



Optimisation des performances de membranes polymériques spiralées pour la séparation des caséines du lait par microfiltration

Mémoire

Dany Mercier-Bouchard

Maîtrise en sciences et technologie des aliments
Maître ès sciences (M. Sc.)

© Dany Mercier-Bouchard, 2017

Optimisation des performances de membranes polymériques spiralées pour la séparation des caséines du lait par microfiltration

Mémoire

Dany Mercier-Bouchard

Sous la direction de :

Yves Pouliot, directeur de recherche
Alain Doyen, codirecteur de recherche

Résumé

La microfiltration (MF) du lait écrémé permet de séparer les caséines (CN) des protéines sériques (PS) pour la production d'ingrédients laitiers. Réalisée majoritairement à l'aide de membranes céramiques à gradient de perméabilité (MCGP), peu d'études s'intéressent à l'utilisation de membranes polymériques spiralées (MPS). Ainsi, ce projet avait pour objectifs de caractériser les performances hydrauliques et séparatives de MPS et de quantifier leur encrassement et consommation énergétique.

La MF a été réalisée à 50°C en recirculation totale avec des MPS de diamètre de pores (DP) de 0,1 et 0,2 μm . Il a été démontré que bien que les flux de perméation soient similaires, des pertes en CN sont observées dans le perméat avec la MPS 0,2 μm . Ainsi, la MPS 0,1 μm a été sélectionnée pour des essais de concentration-diafiltration jusqu'à un facteur de concentration de 3.0X afin de comparer les résultats à ceux d'une MCGP. Il a été démontré que la MPS 0,1 μm génère des flux de perméation 3,5 fois inférieurs que la MCGP, mais permettait de retenir davantage de PS tout en étant 5 fois moins énergivore. Suite à ces résultats, les performances de la MPS 0,1 μm ont été comparées à celles d'une membrane d'ultrafiltration (UF) au seuil de coupure de 10 kDa. Il a été démontré que les flux de perméation de la MPS 0,1 μm étaient supérieurs à ceux de la membrane d'UF et que la rétention des protéines totales est relativement similaire.

Par conséquent, l'utilisation de la MPS 0,1 μm s'avère intéressante pour la concentration des CN, tout en permettant une sélectivité similaire des protéines et des performances hydrauliques supérieures par rapport à la membrane d'UF (10 kDa). Ces résultats permettent aux industriels d'effectuer un choix technologique en MF entre les MPS et les MCGP, mais ouvre également la possibilité de substituer l'UF 10 kDa par la MF 0,1 μm pour la préparation de concentrés protéiques pour la fromagerie.

Abstract

Microfiltration (MF) of skim milk makes it possible to separate the caseins (CN) from the serum proteins (SP) for the production of dairy ingredients. Generally performed with graded-permeability membranes (CGP), few studies have focused on the use of polymeric spiral-wound (PSW) membranes. The objective of this project was to characterize the hydraulic and separative performances of PSW and to quantify their fouling and energy consumption.

The MF was carried out at 50°C in total recirculation mode with PSW with a pore diameter (DP) of 0.1 and 0.2 μm . It has been shown even if permeate fluxes are similar, a drastic CN loss was observed in the permeate during MF with PSW membranes of 0.2 μm DP. Thus, 0.1- μm PSW was selected for concentration-diafiltration steps up to a concentration factor of 3.0X in order to compare the results with that of a MCGP. It has been demonstrated that 0.1- μm PSW had permeation fluxes 3.5 times lower than CGP but increased rejection of SP while consuming 5 times less energy.

Following these results, the performances of the 0.1 μm MPS were compared with those of an ultrafiltration membrane (UF) with a cutoff threshold of 10 kDa. It has been demonstrated that the permeation fluxes of the 0.1- μm MPS are greater than those of the UF membrane and that the retention of the total proteins is relatively similar. Following these results, the performances of the 0.1- μm PSW were compared with those of a 10 kDa ultrafiltration membrane (UF), demonstrating that permeate fluxes of the 0.1- μm PSW were higher compared to the UF membrane while total protein rejection was relatively similar.

Consequently, the use of 0.1 μm MPS proves to be advantageous for CN concentration, while allowing a similar selectivity of the proteins and higher hydraulic performances compared to the UF membrane (10 kDa). These results enable manufacturers to make a technological choice in MF between MPS and MCGP, but also opens the possibility to substitute the 10 kDa UF by the 0.1 μm MF in the preparation of milk protein concentrates for cheese milk standardisation.

Table des matières

Résumé	iii
Abstract.....	iv
Table des matières	vi
Liste des tableaux	ix
Liste des figures	xi
Liste des abréviations.....	xiii
Remerciements.....	xvii
Avant-propos	xix
Chapitre 1 : Introduction.....	1
Chapitre 2 : Revue de littérature	4
2.1 L'éco-efficience en industrie	4
2.2 Le lait et ses constituants	6
2.3 Les procédés baromembranaires	7
2.3.1 L'osmose inverse	9
2.3.2 La nanofiltration	9
2.3.3 L'ultrafiltration	10
2.3.4 La microfiltration	10
2.4 Les membranes de microfiltration	11
2.4.1 Catégories de membranes	11
2.4.1.1 Les membranes céramiques.....	12
2.4.1.2 Les membranes polymériques spiralées	13
2.4.2 La taille de pores membranaires	15
2.5 Conditions opératoires des procédés baromembranaires	16
2.5.1 Principe de fonctionnement et paramètres opératoires	16
2.5.2 Vitesse tangentielle du fluide	19
2.5.3 Température	20
2.5.4. Conditionnement, mise et régime et nettoyage	21
2.6 Modes opératoires et techniques de filtration	25
2.6.1 Recirculation totale	25
2.6.2 Concentration	25
2.6.3 Diafiltration.....	27
2.7 Mesure d'efficacité, indicateurs de performance et aspects économiques des procédés baromembranaires	28
2.7.1 Performances hydrauliques	28
2.7.2 Performances de séparation.....	29
2.7.3 Consommation énergétique.....	29
2.7.4 Encrassement membranaire.....	31
2.7.5 Évaluation économique d'un procédé baromembranaire	35
2.8 Applications des membranes pour la pré-concentration du lait de fromagerie	36
Chapitre 3 : Hypothèse et objectifs	40
Chapitre 4: <i>Process efficiency of casein separation from milk using polymeric spiral-wound microfiltration membranes</i>	42
4.1 Résumé	42
4.2 Interpretive summary.....	44
4.3 Abstract	45
4.4 Introduction.....	46
4.5 Materials and methods	48
4.5.1 Raw material.....	48

4.5.2 MF system	48
4.5.2 Operational modes	48
4.5.2.1 Total recirculation mode.....	48
4.5.2.1 Concentration/DF of skim milk	49
4.5.3 Membrane Fouling Characterization.....	50
4.5.4 Chemical Analysis	50
4.5.4.1 Protein profile.....	50
4.5.4.2 Composition of milk, permeate and retentate samples.....	51
4.5.5 Energy consumption	51
4.5.6 Statistical analysis	52
4.6 Results.....	52
4.6.1 Comparative performance of 0.1- μ m and 0.2- μ m PSW MF membranes	52
4.6.2 Performance of 0.1- μ m PSW membrane during concentration and DF of skim milk.....	53
4.7 Discussion	54
4.7.1 Effect of PSW membrane pore size.....	54
4.7.2 Compared performances of the 0.1- μ m PSW membrane and 0.1- μ m CGP membrane during skim milk concentration and DF	55
4.7.3 Techno-economic assessment of MF membranes.....	56
4.8 Conclusions	58
4.9 Acknowledgments	58
4.10 References	59
4.11 Tables.....	63
4.12 Figures.....	67
Chapitre 5 : Discussion générale.....	71
5.1 Retour sur l'hypothèse de recherche et les objectifs	71
5.2 Retour sur la méthodologie préconisée	73
5.3 Retour sur les résultats obtenus.....	76
5.3.1 Impact du diamètre de pores	76
5.3.2 Concentration et diafiltration avec les membranes polymériques	77
5.3.3 Comparaison des membranes polymériques avec les membranes céramiques.....	78
5.3.4 Analyse économique des membranes en microfiltration	80
5.3.5 Comparaison de la microfiltration avec l'ultrafiltration	80
5.4 Conclusion générale.....	81
5.5 Perspectives et applications des résultats.....	81
Chapitre 6 : Bibliographie.....	84
Annexe 1: On the use of polymeric spiral-wound membranes for the preparation of liquid pre-cheese: impact on process eco-efficiency.....	91

Liste des tableaux

Chapitre 2

Tableau 1. Constituants du lait et tailles respectives	6
--	---

Chapitre 4

Table 1. Mean composition (% by weight) of skim milk and MF permeate and retentate produced at different TMP during a MF at 50°C.....	63
Table 2. Mean composition (% by weight) of skim milk and MF permeate and retentate produced at different CF and at different stages of DF during a MF at 50°C.....	64
Table 3. Comparison of the overall performance of 0.1- μ m PSW membrane with a 0.1- μ m CGP membrane during a MF at 50°C including a concentration (CF of 3.0X) and two sequential DF.....	65
Table 4. Comparative key performance characteristics and costs (capital investments + operating costs) to produce 1000 kg of CN concentrates per day (20h) by MF/DF using a 0.1- μ m pore size PSW and CGP membranes.....	66

Liste des figures

Chapitre 2

Figure 1. Rétention des constituants laitiers en fonction du procédé baromembranaire.....	9
Figure 2. Coupe transversale d'une membrane céramique tubulaire.....	13
Figure 3. Structure d'une MPS	15
Figure 4. Schématisation d'un procédé baromembranaire simple	16
Figure 5. Exemple de graphique permettant de déterminer la PTM optimale et le flux de perméation limite pour un procédé de filtration donné	19
Figure 7. Schématisation des étapes chronologiques d'une DF en discontinu et en continu	28
Figure 8. Mécanismes d'encrassement des membranes de filtration	32

Chapitre 4

Figure 1. <i>Permeate fluxes at different TMP during MF of pasteurized skim milk (T=50°C) with 0.1 µm and 0.2-µm PSW membrane.....</i>	67
Figure 2. <i>SDS-PAGE permeates gels and appearance of permeates from 0.1-µm and 0.2-µm PSW membranes.....</i>	68
Figure 3. <i>Permeate fluxes as a function of the amount of permeate collected by MF of pasteurized skim milk (T=50°C) with 0.1-µm PSW membrane after an initial concentration (CF of 3X) and two subsequent DF and re-concentration to a CF of 3.0X</i>	69

Liste des abréviations

ACV Analyse du cycle de vie
CGP *Ceramic graded-permeability membrane*
CIP *Cleaning-In-Place*
CN Caséines
CR Coefficient de rejet
DF Diafiltration
DP Diamètre de pores
EE Éco-efficience
FCV Facteur de concentration volumique
MCGP Membrane céramique à gradient de perméabilité
MF Microfiltration
MPC *Milk protein concentrate*
MPS Membrane polymérique spiralée
NEP Nettoyage-En-Place
NF Nanofiltration
OI Osmose inverse
Pp_o Pression du perméat à la sortie de la membrane
PS Protéines sériques
PSW *Polymeric spiral-wound membrane*
PTM Pression transmembranaire
PVDF Polyfluorure de vinylidène
RC *Rejection coefficient*
Rp_i Pression du rétentat à l'entrée de la membrane
Rp_o Pression du rétentat à la sortie de la membrane
SDS-PAGE *Sodium dodecyl sulfate-polyacrylamide gel electrophoresis*
SP *Serum protein*
TMP *Transmembrane pressure*
UF Ultrafiltration
UTP *Uniform transmembrane pressure*
VCF *Volumetric concentration factor*

«Tout ce que tu veux, tout ce dont tu rêves, tout ce que tu espères réaliser est à ta portée, si tu y crois vraiment.»

Dr. Seuss

Remerciements

Enfin, je ne peux pas croire que cette Maîtrise soit bientôt chose du passé! Ambition, motivation, remise en question, découragement, fatigue, fierté, curiosité, retour de la motivation; ce ne sont que quelques-uns des sentiments qui peuvent nous traverser l'esprit durant ce périple. Inévitablement, je n'aurais jamais pu réaliser ce défi académique sans la collaboration de plusieurs personnes dans mon entourage.

D'abord, je tiens à remercier chaleureusement mon directeur de recherche, Dr. Yves Pouliot, et mon codirecteur, Dr. Alain Doyen, pour leur accueil au sein de la Chaire de recherche, leur encadrement très structuré, leur rigueur scientifique, leur grande disponibilité, leur humour, leur côté humain et compréhensif ainsi que la transmission de leur passion pour la transformation laitière. Je me considère privilégié d'avoir pu côtoyer de tels chercheurs et d'avoir pu développer une telle expertise dans le secteur agroalimentaire. Je voudrais également les remercier de m'avoir offert la chance de participer à des congrès pour présenter les résultats de mes travaux.

Je souhaite également remercier mes nombreux collègues et amis du Département des sciences des aliments, avec qui j'ai pu apprendre, réfléchir, décrocher, déconner et même angoisser! Je tiens aussi à remercier deux stagiaires du premier cycle qui ont contribué à mon projet, soit Iris Dussault-Chouinard et Léonie Régimbal.

Un grand merci au personnel du département de l'Université Laval qui m'a offert une aide très appréciée durant mes manipulations en laboratoire tant à petite qu'à grande échelle : Diane Gagnon, Pascal Lavoie et Mélanie Martineau.

Je voudrais remercier le Conseil de Recherches en Sciences Naturelles et en Génie du Canada (CRSNG) et Novalait pour avoir rendu ce projet possible grâce à leur soutien financier.

Finalement, je tiens à remercier ceux avec qui j'aurai toujours des liens : ma famille! Mes parents, bien qu'ils ne comprenaient pas toujours dans quoi j'étais investis, m'ont toujours supporté, fait confiance et encouragé dans mes projets de vie, dont cette Maîtrise! Merci également à mes bons amis de longues dates qui ont toujours été là pour me changer les idées, me divertir, m'encourager et me supporter dans les moments moins évidents. Je vous aime pour toujours!

Avant-propos

Ce présent projet, inscrit dans le cadre de la Chaire de recherche industrielle du CRSNG-Novalait en efficacité des procédés de transformation du lait et dirigé par Dr. Yves Pouliot, vise à optimiser les performances de MPS pour la pré-concentration le lait de fromagerie par MF afin de l'enrichir en CN, de retirer les PS et de déterminer l'impact des conditions opératoires sur les constituants du lait et sur l'éco-efficacité globale du procédé.

Ce mémoire est composé de six chapitres. Le premier chapitre correspond à une introduction sur la transformation laitière et sur la pré-concentration du lait de fromagerie par microfiltration afin de comprendre la pertinence de celui-ci dans le contexte de la Chaire. Une revue de littérature, abordant les aspects importants reliés à la mesure de l'efficacité, aux constituants laitiers, aux procédés baromembranaires, aux différentes conditions opératoires de filtration ainsi qu'aux indicateurs de performances, est présentée au deuxième chapitre. L'hypothèse de recherche et les objectifs sont formulés dans le chapitre 3.

Le quatrième chapitre correspond à l'article scientifique qui relate une partie des résultats obtenus au cours de la première partie expérimentale de cette Maîtrise en sciences des aliments. Cet article s'intitule «*Process efficiency of casein separation from milk using polymeric spiral-wound microfiltration membranes*» et sera soumis au périodique «*Journal of Dairy Science*» au printemps de l'année 2017. Tous les résultats de recherche qui sont présentés dans ces chapitres ont été obtenus par l'auteur principal. Les autres auteurs sont Alain Doyen, Scott Benoit, Michel Britten et Yves Pouliot, et ceux-ci ont participé à la planification des expériences ainsi qu'à la révision de l'article.

Le chapitre 5 comporte une discussion générale sur les résultats obtenus, les méthodes utilisées, un retour sur l'hypothèse, ainsi que des perspectives d'application des résultats obtenus. Enfin, la bibliographie présentant tous les travaux cités correspond au chapitre 6.

L'annexe présentée à la fin du document relate une partie de la deuxième partie expérimentale du projet et s'intitule «*On the use of polymeric spiral-wound membranes for the preparation of liquid pre-cheese : impact on process eco-efficiency*». Ces travaux ont été effectués dans le but de comparer les performances globales de membranes polymériques spiralées de MF et d'UF, de comparer

l'aptitude fromagère des rétentats entiers obtenus et d'évaluer l'impact environnemental des deux procédés.

Chapitre 1 : Introduction

Au Canada, l'industrie laitière est un secteur économique de grande importance. En 2015, incluant la production et la transformation laitière, 215 000 emplois à temps complet et 18,9 milliards de dollars de PIB au pays ont été générés par cette industrie (ÉcoRessources, 2015). Par ailleurs, chaque acteur de ce secteur doit se positionner stratégiquement afin de répondre aux besoins de sa clientèle, tout en demeurant concurrentiel, rentable, socialement responsable et écologique, selon les valeurs d'entreprise (Doyle, 2009). Dans cet ordre d'idées, il est pertinent pour les transformateurs laitiers d'implanter une approche d'éco-efficience (EE) pour établir et gérer leurs procédés de transformation. L'EE est une stratégie qui permet d'améliorer les performances environnementales d'une organisation tout en étant plus rentable et en permettant une réduction des coûts d'opération (Prasad et al., 2014). Ce concept s'illustre par une équation qui supporte au numérateur la valeur des constituants impliqués dans le procédé et l'efficacité de ce dernier et au dénominateur l'impact environnemental engendré (Prasad et al., 2014).

En fabrication fromagère, la pré-concentration du lait par MF permettrait d'améliorer l'efficacité du procédé de fabrication et les qualités fonctionnelles du concentré de CN généré. En effet, ce procédé permet, entre autres, de diminuer la quantité de PS dans le lactosérum, de modifier les caractéristiques d'affinage et d'augmenter le rendement fromager en enrichissant le lait de fromagerie en CN (Fauquant et al., 1988; Govindasamy-Lucey et al., 2007; Heino et al., 2010). Les PS retirées constituent quant à elles un ingrédient permettant de diminuer le temps d'égouttage du caillé, de restreindre la production de lactosérum acide et de diminuer la quantité de matières organiques dans ce dernier (Nelson and Barbano, 2005). Hormis le procédé de MF, l'UF a initialement été utilisée comme procédé pour augmenter le rendement fromager, pour réduire la pollution associée à l'élimination des PS et pour réduire la variabilité compositionnelle du fromage (Maubois et al., 1971). Les rétentats produits permettent de standardiser le lait de fromagerie en protéines, de créer des rétentats intermédiaires ou moyennement concentrés et générer des pré-fromages liquides, c'est-à-dire des rétentats d'UF ayant la composition protéique du fromage à fabriquer (Mistry and Maubois, 2004). En effet, les pré-fromages liquides peuvent être directement utilisés en fabrication fromagère sans nécessiter d'autres étapes de standardisation et d'égouttage.

Afin d'améliorer davantage la valeur des constituants et l'efficacité d'un procédé, la MF du lait de fromagerie avant l'ajout de ferments et l'emprésurage apporte un atout supplémentaire puisqu'elle permet la valorisation des PS (Nelson and Barbano, 2005). En plus d'être sous forme native, les PS ne sont pas contaminées par l'acide lactique, les agents de coagulation et les résidus issus du processus de fabrication fromagère (Britten and Pouliot, 1996). L'avantage de la MF pour cet usage est qu'elle permettrait d'une part d'augmenter le rendement fromager et diminuer les coûts opérationnels, et d'autre part, d'améliorer la valorisation des PS se retrouvant dans le perméat, permettant de respecter l'approche d'EE préconisée (Tremblay-Marchand et al., 2016).

Pour optimiser les procédés de pré-concentration du lait de fromagerie par MF, plusieurs types de modules membranaires, de configuration et de matériaux sont disponibles sur le marché. Il importe cependant de limiter la principale barrière associée aux applications des procédés baromembranaires: l'encrassement (Hu et al., 2015). Cet encrassement membranaire diminue les flux de perméation durant la filtration en augmentant la résistance hydraulique du fluide dans le système, réduisant donc l'efficacité du procédé (Bacchin et al., 2006; Marcelo and Rizvi, 2009). Généralement, pour maintenir un régime de filtration continu et stable, un faible flux de perméation et une vitesse tangentielle du fluide élevée dans la membrane sont recommandées (Hu et al., 2015). Les membranes céramiques tubulaires permettent aisément de répondre à ces conditions, tandis que les MPS supportent une vitesse tangentielle plus faible du fluide et nécessitent une optimisation des conditions opératoires plus poussée (Hu et al., 2015). Tremblay-Marchand et al. (2016) ont démontré qu'un processus de concentration/diafiltration du lait avec des MCGP au DP de 0,1 μm permettait de diminuer les pertes en CN dans le perméat au cours du temps, mais que la transmission de PS diminuait également et qu'une consommation énergétique supérieure était observée. De plus, les membranes céramiques tubulaires représentent un coût d'investissement et de remplacement supérieur à celui des MPS, en plus de requérir une consommation énergétique supérieure (Hu et al., 2015).

Peu exploitée, la MF du lait de fromagerie avec les MPS pourrait représenter un grand potentiel pour le secteur tout en contribuant significativement à l'amélioration de l'EE en fabrication fromagère, principalement en ce qui a trait aux coûts d'équipements et aux coûts opérationnels (Hu et al., 2015). Par ailleurs, l'impact de la concentration des CN du lait dans le rétentat par MF avec des MPS n'a jamais été étudié en termes d'EE. Avec des membranes de MF aux DP de 0,1 et 0,2 μm , les CN du

lait peuvent être aisément retenues permettant ainsi leur rétention, tandis que les PS, de taille beaucoup plus petite, se retrouvent dans le perméat et peuvent être valorisés en ingrédient laitier natif (Fox and McSweeney, 2003). L'hypothèse qu'une membrane de MF ayant un DP de 0,1 μm permettrait une rétention plus efficace des CN que lors d'une filtration avec un DP de 0,2 μm a également été posée suite à des essais de MF à froid Govindasamy-Lucey et al., (2007).

Ce projet vise donc à optimiser les performances de MPS aux DP de 0,1 et 0,2 μm pour pré-concentrer le lait de fromagerie par MF afin de l'enrichir en CN, d'éliminer les PS et de déterminer leur impact sur les constituants du lait et sur l'EE du procédé. Il importe donc d'identifier le diamètre membranaire optimal afin de maximiser les performances du procédé de MF en termes de séparation protéique et de consommation énergétique. À partir des connaissances générées, les résultats associés aux performances de la MCGP (Tremblay-Marchand et al., 2016) pour la séparation des CN et des PS par MF seront utilisés comme références à des fins comparatives. Les conclusions pour chaque type de membranes de MF s'avèreront être des outils décisionnels pour les industriels laitiers en fonction de leurs besoins de production et de leurs contraintes opérationnelles, dans l'optique d'augmenter leur productivité globale et d'évaluer leur EE à l'interne (Papadatos et al., 2003).

Chapitre 2 : Revue de littérature

2.1 L'éco-efficience en industrie

L'EE industrielle est une approche qui permet aux entreprises d'augmenter la valeur de leur produit, tout en réduisant les impacts environnementaux associés à leurs activités (Prasad et al., 2014). Pour implanter ce concept, il convient de bien évaluer les possibilités d'amélioration afin d'ultimement permettre une gestion optimale des ressources (optimisation de l'utilisation d'intrants et de production d'extrants) (Prasad et al., 2014). L'EE permet d'agir directement sur la valeur d'un procédé ou d'un produit, influencée entre autres par l'amélioration, l'optimisation et la modification d'un procédé, mais aussi sur la charge des impacts environnementaux globaux, généralement influencée par le type d'intrants, la présence ou non de recyclage, la consommation énergétique, les besoins en eau, la gestion des eaux usées et le type de nettoyage (Jolliet et al., 2010). Afin d'implanter de manière optimale et efficace le concept d'EE dans une industrie de transformation alimentaire, une approche personnalisée est nécessaire pour établir des technologies adaptées aux besoins de l'entreprise, mais également harmonisées aux infrastructures et à la configuration de l'organisation (Prasad et al., 2014). Cependant, le principal défi demeure dans le maintien d'une qualité dans la fabrication de produits alimentaires tout en réduisant simultanément les coûts de production et en augmentant la rentabilité (Brush et al., 2011).

Dans le secteur laitier, à l'heure actuelle, l'aspect environnemental touchant le secteur de la transformation n'a pas encore été évalué de manière exhaustive (Terlet, 2014). En fait, les industriels cherchent plutôt à atteindre une approche d'EE en se penchant vers l'optimisation des procédés existants et la conception de systèmes plus efficaces, en réalisant une étude de faisabilité et une bonne analyse des opportunités (LaRoche, 2015). Il existe plusieurs barrières à l'implantation d'une approche d'EE dans une usine de transformation. Parmi elles, citons un manque de capitaux, un manque de temps, une carence en main d'œuvre, une sensibilisation inadéquate au sein du personnel, un manque de communication, un mauvais appui de la direction, etc. (Prasad et al., 2014). La meilleure approche pour surmonter ces obstacles dépendra de la nature et de la priorité de chaque organisation, de sa culture et de ses valeurs (Prasad et al., 2014).

Au niveau des ressources impliquées dans un procédé de transformation, il est important de considérer la consommation énergétique ainsi que les besoins en eau potable. Chaque ressource doit être utilisée à son plein potentiel. La méthode la plus efficace pour améliorer l'efficacité énergétique dans un établissement de transformation de produits laitiers est de mettre en œuvre des stratégies d'économie d'énergie à travers différents niveaux de production et d'avoir un contrôle adéquat des processus (Brush et al., 2011; LaRoche, 2015). Au niveau de la consommation en eau, la détermination exacte des volumes nécessaires pour chaque procédé, l'installation de compteurs d'eau et de débitmètres, la réutilisation et la recirculation des eaux de nettoyage représentent des voies intéressantes permettant de diminuer les besoins (Prasad et al., 2014). Pour ce qui est de la fabrication, l'instauration, l'optimisation et le remplacement de procédés peuvent améliorer l'efficacité et ainsi réduire les coûts d'exploitation.

Actuellement, dans le secteur alimentaire, des analyses de cycle de vie (ACV) sont réalisées par plusieurs transformateurs désirant se focaliser sur la durabilité de leur secteur d'activité. L'ACV est une méthodologie basée sur les normes de l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO) qui permet d'évaluer les impacts environnementaux potentiels et de comparer les charges environnementales de produits, processus ou services tout au long de leurs durées de vie (Jolliet et al., 2010; Kim et al., 2013). L'ACV peut être utilisée comme outil décisionnel pour identifier les points chauds (communément appelé «*hot spots*») de la chaîne de production qui peuvent représenter des opportunités pour abaisser simultanément les impacts environnementaux et améliorer l'efficacité et la rentabilité d'un procédé (Eide, 2002). L'avantage de cet écobilan est qu'il met en évidence les processus à améliorer en priorité en respectant l'interaction entre ses performances environnementale et sa fonctionnalité (Jolliet et al., 2010). L'ACV permet donc de répondre aux besoins des transformateurs en évaluant le meilleur rapport efficacité-coût, considérant que les disponibilités financières sont souvent limitées chez les industriels pour ce genre d'étude (Jolliet et al., 2010).

Afin d'effectuer des choix décisionnels quant aux procédés et à leurs conditions opératoires, il importe de mettre en place des aspects comparatifs sur lesquels les décisions pourront se fonder. Plusieurs indicateurs de performance existent pour comparer les procédés de filtration membranaire, tels que la consommation énergétique, les performances hydrauliques et séparatives, les rejets

générés, la quantité de matières premières impliquée, la consommation en eau, la quantité de produits nettoyants, etc. (Prasad et al., 2014). Une des premières étapes dans l'atteinte d'indicateurs d'EE performants en industrie laitière consiste à maximiser la récupération des constituants du lait. De ce fait, un rappel nécessaire en lien avec la composition de la matrice laitière est présenté ci-après.

2.2 Le lait et ses constituants

Le lait de vache est une solution colloïdale composée de lipides, de glucides, de protéines, d'acides aminés, de vitamines et de minéraux (de Wit, 2001). Il contient également d'autres éléments mineurs tels que des immunoglobulines, des hormones, des facteurs de croissance, des cytokines, des peptides, des nucléotides, des polyamines et des enzymes. La composition du lait varie cependant en fonction de différents facteurs reliés aux animaux tels la race, la période de lactation, l'alimentation et l'âge, et de d'autres facteurs extrinsèques, tels la saison et le climat (Lapointe-Vignola, 2002). Le **Tableau 1** présente ces différents constituants, leur proportion dans le lait ainsi que leurs tailles respectives moyennes. Pour ce qui est des lipides du lait, principalement composés de triglycérides, de phospholipides et d'une fraction insaponifiable, ils sont émulsionnés dans la phase aqueuse sous forme de globules sphériques revêtus d'une membrane (Lapointe-Vignola, 2002). Les CN, quant à elles, se retrouvent sous forme de dispersions colloïdales dans les micelles. Ces micelles sont structurées sous forme de complexe protéique et minéral, essentiellement de calcium et de phosphore. Le lactose et la plupart des minéraux se retrouvent en solution dans la phase aqueuse du lait (Haug et al., 2007).

Tableau 1. Constituants du lait et tailles moyennes (Webb and Johnson, 1974; Peters, 2005)

Constituants	Proportion dans le lait (%)	Taille approximative (nm)
Eau	87,3	0,3
Lactose	4,7	0,8
PS	0,6	3,0 – 5,0
CN	2,6	25,0 – 300,0
Matières grasses	3,8	100,0 – 2000,0

Les protéines laitières jouent un rôle important dans les propriétés physico-chimiques du lait. Elles sont divisées en deux catégories déterminées en fonction de leur solubilité et de leur stabilité : les CN et les PS (Lapointe-Vignola, 2002). Les CN constituent environ 80% des protéines totales du lait et possèdent quatre fractions distinctes, soit α_{S1} , α_{S2} , β et κ , sous des proportions différentes. Environ 95% des CN du lait existent sous forme de micelles, avec des diamètres moyens oscillant entre 100 et 200 nm. La stabilité des micelles de CN est principalement affectée par le pH du lait et sa teneur en calcium (Singh, 2007). La solubilité des CN est influencée par la température, le pH du milieu et la teneur en calcium. De ce fait, lors de la MF du lait par exemple, une CN soluble ne serait pas retenue par la membrane, puisque les conditions observées ne seraient pas favorable à sa rétention. Lors de la fabrication fromagère, l'évolution de l'acidification du milieu engendre une augmentation du diamètre moyen des micelles de CN causée par l'agglomération des petites micelles aux plus grosses, allant jusqu'à une agrégation et une dénaturation de celles-ci, état requis pour la formation d'un gel (Singh, 2007).

Les PS, avec une taille entre 3 et 5 nm, représentent quant à elles environ 20% des protéines totales du lait et sont principalement composés d' α -lactalbumine, de β -lactoglobuline, de lactoferrine, d'immunoglobuline et de sérumalbumine (Lapointe-Vignola, 2002; Singh, 2007). Les PS sont sensibles aux traitements thermiques. Un traitement de chaleur supérieur à 75°C peut engendrer leur dénaturation, entraînant l'augmentation de la taille des CN dû à une fixation de la β -lactoglobuline à la κ -CN (Lapointe-Vignola, 2002). Les PS ne participent pas à la fabrication fromagère et sont retrouvées dans le lactosérum après formation du caillé caséique (Lapointe-Vignola, 2002; Singh, 2007).

2.3 Les procédés baromembranaires

Le traitement du lait par les procédés baromembranaires a révolutionné le secteur de la transformation laitière principalement par la mise en place de nouveaux processus de transformation permettant le développement de nouveaux produits, l'amélioration de la qualité microbiologique et de la pureté des fluides traitées, ainsi que l'amélioration de la valorisation des constituants naturels de la matrice laitière (Mistry and Maubois, 2004). Ces procédés font encore actuellement l'objet de nombreux travaux de recherche afin d'améliorer leurs performances et de diversifier les applications (Mulder, 1996; Pouliot, 2008). Étant donné que la concentration de constituants par les procédés

baromembranaires ne nécessite pas de changement de phase par opposition aux méthodes traditionnelles d'évaporation, elle constitue une alternative plus efficace en termes de consommation énergétique. De plus, ces procédés peu énergivores permettent la réalisation de production en continu, tout en ayant la possibilité d'être combinés à d'autres procédés alimentaires (Lapointe-Vignola, 2002).

Les procédés baromembranaires, qui visent à séparer les constituants par tamisage moléculaire, comprennent la MF, l'ultrafiltration (UF), la nanofiltration (NF) et l'osmose inverse (OI) (Pouliot, 2008). Leur distinction est basée sur le DP ou le seuil de coupure des membranes, les pressions d'opération ainsi que les caractéristiques de rétention des constituants (Lapointe-Vignola, 2002). Le type de filtration recommandé pour une utilisation dépend fortement de l'application industrielle envisagée ainsi que des performances voulues (Brush et al., 2011). Étant des procédés séparatifs d'ordre physique, les procédés baromembranaires permettent, via l'établissement d'un gradient de pression, d'obtenir deux phases distinctes de composition variable, soit le rétentat, qui représente la phase retenue par la membrane, et le perméat, qui constitue la phase non-retenue par la membrane (Bazinet and Castaigne, 2011). Tel que représenté à la **Figure 1**, les procédés de séparation, utilisant soit l'OI, la NF, l'UF et la MF, couvrent le spectre de taille de tous les constituants du lait, des micelles de CN jusqu'aux ions monovalents. Néanmoins, chaque procédé baromembranaire possède sa complexité d'adaptation selon l'application préconisée et la complexité du fluide à traiter (Fallis, 2013a).

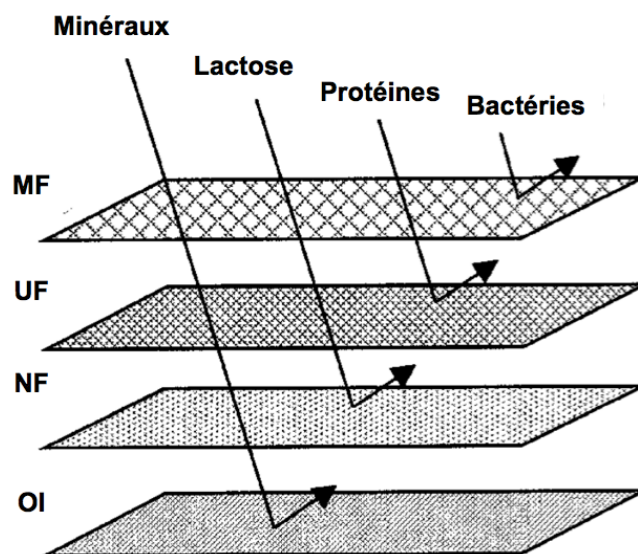


Figure 1. Rétention de la plupart des constituants laitiers en fonction du procédé baromembranaire (adapté de Saboya and Maubois (2000))

2.3.1 L'osmose inverse

Laissant traverser dans le perméat des constituants d'un maximum de 150 Da, l'osmose inverse (OI) est le procédé baromembranaire qui permet la séparation des constituants de plus petite taille (Mistry and Maubois, 2004). Par ailleurs, ce procédé est celui qui emploie des pressions d'opération les plus élevées, de l'ordre de 30 à 50 bar (3000 à 5000 kPa), soit environ 5 à 10 fois plus élevé qu'en UF (Lapointe-Vignola, 2002; Mistry and Maubois, 2004). Le principal avantage de l'OI repose sur le fait que l'eau et quelques ions monovalents sont les seuls composés pouvant traverser la membrane (Mistry and Maubois, 2004). L'OI est utilisé comme une étape de concentration préalable aux procédés d'évaporation et de séchage, particulièrement dans l'industrie alimentaire (Mulder, 1996). Dans le secteur laitier, l'OI, qui retient les matières grasses, le lactose, les PS et les minéraux, est souvent utilisé pour générer de l'eau usinable permettant ainsi de créer des usines auto-suffisantes en eau à différents niveaux (Mistry and Maubois, 2004; Hoogeveen, 2005; Pouliot, 2008).

