La chaleur massique du lait entier et écrémé de 50° C à 140° C

par

A. J. BERTSCH*

avec la collaboration technique de A. LELUBRE et M. CAVARROC
Unité de Génie Alimentaire
Institut National de la Recherche Agronomique
78350 Jouy-en-Josas (France)

Résumé

La chaleur massique du lait écrémé de 52° C à 134° C et celle du lait entier (4 % M.G.) de 53° C à 143° C est mesurée au moyen d'un calorimètre à écoulement continu. Au-dessus de 90° C, le temps de séjour moyen du lait à la température de l'essai est de 10 s. L'équation :

$$C_p = 2,814 \theta + 3\,824$$

avec C_p en $\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et θ en °C, représente les résultats du lait écrémé (31 essais), et l'équation :

$$C_p = 2,976 \theta + 3\,692$$

représente ceux du lait entier (22 essais). Pour les deux équations, l'erreur relative moyenne au niveau de signification 0,05 est environ de 4 %.

Mots clés : Chaleur massique - Lait.

Titre abrégé : Chaleur massique du lait.

Summary

THE SPECIFIC HEAT CAPACITY OF WHOLE AND SKIMMED MILK BETWEEN 50 AND 140° C

The specific heat capacity of skim milk from 52° C to 134° C and of whole milk (4 % fat) from 53° C to 143° C was measured with

* Adresse actuelle : Departamento de Química y Tecnología, Universidad Central de Venezuela, Facultad de Agronomía, 2101 Maracay (Venezuela).

Ce travail fait partie d'une thèse de Docteur-Ingénieur de l'Ecole Nationale des Industries Agricoles et Alimentaires - 91305 Massy (France) (Pr J. J. BIMBENET).

a continuous flow calorimeter. Milk ran between two concentric tubes (turbulent flow). The central tube contained a calibrated electric resistance. A vacuum was created in the outer tube to limit heat transfer from the milk to the atmosphere. Temperature at each end of the calorimeter was measured with platinum wires. Temperature difference between ends was measured with a differential thermometer made of ten thermocouples (sensitiveness was 0.01°C). Specific heat capacity was deduced from electrical heat input, milk mass flow rate, and temperature difference. The calorimeter was calibrated with water. At temperature higher than 90°C , mean residence time of milk at temperature of experiments was 10 s. The equation:

$$C_p = 2.814 \theta + 3\,824$$

(C_p in $\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$, θ in $^{\circ}\text{C}$) represented the results for skim milk (31 experiments), and the equation:

$$C_p = 2.976 \theta + 3\,692$$

those for whole milk (22 experiments). With both equations mean relative error at significance level 0.05 was about 4 %.

Key words: Specific heat capacity - Milk.

INTRODUCTION

La connaissance de la chaleur massique du lait est indispensable pour le calcul du bilan de chaleur des traitements thermiques auxquels le lait est soumis en vue de sa conservation. Les études qui ont été publiées sur la chaleur massique (Hammer et Johnson, 1913, cité par Henderson, 1971 ; Rishoi et Sharp, 1938 ; Jack et Brunner, 1943 ; Phipps, 1957 ; Bogdanov et Gochiyaev, 1961 ; Rambke et Konrad, 1970 ; Fernandez-Martin, 1972 ; U.S.D.A., Bulletin 138, cité par Farral, 1973 ; Riedel, 1976 ; Lepilkin, Nozdrin et Zotov, 1977) donnent des indications sur la chaleur massique jusqu'à 80°C , c'est-à-dire jusqu'à la température de la pasteurisation. Mais à notre connaissance, aucune étude expérimentale n'a été publiée pour les températures supérieures à 80°C , notamment pour les températures de stérilisation par le procédé U.H.T. Bien que cela soit hasardeux, on en est alors réduit à extrapoler les données connues, supposer que l'évolution de la chaleur massique est parallèle à celle de l'eau, ou effectuer, comme Horak (1980), une estimation à partir des chaleurs massiques des constituants du lait.

Ces faits nous ont conduit à entreprendre la mesure de la chaleur massique du lait au-dessus de 80°C , dans le cadre d'une étude générale des propriétés physiques du lait au-dessus de 80°C ; masse volumique (Bertsch, Bimbenet et Cerf, 1982), viscosité (Bertsch, 1982 a) et tension superficielle (Bertsch, 1982 b).

