p/p de BLG) dissout dans de l'eau osmosée à une concentration de 6 % p/p et d'une quantité connue de calcium ( $\text{CaCl}_2$ , Prolabo, 132 mg/L). La solution B est composée d'un concentré de protéines laitières (Promilk 852 FP1, IDI SAS, 0,72 % p/p) et d'ultrafiltrat de lait (Lactepi 452, EPI INGREDIENTS, 5 % p/p) dissout dans de l'eau osmosée. La concentration en calcium de la solution B varie de 120 à 135 mg/L. On considère que les propriétés physiques des produits A et B sont identiques à celle de l'eau (Petit et al., 2013). La dépendance thermique des propriétés physiques est présentée dans le tableau suivant :

**Tableau 5. Dépendance thermique des propriétés physiques des solutions A et B.  
La température T est exprimée en degré Celsius (Leuliet, 1988).**

|                                                                                      |          |
|--------------------------------------------------------------------------------------|----------|
| Viscosité (Pa.s)                                                                     | T < 20°C |
| $\log_{10}(\mu) = \frac{1301}{998,33 + 8,155(T - 20) + 0,00585(T - 20)^2} - 4,30233$ |          |
|                                                                                      | T ≥ 20°C |

---


$$\log_{10}(\mu) = \frac{-1,3272(T - 20) - 0,001053(T - 20)^2}{T + 105} - 2,9996$$

Conductivité thermique

(W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>)

$$k = 0,578 + 0,00148T - 0,00000429T^2$$

Masse volumique

(kg.m<sup>-3</sup>)

$$\rho = 1001,0 - 0,09084T - 0,003416T^2$$

Chaleur spécifique

(W.kg<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>)

$$C_p = 4199 - 0,964T + 0,0107T^2$$


---

Les niveaux de dénaturation de la BLG sont mesurés à l'entrée et à la sortie de l'ECP. Les échantillons sont prélevés dans des tubes à essai pré-remplis avec de l'eau glacée pour arrêter rapidement la dénaturation de la BLG. Le niveau de dénaturation est défini comme suit :

$$DL = 1 - \frac{S_{\text{sortie}}}{S_{\text{entrée}}}$$

**Équation 37**

$S_{\text{entrée}}$  et  $S_{\text{sortie}}$  sont respectivement la concentration en BLG soluble à l'entrée et la sortie de l'ECP. La mesure de la concentration en BLG soluble est réalisée par HPLC. La méthode est décrite de manière détaillée par Petit et al. (2011).

Les produits A et B sont soumis à différentes conditions expérimentales. Concernant le produit A, la température d'entrée varie de 50 à 70 °C avec une augmentation de température qui varie de 15 à 35 °C. Les débits du produit et du fluide secondaire varient de 150 à 300 L/h. Les 19 expérimentations sont présentées dans le Tableau 6. A la température moyenne entre l'entrée et la sortie de l'ECP, le nombre de Reynolds est compris entre 1150 à 2750. Le régime est turbulent puisque le régime de turbulence commence à partir d'un Reynolds supérieur à 260 (Leuliet, 1988).

**Tableau 6. Conditions expérimentales utilisées pour le produit A.**

| <b>Test</b> | <b>Température<br/>entrée (°C)</b> | <b>Température<br/>sortie (°C)</b> | <b>Débit produit<br/>(L/h)</b> | <b>Débit eau<br/>chaude (L/h)</b> | <b>Niveau de<br/>dénaturation (%)</b> |
|-------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------------------------|-----------------------------------|---------------------------------------|
| #1          | 60,0                               | 84,1                               | 142                            | 159                               | 89,0                                  |
| #2          | 69,9                               | 94,6                               | 149                            | 152                               | 97,3                                  |
| #3          | 48,4                               | 74,5                               | 148                            | 157                               | 66,9                                  |
| #4          | 60,3                               | 85,3                               | 302                            | 296                               | 82,5                                  |
| #5          | 60,7                               | 85,0                               | 204                            | 201                               | 84,7                                  |
| #7          | 59,6                               | 85,6                               | 300                            | 587                               | 87,4                                  |
| #8          | 50,3                               | 85,4                               | 152                            | 157                               | 83,5                                  |
| #9          | 70,9                               | 85,4                               | 148                            | 154                               | 91,3                                  |
| #10         | 65,6                               | 89,3                               | 153                            | 155                               | 94,5                                  |
| #11         | 54,9                               | 80,3                               | 152                            | 151                               | 80,2                                  |
| #12         | 61,0                               | 85,9                               | 174                            | 174                               | 87,7                                  |
| #13         | 60,5                               | 84,7                               | 251                            | 252                               | 83,4                                  |
| #14         | 61,1                               | 85,6                               | 302                            | 391                               | 83,5                                  |
| #15         | 55,0                               | 84,5                               | 151                            | 168                               | 87,8                                  |
| #16         | 64,9                               | 84,7                               | 152                            | 160                               | 88,5                                  |
| #17         | 60,3                               | 84,9                               | 146                            | 160                               | 91,7                                  |
| #19         | 59,2                               | 84,4                               | 202                            | 206                               | 87,2                                  |
| #21         | 60,5                               | 84,6                               | 154                            | 158                               | 84,6                                  |
| #24         | 61,4                               | 85,3                               | 153                            | 160                               | 82,1                                  |

**Tableau 7. Conditions expérimentales appliquées au produit B**

| <b>Test</b> | <b>Température<br/>entrée (°C)</b> | <b>Température<br/>sortie (°C)</b> | <b>Débit<br/>produit<br/>(L/h)</b> | <b>Nombre de<br/>Reynolds</b> | <b>Niveau de<br/>dénaturation<br/>(%)</b> |
|-------------|------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|-------------------------------|-------------------------------------------|
| #1b         | 25,0                               | 96,3                               | 142                                | 1091                          | 63,3                                      |
| #2b         | 24,1                               | 96,5                               | 200,5                              | 1532                          | 45,9                                      |
| #3b         | 21,1                               | 95,7                               | 299,2                              | 2224                          | 21,7                                      |
| #4b         | 23,5                               | 95,5                               | 397                                | 2999                          | 13,6                                      |
| #5b         | 20,8                               | 97,2                               | 107,3                              | 805                           | 65                                        |
| #6b         | 20,9                               | 97,5                               | 202                                | 1519                          | 50                                        |
| #7b         | 24,1                               | 96,5                               | 401,1                              | 3066                          | 17                                        |
| #8b         | 24,2                               | 97,5                               | 296,9                              | 2287                          | 33                                        |

Pour le produit B, la température d'entrée est maintenue constante à 22 °C avec une température de sortie de 96 °C. Le débit d'eau chaude est fixé à 1000 L/h et le débit de produit varie de 100 à 400 L/h. Ces conditions décrites dans le Tableau 7 permettent d'obtenir un niveau de dénaturation qui varie de 17 à 65 % alors que pour le produit A, ce niveau est toujours supérieur à 80 %. Le régime est turbulent pour toutes les expérimentations.

Les paramètres cinétiques du modèle simplifié correspondant à la dénaturation de la BLG ont été déterminés en laboratoire pour les produits A et B et sont présentés dans le Tableau 8. La méthodologie utilisée pour mesurer ces paramètres est décrite dans Petit et al. (2011).

**Tableau 8. Paramètres de la cinétique réactionnelle de dénaturation de la BLG.**

|                   |                                                                     | <b>Produit A</b>      | <b>Produit B</b>      |
|-------------------|---------------------------------------------------------------------|-----------------------|-----------------------|
| <b>Dépliement</b> | $E_A$ (kJ/mol)                                                      | 276,3                 | 242,6                 |
|                   | $k_0$ ( $\text{g}^{1-n} \cdot \text{L}^{n-1} \cdot \text{s}^{-1}$ ) | $3,42 \times 10^{40}$ | $1,08 \times 10^{33}$ |
|                   | N                                                                   | 1,5                   | 1,5                   |
| <b>Agrégation</b> | $E_A$ (kJ/mol)                                                      | 79,7                  | 95,9                  |
|                   | $k_0$ ( $\text{g}^{1-n} \cdot \text{L}^{n-1} \cdot \text{s}^{-1}$ ) | $3,25 \times 10^9$    | $2,12 \times 10^{11}$ |
|                   | N                                                                   | 2                     | 2                     |

### 2.4.3 Présentation du modèle numérique

Le logiciel commercial ANSYS Fluent 14 qui utilise la méthode des volumes finis a été mis en œuvre pour résoudre les équations de Navier-Stokes en utilisant un modèle de turbulence ainsi que le modèle de réactions chimiques permettant d'obtenir la concentration de la BLG dans les états N, U ou A. Les températures sont imposées à la frontière du domaine. Ces températures de paroi côté produit ont été mesurées à l'aide de thermocouples insérés dans l'échangeur lors des expérimentations. Cela évite de résoudre numériquement le côté chaud de l'échangeur, ce qui doublerait la taille du domaine et ainsi le nombre de cellules or la structure de l'écoulement du fluide secondaire n'a pas d'intérêt pour atteindre les objectifs fixés. Le nombre de cellules permettant le maillage du domaine présenté en Figure 18 est de 1 140 000. Ce nombre de cellules présente le meilleur compromis entre temps de calcul et précision du résultat. Un nombre inférieur de cellules est insuffisant pour obtenir des résultats précis alors que les tests avec 2 000 000 de cellules n'améliorent pas nettement le résultat.

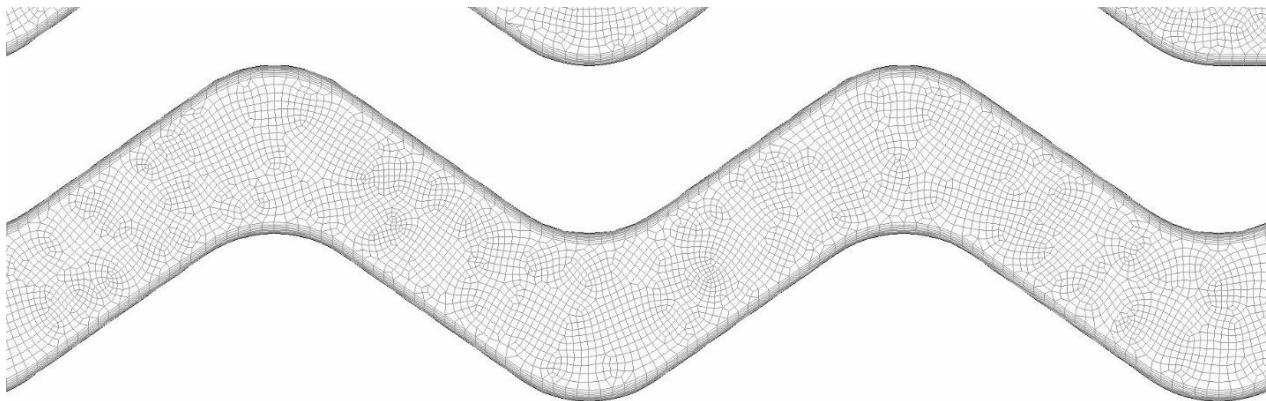


Figure 18. Maillage du premier canal à l'entrée de l'ECP.

De nombreux modèles de turbulence permettent de simuler correctement les écoulements en donnant des résultats proches des résultats expérimentaux (Bhutta et al., 2012). Le modèle  $k-\epsilon$  a des avantages malgré ses limites connues. Il permet d'obtenir une convergence rapide des calculs. Le modèle « shear stress transport  $k-\omega$  » apporte de nombreuses améliorations vis-à-vis du modèle  $k-\epsilon$  mais nécessite plus de temps de calcul. Ces deux modèles ont été testés et comparés aux valeurs expérimentales à l'aide des courbes de frottement de l'ECP obtenues expérimentalement.

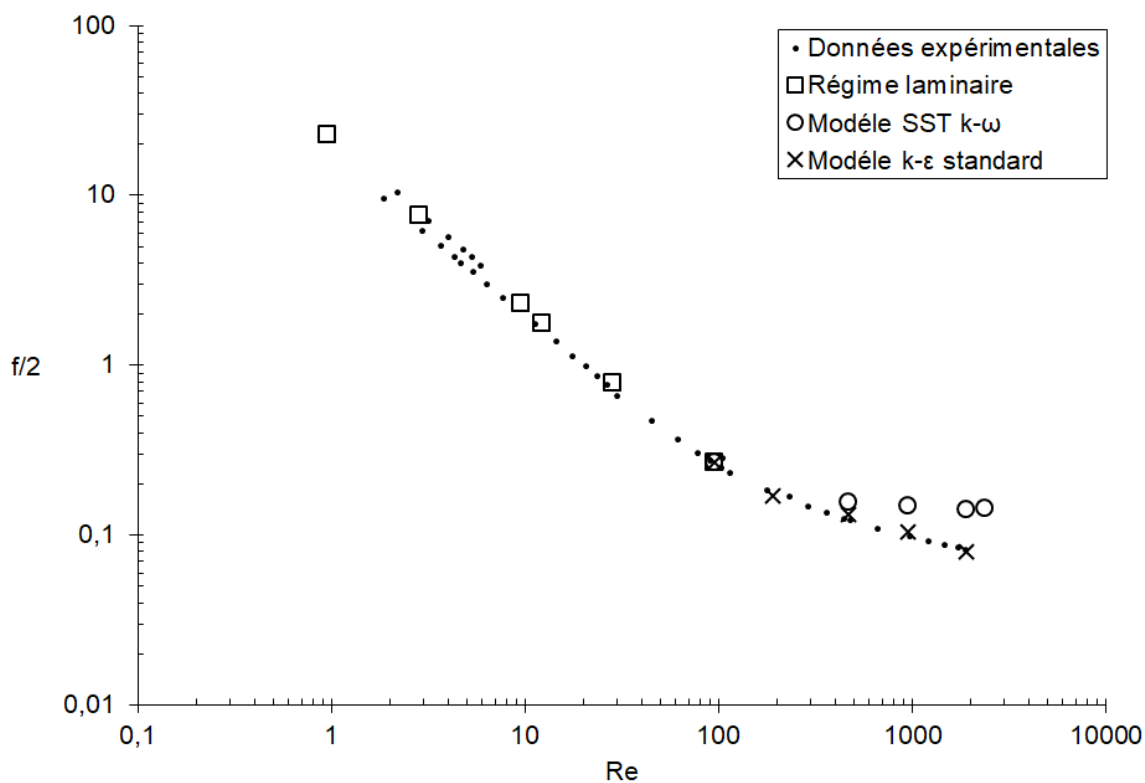


Figure 19. Courbe de frottement obtenu par la mesure et le calcul numérique.

Leuliet (1988) a montré que, pour le type de plaques V7 utilisé, le régime transitionnel commence pour un nombre de Reynolds de 7 et le régime devient pleinement turbulent à partir de 260. Le régime est turbulent dans les conditions de cette étude. Pour les conditions expérimentales étudiées, le modèle k- $\epsilon$  donne des résultats proches des mesures. C'est ce modèle qui sera utilisé dans notre cas. Les expérimentations décrites dans les Tableau 6 et Tableau 7 ont toutes été reproduites par calcul.

#### 2.4.4 Résultats obtenus et validation de l'étude numérique

Un des intérêts de la simulation numérique des écoulements est qu'elle va fournir beaucoup plus d'informations que par l'expérimentation. Elle permet d'accéder aux vitesses locales ainsi qu'aux champs de température. La Figure 20 présente une cartographie des températures au sein de l'échangeur à plaques. La température n'évolue pas de manière homogène et les gradients de température varient tout au long des parois en fonction des conditions locales d'écoulement.

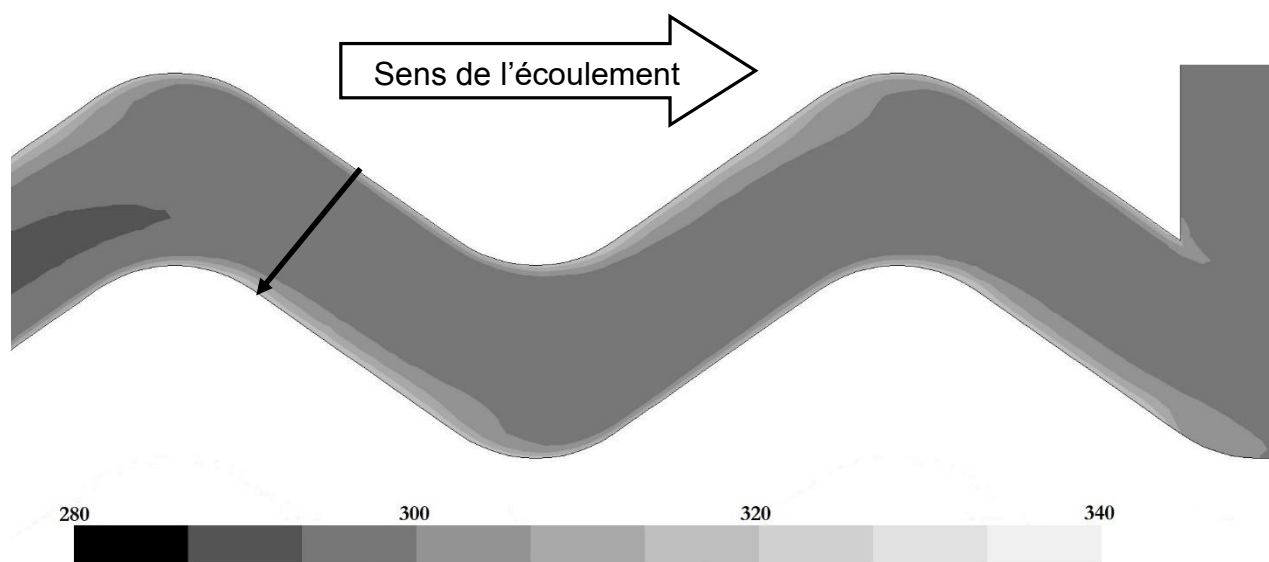
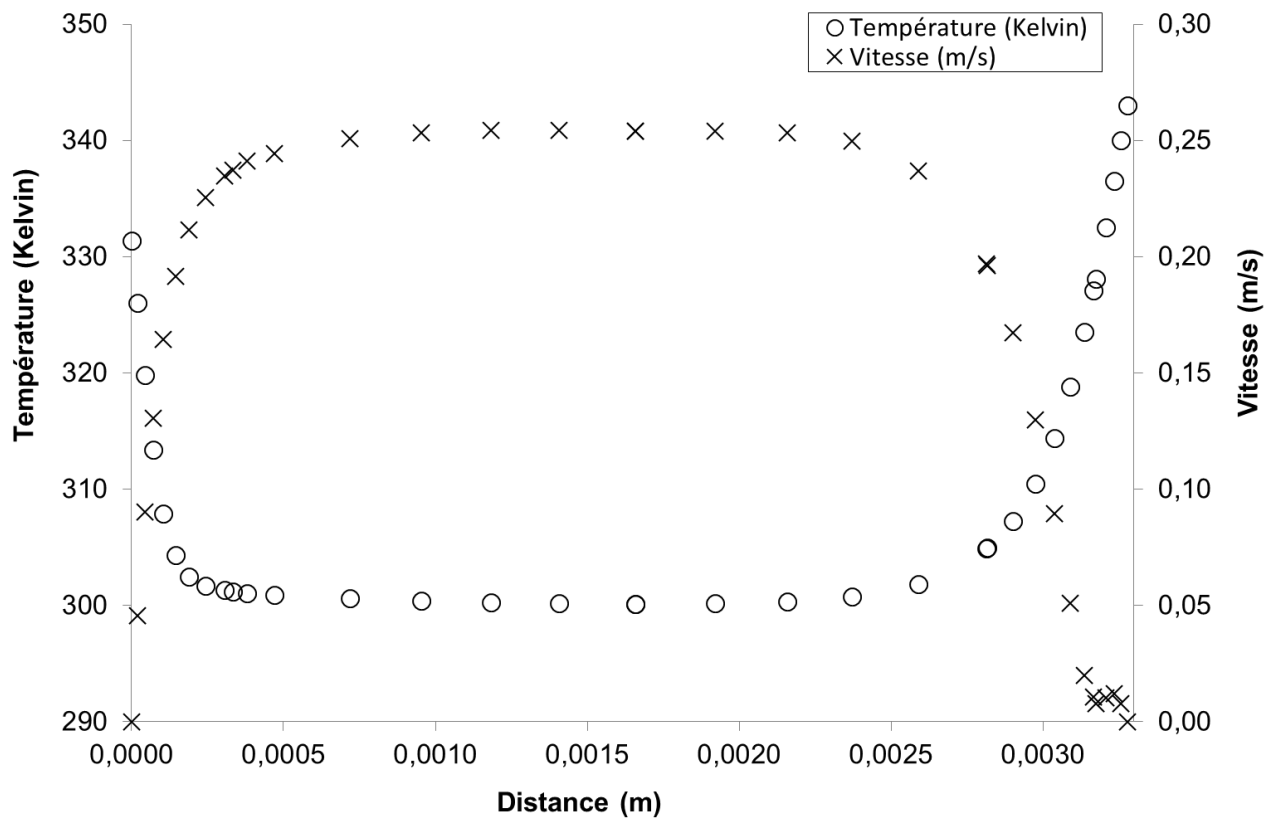


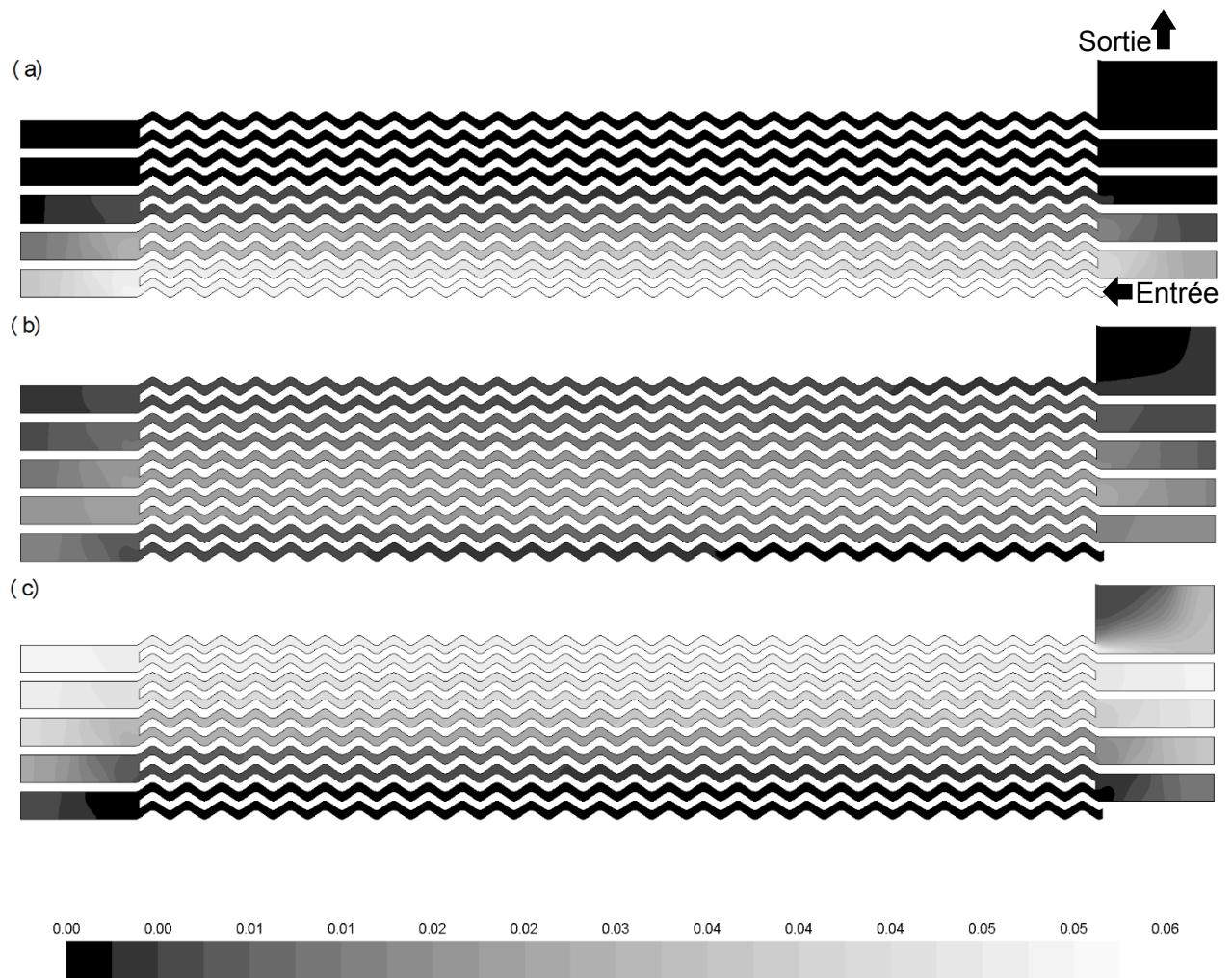
Figure 20. Champ de température (Kelvin) avant la sortie du 4<sup>ème</sup> canal.

La Figure 21 présente sur un même graphique l'évolution de la vitesse et de la température suivant une ligne perpendiculaire au sens de l'écoulement représentée par une flèche sur la Figure 20. Cette évolution n'est pas symétrique par rapport à l'axe du canal. Du côté du canal correspondant à l'extrémité de la flèche, le gradient de température diminue à proximité de la paroi. Cela correspond à une zone de recirculation identifiée par des vitesses faibles à proximité de la paroi. Le couplage entre vitesse et température ici est clairement mis en évidence.



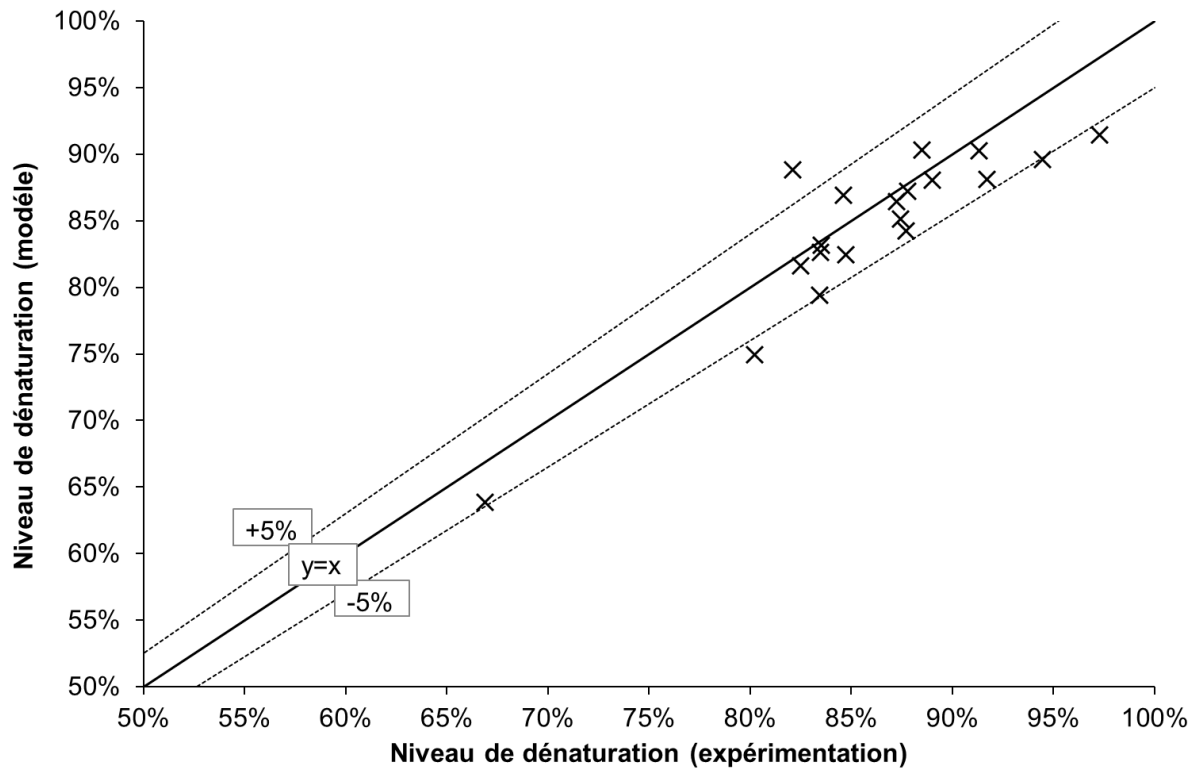
**Figure 21. Profils de vitesse et de température transversaux à proximité de la sortie du 4<sup>ème</sup> canal.**

La précision du calcul des champs de température et de vitesse est cruciale pour évaluer correctement l'évolution de la BLG. En effet les cinétiques réactionnelles dépendent du couple formé par le temps et la température. La conversion d'une espèce à l'autre est d'autant plus importante que la température est élevée et le temps passé à cette température est long. Les zones de recirculation vont donc favoriser la dénaturation et par extension la formation des dépôts en paroi. La transformation de la BLG de l'état natif à l'état déplié puis agrégé est présentée Figure 22.



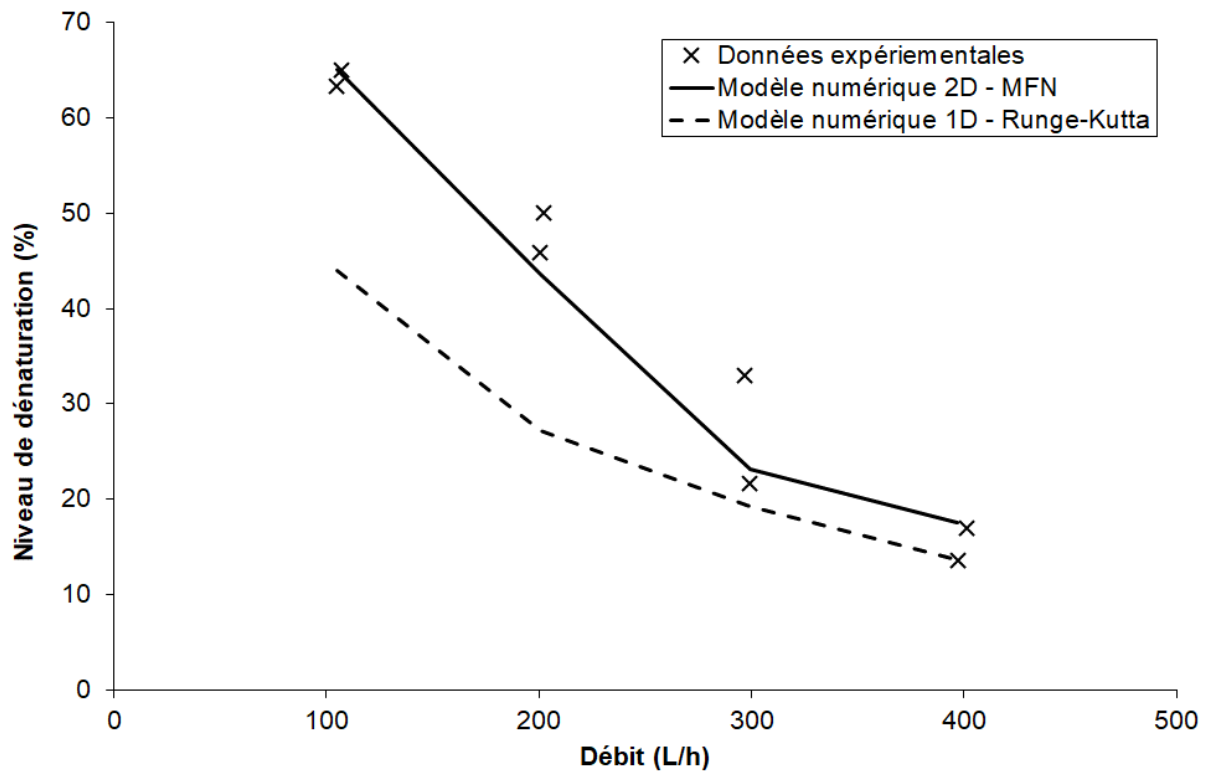
**Figure 22. Concentration (kg/L) en BLG dans l'état natif (a), déplié (b) et agrégé (c).**

On constate la disparition totale de la forme native en sortie d'échangeur au profit des formes dépliées et agrégées. Pour valider ces champs de concentration, une comparaison a été réalisée avec les mesures obtenues expérimentalement. La Figure 23 permet de comparer le niveau de dénaturation obtenu expérimentalement avec celui obtenu par simulation numérique. L'écart entre le modèle et les mesures expérimentales est compris dans un intervalle inférieur à  $\pm 5\%$ .



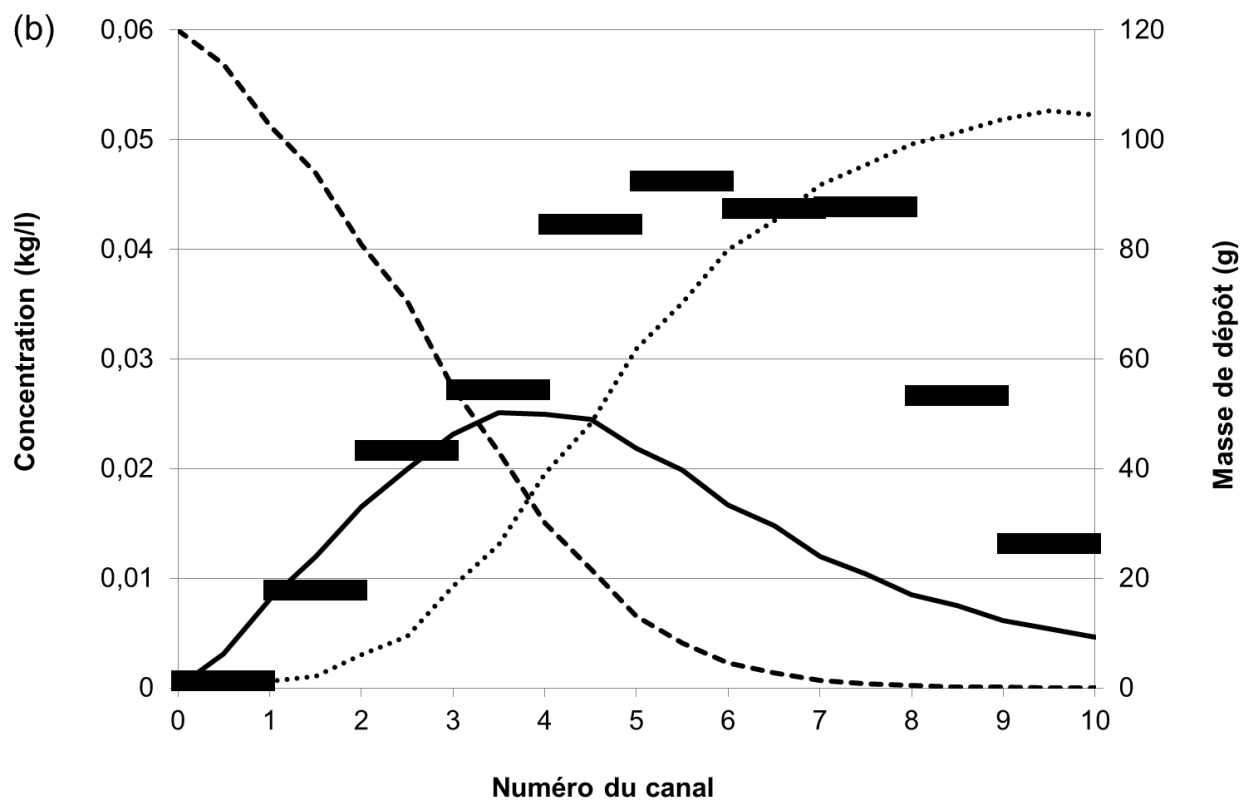
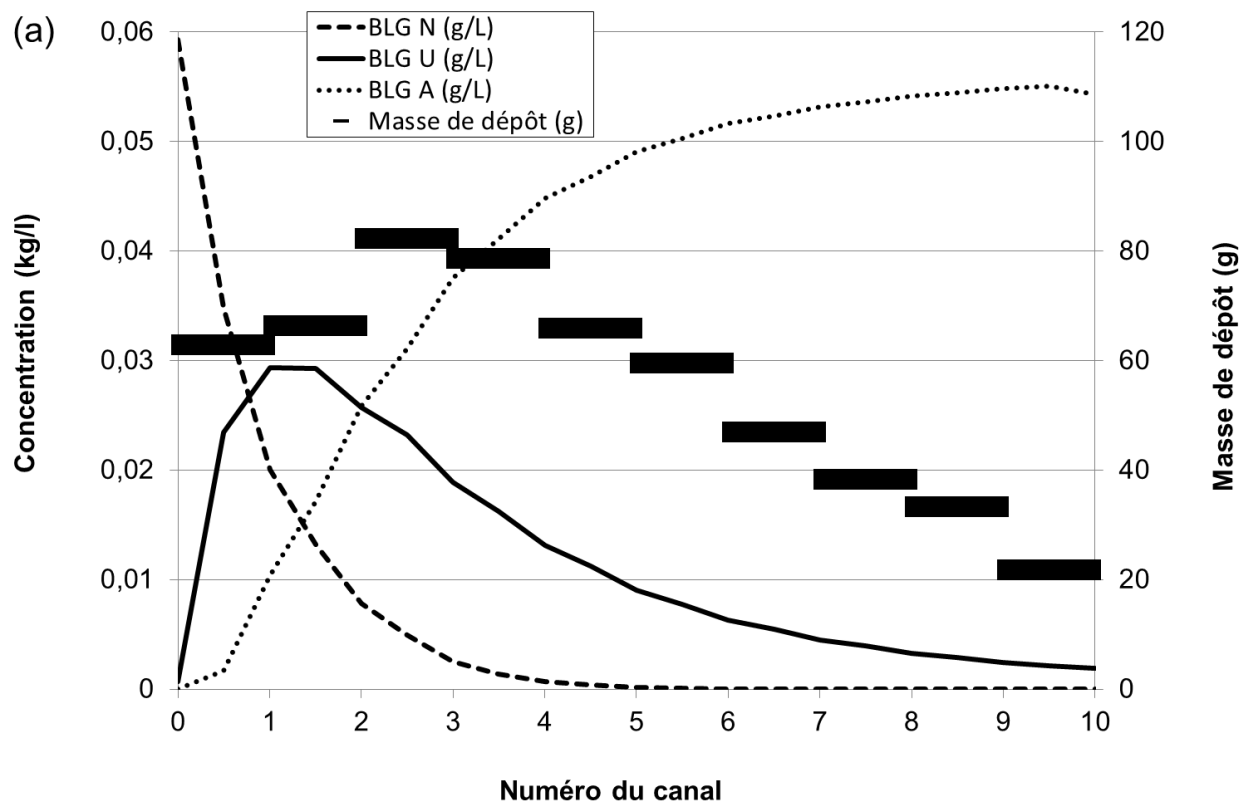
**Figure 23. Comparaison du niveau de dénaturation de la BLG du produit A obtenu par simulation numérique et expérimentalement.**

La comparaison entre le modèle et les données expérimentales pour le produit B (Figure 24) permet aussi de valider la simulation numérique de la dénaturation de la BLG. Dans cette comparaison, les résultats d'une simulation numérique monodimensionnelle sont aussi présentés en fonction des différents débits de circulation du produit. Le modèle 1D sous-estime le niveau de dénaturation. Cela montre qu'il est nécessaire de prendre en compte les variations locales de vitesse et de température pour pouvoir déterminer précisément les transformations de la BLG au sein d'un échangeur de chaleur.



**Figure 24. Comparaison du niveau de dénaturation de la BLG du produit B obtenu par simulation numérique en 2 dimensions, par calcul simplifié en 1 dimension et expérimentalement.**

Lorsque le débit de produit augmente, le niveau de dénaturation diminue pour des différences de températures entre l'entrée et la sortie de l'ECP identiques. Cela s'explique simplement par le fait que le temps de séjour devient plus court lorsque le débit augmente et le taux de conversion de la BLG vers des formes U ou A diminue. Si on compare l'évolution de la concentration des différentes formes de BLG entre l'entrée et la sortie de l'ECP avec les masses de dépôt sec observées (Figure 25), on constate que les canaux où la masse de dépôt est la plus élevée correspondent à un pic de concentration en BLG dépliée.



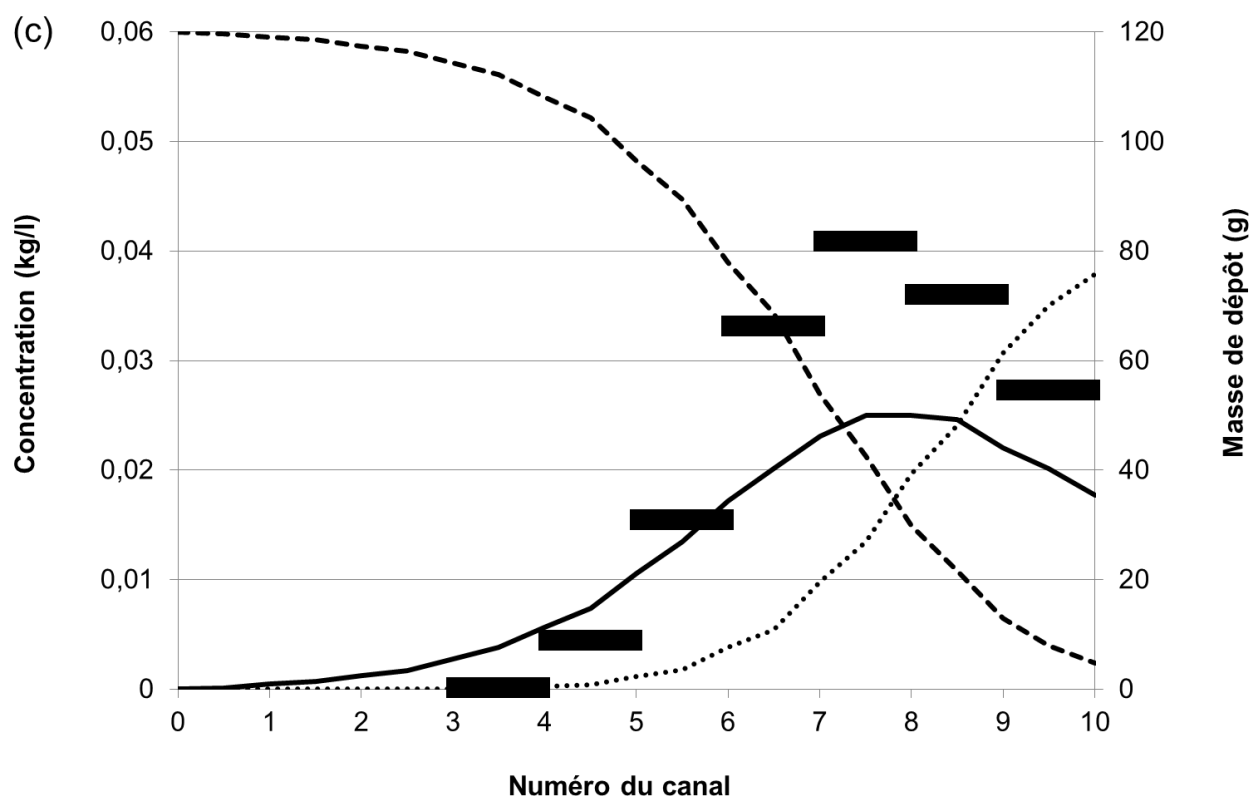
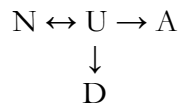


Figure 25. Evolution des différentes espèces natives (N), dépliés (U) et agrégés (A) de la BLG obtenue par simulation numérique et de la masse de dépôt sec mesurée dans chacun des canaux de l'ECP. Les figures (a), (b) et (c) correspondent respectivement aux expérimentations #2, #1 et #3.

On peut donc supposer que c'est la BLG dépliée, très réactive par exposition de groupement thiol, qui est le précurseur de la formation de dépôt à la paroi. Ceci se vérifie pour les expérimentations #1, #2 et #3 aux profils thermiques très différents.

#### 2.4.5 Conclusion de l'étude numérique

Les outils de simulation numérique sont capables de déterminer localement la vitesse et la température d'un fluide ce qui rend possible la résolution de la cinétique chimique associée à la transformation de la BLG. Cela a été démontré pour des produits aux compositions différentes ayant subi différents traitements thermiques. Cette simulation permet aussi de confirmer que la BLG dépliée est à l'origine de la formation des dépôts. Un modèle réactionnel plus complet pourrait être construit sur le même principe en ajoutant une étape de transformation du type :



Où D correspond à la BLG qui forme le dépôt. La difficulté est de correctement identifier les paramètres cinétiques de cette nouvelle étape dans le schéma réactionnel présenté. Ce travail est une première brique pour la construction d'un modèle prenant en compte la masse de dépôt formée au cours du temps. Ces résultats ont été publiés dans *Journal of Food Engineering* (Bouvier et al., 2014).

La méthodologie proposée ici permettrait de valider un modèle de déposition à l'aide des masses de dépôt mesurées en fin d'expérience mais ne peut pas valider l'évolution de cette masse de dépôt au cours du temps sauf à réaliser autant d'expérience pour reconstituer cette évolution. Cela conduirait à un nombre d'expérimentation matériellement impossible à réaliser. Une solution serait de pouvoir suivre la formation du dépôt au cours du temps à l'aide d'une sonde d'encrassement. La validation du modèle d'encrassement serait facilitée et l'information obtenue plus pertinente pour mieux comprendre les mécanismes de formation des dépôts. Le chapitre 3 présentera le développement d'un tel dispositif.

Les résultats numériques montrent aussi que l'organisation de l'écoulement joue un rôle important dans la dénaturation de la BLG principal constituant du dépôt. Le chapitre 4 montrera l'effet d'une modification de la structure d'un écoulement à l'intérieur d'un tube sur la formation d'un dépôt d'origine protéique.

## **2.5 MODELE GENERIQUE DE PREDICTION DE LA MASSE DE DEPOT DANS UN ECHANGEUR DE CHALEUR A PLAQUES**

### **2.5.1 Introduction**

Plusieurs facteurs interviennent dans le mécanisme de formation des dépôts et leurs effets ont été mis en évidence. A partir des nombreuses expérimentations réalisées au laboratoire, nous avons à notre disposition une base de données d'essais réalisés avec des produits différents pour plusieurs configurations d'échangeur et plusieurs conditions expérimentales. D'où l'idée d'élaborer un modèle de prédiction de la masse totale de dépôt protéique dans un échangeur de chaleur à plaques par une méthode d'analyse dimensionnelle basée sur les essais d'encrassement réalisés avec plusieurs solutions de lactosérum différentes. La démarche est la même que celle présentée au paragraphe 2.2 mais au lieu de chercher à montrer l'effet d'un ou plusieurs paramètres choisis au début, le modèle générique prendra en compte l'ensemble des paramètres disponibles intervenant dans le mécanisme de dépôt.

Les modèles basés sur la simulation numérique des écoulements et des mécanismes de formation des dépôts, comme celui proposé par Georgiadis et Macchietto (2000), sont complexes à mettre en œuvre parce qu'ils nécessitent la résolution d'un jeu d'équations différentielles et l'accès à des ressources permettant le calcul intensif. L'inconvénient majeur de ce type de modèles est qu'ils ne permettent de résoudre qu'une seule condition expérimentale à la fois. Jun et Puri (2005) ont mis en œuvre un logiciel de mécanique des fluides numérique (Fluent, ANSYS ©) pour simuler la formation d'un encrassement laitier dans un échangeur à plaques. Outre les besoins en puissance de calcul, il faut acquérir une licence et avoir de multiples compétences pour mettre en œuvre ce type de solution.

Le modèle proposé ici a vocation de mieux comprendre les cinétiques de formation de l'encrassement ainsi que de prédire et contrôler les masses de dépôt. Nous avons choisi une méthode d'analyse dimensionnelle pour prédire la masse de dépôt pour différentes poudres de lactosérum, débits de circulation, temps de traitement, concentrations en calcium et températures de traitement. Cette approche permet d'obtenir un modèle facile à implémenter et permettant de mieux comprendre l'effet des paramètres d'intérêt sur le paramètre cible.

