



**HAL**  
open science

# Etude et développement de l'optimisation multiobjectif de la microfiltration $0.1 \mu\text{m}$ de lait écrémé en intégrant la connaissance experte.

Maellis Belna

## ► To cite this version:

Maellis Belna. Etude et développement de l'optimisation multiobjectif de la microfiltration  $0.1 \mu\text{m}$  de lait écrémé en intégrant la connaissance experte.. Ingénierie des aliments. Institut Agro Rennes, 2020. Français. NNT: . tel-03276511

**HAL Id: tel-03276511**

**<https://hal.inrae.fr/tel-03276511>**

Submitted on 2 Jul 2021

**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.



Distributed under a Creative Commons Attribution - NonCommercial - NoDerivatives 4.0 International License

# THESE DE DOCTORAT DE

L'INSTITUT NATIONAL D'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR POUR L'AGRICULTURE, L'ALIMENTATION ET L'ENVIRONNEMENT  
ECOLE INTERNE AGROCAMPUS OUEST

ECOLE DOCTORALE N° 600  
*Ecole doctorale Ecologie, Géosciences, Agronomie et Alimentation*  
Spécialité : Génie des procédés agroalimentaires

Par

**Maëllis BELNA**

## **Etude et développement de l'optimisation multiobjectif de la microfiltration 0.1 $\mu\text{m}$ de lait écrémé en intégrant la connaissance experte**

Thèse présentée et soutenue à Rennes, le 30 Novembre 2020  
Unité de recherche : UMR 1253 Science et Technologie du Lait & de l'Oeuf  
Thèse N° : B-342 2020-21

### **Composition du Jury :**

Xavier GANDIBLEUX

Eric FAVRE

Catherine AZZARO-PANTEL

Romain JEANTET

Geneviève GESAN-GUIZIOU

Amadou NDIAYE

Franck TAILLANDIER

Louis AGABRIEL

Professeur, Université de Nantes, Nantes, France (*Rapporteur*)

Professeur, LRGP, Nancy, France (*Rapporteur*)

Professeur, ENSIACET, Toulouse, France (*Examinatrice*)

Professeur, Institut Agro, Rennes, France (*Examinateur, Président*)

Directrice de recherche, INRAE, Rennes, France (*Dir. de thèse*)

Ingénieur de recherche, INRAE, Bordeaux, France (*Co-dir. de thèse*)

Chargé de recherche, INRAE, Aix en Provence, France (*Invité*)

Responsable R&D, Bocard, Montauban de Bretagne, France (*Invité*)



## REMERCIEMENTS

C'est l'heure du clap de fin mais également pour moi le moment de remercier toutes les personnes qui ont contribué à l'aboutissement de ces trois années de thèse.

Tout d'abord, je tiens à remercier Yves Le Loir de m'avoir accueillie au STLO et de faire de ce laboratoire un lieu de travail où l'on peut évoluer avec bienveillance. Je souhaite remercier ma directrice de thèse, Geneviève Gésan-Guiziou, pour son accompagnement et son expertise de la filtration tout au long de ce travail. Je remercie également Amadou Ndiaye, mon co-directeur de thèse, pour m'avoir fait découvrir les sciences autour des connaissances expertes et de l'optimisation mais également pour son accompagnement, ses conseils précieux et sa disponibilité. Un grand merci également à Franck Taillandier pour ses conseils avisés mais aussi et surtout pour son aide précieuse et sa disponibilité lors des phases d'optimisation et d'aide à la décision.

Je souhaite remercier Catherine Azzaro-Pantel et Murielle Rabiller-Baudry pour leurs conseils scientifiques lors de mes comités de thèse. Je remercie une nouvelle fois Xavier Gandibleux et Eric Favre d'avoir accepté de rapporter mon travail ainsi que Catherine Azzaro-Pantel et Romain Jeantet d'avoir évalué mon travail de thèse en tant qu'examineurs.

Ce travail est le fruit de la collaboration de l'INRAE (STLO et I2M), Sodiaal (Sodiaal International, Entremont et Eurosérum) et Boccard au sein du projet Optimal. Un grand merci à tous pour votre expertise, nos échanges et vos conseils.

Merci à tous les membres de l'équipe PSM pour les échanges instructifs que nous avons eus et leur aide au cours de ce travail. En particulier, merci à Nadine Leconte et Fabienne Lambrouin pour leur accompagnement, leur gentillesse et leur bienveillance. Merci à l'équipe Bordelaise de l'I2M pour leur accueil lors de mes séjours à Bordeaux. En particulier, merci à Mohammad Hobballah pour sa disponibilité et ses réponses à mes questions sur la méthode de formulation du problème multiobjectif et à Christophe Fernandez pour son accueil, sa disponibilité, nos échanges autour de l'optimisation et pour son partage de Ted.

Je remercie également le personnel de la plateforme Lait du STLO pour leur aide lors des essais de microfiltration. Et plus généralement, tous les membres du STLO : votre accueil chaleureux et bienveillant est si précieux lors de ce voyage haut en couleur que peut être la thèse. Parmi les nombreuses rencontres au laboratoire, je souhaite remercier tous les « djeun's » qui font du labo un lieu agréable où l'on vient travailler avec le sourire le matin : Fanny, François, Ryma, Manon H., Linda, Stefano, Manon GD., Lucie, Simon, Carlos, Floriane G., Louis, Brenda, Ming, Elisa, Jun, Julien, Cyril, Vincent, Jordane, Antoine, Sameh, Amira, Olivier, Vinicius, Houem, Natch, Floriane D., Léa, Florian, Domitille, Alexia, Elise, Lucille, Lisa, Aël et tant d'autres encore ..

Je souhaite remercier mon entreprise, Boccard, sans qui ce projet n'aurait pas vu le jour et tout particulièrement Philippe et Anne-Laure Marie de m'avoir donné l'opportunité de réaliser cette thèse Cifre. Un grand merci à Anne-Laure Marie et Louis Agabriel pour leur soutien, leur encadrement et leur bienveillance lors de ces 3 années. Un grand merci à Catherine Marec pour son travail sur la partie économique et à Ludovic Henin et Arnaud Maurice pour le développement du logiciel d'optimisation et d'aide à la décision. Ça claque ! Je remercie également toutes les personnes qui ont contribué à ce travail : Bruno Rannou, David Peltier, Wafa Ahid Peurois, Loïc Bodin, François Esseul, Renan Lestrohan. Je souhaite également remercier chaleureusement « Les gars de l'open space » pour leur accueil et leur bonne humeur : Teddy, Grégory, François, Etienne, Camille, Stéphane, Mewen, Vincent et Romain. Merci à celles qui ont rendu mon quotidien tellement plus simple au bureau : Cécile, Sylvie, Cindy,

## Remerciements

Elisabeth et Béatrice. Et puis, merci aux jeunes : Teddy, Wendyam, Florian, Ellynn, Déborah, Ronan, Robin, Amine, Anaïs, Cyprien, Olivier, Salomé et tous ceux que j'ai pu croiser ...

Et maintenant, quelques remerciements plus personnels. Ces bouffées d'air frais loin de la thèse auront été plus que nécessaire lors de cette aventure. Les copains du lycée, les copains de GTI, FlatOne et plus dernièrement la team oxygène fitness : Merci pour votre soutien à toute épreuve. Enfin, pour mes parents, ma sœur et mon frère : Merci de m'avoir toujours encouragé et soutenu dans la poursuite de mes études et tout particulièrement pendant ces trois années de thèse. Promis, j'arrête « l'école » !

## ABBREVIATIONS

$\mu$	viscosité ( $\text{kg}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}$ )
a	rayon de la particule (m)
A	surface membranaire ( $\text{m}^2$ )
AHP	analyse multicritère hiérarchique (-)
C	concentration ( $\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ )
CD	concentration sur extrait sec ( $\text{g}\cdot\text{kg DM}^{-1}$ )
CI	coût d'investissement (€)
CO	coût (€)
COP	coefficient de performance (-)
$C_p$	capacité calorifique ( $\text{J}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{kg}^{-1}$ )
CPR	coût de production (€)
D	coefficient de diffusion ( $\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$ )
$D_H$	diamètre hydraulique de la membrane (m)
DM	extrait sec ( $\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ )
ES	extrait sec ( $\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ )
FC	facteur de concentration (-)
FF	frais fixe (-)
FRV	facteur de réduction volumique (=VRR en anglais) (-)
GP	membrane avec gradient de perméabilité (-)
$J_p$	flux de perméation ( $\text{L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ )
$J_{p,L}$	flux de perméation limite ( $\text{L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ )
K	coefficient d'échange de chaleur ( $\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ )
L	longueur de la membrane (m)
m	masse (kg)
MAT	matière azotée totale ( $\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ )
MF	microfiltration tangentielle de lait écrémé (-)
MMGP	nombre membranes par module GP (-)
MT	type de membrane (-)
N	flux de matière ( $\text{kg}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ )
NCN	azote non caséique ( $\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ )
NEP	nettoyage en place (-)
NM	nombre de modules (-)
NPN	azote non protéique ( $\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ )
NSGA-II	Non dominated Sorting Genetic Algorithm II
P	pression (Pa)
PCR	perte de charge rétentat (bar)
PSO	optimisation par essaim particulaire (-)
Q	débit ( $\text{m}^3\cdot\text{h}^{-1}$ )
q	quantité (g)
$Q_{\text{feed}}$	débit d'alimentation ( $\text{m}^3\cdot\text{h}^{-1}$ )
$Q_{\text{rec}}$	débit de recirculation rétentat ( $\text{m}^3\cdot\text{h}^{-1}$ )
R	score donné par les experts (-)

## Indices

$R_{add}$	résistance hydraulique additionnelle ( $m^{-1}$ )
$R_d$	résistance hydraulique supplémentaire à la filtration ( $m^{-1}$ )
$R_m$	résistance hydraulique ( $m^{-1}$ )
rp	refroidisseur perméat (-)
rpT	température refroidisseur perméat ( $^{\circ}C$ )
rr	refroidisseur rétentat (-)
rrT	température refroidisseur rétentat ( $^{\circ}C$ )
S	section de passage de la membrane ( $m^2$ )
SW	membrane organique spirale (-)
SWA	moyenne spécifique pondérée (-)
T	température de filtration ( $^{\circ}C$ )
$t_f$	temps de filtration (min)
TMP	pression transmembranaire (Pa)
$TMP_c$	pression transmembranaire critique (bar)
TP	true protein (-)
Tr	transmission (%)
UF	ultrafiltration
UTP	pression transmembranaire uniforme (-)
V	volume ( $m^3$ )
VRR	facteur de réduction volumique (=FRV en français) (-)
w	facteur de poids (-)
$\Delta_{TLM}$	moyenne logarithmique des pincements de température à chaque extrémité de l'échangeur (-)
$\eta$	rendement de récupération (-)
$\pi_m$	résistance supplémentaire liée au phénomène de polarisation-concentration (bar)
$\tau_w$	contrainte de cisaillement (Pa)

## INDICES

A	alimentation
CN	caséines
e	entrée
EA	électricité et automatisme
EASW	électricité et automatisme dans le cas de SW
i	$i^{\text{ème}}$ ligne en parallèle sur un étage de la microfiltration
in	entrée
j	$j^{\text{ème}}$ module en série sur la ligne i
k	issue
m	nombre d'issues par critère
n	nombre d'étages de l'installation de microfiltration
o	sortie
p	perméat
r	rétentat
s	sortie
SP	protéines sériques

## TABLE DES MATIERES

REMERCIEMENTS .....	III
ABBREVIATIONS .....	V
INDICES.....	VI
TABLE DES MATIERES .....	VII
INTRODUCTION GENERALE .....	1
CHAPITRE 1 : ETAT DE L'ART .....	7
I.1. LES CARACTERISTIQUES DE LA MICROFILTRATION 0.1 $\mu\text{M}$ .....	7
I.1.1. MATERIAUX MEMBRANAIRES ET MODULES DE FILTRATION.....	7
I.1.2. <i>Grandeurs opératoires</i> .....	9
I.1.3. <i>Transfert de matière</i> .....	11
I.1.4. <i>Conduite de la filtration membranaire</i> .....	13
I.1.5. <i>Spécificités de la microfiltration 0.1 <math>\mu\text{m}</math> de lait écrémé</i> .....	16
I.2. MODELISATION ET OPTIMISATION DE LA MF 0.1 $\mu\text{M}$ DE LAIT ECREME.....	20
I.2.1. <i>Modélisation de l'opération de microfiltration de lait écrémé</i> .....	20
I.2.2. <i>Optimisation de l'opération de microfiltration de lait écrémé</i> .....	21
I.3. LES APPROCHES D'OPTIMISATION MULTIOBJECTIF D'OPERATIONS UNITAIRES .....	23
I.3.1. <i>Optimisation multiobjectif d'opérations unitaires dans le domaine de l'agroalimentaire</i> .....	23
I.3.2. <i>Optimisation multiobjectif d'opérations unitaires à membranes</i> .....	24
I.4. APPROCHES POUR COMBLER LE MANQUE DE CONNAISSANCES NECESSAIRES A L'OPTIMISATION DE LA MICROFILTRATION .....	26
I.4.1. <i>Couplage de recueil de connaissances auprès d'experts et d'optimisation</i> .....	26
I.4.2. <i>Optimisation multiobjectif</i> .....	29
I.5. STRATEGIE DE RESOLUTION DU PROBLEME D'OPTIMISATION MULTIOBJECTIF DE LA MF 0.1 $\mu\text{M}$ .....	35
I.5.1. <i>Stratégie du travail de thèse</i> .....	35
I.5.2. <i>Définition du cas d'étude</i> .....	38
CHAPITRE 2 : FORMULATION DU PROBLEME D'OPTIMISATION .....	42
II.1. INTRODUCTION.....	46
II.2. MATERIALS AND METHODS .....	49
II.2.1. <i>Description of the process system</i> .....	49
II.2.2. <i>Problem formulation approach</i> .....	51
II.3. RESULTS.....	54
II.3.1. <i>Choose optimization objectives and experts</i> .....	54
II.3.2. <i>Rate the relative importance of knowledge domains</i> .....	56
II.3.3. <i>Collect knowledge</i> .....	58
II.3.4. <i>Construct and merge causal maps</i> .....	58
II.4. DISCUSSION .....	62
II.4.1. <i>Method to formulate the multiobjective optimization problem of a food process</i> .....	62
II.4.2. <i>New knowledge gained by formulating multiobjective optimization of MF</i> .....	66
II.4.3. <i>Perspectives</i> .....	67
II.5. CONCLUSION.....	69
II.6. INFORMATIONS COMPLEMENTAIRES .....	70
II.6.1. <i>Objectif de maximisation de la concentration en caséines dans le rétentat</i> .....	70
II.6.2. <i>Objectif de maximisation de la concentration en protéines de sériques dans le perméat</i> .....	72
II.6.3. <i>Objectif de maximisation du rendement de récupération en protéines sériques dans le perméat</i> ....	74
II.6.4. <i>Objectif de minimisation du coût d'investissement</i> .....	76
II.6.5. <i>Objectif de minimisation du coût de production</i> .....	78
II.6.6. <i>Matériel complémentaire de l'article</i> .....	80

## Table des matières

CHAPITRE 3 : ACQUISITION DE DONNEES SUR LA MICROFILTRATION 0.1 $\mu\text{M}$ .....	82
III.1. CONNAISSANCES ISSUES DE LA LITTERATURE : @WEB .....	84
III.2. CONNAISSANCES ISSUES DE DONNEES INRAE ET INDUSTRIELLES .....	86
III.2.1. <i>Données à l'échelle pilote</i> .....	86
III.2.2. <i>Données à l'échelle industrielle</i> .....	95
III.3. ACQUISITION DE NOUVELLES CONNAISSANCES PAR L'EXPERIMENTATION.....	97
III.3.1. <i>Etude de l'influence du flux de perméation et de la vitesse d'écoulement tangentielle sur les performances de la MF</i> .....	97
III.3.2. <i>Etude du flux de perméation pour différentes pressions transmémbranaires et vitesses d'écoulement tangentielles en fonction du facteur de réduction volumique</i> .....	104
III.4. CONCLUSION.....	106
CHAPITRE 4 : MODELISATION DE LA MF 0.1 $\mu\text{M}$ .....	107
IV.1. OBJECTIF DE MAXIMISATION DE LA CONCENTRATION EN CASEINES DANS LE RETENTAT .....	108
IV.1.1. <i>Concentration en caséines dans le rétentat</i> .....	108
IV.1.2. <i>Extrait sec du rétentat</i> .....	108
IV.2. OBJECTIF DE MAXIMISATION DE LA CONCENTRATION EN PROTEINES SERIQUES DANS LE PERMEAT .....	114
IV.2.1. <i>Concentration en protéines sériques dans le perméat</i> .....	114
IV.2.2. <i>Extrait sec du perméat</i> .....	115
IV.3. OBJECTIF DE MAXIMISATION DU RENDEMENT DE RECUPERATION EN PROTEINES SERIQUES DANS LE PERMEAT .....	116
IV.3.1. <i>Quantité de protéines sériques dans le perméat</i> .....	116
IV.3.2. <i>Quantité de protéines sériques dans le lait</i> .....	116
IV.4. OBJECTIF DE MINIMISATION DU COUT D'INVESTISSEMENT .....	117
IV.4.1. <i>Coût du bloc alimentation et rétentat</i> .....	117
IV.4.2. <i>Coût du bloc étages</i> .....	125
IV.4.3. <i>Coût du bloc des réseaux de perméats</i> .....	130
IV.4.4. <i>Coût du bloc de l'environnement amont de la microfiltration</i> .....	131
IV.4.5. <i>Coût du bloc de l'environnement aval de la microfiltration</i> .....	133
IV.5. OBJECTIF DE MINIMISATION DU COUT DE PRODUCTION.....	136
IV.5.1. <i>Coût de l'énergie</i> .....	136
IV.5.2. <i>Coût de la maintenance</i> .....	138
IV.6. CONCLUSION .....	138
CHAPITRE 5 : OPTIMISATION ET AIDE A LA DECISION.....	139
V.1. RAPPELS SUR LE CADRE DE L'ETUDE ET ETABLISSEMENT DES CONSTANTES .....	139
V.2. MATERIELS ET METHODES .....	141
V.2.1. <i>Optimisation multiobjectif</i> .....	141
V.2.2. <i>Aide à la décision</i> .....	142
V.3. SOLUTIONS PARETO-OPTIMALES DE LA MF 0.1 $\mu\text{M}$ .....	144
V.3.1. <i>Analyse globale des solutions</i> .....	144
V.3.2. <i>Analyse des solutions pour la membrane organique</i> .....	148
V.3.3. <i>Analyse des solutions pour la membrane céramique GP</i> .....	153
V.3.4. <i>Analyse des solutions pour la membrane céramique UTP</i> .....	156
V.3.5. <i>Analyse de solutions particulières</i> .....	160
V.4. SOLUTIONS PREFEREES DE L'UTILISATEUR .....	163
V.4.1. <i>Le cas de la valorisation des caséines (scénario 1)</i> .....	163
V.4.2. <i>Le cas de la valorisation des protéines sériques (scénario 2)</i> .....	164
V.4.3. <i>Le cas de la valorisation simultanée des caséines et des protéines sériques (scénario 3)</i> .....	165
V.4.4. <i>Conclusion sur les résultats de l'aide à la décision</i> .....	167
V.5. ETUDE PRELIMINAIRE DE SENSIBILITE SUR L'OPTIMISATION .....	168
V.5.1. <i>Analyse de la sensibilité en fonction du volume de lait à traiter</i> .....	168

## Table des matières

V.5.2. Analyse de la sensibilité en fonction du nombre de membranes par module GP.....	171
V.6. CONCLUSION .....	176
CHAPITRE 6 : CONCLUSION GENERALE .....	177
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....	187
ANNEXES .....	197
ANNEXE A : @WEB.....	197
ANNEXE B : SCHEMA TECHNIQUE PILOTE DE FILTRATION TANGENTIELLE ORGANIQUE TIA .....	205
ANNEXE C : PILOTE DE FILTRATION TANGENTIELLE ORGANIQUE TIA CONÇU DANS LE CADRE DU PROJET OPTIMAL .....	207
ANNEXE D : DETERMINATION DES TENEURS EN AZOTE PAR LA METHODE KJELDHAL.....	209
ANNEXE E : JEU DE DONNEES MODELISATION EXTRAIT SEC RETENTAT ( $DM_R$ ).....	210
ANNEXE F : JEUX DE DONNEES MODELISATION TRANSMISSION DE PROTEINES SERIQUES ( $TR_{SP}$ ).....	211
ANNEXE G : JEUX DE DONNEES MODELISATION DE LA RESISTANCE HYDRAULIQUE COLMATEE A LA MEMBRANE ( $R_1$ ) .....	215
ANNEXE H : JEU DE DONNEES MODELISATION DE LA CONCENTRATION EN PROTEINES SERIQUES DANS LE PERMEAT ( $C_{SP,P}$ ).....	219
ANNEXE I : JEU DE DONNEES MODELISATION DE LA L'EXTRAIT SEC PERMEAT ( $DM_P$ ).....	222
ANNEXE J : JEUX DE DONNEES MODELISATION DE COEFF ET ACOEFF .....	223
ANNEXE K : JEUX DE DONNEES MODELISATION DE LA PERTE DE CHARGE RETENTAT (PCR) .....	224

## INTRODUCTION GENERALE

La production mondiale de lait augmente en moyenne de 2.3 % par an depuis les années 2000 (International Dairy Federation, 2019), avec un marché lié aux ingrédients laitiers en croissance, notamment dans les pays à forte natalité et/ou dans les pays où l'industrie laitière est encore peu développée comme dans les pays asiatiques. Dans les pays occidentaux, la croissance est stable et les demandes sont orientées vers des produits fonctionnels variés à destination des populations spécifiques telles que les nourrissons, les seniors et les sportifs. En moyenne, les projections de 2018 à 2023 estiment une croissance mondiale de 6.1 % des ingrédients laitiers (Markets and Markets, 2018a). En Europe, l'industrie laitière a une position phare : 19 % de la valeur ajoutée dans le domaine de l'industrie agroalimentaire en 2019 est directement liée aux produits laitiers (FoodDrinkEurope, 2019). La France est le deuxième producteur européen de lait après l'Allemagne et devant le Royaume-Uni (CNIEL, 2019). En France, 95 % du lait collecté est transformé, 75 % de ce lait est transformé en produits laitiers destinés au grand public (lait, yaourts, desserts lactés, fromage, beurre et crème) et 25 % est transformé en ingrédients destinés aux secteurs alimentaires, pharmaceutiques et chimiques (La filière laitière française, 2019).

Les ingrédients laitiers dont la production contribue fortement à la croissance du marché du secteur sont principalement composés de protéines. Le lait est constitué de trois phases : une phase lipidique sous forme globulaire, une fraction colloïdale en suspension composée de protéines (essentiellement des caséines associées sous forme de micelles) et de minéraux et une phase aqueuse dispersante contenant du lactose, les protéines de lactosérum (autrement appelées protéines sériques), des minéraux et des vitamines (Croguennec et al., 2008)(Tableau 1). Les propriétés des composés individuels du lait ainsi que les interactions nombreuses entre ces composés conduisant à des états d'équilibre interdépendants, apportent au lait ses propriétés biologiques et fonctionnelles.

**Tableau 1 : Composition du lait de vache**

Constituants	Concentration (g.L <sup>-1</sup> )
Matière grasse	34-44
Protéines	32-35
dont : Caséines	25-28
Protéines sériques	5-7
Lactose	48-50
Minéraux	8-9
Eau	870-875

Parmi les constituants laitiers, les protéines laitiers et plus particulièrement les protéines sériques, sont prisées pour leurs propriétés fonctionnelles (texturants, émulsifiantes et organoleptiques) (Cheftel et al., 1985) et nutritionnelles, attribuées entre autres à leurs profils en acides aminés. Elles peuvent être valorisées sous forme de concentrés protéiques totaux, de caséines ou de protéines sériques, dans la nutrition infantile, médicale, sportive et dans divers domaines tels que pharmacie,

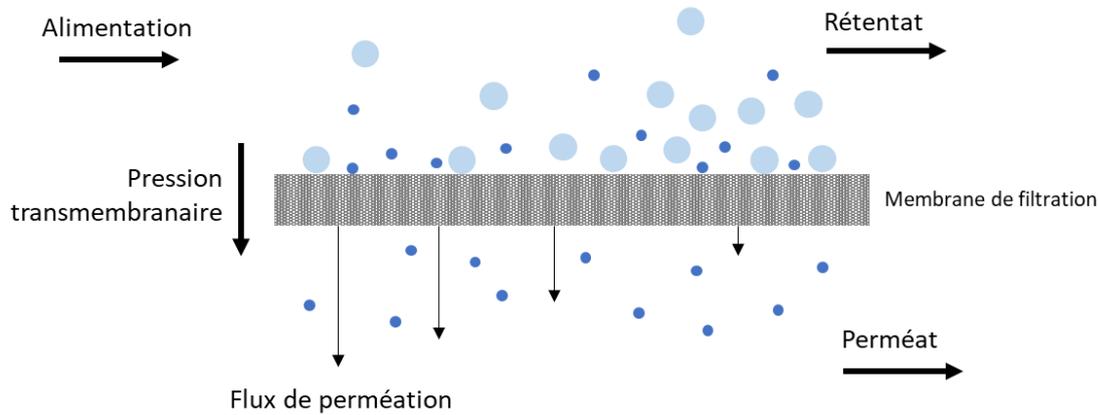
## Introduction générale

charcuterie, biscuiterie ou cosmétologie. L'essor des protéines sériques est fortement corrélé au marché infantile. En effet, les protéines sériques sont nécessaires pour compléter le lait de vache afin de préparer des formulations infantiles dont la composition protéique est proche du lait de femme. Les ingrédients à base de protéines sériques utilisés peuvent être obtenus à partir de deux sérums d'origines différentes. Dans un premier cas, le sérum est issu de la transformation fromagère et qualifié de sérum de fromagerie ; dans le second cas, le sérum natif est obtenu par filtration de lait écrémé.

Les opérations de filtration par membranes, qui mettent en œuvre une différence de pression (appelée pression transmembranaire) comme force motrice, sont largement utilisées pour concentrer, fractionner ou purifier les constituants du lait, dont les protéines laitières. Ces opérations peuvent être conduites selon deux modes : la filtration frontale et la filtration tangentielle. Lors de la filtration frontale, la suspension à filtrer est apportée perpendiculairement à la membrane entraînant la formation d'une accumulation de matière au cours du temps. Cette accumulation de matière provoque une diminution du flux à travers la membrane. Lors de la filtration tangentielle, l'apport de la suspension à filtrer se fait parallèlement à la membrane. L'objectif est de limiter l'accumulation de matière à la surface de la membrane via l'érosion imposée par le flux d'alimentation parallèle au support filtrant. Comparativement à la filtration frontale, la filtration tangentielle (Figure 1) est préférée en industrie car elle permet d'assurer un flux supérieur au travers de la membrane et une plus forte limitation des phénomènes de colmatage i.e. d'accumulation de matière à la surface de la membrane.

Ces opérations de filtration tangentielle sont présentes dans l'industrie laitière depuis près de 40 ans et leur marché, pour les produits laitiers, est aujourd'hui encore en plein essor : la croissance du marché en dollars est estimée, entre 2018 et 2023, à 5.2% pour l'Amérique du Nord, 4.3% pour l'Europe, 8.2% pour l'Asie Pacifique, 6.8% pour l'Afrique et le Moyen-Orient et 6.4% pour l'Amérique du Sud (Markets and Markets, 2018b). Parmi ces opérations, la microfiltration tangentielle 0.1  $\mu\text{m}$  (MF 0.1  $\mu\text{m}$ ), est particulièrement adaptée pour séparer les deux grands types de protéines du lait : les micelles de caséines (protéines majeures d'env. 150 nm) qui sont retenues dans le rétentat et les protéines sériques (env. 2 à 6 nm) qui passent la membrane et constituent le perméat (Saboya and Maubois, 2000). La microfiltration 0.1  $\mu\text{m}$  a initialement été développée pour répondre aux besoins de la transformation fromagère. Même si l'ultrafiltration est privilégiée pour concentrer les micelles de caséines (protéines fromageables) et améliorer les rendements fromagers, la microfiltration possède l'avantage de pouvoir réduire de façon simultanée la quantité de protéines sériques (protéines non fromageables) et d'avoir une meilleure maîtrise des caractéristiques des fromages obtenus (Mistry and Maubois, 2004). Dans le cas de l'emmental, cela permet notamment de gérer les propriétés culinaires telles que l'écoulement du fromage à chaud et le filant. Mais aujourd'hui, devant la croissance des marchés des formules infantiles, la microfiltration de lait est de plus en plus mise en œuvre pour produire des ingrédients protéiques de haute pureté à plus haute valeur ajoutée.

## Introduction générale



**Figure 1 : Schéma de principe de la microfiltration tangentielle**

Historiquement, la microfiltration tangentielle de lait écrémé, MF 0.1  $\mu\text{m}$ , équipée de membranes céramiques, est apparue à l'échelle industrielle au milieu des années 90. Ce développement industriel a été rendu possible grâce à la mise en œuvre du système Uniform Transmembrane Pressure -UTP- (Sandblöm, 1974), qui permet le maintien d'une pression transmembranaire homogène et faible le long de la membrane par la mise en circulation du perméat à co-courant du rétentat. Le contrôle des conditions de filtration à des pressions transmembranaires faibles tout au long de la membrane permet de limiter l'accumulation de la matière à la membrane et donc de maintenir de très bonnes performances en termes de flux de perméation et de transmission de protéines sériques au cours du temps de production. Si ces membranes offrent de très bonnes performances et ont permis l'émergence de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  à l'échelle industrielle, elle possède un inconvénient majeur : les coûts énergétiques et économiques (investissement et maintenance) de cette opération sont très élevés puisque la mise en circulation du perméat à co-courant du rétentat nécessite une pompe supplémentaire côté perméat. Au début puis à la fin des années 2000, deux alternatives ont alors été proposées pour rendre la MF 0.1  $\mu\text{m}$  plus économiquement attractive. La première idée a consisté à éviter la pompe côté perméat en proposant des membranes céramiques innovantes, dites à gradient de perméabilité (-GP® et Isoflux®) (Garcera and Toujas, 1998; Skrzypek and Burger, 2010). Ces membranes offrent des propriétés de perméabilité (et de résistance hydraulique) variables entre l'entrée et la sortie des membranes, de manière à compenser les gradients de pression transmembranaire et ainsi offrir des performances acceptables sans ajout de pompe côté perméat. La seconde option s'est orientée vers le développement de membranes organiques spirales de microfiltration, sur la lancée des développements des membranes de ce type en ultrafiltration.

Aujourd'hui les différents systèmes (céramiques UTP, céramiques à gradient de perméabilité, organiques spirales) cohabitent industriellement pour la mise en œuvre de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  mais les performances qu'ils offrent sont très variables, en termes par exemple, de composition des fractions, rendement de récupération des différentes fractions, coûts d'investissement et de fonctionnement, et impact environnemental (consommations d'eau, d'énergie principalement). En dépit d'années d'utilisation en industrie, la conception et le mode de conduite de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  de lait ne sont pas optimisés. Les critères objectifs de conception, et de conduite, de ces systèmes sont peu explicités, et le choix proposé par les équipementiers souvent discutable. Les derniers se basent principalement sur leur expérience, savoir-faire et connaissances empiriques en exploitant des bases de données internes qui regroupent leurs réalisations antérieures. Ils ne possèdent pas toujours la connaissance nécessaire et suffisante pour avoir une vision globale des différents choix possibles et de l'impact de ces choix sur les performances de la filtration. De ce fait, faute d'une vision globale, chaque équipementier développe ses propres préférences en termes de choix technologiques. Par exemple, en France

certaines équipementiers proposent principalement des membranes céramiques GP alors que Tetra Pak propose plutôt des membranes céramiques UTP. Aux Etats-Unis, pour des raisons de législation, on retrouve majoritairement des membranes organiques puisque seule la microfiltration à froid est autorisée. Ces choix sont également plus guidés par l'expérience des équipementiers que par une analyse des besoins des industriels et une démarche permettant de les argumenter scientifiquement et objectivement.

Face aux enjeux grandissants des ingrédients laitiers et l'importance que revêt la MF 0.1  $\mu\text{m}$  dans la production de ces ingrédients, il devient alors important d'optimiser la MF 0.1  $\mu\text{m}$  de lait écrémé, que ce soit au niveau de la conception de l'installation que de sa conduite. Sur la base des préférences de l'industriel laitier, l'équipementier doit choisir alors la conception la plus adaptée et donc définir le type de membrane (céramique ou organique) le plus adapté. Mais également leur mise en œuvre : l'agencement des modules et les conditions opératoires requises (température de filtration, pression transmembranaire, vitesse d'écoulement tangentielle, etc.) en fonction du produit entrant dans l'installation.

La principale difficulté de l'optimisation de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  réside dans le manque de connaissance du procédé mis en œuvre. L'optimisation de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  nécessite de connaître et d'être en mesure de modéliser les phénomènes physiques et biochimiques impliqués dans l'opération unitaire et les variables de décision associées. Cependant, dans le domaine agroalimentaire, et en particulier dans le domaine de la filtration de produits alimentaires, il existe peu de modèles mécanistiques en raison de la complexité des produits et des phénomènes mis en œuvre. Cela est un frein au développement d'outils de simulation ou d'optimisation comme il en existe dans le domaine de la chimie (ProSimPlus, Aspen Plus). Ces logiciels sont des outils de simulation d'ingénierie utilisés principalement dans les domaines de la chimie et du pétrole, soit en phase de conception, soit lors de l'exploitation pour l'optimisation ou la réhabilitation et la modernisation des installations. Ils permettent de représenter le procédé et de déterminer avec précision les bilans matières et énergétiques à l'aide d'une bibliothèque de modèles d'opérations unitaires (distillation, échangeurs, etc.) et d'une bibliothèque de propriétés thermodynamiques des produits. A défaut de pouvoir disposer de tels modèles de simulation pour la microfiltration 0.1  $\mu\text{m}$  de lait écrémé, l'intégration de connaissances expertes peut permettre d'établir et d'explicitier les relations d'influence entre les variables opératoires du procédé, les variables d'état du produit et les objectifs à optimiser. Dans une première approche, l'intégration de connaissances expertes peut permettre de conduire l'optimisation. Il est donc intéressant, dans un domaine où il existe un manque de connaissance, de coupler l'intégration des connaissances expertes à l'optimisation pour une meilleure conduite des procédés.

Ce travail part du constat, qu'aujourd'hui, le procédé de MF 0.1  $\mu\text{m}$  est optimisé de façon empirique avec les savoir-faire des industriels laitiers et des équipementiers ; ce qui ne permet pas l'objectivation d'une méthodologie à l'aide d'une approche scientifique et donc répétable. Ce dernier point se heurte à des manques de connaissances sur les phénomènes sous-jacents de l'opération de microfiltration. Afin de pallier les manques de connaissances, le couplage du recueil de connaissances à l'optimisation s'avère alors être une alternative possible pour bénéficier de connaissances d'experts. En dehors même des manques de connaissances, l'optimisation de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  est en soit un problème d'optimisation complexe en raison de la présence d'objectifs contradictoires (ex : maximisation de la récupération des protéines et minimisation des coûts), de l'hétérogénéité des variables (continue, discrète, ordinale, cardinale) et de la non-linéarité de certaines relations.

Dans ce contexte, cette thèse a pour objectif de développer une méthodologie d'optimisation basée sur l'intégration de connaissances expertes adaptée à un procédé agroalimentaire. Les travaux ont été menés en collaboration entre deux laboratoires de recherche : i) L'équipe PSM (Procédés de séparation

par membrane) de l'UMR 1253 Science et Technologie du Lait et de l'Œuf (STLO), INRAE-Institut Agro Rennes ; ii) L'équipe AsCo (Assemblage des connaissances) de l'UMR CNRS 5295 Institut de Mécanique et d'Ingénierie (I2M), Université de Bordeaux-Arts et Métiers ParisTech-Bordeaux INP-CNRS-INRAE. Ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre du projet OPTIMAL (conception OPTImisée de procédés à membrAnes visant à l'obtention d'ingrédients Laitiers) qui a pour objectif d'étudier et développer une méthode d'aide à la décision informatisée de conception et conduite de la MF 0.1  $\mu\text{m}$ . Ce projet est financé par la région Bretagne (contrat no. 16006734 ; accord INRAE 30001292) et l'Union Européenne (contrat FEDER no. EU000171 ; accord INRAE 30001293). L'objectif finalisé de ce projet est d'optimiser la conception et la conduite de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  de lait écrémé en considérant plusieurs objectifs contradictoires que sont la maximisation de la productivité et des propriétés d'utilisation des produits résultants de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  et la minimisation des coûts économiques (investissement et fonctionnement). Le projet OPTIMAL se divise en trois parties principales : i) l'acquisition de connaissances encore manquantes sur la conduite de la MF de lait écrémé et l'identification des leviers permettant le contrôle des performances de l'opération de microfiltration tangentielle de lait écrémé (Thèse CIFRE Sodiaal ; M. Granger Delacroix) ; ii) l'étude de l'optimisation multiobjectif de l'opération unitaire de microfiltration 0.1  $\mu\text{m}$  de lait écrémé ; avec pour objectif finalisé d'implémenter un démonstrateur logiciel de faisabilité (Objet de cette thèse) ; iii) la conception d'un outil d'aide à la conception et à la conduite de la microfiltration tangentielle 0.1  $\mu\text{m}$  de lait écrémé.

Pour relever le défi de l'optimisation d'un procédé avec des objectifs contradictoires, le problème peut être formulé comme un problème d'optimisation multiobjectif : les objectifs contradictoires sont alors traités de façon simultanée. L'optimisation multiobjectif comporte plusieurs étapes que sont la formulation du problème multiobjectif, la modélisation des objectifs de l'optimisation et l'optimisation. Ce projet a été développé autour de 4 axes majeurs répondant aux problématiques suivantes :

i) La formulation du problème multiobjectif. Cette première étape consiste à formaliser le problème à optimiser en identifiant les objectifs, les variables de décision et les contraintes. Dans le cas de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  de lait écrémé, les objectifs d'optimisation ne sont pas partagés par les différentes parties prenantes (équipementier, chercheurs, utilisateurs des deux fractions obtenues). En revanche, il est possible de recueillir les préférences auprès des industriels laitiers afin de définir les objectifs. Cependant, il est nécessaire de déterminer les variables influençant les objectifs et sur lesquelles il est possible d'agir (e.g. le facteur de réduction volumique, la vitesse d'écoulement tangentielle etc.) ; ces variables sont appelées variables de décision lors de l'optimisation. L'explicitation des relations entre les variables et entre variables et objectifs peut être réalisée en utilisant de la connaissance experte et des connaissances scientifiques. Nous chercherons ainsi à répondre aux questions suivantes pour formuler le problème d'optimisation : Quels sont les objectifs pertinents de l'optimisation de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  dans le cas de la séparation des micelles de caséines et protéines sériques ? Quels sont les domaines de connaissance (Variables opératoires, fraction perméat, fraction rétentat etc.) nécessaires à la description de ces objectifs ? Comment partager et structurer les connaissances issues de différents domaines de connaissance ? Quelles sont les variables de décision qui influencent les objectifs de l'optimisation ? Existe-il des contraintes liées aux variables de description des objectifs ?

ii) L'acquisition de données. Afin de traduire de façon mathématique ou algorithmique les relations entre variables et entre variables et objectifs de l'optimisation, il est nécessaire de collecter et/ou générer des connaissances sur l'opération unitaire de MF 0.1  $\mu\text{m}$ . Les connaissances peuvent être issues de différentes sources telles que la littérature, des données de laboratoire à l'échelle pilote, ou des données industrielles et des connaissances expertes. Afin de modéliser la MF 0.1  $\mu\text{m}$ , il est nécessaire que les connaissances soient sur les produits, le procédé, le dimensionnement et les coûts

économiques. Les variables peuvent être fortement hétérogènes : continue, discrète, ordinale, cardinale. L'acquisition et le traitement des connaissances posent les questions suivantes : Quelles sont les connaissances disponibles ? Quels sont les manques de connaissances ? Est-il possible d'acquérir de nouvelles données sur la microfiltration  $0.1 \mu\text{m}$  ? Comment intégrer des données issues de sources hétérogènes ?

iii) La modélisation. A partir des données et connaissances collectées, il s'agit alors de modéliser les objectifs de l'optimisation de l'opération unitaire de MF  $0.1 \mu\text{m}$ . Pour cela, il est nécessaire de formaliser via des équations mathématiques ou des algorithmes les relations identifiées entre les variables et les variables et les objectifs. Nous chercherons à répondre aux questions suivantes : Comment modéliser les objectifs d'optimisation de l'opération unitaire de microfiltration ? Comment intégrer dans la modélisation des données hétérogènes ?

iv) L'optimisation et l'aide à la décision. La résolution du problème d'optimisation consiste à explorer l'espace des solutions possibles afin de déterminer quelles sont les solutions Pareto-optimales. Différentes approches et familles d'algorithmes ont été proposées dans la littérature pour résoudre les problèmes d'optimisation multiobjectif. En fonction du nombre d'objectifs considérés, l'analyse des résultats et leur représentation peut s'avérer difficile. Lorsque les résultats donnent de multiples solutions, il peut être nécessaire de guider le décideur à identifier ses solutions préférées parmi les solutions optimisées. Nous chercherons à répondre aux questions suivantes : Comment visualiser les solutions afin de permettre au décideur de bien les appréhender ? Comment guider le décideur dans l'exploration des solutions Pareto-optimales ? Les solutions obtenues permettent-elles de guider la conception et la conduite en milieu industriel de la MF  $0.1 \mu\text{m}$  ?

Ce manuscrit comporte 6 chapitres. Le premier chapitre présente l'état de l'art issu de la littérature nécessaire à la compréhension et au positionnement de ce travail de thèse. Les chapitres 2 à 5 présentent les méthodologies et résultats liés à la formulation du problème d'optimisation (Chapitre 2), à l'acquisition de données sur la microfiltration (Chapitre 3), à la modélisation de la microfiltration tangentielle  $0.1 \mu\text{m}$  de lait écrémé (Chapitre 4) et à l'optimisation et l'aide à la décision pour la conception et la conduite de l'opération  $0.1 \mu\text{m}$  de lait écrémé (Chapitre 5). Le dernier chapitre propose la conclusion générale et les perspectives de ce travail.

## CHAPITRE 1 : ETAT DE L'ART

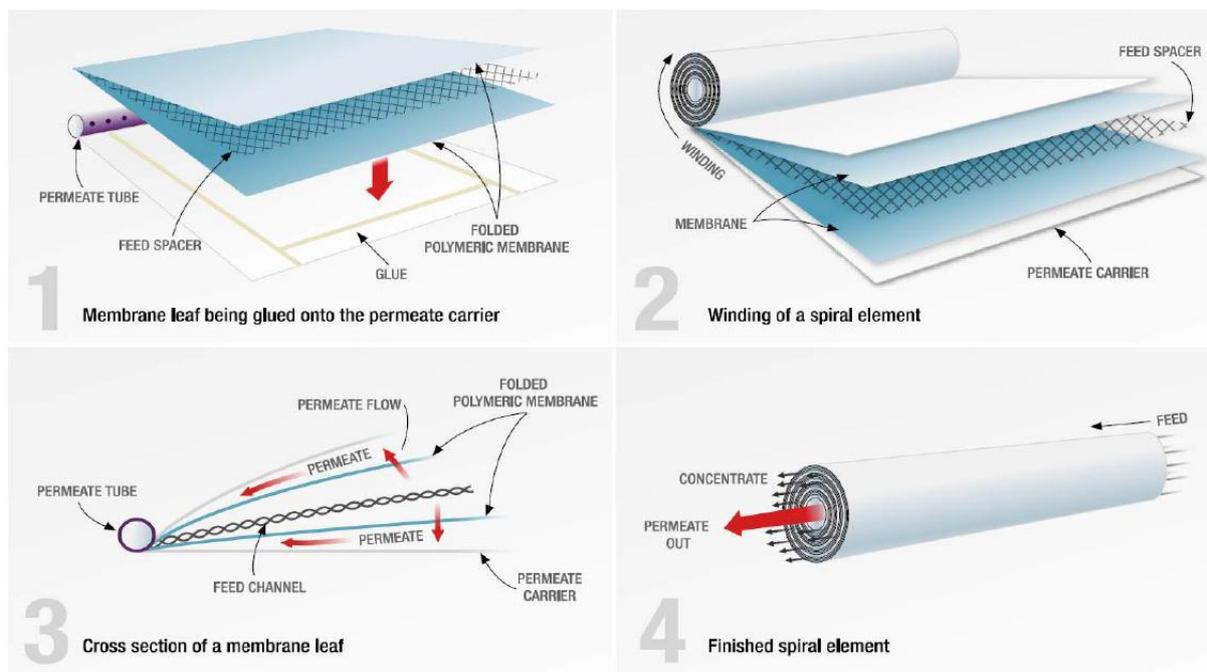
Ce chapitre propose dans un premier temps une synthèse de la littérature et des pratiques sur le fonctionnement de l'opération de la microfiltration tangentielle 0.1  $\mu\text{m}$  de lait écrémé (MF 0.1  $\mu\text{m}$ ). Il présente également les avantages et inconvénients des différentes options de conception et conduite des installations de MF 0.1  $\mu\text{m}$  (choix de membranes, mode de conduites et conditions opératoires). Dans un second temps, les travaux de modélisation et d'optimisation de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  de lait écrémé sont présentés et leurs limitations discutées. Dans une troisième partie, les différentes approches d'optimisation d'opérations unitaires dans le domaine agroalimentaire et plus largement de la microfiltration hors domaine alimentaire sont présentées. Dans une quatrième partie, une méthode de couplage de connaissances et d'optimisation est présentée. Enfin, la dernière partie est consacrée à la présentation de la stratégie mise en place afin de résoudre le problème multiobjectif de la microfiltration tangentielle 0.1  $\mu\text{m}$  de lait écrémé.

### I.1. Les caractéristiques de la microfiltration 0.1 $\mu\text{m}$

#### I.1.1. Matériaux membranaires et modules de filtration

Sur le marché des membranes, il existe deux principaux matériaux membranaires que sont les membranes organiques et les membranes céramiques.

Les membranes organiques sont des membranes dont la couche active est composée de polymères tels que le PES/PVP (polyethersulfone/polyvinylpyrrolidone) ou du PVDF (polyfluorure de vinylidène). Dans le cas du PVDF, qui est hydrophobe, la membrane est hydrophilisée afin de rendre possible la filtration de solutions aqueuses. Les membranes organiques sont très sensibles aux produits solvants, aux pH et aux fortes températures en raison des matériaux employés dans leur fabrication. A titre d'exemple, les membranes en PVDF possèdent une faible tolérance aux solvants, la gamme de pH recommandée est comprise entre 1.0 et 12 et il est recommandé de ne pas excéder 80°C. Les membranes organiques mises en œuvre dans l'industrie laitière sont généralement présentées sous forme de module spirale (100 à 1000  $\text{m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$  d'aire membranaire/encombrement au sol). Le principe du module spirale est l'enroulement de membranes planes sur elles-même autour un tube poreux qui collecte le perméat. Les feuilles de membranes sont intercalées avec des espaceurs rétentat et perméat (i.e. des grilles flexibles) (Figure 2 et 3a). Le module spirale est caractérisé par : le seuil de coupure de la membrane (en kDa), la taille des espaceurs (en mils) et leur géométrie, le diamètre du tube collecteur de perméat (en in), et la longueur du module (en in). En raison de l'enroulement de la membrane et de la sensibilité des polymères aux fortes températures et aux produits chimiques, le nettoyage des membranes organiques est difficile. Afin de limiter le développement bactériologique, la filtration est généralement réalisée à froid (entre 8 et 12°C). Enfin, les membranes organiques sont en moyenne dix fois moins chères que les membranes céramiques (respectivement 300 à 750 €/m<sup>2</sup> et 2300 à 7500 €/m<sup>2</sup>) mais possèdent une courte durée de vie (1-3 ans). Les principaux fournisseurs de membranes organiques pour l'industrie laitière sont Koch (Koch membrane systems, Massachusetts, USA) et Synder (Synder Filtration, California, USA).



**Figure 2 : Représentation de la fabrication des membranes organique spirales (Synder Filtration, California, USA)**

Les membranes céramiques utilisées pour la MF  $0.1 \mu\text{m}$  sont principalement composées d'oxyde de zircon, alumine et/ou en oxyde de titane. Il s'agit de membranes asymétriques constituées d'un support poreux et d'une couche filtrante. L'utilisation de ces matériaux garantit une grande résistance mécanique, une tolérance élevée aux solvants et une résistance forte aux variations de conditions physico-chimiques : stabilité sur une large gamme de pH (0 à 14) et de température (0 à plusieurs centaines de degrés). Ces caractéristiques, en plus de permettre l'élaboration de protocoles de nettoyages efficaces, accordent aux membranes céramiques un temps de vie relativement élevé, de l'ordre d'une dizaine d'années. Les membranes céramiques sont principalement de géométrie tubulaire ( $10 \text{ à } 100 \text{ m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$  d'aire membranaire/encombrement au sol). Les membranes céramiques tubulaires (Figure 3b) sont caractérisées par : la taille des pores (en  $\mu\text{m}$ ) qui assurent la séparation des particules, la forme, le nombre et le diamètre des canaux (en mm) et la longueur des membranes (en m). Les principaux fournisseurs de membranes céramiques pour l'industrie laitière sont Pall (Pall, Tarbes, France) et Tami (Tami industries, Nyons, France).



**Figure 3 : Illustration d'une membrane organique spirale (a) et de membranes céramiques tubulaires (b)**

### I.1.2. Grandeurs opératoires

La filtration membranaire est une opération unitaire qui peut être utilisée pour concentrer, purifier ou fractionner des particules dispersées dans un solvant à l'aide d'une membrane. Le solvant et les solutés qui traversent la membrane constituent la fraction de perméat alors que les particules qui sont retenues constituent la fraction de rétentat. Le choix d'un procédé membranaire (microfiltration, ultrafiltration, nanofiltration, osmose inverse) est guidé par la taille des espèces à traiter, la taille des pores ou du seuil de coupure de la membrane et la force motrice nécessaire à la séparation des espèces. La microfiltration permet de retenir les composés entre 100 nm et 10-20  $\mu\text{m}$  ; les bactéries, levures et certains colloïdes peuvent être retenus par les membranes de microfiltration en fonction de leur taille. Pour l'application de séparation micelles de caséines / protéines sériques du lait écrémé, la microfiltration tangentielle avec une membrane de 0.1  $\mu\text{m}$  de diamètre de pores est parfaitement adaptée. Les performances de la microfiltration se définissent à travers sa productivité et son efficacité, respectivement mesurés par le flux de perméation à travers la membrane et la sélectivité de la séparation. La sélectivité est caractérisée par la transmission des différentes espèces. Les grandeurs caractéristiques de la microfiltration 0.1  $\mu\text{m}$  de lait écrémé sont décrites dans le tableau 2.

**Tableau 2 : Principales grandeurs caractéristiques des opérations de microfiltration**

Grandeur	Equation	Description	Référence
Pression transmembranaire (TMP)	$TMP = \frac{Per + Psr}{2} = \frac{Pep + Psp}{2}$	différence de pression entre les compartiments de rétentat et de perméat i.e. la force motrice de la filtration.	Eq. I-1
Perte de charge rétentat (PCR)	$PCR = Per - Psr$	perte de charge entre l'entrée et la sortie de la membrane.	Eq. I-2
Flux de perméation ( $J_p$ )	$J_p = \frac{Q_p}{A}$	volume de solvant qui passe à travers la membrane par unité de temps et de surface de filtration.	Eq. I-3
Vitesse d'écoulement tangentielle ( $v$ )	$v = \frac{Q_{rec}}{S}$	vitesse d'écoulement tangentiel du produit à filtrer dans le compartiment rétentat définie par le rapport entre le débit de circulation dans la boucle rétentat et la section de passage de la membrane	Eq. I-4
Contrainte de cisaillement ( $\tau_w$ )	$\tau_w = \frac{D_H \cdot PCR}{4L}$	érosion à la surface de la membrane permettant de limiter l'accumulation de matière à la membrane.	Eq. I-5
Facteur de réduction volumique (VRR)	$VRR = \frac{V_A}{V_R}$	rapport du volume de lait mis en œuvre sur le volume de rétentat obtenu.	Eq. I-6
Facteur de concentration (FC)	$FC = \frac{C_r}{C_A}$	rapport des concentrations d'une espèce $i$ dans le rétentat sur la concentration de cette même espèce dans le lait mis en œuvre.	Eq. I-7
Transmission	$Tr = \frac{C_p}{C_r}$	passage d'une espèce $i$ à travers la membrane. Transmission totale pour $Tr = 1$ ; Rétention totale pour $Tr = 0$ .	Eq. I-8

Avec  $Per$  et  $Psr$  les pressions rétentat respectivement en entrée et en sortie de membrane,  $Pep$  et  $Psp$  les pressions perméat respectivement en entrée et en sortie de membrane,  $Q_p$  le débit d'extraction perméat,  $A$  la surface membranaire,  $Q_{rec}$  le débit de circulation du rétentat,  $S$  la section de passage produit dans la membrane,  $D_H$  le diamètre hydraulique de la membrane,  $L$  la longueur de la membrane,  $V_A$  le volume de lait en alimentation,  $V_r$  le volume de rétentat,  $C_{r,i}$  la concentration d'un composé  $i$  dans le rétentat,  $C_{A,i}$  la concentration du composé  $i$  dans l'alimentation et  $C_{p,i}$  concentration du composé  $i$  dans le perméat.

### I.1.3. Transfert de matière

Lors de la filtration d'un solvant pur, le flux de perméation ( $J_p$ ) est dépendant, d'après la loi de Darcy, de la pression transmembranaire (TMP), de la viscosité du perméat ( $\mu_p$ ) et de la résistance hydraulique de la membrane propre ( $R_m$ ).

$$J_p = \frac{TMP}{\mu_p \cdot R_m} \quad \text{Eq. I-9}$$

Lorsque le fluide à filtrer comporte des solutés, le flux de perméation est impacté par l'accumulation de matière à la surface de la membrane. Les solutés peuvent alors être retenus par la membrane selon différents mécanismes : l'adsorption, le blocage de pores, la polarisation de concentration. Dans le cas de la filtration d'espèces colloïdales comme les micelles de caséines, le flux peut également être impacté par la formation d'un dépôt ou d'un gel irréversible à la surface de la membrane.

L'adsorption est le résultat des interactions entre les solutés en suspension dans la solution à filtrer et la membrane (surface + intérieur des pores). Une couche se forme sur la membrane créant une diminution de la section de passage dans les pores.

Le blocage des pores est le résultat de l'obstruction (partielle ou totale) des pores de la membrane par des particules de taille proche du diamètre des pores (propriétés stériques) ou par la précipitation de minéraux dans les pores au cours de la filtration. De même que pour l'adsorption, la section de passage dans les pores est diminuée, entraînant une baisse de la productivité.

On peut considérer que l'adsorption et de blocage des pores peuvent être assimilées à une résistance hydraulique additionnelle ( $R_{add}$ ) à la membrane dans la loi de Darcy.

$$J_p = \frac{TMP}{\mu_p \cdot (R_m + R_{add})} \quad \text{Eq. I-10}$$

La polarisation de concentration. Lors de la filtration et sous l'effet de la pression transmembranaire (force motrice), les solutés et le solvant sont dirigés vers la membrane par convection créant une accumulation de matière. Cette accumulation forme un gradient de concentration et conduit à un phénomène de "rétro-diffusion" (sens de la membrane vers le rétentat) qui tend à s'équilibrer avec la convection due au flux de perméation. Cet équilibre est atteint à une distance de la membrane qui correspond à la couche de polarisation (Figure 4).

La variation de la concentration d'une espèce dans l'espace (x) et dans le temps (t) est décrite par la seconde loi de Fick (équation de continuité) :

$$\frac{dC}{dt} = - \frac{dN}{dx} \quad \text{Eq. I-11}$$

avec C la concentration en soluté, x la distance à la membrane et N le flux de matière correspondant à la différence entre le flux de matière arrivant par convection et celui repartant par diffusion :

$$N = J_p \cdot C - D \cdot \frac{dC}{dx} \quad \text{Eq. I-12}$$

avec D le coefficient de diffusion des espèces en présence.

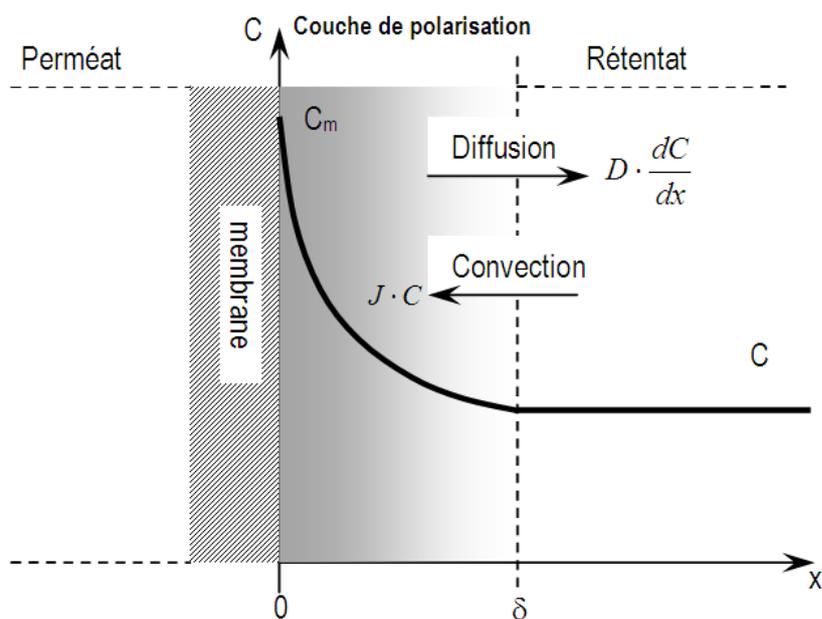


Figure 4 : Profil de concentration au sein de la couche de polarisation

De façon similaire à l'adsorption et au blocage de pores, l'accumulation des solutés à la membrane entraîne une résistance supplémentaire au transfert de matière. Pour le phénomène de polarisation de concentration, la résistance au transfert se traduit par une pression osmotique  $\pi_m$  opposée au gradient de pression transmembranaire.

La loi de Darcy peut être modifiée pour prendre en compte les phénomènes d'adsorption, de blocage des pores et de la polarisation de concentration. Le flux de perméation est alors décrit comme :

$$J_p = \frac{TMP - \pi_m}{\mu_p \cdot (R_m + R_{add})} \quad \text{Eq. I-13}$$

avec TMP la pression transmembranaire,  $\pi_m$  la résistance supplémentaire liée au phénomène de polarisation de concentration,  $\mu_p$  la viscosité du fluide,  $R_m$  la résistance de la membrane propre,  $R_{add}$  la résistance supplémentaire induite par l'adsorption et le blocage des pores.

Puisque les micelles de caséines possèdent des propriétés colloïdales, il est intéressant de considérer les particularités du transfert de matière liées à la filtration d'espèces colloïdales. On rappelle que les colloïdes couvrent les molécules de tailles comprises entre 2 et 500 nm.

Une première particularité de la filtration d'espèces colloïdales est que le flux de perméation obtenu lors de la filtration de colloïdes de tailles comprises entre 50 et 1000 nm (plage couvrant la taille des micelles de caséines), n'est pas affectée par la diffusion brownienne des colloïdes mais par les interactions de surface entre colloïdes (Bacchin et al. 2006). Lors de la filtration de colloïdes, la rétro-diffusion des colloïdes doit donc prendre en compte les interactions entre molécules, au travers en particulier de la diffusion collective.

Une autre particularité des colloïdes est leur aptitude à former des dépôts dans des conditions dites « critiques ». A la surface de la membrane, lorsque la force convective est supérieure à la force diffusiv (diffusion collective), la concentration volumique des colloïdes augmente jusqu'à un niveau critique, à partir duquel il n'y a plus de répulsion entre colloïdes. Les colloïdes s'agrègent alors et forment un dépôt ou un gel. Le dépôt de colloïdes présente alors une forte cohésion entre les espèces qui le composent ; le dépôt de colloïdes présente alors souvent un caractère irréversible.

La concentration critique des colloïdes explique les conditions critiques à partir desquelles la formation du dépôt est observée. Cette grandeur est traduite par le rapport critique entre le flux de perméation et la contrainte de cisaillement en filtration tangentielle (Gésan-Guiziu et al., 1999; Le Berre and Daufin, 1996). Ces conditions critiques peuvent être observées même pour de faibles valeurs de pression transmembranaire (0.3 - 1bar) (Gésan-Guiziu et al., 1999).

Le dépôt formé crée une résistance supplémentaire à la filtration ( $R_d$ ). Si on prend en compte les phénomènes d'adsorption, de blocage des pores et de la polarisation de concentration et de dépôt, la loi de Darcy modifiée et généralisée décrit le dépôt tel que :

$$J_p = \frac{TMP - \pi_m}{\mu_p \cdot (R_m + R_{add} + R_d)} \quad \text{Eq. I-14}$$

En conclusion, la filtration membranaire conduit à l'accumulation de matière réversible et irréversible à la surface de la membrane résultant de différents mécanismes de transport. L'accumulation irréversible à la surface de la membrane dégrade les performances de la filtration. Dans le cas de la filtration de colloïdes, cette accumulation irréversible est principalement due à la formation d'un dépôt/gel à la surface de la membrane.

#### 1.1.4. Conduite de la filtration membranaire

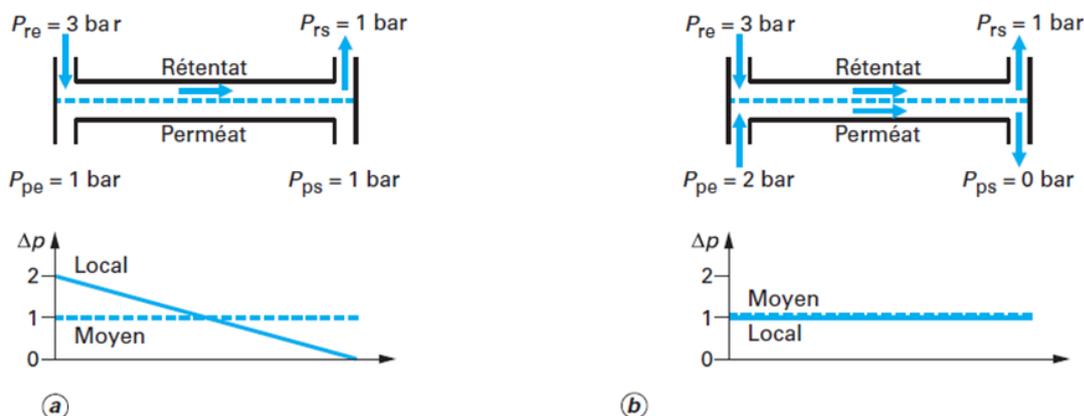
Lors de la microfiltration 0.1  $\mu\text{m}$  de lait, il a été montré que travailler avec des vitesses d'écoulement tangentielles fortes et des pressions transmembranaires faibles (< 1bar) permettent d'avoir de meilleures performances en termes de flux de perméation et de transmission des protéines sériques. En effet, les propriétés du dépôt de micelles de caséine dépendent des conditions hydrodynamiques mises en œuvre pendant la filtration et les vitesses fortes permettent d'augmenter l'érosion et donc de limiter le dépôt (Gésan-Guiziu et al., 1999; Jimenez-Lopez et al., 2008; Le Berre and Daufin, 1996). De plus, plusieurs auteurs ont montré qu'une pression transmembranaire faible limite le colmatage de la membrane et favorise ainsi la transmission des protéines sériques au cours de la filtration (Gésan-Guiziu et al., 1999; Heidebrecht et al., 2018; Tremblay-Marchand et al., 2016). Ces conditions de filtration impliquent des modes de conduite spécifiques.

La filtration tangentielle peut être réalisée soit à pression transmembranaire constante soit à flux de perméation constant. A pression transmembranaire constante, le flux de perméation diminue au cours du temps avec l'accumulation de matière à la surface de la membrane. A flux de perméation constant, la pression transmembranaire augmente au cours du temps avec l'accumulation de matière à la surface. Afin d'assurer la continuité des opérations en aval de la microfiltration, la filtration est conduite industriellement à flux de perméation constant. La conduite à flux de perméation constant est réalisée en asservissant le débit de perméation à la régulation de la pression rétentat ou perméat. En revanche, lorsque le colmatage évolue et conduit à des pressions transmembranaires élevées,

l'opérateur bascule sur la conduite à pression transmembranaire constante. Ainsi, le flux de perméation diminue jusqu'à finir la filtration du volume de lait à traiter. La conduite à pression transmembranaire nécessite uniquement la régulation des pressions. Dans le cas de la membrane organique, la conduite à pression transmembranaire constante nécessite la mise en place d'une contre-pression grâce à une vanne de régulation au niveau de l'extraction perméat. Cette solution est délicate à utiliser industriellement car le risque de rétro-perméation est élevé ce qui peut endommager les membranes de manière irréversible.

Lors de la filtration, l'utilisation de fortes vitesses d'écoulement tangentiel conduit à des pertes de charge élevées dans le compartiment rétentat. Ce phénomène se traduit par l'observation d'un gradient de pression transmembranaire le long de la membrane (Figure 5a). Afin de s'affranchir du gradient de pression et de l'hétérogénéité de l'encrassement tout en garantissant une pression transmembranaire faible et une vitesse d'écoulement tangentielle élevée, deux alternatives ont été développées pour les membrane céramiques : le système UTP et les membranes modifiées à gradient de perméabilité.

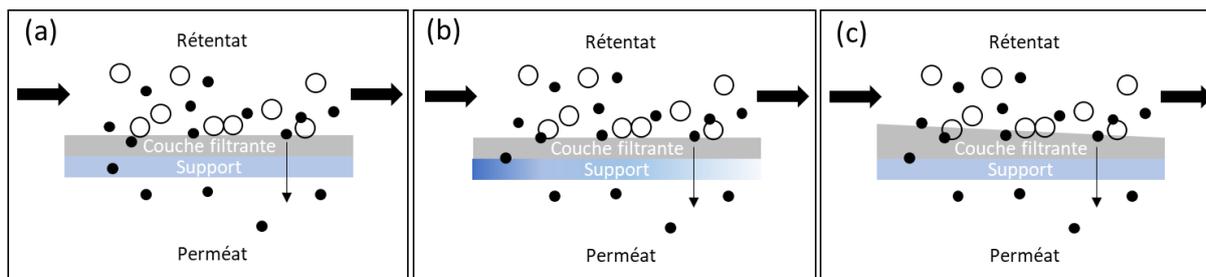
La première alternative est la mise en œuvre du système de pression transmembranaire uniforme (UTP), développé pour l'élimination des bactéries du lait et breveté par Alfa-Laval sous la marque Bactocatch® (Sandblöm, 1974). L'idée de base du système UTP repose sur le maintien d'une pression transmembranaire identique et constante tout au long de la membrane. L'égalité des pressions transmembranaires de l'entrée à la sortie de la membrane conduit à la mise en circulation du perméat à co-courant du rétentat (Figure 5b). La circulation du perméat dans la calandre du module coté perméat, génère une perte de charge qui est asservie à la perte de charge coté rétentat. Le mode de conduite avec le système UTP permet de limiter l'accumulation de matière à la membrane contrairement à un mode de conduite classique (Gézan et al., 1993). La circulation du perméat se fait grâce à une pompe supplémentaire impliquant des coûts énergétiques, d'investissement et d'entretien supplémentaires. Afin de limiter la puissance de la pompe et donc de diminuer les coûts, deux solutions sont possibles. La perte de charge peut être augmentée en remplissant le compartiment perméat avec des billes ou bien il est possible de réduire l'espace libre entre les membranes et le carter coté perméat (Invensys APV). Avec le système APV, la mise en place des barreaux membranaires dans les carters est une opération délicate. En effet, l'enveloppe des tubes en acier inoxydable est fragile et des déformations ont été observées industriellement.



**Figure 5 : Principe de la filtration classique sans pression transmembranaire homogène (a) et avec le système UTP (b) (Gésan-Guiziou, 2007). Les valeurs des pressions transmembranaires dans cette figure sont prises à titre d'exemple indicatif.**

La seconde alternative est une modification de la membrane qui permet de tenir compte du gradient de pression le long de la membrane sans utiliser de pompe côté perméat. Ces membranes sont fabriquées de façon à induire une résistance hydraulique décroissante le long de la membrane afin d'assurer un flux de perméation homogène. Leur spécificité est que ces membranes sont produites pour une perte de charge coté rétentat fixée. Deux types de membranes sont disponibles sur le marché (Figure 6b et 6c). La première, connue sous le nom de Membralox® GP (Garcera and Toujas, 1998) d'Exekia-Pall est basée sur une variation continue de la porosité du support membranaire. Le support de la membrane est modifié mais la couche filtrante ne l'est pas. Le second, Isoflux® de Tami Industries, est basé sur une variation continue de l'épaisseur de la couche de la membrane. La couche filtrante est plus épaisse en entrée de la membrane quand la pression transmembranaire est forte et plus fine quand la pression transmembranaire est plus faible.

Le gros avantage des membranes GP et Isoflux est le gain économique de la pompe placée côté perméat, en revanche ces membranes sont plus onéreuses à l'achat comparativement aux membranes céramiques non modifiées (entre 10 et 20 % en fonction de la taille des modules). La mise en œuvre des carters est plus aisée et il est possible d'utiliser des modules plus conséquents de 19, 37 ou 60 barreaux membranaires contre 19 pour des modules UTP. En revanche, ces deux types de membranes sont construites pour des pressions et des conditions hydrodynamiques prédéfinies et doivent par conséquent être utilisées pour des pertes de charge rétentat données quelle que soit l'application.



**Figure 6 : Représentation de la couche filtrante et du support pour un système UTP (a) et une membrane à gradient de résistance hydraulique GP® (b) et Isoflux® (c). Sur la figure (b), le gradient de couleur bleu représente la variation de la porosité du support.**

### 1.1.5. Spécificités de la microfiltration 0.1 µm de lait écrémé

Les travaux de la littérature montrent que lors de la microfiltration 0.1 µm de lait, la filtration est gérée par le dépôt de micelles de caséines. De plus, les conditions hydrodynamiques influencent les caractéristiques de ce dépôt à la surface de la membrane et donc les performances de la filtration en termes de flux de perméation et de transmission de protéines sériques.

Dans la littérature, les performances de la microfiltration 0.1 µm de lait sont largement étudiées en termes de productivité et de sélectivité. Elles sont étroitement liées à l'accumulation de matière à la surface de la membrane : plus l'accumulation de la matière est forte, plus les performances diminuent. Les caractéristiques du dépôt et de la couche de polarisation composée principalement de micelles de caséines sont responsables des performances de la microfiltration 0.1 µm de lait écrémé (Jimenez-Lopez et al., 2008; Le Berre and Daufin, 1996). Les propriétés de l'accumulation de matière à la surface de la membrane sont influencées par les conditions hydrodynamiques de filtration. Plusieurs travaux ont mis en évidence la présence d'un ratio critique ( $J_p/\tau_w$ ) définissant l'apparition du dépôt des micelles de caséines lors de la MF 0.1 µm (Gésan-Guiziou et al., 1999; Jimenez-Lopez et al., 2008; Le Berre et Daufin, 1996). Pour des conditions hydrodynamiques avec un ratio inférieur au ratio critique, les performances de la filtration sont stables alors que pour un ratio supérieur au ratio critique, il y a formation du dépôt irréversible et/ou gel conduisant à la diminution des performances de filtration. Les deux termes du ratio,  $J_p$  et  $\tau_w$  caractérisent deux phénomènes différents. Le premier permet de représenter la force de convection qui apporte de la matière à la surface de la membrane alors que le second caractérise une rétrodiffusion, liée aux conditions hydrodynamiques, qui permet par érosion d'éliminer la matière accumulée à la surface de la membrane. Plusieurs auteurs ont montré qu'à flux de perméation identique, une faible pression transmembranaire est favorable à la transmission des protéines sériques (Gésan-Guiziou et al., 1999; Heidebrecht et al., 2018; Tremblay-Marchand et al., 2016). En effet, le niveau de pression transmembranaire impacte le dépôt de micelles de caséines qui est compressible ; lors de filtration avec de fortes valeurs de pression transmembranaire, les micelles de caséines se compactent pour former un gel qui réduit très fortement la perméation (Bouchoux et al., 2014; Qu, 2012).

En ce qui concerne les conditions hydrodynamiques, il est important de distinguer les systèmes de filtration avec membranes céramiques et organiques. Industriellement et pour un FRV final proche de 3, les opérations de microfiltration réalisées sur membrane céramique sont généralement réalisées à des vitesses d'écoulement tangentiel à la membrane de l'ordre de  $7 \text{ m.s}^{-1}$  (équivalent à  $43 \text{ m}^3.\text{h}^{-1}$  pour

un module de 7 membranes) alors que les microfiltrations sur membrane organique sont généralement réalisées pour des débits de recirculation du rétentat inférieur à  $21 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$  (correspondant à des vitesses de l'ordre de  $1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ , qui ne prennent pas en compte les effets des espaceurs sur l'écoulement). Les membranes céramiques permettent de forts écoulements tangentiels qui induisent également de forts coûts énergétiques, d'autant plus avec le système UTP puisqu'une pompe supplémentaire est nécessaire pour établir la circulation du co-courant perméat.

D'autres paramètres liés aux conditions hydrodynamiques de la filtration peuvent influencer les performances de la filtration tel que le facteur de réduction volumique qui correspond au facteur de concentration dans le cas où les composés sont totalement retenus (caséines dans notre cas). Lorsque le facteur de concentration augmente, la quantité de matière accumulée à la membrane est plus importante. A flux de perméation identique, l'application d'un écoulement tangentiel plus fort permet d'augmenter l'érosion à la membrane et de limiter la formation du dépôt. De façon générale, lorsque le facteur de réduction augmente, la transmission des protéines sériques diminue. Ce phénomène est observé dans le cas de la filtration avec les membranes céramiques et est moins marqué dans le cas de la filtration avec les membranes organiques. Quel que soit le type de membrane mise en œuvre, le facteur de concentration est compris entre 1 et 3.5.

L'influence couplée du dépôt de matière à la surface de la membrane et du facteur de réduction volumique sur les performances de la filtration a également été étudiée pour la membrane GP et la membrane SW. Dans leurs travaux, Zulewska and Barbano, (2013) comparent pour une membrane organique spiralée l'influence de la présence de caséines dans le lait écrémé à microfiltrer. Ils ont montré que les caséines contribuent majoritairement à la formation du dépôt contrairement aux protéines sériques et que ce dépôt est responsable d'une diminution du flux de perméation et de la récupération des protéines sériques. Tremblay-Marchand et al., (2016) ont démontré que conduire la microfiltration sur membrane GP avec un facteur de réduction volumique fort permet plus de récupération de protéines sériques mais n'assure pas d'avoir une séparation des protéines efficace. En effet, avec un facteur de réduction plus faible, la récupération des protéines sériques est plus faible mais le flux de perméation est plus fort.

