



HAL
open science

Transferts couplés dans les réacteurs alimentaires et biologiques

Luc Fillaudeau

► **To cite this version:**

Luc Fillaudeau. Transferts couplés dans les réacteurs alimentaires et biologiques. Génie des procédés. Institut National Polytechnique (Toulouse), 2007. tel-02819044

HAL Id: tel-02819044

<https://hal.inrae.fr/tel-02819044v1>

Submitted on 6 Jun 2020

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

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



Distributed under a Creative Commons Attribution - ShareAlike 4.0 International License

HDR - 2007

**TRANSFERTS COUPLES DANS LES
REACTEURS ALIMENTAIRES ET
BIOLOGIQUES**

**FILLAUDEAU LUC
CR INRA**

NOM : FILLAUDEAU

PRENOM : LUC

MATRICULE : 16710N

CORPS/GRADE : CR1

Unité, Laboratoire ou Station :

Laboratoire d'Ingénierie des Systèmes Biologiques et Procédés (LISBP)

CNRS UMR5504, INRA UMR792, INSA

135, avenue de Rangueil - 31077 TOULOUSE cedex 4

Département de Recherche : CEPIA

Centre de recherche : TOULOUSE

TRANSFERTS COUPLES DANS LES REACTEURS ALIMENTAIRES ET BIOLOGIQUES

Luc FILLAUDEAU

A. CURRICULUM VITAE.....	2
B. ACTIVITE SCIENTIFIQUE.....	5
B.1. Introduction : Bases conceptuelles et démarche scientifique.....	6
B.1.1. Génie des Procédés Alimentaires.....	6
B.1.2. Démarche scientifique.....	7
B.2. Procédé de séparation par membrane: Clarification des mouts issus de fermentation	9
B.2.1. Contextes économique, technique et scientifique	9
B.2.2. Etude hydrodynamique	13
B.2.3. Etude du colmatage des membranes sur matrice réelle.....	19
B.2.4. Positionnement des travaux et avancées récentes.	26
B.3. Traitement thermique : Stabilisation et conservation des fluides alimentaires complexes	29
B.3.1. Contextes économique, technique et scientifique	29
B.3.2. Résultats académiques et appliqués issus de ces travaux	31
B.4. Les biotechnologies : Transferts couplés dans les réacteurs biologiques	46
B.4.1. Cadre administratif et objectifs scientifiques.....	46
B.4.2. Structuration des actions et perspectives	50
B.5. Conclusions.....	55
C. Quelques références et invariants de similitude.....	60
D. Formation personnelle, Enseignement, Encadrement et Expertise.....	67
D.1. Formation personnelle.....	68
D.2. Activité d'enseignement	68
D.3. Encadrement de Master, Doctorant et Post-doctorant.....	69
D.3.1. DEA / Master recherche.....	69
D.3.2. Doctorants	70
D.3.3. Post-doctorant	70
D.3.4. Perspectives 2008-2010	70
D.4. Expertise	70
E. PRODUCTION SCIENTIFIQUE 1997-2007	72
E.1. Articles primaires	73
E.1.1. Brevet	73
E.1.2. Dans périodique à comité de lecture.	73
E.1.3. Rapports diplômant	74
E.1.4. Communications courtes dans congrès, symposiums	74
E.2. Synthèses scientifiques.....	77
E.2.1. Chapitre d'ouvrage	77
E.2.2. Conférences dans congrès ou symposium.....	77
E.3. Documents à vocation de transfert ou relatifs à l'animation de la recherche	78
E.3.1. Rapport écrits	78
E.3.2. Créations informatiques ou audiovisuelles	79
E.3.3. Travaux encadrés ou coordonnés par l'auteur	80
F. Quelques publications.....	82

[Empty rectangular box]

A. CURRICULUM VITAE

[Empty rectangular box]

FILLAUDEAU Luc

3, cheminement de Borde-Rouge
31320 CASTANET TOLOSAN
tél. : 05.61.39.92.38
Né le 31 Janvier 1970 à Nantes (44)
Vie maritale, 1 enfant
Dégagé des obligations militaires
(CSNE)



LISBP
CNRS UMR5504, INRA UMR792, INSA
135, avenue de Rangueil
31077 TOULOUSE cedex 4
tél: 05.61.55.96.91
fax: 05.61.55.96.00
Courriel: Luc.Fillaudeau@insa-toulouse.fr

DOCTEUR EN GENIE DES PROCÉDES INGENIEUR GENERALISTE H.E.I. orientation GENIE CHIMIQUE

Domaines de compétence : procédés membranaires dans l'industrie agroalimentaire (alternative technologique, réduction des pertes, gestion des ressources en eau), traitement thermique avec les technologies alternatives utilisant l'électricité (Chauffage par effet Joule direct et indirect), caractérisation des produits complexes (moût de fermentation, suspension solide-liquide, rhéologie).

ETUDES & DIPLOMES :

- 1998 : **Doctorat en Génie des Procédés** (mention très honorable avec les félicitations du jury) - Université de Technologie de Compiègne (UTC), 60206 COMPIEGNE
- 1994 : **Ingénieur H.E.I. orientation Génie Chimique** - Hautes Etudes Industrielles (HEI), 59046 LILLE
DEA de Génie des Procédés Industriels (mention assez bien) - Université de Technologie de Compiègne (UTC), 60206 COMPIEGNE
- 1993 : **First Certificate in English**
- 1991 : **DUT de Chimie option productique** - Institut Universitaire de Technologie (IUT) de Chimie, 35043 RENNES
- 1989 : **Baccalauréat série D** (mention assez bien) - Lycée Privé Saint Gabriel, 85290 SAINT LAURENT SUR SEVRE

EXPERIENCES PROFESSIONNELLES :

- Depuis le 1/02/2005
LISBP (Laboratoire d'Ingénierie des Systèmes Biologiques et des Procédés, CNRS UMR5504, INRA UMR792, INSA) – 31077 TOULOUSE
Poste : Chargé de recherche INRA, équipe Génie Microbiologique
Fonction : Etude des transferts couplés dans les réacteurs biologiques, impact des caractéristiques polyphasiques (et du comportement rhéologique) des milieux de culture complexes et hautement évolutifs sur les phénomènes de transfert.
- Depuis le 1/09/2003
AFSSA (CES AAAT)– 94701 MAISONS-ALFORT
Poste : Expert auprès du comité d'experts spécialisés "Arômes, Additifs et Auxiliaires Technologiques"
Mission : Expertise de saisines sur les aspects technologiques.
- 1997 – 2004 (8 ans)
LGPTA (Laboratoire de Génie des Procédés et Technologie Alimentaires) – INRA UR638 - 59650 VILLENEUVE D'ASCQ
Poste 1 : Chargé de Recherches, équipe Traitement thermique des fluides complexes
fonction : Activités de recherches sur les procédés de stabilisation et conservation des fluides agroalimentaires (traitement thermique, nouvelles technologies et les procédés membranaires).
Période : Septembre 1999 – Janvier 2005
Poste 2 : Ingénieur de Recherche, équipe Traitement thermique des fluides complexes
Fonction : Activités contractuelles (contrat industriel) et de recherche sur le traitement thermique en continu de fluides agroalimentaires (CDD).

Période : Novembre 1998 – Aout 1999

Poste 3 : Doctorant, équipe Filtration tangentielle

Fonction : Recherche sur l'implantation des procédés de filtration membranaire dans les industries agroalimentaires (application à la filière brassicole).

Période : Novembre 1996 – Octobre 1998

- 1995-1996 (16 mois)

CM Inc. - WAYNE, PA 19087 - U.S.A.

poste : Coopérant du service national en entreprise (CSNE)

fonction : Vente interne et étude de marché (produit acier : abrasion, moules et outils).

- 1994 (6 mois)

LGPTA. - INRA UR638 - 59650 VILLENEUVE D'ASCQ

poste : stage de DEA, équipe Rhéologie et Traitement thermique des fluides complexes

fonction : Analyse du fonctionnement d'un stérilisateur en continu traitant des fluides contenant des grosses particules (recherche appliquée à l'industrie agroalimentaire / conserverie).

- 1993 (4 mois)

BP CHEMICALS - Etablissement de Lavéra - 13117 LAVERA

poste : stage ingénieur au Bureau d'Etude Chimique - Unité de production d'oxyde d'éthylène

fonction : Détermination et modélisation des pertes de charge sur l'unité (production 170kt/an) - programme de révision complète de l'unité de production -

- 1991 (2mois) et 1992 (3 mois)

SAUR (Société d'Aménagement Urbain & Rural) - Direction Régionale - 44000 NANTES

Poste 1 : technicien chimiste en usine de production d'eau de Basse Goulaine (44).

Fonction : Etude de faisabilité d'un traitement charbon actif + ozone sur la filière de production d'eau - Filière eau potable.

Période : Juin 1992 - Août 1992

Poste 2 : technicien chimiste à la station d'épuration de La Haie Fouassière (44)

Fonction : Bilan et optimisation du fonctionnement de la station d'épuration d'une industrie agroalimentaire (capacité 17000 équivalent habitant - Biscuiterie LU). - Filière eau usée.

Période : Avril 1991 - Juin 1991

- 1990 (2 mois)

Laiterie BRIDEL/BESNIER - 35000 RETIERS

Poste : technicien chimiste au laboratoire d'analyse des produits secs

Fonction : Etude comparative de trois méthodes d'analyse du ré-engraissement des poudres de lait (alimentation animale).

ENSEIGNEMENTS:

Formation informatique (traitement de texte, tableur) en cycle préparatoire HEI,

T.P. en Génie Industriel Alimentaire (traitement thermique, procédés membranaires, séchage, évaporation, hydraulique), cours de Mécanique des Fluides Non-Newtoniens : Interactions Produit – Procédé, cours de Séchage (GIA), cours sur les Procédés Industriels de Filtration.

Formations concernées : IUT Biologie Appliquée (Bac+2), CESIA (Bac+5), IAAL (Bac+4), HEI (Bac+4),

Atelier bibliographique Master Bioprocédé (INSA, Toulouse).

B. ACTIVITE SCIENTIFIQUE

B.1. INTRODUCTION : BASES CONCEPTUELLES ET DEMARCHE SCIENTIFIQUE

B.1.1. Génie des Procédés Alimentaires

La transformation des produits agricoles et alimentaires est un secteur industriel primordial dont l'activité touche toute la société. La dimension industrielle de ce secteur, actuellement premier secteur industriel français, avec une balance commerciale largement excédentaire repose sur la connaissance et la maîtrise des opérations de transformation (génie des procédés) et de la matière première et son évolution (science des aliments). Les industries de transformation de la matière sont celles qui permettent, par des réactions chimiques, biochimiques et des opérations d'extraction, de séparation, de purification, de mélange, de broyage, de triage, etc. de passer de matières premières à des produits finis ou destinés à être retransformés (*Bimbenet et al., 2002*). L'industrie alimentaire a classiquement pour finalités de stabiliser, de transformer, d'extraire et de mélanger.

Le **Génie des Procédés (GP)** consiste à étudier, concevoir et mettre en œuvre de façon optimale les procédés de transformation physique, chimique ou biochimique. Il repose en premier lieu sur les notions "d'opération unitaire" (objectif), de "transfert" (quantité de mouvement, énergie et matière) et "d'échelle d'observation" (temps et espace). Les outils du Génie des procédés sont des méthodes et concepts applicables à tout procédé de transformation :

1. Les opérations unitaires,
2. Les bilans simultanés de matière, d'énergie et de quantité de mouvement,
3. les critères adimensionnels (invariant de similitude),
4. les phénomènes de transport, transfert et séparation,
5. les couplages irréductibles,
6. l'approche systémique,
7. la modélisation,
8. la réaction chimique ou biochimique.

La spécificité du **Génie Industriel Alimentaire (GIA)** est liée à la provenance des matières premières des industries alimentaires et des finalités des opérations unitaires:

- Matière première issue de l'agriculture (production végétale et animale) pour la plus grande partie,
- Matière première issue de la pêche et de la mer (algues, sel marin).

Ces deux catégories, de loin les plus importantes en tonnage et en valeur, sont constituées de produits biologiques, ce qui entraîne les caractéristiques de :

- variabilité de cette matière, selon l'origine, l'espèce, la saison ;
- fragilité sous l'action de la chaleur, des enzymes, des micro-organismes ou même du fonctionnement physiologique des tissus, lorsqu'ils sont vivants ;
- complexité de sa composition et de ses réactions.

Ces caractéristiques restent en partie valables pour le produit pendant son traitement, bien que certains des objectifs de ce traitement soient justement de réduire la variabilité et d'accroître la stabilité de cette matière.

En GIA, les opérations unitaires sont classiquement classées par type de transfert (*tableau 1*), même si la notion de "réaction" (chimique, biochimique, microbiologique) revêt une importance particulière dans les Industrie Agroalimentaire, IAA (génie microbiologique) et ne trouvent pas au sein de cette classification un positionnement judicieux. Les réacteurs utilisés en biotechnologie revêtent une importance particulière dans les IAA mais le **génie des procédés biotechnologiques** constitue une discipline propre qui ne se limite pas au seul domaine l'alimentaire.

**Tableau 1 : Principales opérations unitaires classiques du génie des procédés alimentaires (Bimbenet et al., 2002) /
Most common operations in food processing.**

Classement		Opération unitaire	Milieu
Opération mécanique		manutention, pesée, broyage, triage, etc.	solide particulaires poudres
Transfert de quantité de mouvement		agitation, malaxage	liquide pâtes
		décantation centrifugation filtration	solide – liquide liquide – liquide solide – gaz
		essorage centrifuge extraction par pression	solide – liquide
Transfert de quantité de mouvement couplés	avec Transfert de chaleur	chauffage et refroidissement Réfrigération, congélation, Surgélation Pasteurisation, Stérilisation	divers
	avec Transfert de chaleur et de matière	Evaporation	liquides
		Séchage	solides, liquides
		Distillation	liquides
	avec Transfert de matière	extraction par solvant	solide – liquide liquide – liquide

Le GIA (Génie Industriel Alimentaire) doit donc permettre de mieux comprendre et maîtriser les transformations des aliments et des boissons lors de leur production, tout procédé de transformation étant associé à des réactions désirables (digestibilité, présentation du produit, élimination des contaminants) et indésirables (dégradation qualitative). Les choix technologiques doivent viser à garantir la **sécurité microbiologique** du produit jusqu'à la date limite de sa consommation (DLC), améliorer **ses qualités** organoleptiques, structurelles et nutritionnelles et enfin accroître **la fiabilité** et **la compétitivité** du procédé.

Les principaux enjeux scientifiques et socio-économiques du GIA sont d'innover sur le front des sciences et technologies afin de (i) garantir la **sécurité des aliments** (sécurité microbiologique, dégradation des enzymes, conservation des aliments), (ii) améliorer la **qualité des produits** via une meilleure compréhension de leur évolution le long du procédé (arôme, rhéologie, texture, couleur), (iii) traiter des produits complexes de manière **homogène et fiable**, et (iv) accroître la **compétitivité des procédés** au travers d'une optimisation de la chaîne de production (maîtrise des coûts) et une conception de procédés respectueux de l'environnement (technologiques alternatives).

B.1.2. Démarche scientifique

Mes axes de recherche visent à recouvrir le champ d'application des **transferts couplés** (chaleur, matière et quantité de mouvement) dans l'industrie agro-alimentaire en intégrant les procédés continus et discontinus. Mes travaux scientifiques relèvent spécifiquement du GIA, et ont concerné principalement trois opérations unitaires (les procédés de séparation par membrane, le traitement thermique et le génie microbiologique). Les méthodologies développées se sont donc inscrites dans les outils et concepts classiques du Génie des Procédés, avec une analyse plus spécifique sur la matrice considérée.

Mes thèmes de recherche au cours de ces 10 années se positionnent comme **une recherche finalisée pour l'industrie agro-alimentaire**. Cette activité intègre une composante « **académique** » (étude des phénomènes sur produits modèles, échelle pilote) et une composante « **applicative** » (validation sur matrices réelles). Dans tous les cas, le passage aux matrices réelles a permis et permettra de

valoriser les travaux « académiques » et de transférer les connaissances vers le monde industriel. En retour, les constats des lacunes scientifiques permettent de définir de nouvelles pistes de travail.

Ma « culture scientifique » m'a conduit à développer **une approche pilote** reposant généralement sur des mesures physiques globales (approche systémique) et plus rarement locales (approche analytique), complétée par **une approche de laboratoire** grâce à des analyses (physique, chimique et rhéologique) des produits et **la simulation numérique** (modélisation locale, extrapolation).

Du point de vue méthodologique, les recherches entreprises ont suivi la démarche suivante :

- mise au point de produits modèles simulant au mieux les produits réels,
- étude des performances des appareils traitant ces produits (maquette froide),
- établissement de modélisations simples d'utilisation pour le dimensionnement des installations,
- validation sur matrices réelles (maquette chaude).

L'exploitation des expérimentations (écriture des bilans) permet premièrement l'établissement de corrélations (en général sous forme adimensionnelle) quantifiant les échanges (transfert de matière ou de chaleur) et deuxièmement, la modélisation des mécanismes (encrassement des surfaces d'échange, colmatage des membranes).

Au cours de cette synthèse, je chercherai à démontrer comment ces outils d'investigation ont été mis en place et quels résultats ou avancées scientifiques et techniques ont-ils permis de faire, en lien avec les trois thèmes de recherches abordés :

1. Les procédés de séparation par membrane : Clarification des mouts issus de fermentation,
2. Le traitement thermique : Stabilisation et conservation des fluides alimentaires complexes,
3. Les biotechnologies : Transferts couplés dans les réacteurs biologiques.

B.2. PROCÉDE DE SEPARATION PAR MEMBRANE: CLARIFICATION DES MOUTS ISSUS DE FERMENTATION

B.2.1. Contextes économique, technique et scientifique

B.2.1.1. Contexte économique & technique de la brasserie

La bière est la cinquième boisson consommée au monde derrière le thé, les sodas, le lait et le café. Elle se positionne comme une boisson populaire avec une consommation moyenne de 23L/pers par an. En Europe, la contribution totale du secteur brassicole à l'économie européenne en terme de valeur ajoutée est de 57,5 milliards d'Euros, générant de l'emploi pour 164 000 personnes dans les brasseries, alors que 2 600 000 emplois indirects sont attribués à cette filière (*Ernst and Young, 2006*). Le secteur brassicole est l'un des rares pour lequel les compagnies européennes soient parmi les leaders mondiaux (parmi les 7 plus grands groupes brassicoles, 4 sont européens). Dans le même temps, on dénombre environ 2800 petites et moyennes brasseries qui sont des vecteurs de dynamisme et d'innovation.

Le marché brassicole est caractérisé par une forte hétérogénéité des capacités de production (*Ciancia, 2000; Levinson, 2002*). En 2004, les 10 plus grands brasseurs se partageaient 58% du marché mondial (capacité de production supérieure à 10 millions d'hectolitre par an) alors qu'une microbrasserie peut débuter son activité avec une production annuelle avoisinant 1000 hL (*Verstl, 1999*).

Tableau 2: Production mondiale de bière (10⁹ L) en 2005 / World production of beer (10⁹ L) in 2005.

Beer production [10 ⁶ hL]		World's 10 largest brewing group [10 ⁶ hL, Market share, %]	
America	502,9	Interbrew (BEL)	202,1 (12,6%)
Europe	543,3	SAB Miller (GB)	176,0 (11,0%)
<i>Dont France</i>	<i>16,0</i>	Anheuser-Busch (USA)	173,5 (10,9%)
Asia	456,5	Heineken (NTL)	118,6 (7,4%)
Africa	74,2	Calsberg (DAN)	48,3 (3,0%)
Oceania	21,1	Molson-Coors (USA)	48,3 (3,0%)
		Modelo (MEX)	45,5 (2,9%)
		BBH (RUS)	41,5 (2,6%)
		Tsintao (CHI)	40,9 (2,6%)
		Yan Jing (CHI)	31,2 (2,0%)
World	1598,0	Total	925,9 (58,0%)

Le rôle des technologies environnementales en industries a énormément évolué au cours des dernières décennies. Depuis le milieu des années '70, la tendance générale est de considérer que la pollution d'origine industrielle doit être traitée. "Les pollueurs doivent payer" reste à la base de la législation. Durant sa production, la bière passe successivement au travers de 4 opérations de transformations chimiques et biochimiques (empâtage, ébullition, fermentation et maturation) qui nécessitent des opérations de séparations solide – liquide, de nettoyage, de traitement de l'eau et de l'énergie.

La croissance du secteur brassicole repose sur une tradition et une pratique ancienne mais la brasserie est ouverte aux nouvelles technologies et aux avancées scientifiques. Cette agro-industrie reconnaît ouvertement que son succès commercial dépend étroitement de la crédibilité et de la perception que les consommateurs ont du secteur brassicole. Pour être identifiés comme "fiables" par le consommateur, les brasseurs s'efforcent d'établir les bases de cette confiance, en garantissant la qualité de leur produits, en satisfaisant le consommateur et en appliquant des techniques durables

et respectueuses de l'environnement. Les objectifs visent à tirer avantage d'une utilisation rationnelle des ressources en énergie, de favoriser la réutilisation des emballages et le recyclage des rejets, de réduire la pollution et de promouvoir la diversification (*Kawasaki and Kondo, 2005*).

En 1996, l'union européenne a adopté la directive 96/61/EC "Prévention et contrôle intégrés de la pollution" (*Integrated Pollution Prevention and Control IPPC, European Commission, 1996*). Cette directive constitue un outil important pour identifier et quantifier l'impact environnemental des productions en s'appuyant sur l'analyse des cycle de vie (LCA) et en définissant des meilleures techniques disponibles (BAT) sous des contraintes économiques et techniques viables (*CBMC, 2002; Koroneos et al., 2005*). Les brasseurs sont très attentifs au fait que les techniques qu'ils utilisent soient les meilleures pour la qualité du produit, l'impact économique et l'effet sur l'environnement. En conséquence, la consommation d'énergie, d'eau de procédé, la génération d'effluent constituent de réelles opportunités d'améliorer les procédés existants.

B.2.1.2. Positionnement des technologies membranaires

La filtration sur membrane constitue une opération unitaire de transfert de matière du Génie des Procédés se classant parmi les technologies de séparation par quantité de mouvement. Elle implique au niveau mécanistique des phénomènes de couplage entre les transferts de matière et de quantité de mouvement. Les procédés membranaires constituent une technologie de séparation solide - liquide qui se substitue aux procédés classiques de clarification et de concentration des suspensions (tels que la centrifugation, la filtration frontale sur adjuvants), tout en autorisant une maîtrise accrue de la qualité et une meilleure rentabilité économique. Les procédés de séparation par membrane sont largement utilisés dans l'industrie alimentaire (lait, jus, vin, eau) (*Daufin et al., 2001, Cheryan, 1998*). En brasserie, les opérations de séparation jouent un rôle essentiel dans la fabrication de la bière. Durant la dernière décennie, de nombreux procédés membranaires ont pu être étudiés pour différentes applications potentielles dans le procédé brassicole (*Schneider et al., 2001, Gan, 2001, Fillaudeau et al., 2001 et 2006, Kuiper, 2002, Thomassen, 2001, Broens et al., 2003*). Cependant, les procédés membranaires nécessitent d'être identifiés comme une alternative technologique fiable et rentable pour certaines opérations telle que la clarification de la bière de garde. La microfiltration, MF peut être employée en remplacement des technologies conventionnelles (filtre presse avec adjuvant de filtration) et doit satisfaire les mêmes critères économique et qualitatif. La MF doit permettre de : (i) produire une bière claire et brillante avec une qualité identique à une bière filtré sur Kieselguhr, (ii) réaliser une séparation en une seule étape sans l'utilisation d'auxiliaire technologique, (iii) opérer à basse température (0-4°C) et (iv) atteindre des flux dit "économiques" (quelques 100 L.h⁻¹.m⁻²).

Certaines applications telles que la clarification des boissons ou les bioréacteurs à membrane, sont actuellement freinées dans leur développement par le verrou technologique flux - sélectivité : il faut assurer des densités de flux de perméation importantes tout en maîtrisant la qualité du produit fini (perméat ou rétentat selon le type de fluide à traiter). La filtration tangentielle en brasserie présente un certain nombre d'atouts et offre plusieurs applications potentielles (*figure 1*) qui peuvent être présentées sous deux angles :

- (1) pour **la limitation des pertes au cours du procédé** (récupération des extraits, traitement des fonds de tanks de fermentation principale et de garde),
- (2) comme **une alternative technologique** aux techniques déjà existantes (filtration de la bière de fin de garde, filtration stérilisante).

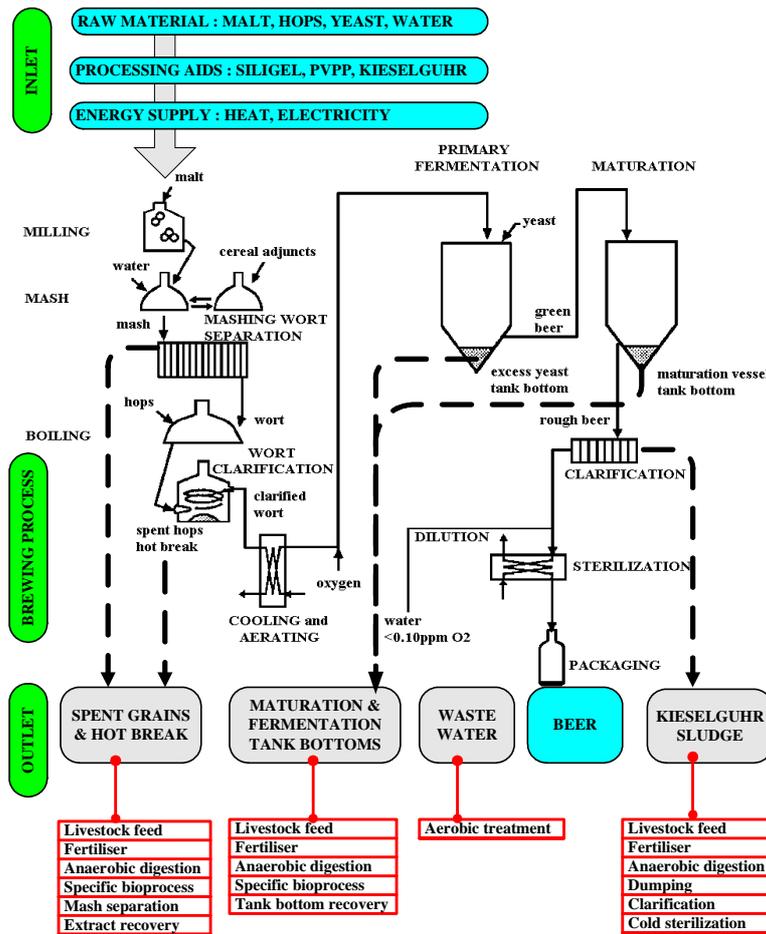


Figure 1: Le procédé brassicole et la valorisation de ses rejets / Brewing process and effluent treatment.

B.2.1.3. Enjeux scientifiques et démarches adoptées.

La connaissance et le contrôle des opérations de filtration sur membrane reviennent à étudier le comportement du système global « Membrane - Produit à traiter - Conditions opératoires » responsable du phénomène d'encrassement des membranes (figure 2). Nos objectifs scientifiques et techniques sont la clarification et la stabilisation colloïdale et microbiologique de la bière. Ce procédé constitue une alternative technologique à la filtration frontale conventionnelle sur les terres de diatomée (communément appelées Kieselguhr) qui présente certains inconvénients techniques, sanitaires et économiques.

