



**HAL**  
open science

# Report du caillé de chèvre par congélation : étude du procédé de décongélation par convection forcée

Matéo Gontier

► **To cite this version:**

Matéo Gontier. Report du caillé de chèvre par congélation : étude du procédé de décongélation par convection forcée. Sciences du Vivant [q-bio]. 2022. dumas-04918184

**HAL Id: dumas-04918184**

**<https://dumas.ccsd.cnrs.fr/dumas-04918184v1>**

Submitted on 29 Jan 2025

**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.



**Report du caillé de chèvre par congélation :**  
Etude du procédé de décongélation par convection forcée

**GONTIER Matéo**  
**Promotion 2019-2022**

**Mémoire ingénieur Agroalimentaire**  
**Septembre 2022**



## Sommaire

Introduction .....	1
1. Etat de l'art sur les procédés de congélation et décongélation du caillé de chèvre. ....	3
1.1. Le caillé, un produit intermédiaire complexe. ....	3
1.2. Qualité et analyses du caillé .....	5
1.3. Procédés de congélation des matrices laitières .....	10
1.4. Procédés de décongélation.....	13
1.5. Objectif de l'étude .....	16
2. Matériel et méthodes .....	17
2.1. Echantillons travaillés.....	17
2.2. Expériences en laboratoire.....	18
2.3. Simulation numérique.....	20
3. Résultats .....	31
3.1. Oxydation des caillés selon le mode de stockage et de décongélation.....	31
3.2. Détermination des propriétés et coefficients pour la simulation. ....	31
3.3. Comparaison expérience-simulation .....	36
3.4. Changements des paramètres sous simulation.....	39
4. Discussion .....	43
5. Conclusion .....	46
Annexe : .....	50

## Table des illustrations

Figure 1: Saisonnalité du lait de chèvre (“Caprinov 2020” n.d.)	1
Figure 2: Etapes de fabrication du fromage	3
Figure 3 : Réaction d'auto-oxydation (Shahidi and Zhong, 2010)	7
Figure 4 : Méthode pour la mesure de l'oxydation des lipides (Genot, 2019)	8
Figure 5: Temps de décongélation en fonction des procédés (diélectriques)	15
Figure 6 : Photo de la boîte isotherme pour stocker le caillé	18
Figure 7 : Schéma du protocole de décongélation	19
Figure 8: Equation de transfert de chaleur au sein du produit utilisée par COMSOL	21
Figure 9 : Equation utilisée par le simulateur en convection naturelle pour une plaque plane verticale	22
Figure 10: Equation utilisée par le simulateur en convection forcée pour le cylindre dans un écoulement transverse	22
Figure 11: Equation utilisée par le simulateur en convection forcée pour une plaque avec un coefficient de transfert moyenné	22
Figure 12 : Photo d'un cylindre de caillé	23
Figure 13 : Chaleur spécifique totale et sensible en fonction de la température	25
Figure 14 : Photo d'une mesure de la conductivité thermique	26
Figure 15 : Congélation du caillé dans la SERVATHIN en fonction du temps	32
Figure 16 : Chaleur spécifique du caillé en fonction de la température	33
Figure 17 : Taux de glace en fonction de la température	34
Figure 18 : Masse volumique du caillé en fonction de la température	34
Figure 19 : Conductivité thermique du caillé en fonction du temps	35
Figure 20 : Temps de décongélation du caillé en convection naturelle (Bleu : température de la chambre froide; Orange : température du caillé)	37
Figure 21 : Temps de décongélation en convection naturelle (à droite: avec h implémenté; à gauche avec la fonction convection naturelle) (Bleu: coeur du produit; Vert : coin du produit)	37
Figure 22 : Temps de décongélation en convection forcée avec la SERVATHIN (orange : température du vent ; Jaune et Bleu : température du caillé)	38
Figure 23 : Temps de décongélation en simulation (à droite avec la fonction convection forcée et à gauche avec h implémenté)	39
Figure 24 : Temps de décongélation en fonction de la température d'air en convection forcée à 4m/s.	40
Figure 25 : Temps de décongélation en fonction de la température d'air en convection naturelle	40
Figure 26 : Rapport de temps entre la décongélation par convection naturelle (tn) et forcée (tf) en fonction de la température d'air	41
Figure 27 : Temps de décongélation d'un caillé de 10kg à 5cm de hauteur ( à droite en convection forcée à 4m/s et à gauche en naturelle)	41
Figure 28 : Temps de décongélation en fonction de la vitesse de l'air	42

## Table des illustrations (suite)

<i>Tableau 1 : Composition du fromage de chèvre en bûche (Blanc, 2020).....</i>	<i>6</i>
<i>Tableau 2 : Formule de Mac-adams pour le Nusselt moyen.....</i>	<i>29</i>
<i>Tableau 3 : Oxydation du caillé (en ng équivalent MDA-bis/g de matrice) selon le mode de stockage et de décongélation ...</i>	<i>31</i>

## Glossaire

ANICAP = Association National Interprofessionnel caprine

CMP = CaséinoMacroPeptide

CNE = Confédération National de l'Elevage

CNIEL = Centre National Interprofessionnel de l'Economie Laitière

Idele = Institut de l'Elevage

DSC = Differential Scanning Calorimetry

EDTA = Ethylènediaminetétraacétique

EST = Extrait Sec Total

GEPEA = Génie des Procédés Environnement – Agroalimentaire

HFD = Humidité Fromage Dégraissé

IQF = Individual Quick Freezing

MG = Matière Grasse

MS = Matière Sèche

OSE = Optimisation des Système et Energie

Tcc = Température de congélation commençante

pH = potentiel Hydrogène

PG = Propyl Gallate

TBARS = Substance reactive à l'acide thiobarbiturique

TCA = Acid trichloroacétique

TBA = Acide thiobarbiturique

TMP = Tétraméthoxypropane

## Nomenclature

$C_p$  = Chaleur spécifique (kJ/(K.kg))

$g$  = constante de gravité (m/s<sup>2</sup>)

$Gr$  = nombre de Grashof (adimensionnel)

$h$  = coefficient de convection (W/(m.K))

$H$  Enthalpie / Chaleur Latente (kJ/kg)

$k$  = coefficient de conduction thermique (W/(m<sup>2</sup>.K))

$L$  = dimension caractéristique (m)

$m$  = masse (kg)

$Nu_m$  = Nombre de Nusselt moyen (adimensionnel)

$Ra$  = nombre de Rayleigh (adimensionnel)

$\rho$  = densité (kg/m<sup>3</sup>)

$S$  = Surface (m<sup>2</sup>)

$T$  = Température (°C)

$U$  = Vitesse de l'air (m/s)

$Pr$  = nombre de Prandtl (adimensionnel)

$X$  = fraction massique (%)

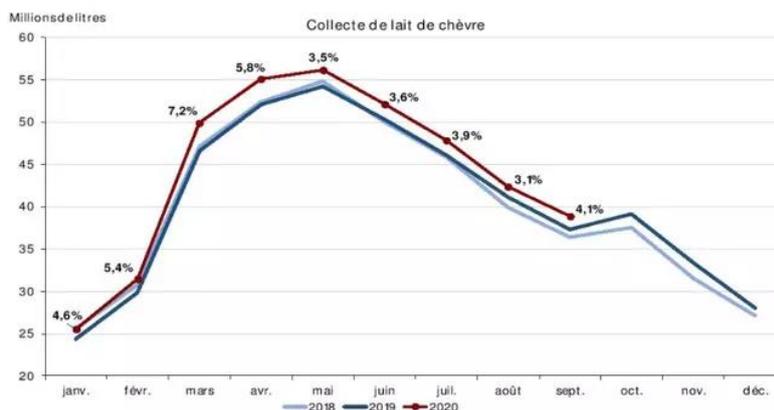
$\beta$  = Coefficient de dilatation isochore (K<sup>-1</sup>)

## Introduction

En France, l'utilisation du lait de chèvre pour la fabrication de fromage est courante. La France possède le 4<sup>ème</sup> cheptel caprin européen mais il est surtout le pays qui produit la plus grande quantité de fromage de chèvre au monde (bûches, pyramides, fromages frais, etc) avec plus de 120 000 tonnes en 2021 (CNE and Idele, 2021). Il est bien connu que les français sont des grands consommateurs de fromages (avec 26,8 kg/an/hab), mais ceux-ci sont les plus grands en matière de fromage de chèvre avec plus de 2 kg/an/hab (CNIEL, 2021).

Néanmoins, la production de lait de chèvre est saisonnière, il y en a toute l'année avec des quantités fluctuantes. En effet, sur la figure 1, le lait de chèvre est produit en majorité entre mars et juillet, variant jusqu'à deux fois plus de la production en mai qu'en janvier (respectivement 55 millions et 25 millions de litres). Pendant la période de basse production, le lait est déficitaire pour la production de fromage de chèvre. Pour répondre à la demande, qui est constante au long de l'année, les fromagers réalisent un report pour stocker le surplus jusqu'à la période de basse production. Il existe plusieurs techniques pour le report : la transformation du lait de chèvre en poudre, la congélation du lait ou bien la congélation du fromage lui-même. La technique la plus simple à mettre en place est le report du caillé par congélation. (Lemelin, 2002).

La collecte de lait de chèvre a été en hausse sur la période janvier-septembre 2020 (+ 4,5 % soit une augmentation de 17,5 millions de litres par rapport au cumul 9 mois 2019).



Le collecte du mois de février a été corrigée et ramenée à 28 jours.

Source : FranceAgriMer d'après enquête mensuelle laitière SSP - FranceAgriMer

Figure 1: Saisonnalité du lait de chèvre ("Caprinov 2020" n.d.)

Aujourd'hui, la congélation est la technique majoritaire pour le report du caillé mais comporte néanmoins certains désavantages, notamment sur la décongélation. Celle-ci se réalise dans des chambres froides à quelques degrés (entre 4 et 7°C) pendant 48h, c'est donc un procédé lent, statique et mobilisant d'importantes surfaces. Pourtant ce procédé a l'avantage d'avoir un coût faible.

De plus, le report de caillé par congélation peut présenter des problèmes sur la qualité du produit. Dans son mémoire ingénieur, Charline Roulleau a remarqué que les réclamations clients étaient plus importants en période d'hiver, correspondant aux périodes de réalisation de fromages de chèvres avec le caillé reporté (Roulleau, 2015). Pour pallier ce problème, les industriels peuvent mélanger du caillé congelé avec du caillé frais, limitant ainsi la perte de qualité du produit final.

C'est sur ce sujet du report par congélation qu'ACTALIA, centre technique d'expertise agroalimentaire spécialisé dans les produits laitiers, souhaite travailler. ACTALIA a fait appel à l'expertise du laboratoire GEPEA, spécialisé dans le génie des procédés. Le laboratoire présent sur le campus de la Géraudière à Oniris est spécialisé en agroalimentaire, les chercheurs travaillent notamment sur l'amélioration des procédés thermomécaniques (pétrissage, extrusion...) ou encore sur des procédés innovants tel que le chauffage ohmique. Au sein de l'équipe OSE (Optimisation des Systèmes et Energie), les chercheurs se concentrent sur l'optimisation énergétique des procédés agroalimentaires. Il y a des travaux par exemple sur les procédés électrothermiques tels que la cristallisation assistée par micro-ondes. Dans cette équipe, Michel Havet, Olivier Rouaud et Cyril Toublanc sont spécialisés dans le domaine dans les procédés thermiques et frigorifiques.

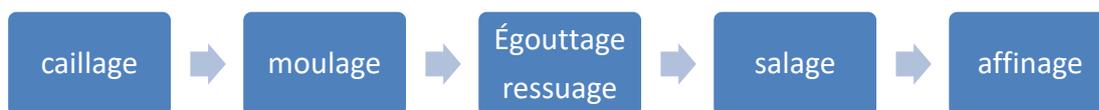
Dans ce mémoire, nous travaillerons sur le procédé de décongélation par convection forcée et le stockage pour savoir s'il est possible d'améliorer la qualité du report de caillé par congélation. Pour cela, une étude expérimentale sera menée pour étudier la qualité du caillé après un procédé convectif. Puis, une étude numérique sera réalisée pour évaluer les temps de décongélation selon les paramètres du procédé.

La première partie présentera un état de l'art sur la congélation et la décongélation des matrices laitières, ensuite seront présentés le matériel et les méthodes utilisées, les résultats seront présentés et discutés avant de conclure.

# 1. Etat de l'art sur les procédés de congélation et décongélation du caillé de chèvre.

## 1.1. Le caillé, un produit intermédiaire complexe.

La fabrication du fromage est un processus complexe nécessitant peu d'étapes, cinq suffisent (figure 2). La première étape est le caillage, il permet l'obtention du « caillé » : la masse solide obtenue après la coagulation du lait. Ensuite, ce caillé est moulé afin de lui donner la forme souhaitée, égoutter pour laisser partir le lactosérum du caillé, puis du sel est ajouté avant de placer les fromages dans un salle d'affinage pour le laisser « vieillir ». Ces cinq étapes ne sont pas fixes et offrent une diversité de possibilités, c'est pourquoi chaque fromage est différent. En fonction de la pâte souhaitée pour le fromages (persillée, molle, dure), il peut exister d'autres étapes (ANICAP, n.d.)



*Figure 2: Etapes de fabrication du fromage*

Le caillé est la masse solide obtenue après coagulation du lait dans le processus de fabrication du fromage. Il est donc un produit intermédiaire du fromage. Pour obtenir ce caillé, il faut utiliser du lait cru ou pasteurisé (30sec à 74°C), puis y ajouter un mélange de bactéries lactiques ainsi que de la présure qui est un mélange d'enzymes. Le tout est stocké dans une enceinte à température contrôlée entre 16 et 18°C. Cette étape est le caillage. Durant le processus de caillage, le lait se décompose en deux parties distinctes, une partie coagulée, sous forme de gel appelée le caillé et une partie liquide qui est le lactosérum. Le caillé est composé de caséines ainsi que de la matière grasse du lait. Tandis que dans le lactosérum est composé d'eau, de lactose et de protéines sériques. (Goudédranche et al., 2001a).

Deux types de caillé se distinguent : le caillé de type « présure » et le caillé de type « lactique ». Ces deux types de caillé dépendent surtout de la quantité de présure ajoutée dans le lait. Le caillé de type « présure » caillera plus rapidement et tiendra mieux dans le temps grâce à une texture ferme et élastique. Les fromages obtenus avec ce type de caillé seront des fromages à

pâtes pressées et persillées comme l'emmental ou le gorgonzola. Alors qu'un caillé de type « lactique » nécessitera du temps pour cailler, il y aura une texture plus fragile et humide et les fromages obtenus seront des fromages à pâtes molles ou des fromages frais comme le camembert ou le munster. Il est possible de réaliser des fromages de chèvre avec les deux types de coagulation mais 85% des fromages sont réalisés à partir de caillé de type « lactiques ».(ANICAP, n.d.)

La présure est un mélange enzymatique provenant de la caillette du veau. Deux protéases principales permettent le caillage, la chymosine et la pepsine. La chymosine est la protéase majeure de la présure. Pour permettre la coagulation, elle agit sur la déstabilisation de la fraction caséinique par hydrolyse spécifique de la caséine  $\kappa$  (PHE<sup>105</sup>-MET<sup>106</sup>). L'hydrolyse permet d'obtenir la paracaséine  $\kappa$  restant dans la micelle, mais aussi de la CaséinoMacroPeptide (CMP) qui se dirigera dans le lactosérum. Sachant que la caséine  $\kappa$  est la seule responsable du caractère hydrophile des micelles de caséine, la perte de la CMP provoque l'hydrophobicité des micelles, entraînant l'agrégation des micelles de caséines par floculation et réticulation créant ainsi un gel. La pepsine hydrolyse des acides aminés aromatiques (Phe, Trp et Tyr) et participe à la protéolyse pendant l'étape de maturation. La coagulation à dominante enzymatique donne un gel ferme à bonne résistance mécanique. (*Goudédranche et al., 2001b; Ronez, 2012; Spinnler, 2015*).

Quant aux bactéries lactiques, celles-ci dégradent le lactose résiduel en acide lactique. L'augmentation de la concentration d'acide lactique provoque une baisse du pH. La paroi des micelles de caséines possède des charges négatives qui vont se décharger avec l'acidité, inhibant la répulsion électrostatique des micelles qui deviennent hydrophobes et finissent donc par s'agréger. La coagulation lactique donne un gel lâche et fragile, les fromages à caractère lactique sont généralement des fromages de petites tailles (*Goudédranche et al., 2001b; Spinnler, 2015*).

## 1.2. Qualité et analyses du caillé

### 1.2.1. Critères qualité en usine

Pour réaliser un fromage respectant les normes en termes d'hygiène, de sécurité tout en gardant l'aspect nutritionnel et organoleptique du produit, les industriels utilisent des critères qualités. La qualité du caillé dépend premièrement de la qualité du lait qui aura un effet considérable notamment en terme de matière protéique. Les caséines, qui représentent la majeure partie de la matière azotée du lait, est la pièce maîtresse de la coagulation. Pour maîtriser le caillage, plusieurs indicateurs peuvent aider à suivre la coagulation du caillé et notamment savoir lorsque cette étape est finie. Lors d'une coagulation lactique, l'acidité joue un rôle majeur dans la coagulation. Le pH peut être suivi mais aussi le degré Dornic. Dans les industries fromagères, il est aussi question du rapport G/S (Matière grasse/ Extrait Sec) ou bien du HFD (Humidité dans Fromage Dégraissé) :

$$HFD = \frac{100 - EST}{100 - MG}$$

Avec :

EST = Extrait Sec Total

MG = teneur en Matière Grasse

L'extrait sec du produit est obtenu en pesant la différence de masse après avoir mis à l'étuve à 105°C des échantillons pendant 24h. Puis les matières grasses sont mesurées selon les méthodes de dosage acido-butyrométrique comme la méthode Gerber ou la méthode Heiss (*Desfleurs, 1975*). La HFD est exprimé en pourcentage est mesuré après le caillage. Il permet de constater l'humidité du produit sachant que la teneur en matière grasse du produit n'évolue pas au cours du caillage (*MORGAN et al., 2001*).