2.3.2 La nanofiltration

La nanofiltration (NF), quant à elle, est une technique de séparation qui utilise des membranes aux seuils de coupure entre 200 et 1000 Da, avec des pressions d'opération comprises entre 15 et 30 bar (1500 et 3000 kPa) (Lapointe-Vignola, 2002; Mistry and Maubois, 2004). Ce procédé, catégorisé entre l'OI et la UF, permet de séparer les ions et les minéraux de taille nanométrique (de 0,001 à 0,01 μm ou 200 à 1000 Da) (Lapointe-Vignola, 2002). Dans le secteur laitier, la NF est principalement utilisée pour recycler les solutions de nettoyage et pour déminéraliser les fluides laitiers (Mistry and Maubois, 2004). La déminéralisation est effectuée afin de retirer les minéraux responsables de propriétés organoleptiques indésirables, comme le goût salé (principalement occasionné par le chlorure de potassium et le chlorure de sodium) (Bylund, 1995). Avec un rendement de 30 à 55% pour la rétention de ces minéraux, le dessalement des fluides laitiers demeure l'une des applications les plus répandues de la NF (Lapointe-Vignola, 2002).

2.3.3 L'ultrafiltration

L'ultrafiltration (UF) est le processus membranaire le plus largement utilisé pour la fabrication fromagère (Mistry and Maubois, 2004). L'UF peut être considéré comme un procédé de concentration, de fractionnement et de purification de suspensions colloïdales fines. Fonctionnant à partir de membranes d'un seuil de coupure entre 1 et 200 kDa et d'une mise en régime sous des pressions de 1 à 10 bar (100 à 1000 kPa), l'UF ne retient que des macromolécules et ne permet pas la rétention du lactose, des minéraux solubles, de l'azote non-protéique et de vitamines hydrosolubles (Lapointe-Vignola, 2002; Mistry and Maubois, 2004). Les deux applications les plus répandues dans le secteur laitier comprennent le fractionnement du lactosérum et la pré-concentration du lait de fromagerie (Cheryan, 1998). Cette pré-concentration peut être divisée en trois grandes utilités : la standardisation du lait à une teneur protéique assez basse (3,7-4,5%) pour contrer les variations saisonnières, la fabrication de rétentats à teneurs protéiques intermédiaires ou moyennement concentrés (3,2-10,0%) pour produire certains fromages et finalement, la génération de pré-fromages liquides avec la composition du caillé égoutté du fromage visé avant l'addition de la présure (Mistry and Maubois, 2004). Par ailleurs, les propriétés intrinsèques des laits enrichis en protéines, telles leur pouvoir tampon, leur comportement rhéologique et leur aptitude à la coagulation par la présure, doivent être bien comprises car elles déterminent fortement les propriétés organoleptiques des produits fromagers obtenus (Mistry and Maubois, 2004).

2.3.4 La microfiltration

Finalement, avec des DP membranaires allant de 0,05 à 2 μm , la microfiltration (MF) est le processus de rétention le moins sélectif exploité avec des pressions d'opération comprises entre 0,1 et 2 bars (10 à 200 kPa) (Lapointe-Vignola, 2002). L'une des principales applications industrielles de la MF est la débactérisation et la clarification de produits liquides dans les industries alimentaires et pharmaceutiques (Mulder, 1996). L'applicabilité de la MF en industrie laitière comprend la clarification du lactosérum, le fractionnement des protéines (enrichissement du lait en CN et retrait des PS), l'écémage du lait, ainsi que la débactérisation du lait par retrait des matières biologiques unicellulaires, principalement les bactéries (Mistry and Maubois, 2004; Singh, 2007; Karasu et al., 2010). La technique la plus prometteuse, mais actuellement encore peu développée en MF, est la séparation des CN du lait à des fins de pré-concentration du lait de fromagerie, permettant d'augmenter la teneur en CN dans le lait (création d'un concentré de CN micellaires natives) et ainsi

d'améliorer le processus de fabrication du fromage et les rendements fromagers (Saboya and Maubois, 2000; Hu et al., 2015). Caron et al., (1997) a démontré que l'utilisation d'un rétentat concentré en CN pour standardiser un lait de fromagerie permettait d'augmenter la vitesse de coagulation de ce dernier, en plus de générer un caillé plus rigide. L'objectif ultime est donc d'amener le rétentat à la teneur protéique du fromage désiré (Lapointe-Vignola, 2002). Les PS natives retrouvées dans le perméat de MF, quant à elles, peuvent aisément être purifiées par UF et DF afin de générer un isolat de protéine de lactosérum, lequel présente des aptitudes fonctionnelles très intéressantes, telles des propriétés de gélification, de moussage et d'émulsification (Bacher and Königsfeldt, 2000). La différence entre la MF et l'UF, qui est davantage utilisé pour pré-concentrer les laits de fromagerie, réside dans la rétention partielle des PS par les membranes de MF, tandis que cette rétention est complète par les membranes d'UF (Mistry and Maubois, 2004; Singh, 2007). La MF utilise donc des membranes ayant un plus grand diamètre de pores, ce qui peut nuire aux performances hydrauliques par concentration, adsorption et colmatage membranaire (Mulder, 1996). C'est principalement pour cette raison que la MF est moins préconisée par les transformateurs, dû au problème d'encrassement rapide des membranes en raison des flux de perméation élevés (Horton, 1997). Par ailleurs, le fractionnement des protéines laitières avec des membranes de MF aux DP de 0,1-0,2 μm amène un développement possible de nouvelles opportunités au niveau des procédés de l'industrie laitière et une meilleure valorisation des constituants du lait, tout en diversifiant la production de dérivés laitiers répondant aux besoins actuels des consommateurs (Saboya and Maubois, 2000).

2.4 Les membranes de microfiltration

2.4.1 Catégories de membranes

Les membranes utilisées pour la filtration de matrices alimentaires peuvent être divisées en deux classes : inorganique (minérale) et organique (polymérique), cette dernière étant la plus répandue en industrie alimentaire (Mulder, 1996; Bazinet and Castaigne, 2011; Hu et al., 2015). Dans le secteur laitier, deux types de membranes sont principalement utilisées: les MPS et les membranes céramiques (El-Salam and El-Shibiny, 2013). Les domaines de séparation, les résistances chimiques et physiques de la membrane, les coûts et les configurations disponibles constituent les principaux critères de sélection d'un type de membrane (Lapointe-Vignola, 2002). Au niveau des configurations membranaires actuellement disponibles, il existe les modules plans, les éléments tubulaires, les

fibres creuses et les éléments spiralés (Bazinet and Castaigne, 2011). Les procédés baromembranaires industriels actuels fonctionnent majoritairement sous régime tangentiel, puisque ce dernier permet l'opération de procédés en continu, à un débit de filtration stable et avec une longue durée de fonctionnement, améliorant ainsi sensiblement l'efficacité de séparation (Hu et al., 2015). Dans l'ensemble, il est difficile de développer un modèle universel de fonctionnement pour tous les types de procédés tangentiels, puisque chaque matériau membranaire possède ses caractéristiques, et la compréhension des phénomènes d'encrassement à la surface des membranes est complexe (Gekas and Hallström, 1990; Bazinet and Castaigne, 2011).

2.4.1.1 Les membranes céramiques

Parmi les membranes inorganiques, celles composées de céramiques et d'une configuration tubulaire, tel que présenté à la **Figure 2**, sont les plus fréquemment utilisées en MF du lait. Disponible commercialement avant les MPS, elles ont suivies une évolution afin de remédier à plusieurs lacunes observées, principalement en ce qui a trait à l'aspect économique des opérations et aux performances globales obtenues (Hu et al., 2015). Au niveau fonctionnel, la configuration tubulaire oblige le fluide traité à circuler des canaux vers l'extérieur de la membrane, obligeant le rétentat à demeurer dans les canaux.

Comparativement aux matériaux organiques initialement développés, les matériaux inorganiques possèdent une stabilité chimique et thermique supérieure (Saboya and Maubois, 2000). Les premières générations de membranes céramiques, bien que comportant ces avantages, n'étaient pas optimales pour l'industrie laitière, principalement dû à leurs changements de sélectivité importants en fonction du temps (Mistry and Maubois, 2004). La première technique instaurée exploitait le concept hydraulique de la pression transmembranaire uniforme (UTP), basé sur l'ajout d'une boucle de recirculation co-courant du perméat qui permet de maintenir un gradient de pression transmembranaire minimale et constant le long de la membrane, minimisant ainsi le colmatage interne de la membrane (Saboya and Maubois, 2000; Hu et al., 2015). Ce type de membranes de MF permet de maintenir un flux de perméation constant dans le temps (Saboya and Maubois, 2000). Par ailleurs, ce type de membrane possède des coûts d'investissement supérieurs, en plus d'une consommation énergétique élevée due à l'ajout d'une pompe supplémentaire pour la recirculation (Hu et al., 2015). Pour contrer ces inconvénients, les manufacturiers ont développé une membrane

céramique à gradient de perméabilité (MCGP), basée sur un principe de variation continue de la porosité du support céramique et de l'épaisseur de la membrane (Mistry and Maubois, 2004). L'absence de boucle de recirculation du côté perméat permet aussi de générer une contre-pression de ce côté (Mistry and Maubois, 2004) et ainsi générer des flux de perméation uniformes tout au long de la membrane (Hu et al., 2015). Comparativement au mode UTP, le fonctionnement de la MCGP est plus simple, et les coûts opérationnels sont également plus faibles (Saboya and Maubois, 2000; Hu et al., 2015). Malgré les améliorations au fil du temps, les membranes céramique à configuration tubulaire sont dans l'ensemble associées à des coûts de pompage élevés et à une faible surface membranaire, ce qui influence les performances hydrauliques (Lapointe-Vignola, 2002). De ce fait, davantage de modules sont requis pour générer des quantités appréciables de perméat, ce qui implique inévitablement des coûts supplémentaires. Néanmoins, plusieurs transformateurs sont convaincus que les membranes céramiques permettent de satisfaire les exigences des applications laitières, telles la forte résistance mécanique permettant de grandes vitesses de recirculation et la grande tolérance aux processus de nettoyage (Hu et al., 2015).

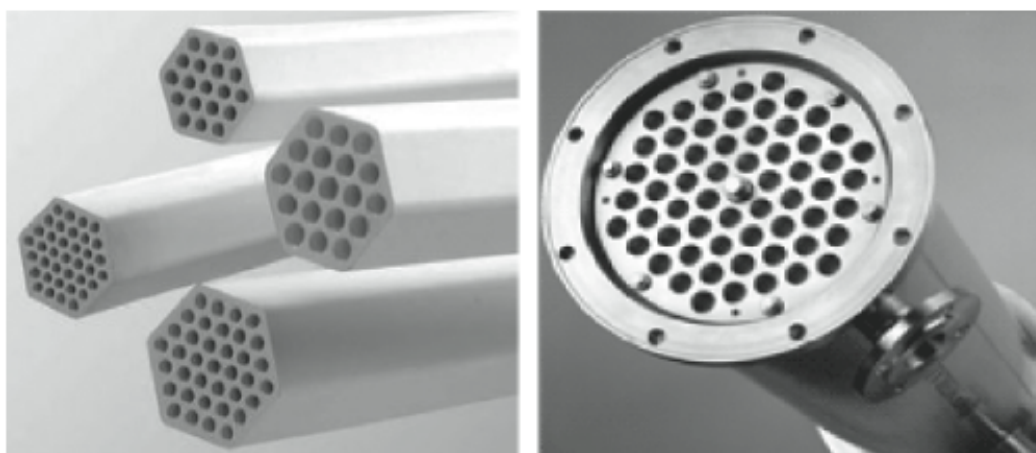


Figure 2. Coupe transversale d'une membrane céramique tubulaire
(Pall Corporation Catalogue, 2007)

2.4.1.2 Les membranes polymériques spiralées

En MF, les MPS s'avèrent très prometteuses, bien qu'elles furent longtemps écartées des procédés de filtration industriels dû à leurs limitations techniques, telle la sensibilité de certains matériaux aux produits nettoyants, et la méconnaissance de leurs conditions opératoires optimales (Bazinet and

Castaigne, 2011; Hu et al., 2015). La configuration spiralée représente par ailleurs le modèle le plus répandu pour les éléments membranaires polymériques de MF dans l'industrie laitière, principalement en raison de sa grande capacité pour traiter différents fluides laitiers de composition variée, sa grande flexibilité pour modifier les propriétés des membranes et son faible coût (Hu et al., 2015). En fait, l'utilisation de ces membranes permet également des coûts d'investissement et de remplacement plus faibles que les membranes céramiques tubulaires, en plus d'exiger une consommation énergétique inférieure (Hu et al., 2015). Les MPS possèdent également un rapport surface/volume élevé, augmentant ainsi les performances hydrauliques (Lapointe-Vignola, 2002). Au niveau du choix des polymères en tant que matériau membranaire, ce dernier dépend grandement des conditions opératoires lors des utilisations et du type de fluide traité (Mulder, 1996). Le polysulfone, le polyamide et l'acétate de cellulose sont parmi les matériaux les plus fréquemment utilisés. D'autres polymères émergent tel le polyfluorure de vinylidène (PVDF) sont de plus en plus populaires (Bazinet and Castaigne, 2011) du fait de leur résistance thermique et chimique supérieure comparativement aux matériaux conventionnels (Mulder, 1996).

Quant à son aspect fonctionnel, la configuration spiralée oblige le fluide et ses constituants à circuler vers l'intérieur de la membrane, jusqu'au tuyau central de collecte de perméat, tel qu'illustré à la **Figure 3**, tandis que le rétentat demeure entre les couches de polymères et est récolté à l'extrémité de l'élément. Les espaceurs poreux (ou espaceurs d'alimentation) agissent à titre de générateur de turbulence afin de limiter l'encrassement à travers les différentes couches de polymères dû à la vitesse relativement basse du fluide dans la membrane (Bylund, 1995). Les MPS sont également équipées d'un système anti-télescopique situé en aval des extrémités d'éléments membranaires afin d'éviter le décollement et le glissement des couches de polymères par l'impact du fluide à son entrée (Bylund, 1995).

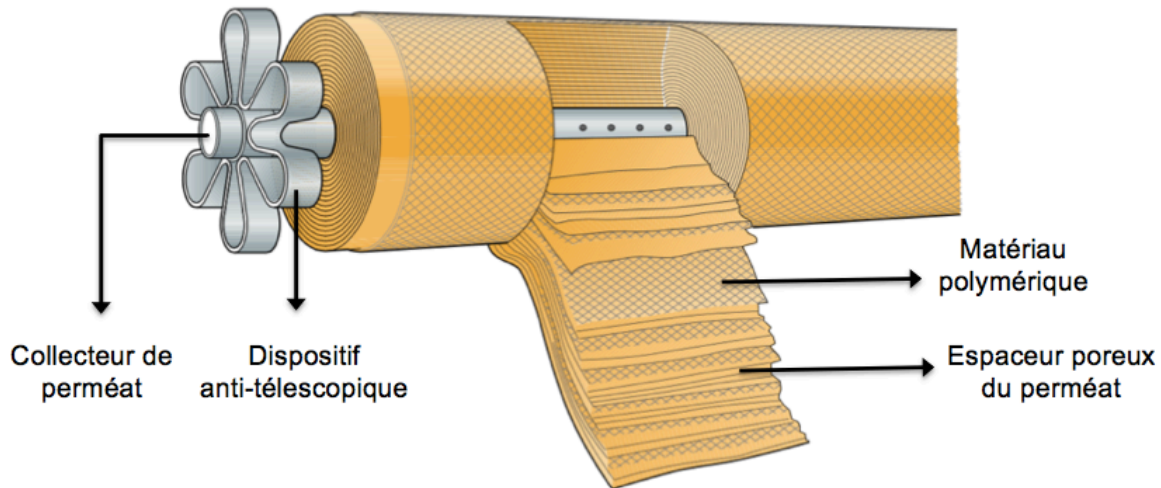


Figure 3. Structure d'une MPS (adapté de Bylund (1995))

2.4.2 La taille de pores membranaires

Au fil du temps, les différents matériaux membranaires ont connu une évolution quant au contrôle de leurs caractéristiques physiques, principalement quant à la taille de pores membranaires, permettant l'obtention de performances plus reproductibles d'un modèle de membrane à l'autre (Bazinet and Castaigne, 2011). Cette taille de pores, représentée par une valeur nominale moyenne, peut être défini de deux manières différentes : par le DP, exprimé en unité métrique (μm ou nm), ou par le seuil de coupure, exprimé en Daltons (Da) (Fallis, 2013). C'est la taille de pores membranaires qui détermine la sélectivité de la membrane et ses performances de séparation. Dépendamment de l'utilisation souhaitée, du fluide à traiter et des espèces à fractionner, le choix de la taille des pores de la membrane est critique, puisque c'est principalement ce facteur qui a un impact sur l'encrassement membranaire lors du procédé de filtration (Fallis, 2013). En général, les membranes avec des tailles de pores plus petites ont une tendance moindre à l'encrassement puisque l'obstruction des pores par les constituants du fluide à traiter est moins important (Fallis, 2013). Néanmoins, ce principe est très variable en fonction du diamètre de pores et de la répartition des tailles de constituants du fluide. De manière générale, pour une efficacité de séparation maximale, le DP des membranes devrait être d'au moins 40 à 50% inférieur au plus petit constituant présent dans le fluide à traiter sous les conditions opératoires définies (Bhave, 2014).

2.5 Conditions opératoires des procédés baromembranaires

2.5.1 Principe de fonctionnement et paramètres opératoires

La filtration d'un fluide au travers d'une membrane de filtration peut être réalisée de manière transversale ou frontale (Bazinet and Castaigne, 2011). La filtration tangentielle est la technique de filtration la plus prisée industriellement et implique que le fluide à traiter circule parallèlement à la surface de la membrane, limitant ainsi la formation d'une couche d'encrassement, ce qui diffère de la filtration frontale qui implique que le fluide passe perpendiculairement à travers la membrane, générant un encrassement beaucoup plus rapide (Fallis, 2013). Au sein d'un système de filtration tangentielle, la pression peut être calculée en différents points soit du côté rétentat mais aussi du côté perméat. Tel que schématisé à la **Figure 4**, la pression à l'entrée de la membrane du côté rétentat (Rp_i), la pression à la sortie de la membrane du côté rétentat (Rp_o) et la pression à la sortie de la membrane du côté perméat (Pp_o) peuvent être facilement disponibles. La Pp_o demeure généralement faible et a pour simple objectif de maintenir un flux de perméation constant et une faible consommation énergétique (Hu et al., 2015). De plus, la perte de charge ou «*pressure drop*», qui est la différence entre le Rp_i et le Rp_o , est un paramètre qui est souvent exploité dans la littérature afin de comparer divers procédés et d'émettre des hypothèses relativement aux performances obtenues. Ce paramètre, aussi appelé gradient de pression hydrodynamique, a un impact direct sur la vitesse tangentielle du fluide dans une membrane (Bazinet and Castaigne, 2011).

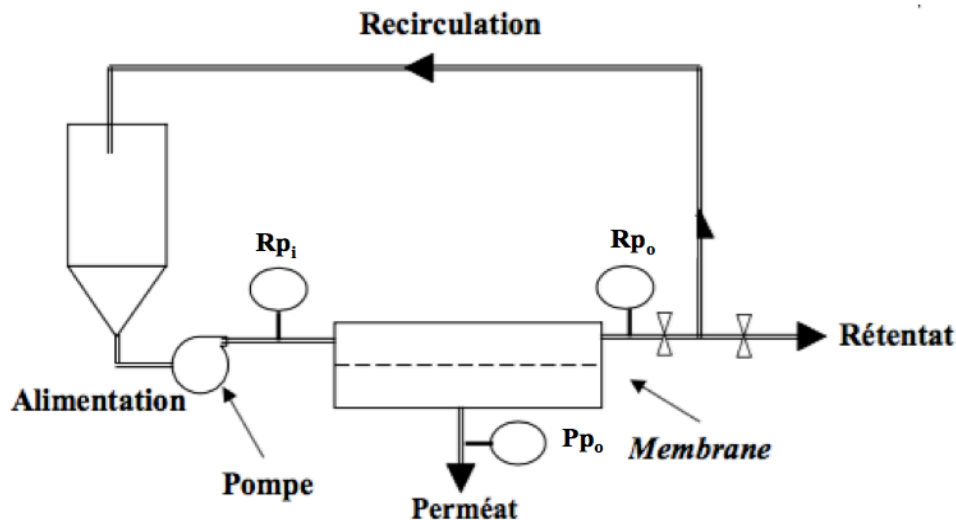


Figure 4. Schématisation d'un procédé baromembranaire simple (Bazinet and Castaigne, 2011)

Le gradient de pression généré par ces différentes conditions opératoires induit un paramètre déterminant en filtration tangentielle: la pression transmembranaire (PTM). La PTM, qui est en fait la différence de pression entre les côtés rétentat et perméat de la membrane à un point donné, constitue la force motrice de la filtration et permet de quantifier la perte de charge du système associée à la perméation (Lapointe-Vignola, 2002). Le calcul de la PTM moyenne, présenté à l'équation 1 (Bazinet and Castaigne, 2011), est une variable dépendante directement liée aux phénomènes d'encrassement (Jimenez-Lopez et al., 2008).

$$PTM = \frac{R_{pi}-R_{po}}{2} - P_{po} \quad (\text{Équation 1})$$

où

PTM = pression transmembranaire (kPa)

R_{pi} = pression à l'entrée de la membrane du côté rétentat (kPa)

R_{po} = pression à la sortie de la membrane du côté rétentat (kPa)

P_{po} = pression à la sortie de la membrane du côté perméat (kPa)

Outre les capteurs de pression, les systèmes de filtration tangentielle sont également munis de pompes d'alimentation, de diverses valves de contrôle du passage des fluides, de capteurs de niveau des réservoirs, et optionnellement, de capteurs de température et de débitmètres, afin de mieux contrôler les conditions opératoires (Fallis, 2013). Une boucle de recirculation du rétentat peut également faire partie du système afin d'augmenter la turbulence du fluide à traiter à la surface de la membrane, de conserver des performances hydrauliques élevées et de diminuer les coûts opérationnels (Bazinet and Castaigne, 2011).

Le flux de perméation est un indicateur de premier ordre afin de quantifier les performances hydrauliques et l'efficacité d'un procédé baromembranaire. Le flux de perméation (J) correspond au débit d'écoulement du perméat qui traverse la membrane par unité de surface membranaire et est généralement exprimé en kilogramme par heure (kg/h.m^2), selon l'Équation 2 (Bazinet and Castaigne, 2011).

$$J = \frac{D}{A} \quad (\text{Équation 2})$$

où

J = Flux de perméation (kg/h.m²)

D = Débit du fluide filtré (kg/h)

A = Surface de la membrane (m²)

Ce flux est plus élevé à l'entrée qu'à la sortie de la membrane, puisque la pression, plus grande à l'entrée, diminue progressivement jusqu'à la sortie en raison de la perte de charge (Hu et al., 2015). Le flux de perméation est proportionnel à la PTM, au DP des membranes et à la vitesse tangentielle du fluide, tandis qu'il est indirectement proportionnel à la température (Hu et al., 2015). Durant l'étape de filtration, la notion de flux de perméation limite, qui représente le moment où le flux de perméation commence à être affecté par un encrassement considérable, est à maîtriser, car son atteinte expose le procédé à une diminution de ses performances. En effet, les constituants retenus par la membrane, comme les protéines, s'accumulent à sa surface au fil du temps, formant ainsi une couche d'encrassement de dépôts organiques qui entraîne une plus grande résistance et donc une diminution des performances hydrauliques (Hu et al., 2015). L'effet de cisaillement induit par la filtration tangentielle du fluide limite cependant l'accumulation de résidus. Dès les premiers instants de filtration, suite à la formation initiale de premiers dépôts, la croissance de la couche d'encrassement ralentit et vient même parfois à s'arrêter, ce qui rend constante la résistance hydraulique et permet de générer un flux de perméation stable (Hu et al., 2015). La PTM et le flux de perméation sont deux paramètres étroitement liés ; il importe de déterminer une PTM optimale qui ne permettra pas l'atteinte du flux de perméation limite influant négativement sur les performances du procédé et l'apparition d'un colmatage membranaire (Fallis, 2013; Prasad et al., 2014). Par conséquent, il est essentiel de caractériser en premier lieu la relation entre la PTM appliquée et les flux de perméation résultant (Bazinet and Castaigne, 2011). La courbe noire de la **Figure 5** démontre qu'initialement, le flux de perméation augmente de manière proportionnelle avec la PTM. Par la suite, l'augmentation des flux de perméation diminue graduellement avec l'augmentation de la PTM du fait de l'apparition d'un colmatage membranaire. Puis, il y a l'atteinte d'un plateau, qui s'explique par le

fait que la zone d'encrassement est devenu considérable et que les flux de perméation sont devenus supérieurs au flux de perméation limite (Hu et al., 2015). La zone poitillée en rose représente donc la PTM optimale, lorsque l'encrassement membranaire ne nuit pas encore de manière trop importante aux performances hydrauliques. La littérature démontre bien que la sélection adéquate d'une PTM permet de générer des flux de perméation constants tout comme un contrôle efficace de l'encrassement lors de la filtration de fluides (Cui et al., 2010).

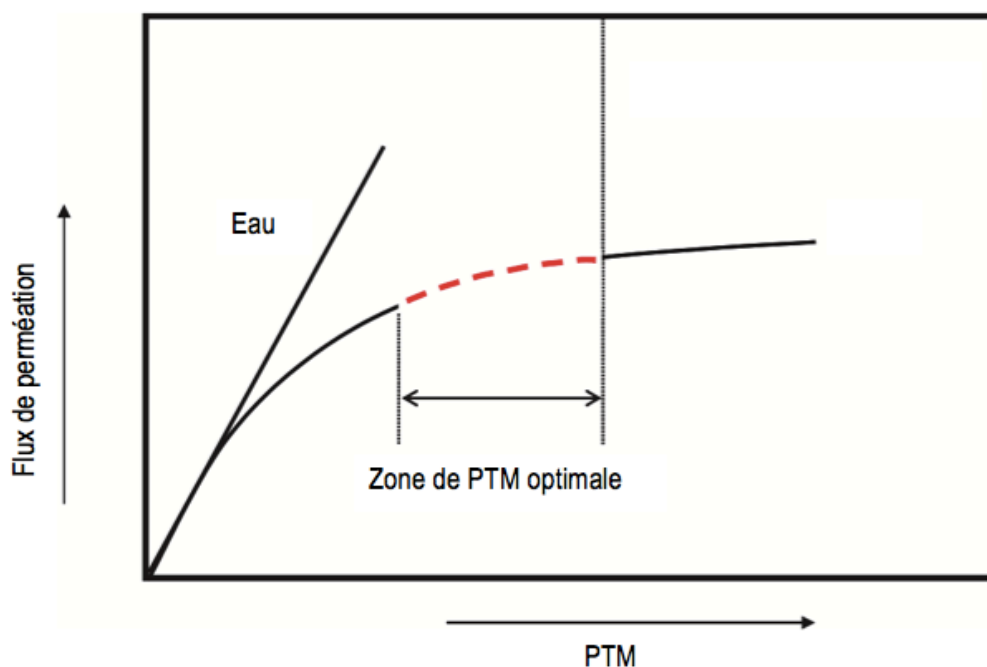


Figure 5. Évolution du flux de perméation en fonction de la PTM et zone optimale (adapté de Fallis (2013))

2.5.2 Vitesse tangentielle du fluide

L'optimisation des étapes de filtration requiert un contrôle précis des paramètres. Une condition opératoire importante en filtration membranaire est tout d'abord la vitesse tangentielle du fluide dans la membrane (Fallis, 2013). Le calcul de la vitesse tangentielle du fluide d'alimentation dans une MPS impose donc de connaître le débit de ce fluide dans le membrane et la section de passage du fluide (Johnson, 2013). Afin de bien déterminer la vitesse tangentielle, il importe de connaître la différence de pression entre l'entrée et la sortie de la membrane (soit le «*pressure drop*») (Schock

and Miquel, 1987). La turbulence réellement générée dépendra de plusieurs facteurs qui peuvent varier durant la filtration, tels que la géométrie du canal, la viscosité du rétentat, le transfert de matière impliqué, *etc.* (Schock and Miquel, 1987; Bazinet and Castaigne, 2011). La détermination de la vitesse tangentielle d'un fluide est cependant ardue pour les MPS, due à leur géométrie plus complexe. Ces membranes sont munies d'espaceurs poreux qui jouent le rôle de promoteurs de turbulence afin de diminuer les phénomènes d'encrassement, et de stabilisant mécanique pour la géométrie du canal (Li et al., 2009). La vitesse tangentielle peut cependant être contrôlée via le débit de recirculation (assurée par une pompe distincte dans le procédé de filtration), lequel est proportionnel à la vitesse tangentielle (Fallis, 2013). Néanmoins, la présence d'un débit de recirculation engendre une plus grande consommation d'énergie (Singh, 2007; Cui et al., 2010). Au niveau de l'encrassement, la vitesse tangentielle du fluide est un des facteurs les plus déterminants car la turbulence et la contrainte de cisaillement à la surface de la membrane affectent grandement les propriétés de cette couche organique et empêchent le dépôt de particules (Guerra et al., 1998). L'objectif est donc d'utiliser une vitesse tangentielle la plus élevée possible et une faible PTM afin de maximiser les performances hydrauliques et de limiter l'encrassement (Singh, 2007; Bhave, 2014). Plusieurs études traitant de la MF du lait ont démontré qu'une vitesse tangentielle élevée limite l'encrassement et facilite aussi le nettoyage (Samuelsson et al., 1997; Vyas et al., 2000; Li and Chen, 2010).

2.5.3 Température

La température est un autre facteur influant grandement l'efficacité du procédé de filtration. Pour la filtration laitière, il est recommandé de pré-chauffer avant les essais pendant au moins 30 minutes à 50°C afin de favoriser l'équilibre colloïdal des minéraux et des protéines (Jimenez-Lopez et al., 2008). Une filtration à température élevée (de l'ordre de 45 à 55°C) présente plusieurs avantages tels que l'augmentation des flux de perméation, dû à une viscosité plus faible du produit (Samuelsson et al., 1997), permettant ainsi de réduire la surface membranaire nécessaire et par conséquent de diminuer le coût associé au nombre de membranes requises (Samuelsson et al., 1997). Les coûts énergétiques, telle que l'énergie de pompage nécessaire pour maintenir un débit de recirculation constant, peuvent également être réduits (Cheryan, 1998). Dans la plupart des cas, la température de traitement est d'environ 50°C pour les applications laitières (Bylund, 1995). Par ailleurs, un chauffage trop élevé du lait peut nuire à l'efficacité de séparation entre les CN et les PS, puisque les traitements thermiques peuvent entraîner une dénaturation protéique engendrant ainsi la formation

de ponts disulfures entre les β -lactoglobuline mais aussi entre les β -lactoglobuline et les CN- κ (Tremblay-Marchand, 2016). Pour ce qui est de la filtration du lait à basses températures, un procédé entre 2 et 6°C entraîne une augmentation de la viscosité du lait, générant des coûts énergétiques supérieurs puisque le système nécessite un plus grand travail. Bien que les bactéries psychrophiles et psychrotrophes puissent croître à basses températures, il y a somme toute un meilleur contrôle microbien du fluide et une plus faible dénaturation protéique qu'à des températures plus élevées (40-50°C) (Fallis, 2013). Lawrence et al. (2008) et Samuelsson et al. (1997) ont également démontré qu'à basse température, les micelles de CN se solubilisent partiellement, particulièrement la β -CN, et sont donc plus petites, entraînant une augmentation de la viscosité du lait et une plus grande obstruction des pores membranaires.

2.5.4. Conditionnement, mise et régime et nettoyage

Avant de débiter les essais de filtration, et suite au nettoyage du système, les membranes neuves doivent être conditionnées. Il est recommandé de faire circuler dans le système en boucle fermée (recirculation) un tampon de pH et de force ionique similaire à celui de l'échantillon à traiter afin d'éviter la dénaturation et la précipitation des protéines présentes dans le fluide (Bylund, 1995; Fallis, 2013). Les conditions opératoires doivent être les mêmes que celles envisagées lors des essais de filtration ultérieurs (température, PTM, etc.). Ce conditionnement aide également à éliminer l'air piégé dans certains points morts des diverses sections du système de filtration (Fallis, 2013). Suite à ces étapes préalables, la mise en régime du système peut être enclenchée avec le fluide à traiter. Afin de produire un effet similaire du début de filtration pour chaque répétition de filtration, il est primordial d'utiliser des membranes qui ont suivi le même cycle de nettoyage et le même conditionnement. De plus, les paramètres et les conditions opératoires doivent être similaires au début de chaque essai afin de soumettre la membrane au même type de stress (début d'encrassement similaire par exemple), ce qui impliquera des conséquences identiques sur les performances hydrauliques du procédé de filtration. En filtration des fluides laitiers, ce sont les protéines du lait qui sont principalement associées au phénomène d'encrassement. Premièrement, les protéines peuvent subir une dénaturation thermique, favorisant leur aggrégation sur les parois du système et sur le matériau membranaire (Bylund, 1995). Puis, le blocage des pores par les protéines contribue aussi à cet encrassement. L'attachement des protéines et le type de lien établi dépendent de la nature du matériau membranaire et des caractéristiques physicochimiques des protéines, telle leur hydrophobicité (Fallis, 2013). Beckman and Barbano (2013) soutiennent également que les

premières minutes de MF sont déterminantes au niveau de l'encrassement membranaire, puisque les micelles de CN adhèrent très rapidement à la surface et dans les pores de la membrane formant une nouvelle couche filtrante qui influence la transmission des PS dans le perméat. De plus, cet encrassement protéique est considéré comme une perte de rendement puisque les protéines encrassées ne sont pas récupérées dans le rétentat (Fallis, 2013).

Préalablement à la procédure de filtration de fluides complexes, plusieurs étapes doivent être rigoureusement réalisées afin d'assurer une filtration optimale. Le nettoyage, quasi exclusivement effectué par un procédé de Nettoyage-En-Place (NEP) ou *Cleaning-In-Place (CIP)*, doit être efficace et doit permettre de garantir l'innocuité des produits transformés dans l'équipement en question, tout en maintenant des performances optimales du procédé et en demeurant sécuritaire, puisque des produits chimiques corrosifs sont impliqués (Tetra Pak, 2015). Les opérations de nettoyage doivent être effectuées strictement selon la procédure élaborée par le fabricant de l'équipement et/ou de produits chimiques afin d'atteindre le degré de propreté requis et d'éviter l'usure prématurée des matériaux (Bylund, 1995). Enfin, il doit être réalisé avec le moins d'impact possible sur l'environnement en utilisant une quantité minimale d'eau et de détergents et en maximisant la réutilisation des ressources impliquées (Tetra Pak, 2015). Lors d'un CIP, l'équipement n'est pas démantelé, mais bien nettoyé dans la même configuration que lors des opérations. Les solutions de nettoyages sont donc mises en circulation à travers l'équipement selon le circuit à nettoyer (Tetra Pak, 2015).