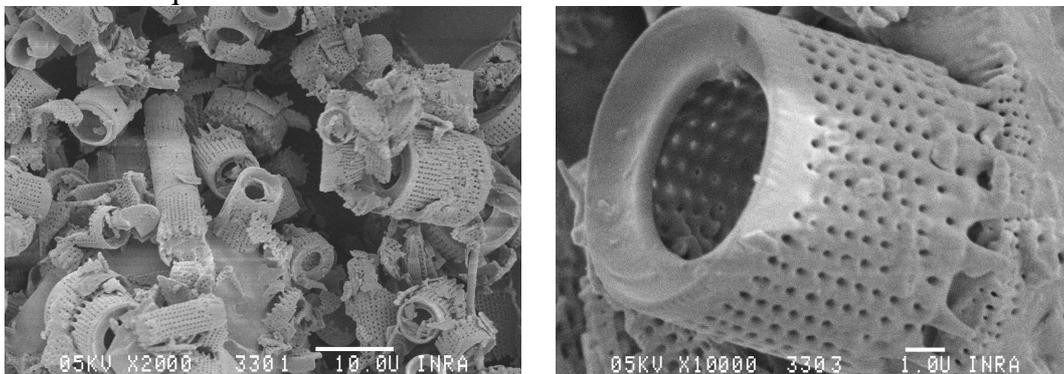


Figure 2 : Microscopie électronique de poudre de Kieselguhr, FP4 / SEM of Kieselguhr powders, FP4

Ce contexte applicatif ou plutôt finalisé, relevant sans nul doute du GIA, permet de poser des questions scientifiques et de mettre en œuvre les outils méthodologiques pour y répondre, que ces questions relèvent de l'hydrodynamique, la physico-chimie ou de la science des aliments.

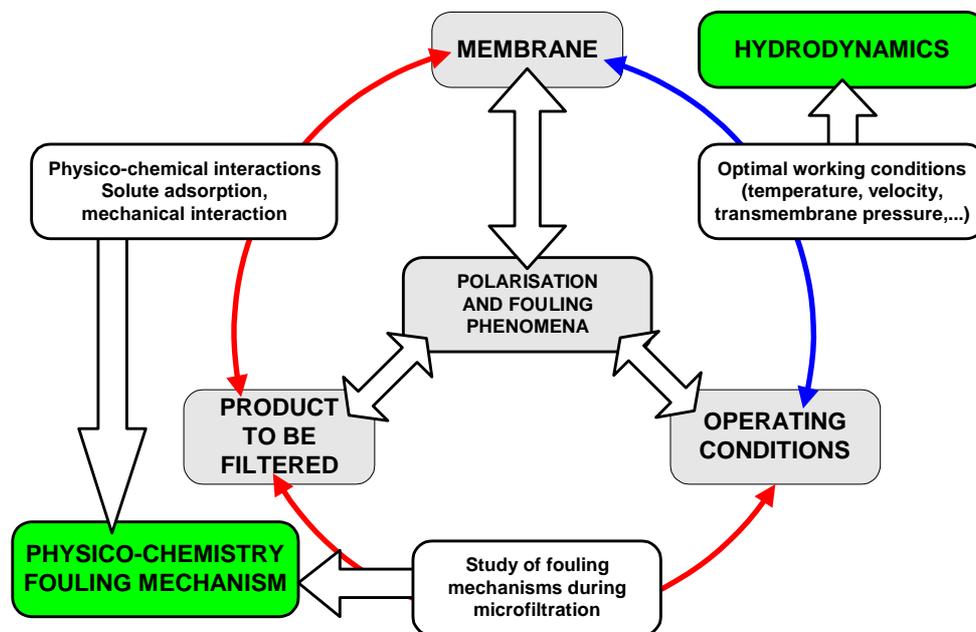


Figure 3 : Verrous scientifiques en MF/ Scientific stakes in MF

La sélection d'une technique membranaire au sein de l'offre commerciale n'est pas toujours simple. Premièrement, la diversité des procédés membranaires présents sur le marché se traduit par un grand nombre de produits couvrant les opérations unitaires allant de l'électrodialyse à la microfiltration. Deuxièmement, l'offre technologique est extrêmement diversifiée et toujours croissante, que ce soit par les techniques de filtration (frontale, tangentielle, dynamique), par la géométrie des modules (plan, filtre-pressé, tubulaire, spirale, fibre creuse), par la nature chimique et la structure des matériaux (organique, minérale, métallique), par le mode de fonctionnement (batch, continu) ou les techniques de limitation de l'encrassement (mode co-courant, retro-filtration, back-shock, etc.). L'objectif ultime vise à améliorer les performances qualitatives et quantitatives des systèmes tout en réduisant l'impact des phénomènes d'encrassement. Les mécanismes de séparation peuvent être décrits par une rétention mécanique et / ou physico-chimique mais ils résultent d'un équilibre complexe entre la nature et la structure de la membrane, l'hydrodynamique locale et le produit. Pour atteindre cet objectif finalisé (*figure 3*), il semble indispensable de mieux **comprendre et modéliser l'hydrodynamique** de ces systèmes et de **caractériser leurs performances qualitatives et quantitatives sur matrices réelles**.

Notre démarche scientifique cherche à :

1. Etudier l'hydrodynamique de procédé membranaire singulier de part leur mode de fonctionnement (MFT mode co-courant, filtration dynamique),
2. Caractériser des interactions produits – matériaux membranaires (structure et nature des membranes, interactions physico-chimique),
3. Evaluer les performances qualitatives et quantitatives des OU, les positionner par rapport aux autres alternatives technologiques et biologiques et analyser leur intégration dans la filière brassicole (limitation des pertes et de la consommation en eau, réduction des rejets).

B.2.2. Etude hydrodynamique

Les principales différences entre la filtration frontale, tangentielle et dynamique sont illustrées sur la **figure 4**. En filtration tangentielle et dynamique, une couche sélective dynamique (particules en suspension, macromolécules, complexes) est créée et joue un rôle important pour la sélectivité. Quelle est l'intensité de la rétention ? Quelle est la contribution des différents mécanismes (hydrodynamique, mécanique, physico-chimique) ? Comment les phénomènes interagissent sur les fractions solubles et insolubles ? Peut-on quantifier et analyser la composition de l'encrassement ? Ce sont autant de questions largement étudiées et d'un intérêt évident [Gan et al (1997), Taylor et al. (2001), Fillaudeau & Carrère (2002), Eagles & Wakeman (2002), Riddell & Kelly (2004)].

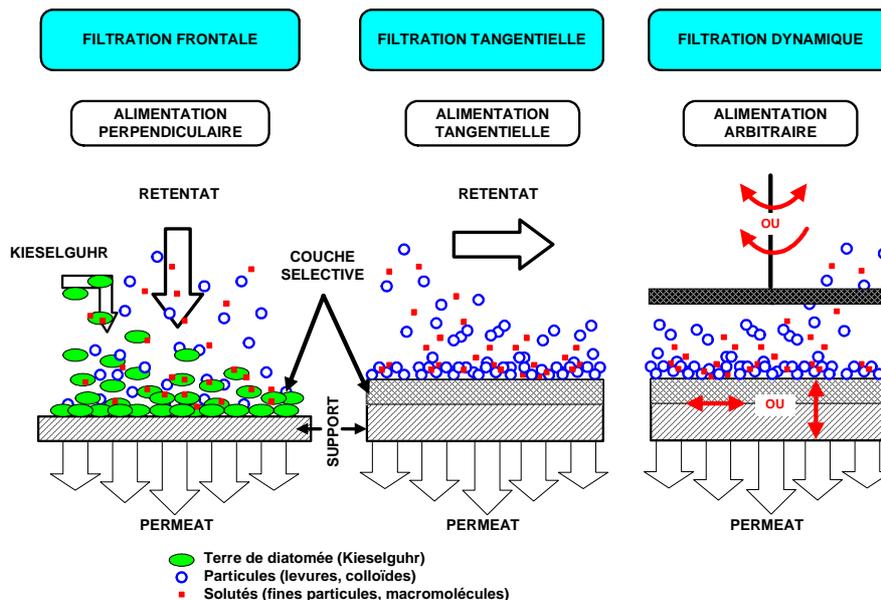


Figure 4: Comparaison entre la filtration frontale (FF), tangentielle (FT) et dynamique (FD) / Comparison between dead-end (DE), crossflow (CF) and dynamic (FD) filtration.

En filtration tangentielle, une vitesse de circulation élevée est nécessaire pour limiter la croissance d'un dépôt à la surface des membranes. Un nombre important de techniques hydrodynamiques basées sur la génération d'instabilités hydrodynamiques ont été étudiées telles que la circulation en co-courant, le débit pulsé, l'arrêt périodique de la pression transmembranaire, le rétro-lavage périodique ou le procédé "back-shock", la génération de vortex de Dean ou de Taylor, l'introduction de promoteurs de turbulence (insert, géométrie de membrane) ou l'utilisation d'écoulement bi-phasique (gaz / liquide, liquide / solide) [Blanpain-Avet et al. (1999)]. Ces vitesses de circulation élevées requièrent de l'énergie et génèrent des pertes de charge linéiques importantes. En conséquence, la pression transmembranaire est importante sur une grande partie du module de filtration et ceci peut constituer un frein notable à la perméation et à la sélectivité lorsque le dépôt sur la membrane est compressible et compacté par la pression.

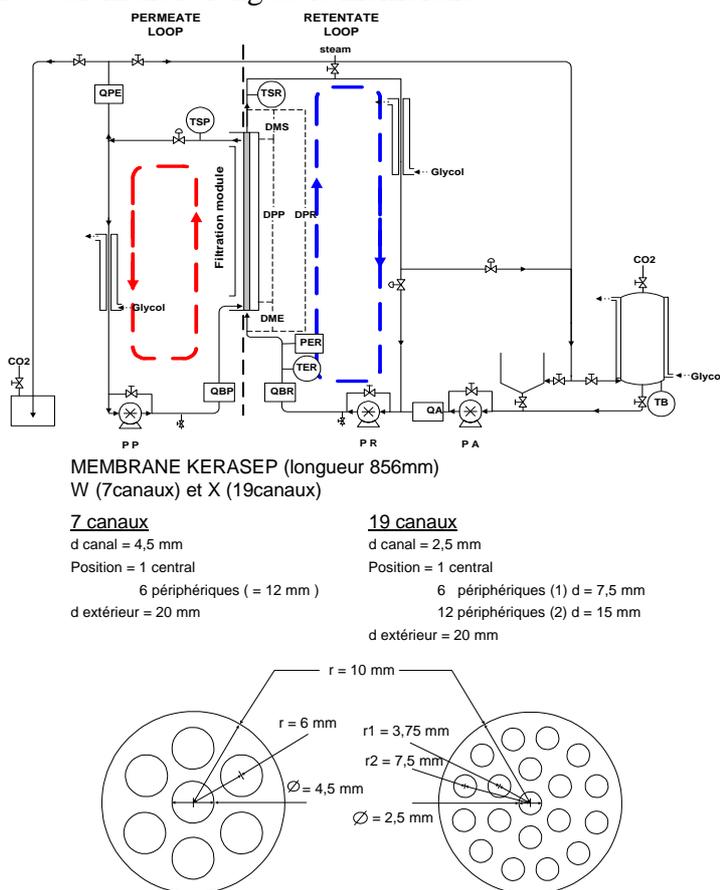
La filtration dynamique a été développée afin d'améliorer les performances et d'accroître le cisaillement pariétal à la surface de la membrane. Durant la dernière décennie, de nouveaux systèmes ont été développés et étudiés pour des applications brassicoles [Snyder & Haughney (1999), Schneider et al. (2001), Pratt (2001), Bock & Rögener (2002), Fillaudeau et al. (2006)]. La spécificité de la filtration dynamique repose sur l'utilisation d'un dispositif mécanique pour promouvoir la turbulence à la surface de la membrane. Elle consiste à générer un mouvement relatif entre la membrane et sa calandre en découplant le taux de cisaillement et le débit de circulation du rétentat. Les principes des modules de filtration dynamique s'appuient sur l'utilisation soit d'une membrane vibrante [Schneider et al. (2001)] ou en rotation [Serra et al. (1999)], soit du mouvement relatif d'une pièce mécanique vibrante ou tournante à proximité de la membrane (disque

[Bouzerar et al. (2000)] ou agitateur [Fillaudeau et al. (2001)]. Différents systèmes de filtration dynamique ont été proposées par des équipementiers : Artisan (Artisan Industries), Cross Rotational Flow (ABB-Flootek), Centrifugal Membrane Filtration (Spintek), Cross-Rotational Membrane Filtration (Komline-Sanderson), Hitachi (Hitachi), Dynamic Membrane Filter and PallSep[®] Vibrating Membrane Filter (Pall corporation).

B.2.2.1. Microfiltration tangentielle en mode co-courant

Du point de vue hydrodynamique, l'expérimentation à l'échelle pilote a donné lieu à la mise en œuvre de la MFT en mode co-courant (recirculation du perméat parallèlement à l'écoulement du rétentat). Cette technique originale (procédé Alfa Laval) présente les avantages de pouvoir travailler avec des conditions opératoires homogènes sur toute la longueur de la membrane (pression transmembranaire et vitesse constantes) et d'atteindre des vitesses tangentielles élevées pour des faibles pressions transmembranaires. Ces conditions opératoires visent à limiter l'encrassement des membranes. Préalablement une caractérisation des membranes, une identification et une modélisation hydrodynamique des modules de filtration ont été réalisées.

Notre approche a consisté à étudier « l'environnement » (les principaux facteurs déterminant les performances de la MFT de BDG) et la plate-forme expérimentale (**figure 5**) au travers de trois points : (i) la caractérisation des membranes céramiques (propriétés, structure), (ii) l'identification hydrodynamique du module de filtration et (iii) les approches analytique et numérique de l'écoulement le long de la membrane.



**Figure 5: Schéma de la plate-forme expérimentale et coupe transversale des membranes (Kerasep 7 et 19 canaux)/
Experimental pilot plant and membrane cross-section (Kerasep 7 and 19 channels)**

Nous reprenons sommairement nos principales observations et leurs conséquences dans la maîtrise des opérations de filtration.

- **Caractérisation des membranes céramiques :**

La connaissance des propriétés du média filtrant est un point fondamental dans toute opération de séparation solide - liquide par membrane. L'analyse du lot de membranes dont nous disposons confirme certaines informations couramment observées :

- la perméabilité des membranes est directement liée au diamètre moyen de pore (pour ce type de membrane),
- le diamètre de pore nominal défini par la valeur moyenne de la distribution volumique des pores obtenue par porosimétrie au mercure n'est probablement pas le plus représentatif de la sélectivité des membranes. Le seuil de coupure à 95% défini par la distribution cumulée de la densité de flux lui serait préférable (collaboration avec le Laboratoire de Biomécanique et d'Instrumentation Médicale, UTC, Compiègne),
- la résistance hydraulique due à la peau sélective est prédominante pour les membranes de microfiltration mais la perméabilité ne peut pas être estimée avec une précision satisfaisante par les relations classiques,
- la masse et l'épaisseur de la peau sélective restent des paramètres relativement constants (masse moyenne déposée de 130 g.m^{-2} de surface filtrante, épaisseur de quelques dizaines de microns) quel que soit le diamètre moyen de pore. Le critère définissant le diamètre moyen de pore d'une membrane est la distribution de taille de la poudre d'oxyde métallique déposée.

D'un point de vue expérimental, ces observations ont des conséquences immédiates. En effet le diamètre de pore nominal d'une membrane doit être considéré comme une indication utile et non comme un seuil de coupure établi (*figure 6*), le seuil de coupure réel correspondant approximativement à deux ou trois fois le diamètre moyen de pore (sur la base de la distribution cumulée de la densité de flux). Enfin la mesure de la perméabilité à l'eau ne constitue pas un critère rigoureux de classification des membranes par taille de pore (bien qu'utilisé dans la pratique), car cette dernière est sujette à une variabilité importante ($\pm 30\%$).

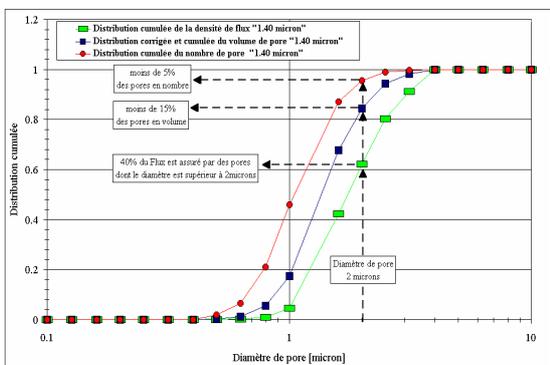


Figure 6 : Distribution cumulée du nombre de pores, du volume de pore et de la densité de flux en fonction du diamètre de pore pour la peau sélective d'une membrane $1,40 \mu\text{m}$. / Flux, volume and pore number distribution versus pore diameter (membrane Kerasep $1,40 \mu\text{m}$)

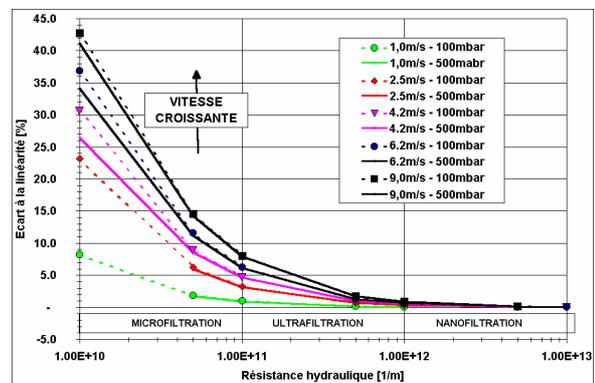


Figure 7 : Ecart à la linéarité des profils de pression (moyennes arithmétique et intégrale) en mode co-courant - Représentation de l'écart en fonction de la résistance hydraulique et de la vitesse de circulation pour $D_{pm\text{arith}}=100$ et 500mbar - Membrane Kerasep 19 canaux, 856 mm - Ecart à la linéarité $= (D_{pm\text{arith}} - D_{pm\text{int}}) / D_{pm\text{arith}} \times 100$.

• Identification hydrodynamique du module :

Pour la MFT de BDG en mode co-courant, l'étude hydrodynamique a apporté beaucoup d'informations utiles dans la maîtrise des conditions opératoires et le fonctionnement de la filtration.

Premièrement, la détermination du diamètre hydraulique des membranes fait apparaître une différence notable avec les données du constructeur (membrane 7 canaux : $4,45 \text{ mm}$ au lieu de $4,50$

mm et membrane 19 canaux : 2,75 mm au lieu de 2,50 mm). Il est à préciser toutefois que ces différences entraînent des variations inférieures à $\pm 10\%$ de la surface filtrante.

Deuxièmement, l'étude de la distribution des temps de séjour (DTS) dans la boucle perméat permet de déterminer le volume de filtrat à partir duquel nous pouvons prélever de la bière ayant un taux de dilution inférieur à 5% ($V_{95\%} \approx 8$ litres). Expérimentalement, nous n'avons ainsi effectué aucun prélèvement d'échantillon avant l'obtention de plus de 10 litres de filtrat.

Troisièmement, la mise en œuvre d'un module de filtration optimisé et de géométrie bien définie permet la réalisation des conditions de co-courant (équilibre des pertes de charge linéiques côtés perméat et rétentat) par recirculation du perméat à travers un espace annulaire de faible section de passage (sans utiliser de lit de bille, brevet Alfa-Laval) et avec un gain important sur les capacités de pompage à mettre en œuvre en comparaison avec le module fourni par le constructeur.

Enfin, nous observons une forte contribution des singularités d'entrée et de sortie dans la perte de charge totale des modules (jusqu'à 20%) ce qui risque, si on ne les prend pas en compte dans le réglage des paramètres opératoires du co-courant, d'entraîner une erreur importante sur la régularité des profils de pression transmembranaire. Ceci est en particulier vrai dans des conditions où les vitesses tangentielles sont élevées et les pressions transmembranaires faibles (fonctionnement rencontré couramment en microfiltration).

- **Approches analytique et numérique des écoulements longitudinaux en régime stationnaire :**

Devant l'impossibilité d'une résolution analytique du système d'équations décrivant le fonctionnement des modules de filtration tangentielle dans la plupart des cas rencontrés en pratique, nous avons été conduits à développer un code de calcul numérique qui simule le fonctionnement d'une installation (collaboration avec le Laboratoire de Génie et Microbiologie des Procédés Alimentaires, INRA, Grignon).

Ce code (SIMIFIT) a été validé par comparaison entre des résultats de simulation et des mesures expérimentales réalisées sur un module céramique tubulaire multicanaux dont les caractéristiques hydrodynamiques (résistance hydraulique, courbe de frottement, singularité d'entrée et de sortie) avaient été au préalable identifiées. Son utilisation a permis de mettre en évidence plusieurs dysfonctionnements rencontrés en pratique et d'en estimer l'importance.

Tout d'abord, l'étude des profils de pression apporte un nouvel éclaircissement sur la faiblesse des flux sur eau observés en tout début de filtration (comparativement à ce qu'on attendait sur la base d'une résistance hydraulique mesurée en frontal). Ainsi la comparaison entre les moyennes arithmétique et intégrale des pressions transmembranaires montre que la non-linéarité des profils de pression le long des membranes peut entraîner une erreur importante (*figure 7*). Pour les modules utilisés, la non-linéarité augmente pour des résistances hydrauliques faibles et des vitesses de circulation élevées. Si la résistance hydraulique est inférieure à $1,0 \cdot 10^{+11} \text{ m}^{-1}$, l'écart à la linéarité n'est plus négligeable et peut atteindre 20 à 40%.

Enfin nous avons pu mettre en évidence et modéliser le « Starling effect » (circulation dans la calandre en mode « closed shell »). Ce phénomène de filtration - rétrofiltration apparaît comme négligeable mais quantifiable et observable expérimentalement. Il s'inscrit dans un fonctionnement très particulier de la filtration sans implication industrielle. Nous remarquons que cette circulation dans la calandre reste faible même pour des membranes de faible résistance hydraulique et qu'elle n'a pas d'influence significative lors de l'identification des modules.

Au-delà de ces premières observations qui concernent essentiellement la caractérisation de la perméabilité sur eau des membranes et le réglage des conditions de démarrage des installations, un tel code de calcul est susceptible d'apporter une aide précieuse dans l'identification des modèles d'encrassement généralement utilisés en microfiltration tangentielle.

B.2.2.2. *Filtration dynamique: module RVF*

Une technique de filtration originale dénommée Rotating and Vibrating Filtration, (*Jitariouk, 1997*) a été étudiée en s'appuyant sur une étude hydrodynamique globale : courbes de frottement, de

consommation de puissance et de distribution radiale de pression (collaboration avec la société Profiltra, M. Benjamin Boissier, D. Stanislav Ermolaev).

Le module RVF (surface filtrante 0,048m²) se divise en deux chambres de filtration accueillant chacune deux membranes, fixées sur un support poreux, qui drainent le perméat (*figure 8*). Un dispositif mécanique simple et en fonctionnement continu placé au voisinage des membranes (*Ermolaev et al., 2002, Fillaudeau et al., 2006*) permet de maintenir une contrainte de cisaillement élevée ainsi qu'une perturbation de la couche limite hydrodynamique. Les corps rotatifs sont des agitateurs à 3 hélices planes contenues dans un plan vertical ($\varnothing_{ext} = 135\text{mm}$, épaisseur = 8mm) et animés d'un mouvement de rotation rapide (0 à 50Hz) entre deux membranes (*figure 9*). L'entrefer entre l'agitateur et la membrane est faible et égal à 3mm. Les agitateurs engendrent un écoulement tangentiel et des mouvements tourbillonnaires du liquide à traiter (contribution rotationnelle), d'une part, et des mouvements oscillatoires périodiques à la surface des membranes (contribution vibrante), d'autre part.

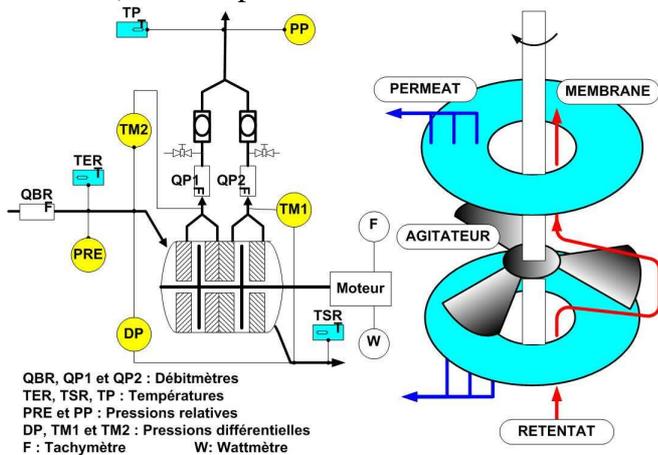


Figure 8: Schéma du module de filtration RVF avec son instrumentation. / Scheme of RVF module and instrumentation.

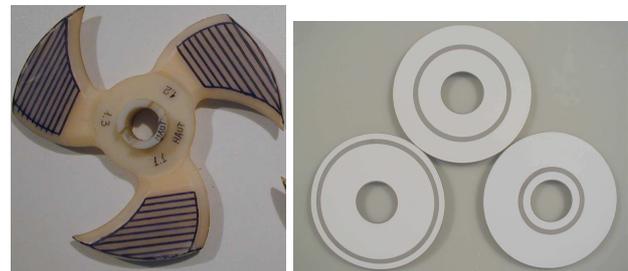


Figure 9: Photos de l'agitateur plan et des membranes avec des anneaux concentriques perméables ($25 < r < 68 \text{ mm}$, $\Delta r = 5 \text{ mm}$). / Illustration of the flat shaped impeller and the radial permeable crowns ($25 < r < 68 \text{ mm}$, $\Delta r = 5 \text{ mm}$).

La technologie RVF apparaît complexe d'un point de vue hydrodynamique, rendant difficile l'évaluation théorique de la vitesse de cisaillement à partir des modèles existants (*Fillaudeau et al. 2007*). Cette absence de modèles fiables pour décrire l'hydrodynamique du module (perte de charge, puissance consommée) nous a conduit à faire la comparaison suivante : le module RVF peut être comparé (1) à une conduite de section complexe dans laquelle circule un fluide newtonien et (2) à une cuve d'agitation mélange avec une alimentation et un soutirage permanent. Dans la première hypothèse, nous ne connaissons ni les critères nécessaires pour définir les dimensions caractéristiques (d_h , S , L), ni l'impact de la vitesse de rotation de l'agitateur sur la perte de charge linéique. Dans la seconde hypothèse, l'influence du débit d'alimentation du fluide sur la puissance consommée en fonction de la vitesse de rotation reste à déterminer. Ces deux analogies se caractérisent par des relations entre nombres sans dimension en régime laminaire (système théorique) et permettent de déterminer des critères géométriques sans dimension (ξ , K_p) à partir des mesures globales (perte de charge, consommation de puissance).

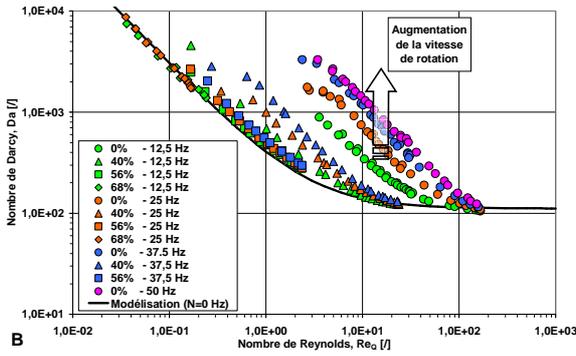


Figure 10: Courbes de frottement, Da vs Re_0 du module RVF pour $N=0\text{Hz}$ (A) et $0 < N \leq 50\text{Hz}$ / Friction curves, Da vs Re_0 in RVF module with $N=0\text{Hz}$ (A) and $0 < N \leq 50\text{Hz}$.