Microbiologiquement, les règlements en terme de sécurité se concentrent sur les bactéries pathogènes comme les salmonelles, les *Escherichia coli*, les coliformes, listeria en ce qui concerne les pâtes molles qui sont la majorité des fromages de chèvre (*Commision Européenne, 2005*)

### 1.2.2. Critères nutritionnels

Au niveau nutritionnel, le caillé de chèvre est donc un produit qui est riche en lipides et en protéines (Tableau 1) du fait qu'il perd la totalité des glucides avec la perte du lactosérum pendant le caillage. Quant aux lipides, ils sont majoritairement des acides gras saturés à chaînes courtes. Il y en a une quantité non négligeable d'acide gras insaturés (3g pour 100g de produit). Ces acides très sensibles sont en partie responsable des mécanismes d'oxydation comme vu dans la partie précédente.

*Tableau 1 : Composition du fromage de chèvre en bûche (Blanc, 2020)*

#### **Caractéristiques Physico-chimiques:**

**Extrait sec:** 45%

**Gras sur produit fini:** 21%

**Taux de sel:** 1.2 à 1.5%

<b>Valeur Nutritionnelles</b>	<b>Pour 100g</b>
Energie	1234Kj/319Kcal
MG	21g
Acide gras saturés	18,5g
Protéines	22g
Glucides	1,5g
Sucres	0g
Sel	1,5g

### 1.2.3. Oxydation des lipides

#### 1.2.3.1. *Généralités*

Les lipides sont des macronutriments retrouvés dans la plupart des produits alimentaires. Ceux sont des carbohydrates avec des chaînes plus ou moins longues (entre 4 et 22 carbones). Les lipides sont des molécules qui sont soumises à l'oxydation, les principaux facteurs de l'oxydation, sont la température, la lumière, les enzymes, les métaux, l'oxygène et les radicaux libres qui sont déjà présents au sein du produit (aussi appelé auto-oxydation). Il existe d'autres facteurs menant à l'oxydation des lipides tels que les interactions protéines-lipides, etc... L'auto-oxydation est un mécanisme de réactions en chaînes qui possèdent trois phases :

l'initiation, la propagation et la terminaison (figure 3). Les radicaux libres sont représentés par la molécule avec un point en haut à droite. Les réactions de radicaux libres sont un phénomène naturel qui peut être initié et propagé comme sur la figure 5 par la lumière et les métaux. Ce sont les acides gras insaturés qui, en présence d'initiateur, peuvent perdre un atome d'hydrogène et devenir un radical libre.

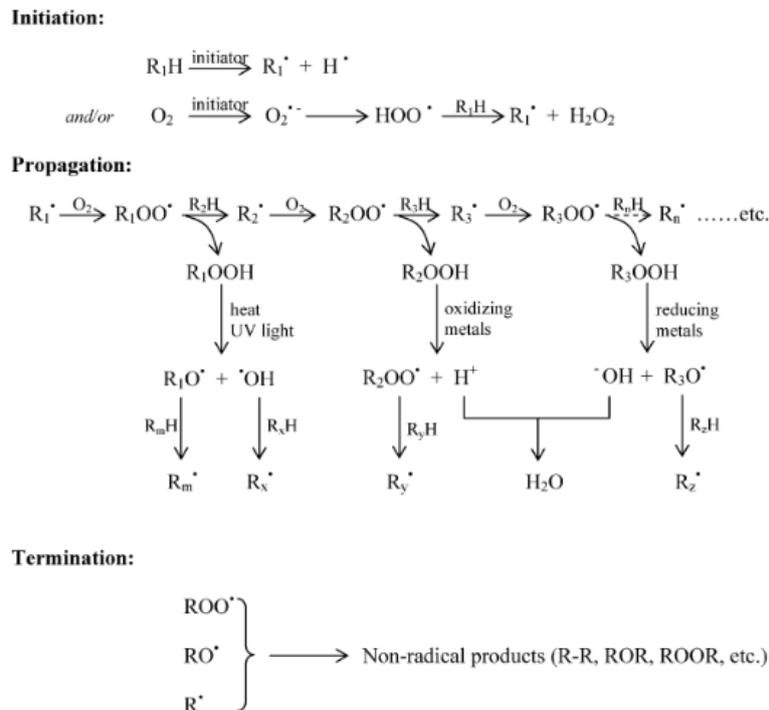


Figure 3 : Réaction d'auto-oxydation (Shahidi and Zhong, 2010)

Pour mesurer l'oxydation, il faut savoir quelle partie est concernée. Avec la multitude de mesures envisageables pour l'oxydation, il est possible de travailler sur plusieurs stades de l'oxydation (figure 4). Il y a le premier stade de l'oxydation qui correspond à un radical libre qui réagit avec du dioxygène, un antioxydant ainsi qu'un autre acide gras insaturé pour former un hydroperoxyde qui peut être doser avec l'indice de peroxyde ou les diènes conjugués. Puis il y a l'oxydation secondaire qui provient des composés non radicalaires en phase de terminaison de la réaction en chaînes des radicaux libres et des hydroperoxydes qui ont réagi avec la température et/ou des ions métalliques. C'est un stade d'oxydation qui est plus avancé et peut donner des produits volatils ou non-volatils. Ces produits secondaires de l'oxydation peuvent être mesurés avec l'indice d'anisidine, en utilisant la chromatographie par gaz ou bien par la méthode sr-TBA ou TBARS (TriBarcituric Acid reactiv Substance) (Genot, 2019). Lorsque ce stade de l'oxydation est atteint, le produit peut être affecté au niveau organoleptique

en développant des goûts de rance voire âcre mais aussi le changement de la couleur du produit et de l'odeur. (Leygonie et al., 2012).

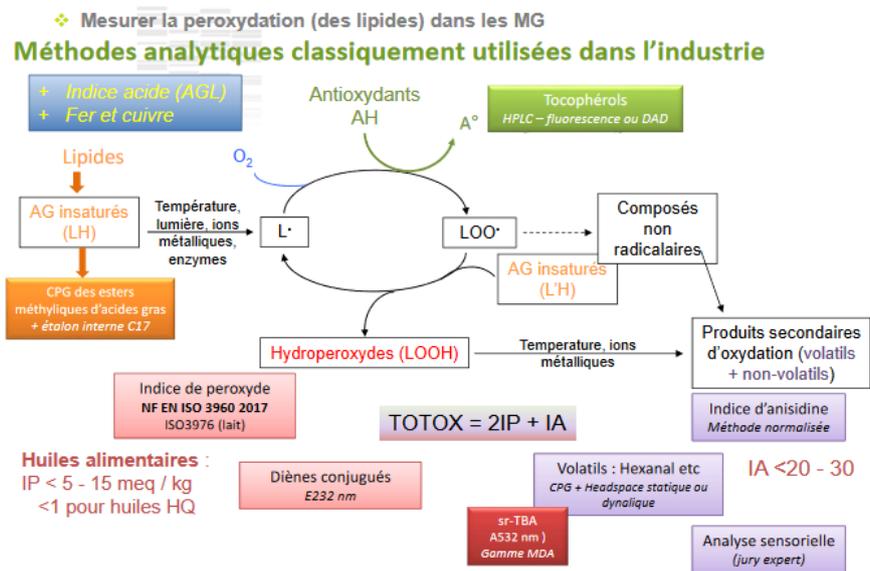


Figure 4 : Méthode pour la mesure de l'oxydation des lipides (Genot, 2019)

### 1.2.3.2. Effet de la congélation sur les lipides

Durant la congélation, l'eau à l'intérieur du produit se solidifie et forme des cristaux de glace. Pendant un stockage à  $-20^{\circ}\text{C}$ , la totalité de l'eau n'est pas congelée, il se crée ainsi des phénomènes de concentration des solutés qui augmentent la réactivité chimique. La fraction d'eau non-congelée restante est aussi importante pour l'oxydation des lipides car le stockage à  $-20^{\circ}\text{C}$  peut initier le phénomène d'oxydation permettant d'avoir des produits issus de l'oxydation primaires (cf Oxydation des lipides). Un produit dont l'oxydation a déjà commencé se verra avec une concentration plus conséquentes de produits secondaires de l'oxydation après décongélation. (Leygonie et al., 2012)

Les cristaux de glace se formant pendant la congélation peuvent piéger les globules gras du produit, ce qui provoque la libération des lipoprotéines permettant l'agrégation des globules gras (Yu et al., 2021).

Dans son rapport sur la congélation du caillé de chèvre Barral soutient l'idée que le sel accélère les mécanismes d'oxydation (Barral, 2016). Bien que le débat ne soit pas entièrement tranché, une plus grande partie de la littérature soutient la thèse que le sel agit en tant que pro-oxydant.

Il serait responsable des mécanismes de disruption de la membrane cellulaire, de l'inhibition de l'activité des enzymes antioxydants ainsi que de la libération des ions fer de certaines molécules, le tout responsable de l'initiation et de la propagation de l'oxydation lipidique (*Mariutti and Bragagnolo, 2017*).

#### 1.2.4. Caractéristiques thermophysique du caillé

Pour pouvoir réaliser une modélisation numérique des transferts thermiques lors d'un procédé de transformation d'un produit, il est nécessaire d'utiliser les propriétés thermophysiques de celui-ci. Ces propriétés entrent dans les équations de conservation de la matière et de l'énergie. Pour cette dernière, la diffusivité thermique, ou coefficient de diffusion thermique qui est une propriété indiquant la conduction de chaleur au sein d'un matériau. Pour le déterminer, il faut mesurer la conductivité thermique, la masse volumique et la chaleur spécifique du caillé.

Pour mesurer la conductivité thermique, il existe plusieurs méthodes, consistant généralement à faire passer un flux de chaleur à travers un produit et à mesurer la différence de température dans l'épaisseur du produit. Selon Morley et Miles, il est possible d'utiliser une sonde thermique pour mesurer la conductivité des produits alimentaires (*Morley and Miles, n.d.*).

Comme la conduction thermique, la densité est une valeur qui varie selon la température du produit. Il existe plusieurs moyens de mesurer la densité d'un produit, il est possible d'utiliser un pycnomètre si le produit est solide ou bien un hydromètre pour un produit liquide (*Morley and Miles, 1997*). Cependant, il est important de différencier les 3 types de densité. Il y a la densité vraie (« true density »), la densité solide (« solid density ») et la densité apparente (« bulk density »). La densité vraie est la densité calculée par rapport aux composants présents dans le produit. La densité solide est la densité du produit mesurée sans les pores, le produit est donc vidé de ces pores. Finalement, il y a la densité apparente qui est la densité du produit avec ces pores, c'est donc la densité réelle du produit.

La chaleur spécifique est aussi une variable à prendre en compte, comme les autres paramètres, elle dépend de la température. Pour mesurer la chaleur spécifique, il suffit d'utiliser la calorimétrie différence à balayage (*Tavman and Tavman, 1999*).

### 1.3. Procédés de congélation des matrices laitières

#### 1.3.1. Etat des lieux

Le report du caillé de chèvre par congélation est pratiqué car il est facile à mettre en œuvre, mais il comporte plusieurs inconvénients comme l'oxydation de la matière grasse, le risque de changement de texture amenant la pâte à devenir collante et granuleuse, il existe aussi des risques liés à la contamination microbienne pouvant se produire durant la décongélation (Goudédranche et al., 2001a). Il est plus pratique de congeler du caillé de chèvre plutôt que le lait car celui-ci demande un espace de stockage moins conséquent (Alinovi et al., 2021). En effet, pour produire 1kg de caillé, il faut en moyenne 7 L de lait (Tiersonnier, 1970).

Le report du caillé par congélation est une pratique se recensant depuis les années 70, la congélation est réalisée après une étape de pré-égouttage puis, le caillé est disposé dans une enceinte de congélation entre -35 ou -40°C puis il est entreposé dans un congélateur à -20°C (Tiersonnier, 1970). Aujourd'hui encore, la technique du report du caillé par congélation est majoritairement utilisée dans la fabrication de fromage de chèvre. En 2016, la chambre d'agriculture de l'Hérault réalisait un rapport sur les techniques et modalités pour la réalisation de la congélation du caillé en conseillant les mêmes techniques que Tiersonnier répertoriait, il est en plus précisé que le caillé est rangé dans des sacs plastiques pesant entre 10 et 15kg ayant pour but de ne pas dépasser les 5cm d'épaisseur (10cm dans le pire des cas) (Barral, 2016). Néanmoins, bien que cette technique perdure dans le temps, il n'est pas conseillé de produire du fromage seulement à partir de caillé congelé car la congélation crée une texture granuleuse non recherchée, c'est pourquoi il est mélangé avec du caillé frais. Des analyses sensorielles ont été réalisées sur des fromages avec différentes concentrations de caillé congelé. Plus la concentration en caillé est importante dans un fromage, plus les consommateurs ressentent un goût amer et acide surtout lorsque le temps de stockage est long (20 mois). (Leroux, 2006)

## 1.3.2. Les technologies de congélation sur les matrices laitières

### 1.3.2.1. *Technologies réalisés sur les produits laitiers*

Les matrices laitières étant des produits particulièrement sensibles aux micro-organismes, ceux-ci peuvent subir une congélation afin d'allonger leurs dates limites de consommation (*Génin, 1949*). Dans la littérature, les produits laitiers les plus congelés sont les laits (chèvre, brebis, vache) mais aussi les fromages comme la mozzarella ou le cottage cheese, mais le caillé reste un des produits les plus soumis à la congélation.

Pour congeler ou surgeler des matrices laitières, il existe plusieurs techniques. La technique la plus répandue est de disposer les produits dans des chambres de congélation à température contrôlée et fixe. Le produit est considéré comme congelé une fois que sa température à cœur est à  $-18^{\circ}\text{C}$ . Parmi ces enceintes de réfrigération, sont différenciés les « static freezers » (congélateur statique) et les « blast air freezers » (congélateur à air pulsé), le « static freezer » est une pièce réfrigérée sans circulation d'air comme dans un congélateur domestique tandis que le blast air freezer est un réfrigérateur où circule de l'air frais dans une enceinte (*Portmann, 1970*).

Sur le fiordilatte qui est un fromage semblant à la mozzarella, la différence de temps sur une même portion de fromage est divisé par deux pour un refroidissement accompagné d'air car la circulation de l'air améliore les coefficients de convections (*Conte et al., 2017*). De plus, plus la vitesse de l'air est importante, plus la congélation est rapide, il est courant d'utiliser en industrie des vitesses d'air oscillant entre 1 et 4 m/s (*Alinovi and Mucchetti, 2020*).

Certains industriels utilisent des tunnels de réfrigération avec des produits entièrement emballés (*Анистратова (RU) et al., 2012*) ou bien sur des portions individuelles par la technique IQF (Individual Quick Freezing) consistant à découper, généralement en rondelles des morceaux de fromage, puis les congeler ainsi, permettant de simplifier la congélation car les produits sont moins volumineux mais cela demande une étape supplémentaire de tranchage. (*Zambrini and Bernardi, 2017*).

Yu s'est intéressé à la conservation du lait de chèvre dans des conditions extrêmes de froid, en utilisant l'« ultra cryogenic freezing », c'est-à-dire en surgelant et conservant le produit entre  $-76$  et  $-80^{\circ}\text{C}$ , montrant un avantage à surgeler les produits au plus froid pour éviter la croissance

des cristaux de glace. Cependant, l'utilisation de températures aussi basses demandent une grande quantité d'énergie et donc est difficilement transposable dans une industrie. (Yu et al., 2021). Il montre donc dans cet article que la température et indirectement la vitesse de congélation affecte les caractéristiques nutritionnelles et physico-chimique du produit.

#### 1.3.2.2. *Procédés utilisées pour le caillé de chèvre.*

Précédemment, il a été vu que la méthode la plus couramment utilisé pour le report du caillé par congélation était une méthode qui se réalisait depuis les années 1970. Toutefois, d'autres procédés de congélation ont été répertoriées. Tout d'abord, il est possible d'utiliser le système de congélation par plaque. Park et son équipe ont congelé des tranches de caillé d'environ 2cm d'épaisseur dans des sacs plastiques sous-vide. Ensuite, ils ont réalisé une pré congélation dans un bain eau-glace à 0°C pendant une quinzaine de minutes, puis ils ont congelé les tranches de caillé dans un congélateur à plaque programmé à -52°C pour atteindre les -24°C au cœur du produit pour le stocker à -24°C (Picon et al., 2010). Certains ont associé le procédé de congélation par plaque avec les hautes pressions (400 MP pendant 5min) au préalable, mais pour conserver le produit plus longtemps. (Campos, 2011)

Dans les années 1980, Hori et son équipe ont travaillé sur les aspects texturaux avec 5 méthodes de congélation différentes (-20°C, -80°C, -80°C CO<sub>2</sub>, -196°C N<sub>2</sub> et immersion dans l'éthanol à -80°C. Il a été montré que la dureté du produit augmente avec un faible taux de congélation, lorsque la congélation est plus lente. (Hori, 1982)

#### 1.3.3. Focus sur le stockage

Parmi les pistes qui permettraient de comprendre l'oxydation des lipides, il y a la fluctuation de température de stockage. Ces fluctuations peuvent être inhérentes au système de régulation mais aussi dues à de brèves pannes ou à un dysfonctionnement de l'enceinte climatique. Le transport peut aussi être évoqué. Le produit peut être transporté dans une autre usine et dans ce cas-là, bien que les protocoles soient assez exigeant pour éviter de briser la chaîne du froid, certains points sont difficilement contrôlable voire inévitable tel que le chargement/déchargement du camion réfrigéré.