A notre connaissance, une seule étude s'intéresse à la comparaison pour les trois types de membranes (UTP, GP, SW) des performances en termes de flux de perméation et de transmission des protéines sériques (Zulewska et al., 2009). A  $50^\circ\text{C}$  et pour un facteur de concentration de 3, les flux de perméation pour les trois systèmes – UTP, GP et SW – sont respectivement de 54.08, 71.79 et  $16.21 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$ ; pour traiter un même volume dans un temps de production figé, la surface de filtration nécessaire en SW est plus importante qu'en GP, elle-même plus importante qu'en UTP. Pour la performance en termes de récupération des protéines sériques, les systèmes – UTP, GP et SW – permettent de récupérer respectivement 64.4, 64.04 et 38.62 %. Les membranes céramiques sont largement utilisées dans l'industrie laitière car elles présentent de bonnes performances de filtration en termes de flux de perméation et de transmission des protéines sériques.

Selon la membrane mise en œuvre, les plages de pression transmembranaire appliquées sont différentes. Le système UTP permet l'application d'une pression transmembranaire homogène et faible tout au long de la membrane, et cela quels que soient les autres paramètres opératoires : il permet ainsi de travailler à des pressions transmembranaires inférieures à 1 bar (de l'ordre de 0.7 bar). A l'inverse, les membranes à gradient de perméabilité (ex : membrane GP) sont conduites à des

niveaux de pression transmembranaire plus élevés (entre 1 et 2 bar) pour éviter la rétro-filtration. La rétro-filtration est le passage du produit du perméat au rétentat i.e. dans le sens inverse de la filtration. Afin de ne pas être dans les conditions de rétro-filtration la pression transmembranaire doit être supérieure à la moitié de la perte de charge rétentat. Dans l'industrie laitière les membranes à gradient de perméabilité sont conçues pour travailler avec une perte de charge rétentat de 2 bar. Par conséquent, la pression transmembranaire appliquée doit être supérieure à 1 bar. Pour la membrane organique, la pression transmembranaire est généralement de 1.2 bar. En effet, de même que pour la membrane à gradient de perméabilité, on ne souhaite pas de rétro-filtration. Les écoulements tangentiels étant plus faibles pour les membranes organiques par rapport aux membranes céramiques, la perte de charge rétentat est de l'ordre de 1.5 bar. Industriellement, la pression de la pompe d'alimentation est imposée à 2.5 – 3 bar et la pression perméat est la pression atmosphérique. De ce fait, il n'est pas possible de travailler à des niveaux de pression transmembranaire inférieur à 1.2 bar.

L'impact de la température sur les performances de la filtration est peu étudié dans la littérature. L'augmentation de la température de filtration conduit à une augmentation du flux de perméation lors de la microfiltration de lait écrémé (Hurt et al., 2015). A notre connaissance l'influence de la température de filtration sur la transmission des protéines sériques n'a pas été très étudiée. Encore une fois, les systèmes de filtration avec membranes céramiques ou organiques diffèrent par la température appliquée pendant la filtration, ce qui pourrait avoir une incidence sur les performances hydrauliques et la sélectivité membranaire. La filtration à 50 °C permet d'obtenir de bonnes performances de filtration (productivité élevée, viscosité faible) tout en réduisant le développement bactérien dans la matrice laitière. En revanche, pour la MF organique, une température plus basse (entre 4 et 15°C) est privilégiée afin de minimiser le risque de développement bactérien. En effet, les membranes organiques sont plus fragiles et leur géométrie est propice à la contamination bactérienne du fait de la présence de nombreuses zones mortes.

Le tableau 3 résume les plages de conditions opératoires en fonction du type de membrane.

**Tableau 3 : Plages de conditions opératoires en fonction du type de membrane**

	Unité	Système UTP	Membrane à gradient de perméabilité	Membrane SW
Flux de perméation (FRV = 1)	(L.h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> )	75-100	75	15
Pression transmembranaire	(bar)	0.7	1-2	1.2
Vitesse d'écoulement tangentiel	(m.s <sup>-1</sup> )	7	7	< 2
Transmission des protéines sériques	(%)	65-70	60	20-50
Température	(°C)	50	50	50 8-12
Temps de filtration avant dégradation des conditions bactériologiques	(h)	< 8	< 8	< 10 à chaud < 20 à froid

**Message à retenir :**

La microfiltration 0.1  $\mu\text{m}$  de lait écrémé est un procédé classiquement utilisé dans l'industrie laitière pour la séparation micelles de caséines et protéines sériques. Les options technologiques qui existent pour sa mise en œuvre industrielle sont nombreuses. Le choix de la membrane, du module, des modes de conduite et de fonctionnement ainsi que le choix des conditions opératoires de l'opération doivent se réfléchir au regard du cahier des charges ciblé par l'industriel utilisateur. Pour un lait écrémé de grand mélange, ces choix ont un impact sur les propriétés des couches s'accumulant à la surface de la membrane et en particulier sur les propriétés du dépôt de micelles de caséines qui se forme à la surface de la membrane au cours de la filtration. Ce dépôt étant garant des performances de filtration en termes de flux de perméation et de transmission des protéines sériques, il est important de connaître dans quelle mesure ces choix peuvent influencer les performances de filtration. Comme démontré, ces choix ont également des répercussions économiques liées en particulier aux équipements (ex : pompe supplémentaire en mode UTP) et aux écoulements tangentiels mis en œuvre. Afin d'avoir une vision globale et optimale de l'opération unitaire de microfiltration 0.1  $\mu\text{m}$  il est indispensable de formuler le problème d'optimisation de façon multiobjectif en considérant les caractéristiques des produits obtenus, le mode de conduite et de fonctionnement du procédé ainsi que son dimensionnement.

## I.2. Modélisation et optimisation de la MF 0.1 µm de lait écrémé

Malgré le fort intérêt de la MF 0.1 µm dans l'industrie laitière, l'opération unitaire n'est que partiellement optimisée. L'optimisation de la microfiltration est complexe en raison de la complexité intrinsèque du lait et du manque de connaissances sur les mécanismes limitants les performances du procédé (Jimenez-Lopez et al., 2008; Tolkach and Kulozik, 2006; Trystram, 2012). Ainsi, le manque de modèles prédictifs des performances de la MF 0.1 µm et la complexité du lait rendent impossible l'utilisation de simulateurs de procédés existants tels que ProSimPlus ou Aspen Plus. En effet, les simulateurs de procédé fonctionnent grâce à des bibliothèques de modèles d'opérations unitaires et de données thermodynamiques des produits. Ils sont principalement utilisés dans les domaines de la chimie et du pétrole où les modèles phénoménologiques et les données thermodynamiques des produits sont connus. Pour être utilisés dans le domaine agro-alimentaire, ces simulateurs nécessitent d'être adaptés aux produits complexes comme le lait, pour prendre en compte les propriétés des différentes classes de composés et de leurs interactions plutôt que les propriétés thermodynamiques individuelles des composés pris isolément (Madoumier et al., 2015).

Devant l'absence d'approche d'optimisation définie, le choix des technologies membranaires, ainsi que le dimensionnement des installations industrielles, sont basés sur le savoir-faire des équipementiers et les connaissances des experts. Ces connaissances sont étroitement liées à l'expérience de conception et la spécialité de chaque équipementier. Ces équipementiers ne disposent souvent pas des données nécessaires à la comparaison des différentes technologies de microfiltration disponibles sur le marché ; cela ne leur permet pas de prendre en compte de façon simultanée les caractéristiques des produits obtenus, le type de membrane, les conditions opératoires, le dimensionnement de l'installation et les coûts économiques dans l'optimisation de l'opération unitaire.

Les parties suivantes présentent les travaux de modélisation et d'optimisation de la microfiltration de lait.

### I.2.1. Modélisation de l'opération de microfiltration de lait écrémé

Dans la littérature, des travaux ont porté sur la modélisation de la MF 0.1 µm et plus particulièrement sur la modélisation du flux de perméation. Ces approches ne permettent pas l'évaluation des performances de la filtration en termes de transmission des protéines sériques et ne sont valables que sur des plages de conditions restreintes.

Samuelsson (1997) compare 4 modèles de transport de matière à un jeu de données expérimentales afin de déterminer le meilleur modèle pour prédire le flux de perméation limite. Pour deux conditions de température (15°C et 55°C) et un facteur de réduction volumique de 1.15, le modèle proposé « shear-induced diffusion » (Eq I-15) a permis une meilleure prédiction du flux de perméation limite

$$J_p = 0.072 \cdot \frac{\tau_w}{\mu_p} \cdot \left( \frac{\phi_w \cdot a^4}{\phi_b \cdot L} \right)^{\frac{1}{3}} \quad \text{Eq I-15}$$

avec  $J_p$  le flux de perméation,  $\tau_w$  la contrainte de cisaillement à la paroi,  $\mu_p$  la viscosité du perméat,  $a$  le rayon de la particule ( $\approx 100\text{nm}$ ),  $\phi_w$  la fraction volumique de la particule dans la couche juste au-dessus du colmatage à la surface de la membrane ( $\approx 0.8$ ),  $\phi_b$  la fraction volumique de la particule dans la solution ( $\approx 0.113$ ) et  $L$  la longueur de la membrane. Ce modèle permet de prédire le flux de

perméation pour une température et un facteur de réduction volumique fixés. De plus, le modèle nécessite de connaître certaines propriétés de la suspension difficiles à déterminer comme le rayon des particules et les fractions volumiques des constituants du lait.

Dans les travaux de Astudillo-Castro (2015), le flux de perméation est déterminé par un modèle exponentiel en fonction de la pression transmembranaire à condition de connaître le flux de perméation limite et la pression transmembranaire critique (Eq I-16). La pression critique correspond à la pression à partir de laquelle la relation entre le flux de perméation et la pression transmembranaire n'est plus linéaire. Le flux de perméation limite correspond au flux maximal que le système peut atteindre dans les conditions choisies de température, facteur de réduction volumique et écoulement tangentiel.

$$J_p = J_{p,L} \cdot \left( 1 - \exp\left(-\frac{TMP}{TMP_c}\right) \right) \quad \text{Eq I-16}$$

avec  $J_{p,L}$  le flux de perméation limite et  $TMP_c$  la pression transmembranaire critique.

Astudillo-Castro (2015), propose une modélisation du flux limite et de la pression critique en fonction du facteur de concentration, de la température et de la vitesse d'écoulement tangentielle en ajustant une régression multiple sur leurs données. Cette approche permet d'avoir une bonne évaluation du flux de perméation en fonction du facteur de concentration, de la température et de la vitesse d'écoulement tangentielle à condition d'être dans les mêmes conditions de fonctionnement et les mêmes conditions opératoires que celles du jeu de données utilisé pour ajuster le modèle, soit une facteur de concentration compris entre 0.5 et 1.5, température comprise entre 40 et 60°C et une vitesse d'écoulement tangentielle comprise entre 1.13 et 4.29 m.s<sup>-1</sup>. Dans l'industrie laitière, le facteur de concentration ciblé est autour de 3.0, ce modèle n'est donc pas adapté à notre étude.

### 1.2.2. Optimisation de l'opération de microfiltration de lait écrémé

Tout comme la modélisation, l'optimisation de la MF 0.1 µm a été peu étudiée dans la littérature et les études réalisées sont mono-objectif.

Samuelsson (1997) s'est intéressé à la minimisation de la rétention des protéines sériques. Les comparaisons des différents cas d'étude permettent de déterminer que la quantité de protéines récupérées dans le perméat est indépendante de la pression transmembranaire jusqu'à 190 kPa dans le cas de forte vitesse d'écoulement tangentielle (8 m.s<sup>-1</sup> à 55°C). En revanche, quelle que soit la vitesse d'écoulement tangentielle et à une température de 15°C, la récupération des protéines dans le perméat diminue avec l'augmentation de la pression transmembranaire.

L'optimisation de la MF a été réalisée via un algorithme mono-objectif une seule fois sur une membrane en polyvinylidene fluoride (PVDF) (Millipore, Billerica, MA) avec un diamètre de pores moyen de 0.22 µm (Madaeni et al., 2013). Dans ce travail, l'objectif était d'optimiser le flux de perméation relativement aux conditions de fonctionnement : la pression transmembranaire, la température et la vitesse d'écoulement tangentiel avec du lait entier ou écrémé. Basé sur des modèles de colmatage de la membrane, ce problème a été résolu par l'application d'une méthode hybride basée sur un algorithme de programmation quadratique génétique et séquentiel (Madaeni et al., 2013). Avec une pression transmembranaire de 3 bar, une température de 50°C et une vitesse

d'écoulement tangentiel de  $1.2 \text{ m.s}^{-1}$ , les flux optimaux déterminés sont  $21.24 \text{ L.m}^{-2}$  pour un lait entier et  $21.5 \text{ L.m}^{-2}$  pour un lait écrémé. Enfin, un brevet propose une méthode d'optimisation du rendement, de la pureté ou de la sélectivité des espèces cibles sur une association de MF et UF (Belfort et al., 2008). Cette méthode est difficilement applicable, car elle nécessite de disposer de nombreuses données souvent difficiles à acquérir telles que la taille efficace des pores de la membrane, la composition de la couche de colmatage ou encore le taux de perméation de chaque espèce contenue dans le fluide à filtrer. De plus, le lait étant un fluide complexe, il est difficile de déterminer les données d'entrée nécessaires à l'application de cette méthode d'optimisation.

Bien que ces études aient permis d'identifier les variables opératoires principales de la microfiltration, de comprendre les phénomènes de colmatage de la membrane, elles ne permettent pas d'optimiser entièrement l'opération de microfiltration. Dans ces travaux, uniquement une partie de l'opération unitaire est optimisée (optimisation incrémentale). De plus ces études (Madaeni et al., 2013; Samuelsson, 1997) ne prennent en compte qu'un objectif d'optimisation (le flux de perméation), tandis que l'optimisation de toute l'opération unitaire doit prendre en compte plusieurs objectifs contradictoires, tels que maximiser la récupération du produit tout en veillant à minimiser les coûts économiques et les impacts environnementaux. Comme il n'est pas possible de résoudre un problème d'optimisation multiobjectif en fusionnant différentes optimisations mono-objectifs, il est nécessaire d'optimiser toute l'opération unitaire de microfiltration en considérant de façon simultanée les différents objectifs.

### Message à retenir :

Plusieurs études de modélisation et d'optimisation ont été réalisées sur la MF  $0.1 \mu\text{m}$  de lait écrémé et permettent de comprendre les phénomènes physiques impliqués lors de la microfiltration de lait. En revanche, par manque de connaissance, aucune de ces études ne propose une modélisation de la microfiltration prenant en compte le produit, les variables opératoires, la conception et les coûts économiques. Puisque l'optimisation repose sur la modélisation du problème à résoudre, il n'est pas possible, à partir des connaissances de la littérature d'optimiser de façon multiobjectif la microfiltration  $0.1 \mu\text{m}$  de lait écrémé.

### I.3. Les approches d'optimisation multiobjectif d'opérations unitaires

Puisque aucun travail d'optimisation multiobjectif dans le domaine agroalimentaire n'a porté sur la microfiltration de lait écrémé, cette partie propose d'étudier les approches d'optimisation multiobjectif d'opérations unitaires. Dans un premier temps, nous nous intéressons à l'optimisation multiobjectif d'opérations unitaires dans le domaine agroalimentaire. Dans un second temps, et afin d'avoir une vision plus globale, la partie suivante s'intéresse à l'optimisation multiobjectif d'opérations membranaires en dehors du domaine agroalimentaire.

#### I.3.1. Optimisation multiobjectif d'opérations unitaires dans le domaine de l'agroalimentaire

L'optimisation multiobjectif est peu utilisée dans le secteur des procédés agroalimentaires en comparaison à l'industrie chimique. Les difficultés et limites de l'utilisation des méthodes d'optimisation multiobjectif dans le domaine agroalimentaire sont connues (Trystram, 2012). D'une part, les propriétés physiques et les paramètres évaluant la qualité des produits sont difficiles à prédire compte tenu de la complexité des aliments. D'autre part, la prise en compte simultanée de la conception et de la conduite d'une opération reste difficile. La plupart des études se focalisent soit sur l'optimisation des conditions opératoires d'une opération avec une conception figée soit sur l'optimisation spécifique d'opérations de traitements thermiques pour lesquelles les équations de transfert sont généralement bien établies. On peut citer comme rare exemple, l'optimisation simultanée de la conception et de la conduite d'un évaporateur multi-effets par Nishitani and Kunugita, (1979). Deux approches d'optimisation de problème multiobjectif ressortent de la littérature : i) résolution mono-objective du problème en utilisant des méthodes permettant la transformation d'un problème multiobjectif en mono-objectif et ii) résolution multiobjectif du problème.

i) Comme nous l'avons vu spécifiquement pour la MF 0.1  $\mu\text{m}$ , certains travaux ramènent le problème multiobjectif à un problème mono-objectif dans le but de simplifier la résolution de l'optimisation. Goñi and Salvadori, (2012) ont ainsi utilisé la méthode  $\epsilon$ -contrainte pour optimiser la cuisson du bœuf par la minimisation du temps de cuisson et de la perte de poids. Cette méthode permet d'optimiser un seul objectif en transformant les autres objectifs en contraintes additionnelles (Haimès et al., 1971). De la même façon, une méthode d'optimisation par minimisation des pertes a été utilisée dans le domaine de la boulangerie pour l'optimisation de la texture (le croustillant) de la croûte de pain, son brunissement et sa teneur en eau (Hadiyanto et al., 2009). Toujours dans le domaine de la boulangerie, Lukic et al. (2017) ont étudié l'optimisation par un algorithme génétique de la microfiltration d'une suspension de levure boulangère assistée par un promoteur de turbulence. Le modèle utilisé pour l'optimisation est basé sur les surfaces de réponses et considère deux objectifs : la maximisation du flux de perméation et la maximisation de la réduction de la consommation énergétique. Les deux objectifs sont exprimés en fonction de la pression transmembranaire, du débit d'alimentation et de la concentration de la suspension. Un travail similaire a été réalisé par Ikončić et al. (2019) pour l'optimisation par un algorithme génétique de la microfiltration d'une suspension d'amidon de blé avec les deux mêmes objectifs d'optimisation. Cette fois, le modèle à optimiser a été obtenu par l'utilisation de réseaux de neurones avec les données de pression transmembranaire, débit d'alimentation et concentration de la suspension en première couche. Dans le domaine des boissons,

Gergely et al., (2003) ont déterminé les conditions optimales de filtration de vin en utilisant une méthode permettant de minimiser les pertes avec des facteurs de poids sur les objectifs de l'optimisation. Sur les sept objectifs qui ont été considérés, six permettent de caractériser le produit (concentration en polyphénol, en protéines, en colloïdes, en acide tartrique, en alcool et la couleur) et un seul de caractériser le procédé (flux de perméation).

ii) L'optimisation multiobjectif a également été utilisée dans le domaine de la brasserie pour le procédé de dialyse de la bière (Yuen et al., 2000). La bière est dialysée via des membrane à fibres creuses afin de diminuer le niveau d'alcool. Le modèle utilisé pour l'optimisation est basé sur des équations de transfert de matière déjà établies et le modèle complexe de la bière a été simplifié. L'optimisation des deux objectifs de l'optimisation qui étaient de maximiser la suppression de l'alcool et de minimiser le « goût chimique » a été réalisée avec un algorithme génétique.

En dehors des procédés de cuisson et de séparation, la grande majorité des travaux d'optimisation multiobjectif en agroalimentaire met en œuvre des métaheuristiques pour résoudre des problèmes d'optimisation d'opérations thermiques tels que le séchage, l'évaporation ou les échangeurs de chaleur. Deux métaheuristiques sont majoritairement utilisées en agroalimentaire : *Non-dominated Sorting Genetic Algorithm-II* (NSGA-II) (Deb et al., 2002) et *Particle Swarm Optimization* (PSO) (Kennedy and Eberhart, 1995). NSGA-II a été utilisé dans l'optimisation du procédé de séchage de la pomme (Janaszek-Mankowska, 2018), d'un évaporateur à flot tombant (Sharma et al., 2012), d'échangeurs de chaleur (Deka and Datta, 2017; Pordanjani et al., 2020) pour des procédés thermiques à forte pression (Ferrández et al., 2019). PSO a été utilisé pour estimer des coefficients de transfert de masse et de chaleur pour le procédé de séchage sur lit fluidisé (Vitor and Gomes, 2011), pour optimiser un procédé de friture de viande d'autruche (Amiryousefi et al., 2014) et pour optimiser un volume d'une pâte à base de blé lors de sa fermentation (Stanke et al., 2014).

### 1.3.2. Optimisation multiobjectif d'opérations unitaires à membranes

En dehors du domaine agroalimentaire, les opérations de séparation par membranes sont omniprésentes particulièrement dans le domaine du traitement de l'eau à la fois pour le traitement des eaux usées et pour la production d'eau potable par désalinisation. Malgré l'importance de ces procédés au niveau industriel, les travaux sur leur optimisation multiobjectif sont peu nombreux.

Dans le traitement des eaux usées, des travaux ont été réalisés sur l'élimination de matière huileuse (Soleimani et al., 2013), de chlorophénol (Al-Obaidi et al., 2017) ou de peroxyde d'hydrogène (Abejón et al., 2012). Dans le cas de l'élimination de la matière huileuse, la séparation est réalisée par une membrane d'ultrafiltration organique dont l'optimisation est réalisée par un algorithme génétique et porte sur la maximisation du flux de perméation et la minimisation de la résistance de colmatage à la membrane. Le modèle des deux objectifs a été obtenu par la méthode des réseaux de neurones en considérant en données d'entrée la température, la pression transmembranaire, la vitesse d'écoulement tangentiel et le pH de l'eau chargée en matière huileuse. Pour les travaux portant sur l'élimination du chlorophenol, la séparation est réalisée par osmose inverse. Les deux objectifs d'optimisation étaient la maximisation de l'élimination du chlorophenol et la minimisation de la pression d'alimentation ; l'optimisation a été réalisée par algorithme génétique. Le modèle permettant l'optimisation à partir des équations sur les phénomènes de transport de matière a été validé par des données expérimentales. D'autres travaux ont également porté sur l'optimisation multiobjectif d'ultrafiltration mais dans le cas la purification de peroxyde d'hydrogène ; le modèle utilisé pour expliciter les objectifs de l'optimisation est issu des équations de transfert de matière et les bilans

matières globaux et par composants. Dans les travaux de Abejón et al. (2012), le problème est formulé pour maximiser le ratio de la concentration limite acceptée et la concentration du produit et minimiser les coûts économiques avec la méthode  $\epsilon$ -contrainte. Enfin, l'optimisation de l'osmose inverse a été proposée par (Guria et al., 2005) pour la désalinisation de l'eau par osmose inverse avec deux types de modules de filtration : spirale ou tubulaire. Le modèle des objectifs de l'optimisation – maximisation du débit de perméation et minimisation du coût économique – est basé sur le modèle de solution diffusion à travers les membranes d'osmose inverse. Ce modèle a été optimisé avec NSGA II (Deb et al., 2002) et permet de conclure que la surface de filtration est un paramètre de conception important pour le dessalement à l'aide de modules en spirale alors que dans le cas de modules tubulaires, il s'agit de la pression transmembranaire.

L'analyse de ces travaux d'optimisation multiobjectif d'opération à membrane hors domaine agroalimentaire permet de mettre en évidence que l'optimisation est possible lorsque les modèles des objectifs de l'optimisation sont disponibles.

### Message à retenir :

A notre connaissance, aucun travail n'a porté sur l'optimisation multiobjectif de la microfiltration de lait écrémé  $0.1 \mu\text{m}$  en prenant en compte le produit, les conditions opératoires, le dimensionnement de l'installation et les coûts économiques. Des approches existent pour la résolution de problèmes multiobjectifs dans le domaine agroalimentaire ou de la filtration membranaire mais il faut que le problème à optimiser soit formulé mathématiquement. En raison du manque de connaissances sur la microfiltration, le problème d'optimisation nécessite d'être formulé avant d'appliquer une méthode de résolution. Il y a donc besoin d'établir et connaître les liens mathématiques ou algorithmiques entre les variables et entre les variables et objectifs de l'optimisation et de combler les manques de connaissance.

## I.4. Approches pour combler le manque de connaissances nécessaires à l'optimisation de la microfiltration

L'optimisation multiobjectif nécessite la formulation du problème multiobjectif, la modélisation des objectifs de l'optimisation et la résolution du problème par la mise en œuvre d'un algorithme adapté au problème. La formulation du problème multiobjectif d'optimisation de la MF est complexe en raison du grand nombre et de l'hétérogénéité (continue, discrète, ordinale, cardinale) des variables impliquées et du manque de connaissances sur les lois physiques sous-jacentes. La description des relations d'influence entre les variables elles-mêmes et entre les variables et les objectifs d'optimisation nécessite d'acquérir de nouvelles connaissances. L'acquisition de connaissances est usuellement réalisée en science via des expérimentations. Si les expérimentations sont trop lourdes, et si des connaissances expertes existent, la connaissance peut être recueillie par du recueil de connaissances auprès d'experts.

Le couplage de l'intégration de connaissances et de l'optimisation est une stratégie intéressante pour la résolution de problèmes d'optimisation multiobjectif dans un domaine où la connaissance disponible est incomplète. Deux études sur l'intégration des connaissances d'experts lors de la représentation d'un processus alimentaire ont été réalisées au cours de ces dernières années. La première a combiné des connaissances expertes et rhéologiques sur le pain français pour prédire l'état de la pâte et du pain à partir des caractéristiques des matières premières et des conditions de transformation (Ndiaye et al., 2009b). La seconde prédisait l'affinage du fromage à partir de mesures biochimiques et d'observations sensorielles (Baudrit et al., 2010). À notre connaissance, une seule étude (Hoballah et al., 2018) a développé une méthode pour intégrer les connaissances d'experts dans la formulation d'un problème d'optimisation multiobjectif. Cette méthode développée pour la conception d'isolant thermique à base de fibre de bois peut être transposée à la conception de procédé de microfiltration 0.1  $\mu\text{m}$ .

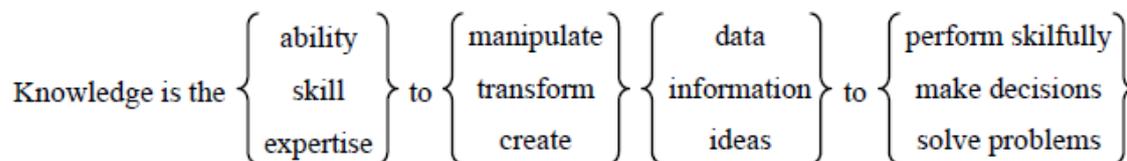
### I.4.1. Couplage de recueil de connaissances auprès d'experts et d'optimisation

L'objectif du recueil de connaissance (Hoballah et al., 2018) consiste à recueillir la connaissance afin de construire les graphes d'influence des objectifs de l'optimisation par les variables de décision. L'identification des variables peut être réalisée à l'aide de sessions de recueil de connaissances via des interviews (Cooke, 1999). Dans cette optique, cette partie est consacrée à la présentation de la méthodologie de recueil de connaissances et des techniques associées (interviews et cartes causales). Trois notions seront abordées : la description, le recueil et la représentation de connaissances.

#### I.4.1.1. Description de la connaissance

Il n'existe pas une, mais une multitude de réponses à la question « Qu'est-ce que la connaissance ? ». Milton (2007) en propose plusieurs : la connaissance est une forme structurée de l'information ; la connaissance est ce qui a besoin d'être pensé comme un expert ; la connaissance est ce qui distingue l'expert du non-expert ; la connaissance est ce qui est nécessaire pour réaliser des actions complexes.

De façon plus générique, il propose la définition suivante : « *Knowledge is like a machine or an engine in our head* ». Il illustre cette définition avec la figure 7 suivante :



**Figure 7 : Illustration de la définition de la connaissance par Milton (2007)**

Afin de comprendre la connaissance il est nécessaire de comprendre comment elle est structurée et manipulée par l'expert. Toujours d'après Milton (2007), deux dimensions permettent de décrire la connaissance : est ce qu'il s'agit de connaissances procédurales ou conceptuelles ? S'agit-il de connaissances explicites ou tacites ?

Si la connaissance peut s'exprimer en utilisant « *je sais comment ...* » en début de phrase alors il s'agit de connaissance procédurale. Par exemple : « *Je sais comment résoudre une équation* ». Cela permet d'exprimer des connaissances à propos d'actions ou d'activités. En revanche, si la connaissance s'exprime sous la forme « *je sais que ...* » alors il s'agit de connaissance conceptuelle. Par exemple : « *Je sais que  $2 + 2 = 4$*  ».

Pour la deuxième dimension, l'objectif est de savoir si c'est une connaissance explicite ou bien s'il s'agit de connaissance tacite. La connaissance explicite est facile à exprimer et transmettre alors que la connaissance tacite nécessite d'être élicitée pour la verbaliser. Par exemple pour « *Je sais comment résoudre une équation* » il est facile d'expliquer la méthode utilisée afin de partager la connaissance. En revanche si la connaissance est la suivante : « *Je sais faire du vélo* » alors elle est difficile à verbaliser bien qu'il soit facile de montrer comment on fait.

Selon Anderson (2015) la connaissance est soit déclarative soit procédurale. Les définitions sont données par (Désilets, 2007) telles que la connaissance déclarative « *contient les idées sous forme d'arrangements ou de schéma qui peuvent être associés, dissociés, combinés etc pour former les arrangements complexes et constituer ainsi un vaste réseau* » alors que la connaissance procédurale « *conserve la connaissance comme un ensemble de règles de production formalisées par l'énoncé « si .. alors »* ». La différence fondamentale entre les deux types de connaissance est que la connaissance déclarative ne contient aucune indication sur son utilisation (Désilets, 2007).

Selon la nature de la connaissance, son élicitation, son extraction et son transfert demanderont différentes méthodes. L'interview est l'une de ces méthodes.

#### 1.4.1.2. Technique de recueil de connaissances : l'interview

Les techniques d'interviews s'inscrivent dans un continuum avec l'interview non-structurée, l'interview semi-structurée et l'interview non structurée (Edwards and Holland, 2013). Toutes ces techniques d'interviews permettent d'initier un dialogue entre deux ou plusieurs personnes, d'imposer une thématique de discussion tout en ayant la possibilité de recontextualiser les connaissances échangées.

Lors d'une interview structurée, une liste de questions fermées (i.e. les réponses peuvent uniquement être « oui », « non » ou une réponse brève) sont préparées en amont. Ce type d'interview permet de poser de nombreuses questions à différents participants en un temps réduit (Brinkmann, 2013). Les réponses étant limitées, il est facile de comparer les résultats des participants. En revanche, la préparation des questions nécessite d'avoir une bonne connaissance du sujet afin de poser des questions pertinentes. Les interviews structurées sont souvent utilisées pour des enquêtes d'opinion ou de satisfaction client mais sont également utilisées dans le domaine de l'ingénierie de la fiabilité avec intégration de connaissances expertes (Quintana-Amate et al., 2015).

Au contraire, lors de l'interview non-structurée, l'ingénieur de connaissance commence par une question ouverte qui a trait à une question initiale sur le sujet sur lequel il souhaite recueillir la connaissance. L'échange ressemble plus à une discussion informelle qu'à une interview. Cette méthode est très efficace pour explorer un sujet et en avoir une vision globale. Dans ce but, elle a été utilisée dans le domaine industriel pour recueillir des connaissances sur la fabrication d'emballage métalliques (do Rosário et al., 2015). Sa principale faiblesse est qu'elle apporte de nombreuses connaissances pouvant être fortement hétérogènes et difficiles à traiter.

Au croisement de ces deux techniques, l'interview semi-structurée est utilisée pour recueillir les connaissances des experts et leur savoir-faire (Brinkmann, 2013). Différentes catégories de questions sont posées (Kvale, 2008) : Des questions d'introduction pour identifier les variables significatives ; Des questions de suivi pour identifier des relations entre les variables significatives ; Des questions de clarification pour solliciter plus de détails sur des points spécifiques ; Des questions d'approbation pour valider la compréhension des concepts clés. Ce type d'interview est fréquemment utilisé dans le domaine médical, notamment à des fins de diagnostic (Wood et al., 2016) mais aussi dans le domaine du développement de logiciels (Hove and Anda, 2005). La combinaison de différents types de questions permet d'aborder via l'interview des connaissances scientifiques et disciplinaires expertes mais également des connaissances liées à des pratiques et savoirs faire professionnels (Döringer, 2020).

### 1.4.1.3. Les cartes causales

Les cartes causales sont des cartes cognitives qui permettent de représenter des connaissances spécifiques sur un sujet et sont souvent utilisées pour représenter des connaissances et conditions qui peuvent influencer le processus de prise de décision (Nadkarni and Shenoy, 2001). Une relation causale est différente d'une relation logique dans le sens où elle est unidirectionnelle, de la cause vers l'effet (Kwon, 2011). Les connaissances proviennent d'individus -experts- qui par leur expérience et leur formation ont des connaissances relationnelles ou causales sur des systèmes complexes (Abernethy et al., 2005). Ils comprennent comment les choses s'intègrent et fonctionnent ensemble. Dans la pratique et d'après Milton (2007), une carte causale est un graphe qui permet de mettre en évidence des concepts, représentés par les nœuds, liés par des relations, représentées par des flèches. Ce formalisme graphique permet de faciliter les échanges entre experts et rend plus dynamique le partage de connaissances. Les cartes causales sont établies, discutées, modifiées et validées par les experts lors d'un processus itératif.

### I.4.2. Optimisation multiobjectif

Cette partie a pour objectif de présenter le problème d'optimisation multiobjectif et les algorithmes de résolution, d'introduire les métaheuristiques et de définir les notions de dominance selon Pareto et de front de Pareto.

#### I.4.2.1 Problème d'optimisation

Un problème d'optimisation est défini comme la recherche du minimum ou du maximum d'une fonction donnée dans un espace de recherche. Si le problème d'optimisation est contraint, l'espace de recherche est alors réduit aux solutions qui respectent ces contraintes. La fonction objectif est le nom donné à la fonction que l'on cherche à optimiser ; c'est elle qui est optimisée via un algorithme. Les variables de décision sont les variables de la fonction objectif dont on fait évoluer les valeurs afin d'essayer d'atteindre l'optimum de cette fonction. Une variable de décision peut être continue, discrète, nominale ou ordinale ; ce qui génère une forte hétérogénéité des variables. La forme de la fonction objectif est également une caractéristique importante : les objectifs dépendent-ils de façon linéaire, quadratique, non linéaire ou algorithmique des variables de décision ? Enfin, le problème d'optimisation nécessite-il la formulation de contraintes d'optimisation ?

Les problèmes d'optimisation multiobjectif, comme leur nom l'indique sont des problèmes dans lesquels on va chercher à optimiser plusieurs fonctions contradictoires simultanément. Tout problème d'optimisation multiobjectif peut se formuler (Eq. I-17) :

$$\begin{array}{l} \text{minimiser} \quad \vec{f}(\vec{x}) \\ \text{avec} \quad \vec{g}(\vec{x}) \leq 0 \\ \text{et} \quad \vec{h}(\vec{x}) = 0 \\ \text{où } \vec{x} \in \mathbb{R}^n, \vec{f}(\vec{x}) \in \mathbb{R}^k, \vec{g}(\vec{x}) \in \mathbb{R}^m \text{ et } \vec{h}(\vec{x}) \in \mathbb{R}^p. \end{array}$$

Eq. I-17

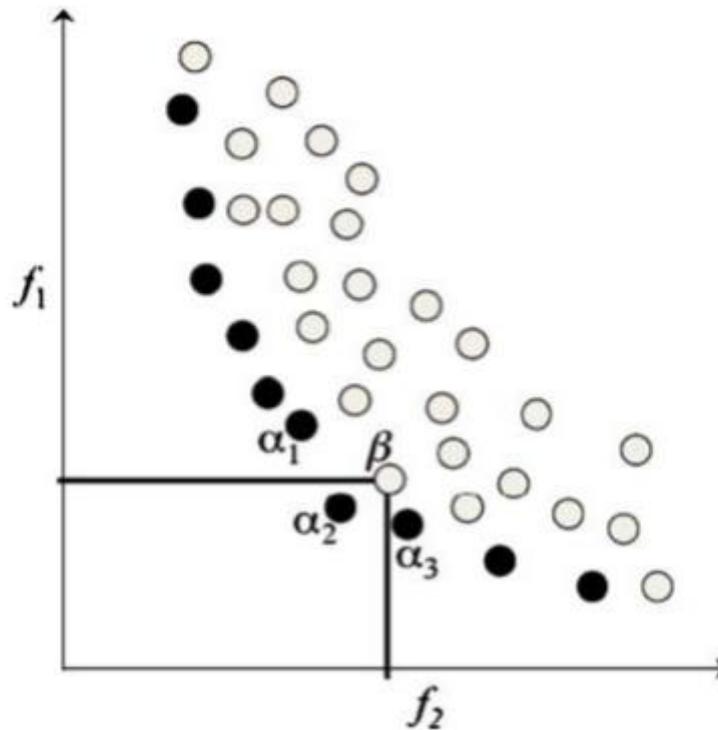
avec  $\vec{x}$  le vecteur des  $n$  variables de décision,  $\vec{f}$  le vecteur des  $k$  fonctions objectifs,  $\vec{g}$  le vecteur des  $m$  contraintes de type "inégalité" et  $\vec{h}$  le vecteur des  $p$  contraintes de type "égalité".

#### I.4.2.2. Notions de dominance et de front de Pareto

Il n'existe pas une solution unique permettant de minimiser simultanément l'ensemble des objectifs d'un problème multiobjectif. En effet, les objectifs étant contradictoires, améliorer un objectif peut conduire à en altérer un autre. L'optimisation multiobjectif conduit ainsi à un ensemble de compromis optimaux pour lesquels il est impossible d'améliorer un objectif sans en dégrader au moins un autre. Ces compromis optimaux sont les solutions optimales qui dominent toutes les autres solutions, on parle de dominance au sens de Pareto. La dominance au sens de Pareto entre deux vecteurs  $\vec{u} = (u_1, \dots, u_k)$  et  $\vec{v} = (v_1, \dots, v_k)$  avec  $\vec{u}$  domine  $\vec{v}$ , notée  $\vec{u} < \vec{v}$ , peut être définie comme suit (Castéra et al., 2010; Deb, 2001; Ndiaye et al., 2009a; Reyes-Sierra and Coello Coello, 2006) :

$$\vec{u} < \vec{v} \Leftrightarrow \forall i \in \{1, \dots, k\}, u_i \leq v_i \wedge \exists j \in \{1, \dots, k\}, u_j < v_j \quad \text{Eq. I-21}$$

L'ensemble des points non-dominés forme le front de Pareto, une illustration en est donnée figure 8 sur une optimisation bi objectif en minimisation. Sur cette illustration, les points noirs constituent le front de Pareto. Le point  $\beta$  peut être amélioré, en améliorant  $f_1$  et  $f_2$ , afin d'obtenir le point  $\alpha_2$  :  $\beta$  est ainsi une solution dominée par  $\alpha_2$ . En revanche, à partir de  $\alpha_2$ , si on améliore  $f_1$  pour atteindre  $\alpha_3$  alors  $f_2$  est dégradée au regard du problème où l'on souhaite minimiser les deux objectifs. Un phénomène similaire se produit si l'on cherche à atteindre  $\alpha_1$ .



**Figure 8 : Illustration en minimisation d'un ensemble de points (points quelconques) avec mise en évidence des points non-dominés au sens de Pareto (points noirs), où on voit que le point  $\beta$  est dominé par le point  $\alpha_2$  (Ndiaye et al., 2009a)**

#### 1.4.2.3. Description des algorithmes de résolution

D'après Hwang et Masud (1979), les méthodes d'optimisation multiobjectif peuvent être classées en trois familles :

- Optimisation a priori : les objectifs sont agrégés et pondérés en fonction des préférences du décideur ; il s'agit alors d'une optimisation mono-objectif avec une solution optimale unique qui tient déjà compte des préférences du décideur.
- Optimisation a posteriori : l'optimisation est lancée sans connaissance des préférences du décideur. Le décideur, après optimisation, choisit une solution préférée parmi toutes les solutions optimales qui forment le front de Pareto.
- Optimisation interactive : le décideur indique ses préférences au fur et à mesure de la résolution du problème d'optimisation. L'intégration des préférences permet alors de « diriger » la recherche des solutions en alternant phases de calculs et dialogue avec le décideur.

Chacune de ces approches possède ses avantages et inconvénients qui les rendent plus ou moins adapté à un problème décisionnel donné en fonction de ses caractéristiques : nombre de décideurs, temps pour décider, connaissances a priori des préférences. Ces méthodes peuvent être utilisées pour résoudre un problème d'optimisation et sont classées par Collette and Siarry (2002) en cinq groupes : les méthodes scalaires, les méthodes interactives, les méthodes floues, les méthodes exploitant une métaheuristique et les méthodes d'aide à la décision. Un problème à résoudre est dit difficile dans deux cas : si le problème comporte des variables discrètes ou symboliques (nominale ou ordinale) et pour lequel il n'existe pas d'algorithme exact pouvant le résoudre en temps polynomiale ou si le problème comporte des variables continues pour lequel aucun algorithme ne permet d'identifier un optimum global en un nombre fini de calculs (Collette and Siarry, 2002). Dans le cas d'un problème difficile, l'utilisation d'un algorithme de type métaheuristique est indiquée afin d'obtenir une ou plusieurs « bonnes » solutions Pareto-optimales dans un temps raisonnable (Talbi, 2009). Les métaheurstiques font partie de la famille des méthodes d'approximation (Glover, 1989).

Une métaheuristique est un algorithme de résolution utilisant une stratégie souvent inspirée des systèmes naturels de la biologie de l'évolution pour les algorithmes génétiques ou encore de l'éthologie pour les algorithmes de colonies de fourmis ou d'essaims particuliers.

La famille des métaheurstiques peut être divisée en deux : les métaheurstiques basées sur une solution et les métaheurstiques basées sur une population (Talbi, 2009). Les métaheurstiques les plus classiques appartenant à la première catégorie sont la recherche tabou (Glover, 1989) et recuit simulé (Kirkpatrick et al., 1983). Parmi les algorithmes basés sur une population, on trouve : les algorithmes génétiques (Holland, 1992), l'optimisation par essaim de particules (Kennedy and Eberhart, 1995), l'optimisation par colonies de fourmis (Dorigo and Stützle, 2003). Nous considérerons dans cette partie les métaheurstiques basées sur une population et en particulier à l'optimisation par essaim particulière. Les algorithmes inspirés du comportement collectif de certaines espèces animales (fourmis, abeilles, poissons, oiseaux) sont appelés algorithmes d'intelligence en essaim. Dans la nature, ces espèces agissent en tant que groupe dans l'objectif de se nourrir, migrer ou se protéger de prédateurs. Les algorithmes sont alors basés sur des individus qui coopèrent afin de se déplacer vers les meilleures solutions. PSO (Particle Swarm Optimization) fait partie de ce groupe d'algorithme. PSO a été proposé par Kennedy and Eberhart (1995) et est basé sur l'étude du comportement d'un vol d'oiseaux. Dans cet algorithme, les individus sont appelés particules et se déplacent dans l'espace de recherche. L'essaim se compose alors d'un ensemble de particules qui représentent chacune une solution potentielle. La modification de la position des particules dans l'espace s'inspire du comportement de l'oiseau qui tend à mimer le comportement d'un autre oiseau dans une position plus favorable. La position de la particule est alors modifiée selon sa propre expérience et l'expérience de ses voisines. Le voisinage d'une particule donnée est composé par toutes les particules qui influencent sa trajectoire de recherche dans l'espace. Deux topologies sont couramment utilisées : la topologie en anneau et en graphe complet. Dans ce travail, nous nous intéressons uniquement au graphe complet : une particule sera influencée par la meilleure position déjà rencontrée par n'importe quelle particule de l'essaim comme par sa propre expérience passée.

Soit  $x_i(t)$  la position de la particule  $p_i$  au temps  $t$  et  $x_i(t+1) = x_i(t) + v_i(t+1)$  la position de cette même particule au temps  $t+1$ . Le vecteur de vitesse  $v_i(t+1)$  est fonction de l'expérience de

la particule et de ses voisines. Le mouvement de la particule est alors déterminé par l'Eq. I-18 pour les variables continues et par l'équation Eq. I-19 pour les variables n-aires.

$$v_i(t + 1) = w \cdot v_i(t) + c_1 \cdot r_1 \cdot (p_{best} - x_i(t)) + c_2 \cdot r_2 \cdot (g_{best} - x_i(t)) \quad \text{Eq I-18}$$

avec  $w$  le facteur d'inertie des particules qui permet d'ajuster la vitesse à l'itération  $t+1$  et représente un compromis entre inertie et exploration globale ;  $c_1$  et  $c_2$  les coefficients d'apprentissage :  $c_1$  représente l'attraction de la particule vers sa meilleure position déjà rencontrée et  $c_2$  l'attraction de la particule vers la meilleure position jamais rencontrée par une de ses voisines.  $r_1$  et  $r_2$  sont des variables aléatoires comprises entre 0 et 1.  $g_{best}$  est la meilleure position jamais rencontrée par une particule de l'essaim et  $p_{best}$  la meilleure position de la particule jusqu'à présent.

Une version de PSO permettant d'optimiser des variables binaires a été développée par Kennedy and Eberhart (1997) (Eq. I-19a). Elle a été étendue aux variables n-aires par Michaud et al. (2009) (Eq. I-19b).

$$x_i(t + 1) = \begin{cases} 1 & \text{si } \varphi < S(v_i(t + 1)) \\ 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad \text{Eq. I-19a}$$

$$x_i(t + 1) = \begin{cases} n_k & \text{si } \varphi_{k-1} < S(v_i(t + 1)) \\ n_l & \text{si } \varphi_{l-1} < S(v_i(t + 1)) \leq \varphi_l \text{ avec } 1 < l \leq k - 1 \\ n_1 & \text{si } \varphi_1 \geq S(v_i(t + 1)) \end{cases} \quad \text{Eq. I-19b}$$

avec

$$S(v_i(t + 1)) = \frac{1}{1 - e^{-v_i(t+1)}} \quad \text{Eq. I-20}$$

$\varphi$  est un nombre aléatoire uniformément réparti entre 0 et 1 et  $\varphi_1, \dots, \varphi_{k-1}$  sont des nombres aléatoires strictement ordonnés et uniformément répartis entre 0 et 1.

L'algorithme est présenté en 6 étapes :

- 1) Initialisation de la population de particules avec des positions et vitesses aléatoires dans l'espace à  $n$  dimensions du problème d'optimisation.
- 2) Pour chaque particule, calcul de la fitness (évaluation des  $n$  fonctions objectif)
- 3) Comparaison de la fitness de la particule avec sa meilleure position jamais visitée ( $p_{best}$ ) ; si sa valeur actuelle est meilleure que  $p_{best}$  alors elle devient  $p_{best}$
- 4) Comparaison de la fitness de la particule avec celles de ses particules voisines ; si la particule possède la meilleure fitness alors elle devient la meilleure dans son voisinage ( $g_{best}$ ).
- 5) Mise à jour de la position et de la vitesse de chaque particule
- 6) Retour à l'étape 2 jusqu'à ce que le nombre maximum d'itérations soit atteint (ou tout autre critère d'arrêt).

Un des avantages de PSO est qu'il est relativement facile à implémenter et qu'il y a peu de paramètres à régler (Hu and Eberhart, 2002). Cette métaheuristique est un algorithme efficace déjà utilisé pour résoudre de nombreux problèmes d'optimisation multiobjectif (Amiryousefi et al., 2014; Castéra et al., 2010; Chen et al., 2014; Cheng et al., 2015; Duan et al., 2014; Ganguly, 2014; Ghanei et al., 2014;

Michaud et al., 2009; Ndiaye et al., 2009a; Perera et al., 2014; Qiu et al., 2013; Zhang et al., 2014). De plus, d'après Wolpert and Macready (1997), il n'existe aucune métaheuristique pouvant prétendre être la meilleure sur tous les problèmes d'optimisation. Par conséquent, dans ce travail, la métaheuristique choisie sera PSO dans sa version multiobjectif : MOPSO (Coello and Lechuga, 2002).

### I.4.3. Aide à la décision

Les solutions appartenant au front de Pareto peuvent être nombreuses (plusieurs centaines, voire plusieurs milliers selon le problème). Il peut être difficile pour un décideur d'identifier la solution qui correspond le mieux à ses préférences. Afin d'aider le décideur à identifier sa solution préférée, il est souvent fait appel à une méthode d'aide à la décision multicritère (Ojha et al., 2019). Les méthodes d'aide à la décision multicritère permettent de hiérarchiser ou de sélectionner des solutions alternatives en formalisant les préférences du/des décideur(s). Il existe un grand nombre de méthodes d'aide à la décision multicritère. Parmi les plus couramment employées, on peut citer (Triantaphyllou, 2000):

- ELECTRE III : Elimination Et Choix Traduisant la Réalité (Roy et Bouyssou, 1993)
- AHP : Analytic Hierarchy Process (Saaty, 1980)
- TOPSIS: Technique for Order Preference by Similarity to Ideal Solution (Hwang and Yoon, 1981)
- PROMETHEE: Preference Ranking Organisation METHod for Enrichment Evaluations (Brans et al., 1986)

Ces différentes méthodes disposent de leurs spécificités les rendant plus ou moins adaptées aux différents contextes et problèmes décisionnels. Dans le cadre de ce travail, nous avons retenu AHP. En effet, AHP a été largement éprouvée dans de nombreux domaines et notamment en agroalimentaire (Abakarov et al., 2009), c'est une méthode facile à faire comprendre au décideur et qui a bénéficié de nombreux apports méthodologiques (extension à la logique floue, à la décision de groupe...). De plus, la méthode est bien documentée et disponible en plusieurs langages informatiques rendant plus aisée son interfaçage avec les outils d'optimisation.

L'analyse multicritère hiérarchique (AHP) est une méthode d'aide à la décision proposée par Saaty (1980) afin de guider le décideur dans le choix de solutions alternatives. Le principe de la méthode est de calculer une note synthétique entre 0 et 1 agrégée sur la base d'une hiérarchisation et d'une pondération de l'ensemble des critères entrant en compte dans la décision (Piton et al., 2018). La procédure d'utilisation de l'AHP peut être résumée en 5 étapes :

- 1) Décomposition du problème en une structure hiérarchique avec identification de l'objectif général de l'aide à la décision, définition des critères de décision, identification des alternatives possibles pour les critères.
- 2) Etablissement des priorités parmi les éléments de la hiérarchie en faisant une série de jugements basés sur des comparaisons par paires des éléments. Il s'agit de comparer l'importance relative de tous les éléments appartenant à un même niveau de la hiérarchie pris deux à deux par rapport à l'élément du niveau immédiatement supérieur.
- 3) Synthèse des jugements pour produire un ensemble de priorités globales pour la hiérarchie.
- 4) Vérification de la cohérence des jugements.

5) Décision finale basée sur les résultats de ce processus.

Message à retenir :

Dans cette partie, plusieurs méthodes sont présentées afin de résoudre un problème d'optimisation multiobjectif dont la formulation n'est pas existante due à un manque de connaissances sur les modèles permettant de traduire les phénomènes impliqués. L'utilisation du recueil de connaissances expertes pour la formulation d'un problème d'optimisation a déjà été utilisée dans d'autres domaines avec succès et est une alternative adaptée au cas de la microfiltration. L'optimisation par essaim particulaire et l'analyse multicritère hiérarchique ont également été utilisées avec succès dans le cas d'opération unitaire. Enfin, le couplage du recueil de connaissances expertes, de l'optimisation par essaim particulaire et de l'analyse multicritère semble adapté à la résolution du problème de l'optimisation de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  de lait écrémé malgré sa complexité.

## I.5. Stratégie de résolution du problème d'optimisation multiobjectif de la MF 0.1 $\mu\text{m}$

Cette partie a pour but d'exposer les objectifs et la stratégie utilisée dans ce travail de thèse. Elle permet également de présenter plus précisément le cas d'étude de la microfiltration tangentielle 0.1  $\mu\text{m}$  de lait écrémé.

### I.5.1. Stratégie du travail de thèse

Industriellement, l'optimisation d'un procédé de MF 0.1  $\mu\text{m}$  est faite de façon empirique par utilisation du savoir-faire des industriels laitiers et des équipementiers. Dans la littérature, on observe un manque de connaissances sur les modèles permettant de décrire l'opération de microfiltration. Afin de pallier ce manque de connaissances, le couplage du recueil de connaissances à l'optimisation s'avère être une alternative possible pour aborder ce problème. L'optimisation de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  se heurte cependant à plusieurs difficultés en raison de la complexité du problème ; il appartient à la classe des problèmes complexes en raison de la présence d'objectifs contradictoires (ex : maximisation de la récupération des protéines et minimisation des coûts), de l'hétérogénéité des variables (continue, discrète, nominale, ordinale) et de la non-linéarité de certaines relations.

L'objectif finalisé de ce travail est de développer une méthodologie d'optimisation basée sur l'intégration de connaissances scientifiques et expertes et adaptée à un procédé agroalimentaire.

Pour relever le défi de l'optimisation d'une opération unitaire avec des objectifs contradictoires, le problème peut être formulé comme un problème d'optimisation multiobjectif : les objectifs contradictoires sont alors traités de façon simultanée. La résolution d'un problème d'optimisation multiobjectif d'un procédé pour aider à la décision peut être ramenée à quatre étapes (Talbi, 2009, Roy et Bouyssou, 1993) :

- 1) La formulation du problème multiobjectif, qui peut être divisée en deux sous-étapes : la définition du domaine du problème d'optimisation et le recueil de connaissances nécessaires ;
- 2) La modélisation des fonctions objectifs ;
- 3) L'optimisation multiobjectif, qui peut être divisée en trois sous-étapes : l'identification des variables, des objectifs et leurs dépendances, la collecte des données nécessaires à la création des modèles mathématiques ou algorithmiques des objectifs (Hoballah et al., 2018) et l'établissement des modèles (Hoballah et al., 2018) ;
- 4) L'aide au choix de la solution optimale à mettre en œuvre.

L'analyse de la littérature a permis de mettre en évidence plusieurs questions qui restent en suspens et qui orientent ce travail :

i) La première question concerne la formulation d'un problème multiobjectif. L'étape de formulation consiste à construire le problème en identifiant ses objectifs, ses variables de décision et ses contraintes. Dans le cas de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  de lait écrémé, les objectifs du problème ne sont pas définis et sont spécifiques à chaque utilisateur. Il est possible de définir les objectifs avec un industriel laitier d'après un cahier des charges. Cependant, il est nécessaire de déterminer les variables qui influencent

les objectifs et donc qui seront les variables de décision lors de l'optimisation. L'explicitation des relations entre les variables elles-mêmes et entre les variables et les objectifs peut être réalisée en utilisant la connaissance scientifique et la connaissance experte permettant de pallier le manque de modèles mathématiques. Les questions auxquelles nous cherchons à répondre sont les suivantes : Quels sont les objectifs pertinents à prendre en compte pour l'optimisation de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  dans le cas de la séparation des micelles de caséines et protéines sériques ? Quels sont les domaines de connaissances nécessaires à la description des objectifs ? Comment partager et structurer les connaissances issues de différents domaines de connaissances ? Quelles sont les variables de décision qui influencent les objectifs de l'optimisation ? Existe-il des contraintes liées aux variables de description des objectifs ?

Pour y répondre, nous avons choisi d'utiliser la méthodologie proposée par Hobballah et al. (2018) et développée dans le cadre de l'optimisation d'un isolant thermique à base de fibre de bois. Nous avons adapté cette méthodologie pour répondre précisément au cas de la microfiltration. Ainsi malgré le manque de connaissances et la complexité du problème d'optimisation de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  de lait écrémé, il est possible de définir grâce à la connaissance experte les objectifs de l'optimisation, les variables de décision et les contraintes associées. Les relations d'influence entre les variables et les objectifs sont représentés par un modèle graphique.

ii) Afin de traduire de façon mathématique ou algorithmique les relations entre variables et entre variables et objectifs issus des connaissances expertes, il est nécessaire de collecter et/ou générer des connaissances sur l'opération unitaire de MF 0.1  $\mu\text{m}$ . Les connaissances peuvent être issues de différentes sources telles que la littérature, les données de laboratoire à l'échelle pilote ou les données industrielles et les connaissances expertes. Afin de modéliser la MF 0.1  $\mu\text{m}$ , il est nécessaire que les connaissances couvrent à la fois les produits, le procédé, le dimensionnement et les coûts économiques. Les données et connaissances peuvent être fortement hétérogènes et se traduire par des variables de différentes nature : ordinale, cardinale, discrète, continue. L'acquisition et le traitement de ces connaissances posent les questions suivantes : Quelles sont les connaissances disponibles ? Quels sont les connaissances manquantes ? Est-il possible d'acquérir de nouvelles connaissances pour combler les manques de connaissances ? Comment intégrer des données issues de sources hétérogènes ?

Afin de pouvoir optimiser le modèle de la MF 0.1  $\mu\text{m}$ , il est nécessaire de pouvoir traduire mathématiquement ou de façon algorithmique les relations entre les variables permettant la description de la MF 0.1  $\mu\text{m}$ . Certaines relations ne sont pas publiées dans la littérature ou ne peuvent pas être estimées à l'aide de bilans massiques, thermiques ou autres. Il est alors possible d'estimer cette influence en utilisant un jeu de données spécifique à la relation d'influence étudiée. Dans le cadre de ce travail, les données utilisées sont issues de différentes sources tels que des essais antérieurs réalisés sur pilote au sein du laboratoire STLO, des essais réalisés dans le cadre de la seconde thèse du projet Optimal (Thèse de Manon Granger-Delacroix), des travaux réalisés dans le cadre de cette thèse et des données industrielles.

iii) La modélisation de l'opération unitaire de MF 0.1  $\mu\text{m}$  est une étape clé et nécessaire à l'optimisation. Afin de répondre aux objectifs de l'optimisation, il est nécessaire de construire de façon mathématique ou algorithmique les équations permettant de donner une vision globale de l'opération unitaire en prenant en compte simultanément les aspects du produit, de procédé, de la conception et les répercussions économiques. Les questions que l'on se pose sont les suivantes : Comment modéliser les objectifs d'optimisation de l'opération unitaire de microfiltration en considérant à la fois le produit, le procédé, le dimensionnement et les données économiques ? Comment intégrer dans la modélisation des données hétérogènes comme c'est le cas pour la modélisation de problème du monde réel ?

Dans ce travail, un grand nombre de relations entre variables n'est pas défini et pour des raisons de temps, il n'est pas envisageable de réaliser autant d'essais que de combinaisons de conditions opératoires. La stratégie a donc été de réaliser la modélisation principalement à partir de données existantes et donc obtenues dans des conditions spécifiques. L'objectif est donc, sur les plages de variations des données existantes, de définir une modélisation suffisamment représentative de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  ; car il est matériellement impossible de procéder à une modélisation phénoménologique de l'opération unitaire. La modélisation des objectifs a majoritairement été réalisée en utilisant la régression linéaire multiple à partir de données expérimentales obtenues dans différentes conditions opératoires.

iv) La résolution du problème d'optimisation multiobjectif consiste à explorer l'espace de solution afin de déterminer quelles sont les meilleurs compromis i.e. les solutions Pareto-optimales. Selon le nombre d'objectifs de l'optimisation, l'interprétation des résultats peut s'avérer difficile. De plus, en fonction de la valorisation des produits obtenus et du nombre de solutions Pareto-optimales, il peut être nécessaire de guider le décideur dans l'identification de ses solutions Pareto-optimales préférées. Nous chercherons à répondre aux questions suivantes : Comment visualiser les solutions afin de permettre au décideur de bien les appréhender ? Comment guider le décideur dans l'exploration des solutions Pareto-optimales ? Les solutions obtenues permettent-elles de guider la conception et la conduite en milieu industriel de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  ?

Un couplage de l'optimisation par essaim particulaire et de l'analyse multicritère hiérarchique permet d'optimiser l'opération unitaire et d'orienter le décideur dans le choix de ses solutions préférées.

La stratégie retenue dans ce travail est d'abord la formulation du problème multiobjectif, l'acquisition de nouvelles connaissances, la modélisation des objectifs de l'optimisation et l'optimisation suivi de l'aide à la décision. Cette stratégie ainsi que la répartition des chapitres pour y répondre sont résumées sur la Figure 9.

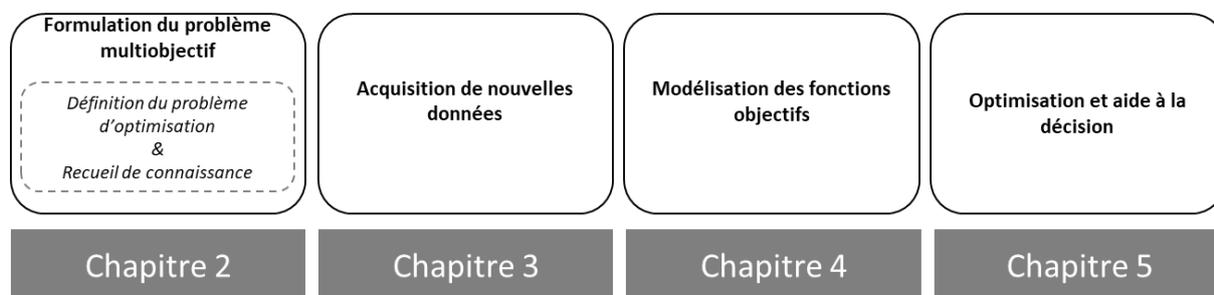


Figure 9 : Démarche globale utilisée pour la résolution du problème d'optimisation de la MF

### I.5.2. Définition du cas d'étude

Dans cette première approche de la formulation et d'optimisation du problème multiobjectif de la MF 0.1  $\mu\text{m}$ , des hypothèses ont été posées et des choix ont été faits afin de définir le cadre de l'étude tout en prenant en compte des contraintes industrielles formulées.

Le procédé global, dans lequel est inclus l'opération unitaire de MF 0.1  $\mu\text{m}$  est composé de plusieurs opérations unitaires comprenant notamment en amont la préparation du lait à microfiltrer. Le lait est stocké à 4°C après la traite, pendant le transport et à la réception en usine. Il est écrémé et traité thermiquement ou stabilisé bactériologiquement afin d'inactiver et/ou réduire la flore bactérienne. Il est enfin microfiltré (MF 0.1  $\mu\text{m}$ ) pour séparer les micelles de caséines et les protéines sériques. La fraction rétentat, majoritairement composée de caséines, est utilisée directement pour la standardisation des laits de fromagerie. La fraction perméat, composée majoritairement de protéines sériques, est traitée par ultrafiltration pour valoriser la fraction retenue pour la fabrication d'ingrédients protéiques fonctionnels. Le perméat de cette opération est ensuite traité par osmose inverse pour récupérer le lactose et recycler l'eau.

Dans ce travail, on considère l'optimisation de l'opération unitaire de microfiltration, ce qui exclut la prise en compte des opérations de stockage et de traitement thermique en amont et d'ultrafiltration et/ou osmose inverse en aval. Le focus de cette étude est donc exclusivement l'opération unitaire de microfiltration 0.1  $\mu\text{m}$  pour la séparation des caséines et protéines sériques.

Afin de limiter le cadre de l'étude, pour une première démonstration de la faisabilité de l'approche, de nombreuses hypothèses et choix simplificateurs ont été réalisés. Ils concernent la matière première utilisée, les choix des technologies membranaires, les conditions opératoires, la perméation des caséines, les règles de dimensionnement de l'installation, le nettoyage et la désinfection et les éléments pris en compte dans les coûts économiques.

Les hypothèses sont les suivantes :

1) La composition du lait de vache est considérée constante ; de ce fait, son prétraitement et les conditions de stockage sont considérés constants. On pose comme hypothèse simplificatrice que le lait est conservé à 4°C pendant 48h, qu'il est écrémé et thermisé (68°C, 30s), bactofugé pour diminuer la présence de bactéries dans le lait transformé puis maintenu à température de filtration (12°C ou 50°C selon les conditions) pendant 20 minutes pour atteindre les équilibres minéraux avant MF 0.1  $\mu\text{m}$ . L'impact de l'historique du lait (origine géographique, saisonnalité, etc.) et les modifications physico-chimiques du lait sur les performances de la microfiltration ne sont pas pris en compte. Les concentrations en caséines et en protéines sériques dans le lait à microfiltrer sont respectivement fixées à 27 et 5  $\text{g.kg}^{-1}$ .

2) Une hypothèse a été faite sur la perméation des caséines et par conséquent sur la composition des fractions rétentat et perméat. Dans cette étude et comme première approche, la perméation des caséines a été supposée constante et nulle (rétention 100%) quelles que soient les technologies membranaires et les conditions opératoires retenues. Dans le lait, les caséines sont réparties entre la phase colloïdale (les micelles de caséines) pour 85% et la phase solvante (caséines libres) pour 15%. Etant donné la taille des caséines libres (env 20 kDa), une partie très faible de ces caséines (< 3%) peut traverser la membrane. La perméation des caséines libres dépend de la température de filtration, du facteur de concentration, du type de membrane et du mode de diafiltration (taux et solvant de diafiltration). Cependant, il existe peu de données sur la perméation des caséines en fonction de ces

paramètres dans la littérature (Beckman and Barbano, 2013 ; Hartinger and Kulozik, 2019 ; Zulewska et al., 2009 ; Zulewska and Barbano, 2014) et aucune d'entre elles n'est pertinente pour les trois technologies de filtration considérées dans l'étude. La prise en compte de la perméation des caséines dans l'approche d'optimisation aurait nécessité l'acquisition de données expérimentales, ce qui dépasse le cadre de cette étude.

3) Bien que les procédures de nettoyage et de désinfection ne soient pas optimisées industriellement, les procédures de nettoyage et désinfection choisies dans cette étude ont été supposées efficaces et reproductibles. Les procédures de nettoyage et de désinfection pour chaque type de membrane ont été définies selon les préconisations industrielles (Tableau 4 et 5). Par hypothèse, les membranes sont supposées nettoyées et désinfectées. Les caractéristiques de débit à l'eau des membranes sont supposés constants et la dégradation du matériau membranaire attribuée aux produits chimiques est considérée négligeable pendant toute leur durée de vie des membranes.

**Tableau 4 : Protocole de nettoyage et désinfection pour les membranes céramiques à 3.5 bar et eau de nettoyage disponible à 15°C (Communication industrielle)**

Etape	Volume ou temporisation (L ou s)	Température (°C)
Pousse	Volume de l'installation	15
Rinçage	600 s	15
Soude	Volume de l'installation	80
Rinçage intermédiaire	900 s	15
Acide	Volume de l'installation	45
Rinçage final	900 s	15

**Tableau 5 : Protocole de nettoyage et désinfection pour les membranes organiques à 3.5 bar et eau de nettoyage disponible à 15°C (Communication industrielle)**

Etape	Volume ou temporisation (L ou s)	Température (°C)
Pousse	Volume de l'installation	15
Rinçage	900 s	15
Soude	Volume de l'installation	70
Rinçage intermédiaire	900 s	15
Acide	Volume de l'installation	45
Rinçage final	900 s	15

4) Il a été posé comme hypothèse simplificatrice que le coût de production est fonction de la consommation des utilités (eau, énergie et produits chimiques), des coûts d'entretien et du salaire de l'opérateur sur la base de 320 jours travaillés. De même, il a été posé comme hypothèse simplificatrice que le coût d'investissement est fonction du coût des équipements (Cuves, pompes, échangeurs de chaleur, membranes, modules, capteurs, automatisation et station de nettoyage) et de la main-d'œuvre (Service d'ingénierie, suivi de projet, installation et mise en service, programmation de l'automatisation). Les durées de vie des membranes pour cette étude ont été fixées à 10 ans pour la membrane céramique et 2 ans pour la membrane organique.

Les choix sont les suivants :

1) La microfiltration tangentielle de lait est réalisée pour la séparation des caséines et des protéines de sériques à l'échelle industrielle avec trois technologies membranaires : une membrane céramique tubulaire 0.1  $\mu\text{m}$ , Pall EP1940 UTP (19 canaux, 4 mm de diamètre, 1.68  $\text{m}^2$  de surface de filtration) ; une membrane céramique tubulaire 0.1  $\mu\text{m}$ , Pall EP1940 GP (19 canaux, 4 mm de diamètre, 1.68  $\text{m}^2$  de surface de filtration) ; et une membrane spirale organique 800 kDa, Synder FR 3A 6338 (46 mils pour les espaceurs, 16.35  $\text{m}^2$  de surface de filtration). L'étude de l'optimisation est restreinte à ces trois membranes uniquement. L'utilisation du modèle avec des membranes différentes peut être envisagée dans le cas où les équations restent vraies mais que les propriétés des membranes (sous forme de paramètres) sont modifiables. Dès lors que les équations ne permettent pas de traduire les spécificités propres à un nouveau type de membrane en termes de performance de la filtration, le modèle doit être modifié.

2) La température de filtration est fixée à 50°C pour les membranes céramiques et 12°C pour la membrane organique. Ces conditions de températures sont fréquentes dans l'industrie laitière. En effet, en raison de leurs géométries, les membranes céramiques (tubulaires) et organiques (spirale) ne possèdent pas les mêmes aptitudes au nettoyage. Il convient alors, afin de limiter le développement bactériologique et d'assurer de bonnes conditions sanitaires, d'utiliser les membranes organiques à froid.

3) « Dans l'industrie, l'opération de MF est intégrée dans une cascade d'opérations unitaires, ce qui nécessite un apport régulier et suffisant de produit sur les opérations en cascade. Pour des raisons de disponibilités de données expérimentales nécessaires à la modélisation, nous avons fait le choix de retenir une conduite de la MF à PTM constante, et non à J constant. Nous avons cependant choisi des plages de variations de PTM qui permettaient d'assurer des débits d'extraction perméat suffisant au bon fonctionnement de l'installation.

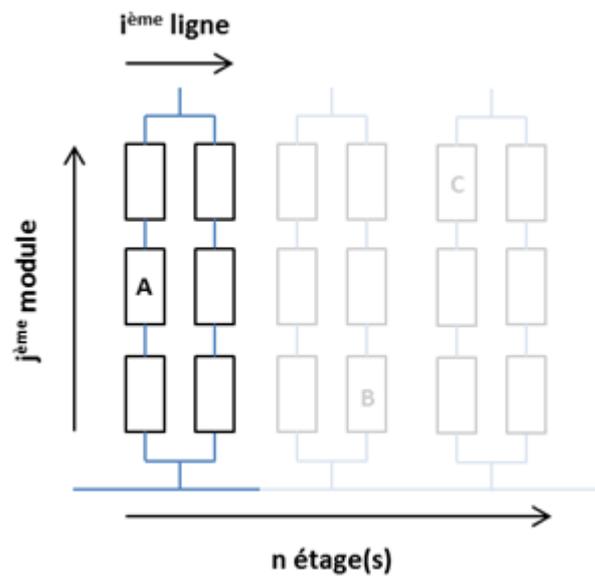
4) Dans la définition de l'hypothèse 1, le lait est maintenu à température de filtration pendant 20 min afin de rétablir les équilibres minéraux. Cette étape de chambrage peut être réalisée avec différentes solutions techniques ; afin de simplifier la conception, le choix a été fait de maintenir le lait à température de filtration en ligne dans l'installation.

5) Toutes les pompes installées sont des pompes centrifuges dont le débit, la puissance et la pression sont déterminées en fonction de l'emplacement de la pompe.

6) Pour chacune des technologies de filtration membranaire, les modules sont définis tel que : i) le module PALL UTP contient 19 membranes P1940 de 0.1  $\mu\text{m}$  avec une longueur de 1020 mm et des joints EPDM ; ii) le module PALL GP contient 37 membranes P1940 de 0.1  $\mu\text{m}$  avec une longueur de 1020 mm et des joints EPDM ; iii) le module organique est équipé d'une membrane spirale Synder 800

kDa FR 3A 6338 avec des espaceurs de 46 mils. Les membranes céramiques sont disposées en parallèle dans les modules alors que les membranes organiques sont en série.

7) L'installation de microfiltration comporte au minimum 1 étage et au maximum 5 ( $n$ , nombre d'étages). La géométrie des modules sur chacun des étages est repérée avec les indices  $i$  pour la  $i^{\text{ème}}$  ligne en parallèle sur l'étage et  $j$  le  $j^{\text{ème}}$  module en série sur la ligne  $i$  (Figure 10). Sur un même étage, chaque ligne doit avoir le même nombre de modules en série. Chaque module est identifié avec 3 indices donnés dans l'ordre suivant :  $(n,i,j)$ . Par exemple, sur la figure 10 : le module A est identifié par  $(1,1,2)$ ; le module B par  $(2,2,1)$  ; et le module C par  $(3,1,3)$ .



**Figure 10 : Principe d'identification des modules de filtration sur chaque étage**

Toutes ces hypothèses et choix impliquent que certaines variables soient considérées comme constantes. Ne pas les prendre en compte impliquerait de modifier le modèle de connaissances en considérant les variables précédemment définies constantes comme étant des variables à part entière et donc prendre en compte leurs relations avec les autres variables du modèle et les objectifs de l'optimisation de la microfiltration.

## CHAPITRE 2 : FORMULATION DU PROBLEME D'OPTIMISATION

Ce chapitre a fait l'objet d'une publication scientifique : Belna, M., Ndiaye, A., Taillandier, F., Agabriel, L., Marie, A.-L., & Gésan-Guizieu, G. (2020). Formulating multiobjective optimization of 0.1  $\mu\text{m}$  microfiltration of skim milk. *Food and Bioproducts Processing*, 124, 244-257. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2020.09.002>

L'optimisation multiobjectif a trois défis principaux qui constituent autant d'étapes : formuler le problème multiobjectif, modéliser les objectifs d'optimisation et optimiser les objectifs via un algorithme adapté. Ce chapitre est centré sur la formulation du problème qui consiste à identifier le problème multiobjectif à travers ses objectifs, ses variables de décision et ses contraintes. L'optimisation de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  de lait écrémé nécessite de formuler le problème multiobjectif d'un procédé de transformation des aliments avec des objectifs contradictoires, des spécifications de composition du produit, des variables de produit, de procédé, de dimensionnement et de coût économique ; chaque variable pouvant être continue, discrète, nominale ou ordinale.

Rappel méthodologique : Le problème multiobjectif d'optimisation de la microfiltration de lait 0.1  $\mu\text{m}$  a été formulé en adaptant la méthode proposée par Hobballah et al. (2018). Initialement, cette méthode a été développée pour la formulation d'une conception préliminaire de matériaux isolants à base de bois. Les objectifs de l'optimisation étaient initialement définis par les partenaires et ne concernaient que le produit pour un processus donné. Les connaissances scientifiques manquantes avaient été acquises via des expérimentations ad'hoc.

Les principaux résultats présentés dans l'article relatif à la formulation du problème d'optimisation multiobjectif de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  sont :

- 1) L'utilisation de la méthode proposée par Hobballah et al. (2018) nécessite, dans le cas de la microfiltration de lait, de faire des adaptations : i) en y ajoutant une étape permettant l'établissement des objectifs de l'optimisation et ii) en élargissant le domaine d'application en considérant, en plus du produit, les conditions opératoires et le dimensionnement du procédé.
- 2) Le problème a été formulé d'une manière innovante, comme un problème multiobjectif considérant l'ensemble du procédé de MF 0.1 : la composition des produits obtenus (perméat et rétentat), les conditions opératoires, le dimensionnement du procédé et les coûts économiques d'investissement et de production. Selon les experts, les objectifs de l'optimisation sont : la maximisation de la concentration en caséines sur extrait sec dans le rétentat, la maximisation de la concentration en protéines sériques sur extrait sec dans le perméat, la maximisation du rendement de récupération en protéines sériques, la minimisation du coût d'investissement et la minimisation du coût de production. Huit domaines de connaissances ont été nécessaires pour décrire les variables qui influencent les objectifs de l'optimisation. Cinq variables de décision et trente et une variables intermédiaires ont été nécessaires pour représenter les relations d'influence des variables entre elles et entre les variables et les objectifs. Les variables de décisions identifiées par le recueil de

connaissance sont le type de membrane, le débit d'alimentation de l'installation, le débit de recirculation rétentat, le flux de perméation et le facteur de réduction volumique.