MATERIEL ET METHODES

Matières premières

Du lait de mélange provenant d'une exploitation de 146 vaches de race croisée Holstein-Frisonne est utilisé. Pour chaque échantillon sont analysées la teneur en matière grasse (MG) par la méthode de Gerber, et la teneur en matière sèche (MS) par dessiccation pendant 3 h dans une étuve à 100° C (Kramer et Twigg, 1973).

Les résultats des analyses donnent en moyenne : pour le lait écrémé 0,03 % (m/m) MG et 9,21 % (m/m) MS (étendue : 9,05 à 9,36), pour le lait entier 4,05 % (m/m) MG (étendue : 3,88 à 4,15) et 12,72 % (m/m) MS (étendue : 12,55 à 13,11).

Mesure de la chaleur massique

a) *Principe*

Dans les travaux sur la détermination de la chaleur massique du lait cités dans l'introduction, le lait est placé dans un calorimètre où il est maintenu jusqu'à l'obtention de la température de mesure, puis pendant la mesure. La durée totale du chauffage excède couramment 30 min. A température élevée, le lait est donc profondément modifié. Au-dessus de 80° C, une forte évaporation se produit. Aucune mesure n'est possible au-dessus de la température l'ébullition.

C'est pourquoi une méthode dynamique a été retenue : la mesure de l'augmentation de température du lait, circulant en écoulement continu en régime stationnaire, provoquée par une résistance électrique, l'appareillage étant placé dans un cylindre isolé thermiquement. Ainsi le temps de séjour du lait à la température de l'essai est réduit à quelques secondes, et ses modifications restent limitées, comme dans le cas du traitement U.H.T. Un calorimètre mettant en application le principe ci-dessus a été conçu et réalisé par l'auteur pour cette étude. Il est placé à la sortie de la section de chauffage d'une installation U.H.T. à traitement indirect.

b) *Appareillage*

La figure 1 montre que l'appareil est constitué essentiellement de deux tubes coaxiaux en acier inoxydable. Dans le tube central A circule le lait provenant de l'appareil de chauffage décrit par Bertsch, Bimbenet et Cerf (1982). Dans l'espace annulaire, on fait le vide pour réduire les pertes de chaleur par convection. Par précaution, le tube extérieur est isolé thermiquement avec de la laine de verre. La résistance de forme cylindrique (Vulcanic KO, 150 W, 60 V) est placée au centre du tube A. Elle est connectée à une alimentation stabilisée (Lambda LP 533 FM-W) sous 60 V et 2,2 A continu. Lorsque le débit est de 35 kg.h⁻¹, la température du lait augmente d'environ 2 à 3° C

fig. 1

Calorimètre à écoulement continu et ses accessoires.

Continuous flow calorimeter and attachments.

entre l'entrée et la sortie du tube A. Cette différence de température est mesurée au moyen d'un thermomètre différentiel à thermocouples. Il est réalisé au moyen de 10 thermocouples de cuivre-constantan en série : les 10 soudures froides sont placées en amont de la résistance, et les 10 soudures chaudes sont placées en aval. Il est ainsi possible

de détecter des différences de température de $0,01^{\circ}\text{C}$ (correspondant à une différence de potentiel de 4 à $5\text{ }\mu\text{V}$). La courbe d'étalonnage relie la température à la tension avec une erreur relative moyenne de 0,24 % au niveau de signification 0,05. Le calcul de la dérivée de cette courbe permet de connaître, à chaque température, la tension correspondant à une différence de 1°C entre les soudures chaudes et froides. La température de l'essai est considérée comme étant la moyenne des températures mesurées au moyen de sondes résistives de platine placées en amont et en aval du tube A. Après étalonnage des sondes, la précision de ces mesures est $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$. A la sortie du tube A, le lait traverse le refroidisseur de l'appareil de chauffage, puis un régulateur de débit (Brooks 8 800 VD). Pour éviter les échanges de chaleur par conduction le long des conduites, l'entrée et la sortie du tube A sont connectées aux conduites par l'intermédiaire de tubes en polytétrafluoroéthylène.