Dans les expériences sur la fluctuation de température comme ont réalisé l'équipe de Cruz, l'idée est de représenter des fluctuations le long de la chaîne du froid (Cruz et al., 2009). Les conséquences sont assez marquantes, les cristaux de glace qui fondent et recristallisent, provoquent des changements physico-chimiques du produit tel que la migration de l'humidité, du freeze-cracking (fissure du produit), mais aussi la perte des fonctionnalités des protéines et des lipides. Au niveau des lipides, les variations de températures provoquent leur oxydation. Les oxygènes réactifs pendant cette oxydation peuvent initier l'oxydation des protéines occasionnant un changement de la texture du produit (*Kumar et al., 2020*). Plus encore, la valeur de peroxyde et le taux d'acide gras libre est significativement plus grande après plusieurs mois de fluctuation entre -30 et -10°C, démontrant que ces variations de température ont un impact sur la qualité des acides gras du produit finis. (*Gormley et al., 2002*)

#### 1.4. Procédés de décongélation

D'après les techniques de décongélation, les moyens de décongeler les produits sont les suivant : air (calme ou pulsé), eau (immersion, aspersion), par le vide, par double-contact, à la vapeur et par induction. (*Durosset, 1991*)

Pour la décongélation, il faut savoir qu'il est interdit de décongeler à plus de 4°C si le caillé n'est pas utilisé directement après la décongélation. Or, le caillé est utilisé directement après congélation, il est donc possible d'appliquer la température souhaitée. Au début du report du caillé par congélation, Tiersonnier reportait une décongélation entre 10 et 15°C en statique, c'est une décongélation qui reste lente et qui mobilise une surface importante (*Tiersonnier, 1970*)

Pour la décongélation, Yu et son équipe ont travaillé sur deux traitements de décongélation du lait de chèvre : une décongélation à 4 et une autre à 25°C. Ils ont démontré les bienfaits d'une décongélation à température ambiante (24-25°C), dans un premier temps sur l'aspect du temps de décongélation qui passe de 25 à 4h mais aussi sur la rétention des caractéristiques nutritionnelles et physico-chimiques du produit. Une décongélation prolongée à 4°C provoquerait une lente coalescence. De plus, le lait de chèvre, comporte une grande quantité d'acides gras à chaînes courtes (hydrocarbures comprenant entre 2 et 6 molécules de carbones) et une température de fusion assez haute donc il reste des formes cristallines favorisant la coalescence. (Yu et al., 2021)

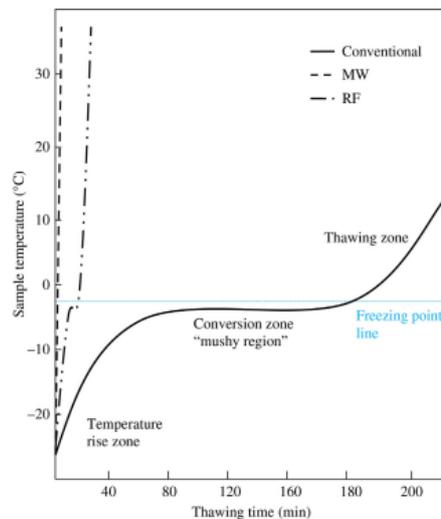
Sur la plupart des articles utilisant des produits congelés puis décongelés, la décongélation se fait dans une pièce à 4°C. Il est rarement noté l'information sur le fait d'utiliser la convection forcée pour accélérer la décongélation. Sur l'ensemble des articles, il semble y avoir une décongélation par convection naturelle à 4 ou 5°C

Parmi les techniques innovantes, un brevet s'est attardé sur la décongélation en utilisant un sécheur cylindre où le caillé est décongelé puis, pendant la décongélation, le caillé est broyé et partiellement séché jusqu'à 49% d'humidité (*Johnston et al., 2013*), mais deux méthodes sont actuellement en vogue, ce sont les micro-ondes et la décongélation ohmique (utilisation du chauffage ohmique pour la décongélation). Ces techniques très récentes ne comportent seulement que quelques articles pour les micro-ondes et aucun sur la décongélation ohmique des matrices laitières.

#### 1.4.1. [Les micro-ondes](#)

Pour l'utilisation des micro-ondes, il est dit que « microwave-tempering have found successful niche applications in dairy industry », les traitements par micro-ondes peuvent donc possiblement être appliqués aux matrices laitières. Plus encore, la décongélation assistée par micro-ondes a été utilisée pour la cryoconcentration du lait écrémé et a montré une efficacité similaire voire supérieure à la cryoconcentration par membrane généralement utilisée. Néanmoins, des dénaturations de protéines ont eu lieu ce qui affecte leur fonctionnalité (*Aider et al., 2008*).

De manière générale, l'utilisation des micro-ondes permet la décongélation des produits mais il échoue souvent sur des grands échantillons, il est possible que le produit cuise en surface avant même que le produit soit entièrement décongelé ou que le produit ne décongèle pas de manière homogène. Pour pallier ce problème, il est possible d'utiliser les ondes Radiofréquences (RF) qui ont une énergie plus faible que celle des micro-ondes (<300MHz). Les radiofréquences permettent de diminuer le temps de décongélation comme le montre la figure 5. Cette énergie plus faible améliore l'uniformité de la chaleur au sein du produit et minimise les pertes de chaleur. Comme pour les micro-ondes, il montre des temps de décongélation très rapides à 400W et 27,5kHz, jusqu'à 85 fois plus rapide que la décongélation classique : 50h de décongélation contre 35min. (*James et al., 2017; Llave, 2018*)



*Figure 5: Temps de décongélation en fonction des procédés (diélectriques)*

Le chauffage diélectrique par radiofréquence est utilisé sur un brevet d'une ligne dédiée à l'IQF pour la fabrication de mozzarellas, en disposant sur un tapis de convoyage 4 électrodes sous-tension et 5 électrodes de terre, cette technique montre une légère différence sur l'humidité finale du produit passant de 44,8 à 44% (Zambrini and Bernardi, 2017).

#### 1.4.2. La décongélation ohmique

L'application du chauffage ohmique dans la décongélation de produit alimentaire est récente, c'est en 1998 qu'un chercheur s'est intéressé à cette méthode pour la décongélation des crevettes. Peu de produits ont subi une décongélation ohmique dans la littérature, ce sont surtout des viandes comme le lapin et le poulet, mais aussi des fruits de mers, du tofu et des purées. Ce procédé montre des propriétés intéressantes car en diminuant drastiquement le temps de décongélation (jusqu'à 90%), le goût et les nutriments de la purée de pomme de terre ont été conservé (Cai et al., 2019; Seyhun et al., 2012)

Les matrices laitières ont déjà été testées pour le chauffage ohmique pour la pasteurisation du lait montrant des résultats économisant jusqu'à 73% d'énergie en moins en paramétrant à 8,33V/cm (Balthazar et al., 2022), mais il n'y a, dans la littérature, aucun document sur la décongélation.

Un travail sur la différence de temps et d'énergie entre la décongélation ohmique et la décongélation conventionnelle sur la purée d'épinards ont montré une réduction du temps de décongélation de 60 à 70% et un gain d'énergie d'environ 77% (172 et 40kJ) en faveur de la décongélation ohmique à 15V/cm (Çabas et al., 2022).

Les Micro-ondes/RF et décongélation ohmique sont deux procédés de décongélation qui ont montré des avantages conséquents sur les temps et les énergies lors de la décongélation. Ils n'ont malheureusement pas ou peu été étudiés sur des matrices laitières.

### 1.5. Objectif de l'étude

Dans cette étude se scindant en deux parties, nous allons étudier l'influence du procédé de décongélation par convection forcée sur la qualité du produit et sur le temps de décongélation. Dans la partie expérimentale, un protocole sera défini pour analyser la qualité du produit par la mesure de l'oxydation des lipides. Les expériences permettront d'évaluer l'impact du procédé convectif utilisé et des fluctuations de température (mimant un dysfonctionnement de l'installation frigorifique) au stockage sur cette qualité.

Dans la partie simulation, un modèle numérique sera exploité pour comparer les temps de décongélation avec les valeurs expérimentales et pour évaluer l'influence des paramètres ajustables du procédé pour la réduction du temps de décongélation.

## 2. Matériel et méthodes

### 2.1. Echantillons travaillés.

#### 2.1.1. Produits utilisés

Se procurer du caillé frais est complexe car ce n'est pas un produit courant sur le marché français. Pour s'affranchir de ce problème, il y a trois alternatives: il est possible de produire le caillé au laboratoire, de travailler sur un produit alternatif ou bien d'exploiter un caillé frais en demandant à un fromager. Produire un caillé au laboratoire est complexe, notamment l'obtention d'un produit répétable dans le temps. Le premier facteur étant le lait qui est différent à chaque saison, le deuxième étant les compétences et le matériel nécessaire pour la production. Il est possible de pallier le problème de la répétabilité en réalisant une seule grosse production de caillé mais du fait de la durée du stage, il faut prévoir entre 5 et 10 kilogrammes de caillé, ce qui demande entre 50 et 100L de lait. Début mars, il était compliqué de se procurer du lait car c'est la période de basse saison de production, le lait de chèvre frais est donné en priorité au fromager.

Une autre solution est de travailler sur un produit alternatif qui ressemble le plus possible au caillé. C'est pourquoi nous nous sommes tournés vers les produits conseillés par Actalia disponibles en GMS. Les fromages de chèvre frais comme le Petit Billy sont des produits assez proches mais possédant une matière sèche plus faible, exigeant alors un séchage. De plus, ces produits contiennent un peu de sel, susceptible de modifier fortement les propriétés du produit.

Finalement, Actalia a pu récupérer 3kg de caillé d'une fromagerie. Ces 3kg de caillé frais non-salé, reçu au début du projet, ont permis de réaliser les 6 mois du projet. Néanmoins, Les informations sur le produit étaient inconnues (concentration de présure et de ferments lactiques, de même que la nature du lait (cru ou pasteurisé).

#### 2.1.2. Stockage du caillé frais

Pour conserver le caillé le plus longtemps possible, le caillé est mis sous vide dans des sacs plastiques. Ces sacs sont disposés dans une boîte isotherme fermée ne laissant pas transparaître

la lumière (figure 6). La boîte est alors placée dans une chambre froide à 4°C. Avec ce stockage, l'oxydation des lipides causés par la lumière et l'oxygène est limité au maximum.



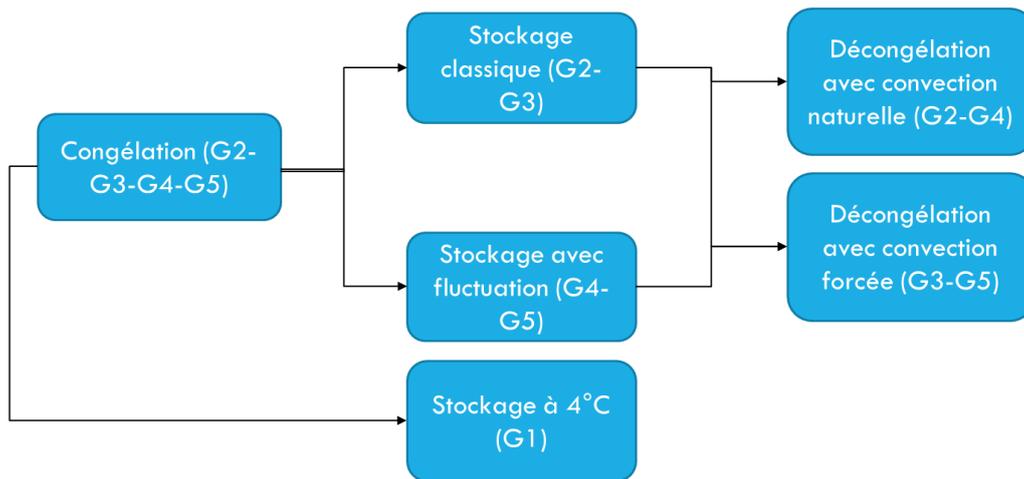
*Figure 6 : Photo de la boîte isotherme pour stocker le caillé*

## 2.2. Expériences en laboratoire

### 2.2.1. Protocoles de congélation/décongélation

Afin de congeler le caillé de manière uniforme, le produit a été modelé en une forme géométrique reproductible : un cylindre. Pour ce faire, le laminoir Rondo, généralement utilisé pour les pâtes à pain, a été exploité. Le caillé a été disposé sur un papier cuisson puis mélangé à la main pour obtenir une pâte la plus uniforme possible. Ensuite, elle a été compressée à 2 cm de hauteur au laminoir et la géométrie a été formée à l'aide d'un emporte-pièce rond de 4cm de diamètre.

Une fois les cylindres de caillé réalisés, Le protocole prévoit 5 groupes en fonction du stockage réalisé et de la manière de décongeler. La figure 7 montre les étapes du protocole. En premier lieu, il y aura le groupe 1 (noté G1) qui est le groupe témoin. Celle-ci ne subira pas de congélation mais seulement un stockage à 4°C. Les 4 autres groupes (G2-G3-G4 et G5) subiront une congélation selon les techniques utilisés en fromagerie, c'est-à-dire que les produits à 18°C (température du caillé pendant l'étape de séchage) seront disposés dans l'enceinte climatique SERVATHIN à -35°C de l'air à 4m/s.



*Figure 7 : Schéma du protocole de décongélation*

Une fois congelés, tous les groupes de cylindres seront stockés dans un bahut programmé à -20°C. Néanmoins, la moitié des groupes subiront une fluctuation de température en étant transvasé dans un autre bahut programmé à -5°C. Les fluctuations ne dureront qu'une journée (environ 8h) et seront réalisés trois fois par semaine. En raison d'une fermeture de laboratoire, les fluctuations n'auront lieu que trois semaines sur cinq.

Après les cinq semaines de congélation, tous les groupes seront décongelés. Il y aura deux méthodes de décongélation différentes. Les deux comporteront un groupe de produits ayant subi des fluctuations de température et un groupe ayant subi un stockage classique. La première méthode est la décongélation par convection naturelle, c'est-à-dire que les produits seront installés dans une chambre froide à 4°C. L'autre méthode est la décongélation par convection forcée, les produits seront installés dans l'enceinte climatique SERVATHIN à 4°C avec une circulation de l'air à 4 m/s.

Pendant tout le processus, ont été installés des thermocouples dans chaque groupe pour la surveillance à long-terme des produits et de l'air extérieur. Les centrales de mesures dataloggers utilisées, enregistraient toutes les 5 secondes pendant la congélation et la décongélation. Durant le stockage, les enregistrements étaient réalisés toutes les heures. Finalement, les caillés subiront la méthode TBARS afin de voir l'oxydation en fonction des méthodes de décongélation et du stockage, chaque groupe subira deux mesures d'oxydation.

### 2.2.2. Evaluation de l'oxydation des lipides (TBARS)

La méthode des TBARS est une méthode de dosage par spectrométrie visible. Le but est de doser la TMP (tétraméthoxypropane) ou malonaldéhyde-bis (MDA-bis), précurseur du MDA en complexant la molécule avec le TBA ou acide thiobarbiturique dans un milieu chaud et acide, donnant des composés colorés à 532nm. Pour ce faire, il faut deux échantillons de 2,5g de produit pour mettre dans des tubes centrifuge. Dans ces tubes, 10mL de solution d'extraction (composé d'acide trichloracétique dit TCA, de propyl gallate dit PG et de l'acide éthylènediaminetétraacétique dit EDTA) sont ajoutés. Le tube est mis dans la centrifugeuse à 4°C avec 4000g pendant 10min. Ensuite, la partie supérieure liquide du produit centrifugée est récupéré puis filtrée avec un filtre RC. A partir de là, la gamme de dosage entre 0 et 0.4 g/L peut être réalisée. Dans cette gamme de dosage, il y aura de la TMP ou de la solution d'échantillon, de la solution d'extraction ainsi que du TBA qui sera pour les échantillons analysés remplacés avec la solution préalablement récupéré.

Toutes les solutions seront ensuite analysées avec le spectrophotomètre Metler Toledo donnant l'absorbance du produit entre 200 et 800nm. Pour convertir le résultat des échantillons d'absorbance à  $\mu\text{g}$  équivalent TMP/g de produit, il faut tracer la droite d'absorbance en fonction de la concentration, ce qui donnant une droite.

Cependant, aucune équation a été trouvée permettant de convertir le MDA-bis en MDA, c'est pourquoi seule la première unité sera utilisée sans comparer à la littérature mais simplement pour comparer les produits entre eux pendant le stage.

## 2.3. Simulation numérique

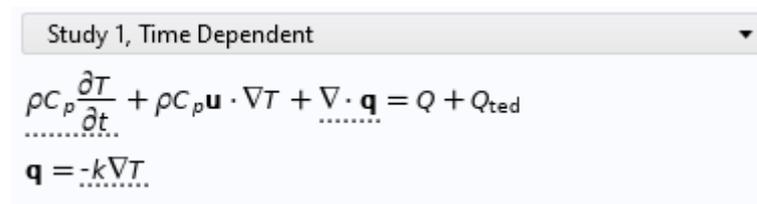
### 2.3.1. La modélisation COMSOL

Le logiciel COMSOL a été utilisée pour réaliser des simulations numériques de décongélation sur du caillé. COMSOL est un logiciel de simulation généraliste utilisé pour l'ingénierie. Il permet de réaliser des modélisations mono et multiphysiques avec des fonctionnalités spécialisées dans l'électromagnétisme, le transfert thermique, l'écoulement etc... Pour ce projet, il sera utilisé pour ces capacités de simulation en transfert thermique avec

changement de phase. Dans cette étude, sera modélisé un procédé de décongélation convectif du caillé dont les dimensions (le rayon et la hauteur) sont celles des expériences. Le coefficient d'échange convectif changera en fonction de la convection souhaitée et affectera la prédiction du temps de congélation.