3) La connaissance experte a été collectée, partagée, discutée et validée par des groupes d'experts ayant des cultures scientifiques différentes. Certaines différences dans le vocabulaire ont été relevées et il a été nécessaire de redéfinir certains termes spécifiques (ex : facteur de concentration et facteur de réduction volumique). Outre les différences de vocabulaire, les installations pilotes des laboratoires de recherche et les installations industrielles ne sont pas équipées de la même façon. En effet, pour les laboratoires, l'objectif est d'étudier l'impact de paramètres opératoires spécifiques sur les performances de la microfiltration et d'obtenir l'information nécessaire et suffisante pour la compréhension des phénomènes physiques et biochimiques impliqués. En revanche, les industriels laitiers recherchent des installations simples et robustes qui assurent le traitement de la quantité souhaitée de lait et la qualité des fractions de perméat et rétentat obtenues dans des conditions opératoires figées. Ces deux finalités impliquent des différences d'équipements sur les installations, en particulier en termes de capteurs de pression (ce qui conduit à des modes de calcul différents comme dans le cas de la pression transmembranaire) et des différences de modes de régulation et de fonctionnement pour les phases de démarrage et d'arrêt des installations.

Ce travail a permis de formuler le problème multiobjectif d'optimisation de la microfiltration de lait écrémé. Cette méthode a permis d'identifier les objectifs de l'optimisation et les variables qui influencent chacun d'eux et de les formaliser sous la forme de cartes causales. Cette approche ouvre de nouvelles perspectives pour l'optimisation de la MF et, plus généralement, des procédés agroalimentaires en intégrant des connaissances d'experts.

## Formulating multiobjective optimization of 0.1 $\mu\text{m}$ microfiltration of skim milk

Maëllis Belna<sup>1,2,3</sup>, Amadou Ndiaye<sup>2</sup>, Franck Taillandier<sup>\*,4</sup>, Louis Agabriel<sup>3</sup>, Anne-Laure Marie<sup>3</sup>, Geneviève Gésan-Guiziou<sup>\*,1</sup>

<sup>1</sup> STLO, INRAE, Institut Agro, F-35042, Rennes, France

<sup>2</sup> INRAE, Université de Bordeaux, I2M, F-33400 Talence, France

<sup>3</sup> Boccard, Research and development, F-35360 Montauban-de-Bretagne, France

<sup>4</sup> INRAE, Aix Marseille Univ, RECOVER, France

\*Corresponding authors: franck.taillandier@inrae.fr, genevieve.gesan-guiziou@inrae.fr

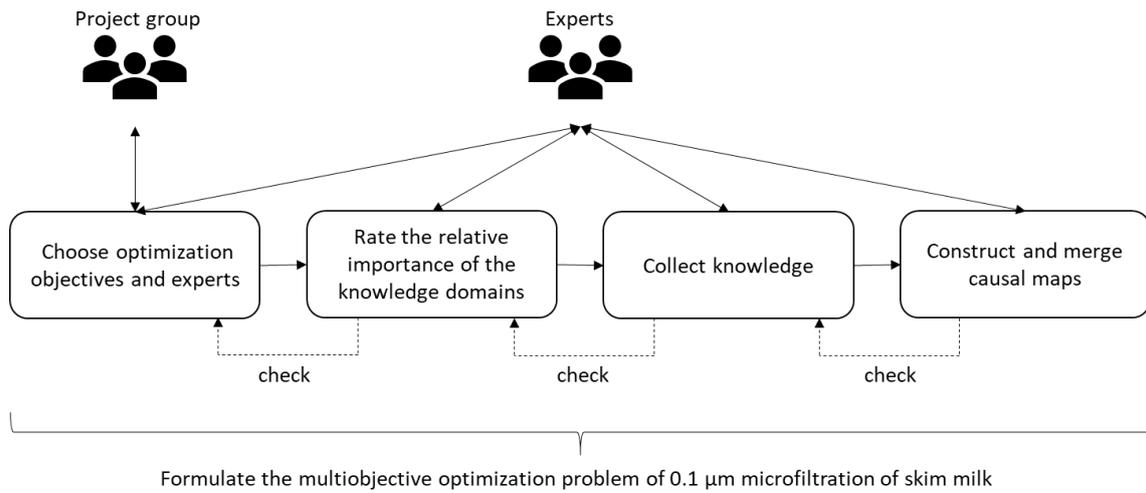
### Highlights

- A method to formulate multiobjective optimization of a food process is provided
- Multiobjective optimization of 0.1  $\mu\text{m}$  microfiltration of skim milk was formulated
- Expert knowledge was integrated when formulating the optimization problem
- Problem formulation considered product properties and process & design variables
- Five conflicting optimization objectives were set up to formulate the problem

### Abstract

Optimizing 0.1  $\mu\text{m}$  microfiltration (MF) of skim milk requires formulating optimization of a food processing problem with conflicting objectives that consider product composition, process variables and operating conditions. Formulating the MF optimization problem requires knowledge from experts about food processing, dairy product production and equipment manufacturing. This study formulated the MF optimization problem in an innovative manner: as a multiobjective optimization problem that considered the entire MF process. Eleven experts were interviewed to identify the knowledge domains necessary, which required 36 interviews over a total of 14 hours. Formulation was achieved from the MF process to the compositions of the permeate and retentate fractions. Five conflicting optimization objectives, influenced by 36 variables, were set up to formulate the problem. Five of the variables were decision variables used to control the MF, and the other 31 were intermediate calculation variables. This approach opens new perspectives for optimization of food processes that integrate expert knowledge.

### Graphical abstract



### Keywords

Knowledge acquisition, expert knowledge, knowledge representation, causal maps, protein fractionation, dairy sector

## II.1. Introduction

Crossflow microfiltration of skim milk with a pore size of 0.1  $\mu\text{m}$  (MF) is commonly used in the dairy industry to separate the two main groups of proteins: native casein micelles (retentate), used to make cheese, and serum protein (permeate), used mainly to formulate food for specific populations (e.g. elderly people, infants). Milk protein can be fractionated either with ceramic or polymeric spiral wound membranes. In order to overcome fouling and avoid retrofiltration, skim milk microfiltration operating with ceramic membranes is never operated in conventional filtration system (Gésan et al., 1993; Gésan-Guiziou, 2010). Microfiltration is operated with either uniform transmembrane pressure system (UTP system) which consists in the circulation of the permeate co-current to the retentate in order to get a pressure drop in the permeate side similar to the one obtained in the retentate side and then an homogeneous TMP along the filtering path (Sandblöm, 1974) or ceramic membranes with a hydraulic resistance gradient (such as GP<sup>®</sup> and Isoflux<sup>®</sup> membranes) (Garcera and Toujas, 1998; Skrzypek and Burger, 2010). Comparatively, microfiltration with polymeric SW membranes is performed in conventional mode with TMP high enough to avoid retrofiltration at the outlet of the membrane. Each technology (further called UTP, GP and SW) has its own benefits and drawbacks, which leads to conflicting objectives. For instance, ceramic membranes have higher permeation flux (ca. 75-80 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup> in industrial conditions) than polymeric membranes (ca. 25 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>), while polymeric membranes have lower investment costs than ceramic membranes. Despite the dairy sector's interest in MF, this operation is not completely optimized.

In the dairy sector, two main approaches have been used to compare or optimize processes in the dairy sector. The first approach focuses on the definition of the best process options either by optimizing production scheduling (i.e. time management) (Sel et al., 2017) or by comparing multiple process scenarios on the basis of several criteria (Depping et al., 2017, 2020; Gésan-Guiziou et al., 2019a). In these studies, the operating conditions and process design of each unit operations, combined in the overall process, have been considered as constant. The second approach consists in including the choice of operating conditions and process design in an optimization process. This is the case for instance for the optimization of the evaporator (Madoumier et al., 2020) or heat exchanger (Deka and Datta, 2017) in the dairy field. In this last approach, operating parameters and design parameters are optimized to define the optimal mode of operation and design of the process in order to meet specific requirements. This approach requires to know the relations between variables and variables and optimization objectives. Nowadays in skim milk microfiltration, these relations are not explicitly defined.

The lack of knowledge in microfiltration about mechanisms that limit process performances is a real obstacle for the definition of the relations between variables and variables and optimization objectives (Jimenez-Lopez et al., 2008; Tolkach and Kulozik, 2006; Trystram, 2012). At the industrial level, the choice of membrane technology as well as processing design and conditions are based on the know-how of operators and available expert knowledge, which are closely related to the history and experience of each equipment manufacturer. They do not have enough data to compare the three filtration technologies defined in this study in terms of fractions compositions, operating variables and design of the plant. This lack of data makes the optimisation of given specifications impossible regarding the choices of the optimal membrane technology, operating variables and process design.

In the scientific literature, optimal operating conditions are often identified empirically in experiments that reveal the influence of one variable on a group of chosen variables (Adams et al., 2015; Gésan-Guizou et al., 1999, 2000; Jørgensen et al., 2016; Tremblay-Marchand et al., 2016; Zulewska and Barbano, 2013, 2014). Other studies, such as that of Astudillo-Castro (2015), modelled the MF process. Each of these experiments and models assessed only one membrane technology to determine processing conditions that increase the yield of serum protein recovery in the permeate and/or improve permeation flux. To our knowledge, only one study (Zulewska et al., 2009) compared the performance (i.e. serum protein recovery yield and permeation flux) of all three membrane technologies. This study highlighted strong differences in these performances among the membrane technologies. Its authors suggested that to achieve a serum protein recovery yield with SW technology similar to those obtained with the UTP and GP technologies, the membrane area would have to be increased, which increases the costs of the SW plant. Although microfiltration studies are useful because they identified influential operating variables and helped understand membrane fouling, they did not optimize operating variables, process design and economic costs responding to given conflicting objective specifications. They generally consider a single optimization objective and when they consider several, the optimization of all the objectives is not achieved simultaneously. While optimizing microfiltration must address several conflicting objectives, such as maximizing product recovery while minimizing costs. As it is not possible to solve a multiobjective problem by merging incremental optimizations, it is necessary to optimize the whole unit operation of microfiltration.

To address the challenge of optimizing an entire process with conflicting objectives, we formulated MF optimization as a multiobjective optimization problem that considered conflicting objectives simultaneously. Multiobjective optimization has three main challenges: formulating the multiobjective problem, modelling the optimization objectives and solving the problem. Problem formulation consists of identifying the decision problem through its objectives, decision variables and constraints. Modelling the optimization objectives consists of formulating them as mathematical functions or computational algorithms of decision variables (i.e. "objective functions"). Modelling the objective functions requires establishing the "influence relations" between decision variables and optimization objectives, but also good understanding of the phenomena that connect them. Problem solving consists of exploring the solution space to find Pareto optimal solutions (i.e. non-dominated solutions) (Reyes-Sierra and Coello Coello, 2006). This last challenge is addressed by wide variety of efficient metaheuristic algorithms such as NSGA2, MOPSO and Ant Colony (Collette and Siarry, 2002). However, the relevance of the results of these algorithms depends on the quality of problem formulation. This study focused on formulating MF optimization as a multiobjective optimization problem.

Formulating the multiobjective optimization problem of MF is complex due to the large number and heterogeneity of the variables involved (e.g. ordinal, cardinal, discrete, continuous) and the lack of knowledge about the physical laws involved. Description of influence relations among the variables themselves and between the variables and optimization objectives can be based on expert knowledge, especially when relations are not scientifically established. Two studies on integrating expert knowledge when representing a food process have been performed in the past several years. The first combined expert and rheological knowledge about French bread to predict the state of dough and bread from raw materials and processing conditions (Ndiaye et al., 2009b). The second predicted cheese ripening from biochemical measurements and sensory observations (Baudrit et al., 2010). To

our knowledge, only one study (Hobballah et al., 2018) developed a method to integrate expert knowledge into the formulation of a multiobjective optimization problem. This method was applied to formulate a preliminary design of wood-based insulating materials (Hobballah et al., 2018). In this study, the optimization objectives, initially defined by partners, concerned only the product for a given predefined process, and scientific knowledge was sufficient to formulate the optimization problem successfully. To use the Hobballah et al. (2018) method to formulate the optimization of MF, it was necessary to add to it i) establishment of optimization objectives, ii) consideration of process design and operating conditions and iii) knowledge of industrial experts.

The objective of the present study was thus to formulate the multiobjective optimization problem of microfiltration in a holistic way. Due to the lack of scientific knowledge on the different implied process/phenomena, and in order to integrate objectives that are rarely found in the literature, it requires to use knowledge from both scientific and industrial knowledge. This paper focuses on knowledge acquisition and modelling in order to be able to perform the multiobjective optimization. The issue is not only to define the objectives but also to graphically represent knowledge about milk microfiltration from scientific and industrial information in order to ultimately enable decision-makers to make more rational decisions, coupling scientific and expert knowledge. It is certain that nowadays, decision-makers in microfiltration process design include several criteria in their decision, but they do so in an unformalized, non-reproducible way, at the same time limiting their ability to "rationally" justify their choices and to explain them. This first formalization work is a step to provide computerized decision support. The formulation of MF was performed using the method of Hobballah et al. (2018) in which the choice of optimization objectives and experts was added as an initial step. The Hobballah et al. (2018) method is robust, because it can consider both MF products and processes, which involves many variables.

The present study was performed as part of the "Optimal" project, whose main objective is to study and develop a method to optimize crossflow microfiltration of skim milk with a pore size of 0.1  $\mu\text{m}$  to support the design and performance of filtration. This study brought together dairy product producers, an equipment manufacturer and researchers from several scientific domains into a "project group".

## II.2. Materials and methods

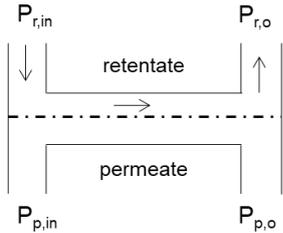
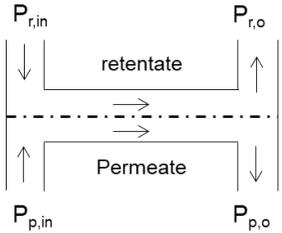
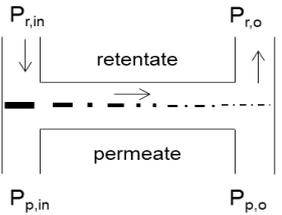
### II.2.1. Description of the process system

In this first approach of the formulation of the multiobjective problem of microfiltration, the assumptions were made in order to specify the framework of the study while considering industrial constraints. These assumptions imply to set several variables as constants. Not considering the assumptions would imply to keep the same methodology but to modify the knowledge model by adding the relations between the new variables (previously set as constants) with the variables and objectives of the microfiltration optimization model.

In this study, bovine milk was assumed to be stored at 4°C for 48 h, skimmed, thermized (68°C for 30 s) and then bactofuged to decrease the bacterial count of the processed milk. Skim milk was then maintained at the filtration temperature for 20 min to reach mineral equilibria prior to MF. Characteristics of milk history (pre-treatments, storage conditions) were set as constants.

MF can be performed using three main membrane technologies (Table 6). The membranes considered in this study were those usually used in the dairy industry: a 0.1 µm UTP ceramic tubular membrane, Pall 7P1940 UTP (19 channels, 4 mm diameter, 1.68 m<sup>2</sup> filtration area); a 0.1 µm GP ceramic tubular membrane, Pall 7P1940 GP (19 channels, 4 mm diameter, 1.68 m<sup>2</sup> filtration area); and a polymeric spiral wound membrane 800 kDa SW, Synder FR 3A 6338 (46 mils spacers, 15.9 m<sup>2</sup> filtration area). The temperature was set to the usual MF temperature: 12°C for SW and 50°C for GP and UTP. To be consistent with industrial constraints, MF was assumed to be performed at constant permeation flux, which ensures continuous feeding of the next steps in the process. The MF plant was described with  $n$  the number of stages (2-5),  $i$  the  $i^{\text{th}}$  line in parallel in one stage and  $j$  the  $j^{\text{th}}$  module on line  $i$ . In a given stage, each line  $i$  had the same number of modules.

**Tableau 6 : Description of the three membrane technologies considered in this study. P is the pressure (in Pa), and p, r, in and o are subscripts for permeate, retentate, inlet and outlet, respectively.**

Membrane technology	Spiral wound (SW)	Uniform transmembrane pressure (UTP)	Gradient of permeability (GP)
Type of membrane	Polymeric	Ceramic	Ceramic
Mechanism of membrane technology			
Details	Permeate under pressure ( $P_{p,in} = P_{p,o} > 0$ Pa).	Circulation of permeate co-current to that of the retentate.	Permeate under pressure ( $P_{p,in} = P_{p,o} > 0$ Pa). Membrane with a gradient of permeability that increases between the inlet and the outlet.

In this study, the following configurations are considered: UTP microfiltration system performed at 50°C in continuous mode without diafiltration, GP membrane performed at 50°C in continuous mode without diafiltration and SW polymeric membrane performed at 12°C in continuous mode with or without diafiltration. The diafiltration solvent is reverse osmosis water. Diafiltration increases the performance of the separation by adding a solvent, which increases the recovery of serum protein in the permeate but in a more diluted form. Increasing the volume of the MF permeate fraction strongly influences the design of the ultrafiltration and reverse-osmosis plants which follow the MF, but their design lay outside the scope of the study. In addition, cleaning and disinfection steps were considered in this study but not optimized. All effluents were sent to the wastewater treatment plant, and effluent treatment was considered to lie outside the scope of the study.

Although researchers continue to study optimization of cleaning procedures, the cleaning procedures chosen in this study were assumed to be effective and reproducible. Cleaning and disinfection procedures for each type of membrane were defined according to industrial standards. Membranes were assumed to be chemically and bacteriologically cleaned, the water flux was assumed to be constant, and degradation of membranes due to chemicals was assumed to be negligible throughout their lifetime.

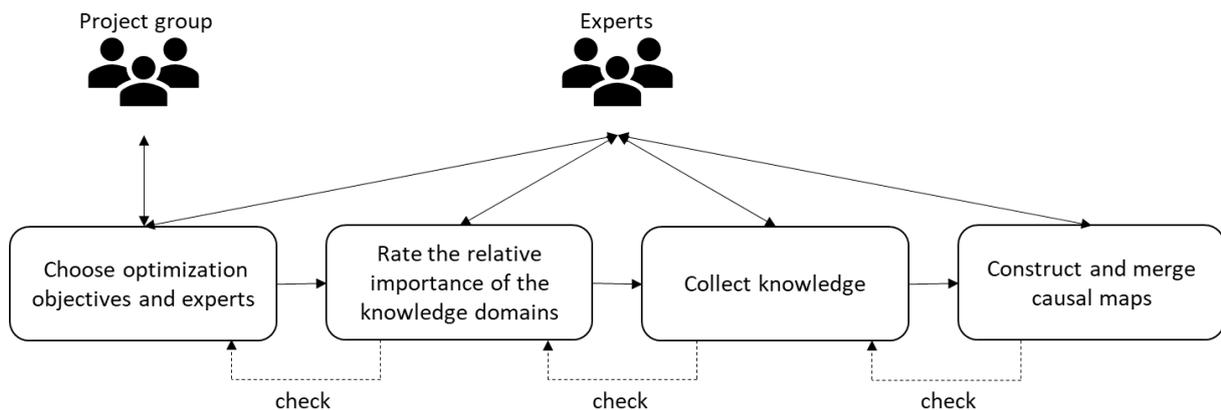
We made certain assumptions about the composition of retentate and permeate fractions. In the retentate fraction, we considered the caseins as a whole, without distinguishing casein micelles and

free caseins (ca. 85% and 15% of caseins, respectively). In this study and as a first attempt, casein permeation is not considered in the optimization approach. It is known that casein permeation depends on filtration temperature, concentration factor, membrane type and diafiltration mode (ratio and solvent). However, there is few data on casein permeation as function of these parameters in the literature (Beckman and Barbano, 2013; Hartinger and Kulozik, 2019; Zulewska et al., 2009; Zulewska and Barbano, 2014) and none of them are relevant for the three filtration technologies considered in the study. Including casein permeation in the optimisation approach would have required acquisition of data, which lay beyond the scope of this study.

Investment cost was estimated from the cost of equipment (i.e. tanks, pumps, heat-exchangers, membranes, modules, sensors, plant automation and cleaning plant) and labour (i.e. engineering department, project follow-up, installation and commissioning, automation programming). Production cost was estimated from consumption of utilities (i.e. water, energy and chemical products), maintenance costs and the operator's salary.

### II.2.2. Problem formulation approach

In adapting the Hobballah et al. (2018) method, formulation of the multiobjective optimization problem was divided into four iterative steps (Figure 11): i) choose optimization objectives and experts, ii) rate the relative importance of knowledge domains, iii) collect knowledge and iv) construct and merge causal maps.



**Figure 11 : The formulation method applied to the microfiltration multiobjective optimization problem (adapted from Hobballah et al. (2018))**

#### II.2.2.1. Choose optimization objectives and experts

In the first step, the project group determined the optimization objectives, guided by scientific interests and industrial practices obtained from a question e-mailed to the chosen experts in the project group. The survey asked, "In your opinion, what relevant criteria need to be considered to optimize the separation of casein micelles and serum protein by microfiltration?". The project group aggregated similar responses into sets and discussed each set to determine if it was an optimization objective (i.e. a goal to optimize) or a decision criterion (i.e. a preference within the optimized solutions). Based on the list of optimization objectives, the project group chose relevant and available experts. These experts were asked to identify their expertise domain(s) (i.e. "knowledge domains")

within the entire MF knowledge domain. Experts were chosen in an iterative process that was closely related to the identification of knowledge domains in order to ensure that the available expertise covered the MF knowledge domain.

Knowledge about MF came from a variety of knowledge domains, such as process design, dairy technology and food biochemistry, all of which were shared by several experts. The experts first defined boundaries of the MF scope to drive knowledge acquisition, as is usually done for life cycle assessment (Tillman et al., 1994) or software development (Paetsch et al., 2003). As recommended by Milton (2007), experts divided the entire domain of MF into more specific manageable knowledge domains: the chosen experts were asked via survey about the knowledge domains necessary to describe MF. Responses from these experts were merged, discussed and validated by the entire group of experts (i.e. project group and chosen).

### II.2.2.2. Rate the relative importance of knowledge domains

Once the experts had covered the entire MF knowledge domain, they were asked to rate the relative importance of knowledge domains to each other to organize the knowledge elicitation (Milton, 2007). Each knowledge domain was rated according to two criteria. The first was the relative importance of capturing the knowledge domain, which was assessed according to four issues: ability to achieve the project objective, closeness to the subject, novelty of the knowledge to the subject and ability to increase the quality of knowledge. Each issue of this criterion was scored on a scale from 1 (slightly important) to 4 (very important). The second criterion was the ease of capturing the knowledge domain, which was assessed according to three issues: explicitness, existence of documents and availability of experts (Hobballah et al., 2018). Each issue of this criterion was scored on a scale from 1 (easy) to 3 (difficult).

The relative importance of the knowledge domains was rated as follows. First, each expert scored each issue of each criterion for the knowledge domains. From the issue scores, we calculated a mean score per issue. A specific weighted average (SWA) was then calculated for each criterion of each knowledge domain from the mean scores per issue:

$$SWA = \frac{(\sum_{k=1}^m R_k \times w_k)}{m} \quad \text{Eq. II-1}$$

with  $k$  the subscript of the issue,  $m$  the number of issues per criterion (4 or 3),  $R$  the mean score of the issue and  $w$  the weighting factor of the issue, which was the same as those of Hobballah et al. (2018).

For the importance of capturing the knowledge domain, the SWA was divided into thirds: "high", "medium" and "low". For the ease of capturing the knowledge domain, the SWA was divided into "easy", "moderate" and "difficult". Finally, a scoping matrix was built that combined both the importance and ease of capturing the knowledge domains. The knowledge domains selected for the next step were those of high or medium importance.

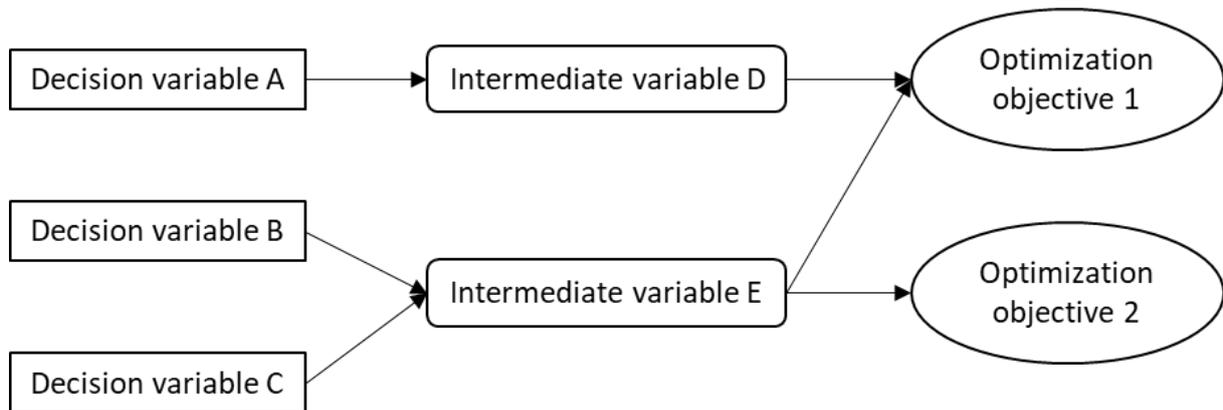
### II.2.2.3. Collect knowledge

For each knowledge domain selected, experts were interviewed to identify pertinent variables and their relations (Cooke, 1994). The semi-structured interviews, which consisted of a set of open-ended questions, were used mainly to capture experts' knowledge and know-how (Brinkmann, 2013).

Structured and unstructured interviews were also used when necessary (Bonneau de Beaufort et al., 2015; Elsayah et al., 2015). The types of questions used were inspired by those of Kvale (2008): i) “introduction” questions to identify pertinent variables, ii) “following” questions to identify influence relations between the variables identified, iii) “clarifying” questions to obtain more details about key points and iv) “probing” questions to validate the understanding of the concepts used. With experts’ permission, interviews were audio recorded and transcribed.

#### II.2.2.4. Construct and merge knowledge

The knowledge collected from the interviews was used to identify the influence relations between variables and objectives. The influence relations were extracted from interview transcripts and formalized as causal maps. A causal map is a graphical representation that formalizes variables as nodes and relations between them as edges (Montibeller and Belton, 2006). In this context, a causal map represented the influences of decision variables on optimization objectives. For each expert, we created one causal map for each knowledge domain, which the expert then validated. Next, for each knowledge domain, we merged the causal maps of all experts, which the group of experts involved in that domain then discussed and validated as the knowledge domain’s causal map. Next, we merged the causal maps of all knowledge domains, which all experts then discussed and validated as the overall causal map. Finally, to obtain the causal map for optimization objectives, we trimmed the overall causal map to show only those decision variables (and their associated intermediate variables, used in calculations) that influenced optimization objectives, which could conflict with one another. In a hypothetical example (Figure 12), variables A, B, C, D and E are involved in formulating optimization objective 1, and variables B, C and E in formulating optimization objective 2. Variables A, B and C are decision variables, and D and E are intermediate variables calculated from decision variables. At the same time, variable E influences objectives 1 and 2. Causal maps can also be expressed as generic equations that contain minimization and/or maximization objectives.



**Figure 12 : Example of a hypothetical causal map with three decision variables, two intermediate variables and two optimization objectives.**

## II.3. Results

### II.3.1. Choose optimization objectives and experts

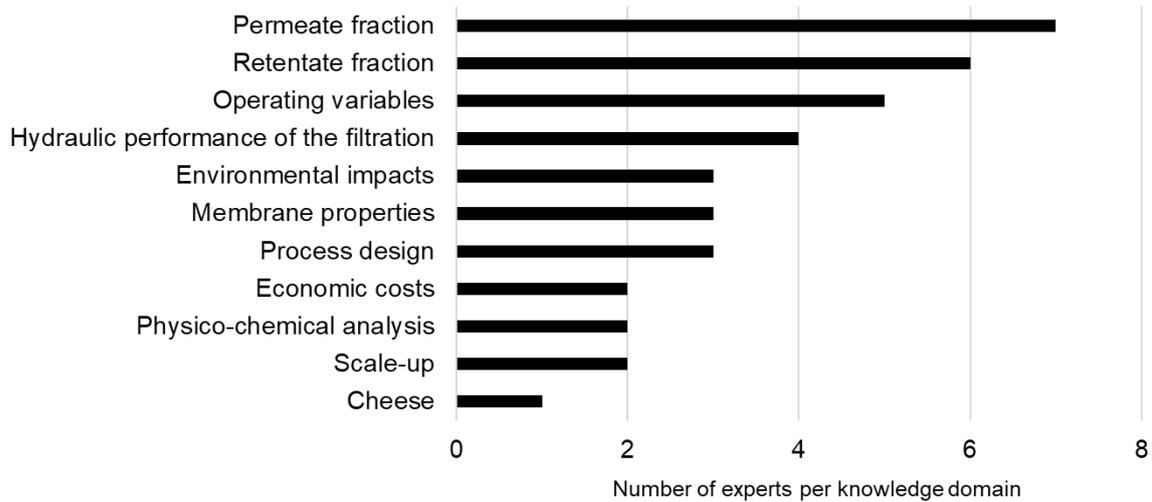
The project group initially suggested nine objectives, but only five of them were chosen as optimization objectives: to maximize casein concentration in retentate, to maximize serum protein concentration in permeate, to maximize serum protein recovery yield in permeate, to minimize investment cost and to minimize production cost (Table 7).

**Tableau 7 : Optimization objectives**

Criterion	Symbol (unit)	Objective	Observation
Casein concentration in retentate	$CD_{CN,r}$ ( $g.kg^{-1}$ DM)	Maximize $CD_{CN,r}$	Estimated from retentate dry matter
Serum protein concentration in permeate	$CD_{SP,p}$ ( $g.kg^{-1}$ DM)	Maximize $CD_{SP,p}$	Estimated from permeate dry matter
Serum protein recovery yield permeate	$\eta_p$ (-)	Maximize $\eta$	Estimated from the initial amount of serum protein in milk
Investment cost	CI (€)	Minimize CI	Sum of equipment, engineering design and installation costs
Production cost	CPR (€)	Minimize CPR	Sum of consumption of utilities, maintenance costs and the operator's salary

The other four objectives – environmental impacts (water and energy consumption), return on investment, ease of implementing the process and area of the process floor space – which are not used in the multi objective optimization may be used as criteria in the multi criteria decision support allowing to choose among the optimized solutions resulting from the multi objective optimization. The ease of implementation combined maintenance accessibility and membrane storage requirements (if needed), as ceramic membranes can be stored in the open air, while polymeric membranes must be stored in water with bacteriostatic additive. The area of the process floor space depended on the compactness of the membrane (SW is more compact than UTP and GP for a given filtration area).

Eleven experts were identified from a variety of sectors: scientists, dairy product producers (both permeate- and retentate-fraction end-users) and an equipment manufacturer. Each knowledge domain (except for one) was covered by at least two experts (Figure 13), which could generate differences in opinion that would lead to rewarding discussions.



**Figure 13 : Number of experts per knowledge domain of microfiltration**

The experts identified 11 knowledge domains. Few domains were related to product characteristics: “Permeate fraction”, “Retentate fraction”, “Cheese”, “Physico-chemical analysis”. The two “Retentate and permeate fractions” knowledge domains referred to the expert’s expectations on the two fraction characteristics (such as composition) and how these expectations can be influenced by the microfiltration process (such as TMP). The “cheese” knowledge domain focused on how retentate fraction properties can affect the manufacturing of cheese. The “physico-chemical analysis” knowledge domain focused on how the choice of the analysis technique and the operating mode can influence the measured characteristics of the obtained fractions.

Others were characteristics of the design and performance of the MF itself: “Membrane properties”, “Operating variables”, “Hydraulic performance of the filtration”, “Process design”, “Scale-up”. “Membrane properties” knowledge domain referred to the membrane material chemical properties and hydrophobicity and how they can affect the filtration in time (with ageing for example). As we focused on three filtration technologies in this study, there is no choice in membrane material and this knowledge domain was considered as not relevant regarding the defined scope for our optimization problem. “Operating variables” and “hydraulic performance of the filtration” knowledge domains were closely related to each other but focused on two different aspects of the filtration. “Hydraulic performance of the filtration” focused on variables related to the circulation of the retentate (crossflow velocity, retentate pressure drop etc.) while “operating variables” focused on all the variables allowing to control the filtration process. “Process design” knowledge domain focused on the design variables of the microfiltration (such as number of stage or filtration area) and how these variables impacted the microfiltration performances. The “scale-up” knowledge domain was closely related to the process design but focused on how to transfer design rules and experimental data from pilot scale to industrial scale.

Two knowledge domains represented non-technical performances: “Environmental impacts” and “Economic costs”. Experts agreed that these knowledge domains covered the entire MF knowledge domain.

### II.3.2. Rate the relative importance of knowledge domains

The thresholds of SWA used to divide the knowledge domains into thirds were 4.50 and 3.70 for the importance of capture and 3.30 and 3.10 for the ease of capture. Based on the thresholds, the most important knowledge domains were “Hydraulic performance of the filtration”, “Permeate fraction”, “Retentate fraction” and “Process design” (Table 8), while the easiest to capture were “Hydraulic performance of the filtration”, “Permeate fraction” and “Operating variables” (Table 9).

**Tableau 8 : Mean scores and weights used to determine the relative importance of capturing each knowledge domain identified (w = weight, H = high, M = medium, L = Low)**

Knowledge domain	Ability to achieve the project objective (w = 3)	Closeness to the subject (w = 2)	Novelty of the knowledge to the subject (w = 1)	Ability to increase the quality of knowledge (w = 1)	Specific weighted average	Importance
Hydraulic performance of the filtration	3.00	3.00	2.25	3.00	5.06	H
Permeate fraction	2.86	2.86	2.00	2.57	4.71	H
Retentate fraction	2.83	2.83	2.17	2.33	4.67	H
Process design	2.50	3.00	2.00	2.50	4.50	H
Scale-up	2.50	2.50	2.50	2.50	4.38	M
Economic costs	2.50	3.00	2.50	1.50	4.38	M
Operating variables	2.40	2.80	1.60	2.80	4.30	M
Environmental impact	2.33	2.00	2.67	2.00	3.92	M
Membrane properties	2.00	2.00	2.33	2.33	3.67	L
Cheese	2.00	2.33	2.33	1.67	3.67	L
Physico-chemical analysis	1.67	1.67	2.33	2.33	3.25	L

**Tableau 9 : Mean scores and weights used to determine the ease of capturing the knowledge domains identified (w = weight, E = easy, M = moderate, D = difficult)**

Knowledge domain	Explicitness (w = 2)	Existence of documents (w = 2)	Availability of experts (w = 1)	Specific weighted average	Ease
Hydraulic performance of the filtration	1.75	1.50	1.75	2.75	E
Operating variables	1.80	1.60	2.00	2.93	E
Permeate fraction	1.86	1.71	2.00	3.05	E
Physico-chemical analysis	1.67	2.33	1.33	3.11	M
Membrane properties	1.67	2.00	2.00	3.11	M
Process design	1.50	2.50	1.50	3.17	M
Cheese	2.00	1.67	2.67	3.33	D
Retentate fraction	2.17	1.83	2.00	3.33	D
Environmental impact	2.00	2.33	1.67	3.44	D
Economic costs	1.50	3.00	1.50	3.50	D
Scale-up	3.00	3.00	2.00	4.67	D

The knowledge domains of high and medium importance chosen in the scoping matrix (Table 11) were “Hydraulic performance of the filtration”, “Permeate fraction”, “Process design”, “Retentate fraction”, “Operating variables”, “Environmental impacts”, “Scale-up” and “Economic costs”. The scoping matrix helped collect knowledge by prioritizing the knowledge domains that had the highest importance and were the easiest to capture. The experts also used the scoping matrix to discuss the relevance of considering certain knowledge domains. After additional discussion, they decided to reject “Scale-up” because they considered it redundant with “Process design”. They also decided to add “Membrane properties” to improve understanding about how membrane properties can influence MF. The final 8 knowledge domains considered for knowledge collection were “Hydraulic performance of the filtration”, “Permeate fraction”, “Process design”, “Retentate fraction”, “Operating variables”, “Environmental impacts”, “Economic costs” and “Membrane properties”.

**Tableau 10 : Scoping matrix of the relative importance and ease of capture of the knowledge domains identified**

Importance	Ease of capture		
	Easy	Moderate	Difficult
High	Hydraulic performance of the filtration Permeate fraction	Process design	Retentate fraction
Medium	Operating variables	-	Environmental impacts Scale-up Economic costs
Low	-	Membrane properties Physico-chemical analysis	Cheese

### II.3.3. Collect knowledge

Knowledge was collected by interviewing the 11 experts about their knowledge domains. Doing so required 36 interviews and 14.5 h of audio recording. Experts were interviewed in two steps: capturing knowledge and then, if necessary, clarifying it.

### II.3.4. Construct and merge causal maps

From the knowledge collected, 33 causal maps were initially created. Each map represented the knowledge of the 1-7 experts for one of the 11 knowledge domains initially identified. Once merged and trimmed, the causal maps for optimization objectives (serum protein recovery yield in permeate in Figure 14; the others in the Supplementary material) contained a total of 5 decision variables (Table 11) and 31 intermediate variables (Table 12).

Four of the five decision variables – membrane technology, volume reduction ration, recirculation flow and permeation flux – influenced all optimization objectives, which highlights their conflicting nature. Among the five decision variables, three (membrane technology, feed flow and volume reduction ratio) described the entire MF plant, while the other two (recirculation flow and permeation flux) had values that depended on the stage of the MF plant. Thus,  $2 + 3n$  decision variables were ultimately considered, with  $n$  the number of stages of the MF plant.

**Tableau 11 : Decision variables for optimization objectives**

Symbol	Description	Type	Unit	Value domain
MT	membrane technology	nominal	-	[SW, UTP, GP]
$Q_{feed}$	feed flow	continuous	$m^3.h^{-1}$	[5, 20]
$Q_{rec,n}$	recirculation flow $n^*$	continuous	$m^3.h^{-1}$	[10, 50]
$J_{p,n}$	permeation flux $n^*$	continuous	$L.h^{-1}.m^{-2}$	[5, 100]
$VRR_n$	volume reduction ratio $n^*$	continuous	-	[1, 3.5]

\*  $n$  is the number of stages of the microfiltration plant

The overall causal map led to the following equations for optimization objectives:

$$\max CD_{CN,r} = f(C_{CN,r}(VRR_n), DM_r(C_{CN,r}, Tr_{SP})) \quad \text{Eq. II-2}$$

$$\max CD_{SP,p} = f(C_{SP,p}(Tr_{SP}), DM_p(C_{SP,p})) \quad \text{Eq. II-3}$$

$$\max \eta_p = f(q_{SP,p}(C_{SP,p}(Tr_{SP}), V_p(t(Q_{feed}, MT), n, NM_n)) \quad \text{Eq. II-4}$$

$$\min CI = f(CO_{equipment}, CO_{human\ time}(CO_{insta\&com}(n), CO_{office\ work}(n)) \quad \text{Eq. II-5}$$

$$\min CPR = f(CO_{operator's\ salary}(n), CO_{maintenance}(n, MT, NM_n), CO_{utility}) \quad \text{Eq. II-6}$$

Subject to:

$$T = \begin{cases} 12 & \text{if } MT = SW \\ 50 & \text{otherwise} \end{cases} \quad \text{Eq. II-7}$$

with

$$Tr_{SP} = f(TMP, MT, T, Q_{rec,n}, VRR_n) \quad \text{Eq. II-8}$$

$$TMP = f(MT, VRR_n, T, Q_{rec,n}, J_{p,n}) \quad \text{Eq. II-9}$$

$$n = f(MT, Q_{feed}, J_{p,n}, VRR_n) \quad \text{Eq. II-10}$$

$$NM_n = f(MT, Q_{feed}, J_{p,n}, VRR_n) \quad \text{Eq. II-11}$$

$$CO_{equipment} = f(NM_n, n, MT, T, Q_{rec,n}) \quad \text{Eq. II-12}$$

$$CO_{utility} = f(CO_{water}(V(n, NM_n, MT)), CO_{chemical}(V(n, NM_n, MT)), CO_{energy}) \quad \text{Eq. II-13}$$

$$CO_{energy} = f(CO_{electricity}(n, MT, Q_{rec,n}), CO_{heating}(n, T, Q_{rec,n}), CO_{cooling}(n, T, Q_{rec,n})) \quad \text{Eq. II-14}$$

See Tables 7, 11 and 12 for the symbols used in the equations for the optimization objectives, decision variables and intermediate variables, respectively.

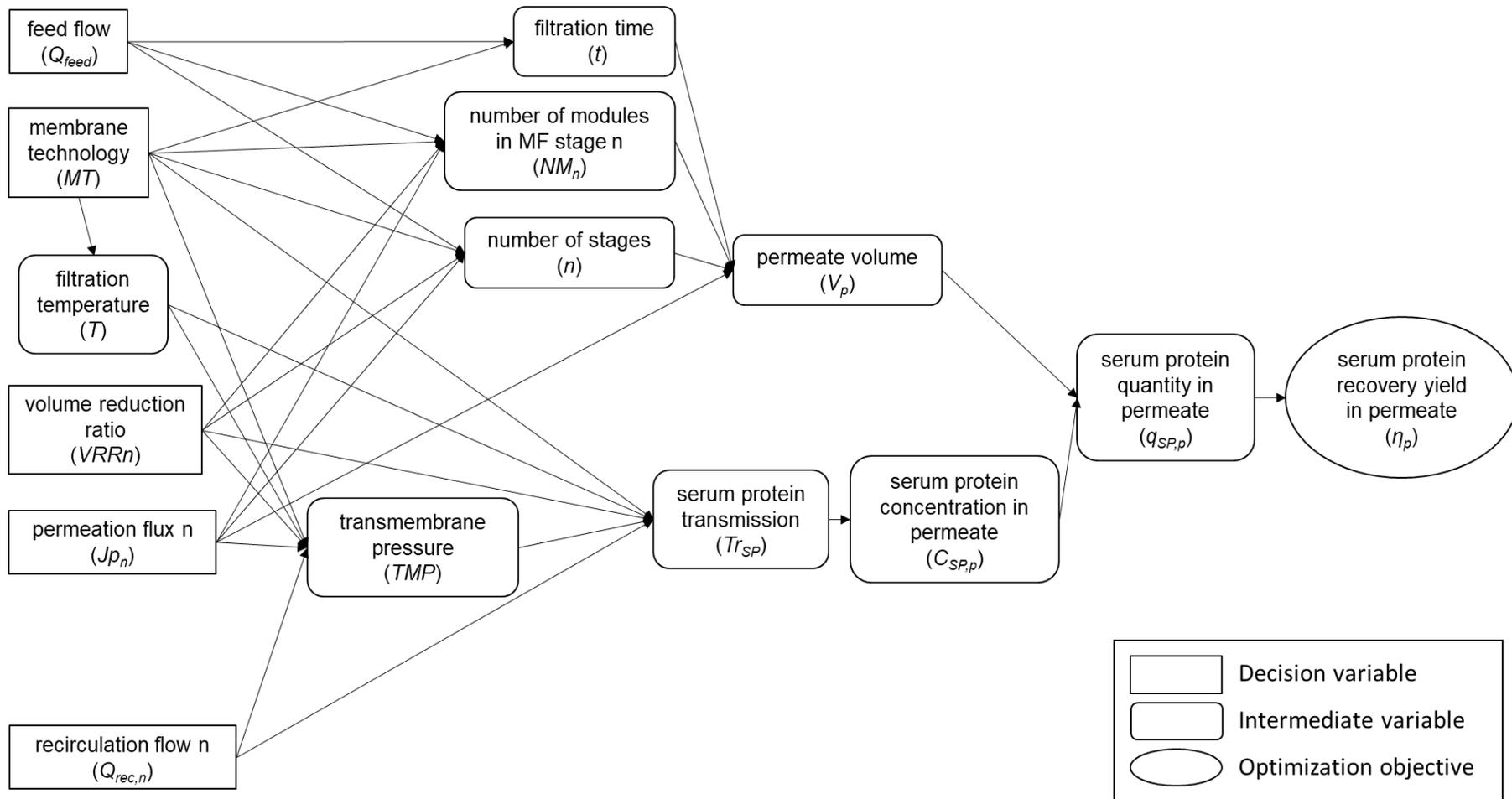


Figure 14 : Causal map of the serum protein recovery yield in permeate

**Tableau 12 : Intermediate variables used to calculate optimization objectives. All variables are continuous unless identified as discrete (\*).**

Symbol	Description
$C_{SP,p}$	serum protein concentration in permeate
$C_{CN,r}$	casein concentration in retentate
$q_{SP,p}$	serum protein quantity in permeate
$Tr_{SP}$	serum protein transmission rate
$DM_p$	permeate dry matter
$DM_r$	retentate dry matter
TMP	transmembrane pressure
$t_f$	filtration time
T	filtration temperature*
V	volume of the microfiltration plant
$V_p$	permeate volume
N	number of stages*
$NM_n$	number of modules in microfiltration stage n*
$CO_{heating}$	heating consumption cost
$CO_{chemical}$	chemical consumption cost
$CO_{electricity}$	electricity consumption cost
$CO_{energy}$	energy consumption cost
$CO_{equipment}$	equipment cost including membranes, modules, tanks, pumps, sensors, heat exchangers, pipes and plant automation
$CO_{cooling}$	cooling consumption cost
$CO_{human\ time}$	total cost of human time
$CO_{insta\&com}$	installation and commissioning cost
$CO_{maintenance}$	maintenance cost (including membrane replacement)
$CO_{office\ work}$	cost of time for work on engineering, project follow-up and automation programming
$CO_{operator's\ costs}$	operator's costs
$CO_{utility}$	utility consumption cost
$CO_{water}$	water consumption cost

## II.4. Discussion

The design of a food process is an essential and complex step in implementing it at an industrial scale. This study addressed the first design step by developing a method to formulate the multiobjective optimization problem of a food process. It also showed how applying the method to skim milk MF can help new knowledge and research insights emergence.

### II.4.1. Method to formulate the multiobjective optimization problem of a food process

The method developed in this study allows a group of scientific and industrial experts to discuss, formalize and share knowledge about the food products and MF process. Because the experts had different backgrounds, the method of Hobballah et al. (2018) was adapted by adding an initial step to identify the optimization objectives and the relevant experts who covered different but complementary backgrounds. Their differences in culture and perspective made mutual understanding more difficult.

The first major challenge was differences in vocabulary. When collecting knowledge, an expert's background could strongly influence his/her understanding of certain terms, which sometimes caused misunderstandings in the group of experts. For instance, there was confusion between "concentration factor" and "volume reduction ratio", both of which are key parameters in membrane separation. "Concentration factor" is the concentration of a given component in the retentate compared to the concentration of the same given component in the feed (Eq. II-15). It is calculated from concentrations of the component (e.g. casein) measured in both the retentate and the fluid to be treated (milk).

$$FC = \frac{C_r}{C_{Feed}} \quad \text{Eq. II-15}$$

"Volume reduction ratio" is the ratio of feed flowrate to retentate extraction flowrate (Eq. II-16) and is used in industry to adjust the retentate extraction flowrate to obtain a targeted concentration of the component (casein) in the retentate (concentration factor).

$$VRR = \frac{Q_{Feed}}{Q_r} \quad \text{Eq. II-16}$$

In industry, the volume reduction ratio is commonly called the "volume concentration ratio" (although the concentration of a volume remains unclear), which leads to confusion. The volume reduction ratio equals the concentration factor only if the membrane retains all casein.

Another misunderstanding arose over "transmembrane pressure", a parameter used by the scientists but rarely by the industrial partners. Although all experts agreed that "transmembrane pressure" meant the "driving force through the membrane", industrial MF plants are generally not equipped with pressure sensors that can estimate it accurately. In them, transmembrane pressure is calculated from the difference between mean retentate pressure and mean permeate pressure. In laboratory pilots, pressure sensors are installed both in the retentate and permeate compartments, and as close as possible to each module to calculate its transmembrane pressure (Figure 15). At the industrial scale, few pressure sensors are installed, and they lie far from modules, which provides only a rough estimate of each module's transmembrane pressure. These calculations required making two assumptions. First, pressure loss between a sensor and the inlet or outlet of a module was ignored regardless of the

distance to the sensor (length of pipes, bends and change of cross section). Second, the retentate outlet pressure was considered similar to the feed pressure because each stage's retentate outlet was placed close to its feed. For example, the transmembrane pressure for module 111 in stage 1 (Figure 15) could be calculated for the industrial plant (Eq. II-17) and the experimental pilot (Eq. II-18).

$$TMP = \left( \frac{P_{r,in,1} + \left( P_{r,in,1} - \frac{1}{2}(P_{r,in,1} - P_{feed}) \right)}{2} \right) - P_{p,1}$$

$$TMP = \frac{1}{4} (3 P_{r,in,1} + P_{feed}) - P_{p,1} \quad \text{Eq. II-17}$$

$$TMP = \left( \frac{P_{r,in,1} + \left( P_{r,in,1} - \frac{1}{2}(P_{r,in,1} - P_{r,ou,1}) \right)}{2} \right) - P_{p,111}$$

$$TMP = \frac{1}{4} (3 P_{r,in,1} + P_{r,ou,1}) - P_{p,111} \quad \text{Eq. II-18}$$

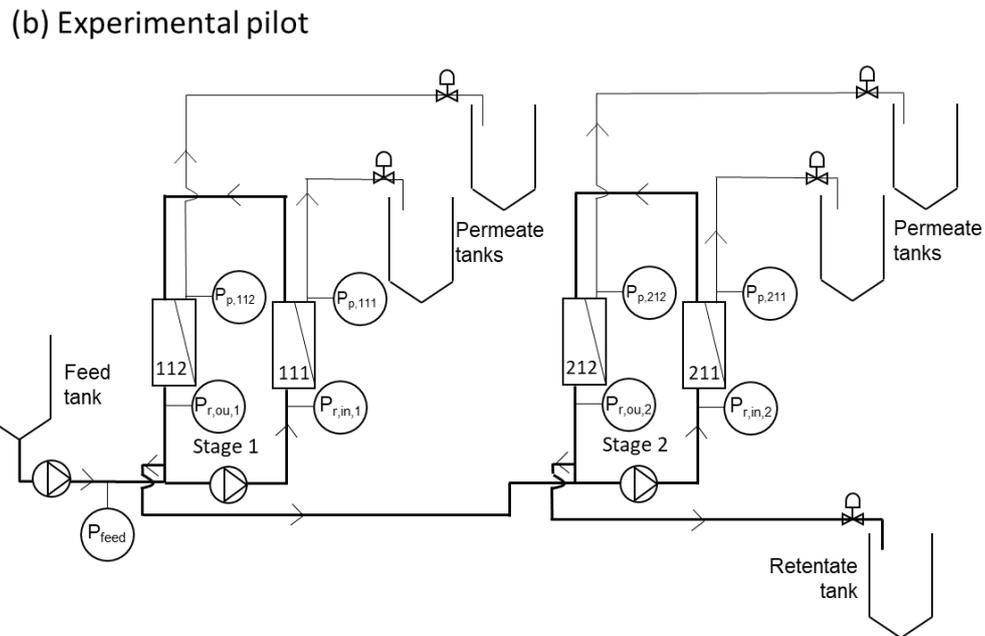
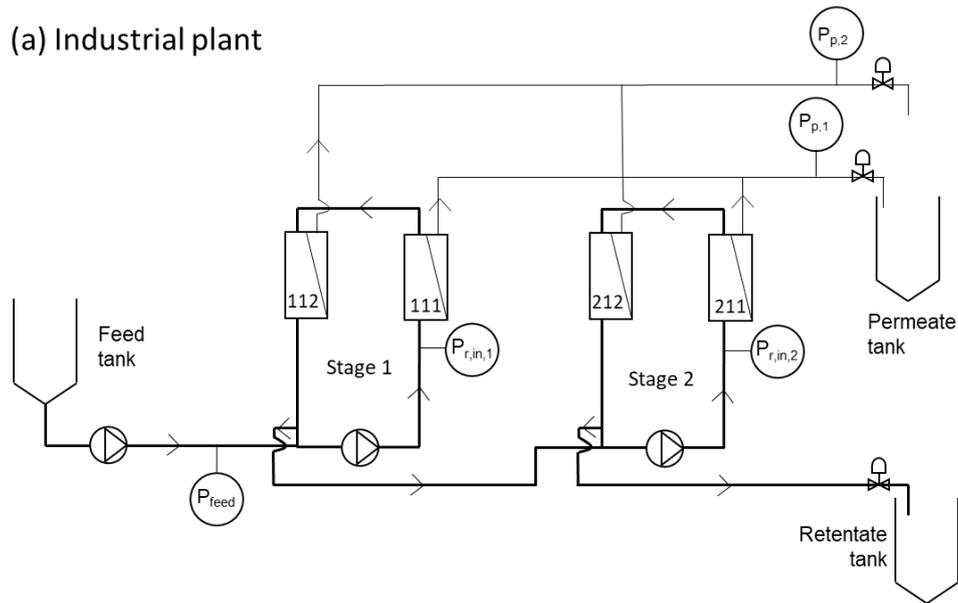
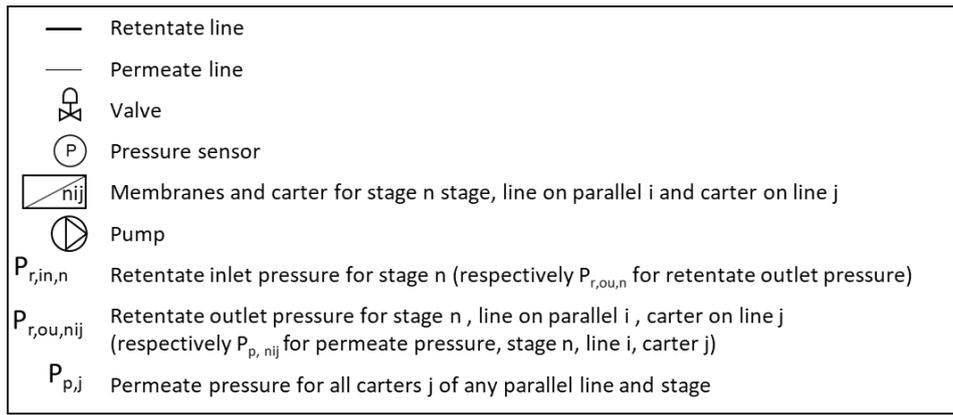


Figure 15 : Locations of pressure sensors in (a) an industrial plant and (b) experimental pilot. Example of gradient of permeability membrane technology with two stages and one line in parallel, with two modules in series in each stage.

Besides differences in vocabulary, experts also had different, albeit complementary, visions of how to operate the MF plant. The scientists wanted to study the influence of specific parameters on MF performance and thus obtain as much information as possible. Conversely, the dairy product producers wanted a simple and robust plant that would ensure the desired quantity and quality of dairy products. These different visions resulted in differences in the process control of filtration.

For instance, process control differed at the start of the production run. In an industrial plant, for sake of simplicity, permeate and retentate extraction valves are usually open during the initial flushing step, to a degree required by filtration operating parameters. In this step, the water initially present in the plant is flushed out and replaced by the milk to be treated. This step dilutes the permeate and retentate fractions, but the dilution can be limited by diverting the over-diluted fractions to the wastewater treatment plant for disposal. Over-dilution of the retentate can also be corrected by applying an over-estimated targeted volume reduction ratio. In a laboratory pilot, filtration is not usually started with diluted milk. Water is flushed with the permeate and retentate valves closed. The water is flushed through a specific valve connected to the sewer and, as soon as the retentate compartment is full of milk, the permeate valve is opened and filtration starts. The retentate extraction valve is thus open when the volume reduction ratio is reached.

Strong differences in regulation modes during filtration were also noted. In an industrial plant, there is no need to uncouple regulations of crossflow velocity and transmembrane pressure because the plant is designed to ensure targeted values of these two parameters. Conversely, in a laboratory pilot, their regulations need to be uncoupled to study the influence of each one (Daufin et al., 1993) (e.g. different crossflow velocities at a constant transmembrane pressure or vice versa) on permeation flux and transmission of serum proteins (e.g. Gésan-Guiziou et al., 1999). Regulating permeation flux is also challenging, especially with SW. Permeation flux is usually regulated by increasing transmembrane pressure by decreasing permeate pressure and opening the permeate valve (Daufin et al., 1993). However, no counter-pressure is generally applied to the permeate side of SW at the industrial scale because doing so could damage the membrane (back-filtration due to permeate pressure being higher than outlet retentate pressure), even though it can be applied at the laboratory scale. Industry thus regulates constant permeation flux with SW membranes using an overflow tank and a slightly oversized membrane area. This mode of operation is used with ultrafiltration polymeric membranes but has never been applied to MF as it may decrease the serum protein recovery yield.

To help scientific and industrial experts share and understand each other's vocabulary and visions better, their vocabulary was harmonized, and their visions of the design of MF were clarified, as recommended by Ndiaye et al. (2009). A list of variables, their symbols and their definitions were created to ensure that experts discussed the same concepts (II.6.6.). Equivalences between industrial plants and laboratory pilots were established to be able to estimate transmembrane pressure in the industrial plant (Figure 15). After sharing the different regulation modes used at industrial and laboratory scales, experts voted on which regulation modes of MF to use. It was stated to conduct microfiltration at constant permeation flux for the three membrane technologies. As a consequence, a valve has to be added on the permeate side of the polymeric spiral wound membrane to ensure a counter pressure. For the sake of clarity, the group established a production timeline to define MF production steps (provided with the supplementary materiel – II.6.6.). This production timeline was also important to identify from which step the volumes of permeate and retentate fractions are

collected and their associated concentrations. Managing experts' viewpoints can be challenging, but group synergy can occur if there are a variety of opinions.

#### II.4.2. New knowledge gained by formulating multiobjective optimization of MF

By requiring knowledge from scientist and industrialist experts, the approach developed obtained new knowledge from the optimization objectives, influence relations between variables and objectives and emerging knowledge domains. The optimization objectives and causal maps represented a combination of what is usually studied and known, what usually studied but not highlighted by experts and new insights.

Some of the optimization objectives were consistent with information in the literature, such as those for the composition of permeate and retentate fractions (Beckman et al., 2010; Zulewska and Barbano, 2013). Considering two optimization objectives for the permeate fraction revealed the dairy product producers' strong interest in processing the permeate fraction quantitatively (i.e. recovery yield) and qualitatively (i.e. serum protein concentration). Indeed, serum protein concentration is expressed as a function of the dry matter content and thus describes the purity of the fraction, which makes it possible to relate the objective of "maximizing serum protein concentration" to a qualitative feature of the permeate fraction. The experts did not choose certain optimization objectives, such as permeation flux or transmembrane pressure, which are related directly to membrane fouling. Permeation flux is usually considered as an optimization parameter, but the present study assumed that it remained constant. Regarding transmembrane pressure, the experts considered it as an intermediate variable that influenced three of the five optimization objectives: maximizing i) casein concentration in the retentate, ii) serum protein concentration in the permeate and iii) serum protein recovery yield in the permeate. This highlights the importance for experts to optimize not only the process but the product as well by setting objectives for the product properties which are influenced by process variables. As expected by the inclusion of experts from dairy product production and equipment manufacturing, economics objectives emerged as minimization of investment costs and of production costs. These economic objectives and that for serum protein recovery yield (i.e. three of the five objectives) highlighted the major influence of process design, which most scientific studies do not consider. In addition to classic economic indicators such as water, energy and chemical consumption, equipment maintenance and the operator's salary were included in the production cost. In the same way, investment costs were included in the installation and commissioning of the plant and the cost of office work for engineering, project follow-up and automation programming. These new objectives reflect the industrial reality of economic profitability. The approach developed combines this industrial knowledge with scientific knowledge related to MF in a homogenous format. It makes the interdependence of the variables in these domains explicit. In a decision-support perspective, these objectives are essential to rationalize trade-offs among economic, process and product issues.

Besides providing new insight into optimization objectives, the method developed can identify new knowledge domains needed to formulate a multidisciplinary optimization problem of a food process. The knowledge domains considered that had high and medium importance and were easy to capture are those usually studied in the literature, such the "Hydraulic performance of the filtration" (Astudillo-Castro, 2015; Gésan-Guiziou et al., 1999). It is easy to obtain knowledge about what is usually done, which is logical. The method highlighted two new important knowledge domains whose knowledge is

difficult to capture and for which further studies are required. Although knowledge about the composition of the retentate fraction is relatively easy to capture, its ability to be transformed into cheese remain difficult to characterize for two main reasons: it is sometimes part of industrial recipes for cheese making that are considered trade secrets, and there is a lack of scientific knowledge about it. Identifying retentate functionality indicators and understanding the influence of operating parameters of upstream processes on them require further research. The second new knowledge domain highlighted by this method was the environmental impacts. In this study, only water and energy consumption were considered, but cleaning procedures and products, especially the complex detergent solutions applied to regenerate membranes, have high environmental impacts (Gésan-Guiziou et al., 2019b). It is currently difficult to estimate environmental impacts of cleaning after MF because current life cycle analysis databases do not include these solutions. Further specific studies are thus needed.

### II.4.3. Perspectives

The adapted method of Hobballah et al. (2018) was successfully applied to formulate the multiobjective optimization problem of skim milk 0.1  $\mu\text{m}$  MF. However, two improvements could increase the reliability of its results: i) formulating the MF multiobjective optimization problem in a more complex manner to approach the true functioning of MF and ii) integrating MF into the production line.

Considering uncertainties in influence relations also could improve the accuracy of the results. We assumed that each relation given by an expert was true without considering the expert's confidence level. In reality, experts may have high confidence about certain relations between variables but have doubts about others. This is important because certain influence relations were based only on expert knowledge, which has higher uncertainty than results of experiments. Discussions among experts decreased uncertainties in knowledge; however, setting the level of confidence in influence relations based on the source of or confidence in the knowledge would improve the reliability of results (Baudrit and Dubois, 2006). This approach would also help choose among opinions from experts who differ in their degrees of certainty. In this study, experts always managed to arrive at a consensus, but when is not possible, including a method to consider each expert's confidence level would be useful.

Knowing the protein composition of both retentate and permeate fractions more accurately would help dairy product producers perform MF better and then improve the quality of the fractions based on the final products desired. In particular, we assumed no free caseins in the permeate fraction, although some may pass through the membrane during MF, and their presence is detrimental for subsequent use of the serum protein concentrates. For instance, residual caseins precipitate when acidified (e.g. in some nutritional drinks for athletes) and cause undesirable turbidity.

The complexity of cleaning procedures should be considered in the optimization to guarantee effective cleaning regardless of the degree of fouling of the membrane. While cleaning procedures are still under investigation (Astudillo et al., 2010; Rabiller-Baudry et al., 2002; Regula et al., 2014) we assumed that they were effective and reproducible for each membrane technology according to industrial standards. Operating conditions determine how quickly the membrane fouls, and standard cleaning may not be effective for all fouling conditions. Optimized cleaning depending on the operating conditions would ensure effective cleaning of the membrane and consistent performances.

New insights that help to optimize the entire process including MF are also expected. Considering MF upstream stages makes it possible to represent differences in the milk pre-treatments used industrially. We assumed that milk was highly mixed and had a fixed composition. Industrially, milk is stored and pre-treated (e.g. skimmed, thermized and/or bacto-fuged) before MF. In a recent study, Granger-Delacroix et al. (2020) showed that milk storage and treatment conditions influence transmembrane pressure and recovery of serum protein during MF. Transmembrane pressure was influenced most by MF fouling, which depends mainly on the load of microorganisms, while recovery of serum protein was influenced mainly by the denaturation and/or aggregation of serum protein caused by the pre-treatment steps. More needs to be learned about how milk pre-treatment influences MF before including it in the formulation of the multiobjective optimization problem.

Including downstream processes in the overall vision of the MF process could modify the optimization objectives. In industry, ultrafiltration, nanofiltration and/or reverse osmosis are usually used to concentrate and purify the serum protein recovered in the permeate fraction, and the serum protein concentration determines how much membrane area will be required. As serum protein concentration increases, downstream processes need less membrane area and cost less; thus, an overall vision of the production line is necessary.

To complete the overall vision of the production line, considering dynamic aspects of the MF process during the lifetime of the membrane would increase reliability of the results. In any food process, even though variables that describe the process (e.g. transmembrane pressure) depend on time, their dependencies are not considered when formulating the problem. To simplify problem formulation in this study, we considered only steady-state process conditions, which we assumed already contained the main issues inherent in the MF process as a whole. In a comprehensive perspective, however, it would be useful to consider all dynamics of the MF process and to address new challenges. Influence relations among variables would vary over time, which would lead to considering multiple states of each variable and different knowledge structures. For simplicity, membrane ageing was excluded from the problem formulation, but the filtration efficiency of membranes does decrease over time. Consequently, as membranes age, fouling by skim milk increases, critical and limiting conditions of filtration are modified and cleanliness decreases (Rabiller-Baudry et al., 2019). Considering membrane ageing would require continuously adapting filtration and cleaning conditions throughout the lifetime of the membrane to ensure optimal operating conditions.

## II.5. Conclusion

This study formulated the preliminary design of an optimal skim milk MF process as a multiobjective optimization problem. The method applied was adapted by adding steps to define optimization objectives and identify experts. It can consider product composition, process design and operating conditions. According to experts, it was important to consider both permeate and retentate compositions of fractions, the serum protein recovery yield in permeate and economic costs as optimization objectives. Eight knowledge domains were studied to describe which variables influenced the optimization objectives. Five decision variables and 31 intermediate variables were needed to represent influence relations among variables and between variables and objectives. This method identified optimization objectives and the variables that influenced each one. The next step before processing the optimization model is to model the objectives as mathematical functions or computational algorithms. Then, using an adapted optimization algorithm, optimal solutions for MF will be calculated and analysed. This approach opens new perspectives for optimizing MF and, more generally, food-processing processes that integrate expert knowledge.

### Acknowledgements

This study was supported by a grant from the Brittany Region (contract no. 16006734, INRA convention 30001292) and from FEDER (contract no. EU000171, INRA convention 30001293). The authors thank all project group members for their involvement as experts in this study.

## II.6. Informations complémentaires

Dans cette partie complémentaire de l'article, les cartes causales des 5 objectifs de l'optimisation sont analysés afin d'identifier les relations d'influence entre variables ou entre variables et objectifs pour lesquelles il est nécessaire d'obtenir de la connaissance. Enfin, le matériel complémentaire à l'article est présenté.