Tel que représenté à la **Figure 6**, un cycle de nettoyage CIP comporte huit (8) étapes distinctes:

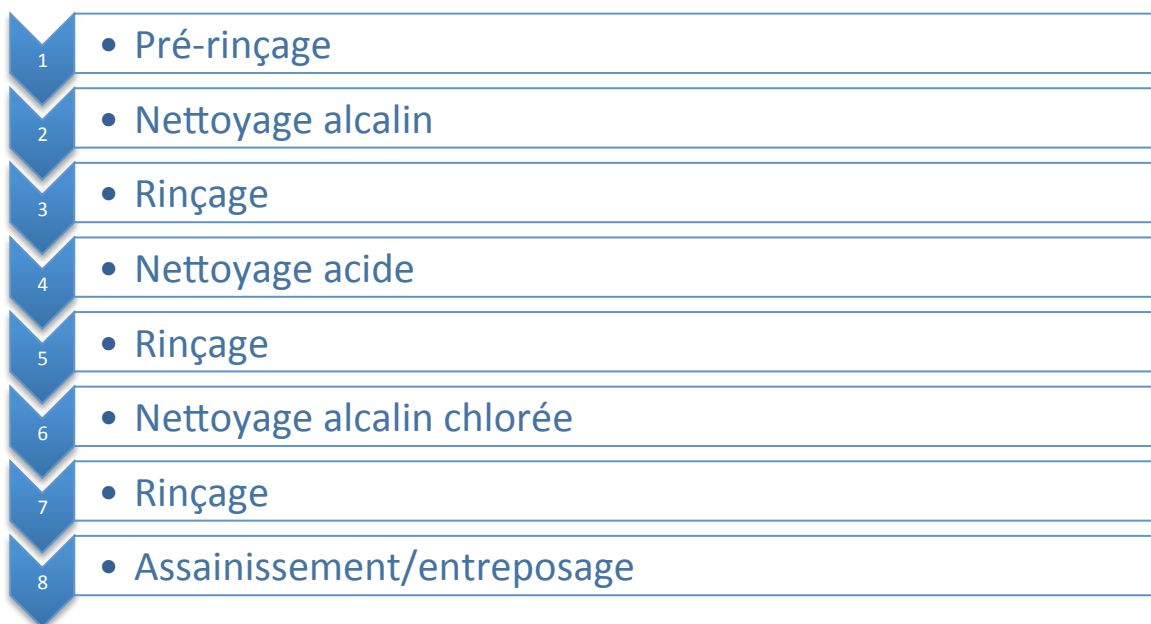


Figure 6. Cycle de nettoyage CIP

L'efficacité du nettoyage dépend de la capacité des agents nettoyants à éliminer la couche de constituants organiques et inorganiques. Parmi les facteurs qui ont un impact sur le contrôle de l'encrassement, notons la température, le pH, les concentrations de produits chimiques de nettoyage et les temps de contact entre les produits chimiques et la membrane de filtration (Li and Chen, 2010). Le pré-rinçage, généralement réalisé avec de l'eau de températures variant entre 40 et 60°C, vise à éliminer les dépôts organiques tels les agrégats de glucides et les graisses. À cette étape, la température ne doit pas dépasser 60°C, puisqu'un chauffage trop poussé de certaines protéines pourrait les dénaturer et rendre leur retrait de la surface plus difficile dû à leur adhérence. Le nettoyage alcalin, réalisé à partir d'un produit caustique qui amène le pH de l'eau entre 10 et 11,5, est effectué dans le système pour éliminer les constituants organiques (Tetra Pak, 2015). Le rinçage subséquent vise à drainer le détergent alcalin et à ramener un pH neutre dans le système afin de ne pas interférer sur l'efficacité de la solution d'acide nitrique utilisée lors d'une étape ultérieure. Le nettoyage acide, réalisé à un pH entre 1 et 2, vise à dissoudre les dépôts de minéraux et les dépôts de calcaires dans le système. Suite à cette étape, un autre rinçage est effectué pour ensuite refaire un nettoyage alcalin chloré (pH entre 10 et 11) avec une solution d'hypochlorite de sodium servant à désinfecter le système (Tetra Pak, 2015). Finalement, une solution acide composée d'acides

organiques, tels l'acide lactique, l'acide citrique et l'acide dodécylbenzènesulfonique, est ajoutée dans le système suite à un dernier rinçage afin de faire tremper les membranes et les parois du système lors des arrêts d'opération à court terme (Sani-Marc, 2017). Cet agent permet d'effectuer un bon contrôle microbien. Cette étape, qui est nécessaire pour assurer un entreposage du système et de la membrane, doit impliquer un changement de solution périodique en fonction des recommandations du fabricant de produits chimiques afin de conserver son efficacité (Tetra Pak, 2015). Advenant le cas où le nettoyage ne soit pas efficace (voir paragraphe ici-bas), il importe de faire un nettoyage alcalin enzymatique suite au nettoyage conventionnel afin d'hydrolyser les protéines colmatantes et de permettre le retour des performances hydrauliques désirées.

Pour valider l'efficacité du nettoyage appliqué, il est nécessaire de confirmer que les performances membranaires ont été recouvrées. Pour cela, la mesure du flux à l'eau pure (mesurant le débit d'eau à travers la membrane dans des conditions définies) suite à l'étape de CIP est effectué (Bylund, 1995). Ce test est généralement réalisé deux fois durant les essais de filtration, soit avant le début de la filtration sur la membrane propre et suite au cycle de nettoyage (Li and Chen, 2010). Un flux à l'eau peut également être mesurée suite à la filtration lorsque la membrane est rincée mais encrassée afin de permettre de dresser un portrait plus complet de l'évolution de l'encrassement durant le nettoyage et de calculer les résistances hydrauliques (Cheryan, 1998; Li and Chen, 2010). Un écart maximal de 10% est généralement acceptable pour considérer qu'un cycle de nettoyage a été efficace (Wu et al., 2006). Si cet écart n'est pas atteint, une étape subséquente de nettoyage enzymatique peut être ajoutée au cycle de nettoyage suite à l'étape d'élimination des minéraux par l'utilisation de solutions acides. De plus, le test de flux à l'eau permet également de renseigner sur l'usure de la membrane de filtration. Pour ce, il importe d'effectuer un flux à l'eau lorsque la membrane est neuve et de compiler les valeurs obtenues au fil du temps suite à chaque cycle d'utilisation et de nettoyage (Bylund, 1995). La durée de vie normale maximale d'une membrane est atteinte lorsque le dernier flux à l'eau effectuée représente un écart de 20% avec la valeur initiale de la membrane neuve (Fallis, 2013). Par ailleurs, pour valider qu'un cycle de nettoyage est adéquat, la reproductibilité doit non seulement s'étendre au niveau de la récupération des flux à l'eau, mais bien aussi à ceux des performances hydrauliques globales du procédé de filtration, de l'atteinte des pressions désirées et du rendement de séparation lors des essais suivants les nettoyages (Wu et al., 2006). Par ailleurs, afin de demeurer EE, les enjeux du nettoyage pour les transformateurs exploitant

un procédé baromembranaire donné reposent dans la réduction et l'optimisation de l'utilisation des produits chimiques afin d'abaisser les coûts d'exploitation, de diminuer les rejets et ainsi de minimiser les impacts environnementaux tout en ayant une efficacité maximale de l'étape de CIP (Prasad et al., 2014).

2.6 Modes opératoires et techniques de filtration

2.6.1 Recirculation totale

Il existe plusieurs configurations des systèmes de filtration qui sont utilisées dans la pratique industrielle. Ces derniers sont choisis en fonction de la productivité à assurer, du niveau de séparation souhaité et des caractéristiques recherchées du produit (Bhave, 2014). Le mode opératoire de recirculation totale, préalable aux étapes de concentration et de DF, est exploité afin de déterminer les conditions opératoires optimales d'un procédé de filtration, principalement en ce qui a trait aux paramètres de pression. Réalisée en boucle fermée et sans concentration du rétentat, cette configuration est définie par le fait que les fractions de rétentat et de perméat sont toutes deux réacheminées dans le réservoir d'alimentation (Fallis, 2013). Le principe de la recirculation totale fonctionne généralement avec des paliers de PTM, paliers qui sont habituellement présélectionnés en fonction de sélectivité du procédé de filtration, de la littérature et des recommandations des fabricants. Une fois les paramètres de pression atteints et la PTM obtenue, cette dernière est maintenue constante pour une période d'au moins 45 minutes. Tel que décrit à la section 2.5.1, la PTM optimale sans atteinte du flux de perméation limite peut être déterminée en ciblant la pression maximale où la relation entre le flux de perméation et la PTM demeure linéaire (Fallis, 2013; Tremblay-Marchand et al., 2016).

2.6.2 Concentration

Le mode concentration, qui consiste à éliminer une quantité définie de perméat, permet la production de fractions enrichies en solutés d'intérêt. Le facteur de concentration, appelé facteur de concentration volumique (FCV), représente le rapport entre le volume initial de fluide à traiter et le volume final du rétentat généré (Bylund, 1995). La concentration par procédé baromembranaire implique que les constituants ayant une taille supérieure au DP soient retenus par la membrane et se concentrent dans le rétentat, tandis que les constituants plus petits que les pores et l'eau traversent la membrane et sont récupérés dans le perméat. Cependant, la composition et la concentration

initiale du fluide à traiter par les procédés baromembranaires peuvent avoir une influence sur les performances de ce mode opératoire (Lapointe-Vignola, 2002). Premièrement, le procédé global peut être limité par la solubilité du produit sous des conditions définies. Certains constituants ont tendance à interagir et à s'agréger entre eux lorsque des concentrations élevées sont atteintes. Par exemple, lors de la concentration du lait, plus le FCV sera élevé, plus le retrait des PS sera faible puisque les CN interagissent entre elles et affectent négativement le passage des PS (Zulewska and Barbano, 2013; Tremblay-Marchand et al., 2016). Par ailleurs, des limites pratiques existent quant à l'augmentation de ce facteur (Singh, 2007). Papadatos et al. (2003) soutiennent que le FCV optimal lors de la MF du lait est de 2.0X et qu'un FCV de 3.0X n'apporte aucun avantage économique supplémentaire, malgré l'augmentation du rendement massique. En effet, au fur et à mesure que le FCV augmente, la concentration en CN dans le rétentat va augmenter et la viscosité résultante du rétentat à la surface de la membrane augmentera l'encrassement engendrant ainsi une diminution de transmission des PS (Hurt and Barbano, 2010).

Le mode de concentration peut s'effectuer de quatre façons différentes. La première est la concentration par filtration discontinue (ou «*batch operation*»), qui est principalement utilisée pour la filtration de petits volumes de produit (Jirjis and Luque, 2010). Le fluide à traiter circule dans le système jusqu'à l'atteinte de la concentration requise, qui n'est atteinte qu'à la fin du procédé (Bylund, 1995; Bazinet and Castaigne, 2011). Les lots de lait sont transformés l'un à la suite des autres, ce qui implique que le système soit nettoyé entre chaque essai de filtration afin de traiter un autre lot (Jirjis and Luque, 2010). La deuxième consiste à réaliser une filtration en continu. Appelée «*single-pass processing*», l'étape de concentration ne nécessite aucune recirculation du rétentat dans le système (Jirjis and Luque, 2010). Toujours réalisée en continu, le concept «*feed and bleed*», regroupant les deux dernières façons, fonctionne avec un principe de prélèvement du rétentat au même débit que l'alimentation du système en fluide à traiter (Jirjis and Luque, 2010; Bazinet and Castaigne, 2011). Cette approche peut être exploitée en une seule étape (troisième façon, tel qu'illustré à la **Figure 4**) ou en plusieurs étapes (quatrième façon) (Jirjis and Luque, 2010). L'opération «*feed and bleed*» est principalement utilisée pour les procédés à grande échelle où de grands volumes de rétentats sont requis. Ainsi, il est possible d'avoir une productivité élevée et un rétentat de composition et de qualité constante (Bazinet and Castaigne, 2011). La manière multi-étapes, plus communément appelée «*multistage designs*», constitue la dernière façon de concentrer

par filtration en continu. Les systèmes fonctionnant en multi-étapes reposent sur un principe de juxtaposition des boucles de filtration où le rétentat des systèmes en aval est toujours issu d'une boucle en amont (Bazinet and Castaigne, 2011). Ce principe opérationnel est principalement exploité lorsque de longs cycles de filtration sont nécessaires. Un système de filtration multi-étapes nécessite moins de surface membranaire qu'un système à simple étape afin d'atteindre un FCV spécifique, mais ces installations impliquent par ailleurs des coûts d'achat et de remplacement importants (Jirjis and Luque, 2010).

2.6.3 Diafiltration

Une autre approche influant sur les performances hydrauliques et les aspects économiques des procédés baromembranaires est la DF. Cette étape permet d'augmenter le degré de pureté du rétentat ainsi que l'efficacité de séparation entre les constituants d'un fluide à traiter par filtration (Hoek and Tarabara, 2013). C'est un procédé qui consiste à ajouter une quantité définie d'un diluant au rétentat, appelée diavolume (Lapointe-Vignola, 2002). Ce diluant, qui est généralement de l'eau et parfois un perméat de filtration issu d'un procédé d'UF, de NF ou d'OI, vise à remplacer le rétentat en terme de volume (Fallis, 2013). Cette approche peut être réalisée en discontinu (aussi appelée DF séquentielle) ou en continu (Bazinet and Castaigne, 2011). La DF en continue permet de maintenir un niveau constant des fluides par l'addition du diluant en provenance d'un réservoir tampon à la même vitesse que celle du retrait du perméat (Fallis, 2013). La DF en discontinue, quant à elle, implique l'ajout d'un diavolume en une seule fois pour diluer le rétentat. Cet ajout peut être répété à plusieurs fréquences, ce qui implique des dilutions et des re-concentrations autant de fois que désiré (**Figure 8**) (Fallis, 2013). Selon une étude impliquant la DF en discontinue en MF, la DF a toutefois été considérée comme peu EE, car elle requiert une grande quantité d'eau, est moins rapide que le procédé de filtration conventionnel et apporte peu davantage en termes d'efficacité de séparation protéique (Tremblay-Marchand et al., 2016). Dans un processus qui implique à la fois la concentration et la DF, la concentration est souvent réalisée en deux étapes, séparées chacune par des étapes de DF (Fallis, 2013).

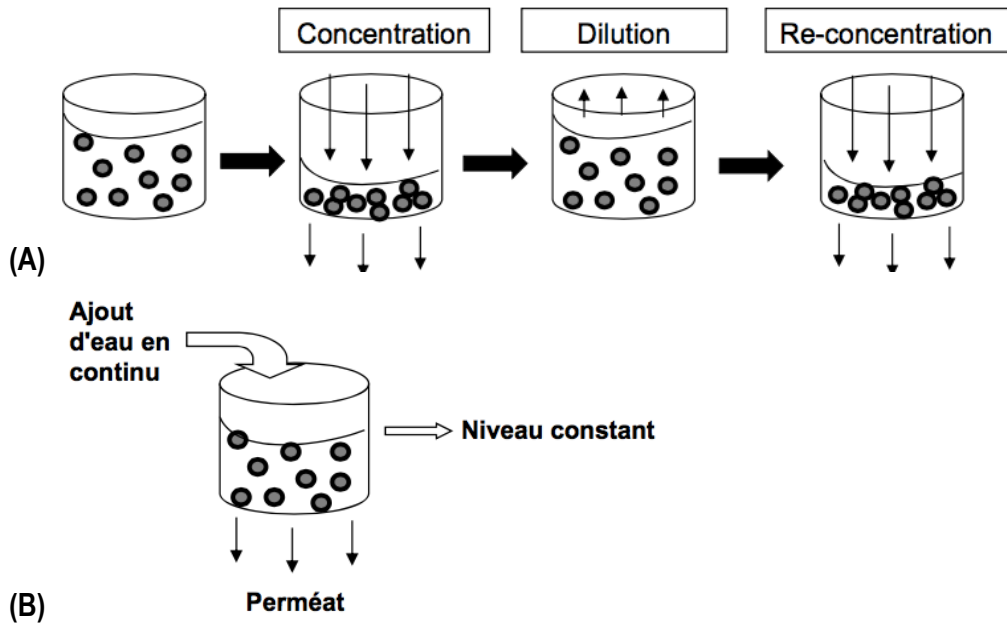


Figure 7. Schématisation des étapes chronologiques d'une DF en discontinu (A) et en continu (B)
(Bazinet and Castaigne, 2011)

2.7 Mesure d'efficacité, indicateurs de performance et aspects économiques des procédés baromembranaires

2.7.1 Performances hydrauliques

Les performances hydrauliques et les performances séparatives (ou sélectivité) constituent les principaux indicateurs de performance des procédés baromembranaires (Jirjis and Luque, 2010). Au niveau des performances hydrauliques, ce sont principalement les flux de perméation qui sont étudiés, puisque ces données sont standardisées en fonction de la surface membranaire utilisée dans un système. Par ailleurs, il importe idéalement de comparer des flux de perméation pour un même type de procédé baromembranaire puisque, par exemple, les PTM peuvent différer grandement entre la MF et l'UF, et les unités de flux de perméation ne sont pas normalisées par unité de pression, ce qui peut biaiser l'interprétation des données générées. Les valeurs de flux de perméation dépendent du type de membrane, de l'application effectuée, de la température et du temps de filtration (Jirjis and Luque, 2010).

2.7.2 Performances de séparation

Au niveau de l'efficacité de séparation, les coefficients de rejet protéiques (σ_i), qui permettent de quantifier la proportion de l'espèce que la membrane retiendra du côté rétentat, s'avèrent pertinents car ils renseignent sur la transmission et la rétention des constituants en fonction des DP membranaires (Bazinet and Castaigne, 2011). Ils se calculent grâce à l'**Équation 3**:

$$\sigma_i = 1 - \frac{C_{iP}}{C_{iR}} \quad (\text{Équation 3})$$

où

σ_i = coefficient de rejet (sans unités)

C_{iP} = proportion de l'espèce i dans le perméat (g/L ou mol/L)

C_{iR} = proportion de cette même espèce dans le rétentat (g/L ou mol/L)

Cet indicateur quantitatif renseigne sur la rétention du constituant par la membrane, qui varie généralement de 0 (le soluté et le solvant passent librement dans la membrane) à 1 (rétention complète du soluté) (Jirjis and Luque, 2010). Lors de la MF du lait, le calcul du pourcentage de retrait des PS dans le lait est également une mesure de l'efficacité du procédé et peut être utilisée pour comparer les performances de différents systèmes de MF (Zulewska et al., 2009).

2.7.3 Consommation énergétique

Outre les coûts d'investissement, les coûts opérationnels représentent une fraction conséquente du coût global des systèmes de filtration (Bhave, 2014). Parmi ces charges opérationnelles, la quantification de la consommation énergétique globale d'un procédé baromembranaire est essentielle et permet de comparer la rentabilité économique d'un procédé par rapport à un autre. De plus, la mesure et le suivi de la consommation énergétique des systèmes permettent de mettre en lumière les opportunités d'économies, en plus de contribuer à une potentielle réduction des émissions de gaz à effet de serre (Prasad et al., 2014). Comparativement aux procédés d'évaporation et aux autres procédés servant à retirer l'eau d'un produit, les procédés de filtration sont économes, avec une consommation énergétique moyenne entre 0,004 et 0,010 kWh pour la

filtration vs 0,12 à 0,15 kWh pour l'évaporation, tout deux exprimé par kg d'eau retirée (Prasad et al., 2014).

Pour un procédé baromembranaire donné, une multitude de facteurs peuvent avoir un impact sur la consommation énergétique globale. Par exemple, un système traitant un fluide visqueux ou un système fortement encrassé nécessitera inévitablement une énergie de pompage supérieure, entraînant des coûts d'exploitation plus élevés (Prasad et al., 2014). Les aspects plus techniques, tels que le type de membrane, le mode opératoire, la configuration du système, la température de filtration, *etc.*, influent également sur la consommation énergétique totale. Au niveau du maintien de la température du fluide, quantifiée par l'énergie thermique requise, les installations de filtration sont généralement munies d'un système de refroidissement simple intégré dans la boucle de recirculation interne pour compenser les élévations de température se produisant pendant le fonctionnement du système dues à la friction (Bylund, 1995). Par ailleurs, en MF, un système de chauffage est également intégré à la boucle puisque la chaleur dégagée par le procédé ne permet pas de maintenir les températures visées (Bylund, 1995).

Tel que décrit dans Tremblay-Marchand (2016), la façon la plus simple de déterminer la consommation énergétique pour un procédé de filtration est à l'aide d'un multimètre relié aux pompes, qui permet de mesurer le voltage des pompes (U) et l'intensité du courant (I). L'**Équation 4** permet de calculer la puissance appliquée ($P_{\text{appliqué}}$) dans un moteur triphasé :

$$P_{\text{appliqué}} = \sqrt{3} \times U \times I \times \eta \quad (\text{Équation 4})$$

où

$P_{\text{appliqué}}$ = puissance exprimée en Watts (W)

U = tension exprimée en volts (V)

I = intensité exprimée en ampères (A)

η = efficacité de la pompe (diffère selon le dimensionnement des systèmes de pompage)

L'Équation 5 est utilisée pour convertir la puissance réelle appliquée en consommation énergétique (E) en fonction du temps d'utilisation (en kWh):

$$E = \frac{P_{\text{appliqué}} \times \text{Time}}{1,000} \quad (\text{Équation 5})$$

où

E = consommation énergétique (kWh)

P_{appliqué} = puissance exprimée (W)

Time = temps de fonctionnement (h)

2.7.4 Encrassement membranaire

Le problème majeur des procédés baromembranaires est la diminution des performances hydrauliques due à l'encrassement des membranes. Ce phénomène est engendré par une précipitation et une accumulation de constituants issus du fluide traité à la surface de la membrane, ce qui réduit l'efficacité de filtration (Lapointe-Vignola, 2002; Fallis, 2013a). L'encrassement comprend l'ensemble des phénomènes menant à une baisse des flux de perméation en cours de procédé, soit l'adsorption, la concentration de polarisation et le colmatage interne des pores (Li and Chen, 2010). L'encrassement englobe trois composantes, soit la concentration de polarisation, qui se veut l'accumulation de molécules à la surface membranaire créant une couche filtrante, le colmatage, qui représente l'obstruction physique des pores, et finalement l'adsorption des constituants, qui correspond aux interactions chimiques entre des molécules du fluide à traiter et la membrane (Méthot-Hains, 2016). La formation potentielle d'un biofilm microbien pourrait également avoir une influence sur l'encrassement. En effet, l'écosystème microbien enchevêtré dans une matrice polysaccharidique génère un biofilm qui pourrait bloquer les pores membranaires (Li and Chen, 2010).

D'une manière générale, on peut observer quatre mécanismes d'encrassement des membranes de filtration, soit le blocage complet des pores, le blocage interne des pores, le blocage partiel des pores et la création d'une couche filtrante, tels que schématisé à la **Figure 9**.

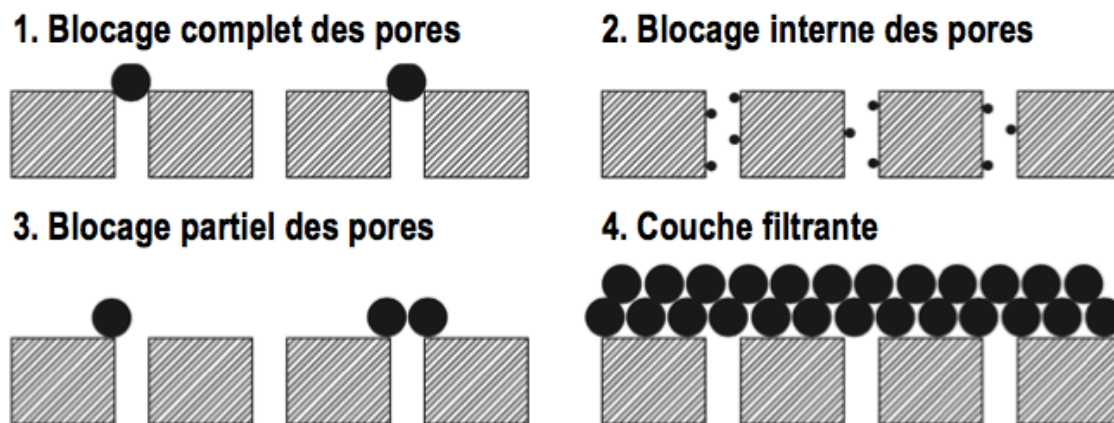


Figure 8. Mécanismes d'encrassement des membranes de filtration (adapté de Cui et al. (2010))

L'impact négatif de l'encrassement membranaire est principalement au niveau économique, puisqu'il génère une diminution de la productivité, une augmentation de la complexité des opérations membranaires et une modification de la qualité des produits traités (Hu et al., 2015). De plus, l'encrassement génère une augmentation des coûts de nettoyage, car une plus grande quantité d'agents nettoyants doit être utilisée et des fréquences de nettoyage plus rapprochées doivent être réalisées afin d'assurer un contrôle adéquat des performances hydrauliques (Cheryan, 1998). Pour minimiser l'impact du colmatage sur les performances membranaires, la stratégie conventionnelle vise à augmenter la surface membranaire des systèmes de filtration, ce qui influe de manière conséquente sur les coûts d'achat (Cheryan, 1998).

Afin de contrôler l'encrassement sur les membranes, il convient d'étudier et d'optimiser plusieurs facteurs. En plus des interactions physicochimiques entre les fluides à traiter et les matériaux membranaires, les paramètres opératoires comme la température, le débit d'alimentation du système, les pressions appliquées et les concentrations des fluides à traiter, jouent un grand rôle sur l'encrassement (Cheryan, 1998). Typiquement, pour maintenir une filtration continue et efficace et pour contrôler l'encrassement, un flux de perméation faible, une vitesse tangentielle élevée du lait dans la membrane et un bas FCV sont recommandés (Hu et al., 2015). L'encrassement affecte de façon plus importante les MPS, car la vitesse tangentielle des fluides traités et la turbulence générée dans ces systèmes sont généralement inférieures aux autres configurations membranaires, d'autant plus que les MPS favorisent l'adsorption des constituants du lait sur leur surface en plus de favoriser

les phénomènes de concentration de polarisation (Zulewska and Barbano, 2013). En fait, l'influence des propriétés de la membrane, telles la composition chimique des matériaux, la structure, la charge à la surface et l'hydrophobicité, jouent un grand rôle sur l'évolution de l'encrassement (Li and Chen, 2010).

L'efficacité de nettoyage est normalement quantifiée à partir de deux concepts distincts, soit la détermination des résistances hydrauliques d'un procédé, basé sur un modèle de résistances en série découlant de la Loi de Darcy, et par l'étude sur la récupération des flux de perméation (Cheryan, 1998; Li and Chen, 2010). Le modèle de résistances en série permet de quantifier le degré d'encrassement en calculant la résistance totale d'un système, selon l'Équation 6 :

$$R_{\text{tot}} = R_m + R_{\text{rév}} + R_{\text{irr}} \quad (\text{Équation 6})$$

où

R_{total} = résistance totale (m^{-1})

R_m = résistance membranaire (m^{-1})

$R_{\text{rév}}$ = résistance réversible (m^{-1})

R_{irr} = résistance irréversible (m^{-1})

La R_m est en fait la résistance liée au matériau membranaire, la $R_{\text{rév}}$ constitue la part du colmatage qui peut être éliminée après rinçage tandis que la R_{irr} est la part du colmatage éliminée après un cycle de nettoyage chimique (Cheryan, 1998). Lorsque les conditions opératoires sont équivalentes entre deux procédés baromembranaires, les valeurs de résistances hydrauliques renseignent sur le type d'encrassement qui domine lors de la filtration. Par exemple, tel que décrit dans Tremblay-Marchand (2016), un ratio $R_{\text{rév}}/R_{\text{total}}$ élevé donne une indication de l'importance de la couche filtrante résultant de la concentration de polarisation sur la baisse du flux de perméation, tandis qu'un ratio $R_{\text{irr}}/R_{\text{total}}$ élevé renseigne sur l'impact du colmatage interne des pores sur la baisse des flux de perméation (Bae and Tak, 2005). Néanmoins, les valeurs de résistances hydrauliques ne devraient pas être exclusivement utilisées comme des indicateurs de performance pour une membrane de filtration spécifique dans des conditions opératoires définies, ou pour comparer la performance

attendue de plusieurs systèmes de membranes différentes, puisqu'elles ne font que renseigner sur l'état d'encrassement et ne considèrent aucun autre facteur que les performances hydrauliques pour renseigner sur l'efficacité (Cheryan, 1998). Elles aident cependant à dresser un portrait plus complet des procédés de filtration en renseignant sur les nettoyages à préférer.

L'étude sur la récupération de flux de perméation à partir des flux à l'eau mesurés (avant le début de l'essai sur la membrane propre, suite à l'essai sur la membrane rincée mais encrassée et à la fin de l'essai suite au cycle de nettoyage) permet d'obtenir des informations pertinentes sur l'efficacité du nettoyage appliqué. Les **Équations 7, 8 et 9** sont des indicateurs d'encrassement et permettent d'obtenir des informations cruciales relativement au nettoyage (Li and Chen, 2010):

$$\text{Flux recovery (\%)} = \frac{J_f \times 100}{J_o} \quad (\text{Équation 7})$$

$$\text{Total flux decline (\%)} = \frac{J_o - J_{\text{encrassé}}}{J_o} \times 100 \quad (\text{Équation 8})$$

$$\text{Degree of fouling (\%)} = \left(1 - \frac{J_{\text{encrassé}}}{J_f}\right) \times 100 \quad (\text{Équation 9})$$

où

J_o = Flux de perméation à l'eau initial avant la filtration (kg/h.m²)

J_f = Flux de perméation à l'eau final après le nettoyage chimique (kg/h.m²)

$J_{\text{encrassé}}$ = Flux de perméation à l'eau après la filtration et le rinçage, mais sans nettoyage (kg/h.m²)

Le «*Flux recovery*» est un indicateur qui renseigne sur l'aptitude d'une membrane à retrouver ses flux de perméation initiaux suite au nettoyage. Le «*Total flux decline*» représente la chute de flux de perméation entre le début et la fin de l'étape de filtration (avant rinçage et lavage). En suivant les mesures de flux à l'eau, il est possible de déterminer quand une membrane a atteint sa fin de vie et qu'un remplacement est envisageable pour continuer de répondre aux besoins de filtration (Fallis, 2013). Normalement, un remplacement de membrane devrait être effectuée lorsque les J_f représentent moins de 60% des flux de perméation de la membrane neuve (Fallis, 2013). Le

«*Degree of fouling*», qui est également un indicateur d'encrassement de la membrane, n'est affecté que par un nettoyage. Un «*Degree of fouling*» de 100% indique que la membrane est complètement encrassée et qu'elle ne laisse rien traverser du côté perméat, tandis qu'une valeur de 0% signifie que tous les constituants aptes à traverser en fonction du DP ou du seuil de coupure se retrouvent du côté perméat et que le flux de perméation à l'eau ne change rien suite au nettoyage chimique (Beckman and Barbano, 2013). L'encrassement membranaire nécessite des principes physiques et des cycles de nettoyage chimiques afin d'être bien contrôlé (Lapointe-Vignola, 2002). Tout d'abord, afin de permettre un bon contrôle de l'encrassement et une récupération des performances hydrauliques appréciables, les cycles de nettoyages chimiques, tels que décrit à la section 2.5.2, sont indispensables. Certaines stratégies peuvent par ailleurs être couplées au cycle de nettoyage afin de réduire l'encrassement, tel le rinçage à contre-courant (communément appelé «*back pulsing*») où le mouvement de l'eau de rinçage permet d'éliminer ou de réduire une partie de la couche filtrante créée à la surface de la membrane. Ce type de rinçage, praticable sur certains système de filtration, est réalisé en inversant l'écoulement du perméat à travers la membrane (Cui et al., 2010). Somme toute, le nettoyage des membranes de filtration demeure un processus complexe et doit être judicieusement adapté pour chaque procédé (Li and Chen, 2010).

2.7.5 Évaluation économique d'un procédé baromembranaire

Finalement, afin de bien quantifier les performances d'un procédé baromembranaire, il est aussi possible d'effectuer des analyses économiques relatives aux opérations. La conception d'un système économique s'obtient par la prise en compte des coûts d'investissement et d'exploitation (Bhave, 2014). En fait, lorsque les performances globales de deux procédés sont comparées, il faut étudier le cycle de vie entier de ces derniers, impliquant l'entretien de l'équipement, le coût des produits chimiques et les coûts de main-d'œuvre, et non seulement sur les coûts initiaux d'investissement (Bhave, 2014). Par ailleurs, peu de données existent actuellement dans la littérature sur la rentabilité de ce type de procédé (Papadatos et al., 2003). Les industriels ont donc souvent recours à la modélisation informatique pour quantifier l'aspect financier de leurs systèmes. Pour effectuer une évaluation économique juste d'un système de filtration, plusieurs éléments doivent être pris en considération, tels le coût de la membrane, sa durée de vie, le nombre d'éléments nécessaires pour atteindre une performance souhaitée, les coûts reliés aux étapes de nettoyage, la consommation d'énergie des pompes, etc. (Jirjis and Luque, 2010). Par ailleurs, les taxes et les profits ne sont

souvent pas pris en compte (Jirjis and Luque, 2010). À partir des données obtenues relativement aux performances d'un système membranaire, des informations techniques reliées à ce système et des différents prix de matières premières, il est possible de simuler les coûts partiels de production d'un procédé de filtration. Par ailleurs, les approximations faites, les hypothèses émises et les limitations considérées doivent être perçues comme des facteurs d'incertitude. Par exemple, il est supposé que la performance souhaitée est atteinte sous des conditions opératoires optimales.

2.8 Applications des membranes pour la pré-concentration du lait de fromagerie

Les membranes sont couramment utilisées dans l'industrie laitière pour générer des ingrédients à valeur ajoutée et pour récupérer des constituants (comme par exemple les bactéries), des produits chimiques ou de l'eau. Un avantage majeur de la technologie de séparation membranaire est que les substances séparées peuvent être récupérées sous une forme chimiquement inchangée (Prasad et al., 2014). La concentration d'un produit par filtration membranaire permet d'augmenter efficacement le potentiel économique de ce dernier (Prasad et al., 2014). La pré-concentration du lait de fromagerie par MF est donc une avenue intéressante puisqu'elle permet de faciliter la commercialisation de concentrés de CN micellaires et de PS natives en prélevant ces dernières avant la fabrication fromagère (Ardisson-Korat and Rizvi, 2004). Papadatos et al. (2003) ont également démontré qu'il était économiquement rentable d'effectuer la MF du lait préalablement à la fabrication du fromage. En fait, les caillés de fromages faits avec à partir de rétentat de MF sont plus fermes que les caillés faits à partir de lait entier et génèrent aussi un lactosérum plus clair, tout en augmentant les rendements fromagers et en diminuant le nombre de cuves de fabrication nécessaires pour en obtenir une même masse de fromage (Singh, 2007; Prasad et al., 2014).

