



HAL
open science

Séparation des lipides par microfiltration sur membranes minérales

O. Surel, Marie-Hélène Famelart

► **To cite this version:**

O. Surel, Marie-Hélène Famelart. Séparation des lipides par microfiltration sur membranes minérales. Industries Alimentaires et Agricoles, 1998, 115 (mai), pp.20-24. hal-02694272

HAL Id: hal-02694272

<https://hal.inrae.fr/hal-02694272v1>

Submitted on 1 Jun 2020

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

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

SÉPARATION DES LIPIDES PAR MICROFILTRATION SUR MEMBRANES MINÉRALES

par Olivier SUREL* et Marie-Hélène FAMELART**

RÉSUMÉ

Les membranes de microfiltration en céramique Membralox ont été testées pour la séparation des lipides. Les différents états physiques des lipides étaient étudiés : sous forme d'émulsion dans des produits laitiers classiques, sous forme soluble dans un perméat synthétique enrichi en acides gras courts, ou sous forme micellaire dans une microémulsion de carboxylates de sodium. Les résultats ont montré qu'en première approximation, la taille des particules ou des solutés expliquait les taux de rejet des lipides dans les produits traités. Cependant, les interactions pouvant intervenir entre les lipides et les membranes, ou entre les minéraux et les membranes conduisent au colmatage des membranes et à des taux de rejets supérieurs à ce que l'exclusion stérique laisse prévoir.

Mots clés : Membrane céramique, Colmatage, Adsorption, Acides gras, Détergent, Lait, Lactosérum, Babeurre

Summary

SEPARATION OF LIPIDS THROUGH CROSS - FLOW MICROFILTRATION

Membralox microfiltration membranes have been used to achieve lipid separation in different solutions. The products filtered were chosen to investigate the different physical states of lipids in food products : dairy emulsions were used to separate lipids as particles, short chain fatty acids were added to a synthetic ultrafiltrate to separate lipids as soluble molecules, and sodium carboxylates were chosen to separate micelles.

The results showed that a size exclusion mechanism was involved in particles separation, especially in dairy products. There was a strong correlation between lipid and protein retention, due to their close particle sizes. Rejection of sodium carboxylates were strongly correlated to their ability to micellize. Their rejection was also due to their adsorption onto the membranes. Regarding short chain fatty acids dissolved in a synthetic ultrafiltrate, they were poorly rejected, whereas fouling was attributed to the precipitation of minerals into the pores.

Key - words : Ceramic membranes, Fouling, Adsorption, Fatty acids, Detergency, Milk, Whey, Buttermilk.

* Ecole Supérieure d'Agriculture de Purpan, 75 voie du TOEC, 31076 Toulouse cedex

** INRA, Laboratoire de Recherche de Technologie Laitière, 65 rue de St Brieuc, 35042 Rennes cedex

Manuscrit reçu le 04/12/97 - accepté le 30/04/98

1. INTRODUCTION

La microfiltration tangentielle fait partie des procédés à membranes utilisés en séparation liquide, pour lesquels le transfert de matière est assuré par un gradient de pression. On la définit habituellement grâce au diamètre des particules contenues dans le fluide à traiter (Belfort *et al.*, 1994), ou le diamètre des pores des membranes utilisées. Une meilleure définition est basée sur le type de séparation à réaliser, la microfiltration réalisant la séparation entre des particules et des solutés par opposition à l'ultrafiltration et à la nanofiltration séparant des solutés entre eux. Enfin, les conditions opératoires utilisées (vitesse de circulation tangentielle, pressions appliquées) diffèrent entre la microfiltration et ces deux autres techniques (Belfort *et al.*, 1994).

Les utilisations potentielles de la microfiltration sont nombreuses : industrie chimique, agro-industrie, biotechnologie (Gekas & Hallström, 1990 ; Belfort *et al.*, 1994). Dans l'industrie alimentaire, ses applications peuvent aller du fractionnement des composants du lait, à la clarification des jus de fruits ou de la bière. Cependant, cette technique ne connaît pas à ce jour le même succès que l'ultrafiltration ou l'osmose inverse. Ceci reste vrai en particulier dans la filière laitière où ces deux dernières techniques connaissent un développement bien plus important que la microfiltration.