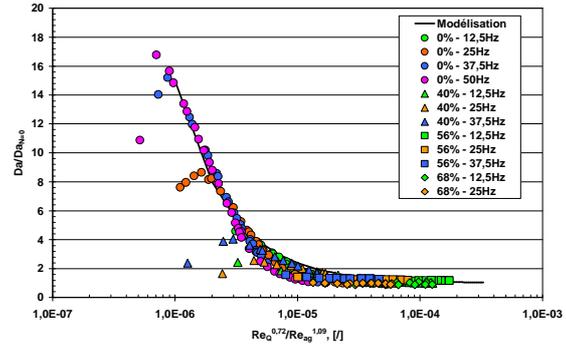


Figure 11 : Etablissement d'une corrélation semi-empirique unique pour la courbe de frottement, $Da/Da_{N=0}$ en fonction du ratio $Re_0^{0.72}/Re_{ag}^{1.09}$. / Semi-empirical correlation establishing a single friction curve, $Da/Da_{N=0}$ versus ratio $Re_0^{0.72}/Re_{ag}^{1.09}$.

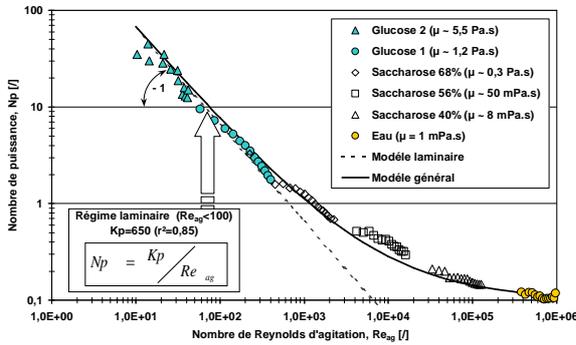


Figure 12: Courbe de consommation de puissance du module RVF, N_p vs Re_{ag} . / Power consumption curves in RVF module, N_p vs Re_{ag} .

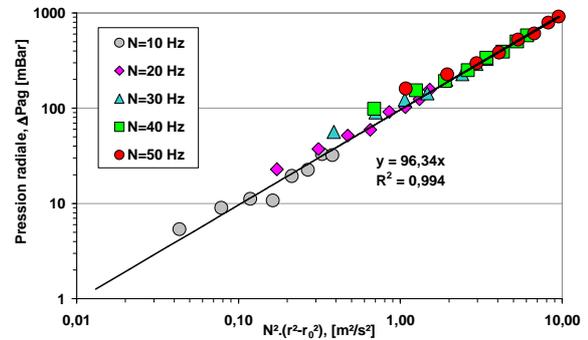


Figure 13 : Détermination du coefficient d'entraînement avec la régression de la pression radiale en fonction de $N^2.(r^2-r_0^2)$. / Determination of the core velocity coefficient with the regression of the radial additional pressure versus $N^2.(r^2-r_0^2)$.

L'étude hydrodynamique globale du module de filtration dynamique apporte les résultats suivants :

- Etablissement des courbes de frottement et de consommation de puissance et identification des nombres de Reynolds critiques correspondant aux changements de régimes (*figures 10 et 12*),
- Généralisation de la courbe de frottement en intégrant l'impact de la vitesse de rotation de l'agitateur sur l'augmentation du nombre de Darcy (*figure 11*),
- Evaluation et modélisation de la distribution de la pression d'agitation dans les chambres de filtration liée à la rotation de l'agitateur permettant d'évaluer la pression locale et la pression d'agitation moyenne (*figure 13*).
- Le coefficient d'entraînement, $k=0.71$ ne varie pas significativement avec la position radiale et présente une valeur élevée due à la spécificité du module RVF (faible entrefer, agitateur à trois pales planes profilés).

Même si la pression transmembranaire conventionnelle est utilisée pour définir de manière standard les performances du module RVF, la connaissance des pressions locale et moyenne est essentielle pour calculer la perméabilité réelle comme le démontrent les équations suivantes :

$$\Delta P_{ag}(N, r) = p(r) - p(r_0) = 2 \cdot \rho \cdot (k \cdot \pi \cdot N)^2 \cdot (r^2 - r_0^2)$$

$$j(N, r) = \frac{(TMP + \Delta P_{ag}(N, r))}{\mu_p \cdot Rh} \quad \text{et} \quad \bar{j} = \frac{(TMP + \Delta \bar{P}_{ag})}{\mu_p \cdot Rh}$$

Ces données permettent surtout de déterminer précisément et localement les conditions réelles de fonctionnement (pression transmembranaire) et par conséquent d'éviter des zones de dysfonctionnement (i.e. rétro-filtration). L'analogie avec des systèmes idéaux (disques tournants) pour la détermination de la contrainte ou de la vitesse de cisaillement pariétale n'apporte pas d'information utile compte tenu des différences trop importantes pour la géométrie et les écoulements. Le module RVF reste, malgré ces avancées, complexe d'un point de vue hydrodynamique ; l'impact du passage des hélices sur la pression (variation locale temporelle), un coefficient d'entraînement moyen significativement supérieur à un disque et la connaissance des champs de vitesse dans la chambre de filtration devront être étudiés. Connaître et contrôler l'hydrodynamique locale constitue un intérêt évident. Si la modélisation de la pression transmembranaire moyenne est fondamentale, l'estimation de la vitesse de cisaillement et de ses fluctuations localement pourrait être extrêmement utile pour mieux prédire, comprendre et limiter l'encrassement. La mise en œuvre de méthode de mesure locale de la contrainte de cisaillement semble une piste à étudier (méthode optique ou électrochimique). De même, l'application du concept de *Metzner & Otto (1957)* devrait permettre d'estimer le cisaillement moyen dans le module RVF.

B.2.3. Etude du colmatage des membranes sur matrice réelle

L'originalité de notre approche est d'étudier et modéliser les phénomènes d'encrassement avec des techniques de filtration originales, employées à l'échelle pilote (filtration en mode co-courant, filtration dynamique) et sur matrice réelle (bière de garde, bière de fond de tank) tout en intégrant les contraintes du procédé industriel (filtration sous pression de CO₂, température impliquant la formation du trouble au froid). Toute cette démarche, liée à la science des aliments, n'aurait pu être réalisée sans l'acquisition préalable des connaissances de base nécessaires à la maîtrise des phénomènes avec des fluides modèles.

L'influence des conditions opératoires (vitesse, pression) et du diamètre moyen des pores des membranes (de 0,10 à 5µm) a été étudiée. Cette investigation nous a permis de développer des approches à la fois technologique et mécanistique de la MFT de BDG. L'approche technologique a consisté à déterminer les performances à la fois quantitative (densité de flux) et qualitative (rétention des composés essentiels de la bière) des procédés ainsi qu'à discuter de son implantation industrielle et sa pertinence par rapport à d'autres alternatives.

Dans cette partie, nous présentons nos principaux résultats concernant la MFT de BDG à l'échelle pilote. Nous nous sommes attachés à décrire les performances technologique et mécanistique du procédé, ce qui nous a permis (i) de positionner la MFT de BDG du point de vue qualitatif et quantitatif par rapport à une implantation industrielle potentielle et (ii) d'appréhender les mécanismes de colmatage en MFT de BDG par une modélisation des encrassements, une analyse des résistances hydrauliques et une étude des densités de flux stationnaires.

B.2.3.1. MFT en mode co-courant

• Performances technologiques

La comparaison des performances qualitative et quantitative de la MFT de BDG avec le cahier des charges défini montre que le procédé ne répond que partiellement aux critères exigés pour la production d'une bière Pils dans la catégorie « bière de luxe ». La MFT de BDG sur des membranes céramiques 1,40µm permet de réaliser une filtration clarifiante avec (i) une élimination spécifique des levures, (ii) des performances en terme de flux économiquement viables, (iii) une transmission suffisante des composés essentiels de la bière mais (iv) un abattement insuffisant du trouble EBC (valeur souhaitée inférieure à 1EBC) dû à une rétention trop faible des composés précurseurs de sa formation (*figures 14 et 15*). L'analyse des performances et l'adéquation avec le marché montrent que la production d'une bière par MFT et entrant dans la catégorie « bière spéciale ou de Spécialité » est en revanche tout à fait envisageable.

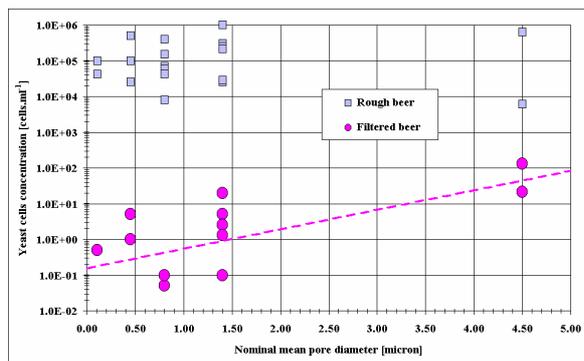


Figure 14 : Réduction de la concentration en levure en fonction du seuil de coupure nominal des membranes (données fournisseur) / Yeast cells reduction versus the nominal membrane cut-off.

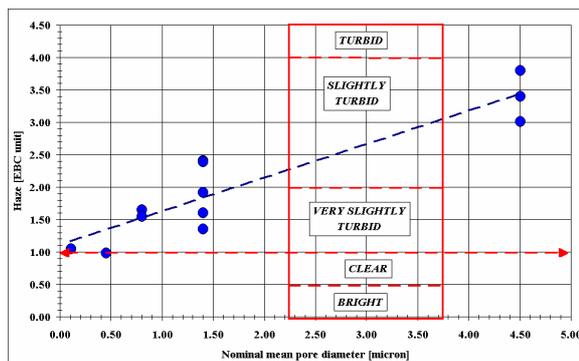


Figure 15 : Trouble (EBC) en fonction du seuil de coupure nominal (données fournisseur) / Haze (EBC unit) of the filtered beer versus nominal membrane cut-off.

• **Analyse mécanistique de la MFT de BDG**

Les analyses des mécanismes et des types d'encrassement se produisant en MFT de BDG permettent de dégager les conclusions suivantes :

- les mécanismes de colmatage peuvent être décrits par le modèle des résistances en série intégrant un mécanisme d'adsorption à l'interface soluté - membrane et un flux convectif de matière équilibré par un rétro-transport induit par l'hydrodynamique (figure 16),
- les résistances sont de nature diverse : résistances réversible (interne et externe) et irréversible,
- l'hydrodynamique améliore les performances de filtration en réduisant l'encrassement réversible mais admet pour limite une vitesse optimale située entre 6 et 8m.s⁻¹,
- les densités de flux stationnaires peuvent être estimées à partir de relations empiriques (figures 17 et 18).

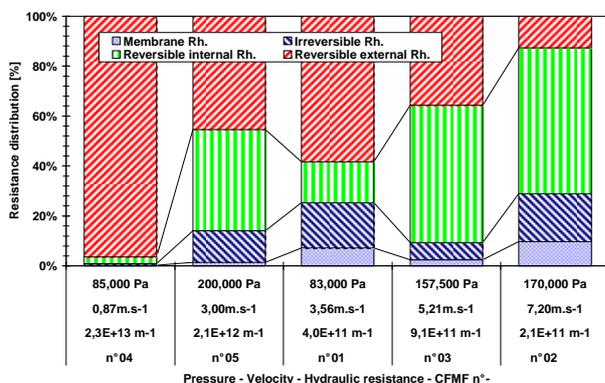


Figure 16: Distribution et contribution des différentes résistances hydrauliques en fonction des conditions de filtration. / Resistance distribution per type – effect of experimental conditions.

Modèle d'encrassement :

Expression de la densité de flux avec un modèle de résistance en série.

$$J = \frac{Q}{A} = \frac{P}{\mu \cdot Rh} \text{ avec } Rh = Rh_m + Rh_a + Rh_c$$

Résistance due à l'adsorption :

$$Rh_a(t) = Rh_{ae} \cdot (1 - \exp(-k \cdot t))$$

Résistance due à la formation d'un gâteau de particule :

$$Rh_c(t) = \alpha_p \cdot \frac{C_b}{A} \cdot (V(t) - J^* \cdot A \cdot t)$$

Globalement, les comportements des membranes sont similaires (sauf pour les densités de flux stationnaires) et répondent à une modélisation unique des mécanismes d'encrassement. Le diamètre moyen des pores joue alors un rôle en termes de performances qualitative et quantitative.

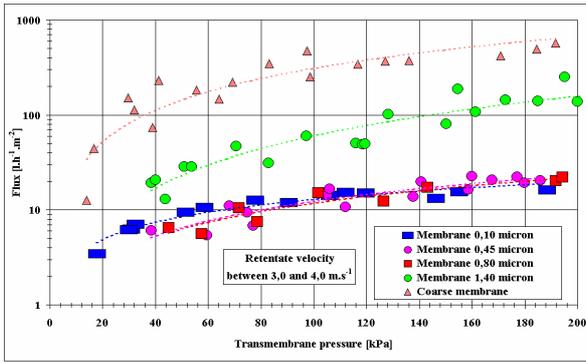


Figure 17 : Densité de flux stationnaire [$l.h^{-1}.m^{-2}$] en fonction de la pression transmembranaire pour une vitesse d'écoulement entre 3.0 et 4.0 m/s. / Steady-state flux [$l.h^{-1}.m^{-2}$] versus transmembrane pressure for a velocity between 3.0 and 4.0 m.s⁻¹

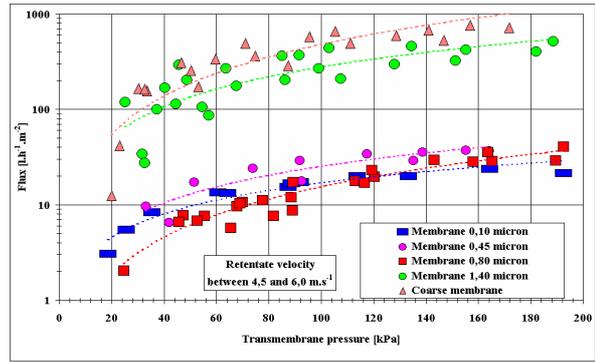


Figure 18 : Densité de flux stationnaire [$l.h^{-1}.m^{-2}$] en fonction de la pression transmembranaire pour une vitesse d'écoulement entre 4.5 et 6.0 m/s. / Steady-state flux [$l.h^{-1}.m^{-2}$] versus transmembrane pressure for a velocity between 4.5 and 6.0 m.s⁻¹

- **Analyse des propriétés physico-chimiques de surface** (collaboration avec le Laboratoire de Bioadhésion et d'Hygiène des Matériaux, INRA, Massy)

L'étude des Kieselguhr et des céramiques montre nettement que ces matériaux ont des propriétés physico-chimiques de surface fondamentalement différentes que ce soit pour les interactions électrostatiques (*figure 19*) ou non-électrostatiques (*figure 20*). L'approche faite avec des fluides réels (bière filtrée usine BFU et BDG) confirme ces différences. En conséquence, au delà des différences énergétiques entre les matériaux et les fluides, il existe un recouvrement de la surface des poudres par des composés de la bière. Ces phénomènes sont différents pour les céramiques et les Kieselguhrs, soit par la nature des composés adsorbés, soit par la conformation des molécules à la surface des matériaux.

$$\Delta G_{SES} = -2 \cdot \left(\sqrt{\gamma_S^{LW}} - \sqrt{\gamma_S^{LW}} \right)^2 - 4 \cdot \left(\sqrt{\gamma_S^+ \cdot \gamma_S^-} + \sqrt{\gamma_L^+ \cdot \gamma_L^-} - \sqrt{\gamma_S^+ \cdot \gamma_L^-} - \sqrt{\gamma_S^- \cdot \gamma_L^+} \right)$$

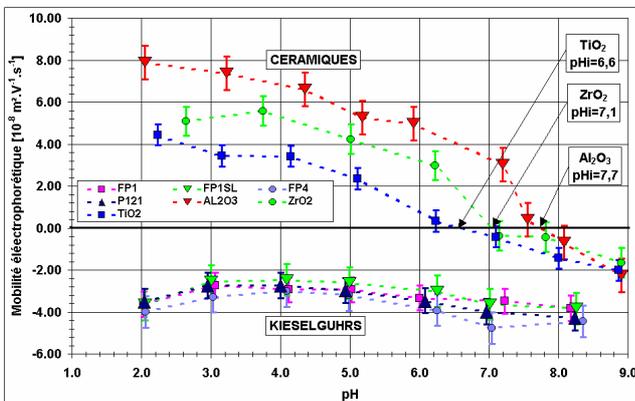


Figure 19 : Courbes des mobilités électrophorétiques des Kieselguhrs et des céramiques avec et sans traitement thermique en fonction du pH. - Analyse des propriétés de surface électrostatique des poudres - / Electrostatic interactions of Kieselguhr, unheated ceramic powders at 20°C : Electrophoretic mobility versus pH.

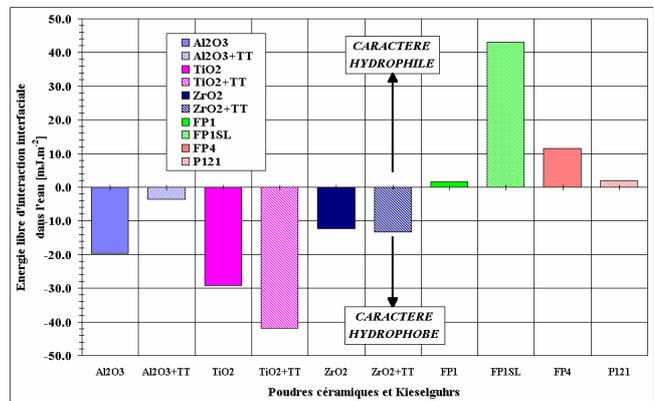
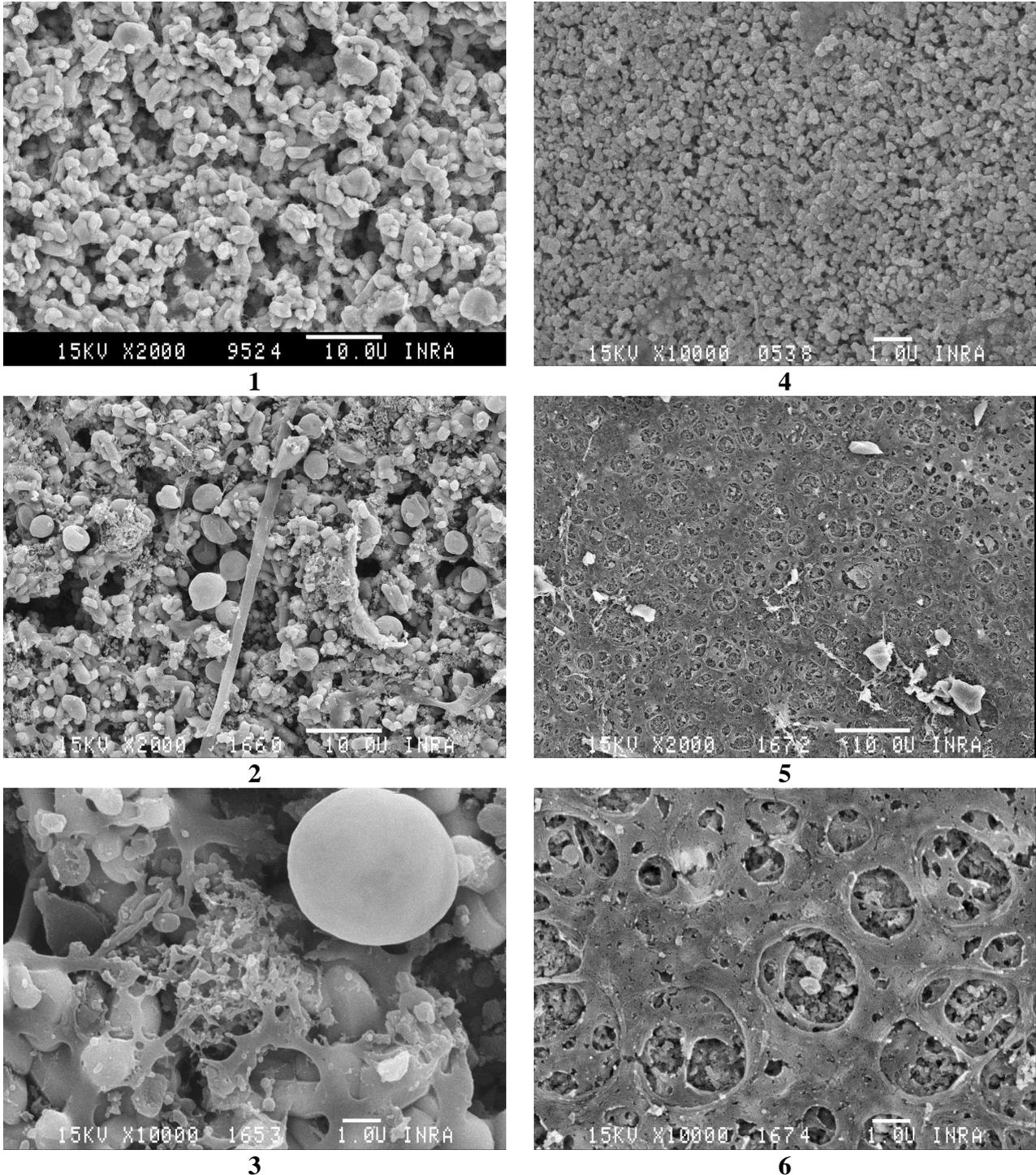


Figure 20 : Détermination de l'énergie libre d'interaction interfaciale dans l'eau (ΔG_{SES}) pour les Kieselguhrs et les céramiques à partir des interactions non-electrostatiques (Céramiques : Al_2O_3 , TiO_2 et ZrO_2 , Kieselguhrs : FP1, FP1SL, FP4 et P121). / Interfacial free energy of interaction of material immersed in water (ΔG_{SES}) applied to Kieselguhr, heat-treated (noted H.T.) and ceramic powders and calculated from non-electrostatic interactions and its components (γ^{TOT} , γ^{LW} , γ^{AB} , γ^+ , γ^-).

- **Etude de l'adsorption et observation des encrassements** (étude réalisée avec l'aide de J-P. Tissier du Laboratoire de Génie des Procédés et Technologie Alimentaires, INRA, Lille)

L'étude des capacités et des cinétiques d'adsorption corrobore le comportement des membranes. Premièrement, les capacités d'adsorption des céramiques sont très inférieures à celle des

Kieselguhrs, et les capacités de rétention des membranes s'en trouvent fortement diminuées. Deuxièmement, les mécanismes d'adsorption ont des cinétiques très rapides et l'adsorption se limite aux premières minutes de filtration. Enfin l'analyse de l'encrassement irréversible des membranes apporte tout d'abord un support visuel qualitatif sur les encrassements liés à la BFU et la BDG (*figure 21*) et deuxièmement conforte les hypothèses suivant lesquelles l'encrassement irréversible a pour origine une adsorption et un blocage mécanique des pores.



SEM of 1.40µm membrane after rough beer filtration

- 1- Clean surface (x2000)
- 2- Fouled surface (x2000)
- 3- Fouled Surface (x10000)

SEM of 0.10µm membrane after rough beer filtration

- 4- Clean surface (x10000)
- 5- Fouled surface (x2000)
- 6- Fouled Surface (x10000)

Figure 21: Microscopie électronique de membrane 0.10 et 1.40µm après encrassement par la bière de garde (auteur: JP Tissier, INRA) / SEM photographs of 0.10 and 1.40 µm membranes after RB filtration.

Les deux premiers points confortent le mode d'action et justifient l'utilisation des Kieselguhrs en brasserie. L'opération de filtration intègre plusieurs mécanismes distincts (rétention stérique et adsorptive de composés responsables du trouble) qui permettent l'obtention du produit final désiré. Dans ce procédé, la réalisation d'une pré-couche de Kieselguhr déposée à la surface du filtre puis l'alluvionnage de Kieselguhr en continu lors de la filtration de la bière remplissent cet objectif. L'ajout de Kieselguhr fournit alors une surface adsorbante vierge au cours de la filtration.

• **Approche numérique de la MFT en régime dynamique**

La validation de l'approche numérique en régime dynamique nous a permis d'utiliser le programme SIMIFIT (Dépôt INRA – DAJ, 16 septembre 1998, Fillaudeau et Lalande) comme outil de comparaison des modes de fonctionnement co-courant et ruissellement. Ce travail confirme l'intérêt du mode co-courant par rapport au mode ruissellement en ce qui concerne les performances et les encrassements membranaires (*figure 22*).

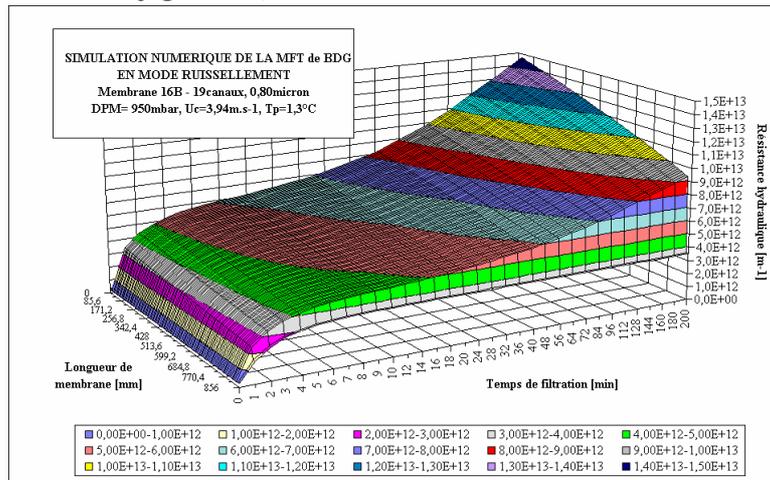


Figure 22 : Simulation numérique de l'encrassement locale et temporelle en mode ruissellement dans les conditions opératoires de filtration suivantes (Membrane tubulaire Kerasep 19 canaux, 0,80µm, TMP=950mbar, Uc=3.94m/s, Tp=1.3°C) / Numerical simulation of fouling resistance versus time and position along the membrane (CFMF).

B.2.3.2. Filtration dynamique : module RVF

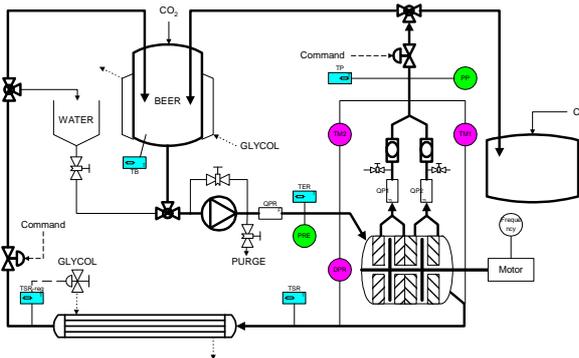


Figure 23 : Schéma de la plate-forme expérimentale et de son instrumentation. / Schematic flow diagram of the experimental pilot-plant and instrumentation.