### II.6.1. Objectif de maximisation de la concentration en caséines dans le rétentat

L'objectif de maximisation de la concentration en caséines sur extrait sec dans le rétentat a été mathématiquement déterminé par les experts comme étant le rapport entre la concentration en caséines dans le rétentat et l'extrait sec de la fraction,  $CD_{CN,r}$ . D'après la carte causale (Figure 16), cet objectif dépend de la combinaison de 4 variables de décision -le type de membrane (MT), le flux de perméation, qui dépend de chaque étage  $n$  ( $J_{p,n}$ ), le facteur de réduction volumique à chaque étage ( $VRR_n$ ) et le débit de recirculation à chaque étage ( $Q_{rec,n}$ )- et 5 variables intermédiaires -température de filtration (T), pression transmembranaire (TMP), transmission des protéines sériques ( $Tr_{SP}$ ), concentration de caséine dans le rétentat ( $C_{CN,r}$ ) et extrait sec du rétentat ( $DM_r$ ). Les variables intermédiaires associées à ce premier objectif ont été formalisées d'après la Figure 16.

$$\max CD_{CN,r} = f(C_{CN,r}(VRR_n), DM_r(C_{CN,r}, Tr_{SP})) \quad \text{Eq. II-19}$$

Soumis à :

$$T = \begin{cases} 12 & \text{si } MT = SW \\ 50 & \text{sinon} \end{cases} \quad \text{Eq. II-20}$$

avec

$$Tr_{SP} = f(TMP, MT, T, Q_{rec,n}, VRR_n) \quad \text{Eq. II-21}$$

$$TMP = f(MT, VRR_n, T, Q_{rec,n}, J_{p,n}) \quad \text{Eq. II-22}$$

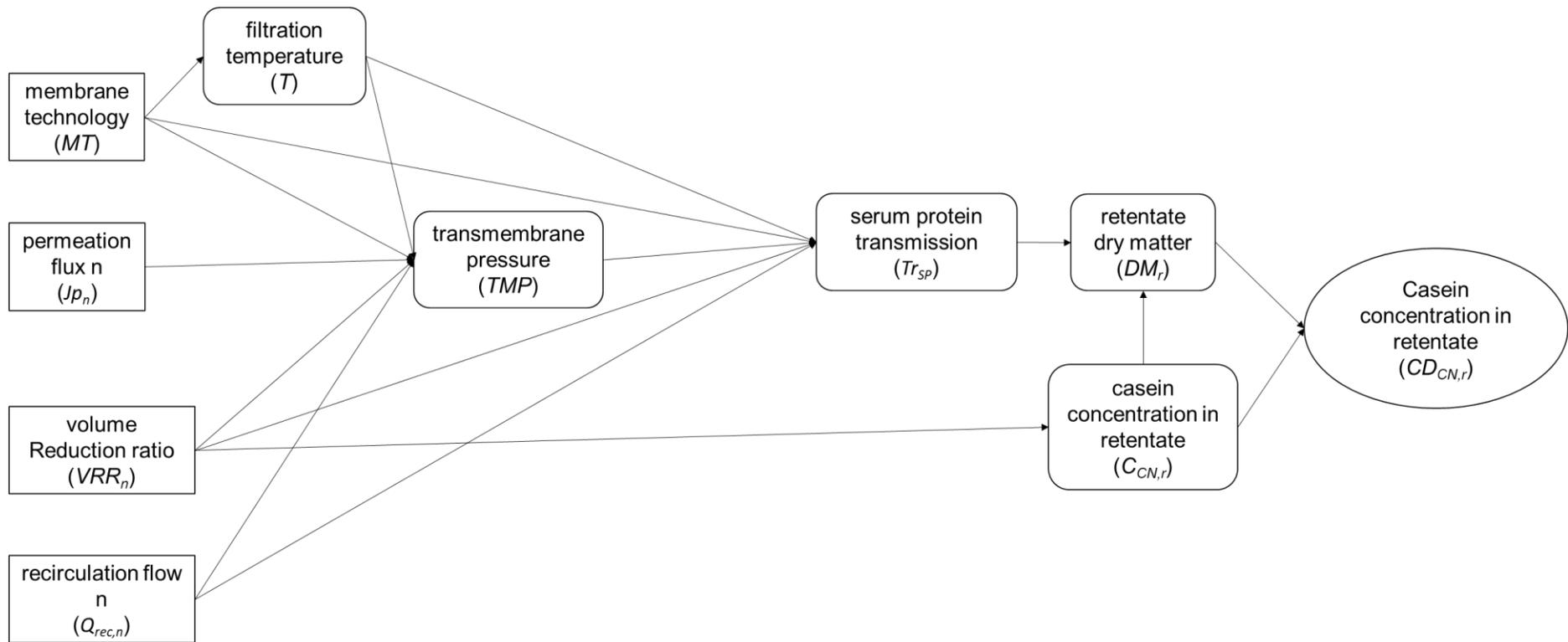


Figure 16 : Carte causale de la concentration en caséines dans le rétentat

### II.6.2. Objectif de maximisation de la concentration en protéines de sériques dans le perméat

L'objectif de maximisation de la concentration en protéines sérique sur extrait sec dans le perméat a été mathématiquement déterminé par les experts comme étant le rapport de la concentration en protéines sériques sur l'extrait sec de la fraction,  $CD_{SP,p}$ . D'après la carte causale, l'objectif de maximisation de la concentration en protéines sériques dans le perméat dépend de 5 variables intermédiaires (calculées) et de 4 variables de décision que sont le type de membrane (MT), le flux de perméation ( $J_{p,n}$ ), le facteur de réduction volumique ( $VRR_n$ ) et le débit de recirculation ( $Q_{rec,n}$ ). Il est possible de formuler mathématiquement les relations d'influence de la figure 17 par :

$$\max CD_{SP,p} = f(C_{SP,p}(Tr_{SP}), DM_p(C_{SP,p})) \quad \text{Eq. II-23}$$

Soumis à :

$$T = \begin{cases} 12 & \text{si } MT = SW \\ 50 & \text{sinon} \end{cases} \quad \text{Eq. II-24}$$

avec

$$Tr_{SP} = f(TMP, MT, T, Q_{rec,n}, VRR_n) \quad \text{Eq. II-25}$$

$$TMP = f(MT, VRR_n, T, Q_{rec,n}, J_{p,n}) \quad \text{Eq. II-26}$$

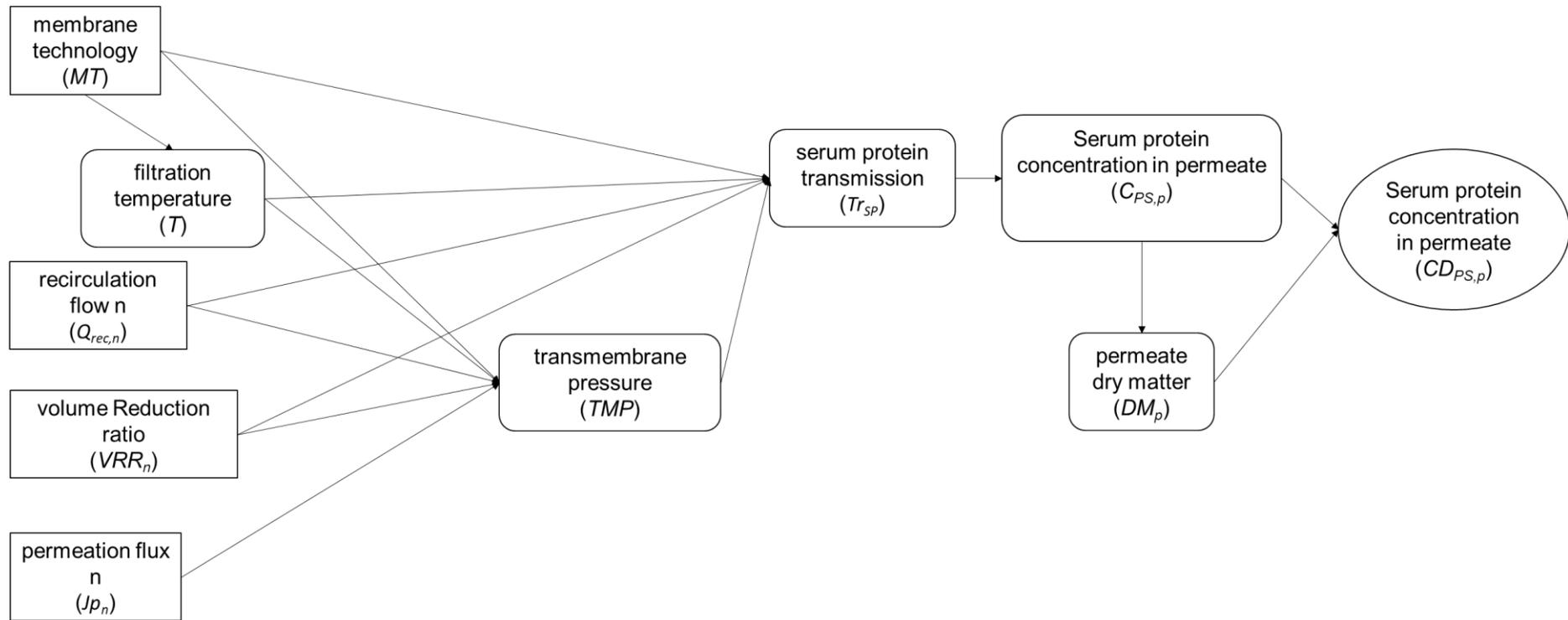


Figure 17 : Carte causale de la concentration en protéines sériques dans le perméat

### II.6.3. Objectif de maximisation du rendement de récupération en protéines sériques dans le perméat

L'objectif relatif au rendement de récupération en protéines de sériques dans le perméat,  $\eta_p$  a été mathématiquement déterminé par les experts comme le rapport de la quantité de protéines sériques dans le perméat sur la quantité de protéines sériques dans le lait à filtrer. D'après la carte causale, l'objectif de maximisation du rendement de récupération en protéines sériques dans le perméat dépend de 9 variables intermédiaires (calculées) (Tableau 12) et de 5 variables de décision que sont le débit d'alimentation de l'installation ( $Q_{feed}$ ), le type de membrane (MT), le flux de perméation ( $J_{p,n}$ ), le facteur de réduction volumique ( $VRR_n$ ) et le débit de recirculation ( $Q_{rec,n}$ ). Il est possible de formuler mathématiquement les relations d'influence de la figure 18 par :

$$\max \eta_p = f(q_{SP,p}(C_{SP,p}(Tr_{SP}), V_p(t(Q_{feed}, MT), n, NM_n))) \quad \text{Eq. II-27}$$

Soumis à :

$$T = \begin{cases} 12 & \text{si } MT = SW \\ 50 & \text{sinon} \end{cases} \quad \text{Eq. II-28}$$

avec

$$TMP = f(MT, VRR_n, T, Q_{rec,n}, J_{p,n}) \quad \text{Eq. II-29}$$

$$Tr_{SP} = f(TMP, MT, T, Q_{rec,n}, VRR_n) \quad \text{Eq. II-30}$$

$$n = f(MT, Q_{feed}, J_{p,n}, VRR_n) \quad \text{Eq. II-31}$$

$$NM_n = f(MT, Q_{feed}, J_{p,n}, VRR_n) \quad \text{Eq. II-32}$$

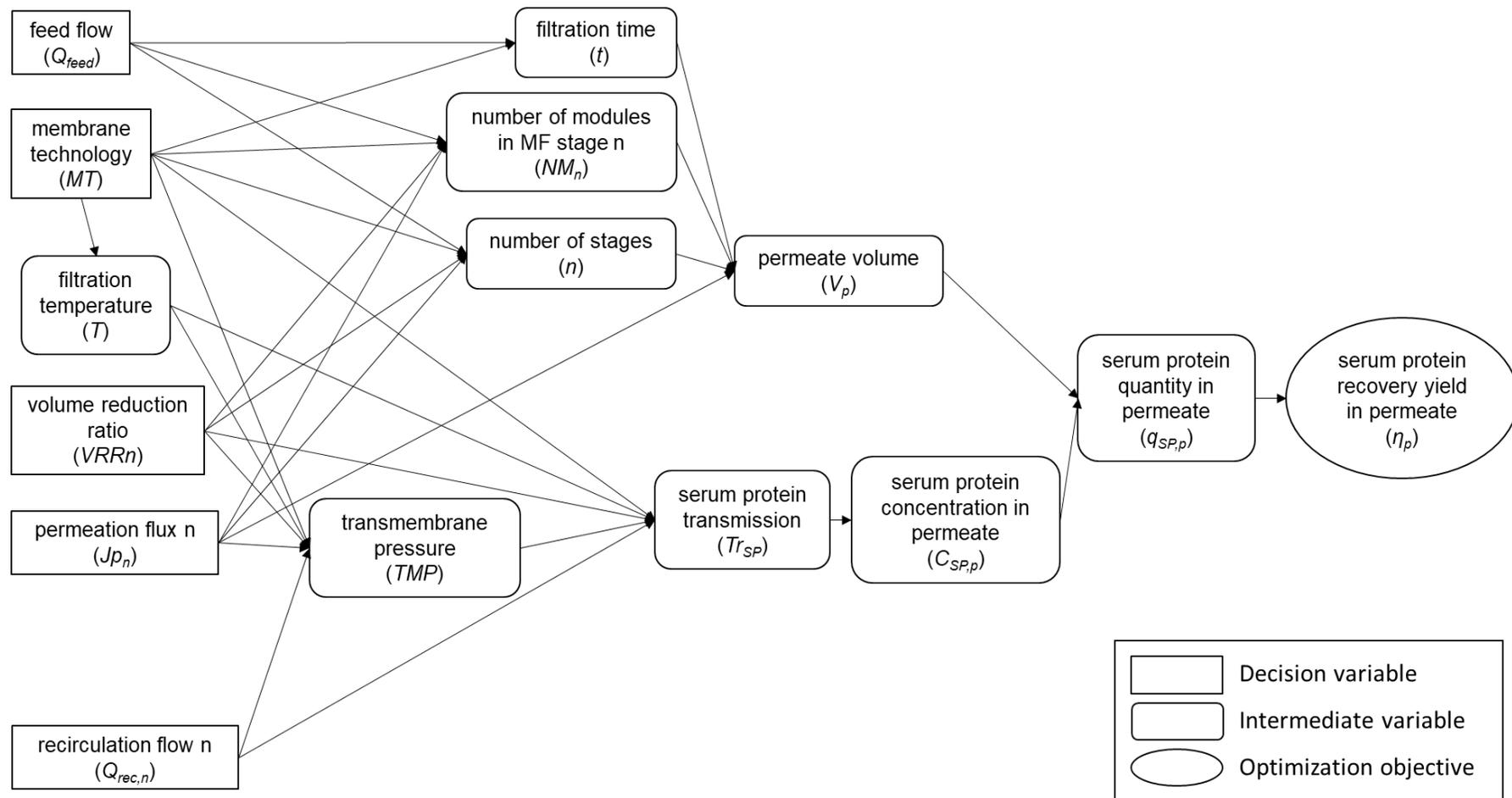


Figure 18 : Carte causale du rendement de récupération en protéines sériques dans le rétentat

#### II.6.4. Objectif de minimisation du coût d'investissement

D'après la carte causale, l'objectif de minimisation du coût d'investissement, CI est fonction de 7 variables intermédiaires (calculées) (Tableau 12) et de 5 variables de décision que sont le débit de recirculation ( $Q_{rec,n}$ ), le type de membranes (MT), le débit d'alimentation ( $Q_{feed}$ ), le facteur de réduction volumique ( $VRR_n$ ) et le flux de perméation ( $J_{p,n}$ ). Il est possible de formuler mathématiquement les relations d'influence de la figure 19 par :

$$\min CI = f(CO_{equipment}, CO_{human\ time}(CO_{insta\&com}(n), CO_{office\ work}(n))) \quad \text{Eq. II-33}$$

Soumis à :

$$T = \begin{cases} 12 & \text{si } MT = SW \\ 50 & \text{sinon} \end{cases} \quad \text{Eq. II-34}$$

avec

$$n = f(MT, Q_{feed}, J_{p,n}, VRR_n) \quad \text{Eq. II-35}$$

$$NM_n = f(MT, Q_{feed}, J_{p,n}, VRR_n) \quad \text{Eq. II-36}$$

$$CO_{equipment} = f(NM_n, n, MT, T, Q_{rec,n}) \quad \text{Eq. II-37}$$

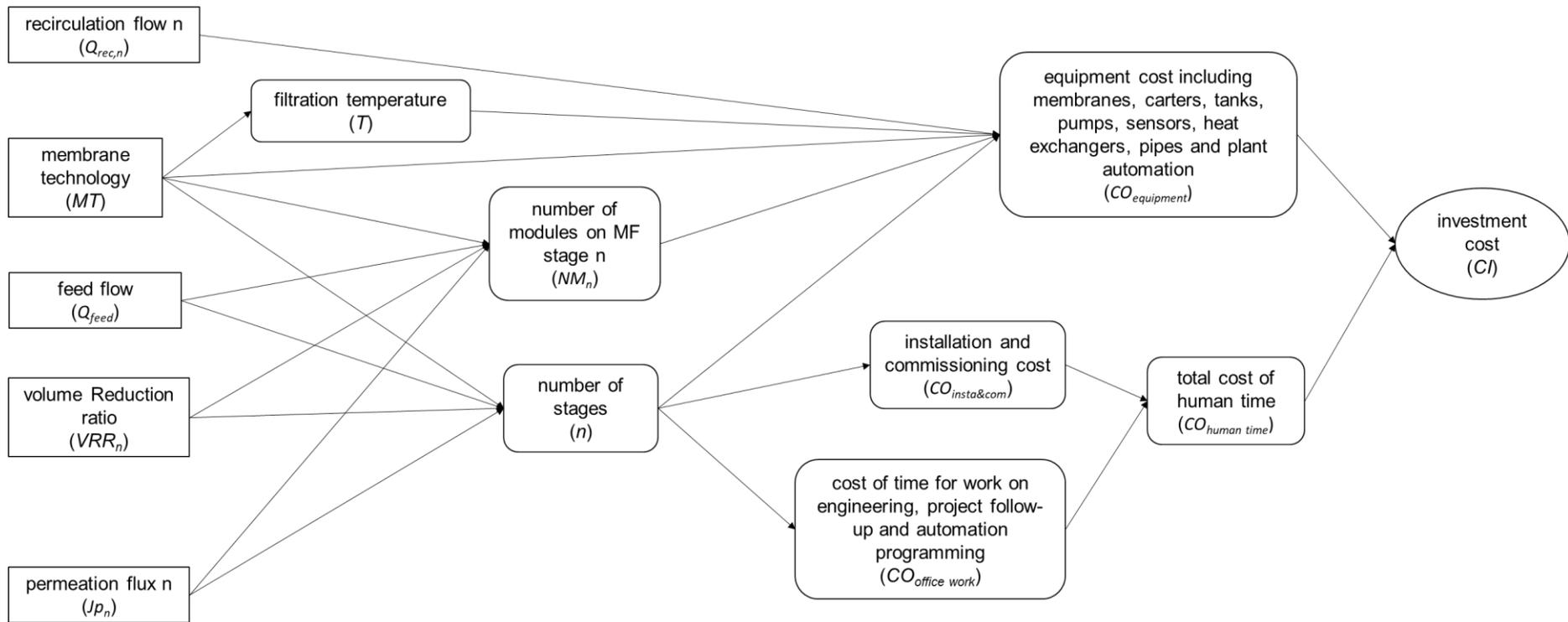


Figure 19 : Carte causale du coût d'investissement

### III.1.5. Objectif de minimisation du coût de production

D'après la carte causale, l'objectif de minimisation du coût d'investissement, CPR est fonction de 13 variables intermédiaires (calculées) (Tableau 12) et de 5 variables de décision que sont le débit de recirculation ( $Q_{rec,n}$ ), le type de membranes (MT), le débit d'alimentation ( $Q_{feed}$ ), le facteur de réduction volumique ( $VRR_n$ ) et le flux de perméation ( $J_{p,n}$ ). Il est possible de formuler mathématiquement les relations d'influence de la figure 20 par :

$$\min CPR = f(CO_{operator's\ costs}(n), CO_{maintenance}(n, MT, NM_n), CO_{utility}) \quad \text{Eq. II-38}$$

Soumis à :

$$T = \begin{cases} 12 & \text{si } MT = SW \\ 50 & \text{sinon} \end{cases} \quad \text{Eq. II-39}$$

avec

$$n = f(MT, Q_{feed}, J_{p,n}, VRR_n) \quad \text{Eq. II-40}$$

$$NM_n = f(MT, Q_{feed}, J_{p,n}, VRR_n) \quad \text{Eq. II-41}$$

$$CO_{utility} = f(CO_{water}(V(n, MT, NM_n), CO_{chemical}(V(n, MT, NM_n), CO_{energy})) \quad \text{Eq. II-42}$$

$$CO_{energy} =$$

$$f(CO_{electricity}(n, MT, Q_{rec,n}), CO_{heating}(n, MT, Q_{rec,n}), CO_{cooling}(n, MT, Q_{rec,n}))$$

Eq. II-43

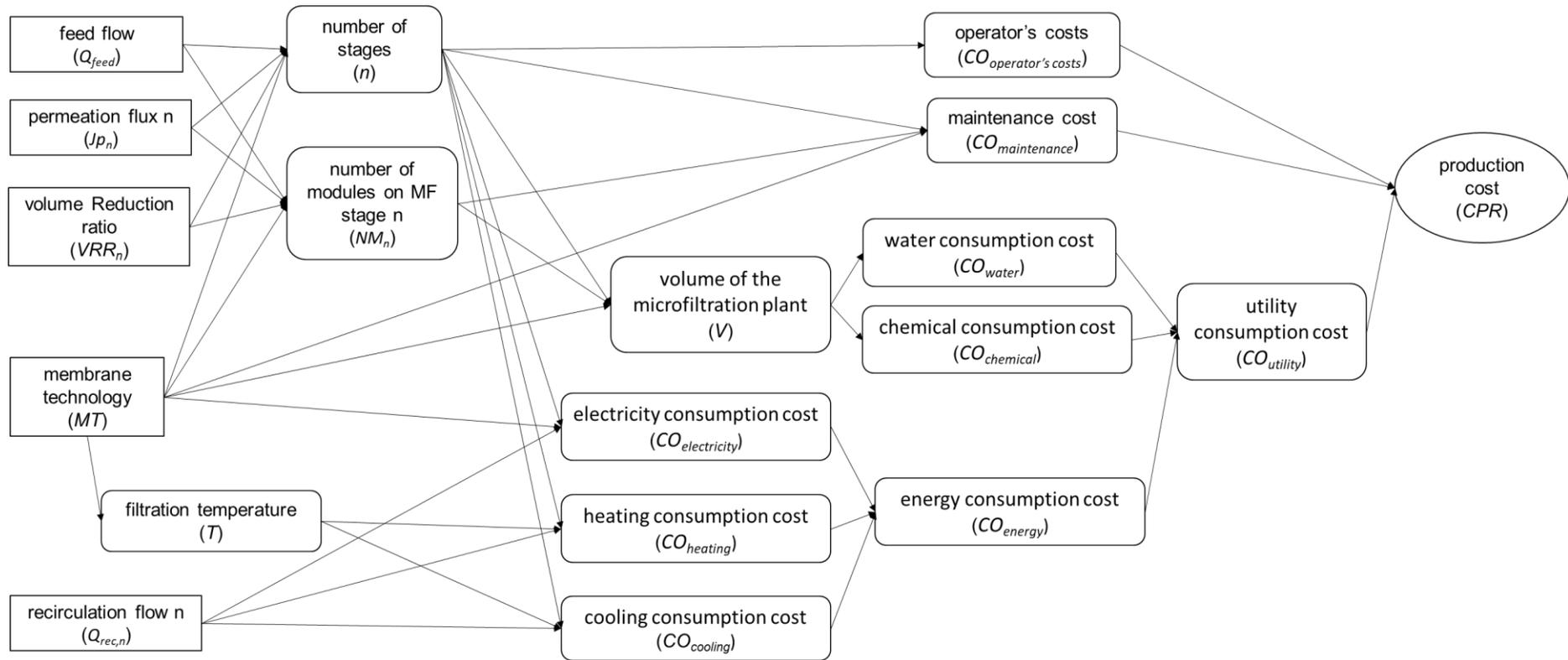


Figure 20 : Carte causale du coût de production

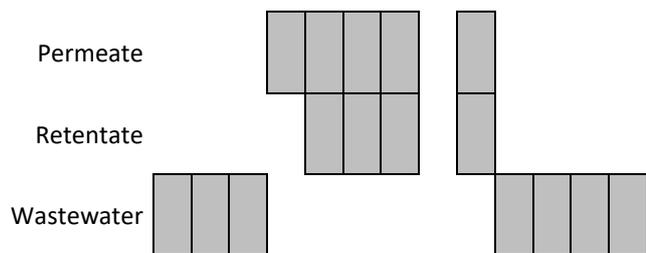
II.6.6. Matériel complémentaire de l'article

Tableau 13 : Extract of the list of variables, symbols, and definitions used in the knowledge collection

Variable	Symbol	Definition
Membrane	(-)	Material barrier (film, polymer, ceramic or rarely metallic) which allows the selective passage of certain compounds of the fluid to be treated, under the action of an active force: gradient of pressure, chemical potential or electric potential. In the context of the project, the term membrane refers to the selective layer and the support.
Module	(-)	Elementary assembly of an installation comprising one / more membrane (s) in series or in parallel. This elementary set is characterized by a given surface.  TMP is the driving force though the membrane; it's the pressure difference between the permeate and retentate compartment.
Transmembrane pressure	TMP	$TMP = \frac{P_{in,r} + P_{out,r}}{2} - \frac{P_{in,p} + P_{out,p}}{2}$ <p>With <math>P_{in,r}</math> retentate pressure at the inlet of the module, <math>P_{out,r}</math> retentate pressure at the outlet of the module, <math>P_{in,p}</math> permeate pressure at the inlet of the module and <math>P_{out,p}</math> permeate pressure at the outlet of the module.</p>
Minimum applicable transmembrane pressure	$TMP_{min}$	Minimum transmembrane pressure to be applied to avoid any retropermeation, that is, filtration from the permeate compartment to the retentate one.
Volume reduction ratio	VRR	ratio of feed flowrate to retentate extraction flowrate
Concentration factor of component i	FCi	concentration of a component i in the retentate compared to its concentration in the feed
Casein micelles concentration	$C_{CM}$	Concentration of caseins associated into micelles
Free casein concentration	$C_{fCN}$	Concentration of the soluble caseins
Total casein concentration	$C_{CN}$	Concentration of casein micelles and free caseins

Tableau 14 : MF production steps

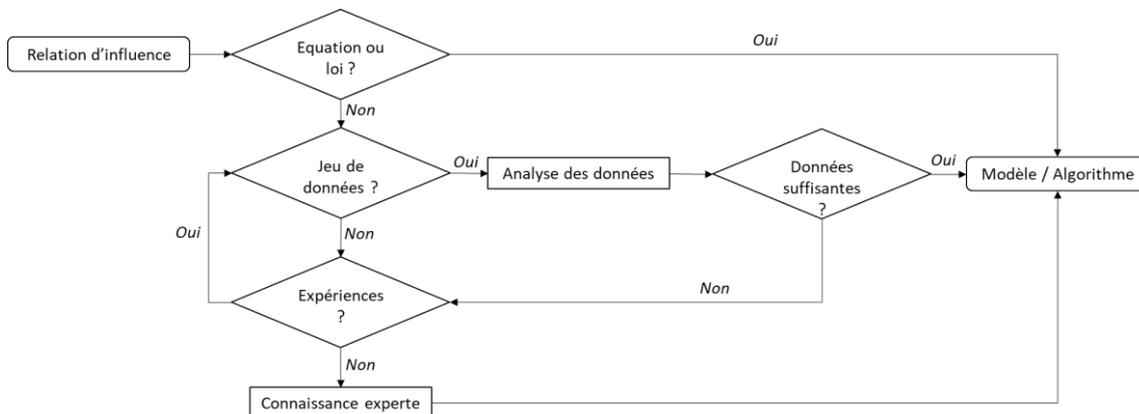
1	Priming the feed pipe with milk (water is flushed)	■																	
2	Holding milk at microfiltration temperature	■																	
3	Filling the feed tank with milk		■																
4	Priming microfiltration (water is flushed with milk)			■															
5	Increasing the volume reduction ratio (permeate extraction is open ; retentate extraction is closed)				■														
6	Filtration at constant volume reduction ratio					■	■	■											
7	Filling the feed tank with water when milk has reached the low level of the feed tank								■										
8	Flushing milk in MF plant with water									■									
9	Rinsing the MF plant												■						
10	Cleaning and disinfection of the MF plant																	■	
11	Determining water flow rate of the membrane																		■



## CHAPITRE 3 : ACQUISITION DE DONNEES SUR LA MICROFILTRATION 0.1 $\mu\text{m}$

Afin de pouvoir optimiser la MF 0.1  $\mu\text{m}$ , il est nécessaire de pouvoir traduire mathématiquement ou de façon algorithmique les relations entre les variables de description de la MF 0.1  $\mu\text{m}$ . Idéalement, la modélisation des données devrait reposer sur un modèle physique ou phénoménologique. Mais, comme cela a été évoqué dans le Chapitre 1, peu de modèles sur la microfiltration sont disponibles dans la littérature scientifique. A défaut, il est possible de se baser sur des données expérimentales pour construire un modèle à partir de ces données.

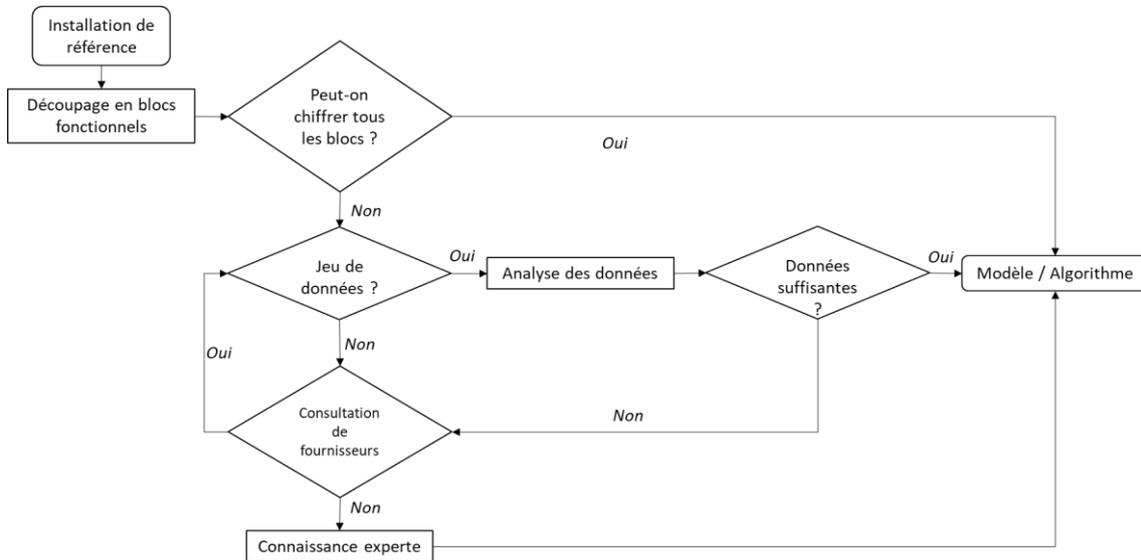
Deux stratégies sont alors possibles pour acquérir ces données. La première consiste à estimer les influences en utilisant différentes sources pour formaliser les relations entre variables et entre variables et objectifs. Dans le cadre de ce travail, les données utilisées sont issues de différentes sources telles que des essais antérieurs réalisés sur pilote au sein du laboratoire STLO, des essais réalisés dans le cadre de la seconde thèse du projet Optimal (Thèse M. Granger-Delacroix), des travaux expérimentaux réalisés dans le cadre de cette thèse et d'un stage (L. Barrois) ainsi que des données industrielles. Cette stratégie a été utilisée pour modéliser 3 des 5 objectifs de l'optimisation : la maximisation de la concentration en caséines dans le rétentat, de concentration en protéines sériques dans le perméat ainsi que le rendement de récupération en protéines sériques dans le perméat (Figure 21). Pour chaque relation d'influence identifiée, les données nécessaires à la modélisation proviennent soit d'une équation pré-existante, d'un jeu de données expérimental ou de connaissances expertes. Pour des données issues d'expériences, il est nécessaire que vérifier que le jeu de données est suffisant à la modélisation de la relation d'influence. Dans le cas échéant, il est nécessaire d'acquérir de nouvelles données.



**Figure 21 : Logigramme de la stratégie utilisée pour la modélisation des objectifs d'optimisation liés au produit**

Une seconde stratégie a été mise en place pour estimer les objectifs de minimisation des coûts d'investissement et de production. En effet, ne disposant pas de données suffisantes pour modéliser les coûts, la démarche a été de partir d'une installation existante et de chiffrer les coûts économiques en blocs « fonctionnels » afin de retrouver le prix d'achat (Figure 22). Cette stratégie est une désagrégation de données réelles réalisée en utilisant des connaissances expertes et des données supplémentaires (ex : des données de fournisseurs d'équipements). Ces mêmes « blocs » ont ensuite été utilisés pour chiffrer d'autres installations et valider la démarche. Une installation industrielle de

référence a été choisie pour chacun des types de membrane et ont été désagrégées en blocs fonctionnels tels que l'environnement amont, l'alimentation et le rétentat, le perméat, les étages et l'environnement aval. Le coût de chaque bloc fonctionnel a été redéterminé à partir de bases de coûts d'équipements, de consultation auprès de fournisseurs lorsque les données n'étaient pas suffisantes ou de connaissances expertes dans le cas où aucune donnée n'était disponible.



**Figure 22 : Logigramme de la stratégie utilisée pour la modélisation des objectifs d'optimisation liés aux d'investissement et de production**

Ce chapitre a pour objectif de présenter l'acquisition de données réalisée dans ce travail via l'outil d'annotation de la littérature @web, le recueil de données auprès des partenaires du projet et l'acquisition de nouvelles données en réalisant des expérimentations.

### III.1. Connaissances issues de la littérature : @web

La multitude de conceptions et modes de conduite possibles de l'opération de microfiltration, couplée avec l'hétérogénéité des démarches expérimentales dans la littérature, rendent difficile l'accès à une vision globale de l'état de l'art et des manques de connaissance de cette technologie. De plus, dans la littérature, la microfiltration est mise en œuvre avec des laits qui subissent des opérations de traitement variées (écrémage, thermisation, microfiltration 1.4  $\mu\text{m}$  etc). Sachant que l'historique thermique du lait impacte les performances de la microfiltration (Granger-Delacroix et al., 2020), il est nécessaire d'associer à la description des performances de la microfiltration, les données amont d'historique du lait. Plusieurs outils permettent de capitaliser et de structurer les données de la littérature dont @Web.

La plateforme @web est un outil informatique de collecte et capitalisation des données scientifiques de façon structurée guidée par une ontologie. Il a été développé à l'UMR IATE (Ingénierie des Agropolymères et Technologies Emergentes) de Montpellier. Une ontologie est un ensemble de concepts standardisés, quantitatifs ou qualitatifs et de relations entre n concepts pour modéliser un domaine d'intérêt (Guarino et al., 2009). Les données de la littérature, issues de textes, de tableaux ou graphiques, sont capitalisées sous forme de tableaux de concepts. Chaque ligne désigne une expérience alors que les colonnes représentent les concepts (données ou paramètres d'intérêt). @Web permet alors de classer les données issues de la littérature en fonction d'informations ciblées comme par exemple le type de membrane. Dans le cadre de ce travail, les membranes céramiques 0.1  $\mu\text{m}$  de chez Pall et les membranes organiques 800 kDa de chez Synder ont été ciblées. L'outil @web apporte plusieurs avantages autres dans le traitement des données de la littérature dont la traçabilité des données à travers l'annotation du DOI de chaque document utilisé, le système de conversion des unités qui simplifie l'annotation des données quantitatives et l'évaluation de la fiabilité des documents relativement à la renommée scientifique des revues sources. Le domaine MFMilk, l'espace dédié à l'annotation de la microfiltration de lait sur @Web, a été créé et alimenté avec la participation de deux stagiaires (Gustavo Grégory et Lucille Barrois). Il est dédié à la capitalisation de connaissances et à l'étude des performances de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  de lait.

Chaque opération unitaire est modélisée par un « concept relation » qui porte le nom de l'opération. Le « concept relation » est relié à des concepts symboliques (Symbolic Concepts) et des concepts quantitatifs (Quantity Concepts) qui représentent les caractéristiques de l'opération unitaire. Dans le cas de MFMilk, les opérations unitaires décrivent les étapes du procédé de l'entrée du lait en usine à la sortie de la microfiltration. Afin de garantir l'exploitation multicritère de l'outil, les relations entre les concepts sont définies tel que le concept puisse être soit un paramètre de contrôle soit une performance selon l'interrogation posée. Les liens entre les concepts assurent l'exploitation des liens entre toutes les variables d'intérêt, qu'elles soient des caractéristiques du produit, de la conception de l'installation ou des conditions opératoires. La structure globale d'@web est présentée en annexe (Annexe A).

Les articles annotés dans @web permettent de capitaliser les connaissances mais également d'identifier, via le système d'interrogation, les manques de connaissances. Il est important de noter qu'un nombre important d'articles ne peut pas être annoté dans @web car ils sont classés comme inexploitable (50% des articles étudiés). Il s'agit d'articles du domaine de la microfiltration pour lesquels de nombreuses données sont manquantes : des études de valorisation fromagère, de caractérisations de fractions (ex : gels), des études dont les données de produits sont analysées sans mention des conditions opératoires d'obtention et enfin les articles qui se concentrent sur le nettoyage ou la modélisation.

A l'heure actuelle, le nombre d'articles renseignés est de 64 : 45 articles pour traitement thermique + MF 0.1  $\mu\text{m}$  (MFMilk HT-MF), 14 articles pour traitement thermique + MF 0.1 $\mu\text{m}$  + diafiltration (MFMilk HT-MF-DF), 3 articles pour épuration bactérienne + MF 0.1  $\mu\text{m}$  (MFMilk RB-MF) et 2 articles pour épuration bactérienne + MF 0.1  $\mu\text{m}$  + diafiltration (MFMilk RB-MF-DF).

L'identification des manques de connaissances constitue une opportunité pour de nouvelles actions de recherche. Outre l'identification des manques de connaissances, la plateforme @web, couplée à des outils d'analyse de données permet d'observer des tendances entre variables. Cette exploitation ne permet pas, dans le cadre de ce travail, de modéliser les relations d'influence des objectifs de l'optimisation en raison de la grande hétérogénéité des études annotées mais il s'agit d'un outil assez puissant en amont de la recherche afin d'avoir une vision globale des connaissances sur le domaine de MF 0.1  $\mu\text{m}$  dans la littérature scientifique. Des travaux complémentaires sont en cours sur l'exploitation des données annotées du domaine MFMilk avec des réseaux bayésiens afin de permettre une prédiction pondérée des performances de la filtration. Ces travaux sont menés en collaboration entre les unités de recherche STLO, IATE et I2M (Institut de Mécanique et d'Ingénierie de Bordeaux).

## III.2. Connaissances issues de données INRAE et industrielles

Cette partie présente les données recueillies auprès des partenaires du projet : d'une part des données à l'échelle pilote sur les performances et le dimensionnement de la microfiltration de lait avec les trois types de membranes considérées (GP, UTP, SW) et d'autre par des données à l'échelle industrielle relatives aux performances (GP) et aux coûts économiques (GP, UTP, SW).

Pour les données à l'échelle pilote (III.2.1.) et les données acquises à l'échelle pilote dans le cadre de ce travail (III.3.) :

- 1) Les facteurs de concentration et les facteurs de réduction volumique sont similaires, ce qui indique que la rétention des caséines est quasiment totale.
- 2) Avec la membrane organique, des fuites de caséines sont observées (transmission < 0.1), mais ces fuites de caséines ne seront pas considérées dans ce travail (voir I.5.2. Définition du cas d'étude).

### III.2.1. Données à l'échelle pilote

#### III.2.1.1. Données relatives aux conditions opératoires et au produit

Des données issues d'expérimentations à l'échelle pilote ont été collectées auprès de l'équipe PSM du laboratoire STLO de l'INRAE. Ces expérimentations ont été réalisées dans le cadre de stages et projets antérieurs sur la plateforme lait du laboratoire. Les membranes mises en œuvre lors de ces essais correspondent aux membranes sélectionnées dans le cadre de ce travail : une membrane céramique tubulaire 0.1 µm, Pall EP1940 UTP (19 canaux, 4 mm de diamètre, 1.68 m<sup>2</sup> de surface de filtration) ; une membrane céramique tubulaire 0.1 µm, Pall EP1940 GP (19 canaux, 4 mm de diamètre, 1.68 m<sup>2</sup> de surface de filtration) ; et une membrane spirale organique 800 kDa, Synder FR 3A 6338 (46 mils pour les espaceurs, 16.35 m<sup>2</sup> de surface de filtration). Les essais ont été réalisés à l'échelle pilote dans des conditions représentatives du fonctionnement industriel (modules élémentaires industriels, conditions opératoires industrielles).

- Expérimentations sur membranes organiques

Les données présentées sur les Figures 23 et 24 sont issues de 7 essais dont les caractéristiques sont résumées dans le Tableau 15. Ces essais ont été réalisés sur un pilote de filtration tangentielle de chez TIA (Techniques Industrielles Appliquées, Bollène, 84, France). Ce pilote est équipé d'une membrane organique spirale Synder 800 kDa installée dans un carter inox pouvant recevoir un module de dimension extérieur de 6 pouces. Le schéma technique est donné en annexe (Annexe B).

Quels que soient le facteur de réduction volumique (entre 1.5 et 3) et le débit de recirculation (13 et 18 m<sup>3</sup>.h<sup>-1</sup>) (Figures 23a et 23b), le flux de perméation limite est atteint à 0.5 bar. Ce résultat confirme qu'il est préférable de travailler à de faibles TMPs pour limiter le colmatage des membranes. Les valeurs basses de TMP applicables sont définies pour éviter la rétro-perméation en cours de filtration. Les tendances d'évolution des paramètres sont conformes à ce qui est connu en filtration. La valeur de flux de perméation limite est différente selon le facteur de réduction volumique et le débit de recirculation. A débit de recirculation constant, plus le facteur de réduction volumique est élevé, plus le flux de perméation limite est faible. A facteur de réduction volumique constant, plus le débit de recirculation est élevé plus le flux de perméation limite est élevé. Du point de vue du produit, lorsque le facteur de réduction volumique augmente (entre 1.5 et 3) (Figure 23c et 23d), la transmission des protéines sériques diminue (de 0.7 à 0.1). De façon similaire, lorsque le débit de recirculation augmente entre 13 et 18 m<sup>3</sup>.h<sup>-1</sup>, la transmission des protéines sériques reste stable.

Un jeu de données (INRAE – STLO – L. Calmon 9L) a été obtenu avec une membrane organique différente, utilisée également à l'échelle industrielle : La membrane 0.1 µm de type 6338 VYV de Koch (polymère = PES, espaceurs = 46 mils et surface de filtration = 14.6 m<sup>2</sup>). Les courbes de flux de perméation et de transmission des protéines sériques en fonction de la pression transmembranaire sont présentées sur la Figure 24. Ces courbes permettent de conclure que les performances des deux membranes testées sont comparables en termes de flux de perméation et de transmission des protéines sériques. Les données relatives à l'essai sur membrane Koch ont été conservées dans le jeu de données utilisé pour la modélisation de la microfiltration.

**Tableau 15 : Caractéristiques des essais réalisés sur membrane organique Synder FR 3A 6338 (46 mils pour les espaceurs, 16.35 m<sup>2</sup> de surface de filtration) à l'échelle pilote**

Référence de l'essai	VRR (-)	Qrec (m <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> )	T (°C)	Nature de l'essai	TMP (bar)	Commentaire
INRA – STLO – L. Calmon 4L	3.0	13	12	Jp=f(TMP)	0.51-1.24	
INRA – STLO – L. Calmon 5L	2.0	13	12	Jp=f(TMP)	0.49-1.26	
INRA – STLO – L. Calmon 6L	1.5	13	12	Jp=f(TMP)	0.50-1.26	Montée en concentration puis paliers de 30 min
INRA – STLO – V. Corrales 4V	3.0	18	12	Jp=f(TMP)	0.56-1.57	
INRA – STLO – V. Corrales 5V	1.5	18	12	Jp=f(TMP)	0.57-1.46	
INRA – STLO – V. Corrales 6V	2.5	18	12	Jp=f(TMP)	0.52-1.47	
INRA – STLO – L. Calmon 9L	3.0	13	12	Jp=f(TMP)	0.48-1.27	

CONFIDENTIEL

**Figure 23 : Flux de perméation (a, b) et transmission en protéines sériques (c, d) en fonction de la pression transmembranaire pour différents facteurs de concentration (VRR = 1 à 3) et différents débits de recirculation ( $Q_{\text{rec}} = 13$  ou  $18 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ ) avec la membrane organique Synder à  $12^\circ\text{C}$ .**

CONFIDENTIEL

**Figure 24 : Flux de perméation (a) et transmission des protéines sériques (b) en fonction de la pression transmembranaire pour un débit de recirculation de  $13 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$  et une température de filtration de  $12^\circ\text{C}$  avec deux membranes organiques : Synder (4L) et Koch (9L).**

▪ Expérimentations sur membrane céramique GP

Les données expérimentales sur membranes GP présentées sur la Figure 25 sont issues de 3 essais dont les caractéristiques sont résumées dans le Tableau 16. Les essais ont été réalisés sur le pilote décrit dans la partie III.4.1.1. en configuration GP.

**Tableau 16 : Caractéristiques des essais réalisés sur membrane céramique GP à l'échelle pilote**

Référence de l'essai	VRR (-)	Qrec ( $\text{m}^3.\text{h}^{-1}$ )	T ( $^{\circ}\text{C}$ )	Nature de l'essai
INRA – STLO – L. Charpin -1	1 -> 3	40	50	Jp=f(VRR)
INRA – STLO - L. Charpin - 3	1 -> 3	40	50	Jp=f(VRR)
INRA – STLO - A8 GP	3.2	43	50	Jp=f(TMP)

Les Figures 25a et 25b présentent les performances en termes de flux de perméation et de transmission des protéines sériques en fonction du facteur de réduction volumique. Pour un débit de recirculation de  $40 \text{ m}^3.\text{h}^{-1}$ , la transmission en protéines sérique chute avec l'augmentation du facteur de réduction volumique.

Les graphiques de la Figure 2c et 25d représentent respectivement le flux de perméation et la transmission des protéines sériques en fonction de la pression transmembranaire. On observe que les pressions transmembranaires appliquées sont supérieures à 1.0 bar pour éviter toute rétro-perméation en cours de filtration. Avec des pressions transmembranaires supérieures à 1.0 bar, le flux de perméation est compris entre 55 et  $70 \text{ L}.\text{h}^{-1}.\text{m}^{-2}$  pour un VRR de 3.2 et un débit de recirculation de  $43 \text{ m}^3.\text{h}^{-1}$ . Le flux limite est atteint à une valeur de TMP d'environ 1.5 bar. En termes de caractérisation du produit, lorsque que TMP augmente de 1.0 à 2.2 bar, la transmission des protéines sériques chute de 0.55 à 0.35.

Ces données recueillies ne permettent pas de conclure sur l'évolution des performances de la filtration avec la membrane GP en fonction du facteur de réduction volumique pour des flux de perméation et des vitesses tangentielles différentes. Il s'agit du premier manque de connaissance identifié.

CONFIDENTIEL

**Figure 25 : Flux de perméation (a, c) et transmission en protéines sériques (b, d) en fonction du facteur de réduction volumique et de la pression transmembranaire pour un débit de recirculation de  $40 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$  (a, b) et  $43 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$  (c, d) avec la membrane céramique GP à  $50^\circ\text{C}$ .**

- Expérimentations sur membrane céramique avec co-courant (UTP)

Les données expérimentales sur membranes avec système UTP (céramique tubulaire  $0.1 \mu\text{m}$ , Pall EP1940 UTP, 19 canaux, 4 mm de diamètre,  $1.68 \text{ m}^2$  de surface de filtration) présentées sur la Figure 26 sont issues d'un essai unique. Cet essai a été réalisé en mesurant le flux de perméation pour différentes TMP pour un facteur de réduction volumique de 3.2, un débit de recirculation de  $43 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$  et une température de  $50^\circ\text{C}$ . On observe que le flux limite est atteint à une pression transmembranaire de 0.5 bar et que le flux de perméation se stabilise à  $60\text{-}65 \text{ L} \cdot \text{h}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$ . La transmission chute fortement de 0.75 à 0.30 lorsque TMP augmente de 0.5 à 1.2 bar.

Ces données permettent d'avoir une vision partielle de l'évolution du flux de perméation et de la transmission des protéines sériques en fonction de la pression transmembranaire pour un facteur de réduction volumique et un débit de recirculation fixés.

De plus, ces données ne permettent pas de connaître l'évolution des performances de la filtration en système UTP avec une membrane Pall EP1940 en fonction du facteur de réduction volumique pour des flux de perméation et des vitesses tangentielles différents. Il s'agit du second manque de connaissance identifié.

CONFIDENTIEL

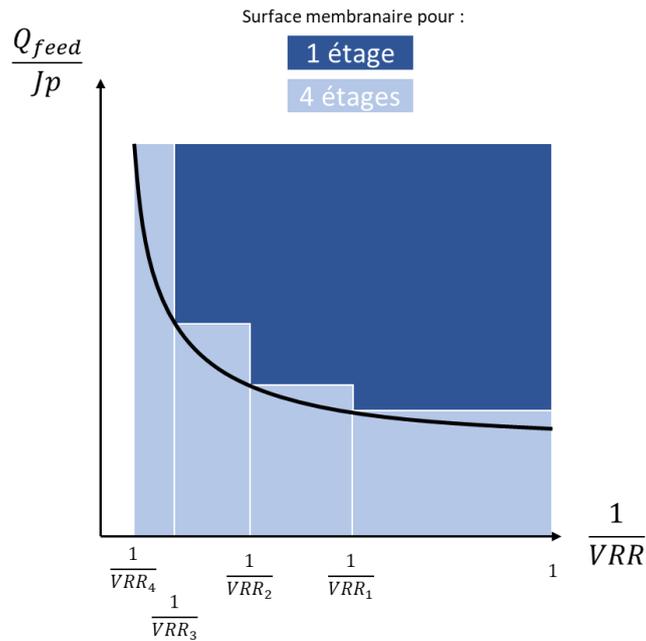
**Figure 26 : Flux de perméation (a) et transmission des protéines sériques (b) en fonction de la pression transmembranaire pour un débit de recirculation de  $43 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$  avec la membrane céramique système UTP à  $50^\circ\text{C}$ .**

### III.2.1.2. Données relatives à la détermination de la surface membranaire

La surface membranaire d'une installation multi-étagée de microfiltration est fonction du facteur de réduction volumique (VRR), du débit d'alimentation ( $Q_{\text{feed}}$ ) et du flux de perméation ( $J_p$ ) pour des conditions de pression transmembranaire et vitesse d'écoulement tangentielle fixées (Figure 27) (Jeantet et al., 2011). Le principe du dimensionnement (détermination de la surface membranaire et de l'agencement des surfaces par étage) est basé sur la minimisation "de l'aire sous la courbe" de la fonction :  $Q_{\text{feed}}/J_p = f(1/\text{VRR})$ . La minimisation de cette aire permet de déterminer les facteurs de réduction volumique des différents étages et par conséquent de définir la surface membranaire propre à chaque étage. Pour pouvoir réaliser le dimensionnement d'une installation, il est donc nécessaire pour chaque type de membrane testée de connaître les variations du flux de perméation en fonction du facteur de réduction volumique pour différentes conditions de pression transmembranaire et de vitesse d'écoulement tangentielle à la température retenue.

Toutes les données collectées et présentées précédemment ont été obtenues à flux de perméation constant et non à pression transmembranaire constante. L'obtention de données à pression transmembranaire constante, quel que soit le type de membrane est le troisième manque de connaissance identifié.

Pour des raisons de temps, il n'a pas été possible de réaliser des expériences à pression transmembranaire constante pour les 3 types de membranes dans différentes conditions de pression transmembranaire et de vitesse d'écoulement tangentielle. Les choix et hypothèses réalisées sont explicités dans les trois paragraphes suivants qui détaillent la démarche utilisée pour chacun des trois types de membrane.



**Figure 27 : Représentation schématique du principe de dimensionnement d'une installation de filtration : de la surface membranaire en fonction du nombre d'étages de l'installation à pression transmembranaire et vitesse d'écoulement tangentielle fixées (Jeantet et al., 2011)**

- Cas de la membrane organique

Les données collectées pour la membrane organique sont issues d'expérimentations réalisées à flux de perméation constant à l'exception de l'essai INRAE - STLO - MGD - 19S23 (à pression transmembranaire constante). Ces données ont été obtenues sur un pilote de filtration conçu dans le cadre du projet OPTIMAL par INRAE et TIA (Techniques Industrielles Appliquées, Bollène, 84, France) (schéma de principe en Annexe C). Ce pilote permet de conduire la microfiltration avec ou sans diafiltration et avec une contre-pression perméat pour travailler à de faibles TPMs. Les essais ont été réalisés à  $TMP = 0.8 \text{ bar}$  et  $Q_{rec} = 21 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$  (Figure 28c). Afin d'obtenir suffisamment de courbes de dimensionnement, nous avons fait le choix, à partir de données obtenues sur des expérimentations conduites à flux de perméation constant de rassembler les points obtenus dans les mêmes conditions de pressions et de débit de recirculation. Ainsi, nous avons pu obtenir 4 courbes  $J_p = f(VRR)$  pour 4 TPMs et 2  $Q_{rec}$  (Figures 28a et 28b).

CONFIDENTIEL

**Figure 28 : Flux de perméation en fonction du facteur de réduction volumique pour différentes pressions transmembranaires (0.48, 0.6, 0.7, 0.8, 1.24 bar) et différents débits de recirculation (13, 18 et 21  $\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ ) avec la membrane organique Synder à 12°C.**

- Cas de la membrane céramique GP

Les données collectées pour la membrane GP sont issues d'expérimentations réalisées à flux de perméation constant et non à TMP constante, comme cela est nécessaire pour réaliser le dimensionnement des installations à l'exception de l'essai INRAE – STLO - A8 GP (Figure 29). Lorsque le facteur de réduction volumique augmente de 1 à 3, le flux de perméation diminue de 100 à 60  $\text{L} \cdot \text{h}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$ . Ce qui est en accord avec les niveaux de flux de perméation mesurés industriellement.

CONFIDENTIEL

**Figure 29 : Flux de perméation en fonction du facteur de réduction volumique pour une pression transmembranaire de 1.1 bar et un débit de recirculation de 43  $\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$  à 50°C avec la membrane GP**

Dans le cas des données nécessaires au dimensionnement pour la membrane GP, le jeu de données obtenu à flux de perméation constant n'est pas assez complet pour rassembler les points obtenus dans les mêmes conditions de pressions et de débit de recirculation. Il est alors nécessaire d'acquérir de nouvelles données pour le dimensionnement. Des essais ont été réalisés avec le mode de conduite à pression constante afin de déterminer l'évolution du flux de perméation en fonction du facteur de réduction volumique pour différentes TMPs et  $Q_{\text{rec}}$  (Voir la partie III.3.2).

- Cas de la membrane céramique UTP

Les données collectées pour la membrane UTP sont issues d'expérimentations réalisées à flux de perméation constant (Voir la partie III.2.1.1.) et non à pression transmembranaire constante, à l'exception de l'essai INRAE – STLO – A1 UTP (Figure 30d). De la même façon que pour la membrane GP, les données obtenues à flux de perméation constant ne permettent pas d'obtenir les courbes utiles au dimensionnement ( $J = f(\text{FRV})$  à différentes TMPs et  $Q_{\text{rec}}$ ). Pour des raisons de temps, nous n'avons pas pu réaliser les expérimentations manquantes. La démarche initiée dans ce cas a été d'utiliser les données à  $J_p$  constant pour recalculer les données à TMP constant. Trois étapes étaient nécessaires :

- 1) Calculer la résistance hydraulique de la membrane colmatée en fonction du facteur de réduction volumique pour des données obtenues à flux de perméation constant.
- 2) Faire l'hypothèse qu'à facteur de réduction volumique constant, la résistance hydraulique de colmatage est identique que la microfiltration soit conduite à TMP constante ou à  $J_p$  constant.
- 3) calculer le flux de perméation en fonction du facteur de réduction volumique via la loi de Darcy pour une pression transmembranaire fixée,

Les courbes obtenues pour les différentes conditions de pression transmembranaire et de débit de recirculation sont présentées sur la Figure 30a, 30b et 30c.

Quand on met en œuvre cette démarche dans la zone linéaire de  $J_p = f(\text{TMP})$ , l'hypothèse est correcte. On fait cependant une erreur élevée quand on utilise cette démarche au-delà des conditions critiques et encore davantage dans la zone de conditions limites.

CONFIDENTIEL

**Figure 30 : Flux de perméation en fonction du facteur de réduction volumique pour des pressions transmembranaires entre 0.31 et 0.6 bar et un débit de recirculation entre 37 et 43  $\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$  avec la membrane système UTP à 50°C**

### III.2.2. Données à l'échelle industrielle

- Données sur les produits et les conditions opératoires

Les données collectées pour la membrane céramique GP ont été confrontées à des données industrielles d'une installation multi-étage (Origine confidentielle). A conditions hydrodynamiques équivalentes et pour des flux de perméation identiques (Figure 31b), on observe une évolution comparable de la pression transmembranaire en fonction du facteur de réduction volumique (Figure 31a). En revanche, on observe une différence de la transmission des protéines sériques en fonction du facteur de réduction volumique (Figure 31c). Cette différence s'accroît avec l'augmentation du facteur de réduction volumique, mais on supposera que pour un facteur de concentration en caséines

semblable, les transmissions en protéines sériques entre l'échelle pilote et l'échelle industrielle sont comparables.

Les données pour les membranes organique et céramique UTP n'ont pu être comparées par manque de données industrielles.



**Figure 31 : Comparaison entre l'échelle pilote et une installation industrielle en termes d'évolution de la pression transmembranaire et de transmission des protéines sériques en fonction du facteur de réduction volumique à débit de recirculation et flux de perméation équivalents pour la membrane GP à 50°C**

- Données sur les coûts économiques

Les données industrielles liées à l'évaluation des objectifs de coûts économiques sont issues de consultations auprès de fournisseurs d'équipement (pompes et échangeurs) et de données internes et confidentielles de l'équipementier Bocard (Cuve d'alimentation, cuves de stockage, châssis, tuyauterie, vannes et capteurs).

### III.3. Acquisition de nouvelles connaissances par l'expérimentation

À la suite de l'exploitation de la littérature et à la collecte de données auprès des industriels laitiers et équipementiers du projet, deux thématiques nécessitant d'acquérir de la connaissance ont été mises en évidence. D'une part, sur la mise en œuvre des membranes GP et UTP et en particulier la réponse de la pression transmembranaire et de la transmission des protéines sériques en fonction de la concentration pour des flux perméation et des vitesses tangentielles différentes. Et d'autre part, la relation entre le flux de perméation et le facteur de concentration à pression transmembranaire et vitesse tangentielle constantes, toujours pour la membrane GP.

#### III.3.1. Etude de l'influence du flux de perméation et de la vitesse d'écoulement tangentielle sur les performances de la MF

##### III.3.1.1. Matériels et méthodes

Plusieurs essais (6) ont été réalisés sur la plateforme lait du STLO pour étudier l'impact du flux de perméation et de la vitesse tangentielle sur l'évolution des performances (pression transmembranaire et transmission des protéines sériques) avec les membranes GP et système UTP en fonction du facteur de réduction volumique à 50°C (Stage L. Barrois, 2019) (Tableau 17).

**Tableau 17 : Description des essais sur l'influence du flux de perméation et de la vitesse d'écoulement tangentielle sur les performances de la microfiltration pour les membranes GP et système UTP à 50°C (essais 1 à 6)**

Référence essai	Type de membrane	Flux de perméation $L.h^{-1}.m^{-2}$	Vitesse d'écoulement tangentielle $m.s^{-1}$	Nature de l'essai
1	UTP	55	6.7	
2	UTP	85	6.7	
3	UTP	55	6.2	TMP = f(VRR)
4	GP	85	6.7	et Tr <sub>SP</sub> = f(VRR)
5	GP	55	6.7	
6	GP	55	6.2	

Pour tous les essais, le lait mis en œuvre est un lait écrémé et thermisé dont l'origine est différente (Tableau 18).

**Tableau 18 : Origine du lait mis en œuvre lors des essais de microfiltration**

Référence essais	Caractéristiques	Fournisseur	Origine
1,2,3	Lait écrémé thermisé (68°C – 20s)	Entremont Alliance	Malestroit (Bretagne)
4,5,6	Lait écrémé thermisé (68°C – 20s)	Entremont Alliance	Montauban de Bretagne (Bretagne)

Le pilote utilisé est un pilote Tetra Alcross MFS-7, TetraPak Filtration Systems, Aarhus, Denmark (Figure 32). Il permet de pouvoir réaliser une filtration avec le système UTP ou une filtration avec une membrane GP.

Avec le système UTP, cette installation comporte trois pompes centrifuges pour l'alimentation de l'installation, la circulation du rétentat dans la boucle et la circulation du perméat à co-courant. Les pompes rétentat et du perméat sont munies de variateurs de fréquence permettant de réguler les débits de recirculation afin de maintenir l'écoulement tangentiel côté rétentat et d'assurer une perte de charge côté perméat égale à la perte de charge côté rétentat. En mode GP, la pompe de circulation du perméat n'est pas utilisée.

Le produit, lors de la filtration, est stocké dans un bac d'alimentation agité de 150 L et muni d'une double enveloppe permettant le maintien du produit à température de filtration.

La boucle rétentat possède un volume mort de 14 L et est composée des éléments suivants :

- Avec le système UTP, un module membranaire de 7 membranes céramiques tubulaires avec un diamètre de pores moyen de 0.1 µm (Pall 7P1940 UTP, 65, Tarbes, France). Chaque barreau membranaire est composé de 19 canaux de 4 mm de diamètre interne et de 1.02 m de long assurant une surface de filtration de 1.68 m<sup>2</sup>. La résistance hydraulique ( $R_m$ ) pour les membranes utilisées, déterminée par la loi de Darcy, était égale à  $3.0 (\pm 0.1) \times 10^{11} \text{ m}^{-1}$ .
- En mode GP, un module membranaire de 7 membrane céramiques tubulaires avec un diamètre de pores moyen de 0.1 µm (Pall 7P1940 GP, 65, Tarbes, France). Chaque barreau membranaire est composé de 19 canaux de 4 mm de diamètre interne et de 1.02 m de long assurant une surface de filtration de 1.68 m<sup>2</sup>. La résistance hydraulique ( $R_m$ ) des membranes utilisées, déterminée par la loi de Darcy, était égale à  $2.2 (\pm 0.2) \times 10^{12} \text{ m}^{-1}$ .
- Deux capteurs de pression en entrée et sortie du module membranaire côté rétentat.
- Deux débitmètres électromagnétiques : un débitmètre de mesure du débit de circulation tangentielle et un débitmètre d'extraction rétentat placés avant la vanne manuelle d'extraction rétentat.
- Une vanne manuelle d'extraction du rétentat.
- Une sonde une température.
- Un échangeur de chaleur tubulaire afin de maintenir la température (circulation d'eau glacée).

La boucle perméat possède un volume mort de 2 L et est composée des éléments détaillés suivants :

- Deux capteurs de pression placés en entrée et sortie du module côté perméat. La position du capteur en entrée change de place selon le mode de filtration UTP ou GP (voir Figure 32).
- Une vanne manuelle d'extraction du perméat.
- Un débitmètre électromagnétique.

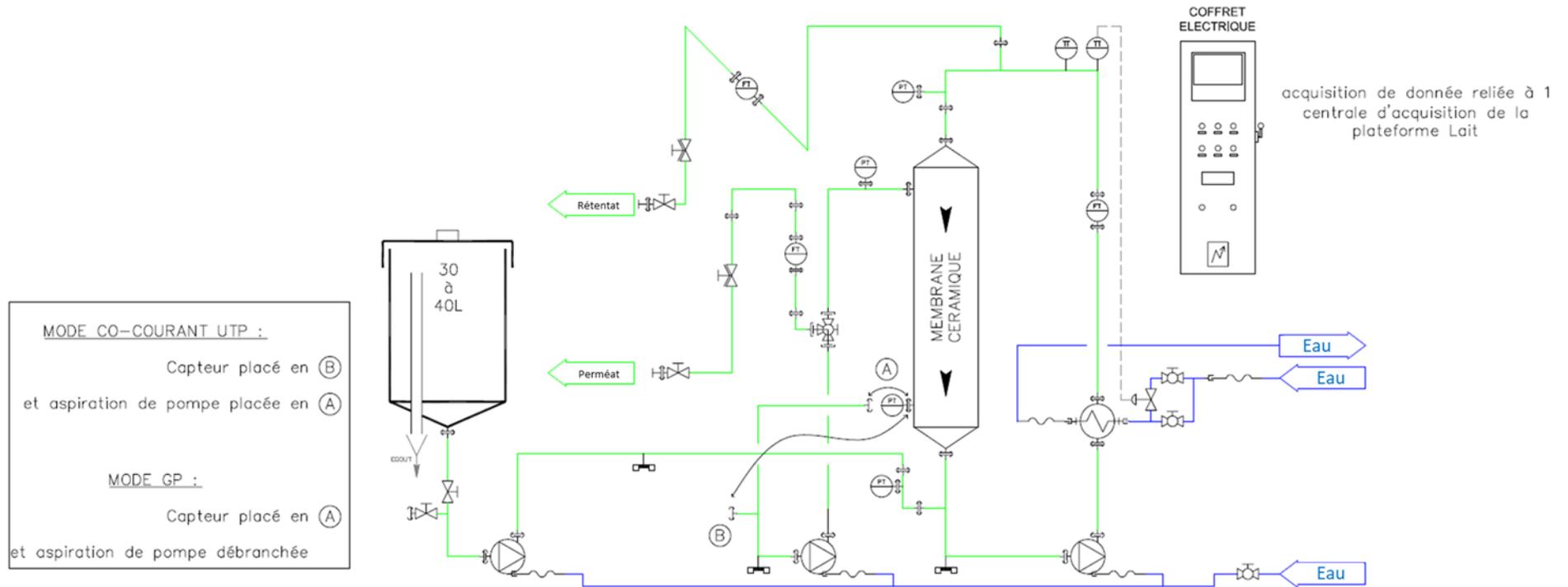


Figure 32 : Schéma de principe du pilote Tetra Alcross MFS-7 selon les modes UTP et GP

Tous les essais ont été réalisés selon quatre étapes principales : nettoyage, désinfection de l'installation et du matériel annexe, mesure du flux à l'eau et détermination de la résistance hydraulique de la membrane selon la loi de Darcy, essai et nettoyage.

- Nettoyage et flux à l'eau

Un cycle de nettoyage et désinfection est réalisé la veille de chaque essai. Chaque cycle comporte trois étapes : Nettoyage alcalin à 70°C avec du P3 Ultrasil 25 F à 1 % (v/v) (Ecolab, 97, Issy les Moulineaux, France) ; Nettoyage acide à 50°C avec de l'acide nitrique à 1 % (v/v) (HNO<sub>3</sub> à 58 % de pureté, Quaron, France) ; Désinfection à 20°C avec un agent chloré à 150 ppm (Chloromat, Ecolab, France). L'eau utilisée lors des rinçages et pour la préparation des solutions de nettoyage provient du réseau et est traitée par filtration successive sur les cartouches de 5,0 µm, 1,0 µm et 0,2 µm de diamètre de pores. Le nettoyage est réalisé pour chaque solution avec une vitesse d'écoulement tangentielle de 7 m.s<sup>-1</sup> ( $Q_{rec} = 43 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ ). Pour chaque étape, les dix premières minutes sont réalisées sans perméation et les dix minutes suivantes avec une perméation proche de 600 L.h<sup>-1</sup>. A la fin du nettoyage, l'installation est conditionnée sous acide nitrique à 0.2 % jusqu'au lendemain.

Le jour de l'essai, l'installation est rincée jusqu'à élimination de l'acide nitrique. Afin de réaliser la mesure du flux à l'eau, l'installation est réchauffée à température de filtration. Le flux à l'eau est réalisé dans les mêmes conditions de température et de débit de recirculation du rétentat que l'essai qui le suit. D'après les données de flux à l'eau, la résistance hydraulique de la membrane est recalculée en utilisant la loi de Darcy.

- Chambrage du lait et pousse

Le lait écrémé et traité thermiquement, après un stockage à 4°C est progressivement réchauffé jusqu'à la température de filtration (50°C) et un temps de chambrage de 30 min est imposé dans la cuve d'alimentation avant d'envoyer le lait dans l'installation. Ainsi, le lait chambré est utilisé pour pousser l'eau de l'installation. Un volume équivalent à trois fois le volume mort de la boucle rétentat est extrait de l'installation. Ce volume est nécessaire et suffisant à l'élimination de l'eau et du lait dilué de l'installation. Au démarrage de l'essai, la boucle rétentat est alors remplie de lait non dilué alors que le compartiment de perméat est rempli d'eau (le volume et son impact dû à la composition du perméat est négligeable).

- Réalisation de l'essai

Lors de ces essais, la montée en concentration est réalisée en mode batch (i.e. retour du rétentat dans le bac d'alimentation d'extraction du perméat) jusqu'à un facteur de réduction volumique proche de 3 ou plus (quand les conditions expérimentales le permettent). Lorsque le débit de recirculation, la température -et le co-courant pour le système UTP- sont établis, la filtration démarre : l'extraction du rétentat est placée dans le bac d'alimentation et est réglée manuellement à 1000 L.h<sup>-1</sup>. L'extraction du perméat est réglée manuellement et ouverte progressivement jusqu'à la consigne de flux de perméation tout en suivant l'évolution de la pression transmembranaire. Le perméat est extrait et pesé en continu afin de suivre la montée en concentration. Lors de cette montée en concentration, la viscosité du rétentat va induire une augmentation de la perte de charge, on choisira de maintenir le débit de circulation rétentat et de laisser la perte de charge rétentat dériver. Le débit de perméat, ainsi que le co-courant en système UTP, doivent être maintenus constants. Des échantillons de perméat et rétentat sont prélevés aux VRR : 1.5 ; 2 ; 2.5 ; 3 et un point complémentaire au-delà de 3 si les conditions de filtration le permettent.

Les échantillons de perméat et de rétentat sont conservés en ajoutant un bactériostatique ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) et sont placés en chambre froide à  $4^\circ\text{C}$  jusqu'aux analyses (entre 1 et 5 jours). La matière azotée totale (MAT), l'azote non caséique (NCN) et l'azote non protéique (NPN) ont été déterminés par la méthode Kjeldahl selon la norme ISO 8968-1 (International Standard Organisation, 2014). La méthode et les calculs associés sont donnés en annexe D. Les teneurs en MAT ont été déterminées avec une erreur expérimentale de 1 % et les teneurs en NCN et NPN avec une erreur de 5 %. La transmission d'une espèce est calculée via le rapport de la concentration de l'espèce dans le perméat sur la concentration de cette même espèce dans le rétentat. Les concentrations sont classiquement exprimées en  $\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ , la transmission est alors exprimée entre 0 et 1 ou en pourcentage. L'extrait sec (ES) était obtenu par dessiccation de 5 g d'échantillon à  $102 \pm 2^\circ\text{C}$  pendant 7 h (NF ISO 6731, 2010). La teneur en ES est déterminée avec une erreur absolue de  $1 \text{ g}\cdot\text{kg}^{-1}$ . Ces mesures ont été réalisées en duplicata.

### III.3.1.2. Résultats et discussion

- Essais UTP

Les essais ont permis de caractériser l'évolution de la pression transmembranaire et de la transmission des protéines sériques en fonction du facteur de réduction volumique pour des flux de perméation de 55 et  $85 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$  et de vitesse d'écoulement tangentiel à  $6.2$  et  $6.7 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$  à  $50^\circ\text{C}$ . (Figure 33a et 33c). A flux de perméation constant (Figure 33a), l'évolution de la pression transmembranaire est comparable quelle que soit la vitesse d'écoulement tangentiel lorsque  $\text{VRR} < 3$ , c'est à dire lorsque les conditions critiques de filtration ne sont pas atteintes. Elle évolue de 0.25 bar pour un  $\text{VRR} = 1$  à 0.4 bar pour un  $\text{VRR} = 3$ . Toujours à flux de perméation constant, lorsque la vitesse augmente de  $6.2$  à  $6.7 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$  ( $37$  à  $40 \text{ m}^3\cdot\text{h}^{-1}$ ), la transmission des protéines sériques diminue de 0.8 à 0.7 pour les facteurs de réduction volumique inférieurs à 3. A vitesse d'écoulement tangentiel constante ( $6.7 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ ), un fort flux de perméation ( $85 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ ) conduit à de plus forts niveaux de pression transmembranaire (Figure 33a). Quel que soit le flux de perméation, 55 ou  $85 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ , les conditions de pression critiques, respectivement 0.33 et 0.4 bar sont atteintes dès le facteur de réduction volumique de 2.5. A vitesse d'écoulement tangentielle et débit de recirculation constants, la transmission des protéines sériques augmente en moyenne de 7.5 % lorsque le flux de perméation augmente de 55 à  $85 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$  pour des conditions non critiques de filtration.

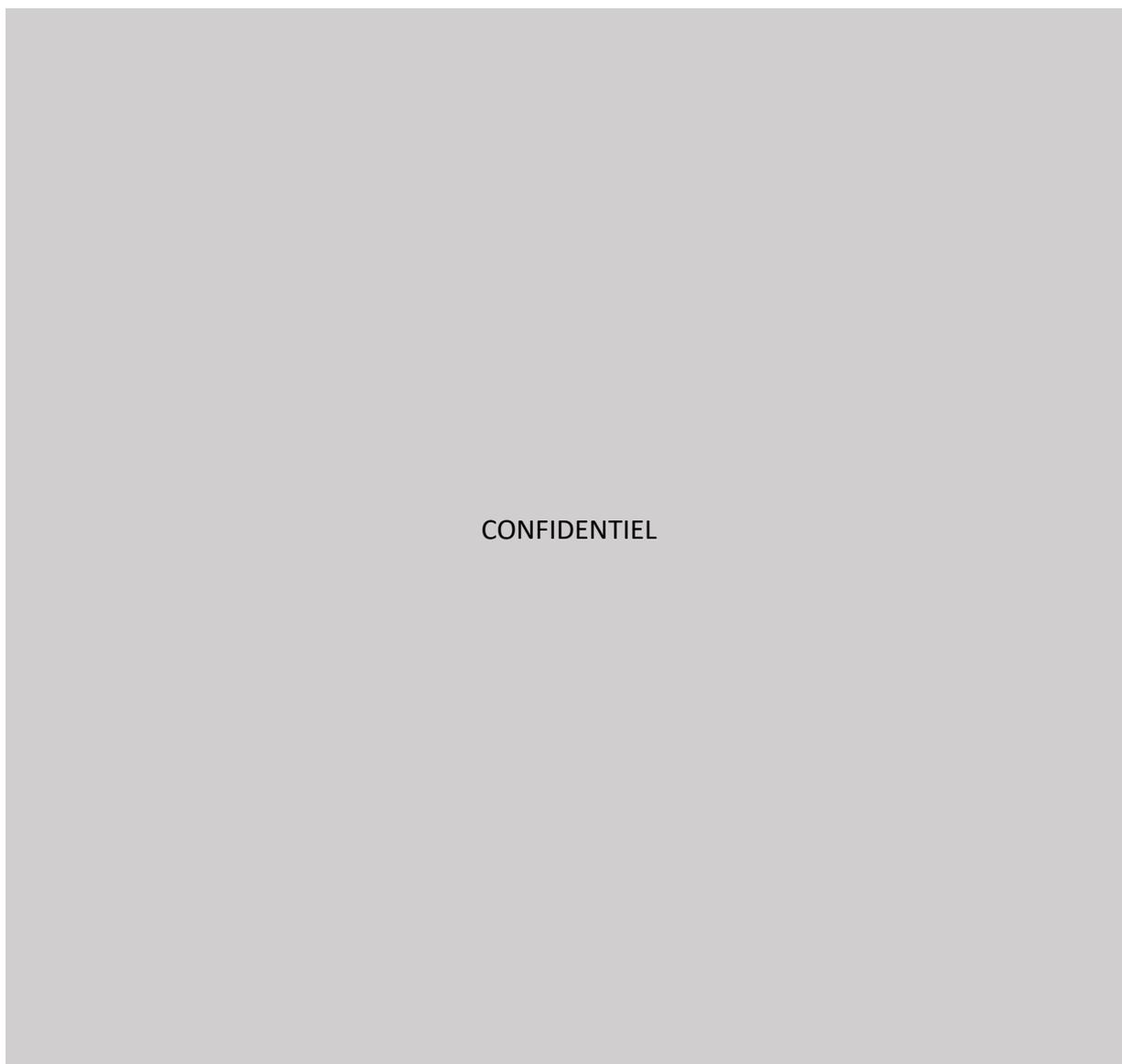
Lors de la microfiltration tangentielle, le flux de perméation est responsable du transport de matière par convection à la membrane et la vitesse d'écoulement tangentiel caractérise l'érosion à la membrane. La combinaison du flux de perméation et de la vitesse d'écoulement tangentiel conduit à des performances différentes en termes de pression transmembranaire et de transmission des protéines sériques. Pour la séparation des micelles de caséines et protéines sériques du lait par microfiltration avec la membrane système UTP, une vitesse d'écoulement tangentiel et un flux de perméation plus faibles ( $6.2 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$  et  $55 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ ) permettent d'assurer une pression transmembranaire faible (de l'ordre de 0.3 bar) et d'améliorer la récupération des protéines sériques comparativement à des conditions de vitesse et de flux de perméation plus élevés ( $6.7 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$  et  $85 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ ).

- Essais GP

Les essais avec la membranes GP ont permis de caractériser l'évolution de la pression transmembranaire et de la transmission des protéines sériques en fonction du facteur de réduction volumique pour le flux de perméation à 55 et  $85 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$  et de vitesse d'écoulement tangentiel à  $6.2$  et  $6.7 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$  à  $50^\circ\text{C}$  (Figure 33b et 33d). A flux de perméation constant (Figure 33b), l'évolution de la pression transmembranaire est comparable quelle que soit la vitesse d'écoulement tangentiel : la TMP augmente de 0.6 bar à un  $\text{VRR}$  de 1.5 à 1.17 bar pour un  $\text{VRR}$  de 3. A flux de perméation constant ( $55 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ ) et pour un facteur de réduction volumique inférieur à 3, la transmission des protéines sériques diminue de 0.75 à 0.65 en même

temps que la vitesse augmente de 6.2 à 6.7  $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$  (Figure 33d). A vitesse d'écoulement tangentiel constante et  $\text{FRV} = 2$ , lorsque le flux de perméation augmente de 55 à 85  $\text{L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$  la pression transmembranaire augmente 0.3 à 0.4 bar. Dans la zone de conditions critiques, on observe une très forte augmentation de la pression transmembranaire traduisant un fort colmatage de la membrane et une chute globale des performances en termes de flux de perméation et de transmission des protéines sériques. Toujours lorsque l'on se place dans les mêmes conditions de vitesse, la transmission des protéines sériques en dehors des conditions critiques (facteur de réduction volumique inférieur à 2.5) est comparable quel que soit le flux de perméation.

Plus généralement, avec la membrane GP, lorsque le flux de perméation est élevé (85  $\text{L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ ) la pression transmembranaire augmente rapidement ce qui crée une augmentation de la résistance hydraulique à la membrane et une chute de la transmission des protéines sériques. Pour un flux de perméation plus faible (55  $\text{L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ ), la pression transmembranaire reste faible jusqu'à un facteur de concentration de 3 et couplé à une faible vitesse (6.2  $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ ) il est possible de conserver un taux de récupération des protéines sérique élevé de l'ordre de 0.7.



**Figure 33 : Evolution de la pression transmembranaire (a, b) et de la transmission en protéines sériques (c, d) en fonction du facteur de réduction volumique pour différentes valeurs de flux de perméation et de vitesse d'écoulement tangentiel pour les membranes céramique système UTP (a, c) et GP (b, d) à 50°C**

### III.3.2. Etude du flux de perméation pour différentes pressions transmembranaires et vitesses d'écoulement tangentiels en fonction du facteur de réduction volumique

Les essais ont été réalisés dans le but de déterminer la relation entre le flux de perméation et le facteur de réduction volumique à pression transmembranaire constante. Les paramètres réglés sont la température, le débit de circulation du rétentat et la pression transmembranaire.

#### III.3.2.1. Matériels et méthodes

Le lait écrémé pasteurisé (73.5°C – 20s) utilisé a été fourni par une entreprise locale (confidentiel). Les essais ont été réalisés sur le même pilote que celui présenté précédemment (Tetra Alcross MFS-7, TetraPak Filtration Systems, Aarhus, Denmark) dans sa configuration GP. Les étapes de nettoyage, désinfection, flux à l'eau, chambrage et pousse sont également identiques aux étapes décrites dans la partie III.3.1.1.

Les deux essais à  $v = 7 \text{ m.s}^{-1}$  et  $6.7 \text{ m.s}^{-1}$  ont été réalisés à une température de 50°C et dans les conditions suivantes :

Phase 1 : phase flux/pression à FRV 1 pour une gamme de pression transmembranaire sur des paliers de 30 min (0.8 ; 1.0 ; 1.2 ; 1.4 bar).

A la fin de la pousse, le débit de recirculation rétentat est réglé en adéquation avec la vitesse d'écoulement tangentielle souhaitée ( $v=7.0 \text{ m.s}^{-1}$  et  $v=6.7 \text{ m.s}^{-1}$ ). Le retour du rétentat est placé dans le bac d'alimentation et le débit d'extraction est réglé à  $1000 \text{ L.h}^{-1}$ . Préalablement vidé de son eau résiduelle, le tuyau de l'extraction du perméat est également placé dans le bac d'alimentation. Ensuite la pression transmembranaire est maintenue à 0.8 bar puis successivement augmentée à 1.0, 1.2 et 1.4 bar après des paliers de 30 min

Phase 2 : phase de montée en concentration de FRV 1 à 3 pour une pression transmembranaire de 1.4 bar. Lors de cette phase, le perméat est extrait et pesé en continu afin de suivre la montée en concentration en VRR. Lorsque VRR = 3, un échantillon de rétentat est prélevé et le débit de circulation du rétentat est à nouveau augmenté jusqu'à obtenir une vitesse de  $7.2 \text{ m.s}^{-1}$  dans l'installation pendant 30 min.