### **2.5.2 Matériels et méthodes**

Les 38 solutions de protéine testées notées FS1 à FS38 ont été obtenues par réhydratation dans de l'eau osmosée en cuve agitée de 3 poudres de lactosérum différentes. La composition du

lactosérum en poudre est présentée dans le Tableau 9. La quantité de calcium de chaque solution a été ajustée soit par ajout de chlorure de calcium (96 %, Acros Organics, Thermo Fisher Scientific, Waltham, MA, USA), soit par ajout d'eau brute connaissant sa teneur en calcium. Les teneurs en calcium sont mesurés à l'aide d'un spectrophotomètre d'absorption atomique (Spectro AA 55B, Varian, Palo Alto, CA, USA).

**Tableau 9. Composition du lactosérum en poudre (P1 : PROMILK 852 FB1, IDI SAS-France; P2 : PROTARMOR 750, Armor Proteines-France; P3 : PROLACTA 95, Lactalis-France).**

| Poudre                            | P1   | P2   | P3     |
|-----------------------------------|------|------|--------|
| Protéine totale (% matière sèche) | 86,0 | 80,8 | ≥ 95,0 |
| Protéine totale (%)               | 80,1 | 76,0 | ≥ 90,0 |
| BLG (% protéine)                  | 66,0 | 63,0 | 60,6   |
| α-la (% protéine)                 | 13,3 | 11,0 | 0,0    |
| Matière grasse (%)                | 1    | 3,7  | ≤ 0,4  |
| Lactose (%)                       | 11   | 10   | ≤ 3,0  |
| Minéraux (%)                      | 2,9  | 4    | ≤ 3,0  |
| Humidité (%)                      | 5    | 5,5  | ≤ 6,0  |

Les 38 essais d'encrassement ont été réalisés sur le même type d'installation constituée d'une cuve d'agitation, d'une zone de préchauffage et d'une zone de chauffe constituée d'un échangeur de chaleur à plaques type V7 (Alfa Laval, France) utilisant de l'eau surchauffée comme fluide secondaire. La description détaillée des essais est regroupée dans les Tableau 10 et Tableau 11.

**Tableau 10. Masse de dépôt obtenue, composition en calcium et protéine des solutions encrassantes et conditions opératoires des essais expérimentaux.**

| Number of fouling solutions | Powder used | Fouling solution concentration | Calcium concentration in the fouling | Calcium/ $\beta$ -lg molar ratio | Fouling solution flow rate | processing time | Total fouling mass |
|-----------------------------|-------------|--------------------------------|--------------------------------------|----------------------------------|----------------------------|-----------------|--------------------|
|                             |             | (g powder/L)                   | (mg/Kg)                              |                                  | L/h                        | min             | kg                 |
| FR1                         | P1          | 10                             | 100.0                                | 8.67                             | 300.0                      | 120             | 0.1047             |
| FR2                         |             | 10                             | 100.0                                | 8.67                             | 300.0                      | 120             | 0.1530             |
| FR3                         |             | 10                             | 100.0                                | 8.67                             | 300.0                      | 120             | 0.1130             |
| FR4                         |             | 10                             | 100.0                                | 8.67                             | 300.0                      | 120             | 0.1733             |
| FR5                         |             | 10                             | 100.0                                | 8.67                             | 300.0                      | 120             | 0.3773             |
| FR6                         |             | 10                             | 120.0                                | 10.40                            | 300.0                      | 120             | 0.1541             |
| FR7                         |             | 10                             | 120.0                                | 10.40                            | 300.0                      | 120             | 0.1614             |
| FR8                         |             | 10                             | 120.0                                | 10.40                            | 300.0                      | 120             | 0.1550             |
| FR9                         |             | 2.5                            | 100.0                                | 34.66                            | 300.0                      | 120             | 0.1352             |
| FR10                        |             | 5                              | 100.0                                | 17.33                            | 300.0                      | 120             | 0.1556             |
| FR11                        |             | 20                             | 100.0                                | 4.33                             | 300.0                      | 120             | 0.0484             |
| FR12                        |             | 25                             | 100.0                                | 3.47                             | 300.0                      | 120             | 0.0290             |
| FR13                        | P2          | 10                             | 72.9                                 | 6.97                             | 202.0                      | 330             | 0.2142             |
| FR14                        |             | 10                             | 79.8                                 | 7.64                             | 202.3                      | 330             | 0.3600             |
| FR15                        |             | 10                             | 82.2                                 | 7.86                             | 203.5                      | 330             | 0.5090             |
| FR16                        |             | 10                             | 85.6                                 | 8.19                             | 206.4                      | 330             | 0.5942             |
| FR17                        |             | 10                             | 70.0                                 | 6.70                             | 337.2                      | 330             | 0.3673             |
| FR18                        |             | 10                             | 76.3                                 | 7.30                             | 324.2                      | 330             | 0.6861             |
| FR19                        |             | 10                             | 78.0                                 | 7.46                             | 322.4                      | 330             | 0.6976             |
| FR20                        |             | 10                             | 86.5                                 | 8.28                             | 324.9                      | 330             | 0.9218             |
| FR21                        |             | 10                             | 74.6                                 | 7.14                             | 499.4                      | 330             | 0.3242             |
| FR22                        |             | 10                             | 77.4                                 | 7.41                             | 493.8                      | 330             | 0.3682             |
| FR23                        |             | 10                             | 77.8                                 | 7.44                             | 492.8                      | 330             | 0.4261             |
| FR24                        |             | 10                             | 87.4                                 | 8.36                             | 495.6                      | 330             | 0.7141             |
| FR25                        | P3          | 10                             | 33.0                                 | 2.77                             | 300.0                      | 120             | 0                  |
| FR26                        |             | 10                             | 95.0                                 | 7.99                             | 300.0                      | 120             | 0.0964             |
| FR27                        |             | 5                              | 77.0                                 | 12.94                            | 300.0                      | 120             | 0.1143             |
| FR28                        |             | 5                              | 98.0                                 | 16.48                            | 300.0                      | 120             | 0.2759             |
| FR29                        |             | 5                              | 104.9                                | 17.64                            | 300.0                      | 120             | 0.2305             |
| FR30                        |             | 5                              | 94.4                                 | 15.87                            | 300.0                      | 120             | 0.2118             |
| FR31                        |             | 5                              | 99.7                                 | 16.76                            | 300.0                      | 120             | 0.2214             |
| FR32                        |             | 10                             | 98.0                                 | 8.49                             | 300.0                      | 120             | 0.0951             |
| FR33                        |             | 10                             | 96.0                                 | 8.32                             | 300.0                      | 90              | 0.1013             |
| FR34                        |             | 10                             | 96.0                                 | 8.32                             | 300.0                      | 90              | 0.1046             |
| FR35                        |             | 10                             | 97.0                                 | 8.41                             | 300.0                      | 90              | 0.0572             |
| FR36                        |             | 10                             | 97.0                                 | 8.41                             | 300.0                      | 90              | 0.0735             |
| FR37                        |             | 10                             | 101.6                                | 8.80                             | 300.0                      | 90              | 0.0825             |
| FR38                        |             | 10                             | 101.6                                | 8.80                             | 300.0                      | 90              | 0.0738             |

**Tableau 11. Nombre de passe et profils de température des essais expérimentaux.**

| Number of fouling solutions | Number of passes | Fouling solution temperature at different positions of the heat exchanger (°C)* |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |
|-----------------------------|------------------|---------------------------------------------------------------------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
|                             |                  | T0                                                                              | T1   | T2   | T3   | T4   | T5   | T6   | T7   | T8   | T9   | T10  |
| FR1                         | 5                | 65                                                                              | 67   | 71   | 76   | 81   | 84   | -    | -    | -    | -    | -    |
| FR2                         | 5                | 65                                                                              | 68   | 74   | 79   | 82   | 84   | -    | -    | -    | -    | -    |
| FR3                         | 5                | 65                                                                              | 66   | 68   | 72   | 77   | 83   | -    | -    | -    | -    | -    |
| FR4                         | 10               | 65                                                                              | 66   | 69   | 71   | 73   | 75   | 77   | 79   | 81   | 83   | 85   |
| FR5                         | 10               | 65                                                                              | 68   | 73   | 77   | 79   | 81   | 82   | 83   | 84   | 85   | 85   |
| FR6                         | 5                | 65                                                                              | 67   | 71   | 76   | 81   | 84   | -    | -    | -    | -    | -    |
| FR7                         | 5                | 65                                                                              | 68   | 74   | 79   | 82   | 84   | -    | -    | -    | -    | -    |
| FR8                         | 5                | 65                                                                              | 66   | 68   | 72   | 77   | 83   | -    | -    | -    | -    | -    |
| FR9                         | 5                | 65                                                                              | 67   | 71   | 76   | 81   | 84   | -    | -    | -    | -    | -    |
| FR10                        | 5                | 65                                                                              | 67   | 71   | 76   | 81   | 84   | -    | -    | -    | -    | -    |
| FR11                        | 5                | 65                                                                              | 67   | 71   | 76   | 81   | 84   | -    | -    | -    | -    | -    |
| FR12                        | 5                | 65                                                                              | 67   | 71   | 76   | 81   | 84   | -    | -    | -    | -    | -    |
| FR13                        | 6                | 62.3                                                                            | 67.7 | 74.1 | 79.3 | 85.6 | 91.2 | 96.8 | -    | -    | -    | -    |
| FR14                        | 6                | 60.0                                                                            | 65.3 | 72.4 | 77.7 | 83.9 | 89.7 | 96.5 | -    | -    | -    | -    |
| FR15                        | 6                | 61.5                                                                            | 67.0 | 73.2 | 78.8 | 85.3 | 90.7 | 97.1 | -    | -    | -    | -    |
| FR16                        | 6                | 60.4                                                                            | 66.2 | 72.9 | 78.0 | 84.6 | 90.3 | 95.8 | -    | -    | -    | -    |
| FR17                        | 6                | 63.8                                                                            | 68.1 | 74.4 | 79.4 | 84.5 | 90.1 | 95.4 | -    | -    | -    | -    |
| FR18                        | 6                | 61.3                                                                            | 65.0 | 72.3 | 78.2 | 83.3 | 89.4 | 95.7 | -    | -    | -    | -    |
| FR19                        | 6                | 62.6                                                                            | 65.7 | 72.6 | 78.4 | 83.5 | 89.5 | 95.0 | -    | -    | -    | -    |
| FR20                        | 6                | 62.7                                                                            | 66.2 | 72.2 | 77.6 | 83.1 | 88.6 | 94.6 | -    | -    | -    | -    |
| FR21                        | 6                | 60.8                                                                            | 66.0 | 72.6 | 77.7 | 83.9 | 89.5 | 95.4 | -    | -    | -    | -    |
| FR22                        | 6                | 61.3                                                                            | 66.5 | 73.2 | 78.3 | 84.6 | 90.2 | 96.2 | -    | -    | -    | -    |
| FR23                        | 6                | 63.2                                                                            | 68.4 | 74.1 | 79.0 | 84.0 | 89.9 | 95.4 | -    | -    | -    | -    |
| FR24                        | 6                | 61.1                                                                            | 66.5 | 72.9 | 78.1 | 84.4 | 89.9 | 95.9 | -    | -    | -    | -    |
| FR25                        | 10               | 60.0                                                                            | 63.2 | 65.7 | 68.3 | 70.9 | 73.4 | 76.0 | 78.7 | 81.3 | 84.1 | 85.2 |
| FR26                        | 10               | 60.0                                                                            | 63.2 | 65.7 | 68.3 | 70.9 | 73.4 | 76.0 | 78.7 | 81.3 | 84.1 | 85.2 |
| FR27                        | 10               | 60.0                                                                            | 63.2 | 65.7 | 68.3 | 70.9 | 73.4 | 76.0 | 78.7 | 81.3 | 84.1 | 85.2 |
| FR28                        | 10               | 60.0                                                                            | 63.2 | 65.7 | 68.3 | 70.9 | 73.4 | 76.0 | 78.7 | 81.3 | 84.1 | 85.2 |
| FR29                        | 10               | 60.0                                                                            | 63.2 | 65.7 | 68.3 | 70.9 | 73.4 | 76.0 | 78.7 | 81.3 | 84.1 | 85.2 |
| FR30                        | 10               | 60.0                                                                            | 63.2 | 65.7 | 68.3 | 70.9 | 73.4 | 76.0 | 78.7 | 81.3 | 84.1 | 85.2 |
| FR31                        | 10               | 60.0                                                                            | 63.2 | 65.7 | 68.3 | 70.9 | 73.4 | 76.0 | 78.7 | 81.3 | 84.1 | 85.2 |
| FR32                        | 5                | 65.0                                                                            | 68.5 | 73.2 | 77.9 | 83.0 | 85.0 | -    | -    | -    | -    | -    |
| FR33                        | 5                | 65.0                                                                            | 68.5 | 73.2 | 77.9 | 83.0 | 85.0 | -    | -    | -    | -    | -    |
| FR34                        | 5                | 65.0                                                                            | 68.5 | 73.2 | 77.9 | 83.0 | 85.0 | -    | -    | -    | -    | -    |
| FR35                        | 5                | 65.0                                                                            | 68.5 | 73.2 | 77.9 | 83.0 | 85.0 | -    | -    | -    | -    | -    |
| FR36                        | 5                | 65.0                                                                            | 68.5 | 73.2 | 77.9 | 83.0 | 85.0 | -    | -    | -    | -    | -    |
| FR37                        | 5                | 65.0                                                                            | 68.5 | 73.2 | 77.9 | 83.0 | 85.0 | -    | -    | -    | -    | -    |
| FR38                        | 5                | 65.0                                                                            | 68.5 | 73.2 | 77.9 | 83.0 | 85.0 | -    | -    | -    | -    | -    |

\* T<sub>0</sub> : Température d'entrée produit, T<sub>n</sub> : Température du produit dans la passe numéro n.

Le préchauffage est réalisé par un échangeur de chaleur à passage de courant ou un échangeur de chaleur à plaques. La température de sortie du produit est maintenue constante en agissant sur la température du fluide secondaire. La masse de dépôt totale obtenue à la fin de l'essai dans la zone de chauffage de l'installation est présentée dans la dernière colonne du Tableau 10.

. Le temps indiqué dans le tableau correspond à la durée de l'essai d'encrassement. La masse de dépôt est mesurée après séchage des plaques durant une nuit dans une étuve ventilée à une température de 50 °C. Les profils de température dans l'échangeur sont obtenus par calcul avec le logiciel SPHERE v4 (INRA, Danone ©). Les températures d'entrée et de sortie du produit sont mesurées par des sondes de platines étalonnées avec une précision de  $\pm 0,1$  °C.

### 2.5.3 Résultats

La variable cible pour le modèle à établir est la masse de dépôt totale après essai ( $M_f$ ). Les variables d'intérêt qui interviennent dans le phénomène encrassant peuvent être classées en 3 catégories et sont décrits dans le Tableau 12 :

- Les paramètres produits qui décrivent la composition chimique du produit et les propriétés physiques de la solution encrassante. La BLG intervient de manière prépondérante dans la formation des dépôts de type A. La proportion de BLG dans la poudre utilisée (%BLG) et la concentration initiale de BLG dans la solution ([BLG]) sont choisies comme paramètres clés. De la même manière la concentration en calcium ([Ca]) apparait. La concentration des solutions encrassantes est faible, en conséquence les valeurs de la masse volumique et la viscosité sont considérées être identiques à celles de l'eau. Les températures seuils pour le dépliement ( $\theta_{unf}$ ) et l'agrégation ( $\theta_{agg}$ ) sont des paramètres clés qui décrivent le comportement de la BLG en solution et sont aptitudes à former des dépôts. Pour plus de simplicité d'utilisation du modèle, ces températures ont respectivement été fixées à 60 et 80 °C.
- Les paramètres procédés correspondent aux temps de traitement du produit (durée de l'expérimentation), conditions hydrodynamiques et thermiques. Les paramètres qui interviennent sont la vitesse moyenne du fluide ( $v$ ), la quantité totale de protéine ( $M_{pr}$ ) qui subit le traitement thermique en passant dans l'ECP et les profils de température subis par la solution encrassante. La description du profil de température est réalisée en utilisant un minimum de paramètres. Un point intermédiaire du profil est décrit par ces deux coordonnées :  $n/j$  et  $\theta_{n1>80}$ .  $n/j$  décrit la proportion des canaux de l'échangeur où la température dépasse 80 °C.  $j$  correspond au nombre total de passes ( $5 \leq j \leq 10$ ) et  $n$  au

nombre de canaux pour lesquels la température dépasse 80 °C.  $\theta_{n1>80}$  est la température atteinte dans le premier canal dépassant 80 °C. Ces paramètres autour de la température d'agrégation ont été choisis car cette température correspond à un point de transition entre deux régimes d'encrassement. La masse de dépôt est croissante dans les premiers canaux puis atteint un plateau.

- Les paramètres géométriques qui décrivent le domaine d'écoulement qui sont l'espace entre deux plaques d'échangeur formant un canal ( $e$ ) et la surface totale d'échange ( $S_{\text{exch}}=2.j.S$ ) où  $S$  est la surface utile d'une plaque.

**Tableau 12. Liste des paramètres d'intérêt dans le traitement thermique d'une solution de lactosérum dans un échangeur de chaleur à plaques.**

| Catégorie de paramètre                           | Symbole               | Nom                                                                                                                         | Unité                              |
|--------------------------------------------------|-----------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------|
| Paramètre cible                                  | $M_f$                 | Masse totale de dépôt                                                                                                       | Kg                                 |
| Paramètres produit                               | %BLG                  | Pourcentage massique de BLG dans la quantité totale de protéines                                                            | -                                  |
|                                                  | $\theta_{\text{unf}}$ | Température de dépliement de la BLG                                                                                         | °C                                 |
|                                                  | $\theta_{\text{agg}}$ | Température au-dessus de laquelle la réaction de dénaturation de la BLG est limitée par l'agrégation                        | °C                                 |
|                                                  | $\rho$                | Masse volumique de la solution encrassante                                                                                  | kg m <sup>-3</sup>                 |
|                                                  | $\mu$                 | Viscosité dynamique de la solution encrassante                                                                              | kg m <sup>-1</sup> s <sup>-1</sup> |
| Paramètres                                       | $M_{\text{pr}}$       | Masse totale de protéine traitée thermiquement dans l'ECP                                                                   | Kg                                 |
| procédé                                          | [Ca]                  | Concentration en calcium dans la solution encrassante                                                                       | mol m <sup>-3</sup>                |
|                                                  | [BLG]                 | Concentration initiale en BLG dans la solution encrassante                                                                  | mol m <sup>-3</sup>                |
|                                                  | $v$                   | Vitesse d'écoulement de la solution encrassante                                                                             | m s <sup>-1</sup>                  |
|                                                  | $\theta_{\text{ip}}$  | Température d'entrée de la solution encrassante                                                                             | °C                                 |
|                                                  | $\theta_{\text{op}}$  | Température de sortie de la solution encrassante                                                                            | °C                                 |
|                                                  | $n/j$                 | Rapport indiquant la position du canal $n$ à partir duquel la température dépasse 80 °C. $j$ est le nombre total de passes. | -                                  |
|                                                  | $\theta_{n1>80}$      | Température dans la première passe où la température dépasse 80°C                                                           | °C                                 |
| Paramètres décrivant la géométrie de l'échangeur | $e$                   | Espace moyen entre deux plaques de l'ECP                                                                                    | M                                  |
|                                                  | $S_{\text{exch}}$     | Surface totale d'échange de chaleur                                                                                         | m <sup>2</sup>                     |
|                                                  | $S_0$                 | Surface utile d'une plaque d'échangeur                                                                                      | m <sup>2</sup>                     |

La deuxième étape consiste à regrouper l'ensemble des paramètres en un jeu de nombres sans dimensions indépendant des unités fondamentales. Cela permet de réduire le nombre de

paramètres à prendre en considération dans une relation de procédé. On obtient ainsi un jeu de 12 nombres sans dimensions :

$$\pi_1 = \frac{M_f}{\rho e^3} = f(\pi_2 = \%BLG; \pi_3 = Re; \pi_4 = \frac{M_{pr}}{\rho e^3}; \pi_5 = \frac{[Ca]}{[BLG]}; \pi_6 = \frac{\theta_{ip}}{\theta_{unf}}; \pi_7 = \frac{\theta_{op}}{\theta_{agg}}; \pi_8 = \frac{n}{j}; \pi_9 = \frac{\theta_{n1>80}}{\theta_{agg}}; \pi_{10} = \frac{1}{2} \cdot \frac{\frac{S_{exch}}{e^2}}{\frac{S_0}{e^2}} = \frac{S_{exch}}{2 \cdot S_0} = j; \pi_{11} = \frac{S_0}{e^2}, \quad \pi_{12} = \frac{\theta_{unf}}{\theta_{agg}})$$

$$\text{Avec } Re = 2 \cdot \frac{\rho v e}{\mu}$$

Le diamètre hydraulique correspond à deux fois l'espace entre plaques. Les paramètres constants ne sont pas pris en compte dans la construction de la relation de procédé ( $\pi_{11}$  et  $\pi_{12}$ ). Le domaine de validité de la relation proposée est le suivant :

$$\begin{aligned} 1,89 \times 10^4 &\leq \frac{M_{pr}}{\rho e^3} \leq 3,29 \times 10^5, & 5 \leq j \leq 10, \\ 2000 &\leq Re \leq 4942, & 60,6\% \leq \%BLG \leq 66,0\% \\ 1,0000 &\leq \frac{\theta_{ip}}{\theta_{unf}} \leq 1,0833, & 0,2 \leq \frac{n}{j} \leq 0,6, \\ 1,0125 &\leq \frac{\theta_{n1>80}}{\theta_{agg}} \leq 1,0700, & 1,03750 \leq \frac{\theta_{op}}{\theta_{agg}} \leq 1,21375, \\ 2,77 &\leq \frac{[Ca]}{[BLG]} \leq 34,66, & 3/4 = \frac{\theta_{unf}}{\theta_{agg}}. \end{aligned}$$

Le modèle de procédé proposé est le suivant :

$$\frac{M_d}{\rho e^3} = j \cdot \left( \frac{M_{pr}}{\rho e^3} \right)^{1.1} \left[ k \left( \frac{\theta_{ip}}{60} \right)^{0.40} \left( \frac{n}{j} \cdot \frac{\theta_{n1>80}}{80} \right)^{0.92} \left( \frac{\theta_{op}}{80} - 1 \right)^{1.48} \left( \frac{[Ca]}{[BLG]} \right)^{1.1} + b \right]$$

Equation 38

Dans l'Equation 38, k et b sont des fonctions de Re et %BLG permettant la prise en compte de l'influence de l'hydrodynamique et de la composition en protéines laitières sur la masse de dépôt.

$$k = 0,93669 \left[ (9554 \cdot \%BLG^2 - 12844 \cdot \%BLG + 4552) \cdot \left( 0,6221 \left( \frac{Re}{3007} \right)^2 - 2,5074 \left( \frac{Re}{3007} \right) + 3,0121 \right) \right] + 0,81568$$

Equation 39

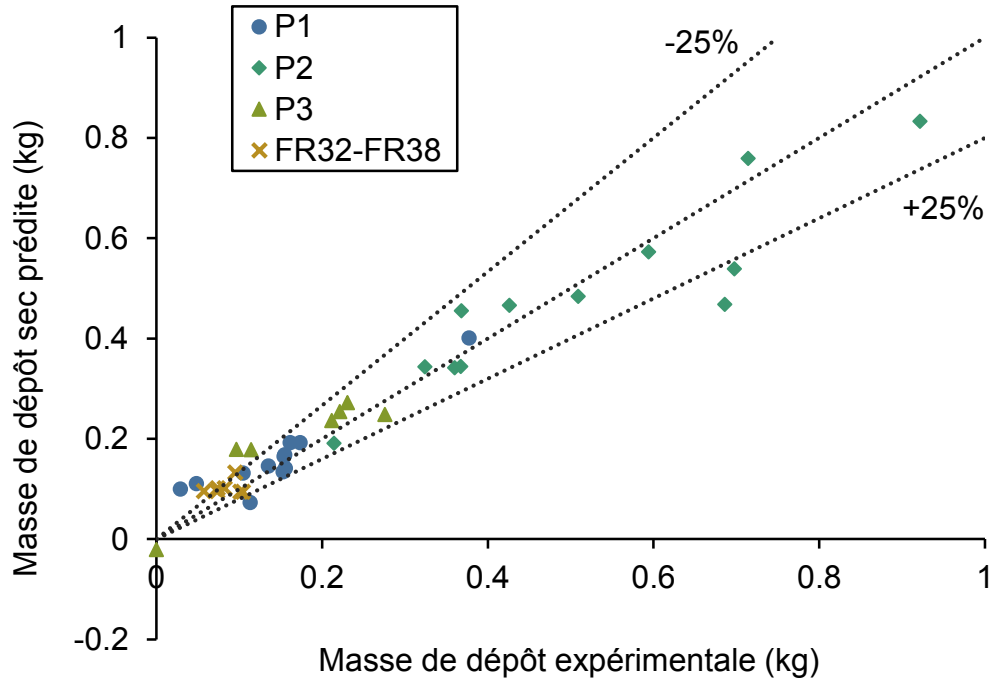
$$b = -0,01513 [(84259 \cdot \%BLG^2 - 106567 \cdot \%BLG + 33628) \cdot (-8,3904 \times 10^{-6} Re^2 + 0,085537 Re - 257,16)] + 0,98587$$

Equation 40

Les coefficients de ces deux relations quadratiques ont été déterminés de manière itérative en minimisant la somme des erreurs entre les valeurs prédites et les masses de dépôt mesurées expérimentalement. On peut faire apparaître une corrélation linéaire entre le paramètre cible

$\frac{M_d/\rho e^3}{j \cdot (M_{pr}/\rho e^3)^{1,1}}$  et les paramètres suivants :  $\left(\frac{\theta_{ip}}{\theta_{unf}}\right)^{0,40}$  ;  $\left(\frac{n}{j} \cdot \frac{\theta_{n1>80}}{\theta_{agg}}\right)^{0,2}$  ;  $\left(\frac{\theta_{op}}{\theta_{agg}} - 1\right)^{1,8}$  ;  $\left(\frac{[Ca]}{[BLG]}\right)^{1,1}$  . Dans cette relation linéaire la pente et l'ordonnée à l'origine dépendent du nombre de Reynolds et de la quantité de BLG.

La Figure 26 montre que la relation proposée prédit correctement la masse de dépôt avec une erreur de  $\pm 25\%$ . Ce résultat est satisfaisant compte tenu des incertitudes liées aux expérimentations à l'échelle pilote.



**Figure 26. Masses de dépôt prédites et expérimentales pour les poudres P1 à P3 et les essais FR32 à FR38.**

Les essais complémentaires notés FR32 à FR38 permettent de vérifier la validité de la relation proposée pour de faibles masses de dépôt. Malgré la forte dispersion des valeurs, la prédiction du modèle est correcte.

Le modèle proposé montre que :

- La masse totale de dépôt est proportionnelle à la masse totale de protéine traitée thermiquement dans l'échangeur et du nombre de passes qui correspond à la surface totale de transfert de chaleur.
- Le rapport  $\frac{M_d/\rho e^3}{j \cdot (M_{pr}/\rho e^3)^{1,1}}$  est proportionnel au rapport  $\frac{[Ca]}{[Blg]}$  dans les limites de validité précédemment décrites. Ce qui est conforme avec les conclusions de Sherwin et Foegeding

(1997) établissant une relation entre le phénomène d'agrégation et le rapport entre les concentrations en  $\text{CaCl}_2$  et en protéine plutôt qu'avec les concentrations prises séparément. Cela a aussi été confirmé plus récemment dans Khaldi et al. (2018) qui ont montré que le rapport molaire calcium sur protéine agit sur la cinétique de dénaturation de la BLG et la formation des dépôts.

- La température de sortie et le profil de température ont un effet bien plus important que la température d'entrée sur la formation du dépôt.

#### **2.5.4 Conclusion**

Un modèle générique de prédiction de masse de dépôt formée dans un ECP est proposé. Ce modèle a été généré à partir d'essais d'encrassement réalisés dans plusieurs conditions expérimentales utilisant des solutions encrassantes de compositions différentes. La masse de dépôt obtenue par le modèle prédit correctement la masse de dépôt mesurée expérimentalement. La relation proposée permet de confirmer les leviers permettant de limiter la formation du dépôt.

## **2.6 CONCLUSION**

L'état des connaissances réalisé dans le premier chapitre a mis en évidence l'impact négatif de l'encrassement laitier sur les performances des échangeurs de chaleur conventionnels. On a pu constater dans un premier temps, que les enjeux socio-économiques visant à maîtriser ces phénomènes d'encrassement étaient considérables

Au niveau des mécanismes, il apparaît que la mise en œuvre d'un traitement thermique de pasteurisation favorise la dénaturation des protéines, leurs interactions avec la paroi et aboutit à des dépôts protéiques. Les cinétiques de dépôt protéique sont toutefois fortement impactées par les proportions en calcium des solutions de lactosérum.

L'analyse des études portant sur l'encrassement des échangeurs de chaleur par les produits laitiers montrent que ce phénomène est complexe à appréhender et à modéliser car il est gouverné non seulement par des facteurs liés à la composition chimique des assemblages protéiques à pasteuriser mais aussi par des réactions chimiques qui dépendent elles-mêmes des paramètres procédés (conditions opératoires de chauffage), de la géométrie et des propriétés de paroi des échangeurs.

Cet état de l'art a permis néanmoins, de mettre en évidence certaines lacunes de la littérature

i) Tout d'abord, bien que différents travaux mentionnent abondamment l'influence du calcium sur les phénomènes d'encrassement protéique, aucun modèle prédictif d'encrassement protéique n'est proposé pour prendre en considération la teneur en calcium des solutions protéiques.

ii) De même, les concentrations des espèces protéiques de la BLG en solutions (native, dépliée, agrégée) en vis-à-vis de la paroi chaude de l'équipement n'étaient pas totalement connues. Ceci nous empêchait d'établir quelles sont les liens entre la distribution de la masse de dépôt dans les canaux de l'échangeur et la concentration des espèces et d'identifier la ou les espèces protéiques de la BLG en solutions précurseurs du dépôt.

iii) Il n'y a pas d'étude de Mécanique des Fluides Numérique simulant la dénaturation chaude de la BLG dans un échangeur de chaleur. Toutes les études, jusqu'à présent, se limitent à présenter des cartographies de vitesses et de températures dans les canaux de l'échangeur mais n'intègrent pas la modélisation des mécanismes de transformation de la BLG conduisant à la formation des dépôts.

iv) Enfin, on ne disposait pas dans l'unité de corrélations empiriques prédictives de la masse de dépôt valables pour l'ensemble de nos essais d'encrassement avec des solutions de lactosérum et calcium intégrant à la fois les influences produit/procédé.

Ainsi, j'ai pris part à un certain nombre d'actions de recherche [1-7] au sein de l'équipe PIHM de l'UMET pour aider [2-7] ou conduire des actions de modélisation [1] apportant des réponses aux quatre problématiques listés ci-dessous :

i) J'ai participé et réfléchi à des voies de modélisation qui permettaient d'incorporer la teneur en calcium dans les approches de modélisation de dépôt [2]. Pour ce faire, nous avons réalisé une modélisation par analyse dimensionnelle en prenant comme variable cible la masse de dépôt au bout d'un temps donné. Puis nous avons proposé une relation de procédé de type Kern et Seaton comprenant un terme d'adhésion et de décrochement. L'ajustement des paramètres de la relation de procédé a été obtenu en réexploitant une base de données existante d'essais d'encrassement en ECP conduits avec des solutions de protéines sériques (WPC) à 1% (p/p) à teneur variable en calcium. Ce modèle a été l'un des premiers permettant de quantifier l'effet de la teneur en calcium des solutions protéiques sur la distribution totale de la masse de dépôt dans un ECP.

ii) De même, suite à l'identification des constantes cinétiques des solutions protéiques en laboratoire, j'ai participé et réfléchi au développement d'un modèle simplifié de génie de la réaction simulant l'apparition et la disparition des espèces protéiques au sein de l'ECP selon le profil en température subi. Ce bilan de populations des espèces protéiques dans l'ECP a été analysé afin de mettre en relation la concentration des espèces protéiques dans l'ECP avec la distribution des quantités de dépôt mesurées expérimentalement lors des différents profils thermiques.

iii) J'ai développé et validé un modèle de Mécanique des Fluides Numérique simulant la dénaturation chaude de la BLG dans un échangeur de chaleur à plaques.

iv) Enfin, j'ai participé et réfléchi au développement d'un modèle par analyse dimensionnelle visant à modéliser la masse de dépôt. Ce modèle est assez générique puisqu'il rassemble la plupart de nos essais d'encrassement avec des solutions de lactosérum. Il a la particularité d'intégrer à la fois des influences du produit et du procédé et a été validé pour différents types d'assemblages protéiques, différentes concentrations en calcium et en BLG, différentes surfaces d'échange, temps d'essai, débits, profils thermiques. Cet article en soumission a fait l'objet de retours encourageant suite à sa première évaluation et devrait être accepté prochainement.

### **3 CAPTEUR D'ENCRASSEMENT PROTOTYPE DEVELOPPE ET VALIDATION**

---

Dans ce chapitre, je présente tout d'abord une revue bibliographique de quelques capteurs utilisés pour détecter le facteur d'encrassement d'échangeurs de chaleur. Puis je décris les résultats obtenus suite au développement d'un capteur prototype non intrusif de mesure de l'encrassement dans une zone de chambrage. En particulier, je montre que ce dispositif est capable de rendre compte du facteur d'encrassement d'un échangeur de chaleur à plaques situé en amont et constituant une zone de chauffage.

#### **3.1 BIBLIOGRAPHIE : LES CAPTEURS DE SUIVI D'ENCRASSEMENT**

Même si, de nos jours, beaucoup de progrès ont été réalisés sur l'encrassement au sein de ligne de transformation ; ce phénomène n'est pas parfaitement contrôlé et il est nécessaire de disposer d'outils permettant d'évaluer le taux d'encrassement en temps réel. De tels dispositifs sont recherchés pour éviter de dépasser un certain niveau d'encrassement qui oblige à procéder à un nettoyage mécanique, nécessitant un démontage de l'équipement. Il est admis que la phase du nettoyage en place peut être optimisée par l'utilisation de capteur en ligne et hors ligne afin de réduire les temps de nettoyage et la quantité d'effluents (Alvarez, Daufin, et Gésan-Guiziou, 2010) mais, en pratique, de telles lignes instrumentées sont rarement présentes en industrie (Collier et al., 2015). Ainsi, bien qu'un nombre important de méthodes sont proposées pour détecter les facteurs d'encrassement des échangeurs de chaleur utilisés en industrie laitière (Collier, 2014 ; Wallhausser, Hussein, et Becker, 2012), il est aujourd'hui toujours difficile de déterminer de manière optimale le moment pour commencer ou terminer une opération de nettoyage.

Dans les deux paragraphes qui vont suivre, plusieurs méthodes de détection du facteur d'encrassement sont présentées et comparées. Cette description ne se veut pas exhaustive et si le lecteur souhaite connaître plus de méthodes utilisées ou de détails sur certains principes de ces capteurs, il peut se référer aux nombreuses revues bibliographiques telle que celles proposées par Wallhausser, Hussein, et Becker (2012) et Collier (2014) spécifiques au secteur agroalimentaire. La présentation des méthodes de détection est divisée en deux parties, l'une concernant les mesures donnant une information globale sur le facteur d'encrassement de l'installation et l'autre concernant

les mesures locales. On peut classer les techniques suivant d'autres critères comme les mesures continues ou discontinues, intrusives ou non, en ligne ou hors ligne (Crattelet et al., 2013).

### **3.1.1 Les mesures globales**

Les analyses hors ligne comme la pesée des masses de dépôt sont des techniques fiables pour mesurer le niveau d'encrassement mais cela nécessite le démontage de l'échangeur à plaques ce qui limite cette méthode aux études scientifiques.

Par contre, la mesure en ligne de la perte de pression (Corrieu, Lalande, et Ferret, 1986) est moins gênante et en dépit des imperfections (cf. 2.1.4), elle est utilisée par les industriels pour déterminer le niveau global d'encrassement des échangeurs de chaleur à plaques.

La mesure des températures et des débits des fluides à traiter et des fluides d'usage permet aussi d'obtenir une information sur le niveau global d'encrassement au moyen du calcul du coefficient d'échange de chaleur global ou de la résistance (cf. 2.1.4).

Des modèles numériques ont aussi été proposés pour détecter l'encrassement à partir de ces mesures. La transformation en ondelettes (Ingimundardottir et Lalot, 2011) ou les réseaux de neurones (Lalot et Palsson, 2010) sont deux exemples de techniques capables de détecter l'encrassement en temps réel. La détection de l'encrassement se fait en estimant l'écart entre le modèle du système obtenu en condition propre et en condition de fonctionnement. Cependant l'implémentation sur des procédés réels doit être réalisée pour confirmer l'intérêt d'utiliser ces techniques à une échelle industrielle.

### **3.1.2 Les mesures locales**

L'exploitation des ondes sonores a été récemment étudiée pour mesurer le facteur d'encrassement de manière non intrusive. L'utilisation d'ondes ultrasonores a aussi été étudiée pour déterminer la force d'adhésion des dépôts (Collier et al., 2015, Figure 27). Merheb et al. (2007) ont analysé la réponse acoustique d'un échangeur de chaleur à plaques soumis à des impulsions mécaniques générées par un dispositif électromagnétique (Figure 28) pour évaluer l'état d'encrassement de l'échangeur. L'inconvénient principal de ces deux techniques est qu'elles nécessitent l'installation de matériels coûteux et une analyse de signaux complexe qui freinent le passage vers des applications industrielles. Une technologie plus prometteuse pour suivre l'encrassement est basée sur l'utilisation de capteur de surface mécatronique (Pereira et al., 2006)

présentée dans la Figure 29. Ce dispositif donne une information sur la quantité de dépôt formé et ses propriétés élastiques. Le principe repose sur l'analyse de la réponse à une excitation mécanique de la surface en acier sur laquelle se forme le dépôt. Le capteur n'est pas intrusif mais il nécessite la fabrication d'une cellule d'écoulement semi-cylindrique spécifique qui intègre le capteur de surface mécatronique.

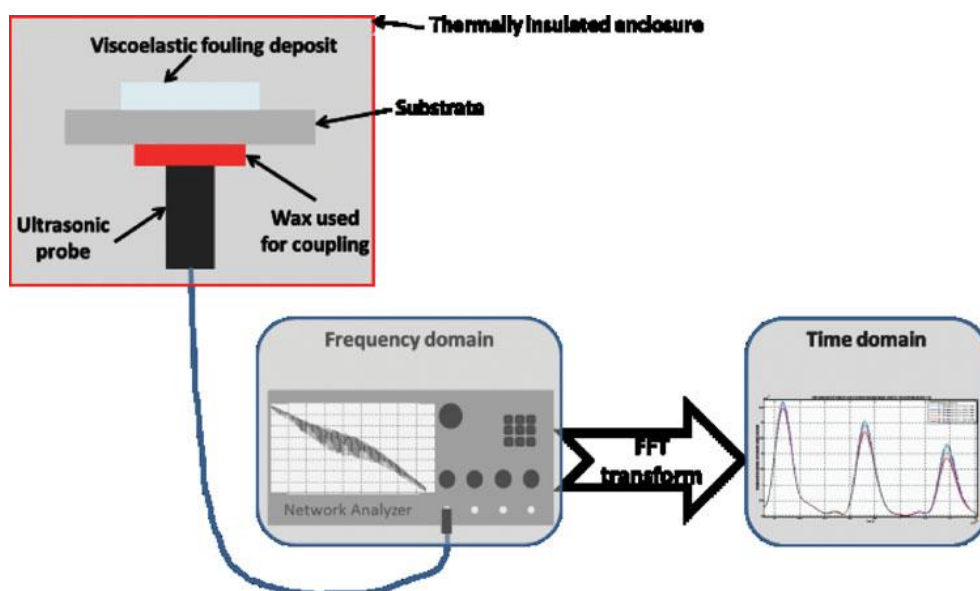


Figure 27. Schéma du dispositif ultrasonore (Collier et al., 2015).

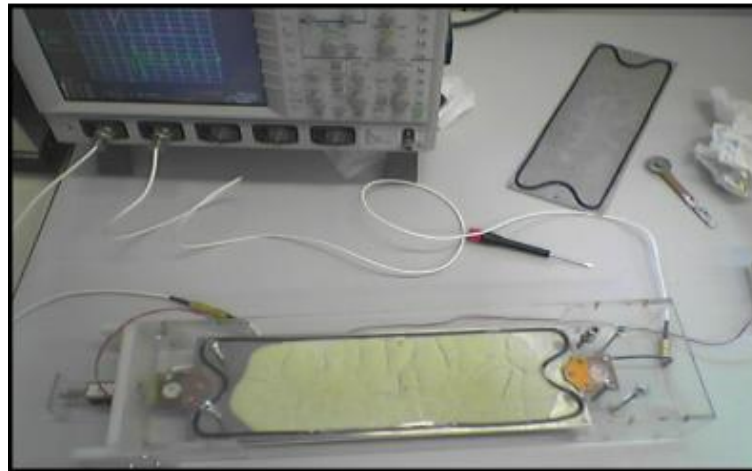
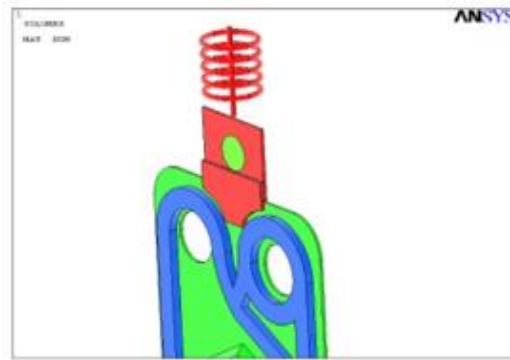


Figure 28. Schéma et prototype du dispositif de mesure du facteur d'encrassement par onde acoustique (Merheb et al., 2007).

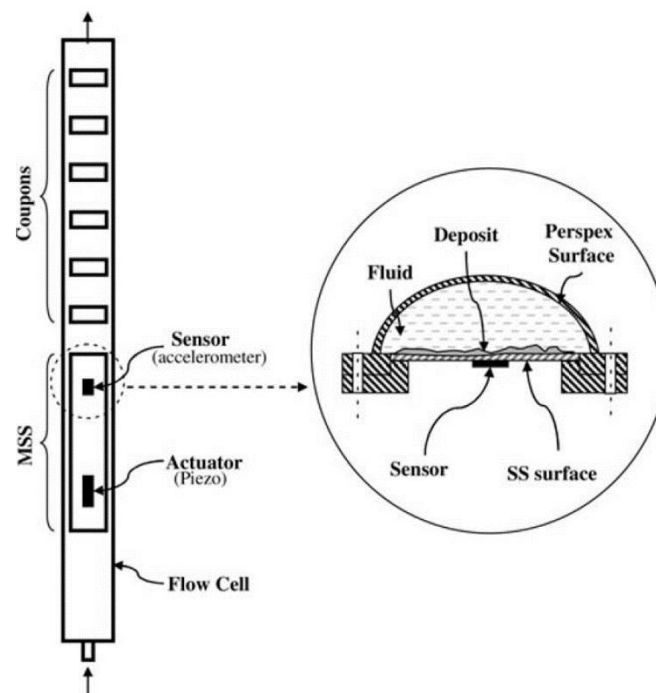


Figure 29. Représentation schématique de la cellule de mesure du capteur mécatronique (Pereira et al., 2006).

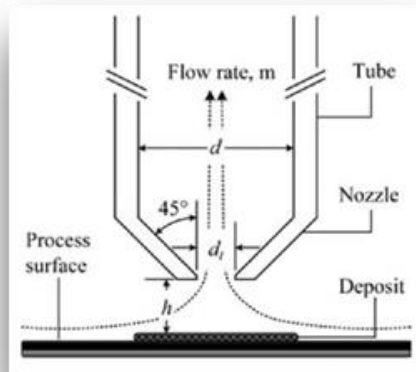


Figure 30. Schéma de la sonde FDG (Ali et al., 2013).

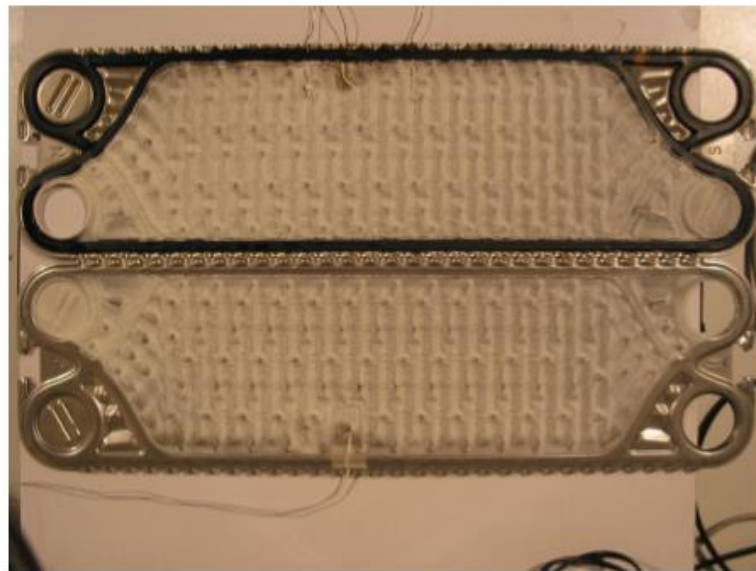


Figure 31. Photo du dispositif de mesure de la conductivité électrique (Guerin et al., 2007).



Figure 32. Sonde à fil chaud (Crattelet et al., 2013).

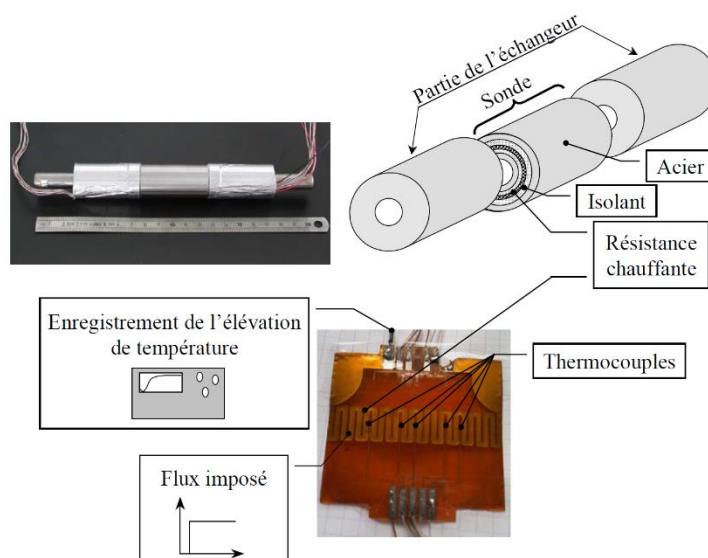


Figure 33. Schéma du capteur à excitation thermique interne (Perez, 2003).

L'étude menée par Ali et al. (2013) est une preuve de concept sur la capacité de la jauge de dynamique des fluides (Fluid Dynamic Gauging ou FDG) soumise à des pressions et des températures élevées à mesurer la croissance d'un dépôt en temps réel. La sonde FDG (Figure 30) permet une mesure sans contact à l'aide d'une buse immergée dans le liquide encrassant face au dépôt attaché à la paroi. Un débit de circulation du liquide dans la buse est établi à une valeur fixe. La distance entre la buse et la paroi ou la surface du dépôt est obtenue à partir de la variation de pression mesurée au niveau de la buse. L'application aux procédés agroalimentaires comme ceux traitant les produits laitiers est difficile car la sonde FDG est intrusive et risque d'être aussi sujette à l'encrassement.