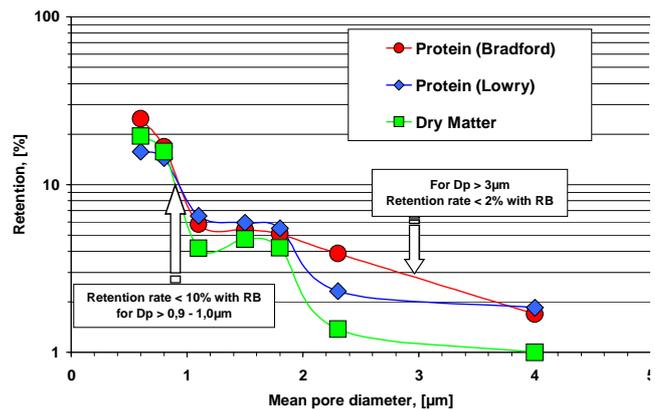
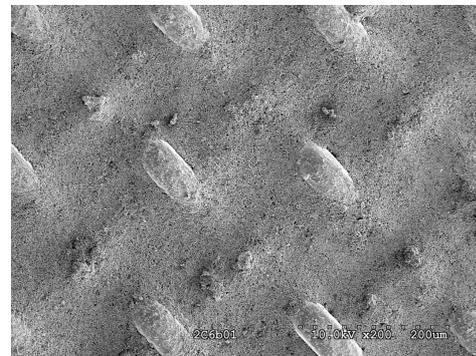
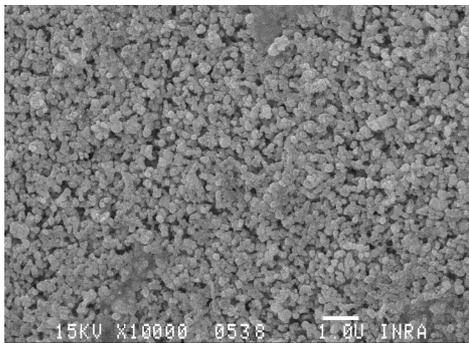
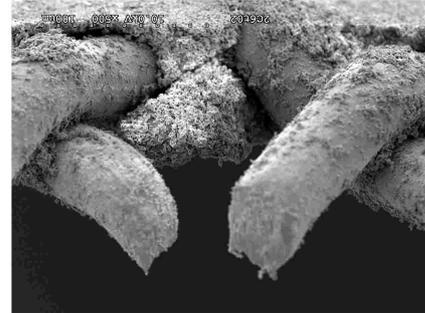
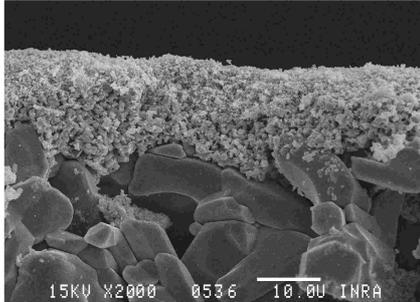


Figure 24 : Taux de rétention des protéines (Bradford et Lowry) et des matières sèches en fonction du diamètre moyen de pore lors de la clarification de la bière de garde. / Retention of Protein (Bradford and Lowry) and dry matter versus mean pore diameter during clarification of RB1 and RB2.

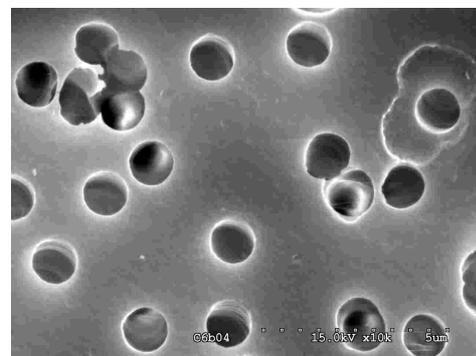
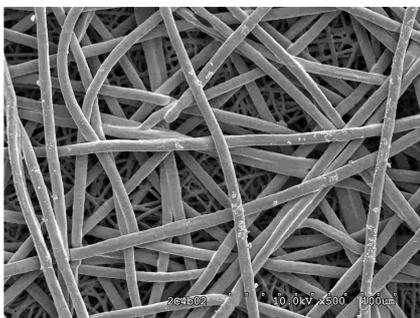
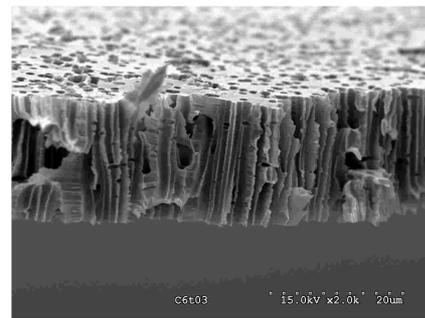
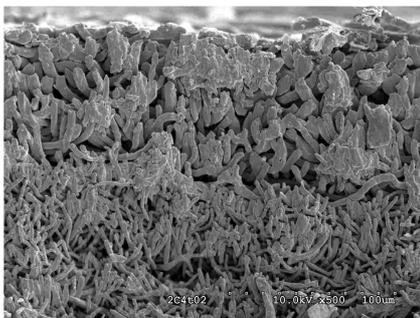
Le module de filtration dynamique (*figure 23*), dénommé Rotating and Vibrating Filtration (RVF technologie), et particulièrement adapté au traitement de fluides biologiques, a été étudié pour la clarification de la bière de garde après avoir été identifié d'un point de vue hydrodynamique

(collaboration avec la société Profiltra, M. Benjamin Boissier, D. Stanislav Ermolaev). Les performances qualitatives (pH, trouble, matière sèche, concentration en levure, couleur, amertume, sucres totaux, protéines, polyphénols) et quantitatives (densité de flux, taux de rétention) ont été évaluées en fonction de la nature des membranes (matériaux, seuil de coupure, **figure 24**), des conditions opératoires (TMP, vitesse de rotation) et du facteur de concentration volumique. Le module RVF a permis de répondre aux critères qualitatifs EBC usuels et a été comparé par rapport à la littérature scientifique et surtout les technologies industrielles existantes.



Kerasep : 0,10 μ m (Base céramique, Peau sélective (double couche céramique))

Creafilter : 0,45 μ m (Base Fibre Inox, Dépôt céramique)



Bekaert : 3 μ m (Fibre Inox multicouche (6,5/2/4/6,5 μ m))

TE : 0,80 μ m : Polyamide

Figure 25: Illustration des différentes structures et natures des membranes utilisées pour la Filtration dynamique de bière de garde et de bière de fond de tank (auteur: JP Tissier, INRA). / SEM of investigated membranes with RVF module.

La rétention peut être décrite par des mécanismes stériques et / ou physico-chimique, mais les mécanismes de rétention sur matrices réelles résultent d'un équilibre complexe entre la nature et la structure des membranes (*figure 25*), les conditions hydrodynamiques locales et le produit considéré. En filtration tangentielle, une couche sélective dynamique (particule en suspension, macromolécules, complexes) crée et joue un rôle essentiel dans les mécanismes de rétention. L'intensité de la rétention, la contribution des différents mécanismes de rétention, comment les mécanismes interagissent sur les fractions solubles et insolubles, la quantification et l'identification des composés formant le colmatage des membranes sont d'un intérêt scientifique évident (*Gan et al, 1997; Taylor et al., 2001; Fillaudeau and Carrère, 2002; Eagles and Wakeman, 2002; Riddell and Kelly, 2004*).

En filtration tangentielle, les vitesses de circulation élevées du rétentat permettent d'imposer des contraintes pariétales élevées et sont généralement nécessaires pour limiter la croissance d'un gâteau. Ces vitesses requièrent de l'énergie et se traduisent par des pertes de charges importantes le long du module de filtration. En conséquence, la pression transmembranaire est graduelle et importante le long de la membrane ce qui peut limiter la transmission de soluté lorsque le gâteau de filtration est compressible et compacté par la pression.

La filtration dynamique, qui consiste à générer un mouvement relatif entre la membrane et un mobile (agitateur, calandre) s'affranchit de cette difficulté. Le taux de cisaillement ou la contrainte pariétale est indépendante du débit nominal de circulation du rétentat mais directement corrélée au mouvement relatif généré par une pièce mécanique en mouvement à proximité de la membrane.

Ce travail sur la clarification de la bière de garde a été réalisé à l'aide d'un module de filtration dynamique (module RVF, membrane avec un support en acier inoxydable et une peau sélective en céramique, 0,6 à 4 μ m). Nous avons pu démontrer que (i) les membranes sélectionnées pouvaient satisfaire les critères qualitatifs et quantitatifs de la clarification, (ii) les performances étaient validées en phase de concentration jusqu'à VRF>10 (max 40, *figures 26 et 27*), (iii) que si les levures constituent la principale contribution de l'encrassement, elles n'en sont pas le point critiques en phase de concentration, et finalement (iv) que les performances observées constituent une avancée significative par rapport aux techniques conventionnelles rapportées dans la littérature.

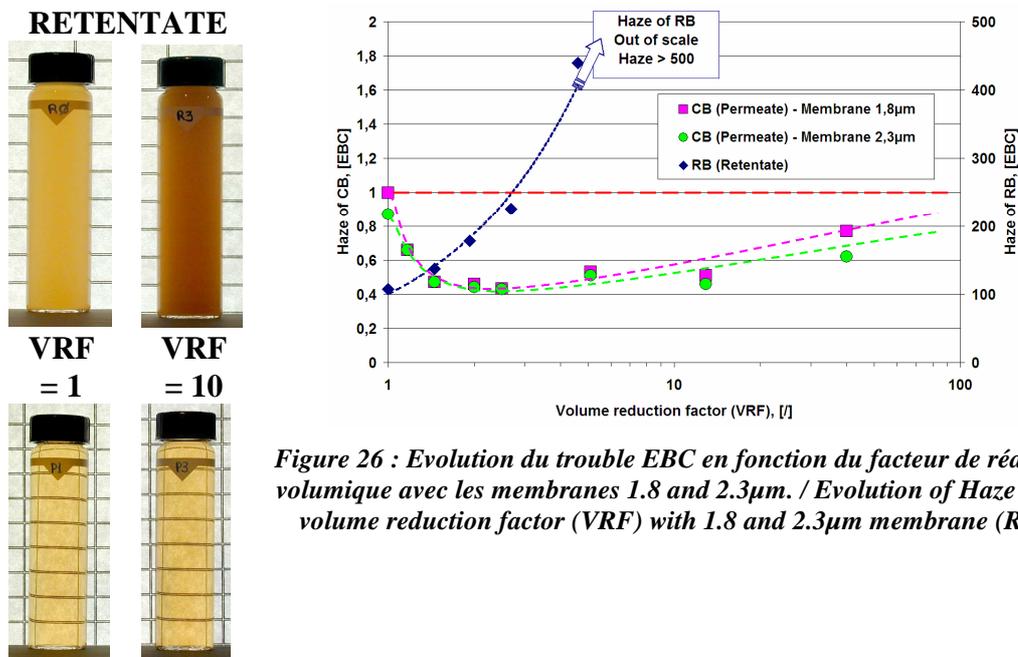


Figure 26 : Evolution du trouble EBC en fonction du facteur de réduction volumique avec les membranes 1.8 and 2.3 μ m. / Evolution of Haze versus volume reduction factor (VRF) with 1.8 and 2.3 μ m membrane (RB2).

PERMEATE

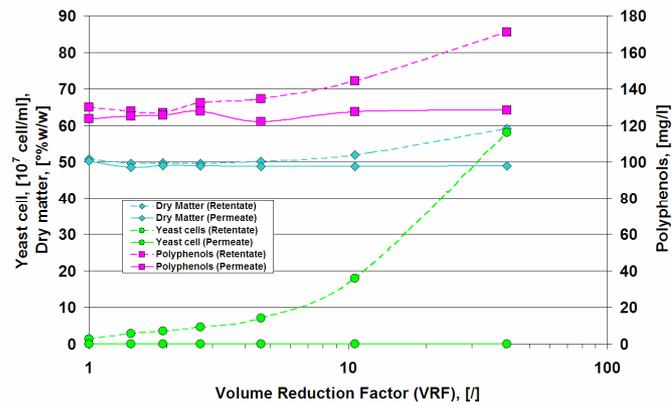


Figure 27 : Evolution de la concentration en levure, des matières sèches et des polyphénols en fonction du facteur de réduction volumique avec les membranes 1.8 and 2.3µm. / Evolution of yeast cell, dry matter and polyphenol concentrations versus volume reduction factor (VRF) during the clarification of RB2 with 2.3µm membrane.

B.2.4. Positionnement des travaux et avancées récentes.

Les principaux enjeux scientifiques, techniques et économiques de cette action de recherche ont porté sur la faisabilité et la compréhension des phénomènes limitant lors de la clarification - stabilisation de la bière de garde par procédé membranaire. Notre démarche scientifique acquiert une réelle crédibilité dans la filière brassicole, si nous pouvons objectivement :

- Identifier les principaux verrous et défis technico- économiques en brasserie,
- Situer nos résultats par rapport aux avancées récentes des procédés membranaires en brasserie,
- Positionner l'apport des techniques membranaires par rapport aux autres procédés techniques ou biologiques.

- **Verrous et défis :**

L'établissement de bilan sur le procédé brassicole permet de quantifier les principaux intrants et extrants (matière première, eau, énergie). Le coût croissant de l'énergie requiert une utilisation plus rationnelle en améliorant l'efficacité de conversion énergétique. Le coût moyen des énergies était estimé à 0,0282€/L en 2002 (Shu and Stolz, 2005), l'eau et les effluents dominant (40,1%) suivis par le transfert thermique (34,7%) et la puissance électrique (25,2%). L'utilisation de critère quantitatif tel que la consommation spécifique d'énergie (SEC) permet aux brasseries de se positionner en terme d'efficacité énergétique. Wouda et al. and Seeger, 2005 ont montré en s'appuyant sur une étude mondiale (158 brasseries, capacité de production : 0,05 à 1,2 10^9 L/an, représentant 26% de la production mondiale) que le SEC avoisinait les 2,4±0,6 MJ/L en 2003.

La gestion des ressources en eau et des rejets constitue un défi permanent dans l'industrie alimentaire et des boissons, en particulier dans l'industrie brassicole (**tableau 3**). Malgré de nombreuses avancées au cours des 20 dernières années, la consommation d'eau et la gestion des rejets reste un problème crucial d'un point de vue environnemental et économique en brasserie. Toutes les brasseries essaient de maintenir des coûts de traitement des rejets les plus bas possible alors que la législation devient de plus en plus contraignante. De même, la consommation d'eau n'est pas seulement un critère économique mais aussi un outil de comparaison des performances des procédés entre brasseries. Enfin, le positionnement de la bière comme un produit naturel amène les brasseurs à porter une attention particulière à leur image marketing et à considérer avec intérêt les aspects environnementaux et l'innovation en GIA.

Tableau 3 : Consommation des ressources en brasserie (Moll, 1991; CBMC, 2002; Fillaudeau et al., 2006) et identification des principaux verrous / Typical resources consumption (Moll, 1991; CBMC, 2002; Fillaudeau et al., 2006) and main technological locks.

Parameter	Unit	Range	Identified locks	
Raw materials	Malt	g/L	100-200	Energy consumption efficiency
	Hops	g/L	0.1	Water and wastewater management:
	Water consumption	L/L	4-10	Consumption : 5-6 hl/hl of beer (4 to 11),
	Ferment	L/L	0.01-0.1	2/3 process and 1/3 cleaning.
Processing aids	PVPP, siligel, etc.	g/L	0.1	Waste disposal (existing ways):
	Kieselguhr	g/L	1-2	Spent grain, Yeast surplus, Kieselguhr sludge.
Energy supply	Heat consumption	MJ/L	1.7-3.0	Potential alternatives :
	Electricity consumption	kWh/L	0.08-0.12	Bio. use : livestock feed, soil enrichment, biomass.
Wastes	Wastewater discharge	L/L	2.2-8.7	Technical alternative : membrane separation.
		g DCO/L	8-25	
	Solid waste	g/L	<10-240	
	WithSpent grains	g/L	180-240	
	Surplus yeast	g/L	25	
	Whirlpool trub	g/L	8	
	Spent Kieselguhr	g/L	4-8	

• **Avancées récentes et positionnement de nos travaux :**

Depuis 2000, les premières installations industrielles pour la clarification de la bière de garde reposant sur des technologies membranaires ont été mise en service. Nous rapportons dans le **tableau 4** les principaux intervenants et les caractéristiques techniques des différents systèmes.

Tableau 4 : Application industrielle des procédés membranaires pour la clarification de la bière de garde. / Industrial applications of membrane process for rough beer clarification.

Company	Technology	Performances
Norit / Heineken	Filtration unit: 10 to 24 hollow fiber modules X-flow R-100 pore size: 0.5µm, L=1m, D=1.5mm, area: 9.3m², material: PES	Capacity : 10000l/h (J = 100 L/h.m ⁻²) Operating conditions: T=0°C, U=1.5-2m/s, TMP<1.6bar Back-flush : 10minutes every 2hours Specific cleaning procedure (1/7 to 20h): Caustic and acidic steps, Strong oxidative step (2h). Cost : 0.20-0.40€/hL
Alfa-Laval / Sartorius AG	Filtration unit: 72 filter cassettes : 20 Sartococon® membranes, 175x210mm, spacers: 120µm, area: 0.7m², material: PES	Capacity : J = 80-120 L/h.m ⁻² Operating conditions: T=0°C, U=1.5-2m/s, TMP<1.6bar, Feed reverse + Back-flush : 10min every 2hours Specific cleaning procedure (15min / 3-5h): Caustic and acidic steps, Strong oxidative step (2h). Cost : 0.46€/hL
Pall Food & Bev. / Westfalia: Profi	High-efficiency-centrifuge Westfalia PROFi 50 + CFMF system Pall PROFi, MBL 24-5 Hollow fibers/PES/dead-end mode/cluster PallCFS05	Capacity : J= ? Operating conditions : 500hL/h, run: 5-10h, P=300mbar up to 2bar, 5 blocks (3-4 filtration / 1-2 regeneration) Performances : Losses: 0.02% extract, Water: 0.043L/L, Energy: 0.40kWh/hL
Filtrox / Bavaria : microsieve	Dynamic crossflow pulsing : 1 to 50 wafers (0.3 to 5µm, porosity: up to 25%, thickness: 1µm, inert surface: silicium nitride, coating: AlOx, TiOx, SiOx)	Capacity : 10 – 60 hL/h.m ⁻² Operating conditions : Dynamic crossflow pulsing (TMP), Exact (digital) cut-off for yeast and bacteria => Sterile beer Low energy consumption: TMP 150 – 500 mbar Runlength: 5 – 10 hours uninterrupted Flatt and inert surface enables easy cleaning protocols Cleaning and preparation: standard chemicals, membranes resistant to hot caustic, Cost : 0.10 – 0.40€/hL

- **Les technologies usuelles et alternatives.**

De nombreuses techniques peuvent être citées pour le traitement ou la réduction des rejets en brasserie. Seules quelques techniques peuvent être considérées comme une réalité industrielle : l'alimentation animale, la mise en décharge et les traitements biologiques (aérobies et anaérobies) sont les plus fréquents.

Étoffer les systèmes de gestions de l'environnement en brasserie requiert une évaluation efficace et effective des risques et des opportunités. La directive européenne 96/61/EC "Prévention et contrôle intégrés de la pollution" (*European Commission, 1996*) est une étape clé dans la législation environnementale et définit la sélection des BAT (Best Available Techniques). Par les mots "disponibles" et "techniques", il est signifié dans des conditions viables à la fois sous les aspects économiques et techniques et que ce n'est pas seulement la technologie qui est considérée mais l'ensemble de l'opération ou du procédé. L'impact environnemental est alors scruté sur différentes échelles géographiques (globale, régionale, et locale) et peut être divisé en trois catégories : la disponibilité des ressources, les facteurs de nuisances et les effets toxiques. Les traitements alternatifs et la réingénierie des procédés sont proposées pour la brasserie (**Tableau 5**). Cependant une grande hétérogénéité dans les niveaux de développement est observable depuis l'échelle du laboratoire jusqu'à l'application industrielle. "Les solutions réalistes" doivent être clairement identifiées en tenant compte de toutes les contraintes, à ce stade les technologies membranaires sont tout à fait pertinentes.

Tableau 5 : Techniques alternatives et classiquement employées en brasseries – Synthèse des voies biologiques et techniques pour minimiser les effluent et la consommation d'eau / Most widely used techniques and alternatives treatments and re-engineering process- Synthesis of biological and technological pathways to minimise effluent and water consumption (A-L: Academic work at laboratory scale, A-PP: Academic work at pilot-plant scale, I-ND: Industrial application – New development, I-CP: Industrial application – Current process).

		Spent grains (mash)	Yeast surplus (tank bottoms)	Kieselguhr sludge
Used techniques	Livestock feed	I-CP	I-CP	I-CP
	Direct land application	I-CP	I-CP	I-CP
	Fertiliser	I-CP	I-CP	I-CP
	Composting	A-PP	A-PP	
	Dumping / Offshore dumping			I-CP
	Anaerobic digestion	I-CP	I-CP	I-CP
	Aerobic treatment	I-CP	I-CP	I-CP
	Incineration	A-PP / I-ND		
Alternative treatments	Extraction of Heavy metal		A-L	
	Bioproduction of molecules			
	Yeast, enzyme, fungi, algae	A-L	A-L	
	Organic acid	A-L		
	Complex organic compounds	A-L		
	Regenerable filter-aids			A-L
	Membrane process :			
	UF/MF : Loss reduction	A-L	I-CP	
UF/MF : Technical alternative	A-L		I-CP	

B.3. TRAITEMENT THERMIQUE : STABILISATION ET CONSERVATION DES FLUIDES ALIMENTAIRES COMPLEXES

B.3.1. Contextes économique, technique et scientifique

Sous la double poussée de la demande sociale et industrielle, et du progrès scientifique et technique, les IAA sont confrontées à deux niveaux d'innovation : une **offre technologique diversifiée** et des **matrices alimentaires de plus en plus complexes**. La stabilisation et la conservation par traitement thermique en procédé continu sont des opérations unitaires du génie industriel alimentaire (GIA) parmi les plus anciennes et les plus fréquemment appliquées (chauffage, pasteurisation, stérilisation, cuisson, chambrage, refroidissement). Les échangeurs de chaleur sont donc des équipements vitaux dans toutes les industries agroalimentaires (IAA) mais le traitement thermique reste une opération complexe parfois délicate (diminution des coefficients de transfert, impact et cinétique d'encrassement, homogénéité de traitement, structure des écoulements). Malgré des avancées importantes des technologies conventionnelles au cours des dernières décennies, le traitement thermique des produits agroalimentaires (produit encrassant, fluide rhéologiquement complexe, fluide avec particules) reste une opération complexe.

L'encrassement progressif des échangeurs réduit leurs performances ainsi que la durée des cycles de production. Les contraintes industrielles et législatives en terme de barème de stérilisation nécessitent d'accroître les températures de traitement. Dans ce contexte, le développement de nouvelles technologies de pasteurisation et stérilisation continues par voie thermique (tube à passage de courant, échangeur à géométrie modifiée, chauffage ohmique, *tableau 6*) ou non-thermique (filtration tangentielle, haute pression, radiation, lyse cellulaire, champ électrique pulsé) présente un intérêt scientifique et économique indéniable.

Tableau 6 : Technologies de chauffage applicables en IAA. / Overview of heat treatment technologies in food processing.

TRAITEMENT THERMIQUE		PROCEDE
Chauffage indirect (chauffage pariétal)	Par un fluide secondaire	1. Echangeur de chaleur à plaque (ECP ou PHE) 2. Echangeur de chaleur tubulaire (ECT ou THE) 3. Echangeur de chaleur à surface raclée (ECSR ou SSHE)
	Par énergie électrique	4. Résistance chauffante 5. Echangeur à effet Joule dans la paroi (JEH)
Chauffage direct (chauffage volumique)	Par radiation	6. Infrarouge 7. Micro-onde 8. Radio fréquence
	Par injection	9. Injection de vapeur alimentaire
	Par énergie électrique	10. Echangeur à effet Joule dans le produit (OH)

Le procédé d'aseptisation en continu est une technologie de stérilisation et d'emballage des aliments connaissant un regain croissant d'intérêt. Contrairement aux procédés conventionnels discontinus (batch) pour lesquelles l'aliment est mis en boîte puis stérilisé par chauffage, le procédé continu d'aseptisation implique une stérilisation séparée du produit et de l'emballage, suivi d'un remplissage en zone stérile. Récemment, un grand intérêt s'est porté sur ce type de procédé en vue d'une application sur des aliments hétérogènes (fluide + particules). Cependant ces derniers éléments altèrent fortement l'écoulement du produit ainsi que le transfert de chaleur. Le traitement thermique en continu se présente comme un moyen efficace et économique de détruire des micro-organismes dans une grande variété d'aliments (macédoine de légumes, petits pois, fruits au sirop, etc.). Les avantages de ce procédé sont une moindre détérioration des particules, une durée de procédé diminuée et une capacité de production accrue, une meilleure homogénéité du traitement thermique, surtout en ce qui concerne les particules, une réduction de la consommation énergétique,

une meilleure adaptabilité du procédé à l'automatisation et à la régulation et un encombrement surfacique plus faible.

Le procédé classiquement étudié se décompose en trois zones distinctes, sur lesquelles différents types d'échangeurs tubulaires peuvent être employés (tube lisse, tube modifié, tube à passage de courant, chauffage à effet Joule direct). La première zone, dénommée chauffage, a pour but d'élever la température du fluide porteur et des particules. La seconde, dénommée chambrage, doit permettre un maintien en température pendant le temps désiré, afin d'assurer la stérilisation et la cuisson du produit. Enfin, la troisième, dénommée refroidisseur, doit permettre de refroidir la suspension avant son conditionnement. Bien que ces technologies soient appliquées avec succès sur des fluides homogènes monophasiques, leur application aux produits alimentaires polyphasiques (fluide + particules de dimensions comprises entre quelques millimètres et quelques centimètres) est sévèrement limitée par le manque de connaissances (compréhension et modélisation) des principes physiques qui régissent le comportement de tels produits dans les équipements industriels. Même en l'absence de transfert thermique, la conception et le dimensionnement de tels équipements reste empirique.

Les technologies électriques telles que le chauffage par effet Joule Indirect (Tube à passage de courant) et par effet Joule Direct (Chauffage ohmique) présentent des avantages indéniables pour des applications agroalimentaires. Ainsi le chauffage ohmique se définit comme un chauffage purement volumique et à résistance directe par opposition aux chauffages pariétaux (chauffage conventionnel et effet Joule indirect). L'absence théorique de paroi chaude devrait constituer un avantage majeur pour les applications alimentaires, en autorisant des cinétiques de montée en température rapides et homogènes (intérêt pour des suspensions solide – liquide), en évitant la dégradation de composés thermosensibles par surchauffe (changement de goût, réaction indésirable, brûlage) et en réduisant l'encrassement des surfaces d'échange (performances thermiques constantes). Cependant l'orientation relative des champs de vitesse (\vec{V}) et de potentiel (\vec{E}) ou le traitement dans un jet (absence de paroi) sont des paramètres technologiques spécifiques qui doivent être considérés avec la plus grande attention, au même titre que les couplages irréductibles entre les phénomènes hydrodynamique, électrique et thermique.

Au cours des dernières années, nous avons développé des actions de recherche et des collaborations (*tableau 7*) portant sur l'**offre technologique** (technologies de chauffage tubulaire) et **la spécificité des matrices agroalimentaires** (fluide encrassant, fluide rhéologiquement complexe, suspension solide-liquide). Les principaux problèmes scientifiques étudiés concernent :

- (i) l'homogénéité du traitement thermique dans les procédés continus,
- (ii) le suivi et l'impact de l'encrassement dans les échangeurs de chaleur,
- (iii) la caractérisation de l'écoulement des fluides complexes et plus particulièrement des suspensions alimentaires de grosses particules.

L'utilisation et la valorisation des travaux académiques et industriels (publications, brevets, communications) obtenus s'appuient sur une démarche intégrative des connaissances, le logiciel SPC v1.0 (dépôt APP, n°87.75.436, Logibox: 21015, Fillaudeau L.) intègre une partie de ces connaissances et résultats acquis durant ces 7 dernières années et constitue un outil de diagnostique et de décision à la disposition des mondes académiques et industriels.

Tableau 7 : Synthèse des actions et collaborations menées en fonction des technologies (CC: chauffage conventionnel, EJI: effet Joule indirect et EJD: effet Joule direct) et des matrices alimentaires ciblées (fluide homogène, suspension solide / liquide).