### 2.3.1.1. Les équations de COMSOL

La chaleur spécifique, la masse volumique ainsi que la conductivité thermique seront notés comme variables et leurs valeurs en fonction de la température seront implémentées dans le logiciel. Le produit est représenté par une géométrie en 2D axisymétrique. Seul un quart du produit sera modélisé grâce aux symétrie axiale et horizontale. Le transfert de chaleur au sein du caillé est simulé selon l'équation suivante (figure 8) :



The image shows a screenshot of the COMSOL software interface. At the top, there is a dropdown menu labeled "Study 1, Time Dependent". Below it, the heat transfer equation is displayed in a light blue box:

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} + \rho C_p \mathbf{u} \cdot \nabla T + \nabla \cdot \mathbf{q} = Q + Q_{ted}$$

$$\mathbf{q} = -k \nabla T$$

Figure 8: Equation de transfert de chaleur au sein du produit utilisée par COMSOL

Le maillage utilisé est extra-fin afin d'être le plus précis possible sur les calculs.

### 2.3.1.2. Conditions limites

Dans la simulation, le caillé sera modélisé selon les dimensions de l'expérience (le rayon et la hauteur). Le coefficient changera en fonction de la convection souhaitée. Autrement, il y a la possibilité de laisser le logiciel calculé le coefficient de convection. Il suffit de définir l'état de la convection sur une paroi (naturelle, forcée, interne ou externe), puis d'indiquer quel type de paroi (plaque plane, surface arrondi, ...) afin qu'il calcule avec les bons modèles.

Pour simuler un chauffage ou un refroidissement, il faut ajouter deux flux d'air sur les parois du produit : un flux sur la paroi verticale et horizontale. Avec ces flux, il est possible de définir les paramètres de ce flux en implémentant le coefficient de convection ou il est possible de

laisser une fonction réalisée le calcul. Pour la convection naturelle externe, ce sont ces équations qui sont utilisées (figure 9)

$$\begin{aligned}
 & \text{Study 1, Time Dependent} \\
 & -\mathbf{n} \cdot \mathbf{q} = q_0 \\
 & q_0 = h(T_{\text{ext}} - T) \\
 & h = \begin{cases} \frac{k}{L} \left( 0.68 + \frac{0.67 \text{Ra}_L^{1/4}}{\left( 1 + \left( \frac{0.492k}{\mu C_p} \right)^{9/16} \right)^{4/9}} \right) & \text{if } \text{Ra}_L \leq 10^9 \\ \frac{k}{L} \left( 0.825 + \frac{0.387 \text{Ra}_L^{1/6}}{\left( 1 + \left( \frac{0.492k}{\mu C_p} \right)^{9/16} \right)^{8/27}} \right) & \text{if } \text{Ra}_L > 10^9 \end{cases}
 \end{aligned}$$

Figure 9 : Equation utilisée par le simulateur en convection naturelle pour une plaque plane verticale

Seule une équation a été utilisée car l'équation pour la plaque horizontale comprend soit la face supérieure, soit la face inférieure. Or, elle est censée représenter les deux.

Tandis que pour la convection forcée externe, ce sont ces équations (figure 10 et 11) :

$$\begin{aligned}
 & \text{Study 1, Time Dependent} \\
 & -\mathbf{n} \cdot \mathbf{q} = q_0 \\
 & q_0 = h(T_{\text{ext}} - T) \\
 & h = \begin{cases} \frac{2k}{L} \frac{0.3387 \text{Pr}^{1/3} \text{Re}_L^{1/2}}{\left( 1 + \left( \frac{0.0468}{\text{Pr}} \right)^{2/3} \right)^{1/4}} & \text{if } \text{Re}_L \leq 5 \cdot 10^5 \\ 2 \frac{k}{L} \text{Pr}^{1/3} (0.037 \text{Re}_L^{4/5} - 871) & \text{if } \text{Re}_L > 5 \cdot 10^5 \end{cases}
 \end{aligned}$$

Figure 10: Equation utilisée par le simulateur en convection forcée pour le cylindre dans un écoulement transverse

$$\begin{aligned}
 & \text{Study 1, Time Dependent} \\
 & -\mathbf{n} \cdot \mathbf{q} = q_0 \\
 & q_0 = h(T_{\text{ext}} - T) \\
 & h = \frac{k}{D} \left( 0.3 + \frac{0.62 \text{Re}_D^{1/2} \text{Pr}^{1/3}}{\left( 1 + \left( \frac{0.4}{\text{Pr}} \right)^{2/3} \right)^{1/4}} \left( 1 + \left( \frac{\text{Re}_D}{282000} \right)^{5/8} \right)^{4/5} \right)
 \end{aligned}$$

Figure 11: Equation utilisée par le simulateur en convection forcée pour une plaque avec un coefficient de transfert moyenné

### 2.3.1.3. Plan d'expériences des simulations

Le logiciel COMSOL aidera à mesurer des temps de décongélation en fonction des paramètres du procédé (vitesse et température d'air). La première simulation aura pour but de comparer les résultats de simulation avec les résultats issus des expériences. Pour ce faire les mêmes dimensions du cylindre seront utilisés puis les coefficients de convection calculés seront implémentés. Le but est de regarder la différence entre la simulation et l'expérience sur le temps de décongélation. La différence de temps sera analysée entre la décongélation avec le coefficient calculé et le coefficient issu de la simulation.

Dans un second temps, certains paramètres seront variés sur le logiciel. La température de l'air sera modifiée afin de suivre l'évolution du temps de décongélation en fonction de celle-ci. Ensuite, les dimensions du produit seront changées pour être ceux d'un cylindre de 10kg n'excédant pas les 5 et 10cm de hauteur. Pour finir, la variation de la vitesse de l'air sera expérimentée afin voir le gain de temps lors d'une augmentation de la vitesse de l'air.

Pour calculer les rayons des cylindres de 10kg, la masse volumique des petits cylindres a été prise constante et égale à  $1000 \text{ kg/m}^3$ , car malgré le passage au laminoir, les cylindres de caillé sont poreux (figure 12) et leur poids en fonction du volume donne la masse volumique précédente

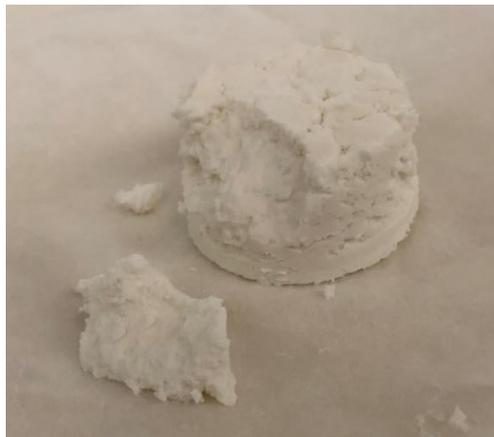


Figure 12 : Photo d'un cylindre de caillé

## 2.3.2. Détermination des propriétés thermo-physique du caillé de chèvre

### 2.3.2.1. *Chaleur spécifique, eau congelable et eau liée*

La mesure de chaleur spécifique en phases congelée et décongelée ainsi que les chaleurs latentes de congélation des produits ont été mesurées par la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) sur l'appareil  $\mu$ DSC 7. La réalisation d'une mesure, nécessite deux petits récipients, un vide qui est le référentiel et un rempli avec 150 mg de caillé qui est l'échantillon. Tous deux placés dans des chambres isolées au sein du calorimètre, celui-ci calcule la différence de chaleur entre dans les deux récipients. Il est nécessaire de réaliser un blanc pour l'analyse de la chaleur spécifique, il faudra alors lancer une manipulation avec deux récipients vides.

Pour les conditions de DSC, La température a été variée entre -35 et 20°C avec une descente en température à 1°C/min puis un palier de 20 sec et enfin, une remontée en température à 1°C/min. Trois répétitions ont été faites pour les deux produits. Cette DSC assez courte permet de calculer la chaleur latente du produit par intégration du pic, obtenant ainsi le pourcentage d'eau libre du produit.

Ensuite, une DSC a été réalisée plus longue afin d'obtenir le taux de glace du produit en fonction de la température en faisant varier celle-ci de -30 à +10°C avec une remontée en température à 0.01°C/min. Seulement une expérience a été faite.

Pour l'analyse des résultats, La chaleur spécifique a été récupérée après avoir intégré le flux de chaleur. En DSC lente, comme les graphiques présentent des artefacts, un lissage est réalisé sur le logiciel de traitement de données Excel.

Pour calculer l'eau libre, nous avons utilisé la formule suivante :

$$\%e_{libre} = \frac{L_{produit}}{L_{eau}}$$

Avec  $L_{produit}$  et  $L_{eau}$ , chaleur latente du produit et de l'eau.  $L_{eau} = 333,7$  kJ/kg

### 2.3.2.2. Taux de glace

Le taux de glace a été calculé à partir des résultats de la DSC. La chaleur spécifique totale étant récupérée, il suffit de récupérer l'enthalpie totale et sensible. Pour pouvoir utiliser la formule suivante :

$$x_g(T1) = \frac{x_{total} - (H_{total} - H_{sensible})}{L_{eau}} / x_{total}$$

Avec  $x_{total} = \sum(H_{total} - H_{sensible})_n$  avec n = nombre de mesure

Pour calculer l'enthalpie sensible, il faut calculer la chaleur spécifique sensible. Elle se calcule en traçant la droite de chaleur spécifique effaçant le pic de changement d'état (figure 13). Il suffit alors d'intégrer les deux chaleurs spécifiques en fonction de la température pour obtenir les enthalpies.

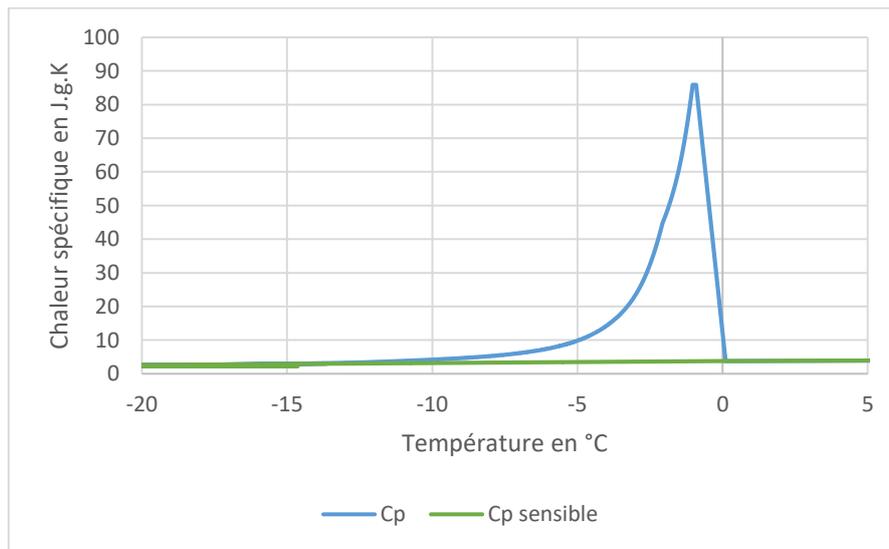


Figure 13 : Chaleur spécifique totale et sensible en fonction de la température

### 2.3.2.3. Conductivité thermique

La sonde TEMPOS Thermal Properties Analyser de chez Meter Groupe a été utilisée pour la mesure de la conductivité thermique avec la sonde KS-3 qui est la plus adaptée pour la mesure des produits alimentaires. Pour récupérer la valeur de conductivité thermique, il suffit de planter la sonde à l'intérieur du produit (figure 14). Cette sonde génère de la chaleur et

enregistre les variations d'énergie en fonction du déplacement dans l'espace et de la variation de température. Souhaitant obtenir ces données pour différentes températures, le produit a été placé dans une enceinte climatique Vötsch entre -50 et +20°C.



*Figure 14 : Photo d'une mesure de la conductivité thermique*

Un modèle empirique a été utilisé pour modéliser la conductivité entre -10 et 0°C, avec la formule suivante (Sadot, 2018):

$$h(T) = h_d \times \frac{x_{ec} - x_g(T)}{x_{ec}} + h_c \times \frac{x_g(T)}{x_{ec}}$$

Ce modèle nécessite les conductivités thermiques en phases congelée et décongelée et la fraction massique d'eau congelée. La seule variable sera le taux de glace ou la fraction massique de glace en fonction de la température.

#### *2.3.2.4. Température de congélation commençante (Tcc)*

La Tcc a été mesurée avec des thermocouples types K dans l'enceinte climatique à air pulsé SERVATHIN. Pour ce faire, 50g de produit ont été disposés dans un sachet plastique sous vide. Deux thermocouples types K ont été introduits au centre du produit, le but étant d'être au plus loin des parois du produit, les deux mesures sont ensuite moyennées. La centrale de mesure connectée au thermocouple enregistre la température toutes les cinq secondes. Pour chaque expérience, deux sachets étaient introduits dans l'enceinte, l'expérience a été réalisée

deux fois, ce qui représente 4 répétitions doublées. Pour récupérer la valeur de  $T_{cc}$ , deux tangentes doit être tracer sur la courbe de température en fonction du temps. Une tangente sur la pente de chute en température et une tangente sur la congélation qui sera présentée par un plateau après la chute en température. La  $T_{cc}$  correspond au croisement des deux tangentes.

La  $T_{cc}$  sera aussi vérifiée par l'intermédiaire de la DSC longue. Lorsque la montée en température est assez lente, la  $T_{cc}$  peut être indiquée, ce sera le pic obtenu sur la courbe de la chaleur spécifique.

### 2.3.2.5. Masse volumique

Pour mesurer la masse volumique du produit, la méthode de déplacement de l'eau avec un pycnomètre de 25mL à 20°C a été utilisée. Cette méthode consiste à disposer 3g de produit dans un pycnomètre rempli ensuite avec de l'eau. La différence notée entre le volume de l'eau et le volume du pycnomètre sera le volume du produit. La mesure sera seulement réalisée pour une température comme le convient le pycnomètre. Ne pouvant réaliser les mesures pour d'autres températures, l'hypothèse sera que la masse volumique des produits non congelé est constante.

Lorsque les produits sont congelés, la masse volumique est difficile à mesurer, c'est pourquoi elle a été estimé grâce à une loi de mélange :

$$\rho_c = \left( \frac{x_{glace}}{\rho_{glace}} + \frac{x_{eliée}}{\rho_{el}} + \frac{x_{ms}}{\rho_{ms}} \right)^{-1}$$

Avec  $x_{glace}$ ,  $x_{eliée}$  et  $x_{ms}$ , les fractions massiques respectives de la glace, de l'eau liée et de la matière sèche,  $\rho_{glace}$ ,  $\rho_{el}$  et  $\rho_{ms}$ , les masses volumiques de la glace, de l'eau liée et de la matière sèche.

On a :  $x_{glace} = x_{libre}$

Et  $x_{eliée} = x_{eau} - x_{libre}$

Néanmoins, la masse volumique de la matière sèche reste inconnue. Avec une nouvelle loi de mélange appliquée au produit décongelé qui est connue, il est possible d'obtenir la masse volumique de la matière sèche du produit :

$$\rho_{ms} = \frac{x_{ms}}{\left(\frac{1}{\rho_d} - \frac{x_e}{\rho_e}\right)}$$

Avec  $\rho_e$  et  $\rho_d$  : la masse volumique de l'eau et du produit décongelé,  $x_e$  : la fraction massique de l'eau.

Pour modéliser la masse volumique du produit pendant la phase de congélation, le modèle suivant a été utilisé (Sadot, 2018):

$$\rho(T) = \left( \frac{x_{ec} - x_g(T)}{\rho_d \times x_{ec}} + \frac{x_g(T)}{\rho_c \times x_{ec}} \right)^{-1}$$

Ce modèle découle du modèle pour la conductivité thermique, la masse volumique est au dénominateur car celle du produit baisse pendant la congélation.

### 2.3.3. Détermination du coefficient de convection

Le coefficient de convection est le seul paramètre manquant pour réaliser les calculs de temps de décongélation. Pour calculer les coefficients de convection naturelle et en forcée, deux différentes méthodes seront utilisées. Pour la convection naturelle, il y a des étapes de calculs adaptées pour la convection naturelle sur des géométries cylindriques. Pour la convection forcée, le coefficient de convection sera calculé en calculant la chute de température avec une vitesse de 4m/s. Pour chaque méthode, il est important de vérifier le nombre de BIOT, dans le cas où il est inférieur à 0,1, la résistance interne est négligeable et la température est considérée comme uniforme à l'intérieur du produit.

#### 2.3.3.1. *Convection naturelle*

Pour la convection naturelle, le calcul du coefficient de convection a été réalisé selon les étapes du formulaire de corrélations pour les transferts de chaleur par convection. Ce formulaire a été obtenu lors du cours de transfert de chaleur au semestre 7. C'est une suite de calcul permettant d'obtenir le coefficient selon la géométrie et le type de convection.