Parmi les nouvelles applications des techniques de séparation sur membranes, la séparation des lipides est de plus en plus étudiée. Des études ont montré la faisabilité de l'ultrafiltration d'émulsions qui permet des économies d'énergie, une diminution de la pollution, ou la déminéralisation des huiles (Bhave & Fleming, 1987 ; Keurentjes *et al.*, 1990 ; Koseoglu & Engelgau, 1990 ; Pioch & Larguèze, 1995 ; Elmaleh & Ghaffor, 1996). Le fractionnement de la matière grasse en milieu hydrophobe semble également possible (Fanni *et al.*, 1996). La filtration de microémulsions peut permettre de dépolluer les eaux et les effluents (Morel *et al.*, 1991) ou de recycler des solutions de nettoyage (Mawson, 1997). Dans le secteur laitier, l'écémage par microfiltration a déjà été envisagé (Piot *et al.*, 1987), mais il semble qu'une autre application prometteuse concerne la séparation de la matière grasse laitière présente en faible quantité dans différents produits laitiers (Maubois, 1989). La filtration sur membrane permet en effet de séparer les lipides de manière plus poussée que la centrifugation, mais peu de résultats sont actuellement disponibles.

Les lipides regroupent un nombre de constituants très variés ayant des comportements physicochimiques différents. Les lipides apolaires, au contact de solutions aqueuses dans les aliments, sont sous forme d'émulsions plus ou moins stables, ayant des tailles de gouttelettes variables, et pouvant donc être assimilées à des particules. Ces particules présentent cependant une originalité, car elles sont déformables si la matière grasse

se trouve sous forme liquide, ou indéformables si les lipides sont cristallisés. Les lipides peuvent également être des solutés. C'est le cas des acides gras courts qui sont solubles dans l'eau. Enfin, les lipides qui possèdent à la fois une partie hydrophile et une partie hydrophobe, ont la propriété de s'associer en micelles en solutions aqueuses. Les micelles sont des associations de molécules amphiphiles dont les parties polaires sont orientées vers la phase aqueuse et les parties apolaires sont rassemblées les unes vers les autres. On parle alors de microémulsion.

L'objectif de cet article est de présenter une synthèse des travaux réalisés lors d'une étude faisant un état des problèmes posés par la séparation des lipides par microfiltration tangentielle. L'étude a été réalisée sur des produits laitiers et des produits modèles de manière à envisager l'ensemble des états physiques des lipides dans l'eau et en solution aqueuse.

Pour caractériser les membranes dans ce type d'application, l'étude des conditions opératoires de filtration (vitesse tangentielle, utilisation du décolmatage à contre-courant) a été réalisée. Pour caractériser les mécanismes de transferts, le comportement physicochimique des produits a été étudié. Seuls ces derniers résultats sont présentés ici.

2. MATÉRIEL ET MÉTHODES

Le pilote utilisé dans les essais était un système multitubes (Surel & Famelart, 1994) qui comportait une boucle de filtration divisée en deux branches parallèles, chacune avec un ou deux modules en série. Le pilote pouvait donc opérer avec deux ou quatre membranes. Chaque module était relié à un décolmatage (SCT, France), qui permettait de renvoyer 3 ml de filtrat toutes les deux minutes dans le rétentat afin de limiter le dépôt formé sur la membrane.

La boucle de filtration fonctionnait en batch à facteur de concentration constant (étude modèle sur les acides gras courts et les savons), ou variable (étude sur les produits laitiers). La vitesse tangentielle de filtration était de 2 ou de 6 m.s⁻¹, la pression transmembranaire moyenne était de 0,7 ou de 1 bar.

Les membranes étaient des monotubes T1-70 Membralox (SCT, France). Leur surface filtrante était de 50 cm². Les membranes de diamètre de pores 0,2-0,5-0,8 et 1,4 µm étaient en alumine alpha (membrane standard, A) ou en alumine alpha associée à d'autres oxydes métalliques (membranes AA, AB, AC). Les membranes de 0,1 µm (100 nm) avaient un support en alumine alpha et une couche filtrante en zircon (membrane standard, Z) ou en zircon associé à un autre oxyde métallique (membrane 100 nm ZA).

Les produits laitiers microfiltrés étaient du lait écrémé pasteurisé (Bridel, France), du lactosérum doux (Lactobretagne, France), et du babeurre (CAR, France). Tous les produits étaient microfiltrés sur une membrane de 1,4 µm (pilote Bactocatch MFS1, Tetra Laval, Suède) pour éliminer les bactéries présentes (Trouvé *et al.* 1991). Les produits étaient stockés une nuit à 4°C en présence d'acide de sodium (0,2 g.l⁻¹) (Surel & Famelart, 1995).

Les fluides modèles étaient d'une part une solution d'acides gras courts dissous dans un ultrafiltrat synthétique (Surel & Famelart, 1998), et d'autre part une microémulsion de savons de sodium (Surel & Famelart, 1994).