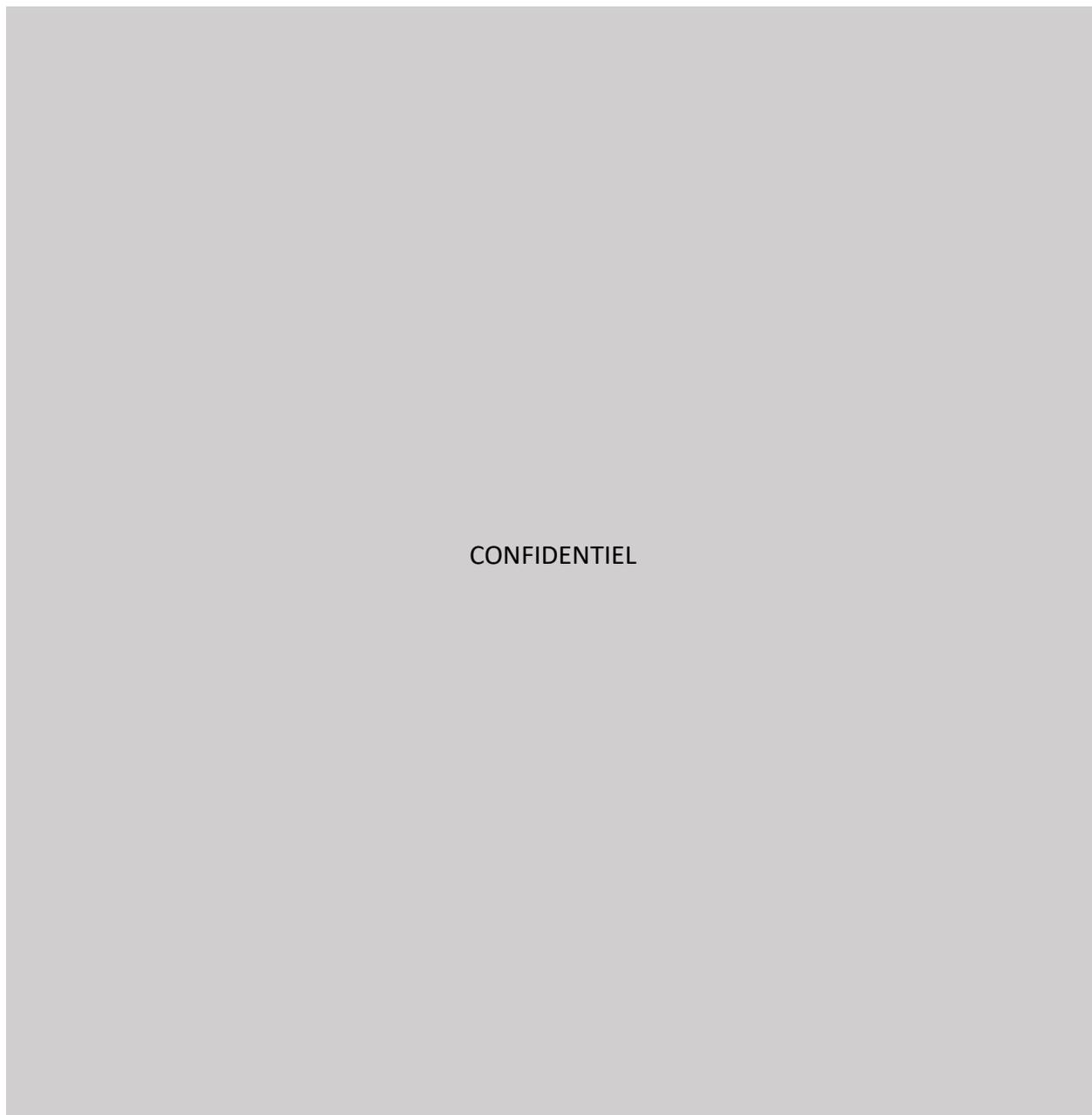
Phase 3 : phase flux/pression à FRV 3 pour une gamme de pression transmembranaire sur des paliers de 30 min (0.8 ; 1.0 ; 1.2 ; 1.4 bar) avec la vitesse d'écoulement tangentielle souhaitée ( $v=7.0 \text{ m.s}^{-1}$  et  $v=6.7 \text{ m.s}^{-1}$ ).

Le dosage de l'azote (MAT, NCN, NPN) a été réalisé de façon identique au protocole décrit dans la partie III.3.1.1.

#### III.3.2.2. Résultats et discussion

Les essais ont permis de caractériser l'évolution du flux de perméation en fonction du facteur de réduction volumique à TMP (0.8, 1.0, 1.2 et 1.4 bar) et  $v$  ( $6.7$  et  $7 \text{ m.s}^{-1}$ ) constants (Figure 34a et 34b). Quelle que soit la vitesse d'écoulement tangentielle, le flux de perméation augmente quand la pression transmembranaire augmente (Figure 34a et 34b). A une pression transmembranaire de 1.4 bar, le flux de perméation chute de  $127$  à  $72 \text{ L.h}^{-1}.\text{m}^{-2}$  entre un facteur de réduction volumique de 1 à 3 contre une diminution de  $75$  à  $45 \text{ L.h}^{-1}.\text{m}^{-2}$  pour une pression transmembranaire plus faible de 0.8 bar. Il est important de noter que pour les pressions de 0.8, 1.0 et 1.2 bar les flux de perméation au facteur de réduction volumique de 3 sont obtenus après le décolmatage de la membrane (à la suite de la montée en concentration à 1.4 bar) par une forte

érosion ( $7.2 \text{ m.s}^{-1}$ ). L'objectif était d'obtenir plusieurs valeurs de flux de perméation à  $\text{FRV} = 3$ , mais conduit à une erreur sur la mesure de  $J$ . L'erreur a été mesurée pour la pression de 1.4 bar dont le flux de perméation a pu être mesuré d'une part à  $\text{FRV} = 3$  à la fin de la montée en concentration, puis à  $\text{FRV} = 3$  après le « décolmatage » de la membrane. L'erreur sur  $J_p$  est estimée à 12% ; par conséquent les flux de perméation mesurés pour les pressions transmembranaires inférieures à 1.4 bar sont sous-estimés. La Figure 34c présente l'évolution du flux de perméation en fonction de la pression transmembranaire pour deux facteurs de réduction volumique (1 et 3). Pour les facteurs de réduction volumique identiques, quelle que soit la vitesse d'écoulement tangentiel (dans la plage  $6.7 - 7 \text{ m.s}^{-1}$ ), les flux de perméation sont identiques. Cette observation serait à vérifier avec une troisième condition de vitesse distincte de 6.7 et 7  $\text{m.s}^{-1}$ .



**Figure 34 : Evolution du flux de perméation en fonction du facteur de réduction volumique à différentes pressions transmembranaires et vitesses d'écoulement tangentiel (a, b) et évolution du flux de perméation en fonction de la pression transmembranaire pour des facteurs de réduction volumique de 1 et 3 (c) pour la membrane GP à 50°C**

### III.4. Conclusion

Dans ce chapitre, les trois méthodes utilisées dans ce travail pour acquérir des données sur la microfiltration 0.1  $\mu\text{m}$  ont été présentées.

Les données sur la microfiltration tangentielle 0.1  $\mu\text{m}$  de lait écrémé issues de la littérature ont été structurées et annotées à l'aide de l'outil @web qui a permis de mettre en lumière des manques de connaissance. En revanche, la forte hétérogénéité de ces données reste un obstacle à leur valorisation dans ce travail.

Les données collectées auprès des partenaires du projet à l'échelle pilote ont permis d'identifier un manque de connaissance. Les données collectées à l'échelle industrielle ont permis de conforter les données de pression transmembranaire et de transmission des protéines sériques pour les membranes GP obtenues à l'échelle pilote.

Plusieurs manques de connaissances ont été identifiés dans ce travail dont certains ont fait l'objet de nouvelles expérimentations. En revanche, pour les autres manques de connaissances des choix ont été faits et des hypothèses ont été posées afin de disposer de suffisamment de données pour la modélisation. Plus généralement, pour chaque type de membrane les données collectées permettent d'avoir une idée des tendances sur les caractéristiques produit, procédé et dimensionnement sur les plages de variation couvertes par les données. Les données acquises vont permettre de modéliser les objectifs de l'optimisation de la microfiltration 0.1  $\mu\text{m}$  de lait.

## CHAPITRE 4 : MODELISATION DE LA MF 0.1 $\mu\text{m}$

CONFIDENTIEL

La formulation du problème d'optimisation de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  a permis d'identifier les objectifs de l'optimisation et les variables qui les influencent (Chapitre 2). Le Chapitre 3 a présenté les données expérimentales disponibles sur la MF 0.1  $\mu\text{m}$ . L'étape suivante consiste, avant de procéder à l'optimisation de la MF 0.1  $\mu\text{m}$ , à modéliser de façon mathématique ou algorithmique les modèles de connaissances graphiques obtenus précédemment.

Ce chapitre propose une modélisation de l'opération unitaire de microfiltration 0.1  $\mu\text{m}$ . La modélisation d'une opération unitaire consiste à développer un ensemble d'équations, à partir de données expérimentales et d'équations physiques, représentatives des séquences de relations existantes entre les variables d'entrée et de sortie du système. Idéalement, les données expérimentales devraient être obtenues en vue de la modélisation. Cela permet d'assurer la prise en compte simultanée des variations des variables d'un même jeu de données et de leur fiabilité à travers un nombre de répétitions nécessaire et suffisant. Dans ce travail, plusieurs relations entre des variables n'étaient pas définies et nécessitent d'être modélisées. Cependant, cela nécessite d'être en mesure de produire de nombreuses expériences permettant la combinaison des conditions opératoires, et cela pour chaque relation non disponible dans la littérature. Dans un souci de pragmatisme, la stratégie a été de réaliser la modélisation principalement à partir de données existantes et obtenues dans le cadre du projet (cf Chapitre 3) qui n'ont pas été obtenues en vue d'une modélisation. L'objectif est, sur les plages de variations des données existantes, de définir un modèle suffisamment représentatif de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  ; à défaut de disposer d'une modélisation phénoménologique de l'opération unitaire. Cela induit de fortes contraintes sur le domaine de validité du modèle. En effet, les données n'étant pas représentatives de l'ensemble du système, les modèles ne sont pas généralisables.

Dans le cadre d'un problème d'optimisation multiobjectif, ce sont les objectifs de l'optimisation qui sont à modéliser en fonction des variables de décision du système. Chaque variable est un descripteur de produit, de procédé, de dimensionnement ou de coût économique ; et peut influencer plusieurs objectifs en même temps. Par ailleurs une variable peut être numérique (continue ou discrète) ou symbolique (ordinaire ou nominale).

La modélisation sera conduite objectif par objectif sur la base de leur graphe d'influence. Rappelons les objectifs de l'optimisation qui sont : la maximisation de la concentration en caséines dans le rétentat ; la maximisation de la concentration en protéines sériques dans le perméat, la maximisation du

rendement de récupération en protéines sériques ; la minimisation des coûts d'investissement et la minimisation des coûts de production. Dans la suite de ce chapitre, nous présenterons les modèles développés relatifs à chacun de ces objectifs.

#### IV.1. Objectif de maximisation de la concentration en caséines dans le rétentat

L'objectif d'optimisation de la concentration en caséines dans le rétentat a été mathématiquement déterminé par les experts comme étant la concentration en caséines dans le rétentat par rapport à l'extrait sec de la fraction (Eq. IV-1).

CONFIDENTIEL

Cet objectif dépend de la combinaison de 4 variables de décision -le type de membrane (MT), le flux de perméation, qui dépend de chaque étage  $n$  ( $J_{p,n}$ ), le facteur de réduction volumique à chaque étage ( $VRR_n$ ) et le débit de recirculation à chaque étage ( $Q_{rec,n}$ ) (Voir II.6.1.). Les deux parties suivantes présentent la modélisation d'une part de la concentration en caséines dans le rétentat et d'autre part de l'extrait sec du rétentat en fonction des variables de décision.

##### IV.1.1. Concentration en caséines dans le rétentat

D'après les cartes causales, la concentration en caséines dans le rétentat est influencée par le facteur de réduction volumique (VRR). Lors de la définition du cadre du problème d'optimisation, l'hypothèse de rétention totale des caséines a été formulée (I.5.2.). Le bilan matière permet alors d'exprimer la relation d'influence, quel que soit le type de membrane, sous la forme suivante :

CONFIDENTIEL

$C_{CN,r}$  la concentration en caséines dans le rétentat, VRR le facteur de réduction volumique de l'installation, qui correspond au VRR de l'étage le plus élevé et  $C_{CN,milk}$  la constante de concentration en caséines dans le lait à microfiltrer (voir hypothèse I.5.2.). Dans ce travail, on considère  $C_{CN,milk} = 27 \text{ g.kg}^{-1}$ .

##### IV.1.2. Extrait sec du rétentat

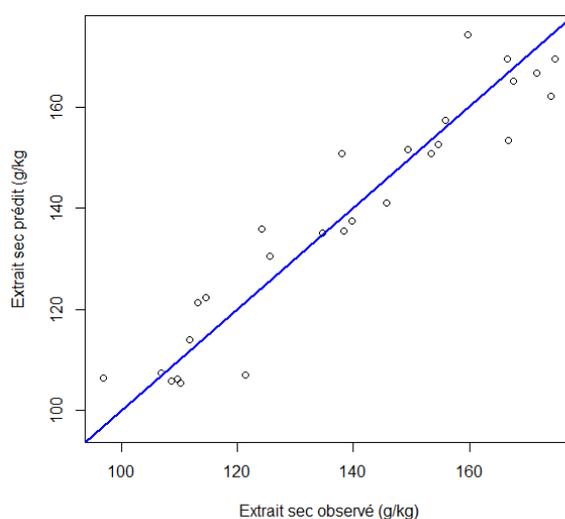
D'après les cartes causales, l'extrait sec du rétentat est influencé simultanément par la concentration en caséines dans le rétentat ( $C_{CN,r}$ ) et la transmission des protéines sériques ( $Tr_{SP}$ ). Cette relation a été modélisée par régression linéaire multiple à partir du jeu de données présenté en annexe E. Le modèle a été établi à partir de 27 observations pour une concentration en caséines dans le rétentat comprise

entre 41.55 et 105.26  $\text{g.kg}^{-1}$  et la transmission des protéines sériques comprise entre 0.14 et 0.8. Par conséquent, l'extrait sec du rétentat,  $DM_r$  (Eq. IV-4) est entre 105,47 et 174.15  $\text{g.kg}^{-1}$ .

CONFIDENTIEL

Le modèle est globalement significatif ( $p\text{-value} < 4.863 \times 10^{-13}$ ) et la qualité de la régression est donnée par  $R^2 = 0.9058$ . Dès lors que le modèle comporte plusieurs variables explicatives, le test de Fisher permet de voir si le modèle est globalement significatif (i.e. si au moins une variable explicative a une action sur la variable à expliquer. Si la  $p\text{-value} < 0.0001$ , le modèle est globalement significatif.

L'étude du sens des coefficients montre que l'extrait sec augmente avec la concentration en caséines tout en diminuant avec l'augmentation de la transmission des protéines sériques. Plus les protéines sériques passent dans le perméat, plus l'extrait sec du rétentat diminue (Figure 35).



**Figure 35: Extrait sec dans le rétentat prédit, par régression linéaire multiple, en fonction de l'extrait sec observé (Eq. IV-4)**

Afin de déterminer l'extrait sec du rétentat, il est nécessaire de connaître la transmission des protéines sériques.

D'après les cartes causales, la transmission des protéines sériques est influencée par le type de membrane (MT), la température de filtration (T), la pression transmembranaire (TMP), le débit de recirculation ( $Q_{rec,n}$ ) et le facteur de réduction volumique (VRR). Cette relation a été modélisée par régression linéaire multiple à partir de trois jeux de données (Annexe F), un par type de membrane, obtenues dans les conditions suivantes : la membrane organique (SW) à 12°C, la membrane céramique GP (GP) à 50°C et la membrane céramique (UTP) à 50°C. Le modèle est donné par l'équation Eq. IV-5.

CONFIDENTIEL

avec  $TMP = TMP_1$  et  $Q_{rec} = Q_{rec1}$ , le dimensionnement de la surface membranaire de l'installation étant réalisée à pression transmembranaire constante pour un écoulement tangentiel donné. Les valeurs des facteurs a,b,c et d sont donnés dans le Tableau 19.

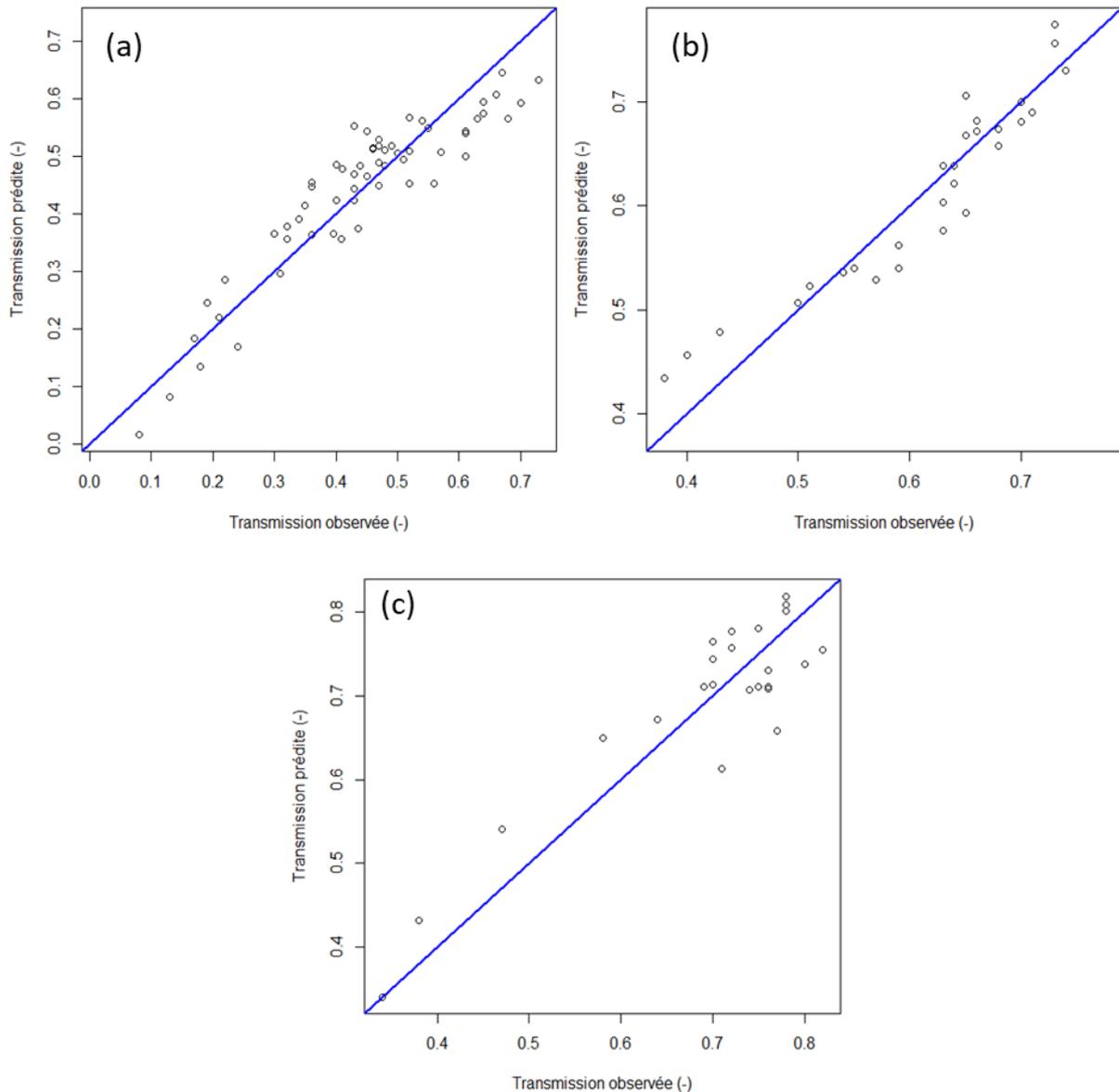
**Tableau 19 : Valeurs des facteurs a, b, c, d de l'équation Eq. IV-5 traduisant  $TrSP_k$  en fonction de VRR, TMP, et Qrec pour les 3 types de membrane (SW, GP et UTP)**

CONFIDENTIEL

Le modèle de la transmission des protéines sériques pour la membrane SW a été établi à partir de 59 observations pour un facteur de réduction volumique compris entre 1.5 et 3.5, une pression transmembranaire entre 0.29 et 1.57 bar et un débit de recirculation entre 12 et 21 m<sup>3</sup>.h<sup>-1</sup>. Par conséquent la transmission prédite est comprise entre 0.016 et 0.65. Le modèle est globalement significatif (p-value <2.2×10<sup>-16</sup>) et la qualité de la régression est donnée par R<sup>2</sup> = 0.8378 (Figure 36a).

Le modèle de la transmission des protéines sériques pour la membrane GP a été établi à partir de 28 observations pour un facteur de réduction volumique compris entre 1.5 et 3.5, une pression transmembranaire entre 0.62 et 2.01 bar et un débit de recirculation entre 37 et 43 m<sup>3</sup>.h<sup>-1</sup>. Par conséquent, la transmission prédite est comprise entre 0.43 et 0.78. Le modèle est globalement significatif (p-value <1.942×10<sup>-11</sup>) et la qualité de la régression est donnée par R<sup>2</sup> = 0.8855 (Figure 36b).

Le modèle de la transmission des protéines sériques pour la membrane céramique avec le système UTP a été établi à partir de 25 observations pour un facteur de réduction volumique compris entre 1.5 et 3.5, une pression transmembranaire entre 0.3 et 1.25 bar et un débit de recirculation entre 37 et 43 m<sup>3</sup>.h<sup>-1</sup>. Dans ces conditions, la transmission prédite est comprise entre 0.34 et 0.82. Le modèle est globalement significatif (p-value <7.882×10<sup>-8</sup>) et la qualité de la régression est donnée par R<sup>2</sup> = 0.8128 (Figure 36c).



**Figure 36 : Transmission des protéines sériques prédite, par régression linéaire multiple, en fonction de la transmission observée pour la membrane SW (a), la membrane GP (b) et la membrane céramique système UTP (c) (Eq. IV-5)**

Afin de déterminer la transmission des protéines sériques Eq. IV-5, il est nécessaire de déterminer la pression transmembranaire. Le dimensionnement de la surface membranaire étant réalisé à pression transmembranaire et vitesse tangentielle constantes (III.2.1.2.), il est possible de raisonner uniquement sur le premier module du premier étage. La pression transmembranaire devra être la même sur tous les modules et tous les étages. La pression transmembranaire est la même sur tous les modules quel que soit leur emplacement, et le flux de perméation est constant par étage (choix de mode de conduite) mais il n'est pas nécessairement identique sur tous les étages.

D'après les cartes causales, la pression transmembranaire est influencée par le type de membrane (MT), la température de filtration (T), le flux de perméation ( $J_p$ ), le débit de recirculation ( $Q_{rec,n}$ ) et le facteur de réduction volumique (VRR). Cette relation a été modélisée par combinaison entre l'utilisation de la Loi de Darcy et par régression linéaire multiple à partir de trois jeux de données, un par type de membrane, obtenues dans les conditions suivantes : la membrane SW à 12°C, la membrane

GP à 50°C et la membrane UTP à 50°C (Annexe G). D'après la loi de Darcy, la pression transmembranaire s'exprime telle que :

CONFIDENTIEL

avec TMP la pression transmembranaire en bar,  $J_{p1}$  le flux de perméation de l'étage 1,  $\mu_p$  la viscosité du perméat en  $\text{kg}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}$  et  $R_1$  la résistance hydraulique colmatée à la membrane sur l'étage 1.

Le modèle de la résistance hydraulique colmatée à la membrane est donné par l'équation Eq. IV-8, obtenue par régression linéaire multiple.

CONFIDENTIEL

avec a et b les coefficients des facteurs pour les trois types de membranes (Tableau 20).

**Tableau 20 : Valeurs des facteurs a et b de l'équation Eq. IV-8 traduisant  $R_1$  en fonction de VVR1 et  $Q_{\text{rec}1}$  pour les 3 types de membrane (SW, GP et UTP)**

CONFIDENTIEL

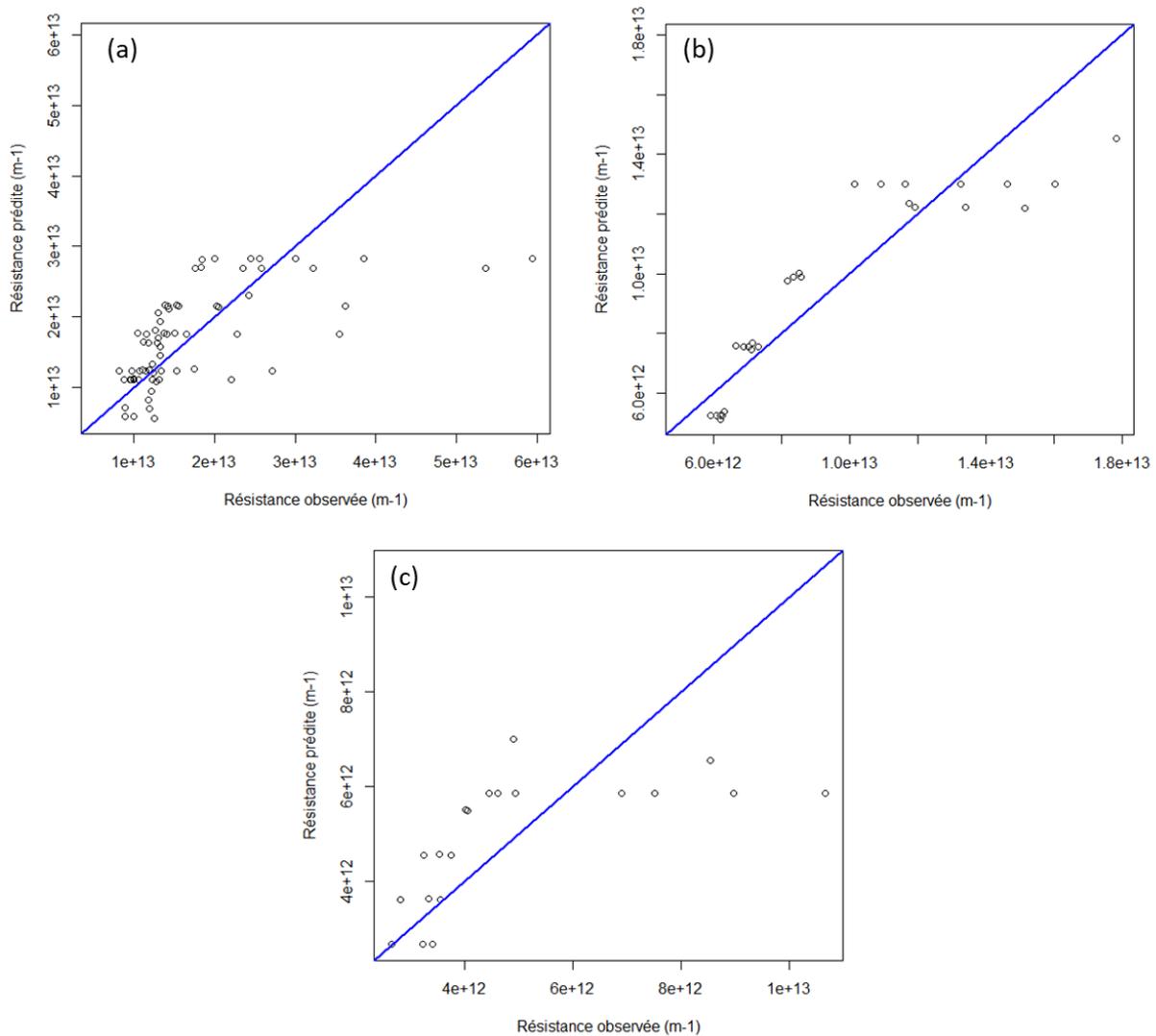
Le modèle de  $R_1$  pour la membrane SW a été établi à partir de 68 observations pour un facteur de réduction volumique compris entre 1 et 3.5 et un débit de recirculation entre 12 et 21  $\text{m}^3\cdot\text{h}^{-1}$ . Par conséquent, la résistance hydraulique colmatée prédite est comprise entre  $8.18\times 10^{12}$  et  $5.94\times 10^{13} \text{ m}^{-1}$ . Le modèle est globalement significatif ( $p\text{-value} < 2.2\times 10^{-16}$ ) et la qualité de la régression est donnée par  $R^2 = 0.855$  (Figure 37a). Afin de respecter les domaines de validité des modèles qui dépendent de la pression transmembranaire, la valeur calculée doit être comprise entre 0.48 et 1.25.

Le modèle de  $R_1$  pour la membrane GP a été établi à partir de 28 observations pour un facteur de réduction volumique compris entre 1 et 3.5 et un débit de recirculation entre 37 et 43  $\text{m}^3\cdot\text{h}^{-1}$ . Par conséquent, la résistance hydraulique colmatée prédite est comprise entre  $5.93\times 10^{12}$  et  $1.78\times 10^{13} \text{ m}^{-1}$ . Le modèle est globalement significatif ( $p\text{-value} < 2.2\times 10^{-16}$ ) et la qualité de la régression est donnée par  $R^2 = 0.9771$  (Figure 37b). Afin de respecter les domaines de validité des modèles qui dépendent de la pression transmembranaire, la valeur calculée doit être comprise entre 0.8 et 1.4 bar.

Le modèle de  $R_1$  pour la membrane céramique système UTP a été établi à partir de 21 observations pour un facteur de réduction volumique compris entre 1.5 et 3.5 et un débit de recirculation entre 37 et 43  $\text{m}^3\cdot\text{h}^{-1}$ . Par conséquent, la résistance hydraulique colmatée prédite est comprise entre  $2.64\times 10^{12}$  et  $1.07\times 10^{13} \text{ m}^{-1}$ . Le modèle est globalement significatif ( $p\text{-value} < 3.319\times 10^{-10}$ ) et la qualité de la régression est donnée par  $R^2 = 0.8995$  (Figure 37c). Afin de respecter les domaines de validité des

modèles qui dépendent de la pression transmembranaire, la valeur calculée doit être comprise entre 0.31 et 0.6 bar.

Les prédictions du modèle se dégradent avec les fortes valeurs de résistances hydraulique colmatées à la membrane (Figure 37). Il est possible qu'au-delà d'une valeur limite de résistance, la régression linéaire multiple de soit plus une méthode adaptée à la modélisation de la résistance hydraulique colmatée.



**Figure 37 : Représentation de résistance hydraulique prédite, par la régression linéaire multiple, en fonction de la résistance hydraulique observée pour la membrane SW (a), la membrane GP (b) et la membrane céramique système UTP (c) (Eq. IV-8)**

## IV.2. Objectif de maximisation de la concentration en protéines sériques dans le perméat

L'objectif de maximisation de la concentration en protéines sériques dans le perméat a été mathématiquement déterminé par les experts comme étant la concentration en protéines sériques dans le perméat par rapport à l'extrait sec de la fraction (Eq. IV-9).

CONFIDENTIEL

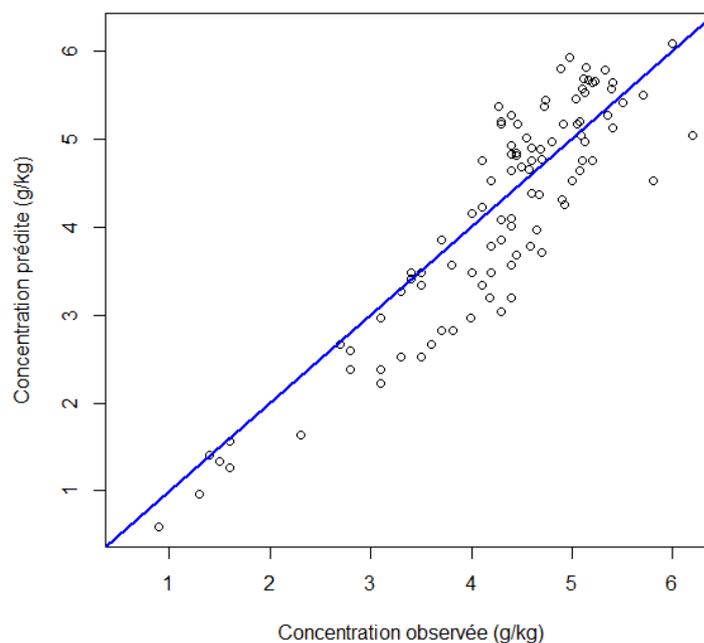
Cet objectif dépend de 4 variables de décision que sont le type de membrane (MT), le flux de perméation ( $J_{pn}$ ), le facteur de réduction volumique ( $VRR_n$ ) et le débit de recirculation ( $Q_{rec,n}$ ) (Voir II.6.2.). Les deux parties suivantes présentent la modélisation d'une part de la concentration en protéines sériques dans le perméat et d'autre part de l'extrait sec du perméat.

### IV.2.1. Concentration en protéines sériques dans le perméat

D'après les cartes causales, la concentration en protéines sériques ( $C_{Spp}$ ) est influencée par le taux de transmission en protéines sériques ( $Tr_{SP}$ ). Cette relation a été modélisée par une régression linéaire passant par le point (0 ; 0) avec le jeu de données présenté en annexe H. Le modèle (Eq. IV-10) a été établi à partir de 101 observations pour une transmission des protéines sériques comprise entre 8 et 82 %. Dans ces conditions, la concentration calculée est valide entre 0.59 et 6.08  $\text{g.kg}^{-1}$ .

CONFIDENTIEL

Le modèle est globalement significatif ( $p\text{-value} < 2.2 \times 10^{-16}$ ) et la qualité de la régression est donnée par  $R^2 = 0.983$ . L'étude du sens des coefficients de l'équation confirme que la concentration en protéines sériques augmente avec la transmission dans le perméat (Figure 38).



**Figure 38 : Concentration en protéines sériques dans le perméat prédite, par la régression linéaire multiple, en fonction de la concentration observée (Eq. IV-10)**

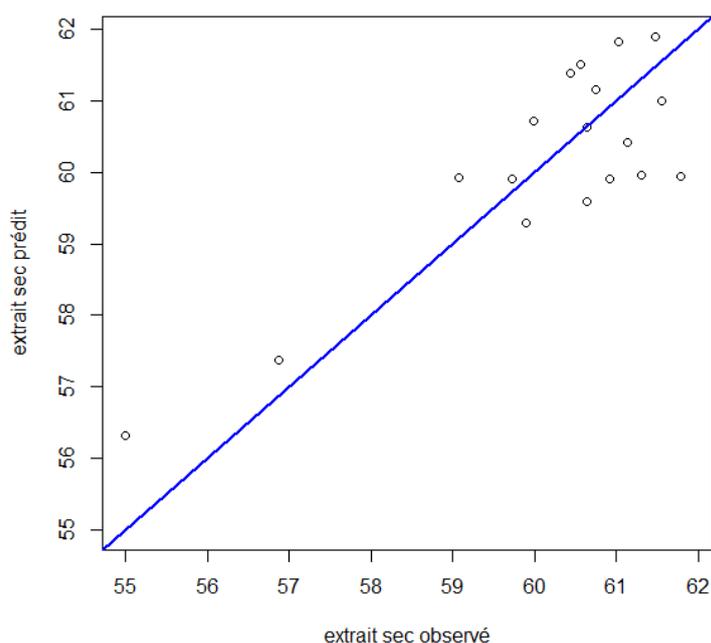
### IV.2.2. Extrait sec du perméat

D'après les cartes causales, l'extrait sec du perméat est influencé par la concentration en protéines sériques dans le perméat ( $C_{SP,p}$ ). Cette relation a été modélisée par régression linéaire à partir du jeu de données présenté en annexe I et d'un point complémentaire représentatif de l'extrait sec du perméat en absence de protéines sériques. Ce point complémentaire correspond à l'extrait sec du lactose et des minéraux ( $DM = 55 \text{ g.kg}^{-1}$ ).

Le modèle a été établi à partir de 18 observations pour une concentration en protéines sériques dans le perméat 0 et  $5.56 \text{ g.kg}^{-1}$ . Par conséquent, l'extrait sec du perméat prédit est compris entre 56.3262 et  $61.89 \text{ g.kg}^{-1}$ . La régression linéaire donne le résultat suivant :

CONFIDENTIEL

Le modèle est globalement significatif ( $p\text{-value} < 1.209 \times 10^{-5}$ ) et la qualité de la régression est donnée par  $R^2 = 0.7079$ . L'étude du sens des coefficients montre que l'extrait sec augmente avec la concentration en protéines sériques. La Figure 39 donne la représentation de la régression linéaire multiple.



**Figure 39 : Extrait sec du perméat prédit, par la régression linéaire multiple, en fonction de l'extrait sec observé (Eq. IV-11)**

### IV.3. Objectif de maximisation du rendement de récupération en protéines sériques dans le perméat

L'objectif d'optimisation du rendement de récupération en protéines sériques dans le perméat a été mathématiquement déterminé par les experts comme étant la quantité de protéines sériques dans le perméat par rapport à la quantité initiale de protéines sériques dans le lait (Eq. IV-12).

CONFIDENTIEL

Cet objectif dépend de 5 variables de décision que sont le débit d'alimentation de l'installation ( $Q_{\text{feed}}$ ), le type de membrane (MT), le flux de perméation ( $J_{\text{pn}}$ ), le facteur de réduction volumique ( $\text{VRR}_n$ ) et le débit de recirculation ( $Q_{\text{rec},n}$ ) (Voir II.6.3.). Les deux parties suivantes établissent les équations afin de déterminer d'une part la quantité de protéines sériques dans le perméat et d'autre part la quantité de protéines sérique dans le lait.

#### IV.3.1. Quantité de protéines sériques dans le perméat

D'après les cartes causales, la quantité de protéines sériques dans le perméat est influencée la concentration en protéines sériques dans le perméat ( $C_{\text{SP},p}$ ) et par le volume de perméat produit ( $V_p$ ). Le bilan matière permet alors d'exprimer l'équation suivante, quel que soit le type de membrane :

CONFIDENTIEL

Avec  $C_{\text{SP},p}$  la concentration en protéines sériques dans le perméat,  $V_p$  le volume de perméat produit,  $\rho_p$  la masse volumique du perméat,  $V_{\text{laittraiter}}$  le volume de lait à traiter par l'installation et  $\text{VRR}$  le facteur de réduction volumique de l'installation. Dans ce travail, on considère  $\rho_p = 990 \text{ kg.m}^{-3}$  et  $V_{\text{laittraiter}} = 75$  ou  $140 \text{ m}^3$  de lait à traiter par jour, en fonction des cas d'étude du chapitre V.

#### IV.3.2. Quantité de protéines sériques dans le lait

De façon identique au calcul de la quantité de protéines sérique dans le perméat, on détermine la quantité de protéines sériques dans le lait à traiter telle que :

CONFIDENTIEL

Avec  $C_{\text{SP},\text{milk}}$  la concentration en protéines sériques dans le lait,  $V_{\text{laittraiter}}$  le volume de lait à traiter,  $\rho_{\text{milk}}$  la masse volumique du lait. Dans ce travail, on considère  $C_{\text{SP},\text{milk}} = 5 \text{ g.kg}^{-1}$  et  $\rho_{\text{milk}} = 1032 \text{ kg.m}^{-3}$ .

## IV.4. Objectif de minimisation du coût d'investissement

L'objectif de minimisation du coût d'investissement (CI) a été formalisé par les experts tel que :

CONFIDENTIEL

Cet objectif dépend de 5 variables de décision que sont le débit de recirculation ( $Q_{\text{rec},n}$ ), le type de membranes (MT), le débit d'alimentation ( $Q_{\text{feed}}$ ), le facteur de réduction volumique ( $\text{VRR}_n$ ) et le flux de perméation ( $J_{p,n}$ ) (II.6.4.).

Suite à l'application de la méthode pour l'acquisition des données (division en blocs fonctionnels) relatives aux coûts, l'objectif a été mathématiquement défini tel que :

CONFIDENTIEL

Le  $\text{Coût}_{\text{alimentationEtRetentat}}$  correspond aux coûts d'investissements pour les zones d'alimentation et d'extraction rétentat de l'installation,  $\text{Coût}_{\text{totalEtages}}$  aux coûts des étages,  $\text{Coût}_{\text{reseauPermeat}}$  au coût des réseaux d'extraction du perméat,  $\text{Coût}_{\text{moduleConcentre}}$  aux coûts de la station de dosage pour le nettoyage (ce coût est considéré constant et  $\text{Coût}_{\text{moduleConcentre}} = 11\,295 \text{ €}$ ),  $\text{Coût}_{\text{EnvAmont}}$  aux coûts de la zone de stockage et préparation (mise à température de filtration) en amont de la microfiltration et  $\text{Coût}_{\text{EnvAval}}$  aux coûts de la zone aval de la microfiltration permettant le stockage des fractions.

L'explication détaillée du contenu de chacun de ces coûts sera présentée en début de chaque partie.

### IV.4.1. Coût du bloc alimentation et rétentat

L'équation (Eq. IV-18) permet de calculer le coût du bloc alimentation et rétentat. Ce coût diffère selon les technologies avec membranes organique ou céramique (Communication industrielle). Ce bloc est constitué de la cuve d'alimentation de l'installation, de la pompe d'alimentation, auquel vient s'ajouter un coût de structure permettant de prendre en compte la tuyauterie, des vannes et des capteurs. Ce coût de structure est fonction du débit d'alimentation de l'installation (= débit de la pompe d'alimentation) pour les membranes organiques (SW). En revanche, il est considéré constant pour les membranes céramiques. En effet, à l'heure actuelle, les membranes organiques sont mises en œuvre industriellement sans vannes de contre-pression ; sans cette vanne, l'industriel « subit » le flux de perméation des membranes lors de la production et du nettoyage. Par conséquent, en fonction du dimensionnement de chaque installation, le diamètre de tuyauterie et l'instrumentation associée varient fortement. Ce qui n'est pas le cas avec les membranes céramiques puisqu'il est possible de réguler le flux de perméation.

CONFIDENTIEL

avec  $Frais_{encadrement}$  : le coût économique des ressources humaines en gestion de projet, bureau d'étude et mise en service, considéré comme constant (valeur confidentielle);  
 $Ratio_{EASW}$  et  $Ratio_{EA}$ : les coûts d'automatisation des équipements sur les installations organique (SW) et céramique respectivement, coûts considérés comme constants (valeurs confidentielles).

Afin de résoudre l'équation (Eq. IV-18), le prix de la pompe d'alimentation et de la cuve de stockage sont explicités dans les deux paragraphes suivants.

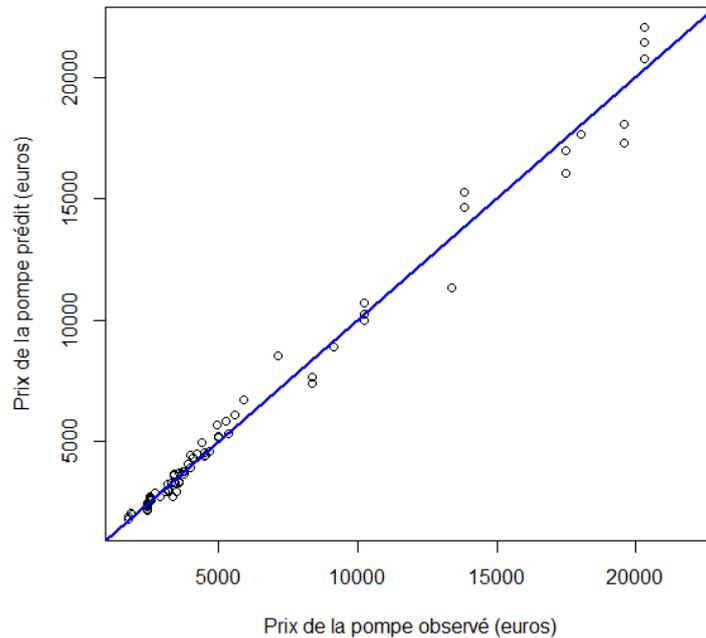
#### IV.4.1.1. Coût de la pompe d'alimentation

Le coût de la pompe d'alimentation et de l'ensemble des pompes de l'installation a été évalué à partir d'une consultation réalisée sur les pompes centrifuges de type LKH auprès du fournisseur Alfa Laval. La modélisation du coût de la pompe a été réalisée à partir de 78 observations pour un débit compris entre 5 et 460 m<sup>3</sup>.h<sup>-1</sup>, une pression d'alimentation comprise entre 0.9 et 10 bar et une puissance entre 0.75 et 110 kW. Dans ces conditions, le prix prédit est compris entre 1 830 et 22 100 €. La régression linéaire multiple donne l'équation suivante :

CONFIDENTIEL

avec  $debit_{pompeAlim}$  le débit de la pompe d'alimentation en m<sup>3</sup>.h<sup>-1</sup>,  $pression_{pompeAlim}$  la pression de la pompe d'alimentation en bar et 36 un facteur de conversion permettant d'avoir la  $Puissance_{pompeAlim}$  en kW.

Le modèle est globalement significatif (p-value < 2.2×10<sup>-16</sup>) et la qualité de la régression est donnée par R<sup>2</sup> = 0.9857 (Figure 40).



**Figure 40 : Prix d'une pompe prédit, par la régression linéaire multiple, en fonction du prix observé (Eq. IV-19)**

Le coût de la pompe d'alimentation dépend du débit d'alimentation, de la pression d'alimentation et de la puissance de la pompe. Le débit d'alimentation et la pression d'alimentation participent au dimensionnement de la pompe. Les valeurs retenues de ces grandeurs sont indiquées dans le Tableau 21 (Communication industrielle). La pression d'alimentation est fixée à 2 bar quel que soit la technologie membranaire. Le débit d'alimentation diffère selon la technologie (Voir IV.4.1.).

**Tableau 21 : Débits et pressions de la pompe d'alimentation en fonction du type de membrane avec  $Q_{\text{eauSW}}$  le flux à l'eau de la membrane organique, NM le nombre de modules sur l'installation et  $Q_{\text{feed}}$  le débit l'alimentation**

CONFIDENTIEL

La puissance installée de la pompe (c'est-à-dire, la puissance nécessaire au fonctionnement de la pompe) est calculée en multipliant la pression et le débit d'alimentation, corrigée du rendement de la pompe :

CONFIDENTIEL

avec

CONFIDENTIEL

La détermination du nombre de modules sur l'installation, NM fait l'objet d'un paragraphe spécifique (IV.4.1.3.)

#### IV.4.1.2. Coût de la cuve d'alimentation

Sur une installation de microfiltration, quel que soit le type de membranes, la cuve d'alimentation est une cuve non agitée dont le prix dépend de son volume. L'équation permettant de déterminer le prix de cette cuve est donnée par l'équation Eq. IV-22. Le volume ( $V_{\text{cuveAlim}}$  en L) est égal au volume mort de l'installation (Eq. IV-24) et doit être au minimum de 200L (Eq. IV-23).

CONFIDENTIEL

Le volume mort de l'installation est considéré dépendre exclusivement du volume mort de chacun des étages, en négligeant le reste de l'installation. Pour chaque étage, le volume mort est déterminé en considérant le volume mort de la pompe de recirculation et des connexions à la tuyauterie ( $V_{\text{mpompe}}$  ; communication industrielle), l'espace vide des carters ( $V_{\text{mcarter}}$  ; donnée fournisseur) et le volume des équipements environnant les carters i.e. le volume de la tuyauterie sur l'étage ( $V_{\text{menvcarter}}$  ; communication industrielle). Ces différents volumes dépendent du type de membrane. La détermination du nombre de module sur l'installation fait l'objet du paragraphe suivant. Dans le modèle, les volumes morts sont différenciés en fonction du type de membrane et les noms des constantes sont données dans le Tableau 22.

**Tableau 22 : Dénomination des variables permettant l'estimation du volume mort de l'installation en fonction du type de membranes (Eq. IV-24)**

CONFIDENTIEL

#### IV.4.1.3. Détermination du nombre de modules (NM)

Connaissant le nombre d'étages et leur surface membranaire respective, le calcul du nombre de modules membranaires, qui dépend du type de membrane, est :

CONFIDENTIEL

Avec  $A_k$  la surface membranaire par étage et  $AC_{MT}$  la surface membranaire d'un module, spécifique à chaque type de membrane (MT). Dans ce travail, on considère les données fournisseurs suivantes :  $AC_{SW} = 16.35 \text{ m}^2$ ,  $AC_{UTP} = 4.56 \text{ m}^2$  et la valeur de  $AC_{GP}$  qui dépend de la taille du carter choisi pour l'étude (Chapitre 5), est donnée par :

CONFIDENTIEL

avec  $MMGP$  le nombre de membrane pour un carter GP.

La surface membranaire d'une installation de microfiltration est fonction du facteur de réduction volumique (VRR), du débit d'alimentation ( $Q_{feed}$ ) et du flux de perméation ( $J_p$ ) pour des conditions de pression transmembranaire et vitesse d'écoulement tangentiel fixées (III.2.1.2.). La détermination de la surface est le résultat de l'intégration de l'équation :  $Q_{feed}/J_p = f(1/VRR)$ . Cette courbe est modélisée selon :

CONFIDENTIEL

Dans le cas de la membrane organique, le débit de recirculation à la membrane est préféré à la vitesse d'écoulement tangentielle afin de caractériser les conditions hydrodynamiques d'écoulement car il est difficile de mesurer et d'évaluer la vitesse d'écoulement tangentiel à la surface d'une membrane spirale.

De plus, d'après Jeantet et al. (2011), la surface membranaire par étage se calcule telle que :

$$A_k = \left( \frac{1}{VRR_{k-1}} - \frac{1}{VRR_k} \right) \frac{Q_{feed}}{Jp_k} \quad \text{Eq. IV-31}$$

En combinant les équations Eq. IV-28 et Eq. IV-31 L'équation permettant de définir la surface membranaire nécessaire sur chacun des étages de l'installation est :

CONFIDENTIEL

Les valeurs des coefficients  $\text{Coeff}$  et  $\text{acoeff}$  sont fonction de la pression transmembranaire et d'un terme représentant les conditions hydrodynamiques à la membrane (le débit de recirculation à la membrane pour la membrane organique et la vitesse d'écoulement tangentiel pour les membranes céramiques). Les données utilisées pour la régression linéaire multiple sont présentées en Annexe J. Les équations obtenues sont les suivantes :

CONFIDENTIEL

avec  $a$  et  $b$  les coefficients des facteurs pour les trois types de membranes (Tableau 23 et 24).

**Tableau 23 : Valeurs des facteurs  $a$ ,  $b$ ,  $c$  et  $d$  de l'équation (Eq. IV-33) traduisant  $\text{Coeff}$  en fonction de  $\text{TMP}_1$  et  $v$  ou  $\text{Qrec}_1$  selon le type de membrane (SW, GP et UTP)**

CONFIDENTIEL

**Tableau 24 : Valeurs des facteurs  $a$ ,  $b$ ,  $c$  et  $d$  de l'équation (Eq. IV-34) traduisant  $\text{acoeff}$  en fonction de  $\text{TMP}_1$  et  $v$  ou  $\text{Qrec}_1$  selon le type de membrane (SW, GP et UTP)**

CONFIDENTIEL

La vitesse d'écoulement tangentielle ( $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ ) dans le cas des membranes céramiques est donnée par :

CONFIDENTIEL

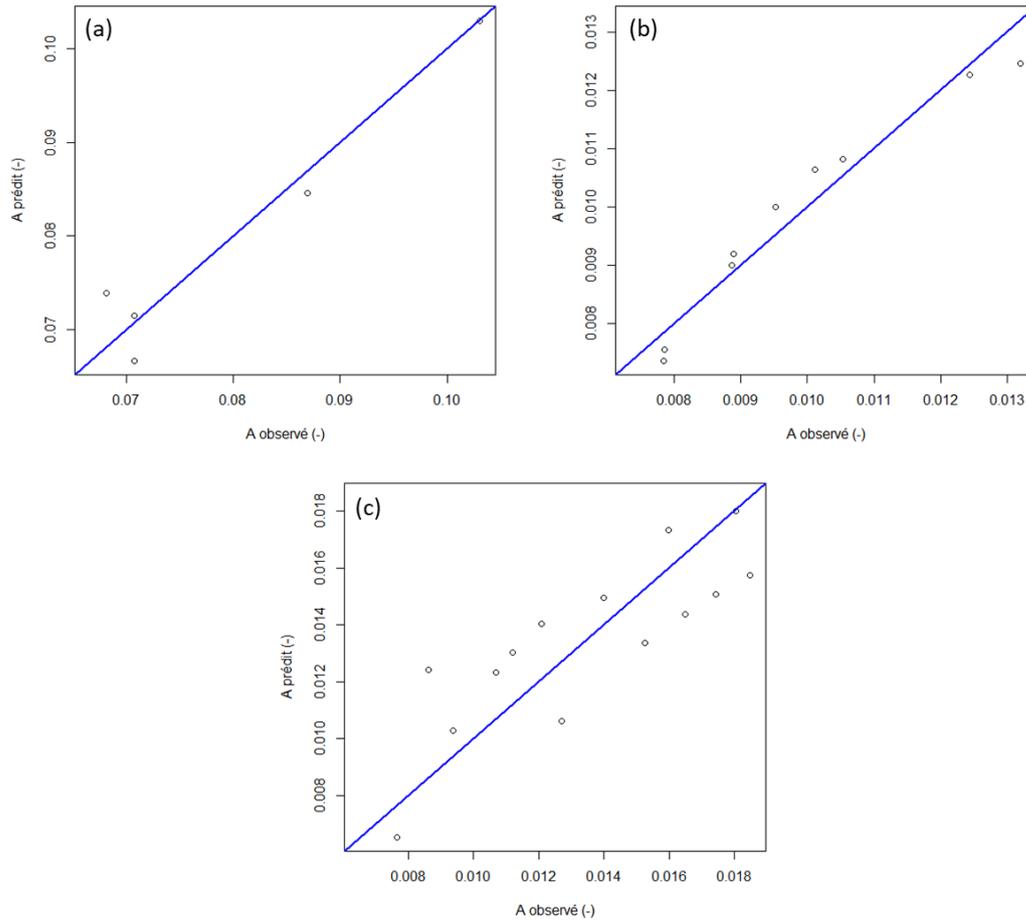
avec  $Q_{\text{rec1}}$  le débit de recirculation de référence pour un module de 7 membranes en  $\text{m}^3\cdot\text{h}^{-1}$ ,  $4\times 10^{-3}$  le diamètre des canaux de la membrane en mm.

Les modèles Coeff et acoeff pour la membrane SW ont été établis à partir de 5 observations pour une pression transmembranaire comprise entre 0.48 et 1.25 bar et un débit de recirculation entre 12 et 21  $\text{m}^3\cdot\text{h}^{-1}$ . Le modèle Coeff n'est pas globalement significatif ( $p\text{-value} = 0.06215$ ) et la qualité de la régression est donnée par  $R^2 = 0.9379$  (Figure 41a). Le modèle acoeff n'est pas globalement significatif ( $p\text{-value} = 0.02575$ ) et la qualité de la régression est donnée par  $R^2 = 0.9743$  (Figure 42a).

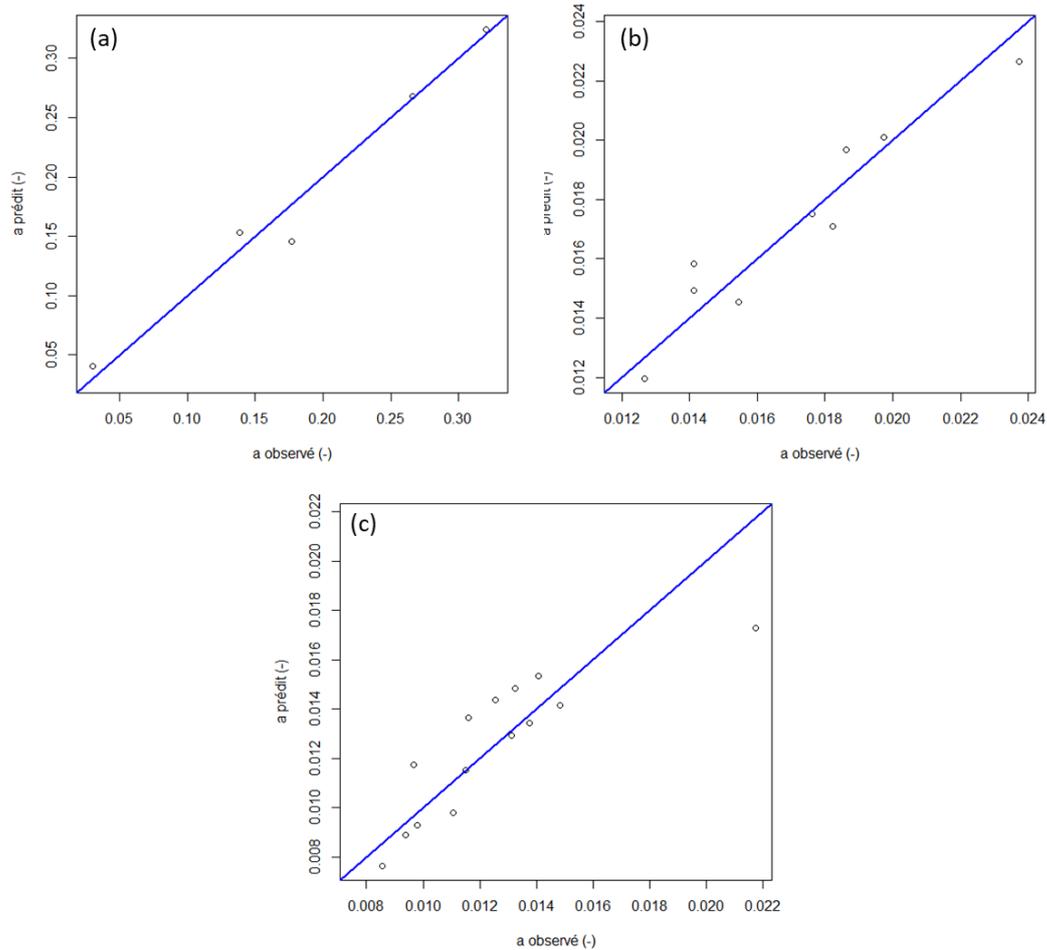
Les modèles Coeff et acoeff pour la membrane GP ont été établis à partir de 9 observations pour une pression transmembranaire comprise entre 0.8 et 1.40 bar et une vitesse d'écoulement tangentielle entre 6.65 et 7.15  $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ . Le modèle Coeff n'est globalement significatif ( $p\text{-value} = 0.0001723$ ) et la qualité de la régression est donnée par  $R^2 = 0.9444$  (Figure 41b). Le modèle acoeff est globalement significatif ( $p\text{-value} = 0.0007268$ ) et la qualité de la régression est donnée par  $R^2 = 0.9101$  (Figure 42b).

Les modèles Coeff et acoeff pour UTP ont été établis à partir de 14 observations pour une pression transmembranaire comprise entre 0.31 et 0.60 bar et une vitesse d'écoulement tangentielle entre 6.15 et 7.15  $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ . Le modèle Coeff est globalement significatif ( $p\text{-value} = 0.001913$ ) et la qualité de la régression est donnée par  $R^2 = 0.6795$  (Figure 41c). Le modèle acoeff est globalement significatif ( $p\text{-value} = 0.0009656$ ) et la qualité de la régression est donnée par  $R^2 = 0.717$  (Figure 42c).

Certains modèles ne sont pas globalement significatifs et sont basés sur un faible nombre de données. Cependant, les expérimentations afin d'obtenir plus de données demandent des travaux expérimentaux conséquent (III.2.1.2.). Les modèles sont intégrés à la modélisation mais il est nécessaire de les améliorer à posteriori.



**Figure 41 : Coeff (A) prédit, par la régression linéaire multiple, en fonction de Coeff (A) observé dans le jeu de données pour la membrane SW (a), la membrane GP (b) et la membrane céramique système UTP (c) (Eq. IV-33)**



**Figure 42 : acoeff (a) prédite, par la régression linéaire multiple, en fonction de acoeff (a) observé dans le jeu de données pour la membrane SW (a), la membrane GP (b) et la membrane céramique système UTP (c) (Eq. IV-34)**

#### IV.4.2. Coût du bloc étages

Le coût par étage ( $Cost_{total\ etages}$ ) comprend le coût de la pompe de circulation de l'étage, de la pompe pour assurer le co-courant perméat (uniquement dans le cas de l'UTP) et du coût de l'échangeur permettant le maintien de la température de filtration ( $Cost_{etageSansMembranes}$ ) auquel est associé un coût de structure (tuyauterie, vannes et capteurs) dépendant du débit de circulation ( $Q_{rec1}$ ) ( $Cost_{structureetage}$ ) ainsi que le coût des membranes et modules ( $Cost_{membranes}$ ).

L'équation (Eq. IV-36) permet de calculer le prix des étages en fonction du type de membrane.

CONFIDENTIEL

Ratio<sub>EASW</sub> et Ratio<sub>EA</sub>: les coûts d'automatisation des équipements sur les installations organique (SW) et céramique respectivement, coûts considérés comme constants (valeurs confidentielles).

#### IV.4.2.1. Coût étage sans membranes

Le calcul de  $Cout_{\text{etageSansMembranes}}$  prend en compte le coût de l'échangeur permettant de maintien de la température de filtration ( $Cout_{\text{echangeurmaintien}}$ ), le coût de la pompe de recirculation du rétentat ( $Cout_{\text{pompeEtage}}$ ) et un prix de structure permettant d'évaluer la tuyauterie, les vannes et les capteurs ( $Cout_{\text{structureetage}}$ ). Le  $Cout_{\text{etageSansMembranes}}$  s'exprime selon :

CONFIDENTIEL

avec

$Frais_{\text{encadrement}}$  : le coût économique des ressources humaines en gestion de projet, bureau d'étude et mise en service, considéré comme constant (valeur confidentielle);

$Cout_{\text{echangeurmaintien}}$  = le coût de l'échangeur de chaleur pour le maintien de la température sur les étages. Considérant que l'énergie à apporter sur les différents étages est peu dépendante des conditions opératoires utilisées, on considère l'échangeur identique sur tous les étages (n) et que le prix à l'unité est 3000 € (Communication industrielle).

CONFIDENTIEL

Le  $Cout_{\text{pompeEtage}}$  et  $Cout_{\text{structureetage}}$  font l'objet des deux parties suivantes.

##### IV.4.2.1.1. Coût pompe étage

$Cout_{\text{pompeEtage}}$ : Le coût des pompes de recirculation sur les étages est la somme des coûts individuels des pompes de chaque étage. Le prix de chaque pompe est déterminé comme pour la pompe d'alimentation de l'installation (IV.4.1.1.). Pour la membrane UTP, le nombre de pompes est doublé pour la mise en circulation du perméat. On pose l'hypothèse que la pompe de circulation du perméat est dimensionnée selon les mêmes caractéristiques que la pompe rétentat. Les équations sont les suivantes :

CONFIDENTIEL

avec

$debit_{\text{pompeEtage},k}$  est le débit de la pompe de recirculation de chaque étage dépend du nombre de lignes en parallèle sur l'étage et de la taille du module de filtration pour les membranes céramiques, cela se traduit par:

CONFIDENTIEL

CONFIDENTIEL

avec

$i_k$  le nombre de lignes de modules en parallèles sur un étage,

$Q_{rec,1}$  le débit de recirculation de référence pour un module de 7 membranes ;

$\frac{MMGP}{7}$  et  $\frac{19}{7}$  respectivement les facteurs de conversion pour passer d'un carter de 7 membranes (carter utilisé pour recueillir les données expérimentales) à un carter de 19 ou 37 membranes dans le cas GP ( $MMGP = 19$  ou  $37$ ) et un carter de 19 membranes dans le cas de l'UTP.

$pression_{pompeEtage,k}$  est la pression de la pompe de recirculation de chaque étage dépend du nombre de modules en série sur l'étage ( $j_k$ ) et de la perte de charge rétentat de l'étage ( $PCR_k$ ) cela se traduit par:

CONFIDENTIEL

La puissance et le rendement de la pompe sont calculés selon des équations similaires à la détermination de la puissance et du rendement pour la pompe d'alimentation (IV.4.1.1.).

CONFIDENTIEL

$PCR_k$  est la perte de charge rétentat ( $PCR_k$ ) qui est influencée par le facteur de réduction volumique (VRR) et le débit de recirculation ( $Q_{rec,1}$ ). Cette relation a été modélisée par une régression linéaire multiple par type de membrane avec le jeu de données présentés en Annexe K. (Eq. IV-47)

CONFIDENTIEL

Le Tableau 25 donne les valeurs des facteurs  $a$ ,  $b$ ,  $c$  des  $PCR_k$  en fonction des types de membrane (SW, GP et UTP).

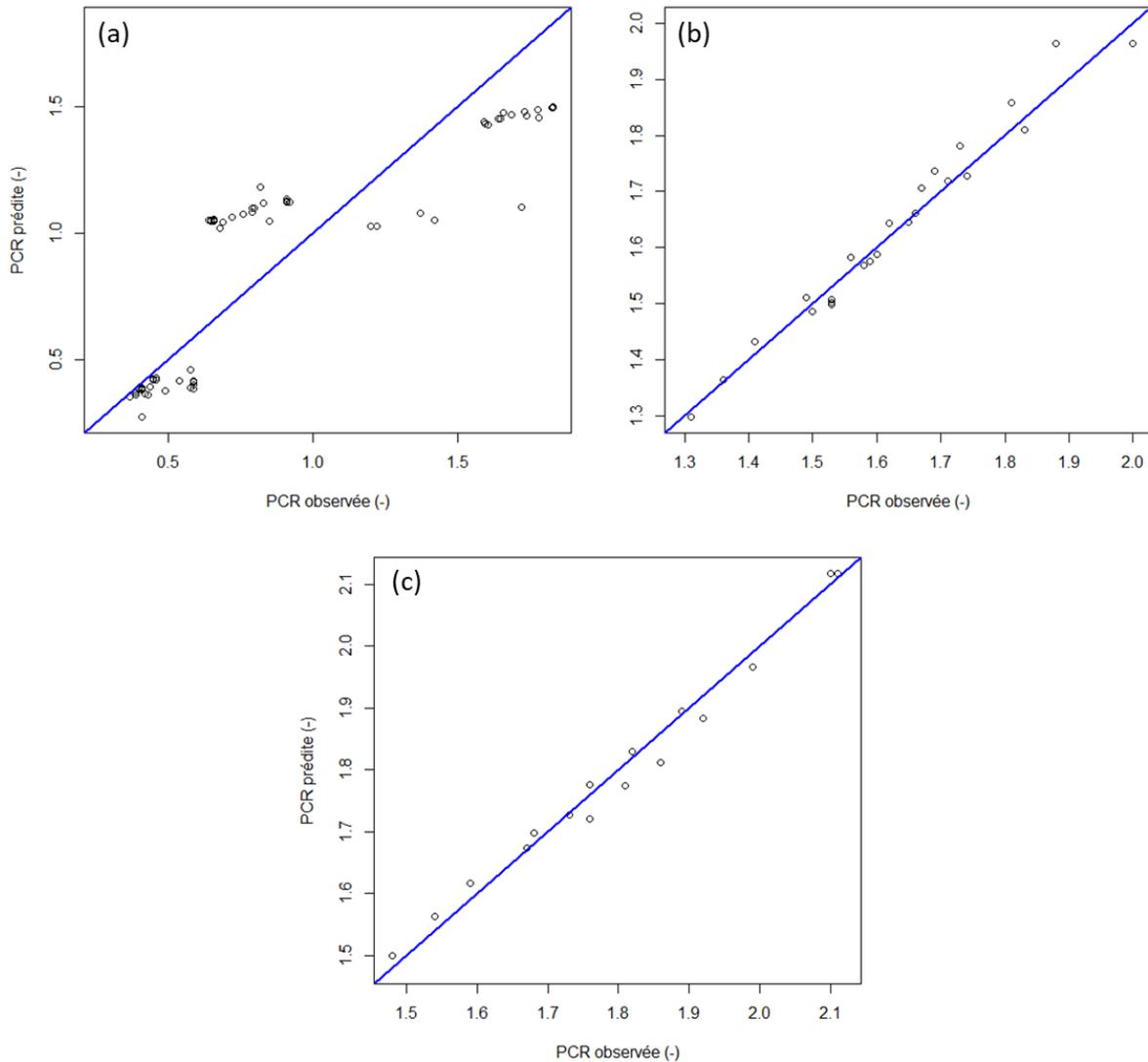
**Tableau 25 : Valeurs des facteurs a, b, c de l'équation de  $\text{PCR}_k$  (Eq. IV-47) en fonction de  $\text{VRR}_k$  et  $\text{Qrec},1$  pour les 3 types de membrane (SW, GP et UTP)**

CONFIDENTIEL

Le modèle SW de  $\text{PCR}_k$  a été établi à partir de 68 observations pour un VRR compris entre 1.0 et 3.0 et un débit de recirculation du rétentat compris entre 12 et 21  $\text{m}^3.\text{h}^{-1}$ . Par conséquent, la  $\text{PCR}_k$  calculée doit être comprise entre 0.37 et 1.83 bar. Le modèle de  $\text{PCR}_k$  pour SW est globalement significatif ( $p$ -value  $< 2.2 \times 10^{-16}$ ) et la qualité de la régression est donnée par  $R^2 = 0.7502$  (Figure 43a).

Le modèle GP de  $\text{PCR}_k$  a été établi à partir de 28 observations pour un VRR compris entre 1.5 et 3.5 et un débit de recirculation du rétentat compris entre 37 et 43  $\text{m}^3.\text{h}^{-1}$ . Par conséquent, la  $\text{PCR}_k$  calculée doit être comprise entre 1.31 et 2 bar. Le modèle de  $\text{PCR}_k$  pour GP est globalement significatif ( $p$ -value  $< 2.2 \times 10^{-16}$ ) et la qualité de la régression est donnée par  $R^2 = 0.9745$  (Figure 43b).

Le modèle UTP de  $\text{PCR}_k$  a été établi à partir de 21 observations pour un VRR compris entre 1.5 et 3.8 et un débit de recirculation du rétentat compris entre 37 et 43  $\text{m}^3.\text{h}^{-1}$ . Par conséquent, la  $\text{PCR}_k$  calculée doit être comprise entre 1.48 et 2.11 bar. Le modèle de  $\text{PCR}_k$  pour UTP est globalement significatif ( $p$ -value  $< 2.2 \times 10^{-16}$ ) et la qualité de la régression est donnée par  $R^2 = 0.9886$  (Figure 43c).



**Figure 43 : Perte de charge rétentat prédite, par la régression linéaire multiple, en fonction de la valeur de la perte de charge rétentat observé pour la membrane SW (a), la membrane GP (b) et la membrane céramique système UTP (c) (Eq. IV-47)**

#### IV.4.2.1.2. Coût Structure étage

Le coût économique de la structure des étages est lié au type de membrane (MT) et au débit de recirculation sur l'étage ( $Q_{rec,1}$ ). L'équation est la suivante (Communication industrielle) :

CONFIDENTIEL

CONFIDENTIEL

#### IV.4.2.2. Coût membranes

$Cout_{membranes}$  représente le coût des membranes et du carter inox associé sur tous les étages de l'installation. Il se définit, pour les trois types de membranes (membrane SW, GP (19 ou 37 membranes) et UTP) selon:

CONFIDENTIEL

#### IV.4.3. Coût du bloc des réseaux de perméats

$Cout_{reseauxPermeat}$  est le coût associé aux réseaux de perméat. Le nombre de réseaux correspond au nombre de modules en série par ligne. L'équation (Eq. IV-55) permet de calculer le cout des réseaux de perméat en fonction du nombre de réseaux de collecte des perméats ( $j_k$ ) et d'une pompe dans le cas de la membrane organique (Communication industrielle). Le prix d'un réseau de perméat est considéré comme une constante et prend en compte la tuyauterie, les vannes et capteurs.

CONFIDENTIEL

$Ratio_{EASW}$  et  $Ratio_{EA}$ : les coûts d'automatisation des équipements sur les installations organique (SW) et céramique respectivement, coûts considérés comme constants (valeurs confidentielles).

#### Calcul du prix de la pompe perméat :

La démarche pour calculer le prix de la pompe est identique aux calculs pour la pompe d'alimentation et les pompes sur les étages (IV.4.1.1.). Les équations sont les suivantes :

CONFIDENTIEL

#### IV.4.4. Coût du bloc de l'environnement amont de la microfiltration

*Coût<sub>EnvAmont</sub>* : Ce coût comprend le coût d'équipements indispensables à la mise en œuvre du lait : une cuve de stockage à l'entrée de l'atelier, un échangeur de chaleur pour réchauffer le lait à la température de filtration, un échangeur pour chamber le lait (maintien 20 min à la température de filtration) lait et une pompe de transfert. L'équation est la suivante :

CONFIDENTIEL

La surface de l'échangeur est déterminée selon la méthode classique dont les équations génériques sont données ci-dessous :

$$S_{\text{échangeur}} = \frac{Q_{\text{lait}} \cdot C_{p \text{ lait}} \cdot \Delta T_{\text{lait}}}{K \cdot \Delta_{TLM}} \quad \text{Eq. IV-67}$$

$$\Delta_{TLM} = \frac{((T_{e,chaud} - T_{s,froid}) - (T_{s,chaud} - T_{e,froid}))}{\ln\left(\frac{T_{e,chaud} - T_{s,froid}}{T_{s,chaud} - T_{e,froid}}\right)} \quad \text{Eq. IV-68}$$

$$\Delta T_{\text{eau}} = \frac{Q_{\text{lait}} \cdot C_{p \text{ lait}} \cdot \Delta T_{\text{lait}}}{Q_{\text{eau}} \cdot C_{p \text{ eau}}} \quad \text{Eq. IV-69}$$

Avec  $S_{\text{échangeur}}$  la surface de l'échangeur,

$Q_{\text{lait}}$  le débit de lait à réchauffer,

$C_{p \text{ lait}}$  la capacité calorifique du lait,  $\Delta T_{\text{lait}}$  la différence de température entre le lait en entrée et en sortie de l'échangeur,  $K$  le coefficient d'échange de chaleur,  $\Delta_{TLM}$  la moyenne logarithmique des pincements de température à chaque extrémité de l'échangeur,  $T_{e,chaud}$  et  $T_{s,chaud}$  respectivement les températures d'entrée et de sortie du fluide chaud,  $T_{e,froid}$  et  $T_{s,froid}$  respectivement les températures d'entrée et de sortie du fluide froid.

CONFIDENTIEL

- $Cost_{pompeAmont}$  : La démarche pour calculer le prix de la pompe est identique aux calculs pour la pompe d'alimentation, les pompes sur les étages et de la pompe perméat IV.4.1.1.). Les équations sont les suivantes :

CONFIDENTIEL

#### IV.4.5. Coût du bloc de l'environnement aval de la microfiltration

$Cost_{EnvAval}$  : Ce coût comprend le coût d'équipements nécessaires au stockage des perméat et rétentat obtenus par MF : une cuve de stockage rétentat, une cuve de stockage intermédiaire du perméat avant ultrafiltration, un refroidisseur à température de stockage pour le rétentat (4°C) et dans le cas des membranes céramique un refroidisseur à température de filtration de l'ultrafiltration (12°C). L'équation est la suivante :

CONFIDENTIEL

CONFIDENTIEL

Afin de déterminer le volume des cuves de stockage de perméat et de rétentat, il est nécessaire de déterminer le temps de filtration. Le temps de filtration est influencé par le débit d'alimentation et le type de membrane. En effet, la filtration avec des membranes céramiques ne doit pas excéder 8h avec une membrane céramique et 15h avec une membrane organique pour des raisons bactériologiques. Par bilan, on déduit l'équation suivante :

CONFIDENTIEL

- $Cout_{refroidisseurR} + Cout_{refroidisseurP}$  : Le coût des refroidisseurs perméat et rétentat est déterminé par l'équation Eq. IV-66 et la surface de l'échangeur avec les équations Eq. IV-70 à 72. Les températures du refroidisseur perméat sont exprimées par  $rpT$  et celles du rétentat par  $rrT$ ,  $e$  et  $s$  sont respectivement les indices d'entrée et de sortie de l'échangeur.