Dans la littérature, des DP de 0,1 et 0,2 μm sont principalement utilisés pour pré-concentrer le lait de fromagerie en MF. Initialement, ce sont les membranes céramiques au concept UTP qui ont été exploitées pour pré-concentrer le lait de fromagerie. Le Berre and Daufin (1996) ont étudié l'efficacité de séparation des CN et des PS à 50°C en utilisant une membrane UTP au DP de 0,1 μm . À un FCV de 2.0X, la transmission des PS dans le perméat a atteint des valeurs entre 70 et 80%, pour une rétention quasi parfaite des CN dans le rétentat. Cependant, pour expliquer la diminution de la transmission des PS à 50°C sous un FCV de 2.0X, l'hypothèse émise par les auteurs fût que la taille des micelles de CN qui obstruaient les pores membranaires diminuait au fil du temps, ce qui

permettrait de générer une couche filtrante plus tenace après une certaine durée de MF. Toujours avec des membranes UTP, Pierre et al. (1992) et Schuck et al. (1994) ont proposé un protocole pour la production de concentrés de CN micellaires purifiés. La méthodologie implique une concentration laitière par MF jusqu'à un FCV de 3.0 à 4.0X, une DF avec 4 diavolumes du rétentat obtenu et une re-concentration du rétentat jusqu'à un FCV de 6.0 à 7.0X (Saboya and Maubois, 2000). Ce type d'ingrédient laitier amène de grands avantages au niveau du rendement fromager et de la vitesse de coagulation (St-Gelais and Savoie, 1993; Caron et al., 1997). Finalement, les membranes UTP ont également été expérimentées par Nelson and Barbano (2005), Zulewska et al. (2009) et Beckman et al. (2010). Nelson and Barbano (2005) ont étudié les performances de séparation d'une membrane UTP au DP de 0,1 μm en concentrant le lait jusqu'à un FCV de 2.0X et 2 DF séquentielles. L'essai de concentration en MF a permis de retirer 56% des PS du lait tandis qu'un retrait total de 95% a été atteint suite aux DF. Zulewska et al. (2009) ont quant à eux comparé l'efficacité de séparation de la membrane UTP avec celle de la MCGP afin de retirer les PS du lait à 50°C. Au niveau des performances hydrauliques, les deux membranes aux DP de 0,1 μm ont généré des flux de perméation constants, bien qu'un plus grand «*Total flux decline*» a été observé pour la MCGP, ce qui impliquait une augmentation de la PTM. Au niveau de la séparation des protéines laitières, la transmission des PS était similaire pour les deux membranes, avec un retrait de près de 60% suite à une concentration jusqu'à un FCV de 3.0X (Zulewska et al., 2009). Tremblay-Marchand et al. (2016) ont également étudié les performances d'une MCGP au DP de 0,1 μm afin de séparer les CN du lait par MF à 50°C. Les auteurs ont démontré que lorsque le FCV est augmenté jusqu'à 3.0X, la rétention des PS dans le rétentat augmente, tout comme la consommation énergétique globale du système de filtration, tandis que davantage de CN sont perdues dans le perméat (Tremblay-Marchand et al., 2016). La réalisation de 2 DF séquentielles suite à une première concentration a permis d'augmenter la transmission des PS dans le perméat, malgré une augmentation de la consommation énergétique. Ces données ont permis de conclure que l'efficacité d'un procédé de MF avec une MCGP n'était pas pour autant améliorée avec l'utilisation d'un FCV élevé et la réalisation de DF (Tremblay-Marchand et al., 2016).

Les systèmes membranaires céramiques préalablement décrits ont permis d'atteindre des performances favorisant la transmission des PS tout en retenant le maximum de CN dans le lait de fromagerie. Cependant, l'arrivée en MF des MPS a permis le développement de procédés de

filtration à des coûts opérationnels beaucoup plus faibles (Mistry and Maubois, 2004; Lawrence et al., 2008). Les conditions opératoires optimales de ces membranes sont moins connues que celles des membranes céramiques, principalement compte tenu de leur géométrie plus complexe (Hu et al., 2015). Lawrence et al. (2008) ont évalué les performances de MPS en utilisant des membranes de PVDF aux DP de 0,3 et 0,5 μm à 10 et 50°C, et à des variant de 50 à 258 kPa. Au niveau des flux de perméation, aucune différence significative ($p < 0,01$) n'a été obtenue en fonction de la PTM ou du DP. La composition protéique finale du perméat n'était pas affectée par la température. Au niveau séparatif, la rétention des CN a augmenté en fonction du temps de filtration, passant de 96% à pratiquement 100% au fur et à mesure que la PTM augmentait, principalement due à la couche protéique filtrante d'encrassement qui se formait à la surface de la MPS (Lawrence et al., 2008). Zulewska and Barbano (2013) ont aussi démontré que l'utilisation d'une MPS au DP de 0,3 μm favorisait l'obstruction des pores membranaires par les CN du lait en raison de leur adsorption au matériau et de leur agglomération sous forme de couche filtrante. Les constituants protéiques laitiers peuvent donc produire un encrassement favorable pour la rétention des protéines laitières, en plus de permettre la génération d'un perméat clair riche en PS (Zulewska et al., 2013). Avec un DP de 0,3 μm et un FCV de 3.0X, Beckman et al (2010) ont démontré que pour augmenter la transmission des PS, deux étapes de DF séquentielles couplées à une concentration sur un système de filtration permettaient d'augmenter la transmission des PS de 68% à plus de 97%. Cependant, ces travaux avec de tels DP pour les MPS et un encrassement membranaire volontaire peuvent grandement affecter les performances à long terme de ces membranes, ce qui n'est pas idéal pour la transformation à l'échelle industrielle. Les DP de 0,1 et 0,2 μm s'avèrent donc plus optimaux pour assurer une rétention adéquate des micelles de CN, puisque la séparation résultante permet une concentration des CN dans le rétentat tout en limitant l'encrassement membranaire, tandis que les PS, le lactose et le calcium soluble traversant la membrane sont récupérés du côté perméat (Saboya and Maubois, 2000). Govindasamy-Lucey et al. (2007) ont utilisé des MPS au DP de 0,2 μm pour générer des rétentats à froid (7°C) utilisés pour la standardisation d'un lait destiné à la production du fromage à pizza. Suite à deux DF séquentielles, plus de 36% des PS ont été retirées du lait initial, ce qui demeure beaucoup plus bas que les pourcentages atteints avec les membranes céramiques. Néanmoins, les auteurs ont soumis l'hypothèse que l'utilisation d'une MPS au DP de 0,1 μm aurait permis une perte encore moins grande de CN, bien qu'avec un DP de 0,2 μm , seulement 0,04 à 0,05% de CN ont été perdues dans le perméat de MF (Govindasamy-Lucey et al., 2007). Les

résultats obtenus à ce jour aux niveau des performances de séparation des MPS permettent de cibler certaines conditions opératoires avantageuses, mais les performances hydrauliques de ce type de membranes au DP de 0,1 et 0,2 μm ne sont pas caractérisées à ce jour. Il convient donc d'approfondir sur la sélection du DP optimal tant au niveau des performances hydrauliques que séparatives, mais également au niveau de leur encrassement et de leur consommation énergétique lors de la MF du lait.

Chapitre 3 : Hypothèse et objectifs

L'utilisation des procédés de séparation par membranes pour la pré-concentration du lait de fromagerie offre des avantages technologiques déjà exploités par l'industrie laitière, principalement en ce qui a trait à l'UF. Par ailleurs, avec l'implantation progressive de la MF, d'autres possibilités technologiques s'ajoutent, notamment celle de générer un concentré de CN et de prélever les PS avant la fabrication fromagère afin d'en créer un ingrédient laitier avec un potentiel économique et fonctionnel d'intérêt pour l'industrie. De plus, des systèmes MF utilisant des MPS sont maintenant disponibles commercialement, ce qui offre un avantage important par rapport aux membranes céramiques, principalement en termes de coûts d'achat et opérationnels. L'impact de la séparation des CN du lait par MF avec de telles membranes sur l'EE en fromagerie n'a jamais été étudié. De plus, aucune donnée comparant les performances globales de MPS et de membranes céramiques n'existe actuellement dans la littérature. Ce contexte a permis d'émettre l'hypothèse de recherche suivante :

«L'utilisation de MPS pour la séparation des CN du lait augmente les performances hydrauliques et permet d'engendrer des conditions opératoires moins énergivores comparativement à l'utilisation des MCGP, tout en impliquant des coûts d'achat et de remplacement plus faibles.»

Afin de valider cette hypothèse et considérant que peu d'informations sont disponibles sur les MPS en termes de performances séparatives et d'éco-efficience, les objectifs suivants ont été définis dans le cadre de ces travaux :

1. Caractériser l'impact de différentes conditions opératoires sur des MPS aux DP de 0,1 et 0,2 μm pour la séparation des CN à des fins de pré-concentration du lait de fromagerie ;
2. Identifier la MPS optimale et les conditions opératoires optimales offrant la meilleure rétention des CN ;
3. Quantifier précisément les performances hydrauliques et séparatives, l'encrassement et la consommation énergétique des MPS aux DP de 0,1 et 0,2 μm ;
4. Comparer les performances globales de MPS avec celles d'une MCGP au DP de 0,1 μm pour concentrer les CN dans le lait de fromagerie (Tremblay-Marchand et al., 2016).

Chapitre 4: *Process efficiency of casein separation from milk using polymeric spiral-wound microfiltration membranes*

4.1 Résumé

La MF est utilisée pour séparer les CN des PS du lait afin de produire un rétentat riche en CN utilisable en fabrication fromagère. L'objectif de ce travail était d'étudier l'impact du DP (0,1 et 0,2 μm) sur la séparation des protéines selon la PTM appliquée pour déterminer les conditions optimales de production du concentré caséique. Ensuite, l'efficacité de séparation des protéines, la consommation énergétique et l'encrassement ont été évalués pour des essais de concentration et de DF. Les résultats obtenus ont démontrés que le DP n'avait pas d'impact sur les flux de perméation, mais qu'une perte en CN survenait pour la MPS 0,2 μm . La comparaison des résultats à une MCGP 0,1 μm a démontré que bien que la rétention des CN soit similaire, la rétention des PS est plus élevée pour la MPS 0,1 μm et sa consommation énergétique plus faible. Une évaluation technico-économique a également permis de conclure que les MPS sont plus profitables.

Process efficiency of casein separation from milk using polymeric spiral-wound microfiltration membranes

D. Mercier-Bouchard*, S. Benoit*, A. Doyen*, M. Britten* †, Y. Pouliot¹

*STELA Dairy Research Center, Institute of Nutrition and Functional Foods (INAF), Department of Food Science, Université Laval, Québec, Canada, G1V 0A6

†Food Research and Development Center (FDRC), Agriculture and Agri-Food Canada, St-Hyacinthe, Canada, J2S 8E3

¹Corresponding author: Yves Pouliot

STELA Dairy Research Center

Pavillon Paul-Comtois

2425 Rue de l'Agriculture, Local 2322C

Université Laval

Québec, QC, Canada

G1V 0A6

Phone number: 418-656-5988

E-mail address: yves.pouliot@fsaa.ulaval.ca

4.2 Interpretive summary

Microfiltration can be used to process skim milk in order to prepare CN concentrates for cheese manufacture. The performance of polymeric spiral-wound (PSW) membrane with pore sizes of 0.1 μm and 0.2 μm were compared. The 0.1- μm pore size membrane demonstrated appropriate CN retention and effective separation between CN and serum proteins (SP). Energy consumption was also characterized. A comparative techno-economic evaluation of the 0.1- μm PSW and 0.1- μm ceramic graded-permeability (CGP) MF membranes for production of CN concentrates is presented. While the purchasing costs of PSW membranes are 10 times lower than CGP membranes, the overall operating costs are not distinctively different.

4.3 Abstract

Microfiltration is largely used to separate CN micelles from milk SP to produce a CN-enriched retentate for cheese making and a permeate enriched in native SP. Skim milk MF is typically performed with ceramic membranes and little information are available concerning the efficiency of PSW membrane. The aim of the present work was to study the impact of PSW membrane pore size (0.1 and 0.2 μm) on milk protein separation in total recirculation mode with a transmembrane pressure (TMP) gradient and to evaluate the separation efficiency of milk proteins and energy consumption after repeated concentration and diafiltration (DF) experiments. Results obtained in total recirculation mode demonstrated that pore size diameter had no impact on the permeate flux but a drastic loss of CN was observed in permeate for the 0.2- μm PSW membrane. Concentration-DF experiments (Concentration Factor (CF) of 3.0X with two sequential DF) were performed with the 0.1- μm PSW membrane that was found to be optimal. These results were compared to our previous data generated with the 0.1- μm CGP membrane. While CN rejection was similar for both membranes, SP rejection was higher for the 0.1- μm PSW membrane (rejection coefficient of 0.75-0.79 for the 0.1- μm PSW membrane vs 0.46-0.49 for the CGP membrane). The 0.1- μm PSW membrane consumed less energy (0.018-0.024 kWh/kg) than the CGP membrane. A techno-economic evaluation led to the conclusion that the 0.1- μm PSW membranes may represent a better option to concentrate CN for cheese milk, however the CGP membrane has greater permeability, and its higher lifetime (10 years) makes it potentially interesting.

Key words: microfiltration, polymeric spiral-wound membrane, skim milk, process efficiency, energy consumption, technology, membrane fouling.

4.4 Introduction

Pre-concentration of milk before cheesemaking has been extensively performed by ultrafiltration (UF) (Pouliot 2008) but it can now be achieved by MF. With a process involving a pore size diameter around 0.1 μm , CN, with an average size between 0.13 and 0.16 μm , are rejected while SP, lactose and soluble calcium can be recovered on the permeate side (Saboya & Maubois 2000; Fox & McSweeney 2003). Pre-concentration of milk by MF offers many benefits: CN-enriched retentates retain their functionality and nutritive properties and permeates with native SP do not contain any residual coagulant, starter culture, lactic acid, or color from cheesemaking process, which allows SP to have superior functional advantages than in whey (Karasu et al. 2010; Nelson & Barbano 2005; Britten & Pouliot 1996).

Two types of membranes are commonly used for MF processes: tubular ceramic membranes and PSW membranes (Hu et al. 2015). Tubular ceramic membranes is a popular choice of membrane material for MF applications due to its high thermal resistance, its narrow pore size distribution and its high hydraulic performances (Fernández García & Rodríguez 2015; Zulewska et al. 2009). Over the years, some alternatives have been developed to prevent fouling of membranes, which is the main challenge in MF (Guerra et al. 1998). Fouling of MF membranes has first been solved by the emergence of the hydraulic concept of the uniform transmembrane pressure (UTP) membrane, and then, with CGP membranes, which is based on a variation of the porosity in the structure (Saboya & Maubois 2000; Garcera & Toujas 2002). More recently, 0.1- μm CGP membranes have shown to be efficient in separating CN from skim milk (Hurt et al. 2015). Although several studies were aiming at characterizing the separative performances of MF membranes, very few studies have focused at process efficiency and quantification of energy consumption in MF. The study done by Tremblay-Marchand et al. (2016) showed that when CF was increased to 3.0X for a 0.1- μm CGP membrane, energy consumption and total CN loss increased, whereas SP removal rate decreased. Diafiltration allowed an increase in total SP removal but resulted in a substantial increase in energy consumption and CN losses (Tremblay-Marchand et al. 2016).

The recent introduction of PSW MF membranes dragged some attention. Zulewska & Barbano (2013) have studied the separation performance of 0.3- μm PSW membrane, but it resulted in important fouling of the membrane elements by CN micelles, while SP, way much smaller, has

contributed for a minor amount of membrane pore constriction. With this pore size diameter, the cake layer accumulating at membrane surface dominates the separation, rather than the membrane itself (Steinhauer et al. 2015; Hu et al. 2015). In comparison with CGP and UTP membranes, the 0.3- μm PSW membrane showed the lowest SP removal rate with a value of 39%, while CGP and UTP membranes could remove up to 61% and 64% respectively (Zulewska & Barbano 2013). Lawrence et al. (2008) also evaluated the performance of PSW membranes for CN and SP separation in milk, using 0.3- μm and 0.5- μm pore diameter. The CN rejection increased with the TMP, from 96% to almost 100%, while the SP transmission decreased from 22% to 1%, as the TMP increased from 50 to 258 kPa (Lawrence, Kentish, a. J. O'Connor, et al. 2008). After one sequential DF, about 50% of the total SP was removed to the permeate side. Beckman et al. (2010) also evaluated the milk proteins separation performances using a 0.3- μm PSW membrane at 50°C with a TMP of 100 kPa to a CF of 3.0X and succeed to remove 70% of SP after two sequential DF. Zulewska & Barbano (2014) have evaluated the impact of DF on the efficiency of SP removal during MF of skim milk with ceramic membranes. After reaching a CF of 3.0X and 2 sequential DF, an additional 22% and 7% of the SP was removed after every DF, respectively, giving a total SP removal of 97% (Zulewska & Barbano 2014). Govindasamy-Lucey et al. (2007) has shown that PSW membranes with a pore size of 0.2 μm could produce retentates with an increased CN on true proteins (TP) ratio and a reduced SP content. It can be hypothesized that with a smaller pore size diameter (0.1 or 0.2 μm), process efficiency of CN and SP separation in milk is improved compared to ceramic membranes, especially since these membranes offer important advantages in terms of cost, compared to ceramic membranes (Hu et al. 2015; Beckman & Barbano 2013).

The objective of this work was to characterize, optimize and evaluate the performances of a 0.1 and 0.2- μm PVDF PSW membranes by MF at 50°C in terms of gain in yield and process efficiency for the separation of CN from milk, compared to the CGP membrane performances. The conclusions for each type of MF membranes will prove to be tools to guide industrial decisions based on the needs, values and constraints of dairy processors (Papadatos et al. 2003).

4.5 Materials and methods

4.5.1 Raw material

Pasteurized skim milk was purchased from a local dairy supplier (Natre^lTM, Québec, Canada) and stored at 4°C until MF experiments. For total recirculation experiments performed with PSW membranes of 0.1 and 0.2 µm pore diameter, two batches of skim milk, each divided into three equal parts, were microfiltered. For single-stage concentration-DF modes with 0.1-µm PSW membrane, one batch of skim milk was divided into three equal parts (about 280 liters (L) for each part). Total recirculation and concentration-DF experiments were carry out in triplicate.

4.5.2 MF system

The MF system (model 393, Tetra Pak Filtration SystemsTM, Champlin, MN) was the same as described by Tremblay-Marchand et al. (2016). Briefly, it was equipped with two feed-pumps (model LKHP-10, Alfa Laval and modelr H-25, Wanner Engineering Inc., Minneapolis, MN, respectively) and one recirculation pump (model LKHP-10, Alfa Laval). Flow rates were measured with electromagnetic flow meters (model SM2001, IFM Electronic, Malvern, PA). Pressure sensor (model PF265x, IFM Electronic) indicated the inlet (R_{p_i}) and outlet (R_{p_o}) retentate pressures as well as permeate pressure at the outlet (P_{p_o}). The system is composed of 3 stages with 3 filtration loops but only one stage was used in this work with PSW MF membranes installed in series in the loop. Indeed, 0.1 or 0.2-µm pore diameter PSW MF membranes (model 3838, Synder FiltrationTM, Vacaville, CA) were mounted horizontally with respective surface areas of 13.38 m² and 7.06 m². PSW membranes had feed spacers of 0.79 mm (31 mils), diameter of 9.65 cm (3.8 inches) and a length of 96.52 cm (38 inches), and can generate a cross-flow velocity of about 1.12 m/s for the treated fluid.

4.5.2 Operational modes

4.5.2.1 Total recirculation mode

In total recirculation mode, MF system was operated in closed loop since retentate and permeate were both recycled into the feed tank. Experiments were carried out with the 0.1 and 0.2-µm PSW membranes at three different TMP (89.6, 106.9 and 124.1 kPa) to determine the optimal operational conditions (ie TMP) for concentration mode. Prior to processing, PSW MF membranes were rinsed

and cleaned and a pure water permeate flux was measured with tap water at 50°C as described in Tremblay-Marchand et al. (2016). Afterwards, the membranes were conditioned, also according to the protocol detailed in Tremblay-Marchand et al. (2016). Before total recirculation mode, skim milk was heated at 50°C for 60 min to reach protein and mineral balance (Jimenez-Lopez et al. 2008). Thereafter, skim milk was transferred into the MF system and a flush of 100 kg of skim milk was done as described by Tremblay-Marchand et al. (2016) to evacuate the residual water from the system. Following the removal of all milk and rinse water, an amount of skim milk is added to the feed tank, considering the dead volume, to obtain a final volume of 115 L. Skim milk was recirculated during 30 minutes (min) to stabilize flow-rates and pressures and each TMP level was maintained for 45 min. Permeate flux was measured in triplicate every 15 min for each TMP and samples of retentate and permeate were collected at the end of the 45 min period for each TMP and stored at 4°C until analysis. At the end of experiment, the MF system was drained and cleaned as described by Tremblay-Marchand et al. (2016). A fouled membrane water flux with tap water at 50°C was then measured. After every experiment, the same cleaning procedure as the one described by Tremblay-Marchand et al. (2016) was performed, a cleaned membrane water flux was measured to confirm that membrane performances were recovered. This water flux had to represent a difference of less than 10% with the initial water flux to demonstrate efficient cleaning.

4.5.2.1 Concentration/DF of skim milk

For concentration/DF experiments, the rinsing, cleaning, conditioning, flush and filling steps were the same as described in the total recirculation experiments except that 260 L of milk were used. Single-stage concentration and DF were both performed at 50°C at TMP of 124.1 kPa with the 0.1- μm PSW membrane (optimal TMP and membrane pore size diameter determined after total recirculation experiments). Skim milk was concentrated to a CF of 3.0X, followed by two sequential DF of 2 diavolumes and re-concentration to a CF of 3.0X, as described by Tremblay-Marchand et al. (2016). Initial skim milk as well as retentates and permeates samples during concentration (CF of 1.5, 2.0, 2.5, and 3.0X) and DF (DF#1 and 2) experiments were collected and stored at 4°C until analysis. Finally, the MF system was drained and cleaned as described in Tremblay-Marchand et al. (2016).

4.5.3 Membrane Fouling Characterization

The resistance-in-series model was applied to evaluate membrane fouling at the end of concentration/DF experiments. Membrane resistance (R_m) as well as reversible (R_{rev}), irreversible (R_{irr}) and total resistance (R_{tot}) were determined according equations given by Bae & Tak (2005). R_m is the membrane hydraulic resistance. R_{rev} represents fouling induced by concentration polarization phenomenon which can be removed by a rinsing step. R_{irr} is related to protein adsorption on membrane surface and pore blocking which can be eliminated after cleaning-in-place protocol (Bae & Tak 2005; Ben Hassan et al. 2013).

4.5.4 Chemical Analysis

4.5.4.1 Protein profile

The protein profiles of permeates collected during total recirculation experiments with the 0.1 and 0.2- μm PSW membranes were determined by sodium dodecyl sulfate polyacrylamide gel electrophoresis (SDS-PAGE) analysis. Analysis were performed using Bio Rad mini-protean TGX precast gels (Bio-Rad Laboratories, Richmond, CA) containing 12.5% polyacrylamide. Permeates samples were diluted and solubilized in deionized water to obtain a protein content ranged between 2.5 and 3.0 mg. Ten μL of this solution was diluted with one-third volume of buffer (20 μL) that contained 0.5M Tris-HCl (pH 6.8) (12.5% v/v), 10% SDS (20% v/v), 20% glycerol (25% v/v), 0.5% bromophenol blue tracking dye (2% v/v), β -mercaptoethanol (5% v/v) and deionized water (35.5% v/v). Samples were heated to 100°C in a water bath for 5 min and loaded into the gel. Then, the gels were runned, stained, and destained according to the procedure in the instructions manual for the Mini-PROTEAN® Tetra Cell kit (Bio-Rad Laboratories, Richmond, CA), adapted with Hames (1990) and Garfin (1990) studies. Precision Plus Protein™ Dual Color (Bio-Rad Laboratories, Richmond, CA) standards was used to identify the bands obtained. The gels were scanned with the USB GS 800 Densitometer using Quantity One 1-D Analysis Software (Bio-Rad Laboratories Inc., Hercules, CA) to obtain relative protein proportions within each sample.

4.5.4.2 Composition of milk, permeate and retentate samples

Nitrogen content (total nitrogen (TN), non-casein nitrogen (NCN), and non-protein nitrogen (NPN)) in samples was determined by Kjeldahl method (AOAC 2000 ; methods 991.20, 998.05, and 991.21). Total protein content was calculated by multiplying the TN by 6.38 factor. True protein was determined as (TN-NPN) x 6.38, CN as (TN-NCN) x 6.38 and SP as (NCN-NPN) x 6.38. SP removal (%) from skim milk was determined by dividing SP (kg) in composite permeate by SP (kg) in skim milk and multiplying by 100.0%, using the Kjeldahl nitrogen analyses above and recorded processing data. Total solids in samples were measured using the forced-air oven drying method (AOAC 2000 ; method 990.20). Rejection coefficient of CN and SP were measured from CN and SP contents (%) in the retentates and in the permeate as described in Tremblay-Marchand et al. (2016). The SP removal was determined by dividing the mass of SP (kg) in the permeate after every experiment by the mass of SP (kg) in the initial skim milk.

4.5.5 Energy consumption

Energy consumption was determined according to Tremblay-Marchand et al. (2016), with the recording of current voltage (U) and intensity (I) data in real time. Energy consumption, expressed as kWh/kg of permeate collected, was obtained by calculating power requirement (P) during MF experiments. Equation 1 was used to calculate the real power consumption (P) of the 3-phase motors:

$$P = \sqrt{3} \times U \times I \times \eta, [1]$$

where P is the real power consumption (W), U is the current voltage (V), I is the intensity (A) and η is the power factor and is assumed to be 0.65, as reported in Tremblay-Marchand et al. (2016), according to the system manufacturer. Equation 2 was applied to convert real power consumption to energy consumption:

$$\text{Energy consumption} = \frac{P \times \text{Time}}{1,000}, [2]$$

where P is the real power consumption (W) and time represents the operating time of the pumps (h). Then, from the permeate fluxes values, the time required to remove 1 kg of permeate with membrane surface area present in the system have been calculated, subsequently converting the real power consumption into energy quantity units per amount of permeate collected (kWh/kg of permeate collected). The energy consumption was also expressed per quantity of retentate generated, the amount of retentate produced was first obtained by calculating the retentate mass at a given CF according to the volume of initial milk and the density of the retentate at the MF temperature. For thermal energy considerations, it was assumed that the MF system had ideal thermal insulation, therefore, only the quantification of the mechanical energy has been taken into account.

4.5.6 Statistical analysis

Significant differences were analyzed by ANOVA and polynomial contrasts with 10.0 JMP© (SAS InstituteTM, Cary, NC, USA). Significant differences were studied by means comparisons with the Tukey test ($p < 0.05$).

4.6 Results

4.6.1 Comparative performance of 0.1- μm and 0.2- μm PSW MF membranes

Figure 1 reports the change in permeate flux (kg/h.m^2) as function of TMP (kPa) for the 0.1 and 0.2- μm PSW membranes during MF of pasteurized skim milk in total recirculation mode at 50°C . For the two membrane pore sizes studied, mean permeate flux increased similarly ($p > 0.05$) with increasing TMP (from 30.43 to 41.60 kg/h.m^2 for the 0.1- μm PSW membrane and from 36.55 to 45.31 kg/h.m^2 for the 0.2- μm PSW membrane). For each TMP level, there was no significant difference ($p > 0.05$) in permeate flux values between the two membranes. However, water flux characterization (data not shown) for the 0.2- μm PSW membrane showed higher mean fluxes (201.66 to 292.93 kg/h.m^2) compared to the 0.1- μm PSW membrane (161.47 and 195.04 kg/h.m^2) over a similar TMP range. Since no limiting permeate flux was observed, the highest TMP value, ie 124.1 kPa, was chosen for concentration and DF experiments.

Table 1 reports the changes in composition of skim milk and MF permeates and retentates produced in full recycle mode at different TMP during MF at 50°C with PSW membranes. Our results show that rejection of CN and SP was similar ($p>0.05$), whatever the PSW membranes used and TMP applied. The CN rejection coefficient was slightly higher for the 0.1- μm PSW membrane compared the 0.2- μm PSW membrane (0.99 vs 0.87-0.93). However, these CN rejection differences were not significant ($p>0.05$) between the two PSW membranes, except at the highest TMP level (124 kPa). In terms of the content of the SP fractions, the rejection coefficient showed a slight increase for the 0.1 and 0.2- μm pore diameter (rejection coefficient of 0.72 to 0.78 and 0.56 to 0.61, respectively), but there was no significant difference ($p>0.05$), except at a TMP of 124 kPa, where SP retention is significantly lower ($p<0.05$) for the 0.2- μm PSW membrane. Furthermore, the SP rejection coefficient was higher for the 0.1- μm PSW membrane compared to the 0.2- μm PSW membrane, which resulted in a higher removal rate of SP fraction for the 0.2- μm PSW membrane ($p<0.05$) with a maximum of 0.09 kg/h.m², in comparison with 0.06 kg/h.m² for the 0.1- μm PSW membrane.

As shown in Figure 2, and whatever the TMP level, permeates from the 0.2- μm PSW membrane revealed a stronger turbidity and more intense bands of CN were observed on SDS-PAGE gels compared to the permeates from the 0.1- μm PSW membrane. Considering the loss of CN observed with the 0.2- μm PSW membrane, the 0.1- μm PSW membrane was chosen for the remaining of the study.

4.6.2 Performance of 0.1- μm PSW membrane during concentration and DF of skim milk

Figure 3 shows permeate flux changes as a function of permeate volume collected. It was observed that total flux decline after cleaning of the system reached 62.0% after initial concentration to a CF of 3.0X and two sequential DF. Both DF sequences allowed increasing initial flux (48.51 and 54.18 kg/m².h for DF #1 and DF#2, respectively) observed for the first concentration step (36.99 kg/m².h), while flux decline after each step was similar (38,15% for initial concentration, 34.18% for the first DF and 34.39% for the second one). As shown in Figure 3, during concentration of skim milk by MF at 50°C, the largest flux decline for the occurred during the second DF.

Permeates and retentates compositions during the concentration and sequential DF of skim milk are reported in Table 2. CN rejection was similar ($p>0.05$) and ranged from 0.99 to 1.00 whatever the CF

and DF stage indicating a total retention of CN in MF retentates. No significant differences ($p>0.05$) were observed in SP rejection as CF was increased from 2.0X to 3.0X (0.75 vs 0.79 respectively), and during DF steps (0.80 to 0.92). These changes also impact directly on the SP removal rate which decreased ($p<0.05$) from 0.06 to 0.02 kg/h.m² until the end of CF 3.0X and DF #2.

The data reported in Table 3 enable a comparison the overall performance characteristics of the 0.1- μ m PSW membrane with that of a 0.1- μ m CGP membrane already published by (Tremblay-Marchand et al., 2016). The average permeate fluxes were significantly higher ($p<0.05$) for the 0.1- μ m CGP membrane compared to the 0.1- μ m PSW membrane (approximately 3.5 times superior), whatever the stage (concentration, DF#1 or DF#2). Similar CN rejection coefficients (0.99) but higher SP rejection (0.79 vs 0.49) were obtained for the 0.1- μ m PSW membrane in comparison with the CGP membrane. Thus, a significantly higher SP removal rate ($p<0.05$) was obtained for the CGP membrane (0.09 vs 0.02 kg/h.m²).

Energy consumption of the 0.1- μ m PSW membrane was 5 times lower on average. For the 0.1- μ m PSW membrane, energy consumption was highest at CF of 3.0X (0.024 kWh/kg of permeate collected) and was significantly higher ($p<0.05$) than the other conditions, but decreased to lowest value (0.015 kWh/kg of permeate collected) upon DF #2. The characterization of hydraulic resistance of the 0.1- μ m PSW membrane revealed that the R_{irr} resulting from membrane fouling accounted for 26% of the R_{tot} ($0.81 \times 10^{13} \text{ m}^{-1}$ vs $3.15 \times 10^{13} \text{ m}^{-1}$) of the system upon MF/DF of skim milk. However, no significant differences ($p>0.05$) persist between R_m , R_{rev} , and R_{irr} . The irreversible fouling (R_{irr}) was significantly higher ($p<0.05$) for the PSW membrane than CGP membrane ($0.81\text{E}+13$ vs $0.11\text{E}+13 \text{ m}^{-1}$), as well as R_{rev} ($1.87\text{E}+13$ vs $0.18\text{E}+13 \text{ m}^{-1}$). Globally, R_{tot} was about 5 times higher ($p<0.05$) for CGP membrane than for PSW membrane.

4.7 Discussion

4.7.1 Effect of PSW membrane pore size

Despite different water permeability characteristics, the two PSW membrane pore sizes (0.1 μ m vs 0.2 μ m) had no impact ($p>0.05$) on permeate fluxes. The relationship between TMP and permeate flux in total recirculation mode was consistent with previous work of Tremblay-Marchand et al. (2016)

and the permeate fluxes remained constant even after continuous filtration of 3 hours. These results may therefore suggest that for PSW membranes, hydraulic performance could have been increased further.

Selecting a 0.1- μm pore size seems easily justifiable on the basis of the results obtained in this study with experiments in total recirculation mode. Results obtained for the retention of the CN with the 0.2- μm PSW membrane demonstrated that an increase in TMP decreases the retention of these proteins in the retentate. According to Govindasamy-Lucey et al. (2007), PSW MF membranes with a pore size of 0.2 μm can be used to produce CN-enriched retentate to standardize milk for manufacture of pizza cheese, however, it appears from the present findings that 0.1- μm pore size PSW membrane is more appropriate to separate CN from milk. Our observations on SP rejection, data are consistent with Zulewska et al. (2009) who also found that the rejection of SP is also higher ($p < 0.05$) for the PSW membrane than for the ceramic membrane, where 61.04% of SP is removed for the CGP membrane and 38.62% for the PSW membrane. Beckman et al. (2010) compared ceramic and PSW MF membranes with different pore size diameters. In this study, a 0.3- μm PVDF PSW membrane has been used and the authors found that fouling material (cake layer) controlled the passage of SP through the membrane since only a total SP reduction of 70.3% was achieved after a single-stage concentration to a CF of 3.0X and two sequential DF. No such fouling was observed in our study with 0.1 μm and 0.2- μm PSW membrane pore sizes.

4.7.2 Compared performances of the 0.1- μm PSW membrane and 0.1- μm CGP membrane during skim milk concentration and DF

The difference in permeate flux between the two membranes can be related to the membrane structure, the porosity, the type of material and the effective thickness (Hu et al., 2015). Zulewska et al. (2009) demonstrated that, for MF concentration tests at 50°C with different membranes, large differences existed. Also, the higher permeate flux values found for the 0.1- μm CGP membrane compared to the 0.1- μm PSW membrane can be attributed to reduced proteins concentration at the membrane surface, resulting from the high cross-flow velocities of milk in the membrane (ie 5.0 to 7.0 m/s for CGP membranes vs 1.0 to 1.2 m/s for PSW membranes) (Saboya & Maubois 2000; Lawrence et al. 2008). In fact, as described in Fallis (2013), low TMP and high cross-flow velocity reduce the risk of gel layer formation. However, the concentration and DF tests were carried out at a

higher TMP for the CGP membrane (151.7 kPa vs 124.1 kPa for the PSW membrane), which stipulates that it is the cross-flow velocity that has the greatest impact on the fouling and the higher permeate fluxes.