Les formules utilisées seront les celles de convection naturelle externe pour un cylindre vertical. La dimension caractéristique notée L sera la hauteur du cylindre. Pour calculer le coefficient de convection, il faut récupérer les formules du nombre de Grashof noté Gr, ainsi que le nombre de Rayleigh noté Ra qui sont les suivants :

$$Gr = \frac{g\beta(T_p - T_\infty)L^3}{\nu^2}$$

$$Ra = Gr \times Pr$$

Dans ce cas, le nombre de Rayleigh donnera l'indication du régime de l'air. Une fois ces deux nombres adimensionnels calculés, il est possible de calculer le nombre de Nusselt moyen noté  $Nu_m$ . La formule de Mac-Adams sera exploitée (tableau ci-dessous) :

*Tableau 2 : Formule de Mac-adams pour le Nusselt moyen*

Mac-Adams :

$$Nu_m = cRa_L^n$$

Régime	$Ra_L$	C	n
Laminaire	$10^4$ à $10^9$	0,59	1/4
Turbulent	$10^9$ à $10^{13}$	0,10	1/3

Avec le nombre de Nusselt moyen, il est alors possible de calculer le coefficient d'échange convectif en utilisant la formule suivante :

$$h_{cn} = \frac{Nu_m \times h}{L}$$

### 2.3.3.2. Convection forcée

Pour la convection forcée, une méthode expérimentale a été utilisée pour calculer le coefficient de convection. Pour cela, la SERVATHIN a été exploitée. Le calcul du coefficient de convection est exécuté à 4 m/s à -10°C. L'expérience n'a été réalisée qu'une seule fois.

D'après la loi de Newton, le temps de refroidissement se calcule avec cette formule :

$$t = \frac{mCp}{hS} \times \ln\left(\frac{T_0 - T_f}{T - T_f}\right)$$

Avec les expériences, il est possible de tracer la droite du temps en fonction de  $\ln((T_0 - T_f) / (T - T_f))$ . La pente de la droite sera donc le facteur  $mCp/hS$ . Le coefficient de convection se calcule donc avec :

$$h_{cf} = \frac{mCp}{aS}$$

Avec  $a$  = le coefficient directeur de la droite

### 3. Résultats

#### 3.1. Oxydation des caillés selon le mode de stockage et de décongélation

Le tableau 3 présente les résultats de l'oxydation des lipides. Compte tenu de la faible quantité de produit disponible et du nombre limité d'expériences, il n'est pas possible de réaliser un traitement statistique des résultats. Le groupe 1 n'a pas de réponse sur l'oxydation car, comme les caillés portaient des moisissures à leur surface, aucun test n'a été fait.

*Tableau 3 : Oxydation du caillé (en ng équivalent MDA-bis/g de matrice) selon le mode de stockage et de décongélation*

	avant exp	témoin	convection naturelle		convection forcée	
Groupe	0	1	2	3	4	5
TBARS	13,94	/	15,00	19,28	14,12	17,27
	14,99	/	16,34	18,09	18,12	19,21
Moyenne	14,47	/	15,67	18,69	16,12	18,24
écart type	0,74	/	0,95	0,84	2,83	1,38

Les moyennes des groupes 2 à 5 sont plus grands que le groupe 0 (avant l'expérience), qui a déjà une oxydation due à la conservation longue du produit avant la manipulation. L'expérience a donc provoqué une oxydation des produits. Puis, au vu de la moyenne, ils semblent se former deux groupes. Le groupe 2 et 4 d'une part et le groupe 3 et 5. Pour rappel, 2 et 4 sont les groupes sans fluctuation et 3 et 5, les groupes avec fluctuations. La fluctuation de température au stockage semble avoir augmenté l'oxydation du caillé.

Pour la différence entre la convection naturelle et la convection forcée, les moyennes ne semblent pas si différentes. Par contre, les écart-types des caillés sous convection forcée semblent plus importants. Ces résultats indiquent que la méthodologie employée est pertinente et prometteuse pour mener de futures investigations sur des durées de stockage plus longues.

#### 3.2. Détermination des propriétés et coefficients pour la simulation.

##### 3.2.1. Profil avec la calorimétrie différentielle à balayages

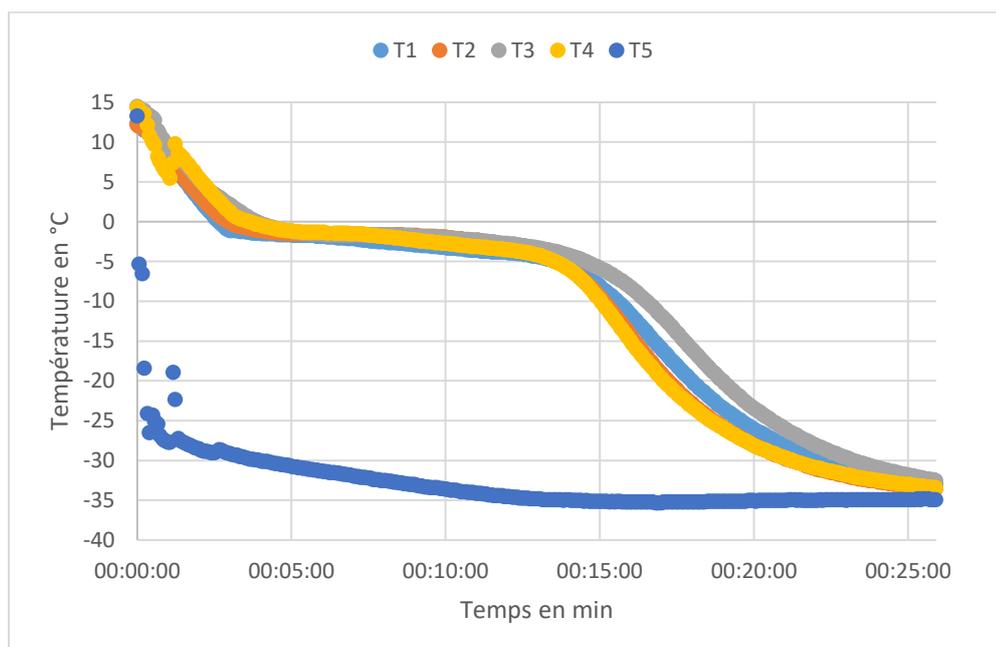
Les valeurs de DSC rapide, permettent d'avoir les chaleurs latentes et ainsi d'en déduire le pourcentage d'eau liée du produit. La chaleur latente du caillé est de 156 kJ/K.kg et le

pourcentage d'eau libre est de 47% dans le produit, soit 80,8 % de l'eau du caillé est de l'eau libre.

Or, la DSC lente donne une chaleur latente de 177,77 kJ/kg soit un pourcentage d'eau libre de 92%. Pour la suite des expériences, ce seront des valeurs qui serviront de référence car la DSC lente est plus fiable.

### 3.2.2. Température de congélation commençante.

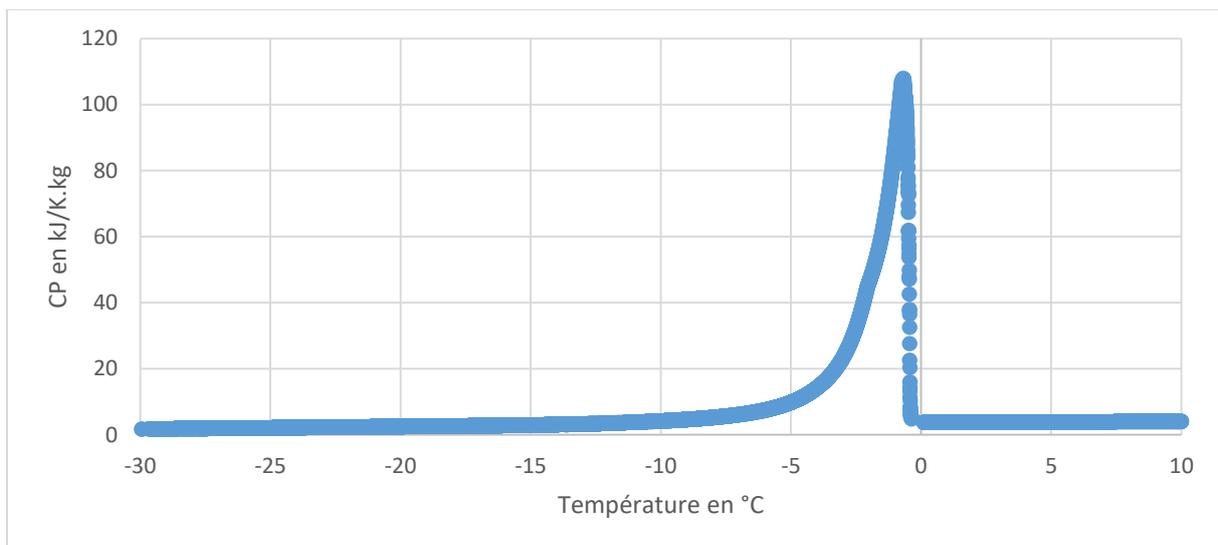
La moyenne obtenue pour les températures de congélation commençante est de  $-1,1^{\circ}\text{C}$  (figure 15). L'écart-type obtenu  $0,2^{\circ}\text{C}$  est assez grand. La valeur de la température de congélation commençante peut aussi être considérée comme la température au pic de chaleur spécifique en fonction de la température. Elle serait alors assez différente de la température mesurée car elle est à  $-1,9^{\circ}\text{C}$ . La température de congélation commençante trouvée par Van Hekken et son équipe est de  $-2,5^{\circ}\text{C}$  qui est plus proche de la  $T_{cc}$  obtenue sur la DSC lente que sur les valeurs mesurées avec la SERVATHIN. Bien que les thermocouples n'aient pas sûrement été placés précisément au milieu du produit pendant la manipulation, rien n'explique une si grande différence de valeurs. Il est possible qu'il y est des variations de matières macroscopiques engendrant des hétérogénéités au sein du produit



*Figure 15 : Congélation du caillé dans la SERVATHIN en fonction du temps*

### 3.2.3. Chaleur spécifique

Pour la chaleur spécifique, la congélation est un phénomène qui demande beaucoup d'énergie (figure 16). Elle est quantifiable avec l'enthalpie qui est calculée en représentant l'aire sous la courbe. Pour ce produit, le changement d'état demande une enthalpie de 177 kJ/kg. Quant à la chaleur spécifique, elle est assez variable donc une comparaison aura lieu en prenant des valeurs ici -22°C et 5°C. A -22°C, la chaleur spécifique du caillé est de 2,4 kJ/(K.kg) et à -5°C, la chaleur spécifique est à 3,8 kJ/(K.kg). Dans la littérature les valeurs de chaleur spécifique pour le caillé décongelé sont de 3,27 kJ/(K.kg) selon l'Ashrae (Persons, n.d.), en utilisant leur corrélation avec le pourcentage d'eau, et de 3,73 kJ/(K.kg) pour du cottage cheese. Pour le produit congelé, il y a des valeurs entre 2,1 et 1,9 kJ/(K.kg) pour les produits laitiers. Les valeurs sont donc assez proches du cottage cheese pour la partie décongelé mais un peu plus différente de celles qui sont retrouvées pour les produits laitiers.



*Figure 16 : Chaleur spécifique du caillé en fonction de la température*

### 3.2.4. Taux de glace.

Avec les résultats obtenus lors de la DSC, il est possible de réaliser la courbe du taux de glace. Ci-dessous (figure 17), le taux de glace est donné pour des températures comprises entre -20 et -1,1 (la Tcc) car c'est la limite d'air sous la courbe pour récupérer l'enthalpie du produit.

Le taux de glace est surtout utilisé dans ce travail pour modéliser les propriétés thermophysiques pendant le changement d'état.

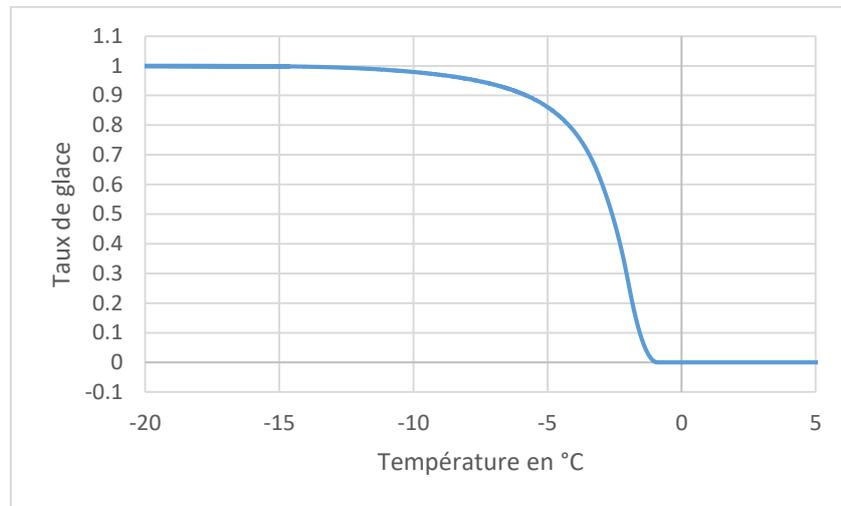


Figure 17 : Taux de glace en fonction de la température

### 3.2.5. Masse volumique

La masse volumique mesurée pour le caillé à température ambiante figure 18 est différente de la littérature à  $1035\text{kg/m}^3$ , il y a une différence de  $129\text{kg/m}^3$ . Cela peut s'expliquer par le fait que le caillé mesuré dans cette expérience a d'abord été stocké donc aplati, travaillé pour être mis sous-vide. Le caillé étant un produit qui est granuleux, assez poreux, le stockage a donc probablement augmenté le volume. Quant à la densité du caillé congelé, aucune valeur n'a été trouvée dans la littérature.

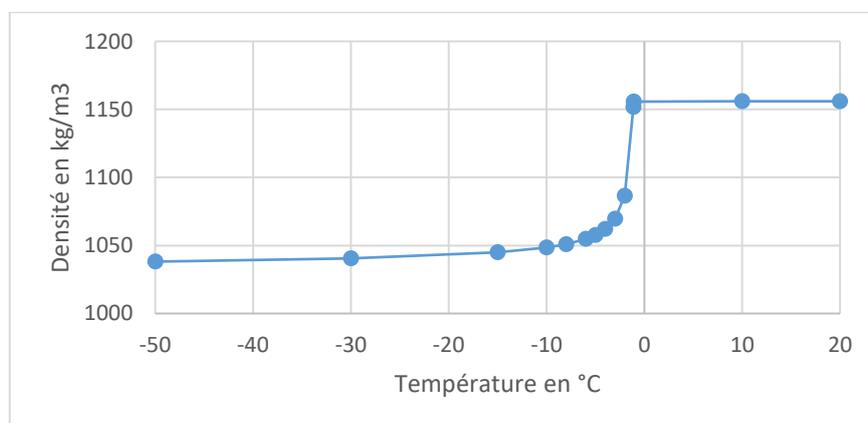


Figure 18 : Masse volumique du caillé en fonction de la température

### 3.2.6. Conductivité thermique

La conductivité thermique du caillé est présentée dans la figure 19. A titre de comparaison, les frères Tavman ont créé une corrélation entre le pourcentage d'eau présent dans un produit laitier et la conductivité thermique du produit non-congelé. Pour un produit qui a 42% d'eau, la conductivité thermique se situe à 0,374 W/(m.K) (Tavman and Tavman, 1999), ce qui est assez proche des 0,375 W/(m.K) mesuré à 0°C. Quant au caillé congelé, comme pour les autres propriétés, aucune valeur n'a été trouvée dans la littérature.

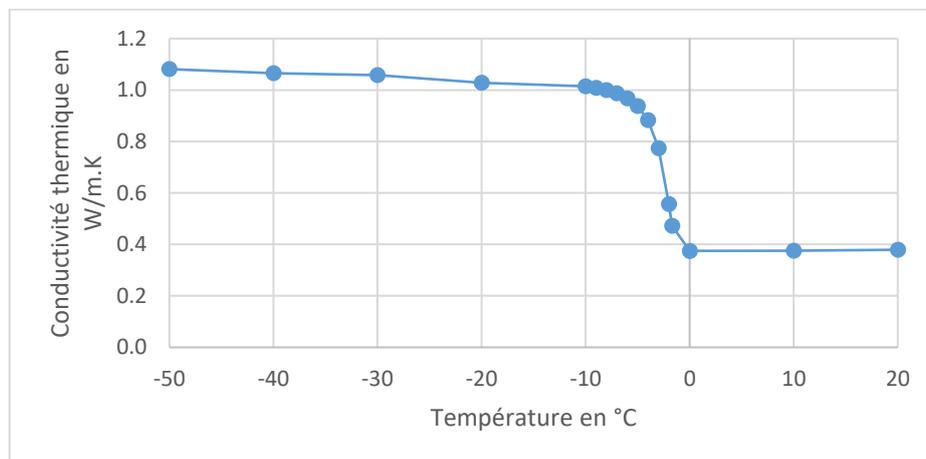


Figure 19 : Conductivité thermique du caillé en fonction du temps

### 3.2.7. Coefficient de convection

Les coefficients de convection obtenus pour la convection forcée et naturelle sont les suivantes :

$$h_{cn} = 8,06 \text{ W}/(\text{m}^2.\text{K})$$

Il est cependant important de noter que le nombre de BIOT obtenue est de 0,115. Il est très proche de 0,1. Le produit n'est pas thermiquement mince, mais assez proche. Il y a donc un phénomène de convection faible (cf annexe 1).

Avec la convection forcée, le coefficient de convection de l'air augmente considérablement, pour 4m/s, le coefficient est de :

$$h_{cf} = \mathbf{26,3 \text{ W/(m}^2\cdot\text{K)}}$$

Soit un coefficient un peu plus que trois fois plus important (cf annexe 2).