La première solution modèle était préparée par dissolution d'acides gras courts (acétique C2, propionique C3, butyrique C4, caproïque C6 et caprylique C8), tous à la concentration de 0,5 g.l⁻¹, dans un ultrafiltrat synthétique (Daufin *et al.*, 1987) reproduisant la composition de la phase soluble non protéique du lait. Le deuxième fluide modèle était préparé par mélange d'acides gras moyens et longs (laurique C12:0, palmitique C16:0, stéarique C18:0, et oléique C18:1) à de l'eau à 65°C puis neutralisation avec de la soude 10 N. Les concentrations finales en savons de sodium étaient de 2,5 mM pour le laurate, 1,8 mM pour le palmitate, 1,3 mM pour le stéarate, et 1,6 mM pour l'oléate.

La rétention expérimentale des lipides et des protéines R (exprimée en %) était calculée grâce à la relation :

$$R = \left(1 - \frac{C_p}{C_f} \right) \cdot 100$$

R est le taux de rétention en %. Cr est la concentration en lipides dans le rétentat, et Cp dans le perméat. Le dosage des lipides des produits laitiers était réalisé par la méthode de Wolff et Castera - Rossignol (1987), alors que les acides gras et les savons étaient extraits et dosés par CPG (Surel & Famelart, 1994, 1997). Les matières azotées totales (M.A.T.) étaient analysées par la méthode Kjeldahl en multipliant le résultat obtenu par 6,38. La teneur en protéines solubles était obtenue par différence entre les teneurs en azote non caséinique (NCN) et en azote non protéique (NPN) selon Aschaffenburg & Drewry (1959).

Le colmatage des membranes était estimé à partir de la formule suivante :

$$\frac{R_f}{R_m} = \frac{J_0}{J_t} - 1$$

R_f est la résistance hydraulique de la membrane colmatée au cours de la manipulation et R_m la résistance hydraulique de la membrane propre (en m⁻¹). J₀ est le flux à l'eau obtenu avec la membrane propre et J_t le flux à chaque instant de la manipulation (J₀ et J_t sont exprimés en l.h⁻¹.m²). Cette équation est obtenue à partir de la loi de Darcy appliquée sur l'eau et le produit filtré pour des pressions transmembranaires identiques et des viscosités du filtrat proches.

La modélisation des flux et des résistances hydrauliques utilisait un modèle de colmatage par convection (Coulson & Richardson, 1967), et un modèle par adsorption (Aimar *et al.*, 1986) comme proposé par Taddei *et al.* (1989) et Aimar *et al.* (1988).

Mesure de la taille des particules

Les mesures de la taille des particules du babeurre non microfiltré sur 1,4 µm, ont été réalisées par spectroscopie de corrélation de photons avec un appareil N4MD (Coultronics, USA), avec un angle incident de 90°. Les échantillons étaient dilués avec de l'eau MilliQ (Millipore, France). La population était supposée unimodale.

La taille des particules était utilisée dans l'équation de Ferry (1936) pour obtenir la rétention R théorique:

$$R = [1 - (1 - \lambda)^2]^2$$

λ est égal à a/d ; a étant le diamètre moyen des particules, et d étant le diamètre moyen des pores des membranes.

3. RÉSULTATS ET DISCUSSION

3.1. Microfiltration de produits laitiers

La rétention des lipides augmentait lorsque le diamètre de pores des membranes diminuait (figure 1), ce qui suggère un mécanisme de type exclusion stérique. Les rétentions des lipides avaient des valeurs proches pour des valeurs de diamètres de pores extrêmes (0,2 ou 1,4 µm). Pour des diamètres de pores intermédiaires (0,5 et 0,8 µm) les rétentions étaient très variables d'un produit à l'autre.

Le deuxième résultat essentiel est le couplage qui existait entre la rétention des lipides et celle des protéines (figure 2). La rétention des protéines est compréhensible avec des produits tels que le babeurre ou le lait écrémé qui contiennent des particules de caséines, mais plus étonnante pour le lactosérum. Cependant, la rétention des protéines solubles était moins importante que celle des caséines. Cette rétention était probablement due au colmatage des membranes par des lipides, des phospholipides, des protéines solubles, et des minéraux (Gézan *et al.*, 1993). En fait l'existence de ce couplage rend difficile la séparation sélective des lipides dans les produits laitiers. Seul le lactosérum avec des traitements préalables peut, éventuellement, conduire à un filtrat délipidé après microfiltration (Pierre *et al.*, 1992).