As for CN rejection coefficients, on the other hand, with a similar pore diameter of 0.1 μm , the CGP and PSW MF membranes had a similar behavior ($p > 0.05$) with almost perfect retention. The higher SP rejection observed with the 0.1- μm PSW membrane ($p < 0.05$) may result from but most importantly from the lower retentate flow velocity in PSW elements which favors membrane fouling.

The results of our study demonstrate rather that the PSW membrane has higher resistances ($p < 0.05$) for all categories of resistances calculated, that can be explained by a different impact of rinsing and cleaning on these MF membranes. The higher R_{irr} of PVDF PSW membrane compared to the CGP membrane can be related to the fact that PVDF membrane material can rapidly be fouled by adsorbed hydrophobic proteins on contact of milk with the membrane (Tong et al., 1988; Bowen and Gan, 1991). For ceramic membranes, their hydrophilic nature results in lower proteins adsorption to the membrane (Baruah et al., 2006). However, some key operating conditions can reduce the risk of gel layer formation: low TMP, high cross-flow velocity and low CF (Fallis 2013). With a higher cross-flow velocity (6.0-7.0 vs 1.12 m/s) than the 0.1- μm PSW membrane, relatively similar TMP and the same CF to be achieved, ceramic membranes has conditions which promote lower overall fouling. Consequently, stronger post-cleaning operations could be needed for the 0.1- μm PSW membrane. As mentioned before, TMP could have been higher for the 0.1- μm PSW membrane to improve permeate fluxes. However, the choice of a higher TMP for this membrane could also increase the rate of fouling and allow the critical flux to be reached (Hu et al., 2015).

4.7.3 Techno-economic assessment of MF membranes

Although several performance indicators have been compared from the results obtained in this study, there is great interest in the economics of using ceramic and polymeric membranes, since there are important differences in terms of capital investment and operation cost.

According to a comparative economic analysis of a ceramic CGP and of PSW membrane systems for CN and SP separation done by Hu et al. (2015), capital investment is about 27.0% higher, the membrane replacement cost is about 35.0% higher, and energy consumption is also higher.

However, the ceramic system would have a much lower cleaning cost due to the smaller membrane area, which agree with our results of irreversible resistances, that gives information on the fouling removed only by cleaning, for the CGP membrane compared to the PSW membrane (Hu et al., 2015).

The comparative performance data reported in Table 3 can also be used as basis to perform a techno-economic assessment of the two membranes (PSW and CGP). Table 4 reports the results of a comparative performance and cost analysis of 0.1- μm PSW and CGP membranes used for the production of 1,000 kg of casein per day (20h) by MF/DF of skim milk. A CN flux ($\text{kg}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$) was calculated from permeation flux and compositional values of the retentates. Casein flux values were in turn used to determine the membrane area (m^2) required for the process. According to the performance data, PSW system requires 3.7 times greater membrane area (133 m^2 vs 36 m^2) than the CGP system. However, the CGP system requires 5.4 times more pumping energy than the PSW system.

The economic evaluation of investment and operating costs of the two membrane systems reveals that, despite the distinctively higher purchase cost of CGP membranes ($2,000\$/\text{m}^2$ vs $200\$/\text{m}^2$) and their higher energy requirements, the CGP system leads to an overall CN concentrate production cost 20% higher compared to the PSW system. The greater membrane area required for the PSW systems translate into more important cleaning and replacement costs that offsets the higher energy costs of the CGP membrane. The longer lifetime of CGP membranes (10 years vs 2.5 year) also translate into lower yearly depreciation costs. Although these calculations are based on a number of assumptions that would warrant a more rigorous validation, they suggest that a longer-term use of CGP membranes may prove to be more efficient than PSW membranes.

However, a potentially interesting feature of the PSW membrane is their high SP retention. When used to pre-concentrate cheese milk, this MF membrane would potentially achieve high protein rejection while requiring less energy consumption than the conventional 10 kDa UF membrane used to prepare concentrates for cheesemaking. There is a need to compare the potential of 0.1- μm PSW membranes with 10 kDa UF membranes in terms of process efficiency for the production of liquid pre-cheeses.

4.8 Conclusions

Our study indicates that the 0.1- μm pore size diameter of PSW membranes is more suitable than the 0.2- μm for CN rejection. The relationship between the separation performance and the respective energy consumption of each membrane made it possible to observe that the 0.1- μm CCGP membrane would be more efficient overall. In another vein, the combination of high permeate fluxes and high SP rejection of the 0.1- μm PSW membrane suggest that it may have some potential for use in the pre-concentration of milk in cheesemaking and could replace the use of UF to increase total proteins concentration for cheese milk.

4.9 Acknowledgments

This research was funded by Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (NSERC) and Novalait Inc. The authors would like to thank Diane Gagnon, Mélanie Martineau, Pascal Lavoie and Léonie Régimbal from the Department of Food Science at Laval University for their technical assistance during the experiments and analysis.

4.10 References

- AOAC International. 2000. Official Methods of Analysis. 17th ed. AOAC International, Gaithersburg, MD, USA.
- Bacchin, P., Aimar, P. and R. Field. 2006. Critical and sustainable fluxes: Theory, experiments and applications. *J. Membr. Sci.* 281:42–69. <http://dx.doi.org/10.1016/j.memsci.2006.04.014>.
- Bae, T.H. & Tak, T.M. 2005. Interpretation of fouling characteristics of ultrafiltration membranes during the filtration of membrane bioreactor mixed liquor. *J. Memb. Sci.* 264:151–160. <http://dx.doi.org/10.1016/j.memsci.2005.04.037>.
- Baruah, G.L., Nayak, A. and G. Belfort. 2006. Scale-up from laboratory microfiltration to a ceramic pilot plant: Design and performance. *J. Memb. Sci.* 274, pp.56–63. <http://dx.doi.org/10.1016/j.memsci.2005.07.046>.
- Bazinet, L and F. Castaigne. Concepts de génie alimentaire: Procédés associés et applications à la conservation des aliments. TEC & DOC. Paris: Lavoisier; 2011. 1-576 p.
- Beckman, S.L., Zulewska J., Newbold, M. and D.M. Barbano. 2010. Production efficiency of micellar casein concentrate using polymeric spiral-wound microfiltration membranes. *J. Dairy Sci.* 93(10), pp.4506–4517. <http://dx.doi.org/10.3168/jds.2010-3261>.
- Beckman, S.L. and D.M. Barbano. 2013. Effect of microfiltration concentration factor on serum protein removal from skim milk using spiral-wound polymeric membranes. *J. Dairy Sci.* 93(10):4506–17. <http://dx.doi.org/10.3168/jds.2013-6655>.
- Bowen, W.R. and Q. Gan. 1991. Properties of microfiltration membranes: Adsorption of bovine serum albumin at polyvinylidene fluoride membranes. *J. Colloid Interf. Sci.* 144(1):254-262. [http://dx.doi.org/10.1016/0021-9797\(91\)90256-8](http://dx.doi.org/10.1016/0021-9797(91)90256-8).
- Britten, M. and Y. Pouliot. 1996. Characterization of whey protein isolate obtained from milk microfiltration permeate. *Lait.* 76 (1996) 255-265. <http://dx.doi.org/10.1051/lait:1996321>.
- Cheryan, M. 1998. Ultrafiltration and Microfiltration Handbook. CRC Press, Lancaster, PA.
- Fallis, A., 2013. Cross Flow Filtration Method Handbook. *J. Chem. Inf. Model.* 53(9):1689–1699. <http://dx.doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004>.
- Farooque, A.M., Jamaluddin, A.T.M., Al-Reweli, A.R., Jalaluddin, P.A.M., Al-Marwani, S.M., Al-Mobayed, A.A. and A.H. Qasim. 2008. Parametric analyses of energy consumption and losses in SWCC SWRO plants utilizing energy recovery devices. *Desalination.* 219:137–159. <http://dx.doi.org/10.1016/j.desal.2007.06.004>.

- Fernandez Garcia, L. and A.R. Rodriguez. 2015. Microfiltration of milk with third generation ceramic membranes. *Chem. Eng. Commun.* 202:1455–1462. <http://dx.doi.org/10.1080/00986445.2014.950731>.
- Fox, P.F. and P.L.H. McSweeney. 2003. *Advanced Dairy Chemistry. Dairy Chemistry and Biochemistry*. 2nd rev. ed. Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York.
- Garcera, D. and E. Toujas. 2002. Graded permeability macroporous support for crossflow filtration. *Société des Céramiques Techniques*, USPat. No. 6,375,014B1.
- Garfin, D.E. 1990. One-dimensional gel electrophoresis. Pages 425-441 in *Guide to protein purification*. Academic Press Inc., San Diego.
- Govindasamy-Lucey S., Jaeggi J.J., Johnson M.E., Wang T. and J.A. Lucey. 2007. Use of cold microfiltration retentates produced with polymeric membranes for standardization of milks for manufacture of pizza cheese. *J. Dairy Sci.* 90(10):4552-68. <http://dx.doi.org/10.3168/jds.2007-0128>.
- Guerra, A., Jonsson, G., Rasmussen, A., Waagner Nielsen E. and D. Edelsten. 1997. Low cross-flow velocity microfiltration of skim milk for removal of bacterial spores. *Int. Dairy J.* 7(98), pp.849–861. [http://dx.doi.org/10.1016/S0958-6946\(98\)00009-0](http://dx.doi.org/10.1016/S0958-6946(98)00009-0).
- Hames, B.D. 1990. One-dimensional polyacrylamide gel electrophoresis. Pages 1-147 in *Gel electrophoresis of proteins, a practical approach*. B.D. Hames and D. Rickwood Edition, ed. Oxford University Press, New-York.
- Hassan, I.B., Ennouri, M., Lafforgue, C., Schmitz, P. and A. Ayadi. 2013. Experimental study of membrane fouling during crossflow microfiltration of yeast and bacteria suspensions: Towards an analysis at the microscopic level. *Membranes*, 3(2), pp.44–68. <http://dx.doi.org/10.3390/membranes3020044>.
- Hu, K., Dickson, J.M. and S.E. Kentish. 2015. *Membrane Processing for Dairy Ingredient Separation*. IFT Press. Wiley-Blackwell, Hoboken, NJ.
- Hurt, E.E., Adams, M.C. and D.M. Barbano. 2015. Microfiltration of skim milk and modified skim milk using a 0.1- μm ceramic uniform transmembrane pressure system at temperatures of 50, 55, 60, and 65°C. *J. Dairy Sci.* 98(2):765-80. <http://dx.doi.org/10.3168/jds.2014-8775>.
- Jimenez-Lopez, A.J.E., N. Leconte, O. Dehainault, C. Geneste, L. Fromont, and G. Gésan-Guiziou. 2008. Role of milk constituents on critical conditions and deposit structure in skim milk microfiltration (0.1 μm). *Separ. Purif. Tech.* 61:33–43.

- <http://dx.doi.org/10.1016/j.seppur.2007.09.023>.
- Jirjis, B.F. and S. Luque. 2010 Practical aspects of membrane system design in food and bioprocessing applications. In *Membrane Technology* (DOI: 10.1016/B978-1-85617-632-3.00009-4), Elsevier, pp 179-212.
- Karasu, K., Glennon, N., Lawrence, N.D., Stevens, G.W., O'Connor, A.J., Barber, A.R., Yoshikawa, S. and S.E. Kentish. 2010. A comparison between ceramic and polymeric membrane systems for casein concentrate manufacture. *Int. J. Dairy Technol.* 63: 284–289.
<http://dx.doi.org/10.1111/j.1471-0307.2010.00582.x>.
- Lawrence, N.D., Kentish, S.E., O'Connor, A.J., Barber, A.R. and G.W. Stevens. 2008. Microfiltration of skim milk using polymeric membranes for casein concentrate manufacture. *Sep. Purif. Technol.* 60(3):237-244. <http://dx.doi.org/10.1016/j.seppur.2007.08.016>.
- Méthot-Hains, S., Benoit, S., Bouchard, C., Doyen, A., Bazinet, L. and Y. Pouliot. 2016. Effect of transmembrane pressure control on energy efficiency during skim milk concentration by ultrafiltration at 10 and 50°C. *J. Dairy Sci.* 99(11):8655-8664. <http://dx.doi.org/10.3168/jds.2016-11504>.
- Nelson, B.K. and D.M. Barbano. 2005. A Microfiltration Process to Maximize Removal of Serum Proteins from Skim Milk Before Cheese Making. *J. Dairy Sci.* 88(5):1891-900.
[http://dx.doi.org/10.3168/jds.S0022-0302\(05\)72865-4](http://dx.doi.org/10.3168/jds.S0022-0302(05)72865-4).
- Papadatos, A., M. Neocleous, A.M. Berger, and D.M. Barbano. 2003. Economic Feasibility Evaluation of Microfiltration of Milk Prior to Cheesemaking. *J. Dairy Sci.* 86:1564–1577.
[http://dx.doi.org/10.3168/jds.S0022-0302\(03\)73742-4](http://dx.doi.org/10.3168/jds.S0022-0302(03)73742-4).
- Pouliot, Y. 2008. Membrane processes in dairy technology-From a simple idea to worldwide panacea. *Int. Dairy J.* 18(7):735-740. <http://dx.doi.org/10.1016/j.idairyj.2008.03.005>.
- Saboya, L. V. and J-L. Maubois. 2000. Current Developments of Microfiltration Technology in the Dairy Industry. *Lait.* 80:541–553. <http://dx.doi.org/10.1051/lait:2000144>.
- Singh, M. 2007. Analyzing the effect of cross flow velocity, uniform trans membrane pressure and pH on permeate flux, retentate composition and energy consumption during cross flow microfiltration of skim milk. MS Thesis. Cornell Univ., Ithaca.
- Steinhauera, T., Marx, M., Bogendörfer, K. and U. Kulozik. 2015. Membrane fouling during ultra- and microfiltration of whey and whey proteins at different environmental conditions: The role of aggregated whey proteins as fouling initiators. *J. Memb. Sci.* 489:20–27.

<http://dx.doi.org/10.1016/j.memsci.2015.04.002>.

- Tong, P.S., Barbano, D.M. and M.A. Rudan. 1988. Characterization of proteinaceous membrane foulants and flux decline during the early stages of whole milk ultrafiltration. *J. Dairy Sci.* 71(3):604–612. [http://dx.doi.org/10.3168/jds.S0022-0302\(88\)79597-1](http://dx.doi.org/10.3168/jds.S0022-0302(88)79597-1).
- Tremblay-Marchand, D., Doyen, A., Britten, M. and Y. Pouliot. 2016. A process efficiency assessment of serum protein removal from milk using ceramic graded permeability microfiltration membrane. *J. Dairy Sci.* <http://dx.doi.org/10.3168/jds.2016-10914>.
- Zulewska, J. and D.M. Barbano. 2013. Influence of casein on flux and passage of serum proteins during microfiltration using polymeric spiral-wound membranes at 50°C. *J. Dairy Sci.* 96(4):2048–60. <http://dx.doi.org/10.3168/jds.2012-6032>.
- Zulewska, J. and D.M. Barbano. 2014. The effect of linear velocity and flux on performance of ceramic graded permeability membranes when processing skim milk at 50°C. *J. Dairy Sci.* 97:2619–2632. <http://dx.doi.org/10.3168/jds.2013-7635>.
- Zulewska, J., Newbold, M. and D.M. Barbano. 2009. Efficiency of serum protein removal from skim milk with ceramic and polymeric membranes at 50 degrees C. *J. Dairy Sci.* 92:1361–1377. <http://dx.doi.org/10.3168/jds.2008-1757>.

4.11 Tables

Table 1. Mean composition¹ (% by weight) of skim milk and MF permeate and retentate produced at different TMP during a MF at 50°C²

Membrane	TMP (kPa)	Sample	TN (%)	NCN (%)	NPN (%)	TP (%)	CN (%)	SP (%)	CN%TP	CN rejection coefficient	SP rejection coefficient	Solids (%)	SP
													removal rate (kg/h.m ²)
0.1-µm PSW	90	Skim milk	3.36	0.66	0.14	3.23	2.71	0.52	83.86	-	-	8.79	-
		Retentate	4.13 ^{ab}	0.73 ^{ab}	0.13 ^b	4.00 ^{ab}	3.41 ^{ab}	0.60 ^{ab}	85.06 ^a	0.99 ^a	0.72 ^{ab}	9.64 ^{ab}	0.05 ^d
		Permeate	0.36 ^b	0.32 ^b	0.15 ^{ab}	0.21 ^b	0.04 ^b	0.17 ^c	21.01 ^c			5.70 ^{abc}	
	107	Retentate	4.46 ^a	0.72 ^{ab}	0.13 ^b	4.34 ^a	3.74 ^a	0.59 ^{ab}	86.28 ^a	0.99 ^a	0.72 ^{ab}	9.83 ^a	0.06 ^c
		Permeate	0.38 ^{ab}	0.32 ^b	0.15 ^{ab}	0.22 ^b	0.06 ^b	0.17 ^c	26.29 ^{bc}			5.67 ^{abc}	
		124	Retentate	4.50 ^a	0.77 ^a	0.12 ^b	4.37 ^a	3.73 ^a	0.64 ^a	85.26 ^a	0.99 ^a	0.78 ^a	10.12 ^a
	124	Permeate	0.33 ^b	0.29 ^b	0.15 ^{ab}	0.19 ^b	0.04 ^b	0.14 ^c	23.36 ^{bc}			5.62 ^{abc}	
0.2-µm PSW	90	Skim milk	3.19	0.59	0.14	3.05	2.60	0.45	85.28	-	-	8.43	-
		Retentate	3.50 ^{bc}	0.65 ^{ab}	0.13 ^b	3.37 ^{bc}	2.86 ^{bc}	0.51 ^{ab}	84.74 ^a	0.93 ^{ab}	0.56 ^b	8.93 ^c	0.08 ^b
		Permeate	0.58 ^{ab}	0.38 ^b	0.15 ^{ab}	0.43 ^{ab}	0.20 ^{ab}	0.23 ^{abc}	47.50 ^{abc}			5.65 ^{abc}	
	107	Retentate	3.63 ^{bc}	0.67 ^{ab}	0.13 ^b	3.50 ^{bc}	2.95 ^{bc}	0.54 ^{ab}	84.44 ^a	0.90 ^{ab}	0.61 ^{ab}	8.91 ^c	0.09 ^a
		Permeate	0.64 ^{ab}	0.35 ^b	0.14 ^{ab}	0.50 ^{ab}	0.29 ^{ab}	0.21 ^{bc}	57.67 ^{ab}			5.59 ^{bc}	
		124	Retentate	3.72 ^{bc}	0.62 ^b	0.13 ^b	3.59 ^{bc}	3.10 ^{bc}	0.49 ^b	86.33 ^a	0.87 ^b	0.59 ^b	9.25 ^{bc}
	124	Permeate	0.73 ^a	0.34 ^b	0.14 ^b	0.59 ^a	0.39 ^a	0.20 ^c	66.12 ^a			5.53 ^c	

^{a-d}Values in the same column without a common superscript are significantly different (Tukey, $p < 0.05$). Permeates are compared with permeates and retentates are compared with retentates ;

¹ Based on triplicate experiments ;

² TN = total nitrogen \times 6.38; NCN = noncasein nitrogen \times 6.38; NPN = nonprotein nitrogen \times 6.38; TP = true protein (TN – NPN); CN = caseins (TN – NCN); SP = serum proteins (TP – CN); CN%TP = caseins as percentage of true protein.

Table 2. Mean composition¹ (% by weight) of skim milk and MF permeate and retentate produced at different CF and at different stages of DF during a MF at 50°C²

Membrane	Condition	Sample	TN (%)	NCN (%)	NPN (%)	TP (%)	CN (%)	SP (%)	CN%TP	CN rejection coefficient	SP rejection coefficient	Solids (%)	SP removal rate (kg/h.m ²)
0.1-µm PSW	-	Skim milk	3.28	0.64	0.15	3.13	2.63	0.49	84.18	-	-	8.77	-
	CF 2.0X	Retentate	6.61 ^{ab}	0.94 ^a	0.14 ^a	6.47 ^{ab}	5.67 ^a	0.80 ^a	87.63 ^a	0.99 ^a	0.75 ^c	12.46 ^b	0.06 ^a
		Permeate	0.41 ^a	0.36 ^a	0.16 ^a	0.25 ^a	0.05 ^a	0.20 ^a	17.99 ^a				
	CF 3.0X	Retentate	7.17 ^{ab}	0.91 ^a	0.09 ^a	7.08 ^{ab}	6.26 ^a	0.82 ^a	88.53 ^a	0.99 ^a	0.79 ^{bc}	14.97 ^a	0.04 ^b
		Permeate	0.31 ^a	0.26 ^{ab}	0.09 ^a	0.22 ^a	0.05 ^a	0.17 ^a	19.95 ^a				
	After DF #1	Retentate	6.31 ^b	0.66 ^a	0.08 ^a	6.23 ^b	5.65 ^a	0.58 ^a	90.65 ^a	1.00 ^a	0.87 ^{ab}	9.38 ^c	0.03 ^{bc}
		(CF 2.0X) Permeate	0.15 ^a	0.13 ^b	0.06 ^a	0.09 ^a	0.02 ^a	0.08 ^a	21.66 ^a				
	After DF #1	Retentate	9.08 ^a	1.12 ^a	0.13 ^a	8.94 ^a	7.96 ^a	0.99 ^a	88.92 ^a	0.99 ^a	0.80 ^{bc}	11.48 ^b	0.06 ^a
		(CF 3.0X) Permeate	0.40 ^a	0.35 ^{ab}	0.14 ^a	0.26 ^a	0.06 ^a	0.20 ^a	21.64 ^a				
	After DF #2	Retentate	7.85 ^{ab}	0.84 ^a	0.08 ^a	7.77 ^{ab}	7.01 ^a	0.76 ^a	90.29 ^a	0.99 ^a	0.86 ^{ab}	7.76 ^d	0.05 ^{ab}
		(CF 2.0X) Permeate	0.21 ^a	0.18 ^{ab}	0.07 ^a	0.14 ^a	0.04 ^a	0.10 ^a	29.31 ^a				
	After DF #2	Retentate	8.49 ^{ab}	1.04 ^a	0.14 ^a	8.34 ^{ab}	7.45 ^a	0.90 ^a	89.22 ^a	1.00 ^a	0.92 ^a	9.88 ^c	0.02 ^c
		(CF 3.0X) Permeate	0.15 ^a	0.13 ^b	0.06 ^a	0.09 ^a	0.02 ^a	0.07 ^a	22.96 ^a				

^{a-c}Values in the same column without a common superscript are significantly different (Tukey, $p < 0.05$). Permeates are compared with permeates and retentates are compared with retentates ;

¹ Based on triplicate experiments ;

² TN = total nitrogen × 6.38; NCN = noncasein nitrogen × 6.38; NPN = nonprotein nitrogen × 6.38; TP = true protein (TN – NPN); CN = caseins (TN – NCN); SP = serum proteins (TP – CN); CN%TP = caseins as percentage of true protein.

Table 3. Comparison¹ of the overall performance of 0.1- μ m PSW membrane with a 0.1- μ m CGP membrane during a MF at 50°C including a concentration (CF of 3.0X) and two sequential DF²

		Membrane	
		0.1- μ m PSW	0.1- μ m CGP
	At CF 3.0X ($kg/h.m^2$)	22.88 ^b	90.01 ^a
Permeation flux	After DF #1 - CF 3.0X ($kg/h.m^2$)	31.93 ^b	115.42 ^a
	After DF #2 - CF 3.0X ($kg/h.m^2$)	35.55 ^b	139.30 ^a
	Flux decline (from CF 1.0 to 3.0X) (%)	38.15 ^a	39.47 ^a
Separation performances	CN rejection coefficient (CF 3.0X)	0.99 ^a	0.99 ^a
	SP rejection coefficient (CF 3.0X)	0.79 ^a	0.49 ^b
	CN%TP in retentate (After DF #2 – CF 3.0X) (%)	89.22 ^a	91.57 ^a
	SP removal rate (After DF #2 – CF 3.0X) ($kg/h.m^2$)	0.02 ^b	0.09 ^a
Energy efficiency	Energy consumption (CF 3.0X) (kWh/kg)	0.024 ^b	0.143 ^a
	Energy consumption (After DF #2 – CF 3.0X) (kWh/kg)	0.015 ^b	0.077 ^a
Hydraulic resistances	R_m (m^{-1})	0.47E+13 ^b	0.31E+13 ^b
	R_{irr} (m^{-1})	0.81E+13 ^b	0.11E+13 ^a
	R_{rev} (m^{-1})	1.87E+13 ^a	0.18E+13 ^b
	R_{tot} (m^{-1})	3.15E+13 ^b	0.60E+13 ^a

^{a-b} Values without a common superscript are significantly different (Tukey, $p < 0.05$). Data comparisons were made between the two membranes ;

¹Based on triplicate experiments for 0.1- μ m PSW membrane and on duplicate experiments for 0.1- μ m CGP membrane. TMP was 124.1 kPa for the PSW membrane and 151.7 kPa for the CGP membrane.

²Data on 0.1- μ m CGP membrane were taken from Tremblay-Marchand et al. (2016)

Table 4. Comparative key performance characteristics and costs (capital investments + operating costs) to produce 1000 kg of CN concentrates per day (20h) by MF/DF using a 0.1- μm pore size PSW and CGP membranes

	0.1- μm PSW	0.1- μm CGP
Key performance characteristics		
- CN recovery (% of initial)	96.7	96.2
- CN purity (ratio CN/TP x 100)	89.22	91.57
- Quantity of milk required (kg) ^a	40,390	40,600
- CN flux (kg.h ⁻¹ .m ⁻²)	0.363	1.38
- Membrane area required (m ²)	133.8	36.0
- Energy requirements (Wh.kg ⁻¹ CN)	1486	8050
Membrane systems costs (\$)		
- Installation capital investment ^b	220	178
- Membrane depreciation ^c	84	83
- Energy ^d	149	805
- Cleaning ^e	535	144
- Maintenance ^f	11	9
Total costs:	999	1,219

- Based on a casein content of 25.6 g.L⁻¹ ;
- Comparative capital investment costs of 5,000\$/m² for PSW membranes and 15,000\$/m² for CGP membranes. Depreciation 10% per year applied ;
- Purchase cost and lifetime of membranes are 200\$/m² – 1.5 year for PSW and 2000\$/m² – 10 years for CGP ;
- Energy costs established as per Hydro-Québec rate of 0.10\$/kWh ;
- Cleaning costs estimates are 4\$/m²; data taken from Hu et al (2015) ;
- Maintenance estimated at 5% of capital investment (Jirjis & Luke, 2010).

4.12 Figures

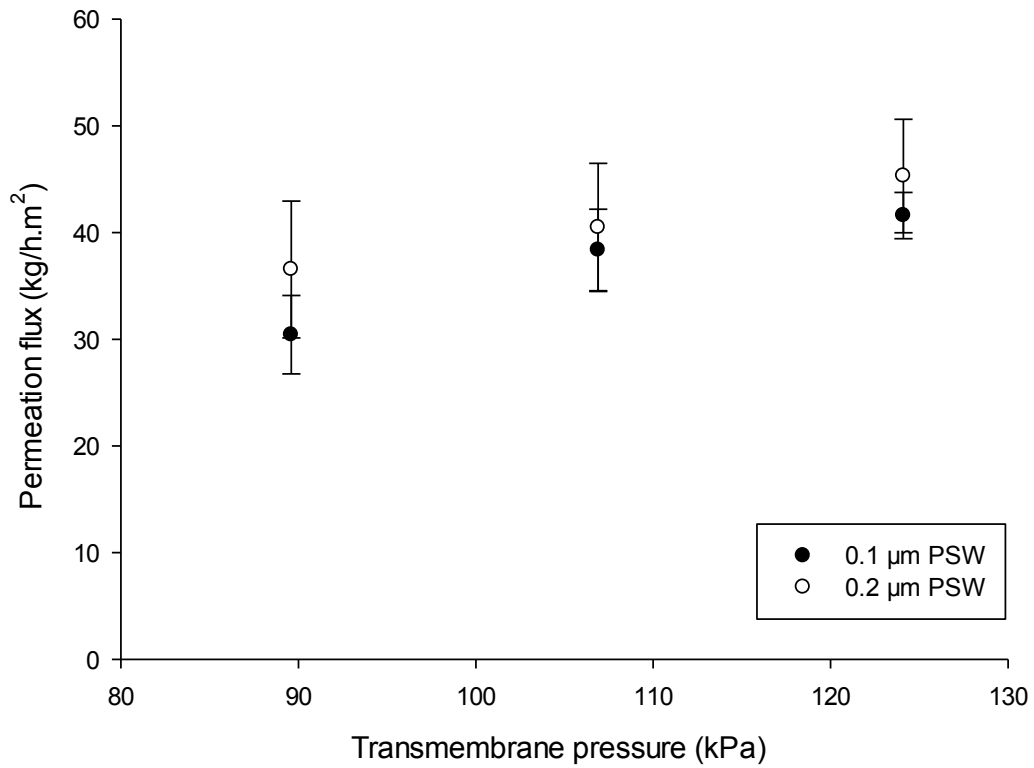


Figure 1. Permeate fluxes at different TMP during MF of pasteurized skim milk (T=50°C) with 0.1 µm and 0.2- µm PSW membrane

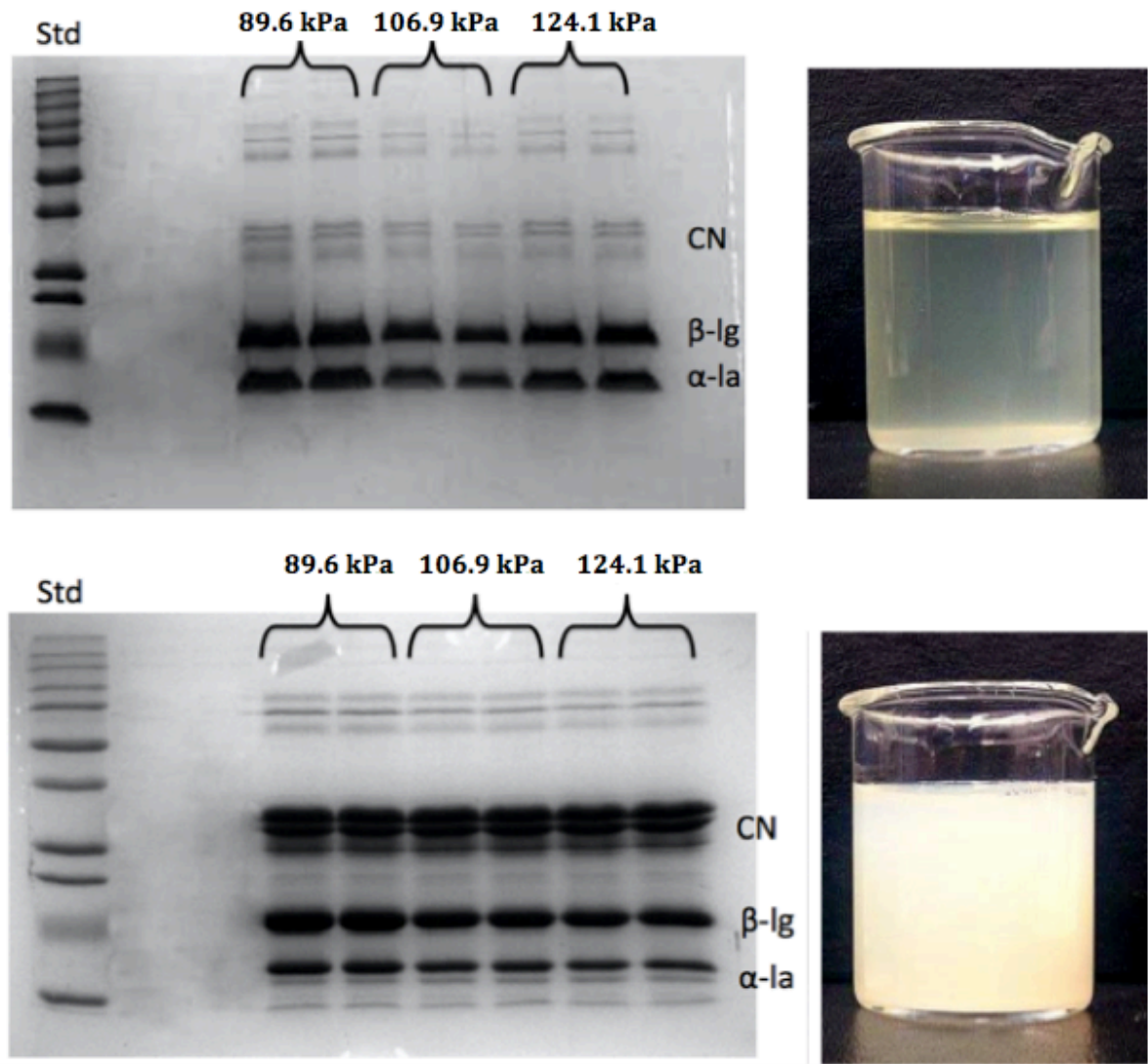


Figure 2. SDS-PAGE permeates gels and appearance of permeates from 0.1-µm (top) and 0.2-µm (bottom) PSW membranes

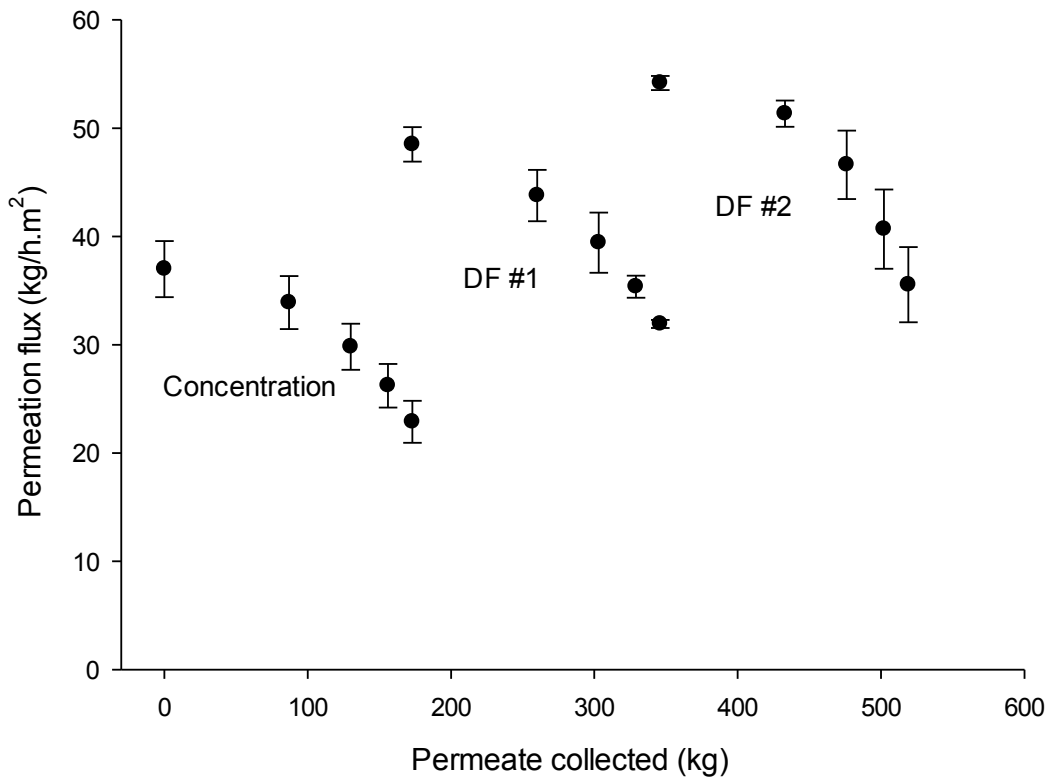


Figure 3. Permeate fluxes as a function of the amount of permeate collected by MF of pasteurized skim milk ($T=50^{\circ}\text{C}$) with $0.1\text{-}\mu\text{m}$ PSW membrane after an initial concentration (CF of 3X) and two subsequent DF and re-concentration to a CF of 3.0X

Chapitre 5 : Discussion générale

5.1 Retour sur l'hypothèse de recherche et les objectifs

L'hypothèse émise au début du projet, qui stipulait que les MPS de MF offraient des performances hydrauliques supérieures aux MCGP tout en nécessitant une plus faible consommation énergétique et en impliquant des coûts moindres, s'est avérée partiellement vraie selon les résultats obtenus dans le cadre du projet. Au niveau des performances hydrauliques, la comparaison des flux de perméation obtenus durant les essais a permis de conclure que la MPS était moins performante que la MCGP sous les conditions opératoires étudiées. Puis, à partir du calcul de la consommation énergétique réalisé lors des essais de concentration et de DF, il a été démontré que la MCGP est plus énergivore sous les conditions opératoires étudiées dans le présent travail. Pour la caractérisation de l'encrassement, le modèle de résistances en série a démontré que la MPS générerait des valeurs de résistances plus élevées dans les conditions étudiées, signifiant qu'un nettoyage plus drastique doit être requis suite aux filtrations, ce qui affecte inévitablement les coûts opérationnels, mais avec un facteur d'impact beaucoup moins grand que les coûts d'achat. Concernant les coûts globaux, la littérature et les informations des fournisseurs de membranes de MF ont confirmé via une analyse technico-économique un prix 10 fois plus élevé pour les éléments céramiques comparativement aux MPS.