La mesure de la conductivité électrique est une autre voie pour surveiller l'encrassement dans les échangeurs de chaleur à plaques. Chen et al. (2004) et Guerin et al. (2007) ont montré que cette technique permet d'évaluer l'encrassement laitier en ligne. Pour ces deux exemples, le montage

du dispositif n'est pas simple, les électrodes doivent être correctement isolées par rapport à l'échangeur de chaleur. Le dispositif utilisé par Guerin et al. (2007) est présenté dans la Figure 31.

La technique du fil chaud (Crattelet et al., 2013) est utilisée à une échelle industrielle. Ces capteurs sont placés dans la solution encrassante et deux modes de fonctionnement sont proposés, le régime thermique permanent ou périodique. Cette technique est capable d'évaluer le phénomène d'encrassement et d'évaluer des propriétés physiques du dépôt. L'inconvénient de ce dispositif, présenté Figure 32, est qu'il est intrusif. Le principe de ce capteur consiste à générer une excitation thermique et à mesurer la variation de la température au niveau de la sonde sur laquelle le dépôt va croître. Un autre type de capteur à excitation thermique fonctionnant sur le même principe a été étudié dans le cadre de la thèse de Perez (2003). Ce capteur est présenté dans la Figure 33 et est intégré dans la paroi de l'échangeur.

Chacune des techniques présentées ont des avantages et des inconvénients. Le capteur d'encrassement proposé et présenté par la suite a été développé avec pour objectif d'être facile à installer, utiliser, non intrusif et peu cher. Les performances du dispositif ont été validées à l'échelle du pilote. Ce capteur nécessite la génération d'un flux de chaleur contrôlé à la surface externe d'une section de tube droit et la mesure d'une température à la surface externe du tube. Cette température augmente avec la croissance du dépôt du fait de l'augmentation de la résistance thermique provenant de dépôt encrassant. La méthode utilisée est proche de celle utilisée avec la sonde « neosens FS-1000 » mais avec un montage à l'extérieur de la conduite où circule le fluide encrassant et non pas à l'intérieur. Le Tableau 13 présente, de manière synthétique, les avantages, limitations et échelles d'application de plusieurs méthodes de mesure.

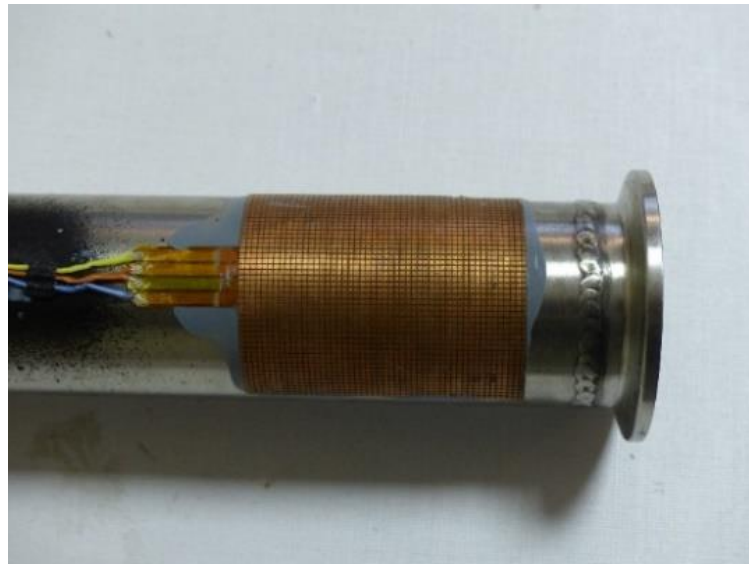
Tableau 13. Méthodes de mesure (Collier, 2014).

| Méthode                               | Avantages                                                                       | Limitations                                                                                                            | Echelle d'application                                          |
|---------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------|
| Perte de charge                       | Pas d'instrumentation supplémentaire sur la ligne de transformation             | Pas sensible à l'adhésion                                                                                              | Mesure globale du facteur d'encrassement et non invasive       |
| Température                           | Pas d'instrumentation supplémentaire sur la ligne de transformation             | Pas sensible à l'adhésion                                                                                              | Mesure globale du facteur d'encrassement et non invasive       |
| Conductivité électrique dans le canal | Capteur peu onéreux                                                             | Pas sensible à l'adhésion, implantation nécessaire, mesure indirecte                                                   | Mesure locale et non invasive                                  |
| Simulation numérique                  | Cartographie et distribution si emploi de paramètres appropriés                 | La validation nécessite des modèles de connaissances (réaction, constante de dépôt = $f(\text{paramètres procédés})$ ) | Mesure locale et globale du facteur encrassement, non invasive |
| MSS                                   | Détection/suivi de la présence d'un dépôt                                       | Pas sensible à l'adhésion, interprétation des paramètres acoustiques                                                   | Mesure locale et off line                                      |
| Acoustique basse fréquence            | Détection/suivi du facteur d'encrassement moyenné sur chaque plaque d'échangeur | Implantation des capteurs, répétabilité, interprétation des paramètres acoustiques difficiles                          | Mesure globale et non invasive                                 |

## 3.2 DEVELOPPEMENT D'UN CAPTEUR D'ENCRASSEMENT NON INTRUSIF

### 3.2.1 Principe et présentation du capteur

Ce capteur est composé d'une résistance électrique plane qui recouvre un thermocouple (Figure 34) en contact avec la paroi externe d'un manchon installé dans une zone de chambrage. Cette zone de chambrage est située en aval d'une zone de chauffe constituée par un échangeur de chaleur à plaques et au sein duquel on souhaite quantifier le facteur d'encrassement.



**Figure 34. Photo du capteur de température collé à la surface du tube.**

Le principe de mesure de ce capteur consiste à suivre l'évolution de la température au cours du temps, lorsqu'un flux thermique imposé par la résistance est dissipé au travers du capteur de température. Cette température évolue au cours du temps avec la formation de la couche de dépôt qui modifie le gradient de température local.

Le capteur se présente sous la forme d'un mince empilement en contact avec la surface externe d'une section de tube droit (Figure 35a). Il est composé d'un thermocouple de type T, d'une résistance de cuivre plane carrée de côté 50 mm de valeur  $27,5 \, \Omega$  et d'un isolant à base de mousse élastomère. Le tube sur lequel est monté le capteur est disposé verticalement. Dans cette position, l'effet de la gravité sur le phénomène de déposition est minimisé.

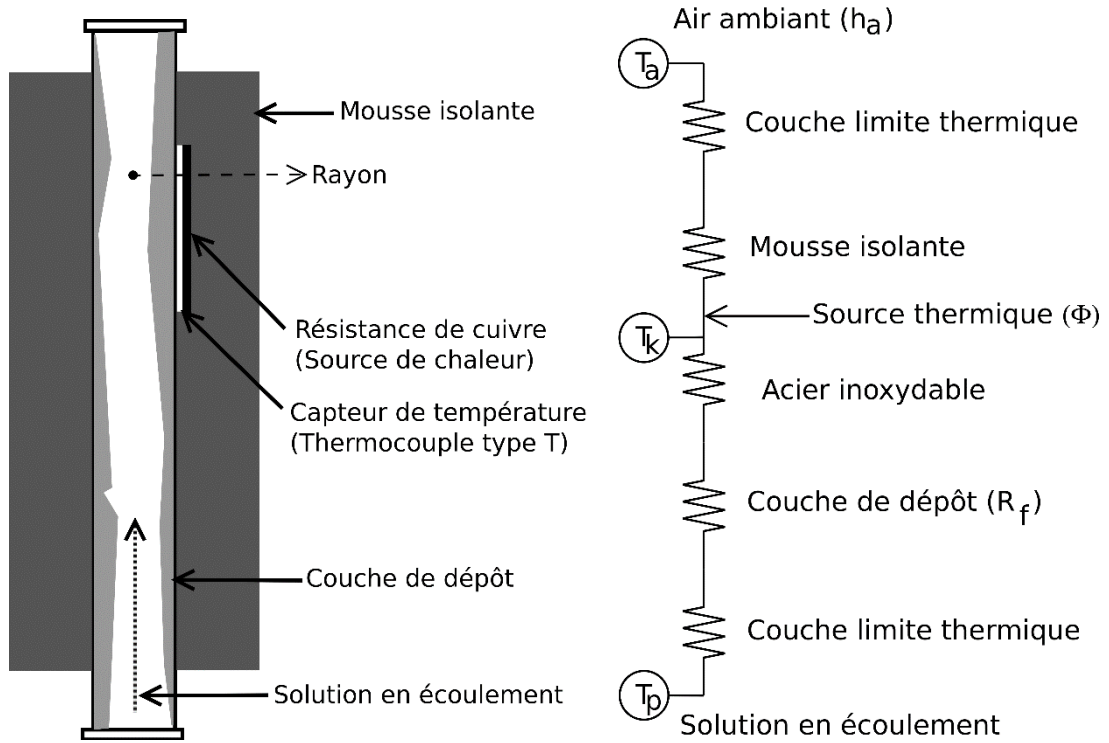


Figure 35. (a) Vue en coupe du capteur d'encrassement. (b) Schéma thermique équivalent sur un rayon.  $T_p$ ,  $T_k$  et  $T_p$  symbolisent respectivement la température du fluide en circulation, du capteur et de l'air ambiant.  $h_a$ ,  $\Phi$  et  $R_f$  représentent respectivement le coefficient de transfert thermique vers l'air ambiant, le flux de chaleur surfacique et la résistance thermique d'encrassement.

Une tension inférieure à 10 V est appliquée à la résistance au moyen d'une alimentation stabilisée. Une centrale de mesure enregistre la température et la tension en continu. Dans des conditions stationnaires, en simplifiant le système à 1 seule dimension et en considérant le schéma thermique équivalent Figure 35b, on obtient l'expression suivante pour la résistance thermique d'encrassement du manchon ( $R_s$ ). Le calcul est décrit dans l'annexe 2.

$$R_s = \frac{(T_{kf} - T_{kc}) - (T_{pf} - T_{pc})}{\Phi + h_a(T_a - T_{kc})} = \frac{\Delta T_f - \Delta T_c}{\Phi + h_a(T_a - T_{kc})} \quad \text{Équation 41}$$

Avec :

- $T_{kf}$  Température du capteur avec encrassement, °C
- $T_{kc}$  Température du capteur sans encrassement, °C
- $T_{pf}$  Température du produit avec encrassement, °C
- $T_{pc}$  Température du produit sans encrassement, °C
- $h_a$  Coefficient de transfert thermique vers l'air ambiant,  $\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$
- $\Phi$  Flux de chaleur surfacique produit par la résistance,  $\frac{V^2}{RS}$ ,  $\text{W.m}^{-2}$
- $T_a$  Température de l'air ambiant, °C

On peut alors estimer l'épaisseur du dépôt à partir des propriétés physiques du dépôt.

$$d_f = R_s \lambda \quad \text{Équation 42}$$

Avec :

$R_s$  Résistance d'encrassement mesurée par le capteur,  $\text{m}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{W}^{-1}$

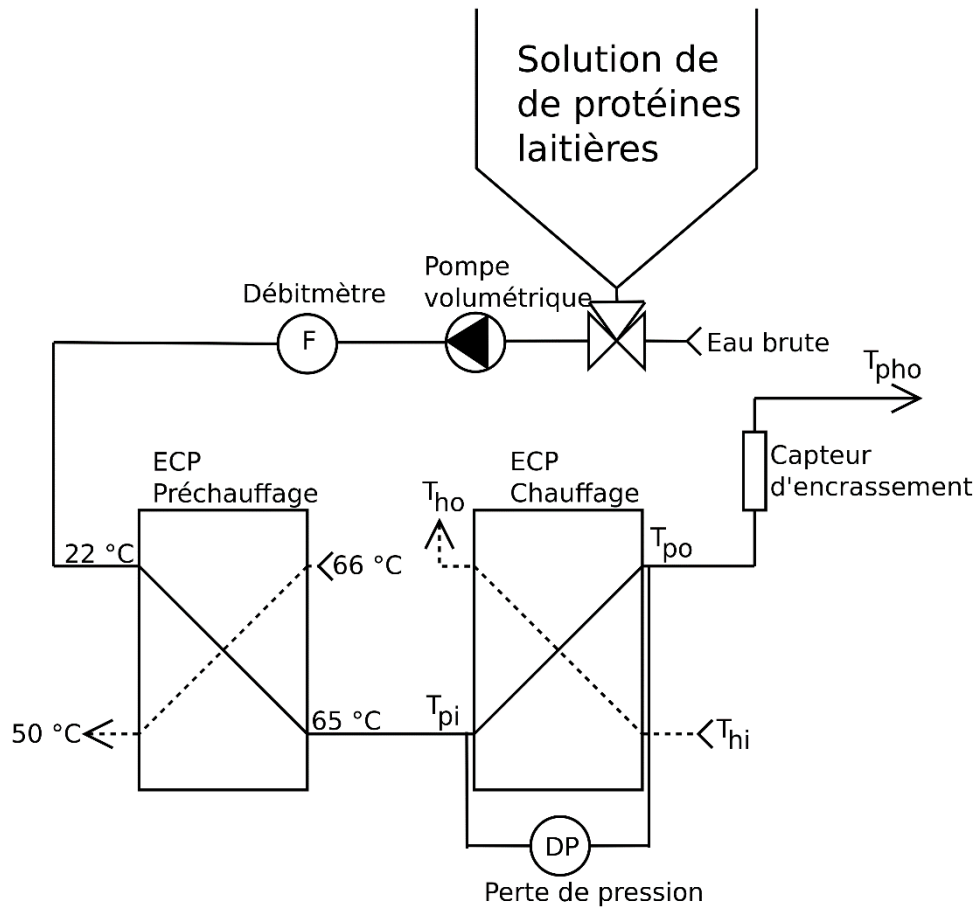
$\lambda$  Conductivité thermique du dépôt protéique,  $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$

La conductivité thermique du dépôt encrassant est, a priori, inconnue mais plusieurs auteurs ont essayé de la mesurer. Les valeurs citées dans la littérature varient entre 0,13 et 0,38  $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$  (Tuladhar, Paterson, et Wilson, 2002). Pour tous les calculs qui vont suivre, une valeur moyenne de 0,25  $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$  a été choisie pour  $k$ .

### 3.2.2 Installation expérimentale pilote mise en place

Les essais d'encrassement ont eu pour but de montrer que la réponse de ce capteur est corrélée à la formation de dépôt qui a lieu dans l'échangeur de chaleur à plaques situé en amont.

Les essais d'encrassement pour la validation de la sonde ont été réalisés sur une installation pilote présentée Figure 36. La solution de protéines de lactosérum est préparée dans une cuve équipée d'un système d'agitation. La solution est préparée à partir d'une poudre de protéines d'ultrafiltrat (Promilk 852 FB1, Ingredia, Arras, France) dissoute dans de l'eau osmosée à une concentration de 1 % (p/p). La concentration en calcium est ajustée par ajout de  $\text{CaCl}_2$  à  $(95 \pm 5)$  ppm. Cette concentration est mesurée à l'aide d'un spectromètre d'absorption atomique suivant la même méthode décrite par Khaldi, Blanpain-Avet, et al. (2015) ; Khaldi et al. (2018). La solution contenant très peu de matière sèche, les propriétés physiques de la solution sont considérées comme identiques à celle de l'eau. Le débit de circulation est fixé à l'aide du variateur mécanique de la pompe volumétrique (marque PCM). Un débitmètre électromagnétique enregistre le débit du produit. Deux échangeurs de chaleur à plaques (Vicarb, model V7) assurent la montée en température du produit depuis la température ambiante de 22 °C jusqu'à 65 °C en zone de préchauffage et de 65 °C à 80 °C ou 82 °C en zone de chauffage. Deux boucles d'eau chaude sont utilisées et permettent d'ajuster indépendamment la température à la sortie de ces deux zones de chauffage. Le capteur d'encrassement est installé immédiatement après la sortie de la zone de chauffage.



**Figure 36. Schéma de l'installation pilote.  $T_{hi}$ ,  $T_{ho}$ ,  $T_{pi}$ ,  $T_{po}$  et  $T_{pho}$  correspondent respectivement à la température d'entrée et de sortie du fluide chaud, d'entrée et de sortie du produit et de sortie de la zone de chambre. Les circuits d'eau chaude sont symbolisés par des traits en pointillé.**

La zone de chauffe est composée de 10 plaques en acier inoxydable comportant des corrugations horizontales, qui constituent 5 canaux pour le produit et 4 canaux pour l'eau chaude. La température de la solution de protéines est maintenue constante en sortie d'échangeur en augmentant progressivement la température d'entrée de l'eau chaude  $T_{hi}$ . Le débit de produit est maintenu constant à la valeur de  $0,833.10^{-4} \text{ m}^3.\text{s}^{-1}$  en utilisant une pompe volumétrique. Le coefficient de transfert de chaleur global de la zone de chauffage exprimé en  $\text{W}.\text{m}^2.\text{K}^{-1}$  est défini par :

$$U = \frac{Q_p}{S \times \Delta T_{ML}} \quad \text{Équation 43}$$

Avec :

$Q_p$  Quantité de chaleur échangée avec le produit,  $\rho \dot{m}_p C_p (T_{po} - T_{pi})$ , W

$\rho$  Masse volumique du produit,  $\text{kg}.\text{m}^{-3}$

$\dot{m}_p$  Débit massique de produit,  $\text{kg}.\text{s}^{-1}$

$C_p$  Capacité thermique du produit,  $J.kg^{-1}.K^{-1}$

$S$  Surface totale d'échange dans l'ECP,  $m^2$

DTML Différence de température moyenne logarithmique,  $\frac{(T_{hi}-T_{po})-(T_{ho}-T_{pi})}{\ln\left(\frac{T_{hi}-T_{po}}{T_{ho}-T_{pi}}\right)}$ , K

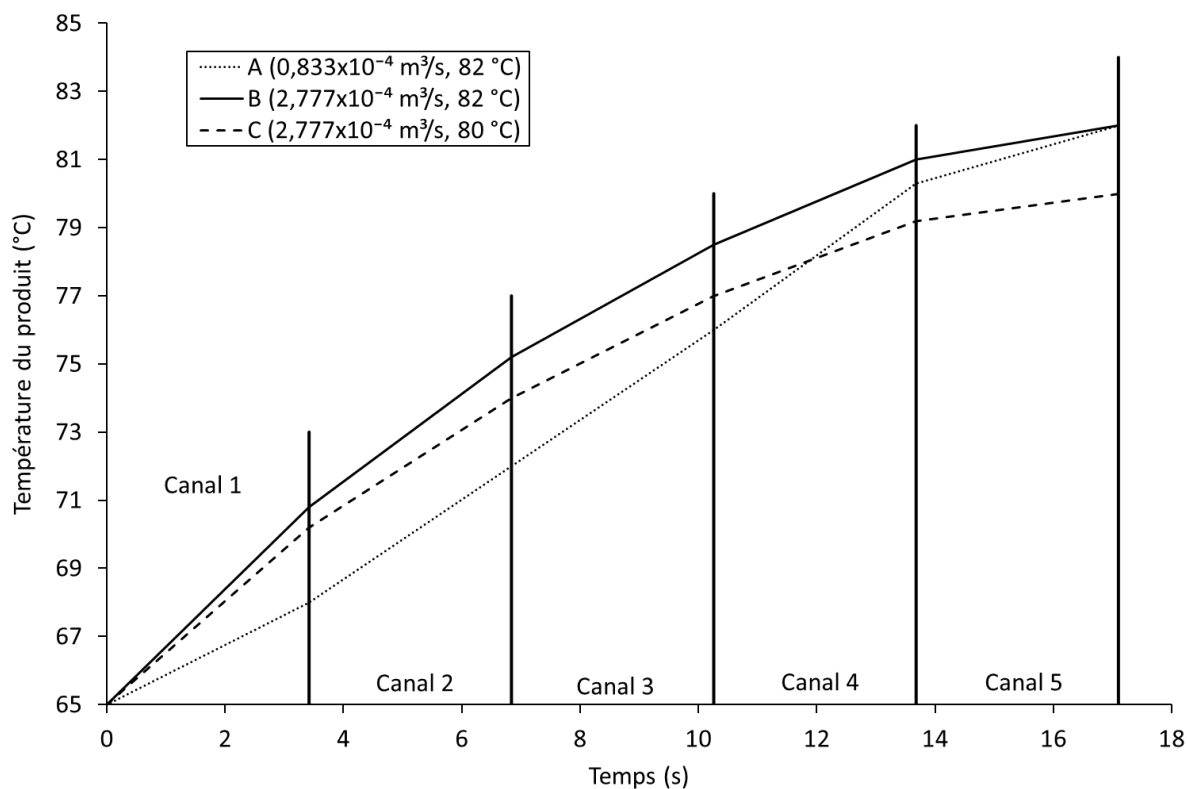
La résistance thermique d'encrassement ( $R_f$ ) s'écrit :

$$R_f = \frac{1}{U_f} - \frac{1}{U_c} \quad \text{Équation 44}$$

Dans cette expression,  $U_f$  et  $U_c$  représentent respectivement les coefficients globaux d'échange de chaleur exprimés en  $W.m^{-2}.K^{-1}$  en conditions encrassée et propre.

### 3.2.3 Conditions opératoires des tests d'encrassement

Trois conditions expérimentales de chauffage notées A à C ont été explorées dans la zone de chauffe et correspondent à des débits et températures différents. La condition A correspond à une température de sortie de produit de 82 °C et un débit d'eau chaude de  $0,833.10^{-4} m^3.s^{-1}$ , respectivement 82 °C et  $2,777.10^{-4} m^3.s^{-1}$  pour le cas B et 80 °C et  $2,777.10^{-4} m^3.s^{-1}$  pour le cas C. Les profils de température du produit pour les trois conditions sont présentés sur la Figure 37. Les profils sont obtenus par calcul avec le logiciel SPHERE v4 qui a été développé par l'INRA en collaboration avec Danone. Les essais d'encrassement ont été répétés respectivement 5, 4 et 2 fois pour les profils A, B et C.



**Figure 37. Profils de température dans l'échangeur de chaleur à plaques dans des conditions propres pour les différentes combinaisons de températures de sortie du produit et de débits d'eau chaude.**

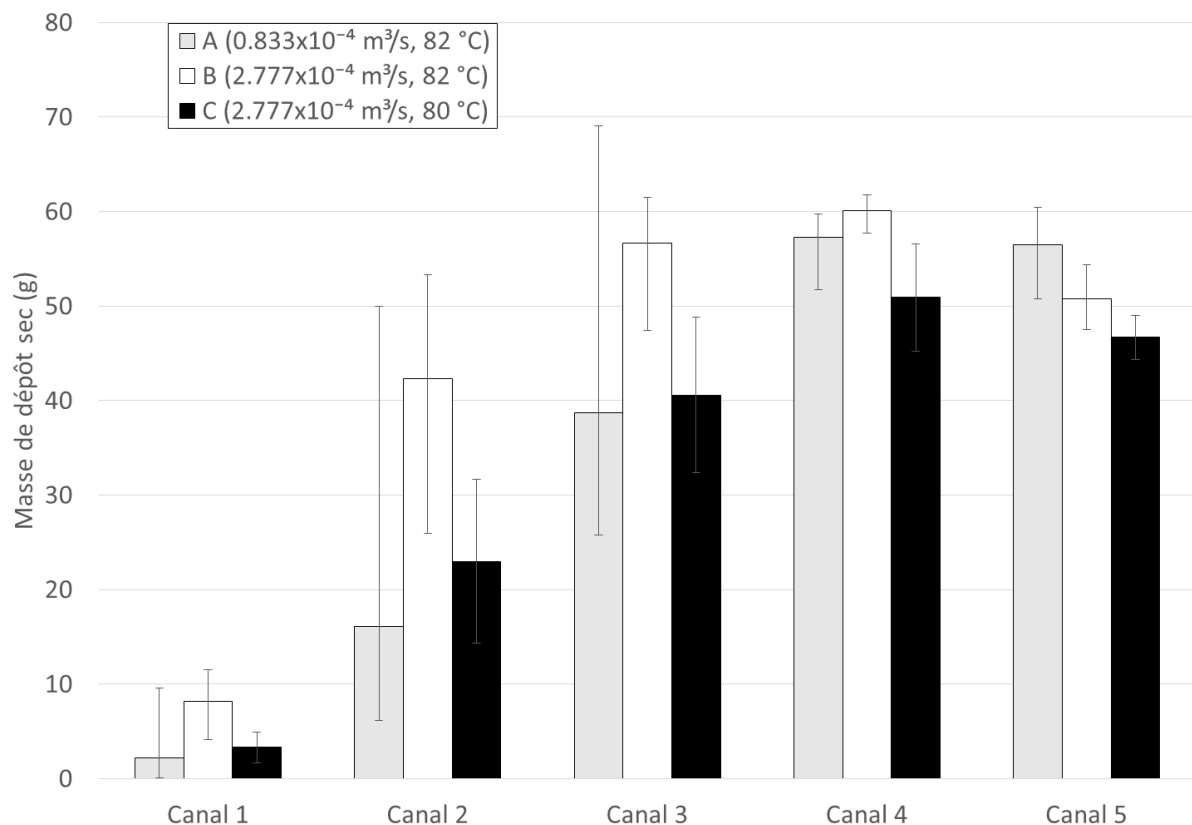
Les expérimentations démarrent avec de l'eau brute comme fluide primaire. Cette phase de mise en température de l'installation dure environ 30 min. Lorsque les températures sont stabilisées à la valeur de consigne, le circuit est alimenté en solution au moyen d'une vanne trois voies pour une durée de 3 heures. Cette procédure de démarrage permet d'éviter une formation de dépôt durant cette phase de régime transitoire. Pour tous les essais réalisés avec les profils de température A à C, le débit de la solution de protéines a été maintenu constant à  $0,833 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ . Le nombre de Reynolds varie de 3000 pour la solution à la température la plus faible dans le bac de lancement à 8500 pour la température de produit la plus élevée après chauffage et dans le tube de chambrage ce qui correspond à un régime d'écoulement turbulent dans toutes les zones de l'installation. Le régime d'écoulement est également turbulent dans tous les canaux des échangeurs de chaleur à plaques. Pour pallier aux conséquences de l'augmentation de la résistance thermique de l'échangeur due à l'encrassement au cours du temps, la température de sortie du produit est maintenue constante par un ajustement régulier de la température d'entrée de l'eau chaude. A la fin de l'essai, le circuit est rincé avec de l'eau brute puis l'échangeur de chaleur est démonté. Le dépôt sec de chacune des plaques est pesé avec une précision de  $\pm 0,1 \text{ g}$ . Le dépôt sec formé à l'intérieur de la section de tube équipée de la sonde est aussi pesé. Enfin, l'échangeur est remonté et le nettoyage en place de l'installation est réalisé. La procédure de nettoyage est réalisée en 3 étapes :

- Rinçage à l'eau brute à 80 °C pendant 10 min à 600 L/h.
- Nettoyage avec de la soude à 2 % (p/p) à 80 °C pendant au moins 30 min à 600 L/h.
- Rinçage à l'eau brute à 80 °C pendant 10 min à 600 L/h.

L'étape de nettoyage sur soude est prolongée tant que la perte de pression n'est pas revenue à son niveau correspondant à une installation propre. La propreté des échangeurs est vérifiée visuellement avant toute nouvelle expérimentation. Les mesures obtenues avec le capteur d'encrassement sont comparées aux mesures de la perte de pression, du coefficient global d'échange de chaleur et des masses de dépôt sec.

### 3.3 RESULTATS ET DISCUSSION

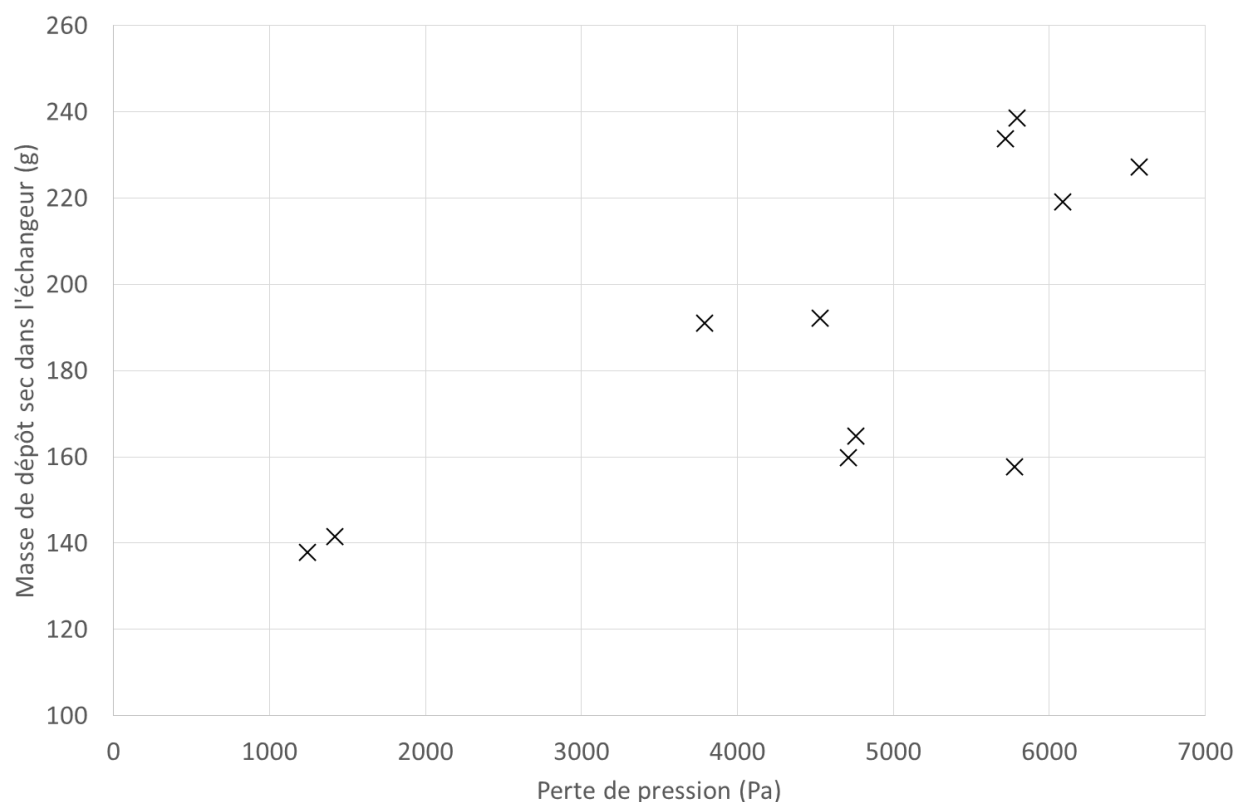
La Figure 38 montre la distribution des masses de dépôt à l'intérieur de l'échangeur de chaleur à plaques pour les 3 conditions expérimentales utilisées. On observe une bonne répétabilité des essais exception faite des canaux 1 à 3 du cas A.



**Figure 38. Masses de dépôt sec (valeurs minimum, moyenne et maximum) observées dans l'échangeur de chaleur. Le débit d'eau chaude et la température sont indiqués pour chacun des profils de température A à C.**

La quantité de dépôt augmente depuis une valeur très faible dans les premiers canaux jusqu'à atteindre une valeur plateau dans les 2 derniers canaux. La masse de dépôt devient plus importante dès que la température de la solution dépasse 70 °C ce qui a été observé par les auteurs Khaldi, Blanpain-Avet, et al. (2015) et Khaldi et al. (2018). La solution de protéines contient principalement de la  $\beta$ -lactoglobuline (66,0 % p/p dans la poudre utilisée). La réaction de dénaturation chaude de la  $\beta$ -lactoglobuline en présence de calcium est responsable de la croissance du dépôt (Lalande, Tissier, et Corrieu, 1985). Les expérimentations réalisées confirment que le phénomène de dénaturation de la  $\beta$ -lactoglobuline commence dès que la température dépasse 70 °C ce qui est le cas à partir du 2<sup>ème</sup> canal d'échangeur. On constate que le traitement thermique le plus sévère correspondant au profil de température B de la Figure 37 produit la masse totale de dépôt la plus importante. Ceci illustre la cohérence des résultats.

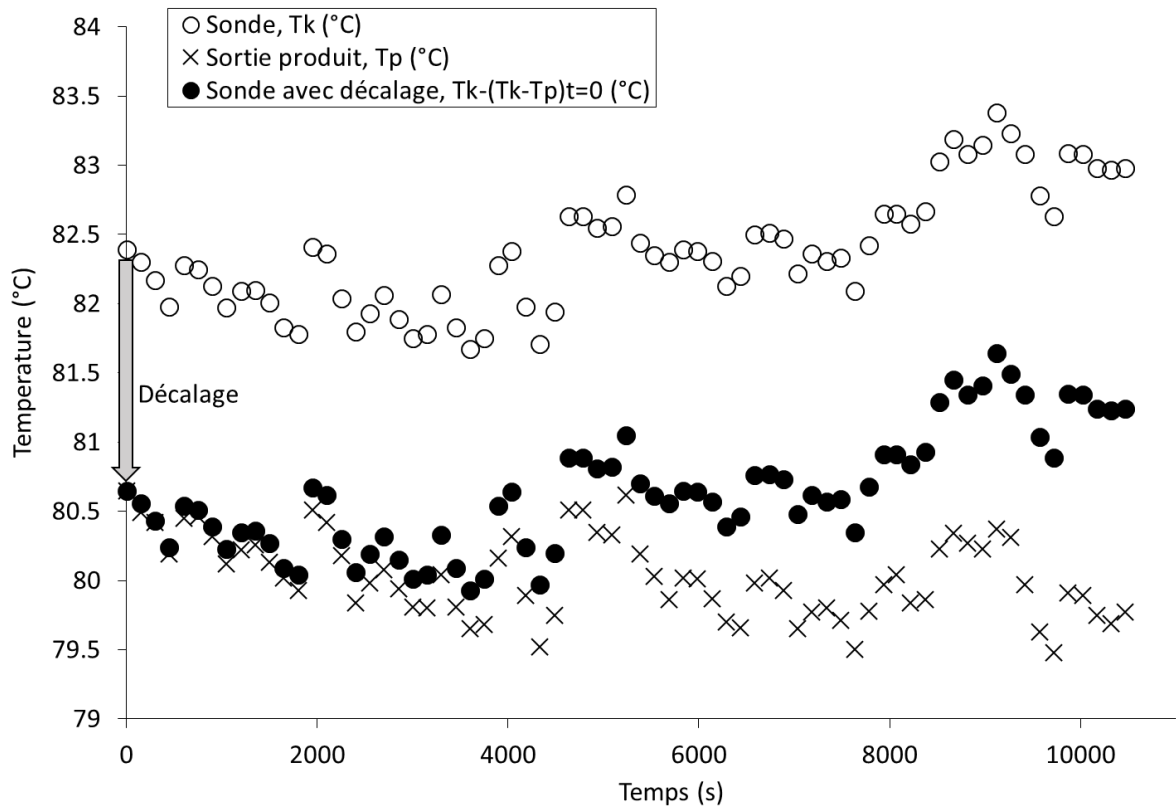
La perte de pression mesurée à la fin des essais d'encrassement est comparée à la masse totale de dépôt sec dans l'échangeur de chaleur dans la Figure 39. La perte de pression augmente globalement avec la quantité de dépôt mais on ne peut pas établir de relation permettant de lier ces deux paramètres. En effet, la perte de pression est une mesure globale entre l'entrée et la sortie de l'échangeur très sensible à l'encrassement local. Si, au cours de la formation de dépôt, un obstacle se forme en un point du circuit la perte de pression peut augmenter fortement alors que la masse de dépôt est faible. Cela peut expliquer que pour une valeur de masse de dépôt sec de 150 g on obtient des valeurs de perte de pression allant de 1500 Pa à plus de 5000 Pa. Le dépôt ne se forme pas de manière homogène comme le montre la Figure 38 ce qui explique les fortes variations de perte de pression possibles pour deux expérimentations réalisées dans les mêmes conditions.



**Figure 39. Masse totale de dépôt sec en fonction de la perte de pression.**

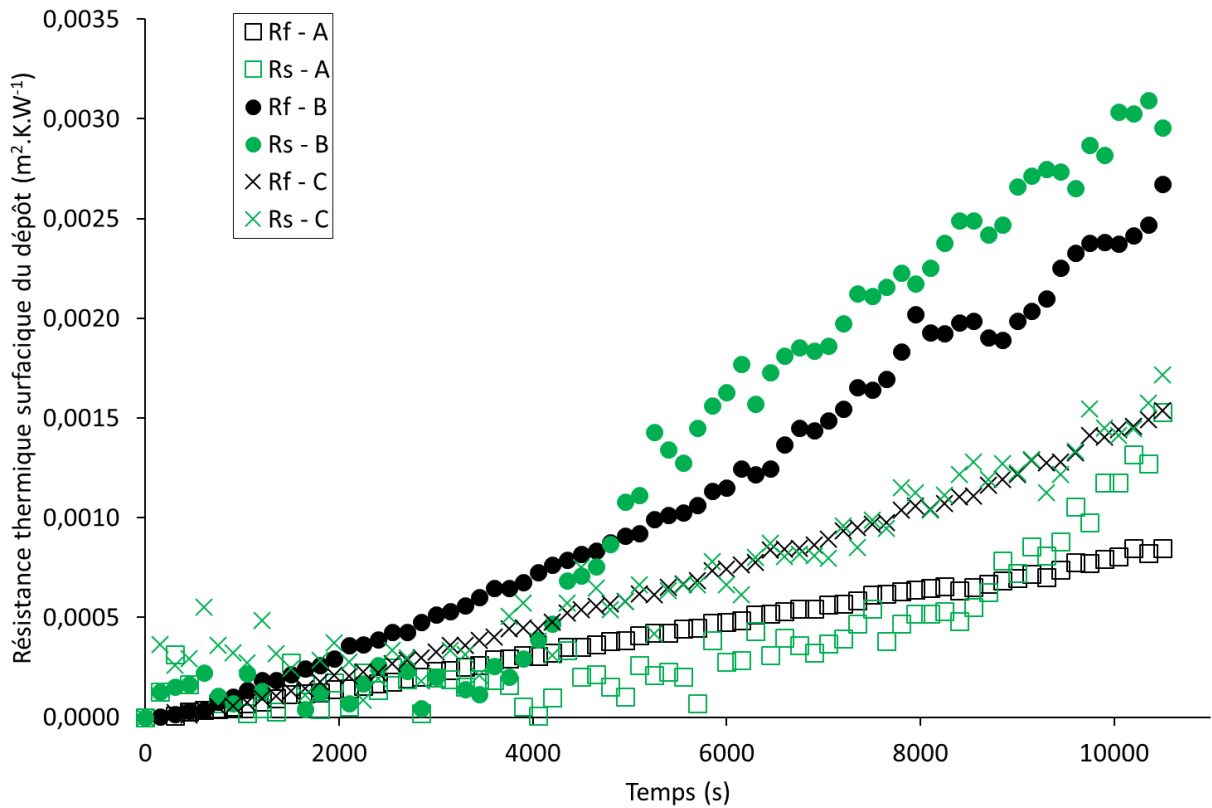
La mesure du capteur d'encrassement utilise la mesure de la température du produit et la température à la paroi externe du tube  $T_k$ . La Figure 40 montre un exemple d'évolution de la température au cours du temps pour un essai d'encrassement réalisé avec le profil C.

Si on retranche la température produit à la température à la paroi externe du tube  $T_k$  au début de l'expérimentation  $\Delta T_c = (T_k - T_p)_{t=0}$ , l'augmentation de la température à la paroi externe du tube au cours du temps (symbole noir) devient perceptible. Cette augmentation est directement liée à l'augmentation de la résistance thermique d'encrassement décrite dans la relation Équation 41.



**Figure 40. Températures enregistrées lors de l'encrassement avec le profil C.**

L'évolution des performances thermiques de l'échangeur de chaleur à plaques au cours de l'encrassement peut être représentée par la résistance thermique surfacique de l'échangeur. L'enregistrement de la résistance thermique surfacique ( $R_s$ ) fournie par le capteur d'encrassement est comparé aux valeurs obtenues dans l'échangeur de chaleur ( $R_f$ ) sur le graphique ci-après (Figure 41).

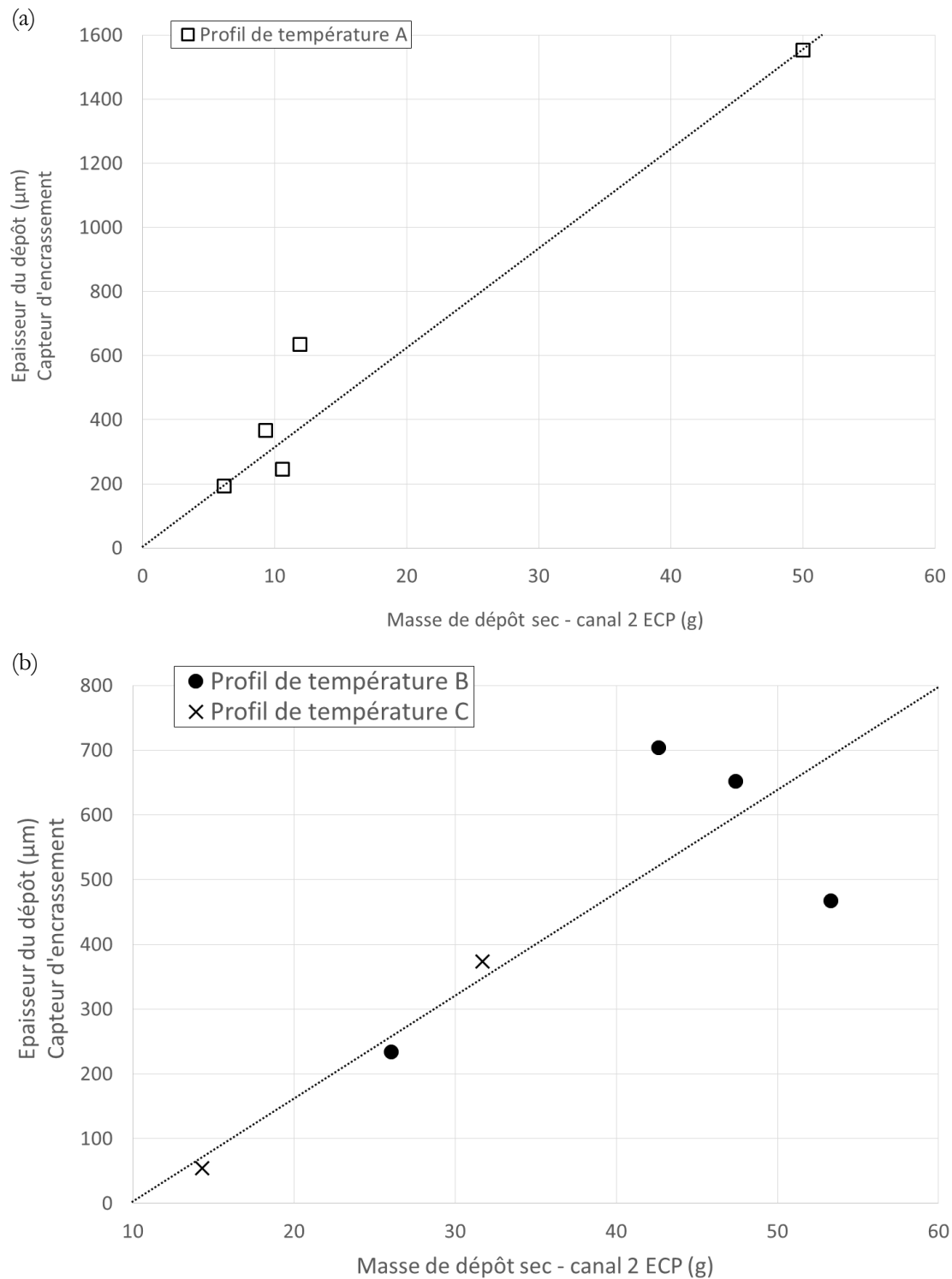


**Figure 41. Comparaison des résistances d'encrassement calculées à partir des températures d'entrée/sortie de l'échangeur ( $R_f$ , en noir) et du capteur d'encrassement ( $R_s$ , en vert).**

La résistance thermique surfacique mesurée avec le capteur d'encrassement est proche de celle mesurée dans l'échangeur pour le profil de température C correspondant à la plus faible température de traitement. Pour les profils de température A et B, la résistance d'encrassement est surestimée en fin d'expérimentation.

Les épaisseurs de dépôt estimées avec le capteur d'encrassement ont été comparées aux masses de dépôt sec obtenues dans le deuxième canal de l'échangeur (Figure 42 a et b).

On obtient le même type de résultat avec le troisième canal non représenté ici. La masse de dépôt sec dans le premier canal est si faible que la précision des mesures est insuffisante pour tenter une interprétation des données. En ce qui concerne les deux derniers canaux, les masses de dépôt sont très élevées et ne varient plus, on atteint probablement un seuil maximal de saturation.



**Figure 42. Épaisseur de dépôt mesurée par le capteur d'encrassement en fonction des masses de dépôt sec obtenues dans le canal 2 de l'échangeur pour les profils de température A, B et C.**

Les Figure 42 a et b montrent une relation linéaire entre la masse de dépôt sec dans le deuxième canal et l'épaisseur de dépôt calculée à partir des mesures obtenues avec le capteur d'encrassement pour les profils de température A à C. Il existe un déterminisme certain entre les

mesures d'épaisseur fournies par le capteur d'encrassement et la masse de dépôt dans l'échangeur de chaleur à plaques du 2<sup>ème</sup> canal et cela reste vrai pour différents traitements thermiques.

### 3.4 CONCLUSION

Ce dispositif de mesure est un capteur prototype prometteur pour mesurer le taux d'encrassement dans un échangeur à plaques car il est économique et facile à implémenter. De plus son implantation non intrusive permet d'éviter les inconvénients liés à la nettoyabilité des équipements.

La détection est un aspect important dans le domaine de l'encrassement des échangeurs de chaleur. Le caractère intrusif d'un capteur est un inconvénient majeur pour son utilisation dans les industries alimentaires. Les principaux avantages du capteur présenté sont les suivants :

- Le dispositif est économique. Il se compose de composants courants comme une résistance de cuivre plate, un capteur de température et une alimentation stabilisée. De plus une seule source de courant peut être utilisée pour alimenter plusieurs dispositifs.
- Le montage est aisé. Le capteur de température est collé à l'extérieur de la zone de mesure et la résistance collée par-dessus. On superpose ensuite un isolant thermique. Il n'est pas obligatoire de coller les éléments constituant le capteur sur la zone de mesure mais il faut s'assurer que l'ensemble est maintenu en contact.
- Le capteur n'est pas intrusif. Aucun élément du capteur d'encrassement n'est en contact avec le produit.

Le calcul de la résistance thermique d'encrassement utilise la température au cœur du produit en circulation dans l'installation. Cette mesure est déjà présente sur les installations puisqu'elle est indispensable pour réguler la température du produit. Cette mesure s'obtient habituellement de manière intrusive à l'aide d'un doigt de gant plongé au cœur du liquide. Cette méthode demande un étalonnage précis des capteurs de température. La mesure est d'autant plus précise que la précision et la résolution des sondes de température est grande.

Plusieurs améliorations du capteur sont possibles. La précision de la température mesurée par le thermocouple peut être meilleure si on utilise plusieurs thermocouples. En installant plusieurs capteurs d'encrassement sur la ligne de production, il serait possible, par exemple, de suivre l'évolution de la couche de dépôt le long d'un tube en zone de chambrage. Une autre amélioration possible serait d'utiliser le capteur au plus près de la sortie de l'échangeur.

Une preuve de concept a été donnée ici que le capteur d'encrassement décrit est capable de mesurer en temps réel le facteur d'encrassement d'un échangeur de chaleur par une solution de protéines laitières du lactosérum. D'autres validations doivent être menées pour montrer que le capteur est capable de rendre compte que le facteur d'encrassement diminue suite aux cycles de nettoyage mais qui dépasse le cadre du travail de thèse. Ce capteur pourrait par la suite être utilisé pour le suivi du nettoyage des installations et permettre d'identifier plus précisément la fin de l'étape de nettoyage (instant où la résistance d'encrassement est revenue égale à sa valeur à l'état propre).