La différence de potentiel à la sortie de l'alimentation stabilisée, le courant dans la résistance chauffante et la résistance des sondes de platine sont mesurés avec un multimètre numérique (Keithley MNK 177). La différence de potentiel du thermomètre différentiel à thermocouples est mesurée avec un multimètre numérique (Fluke 8 502 A) relié à un micro-ordinateur (Hewlett-Packard 9 825 A). Un enregistreur, également relié au thermomètre différentiel, permet de suivre graphiquement le déroulement des essais. Jusqu'à 90°C , seules les sections de préchauffage et de préchambrage de l'appareil de chauffage sont utilisées. Le temps de séjour moyen du lait dans la section de préchambrage est de 127 s et dans le calorimètre, de 3 s. La durée totale de maintien du lait à la température d'essai est donc de 130 s. Au-dessus de 90°C , en comptant le temps de séjour moyen du lait dans la section de stérilisation de l'appareil de chauffage, la durée totale du maintien du lait à la température de l'essai est de 10 s. Cette durée s'ajoute à 120 s de préchambrage à 90°C . La pression du lait dans le calorimètre est de 5 bars.

c) *Fonctionnement*

L'appareil est placé dans des conditions de température et de débit stationnaires. En raison des défauts de régulation inhérents à l'appareil de chauffage, la température subit des variations aléatoires dans le calorimètre. Toutefois, la saisie de données par le micro-ordinateur permet de moyenner les valeurs de $\Delta\theta$. Pour ce faire, le signal du thermomètre différentiel est lu à raison d'une mesure toutes les 3 s, et enregistré par le calculateur pendant 2,5 min. Puis la résistance est alimentée en courant continu. Après obtention d'un nouveau régime stationnaire, une nouvelle série de mesures est faite pendant 2,5 min, puis l'alimentation de la résistance est interrompue, et une dernière série de mesures est faite pendant 2,5 min après retour à un régime stationnaire. La tension V et le courant I d'alimentation de la résistance pendant l'activation de cette dernière sont notés, ainsi que les résistances des sondes de platine. Le débit mas-

sique du lait est obtenu en calculant la moyenne des masses de trois fractions de lait recueillies pendant des durées de 1 min exactement, à la sortie du régulateur de débit.

d) *Exploitation des résultats*

L'équation utilisée pour le calcul de la chaleur massique est la suivante :

$$C_p = \frac{IV}{m \Delta \theta} + C \quad (1)$$

avec C_p : chaleur massique en $J.kg^{-1}.K^{-1}$.

I : courant en A.

V : différence de potentiel en V.

m : débit massique en $kg.s^{-1}$.

$\Delta \theta$: différence de température en K.

C : terme de correction en $J.kg^{-1}.K^{-1}$.

Pour tenir compte de l'ensemble des imperfections de l'appareillage (notamment les irrégularités de débit de lait, les défauts d'isolation thermique, les incertitudes sur l'étalonnage du thermomètre différentiel, etc.), un étalonnage est fait avec de l'eau. La figure 2

fig. 2

Courbe d'étalonnage du calorimètre avec l'eau

— — — tables V.D.I. citées par C.P.C.U. (1980).

+ — + résultats expérimentaux.

Calorimeter standard curve for water

— — — V.D.I. tables, cited by C.P.C.U. (1980).

+ — + experimental results.

fig. 3

Effet de la température sur la chaleur massique du lait écrémé.

Effect of temperature on skimmed milk specific heat capacity.

fig. 4

Effet de la température sur la chaleur massique du lait entier.

Effect of temperature on whole milk specific heat capacity.

montre les résultats expérimentaux (49 essais) et les valeurs tabulées (V.D.I., cité par C.P.C.U., 1980).

Pour tenir compte de la différence entre les résultats tabulés et les résultats expérimentaux, on utilise le terme de correction :

$$C = -0,006986 \theta^2 + 0,6437 \theta + 115,85 \quad (2)$$

valable aux températures θ (en °C) comprises entre 40° C et 150° C, et dont l'erreur relative moyenne au niveau de signification 0,05 est 3,1 %.

