

DIPLÔME NATIONAL DE DOCTORAT

(Arrêté du 25 mai 2016)

Date de la soutenance : **19 décembre 2023**

Nom de famille et prénom de l'auteur : **Madame ALLA Fadwa**

Titre de la thèse : « *Développement d'un procédé couplé cryo-concentration/lyophilisation pour l'obtention de poudre de lait* »



Résumé

Cette étude vise à étudier la faisabilité du couplage de la cryo-concentration et de la lyophilisation pour la production de poudre de lait entier. Dans un premier temps, une étude thermodynamique a été menée pour étudier l'équilibre solide/liquide de solutions laitières à différentes concentrations et pour déterminer les températures caractéristiques de la lyophilisation (température de transition vitreuse T_g , température de transition vitreuse de la phase cryo-concentrée maximale T_g' et température d'effondrement T_c).

Dans un deuxième temps, nous avons étudié la concentration de solutions laitières par congélation. Une étude préliminaire, en congelant des solutions en bloc fractionnée puis en cascade, a permis de démontrer la faisabilité du procédé de cryo-concentration. Une étude paramétrique a ensuite été menée sur un procédé de cryo-concentration sur paroi froide pour identifier les paramètres clés, tels que les températures de la paroi froide et de la double enveloppe du réacteur ou les vitesses de congélation. L'étape de ressuage s'avère nécessaire. Ainsi, il a été possible d'optimiser le procédé en quantifiant deux critères de performance, le taux de récupération de la solution laitière et le rendement de la séparation, ce qui nous a permis d'obtenir des solutions cryo-concentrées à environ 24% massique en solution laitière à partir de solutions initiales à 12%.

Des essais de lyophilisation ont également été réalisés à deux échelles. Ces expériences ont mis en lumière l'impact de divers paramètres sur le séchage tels que les volumes de solution, les

conditions de congélation et les conditions de séchage (température, pression, temps) dans le but d'obtenir des taux d'humidité optimaux (<5%) avec des temps de séchage minimaux (14h). En parallèle, une analyse rapide et non destructive de l'humidité par spectroscopie proche infrarouge a été mise en place pour la mesure de l'humidité des lyophilisats.

Suite à cette étude, nous avons conclu sur l'intérêt du couplage cryo-concentration avec la lyophilisation. La comparaison des bilans énergétiques conduit à un gain énergétique de 25% pour le procédé couplé. D'un point de vue expérimental, sur des cycles de 14h, les solutions séchées par lyophilisation ou par cryo-concentration/lyophilisation après séchage avec des cycles de 14h conduisent au même taux d'humidité. En revanche, l'analyse MEB conduit à des structures différentes de lyophilisats.

Mots-clés : *Lait entier, poudre, étude thermodynamique, cryo-concentration, lyophilisation.*