## 4 EFFET D'UN ÉCOULEMENT DE TYPE SWIRL SUR L'ENCRASSEMENT

---

Dans ce chapitre, je m'attache à quantifier l'effet d'un écoulement tourbillonnaire à swirl décroissant sur la formation de dépôts protéiques d'origine laitière dans une zone de chambrage tubulaire. Avant d'exposer le matériel, les méthodes et les résultats obtenus par l'approche expérimentale menée, une étude bibliographique sera présentée pour décrire les dispositifs et les techniques testés pour limiter le phénomène de dépôt en paroi.

### 4.1 BIBLIOGRAPHIE : PERTURBATION D'ÉCOULEMENT ET CONSÉQUENCES SUR L'ENCRASSEMENT ET LE NETTOYAGE DES INSTALLATIONS

Signalons d'emblée que très peu d'auteurs ont quantifié précisément l'intérêt des promoteurs de turbulence dans les lignes de transformation pour limiter les dépôts au niveau de la paroi ou favoriser le nettoyage des parois encrassées.

En revanche, un certain nombre de travaux expérimentaux ou numériques mentionnent que certains promoteurs de turbulence placés en amont de zones critiques (c'est-à-dire facilement encrassables ou difficilement nettoyables) sont en capacité de modifier les écoulements en aval des lignes de transformation et susceptibles d'avoir un impact positif pour limiter l'encrassement et favoriser le nettoyage.

Par exemple, par une étude numérique, Li et al. (2015a) ont montré que les tubes spiralés génèrent des contraintes pariétales plus importantes que celles généralement observées dans les tubes droits et sont susceptibles de rendre plus efficace le nettoyage en place.

Par ailleurs, l'utilisation d'inserts (dispositifs passifs ou mélangeurs statiques) dans des échangeurs tubulaires est connue pour être une solution performante pour augmenter l'efficacité des transferts de chaleur dans les échangeurs de chaleur tubulaires, e.g. (Duangthongsuk et Wongwises, 2013 ; Eiamsa-ard et al., 2014 ; Liu et Sakr, 2013). De manière générale, les études sur les inserts s'attachent à montrer que l'énergie mécanique utilisée pour générer un écoulement plus turbulent, qui se traduit par une augmentation de la perte de pression, est inférieure à l'augmentation de quantité d'énergie thermique transférée par convection.

Par conséquent, le fil conducteur de la plupart des études sur les promoteurs de turbulence est d'établir les relations de procédé pour le nombre de Nusselt ( $Nu$ ) et le facteur de frottement ( $f$ )

en fonction du nombre de Reynolds (Re) et du nombre de Prandtl (Pr). Ces relations s'écrivent le plus souvent sous la forme :

$$f = K_1 Re^{K_2} + K_3 \quad \text{Équation 45}$$

$$Nu = K_4 Pr^{K_5} Re^{K_6} + K_7 \quad \text{Équation 46}$$

$K_1$  à  $K_7$  sont les paramètres à estimer.

Malheureusement la plupart des auteurs se sont contentés de montrer les performances thermiques supérieures des systèmes étudiés en terme de nombre de Nusselt avec éventuellement les conséquences en terme de facteur de frottement mais n'ont pas pris en compte les conséquences en terme de dépôt à la paroi d'échange de chaleur.

Dans ce qui suit, on expose les techniques qui ont été mises en œuvre pour perturber l'écoulement afin de diminuer l'épaisseur de la couche limite thermique et ainsi favoriser les transferts convectifs. On distingue deux grandes familles de techniques destinées à augmenter le transfert thermique dans les échangeurs de chaleur. Les techniques actives qui nécessitent un apport d'énergie externe et les techniques passives qui consistent à modifier les parois d'écoulement ou insérer un élément qui va modifier la structure de l'écoulement.

#### 4.1.1 Les techniques actives

Plusieurs études, comme celles proposées par Augustin et al. (2010) ou Gillham et al. (2000), montrent que l'utilisation de débits pulsés en phase de nettoyage permet d'améliorer l'efficacité du nettoyage. L'explication la plus souvent avancée est que ces variations de débit entraînent une augmentation des contraintes pariétales ce qui facilite l'élimination du dépôt. Dans l'étude proposée par Förster, Augustin, et Bohnet (1999), les débits pulsés sont utilisés lors de la phase de dépôt. Cette technique couplée à l'utilisation de surfaces de paroi modifiée (topographie de surface) permet de réduire efficacement les quantités déposées.

Des ondes ultrasonores générées à une fréquence de 35 kHz au niveau de la paroi extérieure d'un échangeur de chaleur tubulaire permettent d'éliminer efficacement les dépôts (Legay et al., 2013). Les auteurs de cette étude ne donnent pas d'élément concernant le bilan énergétique de l'utilisation d'un tel dispositif mis à part le fait que les vibrations transmises au fluide sont converties en chaleur.

#### 4.1.2 Les techniques passives

Pour ce type de techniques, la structure de l'écoulement est modifiée par la présence d'un insert, la géométrie de la paroi ou le traitement des surfaces (Promvonge et al., 2014). L'intérêt d'utiliser un système passif réside dans le fait que ce type de dispositif est moins complexe à mettre en œuvre et moins consommateur d'énergie en comparaison avec les systèmes actifs.

Dans les usines chimiques et les raffineries, Krueger et Pouponnot (2009) ont montré l'efficacité de l'utilisation de 3 types d'inserts brevetés dans les tubes pour limiter les phénomènes de dépôt en paroi mais aussi pour augmenter le coefficient de transfert de chaleur. Malgré l'augmentation des pertes de pression due à l'insertion du dispositif dans les canalisations, le bilan est globalement positif et le retour sur investissement est très rapide puisqu'inférieur à 6 mois.

La synthèse des travaux sur les techniques passives permettant l'augmentation des transferts de chaleur proposée par Dewan et al. (2004) montrent que des techniques sont plus ou moins performantes en fonction du régime d'écoulement, laminaire ou turbulent, et du nombre de Prandtl. Une autre synthèse sur les techniques passives d'amélioration des transferts de chaleur proposée par Liu et Sakr (2013) et consacrée spécifiquement aux échangeurs tubulaires recense les géométries imaginées et testées ces dernières années. Ces études ne prennent que très rarement en compte les conséquences de l'utilisation de ses technologies sur la formation des dépôts.

##### 4.1.2.1 *Étude expérimentale des techniques passives*

De nombreuses études récentes se sont attachées à établir les courbes de coefficient de frottement en fonction de paramètres géométriques et à mesurer le nombre de Nusselt puis établir les relations de procédé en fonction des paramètres qui ont un effet sur l'écoulement ou le transfert de chaleur :

- Ahmadvand, Najafi, et Shahidinejad (2009) ont étudié un swirler (Figure 43) dans un tube droit et représenté graphiquement  $Nu = f(Re)$  et  $f = f(Re)$  pour 3 inclinaisons de pales différentes 30°, 45° et 60°.

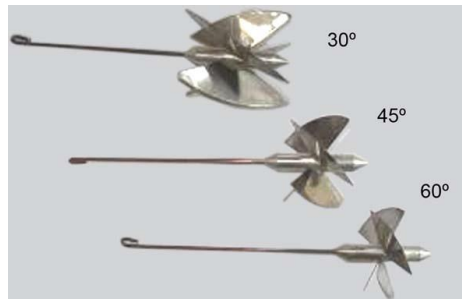


Figure 43. Dispositifs étudié par Ahmadvand, Najafi, et Shahidinejad (2009).

- Aydin et al. (2014) ont utilisé une approche identique pour un générateur de turbulence de forme hélicoïdale. Le nombre de Nusselt et la perte de pression sont représentés en fonction du nombre de Reynolds pour 4 longueurs de générateur de turbulence et 4 rapports entre longueur et diamètre différents.
- Bhadouriya, Agrawal, et Prabhu (2015) ont étudié un tube carré spiralé et établit les corrélations pour le nombre de Nusselt et le facteur de frottement en fonction de  $Re$ ,  $Pr$  et du rapport entre le pas d'hélice et le diamètre hydraulique.
- Biegger, Sotgiu, et Weigand (2015) ont conduit l'étude d'une chambre de swirl comportant une injection tangentielle dans un tube et mesuré les nombres sans dimensions  $Nu$  et  $f$ .
- Chang et Huang (2014) ont comparé plusieurs types de rubans (Figure 44) insérés dans un tube avec mesure de  $Nu$  et  $f$ .

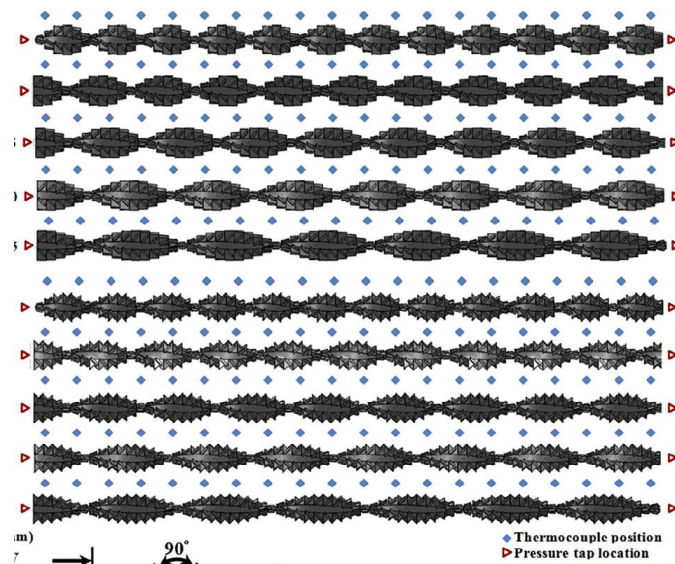
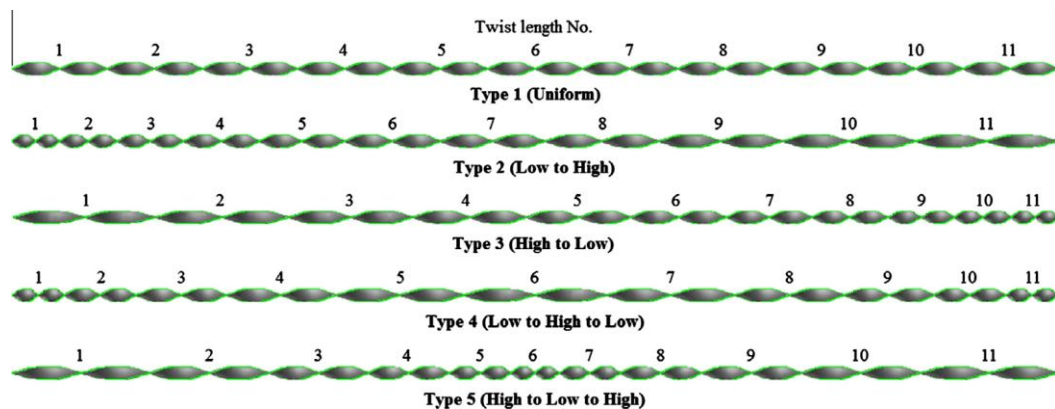


Figure 44. Les différents types de ruban utilisés dans l'étude de Chang et Huang (2014).

- Deshmukh et Vedula (2014) ont étudié expérimentalement des générateurs de turbulence en forme d'ailette insérés dans un tube. Les auteurs ont établi les relations  $Nu(Re, \text{géométrie})$  et  $f(Re, \text{géométrie})$
- Duangthongsuk et Wongwises (2013) ont comparé les performances obtenues avec une hélice fixe et une hélice en rotation insérées à intervalles réguliers dans un tube à l'aide de graphique représentant le nombre de Nusselt et le facteur de frottement en fonction du Reynolds.
- Khoshvaght-Aliabadi, Sartipzadeh, et Alizadeh (2015b) ont étudié l'effet d'ailettes insérées dans des échangeurs tubulaires sur le comportement hydraulique et thermique en fonction de paramètres géométriques.
- Khoshvaght-Aliabadi et Eskandari (2015c) ont montré que l'utilisation de rubans torsadés (Figure 45) dans un échangeur tubulaire permettait d'améliorer les performances thermiques de l'installation. Si on ajoute des particules de cuivre à l'eau utilisée dans cette installation, les performances thermiques sont encore améliorées.



**Figure 45. Les différents type de rubans torsadés étudiés par Khoshvaght-Aliabadi et Eskandari (2015c).**

- Promvonge et al. (2014) ont utilisé des tubes dans lesquels sont insérés des anneaux inclinés générateurs de turbulence. Les nombres de Nusselt et facteur de frottement ont été mesurés en fonction du Reynolds et de plusieurs paramètres géométriques (pitch ratio et blockage ratio).
- Eichler et Lederer (2015) ont étudié expérimentalement un générateur de swirl présenté dans la Figure 46. Les paramètres utilisés pour caractériser l'écoulement sont le facteur de profil, de dissymétrie, de turbulence et l'angle de swirl.



**Figure 46. Générateur de swirl étudié par Eichler et Lederer (2015).**

L'inconvénient des techniques passives est de provoquer une augmentation de la perte de pression. Plusieurs indicateurs ont été proposés afin de déterminer si les gains obtenus pour le transfert de chaleur sont supérieurs aux pertes d'énergie entraînées par ces techniques. Le facteur d'amélioration thermique consiste à comparer les nombres de Nusselt d'une installation avec ou sans dispositif à une puissance de pompage équivalente.

La puissance de pompage s'écrit

$$PP = \dot{V} \Delta P \quad \text{Équation 47}$$

La puissance de pompage peut s'exprimer sous une forme sans dimension :

$$PP^+ = PP \frac{\rho^2 D^2}{\mu^3} = f Re^3 \quad \text{Équation 48}$$

Avec :

|            |                                       |
|------------|---------------------------------------|
| $\dot{V}$  | Débit volumique, $m^3.s^{-1}$         |
| $\Delta P$ | Perte de pression dans le circuit, Pa |
| $\rho$     | Masse volumique, $kg.m^{-3}$          |
| $D$        | Diamètre hydraulique, m               |
| $\mu$      | Viscosité dynamique, Pa.s             |
| $f$        | Facteur de frottement                 |
| $Re$       | Nombre de Reynolds                    |

Le facteur d'amélioration thermique compare les nombres de Nusselt de deux configurations différentes  $Nu$  et  $Nu_{ref}$  pour une même puissance de pompage :

$$\eta = \left( \frac{Nu}{Nu_{ref}} \right)_{PP+} \quad \text{Équation 49}$$

Des auteurs ont proposé une forme simplifiée de ce facteur comme celle de Promvong et al. (2014), adoptée aussi par Chang et Huang (2014) puis Guo et al. (2015), le facteur de performance thermique (« Thermal Performance Factor » TPF) à puissance de pompage constante pour un tube est définie par :

$$TPF = \frac{\left( \frac{Nu}{Nu_0} \right)}{\left( \frac{f}{f_0} \right)^{\frac{1}{3}}} \quad \text{Équation 50}$$

L'indice 0 correspond à la valeur de référence. Ce facteur est aussi appelé « Performance Evaluation Criteria » (PEC). Cette expression suppose que l'écoulement vérifie les hypothèses pour lesquelles les équations de Blasius et Dittus-Boetler sont valides. C'est-à-dire que le nombre de Prandtl est compris entre 0,6 et 160, le nombre de Reynolds est supérieur à 10 000 et la distance depuis l'entrée du tube est supérieure à 10 fois le diamètre du tube.

Biegger, Sotgiu, et Weigand (2015) utilisent aussi le paramètre « Reynolds analogy performance »

$$\frac{\left( \frac{Nu}{Nu_0} \right)}{\left( \frac{f}{f_0} \right)} \quad \text{Équation 51}$$

Une autre approche (Saqr et Wahid, 2014) pour comparer les performances des systèmes étudiés utilise la notion d'entropie ou d'exergie. Les auteurs utilisent le nombre de Bejan thermodynamique :

$$Be = \frac{S_{\Delta T}}{(S_{\Delta T} + S_{\Delta P})} \quad \text{Équation 52}$$

Avec :

$S_{\Delta P}$  Entropie générée par la dissipation visqueuse,  $J.K^{-1}$

$S_{\Delta T}$  Entropie générée par le transfert thermique,  $J.K^{-1}$

Ces quantités sont difficiles à quantifier expérimentalement et sont donc déterminées par calcul numérique. Une autre façon de définir le nombre de Bejan consiste à considérer ce nombre sous l'aspect mécanique des fluides en comparant l'énergie perdue par frottement mesurée par la perte de pression et l'énergie thermique transférée. Il correspond au rapport des forces visqueuses sur le transfert thermique par diffusion. On le définit de la manière suivante :

$$Be = \frac{\Delta p L_c^2}{\alpha \mu}$$

Équation 53

Avec :

$L_c$  Longueur caractéristique, m  
 $\alpha$  Diffusivité thermique,  $\alpha = \frac{\lambda}{\rho c_p}$ , m<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup>  
 $\mu$  Viscosité dynamique, Pa.s

#### 4.1.2.2 Étude numérique des techniques passives

La rapide progression des performances des matériels informatiques facilite l'utilisation des logiciels de mécanique des fluides numérique. Les études numériques sont de plus en plus nombreuses ces dernières années. Le Tableau 14 recense quelques études récentes.

Tableau 14. Etudes numériques des techniques passives.

| Référence                                                  | Logiciel                      | Modèle de turbulence | Taille du maillage (nombre de cellules) | Validation expérimentale | Transfert de chaleur |
|------------------------------------------------------------|-------------------------------|----------------------|-----------------------------------------|--------------------------|----------------------|
| (Ahmadvand, Najafi, et Shahidinejad, 2010)                 | Fluent                        | RSM                  | 350 000                                 | X                        | X                    |
| (Beaubert et al., 2015)                                    | OpenFOAM                      | laminaire            | 800 000                                 | -                        | -                    |
| (Bhadouriya, Agrawal, et Prabhu, 2015)                     | Fluent                        | RNG k-ε              | 180 000                                 | X                        | X                    |
| (Biegger, Sotgiu, et Weigand, 2015)                        | OpenFOAM                      | DES                  | 9 000 000                               | X                        | X                    |
| (Eiamsa-ard et al., 2014)                                  | ?                             | RNG k-ε              | 400 000                                 | X                        | X                    |
| (Guo et al., 2015)                                         | Fluent                        | laminaire            | 1 700 000                               | -                        | -                    |
| (Khoshvaght-Aliabadi, Zangouei, et Hormozi, février 2015a) | ? (méthode des volumes finis) | laminaire            | 1 407 120                               | X                        | X                    |
| (Li et al., 2015a)                                         | Fluent                        | RSM                  | 4 350 000                               | -                        | -                    |
| (Palsson, Beaubert, et Lalot, 2013)                        | OpenFOAM                      | laminaire            | 538 000                                 | -                        | -                    |
| (Rocha, Bannwart, et Ganzarolli, 2015)                     | Phoenics                      | laminaire            | 38 000                                  | X                        | -                    |
| (Saqr et Wahid, 2014)                                      | Fluent                        | Realizable k-ε       | 86 000                                  | -                        | X                    |
| (Tian et Barigou, 2015) <sup>1</sup>                       | CFX                           | laminaire            | 960 000 <sup>2</sup>                    | -                        | X                    |
| (Wannassi et Monnoyer, 2015)                               | CFD-ACE+                      | SST k-ω low-Re       | 9 000 000                               | X                        | X                    |
| (Zonta, Marchioli, et Soldati, 2013) <sup>3</sup>          | -                             | DNS                  | 4 381 872                               | -                        | -                    |

<sup>1</sup>Le système étudié utilise simultanément une technologie passive et active.

<sup>2</sup>Le nombre total de cellules du maillage n'est pas précisé explicitement.

<sup>3</sup>Etude d'un système biphasique

De nombreux logiciels sont utilisés associés à différents modèles de turbulence et des utilisations très diverses. Les résultats obtenus numériquement permettent d'avancer dans la compréhension des phénomènes et d'éviter de multiplier les expérimentations coûteuses même si celles-ci sont inévitables pour pouvoir valider les théories proposées.

Dans les travaux de Li et al. (2015a) et Li et al. (2017), les modèles Reynolds Averaged Navier-Stokes (RANS) et Large Eddy scale (LES) ont été utilisés pour déterminer la dynamique des écoulements générés après le passage du fluide au travers d'un tube à 4 lobes. Le modèle LES permet de déterminer les oscillations des contraintes pariétales ainsi que l'augmentation de leur niveau moyen. Ces travaux montrent l'intérêt de ce type de modification de la géométrie pour accroître l'efficacité des opérations de Nettoyage En Place (NEP) dans les installations industrielles sans toutefois réaliser les expérimentations nécessaires à la validation de ces résultats numériques. Le tube à 4 lobes décrit précédemment produit un écoulement tournant ou écoulement swirlé qui va être présenté dans ce qui suit.

#### **4.1.3 Les écoulements tourbillonnaires ou de swirl dans les tubes droits**

Les écoulements de type swirl dans les tubes peuvent être classés en deux catégories. Cette classification peut aussi s'appliquer à d'autres formes de modification de l'écoulement. D'une part, les écoulements à swirl continu qui permettent de maintenir l'écoulement tournant tout au long du tube et d'autre part les écoulements à swirl décroissant (Martemianov et Okulov, 2004) qui créent une perturbation importante en aval de l'insert qui décroît en fonction de la distance axiale.

##### Écoulement à swirl continu

Un exemple d'écoulement à swirl continu est donné par Lim, Hung, et Tan (2017). Le principal inconvénient des écoulements à swirl continu quand on les compare au écoulement à swirl décroissant est la puissance de pompage supérieure nécessaire au maintien de l'intensité du swirl.

##### Caractérisation des écoulements à swirl décroissant

Un module de swirl est un dispositif passif qui génère une forte composante de vitesse tangentielle dans un tube droit. L'intensité de l'écoulement de type swirl est évaluée par le calcul d'un nombre de swirl. Une expression générale a été établie par Martemianov et Okulov (2004). Saqr et Wahid (2014) ont montré numériquement que le nombre de swirl est proportionnel au nombre de Nusselt et ont préconisé de choisir judicieusement la valeur du nombre de swirl pour éviter des conditions thermodynamiques désavantageuses conduisant à la génération d'entropie. Beaubert et al. (2016) et Najafi, Mousavian, et Amini (2011) ont étudié numériquement la

décroissance du nombre de swirl. Ils ont montré que l'effet du dispositif de swirl sur l'écoulement est limité à une distance qui dépend des conditions expérimentales. Cela implique que plusieurs dispositifs de swirl sont nécessaires si l'on souhaite maintenir l'écoulement tournant sur une longue distance. Dans l'article de Palsson, Beaubert, et Lalot (2013), l'étude de mécanique des fluides numérique d'un écoulement à swirl décroissant montre une augmentation des contraintes pariétales sur une distance variant de 10 à 45 diamètres de tube en fonction du nombre de Reynolds. Une étude expérimentale conduite par Bauduin (2014) montre que la contrainte pariétale peut augmenter de 50 % par rapport à un écoulement établi dans un tube droit sur une distance de 40 diamètres de tube. Cela confirme les résultats numériques obtenus par Palsson, Beaubert, et Lalot (2013). La conception raisonnée de la géométrie d'un dispositif de swirl est décrite dans la publication de Beaubert et al. (2015) qui montre comment on peut utiliser des résultats de mécanique des fluides numérique pour déterminer une géométrie optimale pour obtenir le meilleur rapport portance sur traînée avec un nombre de swirl élevé en régime laminaire.

Les écoulements avec swirl se caractérisent par l'existence d'un profil de vitesse tangentielle qui s'ajoute à la composante axiale. Un obstacle placé dans une conduite cylindrique ou l'injection d'un fluide dans une direction différente de celle de l'axe de la conduite sont des moyens d'obtenir un écoulement avec swirl. Pour caractériser les écoulements avec swirl, plusieurs auteurs ont choisi d'utiliser un nombre de swirl géométrique avec différentes définitions. La définition la plus simple utilise l'angle que forme le générateur de swirl (ailette ou jet) avec l'axe du tube. Une autre possibilité est de calculer le rapport entre une vitesse tangentielle et une vitesse axiale. En utilisant ces nombres de swirl géométriques, de nombreux auteurs caractérisent les écoulements avec swirl par une relation de procédé classique faisant intervenir les nombres de Nusselt, Prandtl et Reynolds à l'image des relations de procédé faisant intervenir un facteur de forme.

De manière plus générale, l'intensité de swirl est caractérisée par un nombre de swirl ( $S$ ).  $S$  représente le rapport entre le flux axial de quantité de mouvement tangentielle ( $G_\theta$ ) et le flux axial de quantité de mouvement axiale multiplié par le rayon de la conduite ( $RG_x$ ). Une définition de ce nombre pour un tube est donnée dans la publication de (Martemianov et Okulov, 2004) :

$$S = \frac{G_\theta}{RG_x} = \frac{\int \rho U_\theta U_x r d\Sigma}{R \int (\rho U_x^2) d\Sigma} \quad \text{Équation 54}$$

Avec :

$U_x$  Composante axiale du vecteur vitesse,  $m.s^{-1}$

$U_\theta$  Composante tangentielle du vecteur vitesse,  $m.s^{-1}$

|          |                                                              |
|----------|--------------------------------------------------------------|
| r        | Coordonnée radiale, m                                        |
| R        | Rayon de tube, m                                             |
| $\rho$   | Masse volumique, kg.m <sup>-3</sup>                          |
| p        | Pression, Pa                                                 |
| $\Sigma$ | Surface correspondante à une section de tube, m <sup>2</sup> |

Le calcul de S étant complexe, il nécessite la connaissance des champs de vitesse, de nombreuses expressions simplifiées ont été proposées par les auteurs (Ahmadvand, Najafi, et Shahidinejad, 2010 ; Aidun et Parsheh, 2007 ; Li et al., 2015b ; Steenbergen et Voskamp, 1998). Plus récemment, Biegger, Sotgiu, et Weigand (2015) ont proposé l'expression suivante :

$$S = \frac{\int_0^R \rho U_\theta U_x 2\pi r^2 dr}{R \int_0^R \rho U_x^2 2\pi r dr} \quad \text{Équation 55}$$

Pour les auteurs Liu et Sakr (2013), les écoulements peuvent être classés en fonction de la valeur du nombre de swirl :

- $0 < S < 0,65$  - faible intensité de swirl
- $S > 0,65$  - forte intensité de swirl
- $S \geq 1,0$  - très forte intensité de swirl

Les nombres de Reynolds et de swirl sont souvent utilisés pour décrire les écoulements swirlés (tourbillonnaires). Cependant, ils ne décrivent pas de manière unique une structure d'écoulement. Des écoulements avec des nombres de Reynolds et de swirl identiques peuvent avoir une distribution de vitesses angulaires différentes ayant des conséquences différentes sur les transferts de chaleur et de masse (Martemianov et Okulov, 2004).

Peu d'études se sont attachées à caractériser la structure des écoulements générés par des modules du type swirl. Aidun et Parsheh (2007) ont tenté d'expliquer un phénomène d'inversion de rotation du tourbillon rotationnel en utilisant des techniques de mesure du type LDV 2C (Laser Doppler Velocimetry 2 Components). Le mécanisme proposé consiste en un système de tourbillons secondaires et tertiaires qui seraient à l'origine de l'inversion du sens de rotation. Bauduin (2014) a aussi utilisé la technique par vélocimétrie laser Doppler pour caractériser les écoulements en conduite cylindrique avec swirler. La mesure des vitesses tangentielles et axiales a permis d'évaluer les nombres de swirl locaux pour plusieurs valeurs de nombre de Reynolds. L'auteur a complété cette étude par des mesures de contraintes pariétales. La technique électrochimique utilisée permet de mesurer des contraintes pariétales locales. Le frottement pariétal

est encore le double de sa valeur nominale à une distance de 20 fois le diamètre intérieur de la conduite pour des nombres de Reynolds compris entre 1000 et 2000.

### Structure de l'écoulement et mécanismes d'encrassement

Les mécanismes de l'encrassement protéique d'origine laitière ont été largement étudiés par de nombreuses équipes de recherche cependant l'effet d'un écoulement à swirl décroissant sur l'encrassement n'a pas été mis en évidence. Jusqu'à présent, les travaux se sont focalisés sur l'étude des propriétés de la solution encrassante et de la surface de dépôt et de leur action sur les mécanismes d'encrassement dans des conditions opératoires données (Bansal et Chen, 2006 ; Boxler, 2014 ; Visser et Jeurnink, 1997 ; de Wit, 2009). Khaldi et al. (2015) et Blanpain-Avet et al. (2016) ont décrit en détail l'encrassement des échangeurs de chaleur à plaques par des solutions de protéines de lactosérum. Les auteurs ont montré, d'une part, l'effet de la concentration en calcium sur la quantité de dépôt formé et d'autre part, le lien entre le rapport des paramètres cinétiques de dépliement et d'agrégation des protéines ( $k_u/k_{agg}$ ) et les masses de dépôt mesurées. L'étude bibliographique dans le chapitre 1 montre que peu d'auteurs ont approfondi l'étude du lien entre la structure de l'écoulement et la formation des dépôts. Parmi les études disponibles, l'une des plus proches de notre étude sur l'effet d'un écoulement de type swirl porte sur l'effet de l'influence de la vitesse d'écoulement sur l'encrassement. Les contributions des vitesses de cisaillement du fluide encrassant ainsi que celle de sa température sur la dénaturation de protéines ont été étudiées par Simmons, Jayaraman, et Fryer (2007). Ils ont créé différentes conditions avec plusieurs vitesses de cisaillement dans un dispositif de Couette et mesuré la taille des agrégats par des techniques d'analyse d'images. Plusieurs hypothèses ont été proposées pour expliquer les mécanismes mis en jeu. A basse température, les agrégats sont petits et faiblement liés alors que pour des températures plus élevées, la taille des agrégats est importante et ils sont fortement liés par l'effet de liaisons covalentes résultant de l'exposition du groupement thiol. Les auteurs ont observé que l'agrégation des particules dépendait du champ des contraintes et de la cohésion des particules. Dans ces conditions expérimentales, le produit s'appauvrit au cours du temps ce qui n'est pas le cas dans un procédé continu.

Une étude plus récente (Kerche, Weterings, et Beyrer, 2016) explore l'effet du taux du cisaillement et de la température sur l'agrégation des protéines. Ces expérimentations ont été conduites dans un échangeur de chaleur tubulaire où le degré de dénaturation était mesuré par chromatographie liquide haute performance. La taille des particules était mesurée par une méthode de diffusion statique de la lumière. La conclusion principale de cette étude est que l'effet dominant est différent suivant qu'il s'agit d'un échangeur de chaleur tubulaire dans un procédé continu ou

d'un appareil de laboratoire fonctionnant en mode discontinu. En fait, la vitesse d'écoulement n'a aucun effet sur l'agrégation des protéines dans un système continu comme des échangeurs à plaques ou tubulaires et c'est le traitement thermique du produit (couple temps-température) qui peut expliquer le mieux les transformations au sein du produit. L'importance du facteur température a aussi été mise en évidence dans Petit et al. (2013).

De nombreuses techniques sont employées pour accroître les performances des échangeurs de chaleur. Parmi celles-ci, les méthodes passives ont l'avantage de ne pas nécessiter un apport d'énergie supplémentaire. Leur inconvénient réside dans l'augmentation des pertes de pression dans les circuits provoquées par des frottements plus importants. Malgré cette contrainte, plusieurs auteurs ont montré que les gains en performance thermique peuvent dépasser les pertes de performance hydraulique. Cependant ces études ne tiennent pas compte des phénomènes de déposition à la surface des parois d'écoulement. Une autre lacune concerne l'explication scientifique des modifications thermohydrauliques apportées par les systèmes d'amélioration des transferts thermiques. De manière identique assez peu d'explications théoriques sont données sur la modification des mécanismes de dépôt. De nombreuses études se limitent à donner les constantes d'une relation de procédé qui relie les nombres sans dimension entre eux. Parmi les techniques passives, celles générant un écoulement avec swirl décroissant présentent un intérêt particulier puisqu'elles permettent d'augmenter de manière importante les contraintes pariétales en aval de l'élément à l'origine de la modification de l'écoulement avec une perte de pression moins importante qu'un système à swirl constant. En effet, nous avons vu que la contrainte pariétale pouvait limiter la formation de dépôt car elle intervenait dans les modèles de déposition dans un terme d'enlèvement. De manière identique, une contrainte pariétale importante favorise le décrochage des souillures lors du nettoyage.

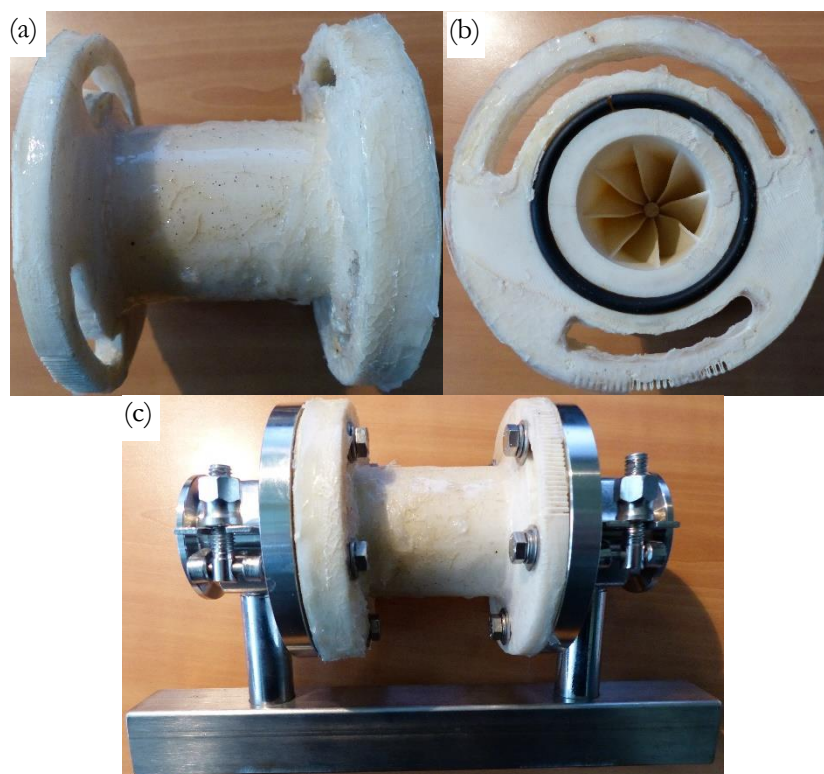
Les nombreuses études dédiées à l'encrassement dû aux protéines d'origine laitière permettent de mieux comprendre les mécanismes de dépôts dans les conduites des installations de transformation des produits. L'utilisation d'un écoulement avec swirl pour limiter la formation de ces dépôts protéiques est un sujet qui n'a pas encore fait l'objet d'une étude expérimentale.

## **4.2 MATERIELS ET METHODES**

Dans cette partie, je décris les techniques et installations expérimentales utilisées pour étudier l'impact de la présence d'un mélangeur statique, créant un écoulement du type swirl, sur la formation d'un dépôt de protéines laitières.

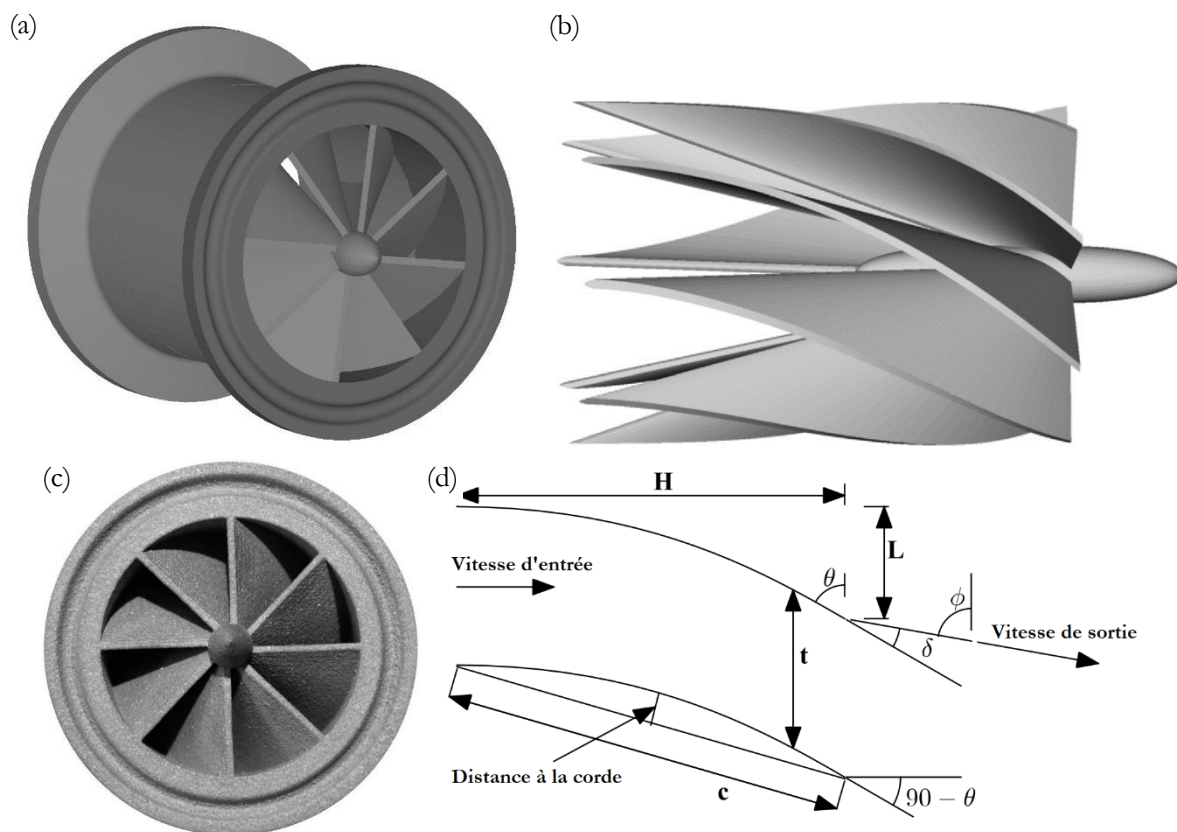
#### 4.2.1 Le module de swirl utilisé

Une première version du module a été fabriquée par impression 3D en ABS par l'Université de Valenciennes (Figure 47). Des brides ont été construites par l'atelier de mécanique de l'INRA (Figure 47 c) pour permettre l'insertion du module entre la sortie de la zone de chauffage et l'entrée de la zone de chambrage. L'inconvénient de ce module est que l'ABS ne résiste pas à des températures supérieures à 80 °C avec une température de transition vitreuse de 105 °C. La porosité de ce matériau est un autre inconvénient qui empêche toute utilisation du module sous pression.



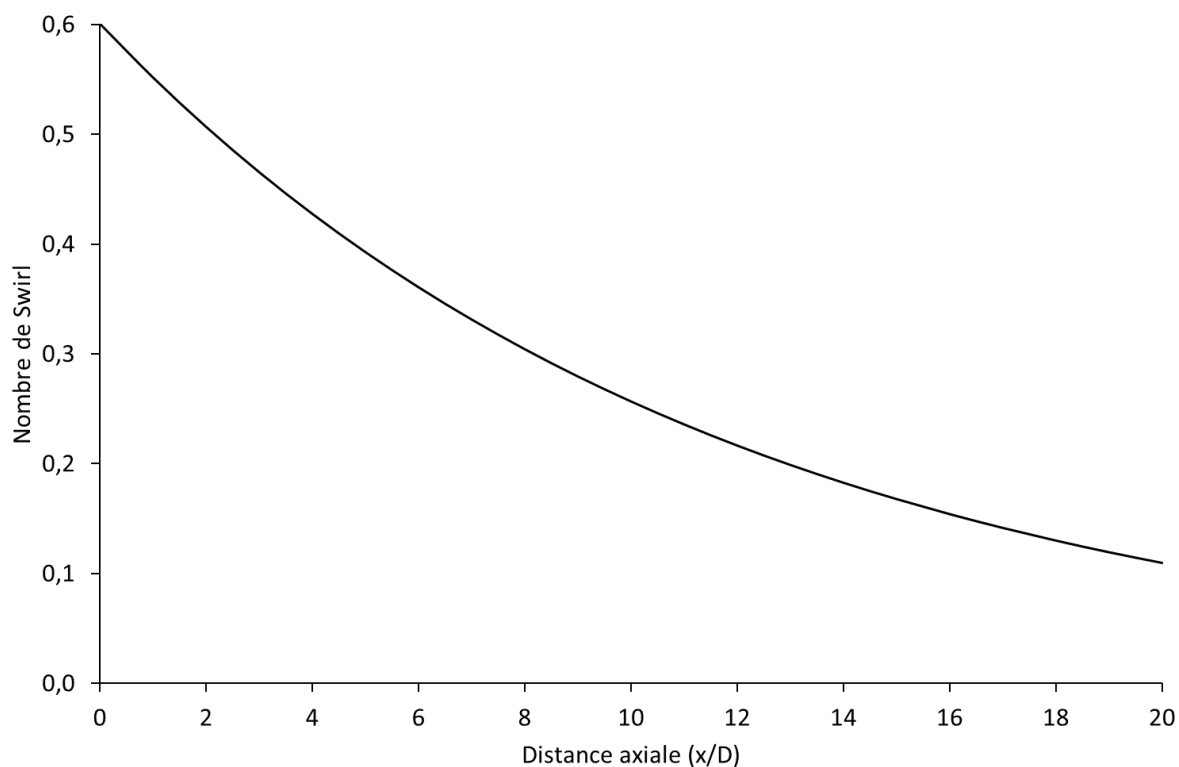
**Figure 47. Module de swirl en ABS. Vue de profil (a), vue du côté de l'entrée du fluide (b) et équipé de brides d'adaptation pour des raccords tri-clamp (c).**

Un dispositif de swirl plus robuste a été fabriqué en acier inoxydable de type 316L par la société Cresilas (Marcoussis, France) par une technique de frittage laser souvent utilisée pour produire des prototypes en métal à partir d'un fichier contenant le plan de la pièce au format stéréolithographique (STL). Le matériau utilisé est idéal pour une utilisation proche des conditions rencontrées en industrie où les matériaux sont soumis à des températures et des pressions élevées ainsi qu'à l'action des produits chimiques. Une image 3D du module est présentée sur la Figure 48(a), c'est à partir de ce modèle que le fichier STL est généré. La précision de fabrication est inférieure à 50  $\mu\text{m}$  ce qui donne un aspect granuleux à la surface de l'objet comme on peut le voir sur la photo présentée dans la Figure 48(c). La rugosité moyenne ( $R_a$ , moyenne arithmétique des écarts à la ligne moyenne) a été mesurée à l'aide d'un rugosimètre de laboratoire (MarSurf XR 20, Mahr, Göttingen, Allemagne). La valeur de  $R_a$  varie entre 2,72 et 4,56  $\mu\text{m}$ .



**Figure 48. Module de swirl à 8 ailettes. (a) Vue en perspective du modèle 3D. (b) Vue de côté du module de swirl (c) Photo du dispositif côté sortie (d) Paramètres dimensionnels de l'ailette.**

Ce dispositif est décrit de manière détaillée dans un manuscrit de thèse (Bauduin, 2014) où l'auteur a étudié les écoulements générés par ce module. Le diamètre du cylindre est noté  $D$ . Les valeurs des paramètres dimensionnels sont  $t = \frac{\pi D}{8}$ ,  $H = 3D$ ,  $\theta = 48^\circ$  et le diamètre du cœur est  $D/6$  et donc  $L = 5D/12$ . L'angle entre l'ailette et la vitesse de sortie  $\delta$  est estimé à  $4^\circ$ . Le nombre de swirl atteint la valeur élevée de 0,41 à une distance axiale de 4,5 diamètres de conduite en aval de la sortie du module. La méthodologie de conception a été publiée dans Beaubert et al. (2015). Ce dispositif a été conçu dans le but d'obtenir un écoulement tournant à sa sortie. Sa géométrie permet de dévier le fluide de sa trajectoire tout en minimisant la perte de pression associée. Cette modification du profil des vitesses entraîne une augmentation de la vitesse à proximité de la paroi et, par voie de conséquence, une augmentation de la contrainte pariétale.



**Figure 49. Décroissance exponentielle du nombre de Swirl S en fonction de la distance axiale ( $Re = 10\,000$ ).**

La Figure 49 montre la décroissance exponentielle du nombre de Swirl avec la distance depuis la sortie du module de swirl à partir des données expérimentales présentées dans Bauduin (2014) pour un nombre de Reynolds de 10 000.

#### **4.2.2 La solution de protéines laitières**

##### **4.2.2.1 Choix d'une solution encrassante**

Le produit permettant d'obtenir la formation d'un dépôt à la paroi d'un tube en acier inoxydable a été choisi pour répondre à plusieurs contraintes :

- Former un dépôt de manière contrôlée.
- Facilité de préparation du produit.
- Utiliser un produit rencontré dans l'industrie agroalimentaire.

La solution de protéines laitières utilisée a fait l'objet de plusieurs études à l'INRA (Khaldi, Ronse, et al., 2015). La solution modèle est une solution à base d'isolats de protéines laitières (WPI) conditionnés sous forme de poudre. Le nom commercial de la poudre utilisée est « Promilk 852 FB1 ». Elle est produite par la société Ingredia (Arras, France). Sa composition est décrite dans le tableau suivant :

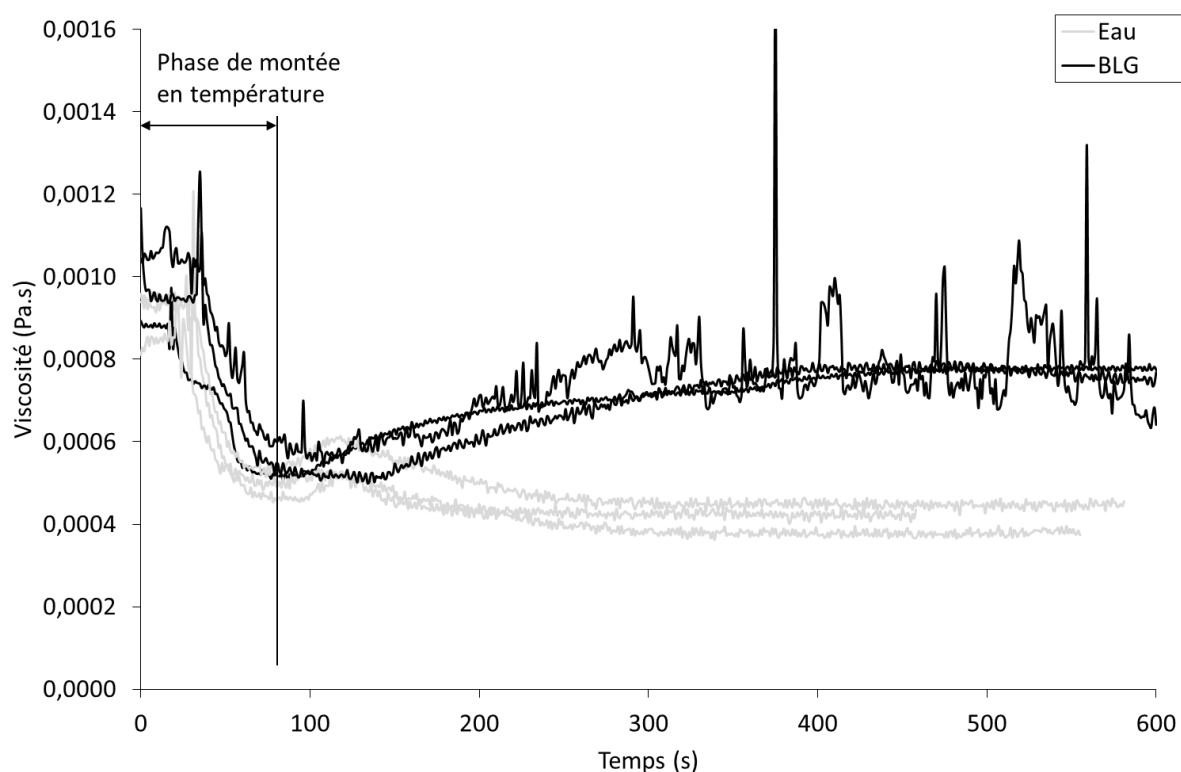
**Tableau 15. Composition de la poudre de protéines de lactosérum**

| <b>Composants</b>         | <b>Promilk 852 FB1 (% p/p)</b> |
|---------------------------|--------------------------------|
| Protéines (Autres)        | 0,8                            |
| Protéines (BLG)           | 66,0                           |
| Protéines ( $\alpha$ -La) | 13,3                           |
| Lipides                   | 1,0                            |
| Lactose                   | 11,0                           |
| Minéraux (Autres)         | 2,9                            |
| Calcium                   | 0,4                            |
| Sodium                    | 1,7                            |
| Phosphate                 | 2,4                            |

La solution est préparée avec de l'eau osmosée à une concentration de 1 % p/p en poudre de protéines. Le taux de calcium est ajusté par addition de  $\text{CaCl}_2$  de manière à atteindre une concentration de  $(95 \pm 5)$  ppm. La concentration en calcium est mesurée par une méthode spectroscopique d'absorption atomique (Agilent 55B AA, Agilent Technologies, Santa Clara, USA).