RESULTATS

La figure 3 présente les 31 résultats obtenus pour le lait écrémé et la droite de régression correspondante, dont l'équation, avec les mêmes symboles que ci-dessus, est :

$$C_p = 2,84 \theta + 3\,824 \quad (3)$$

les intervalles de confiance au niveau de signification 0,05 sont 1,156 J.kg⁻¹.K⁻² pour la pente et 108 J.kg⁻¹.K⁻¹ pour l'ordonnée à l'origine.

La figure 4 montre les 22 résultats obtenus pour le lait entier, et la droite de régression correspondante, dont l'équation est :

$$C_p = 2,976 \theta + 3\,692 \quad (4)$$

les intervalles de confiance au niveau de signification 0,05 sont 1,174 J.kg⁻¹.K⁻² pour la pente et 108 J.kg⁻¹.K⁻¹ pour l'ordonnée à l'origine.

Les erreurs relatives moyennes au niveau de signification 0,05 sont 4,0 % pour l'équation (3) et 3,9 % pour l'équation (4).

L'analyse de variance montre que les deux droites ne sont pas significativement différentes dans l'intervalle de température étudié. Cependant on a conservé les deux droites pour pouvoir les comparer avec les résultats des autres auteurs et avoir des écarts-types résiduels plus petits.

DISCUSSION

Les avantages de la méthode employée pour maintenir le lait à la température d'essai pendant des temps très courts ont été discutés par Bertsch, Bimbenet et Cerf (1981).

La figure 5 présente les droites de régression de la chaleur masique du lait entier et du lait écrémé en fonction de la température, et huit courbes correspondant à des résultats obtenus par des auteurs qui ont travaillé jusqu'à 70 ou 80° C. Trois correspondent à des laits écrémés : Rambke et Konrad (1970) ; Fernandez-Martin (1972) pour du lait à 0,1 % MG et 8,0 % MS ; et Riedel (1976) pour du lait à 0,1 % MG et 8,5 % MS. Les cinq autres correspondent à des laits entiers : Bogdanov et Gochiyaev (1961) : 3,2 % MG ; Rambke et Konrad (1970) :

fig. 5

Récapitulation des résultats et comparaison avec des résultats antérieurs.

— — — chaleur massique de l'eau.

————— résultats expérimentaux du lait écrémé et du lait entier.

Les résultats antérieurs sont présentés avec les symboles suivants :

lait écrémé   lait entier   d'après

	+	BOGDANOV et GOCHIYAEV (1961).
△	▲	RAMBKE et KONRAD (1970).
□	■	FERNANDEZ-MARTIN (1972).
	▼	U.S.D.A. Bulletin 138 cité par FARRALL (1973).
○	●	RIEDEL (1976).

Recapitulation of results and comparison with results of previous works

— — — specific heat capacity of water.

————— experimental results of skimmed and whole milk.

Symbols used for previous results are:

skimmed milk   whole milk   reference

	+	BOGDANOV and GOCHIYAEV (1961).
△	▲	RAMBKE and KONRAD (1970).
□	■	FERNANDEZ-MARTIN (1972).
	▼	U.S.D.A. Bulletin quoted by FARRALL (1973).
○	●	RIEDEL (1976).

4,2 % MG ; Fernandez-Martin (1972) : 2,9 % MG, 10,9 % MS ; U.S.D.A., Bulletin 138 cité par Farral (1973) ; Riedel (1976) : 3,1 % MG, 11,8 % MS.

Les différences entre les courbes ne peuvent être expliquées seulement par les différences de composition des laits, mais plutôt par les

différences dans les méthodes de mesure (dont les erreurs relatives moyennes au niveau de signification 0,05 vont de 1,2 à 6 %) et par la forme de courbe représentative choisie pour exprimer les résultats.

Dans le cas du lait écrémé, la droite représentative des résultats du présent travail passe au milieu des courbes des autres auteurs, et a en outre une pente intermédiaire. Dans le cas du lait entier, nos résultats ne diffèrent pas de plus de 1 % de ceux de Rambke et Konrad (1970), U.D.S.A. Bulletin 138 cité par Farrall (1973) et Riedel (1976), et ont une pente égale ou très voisine. Les deux autres courbes sont plus éloignées (2 à 3 %) et ont des pentes différentes. Mais elles sont situées à l'intérieur de l'intervalle de confiance de l'équation (4). Il est donc permis de dire que l'utilisation du calorimètre à écoulement continu entre 50° C et 80° C permet bien de retrouver les valeurs de chaleur massique du lait publiées antérieurement, et que les résultats au-dessus de 80° C ont très probablement la même validité.