Les objectifs initialement définis ont permis de dresser un portrait intéressant d'un point de vue de l'efficacité du processus de filtration. Le premier objectif visait à optimiser les paramètres de MF avec des MPS et de caractériser l'impact des conditions opératoires pour la séparation des CN à des fins de pré-concentration du lait de fromagerie. Au niveau des conditions opératoires étudiées, la PTM (qui a été identifiée comme optimale à 124,1 kPa pour la MPS 0,1 μm lors des essais en mode recirculation totale) et le FCV ont été étudiés car il s'agit de facteurs ayant un impact crucial sur l'efficacité de la séparation lors de la filtration. Cependant, plus de conditions opératoires (telles que la réalisation des essais à différentes températures, la variation de la vitesse tangentielle du lait dans les éléments membranaires ou la réalisation des essais de MF en mode multi-étapes, soit avec 2 ou 3 boucles) auraient pu être étudiées avec le système de filtration exploité, tout en caractérisant l'impact de chaque facteur sur l'efficacité de séparation des différents procédés.

Le deuxième objectif qui visait à déterminer la MPS au DP le plus avantageux et les conditions opératoires optimales permettant la meilleure rétention des CN a été réalisé sans embûches. Les faibles valeurs de CR pour les CN tout comme l'intensité des bandes de CN obtenues suite à l'analyse des perméats par SDS-PAGE pour la MPS au DP de 0,2 μm ont aisément pu confirmer la sélection de la MPS au DP 0,1 μm comme membrane idéale pour concentrer les CN dans le rétentat.

En ce qui concerne le troisième objectif, la caractérisation des performances a été réalisée avec une précision très acceptable, puisque la majorité des données provenaient du système d'acquisition de données à partir des capteurs du système. Ces quantifications constituent des mesures puissantes de calculs d'efficacité en filtration membranaire puisqu'elles permettent de générer des résultats comparables sur une même base et permettent de cibler efficacement les pistes d'améliorations potentielles. Bien que les limites de séparation n'aient pas été déterminées de manière ultime puisque le FCV maximal étudié était de 3.0X et que seulement 2 DF discontinues ont été effectuées, les données obtenues constituent les premières pierres d'un travail très complexe et permettent déjà aux industriels d'orienter leurs investigations relativement aux procédés exploités. Pour approfondir le tout, l'étude d'un ratio de séparation protéique supérieur et d'une concentration finale du rétentat supérieure en CN pourraient être fait, générant des conditions opératoires plus extrêmes et permettant ainsi de valider leurs impacts sur l'EE. De ce fait, l'éco-bilan produit serait plus global dans le cas de la réalisation d'un ACV. Cependant, les variables sélectionnées dans le cadre de ce projet sont pertinentes puisqu'elles découlent de la littérature en MF du lait. De plus, les résultats obtenus dans les conditions étudiées (un seul *stage* et deux membranes en série dans la boucle de filtration) démontrent qu'un FCV de 2.0X génère un taux maximum de CN dans le rétentat suite à une DF, insinuant ainsi que des conditions plus poussées sous ces conditions n'apporteraient pas nécessairement davantage en termes d'efficacité de séparation. Il est aussi dit que d'amener la concentration à des FCV trop élevés n'amène pas d'amélioration significative en termes économiques (Papadatos et al., 2003).

Finalement, le dernier objectif, qui visait à comparer les performances globales de MPS avec celles d'une MCGP au DP de 0,1 μm , a été effectué avec une concentration atteignant le même FCV et le même nombre de DF séquentielles. Cependant, une petite différence existait au niveau du choix de la PTM pour les deux membranes de MF. En effet, la réalisation des essais à une PTM supérieure pour la MCGP (151,7 kPa versus 124,1 kPa pour la MPS) peut expliquer partiellement les

performances hydrauliques supérieures de cette membrane, considérant que la relation entre ces deux variables est très étroite et proportionnelle, jusqu'à l'atteinte du flux de perméation limite. Le choix des PTM pour les deux membranes est par ailleurs adéquat puisqu'il correspond à une valeur de pression qui n'atteint pas ce flux limite. Puis, la vitesse tangentielle estimée dans les deux éléments membranaires est largement différente (~6 m/s pour la MPS et ~1 m/s pour la MCGP), ce qui génère un impact considérable sur l'encrassement. Suite à la quantification des performances opérationnelles lors de la pré-concentration du lait de fromagerie, un aspect important, soit sa rentabilité, n'avait pas été considéré relativement à l'efficacité d'un procédé de filtration. De ce fait, et afin de bonifier les avantages technologiques des MPS de MF, un exercice de comparaison économique a été effectué afin de quantifier les coûts reliés à la fabrication d'un concentré de CN sous les conditions opératoires exploitées dans cette étude et dans l'étude de Tremblay-Marchand et al. (2016). Cet exercice a permis de constater que bien que les MPS soient moins dispendieuses à l'achat et au niveau énergétique que les MCGP, la rentabilité de ces dernières se justifie aisément de par leur longue durée de vie et par leur meilleure qualité de séparation.

5.2 Retour sur la méthodologie préconisée

Comme dans le cadre de toute expérience scientifique, par contrainte de temps et de ressources, des choix méthodologiques ont été posés afin de répondre aux objectifs fixés. Il est cependant important de comprendre que les résultats générés par ce projet de recherche sont obtenus dans un contexte académique, et que l'application des connaissances à l'échelle industrielle comporte certaines limitations.

Au niveau de la validité et de la précision des résultats, trois répétitions de chaque essai de MF ont été effectuées sous des conditions opératoires similaires, permettant d'avoir une large gamme de données augmentant ainsi la robustesse des résultats générés et la qualité des interprétations. Pour ce qui est des analyses statistiques effectuées, le test de Tukey a été choisi, puisqu'il est rapide à exécuter, simple et assez sévère.

En ce qui a trait aux opérations de filtration proprement dites, les conditions opératoires ont été stratégiquement sélectionnées en fonction de la littérature et des recommandations des fournisseurs d'équipements. Autant pour les essais en recirculation totale qu'en mode concentration discontinu,

les travaux de Nelson and Barbano (2005), Lawrence et al. (2008), Beckman et al. (2010), Beckman and Barbano (2013) et Zulewska and Barbano (2013) ont servi de modèle à plusieurs égards, principalement pour ce qui est des conditions opératoires et des analyses physicochimiques. Plusieurs pistes d'améliorations auraient par contre pu être suivies. Tout d'abord, les conditions opératoires recommandées par les fabricants de membranes (pH, température, pressions et chloration) ont été également respectées pour tous les essais, assurant une bonne efficacité et répétabilité des étapes de filtration. Puis, pour ce qui est des paramètres de pression, il est difficile de maintenir des écarts exactement identiques entre les valeurs de R_{p_i} et de R_{p_o} pour l'atteinte des différents paliers de PTM («*pressure drop*» non-constant entre les paliers). En effet, un «*pressure drop*» constant permet de conserver une valeur fixe de vitesse tangentielle du fluide dans la membrane durant la durée de filtration, influençant ainsi le niveau d'encrassement de façon plus constante dans le temps.

Pour ce qui est de la constance des conditions entre les différentes expériences, les essais en mode recirculation totale pour les MPS aux DP de 0,1 et 0,2 μm n'ont pas été réalisés avec le même nombre d'éléments en série dans la boucle utilisée, ce qui a pu générer une perte de charge et ainsi fausser les paramètres de pression. Plus précisément, les essais réalisés avec la MPS 0,1 μm ont été cependant effectués adéquatement, puisque 2 membranes en série ont été installées dans la boucle de filtration (surface membranaire de chaque élément de 6,69 m^2 , pour un total de 13,38 m^2), tandis que pour la MPS 0,2 μm , seulement une membrane a été installée dans la boucle (surface membranaire de chaque élément de 7,06 m^2 , qui représente aussi le total). Les résultats demeurent néanmoins valides, puisque pour les performances hydrauliques, les valeurs de flux de perméation sont normalisées par unité de surface, et pour les performances de séparation, c'est le DP qui influence majoritairement la séparation des constituants et l'encrassement (Fallis, 2013). L'impact de perte de charge aurait été plus significatif si la comparaison des flux à l'eau avait été l'objectif du projet.

Un autre point pertinent à améliorer concerne la quantification de l'encrassement lors des essais de concentration. Bien que la méthode de résistance en série donne un aperçu assez précis du colmatage dans le système et qu'elle permette de comparer l'efficacité de filtration de différentes membranes au sein d'un même système, les données mesurées dans le cadre de ce projet furent

probablement biaisées pour la simple raison que les données de flux de perméation finales furent mesurés suite aux DF séquentielles et non après seulement la concentration initiale à un FCV de 3.0X. Logiquement, l'ajout d'eau dans le lait modifie les caractéristiques de la couche d'encrassement et dilue les constituants du lait, ce qui vient altérer la contribution unique des constituants du lait au niveau des phénomènes de blocage des pores membranaires. Par ailleurs, puisque la série de traitements était similaire pour les procédés réalisés (concentration et DF), la comparaison des résistances hydrauliques calculées est fiable et d'intérêt.

D'autre part, tel que mentionné dans Tremblay-Marchand (2016), la conception du système de filtration faisait en sorte que la prise de certaines données manquait de précision, principalement dû à la position de plusieurs capteurs qui n'était pas optimale. De plus, pour les débitmètres, ces derniers avaient un seuil de détection faible puisqu'ils étaient conçus pour de plus grands débits, ce qui diminuait de beaucoup la précision des valeurs affichées lorsque de faibles débits de lait sont observés comme dans le cas du système utilisé.

Pour ce qui est du lait utilisé pour la MF, les traitements d'écémage et de pasteurisation ont préalablement été réalisés par le fournisseur, ce qui assure une constance quant à l'efficacité de ces procédés en amont relativement à la qualité et à la composition du lait. De plus, les lots de lait employés étaient du lait de mélange, ce qui assure une composition protéique similaire. Par ailleurs, rien n'assure une homogénéité optimale des échantillons, spécialement pour ce qui est des échantillons de lait qui sont prélevés au niveau du bassin d'alimentation, puisque ce dernier ne possède pas d'agitateur. Lors des essais de MF, des temps d'équilibre ont été appliqués entre les différents paliers et étapes de MF afin de laisser au système le temps d'ajuster les différents paramètres de pression programmés. Les échantillons de perméat et rétentat ont été prélevés à la fin des paliers de PTM pour le mode en recirculation totale ce qui assurait une faible variabilité au niveau de la composition des échantillons. Lors des étapes de concentration-DF, les prélèvements d'échantillons ont été réalisés lors de l'atteinte d'un FCV cible limitant une nouvelle fois les variations de composition entre les répétitions. La prise de l'échantillon du lait dilué suite à l'ajout de diavolumes d'eau lors des DF séquentielles peut ne pas être représentative puisque la répartition et l'équilibre des constituants ne sont pas optimaux. Le volume de lait utilisé dans le cadre des essais est cependant assez élevé pour générer des résultats pertinents pour l'industrie qui transforme de

très gros volumes. En fait, le système utilisé permet de concentrer jusqu'à 260 L de lait par essai, ce qui diminue grandement le facteur d'incertitude associé aux pertes de protéines laitières générées lors de l'encrassement de la membrane.

Au niveau des analyses physicochimiques, elles ont toutes été réalisées avec des méthodes analytiques officielles, assurant ainsi une bonne précision et une validité scientifique, d'autant plus que chaque échantillon a été analysé en duplicata et que des blancs et des témoins ont été faits.

Finalement, en ce qui a trait à l'exercice économique visant à comparer les coûts associés à la production de concentrés de CN par membranes de MF, les prix et coûts intégrés dans l'analyse représentaient le marché actuel, ce qui en fait un indicateur économique réaliste. Par contre, les hypothèses posées et les données intégrées dans l'analyse en provenance des études réalisées ne sont peut-être pas totalement représentatives des réalités industrielles et peuvent être sujet à des variations au fil du temps, ce qui peut générer une incertitude sur les chiffres obtenus. Une analyse d'incertitude par des économistes pourrait être d'intérêt afin de valider la robustesse de l'étude. Néanmoins, le plus de considérations techniques et le plus de variables possibles ont été intégrées à l'analyse, à l'exception des coûts identiques pour les procédés comparés, tels les coûts de transport du lait, les coûts de traitement du lait avant filtration. Cette étude demeure très novatrice pour le secteur de la MF du lait, puisqu'aucune analyse économique n'a déjà été réalisées pour comparer les MPS et les MCGP.

5.3 Retour sur les résultats obtenus

5.3.1 Impact du diamètre de pores

Les résultats présentés dans le chapitre 4 ont permis de déterminer les conditions opératoires optimales (température et PTM) et les facteurs (FCV et DF séquentielles) les plus performants pour pré-concentrer le lait de fromagerie par MF et ainsi séparer les CN des PS. Pour ce qui est des essais réalisés en mode recirculation totale pour les MPS au DP de 0,1 et 0,2 μm , ils ont permis de conclure que les flux de perméation sont relativement similaires pour les 2 MPS, et qu'au plus haut palier de PTM (124,1 kPa), le flux limite n'est pas atteint, tel que schématisé à la **Figure 5**, signifiant qu'un encrassement non-nuisible aux performances hydrauliques survient. Par contre, l'impact de la PTM choisie lors des essais en recirculation totale avec différentes PTM a également un fort impact

sur les flux de perméation et sur la composition de la couche d'encrassement, ce qui démontre que la comparaison des résultats peut être biaisée à certains égards si la PTM sélectionnée n'est pas optimale. Ces essais ont également permis de démontrer qu'au niveau séparatif, la rétention des CN et des PS pour chaque membrane était statistiquement similaire, peu importe la PTM, bien que la MPS 0,2 μm retient moins de CN que la 0,1 μm . En effet, les gels SDS-PAGE effectués sur les perméats de la MPS 0,2 μm ont permis de démontrer que des pertes drastiques en CN survenaient lors de la MF. Bien que les paramètres de pression (R_{p_i} de 193,1 kPa pour une PTM de 124,1 kPa) soient supérieurs à ce que Zulewska et al. (2009), Beckman et al. (2010) et Beckman and Barbano (2013) ont utilisé (R_{p_i} entre 131,1 et 132,4 kPa), beaucoup moins de pertes en CN dans le perméat ont été observées pour les essais avec la MPS 0,3 μm que pour les essais de cette étude avec un DP de 0,2 μm . En effet, en mode recirculation totale, le perméat de Beckman and Barbano (2013) contenait 0,015% (m/m) de CN à un FCV de 3.0X, tandis que le perméat généré dans cette étude en contenait 0,040% (m/m). Les gels SDS-PAGE du perméat de la MPS au DP de 0,3 μm présentés par Zulewska et al. (2009) démontrent très bien que peu de CN traversent dans le perméat. L'effet de concentration pourrait expliquer les différences observées comparativement à notre étude, d'autant plus que le plus grand DP pour ces essais de la littérature favorise probablement un blocage interne des pores de la membrane plus poussé, tel qu'illustré à la **Figure 8**, et que c'est donc cette caractéristique de MF qui favorisait une meilleure rétention des CN (Zulewska and Barbano, 2013). Par ailleurs, Beckman and Barbano (2013) stipulent qu'un faible écart entre R_{p_i} et R_{p_o} est désirable afin d'augmenter l'efficacité de séparation entre les CN et les PS, puisque l'augmentation des pressions augmenteraient la rétention des protéines dans le rétentat (Lawrence et al., 2008). Une bonne efficacité de séparation supporte donc une bonne rétention des CN dans le rétentat et un fort retrait des PS dans le perméat. Cette affirmation ne concorde pas avec nos essais, puisqu'un «*pressure drop*» de 137,9 kPa existait entre R_{p_i} (193,1 kPa) et R_{p_o} (55,2 kPa) pour la MPS 0,2 μm , comparativement à Beckman and Barbano (2013) qui en avait un de 30,2 kPa, Zulewska et al. (2009) qui en avait un de 70,7 kPa, et Beckman et al. (2010) qui en avait un de 65,1 kPa. De ce fait, un grand écart entre R_{p_i} et R_{p_o} aurait donc dû retenir davantage de CN dans le rétentat pour le DP de 0,2 μm , d'autant plus que le DP est inférieur aux essais de la littérature.

5.3.2 Concentration et diafiltration avec les membranes polymériques

Pour les essais de concentration et de DF réalisés avec la MPS sélectionnée ayant un DP de 0,1 μm , il a été possible de déterminer l'impact des différents FCV et des dilutions suite aux DF sur les

performances hydrauliques, les performances de séparation, l'encrassement de la MPS et consommation énergétique de cette dernière durant les essais de MF à 50°C. Tel que mentionné dans Lawrence et al. (2008) et Tremblay-Marchand et al. (2016), l'ajout des diavolumes pour chaque DF séquentielle permet d'obtenir des flux de perméation supérieurs aux flux initiaux des étapes de concentration ou DF antérieures. L'aspect intéressant de la MPS 0,1 µm réside dans sa forte rétention des PS dans le rétentat lors des essais de MF, bien que ce ne soit pas ce qui était désiré au début. En effet, l'objectif principal du projet était de pré-concentrer le lait en CN et de retirer le plus de PS possible dans le lait via le perméat. Sous ce constat, si le rétentat obtenu par cette membrane de MF est utilisé en tant que concentré de CN, il importera de considérer également sa forte teneur en PS qui se retrouvera dans le lait de fromagerie, ce qui affectera inévitablement les propriétés fromagères et la composition du lactosérum généré.

5.3.3 Comparaison des membranes polymériques avec les membranes céramiques

En quantifiant tous les indicateurs de performances cités ci-haut, il a été possible de comparer les résultats de la MPS 0,1 µm avec ceux de la MCGP 0,1 µm étudiée par Tremblay-Marchand et al. (2016) afin de déterminer celle étant la plus performante en termes d'EE pour la pré-concentration du lait de fromagerie par MF. Globalement, les MPS et les MCGP possèdent toutes deux des avantages et des inconvénients. Tel que décrit précédemment, la MCGP possède de meilleures performances hydrauliques, un indice d'encrassement inférieur avec des valeurs de résistances hydrauliques plus faibles et une meilleure efficacité de séparation protéique. Au niveau des performances hydrauliques, les flux de perméation élevés pour la MCGP s'expliquent également par sa faible surface membranaire (0,72 m²), en comparaison à la MPS 0,1 µm qui possède plus de 13,38 m² de surface, puisque les flux de perméation sont normalisés en fonction d'une unité de surface. En terme de débit de perméat généré, si on exprimait par exemple les résultats de flux de perméation sans unité de surface lors d'un FCV de 3.0X, la MPS produit 306,13 kg/h de perméat (flux de perméation de 22,88 kg/h.m²), tandis que la MCGP en produit 64,81 kg/h (flux de perméation de 90,01 kg/h.m²). La façon de présenter les résultats hydrauliques affecte donc leur interprétation. Zulewska et al. (2009) ont démontré que pour des essais de concentration par MF à 50°C à partir de différentes membranes, de grandes différences existaient. En effet, il a été observé à un FCV de 3.0X que la membrane UTP au DP de 0,1 µm générerait un flux de perméation de 54,08 kg/m².h, tandis que la MCGP au DP de 0,1 µm atteignait 71,79 kg/m².h. Pour ce qui est de la MPS impliquée dans cette étude, la membrane au DP de 0,3 µm permettait d'obtenir un flux de perméation uniquement de 16,21 kg/m².h, ce qui est

inférieur à ce qui a été obtenu dans le cadre de ce projet avec la MPS au DP de 0,1 μm dont le flux de perméation moyen était de 22,88 $\text{kg}/\text{m}^2\cdot\text{h}$. L'encrassement membranaire à un DP de 0,3 μm devait donc être très élevé pour générer de si faibles performances hydrauliques.

Cette même étude, qui a également caractérisé les comportements de séparation protéique, a permis de démontrer que les PS ont été retirées à 64,4% pour la membrane UTP, 61,0% pour la MCGP et 38,6% pour la MPS, ce qui est comparable avec les résultats de retrait des PS pour la MPS 0,1 μm de notre étude. En effet, il a été démontré dans le cadre de notre projet que la MPS 0,1 μm retient beaucoup plus les PS que la MCGP 0,1 μm , puisqu'à un FCV de 3.0X, elle possède un CR de 0,79 vs 0,49 pour la MCGP au même FCV et que le taux de retrait des PS est beaucoup plus faible pour la MPS (0,02 vs 0,09 $\text{kg}/\text{h}\cdot\text{m}^2$). Le Berre and Daufin (1996), qui ont étudié l'efficacité de séparation des CN et des PS à 50°C en utilisant une membrane UTP au DP de 0,1 μm , ont également obtenu des résultats intéressants. À un FCV de 2.0X, la transmission des PS dans le perméat a atteint des valeurs entre 70 et 80%. Dans le cas de la MPS 0,1 μm , ces valeurs sont beaucoup plus faibles pour les PS, puisque le perméat à un FCV de 2.0X possède un CR de 0,75, ce qui valide sa forte rétention en PS. Nelson and Barbano (2005), quant à eux, ont étudié les performances de séparation d'une membrane UTP au DP de 0,1 μm en concentrant le lait jusqu'à un FCV de 2.0X et 2 DF séquentielles. Cette étude a démontré un retrait de 95% de PS suite aux DF, tandis que les résultats de l'étude présentée dans le cadre de ce projet avec la MPS montrent plutôt un retrait de 76,1% des PS du lait initial. Par ailleurs, Govindasamy-Lucey et al. (2007) ont réussi à retirer uniquement 36% des PS du lait suite à une MF et 2 DF séquentielles avec une MPS au DP de 0,2 μm pour générer des rétentats à froid (7°C), ce qui démontre que la MF à froid a un impact négatif sur la transmission des PS dû à une plus grande viscosité du fluide initial et à un colmatage plus important.

Au niveau énergétique, les résultats obtenus dans le cadre du projet ont démontré que la MCGP consomme davantage d'énergie peu importe la condition appliquée. Avec comme considération que les deux facteurs les plus significatifs sur l'efficacité d'un procédé de pré-concentration du lait de fromagerie par MF sont la consommation énergétique et l'efficacité de séparation des protéines laitières (CN et PS), il est possible de conclure que la membrane optimale serait la MCGP, considérant que son efficacité de séparation est la plus élevée et que sa consommation énergétique est beaucoup moindre à un FCV de 2.0X qu'à un FCV de 3.0X. Cette affirmation concorde bien avec

l'étude de Papadatos et al. (2003) qui stipule qu'un FCV de 3.0X n'apporte aucun avantage au niveau économique. Or, les MPS s'avèrent tout de même plus avantageuse au niveau énergétique, et une augmentation du FCV a moins d'impact sur l'efficacité du procédé qu'avec la MCGP. Néanmoins, des travaux supplémentaires seraient nécessaires pour déterminer si ces différences de performances hydrauliques et de performances séparatives sont maintenues sur des durées de traitement plus longues.

5.3.4 Analyse économique des membranes en microfiltration

Pour ce qui est de l'exercice d'analyse économique de la MCGP et la MPS pour la pré-concentration du lait de fromagerie qui visait à compléter la comparaison des deux membranes de MF, les données obtenues ont permis de démontrer qu'il n'existe pas de différence majeure en termes de coûts associés à la production d'un concentré de CN. Cependant, les coûts d'achat et de remplacement demeurent plus élevés pour la MCGP; c'est principalement la durée de vie supérieure de ces membranes qui les amènent à un même niveau d'égalité (coûts totaux environ 20% supérieurs pour la MCGP afin de produire 1000 kg de concentré de CN) avec les MPS en termes d'investissements global.

5.3.5 Comparaison de la microfiltration avec l'ultrafiltration

De surcroît, le constat du comportement de rétention des PS par la MPS au DP de 0,1 μm a amené à vouloir comparer ses performances à celle d'une membrane d'UF au seuil de coupure de 10 kDa, tel que décrit à l'Annexe 1. En effet, tel que mentionné au chapitre 2, le procédé d'UF possède la propriété de retenir toutes les protéines laitières dans le rétentat pour la plupart des seuils de coupure, à l'exception de quelques PS pour certains seuils de coupure et de l'azote non-protéique. Les résultats obtenus ont démontré que les flux de perméation de la MPS 0,1 μm sont supérieurs ($p < 0,05$) à ceux de la membrane d'UF et que la rétention des protéines totales est relativement similaire (CR 0,99 vs 1,00). L'utilisation de la MPS 0,1 μm de MF s'avère donc potentiellement intéressante pour concentrer les CN du lait puisqu'elle montre une sélectivité similaire à celle d'une membrane d'UF (10 kDa) et des performances hydrauliques supérieures.

5.4 Conclusion générale

Considérant que les deux facteurs les plus significatifs au niveau de l'efficacité d'un procédé de MF sont la faible consommation énergétique d'un système ainsi qu'une bonne efficacité de séparation protéique, la MPS serait la plus optimale en termes de consommation énergétique, tandis que la MCGP serait plus avantageuse pour séparer plus efficacement les CN des PS et ainsi permettre une meilleure valorisation des constituants protéiques par la génération d'ingrédients laitiers. En effet, la forte rétention des PS observée pour la MPS amène son intérêt davantage au niveau de la concentration du lait en protéines laitières, comme les membranes d'UF le font pour générer des pré-fromages liquides. Malgré tout, les indicateurs de performance sélectionnés ont permis de démontrer qu'il était possible de séparer adéquatement les CN des PS avec des MPS. Au niveau du DP, les résultats de ce mémoire ont permis de déterminer que le DP optimal pour une MPS afin de séparer les CN du lait par MF est de 0,1 μm . Par la suite, ce projet a permis de quantifier et de comparer les performances hydrauliques, les performances de séparation, l'encrassement membranaire ainsi que la consommation énergétique de MPS, durant des essais de concentration et de DF. Les résultats obtenus ont ainsi pu être comparés aux résultats de la MCGP, qui a exploité les mêmes conditions opératoires et mêmes facteurs durant son étude (Tremblay-Marchand et al. 2016). L'avantage d'utiliser également des MPS de MF dans le secteur laitier réside dans le fait que ce type de membrane implique un coût d'investissement et opérationnel inférieur que les membranes céramiques, si la durée de vie n'est pas considérée dans l'analyse économique. Néanmoins, afin d'orienter les industriels soucieux d'utiliser la MF pour traiter leur lait de fromagerie, il importe également de caractériser l'impact environnemental des procédés étudiés afin d'obtenir un portrait réel comparable de l'EE pour chaque procédé. La réalisation d'un écobilan via la méthodologie d'ACV est donc essentielle.

5.5 Perspectives et applications des résultats

De prime abord, les résultats générés dans le cadre de cette étude constituent des outils d'aide à la décision pour les transformateurs laitiers entre les MPS, qui sont émergentes en MF et offrent une réduction importante des coûts globaux à court terme, et les MCGP, qui génèrent de meilleures performances hydrauliques et séparatives. Quoiqu'il en soit, ces choix technologiques sont applicables à court terme dans les usines laitières, puisqu'il s'agit essentiellement d'optimisation de procédés baromembranaires déjà existants. L'utilisation de la MPS au DP de 0,1 μm s'avère

intéressante pour concentrer les CN du lait, d'autant plus qu'elle permet de générer un perméat riche en PS natives à forte valeur ajoutée. Par ailleurs, ses performances de rétention de PS élevées dans le rétentat lui confèrent une sélectivité s'approchant de celle des membranes d'UF. De ce fait, un remplacement de l'UF par des MPS de MF au DP de 0,1 μm permettrait potentiellement de générer des performances hydrauliques supérieures dû à la séparation moins restrictive au niveau de la taille des constituants retenus, d'autant plus que la MF implique une consommation énergétique plus faible dû aux pressions opératoires requises plus faibles. Par ailleurs, de tels remplacements et l'utilisation de nouvelles membranes impliquent des aller-retours entre les essais d'échelle pilote et les essais industriels, tout en connaissant bien les notions fondamentales théoriques des procédés de filtration (Bacchin, 2005).

L'application des membranes céramiques en MF pour enrichir les laits de fromagerie et pour générer des ingrédients laitiers fait l'objet d'études approfondies depuis plusieurs décennies. Ayant comme principale limitation l'encrassement membranaire, la MF du lait a beaucoup été étudiée afin de permettre un long régime de filtration et une efficacité de séparation appréciable et constante (Hu et al., 2015). Pour répondre à ces besoins, de faibles flux de perméation et une vitesse tangentielle élevée du fluide à traiter sont requis, ce qui est aisément reproductible par les membranes céramiques. Les MPS, moins utilisées en MF du lait, qui semblaient également pertinentes pour cette application, avaient à être caractérisées à l'échelle pilote puisque leurs performances hydrauliques et leurs conditions opératoires optimales sont méconnues, en plus des limitations techniques qui diffèrent de celles des membranes céramiques (Karasu et al., 2010; Hu et al., 2015).

Bien que les résultats obtenus répondent aux objectifs fixés, plusieurs perspectives de recherche pourraient être envisagées afin d'approfondir les résultats de ce travail de Maîtrise. L'étude de l'impact de la vitesse tangentielle du lait pourrait être pertinente, sachant que ce facteur a un impact direct sur l'encrassement de la membrane. Puis, l'étude de l'impact de la température en MF pourrait également être pertinent, puisque ce paramètre influence la viscosité du lait, tout comme la solubilité des CN (Samuelsson et al., 1997). Finalement, un traitement physico-chimique du lait au chlorure de calcium (CaCl_2) préalable à la MF pourrait être fait, sachant que cet additif permet de régulariser l'aptitude à la coagulation du lait et d'augmenter la taille des micelles de CN par une augmentation de la teneur en calcium soluble et en phosphate de calcium colloïdal (Vuilleumard, 2013). Par ailleurs, bien que la rétention des CN serait pour ainsi dire plus efficace due à leur plus

grosse taille, l'encrassement membranaire serait probablement supérieur et devrait être considéré lors de l'analyse globale des performances. Finalement, la connaissance de plus amples informations au niveau des équipements et des paramètres industriels utilisés aurait pu permettre l'établissement de comparaisons économiques plus précises en termes de consommation énergétiques, mais également à des fins de validation des variables technologiques exploitées.

Chapitre 6 : Bibliographie

1. Ardisson-Korat, A.V. and S.S.H. Rizvi. 2004. Vatless manufacturing of low-moisture part-skim mozzarella cheese from highly concentrated skim milk microfiltration retentates. *J. Dairy Sci.* 87:3601–3613. [http://dx.doi.org/10.3168/jds.S0022-0302\(04\)73498-0](http://dx.doi.org/10.3168/jds.S0022-0302(04)73498-0).
2. Attia, H., Bennasar, M. and B. Tarodo de la Fuente. 1991. Study of the fouling of inorganic membranes by acidified milks using scanning electron microscopy and electrophoresis. *J. Dairy Ressources.* 58:39–50. <http://dx.doi.org/10.1017/S0022029900033501>.
3. Bacchin, P. 2005. *Principes de bases des Technologies à Membranes. 2ème Ecole d'Été Franco-Maghrébine.* Toulouse.
4. Bacchin, P., Aimar, P. and R. Field. 2006. Critical and sustainable fluxes: Theory, experiments and applications. *J. Membr. Sci.* 281:42–69. <http://dx.doi.org/10.1016/j.memsci.2006.04.014>.
5. Bacher, T. and P. Kønigsfeldt. 2000. Wpi by microfiltration of skim milk. *Eur. Dairy Mag.* 12:14–16.
6. Bae, T.H. & Tak, T.M. 2005. Interpretation of fouling characteristics of ultrafiltration membranes during the filtration of membrane bioreactor mixed liquor. *J. Memb. Sci.* 264:151–160. <http://dx.doi.org/10.1016/j.memsci.2005.04.037>.
7. Baruah, G.L., Nayak, A. and G. Belfort. 2006. Scale-up from laboratory microfiltration to a ceramic pilot plant: Design and performance. *J. Memb. Sci.* 274, pp.56–63. <http://dx.doi.org/10.1016/j.memsci.2005.07.046>.
8. Bazinet, L and F. Castaigne. *Concepts de génie alimentaire: Procédés associés et applications à la conservation des aliments.* TEC & DOC. Paris: Lavoisier; 2011. 1-576 p.
9. Beckman, S.L., Zulewska J., Newbold, M. and D.M. Barbano. 2010. Production efficiency of micellar casein concentrate using polymeric spiral-wound microfiltration membranes. *J. Dairy Sci.* 93(10), pp.4506–4517. <http://dx.doi.org/10.3168/jds.2010-3261>.
10. Beckman, S.L. and D.M. Barbano. 2013. Effect of microfiltration concentration factor on serum protein removal from skim milk using spiral-wound polymeric membranes. *J. Dairy Sci.* 93(10):4506–17. <http://dx.doi.org/10.3168/jds.2013-6655>.
11. Le Berre, O. and G. Daufin. 1996. Skim milk cross-flow microfiltration performance versus permeation flux to wall shear stress ratio. *J. Memb. Sci.* 117:261–270. [http://dx.doi.org/10.1016/0376-7388\(96\)00076-2](http://dx.doi.org/10.1016/0376-7388(96)00076-2).
12. Bhave, R.R. 2014. Cross-flow filtration. *Ferment. Biochem. Eng. Handb.* 149–180. <http://dx.doi.org/10.1016/B978-1-4557-2553-3.00009-X>.