#### **4.2.2.2 Les mesures rhéologiques**

Dans la plupart des études, la rhéologie de la solution de BLG est rarement étudiée et la plupart des études considèrent que la viscosité des solutions de protéine est proche de celle de l'eau pour des concentrations inférieures à 5 % p/p. Les mesures effectuées au laboratoire montrent que la rhéologie de ce type de solution est plus complexe et évolue au cours du temps en fonction du traitement thermique appliqué (Figure 50) et des sollicitations mécaniques subies par le produit. Ceci est en adéquation avec les observations de Erabit, Flick, et Alvarez (2014).



**Figure 50. Évolution au cours du temps de la viscosité de l'eau et de la BLG portées à 80 °C.**

La mesure de viscosité de la solution a été réalisée à l'aide d'un rhéomètre RH 30 S de marque Contraves. La cuve contenant le corps de mesure constitué d'un double entrefer est plongée dans un bain à température contrôlée. La viscosité de la solution de BLG préparée à partir d'une poudre de protéines diluée à 1 % p/p peut atteindre le double de la viscosité de l'eau dans certaines conditions. Le régime d'écoulement peut donc évoluer dans l'installation avec un débit de circulation constant. Cette connaissance plus précise de la rhéologie du produit montre que les propriétés physiques de l'eau ne peuvent pas être utilisées pour décrire précisément les solutions de protéines laitières notamment pour le calcul du nombre de Reynolds.

### 4.2.3 Les essais d'encrassement

#### 4.2.3.1 La plateforme expérimentale

L'installation expérimentale est présentée sur la Figure 51. La plateforme expérimentale est constituée d'une cuve produit et de deux échangeurs de chaleur à plaques (modèle V7, Alfa-Laval Vicarb, France) utilisés pour atteindre la température de traitement souhaitée. Une pompe

volumétrique de type Moineau (PCM SA, Levallois Perret, France) assure un débit de produit constant de 300 L/h côté froid de l'échangeur. La zone de préchauffage fait passer la température du produit de l'ambiante à 65 °C. Une seconde boucle d'eau chaude est utilisée par la zone de chauffe pour atteindre la température de consigne qui correspond à la température de la zone de chambrage où est située la zone de test. La zone de test est constituée de plusieurs tronçons, ce qui permet d'évaluer la masse de dépôt en fonction de la distance.

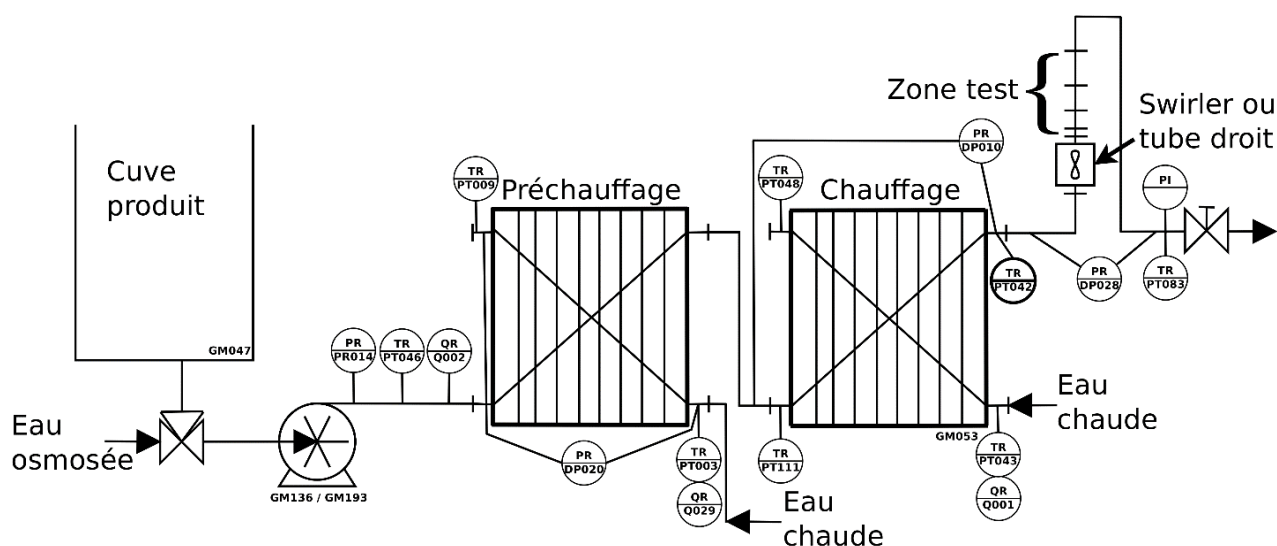


Figure 51. Schéma de la plateforme expérimentale (UMET, INRA, Villeneuve d'Ascq).

L'expérimentation démarre avec de l'eau osmosée. Dès que les débits de produit et d'eau chaude et les températures sont stabilisés, l'alimentation du circuit est basculée vers la cuve contenant la solution de protéines à l'aide d'une vanne trois voies. La zone de test est placée immédiatement après la zone de chauffage et se compose d'une série de tubes droits connectés entre eux par des raccords clamp. A l'entrée de cette zone, on peut insérer le module de swirl ou un tube droit de même longueur. En fin de circuit, une vanne manuelle à membrane souple assure la mise en pression de l'installation et son remplissage.

#### 4.2.3.2 Instrumentation de la plateforme

Le système d'acquisition de données C011 (modèle 34970A, Keysight Technologies, Santa Rosa, USA) enregistre les températures, débits et pression lors des expérimentations. La mesure des débits du circuit produit et eau chaude au niveau du préchauffage et du chauffage est assurée par 3 débitmètres électromagnétiques à induction de marque Khrone et Foxboro. La mesure des températures, tout au long du parcours du produit et au niveau des entrées-sorties des échangeurs se fait à l'aide de sondes de platine 100 ohms insérées dans des doigts de gant. La mesure des pertes

de pression dans chacune des zones d'échange de chaleur ainsi que dans la zone de test correspondant à un maintien à température constante est réalisée par 3 capteurs de pression différentielle. Le système d'enregistrement de données collecte l'ensemble des signaux fournis par les capteurs toutes les 15 secondes pendant toute la durée d'un essai.

Deux modules spécifiques (Figure 52) équipés de thermocouples permettent de mesurer la température en paroi interne des tubes.

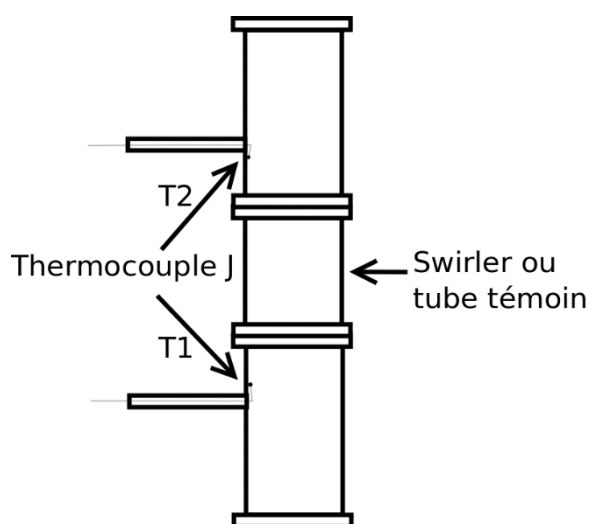


Figure 52. Dispositif de mesure de la température en paroi interne des tubes.

#### 4.2.3.3 Conditions expérimentales pour la formation des dépôts

L'essai de référence a été répété trois fois (les répétitions sont notés A, B et C) pour les mêmes conditions expérimentales. Cet essai consiste à maintenir la température du produit à 85 °C pendant 1 h 30. Trois autres tests ont été réalisés dans des conditions expérimentales différentes (notés D, E et F). Les essais D à F explorent différentes conditions de température, concentration en protéine et durée de traitement. La composition de la solution, sa température à l'entrée de la zone de test ainsi que la durée de l'essai d'encrassement sont présentées dans le Tableau 16. La durée de l'essai reportée dans ce tableau correspond à la durée pendant laquelle la solution de protéine circule dans l'installation. La température apparaissant dans le tableau est celle mesurée par le capteur de température PT042 de la Figure 51 et correspond à la température fixée à la sortie de la zone de chauffe.

**Tableau 16. Conditions expérimentales pour la réalisation des essais avec ou sans écoulement swirl.**

| Test | Calcium (ppm) | Poudre de protéines (p/p) | Température (°C) | Durée de l'essai (min) |
|------|---------------|---------------------------|------------------|------------------------|
| A    | 96,0          | 1 %                       | 85               | 90                     |
| B    | 97,0          | 1 %                       | 85               | 90                     |
| C    | n.m.*         | 1 %                       | 85               | 90                     |
| D    | 101,6         | 1 %                       | 82               | 90                     |
| E    | 92,4          | 0,5 %                     | 82               | 90                     |
| F    | 95,5          | 1 %                       | 82               | 180                    |

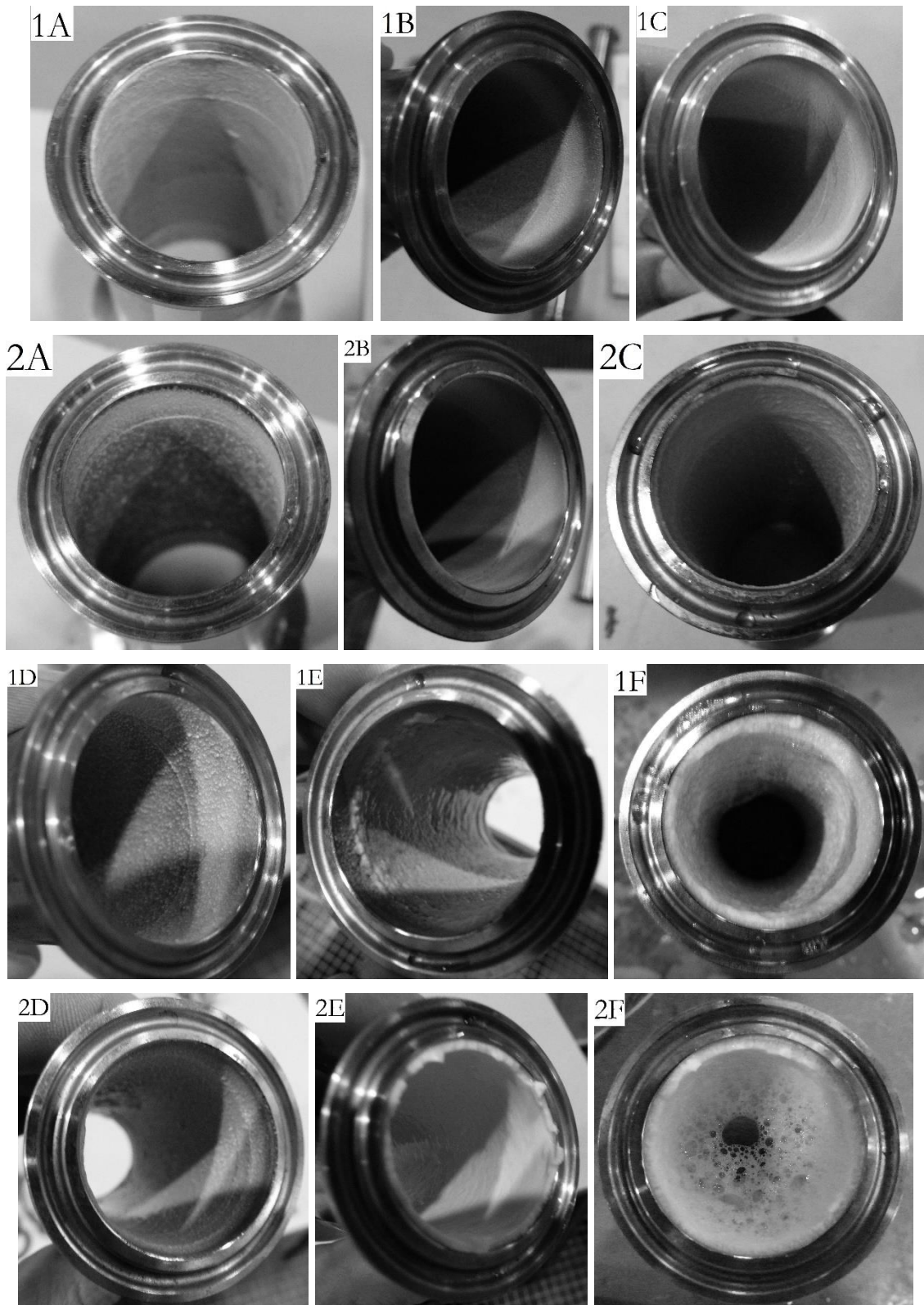
\* Non mesuré

Après chacun des essais, la masse de dépôt sèche de tous les canaux de l'échangeur de chaleur à plaques ainsi que des tubes de la section de test est pesée à l'aide de différentes balances en fonction la capacité maximale nécessaire (Mettler-Toledo PM300 ou PB4002-S, Colombus, OH, USA ; Precisa Gravimetrics AG, Dietikon, Suisse). Ensuite la masse de dépôt sèche mesurée dans la section test en présence d'écoulement swirl est comparée à celle formée avec un écoulement non perturbé.

## 4.3 RESULTATS ET DISCUSSION

### 4.3.1 Photographie des dépôts

Les photographies des dépôts formés dans les sections de tube droit en présence ou non du module de swirl pour les conditions A à F (Tableau 16) sont présentées sur la Figure 53. L'aspect visuel est proche avec ou sans présence d'un écoulement tournant (type swirl). Le dépôt présente une fine couche granuleuse qui devient aérée et volumineuse lorsque la quantité de dépôt devient plus importante. Ce dépôt blanc est caractéristique de l'adhésion des protéines dénaturées sous l'action de la chaleur comme décrit par de nombreux auteurs (Changani, Belmar-Beiny, et Fryer, 1997 ; Fryer, Christian, et Liu, 2006 ; Khaldi et al., 2018 ; Visser et Jeurnink, 1997).



**Figure 53. Photos des dépôts formés après une section de tube droit (1) et après le module de swirl (2). Les lettres A à F correspondent aux conditions expérimentales utilisées et décrites dans le Tableau 16.**

A partir de ces photos, il est difficile de mettre en évidence une modification des dépôts formés sous écoulement tourbillonnaire. A une température de 85 °C, le dépôt a une structure fine

alors qu'à 82 °C il devient beaucoup plus volumineux. A une température de 82 °C en sortie d'échangeur, le pic de concentration en BLG déplié apparaît plus loin dans l'installation. Cela explique pourquoi la masse de dépôt formée au niveau des tubes est plus importante qu'à une température de 85 °C.

La pesée des dépôts secs est un moyen de comparaison précis des dépôts afin d'évaluer l'impact de l'écoulement tournant sur la formation des dépôts.

#### **4.3.2 Comparaison des masses de dépôt**

L'évolution de la masse de dépôt sec en fonction de la distance à partir de l'entrée du module de swirl ou du tube droit est présentée sur les Figure 54a et b. Toutes les courbes présentent une décroissance exponentielle en fonction de la distance axiale. Ces essais expérimentaux réalisés dans des conditions différentes de température d'entrée montrent que cette allure de courbe ne dépend pas d'une variation de ce paramètre. En effet, la température diminue de moins de 0,3 °C 1 m après l'entrée dans la zone test. La variation de température ne pouvant pas expliquer cette décroissance des masses de dépôt, on peut alors faire l'hypothèse que ce résultat s'explique en considérant les cinétiques de dénaturation des protéines décrites par (Petit et al., 2013). Au-delà de 65 °C, les protéines natives passent de la forme native à une forme dépliée plus réactive (dénaturée) qui entraîne la formation d'agrégats et l'adsorption de celles-ci à la surface des parois. A l'entrée de la zone test, les protéines sont dépliées et prêtes à participer à la formation de dépôts. Quand la distance augmente, la solution circulant dans les tubes contient majoritairement des protéines agrégées au détriment des protéines dépliées. C'est un phénomène de déplétion de l'espèce dépliée de la BLG. De moins en moins de protéines réactives sont disponibles pour participer à la croissance du dépôt.

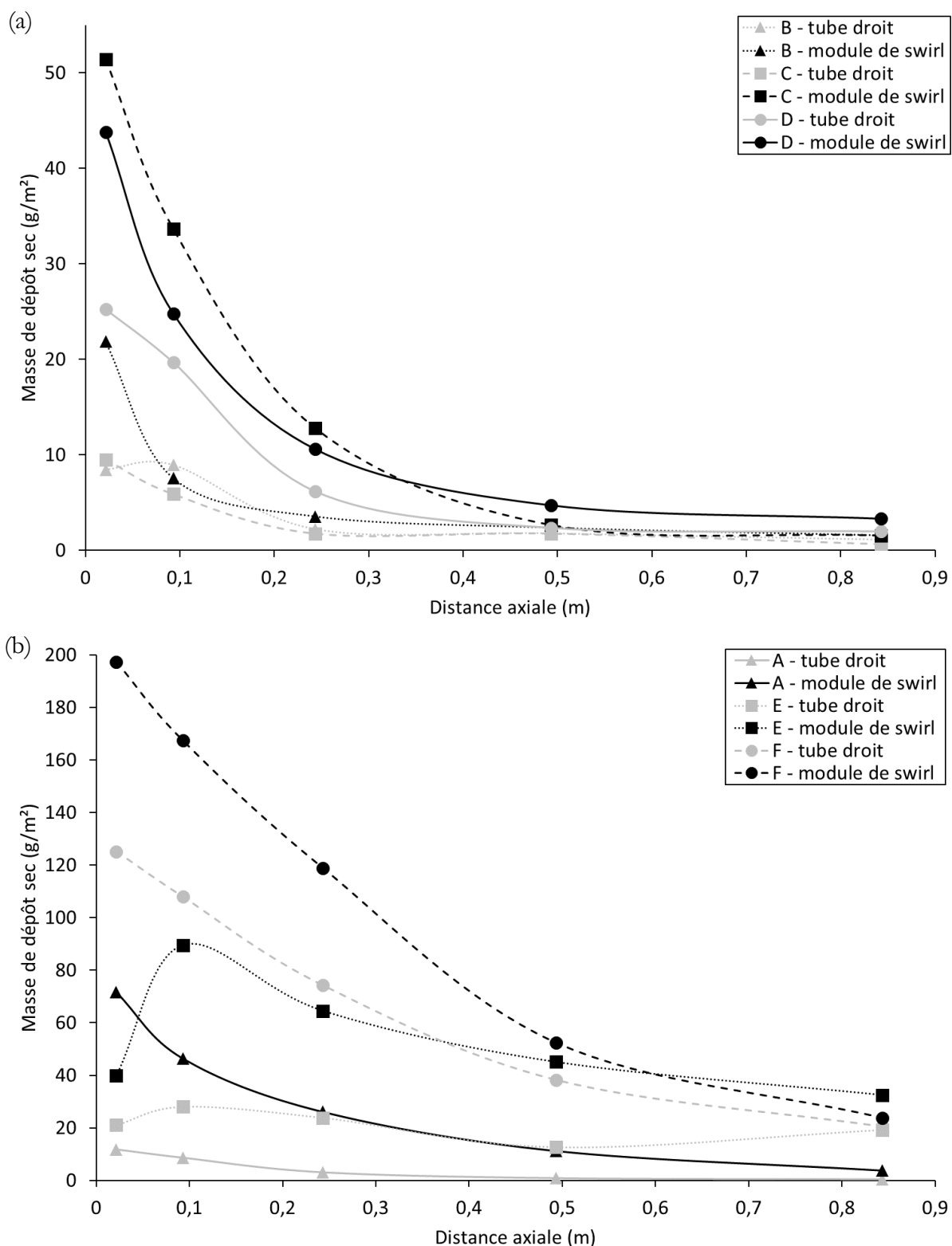
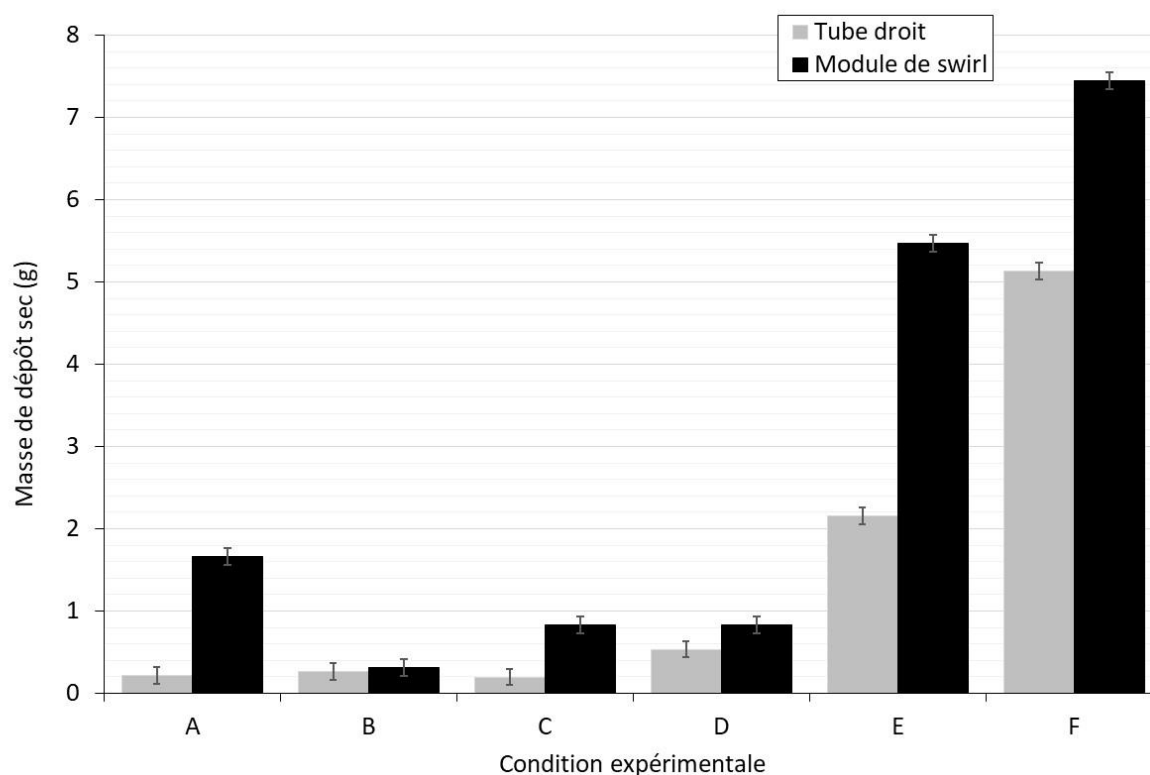


Figure 54. Évolution de la masse de dépôt sèche en aval du module de swirl ou d'un tube droit dans les conditions expérimentales A à F. L'erreur de mesure est inférieure à  $1 \text{ g}/\text{m}^2$ .

La différence entre les masses de dépôt sec en présence ou non du module de swirl décroît lorsqu'on s'éloigne de l'entrée. Cela s'explique par le type de perturbation, écoulement de swirl décroissant, générée par le module qui se rapproche d'un écoulement établi après 1 m. Cela montre que l'encrassement augmente avec le nombre de swirl. Cette remarque s'applique à toutes les conditions expérimentales explorées dans ce travail.

Les masses totales de dépôt sec obtenues avec ou sans écoulement tournant pour les conditions A à F sont présentées dans la Figure 55. Pour éviter des variations trop importantes pouvant nuire à l'interprétation des résultats de chaque essai, la même préparation de solution a été utilisée pour les deux essais de chacune des conditions expérimentales. La masse de dépôt sec a aussi été mesurée dans tous les canaux de l'échangeur de chaleur à plaques situé en amont de la zone test après chaque essai. Les variations constatées sont inférieures à 2 % pour les conditions A, C, E et F. Les variations pour la condition B et D sont respectivement de 12 % et 6 %. Cela montre une bonne répétabilité des essais.



**Figure 55. Masse totale de dépôt sec obtenue après un tube droit ou un module de swirl dans les conditions A à F avec les barres d'erreur de pesée.**

Un test de Wilcoxon apparié indique une masse de dépôt sec significativement différente en présence du module de swirl ( $p\text{-value} = 0,03125$ ). Une analyse de variance à deux facteurs (méthode de Student-Newman-Keuls) montre aussi une différence significative entre les masses de dépôt obtenues avec ou sans la présence du module de swirl ( $p\text{-value} = 0,049$ ). Pour toutes les

conditions A à F, la présence du module de swirl entraîne une augmentation de la masse de dépôt. Dans le cas B, la différence de masse de dépôt sec est inférieure à la précision de mesure de la balance et le résultat ne peut pas être pris en considération. La masse de dépôt est plus importante en présence d'un écoulement tournant et la différence augmente lorsque la masse de dépôt augmente. L'augmentation de la contrainte pariétale en condition d'écoulement tournant ne permet pas de limiter la croissance des dépôts. Une explication possible serait que la perturbation de l'écoulement induite par le module de swirl accroît les transferts de matière depuis le cœur de l'écoulement vers la paroi. Cela peut être l'effet prépondérant dans le cas d'une augmentation insuffisante de la contrainte pariétale. Dans ce cas, cela signifie que l'écoulement de type swirl accroît les transferts de matière des espèces précurseurs vers la paroi mais les perturbations apportées par l'augmentation des contraintes pariétales ne sont pas suffisantes pour empêcher le phénomène d'emboîtement, de fixation, d'imbrication à la paroi des espèces précurseurs du dépôt.

#### **4.3.3 Mesure de température en paroi interne**

Des essais spécifiques ont été réalisés pour montrer l'effet de l'écoulement tournant sur la distribution des températures à proximité de la paroi. La Figure 56 montre que la présence du module de swirl a pour conséquence une augmentation de la température en paroi interne en aval de la perturbation. Cette expérimentation montre que le coefficient de transfert de chaleur augmente en présence d'un écoulement de swirl ce qui confirme la démonstration théorique de Martemianov et Okulov (2004) montrant un accroissement des transferts de chaleur en présence d'un écoulement de swirl. De plus cette augmentation du coefficient d'échange est d'autant plus importante que le nombre de Reynolds est petit. D'autres études ont montré que le module de swirl est à l'origine d'une augmentation de la quantité de mouvement à proximité de la paroi (Bauduin, 2014) qui, combinée à une augmentation de température, peut expliquer l'augmentation de la masse de dépôt en présence de l'écoulement de swirl. Un écoulement de swirl a un impact négatif sur l'encrassement mais l'augmentation du coefficient d'échange thermique et de la quantité de mouvement à proximité de la paroi peut permettre d'accroître l'efficacité du nettoyage.

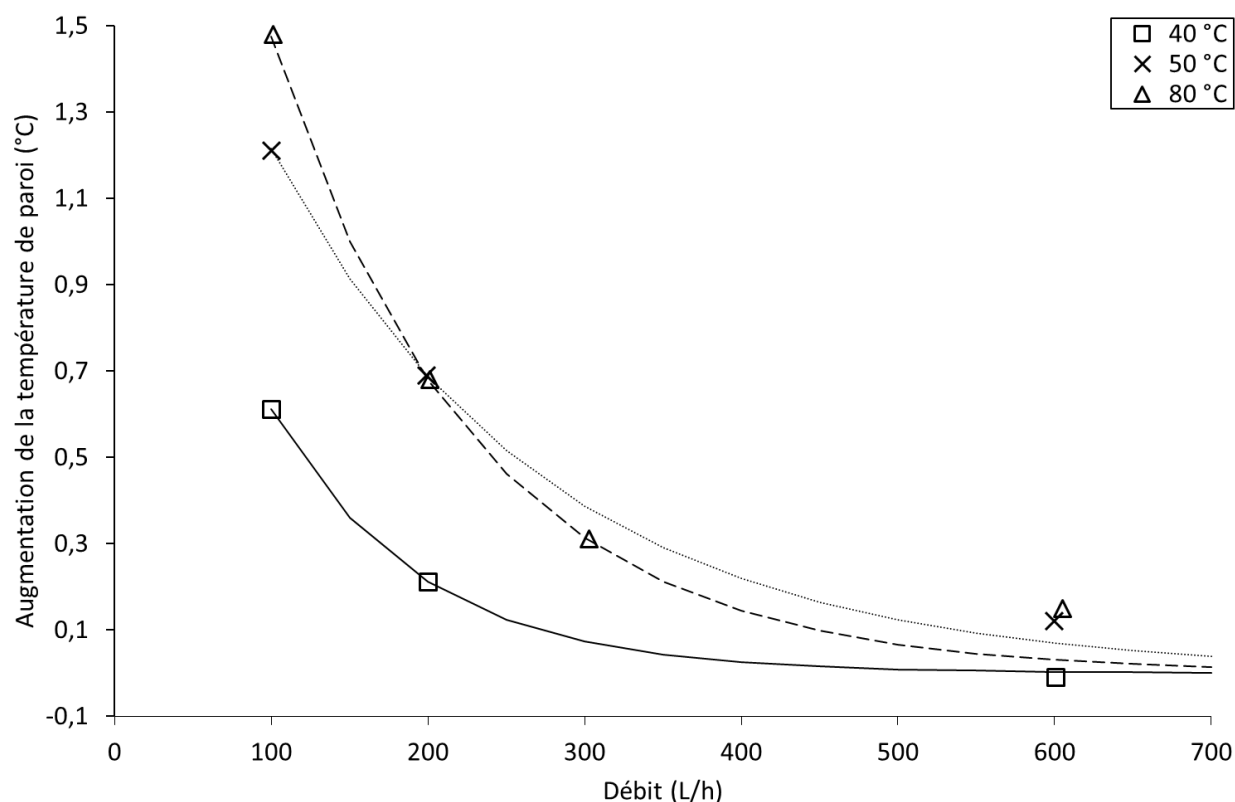


Figure 56. Augmentation de la température de paroi à l'intérieur du tube en présence du module de swirl par rapport à la température mesurée sans module.

#### 4.4 CONCLUSION

L'effet d'un dispositif passif de génération d'un écoulement de swirl sur la formation d'un dépôt protéique d'origine laitière a été étudié expérimentalement pour la première fois. Par ailleurs ce travail montre que le module de swirl étudié induit une intensification des échanges thermiques. Par comparaison des masses de dépôt sec, il a été montré que l'augmentation de la contrainte pariétale est insuffisante en comparaison de l'augmentation de la quantité de mouvement et de la température de paroi pour limiter la formation du dépôt. Le module de swirl favorisant la formation des dépôts, il doit être utilisé avec précaution même s'il permet d'améliorer les échanges de chaleur car les conséquences en ce qui concerne l'encrassement peuvent être négatives.



## 5 EFFET D'UN ECOULEMENT DE TYPE SWIRL SUR LE NETTOYAGE

---

Le swirler a un effet négatif en phase de production. Les dépôts se forment plus rapidement pour une ou plusieurs raisons qui peuvent être un flux de matière plus important, une température de paroi plus élevée ou un brassage accru au sein du fluide. On peut donc s'attendre à ce que l'effet de la présence du swirler soit positif au moment du nettoyage en place. Dans ce chapitre, je m'attache à quantifier l'effet d'un écoulement à swirl décroissant sur le nettoyage de dépôts protéiques d'origine laitière. Avant d'exposer les résultats obtenus par l'approche expérimentale conduite, une étude bibliographique présentant les problématiques de nettoyage sera présentée. Je présenterai également à la suite de cette bibliographie, les méthodes mises au point afin de pouvoir évaluer l'effet du swirler lors de la phase de nettoyage. En effet, pour pouvoir évaluer l'intérêt de ces promoteurs de turbulence au nettoyage, il est crucial de former de façon reproductible des dépôts à la surface de manchons tubulaires et d'être ensuite en capacité de suivre la cinétique de nettoyage avec précision. Nous détaillerons notamment la méthode optique d'analyse d'images mise au point pour l'évaluation du temps nécessaire à l'élimination des dépôts.

### 5.1 BIBLIOGRAPHIE : LE NETTOYAGE EN PLACE DES INSTALLATIONS

En dépit des enjeux importants liés à la maîtrise de cette opération unitaire, le nettoyage est encore relativement méconnu. Ceci s'explique par le fait qu'étudier le mécanisme de nettoyage nécessite comme prérequis de maîtriser la formation des dépôts et que peu d'équipes maîtrisent cet aspect sur des lignes de transformation industrielles.

#### 5.1.1 Les différentes étapes du nettoyage

Le mécanisme de nettoyage de dépôt laitier a été abordé par Fryer, Christian, et Liu (2006) et ces différentes étapes ont été présentées et plus récemment reprises dans la thèse de Boxler (2014). Le nettoyage se décompose en 3 étapes : Le « gonflement » par contact avec une solution alcaline, l'« érosion » par les forces de contrainte et la diffusion, et enfin la « décroissance » provoquée par les forces de contrainte et les phénomènes de transport massique. L'augmentation

de la contrainte pariétale couplée à une augmentation des transferts de matière peuvent avoir un impact sur les trois phases du mécanisme de nettoyage.

Ce n'est que récemment que des études sont consacrées à l'étape de nettoyage des installations. Ce sujet est donc encore relativement méconnu. En effet, peu de méthodes ont été développées pour suivre le nettoyage de dépôt laitier (à part le retour aux lignes de bases de la perte de charge, coefficient de transfert thermique ou résistance thermique, comme détaillé dans la partie bibliographie du chapitre 2). Récemment, Trinh et al. (2017) ont évalué la décroissance de la masse de dépôt lors d'un nettoyage en place au moyen de mesures de conductivité. Ils ont démontré que la variation de la conductivité était proportionnelle à la concentration de lait dilué rejeté dans de l'eau de lavage. Dans l'étude de Trinh et al. (2017), les conditions expérimentales sont telles que le dépôt a pu être facilement éliminé par une solution de nettoyage contenant uniquement de l'eau. Ils ont ensuite proposé un modèle pour la vitesse de nettoyage et montré expérimentalement que la vitesse de nettoyage augmentait avec la vitesse de circulation de la solution de nettoyage et la température de l'eau. Cependant, dans des conditions industrielles réelles où le dépôt se forme sous l'action d'un gradient de chaleur, celui-ci ne peut pas être éliminé sans ajout de produit détergent car il est beaucoup plus résistant qu'un dépôt formé dans des conditions de température constante et uniforme.

La technique classiquement utilisée pour éliminer un dépôt d'origine protéique consiste à faire circuler une solution de soude pour se débarrasser de la partie organique des dépôts, suivie par des rinçages, puis par la circulation d'une solution d'acide nitrique pour venir à bout de la partie minérale éventuellement présente. Les produits de nettoyage sont utilisés à température élevée (70 °C -80 °C) pour augmenter leur efficacité. Une séquence de nettoyage type en industrie sera : (1) 10 min de rinçage à l'eau à température ambiante ; (2) 35 min sur soude 2 % p/p à 80 °C ; (3) 10 min de rinçage à l'eau à température ambiante et (4) 35 min sur acide nitrique 2 % à 70 °C. Une vitesse de circulation minimale de 1 à 1,5 m/s est souvent citée comme nécessaire pour que le nettoyage soit efficace mais aucune justification scientifique n'explique la raison d'un tel seuil.

### 5.1.2 Cinétique de nettoyage et élimination des dépôts

Les cinétiques de nettoyage proposées pour des dépôts laitiers sont d'ordre 0 ou 1. Suivant le cas, la variation de la masse de dépôt au cours du temps va s'écrire :

$$\frac{dm}{dt} = -k$$

**Équation 56**

ou

$$\frac{dm}{dt} = -k \times c \times m$$

Équation 57

Avec :

k      Constante,  $\text{kg.s}^{-1}$  ou  $\text{m}^3.\text{kg}^{-1}.\text{s}^{-1}$

c      Concentration de l'espèce chimique de nettoyage,  $\text{kg.m}^{-3}$

L'intérêt de ce type de modèle est très limité car il tient compte uniquement des aspects cinétiques chimiques. Des modèles plus détaillés à 2 étapes par exemple (Gallot-Lavallée, Leclercq-Perlat, et Lalande, 1988) ont aussi été proposés mais aucun modèle ne permet de prédire avec précision la durée idéale d'un procédé de nettoyage d'une installation industrielle.

Au-delà des phénomènes chimiques qui impactent les cinétiques de nettoyage, les sollicitations mécaniques jouent également un rôle. Les outils de simulation numérique des écoulements permettent d'estimer les variations locales des contraintes pariétales (Jensen et al., 2005). Grâce à ces outils on peut espérer connaître la réponse d'un équipement à un nettoyage n'impliquant pas de réactions chimiques. Lelièvre, Legentilhomme et al. (2002) ont montré expérimentalement l'importance des fluctuations des contraintes pariétales pour éliminer les micro-organismes adhérents aux parois de différentes configurations composées de tubes. Dans une autre étude, les auteurs Lelièvre, Antonini et al. (2002) proposent un modèle cinétique d'ordre 1 pour le calcul de l'évolution de la quantité de spores au cours du temps. Le modèle proposé est la somme de deux cinétiques d'ordre 1, l'une représentant la quantité de spores éliminées et l'autre une quantité de spores déposées au cours du nettoyage.

Les expérimentations menées par Liu et al. (2006) sur du coulis de tomate nous sensibilisent au fait que, lors de l'élimination d'un dépôt, différents mécanismes peuvent se produire qui dépendent de la force d'adhésion et de cohésion du dépôt. En effet, selon l'importance de ces 2 contributions, les mécanismes nécessaires à l'élimination du dépôt vont être complètement différents. Les forces d'adhésion et de cohésion vont conditionner le processus d'arrachement d'un dépôt qui va dépendre de son épaisseur. Suivant les conditions expérimentales appliquées, une fine couche à l'interface entre le fluide et le dépôt ou une couche de dépôt à l'interface entre le dépôt et la paroi peut être éliminée.

## **5.2 MATERIELS ET METHODES POUR LES ESSAIS DE NETTOYAGE**

### **5.2.1 Choix d'une solution encrassante pour la formation des dépôts**

Les dépôts sont formés dans des manchons de tube en acier inoxydable remplis de solution protéique puis placés dans une armoire séchante. Cette méthodologie a été employée pour contrôler l'état des surfaces encrassées avant leur nettoyage. Afin d'obtenir une épaisseur de dépôt et une adhésion suffisante, une étude préliminaire a été réalisée pour déterminer la concentration en poudre, en calcium et le temps de traitement optimal. On utilise au final une solution de protéines de lactosérum avec un ratio calcium/protéine (concentration en poudre de 1 % p/p et 100 ppm de calcium) identique à celui utilisé dans le chapitre 4 pour obtenir les dépôts. La solution de protéines est simplement enrichie en protéine par rapport aux essais d'encrassement présentés au chapitre 4 car il se produit un appauvrissement en protéines au cours de la formation du dépôt. Le contenu des tubes est renouvelé par de la solution de protéine native toutes les heures. L'armoire séchante a été modifiée de manière à pouvoir accueillir un support de tube rotatif. Grâce à ce portique en rotation, le dépôt se répartit de manière uniforme sur la paroi interne des manchons. La température de régulation est fixée à 80 °C. Après cette étape, les tubes sont ouverts, vidés puis replacés en étuve pour obtenir un dépôt sec. Le dépôt sec de chaque tube est pesé.

Les conditions optimales sont :

- concentration en poudre de 5 % p/p et 500 ppm de calcium pour la solution encrassante,
- température de traitement de 80 °C avec un renouvellement de la solution toutes les 1 h.

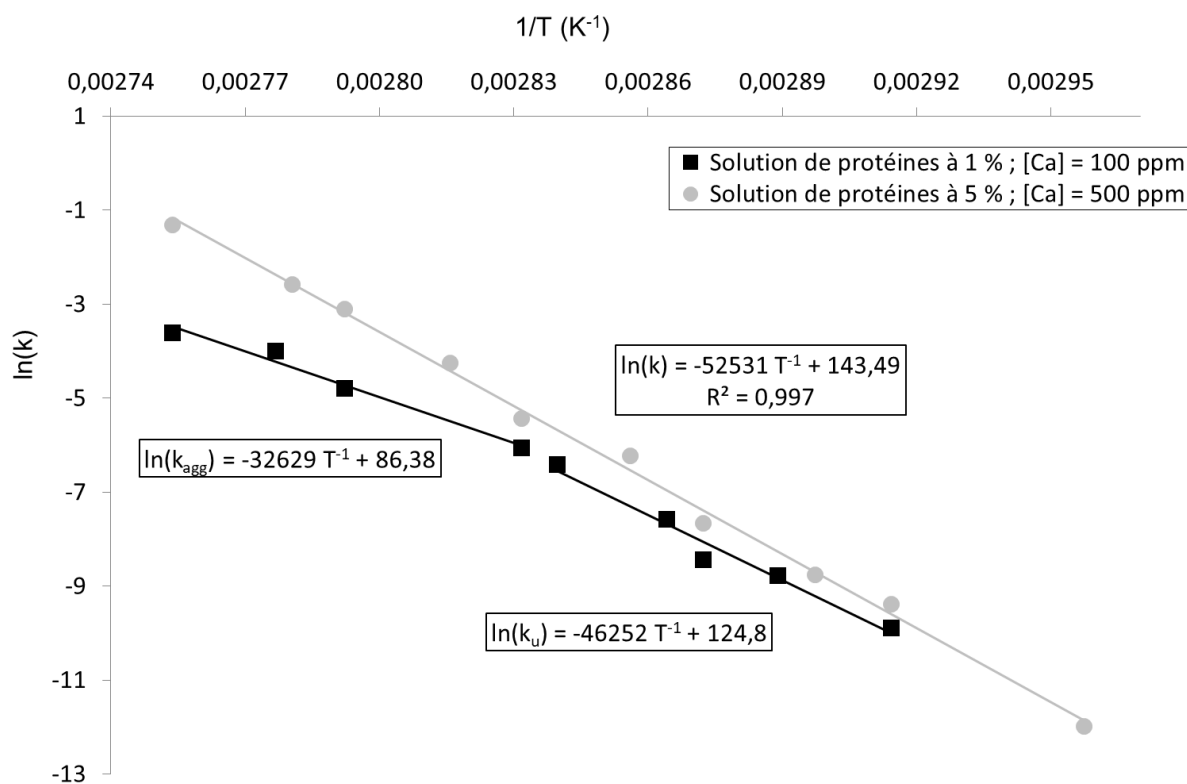


Figure 57. Courbes d'Arrhenius pour la constante de vitesse  $k$  des cinétiques de dénaturation de la BLG.

La Figure 57 compare les paramètres cinétiques de dénaturation de la BLG de la solution utilisée pour les expérimentations de nettoyage avec la solution utilisée pour l'étude de l'encrassement. Même si la proportion entre la quantité de protéines et de calcium est conservée, on observe que la solution à 5 % p/p est plus réactive. On constate ici que les mécanismes sont complexes et que le rapport des concentrations entre la BLG et le calcium ne peut expliquer à lui seul le mécanisme de dénaturation de la BLG ou de formation des dépôts.

### 5.2.2 Dispositif de mesure vidéo pour le suivi du nettoyage

Afin d'étudier l'effet de l'écoulement swirl sur l'efficacité du nettoyage, des tubes en verre ont été utilisés pour pouvoir observer visuellement l'élimination du dépôt présent sur la paroi interne de ceux-ci. Un dispositif spécifique présenté sur la Figure 58 a été conçu pour filmer l'élimination du dépôt lors du nettoyage du tube.

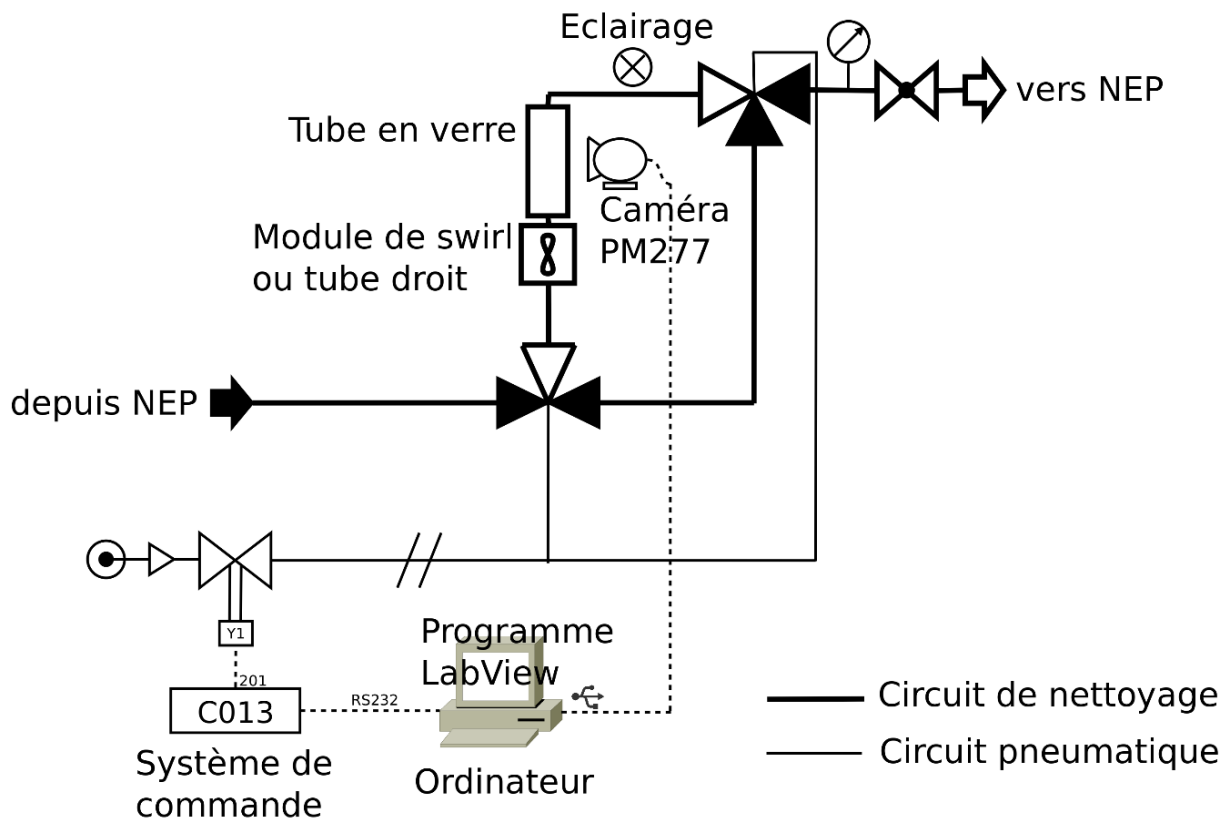


Figure 58. Schéma du dispositif conçu pour étudier l'effet d'un écoulement swirl sur l'efficacité du nettoyage en place (UMET, INRA, Villeneuve d'Ascq).