La figure 5 montre par ailleurs que l'extrapolation vers des températures élevées des courbes publiées par d'autres auteurs se traduit par des erreurs par excès ou par défaut. La figure 5 montre enfin la fausseté de l'hypothèse selon laquelle l'évolution de la chaleur massique du lait est parallèle à celle de l'eau. En réalité, la chaleur massique du lait entier et du lait écrémé ont des évolutions parallèles, et se rapprochent asymptotiquement de celle de l'eau.

Remerciements

L'auteur remercie O. Cerf et J. J. Bimbenet pour leurs précieuses suggestions et critiques.

Reçu pour publication en décembre 1981.

Bibliographie

- BERTSCH (A. J.) (1982 a). — Viscosity of milk and creams from 70° C to 135° C. *Journal of Dairy Research* (soumis pour publication).
- BERTSCH (A. J.) (1982 b). — Surface tension of skim milk and whole milk from 18° C to 135° C. *Journal of Dairy Research* (soumis pour publication).
- BERTSCH (A. J.), BIMBENET (J. J.) et CERF (O.) (1982). — La masse volumique du lait et de crèmes de 65° C à 140° C. *Lait* (soumis pour publication).
- BOGDANOV (S.) et GOCHIYAEV (B.) (1961). — Etudes des propriétés thermiques et physiques du lait (en russe). *Molochnaiya Promishlennost*, 22 (6), 16-20.
- C.P.C.U. (1980). — *Guide technique de la vapeur d'eau*. Technique et Documentation, Paris.
- FARRALL (A. W.) (1973). — *Engineering for dairy and food products*. R. E. Krieger Publishing Company, New York.
- FERNANDEZ-MARTIN (F.) (1972). — Influence of temperature and composition on some physical properties of milk and milk concentrates. I. Heat capacity. *Journal of Dairy Research*, 39, 65-73.

- HENDERSON (J. L.) (1971). — The fluid milk industry. 3rd ed. The AVI Publishing Company, Westport (Connecticut).
- HORAK (F. P.) (1980). — Über die Reaktionskinetik der Sporenabtötung und chemischer Veränderungen bei der thermischen Haltbarmachung von Milch zur Optimierung von Erhitzungsverfahren. Thèse, Université de Technologie de Munich.
- JACK (E. L.) and BRUNNER (J. R.) (1943). — The relation between the degree of solidification of fat in cream and its churning time. I. Measurement of the degree of solidification. *Journal of Dairy Science*, 26, 169-177.
- KRAMER (A.) and TWIGG (B. A.) (1970). — Quality control for the food industry. 3rd ed. The AVI Publishing Company, Westport (Connecticut).
- LEPILKIN (A. N.), NOZDRIN (S. I.) et ZOTOV (V. V.) (1977). — Influence de la composition et de la température sur la masse volumique et la chaleur massique du lait et de la crème (en russe). *Izvestiya Vysshikh Uchebnykh Zavedenii, Pishchevaya Tekhnologiya*, (5), 137-138.
- PHIPPS (L. W.) (1957). — A calorimetric study of milk, cream and the fat in cream. *Journal of Dairy Research*, 24, 51-67.
- RAMBKE (K.) und KONRAD (H.) (1970). — Physikalische Eigenschaften flüssiger Milchprodukte. 3. Mit. Spezifische Wärmekapazität von Milch, Rahm und Milchkonzentraten. *Nahrung*, 14, 475-483.
- RIEDEL (L.) (1976). — Kalorimetrische Untersuchungen an Milch und Milchprodukten. *Chimie, Mikrobiologie und Technologie der Lebensmittel*, 4, 177-185.
- RISHOI (A. H.) and SHARP (P. F.) (1938). — Specific heat and the physical state of the fat in cream. *Journal of Dairy Science*, 21, 399-405.
-