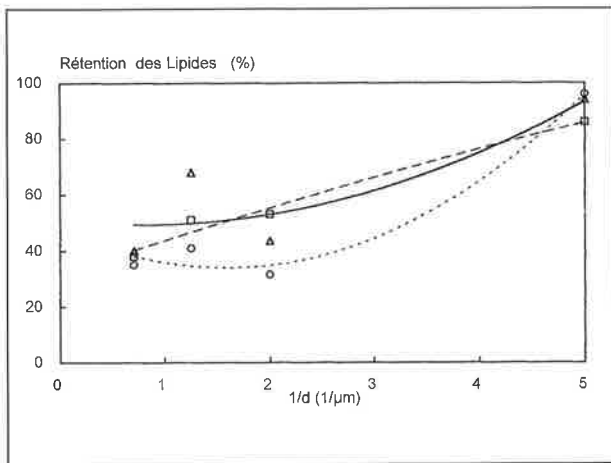


Figure 1 : Evolution de la rétention des lipides en fonction de l'inverse du diamètre des pores des membranes pour le babeurre (Δ), le lactosérum (□), et le lait écrémé (○)

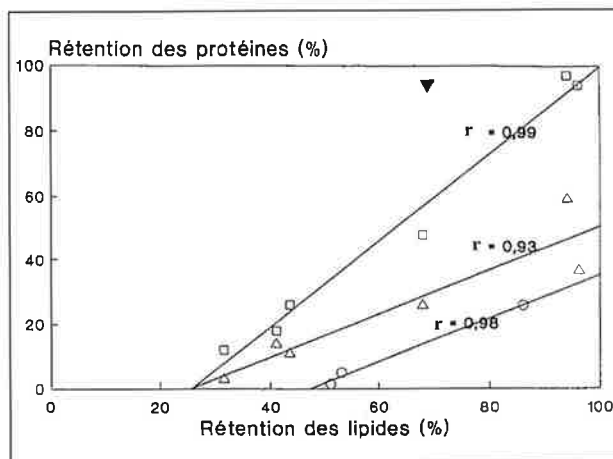


Figure 2 : Corrélation entre la rétention des différentes protéines et la rétention des lipides dans les trois produits laitiers. (□) : caséines (a=1,29; b= -31,61); (Δ) : protéines solubles dans le babeurre et le lait écrémé (a=0,66; b= -16,47); (○) : protéines solubles dans le lactosérum (a=0,65; b= -30); (▽) : protéines solubles dans le lactosérum sur la membrane 100 nm Z. r désigne le coefficient de corrélation, a le coefficient directeur, et b l'ordonnée à l'origine de la droite.

Pour confirmer, sur le babeurre, l'existence de particules lipidiques et protéiques ayant une taille du même ordre de grandeur, nous avons appliqué la loi de Ferry (1936) (Tableau 1), en considérant que le diamètre moyen des particules observé sur un babeurre non microfiltré sur 1,4 μm (α=221 nm) était celui des caséines, compte tenu de leur abondance dans le produit. Cette taille de particules devrait conduire à des rétentions de l'ordre

Tableau 1: calcul du diamètre moyen des pores des membranes colmatées et des particules de lipides

	0,5 μm A	0,8 μm A
R cas. th. (%)	47	23
R cas. réel (%)	78	45
R lipides (%)	72	57
d (nm)	336	510
α (nm)	205	262

R cas. th. : taux de rétention théorique des caséines
 R cas. réel : taux de rétention des caséines observé expérimentalement
 R lipides : taux de rétention des lipides observé expérimentalement
 d : diamètre moyen des pores des membranes colmatées
 α : diamètre moyen des particules de lipides

de 23 ou 47 % selon le type de membrane utilisée. Le babeurre non microfiltré sur 1,4 μm a ensuite été filtré sur des membranes de 0,5 et 0,8 μm. La rétention des caséines observée était plus élevée que celle calculée, probablement à cause du colmatage des membranes, qui peut être assimilé à une réduction de la taille de pores. En poursuivant le calcul à l'aide de la loi de Ferry, la taille théorique des particules lipidiques du babeurre serait alors de 200 - 250 nm. Ceci explique la difficulté de séparer des particules de caséines et de lipides, dont la taille est proche. Ces résultats étaient cohérents avec ceux de Mulder (1947) qui a montré que les lipides du babeurre sont présents sous forme de microparticules inférieures à 0,3 μm.

Cette première partie des travaux a permis de montrer que les lipides dispersés sous forme de globules dans une phase aqueuse se comportent comme des particules, ce qui permet d'expliquer leur rétention par l'exclusion stérique.