Appliquées au cas de du refroidisseur perméat, les équations deviennent :

CONFIDENTIEL

CONFIDENTIEL

## IV.5. Objectif de minimisation du coût de production

L'objectif de minimisation du cout de production (CPR) a été formalisé par les experts tel que :

CONFIDENTIEL

Cet objectif dépend de 5 variables de décision que sont le débit de recirculation ( $Q_{rec,n}$ ), le type de membranes (MT), le débit d'alimentation ( $Q_{feed}$ ), le facteur de réduction volumique ( $VRR_n$ ) et le flux de perméation ( $J_{pn}$ ) (II.6.5.).

Dans une première approche, le coût de la main d'œuvre n'a pas été pris en compte. Suite à l'application de la méthode pour l'acquisition des données (division en blocs fonctionnels) relatives aux coûts, l'objectif a été mathématiquement défini tel que :

CONFIDENTIEL

Les deux parties suivantes présentent les coûts des consommations d'utilités ( $CO_{utilité}$ ) et ceux de la maintenance ( $CO_{maintenance}$ ).

### IV.5.1. Coût de l'énergie

- Consommation électrique liée à l'utilisation des pompes et de l'eau glacée

La consommation électrique liée à l'utilisation des pompes est calculée en faisant la somme des puissances des pompes utilisées lors des phases de production et de nettoyage pour 24h. La consommation pour la production de l'eau glacée utilisée dans les refroidisseurs sur les lignes d'extraction de perméat et de rétentat sont estimées en calculant la puissance thermique nécessaire ( $Q \cdot C_p \cdot \Delta T$ ). La consommation électrique pour l'utilisation des pompes et la production de l'eau glacée est sommée pour avoir une estimation de la consommation électrique de l'installation.

- Consommation d'eau

La consommation de l'eau pour une phase de production et une phase de nettoyage et désinfection est estimée en fonction du volume mort de l'installation et du nombre de volume d'eau nécessaire à la réalisation du protocole de nettoyage et désinfection. Le nombre de volume mort d'eau nécessaire au nettoyage est estimé à 26 pour la membrane organique contre 24 pour les membranes céramiques (Communication industrielle).

- Consommation de vapeur

La consommation de vapeur est liée à l'étape de nettoyage et désinfection de l'installation. La quantité de vapeur nécessaire dépend des températures auxquelles doivent être utilisés les détergents. Pour chaque détergent, il faut calculer la puissance thermique nécessaire à réchauffer le produit ( $Q \cdot C_p \cdot \Delta T$ ) ainsi que la chaleur latente de vaporisation de l'eau à la pression de vapeur souhaitée. Lors d'un nettoyage et pour un détergent quelconque la formule est :

CONFIDENTIEL

Avec  $m_{eau}$  la masse d'eau mise en œuvre à l'utilisation du détergent,  $Cp_{eau}$  la capacité calorifique de l'eau,  $T_{détergent}$  la température d'utilisation du détergent,  $T_{eau}$  la température à laquelle l'eau est disponible en utilité.

Appliqué au cas de la microfiltration le cout des utilités est calculé avec l'équation suivante :

CONFIDENTIEL

CONFIDENTIEL

#### IV.5.2. Coût de la maintenance

Le coût économique de la maintenance est exprimé en fonction d'une part du ratio de maintenance appliqué au coût d'investissement qui permet de définir les frais sur toute l'installation (à l'exception du coût des membranes) et d'autre part, un terme permettant de prendre en compte le coût de renouvellement des membranes. L'équation permettant de déterminer le coût de la maintenance est la suivante :

CONFIDENTIEL

#### IV.6. Conclusion

Dans ce chapitre, les cinq fonctions objectif du problème d'optimisation de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  du lait ont été modélisées. Les données expérimentales utilisées pour la modélisation ne sont pas représentatives de l'ensemble du système et permettent uniquement la modélisation sur un domaine de validité. De ce fait, les domaines de validité vont sensiblement contraindre l'optimisation. Ces fonctions seront optimisées (minimiser ou maximiser) par l'algorithme d'optimisation, i.e. PSO. Le Chapitre 5 présentera un cas d'application pour lequel l'optimisation, puis le processus d'aide à la décision seront réalisés.

## CHAPITRE 5 : OPTIMISATION ET AIDE A LA DECISION

Le modèle des objectifs de l'optimisation a été établi dans le chapitre précédent ; toutes les étapes de la démarche qui précèdent l'optimisation ont été complétées. Ce chapitre propose l'optimisation du problème multiobjectif de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  ainsi que l'étape d'aide à la décision associée. Une première partie propose quelques rappels sur le cadre de l'optimisation ainsi que les valeurs des constantes impliquées dans les fonctions objectif. La deuxième partie décrit le paramétrage de l'algorithme d'optimisation et de l'aide à la décision. Enfin la troisième partie expose d'une part, les résultats de l'optimisation de façon globale et par type de membrane et d'autre part les résultats des meilleures solutions obtenues par l'aide à la décision. Le dernier paragraphe de cette troisième partie est consacré à l'étude de sensibilité de deux constantes utilisées dans les fonctions objectif que sont le volume de lait à traiter (quel que soit le type de membrane) et le nombre de membranes par module pour la membrane céramique GP.

### V.1. Rappels sur le cadre de l'étude et établissement des constantes

Le cadre de l'optimisation multiobjectif de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  de ce travail a été défini dans la partie I.5.2. (Définition du cas d'étude). Des hypothèses et des choix ont été formulés afin, dans une première approche, de simplifier le problème multiobjectif. Lors de l'acquisition des données et de la modélisation, des hypothèses supplémentaires ont été formulées, en particulier pour les modèles permettant le dimensionnement de l'installation. Les hypothèses et choix majeurs à garder en mémoire pour la lecture de ce chapitre sont les suivants :

- Un module est composé de 1 membrane organique SW, 37 membranes céramique GP ou 19 membranes céramique avec le système UTP.
- La pression transmembranaire est la même sur tous les modules et tous les étages de l'installation.
- La vitesse d'écoulement tangentiel à la membrane est la même sur tous les modules et tous les étages. Cela n'implique pas que le débit de recirculation de l'étage soit le même sur tous les étages. En effet, le débit de recirculation de l'étage dépend à la fois de la vitesse d'écoulement tangentiel à la membrane mais également de l'agencement des modules sur l'étage et en particulier du nombre de lignes en parallèle sur un étage.
- Le coût d'investissement est calculé pour l'opération unitaire de microfiltration mais également pour l'environnement amont et aval (collecte et refroidissement des rétentat et perméat).
- Le coût de production est calculé sur un an pour une production et un nettoyage par jour avec une membrane organique et pour deux productions et deux nettoyages par jour avec les membranes céramiques (UTP et GP).

En plus des hypothèses, de nombreuses constantes ont été nécessaires à une formulation simplifiée du problème multiobjectif qui sinon est trop complexe. Les constantes peuvent être divisées en deux catégories : les constantes tautologiques dont la valeur reste vraie quel que soit le contexte de l'utilisation des équations telle que la concentration en caséines initiale du lait et les constantes ponctuelles dont la valeur peut varier dans le temps telles que les coûts des utilités. Les constantes sont résumées dans le Tableau 28. L'optimisation universelle de l'opération unitaire de MF 0.1  $\mu\text{m}$  nécessite la formulation du problème sans hypothèses ni choix et suppose d'avoir la connaissance

nécessaire à l'utilisation de tout ce qui est variable comme variable et donc étendre la description des relations entre les variables du modèle et entre les variables et les objectifs de l'optimisation de la microfiltration. Ici le problème multiobjectif, les fonctions objectif et les résultats de l'optimisation, bien que généralisables, sont le reflet des hypothèses et des choix qui déterminent le cadre de l'étude.

**Tableau 28 : Valeurs des constantes du modèle des objectifs d'optimisation de la microfiltration 0.1  $\mu\text{m}$**

CONFIDENTIEL

## V.2. Matériels et méthodes

### V.2.1. Optimisation multiobjectif

Les cinq objectifs de l'optimisation sont la maximisation de la concentration en caséines dans le rétentat, de la concentration en protéines sériques dans le perméat et du rendement de récupération en protéines sériques dans le perméat ainsi que la minimisation des coûts d'investissement et de fonctionnement. Les variables de décision et les contraintes associées sont résumées dans le Tableau 29. OMOPSO, une version multiobjectif de PSO a été utilisée pour résoudre ce problème ( Reyes-Sierra et Coello Coello, 2005). Le paramétrage suivant a été utilisé :

Nombre de répétitions de l'algorithme : 10

Condition d'arrêt : atteindre 10 000 000 évaluations de solutions

Taille de la population : 100

Coefficient d'inertie : aléatoire entre 0.1 et 0.5

Coefficient  $c_1$  : aléatoire entre 1.5 et 2

Coefficient  $c_2$  : aléatoire entre 1.5 et 2

Voisinage global

**Tableau 29 : Variables de décision du problème d'optimisation de MF 0.1  $\mu\text{m}$**

Variable	Libellé	Type	Contraintes
$Q_{feed}$	Débit d'alimentation	Réel	$5 \leq Q_{feed} \leq 20$
$MT$	Type de membrane	Symbolique : {SW, GP, UTP}	
$Q_{rec1}$	Débit de circulation de l'étage 1	Réel	si $MT = SW$ alors $12 \leq Q_{rec1} \leq 21$ si $MT = GP$ ou $UTP$ alors $37 \leq Q_{rec1} \leq 43$
$J_{p1}$	Flux de perméation de l'étage 1	Réel	si $MT = SW$ alors $5 \leq J_{p1} \leq 20$ si $MT = GP$ ou $UTP$ alors $50 \leq J_{p1} \leq 120$
$n$	Nombre d'étages	Entier	$0 < n \leq 5$
$VRR_k$	Facteur de réduction volumique de l'étage k	Réel	Si $n = k$ Alors $1 < VRR_1 \dots < VRR_k \leq 3$ Si $n > k$ alors $1 < VRR_1 \dots < VRR_k \dots < VRR_n \leq 3$
$j_k$	Nombre de modules en série par ligne en parallèle de l'étage k	Entier	$1 \leq j_k \leq 4$

### V.2.2. Aide à la décision

Le recours à AHP va permettre de hiérarchiser le grand nombre solutions Pareto-optimales composant le front de Pareto (qui peuvent être de plusieurs centaines) en intégrant les préférences des décideurs. La microfiltration est utilisée par les industriels laitiers afin de fractionner les protéines du lait et de valoriser soit la fraction rétentat composée de caséines soit la fraction perméat composée de protéines sériques. Afin de refléter au mieux les préférences des industriels, trois cas d'études ont été définis.

Scénario 1 : L'industriel souhaite valoriser les caséines du rétentat comme c'est le cas pour la transformation fromagère.

Scénario 2 : L'industriel souhaite valoriser les protéines sériques pour la fabrication d'ingrédients pour la nutrition infantile.

Scénario 3 : L'industriel souhaite valoriser simultanément les caséines du rétentat et les protéines sériques.

Afin de guider le décideur dans le choix parmi les solutions Pareto-optimales, il est nécessaire de définir les critères de décision et les préférences associées à chacun d'eux. Dans ce travail, les critères utilisés dans l'aide à la décision correspondent aux objectifs de l'optimisation multiobjectif. De nombreuses autres solutions sont possibles, et seront mentionnées en perspectives de ce travail. En fonction du scénario, les préférences sur les critères diffèrent. Le Tableau 30 donne l'importance de chaque critère selon les 3 scénarios ; plus un critère est jugé important plus la note qui lui est attribuée est grande. Pour chacun des critères, une échelle de désirabilité a été construite afin de retranscrire le caractère non linéaire des performances associées à chaque critère. Par exemple un rendement de récupération de protéines sériques dans le perméat de 0.6 n'induit pas une désirabilité 2 fois plus importante (i.e. 2 fois plus souhaitable) qu'un taux de 0.3. Le Tableau 31 expose les règles de définition de la note de désirabilité en fonction de la valeur de la variable associée au critère. L'échelle a été construite telle que les résultats fournis par la méthode soient significatifs pour toutes les solutions issues de l'optimisation, quel que soit le type de membrane utilisée. Cette échelle est identique quel que soit le scénario étudié.

**Tableau 30 : Préférences sur les critères d'aide à la décision en fonction des scénarios**

Critère	Importance des critères		
	Scénario 1	Scénario 2	Scénario 3
Concentration en caséines sur extrait sec dans le rétentat	9	1	9
Concentration en protéines sériques sur extrait sec dans le perméat	1	9	9
Rendement de récupération en protéines sériques dans le perméat	1	9	9
Coût d'investissement	7	7	1
Coût de production	7	7	1

**Tableau 31 : Echelle de désirabilité liée à chaque critère**

CONFIDENTIEL

### V.3. Solutions Pareto-optimales de la MF 0.1 $\mu\text{m}$

#### V.3.1. Analyse globale des solutions

L'optimisation du problème multiobjectif de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  a permis d'identifier 178 solutions Pareto-optimales. Parmi ces solutions, 53 % sont des solutions avec la membrane organique SW, 11 % avec la membrane céramique GP et 36 % avec la membrane céramique, système UTP. Les solutions Pareto-optimales relatives aux types de membrane ne sont pas distribuées de façon homogène ; plus de la moitié des solutions Pareto-optimales sont relatives à la membrane organique SW. Du fait de la limitation de l'espace des solutions due aux jeux de données utilisés pour la modélisation des objectifs, il est possible que l'espace des solutions soit moins contraint pour les membranes organiques que pour les membranes céramiques. Il est possible que les solutions avec membranes céramiques soient préférées par l'industriel par rapport aux autres solutions Pareto-optimales en raison de leurs performances supérieures aux membranes organiques en termes de flux de perméation et de transmission des protéines sériques. Il conviendra de vérifier ce point lors de l'aide à la décision.

La figure 44 représente la valeur des variables de décision et des objectifs de l'optimisation. Pour plus de lisibilité, la figure 45 représente la valeur des objectifs de l'optimisation, le nombre d'étages et le facteur de réduction volumique de l'installation en fonction du type de membranes.

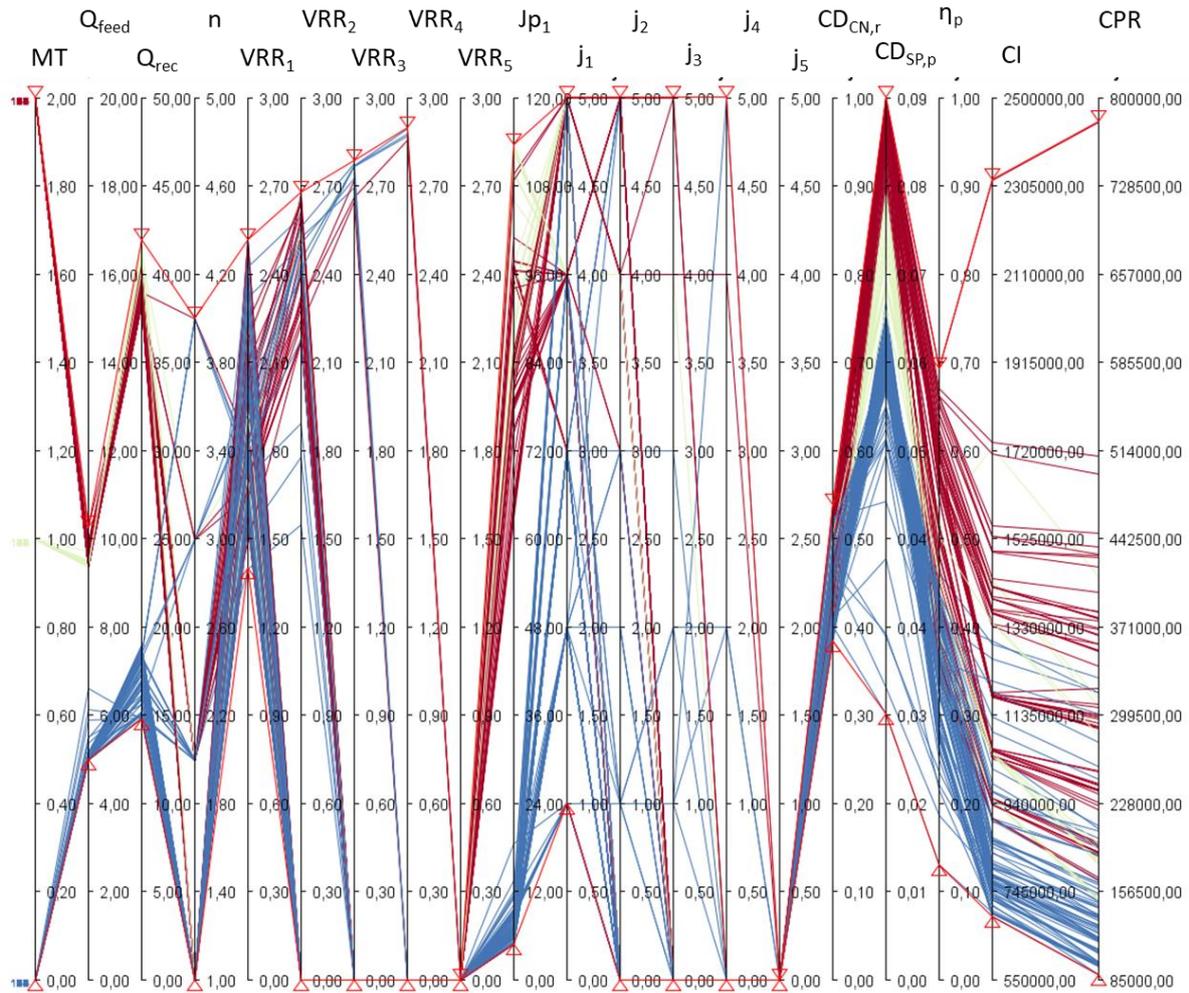
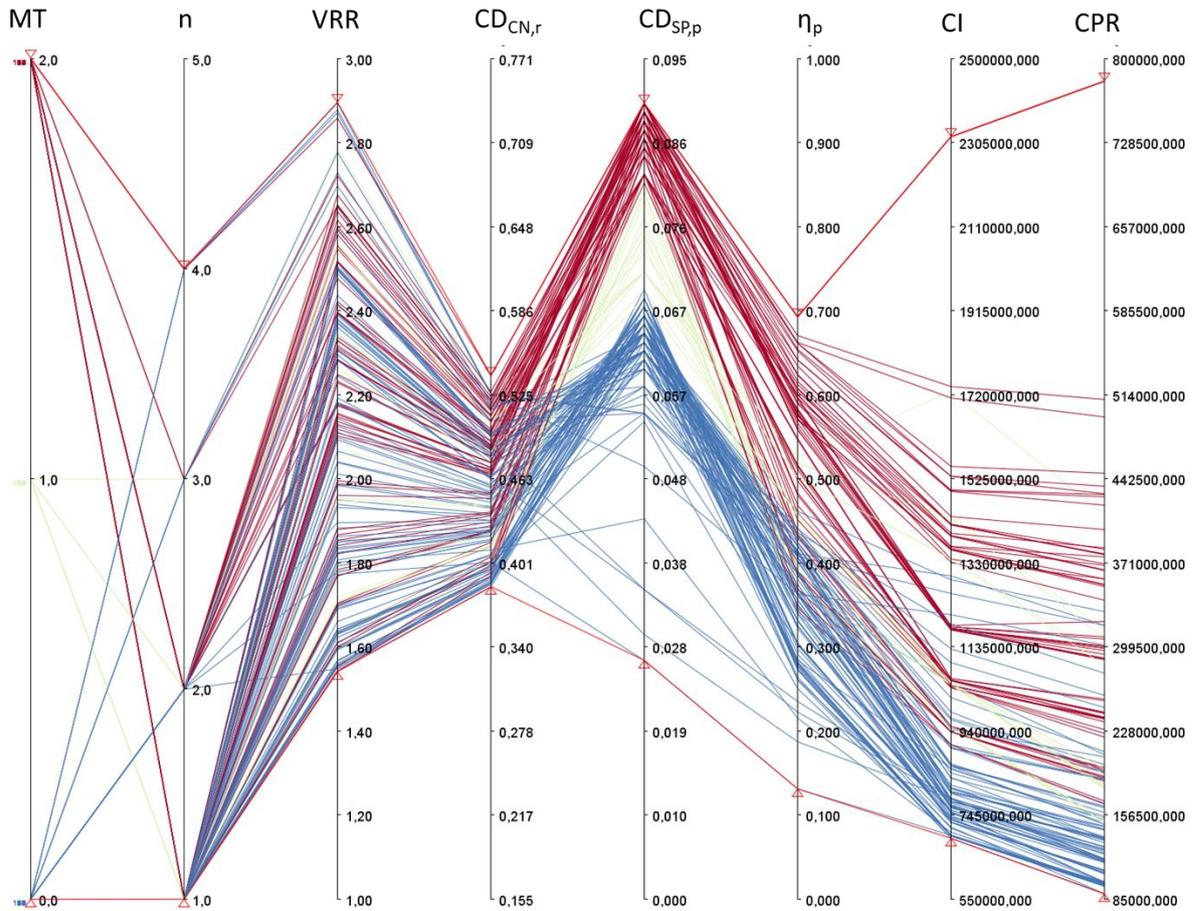


Figure 44 : Représentation graphique des valeurs des variables de décision (voir V.2.1.) et des objectifs de l'optimisation (II.3.1.) de la microfiltration 0.1 µm en fonction du type de membrane (MT) : organique SW en bleu, céramique GP en beige et céramique avec système UTP en bordeaux.



**Figure 45: Représentation graphique des solutions de l'optimisation de la MF 0.1 µm en fonction du type de membrane (MT) : organique SW en bleu, céramique GP en beige et céramique avec système UTP en bordeaux : n est le nombre d'étages, VRR le facteur de réduction volumique,  $CD_{CN,r}/DM_R$  la concentration en caséines sur extrait sec dans le rétentat en  $g.kg^{-1} DM$ ,  $CD_{SP,p}/DM_p$  la concentration sur extrait sec des protéines sériques dans le perméat en  $g.kg^{-1} DM$ ,  $\eta_p$  le rendement de récupération en protéines sériques dans le perméat (-), CI le coût d'investissement en € CPR le coût de production en €.**

Quel que soit le type de membrane et le nombre d'étage, le facteur de réduction volumique de l'installation est compris entre 1.5 et 2.9. Du point de vue de la concentration en caséines, et quel que soit le type de membrane, les solutions sont réparties de façon plutôt homogène entre 0.38 et 0.55  $g.kg^{-1} DM$ . Par exemple, pour un facteur de réduction volumique de 2.85 et une transmission en protéines sériques dans le perméat de 0.7, la concentration en caséines sur extrait sec dans le rétentat est de 0.54  $g.kg^{-1} DM$ . En revanche, pour les deux objectifs qui caractérisent la concentration en protéines sériques sur extrait dans le perméat et le rendement de récupération associé, les membranes céramiques et en particulier la membrane avec système UTP donnent les meilleurs concentration ( $>0.075 g.kg^{-1} DM$ ), et rendement ( $>0.5$ ) devant la membrane organique (respectivement  $<0.069 g.kg^{-1} DM$  et  $<0.45$ ). La concentration en protéines sériques sur extrait sec et le rendement de récupération de ces protéines dans le perméat obtenus avec la membrane céramique GP sont globalement des valeurs intermédiaires aux valeurs obtenues avec la membrane céramique avec le système UTP et la membrane organique. Du fait du co-courant mis en œuvre pour le système UTP et en particulier de la pompe perméat supplémentaire nécessaire par étage, il n'est pas surprenant

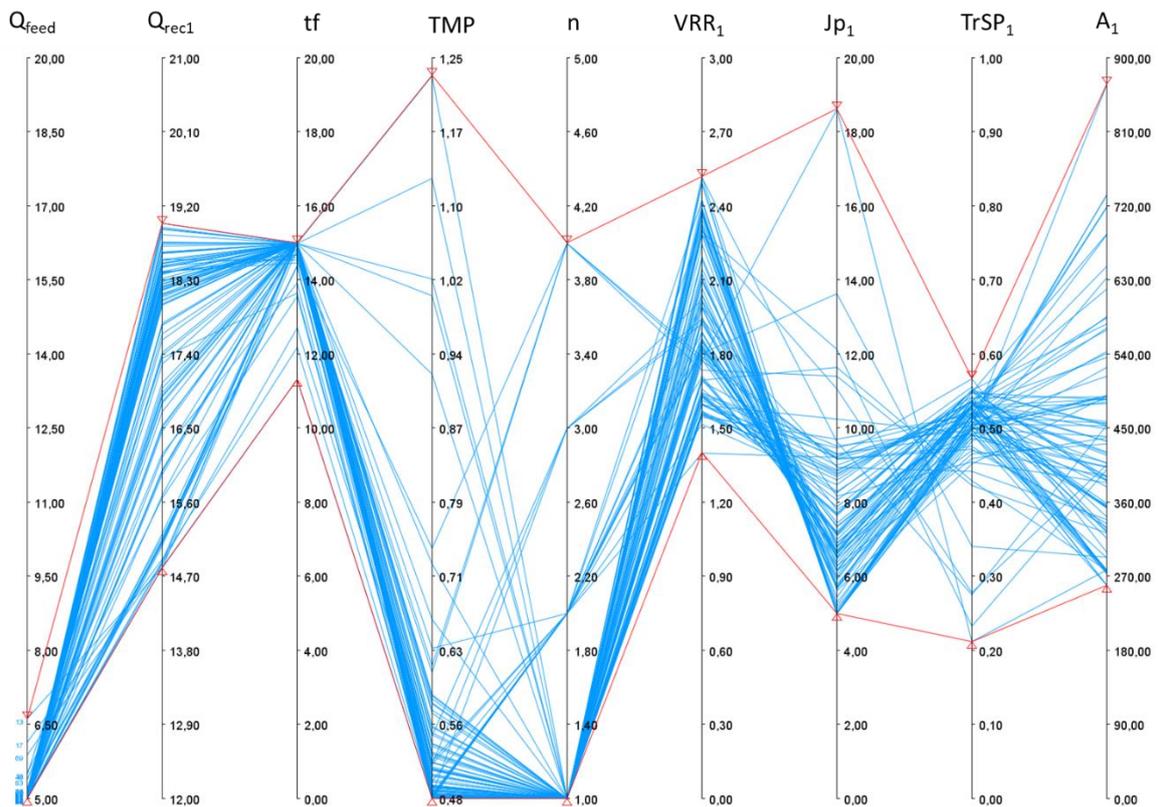
que les solutions obtenues avec la membrane céramique système UTP soient les plus chères en investissement (entre 1 et 2.5 millions d'€) et en production (entre 150 000 et 800 000 €/an). A l'inverse, les membranes organiques n'ont pas les meilleures performances en termes de concentration et rendement de récupération des protéines sériques mais leurs faibles coûts à l'investissement et en production leur permettent de concurrencer les membranes céramiques. Ces tendances, qui ressortent de l'analyse globale des solutions de l'optimisation, confortent les connaissances actuelles des experts du domaine.

Quel que soit le type de membrane, les solutions avec 1 ou 2 étages sont les plus nombreuses ; le nombre d'étages de l'installation n'atteint jamais 5 alors que cette configuration est courante industriellement, (du moins à notre connaissance) sur les installations de MF équipées de membranes céramiques et conçues pour atteindre des facteurs de réduction volumique de 3.2 à 3.5. Les solutions avec un seul étage utilisent majoritairement la membrane organique SW alors que les solutions à 2 étages utilisent la membrane céramique UTP. Les solutions avec 3 ou 4 étages sont peu nombreuses. Le nombre d'étages est calculé à partir du modèle établi pour le dimensionnement de la surface membranaire de chaque type de membrane (Eq. IV-32). L'établissement de ce modèle repose sur les données expérimentales de  $J_p$  en fonction de FRV obtenues à pression transmembranaire constante pour les différents types de membranes et différentes conditions opératoires ( $Q_{rec}$ , etc). Ces données sont en effet utilisées pour estimer les aires membranaires à mettre en œuvre sur chacun des étages. L'écart observé entre les solutions proposées (qui ont peu d'étages) et les installations industrielles de notre connaissance peut provenir : 1) du manque de données, et donc de l'imprécision des jeux de données utilisés pour la modélisation et des hypothèses simplificatrices qui ont dû être posées; il n'y avait que peu de données disponibles sur le flux de perméation en fonction du facteur de réduction volumique à pression transmembranaire constante; 2) du manque de données à des facteurs de réduction volumique au-delà de 3.0; Les installations industrielles sont généralement conçues pour atteindre des FRV de l'ordre de 3.5. Entre  $FRV = 3.0$  et  $3.5$ , le comportement rhéologique des concentrés de micelles de caséines change drastiquement pour devenir non newtonien, ce qui se traduit par de fortes chutes de  $J_p$  dans ces plages de FRV. Une forte chute de flux aux forts FRV conduit (selon le principe de minimisation de l'aire membranaire définie par la courbe  $Q_{feed}/J_p = f(1/FRV)$  (Eq. IV-28)) à un nombre d'étages théorique plus élevé ; 3) des hypothèses faites sur les calculs de coût d'investissement et de production retenues dans ce travail. Plus le nombre d'étages est élevé, plus l'impact financier est élevé. Les solutions proposées répondent donc à un coût par étage minimisé.

Les solutions Pareto-optimales ont été triées par type de membrane afin de mieux comprendre les conditions opératoires utilisées, les performances obtenues en termes de flux de perméation et de transmission des protéines sériques et décrire le dimensionnement de l'installation en fonction du nombre d'étages et de la surface membranaire des étages.

### V.3.2. Analyse des solutions pour la membrane organique

Les solutions Pareto-optimales avec la mise en œuvre de la membrane organique SW ont été isolées dans le jeu de données ; les conditions opératoires et variables rencontrées sur le premier étage sont présentées sur la Figure 46, sur le deuxième étage sur la Figure 47, sur le troisième étage sur la Figure 48 et sur le quatrième étage sur la Figure 49. Il n’y a pas de solutions avec cinq étages. Sur chacune de ces figures, les valeurs de n ne font pas référence à l’étage en particulier mais au nombre d’étage de l’installation.



**Figure 46 : Résultats obtenus pour l’étage 1 avec les solutions de l’optimisation de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  pour la membrane organique SW avec**  
 **$Q_{\text{feed}}$  le débit d’alimentation en  $\text{m}^3.\text{h}^{-1}$ ,**  
 **$Q_{\text{rec1}}$  le débit de recirculation à la membrane en  $\text{m}^3.\text{h}^{-1}$ ,**  
 **$t_f$  le temps de filtration en h,**  
**TMP la pression transmembranaire en bar,**  
**n le nombre d’étages,**  
 **$VRR_1$  le facteur de réduction volumique de l’étage 1,**  
 **$J_{p1}$  le flux de perméation de l’étage 1 en  $\text{L}.\text{h}^{-1}.\text{m}^{-2}$ ,**  
 **$TrSP_1$  la transmission de l’étage 1**  
 **$A_1$  la surface membranaire de l’étage 1.**

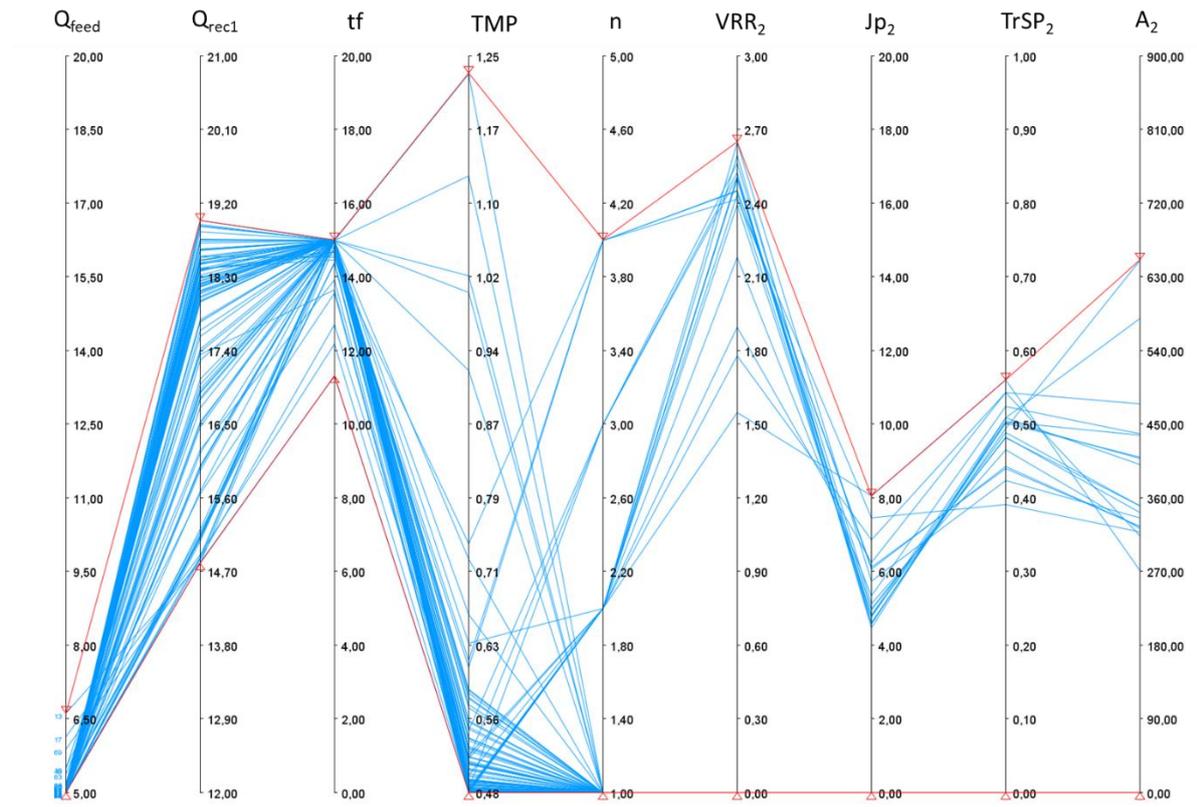
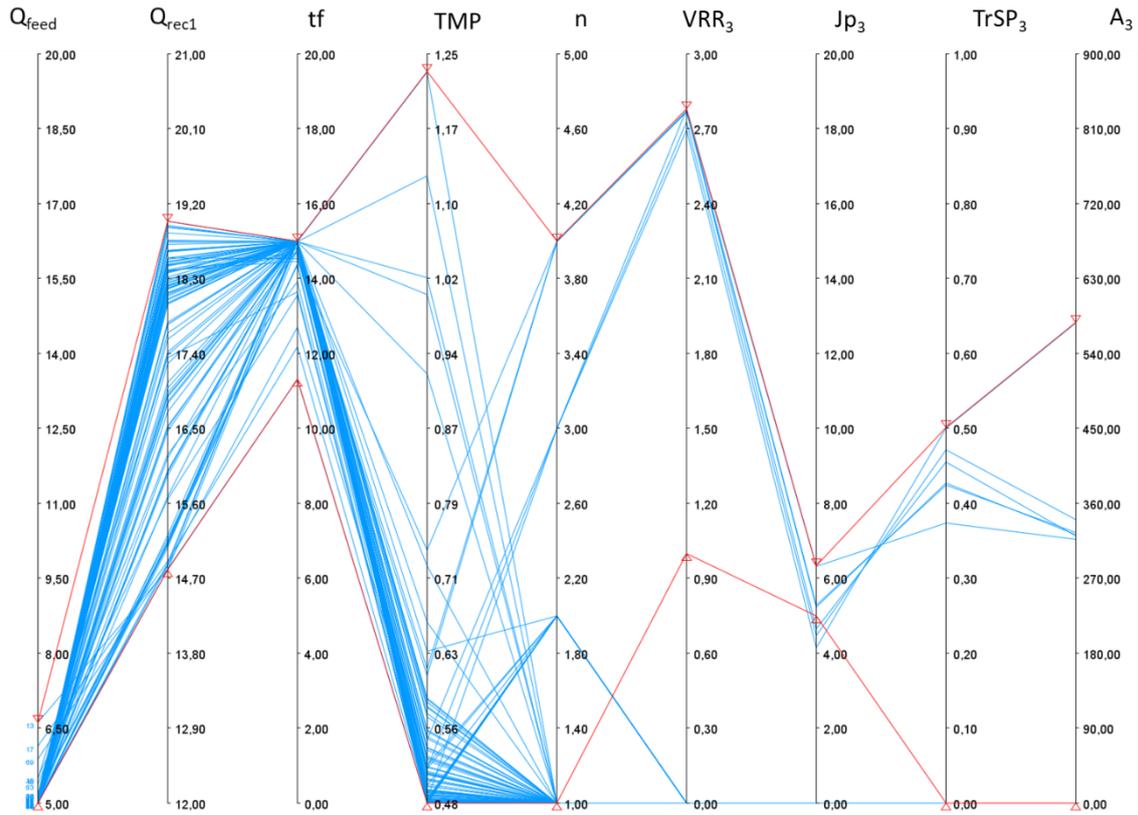


Figure 47 : Résultats obtenus pour l'étage 2 avec les solutions de l'optimisation de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  pour la membrane organique SW avec

- $Q_{\text{feed}}$  le débit d'alimentation en  $\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ ,
- $Q_{\text{rec1}}$  le débit de recirculation à la membrane en  $\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ ,
- $t_f$  le temps de filtration en h,
- TMP la pression transmembranaire en bar,
- n le nombre d'étages,
- VRR<sub>2</sub> le facteur de réduction volumique de l'étage 2,
- $J_{p2}$  le flux de perméation de l'étage 2 en  $\text{L} \cdot \text{h}^{-1} \cdot \text{m}^2$ ,
- TrSP<sub>2</sub> la de transmission de l'étage 2
- $A_2$  la surface membranaire de l'étage 2 en  $\text{m}^2$ .



**Figure 48 : Résultats obtenus pour l'étage 3 avec les solutions de l'optimisation de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  pour la membrane organique SW avec**  
 **$Q_{\text{feed}}$  le débit d'alimentation en  $\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ ,**  
 **$Q_{\text{rec1}}$  le débit de recirculation à la membrane en  $\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ ,**  
 **$t_f$  le temps de filtration en h,**  
**TMP la pression transmembranaire en bar,**  
 **$n$  le nombre d'étages,**  
 **$VRR_3$  le facteur de réduction volumique de l'étage 3,**  
 **$J_{p3}$  le flux de perméation de l'étage 3 en  $\text{L} \cdot \text{h}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$ ,**  
 **$TrSP_3$  la transmission de l'étage 3**  
 **$A_3$  la surface membranaire de l'étage 3 en  $\text{m}^2$ .**

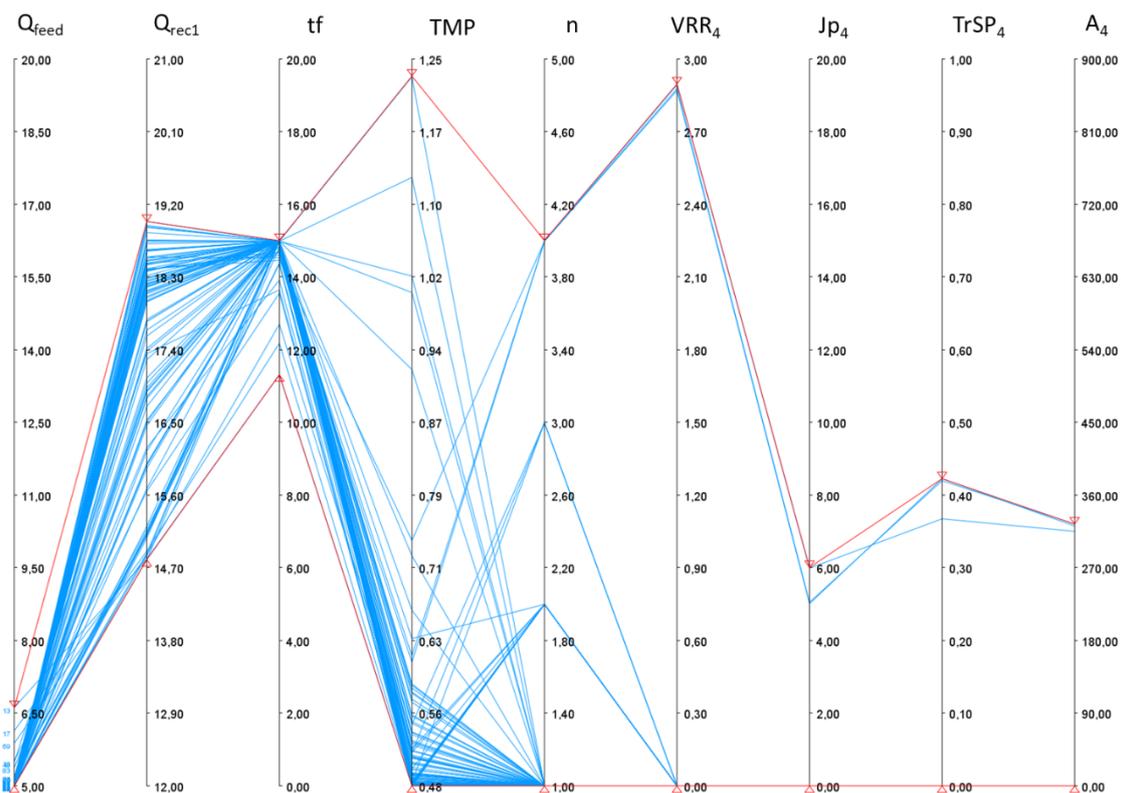


Figure 49 : Résultats obtenus pour l'étage 4 avec les solutions de l'optimisation de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  pour la membrane organique SW avec

- $Q_{feed}$  le débit d'alimentation en  $\text{m}^3.\text{h}^{-1}$ ,
- $Q_{rec1}$  le débit de recirculation à la membrane en  $\text{m}^3.\text{h}^{-1}$ ,
- $t_f$  le temps de filtration en h,
- TMP la pression transmembranaire en bar,
- $n$  le nombre d'étages,
- $VRR_4$  le facteur de réduction volumique de l'étage 4,
- $J_{p4}$  le flux de perméation de l'étage 3 en  $\text{L}.\text{h}^{-1}.\text{m}^{-2}$ ,
- $TrSP_4$  la transmission de l'étage 4
- $A_4$  la surface membranaire de l'étage 4 en  $\text{m}^2$ .

D'un point de vue des conditions opératoires globales de l'installation, le débit d'alimentation de l'installation varie de 5 à 7  $\text{m}^3.\text{h}^{-1}$  pour toutes les solutions (Figures 46, 47, 48 et 49). Par conséquent le temps de filtration, qui est le résultat du rapport entre le volume de lait à traiter, qui est une constante, et le débit d'alimentation de l'installation, est compris entre 11 et 15h. Cette différence de durée de production est notable et conduit, pour des durées de production courtes de 11h, à des fréquences de nettoyage plus élevées et donc des temps de "non-production" près de 35% supérieurs à des installations pour lesquelles les durées de production sont de 15h. Dans la définition actuelle des hypothèses de l'optimisation, ce travail ne permet pas de prendre en compte et quantifier l'impact des différentes durées de production sur les objectifs économiques.

Le débit de recirculation à la membrane, qui caractérise l'écoulement tangentiel à la membrane est compris entre 14 et 19  $\text{m}^3.\text{h}^{-1}$  (Figures 46, 47, 48 et 49); ces débits sont conformes à ceux qui sont, à notre connaissance, classiquement utilisés industriellement : de 12 et 21  $\text{m}^3.\text{h}^{-1}$ .

Enfin, la plupart des solutions propose de fonctionner avec une pression transmembranaire faible (< 0.6 bar) (Figures 46, 47, 48 et 49); ce point est crucial. Alors qu'il est largement reconnu que travailler

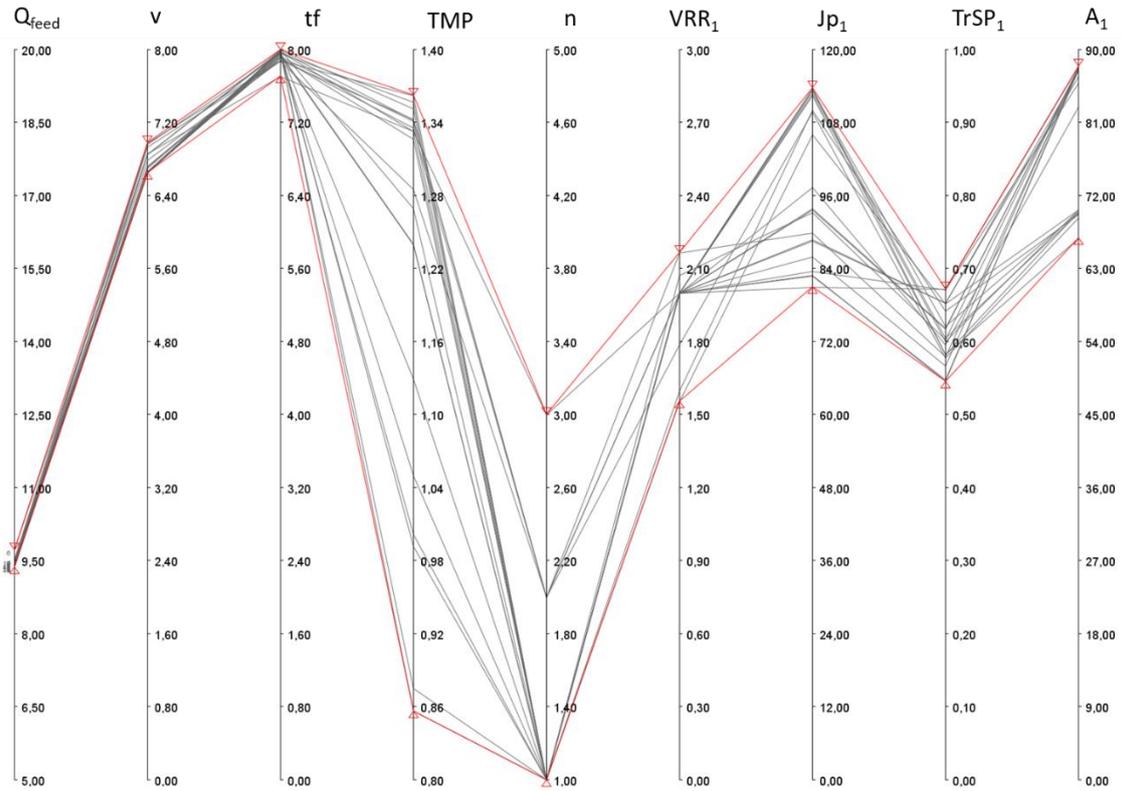
à basse TMP est nécessaire pour limiter l'accumulation des micelles de caséines à la surface de la membrane et la compression des couches de micelles qui limite la transmission des protéines sériques, ces faibles pressions transmembranaires sont mises en œuvre aujourd'hui uniquement sur les membranes céramiques. Le choix qui a été fait dans ce travail (Annexe C) d'appliquer une contre pression perméat pour travailler à de faibles TMP semble être un choix pertinent, puisque les solutions Pareto-optimales conduisent à sélectionner ce choix.

Concernant le dimensionnement de l'installation, les solutions avec une installation à 1 étage de filtration sont les plus nombreuses et représentent 77% des solutions avec la membrane organique SW. La surface de filtration membranaire des étages des installations est comprise entre 300 et 880 m<sup>2</sup> (Ak ; Figures 46, 47, 48 et 49). La surface membranaire par étage diminue avec le nombre d'étages : entre 270 et 880 m<sup>2</sup> sur le premier étage (Figure 46), entre 270 et 630 m<sup>2</sup> sur le deuxième étage (Figure 47), entre 270 et 560 m<sup>2</sup> sur le troisième étage (Figure 48) et 340 m<sup>2</sup> pour le quatrième étage (Figure 49).

Le facteur de réduction volumique augmente avec les étages en passant de 1.5-2 sur le premier étage (Figure 46) à 2.8-3 sur le dernier étage (Figure 47 pour 2 étages, 48 pour 3 étages et 49 pour 4 étages). Les flux de perméation sur les étages sont faibles dès le premier étage et diminuent avec l'augmentation du facteur de réduction volumique. Sur le premier étage, le flux de perméation est compris entre 5 et 10 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup> (Figure 46) et chute pour atteindre des valeurs autour de 4 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup> sur le quatrième et dernier étage quand il existe (Figure 49). Enfin, la transmission en protéines sériques est en moyenne plus forte sur le premier étage (0.45-0.55) (Figure 46) que sur les étages suivants et diminue tout en restant supérieure à 0.35 sur le dernier étage Figure 47 pour 2 étages, 48 pour 3 étages et 49 pour 4 étages.

### V.3.3. Analyse des solutions pour la membrane céramique GP

Les solutions Pareto-optimales avec la mise en œuvre de la membrane céramique GP ont été isolées dans le jeu de données ; les conditions opératoires et les variables liées au premier étage sont présentées sur la Figure 50, au deuxième étage sur la Figure 51 et au troisième et dernier étage sur la Figure 52.



**Figure 50 : Résultats obtenus pour l'étage 1 avec les solutions de l'optimisation de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  pour la membrane céramique GP avec**  
 **$Q_{\text{feed}}$  le débit d'alimentation en  $\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ ,**  
 **$Q_{\text{rec1}}$  le débit de recirculation à la membrane en  $\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ ,**  
 **$t_f$  le temps de filtration en h,**  
**TMP la pression transmembranaire en bar,**  
**n le nombre d'étages,**  
 **$VRR_1$  le facteur de réduction volumique de l'étage 1,**  
 **$J_{p1}$  le flux de perméation de l'étage 1 en  $\text{L} \cdot \text{h}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$ ,**  
 **$TrSP_1$  la transmission de l'étage 1**  
 **$A_1$  la surface membranaire de l'étage 1.**

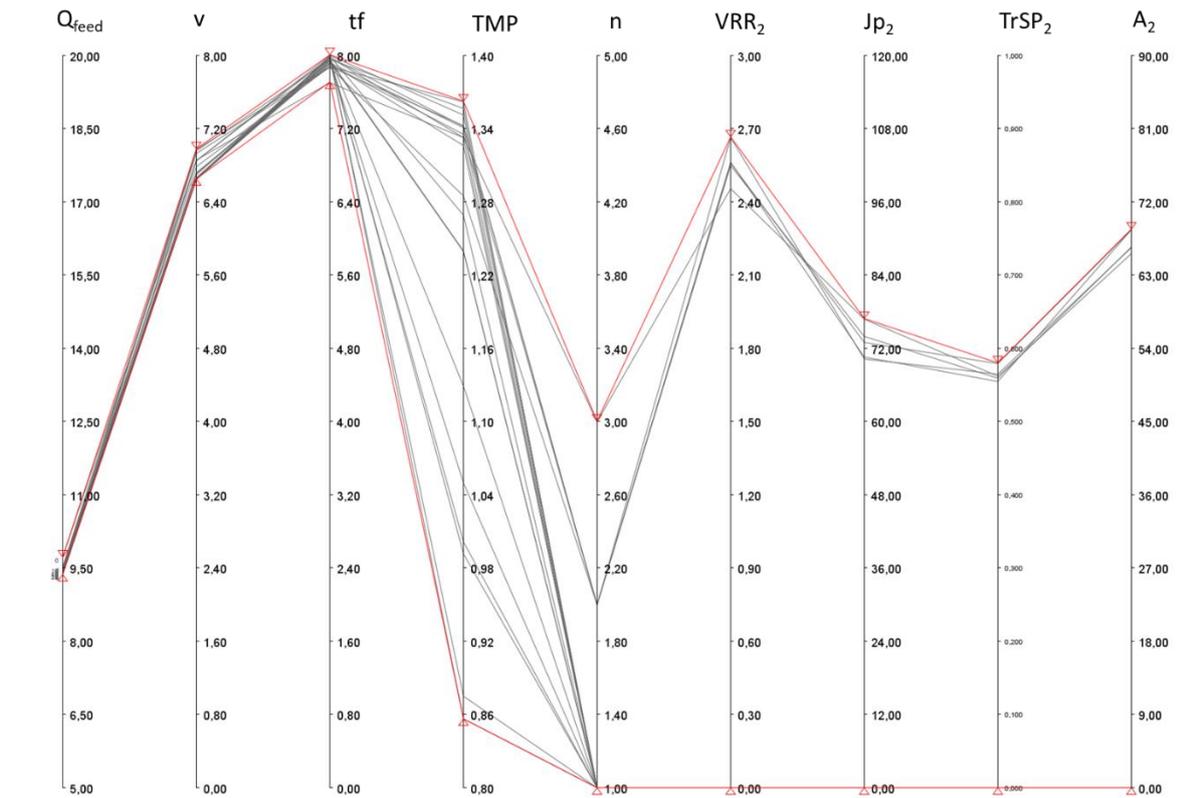


Figure 51 : Résultats obtenus pour l'étage 2 avec les solutions de l'optimisation de la MF 0.1  $\mu$ m pour la membrane céramique GP avec

- $Q_{feed}$  le débit d'alimentation en  $m^3.h^{-1}$ ,
- $Q_{rec1}$  le débit de recirculation à la membrane en  $m^3.h^{-1}$ ,
- $t_f$  le temps de filtration en h,
- TMP la pression transmembranaire en bar,
- $n$  le nombre d'étages,
- $VRR_2$  le facteur de réduction volumique de l'étage 2,
- $J_{p2}$  le flux de perméation de l'étage 2 en  $L.h^{-1}.m^{-2}$ ,
- $TrSP_2$  la transmission de l'étage 2
- $A_2$  la surface membranaire de l'étage 2 en  $m^2$ .

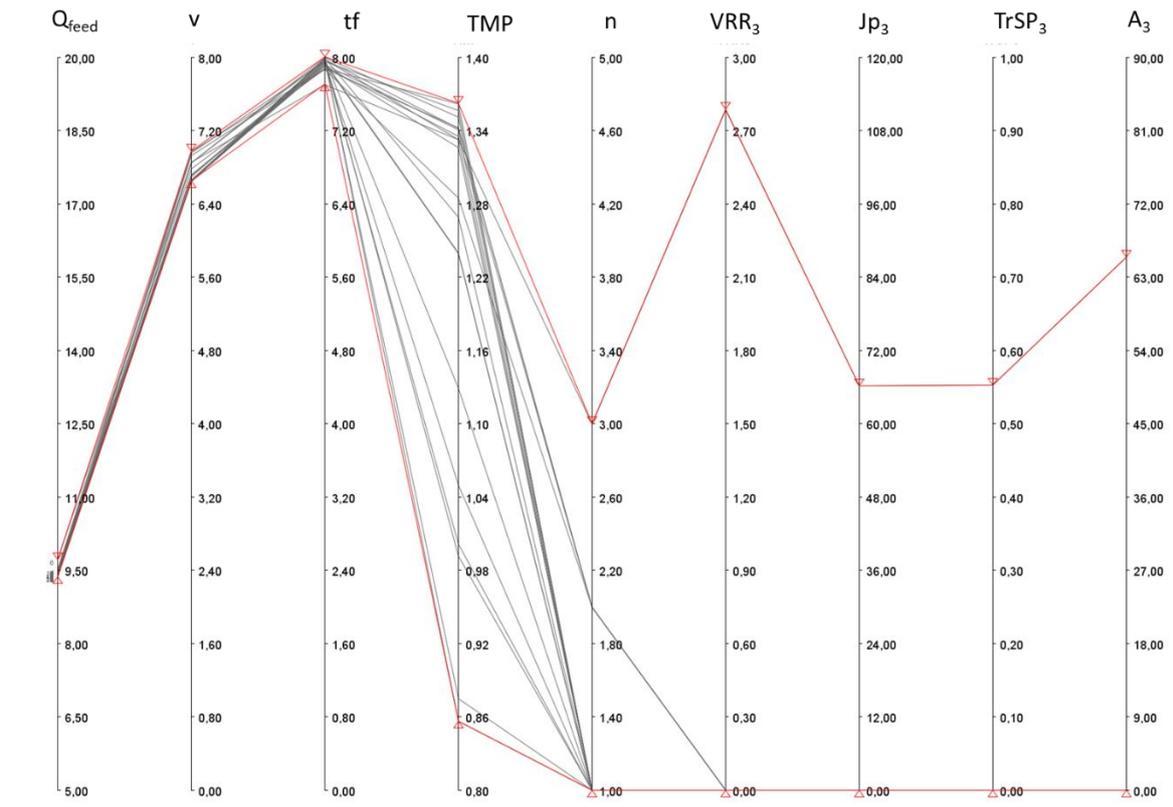


Figure 52 : Résultats obtenus pour l'étage 3 avec les solutions de l'optimisation de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  pour la membrane céramique GP avec

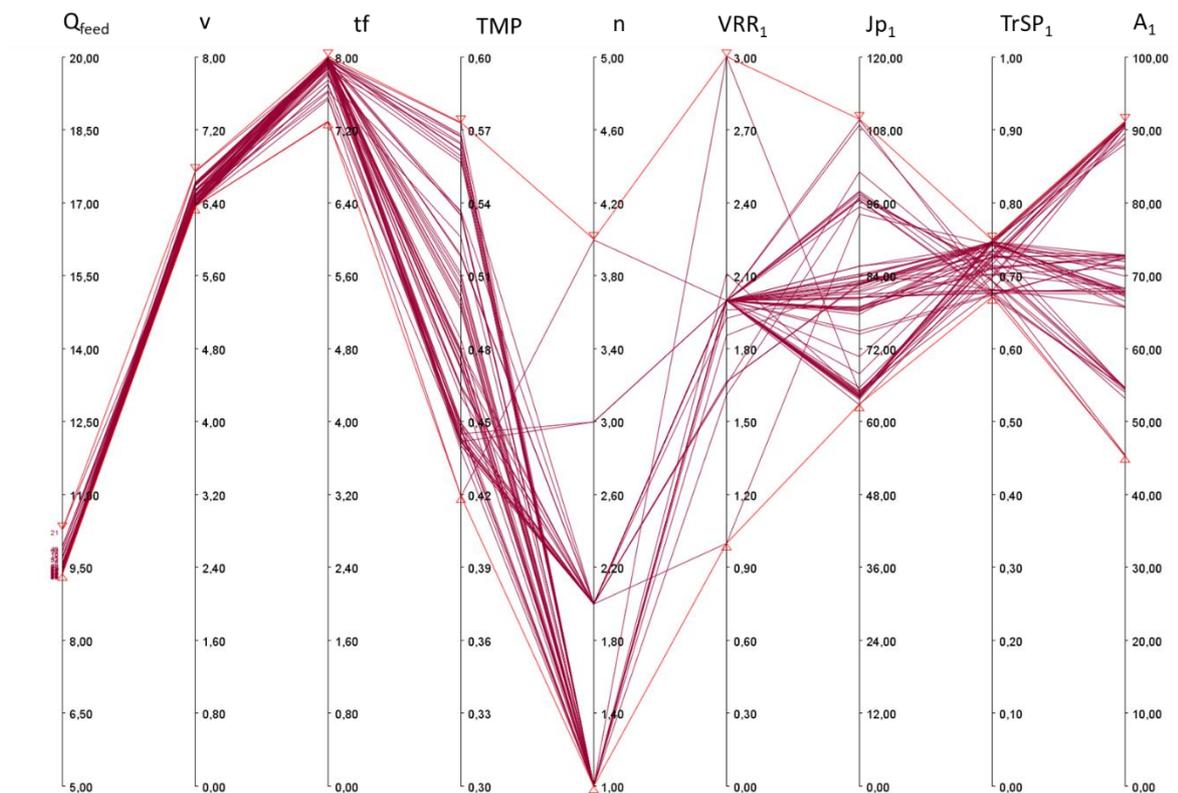
- $Q_{\text{feed}}$  le débit d'alimentation en  $\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ ,
- $Q_{\text{rec1}}$  le débit de recirculation à la membrane en  $\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ ,
- $t_f$  le temps de filtration en h,
- TMP la pression transmembranaire en bar,
- n le nombre d'étages,
- $VRR_3$  le facteur de réduction volumique de l'étage 3,
- $J_{p3}$  le flux de perméation de l'étage 3 en  $\text{L} \cdot \text{h}^{-1} \cdot \text{m}^2$ ,
- $TrSP_3$  la transmission de l'étage 3
- $A_3$  la surface membranaire de l'étage 3 en  $\text{m}^2$ .

Toutes les solutions présentent un profil similaire : le débit d'alimentation des solutions Pareto-optimales est de  $9.5 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$  et le temps de filtration de 8h. Ce temps de filtration correspond à la durée maximale autorisée industriellement à  $50^\circ\text{C}$  pour limiter les développements bactériologiques du lait et des co-fractions en cours de filtration. La vitesse d'écoulement tangentiel est comprise entre  $6.4$  et  $7.2 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ , ce qui est cohérent avec les recommandations des fournisseurs de membranes céramiques qui préconisent pour la séparation des protéines du lait une vitesse d'écoulement tangentiel de l'ordre de  $7 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ . Enfin, les solutions explorent toute la gamme de pressions transmembranaires possibles d'après les hypothèses et choix utilisés pour les membranes GP ; les solutions proposent de fonctionner avec une pression transmembranaire comprise entre  $0.8$  et  $1.4$  bar (Figures 50, 51 et 52). Concernant le dimensionnement de l'installation, les solutions avec un seul étage sont les plus nombreuses et quelques solutions proposent 2 voire 3 étages. La surface membranaire des étages est comprise entre  $90$  et  $70 \text{ m}^2$  sur le premier étage (Figure 50) et autour de  $65 \text{ m}^2$  pour les étages supérieurs lorsqu'ils existent (Figure 51 et 52). Les conditions opératoires par étage montrent une forte diminution du flux de perméation avec l'augmentation du facteur de réduction volumique entre le premier étage et des suivants :  $80$ - $110 \text{ L} \cdot \text{h}^{-1} \cdot \text{m}^2$  pour le premier étage (VRR entre  $1.5$  et  $2.1$ ) et  $70 \text{ L} \cdot \text{h}^{-1} \cdot \text{m}^2$  pour les étages suivants.

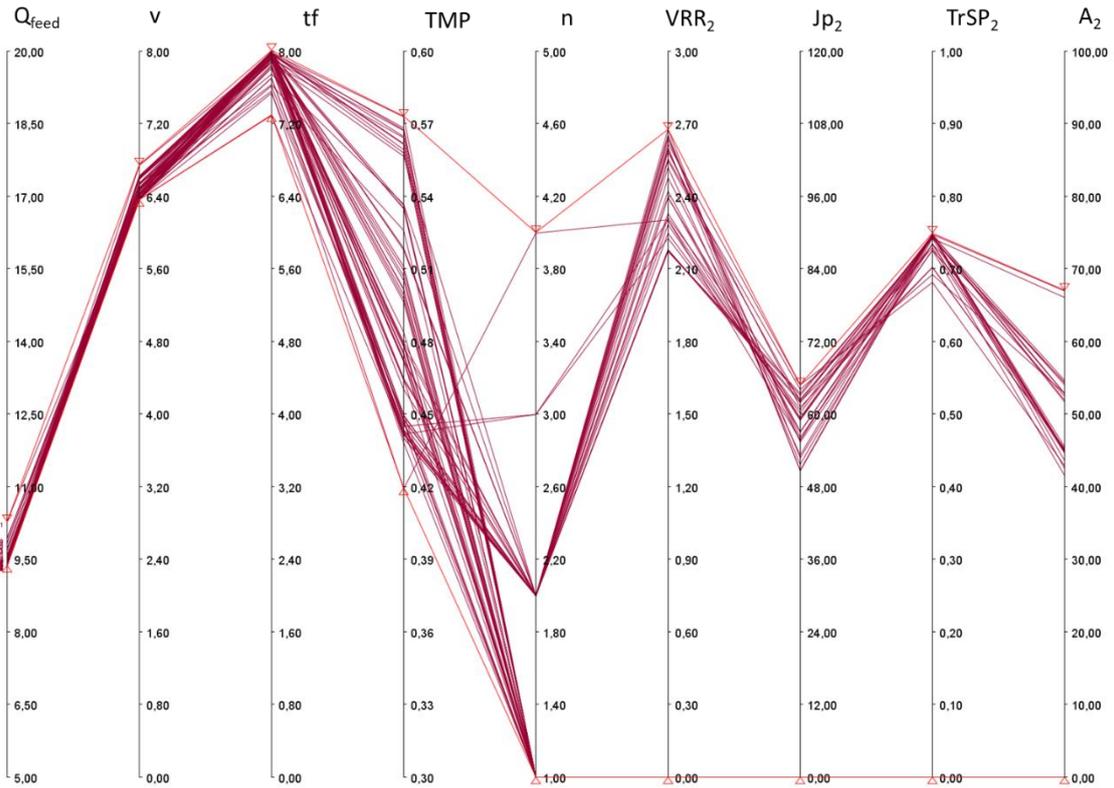
$1.m^{-2}$  pour les suivants ( $VRR > 2.1$ ). Enfin la transmission des protéines sériques reste relativement stable : de 0.55 à 0.70 pour le premier étage ( $VRR$  entre 1.5 et 2.1), et d'environ 0.55 pour les suivants ( $VRR > 2.1$ ), et cela quelles que soient les conditions de fonctionnement de l'installation.

### V.3.4. Analyse des solutions pour la membrane céramique UTP

Les solutions Pareto-optimales avec la mise en œuvre de la membrane céramique avec système UTP ont été isolées dans le jeu de données ; les conditions opératoires et variables liées au premier étage sont présentées sur la Figure 53, au deuxième étage sur la Figure 54, au troisième étage sur la Figure 55 et au quatrième et dernier étage sur la Figure 56.



**Figure 53 : Résultats obtenus pour l'étage 1 avec les solutions de l'optimisation de la MF 0.1  $\mu$ m pour la membrane céramique système UTP avec**  
 **$Q_{feed}$  le débit d'alimentation en  $m^3.h^{-1}$ ,**  
 **$Q_{rec1}$  le débit de recirculation à la membrane en  $m^3.h^{-1}$ ,**  
 **$t_f$  le temps de filtration en h,**  
**TMP la pression transmembranaire en bar,**  
**n le nombre d'étages,**  
 **$VRR_1$  le facteur de réduction volumique de l'étage 1,**  
 **$J_{p1}$  le flux de perméation de l'étage 1 en  $L.h^{-1}.m^{-2}$ ,**  
 **$TrSP_1$  la transmission de l'étage 1**  
 **$A_1$  la surface membranaire de l'étage 1.**



**Figure 54 : Résultats obtenus pour l'étage 2 avec les solutions de l'optimisation de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  pour la membrane céramique système UTP avec**  
 **$Q_{\text{feed}}$  le débit d'alimentation en  $\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ ,**  
 **$Q_{\text{rec1}}$  le débit de recirculation à la membrane en  $\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ ,**  
 **$t_f$  le temps de filtration en h,**  
**TMP la pression transmembranaire en bar,**  
 **$n$  le nombre d'étages,**  
 **$VRR_2$  le facteur de réduction volumique de l'étage 2,**  
 **$J_{p2}$  le flux de perméation de l'étage 2 en  $\text{L} \cdot \text{h}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$ ,**  
 **$TrSP_2$  la transmission de l'étage 2**  
 **$A_2$  la surface membranaire de l'étage 2 en  $\text{m}^2$ .**

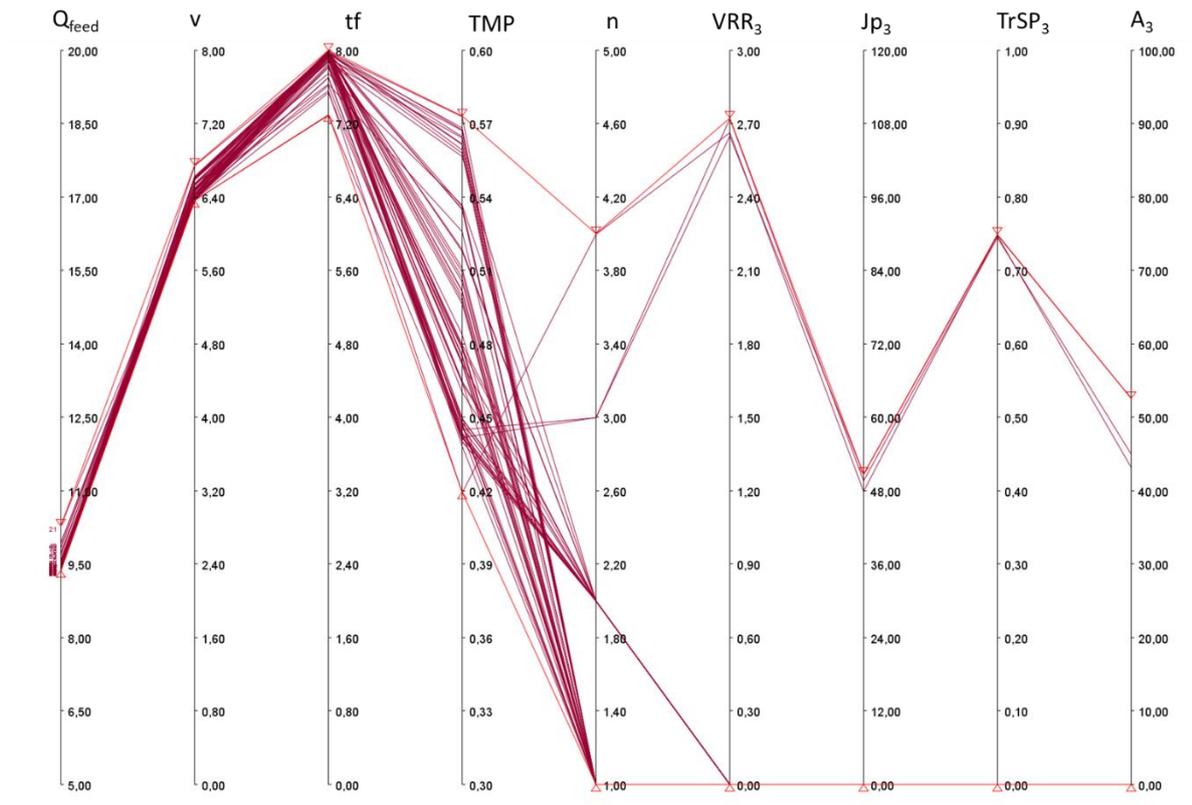
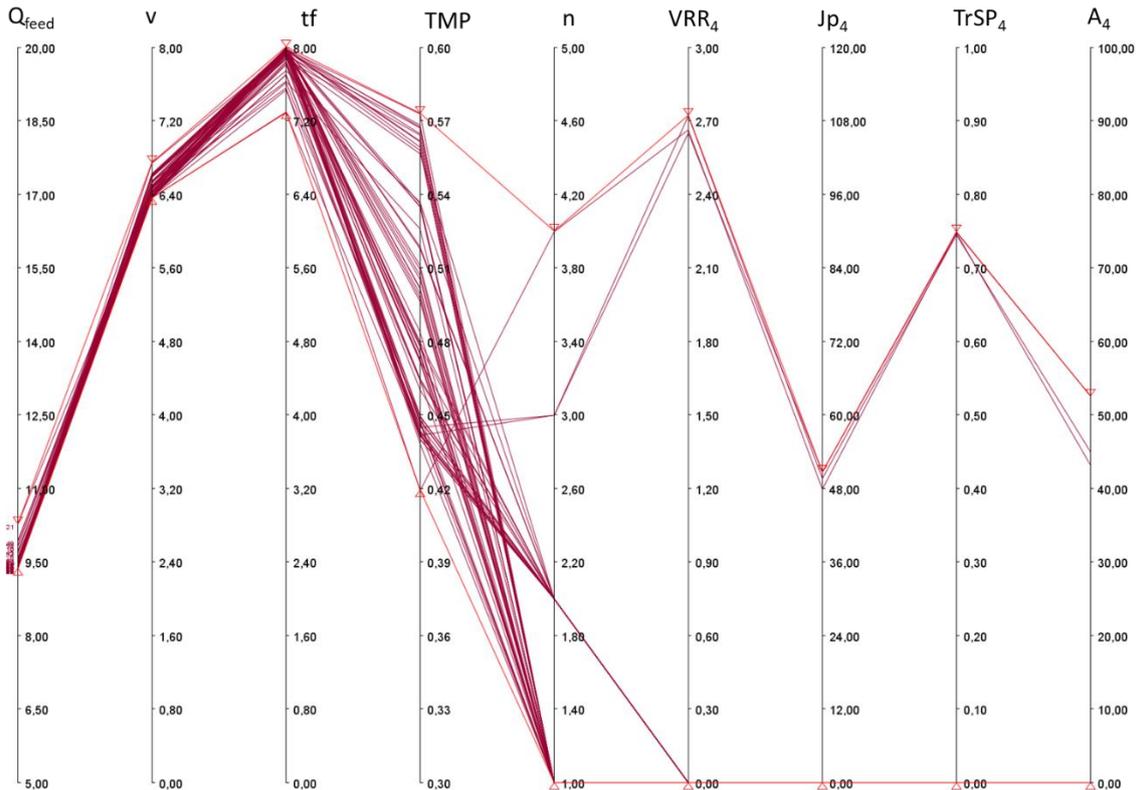


Figure 55 : Résultats obtenus pour l'étage 3 avec les solutions de l'optimisation de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  pour la membrane céramique système UTP avec  
 $Q_{feed}$  le débit d'alimentation en  $\text{m}^3.\text{h}^{-1}$ ,  
 $Q_{rec1}$  le débit de recirculation à la membrane en  $\text{m}^3.\text{h}^{-1}$ ,  
 $t_f$  le temps de filtration en h,  
 TMP la pression transmembranaire en bar,  
 $n$  le nombre d'étages,  
 $VRR_3$  le facteur de réduction volumique de l'étage 3,  
 $J_{p3}$  le flux de perméation de l'étage 3 en  $\text{L}.\text{h}^{-1}.\text{m}^{-2}$ ,  
 $TrSP_3$  la transmission de l'étage 3  
 $A_3$  la surface membranaire de l'étage 3 en  $\text{m}^2$ .



**Figure 56 : Résultats obtenus pour l'étage 4 avec les solutions de l'optimisation de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  pour la membrane céramique système UTP avec**  
 **$Q_{\text{feed}}$  le débit d'alimentation en  $\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ ,**  
 **$Q_{\text{rec1}}$  le débit de recirculation à la membrane en  $\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ ,**  
 **$t_f$  le temps de filtration en h,**  
**TMP la pression transmembranaire en bar,**  
 **$n$  le nombre d'étages,**  
 **$VRR_4$  le facteur de réduction volumique de l'étage 4,**  
 **$J_{p4}$  le flux de perméation de l'étage 3 en  $\text{L} \cdot \text{h}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$ ,**  
 **$TrSP_4$  la transmission de l'étage 4**  
 **$A_4$  la surface membranaire de l'étage 4 en  $\text{m}^2$ .**

Comme pour les membranes GP, toutes les solutions présentent un profil similaire avec un débit d'alimentation de  $9.5 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$  et un temps de filtration de 8h, durée maximale imposée industriellement pour respecter les qualités bactériologiques du lait à  $50^\circ\text{C}$ . La vitesse d'écoulement à la membrane est comprise entre  $6.4$  et  $7.2 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ , ce qui est cohérent avec les recommandations des fournisseurs de membranes céramiques qui préconisent, pour la séparation des protéines du lait, une vitesse d'écoulement tangentiel autour de  $7.0 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ . Les solutions proposées avec les membranes céramiques et le système UTP explorent une gamme restreinte de valeurs de pression transmembranaire comprises entre  $0.40$  et  $0.57$  bar, valeurs représentatives des valeurs minimales et maximales valides au regard du modèle ( $0.31$ - $0.6$  bar)(IV.1.2.). Concernant le dimensionnement de l'installation, un grand nombre de solutions concerne des installations avec un ou deux étages de filtration ; moins de 5 % des solutions avec membrane céramique système UTP proposent une installation avec 3 ou 4 étages. Quel que soit le nombre d'étages, la répartition de la surface membranaire sur chacun des étages n'est pas identique. Des groupes de solutions sont mis en évidence. Par exemple, les surfaces membranaires des deuxièmes étages des solutions comportant deux étages ou plus sont divisées en 3 groupes :  $45 \text{ m}^2$ ,  $55 \text{ m}^2$  et  $68 \text{ m}^2$  (Figure 54).