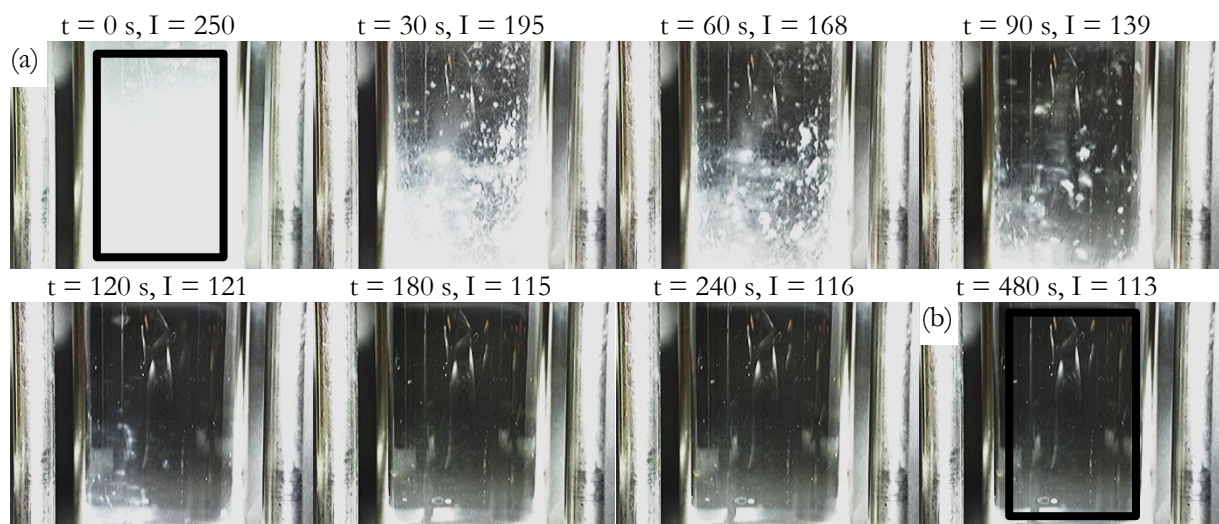
L'opération de nettoyage en place est composée de trois étapes. La première est un rinçage à l'eau brute d'une durée de 10 minutes à un débit de 600 L/h, la deuxième consiste en un nettoyage par de la soude de concentration 0,5 % p/p à une température de 40 ou 50 °C et enfin un rinçage à l'eau pendant 10 minutes à un débit de 600 L/h.

Cette concentration en soude et cette température de nettoyage ont été choisie afin de pouvoir obtenir une cinétique de nettoyage pas trop rapide. Les conditions de température et de vitesse de circulation de la soude lors du nettoyage sont décrites dans le tableau 17. Le plan d'expérience croise trois débits différents et deux températures. Les vitesses de circulation des produits de nettoyage ont été choisies de manière à couvrir les régimes d'écoulement laminaire, transitionnel et turbulent.

**Tableau 17. Conditions expérimentales utilisées lors des essais de nettoyage avec ou sans écoulement tournant.**

| Condition | Température<br>(°C) | Débit<br>(L/h) | Vitesse<br>(m/s) | Nombre de<br>Reynolds |
|-----------|---------------------|----------------|------------------|-----------------------|
| 1         | 40                  | 100            | 0,028            | 1 500                 |
| 2         | 40                  | 200            | 0,055            | 3 000                 |
| 3         | 40                  | 600            | 0,164            | 9 000                 |
| 4         | 50                  | 100            | 0,028            | 1 800                 |
| 5         | 50                  | 200            | 0,055            | 3 600                 |
| 6         | 50                  | 600            | 0,164            | 10 700                |

Les sections droites de tube en verre sont éclairées par un panneau à LED d'une puissance de 300 W. Un système de bypass est commandé par deux vannes pneumatiques à trois voies depuis l'ordinateur qui déclenche l'enregistrement vidéo simultanément au basculement de circuit lorsque le débit et la température sont stabilisés aux valeurs souhaitées. Un fond noir est placé derrière le tube pour améliorer la qualité de l'image. Au début du nettoyage, le dépôt est visible et sa couleur est blanche. Sous l'action de la soude, le dépôt disparaît progressivement et les images deviennent de plus en plus sombres.



**Figure 59. Images du tube de verre droit (a) avant l'étape de nettoyage et (b) jusqu'à élimination complète du dépôt. Le rectangle noir délimite les pixels pris en compte pour le calcul du niveau de gris moyen noté I.**

Le temps de nettoyage  $t_{90\%}$  exprimé en secondes correspond au laps de temps nécessaire pour atteindre 90 % de la variation entre le niveau de gris le plus élevé et le plus faible. Le niveau

de gris moyen est calculé en prenant en compte l'évolution du niveau de gris dans un rectangle couvrant au mieux le tube de verre et présenté dans la Figure 59. Une vitesse de nettoyage (VN) est ensuite calculée à partir de la formule suivante :

$$VN = \frac{m}{t_{90\%} S} \quad \text{Équation 58}$$

Avec :

m      Masse de dépôt sec initiale, kg

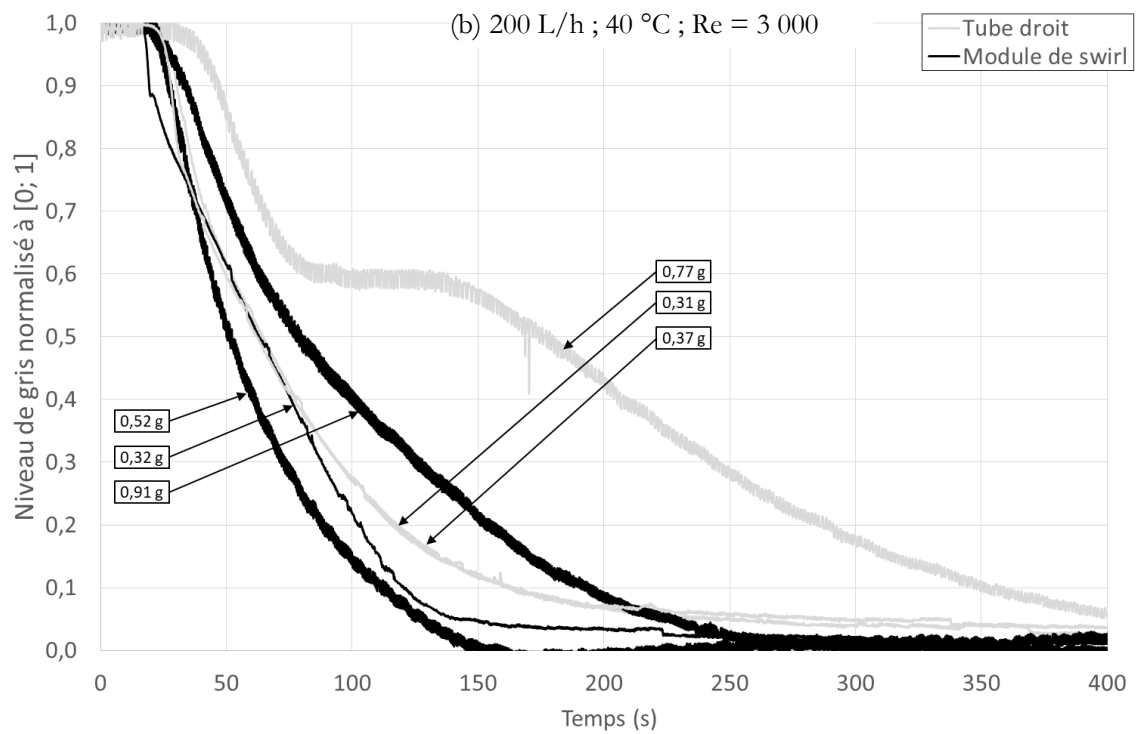
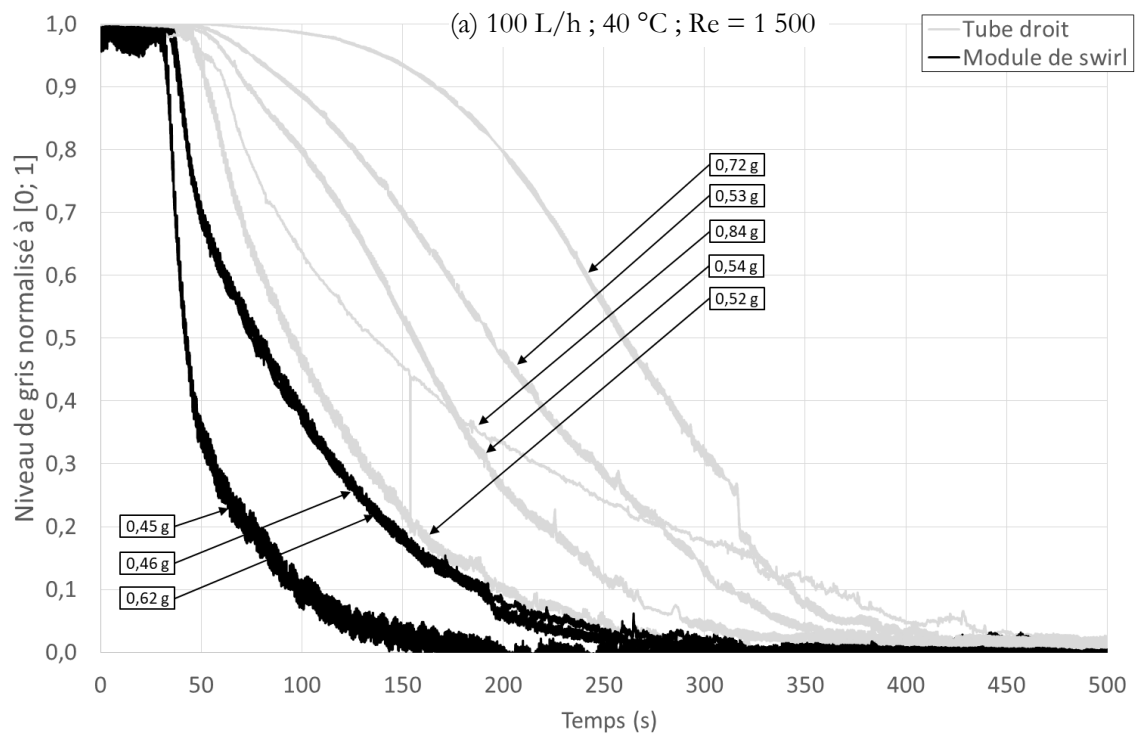
S      Surface interne du tube de verre, 0,2375 m<sup>2</sup>

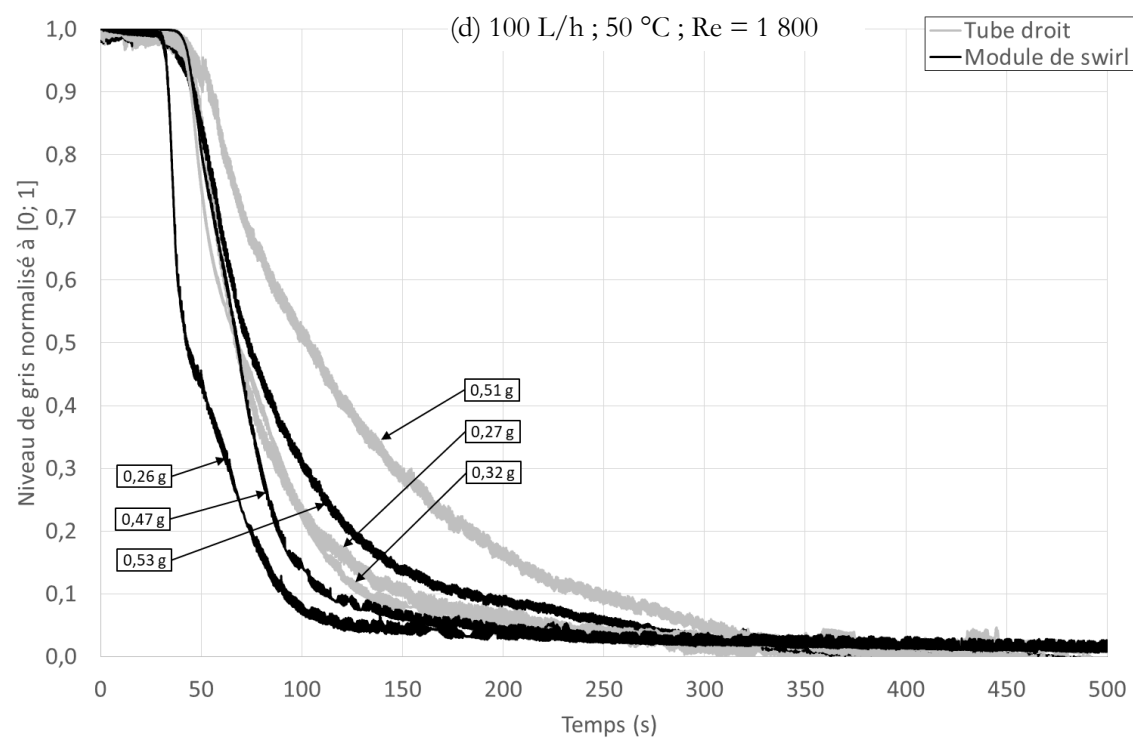
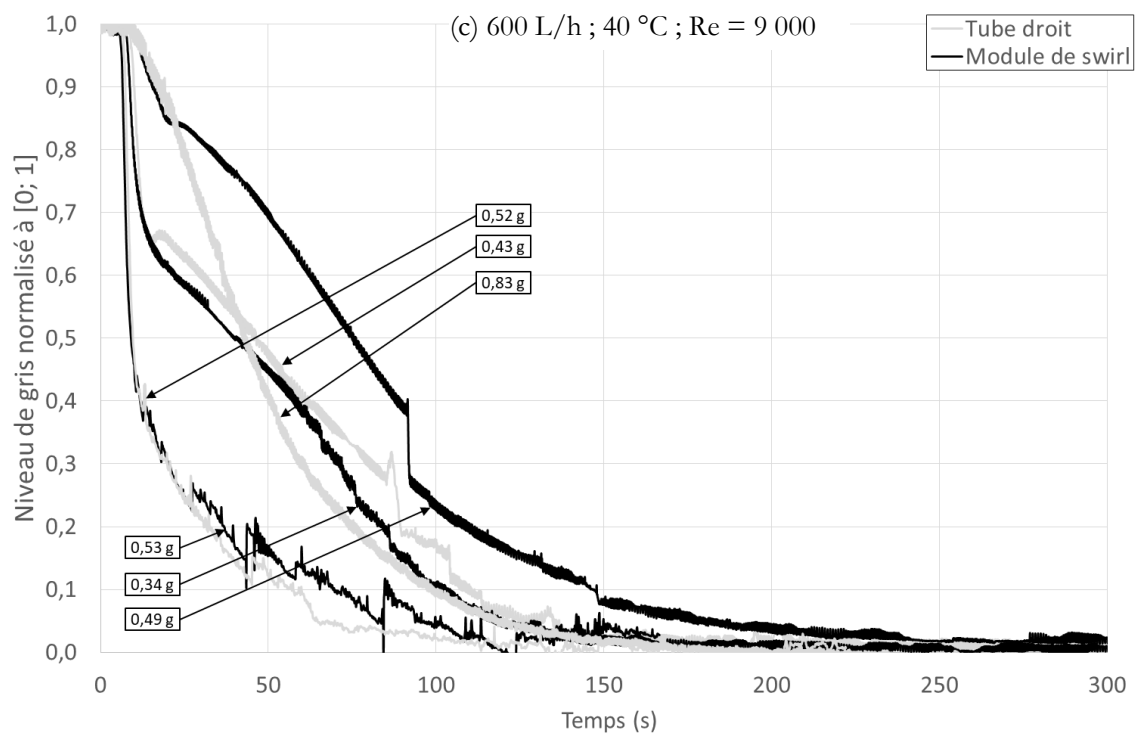
VN est exprimé en g/s.m<sup>2</sup>. Elle a été calculée à partir des résultats expérimentaux en présence ou non du dispositif de swirl.

## 5.3 RESULTATS ET DISCUSSION

### 5.3.1 Comparaison des cinétiques de nettoyage

L'effet de l'écoulement de swirl sur l'efficacité du nettoyage a été étudié au moyen de tubes de verre. Le dépôt à l'intérieur des tubes de verre a été formé dans des conditions statiques à l'échelle du laboratoire. Même si la préparation de la solution ainsi que la température sont contrôlées soigneusement, la masse de dépôt formée varie fortement. Sur 50 tubes de verre encrassés, la masse de dépôt sec varie de 0,18 à 2,11 g. En retirant 12 tubes, la dispersion des masses de dépôt sec est réduite de 0,26 à 1,01 g. De manière à pouvoir comparer ensemble tous les essais expérimentaux, les niveaux de gris sont normalisés entre 0 et 1 à partir des valeurs minimales et maximales de niveau de gris obtenus pour chaque essai. La variation des niveaux de gris observée est montrée dans la Figure 60 pour les différentes conditions expérimentales. Le niveau de gris moyen normalisé vaut 1 lorsque la couche de dépôt recouvre complètement l'intérieur du tube de verre et 0 lorsque cette couche a été totalement éliminée. Les mesures ont été réalisées pour 3 débits et 2 températures de solution de nettoyage soit 6 conditions expérimentales différentes notées sur les graphes de (a) à (f).





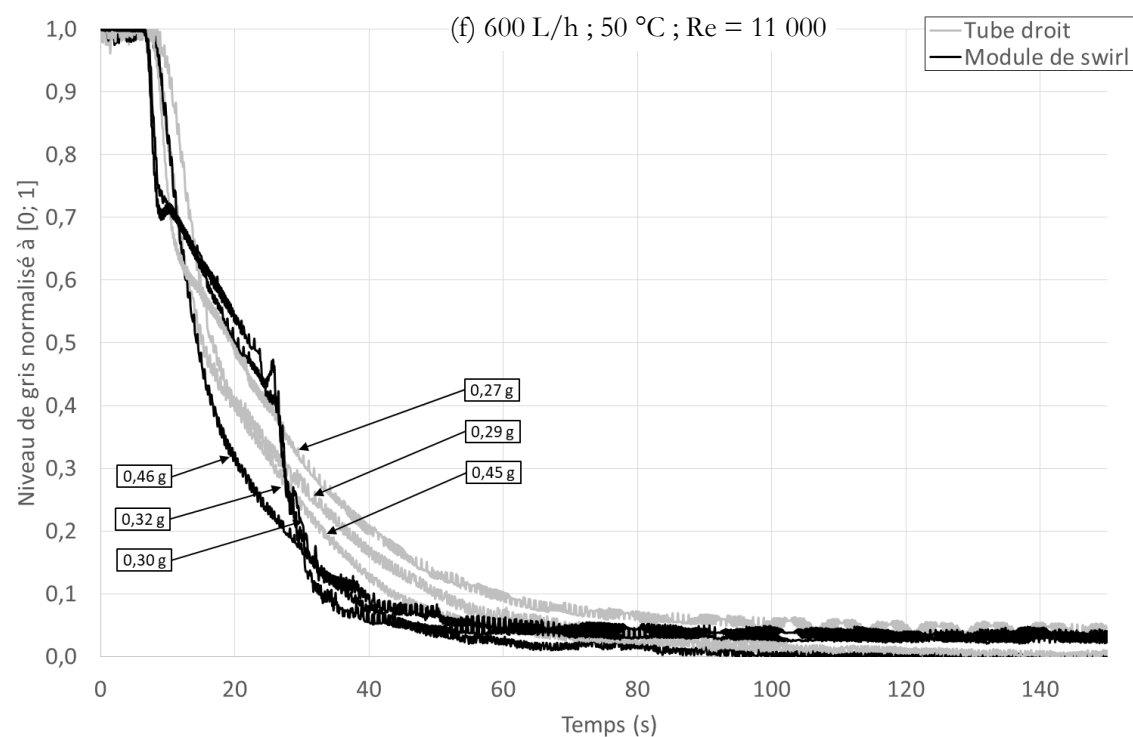
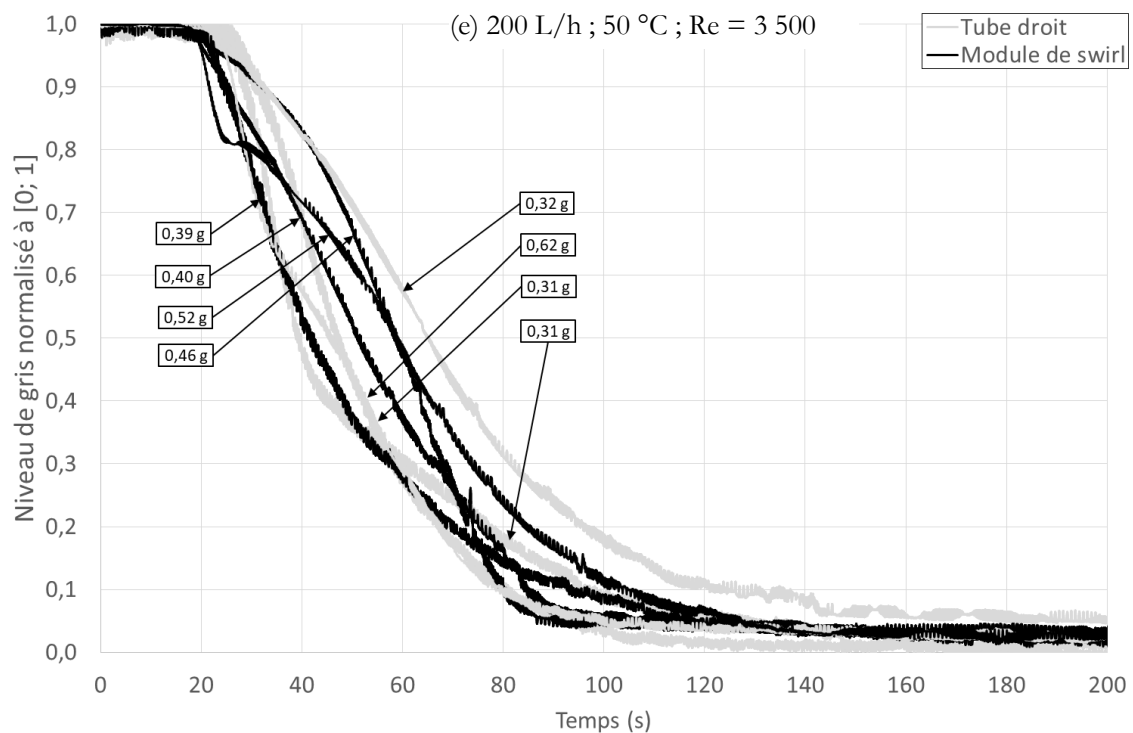
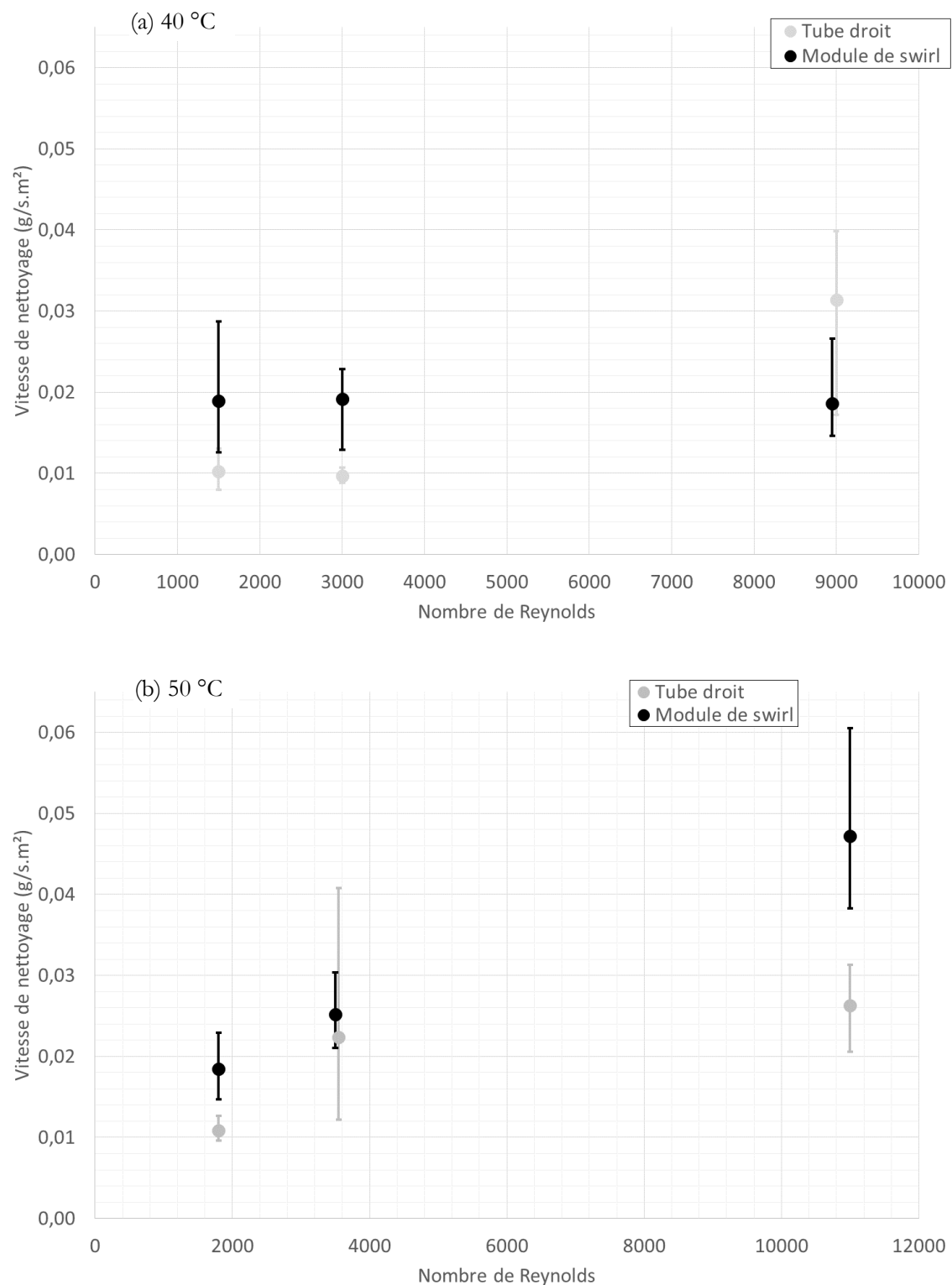


Figure 60. Évolution au cours du temps des mesures du niveau de gris normalisé lors du nettoyage par de l'hydroxyde de sodium en présence ou non du module de swirl. Les étiquettes indiquent la masse de dépôt sec.

Dans les conditions 100 L/h et 40 °C présentées sur la Figure 60 (a), jusqu'à 40 s, les valeurs sont constantes et égales à 1. Cette partie de la courbe correspond au temps de séjour nécessaire à la solution de nettoyage pour atteindre le tube de verre depuis l'entrée du circuit additionnée du temps d'imprégnation se traduisant par un gonflement du dépôt. On observe que ce temps décroît lorsque le débit augmente. La solution chimique pénètre progressivement les couches de dépôt. Ensuite, on constate une décroissance qui correspond aux étapes d'érosion et de décroissance. Si on analyse séparément les groupes de courbes « tube droit » et « module de swirl », on constate que le temps de nettoyage est lié à la masse de dépôt sec. Plus la masse de dépôt sec est importante plus la décroissance des courbes est lente, et donc, le temps de nettoyage est long. Si on compare maintenant les deux conditions d'écoulement pour des masses de dépôt sec proche, on constate que le temps de nettoyage est plus court en présence d'un écoulement tournant. Pour le cas 200 L/h et 40 °C correspondant à la Figure 60 (b), on arrive aux mêmes conclusions. La courbe 0,91 g correspond à un temps de nettoyage avec module de swirl plus court que sans module de swirl avec une masse de dépôt de 0,77 g et plus long que pour 0,35 g. Le module de swirl permet de raccourcir le temps de nettoyage. Les expérimentations réalisées à 600 L/h donnent des courbes très proches avec des temps de nettoyage qui semblent plus courts sans module de swirl. Les graphiques d, e et f correspondent aux résultats obtenus avec une température de soude de 50 °C pour les mêmes débits. Les interprétations de graphiques d et f sont identiques à celles données pour a et b. Pour le graphique e, les conclusions sont les mêmes que pour le graphique c.

### 5.3.2 Temps de nettoyage

Pour chaque courbe présentée sur la Figure 60, le temps de nettoyage a été évalué et la vitesse de nettoyage calculée. L'effet de la présence du module de swirl sur le nettoyage chimique des tubes de verre est présenté de manière synthétique sur la Figure 61. Au minimum, 3 répétitions ont été réalisées pour chacune des 6 conditions expérimentales décrites dans le Tableau 17. Si on compare les valeurs des vitesses de nettoyage en présence ou non du module de swirl à 50 °C, une analyse de variance à deux facteurs par la méthode de Student-Newman-Keuls indique une différence significative ( $p\text{-value} = 0.013$ ). La vitesse de nettoyage est plus élevée dans le cas d'un écoulement tournant pour les conditions laminaire et turbulente. En régime transitionnel, les valeurs sont proches. Ce résultat est difficile à expliquer.



**Figure 61. Comparaison des vitesses de nettoyage par une solution d'hydroxyde de sodium à 0,5 % (p/p) à une température de 40 °C (a) et 50 °C (b) après un tube droit ou un module de swirl. Les valeurs minimales, moyennes et maximales sont représentées.**

L'écoulement de swirl permet d'améliorer l'efficacité du nettoyage pour plusieurs des conditions expérimentales explorées. En régime d'écoulement laminaire, la perturbation créée par le module de swirl entraîne une réduction des temps de nettoyage. On peut avancer la même explication pour le régime turbulent. Pour un nombre de Reynolds de 11 000, l'écoulement n'est pas complètement turbulent et le module de swirl peut encore accroître la turbulence dans ces conditions. L'augmentation de la vitesse à proximité de la paroi et de la contrainte pariétale agit sur les mécanismes de nettoyage. Les trois étapes de gonflement, érosion et décroissance peuvent être impactées pour l'écoulement tournant induit par le module de swirl. Dans le cas du régime transitionnel, l'effet du module de swirl sur le temps de nettoyage est moins évident. Les temps de nettoyage sont proches alors que pour les régimes laminaire et turbulent à 50 °C, les temps de nettoyage sont divisés par 2 en présence d'un écoulement de swirl. Cet écoulement semble ne pas avoir d'effet en régime transitionnel alors que le bénéfice de cette technologie est clairement établi en régime laminaire et turbulent.

## 5.4 CONCLUSION

L'effet de l'écoulement de swirl sur le nettoyage a été étudié expérimentalement dans différentes conditions opératoires correspondant à 3 régimes d'écoulement (laminaire, transitionnel, turbulent) et 2 températures de solution d'hydroxyde de sodium (40 °C, 50 °C). La présence du module de swirl permet d'améliorer l'efficacité du nettoyage dans la plupart des conditions opératoires explorées. Cependant pour 2 de ces conditions, la vitesse de nettoyage n'est pas modifiée. Le dispositif de swirl est une technologie prometteuse pour améliorer l'efficacité du nettoyage dans les procédés de transformation continue des aliments.

## CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

---

Ce travail de thèse montre quel est l'effet d'un écoulement de type swirl sur la formation de dépôt protéique et sur son élimination lors d'un nettoyage en place. Ce projet fait partie d'un ensemble de travaux menés depuis plusieurs années dans l'équipe PIHM de l'Unité Mixte de Recherche UMET pour mieux comprendre les mécanismes de formation des dépôts dans les installations agroindustrielles.

Le chapitre 1 du manuscrit présente les récents progrès obtenus dans la compréhension des mécanismes de formation des dépôts et l'implication de la forme dépliée de la BLG et de la présence de calcium. L'identification des paramètres cinétiques de dénaturation de la BLG associée à la présence de calcium permet de prédire quelles seront les zones les plus propices à la formation d'un dépôt. Cette cinétique peut être utilisée avec des relations de procédés ou dans des modèles de mécanique des fluides afin d'obtenir une information détaillée de l'évolution locale de la BLG dans un échangeur de chaleur par exemple. L'étude de mécanique des fluides numérique en deux dimensions qui a permis d'obtenir l'évolution des différentes formes de BLG dans un ECP montre l'importance de la prise en compte des champs de vitesse et de température pour modéliser correctement l'apparition de la forme dépliée de la BLG précurseur de la formation des dépôts. Plusieurs modèles d'encrassement sont proposés dans cette thèse. Ils ont été construits à partir des avancées obtenues dans la compréhension des mécanismes de formation des dépôts.

La validation des modèles est primordiale si on veut pouvoir prédire la formation des dépôts au cours d'une opération unitaire. La mesure des masses de dépôt à la fin d'une opération de transformation est un moyen de validation mais ne permet pas de rendre compte de la cinétique de croissance du dépôt au cours du temps. Le chapitre 3 du document montre comment on peut aisément mesurer l'évolution de la résistance thermique d'un dépôt en ligne et de manière non-intrusive avec la possibilité d'installer le dispositif sans modifier l'installation si la surface externe de la paroi où se forme le dépôt est facilement accessible. Ce dispositif simple et robuste a été installé à la sortie d'un ECP à une échelle pilote. Les expérimentations réalisées montrent que le système proposé est capable de mesurer le niveau d'encrassement d'un échangeur de manière fiable. Les essais de faisabilité étant concluants, de nombreux aspects peuvent être améliorés. La précision du dispositif peut être accrue par l'utilisation d'une technologie de capteur plus sensible. La mise en place de plusieurs dispositifs le long d'un tube de chambrage permettrait de cartographier la croissance du dépôt à la surface interne et valider les modèles développés. Cette sonde non intrusive

qui donne une mesure locale est un moyen de mesure de l'encrassement par des protéines du lactosérum.

L'effet d'un dispositif passif de génération d'un écoulement de type swirl sur la formation (chapitre 4) et l'élimination (chapitre 5) d'un dépôt protéique d'origine laitière a été étudié expérimentalement pour la première fois. Les résultats présentés dans le quatrième chapitre montrent une augmentation de la masse de dépôt sous écoulement de type swirl. Ce résultat était difficilement prévisible étant donné les différents mécanismes mis en jeu et les interactions qui en découlent. L'augmentation de la turbulence en aval du module de swirl favorise la probabilité de rencontre entre molécules de BLG dépliée et donc la formation des agrégats protéiques au détriment de la forme réactive susceptible d'adhérer à la paroi. L'augmentation de la turbulence entraîne une augmentation des contraintes pariétales qui peut aussi limiter l'adhésion de particule. Une autre conséquence est l'augmentation de la convection et donc des flux de matière à proximité de la paroi entraînant aussi une augmentation de la température à la surface de la paroi. Le bilan de ces différentes contributions dans les conditions expérimentales étudiées est défavorable si on veut lutter contre la formation des dépôts. Un autre élément est que les différentes études menées pour montrer l'efficacité d'un insert pour augmenter les performances énergétiques d'un échangeur de chaleur devraient prendre en compte la modification des cinétiques encrassantes dans leur bilan énergétique.

Les conséquences de la présence d'un module de swirl sur l'encrassement conduisent à penser que si l'encrassement est favorisé, le nettoyage peut être plus performant. En effet, les températures à proximité de la paroi sont plus élevées et le flux de matière près de la paroi est plus important ce qui conduit à penser que l'action de la soude sera plus efficace dans ces conditions. Le cinquième chapitre montre que le nettoyage est plus rapide avec un écoulement de type swirl dans plusieurs conditions expérimentales. Dans certaines conditions, la présence d'un écoulement de type swirl semble ne pas avoir d'effet significatif sur le temps de nettoyage. Le régime d'écoulement peut expliquer ce résultat mais, pour confirmer cette hypothèse, il faudrait réaliser de nouvelles expérimentations à d'autres débits de circulation. Pour les zones d'échange de chaleur, il devient nécessaire de comparer, d'un côté, les pertes de pression associées à une éventuelle augmentation de l'encrassement et, de l'autre, une meilleure efficacité des transferts de chaleur et du nettoyage.

De nombreux développements peuvent suivre ce travail tant au niveau de la sonde développée qu'en ce qui concerne l'effet de l'écoulement de type swirl sur l'encrassement ou le nettoyage. Multiplier les implantations de sonde permettrait de suivre la formation du dépôt et

d'identifier d'éventuelles hétérogénéités. Il a été démontré que l'écoulement de type swirl favorise les échanges thermiques, une étude de l'efficacité du module de swirl sur les transferts thermiques pourraient être conduite sur des échangeurs tubulaires. Il serait aussi intéressant de valider l'effet du module de swirl sur le nettoyage en condition réelle d'encrassement sur une ligne de production. D'autres expérimentations couplées à des analyses physicochimiques pourraient montrer l'influence de la modification de la structure de l'écoulement sur la forme des dépôts au moment de la formation des couches initiales puis lors du développement du dépôt.

Une approche de modélisation par simulation numérique de l'écoulement de type swirl a été envisagée. La modélisation par la mécanique des fluides numérique pourrait permettre de mieux comprendre les conséquences de la modification de l'écoulement par le module de swirl. L'utilisation d'une approche numérique pour expliquer les résultats expérimentaux obtenus couplée à l'utilisation des technologies d'impression 3D laser offre une multitude de possibilités permettant le développement de techniques passives pour augmenter l'efficacité des transferts de chaleur ou du nettoyage en place des installations. Une autre approche est en cours de mise en œuvre, elle consiste à utiliser des techniques d'apprentissage automatique qui utilisent des algorithmes statistiques permettant de générer des modèles ou relations de procédé à partir de bases de données expérimentales. Cela suppose une réflexion approfondie sur la sélection des paramètres ou des variables adimensionnelles qui interviennent dans les mécanismes de formation des dépôts.



## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

Ahmadvand M., Najafi A. F., Shahidinejad S. « An experimental study and CFD analysis towards heat transfer and fluid flow characteristics of decaying swirl pipe flow generated by axial vanes ». *Meccanica* [En ligne]. 2010. Vol. 45, n°1, p. 111-129. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1007/s11012-009-9228-9> >

Aidun C. K., Parsheh M. « Spatially periodic reversing core in a twisted-fin generated swirling pipe flow ». *Phys. Fluids 1994-Present* [En ligne]. 1 juin 2007. Vol. 19, n°6, p. 061704. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1063/1.2738611> >

Akhtar N., Bowen J., Asteriadou K., Robbins P. T., Zhang Z., Fryer P. J. « Matching the nano- to the meso-scale: Measuring deposit-surface interactions with atomic force microscopy and micromanipulation ». *Food Bioprod. Process.* [En ligne]. 1 décembre 2010. Vol. 88, n°4, p. 341-348. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2010.08.006> >

Ali A., Chapman G. J., Chew Y. M. J., Gu T., Paterson W. R., Wilson D. I. « A fluid dynamic gauging device for measuring fouling deposit thickness in opaque liquids at elevated temperature and pressure ». *Exp. Therm. Fluid Sci.* [En ligne]. juillet 2013. Vol. 48, p. 19-28. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.expthermflusci.2013.02.004> >

Alvarez N., Daufin G., Gésan-Guizieu G. « Recommendations for rationalizing cleaning-in-place in the dairy industry: Case study of an ultra-high temperature heat exchanger ». *J. Dairy Sci.* [En ligne]. 1 février 2010. Vol. 93, n°2, p. 808-821. Disponible sur : < <https://doi.org/10.3168/jds.2009-2760> >

Augustin W., Fuchs T., Föste H., Schöler M., Majschak J.-P., Scholl S. « Pulsed flow for enhanced cleaning in food processing ». *Food Bioprod. Process.* [En ligne]. décembre 2010. Vol. 88, n°4, p. 384-391. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2010.08.007> >

Awad M. M. « Fouling of Heat Transfer Surfaces ». *Heat Transf. - Theor. Anal. Exp. Investig. Ind. Syst.* [En ligne]. 2011. Disponible sur : < <https://doi.org/10.5772/13696> > (consulté le 12 septembre 2018)

Aydin O., Avci M., Markal B., Yusuf Yazici M. « An experimental study on the decaying swirl flow in a tube ». *Int. Commun. Heat Mass Transf.* [En ligne]. juillet 2014. Vol. 55, p. 22-28. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.icheatmasstransfer.2014.04.012> >

Bansal B., Chen X. D. « A critical review of milk fouling in heat exchangers ». *Compr. Rev. Food Sci. Food Saf.* avril 2006. Vol. 5, n°2, p. 27-33.

Bansal B., Chen X. D., Muller-Steinhagen H. « Analysis of “classical” deposition rate law for crystallisation fouling ». *Chem. Eng. Process.* [En ligne]. août 2008. Vol. 47, n°8, p. 1201-1210. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.cep.2007.03.016> >

Bauduin H. *Contribution expérimentale à l'étude d'écoulements internes avec swirl* [En ligne]. Thèse de doctorat. Valenciennes : Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis, 2014. 130 p. Disponible sur : < <http://www.theses.fr/s135385> > (consulté le 4 septembre 2015)

Beaubert F., Pálsson H., Lalot S., Choquet I., Bauduin H. « Design of a device to induce swirling flow in pipes: A rational approach ». *Comptes Rendus Mécanique* [En ligne]. janvier 2015. Vol. 343, n°1, p. 1-12. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.crme.2014.09.004> >

Beaubert F., Pálsson H., Lalot S., Choquet I., Bauduin H. « Fundamental mode of freely decaying laminar swirling flows ». *Appl. Math. Model.* [En ligne]. juillet 2016. Vol. 40, n°13-14, p. 6218-6233. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.apm.2016.02.002> >

Bell R. W., Sanders C. F. « Prevention of Milestone Formation in a High-Temperature-Short-Time Heater by Preheating Milk, Skim Milk and Whey ». *J. Dairy Sci.* [En ligne]. 1 juin 1944. Vol. 27, n°6, p. 499-504. Disponible sur : < [https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302\(44\)92626-3](https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302(44)92626-3) >

Belmar-Beiny M. T., Gotham S. M., Paterson W. R., Fryer P. J., Pritchard A. M. « The effect of Reynolds number and fluid temperature in whey protein fouling ». *J. Food Eng.* [En ligne]. 1 janvier 1993. Vol. 19, n°2, p. 119-139. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1016/0260-8774\(93\)90038-L](https://doi.org/10.1016/0260-8774(93)90038-L) >

Bennett H. A. E. *Aspects of fouling in dairy processing* [En ligne]. Thèse de doctorat. Palmerston North, New Zealand. : Massey University, 2007. Disponible sur : < <http://mro.massey.ac.nz/handle/10179/981> > (consulté le 7 septembre 2015)

Benning R., Petermeier H., Delgado A., Hinrichs J., Kulozik U., Becker T. « Process design for improved fouling behaviour in dairy heat exchangers using a hybrid modelling approach ». *Food Bioprod. Process.* [En ligne]. septembre 2003. Vol. 81, n°C3, p. 266-274. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1205/096030803322438036> >

Beuf M., Rizzo G., Leuliet J. C., Müller-Steinhagen H., Yiantsios S., Karabelas A., Benezech T. « Fouling and Cleaning of modified stainless steel in plate heat exchangers processing milk products ». In : *Conf. Heat Exch. Fouling Clean. Fundam. Applications. Heat Exchanger Fouling and Cleaning*. New Mexico, USA : [s.n.], 2003.

Bhadouriya R., Agrawal A., Prabhu S. V. « Experimental and numerical study of fluid flow and heat transfer in a twisted square duct ». *Int. J. Heat Mass Transf.* [En ligne]. mars 2015. Vol. 82, p. 143-158. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2014.11.054> >

Bhutta M. M. A., Hayat N., Bashir M. H., Khan A. R., Ahmad K. N., Khan S. « CFD applications in various heat exchangers design: A review ». *Appl. Therm. Eng.* [En ligne]. janvier 2012. Vol. 32, p. 1-12. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2011.09.001> >

Biegger C., Sotgiu C., Weigand B. « Numerical investigation of flow and heat transfer in a swirl tube ». *Int. J. Therm. Sci.* [En ligne]. octobre 2015. Vol. 96, p. 319-330. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.ijthermalsci.2014.12.001> >

Blanpain-Avet P., André C., Khaldi M., Bouvier L., Petit J., Six T., Jeantet R., Croguennec T., Delaplace G. « Predicting the distribution of whey protein fouling in a plate heat exchanger using the kinetic parameters of the thermal denaturation reaction of  $\beta$ -lactoglobulin and the bulk temperature profiles ». *J. Dairy Sci.* [En ligne]. décembre 2016. Vol. 99, n°12, p. 9611-9630. Disponible sur : < <https://doi.org/10.3168/jds.2016-10957> >

Blanpain-Avet P., Hedoux A., Guinet Y., Paccou L., Petit J., Six T., Delaplace G. « Analysis by Raman spectroscopy of the conformational structure of whey proteins constituting fouling deposits during the processing in a heat exchanger ». *J. Food Eng.* [En ligne]. mai 2012. Vol. 110, n°1, p. 86-94. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2011.12.005> >

Bohnet M. « Fouling of heat transfer surfaces ». *Chem. Eng. Technol.* [En ligne]. 1 janvier 1987. Vol. 10, n°1, p. 113-125. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1002/ceat.270100115> >

Bott T. R. « To foul or not to foul - That is the question ». *Chem. Eng. Prog.* novembre 2001. Vol. 97, n°11, p. 30-37.

Bott T. R. *Fouling of Heat Exchangers* [En ligne]. [s.l.] : Elsevier, 1995. 546 p.(Hardbound). Disponible sur : < <https://www.elsevier.com/books/fouling-of-heat-exchangers/bott/978-0-444-82186-7> > (consulté le 20 mars 2015)ISBN : 978-0-444-82186-7.

Bott T. R. *Fouling Notebook*. Institution of Chemical Engineers.[s.l.] : Rugby, UK, 1990. 136 p.(IChemE).

Bott T. R. « Fouling of exchangers: a review ». In : *Process Eng. Food Ind. Dev. Oppor.* London, UK : Elsevier, 1989.

Bouvier L., Moreau A., Ronse G., Six T., Petit J., Delaplace G. « A CFD model as a tool to simulate  $\beta$ -lactoglobulin heat-induced denaturation and aggregation in a plate heat exchanger ». *J. Food Eng.* [En ligne]. septembre 2014. Vol. 136, p. 56-63. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2014.03.025> >

Boxler C. *Fouling by milk constituents and cleaning of modified surfaces* [En ligne]. Thèse de doctorat. Braunschweig, Germany : Fakultät für Maschinenbau, Technischen Universität Carolo-Wilhelmina, 2014. Disponible sur : < [https://publikationsserver.tu-braunschweig.de/receive/dbbs\\_mods\\_00060606](https://publikationsserver.tu-braunschweig.de/receive/dbbs_mods_00060606) > (consulté le 22 février 2018)

Britten M., Green M. L., Boulet M., Paquin P. « Deposit formation on heated surfaces: effect of interface energetics ». *J. Dairy Res.* [En ligne]. novembre 1988. Vol. 55, n°4, p. 551-562. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1017/S0022029900033331> >

Burton H. « Section G. Deposits from whole milk in heat treatment plant—a review and discussion ». *J. Dairy Res.* [En ligne]. juin 1968. Vol. 35, n°2, p. 317-330. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1017/S0022029900019038> >

Burton H. *Ultra-High-Temperature Processing of Milk and Milk Products* [En ligne]. [s.l.] : Springer US, 1994. Disponible sur : < <http://www.springer.com/us/book/9781461359012> > (consulté le 18 octobre 2018)ISBN : 978-1-4613-5901-2.

Burton H. « Seasonal variation in deposit formation from whole milk on a heated surface ». *J. Dairy Res.* [En ligne]. juin 1967. Vol. 34, n°2, p. 137-143. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1017/S0022029900012267> >

Burton H. « A comparison between a hot-wire laboratory apparatus and a plate heat exchanger for determining the sensitivity of milk to deposit formation ». *J. Dairy Res.* [En ligne]. octobre 1966. Vol. 33, n°3, p. 317-324. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1017/S0022029900012000> >

Casal H. L., Köhler U., Mantsch H. H. « Structural and conformational changes of  $\beta$ -lactoglobulin B: an infrared spectroscopic study of the effect of pH and temperature ». *Biochim. Biophys. Acta BBA - Protein Struct. Mol. Enzymol.* [En ligne]. 2 novembre 1988. Vol. 957, n°1, p. 11-20. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1016/0167-4838\(88\)90152-5](https://doi.org/10.1016/0167-4838(88)90152-5) >

Casanueva-Robles T., Bott T. R. « The environmental effect of heat exchanger fouling ». In : *Heat Exchanger Fouling and Cleaning*. Kloster Irsee, Germany : Berkeley Electronic Press, 2005. p. 5.