3.2 Microfiltration de solutions d'acides gras courts

La microfiltration d'un ultrafiltrat synthétique dans lequel étaient dissous des acides gras courts sur des membranes de 100 nm et 0,2 μm montrait de faibles rétentions. Ainsi, si l'on compare les concentrations des acides gras courts dans le rétentat et le perméat (Tableau 2), seuls le C6 et le C8 semblaient retenus sur les membranes de 100 nm (R = 8-10 %). Ces faibles rétentions peuvent s'expliquer par le faible poids moléculaire de

Tableau 2 : Concentration moyenne (en g.l⁻¹) des acides gras courts, dans le perméat des différentes membranes

Membranes	Acide Gras				
	C2	C3	C4	C6	C8
<u>100 nm</u>					
A	0,50(0,035)	0,49(0,022)	0,47(0,001)	0,46*(0,005)	0,48*(0,001)
AA	0,51(0,013)	0,50(0,081)	0,47(0,001)	0,45*(0,015)	0,48*(0,014)
<u>0,2 μm</u>					
A	0,56(0,034)	0,61(0,026)	0,57(0,019)	0,56*(0,001)	0,49(0,016)
AA	0,54(0,043)	0,61(0,024)	0,57(0,015)	0,53(0,050)	0,48(0,014)
AB	0,55(0,033)	0,62(0,036)	0,58(0,021)	0,57*(0,013)	0,49(0,032)
AC	0,55(0,029)	0,61(0,024)	0,57(0,017)	0,57*(0,006)	0,49(0,019)

Les chiffres sont des moyennes de 4 déterminations à 0, 60, 120, et 180 min. Les chiffres entre parenthèses représentent l'écart type.

* signale les valeurs significativement différentes de la concentration de la solution initiale (P=0,01), selon le test de Student. Les concentrations initiales étaient C2 0,45(0,046), C3 0,48(0,025), C4 0,48(0,005), C6 0,49(0,005), C8 0,51(0,01) pour les membranes 100 nm, et C2 0,54(0,056), C3 0,61(0,031), C4 0,57(0,005), C6 0,53(0,005), C8 0,46(0,01) pour les membranes 0,2 μm.

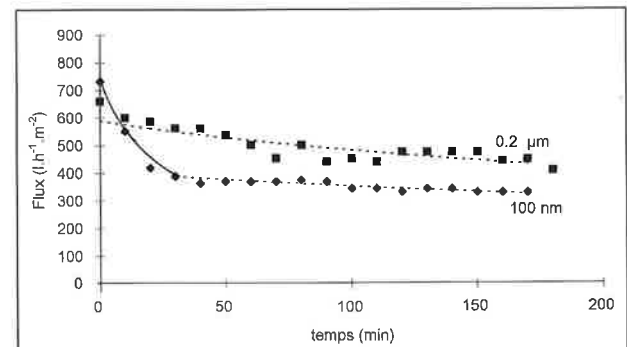


Figure 3 : Evolution du flux en fonction du temps pour les membranes 100 nm Z et 0,2 μm A (SCT) lors de la microfiltration d'un ultrafiltrat synthétique. Ligne continue : colmatage par adsorption. Ligne discontinue : colmatage par convection

ces acides et leur bonne solubilité à pH 6,6. Les éléments colmatants sont les minéraux présents dans la solution d'ultrafiltrat synthétique, et particulièrement le phosphate qui peut, d'une part, s'adsorber à la surface de la membrane (Cheryan & Merin, 1981; Daufin *et al.*, 1991; Noordman *et al.*, 1995) et, d'autre part, précipiter et se déposer dans les pores de la membrane, associé au calcium (Hickey *et al.*, 1980; Taddei *et al.*, 1986). Nos résultats de modélisation confirment ces hypothèses puisque nous avons mis en évidence une part du colmatage due à l'adsorption et une autre due au dépôt de particules par convection (figure 3).