	CC	EJI	EJD
Fluides Homogènes	① Encrassement des ECP (ANS2004, DEPT. CEPIA) ② Méthode et système pour la mesure de l'encrassement (Brevet INRA) (coll. INRA Lille, Nantes et Rennes)	③ Etude de la DTS dans les TPC (tubes lisses et modifiés, couplage thermique et hydraulique). (coll. HEI, Lille)	④ Mesure & modélisation de la surchauffe pariétale - Profils de température (E⊥U, E∥U) ⑤ Etude de la conductivité des fluides alimentaires pour T>100°C (coll. ENSAR). ⑥ Encrassement EJD (E⊥U). (contrat EDF/ALFALAVAL/INRA).
Fluides Hétérogènes	⑦ Ecoulement des suspensions – Critères d'homogénéité (Interactions Hydrodynamique - Science des Aliments)		⑧ Couplage thermique – électrique sur les fluides hétérogènes (Batch) ⑨ Impact technologique (ECT, TPC, EJD) sur les produits hétérogènes (Continu)** (contrat EDF/BONDUELLE/MASTERFOOD/INRA)
↓ ⑩ APPROCHE INTEGRATIVE : LOGICIEL S.P.C. – SIMULATION DES PROCÉDES CONTINUS POUR LA STERILISATION DES PRODUITS COMPLEXES (ECT, EJD, EJI)			

B.3.2. Résultats académiques et appliqués issus de ces travaux

Cette synthèse illustre, au travers de travaux récents (Tube à passage de courant, chauffage ohmique), l'adéquation entre les demandes exprimées par les IAA (validation expérimentale) et les exigences de connaissance liées à la recherche en GIA (travaux académiques), pour laquelle un partenariat industriel fort avec les équipementiers et les IAA est incontournable. Les performances thermique, électrique et hydrodynamique des procédés, la définition et la modélisation de critères quantitatifs (ex. homogénéité de traitement), la mise en place d'outils de décision (ex. arbre de décision, dimensionnement, choix technologiques) ou la prise en compte des cinétiques de réactions sont autant de composantes à intégrer et relèvent d'une démarche scientifique générique propre au GIA.

En cohérence avec le **tableau 7**, nous présentons les résultats obtenus sous un angle de lecture double : (i) la technologie de chauffage / la matrice alimentaire et (ii) leurs portées académiques et/ou finalisées.

B.3.2.1. Chauffage par effet Joule indirect : Les tubes à passage de courant (TPC)

Le traitement thermique de produits fortement visqueux en procédé continu est devenu de plus en plus commun dans les IAA. Pour chauffer ou refroidir ces produits, les échangeurs de chaleur tubulaires sont généralement recommandés car ils induisent une perte de charge moins importante que dans les échangeurs de chaleurs à plaques (ECP). Dans cette catégorie d'échangeur, les tubes à passage de courant (TPC) sont utilisés dans l'industrie agroalimentaire (IAA) et peuvent se substituer aux technologies conventionnelles. Ces échangeurs doivent assurer la sécurité microbiologique du produit et une meilleure qualité grâce à un traitement thermique le plus homogène possible.

Dans ce contexte, nos objectifs scientifiques et techniques étaient doubles:

- (1) étudier l'apparition de la convection mixte pour des fluides Newtoniens s'écoulant en régime laminaire,
- (2) quantifier et modéliser l'amélioration de l'homogénéité de traitement induite par des modifications géométriques.

- **Académique** : Impact de modifications géométriques sur l'homogénéité de traitement en fonction du régime d'écoulement et de la puissance de chauffe (collaboration avec D. Christophe André, HEI et M. Benjamin Boissier, Mlle Nelly Felgine, M. Alexi De Tavernier).

Pour améliorer l'homogénéité de traitement, les modifications géométriques des échangeurs de chaleur peuvent être utilisées même en régime laminaire en générant localement des perturbations de l'écoulement et un mélange. Comme variable réponse, la DTS (distribution des temps de séjour) est un paramètre important et fréquemment utilisé pour déterminer les performances des échangeurs de chaleur industriels. Ce critère fournit une information sur le degré de mélange, de cuisson et de cisaillement qui joue un rôle important sur la qualité finale du produit.

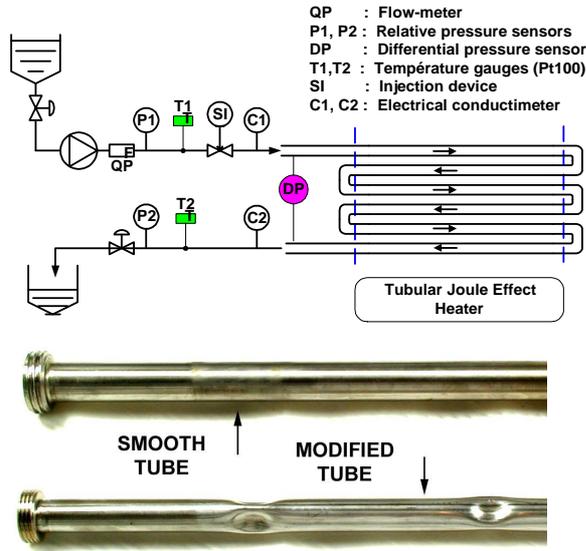


Figure 28 : Plate-forme expérimentale. Image des tubes lisses et modifiés. / Experimental set-up and injection device (SI) - image of smooth (ST) and modified (MT) tubes.

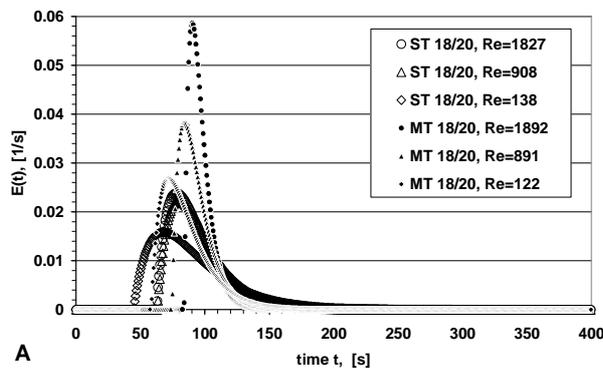
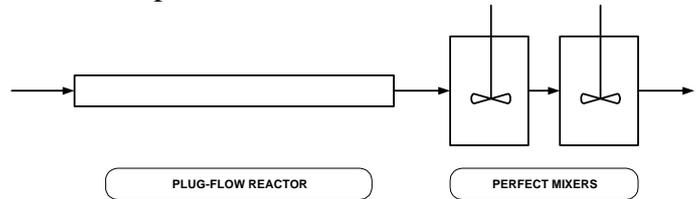


Figure 30 : Courbes de DTS, $E(t)$ en fonction du nombre de Reynolds pour les tubes lisses et modifiés de diamètres 18/20. / RTD curves, $E(t)$ versus Reynolds numbers for smooth and modified tubes and diameters 18/20.



$$G(s) = \frac{\exp(-s \cdot \tau_p)}{\left(1 + \left(\frac{s \cdot \tau_{cs}}{2}\right)^2\right)^2}$$

$$E(t) = H(t - \tau_p) \left(\frac{2}{\tau_{cs}}\right)^2 \cdot (t - \tau_p) \cdot \exp\left(-\frac{2 \cdot (t - \tau_p)}{\tau_{cs}}\right)$$

avec $\alpha = \frac{\tau_p}{\tau_p + \tau_{cs}}$ and $\beta^2 = \frac{(1 - \alpha)^2}{2}$

Figure 29 : Modèles d'un réacteur piston en série avec 2 ROPA. / Cascade of a plug reactor (τ_p) in series with 2 CSTR

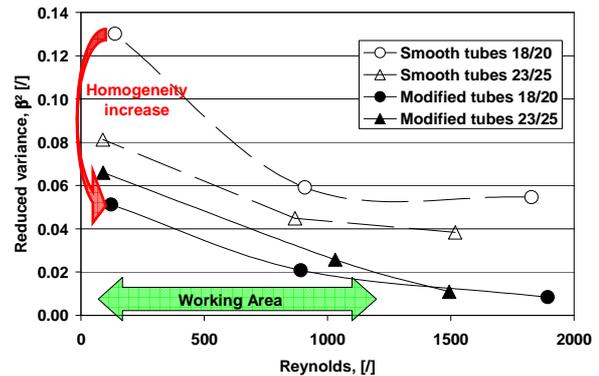


Figure 31 : Variance réduite du modèle semi-empirique décrivant les courbes de DTS en fonction du nombre de Reynolds pour les tubes lisses et modifiés et des diamètres 18/20 et 23/25. / Reduced variance from semi-empirical model of RTD curves versus Reynolds numbers for smooth and modified tubes and diameters 18/20 and 23/25.

La DTS dans un échangeur industriel de type TPC (figure 28) a été étudiée en suivant la méthodologie décrite par *Thereska, 1998*. En premier lieu, les courbes de frottement et la DTS ont été étudiées sur les échangeurs industriels (Actini, 6 tubes et jonctions, $\varnothing_{int/ext}=18/20$ and $23/25$ mm, $L=1400$ mm) avec et sans modifications géométriques en condition isotherme. A partir des données expérimentales, les signaux normés réduits d'entrée, $x(\theta)$ et de sortie, $y(\theta)$ avec $\theta=t/\tau_s$

ont été déduits. En second lieu, les solutions analytiques des fonctions de distribution, $E(t)$ ont été établies à partir des données analysées (**figure 30**). Les critères expérimentaux (temps de résidence, déviation standard) ont été quantifiés en fonction du diamètre nominale des tubes, des modifications géométriques et du régime d'écoulement. Enfin, une approche systémique a permis de comparer le modèle DPF (Dispersed Plug Flow) et un modèle semi-empirique (Plug flow + 2 perfect mixers in series). Ce second modèle a été choisi du fait de sa simplicité et sa similitude avec la structure physique du procédé, même si d'autres modèles tels que rapportés par Ham et Plazer, 2004 pourraient être utilisés. Les expressions correspondant aux fonctions de transfert, $G(t)$ et $E(t)$ sont simplement formulées (**figure 29**). L'avantage majeur de ce modèle est qu'un seul paramètre, α (déduit des données expérimentales) est utilisé pour décrire la contribution du réacteur piston. L'équation de Van Laar conduit à établir une relation simple entre α et la variance réduite, β^2 . Le comportement du réacteur a été décrit en utilisant le logiciel DTS Pro 4.2 (Leclerc *et al.*, 1995). Ces travaux ont permis (i) d'étudier la DTS dans les TPC (tube à passage de courant) lisses et modifiés, (ii) de démontrer et quantifier l'efficacité des modifications géométriques et du changement d'échelle (dimensionnement) sur l'homogénéité de traitement et (iii) de proposer et valider par un modèle semi-empirique simple et robuste pour décrire le comportement du réacteur. L'homogénéité de traitement (**figure 31**) a ainsi pu être caractérisé tout en intégrant le régime d'écoulement ($10 < Re < 2000$), les dimensions des échangeurs et des modifications (18 et 23 mm). Parallèlement, le modèle DPF s'avère inadapté pour les faibles nombres de Reynolds. Plus récemment, l'impact du transfert thermique a été étudié et fait actuellement l'objet d'une valorisation (Fillaudeau, 2007, *article soumis*). Ce dernier travail démontre que (i) le transfert thermique et le régime d'écoulement améliorent l'homogénéité de traitement en augmentant la contribution du piston et en réduisant la variance réduite, (ii) une transition d'un régime laminaire vers un régime turbulent est favorisée par l'échauffement et la surchauffe pariétale et (iii) la robustesse du modèle établi en condition isotherme est validé.

- **Académique** : Définition d'un critère d'apparition de la convection mixte (collaboration avec D. J.C. Leuliet et Mlle Morgane Beuf).

Lorsque le régime d'écoulement est laminaire et la convection mixte apparaît du fait de la dépendance thermique des propriétés physiques du produit (μ , ρ). Ce phénomène se traduit par une augmentation du coefficient de transfert de chaleur en chauffage provoquant une hétérogénéité du traitement thermique subi par le produit [Muzzio & Parolini, 1994, Petukov *et al.*, 1967, Abid *et al.*, 1994].

Nous avons utilisé un échangeur de chaleur à densité de flux constante (tube à passage de courant) de section circulaire ($L=6m$, $\varnothing_{int}=36mm$, $P_{max}=40kW$) disposé horizontalement et spécifiquement instrumenté sur l'ensemble de la longueur de chauffe (**figure 32**). Dans un premier temps, nous avons identifié les paramètres influant sur l'apparition de la convection mixte afin de les regrouper sous la forme d'un invariant de similitude dans le rapport entre le nombre de Grashof et le nombre de Reynolds $(Gr/Re)_{mp}$. Une corrélation empirique entre ce nombre $(Gr/Re)_{mp}$ et la longueur d'apparition de la convection mixte (L^*) a été établie et validée expérimentalement. La première particularité de cet invariant de similitude repose sur l'introduction du nombre de Nusselt pariétal calculé en convection forcée pure (Nu_{XCF}). La deuxième originalité porte sur la longueur d'apparition de la convection mixte que nous n'assimilions plus à une constante comme la plupart des auteurs, mais à une grandeur dépendante des conditions opératoires et de la géométrie.

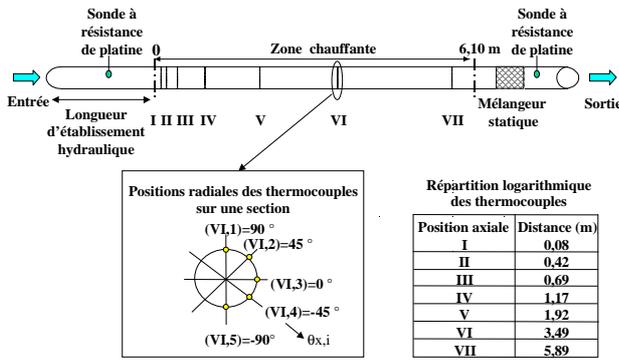


Figure 32. Positions axiale et radiale des thermocouples instrumentant le tube à passage courant. / Axial and radial position of thermocouple along the tubular JEH.

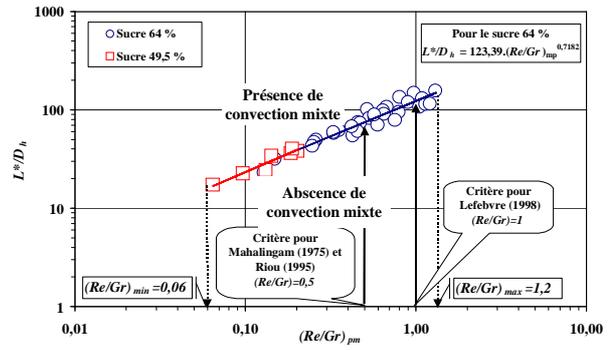


Figure 33: Modélisation de (L^*/D_h) en fonction de $(Re/Gr)_{mp}$ pour la totalité des essais non-isothermes sur des fluides Newtoniens en régime laminaire. / Evolution of (L^*/D_h) versus $(Re/Gr)_{mp}$

A partir de l'ensemble des points expérimentaux obtenus, nous avons établi une corrélation empirique entre le ratio (L^*/D_h) et le rapport $(Re/Gr)_{mp}$, en régime laminaire comme le montre la figure 33 l'équation ci-dessous (intervalle de confiance de 80 % au risque ± 20 %).

$$\frac{L^*}{D_h} = 123,4 \cdot \left(\frac{Re}{Gr} \right)_{mp}^{0,718} = 123,4 \cdot \left(\frac{\mu \cdot \bar{u} \cdot \lambda \cdot Nu_{CF}}{g \cdot \rho_0 \cdot \beta \cdot \Phi \cdot D_h^3} \right)^{0,718}$$

L'apparition de la convection mixte est traduite par une plage de valeurs de (Gr/Re) comprise entre 0,06 et 1,2. En comparant nos résultats à la bibliographie (tableau 8), nous remarquons que les deux critères $(Re/Gr) < 0,5$ (Mahalingam et al., 1975 et Riou, 1995) et $(Re/Gr)_p < 1$ (Lefebvre, 1998) sont compris dans notre plage de valeurs. Cette corrélation empirique apparaît comme la plus appropriée pour prédire l'apparition de la convection mixte, pour un fluide Newtonien.

Tableau 8 : Comparaison des différents critères d'apparition de la convection mixte

Invariants de similitude	Plage d'étude déterminée par le critère L^*		Mahalingam et al. (1975)	Taine et Petit (1989)	Riou (1995)	Lefebvre (1998)
	min	max				
$Gr = \frac{g \cdot \rho \cdot \Delta\rho \cdot D_h^3}{\mu^2}$	272	18386				
$Re/Gr = \frac{\mu \cdot \bar{u}}{g \cdot \Delta\rho \cdot D_h^2}$	0,06	1,2	<0,5		<0,5	<1
$Ri = \frac{g \cdot \Delta\rho \cdot D_h}{\rho \cdot \bar{u}^2}$	$5,0 \cdot 10^{-4}$	$8,90 \cdot 10^{-2}$	$>3,0 \cdot 10^{-3}$	≈ 1	$3,0 \cdot 10^{-3}$	
$Ra = \frac{g \cdot \rho \cdot \Delta\rho \cdot D_h^3 \cdot C_p}{\mu \cdot \lambda}$	$2,99 \cdot 10^3$	$1,10 \cdot 10^5$			$1,6 \cdot 10^5$	

B.3.2.2. Chauffage par effet Joule direct

Le chauffage par effet Joule direct (EJD) encore appelé chauffage ohmique ($C\Omega$) constitue une alternative potentielle aux échangeurs de chaleur conventionnels conductif / convectif. Apparue au 19ième siècle pour chauffer des produits pompables [Bhat et Joshi (1998)], cette technologie n'a pu se développer en raison de l'inexistence de matériau (électrodes) et de système de régulation adaptés. Un nombre limité de documents scientifiques portant sur le chauffage ohmique du lait a été publié au début du 20ième siècle [Anderson and Finkelstein (1919), Prescott (1927), Getchell (1935)]. Suite à l'apparition de nouveaux matériaux, plusieurs constructeurs proposent notamment des systèmes ohmiques plus fiables. Les principaux travaux scientifiques et applications industrielles réalisées à ce jour sont dédiés au traitement continu des fluides contenant de grosses particules [Biss et al. (1989), Yang et al. (1997), Eliot-Godereaux et al. (2001)] à leur traitement

discontinu [Sastry et Palaniappan (1992), Zareifard et al. (2003)], et plus rarement de fluides homogènes [Berthou et al. (2000) et Fillaudeau et al. (2001)].

Le chauffage par EJD se définit comme un chauffage purement volumique et à résistance directe par opposition au chauffage classique par conduction – convection. Il consiste à appliquer un courant électrique directement dans le produit s’écoulant entre une paire d’électrodes. La chaleur générée est une fonction directe de la géométrie des cellules, la conductivité électrique du produit et la tension appliquée. La conductivité électrique est une propriété intrinsèque du produit et essentielle pour comprendre ce mode de chauffage. La connaissance des profils de température en fonction du temps (procédé discontinu) et de la position (procédé continu) est fondamentale pour l'analyse des performances de cette technologie. L'équation de conservation de l'énergie peut être résolue et met en évidence l'incidence de l'orientation relative des champs de potentiel électrique et de vitesse sur le profil de température. Les couplages entre les phénomènes hydrodynamiques, électriques, et thermiques sont donc fondamentaux (**figure 34**) et se doivent d'être étudiés pour cette technologie de chauffage.

$$\text{Equation de conservation de l'énergie : } \rho \cdot C_p \cdot \frac{d\theta}{dt} = \nabla \cdot (\lambda \cdot \nabla \theta) + \sigma \cdot |\nabla U|^2 + \Phi_v$$

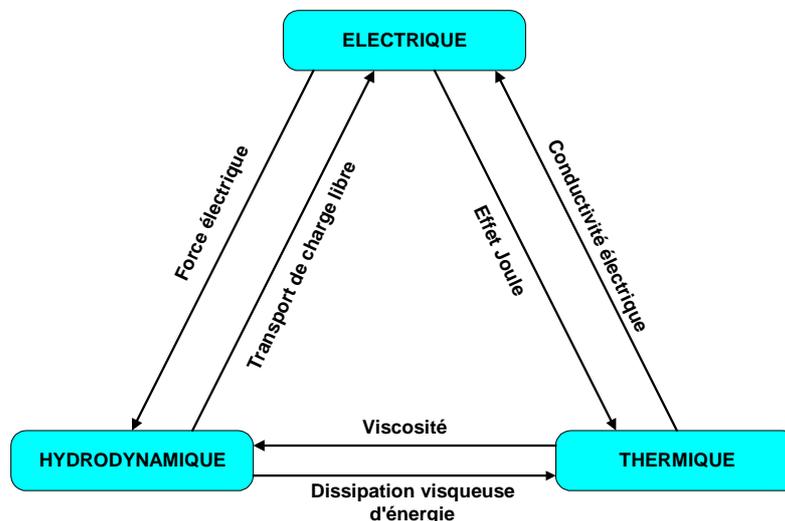


Figure 34 : Schéma de couplage des différents phénomènes physiques intervenant pendant le chauffage par effet Joule direct- extrait de Dopee EdF (1996). / Irreducible coupling between physical, electrical and thermal phenomena.

- **Académique :** Etude et modélisation des profils de température et de la surchauffe pariétale dans un chauffage ohmique ($E \perp U$, $E \parallel U$) avec ou sans encrassement (collaboration avec M. Vassili Maury, M. Mohamed Ayadi et Mlle Alexandra Legrand)..

La conductivité électrique est une propriété intrinsèque du produit et essentielle pour comprendre ce le chauffage ohmique. Des corrélations de formes différentes, entre la conductivité électrique et les paramètres expérimentaux, sont proposées, mais jamais de relations uniques pour l'ensemble des fluides agroalimentaires. Ces corrélations sont reformulées sous une forme linéaire classique à deux paramètres ($\sigma_{25^\circ C}$ et α) en accord avec les données publiées (**figure 35**). L'analyse des données référencées montre qu'une relation empirique de la forme : $\alpha = a \cdot \sigma_{25^\circ C}^n$ avec $a=0,022$ et $n=0,93$, permet d'estimer le facteur de température des fluides alimentaires à partir de la mesure unique de la conductivité électrique à $25^\circ C$, soit :

$$\sigma = \sigma_{25^\circ C} + a \cdot \sigma_{25^\circ C}^n \cdot (\theta - 25)$$

Globalement, la conductivité électrique évolue linéairement avec la température sauf dans quelques cas comme pendant la cuisson de suspensions d'amidon [Li et al.(2003)] ou encore lors du

chauffage d'aliment cru (pomme de terre) [Wang et Sastry (1997)]. L'ensemble de ces données montre que les fluides alimentaires ont des conductivités électriques ($\sigma_{25^\circ\text{C}}$) évoluant entre 0,01 et 10 S/m. La plage de conductivité électrique permet d'utiliser les fluides agroalimentaires homogènes comme des conducteurs électriques et constitue un avantage évident pour l'application de l'effet Joule direct pour leur stabilisation par voie thermique. Le comportement des fluides aux températures supérieures à 100°C est peu décrit dans la littérature et nécessite d'être étudié à l'avenir afin d'inclure les températures usuelles de stérilisation.

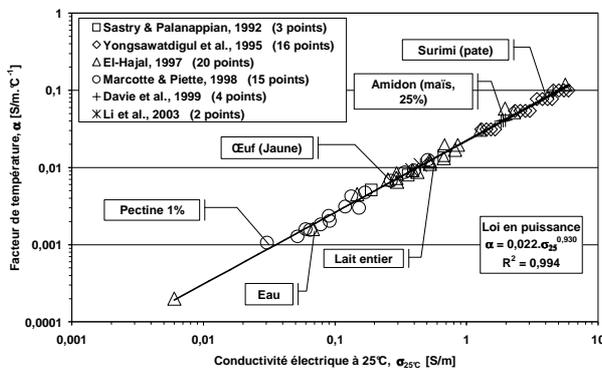


Figure 35: Facteur de température (α) en fonction de la conductivité électrique à 25°C ($\sigma_{25^\circ\text{C}}$) pour différents fluides agroalimentaires.

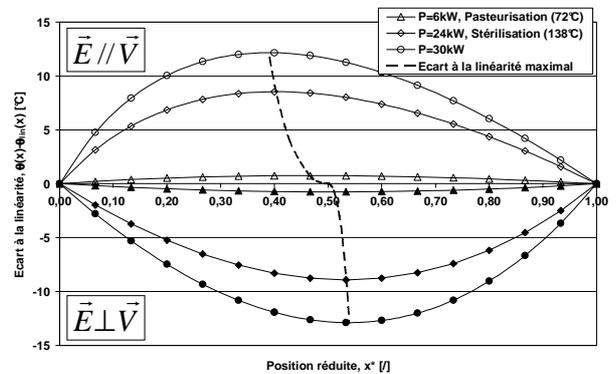


Figure 36 : Ecart à la linéarité en fonction de la position réduite et de la puissance de chauffe ($0 < P < 30$ kW), cas du lait entier, $\theta_E = 50^\circ\text{C}$, $\dot{Q} = 250$ l/h (symbole plein : $\vec{E} \perp \vec{V}$ ($e = 15$ mm, $l = 76$ mm et $L = 738$ mm) et $x^* = x/L$, symbole vide : $\vec{E} // \vec{V}$ ($e = 465$ mm et $dh = 48$ mm) et $x^* = x/e$).

La connaissance des profils de température en fonction du temps (procédé discontinu) et de la position (procédé continu) est fondamentale pour l'analyse des performances de cette technologie (tableau 9). Les résolutions analytiques de l'équation de conservation de l'énergie ont été établies et mettent en évidence l'incidence de l'orientation relative des champs de potentiel électrique et de vitesse sur le profil moyen de température (figure 36).

Tableau 9: Approches analytiques et expérimentales des différents modes de chauffage par EJD et pour des produits de nature différente (i: nombre de phase).

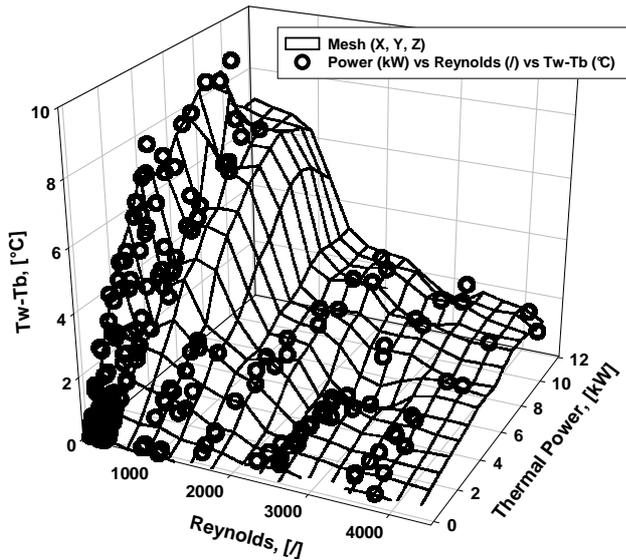
	FLUIDE HOMOGENE (ou hétérogène iso conductivité électrique)	FLUIDE HETEROGENE (composé de i phase)
$\bar{\theta}_i(t)$	<ul style="list-style-type: none"> Solution analytique : Fryer et al (1993). Solution analytique identique sous hypothèse d'un chauffage volumique parfait. 	<ul style="list-style-type: none"> Equations différentielles (couplage électrique et thermique) Equations différentielles (couplage électrique et thermique)
PROCEDE "BATCH" $\theta_i(t, x, y, z)$	<ul style="list-style-type: none"> Autres approches : <ol style="list-style-type: none"> Simulation numérique Mesures locales (ThC, fibre optique) : Li et al. (2003), Marcotte et al. (1998). Mesures globales (MRI) : 	<ul style="list-style-type: none"> Autres approches : <ol style="list-style-type: none"> Simulation numérique : Sastry et Palaniappan (1992), Sastry et Salengke (1998), Fu et Hsieh (1999), Davie et al (1999), Ye et al. (2004). Mesures locales (ThC, fibre optique) : Zareifard et al.(2003). Mesures globales (MRI), Ye et al. (2003 et 2004).