Chang S. W., Huang B. J. « Thermal performances of tubular flows enhanced by ribbed spiky twist tapes with and without edge notches ». *Int. J. Heat Mass Transf.* [En ligne]. juin 2014. Vol. 73, p. 645-663. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2014.02.049> >

Changani S. D., Belmar-Beiny M. T., Fryer P. J. « Engineering and chemical factors associated with fouling and cleaning in milk processing ». *Exp. Therm. Fluid Sci.* [En ligne]. mai 1997. Vol. 14, n°4, p. 392-406. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1016/S0894-1777\(96\)00141-0](https://doi.org/10.1016/S0894-1777(96)00141-0) >

Chantoiseau E., Plana-Fattori A., Doursat C., Flick D. « Coupling fluid flow, heat transfer and thermal denaturation-aggregation of beta-lactoglobulin using an Eulerian/Lagrangian approach ». *J. Food Eng.* [En ligne]. novembre 2012. Vol. 113, n°2, p. 234-244. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2012.05.043> >

Chen X. D., Chen Z. D., Nguang S. K., Anema S. « Exploring the reaction kinetics of whey protein denaturation/aggregation by assuming the denaturation step is reversible ». *Biochem. Eng. J.* [En ligne]. 1 septembre 1998. Vol. 2, n°1, p. 63-69. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1016/S1369-703X\(98\)00018-7](https://doi.org/10.1016/S1369-703X(98)00018-7) >

Chen X. D., Li D. X. Y., Lin S. X. Q., Özkan N. « On-line fouling/cleaning detection by measuring electric resistance—equipment development and application to milk fouling detection and chemical cleaning monitoring ». *J. Food Eng.* [En ligne]. février 2004. Vol. 61, n°2, p. 181-189. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1016/S0260-8774\(03\)00085-2](https://doi.org/10.1016/S0260-8774(03)00085-2) >

Chenoweth J. M. « Final Report of the HTRI/TEMA Joint Committee to Review the Fouling Section of the TEMA Standards ». *Heat Transf. Eng.* [En ligne]. 1 janvier 1990. Vol. 11, n°1, p. 73-107. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1080/01457639008939724> >

Chobert J.-M. « Milk protein tailoring to improve functional and biological properties ». *J BioSci Biotech.* 2012. Vol. 1, n°3, p. 171-197.

Choi W., Jun S., Nguyen L. T., Rungraeng N., Yi H., Balasubramanian S., Puri V. M., Lee J. « 3-D Milk Fouling Modeling of Plate Heat Exchangers with Different Surface Finishes Using Computational Fluid Dynamics Codes ». *J. Food Process Eng.* [En ligne]. août 2013. Vol. 36, n°4, p. 439-449. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1111/j.1745-4530.2012.00684.x> >

Christian G. K., Changani S. D., Fryer P. J. « The Effect of Adding Minerals on Fouling from Whey Protein Concentrate: Development of a Model Fouling Fluid for a Plate Heat Exchanger ». *Food Bioprod. Process.* [En ligne]. 1 décembre 2002. Vol. 80, n°4, p. 231-239. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1205/096030802321154718> >

CNIEL. « La filière laitière française en chiffres ». [s.l.] : [s.n.], 2018. Disponible sur : < <http://www.filiere-laitiere.fr/fr/chiffres-cles/filiere-laitiere-francaise-en-chiffres> > (consulté le 12 octobre 2018)

Collier N. *Développement d'un outil ultrasonore de caractérisation des propriétés d'adhésion de milieux modèles avec application aux dépôts laitiers* [En ligne]. Thèse de doctorat. Villeneuve d'Ascq : Lille 1, 2014. Disponible sur : < <http://www.theses.fr/2014LIL10166> > (consulté le 17 octobre 2018)

Collier N., Callens D., Campistron P., Nongaillard B., Jimenez M., Alogaili G., Debreyne P., Delaplace G. « Ultrasonic Adhesion Measurement of Whey Protein Fouling ». *Heat Transf. Eng.* [En ligne]. 3 mai 2015. Vol. 36, n°7-8, p. 771-779. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1080/01457632.2015.954963> >

Corrieu G., Lalande M., Ferret R. « Mesure en ligne de l'encrassement et du nettoyage d'un stérilisateur UHT industriel ». *J. Food Eng.* [En ligne]. janvier 1986. Vol. 5, n°3, p. 231-248. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1016/0260-8774\(86\)90027-0](https://doi.org/10.1016/0260-8774(86)90027-0) >

Crattelet J., Ghnimi S., Debreyne P., Zaid I., Boukabache A., Esteve D., Auret L., Fillaudeau L. « On-line local thermal pulse analysis sensor to monitor fouling and cleaning: Application to dairy product pasteurisation with an ohmic cell jet heater ». *J. Food Eng.* [En ligne]. novembre 2013. Vol. 119, n°1, p. 72-83. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2013.05.009> >

Croguennec T., O'Kennedy B. T., Mehra R. « Heat-induced denaturation/aggregation of  $\beta$ -lactoglobulin A and B: kinetics of the first intermediates formed ». *Int. Dairy J.* [En ligne]. 1 mai 2004. Vol. 14, n°5, p. 399-409. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.idairyj.2003.09.005> >

Dauvin G., Labbe J. P., Quemerais A., Brule G., Michel F., Roignant M., Priol M. « Fouling of a heat-exchange surface by whey, milk and models fluids - An analytical study ». *Lait*. 1987. Vol. 67, n°3, p. 339-364.

Davies T. J., Henstridge S. C., Gillham C. R., Wilson D. I. « Investigation of whey protein deposit properties using heat flux sensors ». *Food Bioprod. Process.* juin 1997. Vol. 75, n°C2, p. 106-110.

Dawood G. *Fundamental approach for fouling growth mechanisms comprehension at a stainless steel surface : development of antifouling coating for stainless steel* [En ligne]. Thèse de doctorat. Villeneuve d'Ascq : Université des Sciences et Technologie de Lille, 2014. 232 p. Disponible sur : < <http://ori.univ-lille1.fr/notice/view/univ-lille1-ori-421060> > (consulté le 2 septembre 2015)

De Wit J. N. « Thermal Stability and Functionality of Whey Proteins ». *J. Dairy Sci.* [En ligne]. 1 décembre 1990. Vol. 73, n°12, p. 3602-3612. Disponible sur : < [https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302\(90\)79063-7](https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302(90)79063-7) >

Delplace F. *Identification des échangeurs de chaleur à plaques. Application à l'étude de l'encrassement par les produits laitiers* [En ligne]. Nancy : Université de Nancy I, 1995. 111 p. Disponible sur : < <http://www.theses.fr/1995NAN10345> >

Delplace F., Leuliet J. C. « Modeling fouling of a plate-heat exchanger with different flow arrangements by whey-protein solutions ». *Food Bioprod. Process.* septembre 1995. Vol. 73, n°C3, p. 112-120.

Delplace F., Leuliet J. C., Levieux D. « A reaction engineering approach to the analysis of fouling by whey proteins of a six-channels-per-pass plate heat exchanger ». *J. Food Eng.* [En ligne]. octobre 1997. Vol. 34, n°1, p. 91-108. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1016/s0260-8774\(97\)00068-x](https://doi.org/10.1016/s0260-8774(97)00068-x) >

Delplace F., Leuliet J. C., Tissier J. P. « Fouling experiments of a plate heat exchanger by whey proteins solutions ». *Food Bioprod. Process.* [En ligne]. 1994. Vol. 72, n°3, p. 163-169. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1205/096030802760309188> >

Delsing B. M. A., Hiddink J. « Fouling of heat transfer surfaces by dairy fluids ». *Neth. Milk Dairy J.* 1983. Vol. 37, p. 139-148.

Deshmukh P. W., Vedula R. P. « Heat transfer and friction factor characteristics of turbulent flow through a circular tube fitted with vortex generator inserts ». *Int. J. Heat Mass Transf.* [En ligne]. décembre 2014. Vol. 79, p. 551-560. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2014.08.042> >

Dewan A., Mahanta P., Raju K. S., Kumar P. S. « Review of Passive Heat Transfer Augmentation Techniques ». *Part A. J. of Power and Energy.* 2004. Vol. 218, n°7, p. 509-527.

Donato L., Schmitt C., Bovetto L., Rouvet M. « Mechanism of formation of stable heat-induced  $\beta$ -lactoglobulin microgels ». *Int. Dairy J.* [En ligne]. 1 mai 2009. Vol. 19, n°5, p. 295-306. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.idairyj.2008.11.005> >

Dong A., Matsuura J., Allison S. D., Chrisman E., Manning M. C., Carpenter J. F. « Infrared and Circular Dichroism Spectroscopic Characterization of Structural Differences between  $\beta$ -Lactoglobulin A and B ». *Biochemistry* [En ligne]. 1 janvier 1996. Vol. 35, n°5, p. 1450-1457. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1021/bi9518104> >

Duangthongsuk W., Wongwises S. « Comparison of the heat transfer performance and friction characteristics between fixed and rotating turbine-type swirl generators fitted in a small circular tube ». *Exp. Therm. Fluid Sci.* [En ligne]. octobre 2013. Vol. 50, p. 222-228. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.expthermflusci.2013.04.007> >

Ebert W., Panchal C. B. « Analysis of Exxon Crude-Oil-Slip Stream Coking Data ». In : *Mitigation of Fouling in Industrial Heat Exchangers*. San Luis Obispo, USA : Argonne National Lab., IL (United States), 1995. p. 451-460. Disponible sur : < <http://www.osti.gov/scitech/biblio/453433> > (consulté le 4 septembre 2015)

Eiamsa-ard P., Piriyaungroj N., Thianpong C., Eiamsa-ard S. « A case study on thermal performance assessment of a heat exchanger tube equipped with regularly-spaced twisted tapes as swirl generators ». *Case Stud. Therm. Eng.* [En ligne]. juillet 2014. Vol. 3, p. 86-102. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.csite.2014.04.002> >

Eichler T., Lederer T. « Flow development behind a swirl generator in a hot-water standard measuring facility for large volume rates ». *Flow Meas. Instrum.* [En ligne]. avril 2015. Vol. 42, p. 89-97. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.flowmeasinst.2015.01.005> >

Elofsson U. M., Dejmek P., Paulsson M. A. « Heat-induced aggregation of  $\beta$ -lactoglobulin studied by dynamic light scattering ». *Int. Dairy J.* [En ligne]. 1 avril 1996. Vol. 6, n°4, p. 343-357. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1016/0958-6946\(95\)00019-4](https://doi.org/10.1016/0958-6946(95)00019-4) >

Epstein N. « Elements of particle deposition onto nonporous solid surfaces parallel to suspension flows ». *Exp. Therm. Fluid Sci.* [En ligne]. mai 1997. Vol. 14, n°4, p. 323-334. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1016/S0894-1777\(96\)00135-5](https://doi.org/10.1016/S0894-1777(96)00135-5) >

Erabit N., Flick D., Alvarez G. « Formation of beta-lactoglobulin aggregates during thermomechanical treatments under controlled shear and temperature conditions ». *J. Food Eng.* 2014. Vol. 120, p. 57-68.

Fillaudeau L., Delaplace G., Lefebvre S., Leuliet J. C., Quenard F. « Improvement of Heat Transfer in Joule Effect Tubular Heat Exchanger by Geometrical Modifications - Applications to Model (Milky Dessert) and Real (Whole Egg) Fluids ». In : *Experimental heat transfer, fluid mechanics and thermodynamics*. Pisa : ETS, 2001. p. 883-888. ISBN : 88-467-0459-2.

Fink, A., Kessler H. G. « Changes in the Fat Globule Membrane Produced by Heating ». *Milchwissenschaft*. 1985. Vol. 40, n°Nr.5, p. 261-264.

Förster M., Augustin W., Bohnet M. « Influence of the adhesion force crystal/heat exchanger surface on fouling mitigation ». *Chem. Eng. Process. Process Intensif.* [En ligne]. septembre 1999. Vol. 38, n°4-6, p. 449-461. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1016/S0255-2701\(99\)00042-2](https://doi.org/10.1016/S0255-2701(99)00042-2) >

Foster C. L., Britten M., Green M. L. « A model heat-exchange apparatus for the investigation of fouling of stainless steel surfaces by milk I. Deposit formation at 100 °C ». *J. Dairy Res.* [En ligne]. mai 1989. Vol. 56, n°2, p. 201-209. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1017/S002202990002642X> >

Fox P. F., Kelly A. L. « Indigenous enzymes in milk: Overview and historical aspects—Part 1 ». *Int. Dairy J.* [En ligne]. 1 juin 2006. Vol. 16, n°6, p. 500-516. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.idairyj.2005.09.013> >

Freund S., Kabelac S. « Investigation of local heat transfer coefficients in plate heat exchangers with temperature oscillation IR thermography and CFD ». *Int. J. Heat Mass Transf.* [En ligne]. septembre 2010. Vol. 53, n°19-20, p. 3764-3781. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2010.04.027> >

Fryer P. J. « The uses of fouling models in the design of food process plant ». *Int. J. Dairy Technol.* [En ligne]. 1 février 1989. Vol. 42, n°1, p. 23-29. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1111/j.1471-0307.1989.tb01703.x> >

Fryer P. J., Christian G. K., Liu W. « How hygiene happens: physics and chemistry of cleaning ». *Int. J. Dairy Technol.* [En ligne]. 1 mai 2006. Vol. 59, n°2, p. 76-84. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1111/j.1471-0307.2006.00249.x> >

Fryer P. J., Robbins P. T., Green C., Schreier P. J. R., Pritchard A. M., Hasting A. P. M., Royston D. G., Richardon J. F. « A statistical model for fouling of a plate heat exchanger by whey protein solution at UHT conditions ». *Food Bioprod. Process.* décembre 1996. Vol. 74, n°C4, p. 189-199.

De la Fuente M. A., Singh H., Hemar Y. « Recent advances in the characterisation of heat-induced aggregates and intermediates of whey proteins ». *Trends Food Sci. Technol.* [En ligne]. 1 août 2002. Vol. 13, n°8, p. 262-274. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1016/S0924-2244\(02\)00133-4](https://doi.org/10.1016/S0924-2244(02)00133-4) >

Galani D., Apenten R. K. O. « The Comparative Heat Stability of Bovine  $\beta$ -Lactoglobulin in Buffer and Complex Media ». *J. Sci. Food Agric.* [En ligne]. 1 mai 1997. Vol. 74, n°1, p. 89-98.

Disponible sur : < [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-0010\(199705\)74:1<89::AID-JSFA773>3.0.CO;2-P](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-0010(199705)74:1<89::AID-JSFA773>3.0.CO;2-P) >

Gallot-Lavallée T., Leclercq-Perlat M. N., Lalande M. « Modelisation par un mecanisme de diffusion-reaction-arrachement de la cinetique du nettoyage des depots formes sur les surfaces d'echange lors de la pasteurisation du lait ». *Ind. Aliment. Agric.* 1988. p. 445-456.

Garrett-Price B. A. « Fouling of Heat Exchangers – Characteristics, Costs, Prevention, Control, and Removal. Von B. A. Garrett-Price et al., Noyes Publications, Park Ridge 1985. 1. Aufl., XIV, 416 S., zahlr. Abb. u. Tab., geb., S 45, – ». *Chem. Ing. Tech.* [En ligne]. 1 janvier 1986. Vol. 58, n°4, p. 330-330. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1002/cite.330580414> >

Georgiadis M. C., Macchietto S. « Dynamic modelling and simulation of plate heat exchangers under milk fouling ». *Chem. Eng. Sci.* mai 2000. Vol. 55, n°9, p. 1605-1619.

Georgiadis M. C., Rotstein G. E., Macchietto S. « Optimal design and operation of heat exchangers under milk fouling ». *Aiche J.* septembre 1998a. Vol. 44, n°9, p. 2099-2111.

Georgiadis M. C., Rotstein G. E., Macchietto S. « Modeling and simulation of shell and tube heat exchangers under milk fouling ». *Aiche J.* avril 1998b. Vol. 44, n°4, p. 959-971.

Gillham C. R., Fryer P. J., Hasting A. P. M., Wilson D. I. « Enhanced cleaning of whey protein soils using pulsed flows ». *J. Food Eng.* [En ligne]. novembre 2000. Vol. 46, n°3, p. 199-209. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1016/S0260-8774\(00\)00083-2](https://doi.org/10.1016/S0260-8774(00)00083-2) >

Gomes da Cruz L., Ishiyama E. M., Boxler C., Augustin W., Scholl S., Wilson D. I. « Value pricing of surface coatings for mitigating heat exchanger fouling ». *Food Bioprod. Process.* [En ligne]. 1 janvier 2015. Vol. 93, p. 343-363. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2014.05.003> >

Gotham S. M., Fryer P. J., Pritchard A. M. «  $\beta$ -lactoglobulin denaturation and aggregation reactions and fouling deposit formation: a DSC study ». *Int. J. Food Sci. Technol.* [En ligne]. 1 juin 1992. Vol. 27, n°3, p. 313-327. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1992.tb02033.x> >

Griffin W. G., Griffin M. C. A., Martin S. R., Price J. « Molecular basis of thermal aggregation of bovine  $\beta$ -lactoglobulin A ». *J. Chem. Soc. Faraday Trans.* [En ligne]. 1 janvier 1993. Vol. 89, n°18, p. 3395-3405. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1039/FT9938903395> >

Grijpspeerdt K., Hazarika B., Vucinic D. « Application of computational fluid dynamics to model the hydrodynamics of plate heat exchangers for milk processing ». *J. Food Eng.* mai 2003. Vol. 57, n°3, p. 237-242.

Grijpspeerdt K., Mortier L., De Block J., Van Renterghem R. « Applications of modelling to optimise ultra high temperature milk heat exchangers with respect to fouling ». *Food Control* [En ligne]. mars 2004. Vol. 15, n°2, p. 117-130. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1016/s0956-7135\(03\)00023-9](https://doi.org/10.1016/s0956-7135(03)00023-9) >

Guerin R., Ronse G., Bouvier L., Debreyne P., Delaplace G. « Structure and rate of growth of whey protein deposit from in situ electrical conductivity during fouling in a plate heat exchanger ». *Chem. Eng. Sci.* [En ligne]. avril 2007. Vol. 62, n°7, p. 1948-1957. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.ces.2006.12.038> >

Guignard C., Verones F., Loerincik Y., Jolliet O. *Environmental / Ecological Impact of the Dairy Sector: Literature review on dairy products for an inventory of key issues. List of environmental initiatives and influences on the dairy sector*. 2009.

Guo J., Yan Y., Liu W., Jiang F., Fan A. « Enhancement of laminar convective heat transfer relying on excitation of transverse secondary swirl flow ». *Int. J. Therm. Sci.* [En ligne]. janvier 2015. Vol. 87, p. 199-206. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.ijthermalsci.2014.08.023> >

Hambling S. G., McAlpine A. S., Sawyer L. «  $\beta$ -lactoglobulin ». In : *Adv. Dairy Chem.* London and New York : Elsevier Applied Science, 1992. p. 141-190.

Havea P., Singh H., Creamer L. K. « Characterization of heat-induced aggregates of  $\beta$ -lactoglobulin,  $\alpha$ -lactalbumin and bovine serum albumin in a whey protein concentrate environment ». *J. Dairy Res.* [En ligne]. août 2001. Vol. 68, n°3, p. 483-497. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1017/S0022029901004964> >

Hiddink J., Maas R., Lalande M., Streuper A., Van Hooydonk A. C. M. « Heat Treatment of Whipping Cream: Fouling of the Sterilization Equipment ». In : *MILK Vital Force POSTERS Present. XXII Int. Dairy Congr. Hague Sept. 29 – Oct. 3 1986* [En ligne]. Dordrecht : Springer Netherlands, 1986. p. 29-29. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1007/978-94-009-3733-8\\_25](https://doi.org/10.1007/978-94-009-3733-8_25) > (consulté le 18 octobre 2018) ISBN : 978-94-009-3733-8.

Iametti S., De Gregori B., Vecchio G., Bonomi F. « Modifications occur at different structural levels during the heat denaturation of beta-lactoglobulin ». *Eur. J. Biochem.* 1 avril 1996. Vol. 237, n°1, p. 106-112.

Ingimundardottir H., Lalot S. « Detection of Fouling in a Cross-Flow Heat Exchanger Using Wavelets ». *Heat Transf. Eng.* [En ligne]. 2011. Vol. 32, n°3-4, p. 349-357. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1080/01457632.2010.495668> >

Itoh H., Nagata A., Toyomasu T., Sakiyama T., Nagai T., Saeki T., Nakanishi K. « Adsorption of  $\beta$ -Lactoglobulin onto the Surface of Stainless Steel Particles ». *Biosci. Biotechnol. Biochem.* [En ligne]. 1 janvier 1995. Vol. 59, n°9, p. 1648-1651. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1271/bbb.59.1648> >

Jafari Nasr M. R., Majidi Givi M. « Modeling of crude oil fouling in preheat exchangers of refinery distillation units ». *Appl. Therm. Eng.* [En ligne]. octobre 2006. Vol. 26, n°14-15, p. 1572-1577. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2005.12.001> >

Jensen B. B. B., Friis A., Bénézech T., Legentilhomme P., Lelièvre C. « Local Wall Shear Stress Variations Predicted by Computational Fluid Dynamics for Hygienic Design ». *Food Bioprod. Process.* [En ligne]. mars 2005. Vol. 83, n°1, p. 53-60. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1205/fbp.04021> >

Jeurnink T. J. M., Dekruif K. G. « Calcium-concentration in milk in relation to heat-stability and fouling ». *Neth. Milk Dairy J.* 1995. Vol. 49, n°2-3, p. 151-165.

Jeurnink T. J. M., Walstra P., DeKruif C. G. « Mechanisms of fouling in dairy processing ». *Neth. Milk Dairy J.* 1996. Vol. 50, n°3, p. 407-426.

Jimenez M., Delaplace G., Nuns N., Bellayer S., Deresmes D., Ronse G., Alogaili G., Collinet-Fressancourt M., Traisnel M. « Toward the understanding of the interfacial dairy fouling

deposition and growth mechanisms at a stainless steel surface: A multiscale approach ». *J. Colloid Interface Sci.* [En ligne]. 15 août 2013. Vol. 404, p. 192-200. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2013.04.021> >

De Jong P. « Impact and control of fouling in milk processing ». *Trends Food Sci. Technol.* [En ligne]. décembre 1997. Vol. 8, n°12, p. 401-405. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1016/S0924-2244\(97\)01089-3](https://doi.org/10.1016/S0924-2244(97)01089-3) >

De Jong P. *Modelling and optimization of thermal processes in the dairy industry* [En ligne]. Wageningen : [s.n.], 1996. 175 p. Disponible sur : < [//CABI:19960400743](http://CABI:19960400743) >

Jong P. De, Bouman S., Linden H. J. L. J. van der (Netherlands I. for D. R. (NIZO)). « Fouling of heat treatment equipment in relation to the denaturation of beta-lactoglobulin ». *J. Soc. Dairy Technol. U. K.* [En ligne]. 1992. Disponible sur : < <http://agris.fao.org/agris-search/search.do?recordID=GB9123493> > (consulté le 17 octobre 2018)

De Jong P., Bouman S., Vanderlinden H. « Fouling of heat-treatment equipment in relation to the denaturation of beta-lactoglobulin ». *J. Soc. Dairy Technol.* février 1992. Vol. 45, n°1, p. 3-8.

De Jong P., Van der Horst H. C., Waalewijn R. « Reduction of protein and mineral fouling ». In : *Fouling and Cleaning in Food Processing*. Jesus College, Cambridge, England : [s.n.], 1998.

Jun S., Puri V. M. « Fouling models for heat exchangers in dairy processing: A review ». *J. Food Process Eng.* février 2005a. Vol. 28, n°1, p. 1-34.

Jun S., Puri V. M. « Plate heat exchanger: thermal and fouling analysis ». In : *Comput. Fluid Dyn. Food Process.* [s.l.] : CRC Press, Taylor and Francis Group, 2007. p. 417-432.

Jun S., Puri V. M. « 3D milk-fouling model of plate heat exchangers using computational fluid dynamics ». *Int. J. Dairy Technol.* novembre 2005b. Vol. 58, n°4, p. 214-224.

Jun S., Puri V. M., Roberts R. F. « A dynamic 2D model for thermal performance of plate heat exchangers ». *Trans. Asae.* janvier 2004. Vol. 47, n°1, p. 213-222.

Kazi S. N., Duffy G. G., Chen X. D. « Mineral scale formation and mitigation on metals and a polymeric heat exchanger surface ». *Appl. Therm. Eng.* [En ligne]. octobre 2010. Vol. 30, n°14-15, p. 2236-2242. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2010.06.005> >

Kerche F., Weterings M., Beyrer M. « The effect of temperature and shear upon technological properties of whey protein concentrate: Aggregation in a tubular heat exchanger ». *Int. Dairy J.* [En ligne]. 1 septembre 2016. Vol. 60, n°Supplement C, p. 32-38. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.idairyj.2016.02.032> >

Kern D. Q., Seaton R. E. « A Theoretical Analysis of Thermal Surface Fouling ». *Br. Chem. Eng.* 1959. Vol. 4, n°5, p. 258-262.

Khalidi M. *Étude du lien entre la physico-chimie de dérivés laitiers et leur aptitude à l'encrassement lors du traitement thermomécanique en échangeur de chaleur*. Thèse de doctorat. Villeneuve-d'Ascq, France : Université Lille 1 - Sciences et technologies, 2016.

Khalidi M., Blanpain-Avet P., Guerin R., Ronse G., Bouvier L., Andre C., Bornaz S., Croguennec T., Jeantet R., Delaplace G. « Effect of calcium content and flow regime on whey

protein fouling and cleaning in a plate heat exchanger ». *J. Food Eng.* [En ligne]. février 2015. Vol. 147, p. 68-78. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2014.09.020> >

Khalidi M., Croguennec T., André C., Ronse G., Jimenez M., Bellayer S., Blanpain-Avet P., Bouvier L., Six T., Bornaz S., Jeantet R., Delaplace G. « Effect of the calcium/protein molar ratio on  $\beta$ -lactoglobulin denaturation kinetics and fouling phenomena ». *Int. Dairy J.* [En ligne]. 1 mars 2018. Vol. 78, n°Supplement C, p. 1-10. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.idairyj.2017.10.002> >

Khalidi M., Ronse G., André C., Blanpain-Avet P., Bouvier L., Six T., Bornaz S., Croguennec T., Jeantet R., Delaplace G. « Denaturation Kinetics of Whey Protein Isolate Solutions and Fouling Mass Distribution in a Plate Heat Exchanger ». In : *Int. J. Chem. Eng.* [En ligne]. [s.l.] : [s.n.], 2015. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1155/2015/139638> > (consulté le 14 juin 2018)

Khoshvaght-Aliabadi M., Eskandari M. « Influence of twist length variations on thermal-hydraulic specifications of twisted-tape inserts in presence of Cu-water nanofluid ». *Exp. Therm. Fluid Sci.* [En ligne]. février 2015c. Vol. 61, p. 230-240. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.expthermflusci.2014.11.004> >

Khoshvaght-Aliabadi M., Sartipzadeh O., Alizadeh A. « An experimental study on vortex-generator insert with different arrangements of delta-winglets ». *Energy* [En ligne]. mars 15, 2015b. Vol. 82, p. 629-639. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.energy.2015.01.072> >

Khoshvaght-Aliabadi M., Zangouei S., Hormozi F. « Performance of a plate-fin heat exchanger with vortex-generator channels: 3D-CFD simulation and experimental validation ». *Int. J. Therm. Sci.* [En ligne]. février 2015a. Vol. 88, p. 180-192. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.ijthermalsci.2014.10.001> >

Kilara A. « Chapter 11 - Whey protein functionality ». In : *Protein Funct. Food Syst.* New York, USA : [s.n.], 1994. p. 335-355.

Kim J. C., Lund D. B. « Kinetics of beta-lactoglobulin adsorption onto stainless steel surfaces ». *Biotechnol. Prog.* [En ligne]. novembre 1998. Vol. 14, n°6, p. 951-958. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1021/bp9800992> >

Kinsella J. E., Morr C. V. « Milk proteins: Physicochemical and functional properties ». *C R C Crit. Rev. Food Sci. Nutr.* [En ligne]. 1 janvier 1984. Vol. 21, n°3, p. 197-262. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1080/10408398409527401> >

Krueger A., Pouponnot F. « Heat exchanger performance enhancement through the use of tube inserts in refineries and chemical plants – Successful applications: Spirelf®, Turbotal® and Fixotal® systems ». In : *Proceedings of International Conference on Heat Exchanger Fouling and Cleaning VIII*. Schlading, Austria : H. Müller-Steinhagen, M.R. Malayeri and A.P. Watkinson, 2009. Disponible sur : < [www.heatexchanger-fouling.com](http://www.heatexchanger-fouling.com) >

Kuppan T. *Heat Exchanger Design Handbook* [En ligne]. [s.l.] : Marcel Dekker, Inc, New York, USA, 2000. 1118 p. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1080/07373930008917833> > (consulté le 19 septembre 2018)

Labouré H., Cases E., Cayot P. « Heat induced  $\beta$ -lactoglobulin polymerization: role of the change in medium permittivity ». *Food Chem.* [En ligne]. 1 mai 2004. Vol. 85, n°3, p. 399-406. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2003.07.017> >

Lalande M., Rene F. « Fouling by Milk and Dairy Product and Cleaning of Heat Exchange Surfaces ». In : Melo LF, Bott TR, Bernardo CA (éd.). *Fouling Sci. Technol.* [En ligne]. Dordrecht : Springer Netherlands, 1988. p. 557-573. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1007/978-94-009-2813-8\\_36](https://doi.org/10.1007/978-94-009-2813-8_36) > (consulté le 18 octobre 2018) ISBN : 978-94-009-2813-8.

Lalande M., Rene F., Tissier J. P. « Fouling and its control in heat exchangers in the dairy industry ». *Biofouling*. 1989. Vol. 1, n°3, p. 233-250.

Lalande M., Tissier J. P., Corrieu G. « Fouling of a plate heat-exchanger used in ultra-high-temperature sterilization of milk ». *J. Dairy Res.* 1984. Vol. 51, n°4, p. 557-568.

Lalande M., Tissier J. P., Corrieu G. « Fouling of heat-transfer surfaces related to beta-lactoglobulin denaturation during heat processing of milk ». *Biotechnol. Prog.* 1985. Vol. 1, n°2, p. 131-139.

Lalot S., Palsson H. « Detection of fouling in a cross-flow heat exchanger using a neural network based technique ». *Int. J. Therm. Sci.* [En ligne]. avril 2010. Vol. 49, n°4, p. 675-679. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.ijthermalsci.2009.10.011> >

Legay M., Allibert Y., Gondrexon N., Boldo P., Le Person S. « Experimental investigations of fouling reduction in an ultrasonically-assisted heat exchanger ». *Exp. Therm. Fluid Sci.* [En ligne]. avril 2013. Vol. 46, p. 111-119. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.expthermflusci.2012.12.001> >

Lelièvre C., Antonini G., Faille C., Bénézech T. « Cleaning-in-Place: Modelling of Cleaning Kinetics of Pipes Soiled by Bacillus Spores Assuming a Process Combining Removal and Deposition ». *Food Bioprod. Process.* [En ligne]. décembre 2002. Vol. 80, n°4, p. 305-311. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1205/096030802321154826> >

Lelièvre Caroline, Legentilhomme P., Gaucher C., Legrand J., Faille C., Bénézech T. « Cleaning in place: effect of local wall shear stress variation on bacterial removal from stainless steel equipment ». *Chem. Eng. Sci.* [En ligne]. avril 2002. Vol. 57, n°8, p. 1287-1297. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1016/S0009-2509\(02\)00019-2](https://doi.org/10.1016/S0009-2509(02)00019-2) >

Leuliet J.-C. *Comportements hydraulique et thermique des échangeurs à plaques traitant des produits non-Newtoniens*. Thèse de doctorat. France : Université de Nancy I, 1988. 130 p.

Lewis M. J., Heppell N. J. *Continuous Thermal Processing of Foods: Pasteurization and UHT Sterilization* [En ligne]. [s.l.] : Springer US, 2000. (Food Engineering Series). Disponible sur : < <http://www.springer.com/us/book/9780834212596> > (consulté le 18 octobre 2018) ISBN : 978-0-8342-1259-6.

Li G., Hall P., Miles N., Wu T. « Improving the efficiency of ‘Clean-In-Place’ procedures using a four-lobed swirl pipe: A numerical investigation ». *Comput. Fluids* [En ligne]. 15 février 2015a. Vol. 108, p. 116-128. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.compfluid.2014.11.032> >

Li G., Hall P., Miles N., Wu T. « Improving the efficiency of “Clean-In-Place” procedures using a four-lobed swirl pipe: A numerical investigation ». *Comput. Fluids* [En ligne]. 15 février 2015b. Vol. 108, p. 116-128. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.compfluid.2014.11.032> >

Li G., Miles N. J., Wu T., Hall P. « Large eddy simulation and Reynolds-averaged Navier-Stokes based modelling of geometrically induced swirl flows applied for the better understanding of Clean-In-Place procedures ». *Food Bioprod. Process.* [En ligne]. juillet 2017. Vol. 104, p. 77-93. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2017.05.001> >

Lim K. Y., Hung Y. M., Tan B. T. « Performance evaluation of twisted-tape insert induced swirl flow in a laminar thermally developing heat exchanger ». *Appl. Therm. Eng.* [En ligne]. 5 juillet 2017. Vol. 121, n°Supplement C, p. 652-661. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2017.04.134> >

Lindmark Månsson H., Timgren A., Alden G., Paulsson M. « Two-dimensional gel electrophoresis of proteins and peptides in bovine milk ». *Int. Dairy J.* [En ligne]. 2005. Vol. 15, n°2, p. 111-121. Disponible sur : < <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.1016/j.idairyj.2004.06.010> >

Ling A. C., Lund D. B. « Apparatus for Studying Fouling of Heated Surfaces by Biological Fluids ». *J. Food Sci.* [En ligne]. 1 mars 1978. Vol. 43, n°2, p. 390-403. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1978.tb02311.x> >

Liu S., Sakr M. « A comprehensive review on passive heat transfer enhancements in pipe exchangers ». *Renew. Sustain. Energy Rev.* [En ligne]. mars 2013. Vol. 19, p. 64-81. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.rser.2012.11.021> >

Liu W., Christian G. K., Zhang Z., Fryer P. J. « Direct measurement of the force required to disrupt and remove fouling deposits of whey protein concentrate ». *Int. Dairy J.* [En ligne]. 1 février 2006. Vol. 16, n°2, p. 164-172. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.idairyj.2005.02.008> >

Lund D. B., Bixby D. « Fouling of heat exchange surfaces by milk ». *Process Biochem.* 1975. Vol. 10, n°9, p. 52-55.

Lyster R. L. J. « The composition of milk deposits in an ultra-high-temperature plant ». *J. Dairy Res.* [En ligne]. juin 1965. Vol. 32, n°2, p. 203-208. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1017/S0022029900018549> >

Lyster R. L. J. « The denaturation of  $\alpha$ -lactalbumin and  $\beta$ -lactoglobulin in heated milk ». *J. Dairy Res.* [En ligne]. juin 1970. Vol. 37, n°02, p. 233-243. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1017/S0022029900013297> >

Mahdi Y., Mouheb A., Oufer L. « A dynamic model for milk fouling in a plate heat exchanger ». *Appl. Math. Model.* [En ligne]. février 2009. Vol. 33, n°2, p. 648-662. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.apm.2007.11.030> >

Mansoori G. A. « Deposition and fouling of heavy organic oils and other compounds ». *9th Int. Conf. Prop. Phase Equilibria Prod. Process Des. Kurashiki Okayama Jpn.* 2001. Vol. PPEPPD 2001,.

Martemianov S., Okulov V. L. « On heat transfer enhancement in swirl pipe flows ». *Int. J. Heat Mass Transf.* [En ligne]. mai 2004. Vol. 47, n°10-11, p. 2379-2393. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2003.11.005> >

McDonalds A. G., Magande H. L. « Fundamentals of Heat Exchanger Design ». In : *Introd. Thermo-Fluids Syst. Des.* [s.l.] : John Wiley and Sons: Chichester, UK, 2012. p. 127-211.

Melo L., Bott T. R., Bernardo C. *Fouling Science and Technology* [En ligne]. [s.l.] : Springer Netherlands, 1988. (Nato Science Series E:). Disponible sur : < [//www.springer.com/la/book/9789024737291](http://www.springer.com/la/book/9789024737291) > (consulté le 19 septembre 2018) ISBN : 978-90-247-3729-1.

Merheb B., Nassar G., Nongaillard B., Delaplace G., Leuliet J. C. « Design and performance of a low-frequency non-intrusive acoustic technique for monitoring fouling in plate heat exchangers ». *J. Food Eng.* [En ligne]. octobre 2007. Vol. 82, n°4, p. 518-527. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.foodeng.2007.03.022> >

Müller-Steinhagen H. *Heat Exchanger Fouling: Mitigation and Cleaning Technologies*. Essen, Germany : Publico Publications, 2000. 402 p.(IChemE). ISBN : 978-0-85295-436-2.

Müller-Steinhagen H. « Fouling: the ultimate challenge for heat exchanger design ». In : *Proc. Sixth Int. Symp. Transp. Phenom. Therm. Eng.* Seoul, Korea : [s.n.], 1993. p. 811–823.

Müller-Steinhagen H., Zhao Q. « Investigation of low fouling surface alloys made by ion implantation technology ». *Chem. Eng. Sci.* [En ligne]. 1 octobre 1997. Vol. 52, n°19, p. 3321-3332. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1016/S0009-2509\(97\)00162-0](https://doi.org/10.1016/S0009-2509(97)00162-0) >

Mulvihill D. M., Donovan M. « Whey Proteins and Their Thermal Denaturation - A Review ». *Ir. J. Food Sci. Technol.* 1987. Vol. 11, n°1, p. 43-75.

Najafi A. F., Mousavian S. M., Amini K. « Numerical investigations on swirl intensity decay rate for turbulent swirling flow in a fixed pipe ». *Int. J. Mech. Sci.* [En ligne]. 1 octobre 2011. Vol. 53, n°10, p. 801-811. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2011.06.011> >

Navarra G., Leone M., Militello V. « Thermal aggregation of beta-lactoglobulin in presence of metal ions ». *Biophys. Chem.* [En ligne]. décembre 2007. Vol. 131, n°1-3, p. 52-61. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.bpc.2007.09.003> >

Nielsen B. T., Singh H., Latham J. M. « Aggregation of bovine  $\beta$ -lactoglobulins A and B on heating at 75 °C ». *Int. Dairy J.* [En ligne]. 1 mai 1996. Vol. 6, n°5, p. 519-527. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1016/0958-6946\(95\)00022-4](https://doi.org/10.1016/0958-6946(95)00022-4) >

Ojaniemi U., Riihimäki M., Manninen M., Pättikangas T. « Wall function model for particulate fouling applying XDLVO theory ». *Chem. Eng. Sci.* [En ligne]. 24 décembre 2012. Vol. 84, p. 57-69. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.ces.2012.08.004> >

O'Kennedy B. T., Mounsey J. S. « The dominating effect of ionic strength on the heat-induced denaturation and aggregation of  $\beta$ -lactoglobulin in simulated milk ultrafiltrate ». *Int. Dairy J.* [En ligne]. 1 mars 2009. Vol. 19, n°3, p. 123-128. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.idairyj.2008.09.004> >

Oldfield D. J., Singh H., Taylor M. W. « Kinetics of heat-induced whey protein denaturation and aggregation in skim milks with adjusted whey protein concentration ». *J. Dairy Res.* [En ligne]. août 2005. Vol. 72, n°3, p. 369-378. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1017/S002202990500107X> >

Oldfield D. J., Singh H., Taylor M. W., Pearce K. N. « Heat-induced interactions of  $\beta$ -lactoglobulin and  $\alpha$ -lactalbumin with the casein micelle in pH-adjusted skim milk ». *Int. Dairy J.* [En

ligne]. 1 janvier 2000. Vol. 10, n°8, p. 509-518. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1016/S0958-6946\(00\)00087-X](https://doi.org/10.1016/S0958-6946(00)00087-X) >

Oliveira R. « Understanding adhesion: A means for preventing fouling ». *Exp. Therm. Fluid Sci.* [En ligne]. mai 1997. Vol. 14, n°4, p. 316-322. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1016/S0894-1777\(96\)00134-3](https://doi.org/10.1016/S0894-1777(96)00134-3) >

Oliveira R., Melo L., Pinheiro M., Vieira M. J. « Surface Interactions and Deposit Growth in Fouling of Heat Exchangers ». *Corros. Rev.* [En ligne]. 1993. Vol. 11, n°1-2, p. 55–96. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1515/CORREVE.1993.11.1-2.55> >

Palsson H., Beaubert F., Lalot S. « Inducing Swirling Flow in Heat Exchanger Pipes for Reduced Fouling Rate ». *Heat Transf. Eng.* [En ligne]. 15 juillet 2013. Vol. 34, n°8-9, p. 761-768. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1080/01457632.2012.741503> >

Panchal C. B., Kuru W. C., Liao C. F., Ebert W. A. « Threshold conditions of crudeoil fouling ». *Underst. Heat Exch. Fouling Mitig.* 1999.

Papiz M. Z., Sawyer L., Eliopoulos E. E., North A. C. T., Findlay J. B. C., Sivaprasadarao R., Jones T. A., Newcomer M. E., Kraulis P. J. « The structure of  $\beta$ -lactoglobulin and its similarity to plasma retinol-binding protein ». *Nature* [En ligne]. novembre 1986. Vol. 324, n°6095, p. 383-385. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1038/324383a0> >

Patel H. A., Anema S. G., Holroyd S. E., Singh H., Creamer L. K. « Methods to determine denaturation and aggregation of proteins in low-, medium- and high-heat skim milk powders ». *Lait* [En ligne]. 1 juillet 2007. Vol. 87, n°4-5, p. 251-268. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1051/lait:2007027> >

Paterson W. R., Fryer P. J. « A reaction engineering approach to the analysis of fouling ». *Chem. Eng. Sci.* [En ligne]. 1 janvier 1988. Vol. 43, n°7, p. 1714-1717. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1016/0009-2509\(88\)85166-2](https://doi.org/10.1016/0009-2509(88)85166-2) >

Paulsson M., Dejmek P. « Thermal Denaturation of Whey Proteins in Mixtures with Caseins Studied by Differential Scanning Calorimetry ». *J. Dairy Sci.* [En ligne]. 1 mars 1990. Vol. 73, n°3, p. 590-600. Disponible sur : < [https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302\(90\)78707-3](https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302(90)78707-3) >

Pereira A., Rosmaninho R., Mendes J., Melo L. F. « Monitoring Deposit Build-up using a Novel Mechatronic Surface Sensor (MSS) ». *Food Bioprod. Process.* [En ligne]. décembre 2006. Vol. 84, n°4, p. 366-370. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1205/fbp06032> >

Perez L. *Développement, étude de performances et intégration de sondes thermiques pour la caractérisation de l'encrassement d'échangeurs tubulaires à courants croisés* [En ligne]. Thèse de doctorat. Bordeaux, France : Paris, ENSAM, 2003. 225 p. Disponible sur : < <http://www.theses.fr/2003ENAM0025> > (consulté le 13 décembre 2018)

Perez O. E., Pilosof A. M. R. « Pulsed electric fields effects on the molecular structure and gelation of  $\beta$ -lactoglobulin concentrate and egg white ». *Food Res. Int.* [En ligne]. 1 janvier 2004. Vol. 37, n°1, p. 102-110. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2003.09.008> >

Perlat M.-N., Lalande M., Corrieu G. « Etude du nettoyage d'un stérilisateur de lait U.H.T. Ordre d'utilisation des détergents alcalin et acide et aspects cinétiques ». *Lait* [En ligne]. 1986. Vol. 66, n°1, p. 31-63. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1051/lait:198613> >

Petit J., Herbig A. L., Moreau A., Delaplace G. « Influence of calcium on beta-lactoglobulin denaturation kinetics: Implications in unfolding and aggregation mechanisms ». *J. Dairy Sci.* [En ligne]. décembre 2011. Vol. 94, n°12, p. 5794-5810. Disponible sur : < <https://doi.org/10.3168/jds.2011-4470> >

Petit J., Six T., Moreau A., Ronse G., Delaplace G. «  $\beta$ -lactoglobulin denaturation, aggregation, and fouling in a plate heat exchanger: Pilot-scale experiments and dimensional analysis ». *Chem. Eng. Sci.* [En ligne]. 2013. Vol. 101, n°0, p. 432-450. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.ces.2013.06.045> >

Polley G. T., Wilson D. I., Yeap B. L., Pugh S. J. « Evaluation of laboratory crude oil threshold fouling data for application to refinery pre-heat trains ». *Appl. Therm. Eng.* [En ligne]. mai 2002. Vol. 22, n°7, p. 777-788. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1016/S1359-4311\(02\)00023-6](https://doi.org/10.1016/S1359-4311(02)00023-6) >

Promvong P., Koolnapadol N., Pimsarn M., Thianpong C. « Thermal performance enhancement in a heat exchanger tube fitted with inclined vortex rings ». *Appl. Therm. Eng.* [En ligne]. 10 janvier 2014. Vol. 62, n°1, p. 285-292. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2013.09.031> >

Qi X. L., Brownlow S., Holt C., Sellers P. « Thermal denaturation of  $\beta$ -lactoglobulin: effect of protein concentration at pH 6.75 and 8.05 ». *Biochim. Biophys. Acta BBA - Protein Struct. Mol. Enzymol.* [En ligne]. 5 avril 1995. Vol. 1248, n°1, p. 43-49. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1016/0167-4838\(94\)00225-6](https://doi.org/10.1016/0167-4838(94)00225-6) >

Qi X. L., Holt C., McNulty D., Clarke D. T., Brownlow S., Jones G. R. « Effect of temperature on the secondary structure of beta-lactoglobulin at pH 6.7, as determined by CD and IR spectroscopy: a test of the molten globule hypothesis. » *Biochem. J.* 15 mai 1997. Vol. 324, p. 341-346.

Rakes P. A., Swartzel K. R., Jones V. A. « Deposition of Dairy Protein-Containing Fluids on Heat Exchange Surfaces ». *Biotechnol. Prog.* [En ligne]. 1 décembre 1986. Vol. 2, n°4, p. 210-217. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1002/btpr.5420020409> >

Rebello W. J., Richlen S. L., Childs F. « The Cost of Heat Exchanger Fouling in the U. S. Industries ». septembre 1988. Disponible sur : < <http://oaktrust.library.tamu.edu/handle/1969.1/92381> > (consulté le 13 juin 2018)

Relkin P., Mulvihill D. D. M. « Thermal unfolding of  $\beta$ -lactoglobulin,  $\alpha$ -lactalbumin, and bovine serum albumin. A thermodynamic approach ». *Crit. Rev. Food Sci. Nutr.* [En ligne]. 1 juillet 1996. Vol. 36, n°6, p. 565-601. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1080/10408399609527740> >

René F. « Échangeur de chaleur à plaques et joints. Résolution numérique des équations d'échange thermique entre les différents canaux ». *Rev. Générale Therm. Fr.* 1987. Vol. 311, p. 577-583.

René F., Leuliet J. C., Lalande M. « Heat transfer to newtonian and non-newtonian food fluids in plate heat exchangers: Experimental and Numerical Approaches ». *Trans IChemE.* septembre 1991. Vol. 69, n°Part C, p. 115-126.