3.3. Microfiltration de solutions de carboxylates

La figure 4 présente les résultats typiques obtenus lors de cette troisième partie des travaux. Les savons de C16:0, C18:0 et C18:1 présentaient des rétentions élevées (R compris entre 75 et 85 %) alors que la rétention du C12:0 restait faible (R compris entre 15 et 20 %). Ces résultats ont pu être mis en relation avec la présence ou non de ces savons sous forme micellaire. Les mesures de concentration micellaire critique (CMC) réalisées au laboratoire (Surel & Famelart, 1994) ont en effet montré que, parmi les quatre carboxylates, seul le laurate n'était pas micellisé. Les rétentions élevées semblaient donc liées à la capacité des savons à micelliser. Cependant les phénomènes d'exclusion stérique n'expliquaient pas à eux seuls les résultats. En effet, d'une part le laurate est partiellement retenu, et d'autre part les micelles étant réputées pour avoir des tailles de l'ordre de 20-25 nm (Jonsson & Jonsson, 1991) les rétentions théoriques devraient être de 20 à 30 % selon la loi de Ferry. Par conséquent, d'autres mécanismes sont envisagés. Le premier tient compte du fait que, en accord avec le modèle du film, il y a toujours une surconcentration en espèces solubles au voisinage de la membrane (Clifton *et al.* 1984). Dans le cas des tensio-actifs, il a été montré qu'à forte concentration les molécules adoptent des structures organisées de type cylindrique ou lamellaire (Lachamps & Perron, 1953). Lors de la formation de telles structures, le colmatage de la membrane s'en trouverait modifié, d'où la formation d'une surface filtrante artificielle qui retiendrait les micelles. La deuxième explication repose sur la mise en évidence de phénomènes d'adsorption (Surel & Famelart, 1992). Les savons ayant la capacité de se fixer sur les membranes, ils diminueraient la taille des pores et donc permettraient de retenir les micelles.

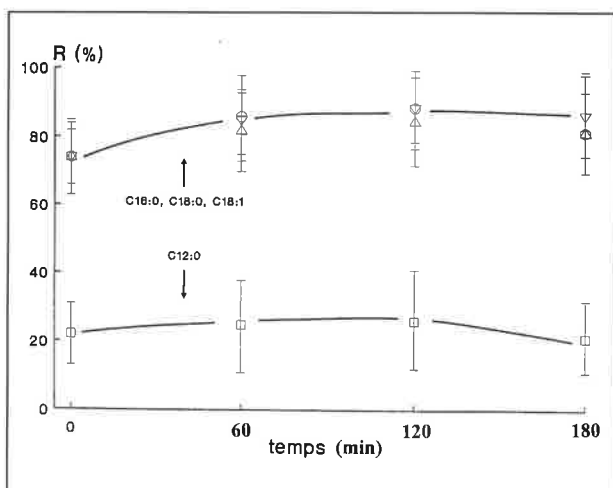


Figure 4 : Evolution moyenne au cours du temps des taux de rétention R obtenus avec la membrane 100 nm Z. Les barres représentent l'intervalle de confiance.

Cette dernière hypothèse est confirmée par la modélisation de la résistance hydraulique des membrane au cours de la filtration qui suit un modèle de type adsorption (Aimar *et al.*, 1986) (figure 5). De plus, l'utilisation du décolmatage à contre courant conduit à une diminution de la rétention des savons micellisés (figure 5)

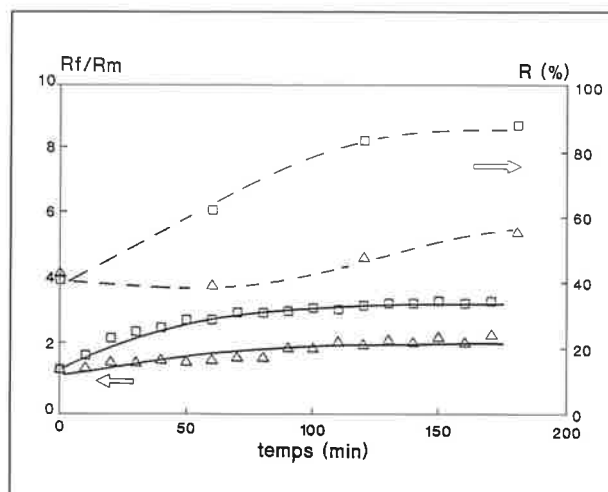


Figure 5 : Evolution du rapport des résistances normées du colmatage total (R_f/R_m , trait continu) et du taux de rétention (R , trait discontinu) des savons micellisés, sur la membrane 100 nm Z à la vitesse tangentielle de 2 m.s^{-1} sans (\square) ou avec (Δ) décolmatage à contre-courant.