	<ul style="list-style-type: none"> • Solutions analytiques : • Cas n°1, $\vec{E} \perp \vec{V}$: <i>Fillaudeau, 2004</i> • Cas n°2, $\vec{E} // \vec{V}$: <i>Benabderrahmane et Pain (2000)</i> • Equations différentielles (couplage hydraulique, électrique et thermique). • Autres approches : 1. Simulation numérique : <i>Ould-El-Mohtar et al. (1993), Quarini, (1995), El-Hajal et al. (1998), Ivory (2000).</i> 	<ul style="list-style-type: none"> • Equations différentielles : (couplage hydraulique, électrique et thermique). • Equations différentielles : (couplage hydraulique, électrique et thermique). • Autres approches : 1. Simulation numérique : <i>de Alwis et Fryer (1992), Benabderrahmane et Pain (2000).</i> 2. Test sur produits alimentaires : <i>Yang et al. (1997), Eliot-Godereaux et al. (2001).</i>
PROCEDE CONTINU	$\bar{\theta}_i(x)$	
	$\theta_i(x, y, z)$	

Une analyse des performances thermiques d'un chauffage par EJD de géométrie plane (3 cellules actives en série, section rectangulaire, $L=246mm$, $l=76mm$ et $e=15mm$, champ de potentiel perpendiculaire à la direction de l'écoulement, $\vec{E} \perp \vec{v}$, puissance 15kW) a été réalisée en fonction du régime d'écoulement, de la puissance de chauffe et de la conductivité électrique du fluide. Une différence de température paroi - fluide, $T_w - T_b$, communément dénommé température de pincement et connue étant une force motrice des cinétique d'encrassement, doit rester faible pour l'utilisation du chauffage par EJD en agroalimentaire. La **figure 37** présente l'évolution de $T_w - T_b$ pour l'ensemble du plan d'expérience (régime d'écoulement, puissance, conductivité électrique) en excluant les phénomènes de convection mixte. Une augmentation de la différence de température, $T_w - T_b$ (valeur maximale proche de $+10^\circ C$) est observée lorsque la puissance de chauffe augmente et le nombre de Reynolds diminue. A régime d'écoulement défini, l'évolution de $T_w - T_b$ exhibe une allure quasi linéaire en fonction de la puissance de chauffe. Le coefficient directeur ($a = (T_w - T_b) / P$) est calculé et une corrélation empirique (Eq. 4) établie pour $50 < Re < 4500$, $0 < P < 10^{+4} W$ et $0.1 < \sigma_{20^\circ C} < 2 S/m$, permet d'estimer la différence de température, $T_w - T_b$, délimitant le domaine de chauffage dit "volumique" ($T_w - T_b < 0,5^\circ C$).

$$\alpha = \frac{T_w - T_b}{P} = 0,0405 \cdot Re^{-0.65} \text{ avec } R^2 = 0,8963$$

La différence de température paroi de l'électrode - fluide, $T_w - T_b$, en condition propre a pu être modélisée à partir d'une corrélation empirique. Enfin, une simulation numérique (code de calcul SPC v1.0) des profils thermiques (fluide, dépôt, électrode) en fonction de la longueur de l'échangeur a été réalisée pour des épaisseurs de dépôt variables. Les résultats montrent que l'existence d'une surchauffe pariétale pouvant induire la formation d'un dépôt entraîne une augmentation de la surchauffe pariétale due à un effet Joule généré dans le dépôt stagnant. En conséquent, un effet "boule de neige" des phénomènes d'encrassement entraîne une instabilité des variables thermiques et électriques.



(a) Procédé discontinu

$$\theta = \frac{1}{m} \cdot \left[(1 + m \cdot \theta_E) \cdot \text{Exp} \left(\frac{m \cdot \sigma_0 \cdot E^2}{\rho \cdot C_p} \cdot t \right) - 1 \right]$$

(b) Procédé continu avec $\vec{E} \perp \vec{V}$

$$\theta = \frac{1}{m} \cdot \left[(1 + m \cdot \theta_E) \cdot \text{Exp} \left(\frac{m \cdot \sigma_0 \cdot S_p \cdot E^2}{\dot{Q} \cdot \rho \cdot C_p} \cdot x \right) - 1 \right]$$

(c) Procédé continu avec $\vec{E} // \vec{V}$

$$\theta = \frac{1}{m} \cdot \left(\left[1 + 2 \cdot m \cdot \left(\frac{m}{2} \cdot \theta_E^2 + \theta_E + \left(\frac{J^2 \cdot S_p}{\dot{Q} \cdot \rho \cdot C_p \cdot \sigma_0} \right) \cdot x \right) \right]^{\frac{1}{2}} - 1 \right)$$

Figure 37 : Différence de température ($T_w - T_b$) en fonction de la puissance et du nombre de Reynolds (eau et saccharose 50%p/p, conductivités : G1, G2 et G3, position $x=432\text{mm}$, $T_w = ThC-7$), / Temperature difference ($T_w - T_b$) versus heat power and flow regime (Water and sucrose solution 50%w/w, electrical conductivities: G1, G2 et G3, $x=432\text{mm}$, $T_w = ThC-7$),

• **Appliquée** : Modélisation et conséquence d'un encrassement lors du traitement thermique du lait entier par effet Joule direct (collaboration avec D. Fabrice Chopard, Alfa-Laval-Vicarb).

Les couplages entre les phénomènes thermique, électrique et hydrodynamique générés en présence d'un encrassement dans un chauffage par effet Joule direct de géométrie plane ont pu être étudié sur matrice réel (stérilisation UHT du lait entier). Nos objectifs scientifiques et techniques étaient :

- (i) définir et valider expérimentalement un critère d'encrassement (**figure 38**) basé sur des mesures thermiques et électriques globales, Rh_{CO}
- (ii) simuler numériquement des profils de température (fluide, dépôt, paroi de l'électrode) pour démontrer l'effet "Boule de neige" des mécanismes d'encrassement (**figure 39**).

Dans ce contexte applicatif, les phénomènes à considérer et les critères à satisfaire pour réussir une opération de stérilisation avec cette technologie de chauffage ont été explicités et analysés.

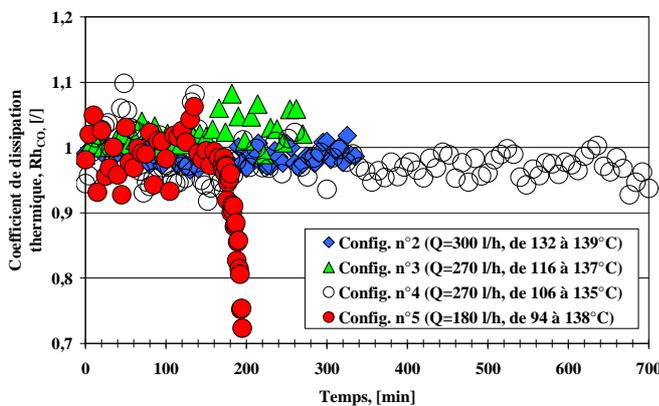


Figure 38: Coefficient de dissipation thermique Rh_{CO} en fonction du temps (Configuration n°2 à 5) / Heat dissipation coefficient versus time in ohmic heater (Configuration n°2 to 5).

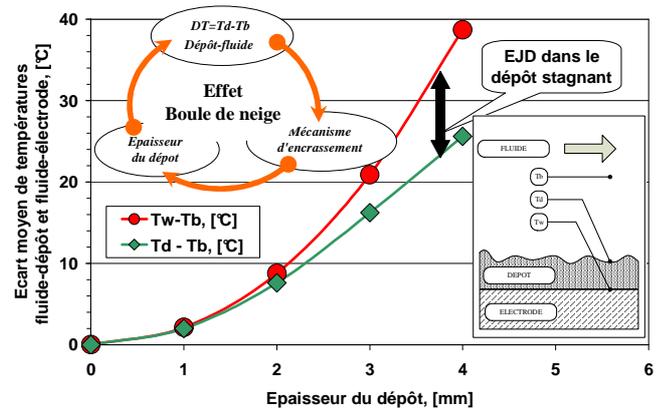


Figure 39 : Evolution des différences moyenne des températures fluide - dépôt et fluide - électrode en fonction de l'épaisseur de dépôt (Fluide : lait entier, $Q=200\text{l}\cdot\text{h}^{-1}$, $T_{be}=50^\circ\text{C}$, $T_{bs}=92^\circ\text{C}$) / Modelling of wall overheating due to deposit: evolution of temperature differences, $T_b - T_w$ and $T_b - T_d$ versus the thickness of deposit.

Ce travail expérimentale sur matrice réelle est riche d'enseignement et révèle que plusieurs phénomènes doivent être évités lors du traitement de fluides alimentaires encrassant :

L'apparition de la convection mixte. La convection mixte apparaît rédhibitoire pour le traitement thermique de fluides alimentaires thermosensibles et exhibant un pouvoir encrassant. Elle entraîne (i) une hétérogénéité du traitement thermique sur une même section et (ii) une surchauffe locale importante génératrice d'encrassement. Ces phénomènes ont été étudiés de manière approfondie dans des configurations comparables en l'absence d'encrassement (*Ould El Moctar et al., 1993; El-Hajal et al., 1998*).

Une différence de température paroi de l'électrode – fluide, T_w-T_b élevée. Le contrôle de cette différence de température est essentiel car elle peut amorcer un mécanisme d'encrassement. La corrélation empirique établie permet d'estimer cette valeur et montre l'existence de conditions de chauffage quasi volumique si le régime d'écoulement est turbulent.

Le développement d'un dépôt encrassant. La simulation numérique de conditions de fonctionnement en présence d'un dépôt démontre la difficulté de traiter un fluide alimentaire encrassant dans un tel système. L'analyse des mécanismes met en évidence un couplage dominant entre les transferts thermiques induits par l'effet Joule direct dans le dépôt et les phénomènes convectifs étroitement liés à l'hydrodynamique locale à sa surface. L'effet "boule de neige" des phénomènes d'encrassement est alors synonyme d'une instabilité des variables thermiques et électriques du procédé.

$$Rh_{CO} = \frac{\left(\frac{P_{elec}}{P_{ther}} \right)_{t=0}}{\left(\frac{P_{elec}}{P_{ther}} \right)_t}$$

Une dérive du coefficient de dissipation thermique, Rh_{CO} . Lors de la stérilisation du lait entier, nous avons montré que la nature de l'encrassement se produisant dans le chauffage ohmique semblait similaire à l'encrassement classiquement observé dans un ECP, même si l'analyse chimique du dépôt n'a pu être effectuée. L'impact de l'encrassement sur les performances thermique et hydraulique semble négligeable dans le chauffage ohmique alors qu'il induit une décroissance importante du coefficient de transfert de chaleur et une augmentation drastique de la perte de charge dans un ECP. Cependant, l'utilisation du coefficient de dissipation thermique permet de suivre une dérive des performances thermique et électrique du chauffage ohmique lorsqu'un encrassement y est généré dans des conditions défavorables induisant une dégradation thermique du dépôt (brulage) et une instabilité des variables thermiques et électriques (*figure 40*).

En conclusion, le chauffage par EJD étudié présente un rendement énergétique remarquable et proche de 100%. Cependant, sa mise en œuvre pour le traitement thermique de fluides alimentaires sera restreinte aux conditions suivantes :

- (i) un régime d'écoulement turbulent afin d'éviter les phénomènes de convection mixte et d'obtenir une surchauffe pariétale la plus faible possible en condition propre et
- (ii) le traitement de fluides présentant un faible potentiel encrassant dans les conditions opératoires considérées et générant un dépôt d'épaisseur et conductivité électrique faibles.

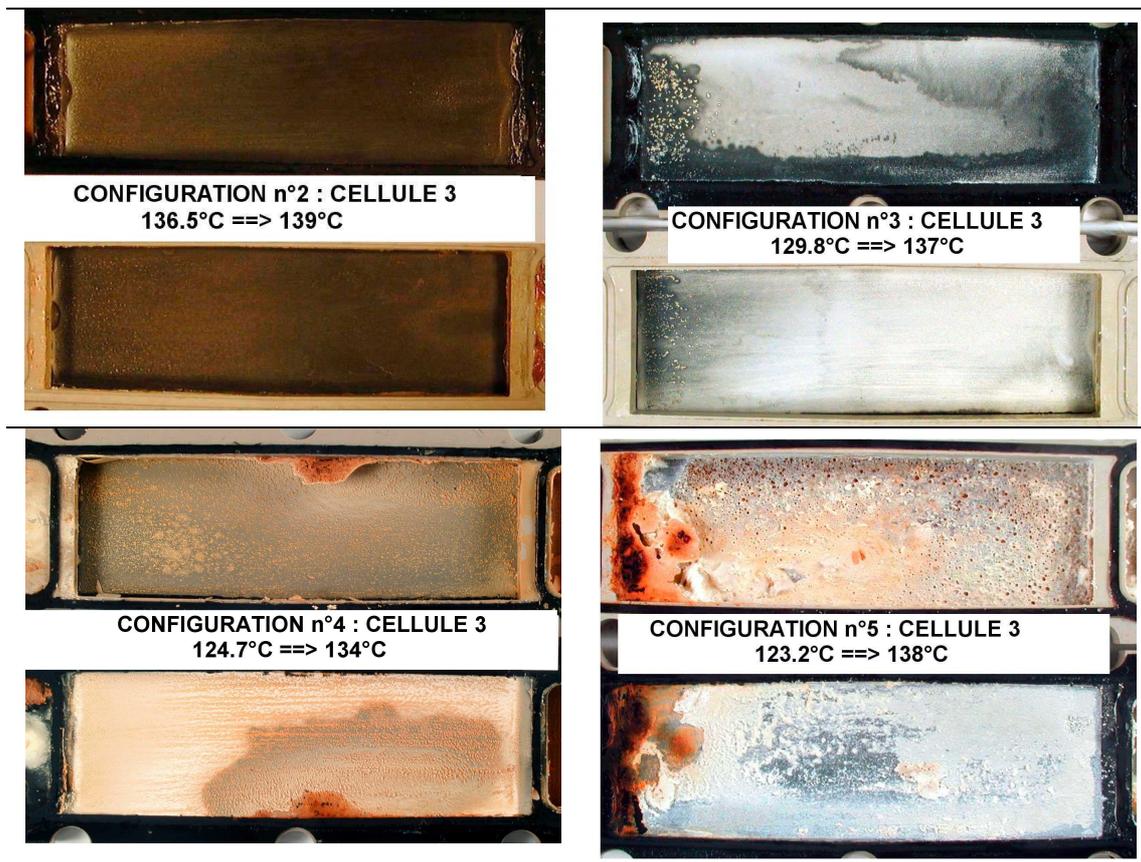


Figure 40 : Observation de l'encrassement généré par le lait entier dans la cellule n°3 du chauffage ohmique après les expériences n°2 à 5. / Observation of fouling generated by whole milk in cell 3 of ohmic heater after experiments 2 to 5.

B.3.2.3. Traitement thermique de fluides alimentaires complexes :

B.3.2.3.1. Les suspensions solide-liquide en procédé continu:

Dans les industries agroalimentaires (IAA), le traitement thermique en continu se présente aujourd'hui comme un moyen efficace et économique de détruire des micro-organismes dans une grande variété d'aliments (produits lactés, macédoine de légumes, petits pois, fruits au sirop, etc.). En raison de ses applications industrielles, l'écoulement des fluides newtoniens et non-newtoniens a fait l'objet de très nombreuses études théoriques et expérimentales. A l'inverse, les travaux portant sur l'écoulement de produits alimentaires diphasiques (solide - liquide) sont sévèrement limités par le manque de connaissances (compréhension et modélisation) des principes qui régissent le comportement de tels produits dans les équipements industriels. L'état de l'art sur la caractérisation de suspensions montre également une grande diversité des classifications des écoulements (Okuda, 1981 ; Fagla, 2002 ; Grabowski & Ramaswamy, 1995 ; Sastry & Zuritz, 1987). Ces dernières sont généralement basées sur une appréciation visuelle, les auteurs observant les particules se déplaçant dans des sections transparentes. De nombreuses variables expérimentales régissent le comportement des suspensions solide - liquide : les dimensions, la forme et la concentration en particules, les ratios de masses volumiques et leur dispersion, le comportement rhéologique du fluide porteur, le régime d'écoulement ou encore la géométrie et l'orientation des conduites (Chandarana, 1992 ; Ramaswamy et al., 1992 ; Sancho & Rao, 1992 ; Singh & Lee, 1992 ; Yang & Swartzel, 1991 ; Sastry, 1993 ; Abdelrahim et al., 1993 ; Lareo et al., 1997). Toutefois, l'influence de ces divers paramètres sur la distribution des particules au sein de la section de passage est assez mal connue.

- **Académique** : Critères définissant le degré d'homogénéité d'une suspension en écoulement (collaboration avec Mr. Jean-Yves Lecompte, Mlle Alexandra Legrand, M. Laurent De Ferrier).

Une méthode basée sur la visualisation de l'écoulement et sur une analyse géométrique de suspensions solide – liquide a été développée afin de caractériser quantitativement et objectivement leur homogénéité (*figure 41*). Elle consiste à déterminer la distribution cumulée des particules dans des conduites cylindriques. L'écoulement de suspensions modèles et réelles a été étudié en fonction du régime d'écoulement, de la concentration en particules, du comportement rhéologique du fluide, du diamètre de la conduite et de son orientation (horizontale ou verticale).

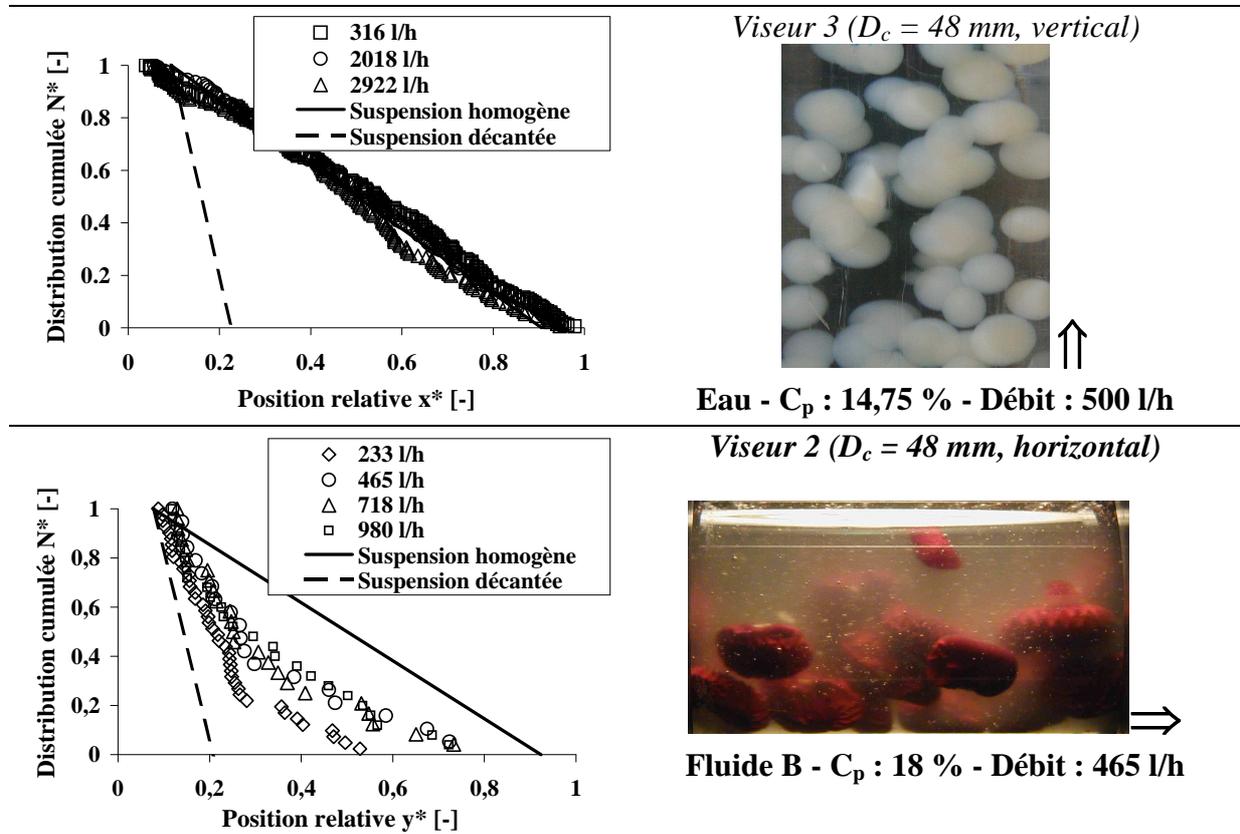


Figure 41 : Distributions cumulées de la concentration en particules et illustration des écoulements (Fluide modèle : eau + bille d'alginate) et réel (fluide non newtonien + particules réelles) - V2 et V3. / Cumulative distributions of particles and illustrations of quasi-homogeneous (Product A, V2 vertical duct, $D_c=36\text{mm}$, $C_p=8.3\%w/w$, $Q=500\text{l.h}^{-1}$) and heterogeneous (Product B, V3 horizontal duct – $D_c=48\text{mm}$, $C_p=18.1\%w/w$, $Q=2922\text{l.h}^{-1}$) suspensions.

Nos résultats démontrent que des critères quantitatifs (h^*_{50} , h^*_{10} , y^*_{50} et y^*_{10}) issus de la distribution cumulée des particules peuvent être définis pour caractériser l'homogénéité des suspensions (*figure 42*). La concentration (en particules) minimale de formation d'un lit ($C_{p_{min}}$) apparaît comme un critère fondamental pour distinguer les comportements des suspensions. En revanche, les corrélations établies en fonction d'invariants de similitudes telles que C_p , Re , Fr , Ar restent d'un intérêt limité même si de fortes analogies comportementales sont observées entre les suspensions réelles et modèles.

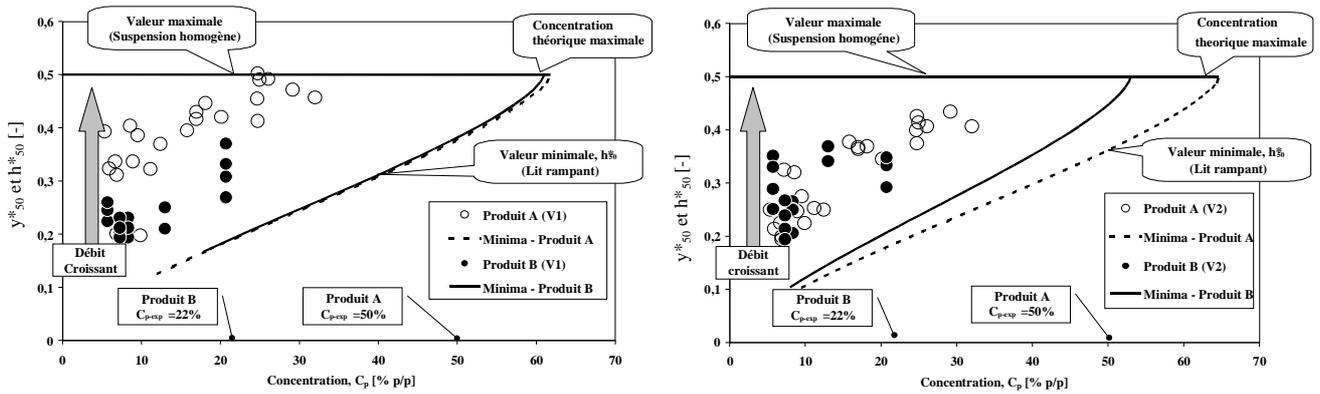


Figure 42 : Evolution de y^*_{50} en fonction de la concentration en particules pour différents débits – Conduites horizontales (V1, $D_c=36$ mm et V2, $D_c=48$ mm) – produits modèles (A) et réel (B). / Evolution of y^*_{50} and h^*_{50} according to particle concentration for products A and B (V1, $D_c=36$ mm et V2, $D_c=48$ mm).

- Appliquée :** Définition et application d'un arbre de décision pour passer d'un procédé batch à un procédé continu pour le traitement thermique (HTST) de suspensions alimentaires de particules fragiles en intégrant les contraintes liées à la science des aliments, l'hydrodynamique et les technologies de chauffage (collaboration avec Mlle Justine Santer, Mlle Magali Renuy, Mlle Alexandra Legrand).

Du fait d'une composition et de propriétés complexes, le traitement thermique en continu de suspension solide-liquide (e.g. particules fragiles en suspension dans un fluide porteur visqueux non-newtonien) reste une opération empirique et aléatoire comparée à l'appertisation. Les technologies alternatives (e.g. chauffage ohmique) peuvent permettre un traitement HTST (high temperature short time) mais requièrent une parfaite connaissance des propriétés thermomécanique et électrique des phases liquides et solides. Les propriétés des aliments sont nécessaires et jouent un rôle significatif pour prédire et définir la qualité et le comportement de suspension solide-liquide. Dans notre contexte applicatif, les propriétés de haricots rouges (*Phaseolus vulgaris L.*) et d'un fluide porteur exhibant un comportement rhéologique non-Newtonien ont été étudiées tout au long du procédé de transformation. Les propriétés physiques (comportement rhéologique, densité, forme et dimension), mécaniques (module élastique, contrainte et déformation maximales) et thermique (chaleur spécifique, conductivité thermique, diffusivité thermique) en fonction de la teneur en eau (11.6 to 67.4% w/w) ont été rapportées et analysées (figures 43 et 44). La conductivité électrique (propriété électrique) a été décrite en fonction de la température et de la concentration en particule par une équation semi-empirique.

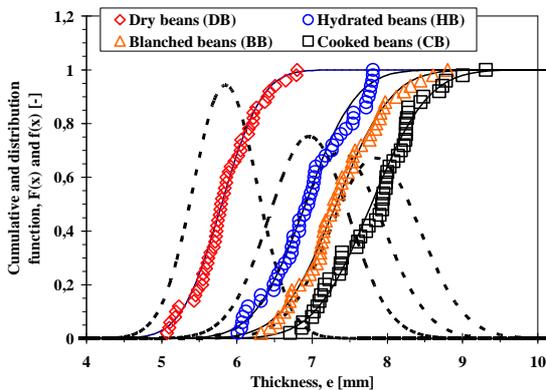


Figure 43 : Distribution normale de l'épaisseur des particules en fonction de la teneur en eau le long du procédé. / Normal distribution of particle thickness versus water content along the process.

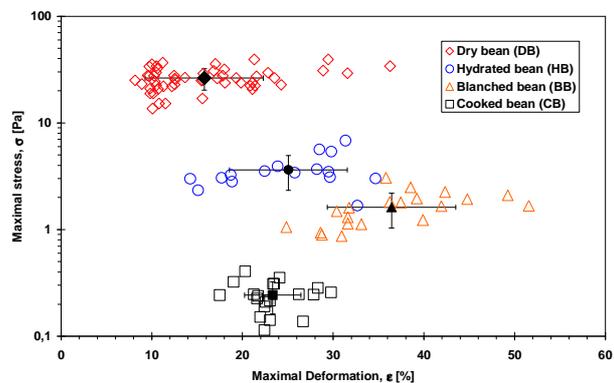


Figure 44 : Contraintes à la rupture en fonction de la déformation maximale admissible pour différents degrés d'hydratation des particules le long du procédé. / Maximal stress versus maximal deformation for particles hydration rate along the process.

Les facteurs limitant pour réussir un traitement HTST d'une suspension hétérogène en procédé continu ont été identifiés, discuté et ont permis d'établir un arbre de décision (*figure 45*) intégrant les contraintes technologiques (technologie de chauffage), hydrodynamiques (structure de l'écoulement) et liées à la science des aliments (propriétés physique, thermique, mécanique et électrique).