Les conditions opératoires par étage montrent une forte diminution du flux de perméation avec l'augmentation du facteur de réduction volumique entre le premier étage et des suivants : 60-110 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup> pour le premier étage (VRR entre 1.5 et 2.1) (Figure 53), 50-70 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup> pour le deuxième étage et 48 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup> (VRR entre 2.1 et 2.7)(Figure 54) pour les suivants (VRR>2.7) (Figure 55 et 56). Enfin la transmission des protéines sériques reste stable (env. 0.55) quelque soient les conditions de fonctionnement de l'installation.

### V.3.5. Analyse de solutions particulières

Cette partie s'intéresse à deux solutions particulières parmi les solutions Pareto-optimales : les solutions numérotées 44 et 57. L'objectif poursuivi, au travers de ces deux solutions particulières, est de montrer d'une part que l'optimisation fait ressortir des solutions proches de ce qui est mis en place industriellement (illustration avec la Solution 57), et d'autre part qu'elle permet d'identifier, et potentiellement de choisir, des solutions intéressantes qui ne sont pas utilisées industriellement et qui ouvrent des voies en terme de solutions de rupture (illustration avec la solution 44).

Le Tableau 32 présente les valeurs des objectifs de l'optimisation et le Tableau 33 les valeurs des variables de décision pour les solutions 44 et 57.

**Tableau 32 : Valeurs des objectifs de l'optimisation (voir II.3.1.) de la microfiltration pour les solutions 44 et 57**

	CD <sub>CN,r</sub>	CD <sub>SP,p</sub>	η <sub>p</sub>	CI	CPR
	(g.kg <sup>-1</sup> DM)	(g.kg <sup>-1</sup> DM)	(-)	(€)	(€)
Solution 44	0,515	0,071	0,519	1436242	314207
Solution 57	0.525	0.070	0.526	1728535	412537

**Tableau 33 : Valeurs des variables de décision (voir V.2.1.) des objectifs de la microfiltration pour les solutions 44 et 57**

Variable de décision	Unité	Solution 44	Solution 57
Q <sub>feed</sub>	(m <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> )	9.5	9.7
MT	(-)	GP	GP
Q <sub>rec1</sub>	(m <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> )	40.8	41.2
n	(-)	2	3
VRR <sub>1</sub>	(-)	2.17	1.79
VRR <sub>2</sub>	(-)	2.66	2.46
VRR <sub>3</sub>	(-)	-	2.79
VRR <sub>4</sub>	(-)	-	-
VRR <sub>5</sub>	(-)	-	-
J <sub>p1</sub>	(L.h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> )	90	112

$j_1$	(-)	6	4
$j_2$	(-)	4	4
$j_3$	(-)	-	4
$j_4$	(-)	-	-
$j_5$	(-)	-	-

L'optimisation conforte une certaine conception industrielle. La solution 57 de l'optimisation multiobjectif est très proche d'une installation industrielle : elle utilise une installation équipée de 200 m<sup>2</sup> de membranes céramiques GP, agencées sur trois étages, et des surface membranaire similaires sur chacun de ces étages (65-67 m<sup>2</sup>) (Tableau 34).

**Tableau 34 : Répartition des surfaces membranaires des solutions 44 et 57 en fonction des étages de l'installation de microfiltration**

	Surface Etage 1 (m <sup>2</sup> )	Surface Etage 2 (m <sup>2</sup> )	Surface Etage 3 (m <sup>2</sup> )
Solution 44	87.57	66.41	-
Solution 57	69.65	65.49	65.50

Les valeurs des objectifs de maximisation de la concentration en caséines dans le rétentat, de maximisation de la concentration en protéines sériques dans le perméat et de minimisation des coûts d'investissement et de production sont comparables aux installations que l'on peut trouver dans l'industrie (Tableau 32). Les solutions de l'optimisation sont donc cohérentes avec les pratiques industrielles de notre connaissance.

La solution 44 propose une alternative intéressante, proposant un agencement différent des membranes céramique GP. Les valeurs des objectifs de l'optimisation en termes de produit (maximisation de la concentration en caséines dans le rétentat, et maximisation de la concentration en protéines sériques dans le perméat) sont semblables pour les solutions 44 et 57, en revanche les coûts d'investissement et de production sont moindres avec la solution 44 (Tableau 32) : baisse de 16 % de CI, et de 24 % de CPR. La solution 44 représente une installation de 2 étages (contre 3 pour la solution 57) avec une surface membranaire totale diminuée de 23% et une répartition non identique de la surface membranaire sur les deux étages : le premier étage possède une surface membranaire de 87 m<sup>2</sup>, supérieure au second de 66 m<sup>2</sup> (Tableau 34). Ces deux solutions ont le même débit d'alimentation, temps de filtration, vitesse d'écoulement tangentiel, pression transmembranaire et de transmission des protéines sériques (Tableau 35). En revanche, la gestion de la montée en concentration et des niveaux de flux de perméation de départ ne sont pas les mêmes. Dans le cas de la solution proche des conditions industrielles (solution 57), la montée en concentration est progressive sur les 3 étages et atteint 2.79. En revanche, le flux de perméation très élevé (120 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>) est successivement à 76 puis 66 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup> sur les étages suivants. Pour la solution 44, la montée en concentration est élevée sur le premier étage (VRR<sub>1</sub> = 2.17) et moindre sur le second (VRR<sub>2</sub> = 2.66). En parallèle, le flux de perméation diminue de 90 à 70 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>.

Ces deux solutions représentent deux installations dont les performances en termes de concentration de caséines dans le rétentat, de concentration de protéines sériques dans le perméat et de rendement de récupération en protéines sériques dans le perméat sont similaires. En revanche, les deux installations sont conçues différemment (2 et 3 étages) et la gestion de la montée en concentration ainsi que les flux de perméation des premiers étages ne sont pas comparables. L'exploitation d'une

conception basée sur la solution 44 permettrait aux industriels d'abaisser leurs coûts d'investissement et de production tout en assurant les mêmes caractéristiques des fractions de rétentat et de perméat.

**Tableau 35 : Conditions opératoires de performance de la filtration pour les solutions 44 et 57 de l'optimisation des objectifs de la microfiltration**

Variable	Unité	Solution 44	Solution 57
tf	(h)	7.9	7.7
Q <sub>feed</sub>	(m <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> )	9.5	9.7
v	(m.s <sup>-1</sup> )	6.8	6.8
TMP	(bar)	1.34	1.33
VRR <sub>1</sub>	(-)	2.17	1.79
Jp <sub>1</sub>	(L.h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> )	90	112
TrSP <sub>1</sub>	(-)	0.58	0.58
VRR <sub>2</sub>	(-)	2.66	2.46
Jp <sub>2</sub>	(L.h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> )	70	77
TrSP <sub>2</sub>	(-)	0.57	0.56
VRR <sub>3</sub>	(-)	-	2.79
Jp <sub>3</sub>	(L.h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> )	-	66
TrSP <sub>3</sub>	(-)	-	0.55

## V.4. Solutions préférées de l'utilisateur

L'analyse des solutions Pareto-optimales, indifférenciées ou par type de membrane, reste complexe en raison du grand nombre d'informations disponibles. Il serait en effet difficile pour un industriel d'exploiter directement les résultats de l'optimisation tels que représentés dans les graphiques précédents ; l'aide à la décision peut lui permettre de l'accompagner en hiérarchisant selon ses préférences l'ensemble des solutions Pareto-optimales, afin de limiter son analyse aux solutions les mieux classées

Afin de ne proposer au décideur que les solutions qui satisfont ses préférences, une aide à la décision multicritère est proposée dans cette partie.

### V.4.1. Le cas de la valorisation des caséines (scénario 1)

PSO a trouvé 178 solutions Pareto-optimales, sur lesquels on a utilisé AHP afin de les hiérarchiser. Pour le scénario 1 (cas de l'industriel qui cherche à valoriser le rétentat), Les résultats de AHP montrent que deux solutions numérotées 44 et 65 sont meilleures que les autres, en utilisant le jeu de préférence défini. Les valeurs des objectifs de ces deux solutions sont très similaires (Tableau 36), et semblables aux données industrielles actuelles (cf solution 57, Tableau 32).

**Tableau 36 : Valeurs des objectifs de l'optimisation (voir II.3.1.) de la microfiltration et de la valeur agrégée de AHP pour les solutions 44 et 65 (Scénario1)**

	$CD_{CN,r}$ (g.kg <sup>-1</sup> DM)	$CD_{SP,p}$ (g.kg <sup>-1</sup> DM)	$\eta_p$ (-)	CI (€)	CPR (€)	Valeur agrégée AHP (-)
Solution 44	0.515	0.071	0.519	1436242	314207	0.009034229
Solution 65	0.506	0.073	0.520	1433996	307563	0.009034229

Pour ces deux solutions, la microfiltration est réalisée avec une membrane céramique GP (modules de 37 membranes) et une installation à deux étages. La répartition des surfaces membranaires est donnée dans le Tableau 37.

**Tableau 37 : Répartition des surfaces membranaires des solutions 44 et 65 en fonction des étages de l'installation de microfiltration (Scénario 1)**

	Surface Etage 1 (m <sup>2</sup> )	Surface Etage 2 (m <sup>2</sup> )
Solution 44	87.57	66.41
Solution 65	82.92	68.60

Les conditions opératoires et les performances en termes de flux de perméation et de transmission des protéines sériques sont présentées dans le Tableau 38. Au niveau des conditions opératoires, le temps de filtration, le débit d'alimentation, la vitesse d'écoulement tangentiel et la pression transmembranaire ne présentent pas de différences significatives. Le facteur de concentration de la solution 44 est plus fort que celui de la solution 65 ce qui se retrouve dans la comparaison des valeurs de l'objectif de maximisation de la concentration en caséines dans le rétentat ; mais cette différence reste faible. Au niveau des performances de la microfiltration, il n'y a pas de différence significative hormis la différence de flux de perméation du premier étage qui est de 90 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup> pour la solution 44 et de 97. L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup> pour la solution 65.

**Tableau 38 : Conditions opératoires et performances de filtration pour les solutions 44 et 65 (Scénario 1)**

	tf	Q <sub>feed</sub>	v	TMP	VRR <sub>1</sub>	Jp <sub>1</sub>	TrSP <sub>1</sub>	VRR <sub>2</sub>	Jp <sub>2</sub>	TrSP <sub>2</sub>
	(h)	(m <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> )	(m.s <sup>-1</sup> )	(bar)	(-)	(L.h <sup>-1</sup> .m <sup>2</sup> )	(-)	(-)	(L.h <sup>-1</sup> .m <sup>2</sup> )	(-)
Solution 44	7.9	9.5	6.8	1.34	2.17	90	0.58	2.66	70	0.57
Solution 65	7.9	9.5	6.7	1.34	2.01	97	0.60	2.56	73	0.58

#### V.4.2. Le cas de la valorisation des protéines sériques (scénario 2)

Les solutions issues de l'aide à la décision montrent que 6 solutions sont meilleures dans le cas de la valorisation des protéines sériques (Solutions 64, 71, 129, 137, 142 et 152 - cas du scénario 2). Les valeurs des objectifs de ces six solutions sont très similaires (Tableau 39).

**Tableau 39 : Valeurs des objectifs de l'optimisation (voir II.3.1.) de la microfiltration et de la valeur agrégée de AHP pour les solutions 64, 71, 129, 137, 142 et 152 (Scénario2)**

	CD <sub>CN,r</sub>	CD <sub>SP,p</sub>	η <sub>p</sub>	CI	CPR	Valeur agrégée AHP
	(g.kg <sup>-1</sup> DM)	(g.kg <sup>-1</sup> DM)	(-)	(€)	(€)	(-)
Solution 64	0.523	0.089	0.662	1531184	436390	0.008427826
Solution 71	0.517	0.090	0.655	1531333	430486	0.008427826
Solution 129	0.509	0.090	0.642	1496700	420406	0.008427826
Solution 137	0.519	0.087	0.642	1500096	429497	0.008427826
Solution 142	0.521	0.090	0.662	1555383	447407	0.008427826
Solution 152	0.521	0.088	0.653	1499029	427545	0.008427826

Pour ces six solutions, la microfiltration est réalisée avec la membrane céramique système UTP (modules de 19 membranes) et l'installation comporte deux étages. La répartition des surfaces membranaires est donnée dans le Tableau 40.

**Tableau 40 : Répartition des surfaces membranaires des solutions 64, 71, 129, 137, 142 et 152 en fonction des étages de l'installation de microfiltration (Scénario 2)**

	Surface Etage 1 (m <sup>2</sup> )	Surface Etage 2 (m <sup>2</sup> )
Solution 64	70.86	66.07
Solution 71	71.05	67.05
Solution 129	90.72	42.56
Solution 137	88.79	41.61
Solution 142	88.98	51.76
Solution 152	90.67	44.83

Même si les surfaces membranaires totales sont toutes comprises entre 130 et 140 m<sup>2</sup>, deux répartitions de surface membranaire se distinguent : i) pour les solutions 64 et 71, les surfaces membranaires sur les deux étages sont identiques (70m<sup>2</sup>) et ii) pour les autres solutions le premier étage à une surface de 90 m<sup>2</sup> contre 40 – 50 m<sup>2</sup> pour le deuxième. Les conditions opératoires et les performances en termes de flux de perméation et de transmission des protéines sériques sont présentées dans le Tableau 41. Le flux de perméation varie de 64 à 82 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup> sur le premier étage et de 51 à 55 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup> sur le deuxième étage. La transmission en protéines sériques varie de 0.73 à 0.75 sur les deux étages. Le temps de filtration, le débit d'alimentation, la vitesse, la pression

transmembranaire et le facteur de concentration global des installations sont similaires. En revanche, on observe que pour les solutions 64 et 71, le facteur de concentration du premier étage est plus faible que pour les autres solutions, ce qui explique une surface membranaire plus faible sur le premier étage. En termes de performance de filtration, on observe que quel que soit le flux de perméation du premier étage, le flux de perméation du deuxième étage chute autour de 50-55 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>. Ce phénomène peut être corrélé en parti au fait que les facteurs de concentration sur le deuxième et dernier étage sont similaires pour toutes les solutions. Enfin, quelle que soit la solution, les transmissions en protéines sériques sont comparables.

**Tableau 41 : Conditions opératoires et performances de la filtration pour les solutions 64, 71, 129, 137, 142 et 152 (Scénario2)**

	tf (h)	Q <sub>feed</sub> (m <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> )	v (m.s <sup>-1</sup> )	TMP (bar)	VRR <sub>1</sub> (-)	Jp <sub>1</sub> (L.h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> )	TrSP <sub>1</sub> (-)	VRR <sub>2</sub> (-)	Jp <sub>2</sub> (L.h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> )	TrSP <sub>2</sub> (-)
Solution 64	7.6	9.8	6.4	0.45	1.68	82	0.74	2.68	51	0.74
Solution 71	7.3	10.3	6.4	0.44	1.64	84	0.75	2.60	52	0.75
Solution 129	8.0	9.4	6.4	0.44	2.10	64	0.75	2.52	53	0.75
Solution 137	7.9	9.5	6.4	0.48	2.24	66	0.73	2.64	55	0.73
Solution 142	7.7	9.7	6.4	0.44	2.00	68	0.75	2.65	51	0.75
Solution 152	7.9	9.4	6.4	0.46	2.18	65	0.74	2.65	53	0.74

Plus généralement, on observe que ces solutions peuvent être divisées en deux groupes en fonction du niveau du facteur de réduction volumique atteint à la fin du premier étage, ce qui entraîne une répartition différente de la surface membranaire sur les étages. Comme pour le cas précédent ; la méthode a conduit à plusieurs choix possibles parmi lesquels le décideur pourra choisir.

#### V.4.3. Le cas de la valorisation simultanée des caséines et des protéines sériques (scénario 3)

Les solutions issues de l'aide à la décision montrent qu'une solution est meilleure que les autres dans le cas de la valorisation simultanée des caséines et des protéines sériques (scénario 3). Cette solution met en œuvre une membrane céramique avec le système UTP sur une installation de 4 étages. Comparativement aux deux premiers scénarios, il s'agit de la meilleure solution pour les critères sur le produit mais la moins bonne économiquement (Tableau 42).

**Tableau 42 : Valeurs des objectifs de l'optimisation (voir II.3.1.) de la microfiltration et de la valeur agrégée de AHP pour la solution 37 (Scénario3)**

	CD <sub>CN,r</sub> (g.kg <sup>-1</sup> DM)	CD <sub>SP,p</sub> (g.kg <sup>-1</sup> DM)	η <sub>p</sub> (-)	CI (€)	CPR (€)	Valeur agrégée AHP (-)
Solution 95	0.539	0.090	0.693	2319546	780677	0.008805764

La répartition des surfaces membranaires sur les étages est donnée dans le Tableau 43, le premier étage a une surface de 88 m<sup>2</sup> et les trois étages suivants sont identiques et possèdent une surface de filtration de 51-53 m<sup>2</sup>.

**Tableau 43 : Répartition des surfaces membranaires de la solution 95 en fonction des étages de l'installation de microfiltration (Scénario 3)**

	Surface Etage 1 (m <sup>2</sup> )	Surface Etage 2 (m <sup>2</sup> )	Surface Etage 3 (m <sup>2</sup> )	Surface Etage 4 (m <sup>2</sup> )
Solution 95	88.14	52.89	52.61	51.43

Les conditions opératoires et les performances en termes de flux de perméation et de transmission des protéines sériques sont présentées dans le Tableau 44. Pour les conditions de vitesse et de pression de la solution 95, le facteur de réduction volumique augmente de 1.84 sur le premier étage à 2.86 sur le dernier étage pendant que le flux de perméation chute de 70 à 45 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>. En revanche, la transmission des protéines sériques reste constante quel que soit l'étage.

**Tableau 44 : Conditions opératoires et performances de filtration pour la solution 44 et 65 (Scénario 3)**

Variable	Unité	Solution 95
tf	(h)	7.6
Q <sub>feed</sub>	(m <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> )	9.9
v	(m.s <sup>-1</sup> )	6.5
TMP	(bar)	0.42
VRR <sub>1</sub>	(-)	1.84
Jp <sub>1</sub>	(L.h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> )	71
TrSP <sub>1</sub>	(-)	0.75
VRR <sub>2</sub>	(-)	2.30
Jp <sub>2</sub>	(L.h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> )	56
TrSP <sub>2</sub>	(-)	0.75
VRR <sub>3</sub>	(-)	2.67
Jp <sub>3</sub>	(L.h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> )	48
TrSP <sub>3</sub>	(-)	0.75
VRR <sub>4</sub>	(-)	2.86
Jp <sub>4</sub>	(L.h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> )	45
TrSP <sub>4</sub>	(-)	0.75

Avec ce troisième scénario, une solution s'est démarquée des autres. Pour autant, comme pour les autres cas, cela n'induit pas qu'elle est l'unique solution intéressante. D'autres solutions sont proches en termes de performance globale. Une analyse de sensibilité serait nécessaire pour consolider cette proposition de solution, ou au contraire, la nuancer.

#### V.4.4. Conclusion sur les résultats de l'aide à la décision

D'après les résultats de l'optimisation combiné à l'aide à la décision, la meilleure solution dans le cas de la valorisation des caséines du rétentat est d'utiliser une installation de microfiltration à deux étages avec des membranes GP. A l'inverse, pour la valorisation des protéines sériques, l'utilisation de membranes céramiques avec système UTP est la meilleure option sur une installation à deux étages. Pour la valorisation simultanée des caséines et des protéines sériques la meilleure solution est une installation à 4 étages avec des membranes céramiques système UTP. Il est important de remarquer que malgré le grand nombre de solutions Pareto-optimales utilisant une membrane organique SW, cette solution technique n'a pas la préférence des décideurs et ce quel que soit le produit que l'on cherche à valoriser. En effet, l'avantage principal à l'utilisation des membranes organiques est leur faible coût or dans les trois scénarios choisis, le produit est toujours préféré au prix. Il est possible que pour un scénario différent le décideur privilégierait le faible coût économique à la qualité des produits, la membrane organique se retrouverait dans les meilleures solutions.

Les résultats de l'optimisation et de l'aide à la décision reflètent les situations industrielles actuelles, mais avec quelques nuances : les membranes organiques, en dépit de leur coût d'investissement et de fonctionnement plus faibles, sont effectivement peu utilisées en pratique. Les membranes céramiques sont préférées. Alors que les membranes céramiques avec système UTP étaient largement utilisées dans les années 2000, elles ont été petit à petit supplantées par les membranes GP, sans pour autant que les industriels équipementiers ne justifient ce choix clairement auprès des utilisateurs laitiers. Les performances moindres des membranes GP, quand il s'agit de la transmission des protéines sériques est connue, mais le coût d'investissement plus bas rend ces membranes attractives à l'investissement.

## V.5. Etude préliminaire de sensibilité sur l'optimisation

Pour tester toutes les potentialités de l'optimisation associée à l'aide à la décision, une analyse préliminaire sur la sensibilité des résultats de l'optimisation de la microfiltration est proposée. Elle ne se veut pas exhaustive ou systématique, mais exploratoire afin de poser les bases d'une analyse plus approfondie qu'il faudrait mener en perspective de ce travail (voir Chapitre 6). La sensibilité du modèle a été étudiée dans deux cas: i) la sensibilité du volume de lait à traiter par l'installation de microfiltration et ii) le nombre de membranes par module dans le cas de la membrane céramique GP.

### V.5.1. Analyse de la sensibilité en fonction du volume de lait à traiter

Afin de quantifier l'impact de la variation du volume de lait à filtrer lors d'une étape de microfiltration, le problème d'optimisation a été résolu pour 75 (référence dans ce travail) et 150 m<sup>3</sup> de lait à traiter (Figure 46).

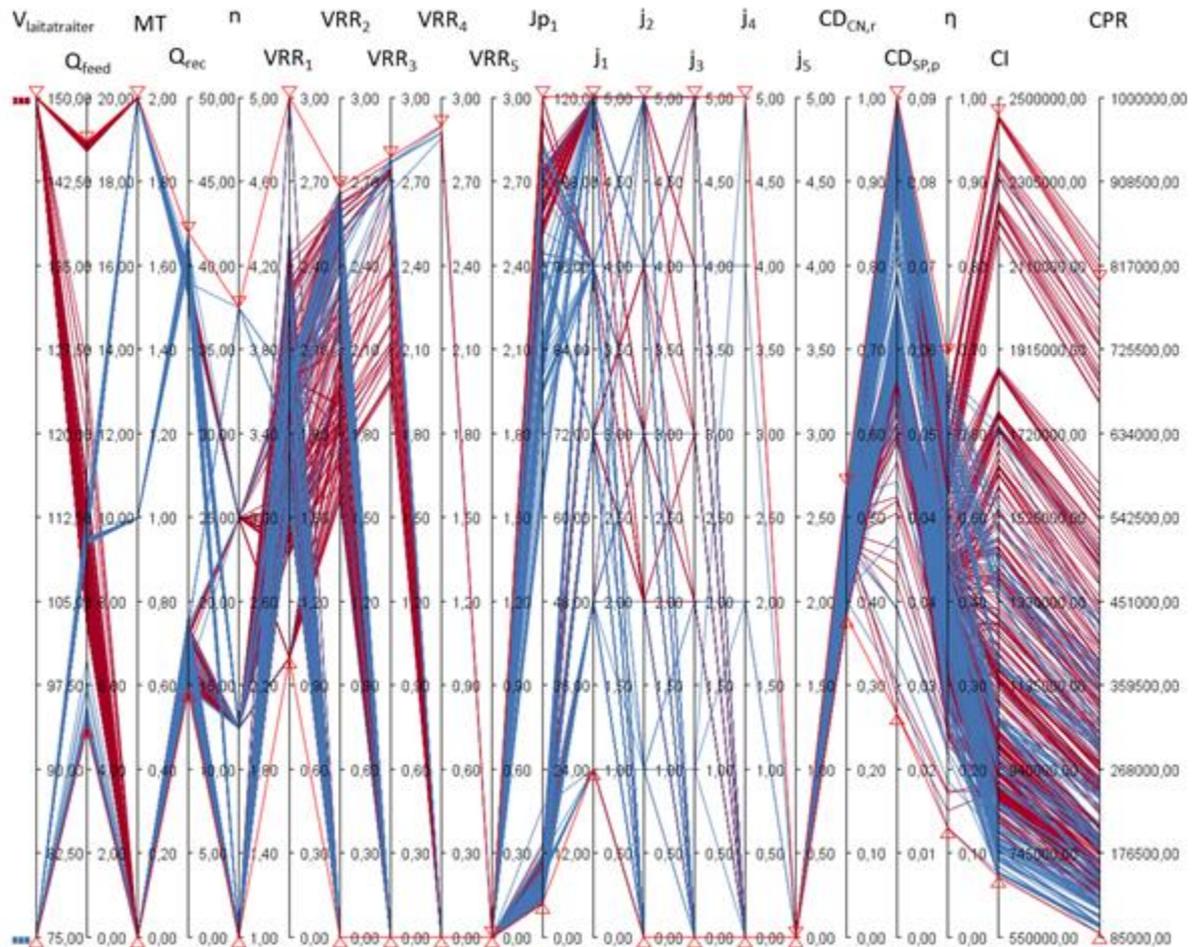


Figure 46 : Sensibilité du volume de lait à traiter ( $V_{\text{laittraiter}}$ ) : Représentation graphique des valeurs des variables de décision (voir V.2.1.) et des objectifs de l'optimisation (II.3.1.) de la microfiltration 0.1 µm en fonction du type de membrane (MT) : organique SW en bleu, céramique GP en beige et céramique avec système UTP en bordeaux.

Pour rappel, la proportion des solutions en fonction du type de membrane pour un volume de lait à traiter de 75m<sup>2</sup> est de 53% pour la membrane organique SW, 11% pour la membrane céramique GP et 36% pour la membrane céramique UTP. Dans le cas du traitement de 150 m<sup>3</sup> de lait, les solutions avec une membrane organique SW représentent 83 % des solutions Pareto-optimales et les membranes céramiques UTP 17% des solutions Pareto-optimales. Aucune solution n'est proposée avec la mise en œuvre de la membrane céramique GP. Hormis la différence de répartition des solutions en fonction du type de membrane, du débit d'alimentation et du temps de filtration, les variables de décision et les valeurs des objectifs sont comparables (Tableau 45).

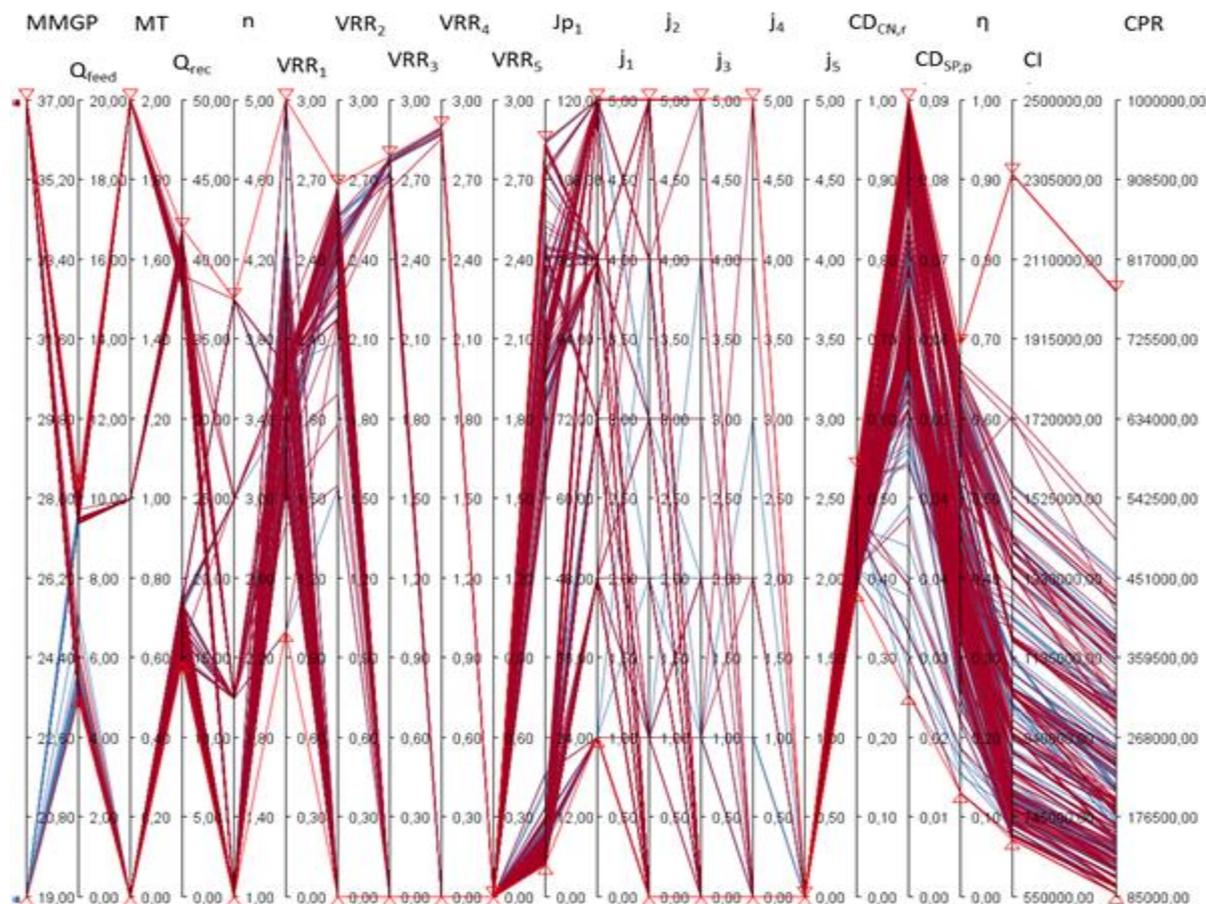
Dans le modèle, le volume de lait à traiter est une constante fortement corrélée au débit d'alimentation et au temps de filtration de l'installation. Dans le cas des membranes céramiques la filtration est réalisée à 50°C et ne doit pas excéder 8h pour des raisons bactériologiques ; en revanche la filtration sur membrane organique, réalisée à 12°C, peut durer jusqu'à 20h. Le débit d'alimentation, quel que soit le type de membrane, doit être compris entre 5 et 20 m<sup>3</sup>.h<sup>-1</sup>, le cas de la membrane céramique est alors plus fortement contraint que pour la membrane organique. Afin de tenir compte de la différence de durée de la microfiltration entre la membrane céramique et la membrane organique, il faudrait prendre en considération, sur une année, les alternances de production et de nettoyage : compter le nombre de microfiltration et de temps morts et rapporter le tout à la production.

**Tableau 45 : Valeurs min et max des variables de décision (voir V.2.1.) et des objectifs de l'optimisation (II.3.1.) dans le cas du traitement d'un volume de lait ( $V_{\text{laittraiter}}$ ) de 150 ou 75 m<sup>3</sup>**

Variable	Unité	$V_{\text{laittraiter}} = 150\text{m}^3$		$V_{\text{laittraiter}} = 75\text{m}^3$	
		Min	Max	Min	Max
$Q_{\text{feed}}$	(m <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> )	7.50	18.94	5.00	10.29
MT	(-)	0.00	2.00	0.00	2.00
$Q_{\text{rec}_1}$	(m <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> )	14.70	39.87	14.80	41.96
N	(-)	1.00	3.00	1.00	4.00
VRR <sub>1</sub>	(-)	1.27	2.53	1.40	2.52
VRR <sub>2</sub>	(-)	0.00	2.68	0.00	2.68
VRR <sub>3</sub>	(-)	0.00	2.77	0.00	2.79
VRR <sub>4</sub>	(-)	0.00	0.00	0.00	2.90
VRR <sub>5</sub>	(-)	0.00	0.00	0.00	0.00
$J_{p_1}$	(L.h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> )	5.00	120.00	5.00	113.68
$j_1$	(-)	2.00	5.00	1.00	5.00
$j_2$	(-)	0.00	5.00	0.00	5.00
$j_3$	(-)	0.00	5.00	0.00	5.00
$j_4$	(-)	0.00	0.00	0.00	5.00
$j_5$	(-)	0.00	0.00	0.00	0.00
$CD_{\text{CN},r}$	(g.kg <sup>-1</sup> DM)	0.38	0.53	0.38	0.54
$CD_{\text{SP},p}$	(g.kg <sup>-1</sup> DM)	0.02	0.09	0.03	0.09
$\eta_p$	(-)	0.15	0.64	0.13	0.69
CI	(€)	794781	2460217	691307	2319546
CPR	(€)	118042	835531	89575	780677

### V.5.2. Analyse de la sensibilité en fonction du nombre de membranes par module GP

La membrane céramique GP peut être mise en œuvre avec différentes tailles de modules de 7, 19, 37 ou 60 membranes. Dans cette étude et dans une première approche, le choix s’est porté sur le module de 37 membranes puisqu’il est classiquement utilisé dans l’industrie laitière. Afin de pouvoir tester la sensibilité de cette constante sur les résultats de l’optimisation, un second cas a été étudié avec un module de 19 membranes (Figure 37).



**Figure 47 : Sensibilité du nombre de membranes par module GP (MMGP) : Représentation graphique des valeurs des variables de décision (voir V.2.1.) et des objectifs de l’optimisation (II.3.1.) de la microfiltration 0.1  $\mu\text{m}$  en fonction du type de membrane (MT) : organique SW en bleu, céramique GP en beige et céramique avec système UTP en bordeaux.**

Pour rappel, la proportion des solutions en fonction du type de membrane pour le module GP de 37 membranes est de 53% pour la membrane organique SW, 11% pour la membrane céramique GP et 36% pour la membrane céramique UTP. Les résultats de l’optimisation avec le module de 19 membranes donne des résultats comparables puisqu’il y a 63% de solutions avec la membrane organique SW, 7% avec la membrane céramique GP et 30% avec la membrane céramique UTP. Il n’y a pas de différences notables entre les deux cas considérés pour les valeurs des variables de décision et des objectifs de l’optimisation relatifs à la composition des fractions et le coût de production (Tableau 46).

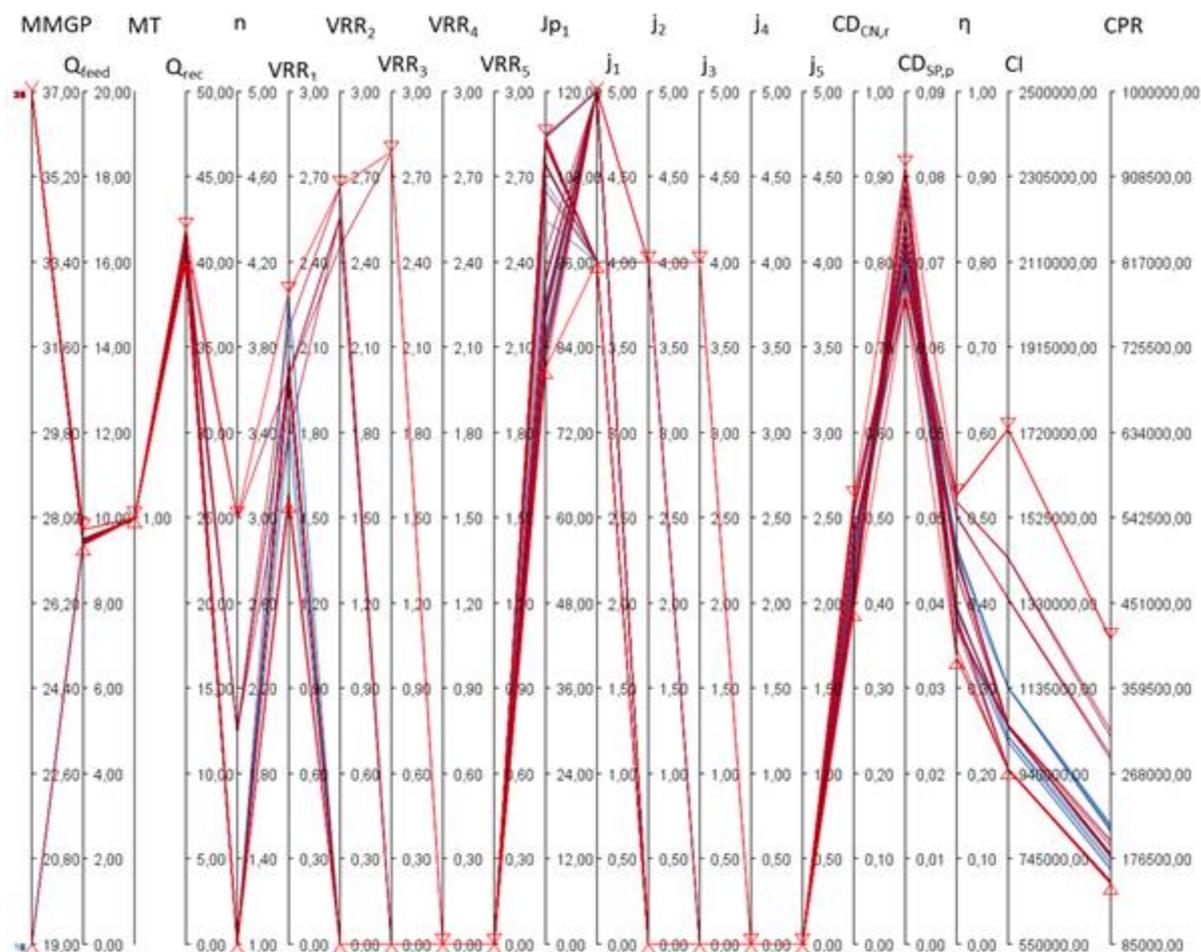
**Tableau 46 : Valeurs min et max des variables de décision (voir V.2.1.) et des objectifs de l'optimisation (II.3.1.) dans de 19 ou 37 membranes par module sur l'ensemble des solutions (SW, GP, UTP)**

Variable	Unité	MMGP = 19		MMGP = 37	
		Min	Max	Min	Max
$Q_{feed}$	( $m^3.h^{-1}$ )	5.00	9.83	5.00	10.29
MT	(-)	0.00	2.00	0.00	2.00
$Q_{rec_1}$	( $m^3.h^{-1}$ )	14.73	41.91	14.80	41.96
N	(-)	1.00	4.00	1.00	4.00
VRR <sub>1</sub>	(-)	1.37	2.55	1.40	2.52
VRR <sub>2</sub>	(-)	0.00	2.65	0.00	2.68
VRR <sub>3</sub>	(-)	0.00	2.79	0.00	2.79
VRR <sub>4</sub>	(-)	0.00	2.90	0.00	2.90
VRR <sub>5</sub>	(-)	0.00	0.00	0.00	0.00
$J_{p_1}$	( $L.h^{-1}.m^{-2}$ )	5.00	113.70	5.00	113.68
$j_1$	(-)	1.00	5.00	1.00	5.00
$j_2$	(-)	0.00	5.00	0.00	5.00
$j_3$	(-)	0.00	4.00	0.00	5.00
$j_4$	(-)	0.00	3.00	0.00	5.00
$j_5$	(-)	0.00	0.00	0.00	0.00
$CD_{CN,r}$	( $g.kg^{-1} DM$ )	0.38	0.53	0.38	0.54
$CD_{SP,p}$	( $g.kg^{-1} DM$ )	0.02	0.09	0.03	0.09
$\eta_p$	(-)	0.13	0.66	0.13	0.69
CI	(€)	691517	1562589	691307	2319546
CPR	(€)	88564	456415	89575	780677

En revanche, les valeurs de l'objectif de coût d'investissement peuvent ne pas être comparables puisque la valeur maximum atteinte par l'objectif est plus importante de 32 % dans le cas du module de 37 membranes. En effet, pour des solutions qui mettent en œuvre le même nombre de modules sur l'installation, le coût d'un module de 37 membranes est plus cher de 38% à l'achat par rapport au

module de 19 membranes. En revanche, pour une surface membranaire équivalente, le nombre requis de modules avec 37 membranes sera inférieur à celui pour des modules de 19 membranes.

Afin de comprendre, en quoi les solutions sont différentes entre 19 et 37 membranes par modules, les résultats de l'optimisation pour la membrane céramique GP sont présentés sur la Figure 48.



**Figure 48 : Sensibilité du nombre de membranes par module GP (MMGP) : Représentation graphique des valeurs des variables de décision (voir V.2.1.) et des objectifs de l'optimisation (II.3.1.) de la microfiltration 0.1  $\mu$ m en fonction du nombre de membrane par module (MMGP) pour la membrane céramique GP: 37 membranes en rouge et 19 membranes en bleu**

Il n'y a pas de différences notables dans les valeurs des variables de décision en dehors du nombre d'étage de l'installation (Tableau 47). En effet, les solutions avec des modules de 19 membranes sont uniquement des installations mono-étagées alors qu'avec des modules de 37 membranes les installations possèdent entre 1 et 3 étages. En revanche, les valeurs des objectifs de l'optimisation sont différentes sauf pour la concentration en protéines sériques sur extrait sec dans le perméat. Dans le cas des solutions avec les modules de 37 membranes, la concentration en caséines dans le rétentat sur extrait sec est comprise sur une gamme plus large (0.39-0.52  $g \cdot kg^{-1}$  DM) qu'avec les modules de 19 membranes (0.42-0.48  $g \cdot kg^{-1}$  DM), certaines solutions sont en moyenne « moins bonnes » et d'autres en moyenne « meilleures ».

Un phénomène similaire est observé pour le rendement de récupération en protéines sériques dans le perméat. Pour les objectifs de coûts d'investissement et de production, dans le cas du module de 19 membranes, la différence entre le min et le max sont respectivement de 10 et 22%. Dans le cas du module de 37 membranes, la différence est beaucoup plus importante et est respectivement de 45 et 63%.

La comparaison des solutions Pareto-optimales pour la membrane céramique GP dans le cas de module de 19 et 37 membranes permet de montrer qu'en fonction de la taille du module, les valeurs sur les objectifs changent et de nouvelles solutions sont disponibles avec les modules de 37 membranes. En effet, ce module permet d'obtenir de nouvelles solutions qui améliorent la concentration en caséines dans le rétentat sur extrait sec et le rendement de récupération moyennant un coût d'investissement et de production plus élevés. Afin de conforter ces observations, il serait nécessaire de réaliser l'optimisation avec d'autres tailles de modules pour la membrane céramique GP (7 et 60 membranes) et d'appliquer la même démarche avec la membrane céramique UTP.

**Tableau 47 : Valeurs min et max des variables de décision (voir V.2.1.) et des objectifs de l'optimisation (II.3.1.) dans de 19 ou 37 membranes par module sur les solutions avec la membrane céramique GP**

Variable	Unité	MMGP = 19		MMGP = 37	
		Min	Max	Min	Max
$Q_{\text{feed}}$	( $\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ )	9.38	9.50	9.38	9.73
MT	(-)	1.00	1.00	1.00	1.00
$Q_{\text{rec}_1}$	( $\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ )	40.03	41.91	40.01	41.96
N	(-)	1.00	1.00	1.00	3.00
$VRR_1$	(-)	1.79	2.29	1.55	2.35
$VRR_2$	(-)	0.00	0.00	0.00	2.66
$VRR_3$	(-)	0.00	0.00	0.00	2.79
$VRR_4$	(-)	0.00	0.00	0.00	0.00
$VRR_5$	(-)	0.00	0.00	0.00	0.00
$J_{p1}$	( $\text{L} \cdot \text{h}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$ )	84.20	113.70	80.99	113.68
$j_1$	(-)	4.00	5.00	4.00	5.00
$j_2$	(-)	0.00	0.00	0.00	4.00
$j_3$	(-)	0.00	0.00	0.00	4.00
$j_4$	(-)	0.00	0.00	0.00	0.00
$j_5$	(-)	0.00	0.00	0.00	0.00
$CD_{\text{CN},r}$	( $\text{g} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ DM}$ )	0.42	0.48	0.39	0.52
$CD_{\text{SP},p}$	( $\text{g} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ DM}$ )	0.07	0.08	0.07	0.08
$\eta_p$	(-)	0.38	0.47	0.34	0.53
CI	(€)	1012667	1139606	951578	1728535.57
CPR	(€)	165398	213850	149662	412537.06

## V.6. Conclusion

L'optimisation multiobjectif de la microfiltration 0.1  $\mu\text{m}$  de lait a donnée 178 solutions Pareto-optimales d'installations pour la séparation des caséines et des protéines sériques du lait. L'aide à la décision a permis de montrer que parmi les solutions Pareto-optimales, et ce malgré le grand nombre de solutions avec la membrane organique, les membranes céramiques restent le meilleur choix lorsque l'industriel préfère la valorisation du produit au coût économique dans les 3 scénarios définis (valorisation du perméat, du rétentat ou des deux simultanément).

L'étude préliminaire de la sensibilité sur le volume de lait à traiter par microfiltration et la taille des modules pour la membrane céramique GP a permis de montrer que les résultats de l'optimisation peuvent varier en fonction de la valeur des constantes. Il est nécessaire d'étudier avec plus de précision la sensibilité des résultats en fonction des modifications des constantes ou du modèle d'optimisation et cet aspect sera abordé dans la partie perspective.

L'optimisation multiobjectif de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  a permis d'ouvrir la réflexion sur de nouvelles conceptions d'installation et de nouvelles associations de conditions opératoires. C'est bien là, l'un des enjeux majeurs de ce type de démarche. Les industriels ont une connaissance des procédés et installations, mais la complexité du problème les pousse à privilégier des solutions éprouvées sans avoir la possibilité d'explorer d'avantage l'espace des solutions possibles. En permettant d'explorer un grand nombre de solutions et en les évaluant, la méthode proposée constitue une réelle aide à la réflexion. Bien évidemment, il reste une étape indispensable de validation : quelle est la faisabilité et la viabilité à l'échelle industrielle des solutions proposées. Ce point ainsi que d'autres pistes d'ouvertures posées tout au long de ce manuscrit seront développées dans le chapitre suivant, qui viendra conclure et ouvrir des perspectives industrielles et de recherche.

## CHAPITRE 6 : CONCLUSION GENERALE

La microfiltration tangentielle 0.1  $\mu\text{m}$  de lait écrémé est une opération usuellement utilisée en industrie laitière pour la séparation des caséines et des protéines sériques. Malgré son implantation en industrie depuis des décennies, la microfiltration n'est pas forcément dimensionnée et conduite de façon optimale. En raison des différents types de membranes, des différentes conceptions d'installation et des choix multiples possibles des conditions opératoires d'une part et face au manque de données dans la littérature d'autre part, l'optimisation multiobjectif de l'opération de microfiltration a été réalisée.

Pour rappel, l'optimisation multiobjectif de la microfiltration 0.1  $\mu\text{m}$  a été réalisée dans un cadre défini. Les principaux éléments de définition du cadre de l'optimisation sont les suivants :

- Composition du lait à traiter fixée constante
- Conduite de la filtration à PTM constante sur chacun des étages de l'installation.
- Trois technologies membranaires considérés : i) une membrane spirale organique (SW) 800 kDa, Synder FR 3A 6338 (46 mils pour les espaceurs, 16.35 m<sup>2</sup> de surface de filtration) ; ii) une membrane céramique tubulaire 0.1  $\mu\text{m}$ , Pall EP1940 GP (37 canaux, 4 mm de diamètre, 1.68 m<sup>2</sup> de surface de filtration) et iii) une membrane céramique tubulaire 0.1  $\mu\text{m}$ , Pall EP1940 UTP (19 canaux, 4 mm de diamètre, 1.68 m<sup>2</sup> de surface de filtration) en système UTP.
- Températures de filtration fixées à 12°C pour la membrane organique SW et à 50 °C pour les deux membranes céramiques (GP et UTP).
- Perméation des caséines supposée nulle (rétention 100%) quelles que soient les technologies membranaires et les conditions opératoires retenues.
- Nettoyage et désinfection de l'installation non optimisés mais le temps requis ainsi que les consommations en utilités et produits chimiques associées sont prises en compte.

L'objectif général de cette thèse était donc de développer une méthodologie d'optimisation basée sur l'intégration de connaissances scientifiques et expertes et adaptée à un procédé agroalimentaire. La stratégie retenue dans ce travail a été de formuler le problème multiobjectif en intégrant les connaissances expertes. Les objectifs retenus considèrent de façon simultanée les caractéristiques des fractions perméat et rétentat, les conditions opératoires, le dimensionnement et les coûts économiques. Il a été nécessaire d'acquérir des données afin de les modéliser. Ils ont, par la suite, été optimisés. Les solutions Pareto-optimales ont été hiérarchisées en fonction des préférences d'utilisateur via l'aide à la décision.

La formulation du problème multiobjectif a été réalisée afin de définir les objectifs et d'identifier les variables de décision pertinentes ainsi que d'explicitier les relations entre les variables et entre les variables et les objectifs. Bien que les résultats de l'étape de formulation du problème multiobjectif soient spécifiques au cas de la microfiltration dans le cadre défini de cette étude, le recueil de connaissance est applicable quel que soit le procédé que l'on cherche à optimiser. Ce travail apporte des éléments de réponses aux questions suivantes : Quels sont les objectifs pertinents à prendre en compte pour l'optimisation multiobjectif de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  dans le cas de la séparation des micelles de caséines et des protéines sériques ? Quels sont les domaines de connaissance nécessaires à la description des objectifs ? Comment partager et intégrer des connaissances issues de différents domaines de connaissances ? Quelles sont les variables de décision qui influencent les objectifs de l'optimisation ? Existe-il des contraintes sur les variables de décision ?

Tout d'abord, les travaux réalisés ont permis de formuler le problème multiobjectif de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  en prenant en compte de façon simultanée les fractions perméat et rétentat, les conditions opératoires, le dimensionnement de l'installation de MF et les coûts économiques. Il a été montré que l'utilisation de la méthode de Hobballah et al. (2018) adaptée aux besoins de notre problème en ajoutant l'étape de définition des objectifs de l'optimisation permet la formulation du problème d'optimisation en intégrant des connaissances scientifiques et expertes. Les objectifs définis par les experts sont :

- La maximisation de la concentration en caséines sur extrait sec dans le rétentat
- La maximisation de la concentration en protéines sérique sur extrait sec dans le perméat
- La maximisation du rendement de récupération en protéines sériques dans le perméat
- La minimisation du coût d'investissement
- La minimisation du coût de production.

Les techniques de recueil de connaissances pour la formulation du problème multiobjectif ont été des enquêtes et des interviews semi-structurées et structurées. Les connaissances recueillies ont été modélisées avec des cartes causales. La délimitation du domaine de connaissances et sa décomposition en sous-domaines, effectuées à l'aide d'enquêtes envoyées aux experts, ont permis une élaboration facile des questions d'interview. Les cartes de relations d'influences, représentatives des relations d'influence existantes entre les objectifs de l'optimisation et les variables du domaine, ont été construites à partir des transcriptions des interviews auprès des experts puis validées par ces derniers. Les différentes cartes causales ont été fusionnées en une seule carte causale globale puis les cartes des relations d'influences de chaque objectif ont été extraites. Les cartes des relations d'influences de chacun des objectifs ont été utilisées pour formuler le problème multiobjectif. Cette représentation graphique a permis de faire le point sur les connaissances expertes et de faciliter les discussions entre eux. Cinq variables de décision et 31 variables intermédiaires ont été nécessaires pour représenter les relations d'influence entre les variables et entre les variables et les objectifs de l'optimisation. Plusieurs conclusions peuvent être tirées du recueil de connaissances :

- 1) L'utilisation des connaissances expertes pour la formulation d'un problème multiobjectif présente les avantages suivants : l'accès à l'information est facilité même pour quelqu'un qui n'est pas spécifiquement du domaine, les interactions avec les experts offrent la possibilité de demander des explications complémentaires lorsqu'il y a ambiguïté sur un sujet et enfin il est possible d'avoir accès à des informations qui ne sont pas disponibles dans la littérature. En revanche, il est important de noter que cette méthode comporte un inconvénient : le comportement des experts influence fortement les résultats et peut ralentir la dynamique de groupe lorsqu'il y a beaucoup d'experts. Cet inconvénient est majeur quand il s'agit d'un domaine de connaissance pour lequel il n'y a qu'un seul expert peu disponible.
- 2) Le temps nécessaire au recueil de connaissance a été important. En effet, plus le nombre d'experts impliqués est grand, plus il faut de temps pour les étapes de discussion et validation des connaissances par le groupe d'experts. De plus, leur disponibilité et leur degré d'engagement dans le projet peut être un verrou à l'application de la méthode.

En conclusion, la méthodologie de Hobballah et al. (2018) développée dans le cadre de la formulation du problème multiobjectif d'un isolant à base de fibre de bois a été utilisée avec succès pour formuler le problème multiobjectif de la MF 0.1  $\mu\text{m}$ . Plus généralement, cette méthode présente un fort potentiel pour la formulation des problèmes multiobjectif d'optimisation de procédés dans le domaine agroalimentaire. En effet, l'optimisation multiobjectif des procédés agroalimentaires reste difficile en

raison de deux verrous majeurs : i) d'une part, les propriétés physiques et les paramètres d'évaluation de la qualité des produits sont difficiles à prédire compte tenu de la complexité des aliments et ii) d'autre part, la prise en compte simultanée de la conception et de la conduite d'un procédé reste difficile. Ainsi l'intégration de connaissances scientifiques et experte est une approche originale permettant la formulation de problèmes multiobjectif du monde réel.

Afin de modéliser les objectifs de l'optimisation, l'acquisition de données sur la microfiltration 0.1  $\mu\text{m}$  de lait a été nécessaire. Pour l'optimisation du problème de la MF 0.1  $\mu\text{m}$ , il a été nécessaire de traduire mathématiquement ou de façon algorithmique les objectifs de l'optimisation en fonction de leurs variables de description. Idéalement, la modélisation des données devrait reposer sur des modèles physiques et/ou phénoménologiques. Mais, peu de modèles sont disponibles dans la littérature scientifique sur la microfiltration. A défaut, il est possible de se baser sur des données expérimentales pour construire un modèle. Ce travail apporte des réponses aux questions suivantes : Quelles sont les connaissances disponibles ? Quels sont les connaissances manquantes ? Est-il possible d'acquérir de nouvelles connaissances pour combler les manques de connaissances ? Comment intégrer les données issues de sources différentes ? Comment intégrer des données hétérogènes ?

L'acquisition de données sur la microfiltration 0.1  $\mu\text{m}$  a été réalisée via trois méthodes : l'analyse de la littérature avec l'outil @Web, l'acquisition de données auprès des partenaires du projet et la réalisation d'expérimentations.

Les données de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  de lait écrémé issues de la littérature ont été structurées et annotées à l'aide de l'outil @web et ont permis de mettre en lumière des manques de connaissances. En revanche, la forte hétérogénéité des données issues de la littérature reste un obstacle à leur valorisation.

Les données collectées auprès des partenaires du projet à l'échelle pilote ont permis de caractériser une partie des relations d'influence entre les variables et les objectifs de l'optimisation pour les trois types de membrane. En revanche, les données recueillies pour la membrane Pall GP EP1940 et Pall EP1940 en système UTP ne permettent pas de conclure sur l'évolution des performances de la filtration en fonction du facteur de réduction volumique. De plus, toutes les données collectées ont été obtenues lors d'expériences à flux de perméation constant. Or le dimensionnement de la surface membranaire d'une installation doit être réalisée pour des conditions de pression transmembranaire et de vitesse d'écoulement tangentielle constantes. L'obtention de données à pression transmembranaire constante, quel que soit le type de membrane a été identifié comme le troisième manque de connaissance. Les données collectées à l'échelle industrielle concernent les coûts économiques pour les trois types de membranes considérées dans ce travail et les performances en termes de pression transmembranaire et de transmission des protéines sériques pour les membranes GP. Les données industrielles ont permis de conforter les données pilote.

Afin de combler partiellement les manques de connaissance identifiés, des expérimentations ont été réalisées à l'échelle pilote sur membrane céramique GP et en système UTP. Les essais ont permis de caractériser d'une part l'évolution de la pression transmembranaire et de la transmission des protéines sériques pour les deux types de membranes en fonction du facteur de réduction volumique pour des conditions données de flux de perméation et de vitesse tangentielle ; ii) et d'autre part, l'évolution du flux de perméation pour la membrane GP en fonction du facteur de réduction volumique pour différentes conditions de pression transmembranaire et vitesse d'écoulement tangentielle.

Pour chaque type de membrane, les données collectées ont permis d'avoir une idée des tendances sur les caractéristiques produit, procédé et dimensionnement pour les plages de variation couvertes par les jeux données. En revanche, ces données ne sont pas représentatives de l'ensemble des conditions

opératoires possibles de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  et ne sont pas généralisables en dehors des plages de valeurs qu'ils décrivent.

La modélisation des cinq objectifs de l'optimisation de la microfiltration 0.1  $\mu\text{m}$  a consisté à développer un ensemble d'équations à partir de données expérimentales représentatives des séquences de relations existantes entre les variables d'entrée et de sortie du système. Idéalement, les données expérimentales devraient être obtenues en vue de la modélisation. Cela permet d'assurer la prise en compte simultanée des variations des variables d'un même jeu de données et de leur fiabilité à travers le nombre de répétitions nécessaire et suffisant. Cependant, cela nécessite d'être en mesure de produire de nombreuses expériences permettant la combinaison des conditions opératoires, et cela pour chaque relation non disponible dans la littérature. Ce travail apporte les réponses aux questions suivantes : Comment modéliser une opération unitaire en considérant à la fois le produit, le procédé, le dimensionnement et les données économiques ? Comment intégrer dans la modélisation des données hétérogènes comme c'est le cas pour la modélisation de problèmes du monde réel ?

Dans un souci pragmatique, puisqu'il est matériellement impossible de procéder à une modélisation phénoménologique de l'opération unitaire, la stratégie mise en œuvre a été de modéliser les objectifs à partir des données existantes et celles acquises de la MF 0.1  $\mu\text{m}$ . Cela induit de fortes contraintes sur les domaines de validité des modèles. En effet, les modèles ne sont pas représentatifs de l'ensemble des conditions opératoires possibles et par conséquent, ne sont pas extrapolables aux domaines de valeurs non couverts par les données. Cette stratégie a permis la modélisation des cinq objectifs de l'optimisation de façon mathématique ou algorithmique.

L'optimisation multiobjectif de l'opération de microfiltration a été réalisée. La résolution du problème de l'optimisation consiste à explorer l'espace de solutions afin de déterminer quels sont les meilleurs compromis entre les objectifs, qui sont aussi les solutions Pareto-optimales. Selon le nombre d'objectifs de l'optimisation, l'interprétation des résultats peut s'avérer difficile. De plus, dans le cas de la MF 0.1  $\mu\text{m}$ , en fonction de la valorisation des produits obtenus et du grand nombre de solutions Pareto-optimales, il est nécessaire de guider le décideur dans l'identification de ses solutions Pareto-optimales préférées. Ce travail répond aux questions suivantes : Comment représenter des solutions qui possèdent plusieurs dimensions ? Comment aider le décideur dans le choix de sa solution optimale préférée ? Les solutions obtenues permettent-elles de guider la conception et la conduite industrielle de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  ?

Les fonctions objectif du problème multiobjectif de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  ont été optimisées (minimisées ou maximisées) par optimisation par essaim particulaire. L'optimisation a donné 178 solutions Pareto-optimales pour la séparation des caséines et des protéines sériques du lait. Parmi ces solutions, 53 % sont des solutions avec la membrane céramique SW, 11 % avec la membrane céramique GP et 36 % avec la membrane céramique UTP. La représentation des résultats de l'optimisation a été réalisée avec des graphiques en coordonnées parallèles afin de représenter de façon simultanée les valeurs des objectifs et des variables de décisions. Malgré le grand nombre de variables à représenter, cette visualisation permet d'avoir une vision d'ensemble des solutions Pareto-optimales mais ne permet pas de comprendre dans le détail les caractéristiques de chacune des solutions. Afin de réduire le nombre de solutions Pareto-optimales à étudier, l'analyse multicritère hiérarchique a été appliquée. La microfiltration étant utilisée par les industriels laitiers afin de fractionner les protéines du lait et de valoriser la fraction rétentat composée de caséines et/ou la fraction perméat composée de protéines sériques, trois scénarios de préférences ont été définis : i) Valorisation de la fraction rétentat, ii) valorisation de la fraction perméat et iii) valorisation simultanée des deux fractions. L'aide à la décision a permis de montrer que parmi les solutions Pareto-optimales, celles avec les membranes céramiques

restent le meilleur choix lorsque l'industriel préfère la valorisation du produit au coût économique dans les 3 scénarios définis (valorisation du perméat, valorisation du rétentat et valorisation du perméat et du rétentat). Le couplage de l'optimisation par essaim particulière et de l'analyse multicritère hiérarchique a permis d'optimiser l'opération unitaire et d'aider le décideur dans le choix de sa solution préférée. L'optimisation multiobjectif de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  a permis d'ouvrir la réflexion sur de nouvelles conceptions d'installation et de nouvelles associations de conditions opératoires. En raison du grand nombre de combinaisons entre les valeurs possibles des variables de décision du problème multiobjectif, il n'est pas possible, même pour un expert d'avoir toutes les possibilités en tête. Les solutions proposées sont des pistes de réflexion qui demandent à être validées afin d'évaluer leur faisabilité et leur viabilité à l'échelle industrielle.

Pour un scientifique, l'intérêt de cette approche d'optimisation est de pouvoir identifier les manques de connaissances nécessaires à la formulation des objectifs. Il s'agit potentiellement de nouvelles questions de recherche qui pourront permettre de mieux décrire le procédé étudié. De la même façon, les résultats de l'optimisation représentent un large panel d'alternatives au dimensionnement et à la conduite du procédé qui demandent à être analysées et validées par des expérimentations à différentes échelles (paillasse, pilote).

Pour l'industriel équipementier ou laitier, l'intérêt du recueil de connaissances est de pouvoir formaliser un savoir-faire et ainsi rendre la connaissance durable et accessible dans le temps. Quant aux solutions de l'optimisation multiobjectif, certaines sont comparables aux conceptions et performances industrielles actuelles et d'autres sont des alternatives innovantes. La faisabilité des solutions doit être prouvée à l'échelle industrielle.

Finalement, la démarche proposée a fourni des lignes directrices à l'optimisation multiobjectif de la microfiltration 0.1  $\mu\text{m}$ , voire plus généralement à l'optimisation multiobjectif de procédés agroalimentaires grâce à une approche combinant l'intégration de connaissances scientifiques et expertes, la modélisation des objectifs du problème multiobjectif, l'optimisation multiobjectif et l'aide à la décision multicritère.

### **Perspectives**

Plusieurs points de ce travail pourraient faire l'objet de travaux complémentaires, quant au cadre défini des modèles à optimiser, la fiabilité des modèles et la sensibilité du modèle.

#### 1) Cadre du modèle de l'optimisation

##### i) La diafiltration

Dans cette étude, les configurations suivantes ont été considérées : système de microfiltration UTP à 50 ° C en mode continu, membrane GP à 50 ° C en mode continu et membrane organique SW à 12 ° C en mode continu. Le modèle n'intègre ainsi pas la possibilité d'utiliser la diafiltration en complément de la microfiltration. Industriellement, il est possible de coupler l'étape de microfiltration à une diafiltration. En effet, la diafiltration augmente les performances de la séparation en ajoutant un solvant, la récupération des protéines sériques dans le perméat est alors plus forte que sans diafiltration mais le perméat est sous une forme plus diluée. L'augmentation du volume de la fraction de perméat MF influence fortement la conception des installations d'ultrafiltration et d'osmose inverse qui suivent la MF. L'opération est définie par la quantité de solvant ajoutée au regard de la quantité de rétentat à traiter : on parle de taux de diafiltration. Le choix du solvant est défini en fonction des espèces à éliminer

ou à conserver dans le rétentat. Habituellement, la diafiltration est réalisée avec de l'eau osmosée ou avec du perméat d'ultrafiltration. Ajouter la possibilité de la diafiltration dans l'optimisation nécessite de pouvoir modéliser cette opération. Cela requiert de nouvelles données qu'il nous faudrait acquérir et pourrait être l'objet d'un futur travail, permettant in fine d'évaluer l'apport de la diafiltration sur les performances de la microfiltration.

### ii) La perméation des caséines

Connaître plus précisément la composition protéique des fractions de rétentat et de perméat aiderait les producteurs de produits laitiers à améliorer la qualité des fractions en fonction des produits finaux souhaités. En particulier, nous avons supposé qu'il n'y a pas de caséines libres dans la fraction de perméat, bien que certaines puissent passer à travers la membrane pendant la MF, et leur présence est préjudiciable à l'utilisation ultérieure des concentrés de protéines sériques. Par exemple, les caséines résiduelles précipitent lorsqu'elles sont acidifiées (ce qui est pénalisant pour certaines boissons nutritionnelles pour sportifs, généralement acides) et provoquent une turbidité indésirable.

On peut s'attendre à ce que la perméation de la caséine dépende de la température de filtration, du facteur de concentration, du type de membrane ainsi que du taux de diafiltration et du solvant. Cependant, il existe peu de données sur la perméation de la caséine en fonction de ces paramètres dans la littérature. Pour la membrane GP, à 50 ° C, la perméation de la caséine peut atteindre 5 CN% TP (pourcentage de caséines par rapport aux protéines totales) dans le perméat lors de la filtration en continu pour un facteur de concentration de 3 (Zulewska et Barbano, 2014) et 12 CN%TP lors d'une filtration discontinue lorsque le facteur de concentration augmente de 1 à 3 (Tremblay-Marchand et al., 2016). Pour le système UTP, nous considérons qu'il n'y a pas de perméation à la caséine même s'il a été démontré que la perméation à la caséine peut se produire avec un système UTP à 50 ° C. En effet, cela a été prouvé par Zulewska et al. (2009) en effectuant une microfiltration continue avec le système UTP à 50 ° C jusqu'à un facteur de concentration de 3. La présence de caséine dans le perméat a été déterminée en proportion relative de caséine (1,23%) aux protéines sériques (98,77%) par analyse densitométrique des gels SDS-PAGE. Enfin, il n'y a pas de données sur la perméation de la caséine lors de la MF à basse température avec la membrane Synder 800 kDa FR 3A 6338.

D'après la littérature, il est clair qu'il y a un manque de données sur la perméation de la caséine. Dans notre approche, considérer la perméation de la caséine pour les trois technologies implique de connaître les données de perméation de la caséine en fonction de la température de filtration, du facteur de concentration, du type de membrane, du taux de diafiltration et du solvant pour chaque technologie de filtration. L'acquisition de ces données de perméation de la caséine pourrait être l'objet d'un futur travail permettant de mieux caractériser la composition des fractions de perméat et de rétentat de la microfiltration lors de la modélisation des objectifs de l'optimisation.

### iii) Le nettoyage et la désinfection

Dans notre modèle, les procédures de nettoyage et de désinfection ont été déterminées en fonction de la nature du matériau membranaire (organique ou céramique) et considérées efficaces et reproductibles. Il n'a pas été optimisé mais les consommations en eau et énergie ont été prises en compte dans l'évaluation du coût de production. La complexité des procédures de nettoyage doit être prise en compte dans l'optimisation pour garantir un

nettoyage efficace quel que soit le degré d'encrassement de la membrane. Alors que les procédures de nettoyage sont toujours à l'étude (Astudillo et al., 2010; Rabiller-Baudry et al., 2002; Regula et al., 2014), nous avons supposé qu'elles étaient efficaces et reproductibles pour chaque technologie de membrane selon les normes industrielles. Les conditions de fonctionnement déterminent la rapidité avec laquelle la membrane s'encrasse, et le nettoyage standard peut ne pas être efficace pour toutes les conditions d'encrassement. Un nettoyage optimisé en fonction des conditions opératoires assurerait un nettoyage efficace de la membrane et des performances constantes.

### iv) Optimisation du procédé de MF 0.1 $\mu\text{m}$ , comme une succession d'opérations unitaires incluant l'opération de MF 0.1 $\mu\text{m}$

Dans ce travail, nous avons supposé que le lait est un lait de grand mélange (provenant d'un troupeau de plusieurs centaines de vaches) de composition constante. La prise en compte des étapes amont de MF permettrait de prendre en compte les différences dans les prétraitements que subit le lait avant la MF. Industriellement, le lait est stocké à froid, écrémé, traité thermiquement (thermisation ou pasteurisation) éventuellement bactofugé avant la MF. Dans une étude récente, Granger-Delacroix et al. (2020) ont montré que les conditions de stockage et de traitement du lait influencent la pression transmembranaire et la récupération des protéines sériques pendant la MF. En effet, la pression transmembranaire est principalement influencée par l'encrassement durant la MF, qui dépend de la charge de micro-organismes, tandis que la récupération des protéines sériques est influencée par la dénaturation et/ou l'agrégation des protéines sériques lors des étapes de prétraitement. Il est nécessaire de mieux connaître l'impact de ces prétraitements sur les performances de la microfiltration afin de le modéliser et de l'inclure dans la formulation du problème multiobjectif.

Inclure les processus en aval dans le procédé de MF pourrait modifier les objectifs d'optimisation. Dans l'industrie, l'ultrafiltration, la nanofiltration et / ou l'osmose inverse (procédés en aval de la microfiltration) sont généralement utilisées pour concentrer et purifier les protéines sériques récupérées dans la fraction perméat, issue de la MF. Or c'est la concentration en protéine sérique du perméat de MF qui détermine la surface de membrane requise pour l'ultrafiltration, en aval qui permet de concentrer ces protéines. ; ainsi, une vision intégrée de la ligne de production serait nécessaire.

### vi) Procédé dynamique

La prise en compte des aspects dynamiques d'une part au cours de la microfiltration et d'autre part au cours de la vie d'une membrane :

- Dans tout processus alimentaire, même si les variables qui décrivent le procédé (par exemple la pression transmembranaire) dépendent du temps, leurs dépendances n'ont pas été prises en compte lors de la formulation de notre problème. Pour simplifier la formulation du problème dans cette étude, nous n'avons considéré que les conditions de processus en régime permanent, qui, selon nous, contenaient déjà les caractéristiques inhérentes au procédé de MF dans son ensemble. Dans une perspective globale, cependant, il serait utile de considérer toutes les dynamiques du processus de MF afin de relever de nouveaux défis. Les relations d'influence entre les variables varieraient avec le temps, ce qui conduirait à considérer plusieurs états de chaque variable et différentes structures de connaissances.

- Par souci de simplicité, le vieillissement de la membrane a été exclu de la formulation du problème, mais l'efficacité de filtration des membranes diminue avec le temps. Par conséquent, à mesure que les membranes vieillissent, l'encrassement par le lait écrémé augmente, les conditions critiques et limites de filtration sont modifiées et la propreté diminue (Rabiller-Baudry et al., 2019). La prise en compte du vieillissement de la membrane nécessiterait une adaptation continue des conditions de filtration et de nettoyage tout au long de la durée de vie de la membrane pour garantir des conditions de fonctionnement optimales.

### 2) Fiabilité du modèle

A court terme, la fiabilisation du modèle est la perspective la plus importante et passe par deux étapes :

#### i) Fiabilité des relations décrivant les objectifs de l'optimisation

La prise en compte des incertitudes dans les relations d'influence pourrait également améliorer la précision des résultats. Nous avons supposé que toutes les relations données par un expert étaient vraies sans tenir compte du niveau de confiance de l'expert. En réalité, les experts peuvent avoir une grande confiance dans certaines relations entre variables mais avoir des doutes sur d'autres. Ce point est important car certaines relations d'influence sont basées uniquement sur des connaissances d'experts, sans que cette connaissance ait pu être validée par l'expérience. Les discussions entre experts ont réduit les incertitudes sur les connaissances ; cependant, définir un niveau de confiance dans les relations d'influence en fonction de la source ou de la confiance dans les connaissances améliorerait la fiabilité des résultats (Baudrit et Dubois, 2006). Cette approche aiderait également à choisir parmi les opinions d'experts dont le degré de certitude diffère. Dans cette étude, les experts ont toujours réussi à parvenir à trouver un consensus, mais lorsque cela n'est pas possible, il serait utile d'inclure une méthode permettant d'examiner le niveau de confiance de chaque expert.

#### ii) Fiabilité du modèle mathématique

La modélisation des objectifs de l'optimisation est basée sur des hypothèses et des données expérimentales qui ont été collectées et non acquises spécifiquement en vue d'une modélisation. Les modèles construits sur ces données, ont un domaine de validité se limitant à la gamme des données. Les modèles ainsi construits ont donc un domaine de validité assez limitée, contraignant la variété des solutions pouvant être obtenues par l'optimisation ; en effet les solutions doivent s'inscrire dans ces domaines de validité. Afin de fiabiliser le modèle des objectifs, il est nécessaire de réaliser de nouvelles expérimentations pour étendant le domaine de validité des modèles et améliorer leur qualité. En particulier, les données utilisées pour les équations liées au dimensionnement de l'installation sont le résultat d'hypothèses et doivent être validées pour les trois types de membranes sur des gammes plus larges de pression transmembranaire et de vitesse d'écoulement tangentielle.

### 3) Sensibilité sur les résultats

#### i) Constantes du modèle

Dans ce travail, plusieurs variables ont été fixées afin de simplifier la modélisation de l'optimisation : le volume de lait à traiter, le nombre de membranes par module pour chacun des types de membranes et le nombre de jours travaillés. Il serait intéressant de pouvoir faire

varier ces variables dans le modèle. Mais cela nécessite de pouvoir modéliser l'influence de la variation de ces variables sur les autres variables du système, et ainsi de disposer des données pour le faire.

### ii) L'algorithme d'optimisation et paramétrage

Dans ce travail, la métaheuristique Optimisation par Essaim Particulaire (PSO) a été utilisée. Cette métaheuristique a été choisie pour sa simplicité d'implémentation et le faible nombre de paramètres qu'elle nécessite. De plus, d'après le Free Lunch Theorem (Wolpert and Macready, 1997), il n'existe aucune métaheuristique pouvant prétendre être la meilleure sur tous les problèmes multiobjectif. A défaut de pouvoir connaître a priori la métaheuristique la plus adaptée à l'optimisation de la MF, il serait intéressant d'analyser les résultats de l'optimisation en faisant varier d'une part le paramétrage de PSO et d'autre part en changeant de métaheuristique.

En effet, dans PSO, le paramétrage permet d'ajuster l'inertie de la particule ( $w$ ), son attraction vers sa meilleure position déjà rencontrée ( $c1$ ) et son attraction vers la meilleure position jamais rencontrée par une de ses voisines ( $c2$ ). Dans notre cas d'application, nous avons retenu un paramétrage standard, classiquement utilisé dans la littérature. Cependant, nous n'avons pas analysé l'impact du changement du paramétrage sur les résultats. Or, changer le paramétrage de la métaheuristique peut permettre une meilleure exploration de l'espace des solutions. Il serait ainsi intéressant de procéder à une exploration des valeurs possibles des paramètres de la métaheuristique.