4. CONCLUSION

L'ensemble des travaux réalisés a permis de comprendre en partie les phénomènes impliqués lors de la filtration de fluides aqueux contenant des lipides dans différents états physiques. Lorsque les lipides sont présents sous forme de gouttelettes ou de globules comme dans les produits laitiers, ou lorsqu'ils le sont sous forme de molécules solubles comme dans le cas des acides gras courts, l'exclusion stérique semble gouverner la séparation. En effet les molécules de petite taille ne sont pas retenues par les membranes alors que les particules le sont. Lorsque les molécules de types lipidiques sont sous forme de tensio-actifs amphiphiles, il semble que les interactions molécules-molécules et molécules-matériau membranaire jouent un rôle prépondérant dans la séparation. Les résultats obtenus lors de ces travaux ne portent que sur un type de tensio-actif. Des travaux similaires pourraient être conduits sur des tensio-actifs cationiques ou neutres pour vérifier l'importance du phénomène de micellisation pour la rétention par les membranes. Enfin, selon le type de membranes utilisées, les performances (flux, rétentions) peuvent être modifiées.

REMERCIEMENTS

Les auteurs remercient la Société des Céramiques Techniques et le Ministère de la Recherche et de la Technologie pour leur contribution financière.

BIBLIOGRAPHIE

- AIMAR P., BAKLOUTI S. et SANCHEZ V. (1986). Membrane solute interactions : influence on pure solvents transfer during ultrafiltration. *J. Membrane Sci.*, **29**, 207-224.
- AIMAR P., TADDEI C., LAFAILLE J.-P. et SANCHEZ V. (1988). Mass transfer limitations during ultrafiltration of cheese whey with inorganic membranes. *J. Membrane Sci.*, **38**, 203-221.
- ASCHAFENBURG R. et DREWRY J. (1959). New procedure for the determinations of the various non casein proteins of milk. *Int. Dairy Congr.*, London, **3**, 1631-1637
- BELFORT G., DAVIS R.H. et ZYDNEY A.L. (1994). The behavior of suspensions and macromolecular solutions in crossflow microfiltration. *J. Membrane Sci.*, **96**, 1-58.