Ribadeau-Dumas B., Grappin R. « Milk protein analysis ». *Le Lait* [En ligne]. 1989. Vol. 69, n°5, p. 357-416. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1051/lait:1989527> >

Rocha A. D., Bannwart A. C., Ganzarolli M. M. « Numerical and experimental study of an axially induced swirling pipe flow ». *Int. J. Heat Fluid Flow* [En ligne]. juin 2015. Vol. 53, p. 81-90. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.ijheatfluidflow.2015.02.003> >

Roefs S. P. F. M., Kruif K. G. D. « A Model for the Denaturation and Aggregation of  $\beta$ -Lactoglobulin ». *Eur. J. Biochem.* [En ligne]. 1 décembre 1994. Vol. 226, n°3, p. 883-889. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1111/j.1432-1033.1994.00883.x> >

Rose I. C., Watkinson A. P., Epstein N. « Testing a mathematical model for initial chemical reaction fouling using a dilute protein solution ». *Can. J. Chem. Eng.* février 2000. Vol. 78, n°1, p. 5-11.

Santos O., Nylander T., Rizzo G., Muller-Steinhagen H., Tragardh C., Paulsson M. « Study of Whey Protein Adsorption under Turbulent Flow ». In : *Heat Exchanger Fouling and Cleaning: Fundamentals and Applications*. Santa Fe, New Mexico, U.S.A : [s.n.], 2003.

Santos O., Nylander T., Rosmaninho R., Rizzo G., Yiantsios S., Andritsos N., Karabelas A., Müller-Steinhagen H., Melo L., Boulangé-Petermann L., Gabet C., Braem A., Trägårdh C., Paulsson M. « Modified stainless steel surfaces targeted to reduce fouling—surface characterization ». *J. Food Eng.* [En ligne]. 1 septembre 2004. Vol. 64, n°1, p. 63-79. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2003.09.013> >

Saqr K. M., Wahid M. A. « Effects of swirl intensity on heat transfer and entropy generation in turbulent decaying swirl flow ». *Appl. Therm. Eng.* [En ligne]. 5 septembre 2014. Vol. 70, n°1, p. 486-493. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2014.05.059> >

Schreier P. J. R., Fryer P. J. « Heat-exchanger fouling - A model study to the scaleup of laboratory data ». *Chem. Eng. Sci.* avril 1995. Vol. 50, n°8, p. 1311-1321.

Sheikh A. K., Zubair S. M., Younas M., Budair M. O. « A risk based heat exchanger analysis subject to fouling: Part II: Economics of heat exchangers cleaning ». *Energy* [En ligne]. mai 2000. Vol. 25, n°5, p. 445-461. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1016/S0360-5442\(99\)00081-X](https://doi.org/10.1016/S0360-5442(99)00081-X) >

Sheikholeslami R. « Composite fouling - inorganic and biological: A review ». *Environ. Prog.* [En ligne]. 1 juin 1999. Vol. 18, n°2, p. 113-122. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1002/ep.670180216> >

Shen C., Cirone C., Yang L., Jiang Y., Wang X. « Characteristics of fouling development in shell-and-tube heat exchanger: Effects of velocity and installation location ». *Int. J. Heat Mass Transf.* [En ligne]. octobre 2014. Vol. 77, p. 439-448. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2014.05.031> >

Sherwin C. P., Foegeding E. A. (North C. S. U. « The effects of CaCl<sub>2</sub> on aggregation of whey proteins ». *Milchwiss. Ger.* [En ligne]. 1997. Disponible sur : < <http://agris.fao.org/agris-search/search.do?recordID=DE9785097> > (consulté le 15 octobre 2018)

Simmons M. J. H., Jayaraman P., Fryer P. J. « The effect of temperature and shear rate upon the aggregation of whey protein and its implications for milk fouling ». *J. Food Eng.* [En ligne]. 1

mars 2007. Vol. 79, n°2, p. 517-528. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2006.02.013> >

Simons J.-W. F. A., Kusters H. A., Visschers R. W., De Jongh H. H. J. « Role of calcium as trigger in thermal  $\beta$ -lactoglobulin aggregation ». *Arch. Biochem. Biophys.* [En ligne]. 15 octobre 2002. Vol. 406, n°2, p. 143-152. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1016/S0003-9861\(02\)00429-0](https://doi.org/10.1016/S0003-9861(02)00429-0) >

Skudder P. J., Brooker B. E., Bonsey A. D., Alvarez-Guerrero N. R. « Effect of pH on the formation of deposit from milk on heated surfaces during ultra high temperature processing ». *J. Dairy Res.* [En ligne]. février 1986. Vol. 53, n°1, p. 75-87. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1017/S0022029900024687> >

Spreer E. *Technologie der Milchverarbeitung*. Behr's GmbH. Leipzig : [s.n.], 2005. 788 p. ISBN : 3-89947-233-0.

Steenbergen W., Voskamp J. « The rate of decay of swirl in turbulent pipe flow ». *Flow Meas. Instrum.* [En ligne]. juin 1998. Vol. 9, n°2, p. 67-78. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1016/S0955-5986\(98\)00016-8](https://doi.org/10.1016/S0955-5986(98)00016-8) >

Taborek J. « Fouling: the major unresolved problem in heat transfer ». *Chem Eng Prog/Chemical Eng. Prog.* N. Y. 1972. Vol. 68, p. 59-6.

Taborek J., Aoki T., Ritter R. B., Palen J. W., Knudsen J. G. « Predictive Methods for Fouling Behavior ». *Chem Eng Prog Chem Eng Prog.* 1972. Vol. 68, n°7, p. 69-78.

Thackery P. A. « The cost of fouling in heat exchanger plant ». *Effl. Water Treat. J.* 1980. Vol. 5, n°20, p. 112-115.

Tian S., Barigou M. « An improved vibration technique for enhancing temperature uniformity and heat transfer in viscous fluid flow ». *Chem. Eng. Sci.* [En ligne]. 17 février 2015. Vol. 123, p. 609-619. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.ces.2014.11.029> >

Tolkach A., Kulozik U. « Reaction kinetic pathway of reversible and irreversible thermal denaturation of beta-lactoglobulin ». *Lait* [En ligne]. juillet 2007. Vol. 87, n°4-5, p. 301-315. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1051/lait:2007012> >

Toure Y., Mabon N., Sindic M. « Synthèse bibliographique des souillures modèles utilisées en laboratoire pour l'évaluation de l'adhérence des souillures, l'encrassement et la nettoyabilité des surfaces ». *Biotechnol. Agron. Société Environ.* 30 septembre 2013. Vol. 17, n°3, p. 527-539.

Toyoda A., Schreier P. J. R., Fryer P. J. « A computational model for reaction fouling from whey protein solutions ». In : *Fouling and Cleaning in Food Processing*. Jesus College, Cambridge, England : [s.n.], 1994. p. 222-229.

Toyoda I., Fryer P. J. « A computational model for reaction and mass transfer in fouling from whey protein solutions ». In : *Fouling Mitig. Ind. Heat Exch. Equip.* New York : Begell House, 1997. p. 589-600.

Trinh L., Willey A. R., Martin P. J., Ashley J., Tothill I. E., Rodgers T. L. « Rate-Based Approach to Cleaning-in-Place ». *Ind. Eng. Chem. Res.* [En ligne]. 14 juin 2017. Vol. 56, n°23, p. 6695-6702. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.7b00727> >

Tuladhar T. R., Paterson W. R., Wilson D. I. « Thermal Conductivity of Whey Protein Films Undergoing Swelling ». *Food Bioprod. Process.* [En ligne]. décembre 2002. Vol. 80, n°4, p. 332-339. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1205/096030802321154862> >

Van Asselt A. J., Vissers M. M. M., Smit F., De Jong P. « In-line control of fouling ». *6th Int. Conf. Heat Exch. Fouling Clean.* 5 juin 2005. Vol. Kloster Irsee, Germany,.

Verheul M., Pedersen J. S., Roefs S. P. F. M., Kruif K. G. De. « Association behavior of native  $\beta$ -lactoglobulin ». *Biopolymers* [En ligne]. 1 janvier 1999. Vol. 49, n°1, p. 11-20. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-0282\(199901\)49:1<11::AID-BIP2>3.0.CO;2-1](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-0282(199901)49:1<11::AID-BIP2>3.0.CO;2-1) >

Visser J., Jeurink T. J. M. « Fouling of heat exchangers in the dairy industry ». *Exp. Therm. Fluid Sci.* mai 1997. Vol. 14, n°4, p. 407-424.

Walker M. E., Safari I., Theregowda R. B., Hsieh M.-K., Abbasian J., Arastoopour H., Dzombak D. A., Miller D. C. « Economic impact of condenser fouling in existing thermoelectric power plants ». *Energy* [En ligne]. 1 août 2012. Vol. 44, n°1, p. 429-437. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.energy.2012.06.010> >

Wallhausser E., Hussein M. A., Becker T. « Detection methods of fouling in heat exchangers in the food industry ». *Food Control* [En ligne]. septembre 2012. Vol. 27, n°1, p. 1-10. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2012.02.033> >

Walstra P., Geurts T. J., Noomen A., Jellema A., Van Boekel M. A. J. S. *Dairy Technology—Principles of Milk Properties and Processes* [En ligne]. MARCEL DEKKER, INC.[s.l.] : P. Walstra, J.T.M. Wouters and T.J. Geurts, 2006. 753 p. Disponible sur : < <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/j.1471-0307.2007.00279.x> > (consulté le 20 septembre 2018)

Wannassi M., Monnoyer F. « Fluid flow and convective heat transfer of combined swirling and straight impinging jet arrays ». *Appl. Therm. Eng.* [En ligne]. 5 mars 2015. Vol. 78, p. 62-73. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2014.12.043> >

Watkinson A. P. « Process heat transfer: Some practical problems ». *Can. J. Chem. Eng.* [En ligne]. 1 octobre 1980. Vol. 58, n°5, p. 553-558. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1002/cjce.5450580501> >

Wijayanti H. B., Bansal N., Deeth H. C. « Stability of Whey Proteins during Thermal Processing: A Review ». *Compr. Rev. Food Sci. Food Saf.* [En ligne]. 1 novembre 2014. Vol. 13, n°6, p. 1235-1251. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12105> >

Wijayanti H. B., Brodkorb A., Hogan S. A., Murphy E. G. « Chapter 6 - Thermal Denaturation, Aggregation, and Methods of Prevention ». In : Deeth HC, Bansal N (éd.). *Whey Proteins* [En ligne]. [s.l.] : Academic Press, 2019. p. 185-247. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-812124-5.00006-0> > (consulté le 27 septembre 2018) ISBN : 978-0-12-812124-5.

De Wit J. N. « Thermal behaviour of bovine beta-lactoglobulin at temperatures up to 150 degrees C. a review ». *Trends Food Sci. Technol.* [En ligne]. 2009. Vol. 20, n°1, p. 27-34. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2008.09.012> >

De Wit J. N., Klarenbeek G. « Technological and Functional Aspects of Milk Proteins ». In : Barth CA, Schlimme E (éd.). *Milk Proteins Nutr. Clin. Funct. Technol. Asp.* [En ligne]. Heidelberg : Steinkopff, 1989. p. 211-222. Disponible sur : < [https://doi.org/10.1007/978-3-642-85373-9\\_31](https://doi.org/10.1007/978-3-642-85373-9_31) > (consulté le 22 octobre 2018) ISBN : 978-3-642-85373-9.

Wolz M., Kulozik U. « Thermal denaturation kinetics of whey proteins at high protein concentrations ». *Int. Dairy J.* [En ligne]. 1 octobre 2015. Vol. 49, p. 95-101. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.idairyj.2015.05.008> >

Xiong Y. L. « Influence of pH and ionic environment on thermal aggregation of whey proteins ». *J. Agric. Food Chem.* [En ligne]. 1 mars 1992. Vol. 40, n°3, p. 380-384. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1021/jf00015a004> >

Xu Z.-M., Zhang Z.-B., Yang S.-R. « Costs due to utility fouling in China ». In : *Proc. 7th Int. Conf. Heat Exch. Fouling Clean.* New York : [s.n.], 2007. p. 113-118.

Yoon J., Lund D. B. « Effect of operating conditions, surface coatings and pretreatment on milk fouling in a plate heat exchanger ». In : *Proceeding Third Int. Conf. Fouling Clean. Food Process. International Conference on Fouling and Cleaning in Food Processing.* University of Munich, Munich, Germany : [s.n.], 1989.

Yoon J., Lund D. B. « Magnetic treatment of milk and surface-treatment of plate heat-exchangers - Effects on milk fouling ». *J. Food Sci.* septembre 1994. Vol. 59, n°5, p. 964-.

Zonta F., Marchioli C., Soldati A. « Particle and droplet deposition in turbulent swirled pipe flow ». *Int. J. Multiph. Flow* [En ligne]. octobre 2013. Vol. 56, p. 172-183. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.ijmultiphaseflow.2013.06.002> >

Zouaghi S., Six T., Bellayer S., Coffinier Y., Abdallah M., Chihib N.-E., André C., Delaplace G., Jimenez M. « Atmospheric pressure plasma spraying of silane-based coatings targeting whey protein fouling and bacterial adhesion management ». *Appl. Surf. Sci.* [En ligne]. 15 octobre 2018. Vol. 455, p. 392-402. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.06.006> >

Zouaghi S., Six T., Bellayer S., Moradi S., Hatzikiriakos S. G., Dargent T., Thomy V., Coffinier Y., André C., Delaplace G., Jimenez M. « Antifouling Biomimetic Liquid-Infused Stainless Steel: Application to Dairy Industrial Processing ». *ACS Appl. Mater. Interfaces* [En ligne]. 9 août 2017. Vol. 9, n°31, p. 26565-26573. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1021/acsami.7b06709> >

Zouaghi S., Six T., Nuns N., Simon P., Bellayer S., Moradi S., Hatzikiriakos S. G., André C., Delaplace G., Jimenez M. « Influence of stainless steel surface properties on whey protein fouling under industrial processing conditions ». *J. Food Eng.* [En ligne]. 1 juillet 2018. Vol. 228, p. 38-49. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2018.02.009> >

# ANNEXES

## 1. CAPTEURS ET MATERIELS DE MESURE

| Grandeur physique                  | Référence du capteur                                     | Marque               | Modèle                         | Plage d'utilisation     | Précision   |
|------------------------------------|----------------------------------------------------------|----------------------|--------------------------------|-------------------------|-------------|
| Débit massique                     | Q001                                                     | Krohne               | IFM 6080K/D/6                  | 0 à 3 m <sup>3</sup> /h | ± 1 % PE    |
|                                    | Q002                                                     | Krohne               | IFM 6080K/D/6                  | 0 à 3 m <sup>3</sup> /h |             |
|                                    | Q029                                                     | Foxboro              | 8000-SB13                      |                         |             |
| Température                        | PT046 PT111<br>PT042 PT083<br>PT003 PT009<br>PT043 PT048 | Heareus sensor       | Résistance de platine 100 ohms | -10 à 150 °C            | 0,3 °C      |
|                                    | TJ1 TJ2                                                  |                      | Thermocouple type J            | 0 à 100 °C              | >1 °C       |
| Pression relative                  | PR014                                                    | Wika                 | UT10                           | 0 à 40 bars             |             |
| Pression différentielle            | DP010                                                    | Siemens              |                                | 0 à 30 bars             |             |
|                                    | DP020                                                    | Bailey Fisher Porter | PTS                            | 0 à 900 mbars           |             |
|                                    | DP028                                                    | Bailey               | A8DMC121-1-0                   | 0 à 75 mbars            |             |
| Fluxmètre thermique et température | FX006                                                    | Captec               | 50x50 mm                       | 90 °C max.              |             |
| Tension                            | C0                                                       | Agilent Technologies | 34970A                         | ± 300 V                 | < 0,01 %    |
| Courant                            | AA030                                                    | Schlumberger         |                                |                         |             |
| Générateur de tension              | PM392                                                    | elc                  | AL812                          |                         |             |
| Tension                            | C024                                                     | Analog Devices       | AD6B                           |                         | ± 0,03 % PE |

## 2. CALCULS RELATIFS AU DISPOSITIF DE MESURE DE L'ENCRASSEMENT

### 1. Calcul d'un profil de température théorique

Pour déterminer le profil de température théorique, on utilise un modèle thermique stationnaire 1D approximé. Le dispositif est représenté comme une succession de résistance thermique en série (Figure 62) en partant du centre du tube où circule la solution de protéine et en suivant un rayon jusqu'à l'air qui entoure la conduite.

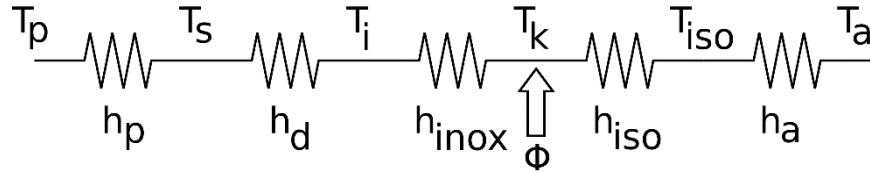


Figure 62. Schéma équivalent du dispositif de mesure des flux thermiques.

Les paramètres présentés Figure 35 et Figure 62 et utilisés dans les calculs qui suivent sont présentés dans le Tableau 18. La résistance d'excitation, qui permet de produire le flux de chaleur ( $\Phi$ ), est alimentée par un générateur de courant (PM392). L'intensité du courant traversant la résistance d'excitation thermique est contrôlée à l'aide d'un multimètre de précision (AA030).

### 2. Calcul de la température $T_k$

Pour déterminer le flux de chaleur surfacique ( $\Phi_g$ ) traversant le dispositif et correspondant aux pertes thermiques vers l'extérieur du dispositif, on écrit la loi de Fourier :

$$\Phi_g = h_g(T_p - T_a) \quad \text{Équation 59}$$

Avec

$$h_g = \frac{1}{\frac{1}{h_p} + \frac{1}{h_d} + \frac{1}{h_{inox}} + \frac{1}{h_{iso}} + \frac{1}{h_a}} \quad \text{Équation 60}$$

Si on injecte un flux de chaleur en  $T_k$ , une partie du flux thermique est évacuée vers le fluide ( $\Phi_p$ ) et une autre vers l'air ambiant ( $\Phi_{ext}$ ). Pour déterminer les différentes températures, il faut résoudre le système d'équations suivant :

$$\begin{cases} \Phi = \Phi_p + \Phi_{ext} \\ \Phi_g - \Phi_p = h_{int}(T_p - T_k) \\ \Phi_g + \Phi_{ext} = h_{ext}(T_k - T_a) \\ \Phi_g = h_g(T_p - T_{air}) \end{cases} \quad \text{Équation 61}$$

Avec

$$h_{int} = \frac{1}{\frac{1}{h_p} + \frac{1}{h_d} + \frac{1}{h_{inox}}} \text{ et } h_{ext} = \frac{1}{\frac{1}{h_{iso}} + \frac{1}{h_a}} \quad \text{Équation 62}$$

On obtient l'expression de la température  $T_k$

$$T_k = \frac{\Phi + h_{int}T_p + h_{ext}T_a}{h_{int} + h_{ext}} \quad \text{Équation 63}$$

On peut alors calculer l'ensemble des températures sur un rayon partant de l'intérieur de la canalisation vers l'extérieur du dispositif. La température du fluxmètre est égale à la température produit ( $T_k = T_p$ ) lorsque

$$\Phi = h_{ext}(T_p - T_a) \quad \text{Équation 64}$$

### 3. Estimation des coefficients de transfert thermique

La valeur de  $h_p$  est calculée à l'aide du nombre de Nusselt obtenu à partir de la corrélation de Colburn :

$$Nu = 0,023Re^{4/5}Pr^{1/3} \quad \text{Équation 65}$$

Et

$$h_p = \frac{Nu\lambda}{D} \quad \text{Équation 66}$$

On utilise cette relation en dehors de sa plage de validité puisque le nombre de Reynolds dépasse 6 000 mais reste inférieur à 10 000. Pour l'eau à 82 °C,  $Pr = 2,92$  et  $Re = 6\,250$  à un débit de 300 l.h<sup>-1</sup>. D'où  $Nu = 35,77$  et  $h_p = 665 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ .

La valeur de  $h_d$  est calculée à partir de la conductivité des dépôts protéiques comprise entre 0,13 et 0,38 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>. Les épaisseurs de dépôt obtenues expérimentalement ont une valeur maximale de 1 mm. La valeur minimale du coefficient surfacique de transfert de chaleur  $h_d$  est donc comprise entre 130 et 380 W.m<sup>-2</sup>.K<sup>-1</sup>.

L'épaisseur de la paroi du tube mesure 1 mm, on en déduit que la valeur de  $h_{inox}$  est proche de 16 300 W.m<sup>-2</sup>.K<sup>-1</sup>.

La conductivité d'un isolant en mousse étant de 0,040 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>, on peut calculer  $h_{iso}$  pour une épaisseur double d'isolant de 38 mm soit 1,05 W.m<sup>-2</sup>.K<sup>-1</sup>.

Le coefficient de convection laminaire dans l'air ( $h_{air}$ ) est obtenu par la relation :

$$h_a = 1,32\left(\frac{\Delta T}{D_e}\right)^{0,25} \quad \text{Équation 67}$$

Pour un écart de température de 10 °C,  $h_a$  vaut 4,5 W/m<sup>2</sup>.K.

**Tableau 18. Description des paramètres utilisés pour le calcul de la résistance thermique d'encrassement.**

| Paramètre | Description                                                      | Valeur   | Unité |
|-----------|------------------------------------------------------------------|----------|-------|
| $T_p$     | Température du liquide circulant dans le tube                    | 80 ou 82 | °C    |
| $T_s$     | Température à la surface du dépôt sur la face intérieure du tube |          | °C    |
| $T_i$     | Température à la surface interne du tube                         |          | °C    |
| $T_k$     | Température à la surface externe du tube                         |          | °C    |

|              |                                                                    |                         |                   |
|--------------|--------------------------------------------------------------------|-------------------------|-------------------|
| $T_{iso}$    | Température à la surface extérieure de l'isolant                   | 30                      | °C                |
| $T_a$        | Température de l'air ambiant                                       | 20                      | °C                |
| $h_p$        | Coefficient de transfert thermique du liquide                      | 665                     | $W.m^{-2}.K^{-1}$ |
| $h_d$        | Coefficient de transfert thermique du dépôt                        | 130 à 380               | $W.m^{-2}.K^{-1}$ |
| $h_{inox}$   | Coefficient de transfert thermique de la paroi du tube             | 16 300                  | $W.m^{-2}.K^{-1}$ |
| $h_{iso}$    | Coefficient de transfert thermique de l'isolant                    | 1,05                    | $W.m^{-2}.K^{-1}$ |
| $h_a$        | Coefficient de transfert thermique de l'air                        | 4,5                     | $W.m^{-2}.K^{-1}$ |
| $\Phi$       | Flux de chaleur surfacique injecté par la résistance               |                         | $W.m^{-2}$        |
| $\Phi_p$     | Flux de chaleur surfacique vers le fluide                          |                         | $W.m^{-2}$        |
| $\Phi_{ext}$ | Flux de chaleur surfacique vers l'air ambiant                      |                         | $W.m^{-2}$        |
| $\Phi_g$     | Flux thermique du produit vers l'air                               |                         | $W.m^{-2}$        |
| $h_g$        | Coefficient de transfert thermique global                          |                         | $W.m^{-2}.K^{-1}$ |
| $h_{int}$    | Coefficient de transfert thermique entre le fluide et le fluxmètre |                         | $W.m^{-2}.K^{-1}$ |
| $h_{ext}$    | Coefficient de transfert thermique entre le fluxmètre et l'air     |                         | $W.m^{-2}.K^{-1}$ |
| $\lambda_e$  | Conductivité thermique de l'eau                                    | 0,669 à 80 °C           | $W.m^{-1}.K^{-1}$ |
| $\lambda_d$  | Conductivité thermique du dépôt                                    |                         | $W.m^{-1}.K^{-1}$ |
| $M$          | Viscosité dynamique de l'eau                                       | $0,355.10^{-3}$ à 80 °C | Pa.s              |
| $D$          | Diamètre interne du tube                                           | 36                      | mm                |
| $D_e$        | Diamètre externe du dispositif                                     | 76                      | mm                |
| $\Delta T$   | $T_{iso} - T_a$                                                    | 10                      | °C                |

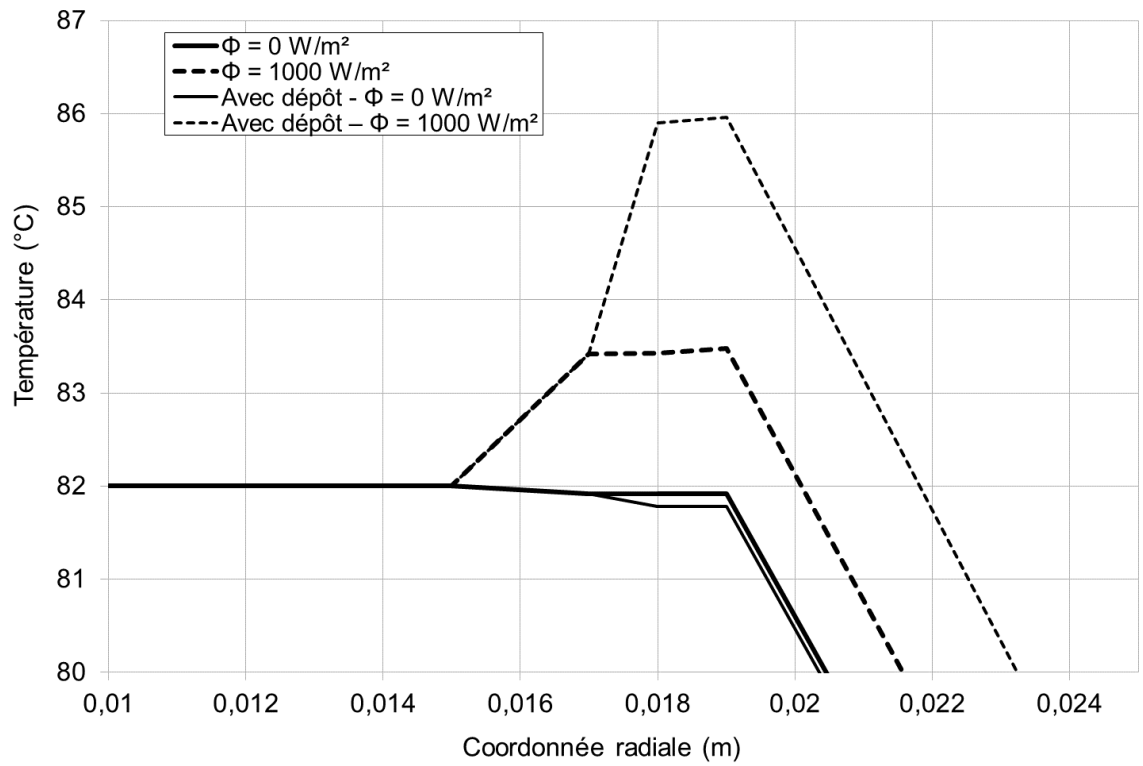


Figure 63. Profils de température pour un dépôt très conducteur de chaleur ( $\lambda_d = 0,38 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ).

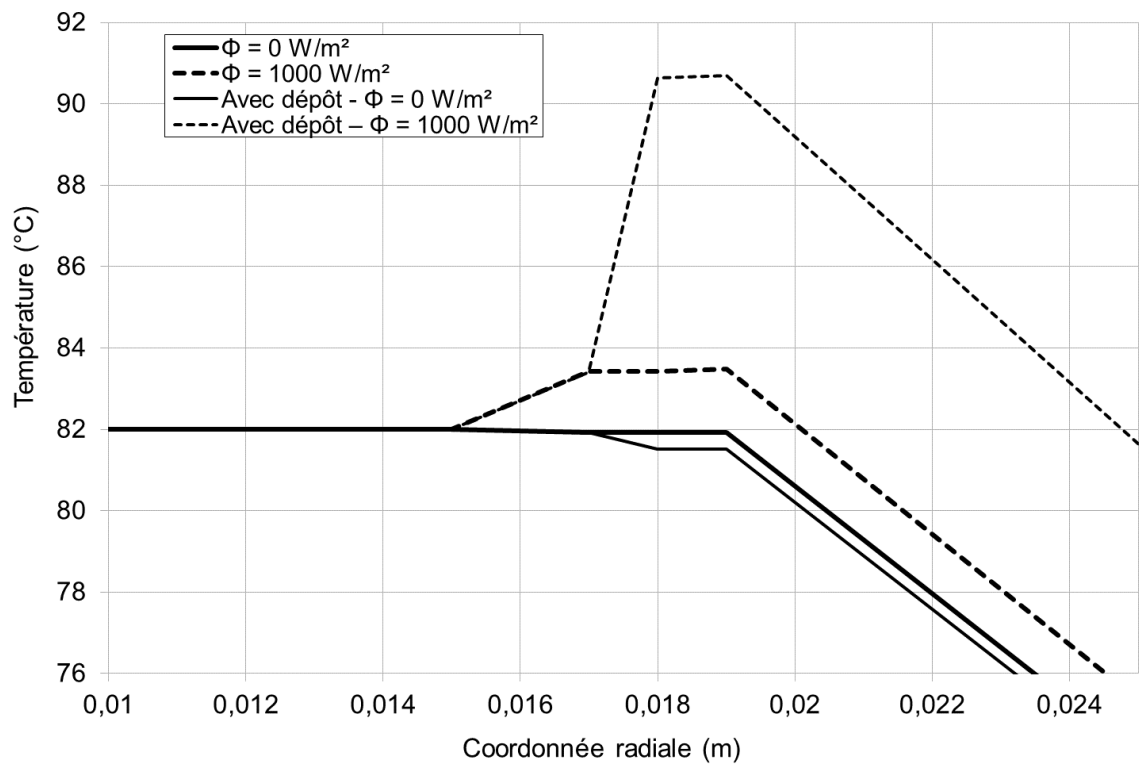


Figure 64. Profils de température pour un dépôt peu conducteur de chaleur ( $\lambda_d = 0,13 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ).

Les Figure 63 et Figure 64 montrent l'évolution théorique de la température suivant la coordonnée radiale avec et sans présence de dépôt. Le premier graphique montre l'évolution de la température pour un dépôt moins isolant que pour le deuxième. Lorsque l'on génère un flux thermique non nul, on observe que la présence d'un dépôt provoque une augmentation maximale de température comprise entre 2 et 5,7 °C suivant le cas considéré.

#### 4. Calcul de la résistance thermique d'encrassement à partir des mesures de température

A partir de l'équation 63, on peut obtenir l'expression de  $h_{int}$  suivante :

$$h_{int} = \frac{\Phi + h_{ext}(T_a - T_k)}{T_k - T_p} \quad \text{Équation 68}$$

D'où la valeur de la résistance ( $R_d$ ) :

$$R_d = \frac{1}{h_d} = \frac{T_e - T_p}{\Phi + h_{ext}(T_a - T_k)} - \frac{T_{k0} - T_{p0}}{\Phi + h_{ext}(T_{a0} - T_{k0})} \quad \text{Équation 69}$$

La température au niveau de la sonde est très élevée par rapport à la température de l'air ambiant. L'écart entre ces deux températures varie peu. En supposant cet écart constant, on obtient la valeur approximée suivante :

$$R_d = \frac{1}{h_d} = \frac{(T_e - T_{e0}) - (T_p - T_{p0})}{\Phi + h_{ext}(T_a - T_k)} \quad \text{Équation 70}$$

### 3. LISTE DES ESSAIS D'ENCRASSEMENT

Le lot de poudre de protéines utilisé dans tous les essais porte le nom commercial Promilk 852 FB1.

| Essai | Date       | Dispositif en entrée | Sonde | Concentration en poudre | Ca (ppm) | Durée (min) | Températures du produit dans l'ECP | Débit produit (L/h) | Débit eau chaude (L/h) | Perte de pression (Pa) | Masse de dépôt sèche (g) | Temps d'induction (h) |
|-------|------------|----------------------|-------|-------------------------|----------|-------------|------------------------------------|---------------------|------------------------|------------------------|--------------------------|-----------------------|
| N°1   | 4/22/2015  | Swirler ABS          |       | 1,0%                    | 98       | 120         | 65 → 85 °C                         | 300                 | 300                    | 1024                   | 95,1                     | 1,6                   |
| N°2   | 6/10/2015  | Swirler ABS          |       | 1,0%                    |          | 120         | 65 → 85 °C                         | 300                 | 300                    | 2394                   | 93,8                     | 1,4                   |
| N°3   | 6/17/2015  | Tube droit           |       | 1,0%                    |          | 120         | 65 → 85 °C                         | 300                 | 300                    | 1680                   | 80,7                     | 1,4                   |
| N°4   | 10/21/2015 | Tube droit           |       | 1,0%                    | 96       | 90          | 65 → 85 °C                         | 300                 | 300                    | 2325                   | 101,3                    | 1,1                   |
| N°5   | 10/21/2015 | Swirler INOX         |       | 1,0%                    | 96       | 90          | 65 → 85 °C                         | 300                 | 300                    | 3022                   | 104,6                    | 1,0                   |
| N°6   | 11/4/2015  | Swirler INOX         |       | 1,0%                    | 97       | 90          | 65 → 85 °C                         | 300                 | 300                    | 227                    | 57,2                     |                       |
| N°7   | 11/4/2015  | Tube droit           |       | 1,0%                    | 97       | 90          | 65 → 85 °C                         | 300                 | 300                    | 294                    | 73,5                     |                       |
| N°8   | 11/18/2015 | Tube droit           |       | 1,0%                    |          | 90          | 65 → 85 °C                         | 300                 | 300                    | 1926                   | 91,6                     | 1,2                   |
| N°9   | 11/18/2015 | Swirler INOX         |       | 1,0%                    |          | 90          | 65 → 85 °C                         | 300                 | 300                    | 1804                   | 89                       | 1,2                   |
| N°10  | 1/13/2016  | Tube droit           |       | 1,0%                    | 101,6    | 90          | 65 → 85 °C                         | 300                 | 300                    | 571                    | 82,5                     | 1,5                   |
| N°11  | 1/13/2016  | Swirler INOX         |       | 1,0%                    | 101,6    | 90          | 65 → 85 °C                         | 300                 | 300                    | 366                    | 73,8                     |                       |
| N°12  | 1/27/2016  | Tube droit           |       | 0,5%                    | 92,4     | 90          | 65 → 82 °C                         | 300                 | 300                    | 825                    | 104,7                    | 1,0                   |
| N°13  | 1/27/2016  | Swirler INOX         |       | 0,5%                    | 92,4     | 90          | 65 → 82 °C                         | 300                 | 300                    | 918                    | 103,9                    | 1,1                   |
| N°14  | 2/3/2016   | Swirler INOX         |       | 1,0%                    | 91,5     | 240         | 65 → 82 °C                         | 300                 | 300                    | 6400                   | 182,6                    | 2,4                   |
| N°15  | 2/10/2016  | Tube droit           |       | 1,0%                    | 101      | 240         | 65 → 82 °C                         | 300                 | 300                    | 8232                   | 233,4                    | 1,3                   |
| N°16  | 2/25/2016  | Tube droit           |       | 1,0%                    | 89,4     | 203         | 65 → 82 °C                         | 300                 | 300                    | 8227                   | 183,6                    | 1,9                   |
| N°17  | 6/27/2016  | Swirler INOX         | x     | 1,0%                    | 95,5     | 175         | 65 → 82 °C                         | 300                 | 300                    | 3870                   | 162,1                    | 1,8                   |
| N°18  | 6/30/2016  | Tube droit           | x     | 1,0%                    | 98,6     | 177         | 65 → 82 °C                         | 300                 | 300                    | 4709                   | 159,9                    | 1,7                   |
| N°19  | 8/2/2016   | Tube droit           | x     | 1,0%                    | 98,4     | 177         | 65 → 82 °C                         | 300                 | 300                    | 1418                   | 141,6                    | 2,5                   |
| N°20  | 8/4/2016   | Swirler INOX         | x     | 1,0%                    | 97       | 150         | 65 → 82 °C                         | 300                 | 300                    | 5777                   | 157,8                    | 1,3                   |
| N°21  | 8/16/2016  | Swirler INOX         | x     | 1,0%                    | 94,9     | 180         | 65 → 82 °C                         | 300                 | 300                    | 4759                   | 164,8                    | 1,8                   |
| N°22  | 8/18/2016  | Tube droit           | x     | 1,0%                    | 94,4     | 153         | 65 → 82 °C                         | 300                 | 300                    | 5791                   | 238,5                    | 0,8                   |
| N°23  | 11/14/2016 | Tube droit           | x     | 1,0%                    | 98,3     | 180         | 65 → 82 °C                         | 300                 | 1000                   | 4528                   | 192,1                    | 1,9                   |
| N°24  | 11/17/2016 | Swirler INOX         | x     | 1,0%                    | 98       | 135         | 65 → 82 °C                         | 300                 | 1000                   | 5717                   | 233,8                    | 0,9                   |
| N°25  | 11/21/2016 | Swirler INOX         | x     | 1,0%                    | 97       | 177         | 65 → 82 °C                         | 300                 | 1000                   | 6577                   | 227,2                    | 1,1                   |
| N°26  | 11/24/2016 | Tube droit           | x     | 1,0%                    | 94,4     | 180         | 65 → 82 °C                         | 300                 | 1000                   | 6085                   | 219,2                    | 1,1                   |
| N°27  | 12/12/2016 | Tube droit           | x     | 1,0%                    | 91,5     | 180         | 65 → 80 °C                         | 300                 | 1000                   | 1246                   | 137,8                    | 2,6                   |
| N°28  | 12/15/2016 | Swirler INOX         | x     | 1,0%                    | 93       | 180         | 65 → 80 °C                         | 300                 | 1000                   | 3788                   | 191                      | 1,5                   |

#### 4. LISTE DES ESSAIS DE NETTOYAGE

La concentration en hydroxyde de sodium est de 0,5 % p/p pour tous les essais.

| Essai | Date nettoyage | Section de tube test | Masse de dépôt sec (g) | Taux de calcium (ppm) | Montage | Débit produit (l/h) | Température (°C) | Nombre de Reynolds | T10% brut | T10% |
|-------|----------------|----------------------|------------------------|-----------------------|---------|---------------------|------------------|--------------------|-----------|------|
| E1    | 4/7/2017       | PM431                | 0,46                   |                       | SWIRLER | 101                 | 40,0             | 1512               | 187       | 154  |
| E2    | 4/7/2017       | PM432                | 0,52                   |                       | TUBE    | 100                 | 39,9             | 1499               | 201       | 168  |
| E3    | 4/7/2017       | PM433                | 0,62                   |                       | SWIRLER | 102                 | 39,9             | 1521               | 187       | 154  |
| C1    | 31/5/17        | PM431                | 0,84                   | 506                   | TUBE    | 103                 | 39,7             | 1541               | 376       | 343  |
| C2    | 31/5/17        | PM432                | 1,01                   | 506                   | SWIRLER | 102                 | 40,0             | 1527               | 275       | 242  |
| C3    | 31/5/17        | PM433                | 0,45                   | 506                   | SWIRLER | 104                 | 39,9             | 1548               | 99        | 66   |
| E50   | 25/08/17       | PM431                | 0,54                   | 484                   | TUBE    | 100                 | 40,0             | 1493               | 260       | 227  |
| E51   | 25/08/17       | PM432                | 0,72                   | 484                   | TUBE    | 100                 | 40,0             | 1493               | 343       | 310  |
| E52   | 25/08/17       | PM433                | 0,53                   | 484                   | TUBE    | 100                 | 40,0             | 1493               | 312       | 279  |
| E7    | 6/7/2017       | PM431                | 0,77                   |                       | TUBE    | 200                 | 40,2             | 2988               | 353       | 337  |
| E8    | 6/7/2017       | PM432                | 0,52                   |                       | SWIRLER | 200                 | 40,3             | 2981               | 112       | 96   |
| E9    | 6/7/2017       | PM433                | 0,91                   |                       | SWIRLER | 201                 | 40,4             | 3008               | 192       | 176  |
| E44   | 23/08/17       | PM433                | 0,31                   | 580                   | TUBE    | 200                 | 40,0             | 2986               | 164       | 148  |
| E45   | 23/08/17       | PM432                | 0,37                   | 580                   | TUBE    | 200                 | 40,0             | 2986               | 162       | 146  |
| E46   | 23/08/17       | PM431                | 0,32                   | 580                   | SWIRLER | 200                 | 40,0             | 2986               | 121       | 105  |
| E15   | 13/7/2017      | PM433                | 0,83                   |                       | TUBE    | 599                 | 40,1             | 8947               | 99        | 94   |
| C5    | 12/5/2017      | PM433                | 0,53                   | 505                   | SWIRLER | 601                 | 40,4             | 8977               | 89        | 84   |
| C6    | 12/5/2017      | PM431                | 0,52                   | 505                   | TUBE    | 604                 | 40,1             | 9013               | 60        | 55   |
| E60   | 12/9/2017      | PM432                | 0,34                   | 483                   | SWIRLER | 600                 | 40,0             | 8957               | 102       | 97   |
| E65   | 20/10/17       | PM431                | 0,43                   | 495                   | TUBE    | 600                 | 40,0             | 8957               | 110       | 105  |
| E66   | 20/10/17       | PM432                | 0,49                   | 495                   | SWIRLER | 600                 | 40,0             | 8957               | 146       | 141  |
| E30   | 21/7/2017      | PM431                | 0,27                   |                       | TUBE    | 102                 | 50,54            | 1817               | 151       | 118  |
| E31   | 21/7/2017      | PM432                | 0,53                   |                       | SWIRLER | 99                  | 49,97            | 1770               | 185       | 152  |
| E32   | 21/7/2017      | PM433                | 0,51                   |                       | TUBE    | 102                 | 50,35            | 1813               | 243       | 210  |
| E53   | 5/9/2017       | PM432                | 0,32                   | 485                   | TUBE    | 100                 | 50               | 1782               | 135       | 102  |
| E54   | 5/9/2017       | PM431                | 0,47                   | 485                   | SWIRLER | 100                 | 50               | 1782               | 116       | 83   |
| E55   | 5/9/2017       | PM433                | 0,26                   | 485                   | SWIRLER | 100                 | 50               | 1782               | 92        | 59   |
| E23   | 19/7/2017      | PM431                | 0,62                   |                       | TUBE    | 201                 | 50,23            | 3585               | 80        | 64   |
| E24   | 19/7/2017      | PM432                | 0,39                   |                       | SWIRLER | 202                 | 50,24            | 3594               | 94        | 78   |
| E25   | 19/7/2017      | PM433                | 0,31                   |                       | TUBE    | 200                 | 50,06            | 3571               | 98        | 82   |
| E47   | 24/08/17       | PM431                | 0,46                   | 407                   | SWIRLER | 200                 | 50               | 3564               | 80        | 64   |
| E48   | 24/08/17       | PM433                | 0,4                    | 407                   | SWIRLER | 200                 | 50               | 3564               | 85        | 69   |
| E49   | 24/08/17       | PM432                | 0,32                   | 407                   | TUBE    | 200                 | 50               | 3564               | 126       | 110  |
| E61   | 12/9/2017      | PM433                | 0,31                   | 483                   | TUBE    | 200                 | 50               | 3564               | 80        | 64   |
| E67   | 20/10/17       | PM433                | 0,52                   | 495                   | SWIRLER | 200                 | 50               | 3564               | 104       | 88   |
| E37   | 26/7/2017      | PM431                | 0,45                   | 459                   | TUBE    | 598                 | 50,5             | 10664              | 75        | 70   |
| E38   | 26/7/2017      | PM432                | 0,29                   | 459                   | TUBE    | 603                 | 50,6             | 10748              | 44        | 39   |
| E39   | 26/7/2017      | PM433                | 0,46                   | 459                   | SWIRLER | 601                 | 50,49            | 10714              | 37        | 32   |
| E56   | 6/9/2017       | PM431                | 0,3                    |                       | SWIRLER | 600                 | 50               | 10693              | 33        | 28   |
| E57   | 6/9/2017       | PM432                | 0,32                   |                       | SWIRLER | 600                 | 50               | 10693              | 39        | 34   |
| E58   | 6/9/2017       | PM433                | 0,27                   |                       | TUBE    | 600                 | 50               | 10693              | 58        | 53   |

**T10% brut** Temps de nettoyage incluant les temps de séjour dans l'installation avant d'atteindre la section test

**T10%** Temps de nettoyage

## RESUME

---

### **Contribution à l'étude de la formation et de l'élimination de dépôts protéiques d'origine laitière dans les zones de chauffage et de chambrage – Etude et développement d'un capteur d'encrassement et d'un mélangeur statique tourbillonnaire**

Dans l'industrie agroalimentaire, la formation de dépôts d'origine protéique en paroi interne des équipements sous l'effet de la chaleur est un inconvénient majeur. Prédire les masses de dépôts ou accéder au taux d'encrassement de l'installation par des capteurs non intrusifs restent des défis majeurs. Plusieurs techniques de modélisation (analyse dimensionnelle, bilan de population, mécanique des fluides numérique) ont été mises en œuvre pour déterminer les masses de dépôt à partir des propriétés du produit, des conditions expérimentales et de la configuration de l'installation. Dans le but d'améliorer la détection des encrassements dans des systèmes fermés, un capteur permettant de suivre in situ et en continu l'évolution de la résistance thermique d'un dépôt a été développé et validé par comparaison avec le facteur d'encrassement d'un échangeur de chaleur en amont de la zone de mesure. Un autre objectif était de quantifier l'effet d'un module générant un écoulement de type swirl lors de la formation d'un dépôt ainsi que lors de son élimination par un nettoyage en place à l'échelle du pilote industriel. Les expérimentations réalisées ont permis de mettre en évidence qu'en présence du module de swirl une augmentation de la masse de dépôt se produisait à la paroi interne des sections tubulaires après traitement thermique d'une solution de protéines laitières. L'hypothèse d'une augmentation des transferts de matière en proche paroi a été émise et démontrée pour expliquer ce résultat en dépit de l'augmentation des contraintes pariétales. Afin d'étudier l'effet de l'écoulement de type swirl sur le nettoyage, un dispositif permettant de générer un dépôt à l'intérieur d'un tube en verre a d'abord été développé puis une méthode de détermination du temps de nettoyage par analyse d'images. Pour les conditions thermomécaniques de nettoyage testées, cette étude a mis en évidence qu'une plus grande efficacité au nettoyage pouvait être atteinte en présence du module de swirl confirmant que l'augmentation des transferts de matière est le mécanisme prépondérant lors de la formation des dépôts et de leur élimination.

**Mots clés :** swirl, encrassement, nettoyage, capteur, état de surface, protéine, lait, modèle, MFN, NEP, tube, chambrage, échangeur de chaleur, transfert de matière.

## ABSTRACT

---

### **Dairy protein fouling and cleaning in heating and holding zones - Effect of a swirl-type flow and development of a fouling sensor**

In food industry, protein fouling growth under heat flux at the internal wall of equipment is a major drawback. Fouling mass prediction or fouling measurements by non-intrusive sensor are a challenge. Several modelisation techniques (dimensional analysis, population balance, computational fluid dynamics) were implemented to calculate deposit masses from product properties, experimental conditions and device configuration. Aiming to improve fouling detection in closed systems, a continuous monitoring system was developed and validated by comparison with the fouling factor of the upstream heat exchanger. Another challenge was to evaluate the effect of an insert generating a swirl flow on the fouling phenomenon and also during the cleaning in place step at a pilot scale. The experimental results shown that the swirl flow leads to a mass deposit increase inside ducts placed after a heat plate exchanger treating milk protein. Mass transfer increase close to the wall can explain the result in spite of the wall shear rate increase. In the aim of study the effect of swirl flow on cleaning, first a device was developed in order to generate fouling inside glass ducts and next a method for determining cleaning time using images analysis technique was also developed. In the thermal and hydraulic conditions tested, the experiments shown a better cleaning efficiency in presence of swirl flow. It confirms that mass transfer increase is the fouling and cleaning leading mechanism.

**Key words:** swirl, fouling, cleaning, sensor, surface condition, protein, milk, model, CFD, CIP, duct, holding section, heat exchanger, mass transfer.