Par ailleurs, même si les résultats de l'optimisation avec PSO sont satisfaisants, il serait intéressant de comparer les résultats de l'optimisation de la MF 0.1  $\mu\text{m}$  obtenus avec différentes métaheuristicues afin de vérifier qu'il n'en existe pas une plus adaptée à ce problème. Il existe en effet de nombreuses autres métaheuristicues basées sur des populations, comme NSGA-II (Deb, 2002) ou l'optimisation par colonies de fourmis (Dorigo and Stützle, 2003) qui ont démontré leurs qualités face à de nombreux problèmes d'optimisation multiobjectif.

### iii) Le choix des critères et préférences pour l'aide à la décision

Nous avons retenu comme critères de l'aide à la décision les objectifs de l'optimisation dans une première approche. Ces critères ont permis de comparer les solutions selon différents profils d'utilisateur : i) l'industriel fromager qui souhaite valoriser la fraction rétentat, ii) l'industriel laitier qui souhaite valoriser les protéines sériques et iii) l'industriel qui souhaite valoriser simultanément le rétentat et le perméat. Il serait pertinent de réaliser l'aide à la décision avec d'autres critères tels que l'encombrement au sol et en hauteur de l'installation ou encore son accessibilité pour des opérations de maintenance afin de mesurer la pertinence des solutions proposées face aux contraintes industrielles. Le choix de critères basés sur des indicateurs économiques plus évolués tels que le retour sur investissement, le bénéfice actualisé ou le taux de rentabilité permettrait également aux industriels d'avoir une vision complémentaire sur les solutions de l'optimisation. Dans une première approche, dans une optique de preuve de concept, les préférences relatives aux critères ont été construites par l'équipe de thèse sur la base de préférences supposées des décideurs. Cependant, pour mener

une vraie démarche d'aide à la décision, il serait nécessaire de recueillir ces critères auprès d'industriels.

Parmi toutes ces perspectives certaines sont de cours terme, d'autres nécessitent des avancées dans la recherche et donc sont de plus long terme. La prise en compte de ces éléments devrait conduire à la constitution d'un outil d'aide à la conception et à la conduite de l'opération de MF et du procédé associé.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Abakarov, A., Sushkov, Y., Almonacid, S., Simpson, R., 2009. Multiobjective Optimization Approach: Thermal Food Processing. *Journal of Food Science* 74 (9), E471–E487.
- Abejón, R., Garea, A., Irabien, A., 2012. Multiobjective optimization of membrane processes for chemicals ultrapurification, in: Bogle, I.D.L., Fairweather, M. (Eds.), *Computer Aided Chemical Engineering, 22 European Symposium on Computer Aided Process Engineering*. Elsevier, 542–546.
- Abernethy, M.A., Horne, M., Lillis, A.M., Malina, M.A., Selto, F.H., 2005. A multi-method approach to building causal performance maps from expert knowledge. *Management Accounting Research* 16 (2), 135–155.
- Adams, M.C., Hurt, E.E., Barbano, D.M., 2015. Effect of ceramic membrane channel geometry and uniform transmembrane pressure on limiting flux and serum protein removal during skim milk microfiltration<sup>1</sup>. *Journal of Dairy Science* 98 (11), 7527–7543.
- Al-Obaidi, M.A., Li, J.-P., Kara-Zaïtri, C., Mujtaba, I.M., 2017. Optimisation of reverse osmosis-based wastewater treatment system for the removal of chlorophenol using genetic algorithms. *Chemical Engineering Journal* 316, 91–100.
- Amiryousefi, M.R., Mohebbi, M., Khodaiyan, F., Ahsaei, M.G., 2014. Multi-Objective Optimization of Deep-Fat Frying of Ostrich Meat Plates Using Multi-Objective Particle Swarm Optimization (MOPSO): MOO of DFF of Ostrich Meat Plates. *Journal of Food Processing and Preservation* 38, 1472–1479.
- Anderson, J.R., 2015. *Cognitive psychology and its implications*, Eighth edition. ed. Worth Publishers, New York.
- Astudillo, C., Parra, J., González, S., Cancino, B., 2010. A new parameter for membrane cleaning evaluation. *Separation and Purification Technology* 73 (2), 286–293.
- Astudillo-Castro, C.L., 2015. Limiting Flux and Critical Transmembrane Pressure Determination Using an Exponential Model: The Effect of Concentration Factor, Temperature, and Cross-Flow Velocity during Casein Micelle Concentration by Microfiltration. *Industrial & Engineering Chemistry Research* 54 (1), 414–425.
- Bacchin, P., Aimar, P., Field, R.W., 2006. Critical and sustainable fluxes: Theory, experiments and applications. *Journal of Membrane Science* 281 (1-2), 42–69.
- Baudrit, C., Dubois, D., 2006. Practical representations of incomplete probabilistic knowledge. *Computational Statistics & Data Analysis* 51 (1), 86–108.

- Baudrit, C., Sicard, M., Wuillemin, P.H., Perrot, N., 2010. Towards a global modelling of the Camembert-type cheese ripening process by coupling heterogeneous knowledge with dynamic Bayesian networks. *Journal of Food Engineering* 98 (3), 283–293.
- Beckman, S.L., Barbano, D.M., 2013. Effect of microfiltration concentration factor on serum protein removal from skim milk using spiral-wound polymeric membranes. *Journal of Dairy Science* 96 (10), 6199–6212.
- Beckman, S.L., Zulewska, J., Newbold, M., Barbano, D.M., 2010. Production efficiency of micellar casein concentrate using polymeric spiral-wound microfiltration membranes. *Journal of Dairy Science* 93 (10), 4506–4517.
- Belfort, G., Baruah, G., Venkiteswaran, A., 2008. Global model for optimizing crossflow microfiltration and ultrafiltration processes. US20080017576A1.
- Bonneau de Beaufort, L., Sedki, K., Fontenelle, G., 2015. Inference reasoning on fishers' knowledge using Bayesian causal maps. *Ecological Informatics* 30, 345–355.
- Bouchoux, A., Qu, P., Bacchin, P., Gésan-Guiziou, G., 2014. A General Approach for Predicting the Filtration of Soft and Permeable Colloids: The Milk Example. *Langmuir* 30 (1), 22–34.
- Brans, J.P., Vincke, Ph., Mareschal, B., 1986. How to select and how to rank projects: The PROMETHEE method. *European Journal of Operational Research* 24 (2), 228-238.
- Brinkmann, S., 2013. *Qualitative interviewing, Series in understanding measurement*. Oxford University Press, Oxford.
- Castéra, P., Ndiaye, A., Delisée, C., Fernandez, C., & Malvestio, J. (2010). Élaboration d'un isolant thermique et acoustique à base végétale : du concept à sa réalisation. *Revue des composites et matériaux avancés*, 20 (3), 315-334.
- Cheftel, J.C., Cuq, J.L., Lorient, D., 1985. *Protéines alimentaires; biochimie, propriétés fonctionnelles, valeur nutritionnelle, modifications chimiques*. Tech & Doc de Lavoisier, Paris.
- Chen, W.J., Su, W.C., Yang, Y.L., 2014. Application of constrained multi-objective hybrid quantum particle swarm optimization for improving performance of an ironless permanent magnet linear motor. *Applied Mathematics and Information Sciences* 8 (6), 3111–3120.
- Cheng, S., Chen, M.-Y., Fleming, P.J., 2015. Improved multi-objective particle swarm optimization with preference strategy for optimal DG integration into the distribution system. *Neurocomputing* 148 (1), 23–29.
- CNIEL, 2019. L'économie laitière en chiffres. <http://www.filiere-laitiere.fr/fr/chiffres-cles/filiere-laitiere-francaise-en-chiffres>

- Coello Coello, C.A., Lechuga, M.S., 2002. MOPSO: a proposal for multiple objective particle swarm optimization. Proceedings of the 2002 Congress on Evolutionary Computation (CEC'02), Honolulu, HI, USA, Vol2. 1051-1056.
- Collette, Y., Siarry, P., 2002. Optimisation multiobjectif. Eyrolles, Paris.
- Cooke, N.J., 1999. Knowledge elicitation, in: Handbook of Applied Cognition. John Wiley & Sons Ltd, Chichester.
- Cooke, N.J., 1994. Varieties of knowledge elicitation techniques. International Journal of Human-Computer Studies 41 (6), 801–849.
- Croguennec, T., Jeantet, R., Brulé, G., 2008. Fondements physicochimiques de la technologie laitière, Tec & Doc Lavoisier, Paris.
- Daufin, G., Radenac, J., Gésan-Guiziou, G., Kerhervé, F., Le Berre, O., Michel, F., Merin, U., 1993. A novel rig design for ultrafiltration and microfiltration experiments. Separation Science and Technology 28 (17-18), 2635–2642.
- Deb, K., 2001. Multi-Objective Optimization using Evolutionary Algorithms. John Wiley & Sons, New York.
- Deb, K., Pratap, A., Agarwal, S., Meyarivan, T., 2002. A fast and elitist multiobjective genetic algorithm: NSGA-II. IEEE Transactions on Evolutionary Computation 6 (2), 182–197.
- Deka, D., Datta, D., 2017. Multi-objective optimization of the scheduling of a heat exchanger network under milk fouling. Knowledge-Based Systems 121 (C), 71–82.
- Depping, V., Grunow, M., Kulozik, U., 2020. A methodological framework for comparing fractionated and non-fractionated products in life cycle assessments: The case of milk concentrates. Journal of Cleaner Production 257, 120478.
- Depping, V., Grunow, M., van Middelaar, C., Dumpler, J., 2017. Integrating environmental impact assessment into new product development and processing-technology selection: Milk concentrates as substitutes for milk powders. Journal of Cleaner Production 149, 1–10.
- Désilets, M., 2007. Connaissances déclaratives et procédurales : des confusions à dissiper. Revue des sciences de l'éducation 23(2), 289–308.
- Destercke, S., Sallak, M., 2013. An extension of Universal Generating Function in Multi-State Systems Considering Epistemic Uncertainties. IEEE Transactions on Reliability 62 (2), 504–514.
- do Rosário, C.R., Kipper, L.M., Frozza, R., Mariani, B.B., 2015. Modeling of tacit knowledge in industry: Simulations on the variables of industrial processes. Expert Systems with Applications 42, 1613–1625.
- Dorigo, M., Stützle, T., 2003. The Ant Colony Optimization Metaheuristic: Algorithms, Applications, and Advances, in: Glover, F., Kochenberger, G.A. (Eds.), Handbook of Metaheuristics, International Series in Operations Research & Management Science. Springer US, Boston, MA, pp. 250–285.

- Döringer, S., 2020. The problem-centred expert interview. Combining qualitative interviewing approaches for investigating implicit expert knowledge. *International Journal of Social Research Methodology*, 1–14.
- Duan, C., Wang, X., Shu, S., Jing, C., Chang, H., 2014. Thermodynamic design of Stirling engine using multi-objective particle swarm optimization algorithm. *Energy Conversion and Management* 84, 88–96.
- Durillo J.J., García-Nieto J., Nebro A.J., Coello C.A.C., Luna F., Alba E. 2009. Multi-Objective Particle Swarm Optimizers: An Experimental Comparison. In: Ehrgott M., Fonseca C.M., Gandibleux X., Hao JK., Sevaux M. (eds) *Evolutionary Multi-Criterion Optimization. EMO 2009. Lecture Notes in Computer Science*, vol 5467. Springer, Berlin.
- Edwards, R., Holland, J., 2013. *What is Qualitative Interviewing ?*, 1st edition. ed, The 'What is?' Research Methods Series. Bloomsbury Academic, London.
- Elsawah, S., Guillaume, J.H.A., Filatova, T., Rook, J., Jakeman, A.J., 2015. A methodology for eliciting, representing, and analysing stakeholder knowledge for decision making on complex socio-ecological systems: From cognitive maps to agent-based models. *Journal of Environmental Management* 151, 500–516.
- Ferrández, M.R., Redondo, J.L., Ivorra, B., Ramos, Á.M., Ortigosa, P.M., 2019. Preference-based multi-objectivization applied to decision support for High-Pressure Thermal processes in food treatment. *Applied Soft Computing* 79, 326–340.
- FoodDrinkEurope, 2019. Data and trends - European food and drink industry 2019. Online.
- Ganguly, S., 2014. Multi-Objective Planning for Reactive Power Compensation of Radial Distribution Networks With Unified Power Quality Conditioner Allocation Using Particle Swarm Optimization. *IEEE Transactions on Power Systems* 29 (4), 1801–1810.
- Garcera, D., Toujas, E., 1998. Macroporous support with permeability gradient and its manufacturing process. 0870534A1 [FR 9704359].
- Gergely, S., Bekassy-Molnar, E., Vatai, G., 2003. The use of multiobjective optimization to improve wine filtration. *Journal of Food Engineering* 58 (4), 311–316.
- Gésan, G., Daufin, G., Merin, U., Labbé, J.-P., Quémerais, A., 1993. Fouling during constant flux crossflow microfiltration of pretreated whey. Influence of transmembrane pressure gradient. *Journal of Membrane Science* 80 (1), 131–145.
- Gésan-Guiziou, G., 2010. Removal of bacteria, spores and somatic cells from milk by centrifugation and microfiltration techniques, in: Griffiths, M.W. (Ed.), *Improving the Safety and Quality of Milk*, Woodhead Publishing Series in Food Science, Technology and Nutrition. Woodhead Publishing, Boca Raton, pp. 349–372.
- Gésan-Guiziou, G., 2007. Filtration Membranaire (OI, NF, UF, MFT). *Techniques de l'ingénieur*. J 2795
- Gésan-Guiziou, G., Boyaval, E., Daufin, G., 1999. Critical stability conditions in crossflow microfiltration of skimmed milk: transition to irreversible deposition. *Journal of Membrane Science* 158 (1-2), 211–222.

- Gésan-Guiziou, G., Daufin, G., Boyaval, E., 2000. Critical stability conditions in skimmed milk crossflow microfiltration: impact on operating modes. *Le Lait* 80 (1), 129–138.
- Gésan-Guiziou, G., Sobańtka, A.P., Omont, S., Froelich, D., Rabiller-Baudry, M., Thueux, F., Beudon, D., Tregret, L., Buson, C., Auffret, D., 2019a. Life Cycle Assessment of a milk protein fractionation process: Contribution of the production and the cleaning stages at unit process level. *Separation and Purification Technology* 224, 591–610.
- Gésan-Guiziou, G., Sobańtka, A.P., Omont, S., Froelich, D., Rabiller-Baudry, M., Thueux, F., Beudon, D., Tregret, L., Buson, C., Auffret, D., 2019b. Life Cycle Assessment of a milk protein fractionation process: Contribution of the production and the cleaning stages at unit process level. *Separation and Purification Technology* 224, 591–610.
- Ghanei, A., Assareh, E., Biglari, M., Ghanbarzadeh, A., Noghrehabadi, A.R., 2014. Thermal-economic multi-objective optimization of shell and tube heat exchanger using particle swarm optimization (PSO). *Heat Mass Transfer* 50 (10), 1375–1384.
- Glover, F., 1989. Tabu Search—Part I. *ORSA Journal on Computing* 1(3), 190–206.
- Goñi, S.M., Salvadori, V.O., 2012. Model-based multi-objective optimization of beef roasting. *Journal of Food Engineering* 111 (1), 92–101.
- Granger-Delacroix, M., Leconte, N., Garnier-Lambrouin, F., Le Goff, F., Van Audenhaege, M., Gésan-Guiziou, G., 2020. Transmembrane Pressure and Recovery of Serum Proteins During Microfiltration of Skimmed Milk Subjected to Different Storage and Treatment Conditions. *Foods* 9, 390.
- Guria, C., Bhattacharya, P.K., Gupta, S.K., 2005. Multi-objective optimization of reverse osmosis desalination units using different adaptations of the non-dominated sorting genetic algorithm (NSGA). *Computers & Chemical Engineering* 29 (9), 1977–1995.
- Hadiyanto, Boom, R.M., Straten, G.V., Boxtel, A.J.B.V., Esveld, D.C., 2009. Multi-Objective Optimization to Improve the Product Range of Baking Systems. *Journal of Food Process Engineering* 32 (5), 709–729.
- Haimes, Y. Y., Lasdon, L., Wismer, D., 1971. On a bicriteria formulation of the problems of the integrated system identification and system optimization, *IEEE Transaction on Systems, Man, and Cybernetics* 1(3), 296-297.
- Harteringer, M., Kulozik, U., 2019. Milk protein fractionation by spiral-wound microfiltration membranes in diafiltration mode - Influence of feed protein concentration and composition on the filtration performance. *International Dairy Journal* 102, 104606.
- Heidebrecht, H.-J., Toro-Sierra, J., Kulozik, U., 2018. Concentration of Immunoglobulins in Microfiltration Permeates of Skim Milk: Impact of Transmembrane Pressure and Temperature on the IgG Transmission Using Different Ceramic Membrane Types and Pore Sizes. *Foods* 7 (7), 101.
- Hobballah, M.H., Ndiaye, A., Michaud, F., Irle, M., 2018. Formulating preliminary design optimization problems using expert knowledge: Application to wood-based insulating materials. *Expert Systems with Applications* 92 (C), 95–105.
- Holland, J.H., 1992. Genetic Algorithms. *Scientific American* 267, 66–73.

- Hove, S.E., Anda, B., 2005. Experiences from conducting semi-structured interviews in empirical software engineering research, in: 11th IEEE International Software Metrics Symposium (METRICS'05), 10– 23.
- Hu, X., Eberhart, R., 2002. Multiobjective optimization using dynamic neighborhood particle swarm optimization. Proceedings of the 2002 Congress on Evolutionary Computation, 2002 (CEC '02), 1677–1681.
- Hurt, E.E., Adams, M.C., Barbano, D.M., 2015. Microfiltration of skim milk and modified skim milk using a 0.1- $\mu\text{m}$  ceramic uniform transmembrane pressure system at temperatures of 50, 55, 60, and 65°C. *Journal of Dairy Science* 98 (2), 765–780.
- Hwang, C.-L., Masud, A.S.M., 1979. Multiple Objective Decision Making — Methods and Applications: A State-of-the-Art Survey. Lecture Notes in Economics and Mathematical Systems. Springer-Verlag, Berlin.
- Hwang, C.-L., Yoon, K., 1981. Methods for Multiple Attribute Decision Making, in: Hwang, C.-L., Yoon, K. (Eds.), Multiple Attribute Decision Making: Methods and Applications A State-of-the-Art Survey, Lecture Notes in Economics and Mathematical Systems. Springer, Berlin, 58–191.
- Ikonić, B., Bera, O., Pavličević, J., Kojić, P., Jokić, A., Ikonić, P., Pojić, M., Šaranović, Ž., 2019. Artificial neural network modeling and optimization of wheat starch suspension microfiltration using twisted tape as a turbulence promoter. *Journal of Food Processing and Preservation* 43 (11), e14219.
- Janaszek-Mankowska, R.W., 2018. Multi-objective optimization of the apple drying and rehydration processes parameters. *Emir J Food Agric* 30 (1), 1-9.
- Jeanet, R., Roignant, M., Delaplace, G., 2011. Génie des procédés appliqué à l'industrie laitière. Editions Tec & Doc, Paris.
- Jimenez-Lopez, A., Leconte, N., Dehainault, O., Geneste, C., Fromont, L., Gésan-Guiziou, G., 2008. Role of milk constituents on critical conditions and deposit structure in skimmilk microfiltration (0.1 $\mu\text{m}$ ). *Separation and Purification Technology* 61 (1), 33–43.
- Jørgensen, C.E., Abrahamsen, R.K., Rukke, E.-O., Johansen, A.-G., Schüller, R.B., Skeie, S.B., 2016. Optimization of protein fractionation by skim milk microfiltration: Choice of ceramic membrane pore size and filtration temperature. *Journal of Dairy Science* 99 (8), 6164–6179.
- Kennedy, J., Eberhart, R., 1995. Particle swarm optimization, in: Proceedings of ICNN'95 - International Conference on Neural Networks. Presented at the Proceedings of ICNN'95 - International Conference on Neural Networks, pp. 1942–1948 vol.4.
- Kirkpatrick, S., Gelatt Jr, C.D., Vecchi, M.P., 1983. Optimization by Simulated Annealing. *Science* 220 (4598), 671-680.
- Kvale, S., 2007. Doing Interviews. SAGE Publications Ltd, London
- Kwon, S.J., 2011. Conceptual modeling of causal map: Object oriented causal map. *Expert Systems with Applications* 38(1), 360–370.

- La filière laitière française, 2019. La filière laitière française [WWW Document]. La filière laitière française. URL <http://www.filiere-laitiere.fr/fr/chiffres-cles/filiere-laitiere-francaise-en-chiffres> (accessed 12.31.19).
- Le Berre, O., Daufin, G., 1996. Skimmilk crossflow microfiltration performance versus permeation flux to wall shear stress ratio. *Journal of Membrane Science* 117 (1-2), 261–270.
- Lousteau-Cazalet, C., Barakat, A., Belaud, J.-P., Buche, P., Busset, G., Charnomordic, B., Dervaux, S., Destercke, S., Dibie, J., Sablayrolles, C., Vialle, C., 2016. A decision support system for eco-efficient biorefinery process comparison using a semantic approach. *Computers and Electronics in Agriculture* 127, 351–367.
- Lukic, N., Bozin-Dakic, M., Grahovac, J., Dodic, J., Jokic, A., 2017. Multi-objective optimization of microfiltration of baker’s yeast using genetic algorithm. *Acta per tech* 48, 211–220.
- Madaeni, S.S., Kurdian, A.R., Hasankiadeh, N.T., 2013. A hierarchical fuzzy approach for flux prediction and optimization of milk microfiltration. *Mathematical and Computer Modelling* 57(5-6), 1038–1052.
- Madoumier, M., Azzaro-Pantel, C., Gésan-Guiziou, G., 2020. Including cleaning and production phases in the eco-design of a milk evaporation process. *Food and Bioproducts Processing* 123, 427–436
- Madoumier, M., Azzaro-Pantel, C., Tanguy, G., Gésan-Guiziou, G., 2015. Modelling the properties of liquid foods for use of process flowsheeting simulators: Application to milk concentration. *Journal of Food Engineering* 164, 70–89.
- Markets and Markets, 2018a. Food Processing Ingredients Market - Global Forecast to 2023.
- Markets and Markets, 2018b. Membrane Filtration Market - Global Forecast to 2023.
- Michaud, F., Castéra, P., Fernandez, C., Ndiaye, A., 2009. Meta-heuristic Methods Applied to the Design of Wood—Plastic Composites, with Some Attention to Environmental Aspects. *Journal of Composite Materials* 43(5), 533–548.
- Milton, N.R., 2007. Knowledge acquisition in practice: a step-by-step guide, Decision engineering. Springer, London.
- Mistry, V.V., Maubois, J.L., 2004. Application of membrane separation technology to cheese production, in: Fox, P.F., McSweeney, P.L.H., Cogan, T.M., Guinee, T.P. (Eds.), *Cheese : Chemistry, Physics and Microbiology*. Elsevier, 261–285.
- Montibeller, G., Belton, V., 2006. Causal maps and the evaluation of decision options—a review. *Journal of the Operational Research Society* 57 (7), 779–791.
- Nadkarni, S., Shenoy, P.P., 2001. A Bayesian network approach to making inferences in causal maps. *European Journal of Operational Research* 128, 479–498.
- Ndiaye, A., Castéra, P., Fernandez, C., Michaud, F., 2009a. Multi-objective preliminary ecodesign. *International Journal on Interactive Design and Manufacturing*, 3(4), 237-245.
- Ndiaye, A., Valle, G.D., Roussel, P., 2009b. Qualitative modelling of a multi-step process: The case of French breadmaking. *Expert Systems with Applications* 36(2, Part 1), 1020–1038.

- Nishitani, H., Kunugita, E., 1979. The optimal flow-pattern of multiple effect evaporator systems. *Computers & Chemical Engineering* 3 (1-4), 261–268.
- Ojha, M., Singh, K.P., Chakraborty, P., Verma, S., 2019. A review of multi-objective optimisation and decision making using evolutionary algorithms. *International Journal of Bio-Inspired Computation* 14, 69–84.
- Paetsch, F., Eberlein, A., Maurer, F., 2003. Requirements engineering and agile software development. *Proceedings of the Twelfth IEEE International Workshops on Enabling Technologies: Infrastructure for Collaborative Enterprises (WET ICE 2003)*, 308–313.
- Perera, R., Sevillano, E., Arteaga, A., De Diego, A., 2014. Identification of intermediate debonding damage in FRP-plated RC beams based on multi-objective particle swarm optimization without updated baseline model. *Composites Part B: Engineering* 62, 205–217.
- Piton, G., Philippe, F., Tacnet, J.-M., Gourhand, A., 2018. Aide à la décision par l'application de la méthode AHP (Analytic Hierarchy Process) à l'analyse multicritère des stratégies d'aménagement du Grand Bûech à la Faurie. *Sciences Eaux Territoires Numéro 26*, 54–57.
- Pordanjani, A.H., Vahedi, S.M., Aghakhani, S., Afrand, M., Mahian, O., Wang, L.-P., 2020. Multivariate optimization and sensitivity analyses of relevant parameters on efficiency of scraped surface heat exchanger. *Applied Thermal Engineering* 178, 115445.
- Qiu, C., Wang, C., Zuo, X., 2013. A novel multi-objective particle swarm optimization with K-means based global best selection strategy. *International Journal of Computational Intelligence Systems* 6 (5), 822–835.
- Qu, P., 2012. Filtration de dispersions de micelles de caséine : propriété du dépôt, interactions colloïdales et modélisation (PhD Thesis). AGROCAMPUS OUEST, Rennes.
- Quintana-Amate, S., Bermell-Garcia, P., Tiwari, A., 2015. Transforming expertise into Knowledge-Based Engineering tools: A survey of knowledge sourcing in the context of engineering design. *Knowledge-Based Systems* 84, 89–97.
- Rabiller-Baudry, M., Le Maux, M., Chaufer, B., Begoin, L., 2002. Characterisation of cleaned and fouled membrane by ATR—FTIR and EDX analysis coupled with SEM: application to UF of skimmed milk with a PES membrane. *Desalination* 146 (1-3), 123–128.
- Rabiller-Baudry, M., Thomas, P., Nguyen, T.K.H., Girard, J., El Mansour El Jastimi, M., Loulergue, P., 2019. Simulation of membrane ageing to go ahead in fouling and cleaning understanding during skim milk ultrafiltration. *Food and Bioproducts Processing, Fouling and Cleaning in Food Processing* 113, 22–31.
- Regula, C., Carretier, E., Wyart, Y., Gésan-Guiziou, G., Vincent, A., Boudot, D., Moulin, P., 2014. Chemical cleaning/disinfection and ageing of organic UF membranes: A review. *Water Research* 56, 325–365.
- Reyes-Sierra, M., & Coello Coello, C. A. (2005). Improving PSO-Based Multi-objective Optimization Using Crowding, Mutation and e-Dominance. In C. A. Coello Coello, A. Hernández Aguirre, & E. Zitzler (Eds.), *Evolutionary Multi-Criterion Optimization* (Vol. 3410, pp. 505-519): Springer Berlin.

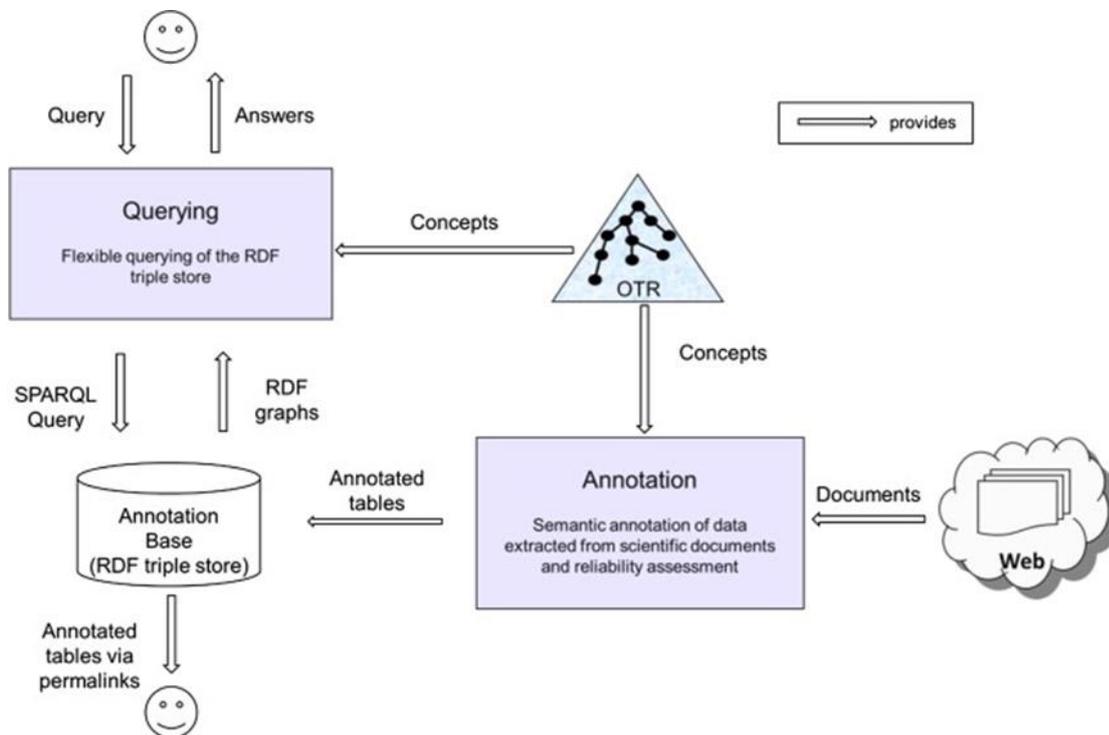
- Reyes-Sierra, M., & Coello Coello, C. (2006). Multi-objective particle swarm optimizers: A survey of the state-of-the-art. *International Journal of Computational Intelligence Research*, 2(3), 287-308.
- Roy, B., Bouyssou, D. 1993. Aide Multicritère à la décision : Méthodes et cas. Economica, Paris.
- Roy, B. 1978. ELECTRE III: Un algorithme de classements fondé sur une représentation floue des préférences en présence de critères multiples. *Cahiers du CERO* 20, 3–24.
- Saaty, T.L., 1980. *The Analytic Hierarchy Process*, McGraw-Hill. ed. New York, USA.
- Saboya, L.V., Maubois, J.L., 2000. Current developments of microfiltration technology in the dairy industry. *Lait* 80 (6), 541–553.
- Samuelsson, G., 1997. Predicting limiting flux of skim milk in crossflow microfiltration. *Journal of Membrane Science* 129 (2), 277–281.
- Sandblöm, R.M., 1974. Filtering process. Swedish Patent N° 7,416,257.
- Sel, Ç., Bilgen, B., Bloemhof-Ruwaard, J., 2017. Planning and scheduling of the make-and-pack dairy production under lifetime uncertainty. *Applied Mathematical Modelling* 51, 129–144.
- Sharma, S., Rangaiah, G.P., Cheah, K.S., 2012. Multi-objective optimization using MS Excel with an application to design of a falling-film evaporator system. *Food and Bioproducts Processing* 90 (2), 123–134.
- Skrzypek, M., Burger, M., 2010. Isoflux® ceramic membranes — Practical experiences in dairy industry. *Desalination* 250 (3), 1095–1100.
- Soleimani, R., Shoushtari, N.A., Mirza, B., Salahi, A., 2013. Experimental investigation, modeling and optimization of membrane separation using artificial neural network and multi-objective optimization using genetic algorithm. *Chemical Engineering Research and Design* 91 (5), 883–903.
- Stanke, M., Zettel, V., Schütze, S., Hitzmann, B., 2014. Measurement and mathematical modeling of the relative volume of wheat dough during proofing. *Journal of Food Engineering* 131, 58–64.
- Talbi, E.-G., 2009. *Metaheuristics: from design to implementation*. John Wiley & Sons, Hoboken, N.J.
- Tillman, A.-M., Ekvall, T., Baumann, H., Rydberg, T., 1994. Choice of system boundaries in life cycle assessment. *Journal of Cleaner Production* 2 (1), 21–29.
- Tolkach, A., Kulozik, U., 2006. Transport of whey proteins through 0.1 mm ceramic membrane: phenomena, modelling and consequences for concentration or diafiltration processes. *Desalination* 199 (1), 340–341.
- Tremblay-Marchand, D., Doyen, A., Britten, M., Pouliot, Y., 2016. A process efficiency assessment of serum protein removal from milk using ceramic graded permeability microfiltration membrane. *Journal of Dairy Science* 99 (7), 5230-5243.
- Triantaphyllou, E., 2000. Multi-Criteria Decision Making Methods, in: Triantaphyllou, E. (Ed.), *Multi-Criteria Decision Making Methods: A Comparative Study*, Applied Optimization. Springer US, Boston, MA, pp. 5–21.

- Trystram, G., 2012. Modelling of food and food processes. *Journal of Food Engineering, International Conference on Food Innovation - foodInnova 2010* (110), 269–277.
- Vitor, J.F. de A., Gomes, M.M.R. da C., 2011. Estimation of Coefficients of Fluidized Bed Drying through the PSO and GA Metaheuristic Approaches. *Drying Technology* 29 (7), 848–862.
- Wolpert, D.H., Macready, W.G., 1997. No free lunch theorems for optimization. *IEEE Transactions on Evolutionary Computation* 1 (1), 67–82.
- Wood, L., Burke, E., Byrne, R., Enache, G., Morrison, A.P., 2016. Semi-structured Interview Measure of Stigma (SIMS) in psychosis: Assessment of psychometric properties. *Schizophrenia Research* 176 (2-3), 398–403.
- Yuen, C.C., Aatmeeyata, Gupta, S.K., Ray, A.K., 2000. Multi-objective optimization of membrane separation modules using genetic algorithm. *Journal of Membrane Science* 176 (2), 177–196.
- Zhang, E., Wu, Y., Chen, Q., 2014. A practical approach for solving multi-objective reliability redundancy allocation problems using extended bare-bones particle swarm optimization. *Reliability Engineering & System Safety* 127, 65–76.
- Zulewska, J., Barbano, D.M., 2014. The effect of linear velocity and flux on performance of ceramic graded permeability membranes when processing skim milk at 50°C. *Journal of Dairy Science* 97 (5), 2619–2632.
- Zulewska, J., Barbano, D.M., 2013. Influence of casein on flux and passage of serum proteins during microfiltration using polymeric spiral-wound membranes at 50°C. *Journal of Dairy Science* 96 (4), 2048–2060.
- Zulewska, J., Newbold, M., Barbano, D.M., 2009. Efficiency of serum protein removal from skim milk with ceramic and polymeric membranes at 50°C. *Journal of Dairy Science* 92 (4), 1361–1377.

## ANNEXES

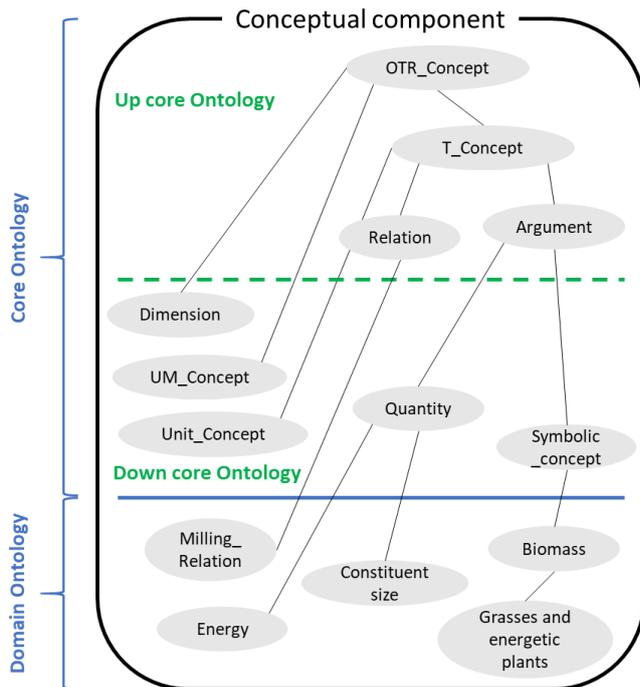
## Annexe A : @web

La plateforme @web est un outil informatique développé par l'UMR IATE (Ingénierie des Agropolymères et Technologies Emergentes) à Montpellier et AgroParisTech. Cette plateforme est un système d'annotation et d'interrogation de la littérature scientifique dont la structure générale est présentée sur la figure A1. Les données de la littérature, issues de textes, de tableaux ou graphiques, sont capitalisées sous forme de tableaux de concepts. L'outil @web apporte plusieurs avantages dans le traitement des données de la littérature dont la traçabilité des données à travers l'annotation du DOI de chaque document utilisé, le système de conversion des unités qui simplifie l'annotation des données qualitatives et l'évaluation de la fiabilité des documents.



**Figure A1 : Structure d'@web avec le système d'annotation et d'interrogation (Lousteau-Cazalet et al., 2016)**

En pratique, la plateforme @web est adaptée pour chaque domaine étudié grâce à une structure divisée en deux parties. La première couche est générique (Core Ontology) et permet de définir le mode de fonctionnement de la plateforme et les relations entre les variables. La seconde couche (Domain Ontology), aussi appelée couche spécifique, permet de renseigner les concepts propres au domaine étudié. La figure A2 reflète la structure d'@web utilisée dans le cas d'une ontologie consacrée à la bioraffinerie (Lousteau-Cazalet et al., 2016).



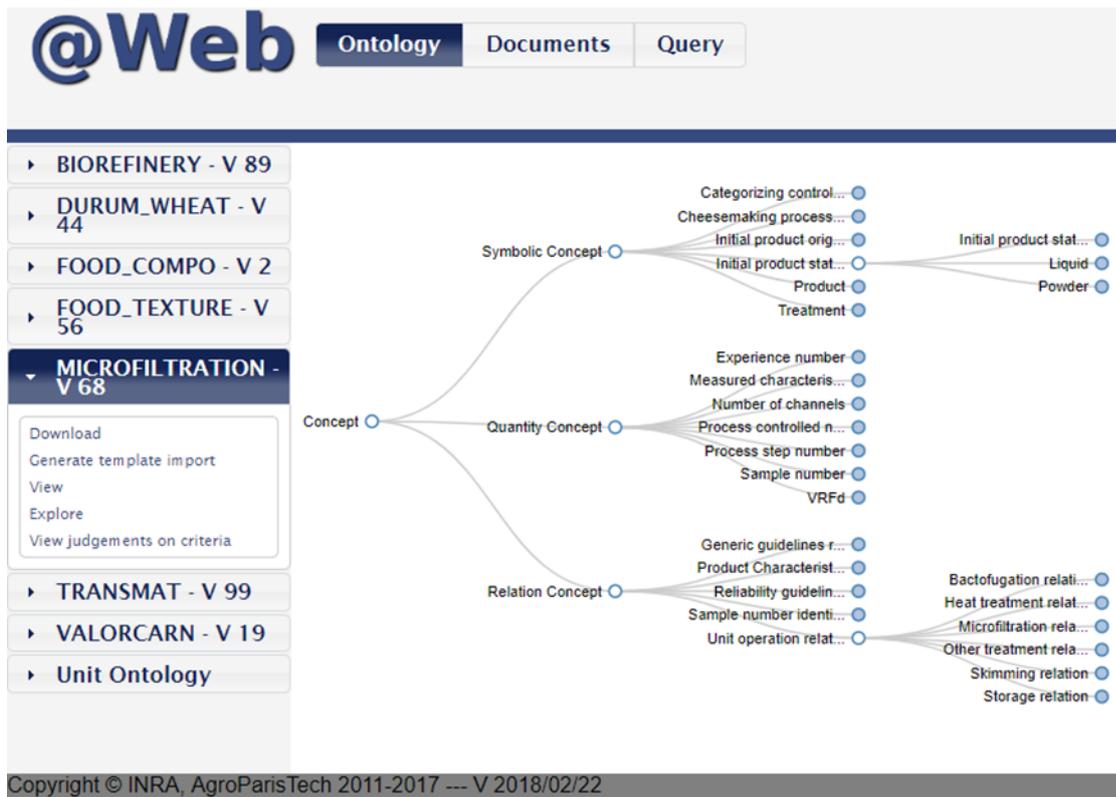
**Figure A2 : Niveaux générique et spécifique de @web sur un exemple dans le domaine de la bioraffinerie (Lousteau-Cazalet et al., 2016)**

Les données qualitatives sont issues des concepts symboliques et sont renseignées par le biais de listes déroulantes. Les données quantitatives sont issues des concepts quantitatifs et sont renseignés de façon manuelle soit sous forme d'intervalle [MIN ; MAX], soit sous forme de moyenne et écart type [AVG ± STD]. Un système de conversion d'unité est intégré à @web afin d'assurer la standardisation des grandeurs. En revanche, la détermination des concepts à annoter dans @web ainsi que les relations entre ces concepts sont à définir par les experts du domaine.

L'interface de l'outil @web avec l'utilisateur est divisée en deux parties. D'une part une interface relative au système d'annotation qui permet l'alimentation de la base de données structurée. Les données sont ajoutées sous forme de tableur sous OpenOffice. D'autre part, une interface relative aux interrogations afin de permettre la consultation et l'export des données. L'annotation est faite dans trois fichiers .csv : *Process description*, *Sample identification* et *Sample Characterization*, où sont notés respectivement : les données liées au procédé, à l'identification d'échantillons et aux critères de fiabilité et la caractérisation des produits échantillonnés. De plus, un onglet Process Description - Controlled Parameter Evolution a été créé pour ce domaine, pour répondre au besoin d'exprimer les données variables au cours du temps. Dans ce fichier chaque ligne représente un instant (ou un intervalle de temps) d'une expérience.

- Interface d'annotation

Un premier onglet « Ontology » permet d'exporter les templates.csv de remplissage des fichiers suivants : *Process description*, *Sample identification* et *Sample Characterization*. Cet onglet présente également, sous forme d'arbres, la structure de l'ontologie MFMilk et définit chacun des concepts étudiés (Figure A3).



**Figure A3 : Extrait de l'arbre des concepts de l'ontologie MFMilk sur @web**

Le second onglet, « Documents » permet à l'utilisateur l'importation des nouvelles données. Cet espace regroupe également toutes les informations relatives aux documents annotés et permet d'avoir une vision globale de l'étendue du recueil de données réalisé.

- Interface d'interrogation

Le troisième onglet permet d'accéder au système d'interrogation. Lorsque le domaine d'application à interroger est sélectionné, il faut choisir le type d'information que l'utilisateur recherche (donnée process, caractérisation du produit etc.) et les critères de sélection. La requête est ensuite lancée et les résultats sont exportés sous forme de tableau.

- Définition des scénarios de transformation à comparer et des opérations unitaires impliquées

La définition des scénarios technologiques de transformation permet de catégoriser les données issues des articles et de les distinguer dans différents dossiers (Topics). Un groupe d'expert a permis l'identification de 6 scénarios impliquant 9 opérations unitaires (Figure A4).

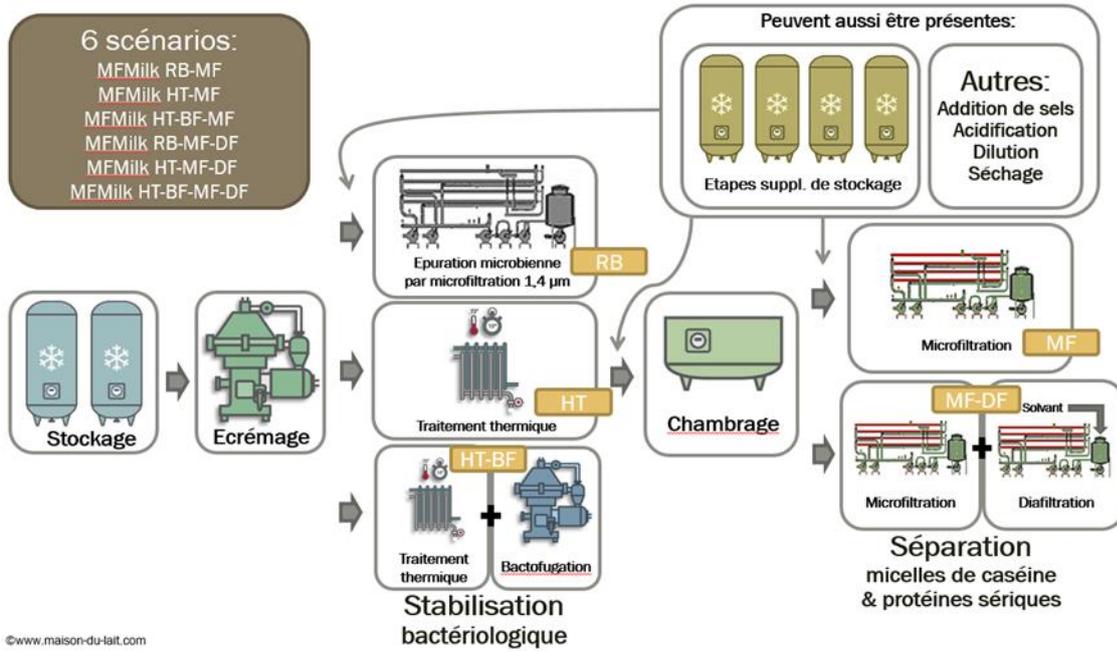


Figure A4 : Scénarios d’opérations unitaires. Chaque scénario est défini par une étape de stabilisation bactériologique (RB, HT ou MF) et une étape de microfiltration pour la séparation des protéines du lait écrémé

- Définition des concepts et des critères de fiabilité

Afin de décrire le procédé de microfiltration et les produits associés les différents concepts ont été définis : 152 « Symbolic Concepts », 73 « Quantity Concepts », 49 « Unit Concepts » et 20 « Relation Concepts » (Figures A5-A7).

## Annexes

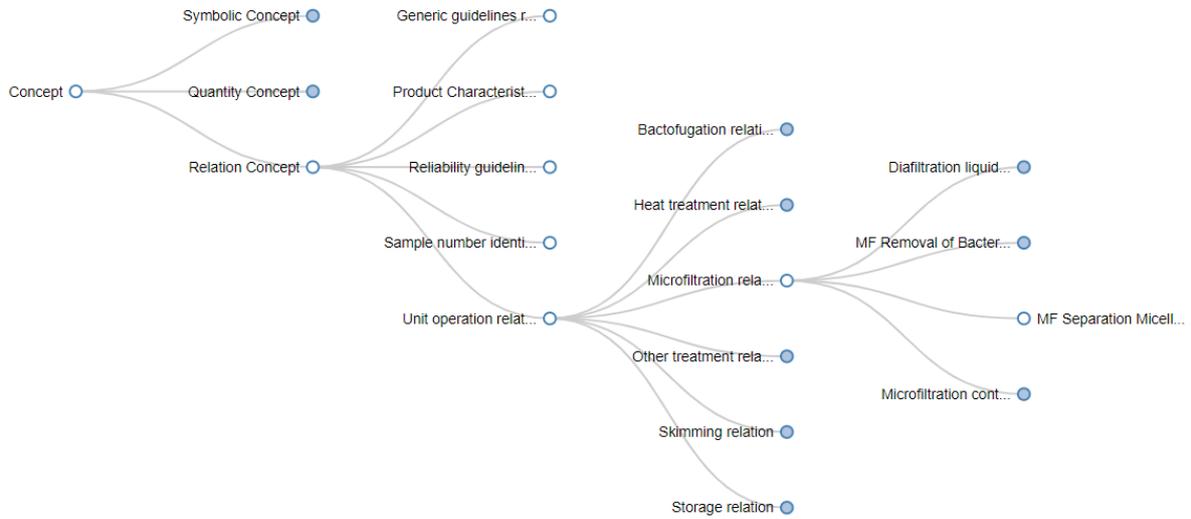


Figure A5 : Extrait de la partie "Relation Concepts" du domaine MFMilk sur @web

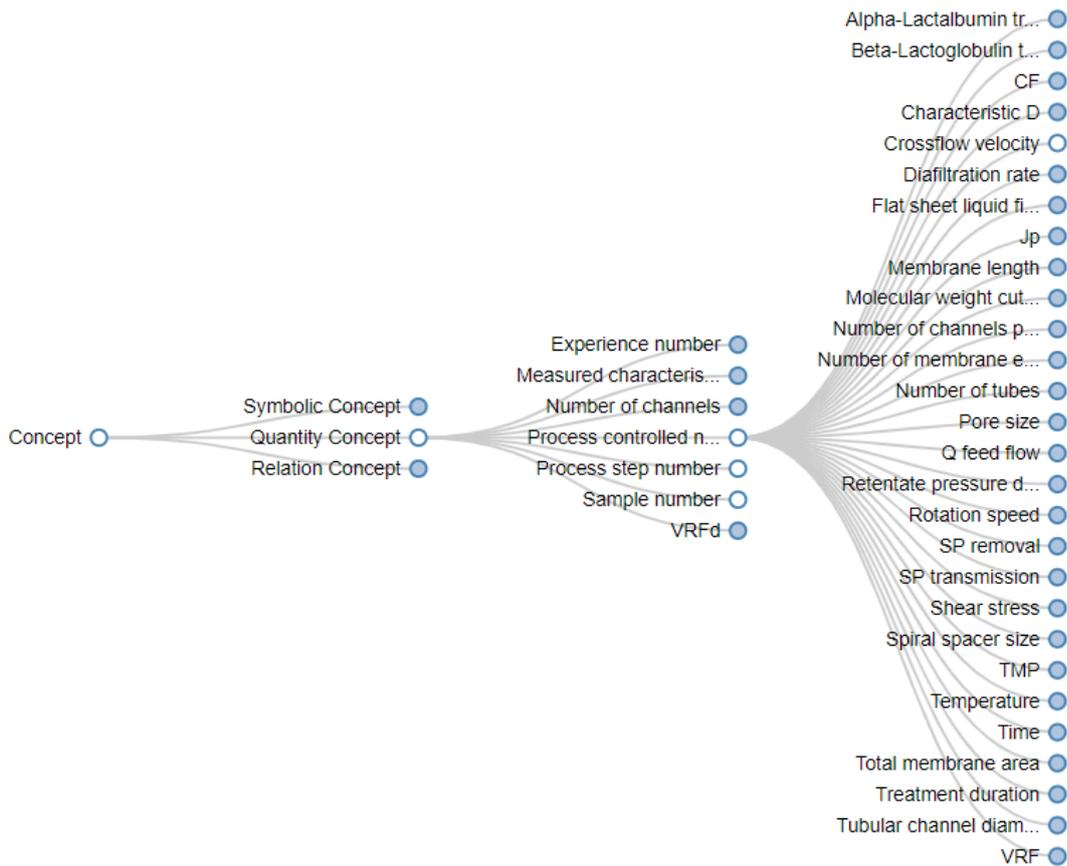
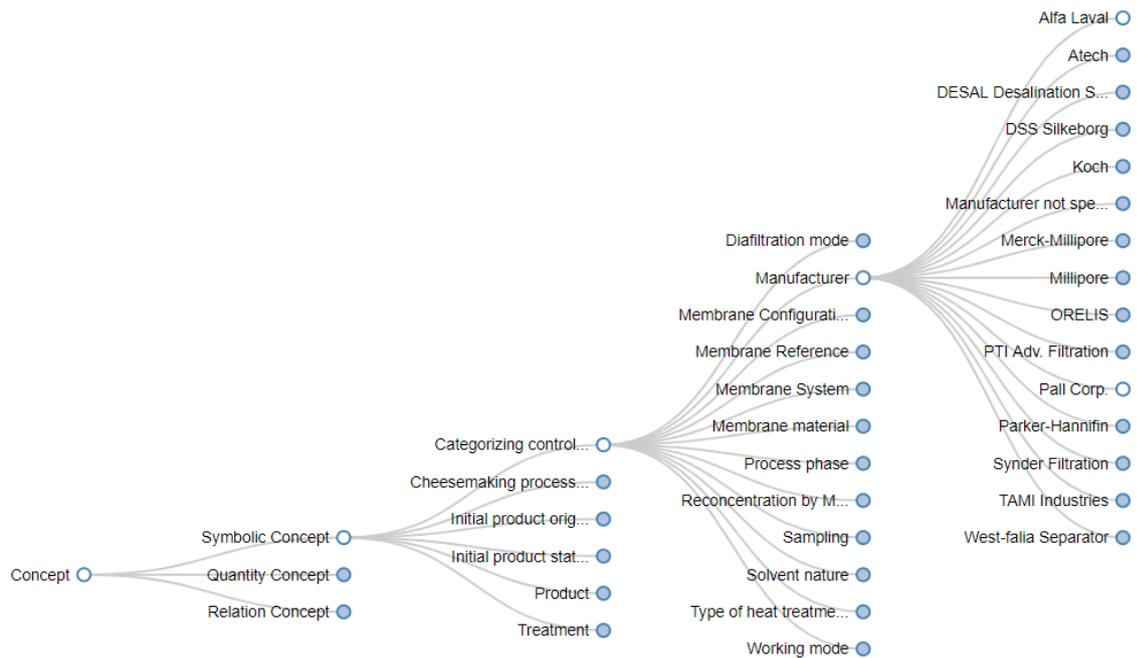


Figure A6 : Extrait de "Quantity Concepts" du domaine MFMilk sur @web



**Figure A7 : Extrait de "Symbolic Concepts" du domaine MFMilk sur @web**

La fiabilité des articles et des données extraites est jugé, comme proposé par Destercke and Sallak (2013), à partir du calcul d'un indice. Cet indice est calculé à partir de 8 critères définis par les experts et reliés à des méta-données contenues dans les articles (Voir Tableau A1). Les critères sont liés à la notoriété de l'article, la façon dont les essais ont été réalisés, la nature de la matière première utilisée et les techniques d'analyses pour les produits. Chaque source de données reçoit une note globale de fiabilité entre -très fiable- et -très peu fiable-, noté par un pictogramme sur la plateforme @web.

**Tableau A1 :Critères de fiabilité et ses modalités. Les notes (entre 1 et 5) sont associées aux valeurs qualitatives proposées par les experts, où ++ (très fiable) a une note de 5 et – (très peu fiable) a une note de 1. Le symbole ? indique « fiabilité inconnue »**

Source	Book +
	Proceeding -
	Journal article superior IF quartile (in at least one area) ++
	Journal article second IF quartile (in at least one area) +
	Journal article third IF quartile (in at least one area) -
	Journal article inferior IF quartile (in at least one area) --
	Encyclopedia article +-
	Patent -
	Report -
	Thesis +-
	Science popularization article –
Other ?	
Essay type	Parametric +
	As a function of time (>2h) ++
	As a function of time (<2h) +
	Other ?
Number of repetitions – Microfiltration essays	2 or more ++
	1 ?
	Non specified ?
Operating mode	Continuous (UTP/GP) ++
	Batch (UTP/GP) +
	Continuous (Other) +-
	Batch (Other) -
	Organic ?
	Non specified ?
Number of automatic parameter controls during MF (TMP, J, v, VRF, T, $\sigma$ )	4 or more ++
	3 +
	2 +-
	1 -
	0 --
	Non specified ?
Initial product state	Liquid milk ++

## Annexes

	Powder milk (low heat) –
	Powder milk --
	Others ?
Protein analysis method	HPLC ++
	SDS-Page [+,,+]
	Kjeldahl +
	Other +-
	None ?
Minimal number of repetitions	3 or more ++
Compositional analysis	– 2 +
	1 –
	Non specified ?

## Annexe B : Schéma technique pilote de filtration tangentielle organique TIA

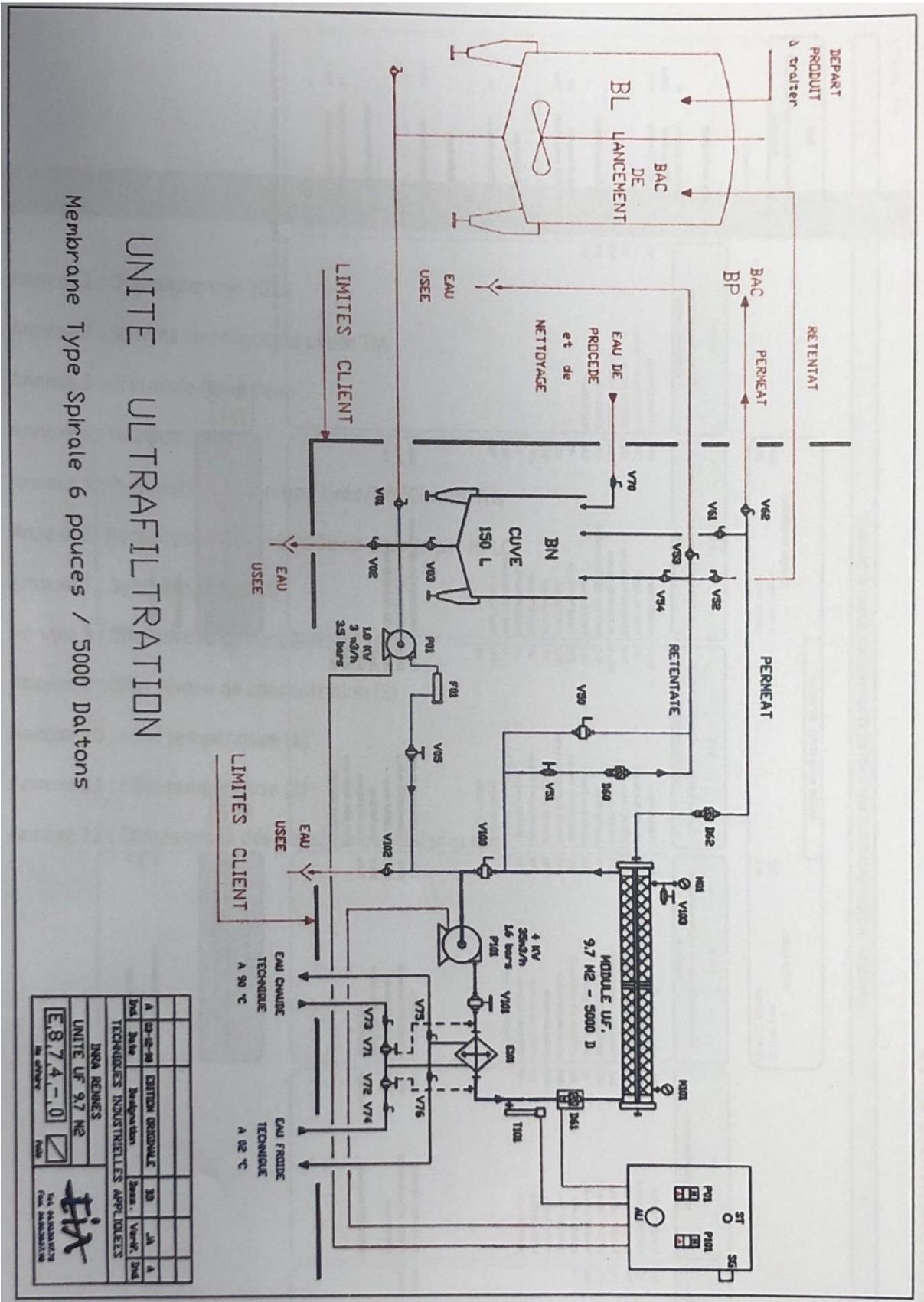
Le pilote de filtration tangentielle a été fourni par Techniques Industrielles Appliquées (TIA) (84, Bollene, France). Ce pilote peut être équipé de membranes organiques spirales. Le pilote est équipé d'un carter en inox pouvant recevoir une membrane organique spirale 6 pouces. Ce pilote se décompose en trois parties distinctes : la partie alimentation, la partie rétentat et la partie perméat.

La partie alimentation est composée d'une pompe d'alimentation et d'un bac de lancement. Il est possible de raccorder le pilote à un bac de lancement externe permettant de mettre le lait sous agitation et sous froid. Cette solution sera utilisée lors de nos essais afin que le lait soit bien homogénéisé. La pompe d'alimentation est une pompe centrifuge (HILGE, Panda super). La pompe est dimensionnée pour fournir une pression minimale de 2.5 bars dans la totalité du système.

La partie rétentat est composée d'une pompe centrifuge (HILGE, Panda super) permettant la mise en circulation du rétentat, d'un échangeur de chaleur tubulaire relié à un thermostat (Vulcatherm 10801, Vulcanic), d'une extraction rétentat comprenant une vanne et un débitmètre, une sonde de température et deux capteurs de pressions à membranes. Le premier capteur se situe en entrée rétentat par rapport à la membrane et le deuxième se situe en sortie du module membranaire côté rétentat. C'est dans cette partie que se trouve le module membranaire. Lorsque la boucle rétentat est fermée le volume de celle-ci est de 30 litres. Le rétentat est remis en circulation sur le bac d'alimentation.

La partie perméat est composée d'un capteur de pression et d'une extraction composée d'un débitmètre et d'une vanne. Quand cette vanne est ouverte, le perméat sort à pression atmosphérique et il n'y a pas de circulation côté perméat. Il s'agit d'une vanne de contre-pression côté perméat qui va permettre de contrôler la TMP appliquée.

En plus de ces trois parties principales, le pilote se caractérise par son module membranaire. Le module membranaire est composé d'un carter inox et de notre membrane organique. Lors de nos essais, nous travaillerons sur deux membranes organiques spirales, à savoir : la membrane SYNDER, 800 kD en polyfluorure de vinylidène (PVDF) et la membrane Kock 0.1 µm en polyéthersulfone (PES).



UNITE ULTRAFILTRATION  
 Membrane Type Spirale 6 pouces / 5000 Daltons

DINA RENNES		UNITE UF 9.7 M2	
E 8 7 4 - 0		E 8 7 4 - 0	
TECHNIQUES INDUSTRIELLES APPLIQUEES		TECHNIQUES INDUSTRIELLES APPLIQUEES	
DATE	EDITION ORIGINALE	SD	JA
DATE	REVISION	SD	JA

## Annexe C : Pilote de filtration tangentielle organique TIA conçu dans le cadre du projet Optimal

Le pilote de filtration tangentiel organique du projet Optimal a été conçu par le STLO et construite par TIA (Bollene, France). Cette installation est pourvue de trois pompes centrifuges avec variateur de fréquence : une pompe centrifuge (FP 722, Fristam Pumpen, Hamburg, Allemagne) permettant l'alimentation de la boucle rétentat, une pompe centrifuge (FPE3522/130A, Fristam Pumpen, Hamburg, Allemagne) permettant la recirculation du fluide dans la boucle rétentat et une pompe centrifuge (multiétagée HP CRN 1-15, Grundfos, Saint Quentin-Fallavier, France) permettant l'apport de diassolvant dans le bac d'alimentation de l'installation. L'originalité de cette installation est qu'elle est pourvue d'un système de contre-pression du perméat (vanne de contre-pression) permettant de réaliser des études à basses pressions transmembranaires indépendamment de la pression moyenne du rétentat.

La boucle rétentat comprend :

- Un module membranaire contenant une membrane organique spirale en PVDF (polyfluorure de vinylidène) de seuil de coupure de 800 kDa (FR 3A 6338, Synder, Californie, USA). La membrane est munie d'espaceurs de 46 mil de taille et possède une aire totale de 15,9 m<sup>2</sup>. La résistance hydraulique de la membrane,  $R_m$  de la membrane organique employée était égale à  $(3,1 \pm 0,5) \times 10^{11} \text{ m}^{-1}$  ;
- Deux capteurs de pression (P12794, IFM) placés en entrée et en sortie du module côté compartiment rétentat ;
- Deux débitmètres (Endress + Hauser, France) : un débitmètre de mesure du débit de circulation tangentielle, un débitmètre d'extraction rétentat placé avant la vanne d'extraction rétentat ;
- Une vanne pneumatique (Samson type 3347) de régulation d'extraction du rétentat asservie au débitmètre d'extraction rétentat ;
- Un capteur de température (TAD 19, IFM) placé sur la boucle rétentat ;
- Un échangeur tubulaire de chaleur avec circulation d'eau glacée (2 °C) pour le maintien de la température.

Le volume mort de la boucle rétentat est de 30 l.

La boucle perméat comprend :

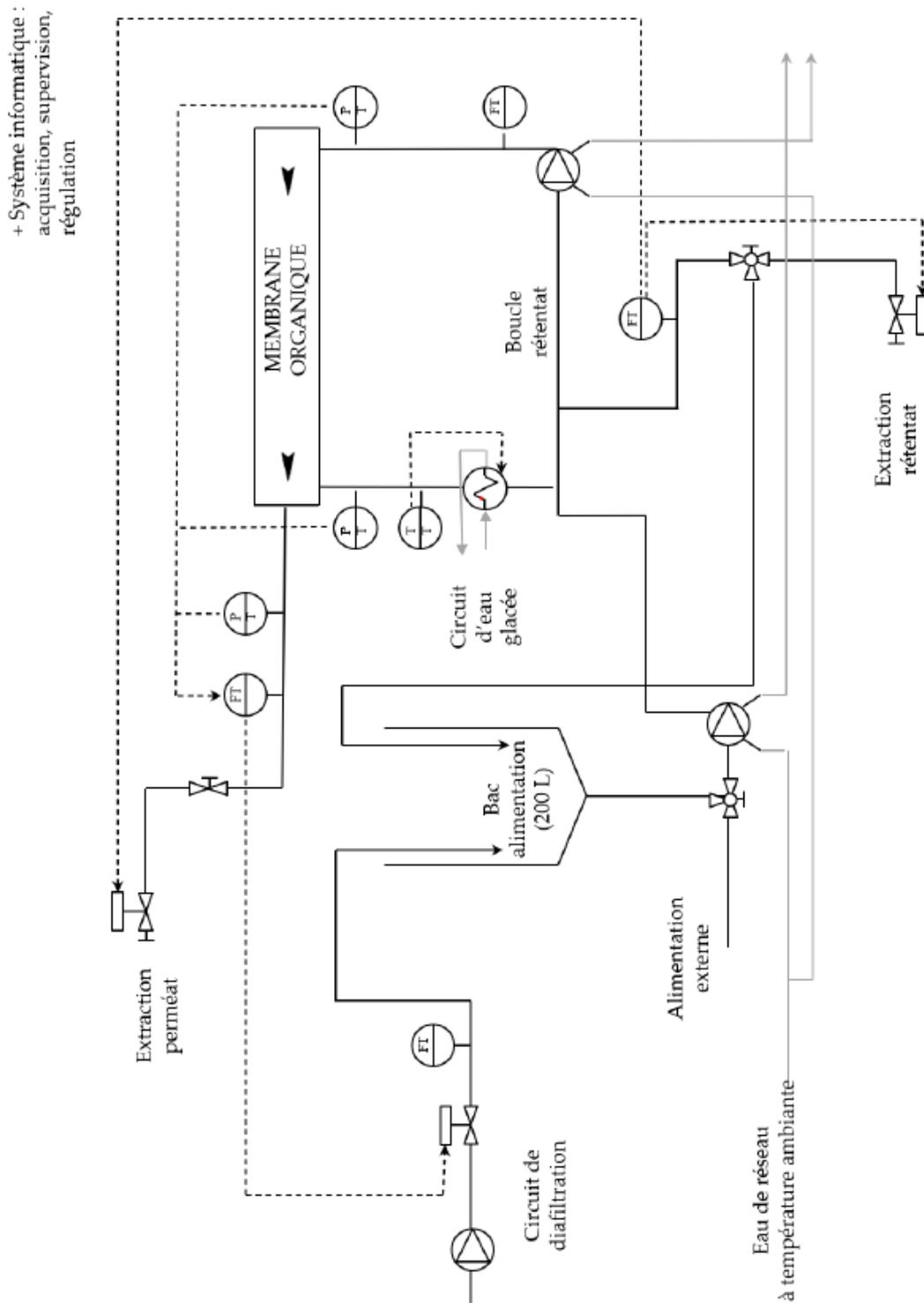
- Un capteur de pression (P12795, IFM) placé en sortie du module côté perméat ;
- Un débitmètre (Endress + Hauser, France) placé avant la vanne d'extraction manuelle du perméat ;
- Une vanne pneumatique de régulation (Samson type 3347) placée sur l'extraction perméat permettant d'appliquer une contre-pression du perméat.

L'installation est également pourvue d'un circuit de diafiltration comprenant :

- Une vanne pneumatique asservie au débitmètre d'extraction perméat permettant de réaliser de la diafiltration en continue ;
- Un débitmètre (Promag 100H, Endress + Hauser, France) placé après la vanne pneumatique.

Tous les capteurs sont reliés à un système d'acquisition et de régulation des paramètres de pression, débit de circulation, température, contre-pression perméat et extractions. Le logiciel de contrôle du pilote a été développé par l'équipementier Boccard (Montauban de Bretagne, France). Il permet de choisir, de réguler et de d'enregistrer les paramètres opératoires ainsi que de définir des rampes

permettant d'atteindre les valeurs consignes (pression moyenne du rétentat, débit de recirculation du rétentat et pression transmembranaire). Un système IO-Link permet de maintenir les paramètres opératoires préalablement fixés par le biais de trois boucles de régulations reliant les vannes pneumatiques aux débitmètres respectif d'extraction rétentat ou d'apport de diassolvant ou à la pression perméat.



## Annexe D : Détermination des teneurs en azote par la méthode Kjeldhal

Le dosage de la matière azoté (matière azotée total, MAT ; azote non caséique, NCN et l'azote non protéique, NPN) ont été effectués par la méthode Kjeldahl selon la norme ISO 8968-1 (International Standard Organisation, 2014).

La méthode Kjeldhal consiste à doser, par ajout d'acide borique, la quantité d'ammoniaque produite lors de la distillation de l'ammonium provenant de la minéralisation de l'azote organique présent dans un échantillon. La MAT (en g.kg-1) est déterminée selon :

$$MAT = \frac{14.007 \cdot (V_a - V_b) \cdot N}{m_{pe}} \cdot 6.38 \quad \text{Eq. D-1}$$

Avec 14,007 la masse atomique de l'azote en g.mol<sup>-1</sup> ; V<sub>a</sub> le volume d'acide borique ajouté en mL ; V<sub>b</sub> le volume d'acide borique ajouté pour le dosage témoin (blanc) en mL ; N la normalité de la solution d'acide borique en mol.L<sup>-1</sup> et m<sub>pe</sub> la masse de la prise d'échantillon en g.

Pour le calcul de la teneur en protéines des filtrats NCN et NPN, un facteur de correction, F, prenant en compte la modification de masse engendrée par l'élimination du précipité a été calculé. Le facteur F prend en compte la matière grasse et la teneur en protéines vraies de l'échantillon selon :

$$F = (C_{fat} + MAT - NPN) \cdot 10^{-3} \quad \text{Eq. D-2}$$

Avec C<sub>fat</sub> la teneur en matière grasse et NPN la teneur en azote non protéique

La teneur en protéines dans le filtrat NCN ou NPN est alors obtenue en multipliant l'équation Eq. D-1 par le facteur de dilution de la préparation de l'échantillon et par le facteur F (Eq. D-2).

Annexe E : Jeu de données modélisation Extrait sec rétentat (DM<sub>r</sub>)

CONFIDENTIEL

Annexe F : Jeux de données modélisation transmission de protéines sériques (Tr<sub>SP</sub>)

CONFIDENTIEL

CONFIDENTIEL

Jeu de données modélisation transmission de protéines sériques ( $Tr_{SP}$ ) pour la membrane céramique GP

CONFIDENTIEL

Jeu de données modélisation transmission de protéines sériques ( $Tr_{SP}$ ) pour la membrane céramique système UTP

CONFIDENTIEL

Annexe G : Jeux de données modélisation de la résistance hydraulique colmatée à la membrane ( $R_1$ )

CONFIDENTIEL

CONFIDENTIEL

CONFIDENTIEL

Jeu de données modélisation de la résistance hydraulique colmatée à la membrane céramique système UTP (R1)

CONFIDENTIEL

Annexe H : Jeu de données modélisation de la concentration en protéines sériques dans le perméat ( $C_{SP,p}$ )

CONFIDENTIEL

CONFIDENTIEL

CONFIDENTIEL

Annexe I : Jeu de données modélisation de la l'extrait sec perméat (DM<sub>p</sub>)

CONFIDENTIEL

Annexe J : Jeux de données modélisation de coeff et acoeff

CONFIDENTIEL

Annexe K : Jeux de données modélisation de la perte de charge rétentat (PCR)

CONFIDENTIEL

CONFIDENTIEL

CONFIDENTIEL

CONFIDENTIEL

**Titre :** Etude et développement de l'optimisation multiobjectif de la microfiltration 0.1  $\mu\text{m}$  de lait écrémé en intégrant la connaissance experte

**Mots clés :** microfiltration, industrie laitière, connaissance experte, optimisation multiobjectif, aide à la décision.

**Résumé :** La microfiltration tangentielle 0.1  $\mu\text{m}$  de lait écrémé (MF) est une opération classiquement utilisée dans l'industrie laitière pour le fractionnement des protéines. L'optimisation de la MF est complexe en raison : i) du manque de connaissance sur les phénomènes physiques impliqués et ii) de la difficulté de l'optimisation qui doit considérer des objectifs contradictoires, des variables hétérogènes et des équations ou fonctions mathématiques non-linéaires. Le couplage de l'intégration de connaissances et de l'optimisation est une stratégie intéressante pour la résolution de problèmes multiobjectifs lorsque la connaissance disponible est incomplète. Ce travail a pour objectif d'étudier et de développer l'optimisation multiobjectif de la MF en intégrant la connaissance experte

(chercheurs industriels laitiers et équipementiers). Ce travail comporte 4 étapes successives : la formulation du problème multiobjectif, la modélisation des objectifs de l'optimisation, l'optimisation multiobjectif et l'aide à la décision pour le choix de la solution optimale préférée. Le problème multiobjectif de la MF a été formulé en considérant le produit, les variables opératoires, la conception et les coûts économiques. 178 solutions optimales ont été trouvées dont des solutions proches de celles utilisées dans l'industrie et à moindre coût. L'optimisation multiobjectif de la MF a permis d'ouvrir la réflexion sur une nouvelle conception d'installations et de nouvelles combinaisons de conditions opératoires. Le résultat de l'optimisation est une preuve de concept dont il est nécessaire de valider la faisabilité et la viabilité à l'échelle industrielle.

**Title:** Study and development of multiobjective optimization of 0.1  $\mu\text{m}$  skimmed milk microfiltration by integrating expert knowledge

**Keywords :** microfiltration, dairy sector, expert knowledge, multiobjective optimization, decision making.

**Abstract :** Crossflow 0.1  $\mu\text{m}$  microfiltration of skimmed milk is an operation conventionally used in the dairy industry for protein fractionation. The optimization of MF is complex due to: i) the lack of knowledge on the physical phenomena involved and ii) the difficulty of the optimization problem which must consider contradictory objectives, heterogeneous variables and mathematical non-linear equations or functions. Using both knowledge integration and optimization is an interesting strategy for solving multiobjective optimization problems in a field where the available knowledge is incomplete. This work aims to study and develop the multiobjective optimization of MF by integrating expert knowledge (scientists, dairy manufacturers and equipment manufacturers).

This work successively addresses 4 steps which are, the formulation of the multiobjective problem, the modeling of the optimization objectives and the optimization followed by the decision making. The MF problem was formulated by considering the product, the operating variables, the design and the economic costs. 178 optimized solutions were found, including solutions similar to those used in the industry and at lower cost. The multiobjective optimization of MF has opened up thinking about new installation design and new combinations of operating conditions. The result put forward a proof of concept whose feasibility and viability must be validated on industrial scale.