13. Britten, M. and Y. Pouliot. 1996. Characterization of whey protein isolate obtained from milk microfiltration permeate. *Lait*. 76 (1996) 255-265. <http://dx.doi.org/10.1051/lait:1996321>.
14. Brush, A., Worrell, E. and E. Masanet. 2011. Energy efficiency improvement and cost saving opportunities for the dairy processing industry. Lawrence Berkeley National Laboratory, Berkeley, CA.
15. Bylund, G. 1995. Dairy Processing Handbook. Tetra Pak. USA.
16. Caron, A., St-Gelais, D. and Y. Pouliot. 1997. Coagulation of milk enriched with ultrafiltered or diafiltered microfiltered milk retentate powders. *Int. Dairy J.* 7:445–451. [http://dx.doi.org/10.1016/S0958-6946\(97\)00024-1](http://dx.doi.org/10.1016/S0958-6946(97)00024-1).
17. Cheryan, M. 1998. Ultrafiltration and Microfiltration Handbook. CRC Press, Lancaster, PA.
18. Cui, Z.F., Y. Jiang, and R.W. Field. 2010. Fundamentals of pressure-driven membrane separation processes. Elsevier, New York. <http://dx.doi.org/10.1016/B978-1-85617-632-3.00001-X>.
19. DOC Dairy Partners. 2005. A dairy industry which is self-supporting in water. DOC Kaas Hoogeveen ba. Netherlands.
20. Doyle, R. 2009. Programme d'action de la filière laitière face aux changements climatiques. Fédération Internationale du Lait. Berlin, Allemagne.
21. ÉcoRessources. 2015. Les retombées économiques de l'industrie laitière en 2013. Les Producteurs laitiers du Canada. Montréal, Québec.
22. Eide, M.H. 2002. Life cycle assessment (LCA) of industrial milk production. *Int. J. Life Cycle Assess.* 7:115–126.
23. El-Salam, M.H.A. and S. El-Shibiny. 2013. Recent advances in the use of microfiltration in cheese manufacture. *Egypt. J. Dairy Sci.* 41:1–18.
24. Fallis, A., 2013. Cross Flow Filtration Method Handbook. *J. Chem. Inf. Model.* 53(9):1689–1699. <http://dx.doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004>.
25. Fauquant, J., Maubois, J.L. and A. Pierre. 1988. Microfiltration du lait sur membrane minérale. *Technol. Lait Mark.* 1028:21–23.
26. Fox, P.F. and P.L.H. McSweeney. 2003. Advanced Dairy Chemistry. Dairy Chemistry and Biochemistry. 2nd rev. ed. Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York.
27. Gekas, V., and B. Hallström. 1990. Microfiltration membranes, cross-flow transport mechanisms and fouling studies. *Desalination.* 77:195–218. [http://dx.doi.org/10.1016/0011-9164\(90\)85026-7](http://dx.doi.org/10.1016/0011-9164(90)85026-7).

28. Govindasamy-Lucey S., Jaeggi J.J., Johnson M.E., Wang T. and J.A. Lucey. 2007. Use of cold microfiltration retentates produced with polymeric membranes for standardization of milks for manufacture of pizza cheese. *J. Dairy Sci.* 90(10):4552-68. <http://dx.doi.org/10.3168/jds.2007-0128>.
29. Guerra, A., Jonsson, G., Rasmussen, A., Waagner Nielsen E. and D. Edelsten. 1997. Low cross-flow velocity microfiltration of skim milk for removal of bacterial spores. *Int. Dairy J.* 7(98), pp.849–861. [http://dx.doi.org/10.1016/S0958-6946\(98\)00009-0](http://dx.doi.org/10.1016/S0958-6946(98)00009-0).
30. Haug, A., Høstmark, A.T. and O.M. Harstad. 2007. Bovine milk in human nutrition – a review. *Lipids Health Dis.* 6:25. <http://dx.doi.org/10.1186/1476-511X-6-25>.
31. Heino, A., Uusi-Rauva, J. and M. Outinen. 2010. Pre-treatment methods of edam cheese milk. Effect on cheese yield and quality. *LWT - Food Sci. Technol.* 43:640–646. <http://dx.doi.org/10.1016/j.lwt.2009.11.004>.
32. Hoek, E.M.V. and V.V. Tarabara. 2013. *Encyclopedia of membrane science and technology*. Wiley and Sons Inc., Hoboken, NJ.
33. Horton, B.S. 1997. Microfiltration-where is it headed?. Pages 47-72 in *Making the most of Membrane Technology seminar*. Werribee, Victoria, Australia.
34. Hu, K., Dickson, J.M. and S.E. Kentish. 2015. *Membrane Processing for Dairy Ingredient Separation*. IFT Press. Wiley-Blackwell, Hoboken, NJ.
35. Hurt, E.E., Adams, M.C. and D.M. Barbano. 2015. Microfiltration of skim milk and modified skim milk using a 0.1- μm ceramic uniform transmembrane pressure system at temperatures of 50, 55, 60, and 65°C. *J. Dairy Sci.* 98(2):765-80. <http://dx.doi.org/10.3168/jds.2014-8775>.
36. Jimenez-Lopez, A.J.E., N. Leconte, O. Dehainault, C. Geneste, L. Fromont, and G. Gésan-Guiziou. 2008. Role of milk constituents on critical conditions and deposit structure in skim milk microfiltration (0.1 μm). *Separ. Purif. Tech.* 61:33–43. <http://dx.doi.org/10.1016/j.seppur.2007.09.023>.
37. Jirjis, B.F. and S. Luque. 2010. *Practical Aspects of Membrane System Design in Food and Bioprocessing Applications*. Elsevier, New York. <http://dx.doi.org/10.1016/B978-1-85617-632-3.00009-4>.
38. Johnson, J.E. 2013. Design and construction of commercial spiral wound modules. *Encycl. Membr. Sci. Technol.* <http://dx.doi.org/10.1002/9781118522318.emst071>.
39. Jolliet, O., Saadé, M., Crettaz, P. and S. Shaked. 2010. *Analyse Du Cycle de Vie : Comprendre et Réaliser Un Écobilan*. 2ième édition. PPUR presses polytechniques. France.

40. Karasu, K., Glennon, N., Lawrence, N.D., Stevens, G.W., O'Connor, A.J., Barber, A.R., Yoshikawa, S. and S.E. Kentish. 2010. A comparison between ceramic and polymeric membrane systems for casein concentrate manufacture. *Int. J. Dairy Technol.* 63: 284–289. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1471-0307.2010.00582.x>.
41. Kim, D., Thoma, G., Nutter, D., Milani, F., Ulrich, R. and G. Norris. 2013. Life cycle assessment of cheese and whey production in the USA. *Int. J. Life Cycle Assess.* 18:1019–1035. <http://dx.doi.org/10.1007/s11367-013-0553-9>.
42. Lapointe-Vignola, C. 2002. *Science et technologie du lait*. 2nd rev. ed. Presses internationales Polytechnique, Montréal.
43. LaRoche, R. 2015. *Efficacité énergétique en fromagerie*. Atis Technologies. Montréal.
44. Lawrence, N.D., Kentish, S.E., O'Connor, A.J., Barber, A.R. and G.W. Stevens. 2008. Microfiltration of skim milk using polymeric membranes for casein concentrate manufacture. *Sep. Purif. Technol.* 60(3):237-244. <http://dx.doi.org/10.1016/j.seppur.2007.08.016>.
45. Li, H. and V. Chen. 2010. *Membrane Fouling and Cleaning in Food and Bioprocessing*. Elsevier, New York. <http://dx.doi.org/10.1016/B978-1-85617-632-3.00010-0>.
46. Li, Y.L., Tung, K.L., Lu, M.Y. and S.H. Huang. 2009. Mitigating the curvature effect of the spacer-filled channel in a spiral-wound membrane module. *J. Memb. Sci.* 329:106–118. <http://dx.doi.org/10.1016/j.memsci.2008.12.026>.
47. Marcelo, P.A. and S.S. H. Rizvi. 2009. *Applications of membrane technology in the dairy industry*. CRC Press, New York.
48. Maubois, J.L., Mocquot, G., Thapon, J.L., Humilier, M-C., Chopin, A., Gouedranche, H., Dupas, C., Blanc-Patin, E., Piot, M. and J. Fauquant. 1971. Préparation de fromage à partir de “pré-fromage liquide” obtenu par ultrafiltration du lait. *Lait.* 51:495–533. <http://dx.doi.org/10.1051/lait:197150825>.
49. Méthot-Hains, S., Benoit, S., Bouchard, C., Doyen, A., Bazinet, L. and Y. Pouliot. 2016. Effect of transmembrane pressure control on energy efficiency during skim milk concentration by ultrafiltration at 10 and 50°C. *J. Dairy Sci.* 99(11):8655-8664. <http://dx.doi.org/10.3168/jds.2016-11504>.
50. Mistry, V. V. and J.-L. Maubois. 2004. Application of Membrane Separation Technology to Cheese Production. Pages 261–285 in *Cheese: Chemistry, Physics and Microbiology*. [http://dx.doi.org/10.1016/S1874-558X\(04\)80070-8](http://dx.doi.org/10.1016/S1874-558X(04)80070-8).
51. Mulder, J. 1996. *Basic Principles of Membrane Technology*. Kluwer Academic Publishers, Netherlands.

52. Nelson, B.K. and D.M. Barbano. 2005. A Microfiltration Process to Maximize Removal of Serum Proteins from Skim Milk Before Cheese Making. *J. Dairy Sci.* 88(5):1891-900. [http://dx.doi.org/10.3168/jds.S0022-0302\(05\)72865-4](http://dx.doi.org/10.3168/jds.S0022-0302(05)72865-4).
53. Pall Corporation Catalogue. 2017. Page consultée le 15 février 2017 à partir de www.pall.com/pdfs/Fuels-and-Chemicals/PIMEMBRAEN.pdf.
54. Papadatos, A., M. Neocleous, A.M. Berger, and D.M. Barbano. 2003. Economic Feasibility Evaluation of Microfiltration of Milk Prior to Cheesemaking. *J. Dairy Sci.* 86:1564–1577. [http://dx.doi.org/10.3168/jds.S0022-0302\(03\)73742-4](http://dx.doi.org/10.3168/jds.S0022-0302(03)73742-4).
55. Peters, R. H. 2005. Economic aspects of cheese making as influenced by whey processing options. *Int. Dairy J.* 15:537–545. <http://dx.doi.org/10.1016/j.idairyj.2004.11.009>.
56. Pierre, A., Fauquant, J. Le Graet, Y., Piot, M. and J.L. Maubois. 1992. Préparation de phosphocasinates natif par microfiltration sur membrane. *Lait.* 72(5):461–474. <http://dx.doi.org/10.1051/lait:1992534>.
57. Pouliot, Y. 2008. Membrane processes in dairy technology-From a simple idea to worldwide panacea. *Int. Dairy J.* 18(7):735-740. <http://dx.doi.org/10.1016/j.idairyj.2008.03.005>.
58. Prasad, P., Pagan, R. Kauter, M., Price, N., Street, W., Sydney, N. and P. Crittenden. 2014. Eco-efficiency for the dairy processing industry. *Dairy Australia.* Queensland.
59. Saboya, L. V. and J-L. Maubois. 2000. Current Developments of Microfiltration Technology in the Dairy Industry. *Lait.* 80:541–553. <http://dx.doi.org/10.1051/lait:2000144>.
60. Samuelsson, G., Dejmek, P., Trägårdh, G. and M. Paulsson. 1997. Minimizing whey protein retention in cross-flow microfiltration of skim milk. *Int. Dairy J.* 7:237–242. [http://dx.doi.org/10.1016/S0958-6946\(97\)00009-5](http://dx.doi.org/10.1016/S0958-6946(97)00009-5).
61. Sani-Marc. 2017. MEMBRA-STOR 710. Page consultée le 18 février 2017 à partir de <http://b2b.sanimarc.com/Product.aspx?prodid=574&cat=SM>.
62. Schock, G. and A. Miquel. 1987. Mass transfer and pressure loss in spiral wound modules. *Desalination.* 64:339–352. [http://dx.doi.org/10.1016/0011-9164\(87\)90107-X](http://dx.doi.org/10.1016/0011-9164(87)90107-X).
63. Schuck, P., Piot, M., Méjean, S., Le Graet, Y., Fauquant, J., Brulé, G. and J.-L. Maubois. 1994. Déshydratation des laits enrichis en caséine micellaire par microfiltration, comparaison des propriétés des poudres obtenues avec celles d'une poudre de lait ultra-propre. *Lait.* 74:47–63. <http://dx.doi.org/10.1051/lait:199415>.
64. Singh, M. 2007. Analyzing the effect of cross flow velocity, uniform trans membrane pressure and pH on permeate flux, retentate composition and energy consumption during cross flow microfiltration of skim milk. MS Thesis. Cornell Univ., Ithaca.

65. St-Gelais, D. and L. Savoie. 1993. Coagulation of milk enriched with low mineral retentate powders. *Milchwissenschaft*. 48(11):603–606. [http://dx.doi.org/10.1016/S0958-6946\(97\)00024-1](http://dx.doi.org/10.1016/S0958-6946(97)00024-1).
66. Terlet, X. 2014. Les grandes tendances de l'innovation alimentaires dans le monde et les particularités nord-américaines. Institut des nutraceutiques et aliments fonctionnels. Québec, Québec.
67. Tetra Pak. 2015. Cleaning in Place, A Guide to Cleaning Technology in the Food Processing Industry. Tetra Pak. USA.
68. Tremblay-Marchand, D. 2016. Évaluation de l'impact de différents paramètres opératoires sur la performance de la membrane céramique à gradient de perméabilité pour la séparation des protéines sériques du lait par microfiltration. Département des sciences des aliments. Université Laval. Québec.
69. Tremblay-Marchand, D., Doyen, A., Britten, M. and Y. Pouliot. 2016. A process efficiency assessment of serum protein removal from milk using ceramic graded permeability microfiltration membrane. *J. Dairy Sci.* <http://dx.doi.org/10.3168/jds.2016-10914>.
70. Vétier, C., Bennasar, M. and B. Tarodo de la Fuente. 1988. Study of fouling of a mineral microfiltration membrane using scanning electron microscopy and physicochemical analyses in the processing of milk. *J. Dairy Resources*. 55:381–400. <https://doi.org/10.1017/S0022029900028648>.
71. Vuilleumard, J.C. 2013. La fabrication fromagère. Département des sciences des aliments, Université Laval. Québec.
72. Vyas, H.K., Bennett, R.J. and A.D. Marshall. 2000. Influence of feed properties on membrane fouling in crossflow microfiltration of particulate suspensions. *Int. Dairy J.* 10(12):855–861. [http://dx.doi.org/10.1016/S0958-6946\(01\)00030-9](http://dx.doi.org/10.1016/S0958-6946(01)00030-9).
73. Webb, B.H. and A.H. Johnson. 1974. *Fundamentals of Dairy Chemistry*. 2nd ed. AVI Publishing Co., Inc. Westport, Connecticut.
74. de Wit, J.N. 2001. *From milk to whey*. 1st ed. European Whey Products Association. Brussels, Belgium.
75. Wu, Y., A. Ahmed, R. Waghmare, and D. Kahn. 2006. Cleaning polyethersulfone membranes after ultrafiltration-diafiltration in monoclonal antibody production. *BioPharm Int.* 19(4):67–74.
76. Zulewska, J. and D.M. Barbano. 2013. Influence of casein on flux and passage of serum proteins during microfiltration using polymeric spiral-wound membranes at 50°C. *J. Dairy Sci.* 96(4):2048–60. <http://dx.doi.org/10.3168/jds.2012-6032>.
77. Zulewska, J., Newbold, M. and D.M. Barbano. 2009. Efficiency of serum protein removal from skim milk with ceramic and polymeric membranes at 50 degrees C. *J. Dairy Sci.*

92:1361–1377. <http://dx.doi.org/10.3168/jds.2008-1757>.

Annexe 1: On the use of polymeric spiral-wound membranes for the preparation of liquid pre-cheese: impact on process eco-efficiency

N.B.: Cette annexe présentée sous forme d'article scientifique relate un segment de la deuxième partie expérimentale du projet de Maîtrise. Cette partie n'était initialement pas prévue dans les objectifs du projet, mais s'est ajoutée suite à l'interprétation des résultats obtenus. Elle vient donc bonifier le contenu du Mémoire.

D. Mercier-Bouchard*, S. Benoit*, I. Dussault-Chouinard*, A. Doyen*, M. Britten* † and Y. Pouliot*

*STELA Dairy Research Center, Institute of Nutrition and Functional Foods (INAF), Department of Food Science, Université Laval, Québec, Canada, G1V 0A6

†Food Research and Development Center (FDR), Agriculture and Agri-Food Canada, St-Hyacinthe, Canada, J2S 8E3

¹Corresponding author: Yves Pouliot

STELA Dairy Research Center
Pavillon Paul-Comtois
2425 Rue de l'Agriculture, Local 2322C
Université Laval
Québec, QC, Canada
G1V 0A6
Phone number: 418-656-5988
E-mail address: yves.pouliot@fsaa.ulaval.ca

Résumé

L'ultrafiltration (UF) et la microfiltration (MF) sont largement utilisées pour la concentration du lait de fromagerie. Une étude récente a démontré que les performances de filtration d'une membrane de MF de 0,1 μm étaient très proches de celles d'une membrane d'UF de 10 kDa en termes de rétention des caséines et des protéines sériques (PS). Considérant que les flux de perméation obtenues avec une membrane de MF devraient être plus élevées que celles avec une membrane d'UF de 10 kDa, l'hypothèse que l'utilisation la MF améliorerait l'éco-efficience du procédé a été émise.

Les objectifs de ce travail étaient de comparer les membranes de MF de 0,1 μm et d'UF de 10 kDa en termes de 1) performances hydrauliques et séparatives, 2) consommation énergétique et encrassement membranaire et 3) d'aptitude fromagère des rétentats entiers. La concentration de lait écrémé (50°C) a été effectuée en mode discontinu en triplicata en utilisant des membranes de MF de 0,1 μm et d'UF de 10 kDa, toutes installées sur un système-pilote de modèle M393 (Tetra Pak™) jusqu'à un facteur de concentration de 3,0X suivi de deux diafiltrations séquentielles de 2 diavolumes. Les rétentats ont été standardisés avec de la crème fraîche jusqu'à un ratio protéines/matières grasses de 0,6 et l'aptitude fromagère (rendement fromager, teneur en humidité du fromage, rétention protéique et de la matière grasse) a été déterminée.

Les résultats ont démontré que les flux de perméation de MF étaient plus élevées ($p < 0,05$) que celles des membranes d'UF (0,18 vs 0,09 kg/h.m².Pa), tandis que le coefficient de rejet des protéines totales était légèrement inférieur (0,97 vs 1,00). La consommation énergétique pour le système d'UF était plus élevée ($p < 0,05$) que pour le système MF (0,024 vs 0,016 kWh/kg de perméat collecté). Quant à l'encrassement, la résistance irréversible était plus élevée pour la membrane de MF que pour la membrane d'UF (0,11E + 13 vs 3,00E + 13m⁻¹). Pour ce qui est de l'aptitude fromagère, le rendement fromager, l'humidité et la rétention de la matière grasse étaient similaires ($p > 0,05$), tandis que les pertes de protéines dans le lactosérum étaient plus faibles pour le caillé obtenu avec le rétentat de MF.

Nos résultats ont démontré que les rétentats des deux procédés ont une aptitude fromagère similaire, bien que la MF génère de meilleures performances hydrauliques et est moins énergivore. L'impact environnemental de ces deux procédés devra être évalué par une analyse de cycle de vie (ACV) afin de comparer leur éco-efficacité globale.

Abstract

Ultrafiltration (UF) and microfiltration (MF) are widely used for cheesemilk concentration. In a recent study, we observed that filtration performances of the 0.1- μm MF membrane were very close to those of a 10 kDa UF membrane in terms of caseins and serum proteins (SP) rejection. Considering that permeate flux values obtained with a 0.1- μm MF membrane are expected to be higher than those with a 10 kDa UF membrane, it was hypothesized that using an MF membrane would improve the process eco-efficiency.

The objectives of this work were to compare 0.1- μm MF and 10 kDa UF membranes in terms of 1) hydraulic and separative performances, 2) energy consumption and fouling behaviour and 3) cheesemaking ability of milk retentates. Skim milk concentration (50°C) was carried out in batch mode in triplicate by using 0.1- μm MF and 10-kDa UF membranes, mounted on a Pilot M393 system (Tetra Pak™) until a 3.0X concentration factor followed by two sequential diafiltration steps with 2 diavolumes. The retentates were standardized with fresh cream to a protein/fat ratio of 0.6 and cheesemaking ability (cheese yield, cheese moisture, fat and protein recovery) were determined.

Results showed that the permeate flux values of MF membranes were higher ($p < 0.05$) than those of UF membranes (0.18 vs 0.09 kg/h.m².Pa) and the total proteins rejection coefficient was slightly lower (0.97 vs 1.00). Energy consumption for the UF system was higher ($p < 0.05$) than for the MF system (0.024 vs 0.016 kWh/kg of permeate collected). The hydraulic resistance from irreversible fouling was higher for the MF membrane than for the UF membrane (0.11E+13 vs 3.00E+13 m⁻¹). In terms of cheesemaking performances, cheese yield, moisture and fat retention were similar ($p > 0.05$) but apparent protein losses in whey were lower in cheese made from MF milk due to the removal of SP during concentration.

Our results demonstrated that retentates from both processes have similar cheesemaking ability, but using MF leads to better hydraulic performances and uses less energy. The environmental impact of these two processes will need to be evaluated through a life-cycle assessment (LCA) before comparing their eco-efficiency.

Introduction

Cheese manufacturing using concentrated milk and dairy ingredients has been of interest to the food industry for well over two decades to improve the efficiency of cheesemaking (Singh 2007; Mistry 2002). Ultrafiltration and MF, that are the most common membrane processes used in the cheese industry, make it possible to increase the cheese yield by increasing CN and fat retention, to improve the valorisation of milk constituents and to optimize the productivity of manufacture with the enrichment of cheese milk with dairy solids and liquid membrane retentates (Govindasamy-Lucey et al. 2011; Mistry 2002; Hu et al. 2015). Also, Maubois (2002) suggested that the rennet coagulation is improved since the coagulation time is significantly reduced, curd firmness kinetics is accelerated and final firmness increased. Nowadays, industries are considering sustainability of their processes and want increasingly to apply the eco-efficiency approach by producing high-quality products that meet technological needs at minimal cost with low environmental impact (Methot-Hains et al. 2016). Early consideration of sustainability in product development can achieve significant environmental benefits (Depping et al. 2017).

Retaining both CN and SP in his retentate and eliminating lactose and minerals in permeate, UF is the most used process to standardise the skim milk protein content and to generate protein concentrates (Methot-Hains et al. 2016; Mistry & Maubois 2004; Singh 2007). Milk protein concentrate is a product obtained by membrane processing and drying, containing all the CN and whey proteins present in skim milk, thereby delivering the same CN to whey protein ratio as skim milk (Luo et al. 2016). Concerning the use of UF for cheesemaking improvement, three major methods exist: protein standardization, medium concentration, and liquid pre-cheese production (MMV process for its inventors Maubois, Mocquot and Vassal) (Mistry 2002). Govindasamy-Lucey et al. (2011) showed that fortification of cheesemilk with UF retentate to get a cheesemilk with a CN/fat ratio of 0.87 reduced both the gelation and cutting times of their curds since increasing the substrate (CN) allowed the enzyme to be more effective. However, UF performance is severely reduced by permeation flux decline resulting from concentration polarization and fouling (Aimar & Sanchez 1986; Aimar & Field 1992). Even if the mechanisms of fouling in milk filtration is not fully understood up to date (Kenneth et al. 2017), adsorption of proteins onto the polysulfone membranes used in UF of milk occurs even in the absence of permeation and appears to occur almost immediately (James et al. 2003). Also, high pressures used in filtration seem to have a negative impact on membrane clogging (Mourouzidis-Mourouzis & Karabelas 2006). This phenomena limits the productivity and needs frequent cleaning operations (2–3 h for 6–8 h of production) to recover an acceptable flux (Rabiller-Baudry 2013). Furthermore, with UF process, SP cannot be recolcted in permeate in order to be valued as a native dairy ingredient. Also, the higher content of SP in the ultrafiltered retentate could result in lower proteolysis and textural defects in ultrafiltered hard cheese (De Boer & Nooy 1980; De Koning et al. 1981; Lawrence 1989; Lawrence et al. 1983). Retarded proteolysis, along with the high water binding capacity of whey proteins, also influences the texture of cheese produced, and this effect becomes more pronounced as the concentration of SP in cheese is increased (Mistry 2002).

In this context, it becomes pertinent to extract more SP before cheesemaking, which can be done by MF. The remarkable difference in UF and MF is the partial retention of SP by MF membranes (Singh 2007). Study done by Mercier-Bouchard et al. (2017) showed that separation of CN and SP can be accomplished by using a PSW MF membrane of 0.1- μm pore size, while maintaining good SP retention. Thus, a new protein concentrate enriched with native micellar CN from skim milk can be obtained by MF ceramic membrane (Pierre et al. 1992). Nevertheless, one of the largest disadvantages of PSW MF membranes is the low efficiency of SP removal from skim milk (Beckman & Barbano 2013). The few SP found in the permeate, which is crystal clear and sterile, can thus be harvested and purified by UF and drying methods and still demonstrate better functional characteristics than whey containing glycomacropeptides and lactic acid (Mistry 2002). Concerning fouling, on a molecular level, UF fouling is for most part on the membrane surface, whereas severe fouling occurs in MF due to pore plugging (Marshall et al. 1997). Comparisons between MF and UF process indicate that proteins aggregation is significantly less detrimental to UF than it is to MF (Kenneth et al. 2017). However, the literature stipulates the fact that MF has higher hydraulic performances than UF, which allows it to be more interesting to concentrate milk from cheesemilk.

Considering in both cases that the objective of concentrating the milk is to increase its cheesemaking ability, it is important to study precisely the characteristics of the cheeses generated in order to compare the differences. If dairy retentates are of very different composition, certain physicochemical properties are to be considered, like viscosity, buffering capacity and rennet coagulation properties (Saboya & Maubois 2000; Mistry 2002). Consequently, the use of MF retentate leads to composition very similar to that of conventional cheese curd obtained by UF (Papadatos et al. 2003). Moreover, the impact of MF and UF operating conditions on the cheeseability of the retentates should be compared since very few studies have identified the differences between different processes for the same filtration system and for similar operating conditions. A study done by Neocleous et al. (2002) showed that even if cheese yields increased with increasing MF concentration factor (CF), the factor had no effect on cheese yield efficiency. However, according to Caron et al. (1997), milk enriched with diafiltered and microfiltered retentate powder coagulated faster than ultrafiltered milk retentate and have different milk coagulation curves, which means that differences exist in terms of coagulation properties (St-Gelais & Savoie 1993).

Although filtration performance is a major asset in choosing a process and its operating conditions, the environmental impact of the process must be considered if the industry is concerned about overall eco-efficiency. In fact, cheesemaking has high environmental impacts on abiotic depletion, ozone layer, depletion and cumulative energy demand categories, mainly due to the energy needs required in different processes (Gonzalez-Garcia, S. Castanheira et al. 2013). In this connection, the aim of this work was to evaluate the eco-efficiency of two filtration processes at 50°C used to generate liquid pre-cheese, whether UF and MF, both in terms of overall filtration performances, analysis of their environmental impact associated and the similarity of the enzymatic curds obtained. The impact of the different SP content of the retentates on their cheese ability was also studied in order to detect potential differences.

Material and methods

Raw material

Pasteurized skim milk was purchased from a local dairy supplier (NatreTM, Québec, Canada) and stored at 4°C until MF and UF experiments. For total recirculation experiments, two batches of skim milk, each divided into three equal parts, were filtered with 0.1- μm MF membranes and 10 kDa UF membranes. For single-stage concentration/DF modes, the same membranes were used to filtered two batches of skim milk, that was divided each into three equal parts (about 300 liters (L) for each part). All experiments were performed in triplicate.

Filtration system

To perform all the filtration tests, the system as described in Mercier-Bouchard et al. (2017) was used (model 393, Tetra Pak Filtration SystemsTM, Champlin, MN). Only one stage was used in this work with MF and UF membranes installed in series in the loop. Indeed, 0.1- μm pore diameter polyvinylidene fluoride MF membranes (model 3838, Synder FiltrationTM, Vacaville, CA) and 10 kDa polyethersulfone UF membranes (model DS-UH-3838, MICRODYN-NADIRTM, Raleigh, NC) were mounted horizontally with respective surface areas of 13.38 m² and 10.14 m².

Operational modes

Total recirculation mode

In total recirculation mode, system was operated in closed loop since retentate and permeate were both recycled into the feed tank. Experiments for the 0.1- μm MF membranes were carried out at the TMP described in Mercier-Bouchard et al. (2017) and for the 10 kDa UF membranes, TMP of 243.7, 310.4, 379.4 and 447.5 kPa were studied to determine the optimal TMP for concentration mode. Regarding the rinsing of the system, its conditioning, the pre-heating of the milk before the filtration, the purging of the excess water in the system, the equilibrium time of the operating conditions, the measurement of the permeation fluxes and the entire process of cleaning, these steps were all carried out as described in Mercier-Bouchard et al. (2017) and in (Tremblay-Marchand et al., 2016). However, permeation fluxes were expressed as a normalized permeation flux (kg/m².h.kPa), as described in (Methot-Hains et al., 2016).

Concentration/DF of skim milk

For concentration/DF experiments, the rinsing, cleaning, conditioning, flush and filling steps were the same as described in the total recirculation experiments except that 260 L of milk were used. Single-stage concentration and DF were both performed at 50°C at optimal TMP of 124.1 kPa for the 0.1- μm MF membrane and 447.5 kPa for the 10 kDa UF membrane. Concentration and DF were performed as described in Mercier-Bouchard et al. (2017). The permeation fluxes were also converted to normalized fluxes, as described previously.

Membrane Fouling Characterization

As described in Mercier-Bouchard et al. (2017), the resistance-in-series model was applied to evaluate membrane fouling and membrane resistance (R_m), reversible resistance (R_{rev}), irreversible resistance (R_{irr}) and total resistance (R_{tot}) were determined.

Composition of milk, permeate and retentate samples

Initial skim milk as well as permeate and retentate samples generated during MF and UF processes were analyzed according to methodology described by Mercier-Bouchard et al. (2017). Briefly, all the protein compositions and the contents of the different fractions were determined by the Kjeldahl method (AOAC 2000 ; methods 991.20, 998.05, and 991.21). Total solids in samples were measured using the forced-air oven drying method (AOAC 2000; method 990.20).

Energy consumption

As described in Mercier-Bouchard et al. (2017), the energy consumption of the MF and UF processes, expressed in kWh/kg of permeate collected, were obtained with the recording of the current voltage and the intensity. Real power consumption was first obtained, and converted into energy consumption with the consideration of the operating time of the pumps. Thermal energy considerations were also considered to be negligible and only the quantification of the mechanical energy has been taken into account.

Cheesemaking

The curds were produced from MF and UF retentates at a CF of 3.0X, as shown in Figure 1. Total protein contents of MF and UF retentates, obtained previously by Kjeldahl, were then adjusted to a final protein content of 7% (an arbitrary value chosen according to their respective content in order to compare retentates with the same protein content) by re-incorporation of UF permeate. Fat standardization of both retentates was carried out by the addition of non-pasteurized cream (fat content of 39.77% for the cream used to standardize the UF retentate and 41.13% for the cream used to standardize the MF retentate) (NatreTM, Québec, Canada) in order to obtain a final protein/fat ratio of 0.6. After standardization, the retentates were pasteurized at 68°C for 30 minutes in a double jacketed vessel mixer (model UMC-5, Stephan MachineryTM, Germany) to facilitate the fat distribution in the MF and UF retentates. After pH adjustment of each standardized retentates to 6.50 by addition of glucono-delta-lactone (GDL), model curds were produced by using 500 g of MF and UF retentates. Retentates were heat and maintained at 32°C in a 2000 mL beaker under stirring and rennet (ChymO-PLUSTM, Fromagex, Québec, Canada) was added at a concentration of 0.1%. The coagulation step was carried out over a period between 21 and 40 minutes. Then, the MF and UF curds were cut into 1.5 cm pieces and then a waiting time of 2 minutes at 32°C was made to allow the grains to firm up. Subsequent cooking was performed under stirring at 85 rpm at 32°C for 10 minutes and for a further 45 min to reach 42°C (1°C/4.5 min). Then, the broken curd was drained in cotton cheesecloth during 30 minutes. Finally, the curd was centrifuged with an SLA 3000 rotor for 30 minutes at 8000 rpm in order to complete the draining. The curds were packaged under vacuum and stored at 4°C until the analysis of cheesemaking ability. All experiments were made in triplicate.

Cheesemaking ability

For each retentates, cheese yield, moisture, fat and TP retentions were analyzed. Cheese yield was obtained by Equation 3:

$$\text{Cheese yield (\%)} = \frac{\text{Mass of curd (g)}}{\text{Mass of retentate (g)}} \times 100, [3]$$

The moisture content of UF and MF curds was obtained with the dehydration in a vacuum oven method (AOAC 2000; method 990.20), with the Equation 4:

$$\text{Moisture (\%)} = 100 - \left(\frac{\text{Mass of cup and sample dehydrated (g)} - \text{Mass of the empty cup (g)}}{\text{Initial sample mass (g)}} \times 100 \right), [4]$$

The protein retention of the curds was obtained by Equation 5 where protein content in whey and milk were calculated by Kjeldahl method (AOAC 2000; method 991.20) and multiplying by 6.38 factor.

$$\text{Protein recovery (\%)} = 100 - \frac{\text{Protein mass in whey (g)}}{\text{Protein mass in milk}}, [5]$$

The fat retention of the curds was obtained by Equation 6 where fat content in whey and milk were measured by Mojonnier (AOAC International, 2000; method 989.05, 33.2.26):

$$\text{Fat recovery (\%)} = 100 - \frac{\text{Fat mass in whey (g)}}{\text{Fat mass in milk}}, [6]$$

Statistical analysis

Significant differences were detected by ANOVA with 10.0 JMP© (SAS Institute™, Cary, NC). Significant differences were studied by means comparisons with the Tukey test (p<0.05).

Results

Effect of TMP on Normalized Permeation Flux in Total Recirculation Mode

As shown in Figure 2, three TMP levels (310.4 to 447.5 kPa) were carried out in total recirculation mode for UF of skim milk at 50°C in order to determine the optimal TMP for the concentration and diafiltration tests for 10 kDa membrane. Limiting permeation flux did not appear to have been reached under the operating conditions studied and for the selected TMP levels, the selected pressure for the UF membrane was the highest, ie 447.46 kPa. The mean normalized permeation flux per unit pressure obtained was 0.15 to 0.13 kg/h.m².kPa ($p>0.05$). Concerning the 0.1- μ m MF membrane, the same TMP levels as presented in Mercier-Bouhard and al. (2017) (89.6 to 124.1 kPa) were used for the total recirculation tests and the same mean permeation flux (from 30.43 to 41.60 kg/h.m²) values ($p<0.05$) were converted into normalized permeation flux per unit pressure (from 0.34 to 0.34 kg/h.m².kPa) ($p>0.05$). There was significant difference ($p<0.05$) in normalized permeation flux values between the two membranes in total recirculation mode, considering also that the exploited TMP levels were different.

Effect of Concentration and Diafiltration Modes on Normalized Permeation Flux

During concentration and DF of skim milk, as shown in Figure 3, for each CF reached, the permeation fluxes obtained were significantly different ($p<0.05$) between the two membranes. Regarding the flux decline, for both membranes, the permeation fluxes decrease inversely with the CF, both in the initial concentration and in the subsequent DF. However, the flux decline is greater for the MF membrane, with values between 33.3% and 40.0%, while the UF membrane records flux declines between 13.3% and 30.8%. Moreover, DF always increase the permeation flux at the beginning of the re-concentration higher than the initial flux for both membranes (initial flux of 0.30 kg/h.m².kPa for the MF membrane, which is up to 0.39 kg/h.m².kPa and 0.44 kg/h.m².kPa, while the initial flux for the UF membrane starts from 0.13 kg/h.m².kPa and rises to 0.14 kg/h.m².kPa and 0.15 kg/h.m².kPa).