- BHAVE R.R. et FLEMING H.L. (1987). Removal of oily contaminants in wastewater with microporous alumina membranes. Membrane material and processes. AIChE. symposium series, **261**, 19-27.
- CHERYAN M. et MERIN U. (1981). The effect of protein-mineral-membrane interactions on the fouling of ultrafiltration membrane. Dans : fouling and cleaning in food processing. B. Hallström, D.B. Lund, G. Tragardh eds., Lund Univ. Press., Sweden, 204-214.
- CLIFTON M.J., ABIDINE N., APTEL P. et SANCHEZ V. (1984). Growth of the polarization layer in ultrafiltration with hollow fiber membranes. J. Membr. Sci., **21**, 233-240.
- COULSON J.M. et RICHARDSON J.F. (1967). Chemical Engineering, Pergamon Press, Vol. 2, 7^e ed., Oxford.
- DAUFIN G., LABBE J.-P., QUEMERAIS A., BRULE G., MICHEL F., ROIGNANT M. et PRIOL M. (1987). Fouling of a heat exchanged surface by whey, milk and model fluids. An analytical study. Lait, **67**, 339-364.
- DAUFIN G., LABBE J.-P., QUEMERAIS A. et MICHEL F. (1991). Fouling of an inorganic membrane during ultrafiltration of defatted whey protein concentrates. Neth. Milk Dairy J., **45**, 259-272.
- ELMALEH S. et GHAFOR N. (1996). Upgrading of oil refinery effluents by cross-flow ultrafiltration. Water Sci. Technol. **34**, 231-238.
- FANNI J., BORNAZ S., DIAGANA Y. et PARMENTIER M. (1996). Physical treatments affecting the solid fat content of butter fat : thermal treatment of cream and membrane partition of butter oil. J. Dairy Sci., **79**, 1460-1466.
- FERRY J.D. (1936). Ultrafilter membranes and ultrafiltration. Chem. Rev., **18**, 373-455.
- GEKAS V. et HALLSTRÖM B. (1990). Microfiltration membranes, crossflow transport mechanisms and fouling studies. Desalination, **77**, 195-218.
- GESAN G., DAUFIN G., MERIN U., LABBE J.-P. et QUEMERAIS A. (1993). Fouling during constant flux crossflow microfiltration of pretreated whey. Influence of transmembrane pressure gradient. J. Membrane Sci., **80**, 131-145.
- HICKEY M.W., HILL R.D. et SMITH B.R. (1980). Investigations into the ultrafiltration and reverse osmosis of wheys. 1- The effects of certain pretreatments. New Zeal. J. Dairy Sci. Technol., **15**, 109-121.
- JONSSON A.S. et JONSSON B. (1991). The influence of nonionic surfactants on hydrophobic and hydrophilic ultrafiltration membranes. J. Membrane Sci., **56**, 49-76.
- KEURENTJES J.T.F., BOSKLOPPER T.G.J., VAN DORP L.J. et VAN'T RIET K. (1990). The removal of metals from edible oil by a membrane extraction procedure. J. Am. Oil Chem. Soc., **67**, 28-32.
- KOSEOGLU S.S. et ENGELGAU D.E. (1990). Membrane applications and research in the edible oil industry: an assessment. J. Am. Oil Chem. Soc., **67**, 239-249.
- LACHAMPS F. et PERRON R. (1953). Savons et produits similaires. Dans Traité de chimie organique. vol. XXII, Grignard V., Dupont G, Locquin R. ed., Masson, Paris, **90**, 833-847.
- MAUBOIS J.-L. (1989). Applications of membrane techniques in the dairy industry. Proposals for a new IDF group of experts. Bull. IDF, **244**, 26-29.
- MAWSON A.J. (1997). Regeneration of cleaning and processing solutions using membrane technologies. Trends Food Sci. Technol., **8**, 7-13.
- MOREL G., GRACIAA A. et LACHAISE J. (1991). Enhanced nitrate ultrafiltration by cationic surfactant. J. Membrane Sci., **56**, 1-12.
- MULDER H. (1947) Zuivelonderzek, Vol. 1, the Hague, Algemeine Nederlandsche Zuivelbond FNZ, cité par Mulder H., et Walstra P. (1974) The milk fat globule ; Emulsion science as applied to milk products and comparable foods. Centre for agricultural publishing and documentation, Wageningen, NL, p 60.
- NOORDMAN T.R., VONK P. et WESSELINGH J.A. (1995). Phosphate rejection by a ZrO₂ membrane. Dans : W.R Bowen, R.W. Field, J.R. Howell eds, Euromembrane 1995, University of Bath, UK, vol. 1, 190-192.
- PIERRE A., LEGRAET Y., FAUQUANT J., PIOT M., DURIER C. et KOBLINSKY A. (1992). Evaluation du rôle des facteurs physicochimiques dans la clarification du lactosérum. Lait, **72**, 405-420.
- PIOCH D. et LARGUEZE C. (1995). Les techniques membranaires en lipotechnie. OCL, **2**, 355-358.
- PIOT M., VACHOT J.C., VEAUX M., MAUBOIS J.L. et BRINKMAN G.E. (1987). Ecrémage et épuration bactérienne du lait entier cru par microfiltration sur membrane en flux tangentiel. Techn. Lait. Market., **1016**, 42-46.
- SUREL O. et M-H. FAMELART (1992). Adsorption of long chain carboxylates on membrane materials. Dans : Récents progrès en génie des procédés, Vol 6, N° 22, Membrane preparation, Fouling - emerging processes, P. Aimar et P. Aptel eds, Technique et Documentation Lavoisier, France, 323-328.
- SUREL O. et M-H. FAMELART (1994). Microfiltration of long chain carboxylates : relationship between rejection and micellization. Desalination, **95**, 11-25.
- SUREL O. et M-H. FAMELART (1995). Ability of ceramic membranes to reject lipids of dairy products. Australian J. Dairy Technol., **50**, 36-40.
- SUREL O. et M-H. FAMELART (1998). Fouling of ceramic membranes during microfiltration of model solutions. Bioseparation, sous presse.
- TADDEI C., AIMAR P., DAUFIN G. et SANCHEZ V. (1986). Etude du transfert de matière lors de l'ultrafiltration de lactosérum doux sur membrane minérale. Lait, **66**, 371-390.
- TADDEI C., DAUFIN G., AIMAR P. et SANCHEZ V. (1989). Role of some whey components on mass transfer in ultrafiltration. Biotechnol. Bioeng., **34**, 171-179.
- TROUVE E., MAUBOIS J.L., PIOT M., MADEC M.N., FAUQUANT J., ROUAULT A. TABARD J. et BRINKMAN G. (1991). Rétention de différentes espèces microbiennes lors de l'épuration du lait par microfiltration en flux tangentiel. Lait, **71**, 1-13.
- WOLFF R.L. et CASTERA-ROSSIGNOL A. (1987). Mise au point et évaluation d'une méthode d'extraction de la matière grasse de fromage de type emmental. Rev.Fr. Corps Gras, **34**, 123-132.

JUIN 1998

NUMÉRO SPÉCIAL AUTOMATION

*Constructeurs, fabricants, prestataires de service
soyez présents dans ce numéro*

Contactez : Bernadette Souchay ou Benoît de Lamotte
Tél. 01 30 91 05 52 – Fax 01 30 95 59 41