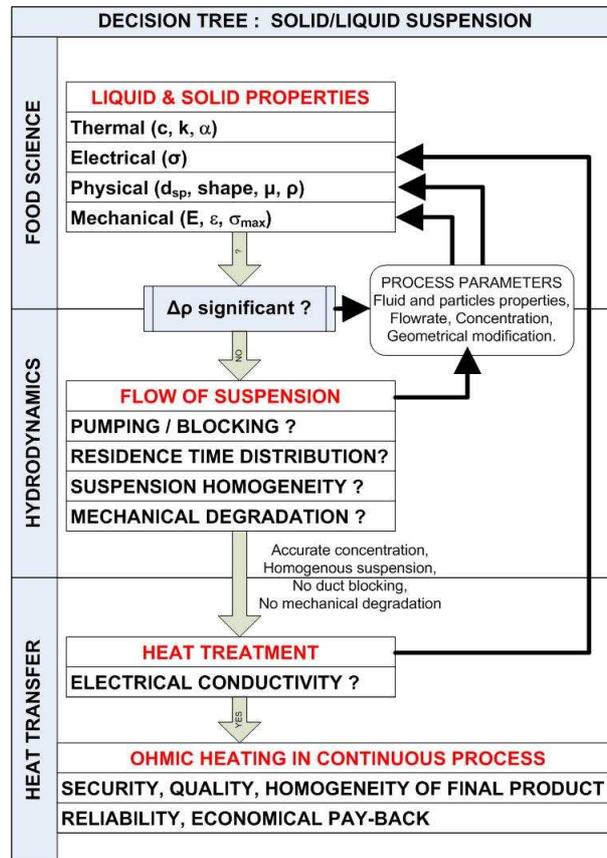


Figure 45 : Arbre de décision pour le passage d'un procédé batch à un procédé continu lors du traitement thermique par chauffage ohmique de fluides alimentaires complexes (solide-liquide suspension). / Passage from a batch to continuous ohmic heating process for complex solid – liquid food suspension - Decision tree [Fillaudeau, 2006].

B.3.2.3.2. Les fluides agroalimentaires encrassant

- **Appliqué** : Développement d'un capteur d'encrassement (collaboration avec M. Pascal Debreyne, LGPTA, D. Josef Korolzuck, STLO, D. René Cardénas, GEPEA, M. Fabien Cozic, M. Judicaël Lejay).

Lors de leur transformation, les produits issus de l'agriculture évoluent (réactions chimiques et biochimiques, croissances microbiennes, traitements thermiques, etc.) générant la plupart du temps des phénomènes d'encrassement des équipements avec des cinétiques (quelques minutes à quelques années) et des intensités (quelques micromètres à quelques centimètres) très variables. En agro-alimentaire, l'encrassement reste un phénomène mal compris (e.g. colmatage des membranes de filtration lors de la clarification d'un moût de fermentation, encrassement des échangeurs de chaleur lors de la stérilisation UHT, développement d'un biofilm dans les tours aérorefrigérantes), même si spécifiquement certaines applications telles que la pasteurisation et la stérilisation des produits laitiers sont largement étudiées, comprises et maîtrisées (Prakash et al., 2005).

La connaissance et la modélisation des mécanismes d'encrassement (dépôt minéral ou organique, développement de biofilm), ainsi que le développement d'outils de pilotage de ces procédés, présentent un intérêt scientifique et économique indéniable (Fillaudeau, 2006). Plusieurs systèmes de mesure basés sur des méthodes chimique, mécanique, optique, électrique, ultrasonore,

rhéologique ou thermique sont rapportés dans la littérature (Duffau et al., 1991, Prakash et al., 2005). Ces techniques peuvent s'avérer plus ou moins satisfaisantes (mesures globales ou locales, précision et robustesse de la mesure, estimation de l'épaisseur de dépôt), mais présentent parfois l'inconvénient d'être complexes dans leur conception ou dans leur mise en œuvre. L'Institut National de la Recherche Agronomique (INRA) a ainsi mis au point un capteur d'encrassement, basé sur la méthode du fil chaud et couplé aux mesures de flux de chaleur et des températures du fluide et de paroi (brevet INRA n°2885694, Fillaudeau et al., 2006a) dans un environnement thermique et hydraulique contrôlé.

Dans ce contexte, un capteur d'encrassement, dénommé BIOMOSYS™-HW et exploitant un brevet INRA (n°FR2885694) s'appuyant pour partie sur la méthode du fil chaud, a été développé et comparé à deux méthodes globales (perte de charge, coefficient global de transfert de chaleur). Une analyse critique (précision, mesures locales ou globales, estimation de l'épaisseur d'encrassement, suivi du nettoyage) a été rapportée et mis en évidence les avantages et les limites de chacune des méthodes. Le capteur BIOMOSYS™-HW présente un intérêt scientifique et industriel pour une quantification locale du dépôt en phase de formation (encrassement) ou d'élimination (nettoyage), ou pour l'analyser sous des conditions opératoires contrôlées. L'implantation de ce capteur, son mode de fonctionnement, son environnement thermique et hydraulique sont autant de facteurs à intégrer pour effectuer une mesure fiable. La cohérence entre l'estimation en ligne et la mesure postopératoire de l'épaisseur a été vérifiée et la possibilité de positionner ce capteur dans un endroit quelconque de la ligne de production permet de scruter des zones sensibles. L'information fournie est complémentaire de mesures globales dans l'objectif d'un pilotage optimisé des procédés ou d'aide à la décision.

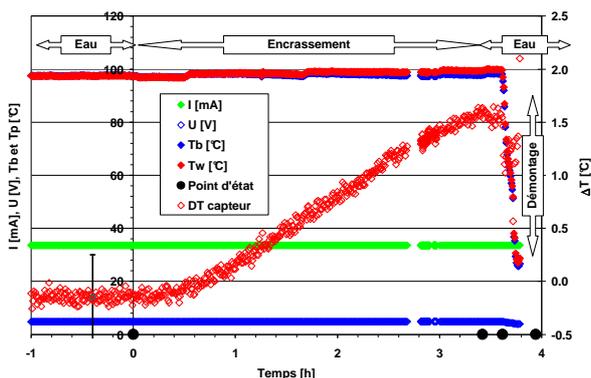


Figure 46: Evolution des signaux du capteur Biomosys™-HW (I , U , T_b , T_w , ΔT) – Etape d'encrassement avec le produit C – / Evolution of Biomosys™-HW sensor parameters (I , U , T_b , T_w , ΔT) - Fouling step with C

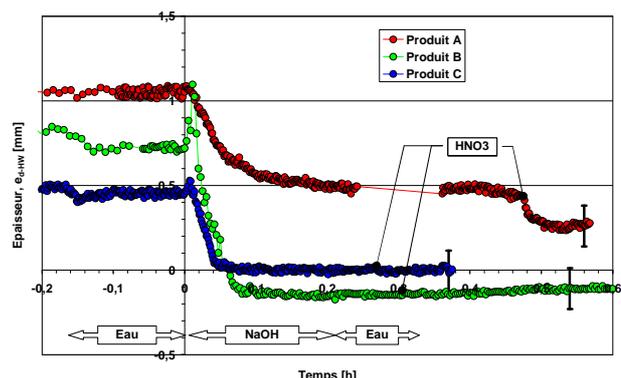


Figure 47 : Cinétique et efficacité du nettoyage après les étapes alcaline et acide – NEP après les essais d'encrassement avec les produits A, B et C – / Cleaning kinetics and efficiency after alkaline and acid cleaning step – CIP step after fouling experiments with A, B and C -.

- **Appliquée** : Logiciel de simulation des procédés continus (SPC v1.0) pour la stérilisation (stabilisation) des produits complexes (collaboration avec M. Frédéric Delcroix).

Ce travail repose sur la notion d'échangeur – réacteur et s'appuie sur l'utilisation et la valorisation des travaux académiques et industriels (publication, brevet, communication) dans une démarche intégrative des connaissances acquises ces 7 dernières années. Les performances thermique, électrique et hydrodynamique des procédés, la définition et la modélisation de critères quantitatifs (ex. homogénéité de traitement), la mise en place d'outils de décision (ex. arbre de décision, dimensionnement, choix technologique) ou la prise en compte des cinétiques de réactions sont autant de composantes qui sont alors à intégrer.

SPC v1.0 (dépôt APP, n°87.75.436, Logibox: 21015) a pour objectif de simuler les performances thermiques des procédés continus lors de la stabilisation des fluides alimentaires complexes (*figure 48*). Ce code vise à :

- (i) simuler les performances thermiques (profil thermique du fluide, de peau et de dépôt) et hydrauliques (perte de charge) d'un échangeur,
- (ii) prendre en compte l'incidence d'un dépôt encrassant,
- (iii) intégrer l'évolution qualitative (chimique et microbiologique) du produit au travers de plusieurs cinétiques de réaction,
- (iv) comparer l'efficacité et les conditions de fonctionnement de plusieurs technologies de chauffage : chauffages conventionnels méthodique et anti-méthodique, chauffage par effet Joule Indirect, chauffages par Effet Joule Direct avec $\vec{E} \perp \vec{v}$ et $\vec{E} // \vec{v}$.

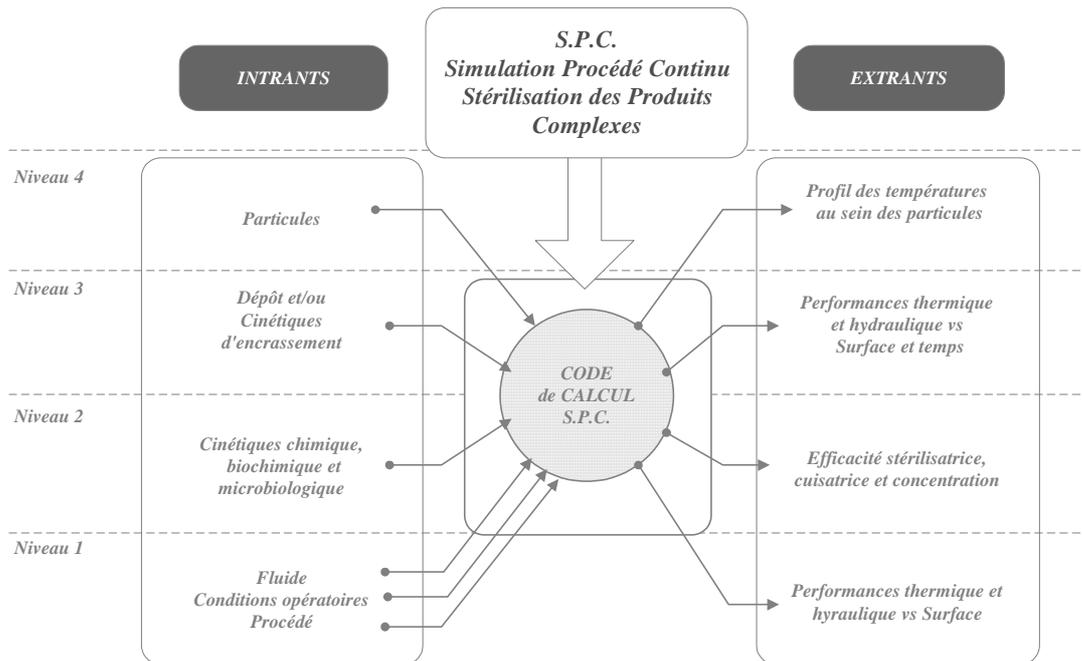


Figure 48 : Architecture principale (intrants, extrants, niveau de modélisation) définie pour le programme SPC v1.0. / Structure of SPC v1.0.

Le code source développé s'appuie sur l'analyse théorique des différentes technologies de chauffage. Les équations fondamentales de la thermique, les corrélations semi-empiriques entre invariants de similitudes pour les procédés considérés et les relations de thermodépendance des propriétés physiques des fluides constituent un système d'équations différentielles pouvant être résolu par des méthodes numériques, facilement programmables si les conditions d'initialisation et les critères de convergence (respect des bilans matière et thermique) sont imposés. La résolution numérique des systèmes d'équations différentielles (thermique, hydraulique, chimique, dépôt encrassant) est réalisée par discrétisation unidimensionnelle à pas fixe en fonction de la longueur d'échangeur par la méthode de Runge-Kutta d'ordre 4.

B.4. LES BIOTECHNOLOGIES : TRANSFERTS COUPLES DANS LES REACTEURS BIOLOGIQUES

B.4.1. Cadre administratif et objectifs scientifiques

Depuis février 2005, j'exerce mon activité scientifique au sein du LISBP (CNRS UMR5504 – INRA UMR792, INSA). Afin de mieux rendre compte de l'impact de ma mutation et des activités initiées et en développement, nous décrirons successivement et sommairement la structure puis l'équipe d'accueil et enfin le positionnement de mes actions scientifiques.

B.4.1.1. Présentation générale du LISBP

Le LISBP est issu de la fusion du Laboratoire Biotechnologie-Bioprocédés (LBB) UMR INRA/CNRS/INSA et du Laboratoire d'Ingénierie des Procédés de l'Environnement (LIPE) de l'INSA et il associe des équipes de recherche dont les activités relèvent des Sciences du Vivant et des Sciences Pour l'Ingénieur. Le périmètre de cette unité renforce fortement les études génériques en Génie des Procédés de l'ex-LBB, tout en ouvrant vers les perspectives ambitieuses dans le domaine de la biologie intégrative. Les connaissances génériques issues des diverses équipes de recherche convergent vers une meilleure compréhension des interactions dynamiques et multi-échelles entre les micro-organismes / enzymes et leur environnement physico-chimique et mécanique. L'ensemble nécessite une analyse des systèmes complexes, aussi bien dans leur composition que dans leur évolution spatio-temporelle.

Les concepts mis en œuvre vont de l'ingénierie des bioprocédés à l'ingénierie cellulaire et moléculaire. Les sciences du vivant (noyau central de son activité) sont intégrées dans la notion de génie de la fermentation pour des applications ciblées dans l'agroalimentaire (fermentation), la santé (biomédical), les énergies vertes (biocarburant) et l'environnement (dépollution). Les équipes de recherches sont orientées selon cinq axes disciplinaires. Ces domaines sont ensuite subdivisés en équipes de recherche appelées EAD (Equipe d'Accueil des Doctorants, cadres jaunes) qui prennent en charge des sujets beaucoup plus précis. Les cinq axes disciplinaires du laboratoire sont :

1. Biocatalyse,
2. Physiologie et métabolisme microbien,
3. Systèmes microbiens et bioprocédés,
4. Transfert interface et mélanges,
5. Séparation interaction et procédés hybrides.

B.4.1.2. Activités et thématiques de l'équipe Génie Microbiologique (EAD8)

L'EAD8, Equipe de Génie Microbiologique: analyse systémique et innovation des procédés, est rattachée à l'axe "Systèmes Microbiens et Bioprocédés" ; elle est placée sous la responsabilité de Dr. C. MOLINA-JOUE et se compose, en Août 2007, de 11 permanents (2 PU, 2 MdC, 2 CR, 3IR et 2 Techniciens) et 5 doctorants. La thématique de l'équipe concerne l'analyse des dynamiques et stœchiométries des réactions microbiennes, afin d'identifier les processus et mécanismes limitant les performances des systèmes microbiens d'intérêt placés dans des environnements extrêmes, proches des conditions industrielles. L'objectif des thèmes de recherche est de mieux comprendre la relation procédé – environnement - physiologie du microorganisme afin d'en déduire les conditions optimales de sa mise en œuvre. La démarche vise à diagnostiquer les étapes limitantes, à y remédier et à caractériser l'influence des paramètres physico-chimiques sur le comportement microbien et sa physiologie : effet de substrats (conception de milieux, inhibitions, biodisponibilité), effet des produits (activations, inhibitions). Ces activités s'appuient sur la mise en œuvre de microorganismes modèles (ou sous contraintes industrielles) et dans un environnement quantifié (sans limitation par les transferts de matière ou de chaleur) avec des outils d'études adaptés aux mécanismes biologiques ciblés. L'analyse des cinétiques réactionnelles se fait à trois niveaux d'observation :

1. Analyses macroscopiques : Variables d'état et environnementales,

2. Analyses cellulaires : Variables biotiques, activités enzymatiques, composition, flux,
3. Analyses moléculaires : Génomique fonctionnelle transcriptome.

Les activités scientifiques développées au sein de l'équipe s'articulent autour de 4 thèmes :

1. **Intensification de productions microbiennes** dans le cadre d'une démarche générique, appliquée à la production de biocarburant. Etude des configurations de Bio-Procédé et de leur mode de conduite (Optimisation de Performances, Minimisation co-produit), et maîtrise du comportement microbien (Viabilité cellulaire en milieu extrémophile)

Application : 1. Biocarburant (Production de BIOETHANOL et de LIPIDES), 2. Valorisation industrielle (Appui Scientifique et Technique, Logiciel de MODélisation des PROductions BIOlogiques)

2. **Interactions dynamiques entre phénomènes biologiques et physiques.** Micromélange et Bioréactivité (Action de collaboration entre les axes TIM et SMB)

3. **Analyse physiologique intégrée et flexibilité métabolique.** Analyse systémique de la transition Respiro-Fermentaire chez la levure *Saccharomyces cerevisiae*. Homéostasie cellulaire chez *Saccharomyces cerevisiae* (Effets des Acides Faibles).

4. **Description et Simulation des systèmes microbiens** : Modélisations Structurées. Modélisations d'aide à l'expérimentation. Ce thème se propose de valider des hypothèses métaboliques (Minimisation de la production de glycérol lors de la fermentation alcoolique), et de développer des capteurs logiciels (Production de spiramycines par *Streptomyces ambofaciens* : descripteur métabolique, simulation et capteur logiciel, Conception/Stratégie/Optimisation de bioprocédés au travers de logiciels de conduite.

B.4.1.3. Objectifs scientifiques et positionnement

Le bioréacteur est mis en œuvre dans des objectifs de transformation de la matière première fermentescible en molécules d'intérêt (production de biomasse, de métabolites intra ou exocellulaire). La "réaction" microbiologique est étudiée en situation d'application et dans des conditions "industrielles". La démarche intégrative de l'équipe se heurte cependant à des "ruptures" d'échelle temporelle (temps caractéristiques des processus physiques: mélange - transfert, diffusion) et spatiale (observation à l'échelle du bioréacteur, du microorganisme, de l'intra-cellulaire) en fonction du niveau d'étude et de la complexité de l'information biologique (*figure 49*). La nécessaire mise en œuvre de mesures locales pertinentes (la cellule et son environnement) permettant de caractériser la vitesse, la concentration, la température pour quantifier les flux de chaleur, de matière et de quantité de mouvement, trouve logiquement sa place.

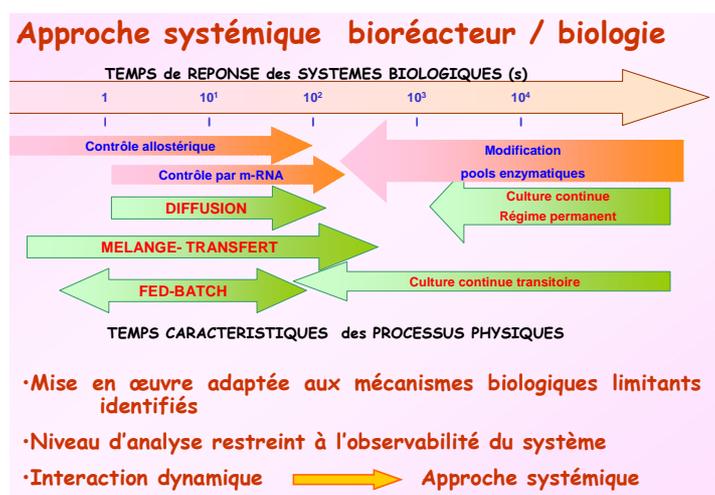


Figure 49 : Temps de réponse des systèmes biologiques. / Constant time of biological systems.

Les concepts et approches expérimentales que nous souhaitons développer portent sur l'**impact des caractéristiques polyphasiques d'un milieu de culture complexe évolutif sur les phénomènes de transfert**. Ces approches doivent s'inscrire dans les contours de l'équipe Génie Microbiologique et plus particulièrement en accord avec les thèmes 1 et 2 (§.B.4.1.2). Dans ce cadre, des approches macroscopiques et pour partie à l'échelle de la cellule sont envisagées. Les approches à l'échelle moléculaire et/ou la modélisation cellulaire reposent sur des formations initiales et des compétences très différentes des miennes, ne sont pas à ce jour dans le champ de mon projet. La difficulté majeure réside dans la quantification des phénomènes physiques complexes par le développement et la mise en œuvre d'outils spécifiques in-situ sans compromettre la maîtrise de l'activité biologique / dans le respect de la réaction biologique.

Par rapport à ce thème, nous nous attacherons à répondre aux questions suivantes : A quel questionnement scientifique cherche-t-on à répondre ? Quels dispositif expérimental et méthodologie sont envisagés ? Quels moyens humains et financiers sont nécessaires ou acquis pour soutenir ce travail ?

Les actions scientifiques initiées peuvent s'inscrire autour de 3 mots clés : **Milieu biologique (polyphasique et évolutif), Bioréacteur, Mesures physiques** et l'ensemble s'articule autour des outils classiques du génie des procédés (opération unitaire, invariant, bilan, transfert, couplage, approche systémique, modélisation et réaction) appliqués au bioréacteur. Concrètement ce cadre général (*tableau 10*) se traduit par la mise en œuvre de 2 actions principales :

1. **Etude hydrodynamique de réacteur biologique par des approches globales,**
2. **Mesures et caractérisation en ligne et/ou hors ligne des milieux biologiques.**

PROFIL	THEMES	OBJECTIFS	PERIODE / CONTEXTE / MOYENS HUMAINS
Transferts couplés dans les réacteurs alimentaires continus	1. Procédé de séparation par membrane		Période 2007-2010 <ul style="list-style-type: none"> • Veille scientifique et technologique / bibliographie • Publications scientifiques • Expertises et formations
	2. Traitement thermique en IAA 3. Technologies alternatives de stabilisation et conservation des aliments.		
	4. Capteur d'encrassement	<ul style="list-style-type: none"> • Valorisation du brevet et transfert technologique, • Mises sur le marché des prototypes et validation sur sites industriels. 	Période 2007-2008 <ul style="list-style-type: none"> • ACPI (dept CEPIA) : valorisation du brevet INRA • Collaboration avec NéoSens et P. Debreyne (LGPTA) • Soutien de l'AVAMIP
Transferts couplés dans les réacteurs biologiques.	1. Identification hydrodynamique des réacteurs biologiques.		
	11. Etude de la distribution des temps de séjours dans un bioréacteur hydrodynamique complexe	<ul style="list-style-type: none"> • Identification et modélisation hydrodynamique d'un réacteur bi-étagé avec recirculation cellulaire (BBRC) à travers la Distribution des Temps de Séjour (DTS) des phases liquides, biomasse et gaz. • Approches globales (DTS) 	Période : 2005—2008 <ul style="list-style-type: none"> • ANR Blanc IDyBioBiop • Post-doctorante INRA-CEPIA: L. BenGaïda (2007-2009)
	2. Mesures et caractérisation en ligne et hors ligne de milieux biologiques,		
	21. Etude rhéologique et mesures physiques hors ligne	<ul style="list-style-type: none"> • Apprentissage et formation personnelle à la fermentation,. • Etude et modélisation du comportement rhéologique d'un mout de fermentation en phase de croissance et d'accumulation, 	Période : 2005-2008 <ul style="list-style-type: none"> • Programme Airbus - Doctorat J. Cescut (2005-2008). • ANR Lipicaéro (2008-2010) • Collaboration avec l'IMFT (D. Anne-Archard)
	22. •Mesures et caractérisation en ligne et hors ligne des les milieux biologiques complexes et évolutifs	<ul style="list-style-type: none"> • Réalisation, instrumentation et contrôle d'une plate-forme de caractérisation des écoulements de milieux de culture complexes • Comparaison de mesures physiques en ligne et hors ligne, • Impact du comportement rhéologique sur les phénomènes de transfert. 	Période : 2007-2010 <ul style="list-style-type: none"> • Soutien de la structure fédérative FERMaT • Collaboration avec l'IMFT (D. Anne-Archard) • Bourse MESR : doctorat Y. Manon (2007-2010, co-encadrement Fillaudeau L./Anne-Archard D.) • Demande ANS2008 + soutien financier
23. Développement d'une métrologie en-ligne de la rhéologie des moûts de fermentation.	<ul style="list-style-type: none"> • Etude du couplage irréductible transfert thermique – quantité de mouvement. • Développement d'un micro-capteur innovant en technologie Microsystème - Intégration des régimes thermiques permanents et instationnaires – • Découplage des mesures d'encrassement et de la rhéologie du milieu. 	Période : 2007-2010 <ul style="list-style-type: none"> • Programme régional MIDIP • Collaboration avec la LAAS-CNRS, CIRIMAT et NéoSens. • Bourse CIFRE : doctorat J. Crattelet (2007-2010, co-encadrement Fillaudeau L./Esteve D.). 	

Tableau 10 : Synthèse des activités scientifiques : Objectifs, période et cadre contractuel. / Overview of scientific activities.

B.4.2. Structuration des actions et perspectives

B.4.2.1. Identification hydrodynamique de réacteurs biologiques.

Les chercheurs du LISBP ont développé un bioréacteur bi-étagé avec recyclage cellulaire (BBRC) dédié à l'étude du comportement de la levure *Saccharomyces cerevisiae* en condition de hautes concentrations en biomasse et en éthanol. Le premier étage est dédié à la croissance microbienne en condition de faible concentration en éthanol (effet inhibiteur de l'éthanol négligeable). La production de l'éthanol est réalisée dans le second étage en condition de haute concentration cellulaire, avec recyclage de la biomasse dans une boucle d'ultrafiltration. L'originalité du bioprocédé développé réside dans la recherche du maintien de l'activité du micro-organisme par le recyclage partiel des cellules du second étage vers le premier étage dans une boucle dite de « régénération ». Le micro-organisme est soumis à des variations locales des grandeurs environnementales : les cellules subissent une diminution de la concentration extracellulaire en éthanol d'un facteur 2 à 4 lors de leur transfert du second étage vers le premier étage.

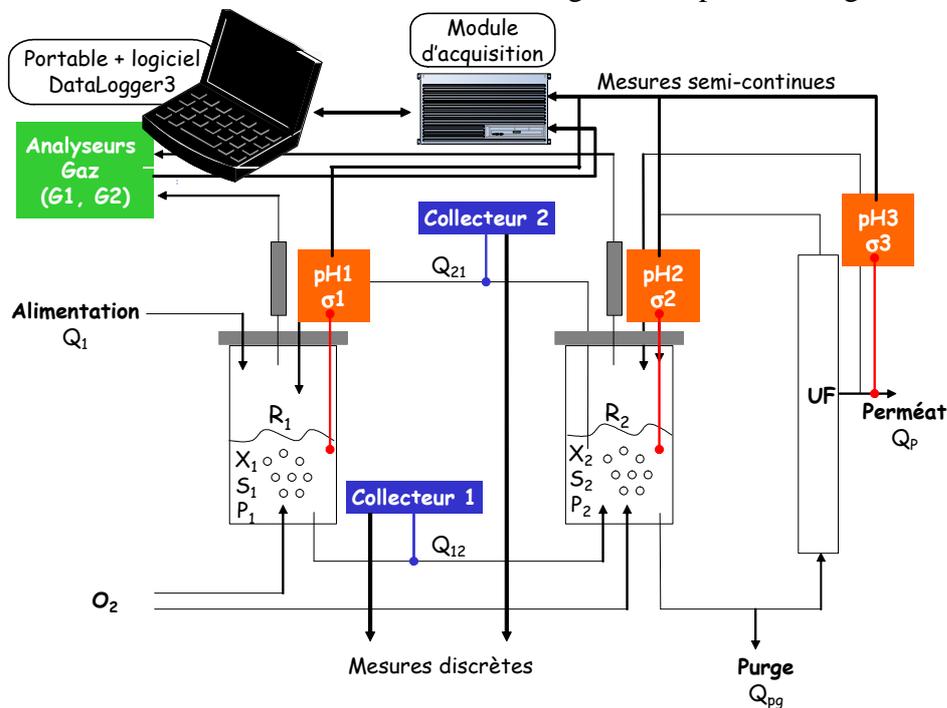


Figure 50 : Schéma du bioréacteur bi-étagé avec recyclage cellulaire – Instrumentation spécifique pour l'étude des DTS des phases liquides, biomasse et gaz).