Effect of Concentration and Diafiltration Modes on retentate compositions

Table 1 reports the changes in composition of skim milk and MF permeates and retentates produced in concentration mode at different CF during MF and UF of skim milk at 50°C. Our results show that, since the TP retention is maximal for the UF membrane, there is no significant difference ($p>0.05$) between UF and MF after the second DF, with respective TP rejection coefficient of 1.00 and 0.98-0.99. Diafiltration would thus have a positive effect on the total retention of milk proteins since the concentration alone (up to a CF of 3.0X) makes it possible to obtain rejection coefficients of 0.96-0.97. For total solids, the amount remains always higher in the UF retentate than in the MF retentate, which is logical with the fact that the UF membrane is more selective and retains more milk constituents.

Effect of Concentration and Diafiltration Modes on Membrane Fouling and Energy Consumption

As shown in Table 2, energy consumption of the 0.1- μm MF membrane was about 1.4 times higher than the UF membrane, with values going from 0.018 to 0.024 kWh/kg of permeate collected during the concentration up to a CF of 3.0X, while for the UF, energy consumption was between 0.013 and 0.016 kWh/kg of permeate collected. Moreover, for both membranes, energy consumption is at its maximum at the CF of 3.0X during the initial concentration and the consecutive DF decrease the energy consumption. The characterization of hydraulic resistance, for both membranes, described in Table 3, revealed that regardless of the condition, the UF membrane had higher values ($p < 0.05$). For the UF membrane, the R_{irr} represents almost 42% of the R_{tot} , whereas for the MF membrane, this value is lower and around 26% upon MF/DF of skim milk. Globally, R_{tot} was about 2.25 times higher ($p < 0.05$) for the UF membrane than for MF membrane.

Cheese performances of UF and MF whole concentrated retentates

Concerning the evaluation of the cheeseability of the curds obtained from the whole retentates at a CF of 3.0X, as shown in Table 4, the values were all compared with a control, representing a curd made from whole milk. While cheese yield was similar ($p > 0.05$) for MF and UF retentates, it was significantly higher than for the control ($p < 0.05$). However, moisture was slightly lower for curds made from whole retentates (46.70-47.91% vs. 48.89%). Fat retention was also similar ($p > 0.05$) for the two retentates, while protein retention was lower ($p < 0.05$) for the UF retentate (86.17% vs 93.93%), considering that it initially had a lower SP content.

Tables

Table 1. Mean composition¹ (% by weight) of skim milk and MF and UF permeates and retentates produced at different CF and at different stages of DF²

Membrane	Condition	Sample	TN (%)	NCN (%)	NPN (%)	TP (%)	CN (%)	SP (%)	CN%TP	TP rejection coefficient	CN rejection coefficient	SP rejection coefficient	Solids (%)	SP removal rate (kg/h.m ²)	
0.1- μ m PSW MF	-	Skim milk	3.28	0.64	0.15	3.13	2.63	0.49	84.18	-	-	-	8.77	-	
	CF 2.0X	Retentate	6.61 ^{cd}	0.94 ^a	0.14 ^a	6.47 ^c	5.67	0.80	87.63		0.96 ^b	0.99	0.75	12.46 ^{cd}	0.06
		Permeate	0.41 ^a	0.36 ^{abc}	0.16 ^a	0.25 ^a	0.05	0.20	17.99					5.84 ^a	
	CF 3.0X	Retentate	7.17 ^{bcd}	0.91 ^a	0.09 ^a	7.08 ^{bc}	6.26	0.82	88.53		0.97 ^b	0.99	0.79	14.97 ^{ab}	0.04
		Permeate	0.31 ^{ab}	0.26 ^{cd}	0.09 ^{abc}	0.22 ^a	0.05	0.17	19.95					5.93 ^a	
	After DF #1 (CF 2.0X)	Retentate	6.31 ^d	0.66 ^a	0.08 ^a	6.23 ^c	5.65	0.58	90.65		0.99 ^a	1.00	0.87	9.38 ^{gh}	0.03
		Permeate	0.15 ^{bcd}	0.13 ^d	0.06 ^c	0.09 ^{bc}	0.02	0.08	21.66					2.47 ^b	
	After DF #1 (CF 3.0X)	Retentate	9.08 ^{ab}	1.12 ^a	0.13 ^a	8.94 ^{ab}	7.96	0.99	88.92		0.97 ^b	0.99	0.80	11.48 ^{def}	0.06
		Permeate	0.40 ^a	0.35 ^{bc}	0.14 ^{ab}	0.26 ^a	0.06	0.20	21.64					2.06 ^{bc}	
	After DF #2 (CF 2.0X)	Retentate	7.85 ^{abcd}	0.84 ^a	0.08 ^a	7.77 ^{abc}	7.01	0.76	90.29		0.98 ^{ab}	0.99	0.86	7.76 ^h	0.05
		Permeate	0.21 ^{bc}	0.18 ^{cd}	0.07 ^{bc}	0.14 ^{ab}	0.04	0.10	29.31					0.72 ^d	
	After DF #2 (CF 3.0X)	Retentate	8.49 ^{abcd}	1.04 ^a	0.14 ^a	8.34 ^{abc}	7.45	0.90	89.22		0.99 ^a	1.00	0.92	9.88 ^{fg}	0.02
		Permeate	0.15 ^{bcd}	0.13 ^d	0.06 ^c	0.09 ^{bc}	0.02	0.07	22.96					0.76 ^d	
	10-kDa PSW UF	-	Skim milk	3.32	-	0.13	3.19	-	-	-	-	-	-	8.49	-
CF 2.0X		Retentate	7.46 ^{abcd}	-	0.13 ^a	7.33 ^{abc}	-	-	-		1.00 ^a	-	-	13.55 ^{bc}	-
		Permeate	0.15 ^{bcd}	-	0.15 ^{ab}	0.00 ^c	-	-	-					5.32 ^a	-
CF 3.0X		Retentate	8.98 ^{abc}	-	0.07 ^a	8.91 ^{ab}	-	-	-		1.00 ^a	-	-	16.12 ^a	-
		Permeate	0.06 ^{cd}	-	0.06 ^c	0.00 ^c	-	-	-					5.50 ^a	-
After DF #1 (CF 2.0X)		Retentate	9.80 ^a	-	0.07 ^a	9.73 ^a	-	-	-		1.00 ^a	-	-	11.96 ^{cde}	-
		Permeate	0.02 ^d	-	0.02 ^c	0.00 ^c	-	-	-					2.05 ^{bc}	-
After DF #1 (CF 3.0X)		Retentate	9.37 ^{ab}	-	0.14 ^a	9.23 ^{ab}	-	-	-		1.00 ^a	-	-	11.97 ^{cde}	-
		Permeate	0.15 ^{bcd}	-	0.15 ^{ab}	0.00 ^c	-	-	-					1.42 ^{bcd}	-
After DF #2 (CF 2.0X)		Retentate	9.26 ^{ab}	-	0.09 ^a	9.17 ^{ab}	-	-	-		1.00 ^a	-	-	11.45 ^{def}	-
		Permeate	0.05 ^{cd}	-	0.05 ^c	0.00 ^c	-	-	-					0.75 ^d	-
After DF #2 (CF 3.0X)		Retentate	9.27 ^{ab}	-	0.11 ^a	9.15 ^{ab}	-	-	-		1.00 ^a	-	-	10.09 ^{efg}	-
		Permeate	0.02 ^d	-	0.02 ^c	0.00 ^c	-	-	-					0.92 ^{cd}	-

^{a-h} Values in the same column without a common superscript are significantly different (Tukey, $p < 0.05$). Permeates are compared with permeates and retentates are compared with retentates between each membrane;

¹ Based on triplicate experiments ($n=3$) for both membranes;

² TN = total nitrogen \times 6.38; NCN = noncasein nitrogen \times 6.38; NPN = nonprotein nitrogen \times 6.38; TP = true protein (TN – NPN); CN = caseins (TN – NCN); SP = serum proteins (TP – CN); CN%TP = caseins as percentage of true protein.

Table 2. Energy consumption of feed and recirculation pumps during MF and UF of skim milk at 50°C under different CF and after two sequential DF

Membrane		Condition	kWh/kg of permeate collected
0.1- μ m MF	CF	2.0X (TMP 124.1 kPa)	0.018 ^b
		3.0X (TMP 124.1 kPa)	0.024 ^a
	DF	After #1 (CF 3.0X) (TMP 124.1 kPa)	0.017 ^{bc}
		After #2 (CF 3.0X) (TMP 124.1 kPa)	0.015 ^c
10-kDa UF	CF	2.0X (TMP 448.2 kPa)	0.013 ^{cd}
		3.0X (TMP 448.2 kPa)	0.016 ^{bc}
	DF	After #1 (CF 3.0X) (TMP 448.2 kPa)	0.012 ^d
		After #2 (CF 3.0X) (TMP 448.2 kPa)	0.011 ^{de}

^{a-b} Means in the same column without a common superscript are significantly different (Tukey, $p < 0.05$). Data comparisons were made for a same condition.

Table 3. Resistances after an initial concentration (CF of 3.0X) and two sequential DF for MF and UF membranes

Membrane		m ⁻¹
0.1-µm PSW MF	Reversible	0.30E+13 ^{cd}
	Irreversible	0.11E+13 ^e
	Membrane	0.31E+13 ^e
	Total	0.72E+13 ^c
10-kDa PSW UF	Reversible	3.38E+13 ^{bc}
	Irreversible	3.00E+13 ^c
	Membrane	0.72E+13 ^e
	Total	7.09E+13 ^a

^{a-b} Means in the same column without a common superscript are significantly different (Tukey, p<0.05). Data comparisons were made for a same resistance.

Table 4. Cheese performances¹ of MF and UF concentrated retentates derived with PSW membranes

Cheese milk	Cheese yield (%)	Cheese moisture (%)	Fat recovery (%)	Proteins recovery (%)
0.1- μ m PSW MF retentate (CF 3.0X)	28.46 ^a	46.70 ^b	96.30 ^a	93.93 ^a
10 kDa PSW UF retentate (CF 3.0X)	28.21 ^a	47.91 ^{ab}	96.91 ^a	86.17 ^b
Skim milk	14.13 ^b	48.89 ^a	89.46 ^b	76.15 ^c

^{a-c} Values in the same column without a common superscript are significantly different (Tukey, $p < 0.05$). Data comparisons were made between each membrane ;

¹Based on triplicate experiments (n=3).

Figures

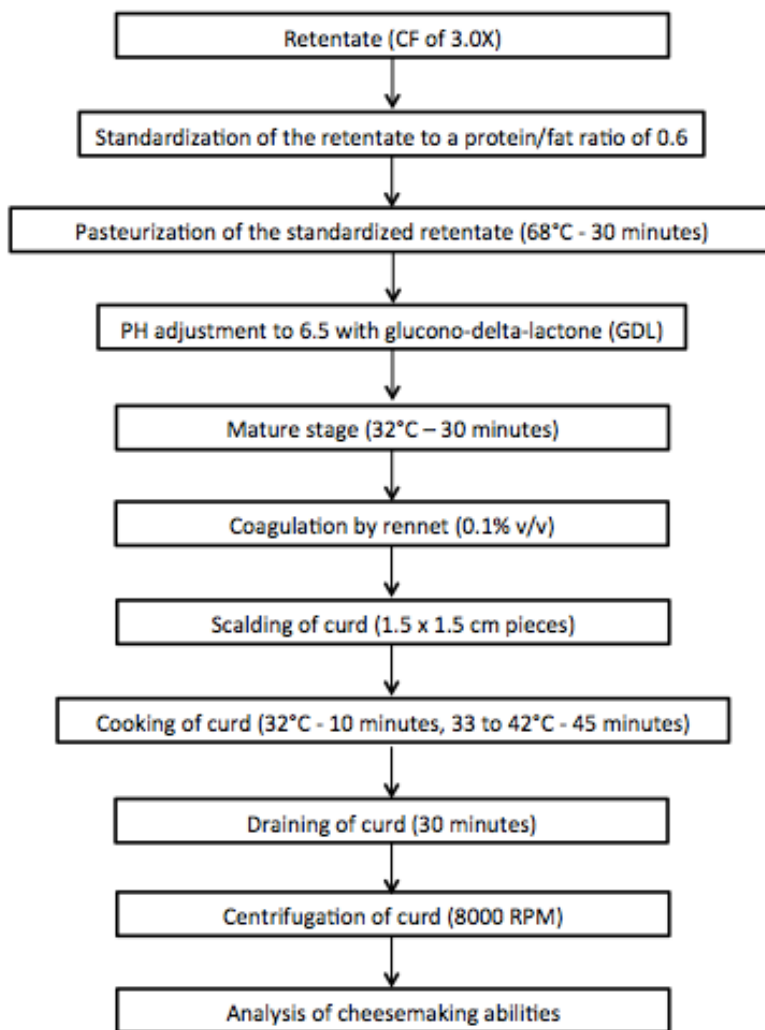


Figure 1. Protocol for the manufacture of curds with MF and UF retentates

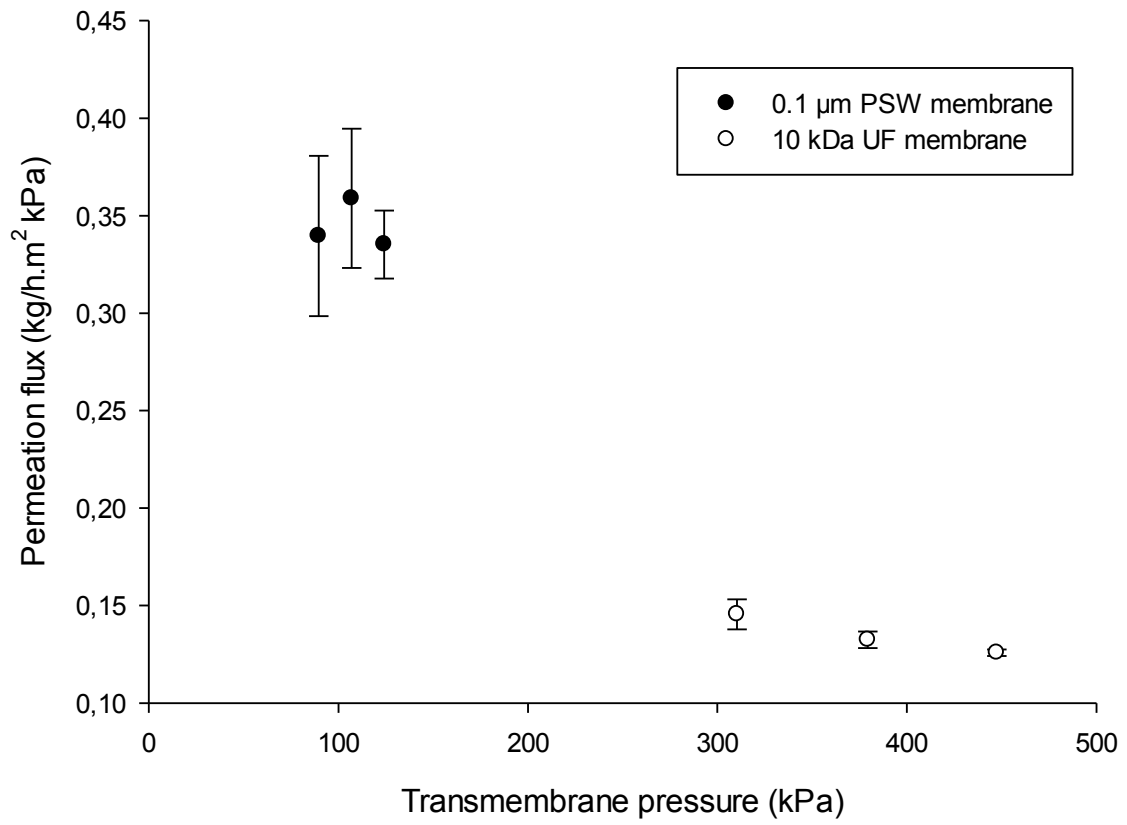


Figure 2. Permeate flux at different transmembrane pressures (TMP) during microfiltration of pasteurized skim milk (T = 50°C) with 0.1-µm MF membrane and 10 kDa UF membrane

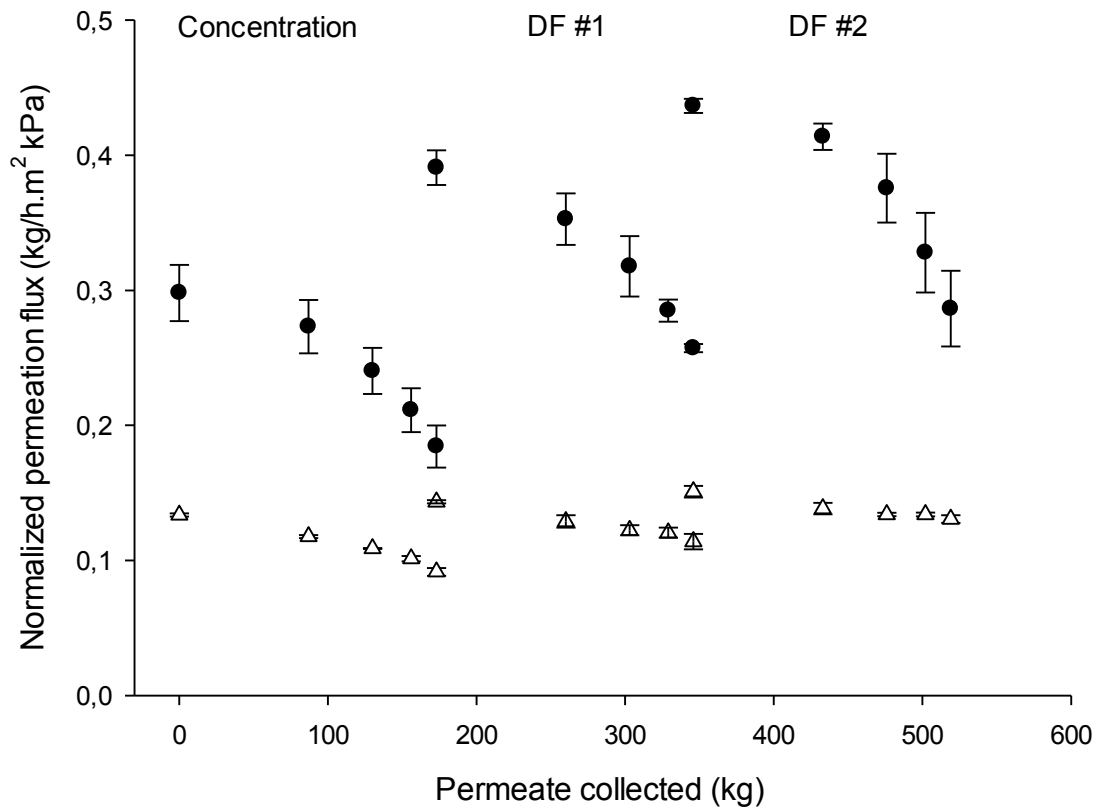


Figure 3. Normalized permeate flux as a function of the amount of permeate generated by filtration of pasteurized skim milk ($T = 50^{\circ}\text{C}$) for the $0.1\text{-}\mu\text{m}$ MF (black circle) and 10 kDa UF (white triangle) after concentration until a CF of 3.0X and two subsequent diafiltrations (DF)

References

- Ardisson-Korat, A.V., and S.S.H. Rizvi. 2004. Vatless manufacturing of low-moisture part-skim mozzarella cheese from highly concentrated skim milk microfiltration retentates. *J. Dairy Sci.* 87:3601–3613.
- Attia, H., M. Bannasar, and B. Tarodo de la Fuente. 1991. Study of the fouling of inorganic membranes by acidified milks using scanning electron microscopy and electrophoresis. *J. Dairy Resources*. 58:39–50.
- Bacchin, P. 2005. *Principes de bases de la filtration membranaire*. Toulouse.
- Bacchin, P., P. Aimar, and R. Field. 2006. Critical and sustainable fluxes: theory, experiments and applications. *J. Memb. Sci.* 281:42–69. doi:10.1016/j.memsci.2006.04.014.
- Bacher, T., and P. Kønigsfeldt. 2000. Wpi by microfiltration of skim milk. *Eur. Dairy Mag.* 12:14–16.
- Bae, T.H., and T.M. Tak. 2005. Interpretation of fouling characteristics of ultrafiltration membranes during the filtration of membrane bioreactor mixed liquor. *J. Memb. Sci.* 264:151–160. doi:10.1016/j.memsci.2005.04.037.
- Baruah, G.L., A. Nayak, and G. Belfort. 2006. Scale-up from laboratory microfiltration to a ceramic pilot plant: design and performance. *J. Memb. Sci.* 274:56–63.
- Bazinet, L., and F. Castaigne. 2011. *Concepts de Génie Alimentaire - Procédés Associés et Applications À La Conservation Des Aliments*. Éditions T. Paris.
- Beckman, S.L., and D.M. Barbano. 2013a. Effect of microfiltration concentration factor on serum protein removal from skim milk using spiral-wound polymeric membranes 1. 6199–6212.
- Beckman, S.L., and D.M. Barbano. 2013b. Effect of microfiltration concentration factor on serum protein removal from skim milk using spiral-wound polymeric membranes.. *J. Dairy Sci.* 96:6199–212. doi:10.3168/jds.2013-6655.
- Beckman, S.L., J. Zulewska, M. Newbold, and D.M. Barbano. 2010. Production efficiency of micellar casein concentrate using polymeric spiral-wound microfiltration membranes.. *J. Dairy Sci.* 93:4506–4517. doi:10.3168/jds.2010-3261.
- Le Berre, O., and G. Daufin. 1996. Skim milk cross-flow microfiltration performance versus permeation flux to wall shear stress ratio. *J. Memb. Sci.* 117:261–270.
- Bhave, R.R. 2014a. *Cross-flow filtration*. Third Edit. Elsevier Inc.
- Bhave, R.R. 2014b. *Cross-flow filtration*. *Ferment. Biochem. Eng. Handb.* 149–180. doi:10.1016/B978-1-4557-2553-3.00009-X.
- Bowen, W.R., and Q. Gan. 1991. Properties of microfiltration membranes: adsorption of bovine serum albumin at polyvinylidene fluoride membranes. *J. Colloid Interface Sci.* 144:254–262.
- Britten, M., and Y. Pouliot. 1996. Characterization of whey protein isolate obtained from milk microfiltration permeate. *Lait*. 76:255–265.
- Brush, A., E. Worrell, and E. Masanet. 2011. Energy efficiency improvement and cost saving opportunities for the dairy processing industry.
- Bylund, G. 1995. *Dairy Processing Handbook*.
- Caron, A., D. St-Gelais, and Y. Pouliot. 1997. Coagulation of milk enriched with ultrafiltered or diafiltered microfiltered milk retentate powders. *Int. Dairy J.* 7:445–451.
- Cheryan, M. 1998. *Ultrafiltration and Microfiltration Handbook*. Technomic Publisher, Lancaster, PA.
- Cui, Z.F., Y. Jiang, and R.W. Field. 2010. *Fundamentals of pressure-driven membrane separation processes*.
- Doyle, R. 2009. *Programme d'action de la filière laitière face aux changements climatiques*. Fédération Int. Lait.. 2014.
- ÉcoRessources. 2015. *Les retombées économiques de l'industrie laitière en 2013*. Montréal.
- Eide, M.H. 2002. Life cycle assessment (lca) of industrial milk production. *Int. J. Life Cycle Assess.* 7:115–126.
- El-Salam, M.H.A., and S. El-Shibiny. 2013. Recent advances in the use of microfiltration in cheese manufacture. *Egypt. J. Dairy Sci.* 41:1–18.
- Fallis, A.. 2013a. *Cross flow filtration method handbook*. *J. Chem. Inf. Model.* 53:1689–1699. doi:10.1017/CBO9781107415324.004.
- Fallis, A.. 2013b. *Cross Flow Filtration Method Handbook*.

- Fauquant, J., J.L. Maubois, and A. Pierre. 1988. Microfiltration du lait sur membrane minérale. *Technol. Lait Mark.* 1028:21–23.
- Fox, P.F., and P.L.H. McSweeney. 2003. *Advanced Dairy Chemistry*. Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York.
- Gekas, V., and B. Hallström. 1990. Microfiltration membranes, cross-flow transport mechanisms and fouling studies. *Desalination*. 77:195–218.
- Govindasamy-Lucey, S., J.J. Jaeggi, M.E. Johnson, T. Wang, and J. a Lucey. 2007. Use of cold microfiltration retentates produced with polymeric membranes for standardization of milks for manufacture of pizza cheese. *J. Dairy Sci.* 90:4552–68. doi:10.3168/jds.2007-0128.
- Guerra, A., G. Jonsson, A. Rasmussen, E.W. Nielsen, and D. Edelsten. 1998. Low cross-flow velocity microfiltration of skim milk for removal of bacterial spores. 6946.
- Haug, A., A.T. Høstmark, and O.M. Harstad. 2007. Bovine milk in human nutrition – a review. *Lipids Health Dis.* 6:25. doi:10.1186/1476-511X-6-25.
- Heino, A., J. Uusi-Rauva, and M. Outinen. 2010. Pre-treatment methods of edam cheese milk. effect on cheese yield and quality. *LWT - Food Sci. Technol.* 43:640–646. doi:10.1016/j.lwt.2009.11.004.
- Hoek, E.M.V., and V. V. Tarabara. 2013. *Encyclopedia of Membrane Science and Technology*. Wiley, Hoboken, New Jersey.
- Hoogeveen, D.O.C.K. 2005. A dairy industry which is self-supporting in water doc kaas hoogeveen ba.
- Horton, B.S. 1997. Microfiltration-where is it headed?. *Aust. J. Dairy Technol.* 52:58.
- Hu, K., J.M. Dickson, and S.E. Kentish. 2015. Microfiltration for casein and serum protein separation. J.W. & Sons, ed.
- Hurt, E., and D.M. Barbano. 2010. Processing factors that influence casein and serum protein separation by microfiltration. *J. Dairy Sci.* 93:4928–4941. doi:10.3168/jds.2010-3121.
- Jimenez-Lopez, A.J.E., N. Leconte, O. Dehainault, C. Geneste, L. Fromont, and G. Gésan-Guiziou. 2008a. Role of milk constituents on critical conditions and deposit structure in skimmilk microfiltration (0.1 ??m). *Sep. Purif. Technol.* 61:33–43. doi:10.1016/j.seppur.2007.09.023.
- Jimenez-Lopez, a. J.E., N. Leconte, O. Dehainault, C. Geneste, L. Fromont, and G. Gésan-Guiziou. 2008b. Role of milk constituents on critical conditions and deposit structure in skimmilk microfiltration (0.1 µm). *Sep. Purif. Technol.* 61:33–43. doi:10.1016/j.seppur.2007.09.023.
- Jirjis, B.F., and S. Luque. 2010. *Practical Aspects of Membrane System Design in Food and Bioprocessing Applications*. First Edit. Elsevier Ltd.
- Johnson, J.E. 2013. Design and construction of commercial spiral wound modules. *Enycl. Membr. Sci. Technol.*
- Jolliet, O., M. Saadé, P. Crettaz, and S. Shaked. 2010. *Analyse Du Cycle de Vie : Comprendre et Réaliser Un Écobilan*. 2ième édit. PPUR, ed.
- Karasu, K., N. Glennon, N.D. Lawrence, and Stevens. 2010. Cross flow microfiltration has been applied to three major applications in the dairy industry; the separation of bacteria and somatic cells from milk/whey, fat separation including the defatting of whey and globular milk fat removal and the fractionation . *Int. J. Dairy Technol.* 63:284–289.
- Kim, D., G. Thoma, D. Nutter, F. Milani, R. Ulrich, and G. Norris. 2013. Life cycle assessment of cheese and whey production in the usa. *Int. J. Life Cycle Assess.* 18:1019–1035. doi:10.1007/s11367-013-0553-9.
- Lapointe-Vignola, C. 2002. *Science et Technologie Du Lait*. P. internationales Polytechnique, ed. Montréal.
- LaRoche, R. 2015. *Efficacité énergétique en fromagerie*. Montréal.
- Lawrence, N.D., S.E. Kentish, A.J. O'Connor, A.R. Barber, and G.W. Stevens. 2008a. Microfiltration of skim milk using polymeric membranes for casein concentrate manufacture. *Sep. Purif. Technol.* 60:237–244. doi:10.1016/j.seppur.2007.08.016.
- Lawrence, N.D., S.E. Kentish, a. J. O'Connor, a. R. Barber, and G.W. Stevens. 2008b. Microfiltration of skim milk using polymeric membranes for casein concentrate manufacture. *Sep. Purif. Technol.* 60:237–244. doi:10.1016/j.seppur.2007.08.016.
- Li, H., and V. Chen. 2010. *Membrane Fouling and Cleaning in Food and Bioprocessing*. First Edit. Elsevier Ltd.
- Li, Y.L., K.L. Tung, M.Y. Lu, and S.H. Huang. 2009. Mitigating the curvature effect of the spacer-filled channel

- in a spiral-wound membrane module. *J. Memb. Sci.* 329:106–118. doi:10.1016/j.memsci.2008.12.026.
- Marcelo, P.A., and S.S. H. Rizvi. 2009. *Applications of membrane technology in the dairy industry*. CRC Press, New York.
- Maubois, J.L., G. Mocquot, J.L. Thapon, M.-C. Humilier, A. Chopin, H. Gouedranche, C. Dupas, E. Blanc-Patin, M. Piot, and J. Fauquant. 1971. Préparation de fromage à partir de “pré-fromage liquide” obtenu par ultrafiltration du lait. *Lait*. 51:495–533.
- Méthot-Hains, S. 2016. Caractérisation de l’impact des conditions opératoires sur l’efficacité d’un procédé de concentration du lait par ultrafiltration. Université Laval.
- Méthot-Hains, S., S. Benoit, C. Bouchard, L. Bazinet, and Y. Pouliot. 2016. Effect of transmembrane pressure control on energy efficiency during skim milk concentration by ultrafiltration at 10 and 50 ° c. 1–10.
- Mistry, V. V., and J.-L. Maubois. 2004. *Application of Membrane Separation Technology to Cheese Production*.
- Mulder. 1996. *Basic Principles of Membrane Technology*. Kluwer Academic Publishers, Netherlands.
- Nelson, B.K., and D.M. Barbano. 2005a. A microfiltration process to maximize removal of serum proteins from skim milk before cheese making. *J. Dairy Sci.* 88:1891–1900. doi:10.3168/jds.S0022-0302(05)72865-4.
- Nelson, B.K., and D.M. Barbano. 2005b. A microfiltration process to maximize removal of serum proteins from skim milk before cheese making.. *J. Dairy Sci.* 88:1891–1900. doi:10.3168/jds.S0022-0302(05)72865-4.
- Papadatos, A., M. Neocleous, A.M. Berger, and D.M. Barbano. 2003. Economic feasibility evaluation of microfiltration of milk prior to cheesemaking. 1564–1577.
- Pierre, A., J. Fauquant, Y. Le Graet, M. Piot, and J.L. Maubois. 1992. Préparation de phosphocasinates natif par microfiltration sur membrane. *Lait*. 72:461–474.
- Pouliot, Y. 2008. Membrane processes in dairy technology-from a simple idea to worldwide panacea. *Int. Dairy J.* 18:735–740. doi:10.1016/j.idairyj.2008.03.005.
- Prasad, P., R. Pagan, M. Kauter, N. Price, W. Street, N. Sydney, and P. Crittenden. 2014. *Eco-efficiency for the dairy processing industry*. Queensland.
- Saboya, L. V., and J.-L. Maubois. 2000. Current developments of microfiltration technology in the dairy industry. *Lait*. 80:541–553. doi:10.5360/membrane.29.328.
- Samuelsson, G., P. Dejmek, G. Trägårdh, and M. Paulsson. 1997. Minimizing whey protein retention in cross-flow microfiltration of skim milk. *Int. Dairy J.* 7:237–242. doi:10.1016/S0958-6946(97)00009-5.
- Schock, G., and A. Miquel. 1987. Mass transfer and pressure loss in spiral wound modules. *Desalination*. 64:339–352.
- Schuck, P., M. Piot, S. Méjean, Y. Le Graet, J. Fauquant, G. Brulé, and J.-L. Maubois. 1994. Déshydratation des laits enrichis en caséine micellaire par microfiltration, comparaison des propriétés des poudres obtenues avec celles d’une poudre de lait ultra-propre. *Lait*. 74:47–63.
- Singh, M. 2007. *Analyzing the effect of cross flow velocity, uniform trans membrane pressure and*. Cornell University.
- St-Gelais, D., and L. Savoie. 1993. Coagulation of milk enriched with low mineral retentate powders. *Milchwissenschaft*. 48:603–606.
- Terlet, X. 2014. *Les grandes tendances de l’innovation alimentaires dans le monde et les particularités nord-américaines*.
- Tetra Pak. 2015. *Cleaning in Place, A Guide to Cleaning Technology in the Food Processing Industry*.
- Tong, P.S., D.M. Barbano, and M.A. Rudan. 1988. Characterization of proteinaceous membrane foulants and flux decline during the early stages of whole milk ultrafiltration. *J. Dairy Sci.* 71:604–612.
- Tremblay-Marchand, D. 2016. Évaluation de l’impact de différents paramètres opératoires sur la performance de la membrane céramique à gradient de perméabilité pour la séparation des protéines sériques du lait par microfiltration. Université Laval.
- Tremblay-Marchand, D., A. Doyen, M. Britten, and Y. Pouliot. 2016. A process efficiency assessment of serum protein removal from milk using ceramic graded permeability microfiltration membrane.. *J. Dairy Sci.* 1–14. doi:10.3168/jds.2016-10914.
- Vétier, C., M. Bennasar, and B. Tarodo de la Fuente. 1988. Study of fouling of a mineral microfiltration membrane using scanning electron microscopy and physicochemical analyses in the processing of milk. *J. Dairy Resources*. 55:381–400.

- Vuillemand, J.C. 2013. La fabrication fromagère. Département des sciences des aliments et de nutrition, Québec.
- Vyas, H.K., R.J. Bennett, and A.D. Marshall. 2000. Influence of feed properties on membrane fouling in crossflow microfiltration of particulate suspensions. *Int. Dairy J.* 10:855–861.
- Webb, B.H., and A.H. Johnson. 1974. *Fundamentals of Dairy Chemistry*. Second Edi. Avi Publishing Co Inc.
- de Wit, J.N. 2001. *From milk to whey*. First Edit. European Whey Products Association, Brussels.
- Wu, Y., A. Ahmed, R. Waghmare, and D. Kahn. 2006. Cleaning polyethersulfone membranes after ultrafiltration-diafiltration in monoclonal antibody production. *BioPharm Int.* 19:67–74.
- Zulewska, J., and D.M. Barbano. 2013. Influence of casein on flux and passage of serum proteins during microfiltration using polymeric spiral-wound membranes at 50°C. *J. Dairy Sci.* 96:2048–60. doi:10.3168/jds.2012-6032.
- Zulewska, J., M. Newbold, and D.M. Barbano. 2009. Efficiency of serum protein removal from skim milk with ceramic and polymeric membranes at 50 degrees C. *J. Dairy Sci.* 92:1361–1377. doi:10.3168/jds.2008-1757.