### 3.3. Comparaison expérience-simulation

#### 3.3.1. Temps de décongélation en convection naturelle

Malgré le lissage de la courbe de la chaleur spécifique, la simulation COMSOL ne supporte pas le pic de chaleur spécifique en congélation. Le pic est mieux intégré en décongélation mais le logiciel ne permet pas une belle allure de décongélation notamment au niveau de la température du pic. C'est pourquoi le pic a été aplati afin d'obtenir un maximum plus petit et moins en pente. La condition pour retravailler la courbe est que l'aire sous pic doit rester constante, car un changement de d'enthalpie diminue la puissance à apporter au produit et sous-estimerait le temps de changement d'état. Le travail de réduction du pic a donné la courbe de l'annexe 3

L'expérience de décongélation en convection naturelle a donné ce profil de décongélation (figure 20). Le produit a atteint les 0°C en 17580sec soit **4h53min**. Le thermocouple 1 (ici en bleu) montre que le produit était sous une atmosphère de 4°C qu'à partir de 3540sec. Pendant le temps d'installation du capteur, la pièce s'est probablement réchauffée, qui ne s'est remise à température qu'après une heure. A ce temps-là, la température a déjà atteint les -3,6°C. On a donc un temps de décongélation biaisé.

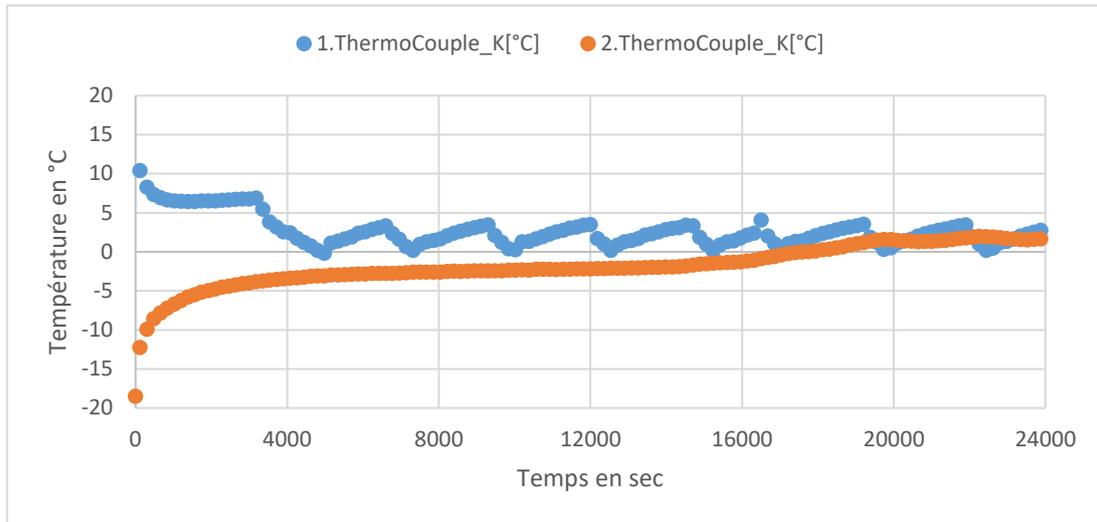


Figure 20 : Temps de décongélation du caillé en convection naturelle (Bleu : température de la chambre froide; Orange : température du caillé)

Ensuite, la simulation numérique a été faite (figure 21). Les deux graphiques montrent une courbe de décongélation similaire à la figure 16, montrant que les paramètres indiqués sont les bons. En bleu, il s'agit de la température au cœur du produit et en vert, la température au coin du produit. Au niveau du temps, que ce soit avec la fonction convection naturelle externe ou en implémentant le coefficient de convection calculé avec les corrélations, sont proches. C'est-à-dire que le produit atteint les 0°C en son centre à partir de 35500sec avec h et 36000 sans, il faut donc entre **9h 52min** et **10h**. La différence est faible entre le h calculé et le h issu de la simulation.

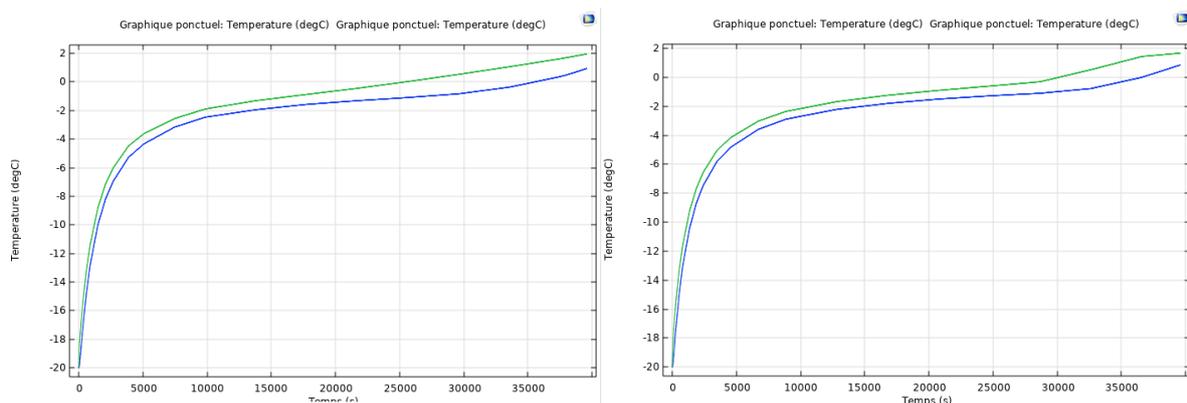


Figure 21 : Temps de décongélation en convection naturelle (à droite: avec h implémenté; à gauche avec la fonction convection naturelle) (Bleu: coeur du produit; Vert : coin du produit)

Pour comparer l'expérience et la simulation, il faut retirer le temps de décongélation entre -20 et -3,6°C en simulation. Il faut donc retirer 7400sec, donnant un temps de 28100 et 28600sec soit **7h48min** et **7h56min**. Il y a alors 3h de différence entre l'expérience et la simulation.

### 3.3.2. Temps de décongélation en convection forcée

Pendant l'expérience (figure 22), les deux caillés mesurés ont un temps de décongélation de 6950 secondes soit **1h56min**. Néanmoins, le temps de transfert entre le bahut et la SERVATHIN a déjà procuré une remontée en température à  $-12^{\circ}\text{C}$ .

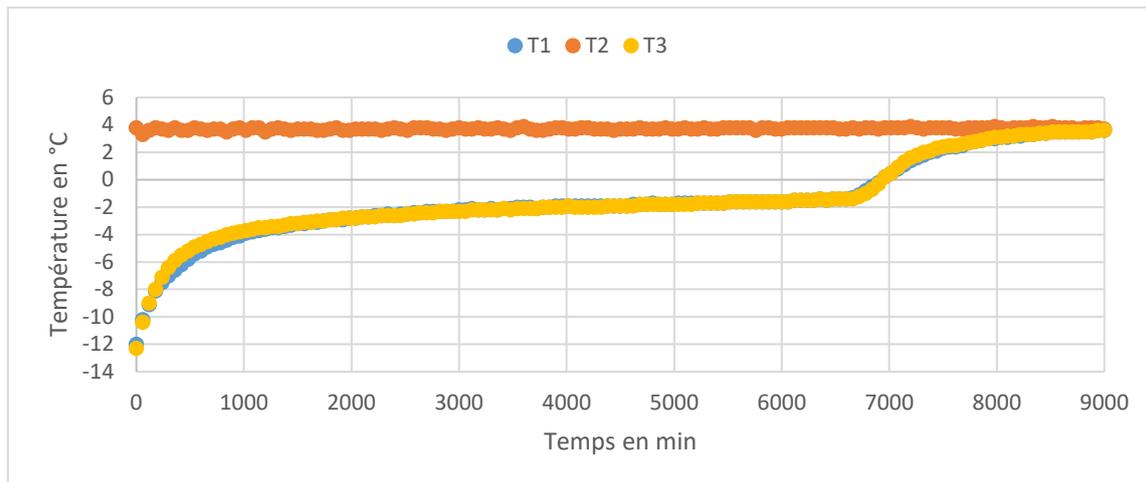
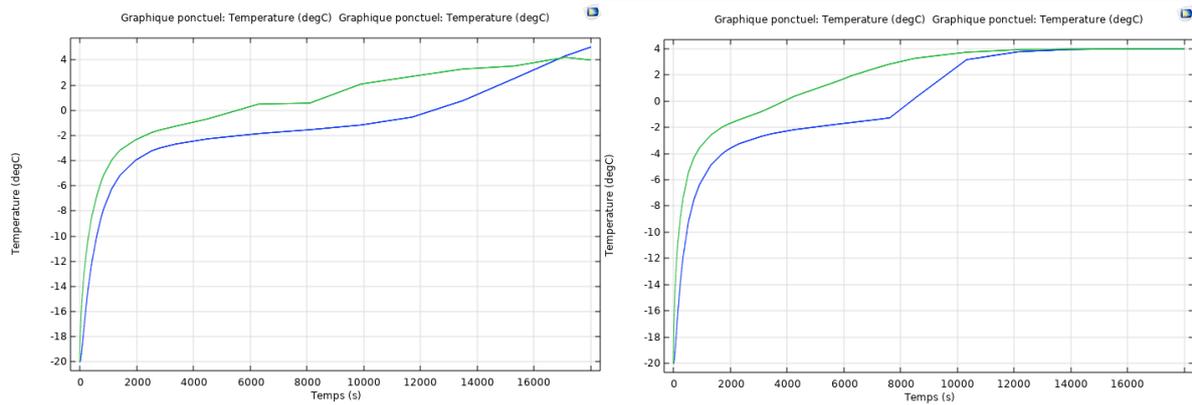


Figure 22 : Temps de décongélation en convection forcée avec la SERVATHIN (orange : température du vent ; Jaune et Bleu : température du caillé)

Pour la simulation en convection forcée (figure 23), ces deux graphiques ont été obtenues. Il y a une assez grande différence de temps de décongélation entre les deux techniques, le modèle théorique (h issu de la simulation) va jusqu'à 4050 secondes plus vite, soit 1h8min plus rapide (12450s soit **3h28min** contre 8400s soit **2h20min**) que le modèle expérimental (h calculé).

De plus, il peut être noté que l'augmentation de la vitesse de chauffage après décongélation est anormalement pentue avec le modèle théorique. Sur une courbe de décongélation comme la figure ci-dessus, la remontée après le plateau est plus calme. Ceci est dû à la descente du pic pour la chaleur spécifique. Le temps de décongélation à  $0^{\circ}\text{C}$  est probablement légèrement sous-estimé.



*Figure 23 : Temps de décongélation en simulation (à droite avec la fonction convection forcée et à gauche avec  $h$  implémenté)*

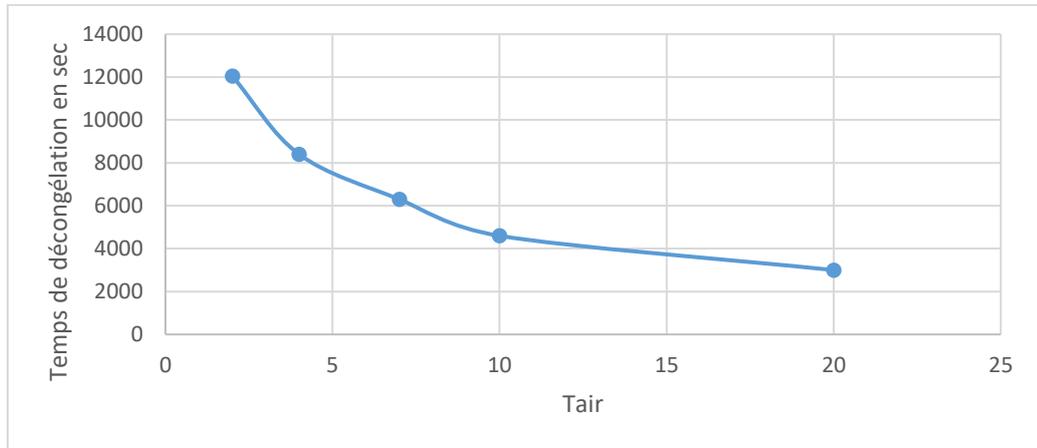
Une différence notable sur la simulation à propos de la convection naturelle et forcée est la différence entre la température entre le cœur et le coin. En arrêtant la congélation à  $0^{\circ}\text{C}$ , la différence est d'environ  $3^{\circ}\text{C}$  pour la convection forcée tandis qu'elle est d'environ  $1,5^{\circ}\text{C}$  pour la convection naturelle. Au niveau du temps de décongélation, celui-ci est quatre fois plus rapide en convection forcée à  $4\text{m/s}$  qu'en convection naturelle selon les temps de simulation. En industrie, le temps de décongélation est actuellement de  $48\text{h}$ , en décongélation forcée, il ne durerait que  $12\text{h}$ .

### 3.4. Changements des paramètres sous simulation

#### 3.4.1. Augmentation de la température

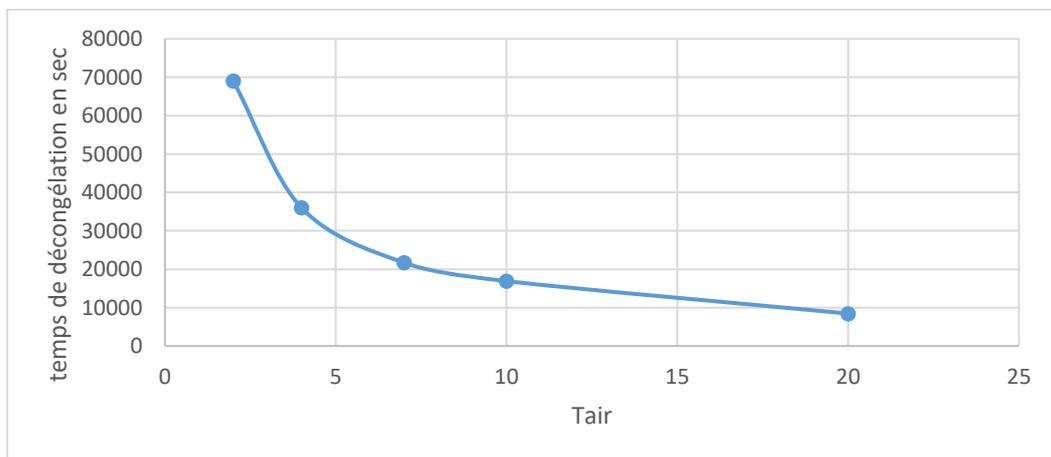
Avec COMSOL, il est possible d'évaluer l'effet de la température d'air sur le temps de décongélation. La figure ci-dessous montre l'évolution de ce temps selon la température d'air. Bien évidemment, il diminue avec l'augmentation de la température. Augmenter légèrement la température a un effet considérable : passer de  $4$  à  $7^{\circ}\text{C}$  réduit le temps de décongélation de

**2h20min à 1h45min.** Cependant, accroître davantage la température d'air n'apporte pas de gains significatifs, la courbe tend vers une asymptote.



*Figure 24 : Temps de décongélation en fonction de la température d'air en convection forcée à 4m/s.*

En convection naturelle, on peut faire le même constat (figure 25). Le gain de temps est plus important, de 4 à 7°C, le temps passe de **10h à 6h2min**. Il tend aussi à se réduire mais à une température supérieure.



*Figure 25 : Temps de décongélation en fonction de la température d'air en convection naturelle*

Il est intéressant de regarder le rapport de temps entre la convection naturelle et forcée (figure 26). Mise à part le point pour 7°C, le rapport de température diminue entre la convection naturelle et forcée. Donc plus la température augmente, plus on diminue l'écart entre la convection naturelle et forcée. Néanmoins, cet écart stagnera car à un certain point le temps de

congélation est régi par les phénomènes internes du produits (le phénomène de conduction l'emporte donc sur la convection).

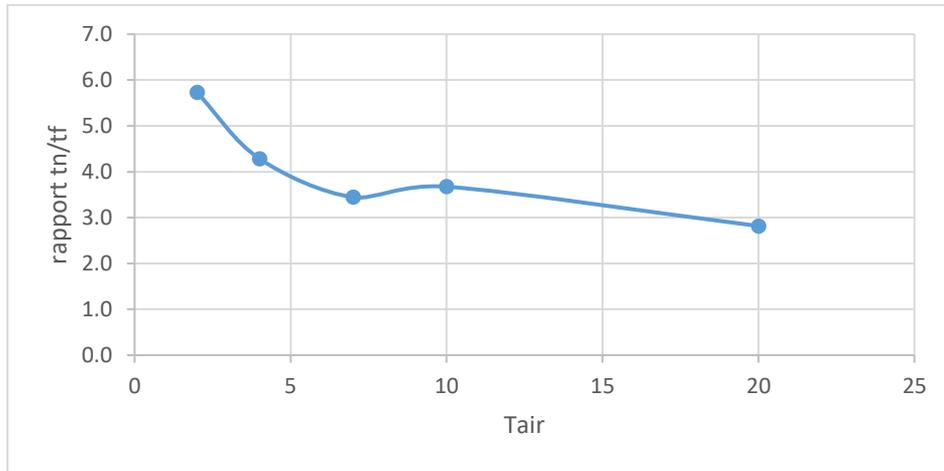


Figure 26 : Rapport de temps entre la décongélation par convection naturelle (tn) et forcée (tf) en fonction de la température d'air

### 3.4.2. Variation de la taille de la géométrie

Avec une masse de 10kg, le temps de décongélation du caillé augmente considérablement. Pour une hauteur de 5cm (soit  $r = 25.2\text{cm}$ ), le caillé met **2j 7h25min** à décongeler naturellement à 4°C (figure 27). Tandis qu'avec la convection forcée, la décongélation dure seulement **17h22min**.

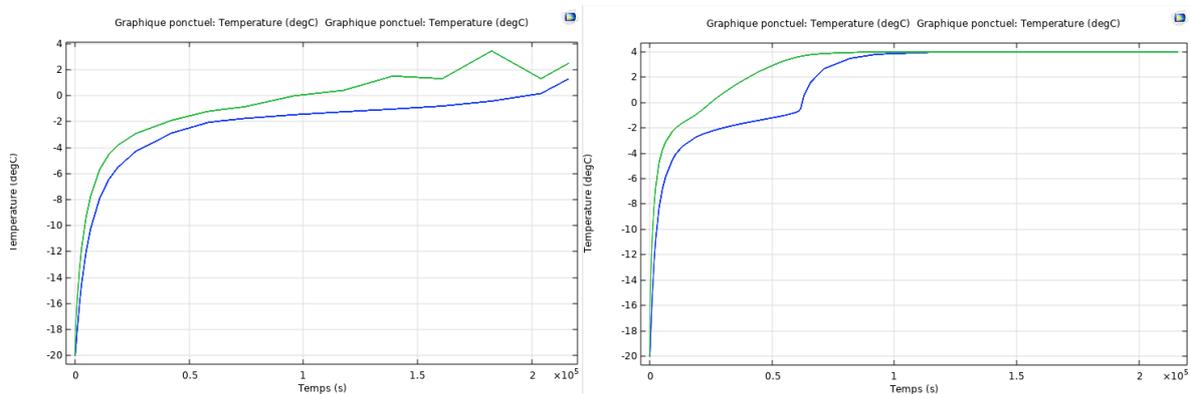
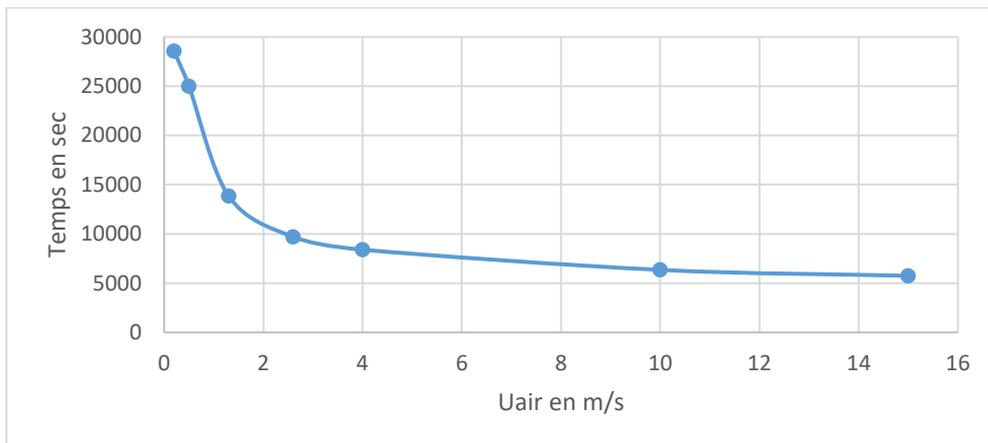


Figure 27 : Temps de décongélation d'un caillé de 10kg à 5cm de hauteur ( à droite en convection forcée à 4m/s et à gauche en convection naturelle)

Pour le caillé de 10cm de hauteur (rayon de 17,8cm), le temps de décongélation en convection naturelle est beaucoup plus important, en effet, après 2 jours et demi, le centre n'a pas atteint les 0°C. En convection forcée, un temps de décongélation de **2j22h9min** est obtenu. Il faut donc quatre fois plus de temps pour congeler un cylindre de 10cm plutôt qu'un cylindre de 5cm. Il est alors préférable de travailler avec un caillé de 5cm de hauteur plutôt qu'avec un caillé de 10cm de hauteur.

### 3.4.3. Variation de la vitesse de l'air.

Plus la vitesse de l'air diminue, plus le temps de décongélation augmente (figure 28). Cependant, la courbe n'est pas linéaire. La courbe peut possiblement aller jusqu'à une asymptote. La vitesse de l'air ne peut donc pas faire baisser le temps de décongélation indéfiniment. Comme pour la température de l'air, à vitesse maximale, ce seront les phénomènes internes qui régiront le temps de décongélation.



*Figure 28 : Temps de décongélation en fonction de la vitesse de l'air*

## 4. Discussion

### Des caillés

De manière générale, il est assez complexe de comparer les valeurs obtenues avec la littérature, Tout d'abord parce qu'il y a peu d'articles scientifiques s'intéressant à ce produit. Bien que les caillés de chèvre soient généralement des caillés de type lactiques, il est rare d'avoir deux caillés exactement pareil dans différentes régions du monde, car la composition nutritionnelle du lait est sensiblement différente entre régions, suivants la race de chèvre, l'alimentation, le climat, etc... Il faut donc être vigilant face aux résultats de la littérature.

Plus encore, les résultats d'oxydation ne sont pas comparables, aucune équation n'a été trouvée pour transposer le malodialdéhyde-bis au malodialdéhyde pour des produits comme le caillé. Sur l'article de Tiersonnier daté de 1970 a été utilisé le termes « valeur TBARS » sans expliquer quelle était l'unité précise, ni comment cette valeur TBARS avait été calculée. Depuis, aucune étude n'a réellement travaillé sur le sujet de l'oxydation pour le caillé de chèvre.

### La matière première

Un frein au projet aura été la matière première. En effet, ne devant pas avoir de caillé en début de projet, il était prévu de remplacer par le Petit Billy. La partie sur le Petit Billy n'a pas été sauvegardée car il n'a pas été possible de récupérer la valeur d'oxydation TBARS. Le protocole TBARS n'a alors pas pu être adapté à ce produit. Quant au caillé, 3kg ont été obtenus, ce qui a limité les expériences pendant le projet.

Plus encore, celui-ci a été stocké pendant plusieurs mois en raison de l'expérience tardive sur la congélation. Le produit a été stocké pendant plus de 3 mois, ce qui a probablement endommagé, oxydé le produit bien que le stockage prévu avait pour but de réduire au maximum l'oxydation par la lumière et l'oxygène. Idéalement, le produit aurait dû être travaillé sous 7j, ne laissant que très peu de temps pour tout réaliser.

## D'où vient l'oxydation ?

Des questionnements se posent sur la venue de l'oxydation après la décongélation. Dans un premier temps, les répétitions sont faibles donc les résultats ne sont pas des réponses fiables mais seulement des tendances. Puis si jamais, il y a vraiment eu une oxydation, un autre facteur que la congélation aurait pu jouer. Les caillés ont été modelés pendant une journée de canicule où la température dans la Hall atteignait les 34°C. Pendant plus de 5h, le caillé a été modelé dans ces conditions de fortes chaleurs, et surtout à l'air libre et à l'abri de la lumière, favorisant l'oxydation. Le groupe 0 a aussi fait partie du lot mais l'oxydation n'est pas un phénomène qui s'arrête facilement. Les produits devant être congelés ont attendu trois jours à 4°C, créant ainsi une autre variation de température. Est-ce que l'augmentation perçue provient réellement de l'expérience ou bien du modelage en période de canicule ?

Néanmoins, cette hypothèse n'explique pas la tendance des produits sous fluctuation à voir leur oxydation augmenter. Celle-ci semble réellement avoir un effet important sur l'oxydation.

## Différence de temps entre simulation et expérience

La différence de temps entre la simulation et l'expérience peut s'expliquer en convection naturelle car une chambre froide, ce n'est pas de la convection naturelle parfaite. En effet sur l'annexe 4, le capteur de température de l'air (thermocouple 1) varie entre 0 et 3,5°C et forme des cycles à intervalles réguliers. Lors d'une descente en température, l'air de la chambre est renouvelée créant un phénomène de convection forcée. Ces cycles sont assez fréquents, le coefficient de convection varie alors durant la congélation.

Aussi valable en convection forcée, le placement du capteur. Une différence est remarquée entre les températures de coin de produit (en vert sur les graphiques) et les températures en cœur (en bleu). Lors de l'implantation du thermocouple dans les cylindres de caillés, il est possible qu'il ne soit pas disposé en son cœur changeant ainsi le temps de décongélation sur les données obtenues.

Une autre hypothèse est sur la densité du produit. Le poids des cylindres de caillés n'est pas tout à fait celui souhaité. Le cylindre de caillé à température ambiante devait peser en moyenne 29 g et pèse en réalité 25 g. Pour cause, les cylindres ne sont pas parfaitement cylindriques et

sont poreux. Le logiciel COMSOL calculant le poids du produit avec la masse volumique et les dimensions de produit, il surestime alors sa masse et finalement le temps de décongélation.

### Perspectives

Le projet n'étant qu'à ses débuts, il a une grande quantité de perspectives possibles. Dans un premier temps, il est possible de continuer sur l'amélioration de la qualité du produit en réalisant une expérience sur 6 mois afin de constater des changements ou non. Comme suggérer dans l'analyse bibliographique, il serait intéressant de travailler sur des procédés électrotechnologiques comme les micro-ondes ou la décongélation ohmique. Avec ces procédés, les effets sur le temps de décongélation pourraient être regardés mais aussi la qualité du produit. Avec cela, il serait intéressant de travailler sur l'aspect énergétique en calculant les coûts énergétiques de ces procédés.

Au niveau du stockage, il est possible de continuer les fluctuations sur une congélation de 6 mois avec des écarts de températures moins importants.

Pour la simulation, il serait intéressant de travailler sur plusieurs formes géométriques du caillé. Pour savoir par exemple, la différence de temps entre les caillés congelés actuels en industrie (rectangulaire) et les cylindres.

Dans ce mémoire, le stockage et la décongélation ont été abordés, mais il est aussi possible de travailler sur la congélation du caillé. Il existe plusieurs méthodes pour congeler, il existe probablement des méthodes qui détériore au minimum le produit.

## 5. Conclusion

Pour conclure, ce travail de recherche a permis d'avancer sur un projet qui est récent. Dans un premier temps, nous avons pu voir la complexité du caillé de chèvre, tant par sa recette qui est différente pour chaque caillé mais aussi par sa structure biochimique interne. Ensuite, nous nous sommes penchés sur les recherches abordés sur le caillé de chèvre. Elles sont peu nombreuses surtout en décongélation où il faut se référer à d'autres produits. Nous avons commencé par la déterminer la qualité du caillé par l'oxydation après la décongélation. Il semble qu'il n'y ait pas de différence entre la décongélation par convection naturelle ou forcée. Par contre, les fluctuations de températures au stockage semblent augmenter l'oxydation dans les deux cas de décongélation. Ensuite nous avons réalisé des simulations numériques afin d'analyser les temps de décongélation. D'abord, il a fallu déterminer les propriétés thermophysiques et calculer le coefficient de convection. Il y a des différences notables entre la simulation et l'expérience, mais entièrement justifiables et prévisibles. Enfin, nous nous sommes concentrés sur les améliorations possible sur le temps de décongélation. La température de l'air est un facteur faisant gagner beaucoup de temps, mais aussi la vitesse de l'air. La température de l'air influe plus le temps de décongélation en convection naturelle en divisant par 7 lorsqu'il passe de 2 à 20°C, tandis qu'il divise par 4 en convection forcée à 4m/s. Quant à la vitesse de l'air, celle-ci diminue le temps entre 0 et 6 m/s puis tend vers une constante lorsque les phénomènes internes prennent le dessus. Enfin, la simulation a aussi été réalisée sur des caillés de 10kg comme en industrie, des cylindres de 10 et 5cm de hauteur ont été comparés, les cylindres de 5cm sont une solution beaucoup plus viable pour un industriel qui peut multiplier par 4 son temps de décongélation comparé aux cylindres de 10cm, malgré leurs diamètres plus faibles (17,8 cm contre 25,2cm)

On sait donc que les procédés à convection forcée comme une cellule de décongélation apporte un réel avantage sur le temps de décongélation, le divisant par 3 pour une vitesse d'air de 4 m/s. Cette cellule aurait l'avantage de recouvrir une surface moins importante qu'une chambre froide. Ces deux points offrent un réel avantage en industrie pour le report du caillé mais l'utilisation d'une cellule de décongélation engendre un coût énergétique. Plus encore, les données sont trop faibles pour savoir s'il y a un gain véritable sur l'oxydation des lipides.

Finalement, ce stage a permis la validation d'un modèle d'expérimentation laboratoire et de simulation numérique pour la suite du projet.

## Bibliographie

- Aider, M., de Halleux, D., Melnikova, I., 2008. Gravitational and microwave-assisted thawing during milk whey cryoconcentration. *J. Food Eng.* 88, 373–380. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2008.02.024>
- Alinovi, M., Mucchetti, G., 2020. Effect of freezing and thawing processes on high-moisture Mozzarella cheese rheological and physical properties. *LWT* 124, 109137. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.109137>
- Alinovi, M., Mucchetti, G., Wiking, L., Corredig, M., 2021. Freezing as a solution to preserve the quality of dairy products: the case of milk, curds and cheese. *Crit. Rev. Food Sci. Nutr.* 61, 3340–3360. <https://doi.org/10.1080/10408398.2020.1798348>
- ANICAP, n.d. La fabrication en 5 étapes [WWW Document]. Fromag. Chèvre. URL <https://www.fromagesdechevre.com/la-fabrication-en-5-etapes/> (accessed 3.28.22).
- Balthazar, C.F., Cabral, L., Guimarães, J.T., Noronha, M.F., Cappato, L.P., Cruz, A.G., Sant’Ana, A.S., 2022. Conventional and ohmic heating pasteurization of fresh and thawed sheep milk: Energy consumption and assessment of bacterial microbiota during refrigerated storage. *Innov. Food Sci. Emerg. Technol.* 76, 102947. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2022.102947>
- Barral, J., 2016. La congélation du caillé: le point sur les modalités techniques et règlementaires. Chambre d’agriculture de l’Hérault, Montpellier.
- Blanc, F., 2020. Caractéristiques nutritionnelles du caillé de chèvre.
- Çabas, B.M., Azazi, I., Döner, D., Bayana, D., Çokgezme, Ö.F., İçier, F., 2022. Comparative performance analysis of ohmic thawing and conventional thawing of spinach puree. *J. Food Process Eng.* <https://doi.org/10.1111/jfpe.14015>
- Cai, L., Cao, M., Regenstein, J., Cao, A., 2019. Recent Advances in Food Thawing Technologies. *Compr. Rev. Food Sci. Food Saf.* 18, 953–970. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12458>
- Campos, G., 2011. Microbial dynamics during the ripening of a mixed cow and goat milk cheese manufactured using frozen goat milk curd 94, 11.
- Caprinov 2020 | La filière laitière caprine est résistante et confiante face au Covid [WWW Document], n.d. Réussir Chèvre Média Élev. Chèvres. URL <https://www.reussir.fr/chevre/la-filiere-laitiere-caprine-est-resistante-et-confiante-face-au-covid> (accessed 6.21.22).
- CNE, Idele, 2021. Chiffres clés du GEB : Caprins 2021 Production lait et Viande. Institut de l’élevage, Paris.
- CNIEL, 2021. L’économie Laitière en chiffres - Editions 2021. CNIEL, Paris.
- Commission Européenne, 2005. Règlement (CE) N° 2073/2005 de la commission du 15 novembre 2005 concernant les critères microbiologiques applicables aux denrées alimentaires.
- Conte, A., Laverse, J., Costa, C., Lampignano, V., Previtali, M.A., Del Nobile, M.A., 2017. Conventional or blast freezing prior to frozen storage to preserve properties of fiordilatte cheese. *J. Food Process. Preserv.* 41, e13235. <https://doi.org/10.1111/jfpp.13235>
- Cruz, R.M.S., Vieira, M.C., Silva, C.L.M., 2009. Effect of cold chain temperature abuses on the quality of frozen watercress (*Nasturtium officinale* R. Br.). *J. Food Eng.* 94, 90–97. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2009.03.006>
- Desfleurs, M., 1975. Dosage rapide de la matière grasse des fromages. *Le Lait* 541–542, 8.
- Génin, G., 1949. L’INDUSTRIE LAITIÈRE DANS LE MONDE. *Dairy J.* 12.

- Genot, C., 2019. Oxydation (des lipides?) dans les MG et les aliments : mécanismes et évaluation.
- Gormley, R., Walshe, T., Hussey, K., Butler, F., 2002. The Effect of Fluctuating vs. Constant Frozen Storage Temperature Regimes on Some Quality Parameters of Selected Food Products. *LWT - Food Sci. Technol.* 35, 190–200. <https://doi.org/10.1006/fstl.2001.0837>
- Goudéranche, H., Camier-Caudron, B., Gassi, J.-Y., Schuck, P., 2001a. Procédés de transformation fromagère (partie 2) 31.
- Goudéranche, H., Camier-Caudron, B., Gassi, J.-Y., Schuck, P., 2001b. Procédés de transformation fromagère (partie 1) 22.
- Hori, T., 1982. Effects of Freezing and Thawing Green Curds Before Processing on the Rheological Properties of Cream Cheese. *J. Food Sci.* 47, 1811–1817. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1982.tb12889.x>
- James, S.J., James, C., Purnell, G., 2017. Microwave-assisted thawing and tempering, in: *The Microwave Processing of Foods*. Elsevier, pp. 252–272. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100528-6.00012-7>
- Johnston, K., Main, A., Dudley Elston, P., Aaron Munro, P., Buwalda, R.J., 2013. Dairy product and process. US20130344198A1.
- Kumar, P.K., Rasco, B.A., Tang, J., Sablani, S.S., 2020. State/Phase Transitions, Ice Recrystallization, and Quality Changes in Frozen Foods Subjected to Temperature Fluctuations. *Food Eng. Rev.* 12, 421–451. <https://doi.org/10.1007/s12393-020-09255-8>
- Lemelin, M., 2002. Produire à l'année : pourquoi et comment ? 16.
- Leroux, V., 2006. Le report de caillé en AOC Crottin de Chavignol : incidences technologiques et sensorielles The use of frozen curd in AOC Crottin de Chavignol : technological and sensorial effects. Centre technique fromager caprin 1.
- Leygonie, C., Britz, T.J., Hoffman, L.C., 2012. Impact of freezing and thawing on the quality of meat: Review. *Meat Sci.* 6.
- Llave, Y., 2018. Chapter 13 - Dielectric Defrosting of Frozen Foods. *Food Process. Increased Qual. Consum.* 40.
- Mariutti, L.R.B., Bragagnolo, N., 2017. Influence of salt on lipid oxidation in meat and seafood products: A review. *Food Res. Int.* 11.
- MORGAN, F., BODIN, J.-P., GABORIT, P., 2001. Lien entre le niveau de lipolyse du lait de chèvre et la qualité sensorielle des fromages au lait cru ou pasteurisé. INRA, INRA 14.
- Morley, M.J., Miles, C.A., 1997. Modelling the Thermal Conductivity of Starch-Water Gels. *Journal Food Eng.* 33, 14.
- Persons, R., n.d. ASHRAE Handbook.
- Picon, A., Gaya, P., Fernández-García, E., Rivas-Cañedo, A., Ávila, M., Nuñez, M., 2010. Proteolysis, lipolysis, volatile compounds, texture, and flavor of Hispánico cheese made using frozen ewe milk curds pressed for different times. *J. Dairy Sci.* 93, 2896–2905. <https://doi.org/10.3168/jds.2009-3041>
- Portmann, A., 1970. La congélation et le stockage du fromage de chèvre. *Le Lait* 50, 161–164. <https://doi.org/10.1051/lait:1970493-49410>
- Ronez, F., 2012. Processus scientifique de la coagulation des protéines du lait. *Lait Sa Coagul.* URL <http://www.youlab.fr/blog/ressources-scientifiques-bibliographie/le-lait-et-sa-coagulation/> (accessed 3.28.22).
- Roulleau, C., 2015. Maîtrise de la qualité du fromage de chèvre par la mise en place de la standardisation du lait (Alternance). Oniris, Nantes.
- Sadot, M., 2018. Etude numérique et expérimentale d'un procédé de congélation assistée par micro-ondes (Doctorat). Oniris, Nantes.

- Seyhun, N., Ramaswamy, H.S., Zhu, S., Sumnu, G., Sahin, S., 2012. Ohmic Tempering of Frozen Potato Puree. *Food Bioprocess Technol* 6.
- Shahidi, F., Zhong, Y., 2010. Lipid oxidation and improving the oxidative stability 13.
- Spinnler, H.E., 2015. Transformations enzymatiques microbiologiques et physicochimiques du lait : conséquences sur la diversité des fromages.
- Tavman, I.H., Tavman, S., 1999. Measurement of thermal conductivity of dairy products. *J. Food Eng.* 41, 109–114. [https://doi.org/10.1016/S0260-8774\(99\)00079-5](https://doi.org/10.1016/S0260-8774(99)00079-5)
- Tiersonnier, B., 1970. Le froid en fromagerie de chèvre. *Le Lait* 50, 415–419. <https://doi.org/10.1051/lait:197049718>
- Yu, Z., Qiao, C., Zhang, X., Yan, L., Li, L., Liu, Y., 2021. Screening of frozen-thawed conditions for keeping nutritive compositions and physicochemical characteristics of goat milk. *J. Dairy Sci.* 104, 4108–4118. <https://doi.org/10.3168/jds.2020-19238>
- Zambrini, A. vittorio, Bernardi, M., 2017. A process for preparing mozzarella chesse from curd portions individually deep frozen by IQF technique. WO2017109745A1.
- Анистратова (RU), О.В., Анистратова, О.В., Серпунина (RU), Л.Т., Серпунина, Л.Т., Гаплевская (RU), Н.М., Гаплевская, Н.М., 2012. Способ замораживания творога. RU2438337C1.

## Annexe :

$$\text{Température de paroi : } T_p = \frac{-20-4}{2} = -12^\circ\text{C}$$

$$\text{Température moyenne du film : } T_m = \frac{-12+4}{2} = -4^\circ\text{C}$$

Les propriétés de l'air seront décidées pour  $-4^\circ\text{C}$ , par interpolation linéaire, ce sont les valeurs suivantes :

$$\text{Pr}(-4^\circ\text{C}) = 0,7186 / \beta(-4^\circ\text{C}) = 3,73 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1} / \nu(-4^\circ\text{C}) = 131,7 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$$

$$k(-4^\circ\text{C}) = 23,95 \cdot 10^{-3} \text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$$

$$\text{Soit : } Gr = \frac{g\beta(T_p - T_\infty)L^3}{\nu^2}$$

$$Gr = \frac{9,81 \times 3,73 \cdot 10^{-3} \times (-10 - (-4)) \times 0,02^3}{(131,7 \cdot 10^{-7})^2}$$

$$Gr = 23628$$

$$\text{Soit } Ra = Gr \times \text{Pr} = 23628 \times 0,7184 = 16974$$

Selon la formule de Mac-adams, le régime est laminaire et le Nusselt moyen est:

$$Nu_m = cRa^n$$

$$Nu_m = 0,59 \times 16974^{1/4}$$

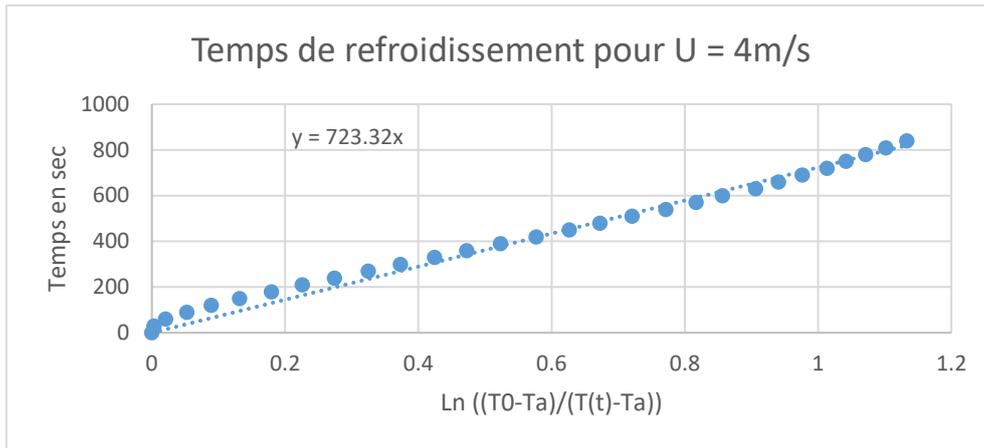
$$Nu_m = 6,73$$

$$\text{Soit } h_{cn} = \frac{Nu_m \times k}{L} = \frac{6,73 \times 23,95 \cdot 10^{-3}}{0,02} = 8,06 \text{ W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$$

Nombre de BIOT :  $BIOT = \frac{hL}{k}$  Attention, ici L est le rapport du volume sur la surface totale

$$BIOT = \frac{8,06 \times 0,005}{0,35} = 0,115$$

ANNEXE 1 : Calcul du coefficient de convection naturelle

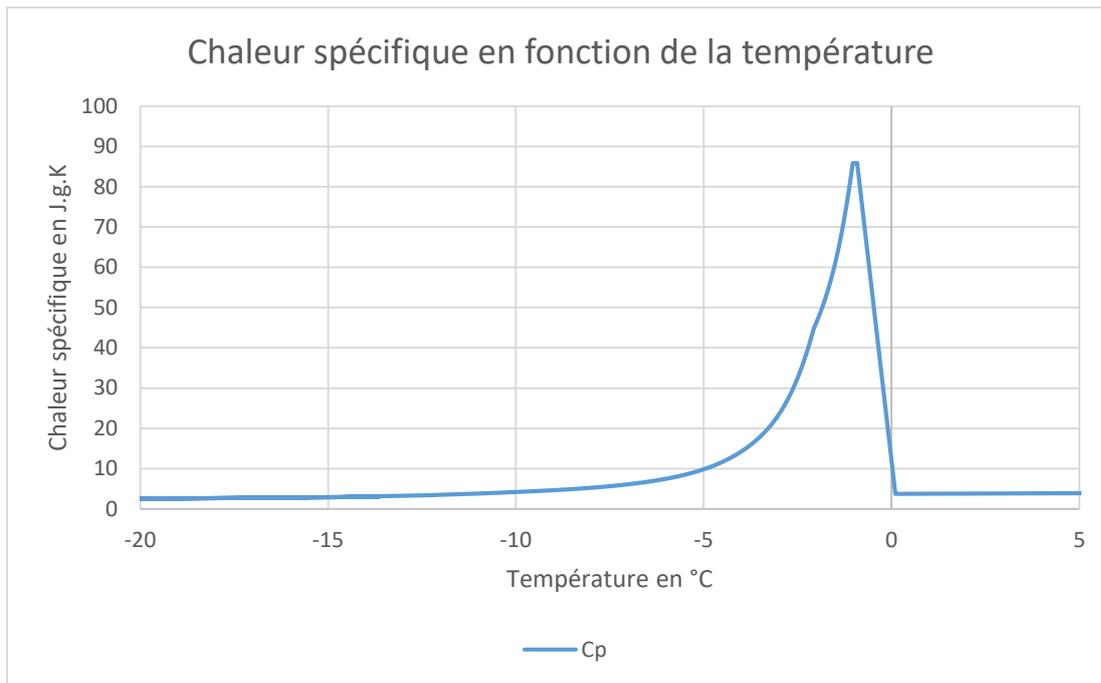


Cela donne un  $h_{cf} = \frac{mCp}{aS}$

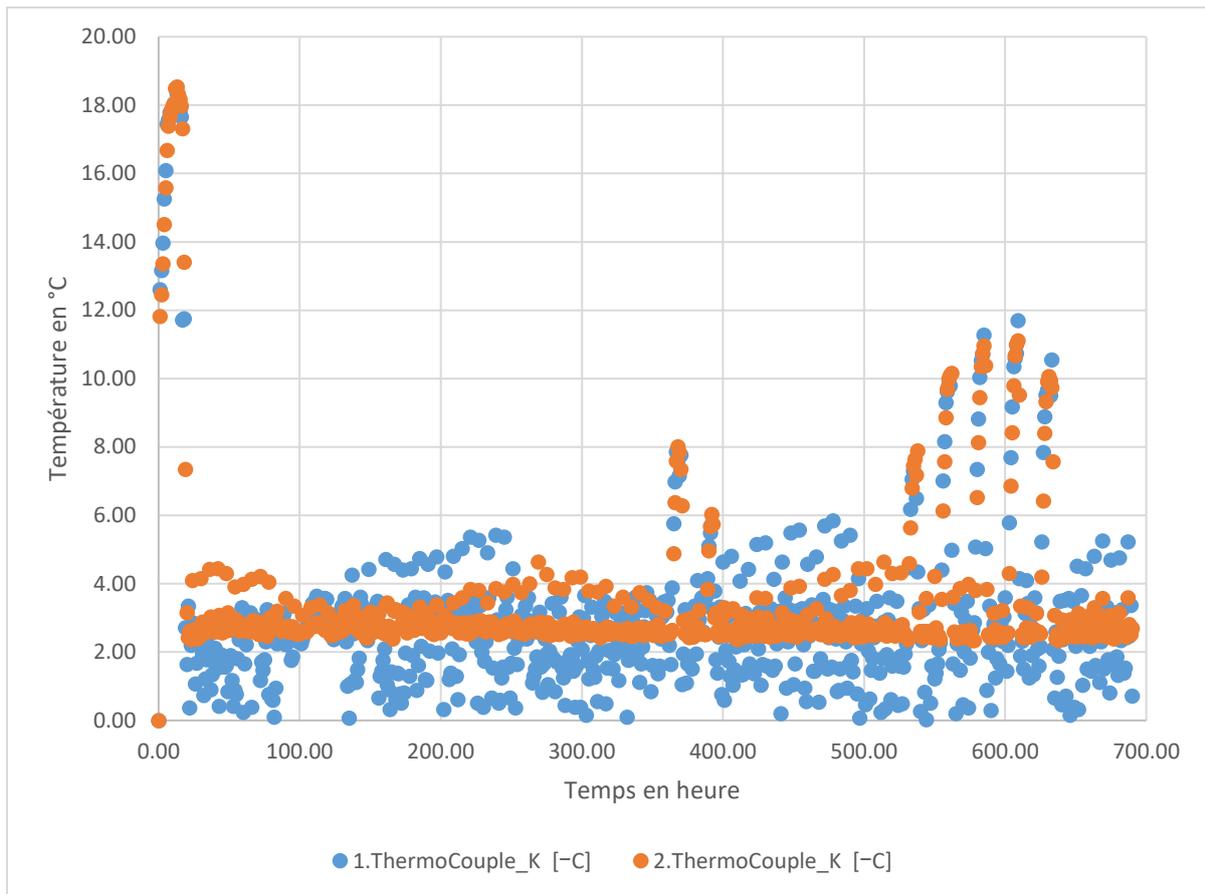
$$h_{cf} = \frac{0,025 \times 3800}{723,3 \times 0,005}$$

$$h_{cf} = 26,3 \text{ W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$$

ANNEXE 2 : Calcul du coefficient de convection forcée expérimentale



ANNEXE 3 : Chaleur spécifique du caillé en fonction de la température (réduction du pic)



ANNEXE 4 : Température du témoin et de la chambre froide pendant l'expérimentation

 	Diplôme : Ingénieur Oniris Agroalimentaire / <del>Biotechnologies de la santé</del> Parcours personnalisé de l'approfondissement de 3 <sup>ème</sup> année : PEPS
Auteur/e : Mateo Gontier	<b>Structure d'accueil :</b> Laboratoire GEPEA
Nombre de pages : 60    Annexes : 4	<b>Adresse :</b> Rue de la Géraudière 44300 Nantes
Année de soutenance : 2022	
<p><b>Titre :</b> Le report du caillé de chèvre par congélation : Etude du procédé de décongélation par convection forcée</p> <p><b>Title :</b> Freezing report from goat curd : Study of forced convective thawing process</p>	
<p><b>Résumé :</b></p> <p>Pour pallier la contradiction entre la saisonnalité du lait de chèvre et la demande constante en fromage de chèvre, les fromagers ont recours à un report du caillé. Dans des périodes haute production de lait, le caillé, produit intermédiaire du fromage, est congelé. La décongélation du caillé se réalise avec un procédé lent, statique et mobilisant d'importantes surfaces. De plus, la qualité du caillé est entachée par l'oxydation des lipides. C'est pourquoi le laboratoire GEPEA propose d'étudier expérimentalement la décongélation par convection forcée et d'analyser l'influence des fluctuations de température au stockage sur la qualité du produit. De plus, la simulation numérique est réalisée pour évaluer l'impact des paramètres du procédé sur le temps de décongélation.</p> <p>Il semblerait que la décongélation par convection forcée n'améliore pas, ni ne détériore la qualité finale du produit comparé à la décongélation par convection naturelle. Néanmoins, les fluctuations de température de stockage semblent avoir un effet important sur l'oxydation. Au niveau du temps de décongélation, la convection forcée offre un gain de temps considérable, le divisant par 3 pour une vitesse de l'air à 4m/s. Des gains de temps sont aussi possibles en augmentant la température de l'air ou bien en changeant la vitesse de l'air. La température de l'air permet un meilleur gain de temps, le divisant ainsi par 7 entre 2 et 20°C en convection naturelle contre 4 en convection forcée à 4m/s. La vitesse de l'air divise le temps par 5 entre 0,5 et 15m/s. La température et la vitesse de l'air ne s'augmentent pas indéfiniment, limité par les phénomènes internes du produit. Enfin, les dimensions sont aussi importants. Pour un cylindre de 10kg, il est préférable de privilégier une hauteur de 5cm plutôt que 10cm, afin de diviser le temps par 4.</p>	
<p><b>Abstract :</b></p> <p>To overcome the contradiction between the seasonality of goat's milk and the constant demand for goat's cheese, cheese makers resort to a carry-over of curds. The curd, which is the intermediate product of the cheese, is frozen in periods of high production. Thawing of the curd is performed with slow, static, and mobilizing massive surfaces. Moreover, the quality of the curd is marred by the oxidation of lipids. This is why the GEPEA laboratory proposes to study the thawing by forced convection and the impact of temperature fluctuations during storage on the quality. This study combines laboratory experiment and numerical simulation.</p> <p>It seems that forced convection thawing does not improve or deteriorate the final product quality compared to natural convection thawing. Nevertheless, fluctuations of temperature during storage seem to have an important effect on oxidation. In terms of thawing time, forced convection; offers a considerable time saving, dividing it by 3 for an airspeed of 4m/s. Timesavings are also possible by increasing the air temperature or changing the airspeed. The air temperature allows a better saving of time, dividing it by 7 between 2 and 20°C in natural convection against 4 in forced convection at 4m/s. The air speed divides the time by 5 between 0,5 and 15m/s. The temperature and the air speed do not increase indefinitely, limited by the internal phenomena of the product. Finally, the dimensions are also important. For a 10kg cylinder, it is preferable to use a height of 5cm rather than 10cm, to divide the time by 4.</p>	
<p><b>Mots-clés :</b> Décongélation / Oxydation / Temps de décongélation / Génie des procédés / Modélisation</p> <p><b>Key Words :</b> Thawing / Oxidation / Thawing time / Process engineering / Modeling</p>	