Nos objectifs scientifiques sont inhérents à la complexité hydrodynamique du BBRC. Cette complexité est liée d'une part à la structure du réacteur (2 réacteurs avec double échange, boucle d'extraction, accidents hydrodynamique, etc.) et d'autre part à la nature des écoulements (liquide, gaz et biomasse), ce qui rend l'identification et la modélisation hydrodynamique du réacteur à travers la distribution des temps de séjour utile et originale. Ce réacteur se démarque par et requière une identification et une modélisation de la DTS des phases liquide, biomasse (solide) et gaz. Nous souhaitons (i) mettre en place un plan d'expérience en adéquation avec les points de fonctionnement préalablement identifiés en présence de la réaction biologique (Aldiguier A.S., 2005, Ben Chaabane F., 2006), (ii) sélectionner des méthodes de traçage et définir les conditions modèles (fluides modèles, conditions opératoires). Cette analyse viendra compléter d'autres approches et contribuera à comprendre et expliquer l'hétérogénéité des états (viabilité, mortalité, effet inhibiteur de l'alcool) et activités microbiennes en condition de hautes concentrations cellulaires.

Dans cet objectif, Thomas Le Roy (IUT Mesures Physique) a pu mettre en place et tester une chaîne d'acquisition, comprenant les capteurs dédiés à l'étude de la DTS. Cette première phase sera

confortée par l'arrivée de Mlle Lamia BENGALIDA au sein du LISBP (post-doctorante dept CEPIA-INRA, 24mois, 2007-2009) dont le travail portera spécifiquement sur l'identification et la modélisation hydrodynamique d'un réacteur bi-étagé avec recirculation cellulaire (BBRC) à travers la Distribution des Temps de Séjour (DTS) des phases liquides, biomasse et gaz. Une analyse et modélisation du comportement du procédé (formulation des solutions analytiques, analyse systémique via DTS Progépi) pourra être faite en partenariat avec le Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes (LAAS) du CNRS.

B.4.2.2. *Mesures et caractérisation en ligne et hors ligne des milieux biologiques,*

Lors de la conduite d'une réaction de fermentation en bioréacteur, il existe un très fort **couplage entre les paramètres physiques** du procédé (débit d'alimentation, agitation, aération, pH, température, limitation des transferts) **et le comportement des microorganismes** (diversité, variabilité, complexité et multiplicité des réactions, physiologie). La compréhension du rôle de ces multiples facteurs et leur contrôle est fondamental pour conduire la réaction biologique vers l'objectif défini (production de biomasse, de métabolites intra ou extra cellulaire, dégradation d'un substrat) et l'optimiser. Les propriétés rhéologiques des milieux de fermentation affectent simultanément les transferts de matière, de chaleur et de quantité de mouvement au sein des bioréacteurs. A ce titre, la connaissance, la caractérisation et la modélisation du comportement rhéologique d'un milieu de fermentation en fonction du comportement des microorganismes (viscosité apparente, concentration cellulaire, forme, MS, température), en présence et en absence de la phase gaz, apparaissent essentielles.

1. Etude rhéologique et mesures physiques hors ligne (*Programme Airbus / Doctorat J. Cescut / ANR Lipicaéro 2008-2010*)

Notre étude se focalise sur l'analyse du comportement rhéologique d'un milieu de culture complexe et évolutif (augmentation de la viscosité apparente, passage d'un comportement Newtonien à un comportement rhéofluidifiant) en condition réaliste de production sur un bioréacteur de 20L piloté et instrumenté, travaillant en condition de hautes concentrations de cellules pour la production de métabolites intracellulaires. Notre approche consiste à réaliser simultanément des mesures physiques (rhéologie, microscopie, thermogravimétrie, granulométrie) et des mesures des variables fermentaires. Un mode de culture fed-batch sur milieu synthétique et glucose a été réalisé sans limitation par l'oxygène et avec une limitation en azote avec les levures *Rhodotorula glutinis* (T=20 et 30°C, pH=5.5), cette limitation induisant une accumulation intracellulaire des lipides.

Les questions scientifiques auxquelles nous cherchons des réponses sont : Est-ce que l'accumulation de lipides intracellulaires affecte la morphologie des microorganismes et le comportement rhéologique du milieu? Par ailleurs, quelle est la contribution de la concentration en biomasse dans le comportement rhéologique du milieu? L'accumulation de lipides intracellulaires y contribue-t-elle?

La phase d'accumulation des lipides intracellulaires se traduit par une modification morphologique du microorganisme (forme et dimension) et par une perte significative d'eau intracellulaire (*photo I*).

Le comportement rhéologique du milieu semble affecté par la concentration en microorganismes. En revanche, une évolution notable du comportement rhéologique : augmentation de la viscosité apparente, passage d'un comportement Newtonien à un comportement rhéofluidifiant, a été observé en phase d'accumulation en lipides et pour des valeurs de biomasse vraie (X) constantes.

Ce point soulève de nombreuses interrogations afin de comprendre : Comment une accumulation intracellulaire peut-elle affecter le comportement rhéologique du milieu (fraction volumique en particule constante)? Quelle sont les conséquences de la phase de limitation sur les propriétés mécaniques des microorganismes (renforcement des parois cellulaires et sous quelle forme)? Le comportement singulier observé est-il spécifique de la souche utilisée, *Rhodotorula glutinis*?



Photo 1 : Illustration des corps lipidiques formés à l'intérieur du microorganisme, *Rhodotorula glutinis* (Hou-N2, t=41h, 30%g lipide/gms).

La production de biocarburant dans le cadre de ce doctorat repose sur la production intracellulaire d'Huile d'Organisme Unicellulaire (HOU). Ces fermentations sont suivies avec un double objectif: (i) comme observateur et acteur au titre d'un apprentissage et d'une découverte du génie fermentaire, (ii) mettre en place des analyses physiques des milieux biologiques au cours des cultures cellulaires en complément des analyses biologiques. Notre étude se focalise sur l'analyse du comportement rhéologique d'un milieu de culture complexe et évolutif (augmentation de la viscosité apparente, passage d'un comportement Newtonien à un comportement rhéofluidifiant) en condition réaliste de production sur un bioréacteur de 20L piloté et instrumenté, travaillant en condition de hautes concentrations de cellules pour la production de métabolites intracellulaires. Notre approche consiste à réaliser simultanément des mesures physiques (rhéologie, microscopie, thermogravimétrie, granulométrie) et des mesures des variables fermentaires (**figures 51 et 52**). Des cultures en mode fed-batch sur milieu synthétique et glucose (et/ou glycérol) sont réalisées sans limitation par l'oxygène et avec une limitation en azote. L'évolution du moût de fermentation se traduit par une augmentation de la concentration de la biomasse de 0.1 g/L à 132 g/L de matière sèche avec une teneur maximale en lipides accumulés de 53% p/p après 70 heures de culture et un rendement de conversion de 0.20 gLip.gGlu⁻¹. La valorisation scientifique de ce travail consiste actuellement en 4 communications depuis 2005.

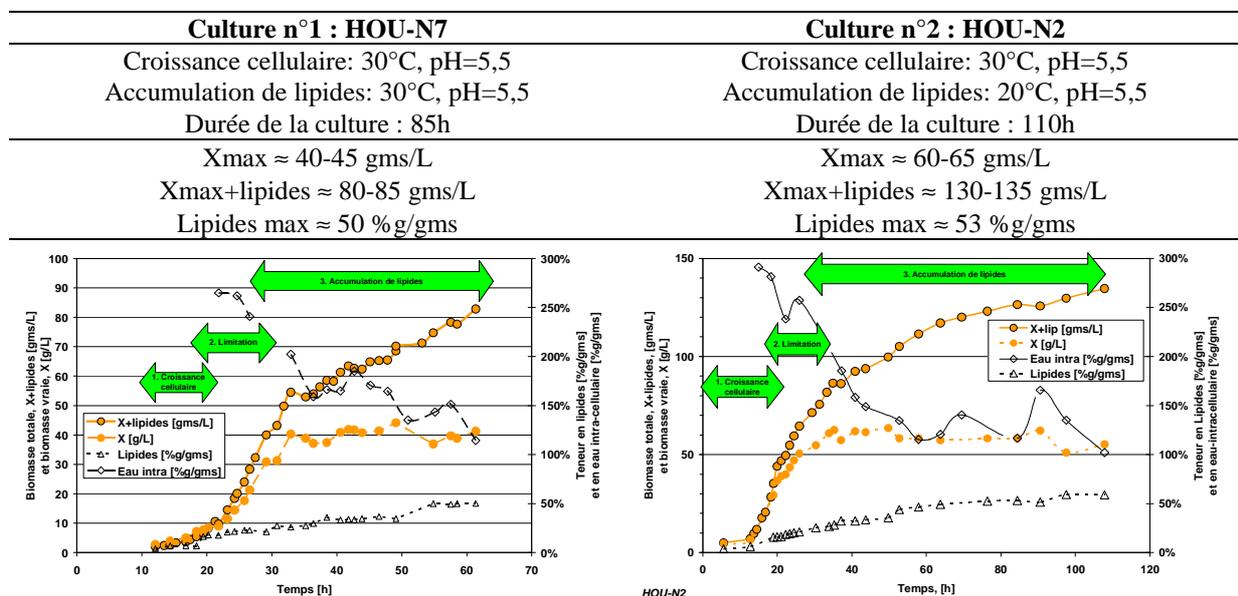


Figure 51 : Evolution de la biomasse vraie (X) et totale (X+lipides), et des teneurs en lipides et en eau intracellulaire en fonction du temps pour les différentes phases des cultures.

Cette action contribue fortement à ma formation en génie fermentaire au sein de l'EAD8 ; elle m'a permis d'initier une collaboration avec l'IMFT (D. Anne-Archard) mais aussi de me familiariser avec de nouvelles méthodes d'analyse et d'observation. Ce travail devrait se poursuivre sur la période 2008-2010 dans le cadre de l'ANR Lipicaéro, dont les objectifs scientifiques et techniques

visent à étudier l'influence de la conduite de fermentation sur les propriétés du moût et des interactions éventuelles avec les procédés ultérieurs de séparation et purification des molécules d'intérêt.

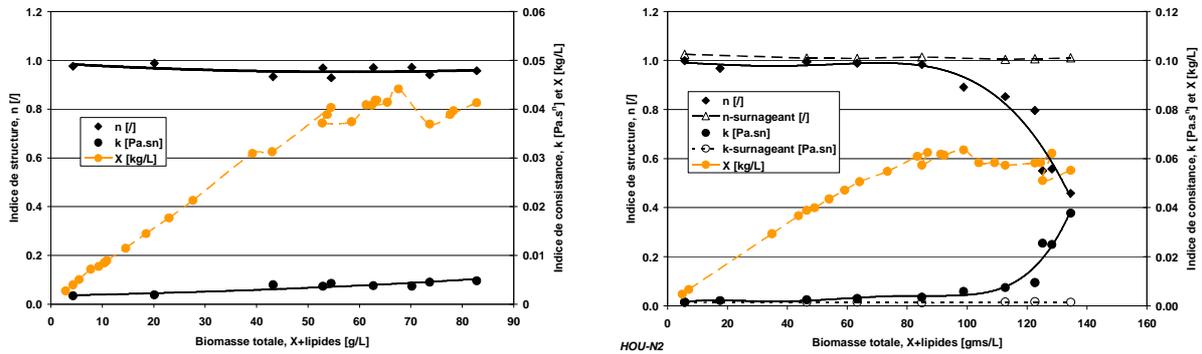


Figure 52: Evolution de la biomasse vraie (X) et du comportement rhéologique du milieu (indice de structure et de consistance, k) en fonction de la biomasse totale (X+lipides).

2. Etude de milieux de culture complexes et évolutifs et développement de mesures physiques en ligne (Doctorat Y. Manon / Structure fédérative Fermat)

Ce projet aborde l'étude dynamique d'un système réactif microbien afin de qualifier et quantifier les effets du couplage entre phénomènes physiques (mélange, transferts) et biologiques (métabolisme) dans les bioréacteurs. Ce travail s'appuie sur le développement et la mise en œuvre d'un pilote spécifiquement instrumenté (action en cours) qui permettra de fournir une information "physique" plus fine et élargie sur le milieu de fermentation.

Les objectifs scientifiques sont de parvenir à une meilleure compréhension de l'évolution et de l'impact des comportements rhéologiques dans les phénomènes de transferts qui gouvernent les bioprocédés. Les champs d'investigation retenus sont d'une part la production de hautes concentrations cellulaires et, d'autre part, la production de métabolites exo-cellulaires viscosogènes. Les objectifs techniques visent à réaliser des mesures physiques **en ligne** (rhéologie, consommation de puissance, observation, perte de charge) et **hors ligne** (rhéologie, microscopie, thermogravimétrie, granulométrie, dénombrement) sur les produits de fermentation en condition réaliste de production batch ou fed-batch (bioréacteur piloté et instrumenté, *figure 53*).

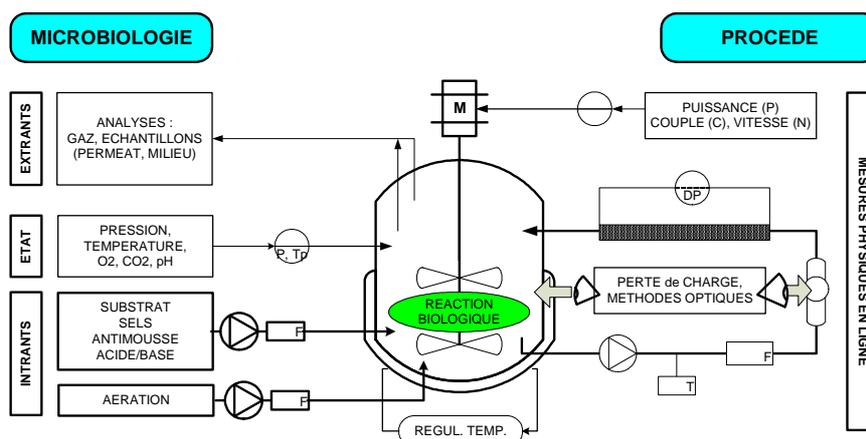


Figure 53 : Schéma de principe du pilote "rheo en ligne". / Pilot-plant dedicated to on-line and off-line physical measurements.

Ce projet repose sur une collaboration entre l'INSA-LISBP (EAD8 : Génie fermentaire) et l'Institut de Mécanique des Fluides de Toulouse (UMR 5502, Groupe EMT2). Le LISBP apporte la problématique et des connaissances en génie biologique, en fermentation et procédés, et l'IMFT des compétences en rhéologie et en hydrodynamique. Cette action sera confortée sur la période 2007-2010 par l'implication de M. Yannick MANON (doctorant, bourse MESR, durée 36mois, sept.

2007-2010) avec un co-encadrement avec D. Dominique Anne-Archard (IMFT). Ce projet a été accepté pour constituer la nouvelle structure fédérative FERMaT (thème 5: Rhéologie et maîtrise des transferts : 'RheMat') et une demande spécifique (ANS, demande matériel) sera faite au département CEPIA pour 2008. A court terme, notre priorité porte sur la mise en place d'un pilote instrumenté pour lequel un investissement complémentaire est nécessaire pour le montage mécanique et la réalisation d'une armoire électrique.

3. Développement d'une instrumentation spécifique (*programme région MIDIP, Doctorat J. Crattelet*),

Les cultures cellulaires en bioréacteur peuvent être, de manière très schématique, classées en 2 catégories. Premièrement, les procédés continus (opérations gérées sur le long terme - quelques mois ou années -, ex. dépollution, traitement des eaux) dans lesquels les microorganismes sont susceptibles de former des dépôts biologiques ou organiques dont la croissance doit être contrôlée ou maîtrisée dans l'intérêt du procédé. Deuxièmement, les procédés batch ou fed-batch (opérations gérées sur de courtes durées – quelques heures ou jours -) orientés vers la transformation ou la production de composés d'intérêt. Dans ce dernier cas, l'évolution des propriétés physiques du milieu (ex. comportement rhéologique) constitue un indicateur précieux pour suivre l'avancement de l'opération le plus précisément possible.

L'objectif scientifique consiste à caractériser et quantifier l'évolution des propriétés rhéologiques d'une culture cellulaire au travers du couplage irréversible existant entre le transfert thermique et la quantité de mouvement. La finalité technologique est d'implémenter l'instrumentation de la boucle de dérivation (action 2 : développement de mesures physiques en ligne). L'hypothèse émise vise à suivre la dégradation des transferts thermiques autour d'un capteur intégrant des matériaux d'interface de natures différentes (un favorable à l'encrassement et l'autre non). Les valeurs respectives de chaque élément sensible et leur valeur différentielle permettront d'interpréter les signaux à la fois sur la formation d'un encrassement éventuel et sur l'évolution du comportement rhéologique du milieu de culture (dégradation du coefficient de transfert de chaleur par convection). L'utilisation de capteur soient affleurant soit intrusif reposant sur les bases technologiques des Micro Systèmes se traduit par de multiples avantages: miniaturisation (structure et surface de l'élément sensible, sélection des matériaux d'interface), une simplicité d'utilisation, une maintenance allégée et des performances métrologiques accrues (sensibilité, précision, temps de réponse).

La conception et la réalisation de capteurs "prototypes" en technologie Micro Système et leur validation expérimentale à l'échelle pilote (milieu biologique) prendra place dans le cadre d'un doctorat (M. J. Crattelet, octobre 2007, 36mois, bourse CIFRE) en co-tutelle avec le LAAS-CNRS (D. Daniel ESTEVE). Les enjeux scientifiques et technologiques sont marqués par un caractère fortement multidisciplinaire (génie des procédés, électronique, science des matériaux) et feront appel à plusieurs partenaires du pôle scientifique toulousain INSA-LISBP, CIRIMAT, LAAS-CNRS et NéoSENS dans le cadre d'un contrat régional MIDIP (2007-2009).

B.5. CONCLUSIONS

- **Positionnement scientifique :**

Mes activités de recherche concernent l'étude des "**Transferts couplés dans les réacteurs**" avec pour domaine d'application les réacteurs alimentaires et plus récemment biologiques. Cette évaluation correspond à une transition scientifique suite à ma mutation du LGPTA (UR638) vers le LISBP (UMR792) en février 2005. Les travaux scientifiques développés et en cours de développement portent donc sur "**Les transferts couplés dans les réacteurs alimentaires continus**" (LGPTA UR638, procédés de séparation par membrane, traitement thermomécanique des fluides complexes) puis "**Les transferts couplés dans les réacteurs biologiques**" (LISBP UMR792, étude et impact des caractéristiques polyphasiques et du comportement rhéologique des milieux de culture complexes et évolutifs). Ce document distingue ces deux composantes en décrivant systématiquement les actions menées avec leurs apports soient académiques soient finalisés. L'ensemble de ces travaux s'inscrit dans le cadre de contrats, prestations et collaborations liés aux actions scientifiques développées (*tableau 11*). De même, l'ensemble des stages scientifiques entrant dans le cadre nos actions a quasiment toujours fait l'objet d'un co-encadrement (cf. § D.3).

La conversion thématique inhérente à ma mobilité vers les domaines scientifiques du LISBP (sciences du vivant) s'inscrit dans la continuité des outils scientifiques déjà développés en GIA. Les concepts et outils du Génie des procédés peuvent être mis en œuvre pour atteindre des objectifs de connaissances liées aux biotechnologies et en intégrant aux mieux les contraintes liées à la microbiologie industrielle. Cette démarche devient complémentaire des compétences déjà présentes au sein de l'équipe Génie microbiologique.

Le bioréacteur se présente comme un outil générique à l'interface entre le génie des procédés et les sciences du vivant. Les finalités de production de biomasse, de métabolites intra ou exo-cellulaires, dégradation de substrat se conjuguent dans de multiples champs d'application : l'environnement, les bioénergies, l'alimentaire, la santé. L'équipe génie microbiologique se singularise par l'intégration des contraintes industrielles de production. Une démarche scientifique générique associant modélisation, simulation et expérimentation se concrétise par une recherche finalisée visant à intensifier les bioproductions et maîtriser les hautes concentrations cellulaires.

L'émergence de nouveaux questionnements scientifiques en lien avec la caractérisation physique des milieux biologiques complexes et évolutifs est mise en œuvre. Ce point semble trouver réponse par le biais des différents projets soutenus soit par l'INRA-CEPIA, la région Midi-Pyrénées, l'AVAMIP, l'ANR et un partenariat industriel (NéoSENS, IAA) et académique (IMFT, LAAS-CNRS, CIRIMAT, structure FERMaT, INRA, HEI).

- **Valorisation des travaux scientifiques :**

L'analyse et le positionnement de mes actions de valorisation par rapport aux multiples voies possibles répondent au cahier des charges suivant :

1. La publication scientifique dans des journaux reconnus au niveau international. Cette composante est fondamentale et constitue, sans nul doute, une de mes priorités. Cependant, cette vision monolithique de la valorisation scientifique me semble extrêmement restrictive et ma production scientifique ne se limite pas et ne se résumera pas à ce stéréotype.
2. Diffusion vers des journaux fortement orientés vers le GIA et visant très pragmatiquement le monde industriel. Mon souci de publier mes travaux scientifiques et techniques vers ce type de journaux, mais aussi la communauté scientifique francophone reste une constante depuis plus de 10 ans, et le restera dans les années à venir.
3. Chapitre d'ouvrage, brevet, communication à congrès et symposium. Cette autre forme de communication fait partie intégrante de la valorisation des travaux scientifiques. Il me semble important de préciser que la notion de valorisation par communications et publications est

parfois antinomique d'une valorisation par brevet qui requiert en premier lieu l'absence de divulgation de la matière scientifique le plus souvent au cœur des brevets.

4. Une activité d'expertise (technologie alimentaire / sécurité alimentaire) auprès de l'AFSSA (CES "Arômes, Additifs et Auxiliaires Technologiques"), de la commission européenne DG-Agriculture et Développement durable (F5). L'expertise s'avère très formatrice et enrichissante par les domaines de compétence et la diversité des experts rencontrés (technologue, toxicologue, biochimiste, microbiologiste, médecin, pharmacien). La complémentarité des approches, des outils scientifiques et de la méthodologie d'expertise permet de conduire à une analyse le plus souvent pluridisciplinaire des saisines.

- **Identification des principales ruptures scientifiques.**

L'ensemble de mon activité scientifique relève du Génie Industriel Alimentaire et mon parcours scientifique m'a permis de me confronter à plusieurs thématiques scientifiques (procédé de séparation, traitement thermique, et plus récemment à la biotechnologie). Ceci en fait son originalité, parfois sa faiblesse mais aussi, je le crois sa force.

Les opérations de séparation par membrane et ou de traitement thermique telles que nous les avons étudiées (procédés continus), se caractérisent par des régimes permanents stationnaires ou quasi-stationnaires. Les constantes de temps des cinétiques d'encrassement s'avèrent découplées des variables d'état du procédé au sens strict. Le génie microbiologique se distingue de mes activités précédentes (procédés membranaires, traitement thermique) par les spécificités suivantes :

1. **La richesse et la complexité des sciences du vivant.** La microbiologie n'est qu'une composante des sciences du vivant, mais les avancées scientifiques et l'explosion des connaissances de ce domaine (génomique, transcriptomique, protéomique, etc.) la fractionne en une multitude de domaines de spécialistes.
2. **Le génie microbiologique** (mise en œuvre des microorganismes en bioréacteur) ou le contrôle de l'activité biologique par un environnement contrôlé et piloté (variables d'état, intrants et extrants). La réaction microbiologique est spécifique de l'activité du biocatalyseur et se contrôle par l'environnement physico-chimique (température, pH, pression, aération, agitation) et l'apport contrôlé de nutriments (substrat, vitamines, milieu salin, limitation, transfert d'oxygène). Cette activité biologique couplée soit à une croissance cellulaire, soit à une production (composés intra ou exo-cellulaires) se singularise par un système dynamique et donc des régimes instationnaires.

- **Perspectives 2007-2010.**

Mon activité sous le profil "Transferts couplés dans les réacteurs alimentaires continus" (procédés de séparation par membrane, traitement thermomécanique des fluides complexes) se limitera désormais à des actions de **veille scientifique et technique** (bibliographie), de **publication** de travaux scientifiques restant à valoriser, d'**expertises et formation**. Une action à court terme de valorisation et de transfert vers l'industrie (société NéoSENS) du brevet INRA (PCT FR2006-05424) se prolongera jusqu'en 2008 (soutenu par une ACPI du département CEPIA de l'INRA, de l'AVAMIP et le recrutement d'un ingénieur de recherche CDD 12mois).

Depuis mon arrivée au sein du LISBP, je suis successivement passé par des phases de formation aux sciences du vivant, d'apprentissage des outils scientifiques de l'équipe génie microbiologique, puis plus récemment de concrétisation et développement du projet initialement défini (recherche de soutien matériel, financier et humain) dont les actions en cours sont :

1. Identification hydrodynamique de réacteur biologique : étude de la DTS des phases gaz, liquide et biomasse au sein d'un bioréacteur bi-étagé avec recirculation cellulaire (post-doc CEPIA, Mlle Lamia BENGALIDA, 24mois).
2. Mesures et caractérisation en ligne et hors ligne des milieux biologiques (doctorant M. Yannick MANON, MESR, co-encadrement avec Dominique Anne-Archard, IMFT).
3. Développement d'une métrologie en-ligne de la rhéologie et de l'encrassement des milieux de culture (doctorat M. Jonathan CRATTELET, CIFRE, co-encadrement avec Daniel Esteve, LAAS).

Je m'efforcerais au travers de ces actions de mener des travaux à caractères académiques et finalisés avec des approches globales, et j'espère dans le future proche, locales (imagerie, capteur MEMS). L'échelle d'expérimentation et d'observation allant du macro (procédé) au micro (microorganisme).

PROCEDES THERMIQUES

OBJECT SCIENTIFIQUE	NATURE	ACTIONS MENEES
<ul style="list-style-type: none"> • Technologies électriques (TPC, CO) 	Contrat :	<ul style="list-style-type: none"> • Contrat européen JOE3-CT-97-0058, « Development of fouling mitigation methodology at the heat exchanger design stage », 1998-2001. • Prestation de service, Société Le Petit Cuisinier, Henin-Beaumont (62), Décembre 1998 • Contrat de Recherche Alfa-Laval-Vicarb, EdF R&D, INRA-LGPTA, « Etude de la compréhension des phénomènes couplés : électriques, thermiques, hydrauliques et impact sur les mécanismes d'encrassement dans une cellule de chauffage ohmique de type ERRO », 1999-2003. • Prestation de service, EDF, cellule ohmique FLASH, Août 2000. • Contrat de Recherche Alfa-Laval-Vicarb / EdF R&D / INRA-LGPTA, « Etude de la compréhension des phénomènes couplés : électriques, thermiques, hydrauliques et impact sur les mécanismes d'encrassement dans une cellule de chauffage ohmique de type ERRO », 2002-2005. • Contrat de Recherche EdF R&D / INRA-LGPTA associant Masterfood et Bonduelle, « Traitement thermique en continu de fluides alimentaires complexes chargés ou non en particules – Incidence de la technologie de chauffage », 2000-2004. • Contrat ADEME / EDF R&D / INRA-LGPTA, “ Etude des performances thermique et hydraulique d'une cellule de chauffage ohmique par jet de fluide: application aux fluides agroalimentaires fortement visqueux et encrassant”, 2004-2007.
	Encadrement :	<ul style="list-style-type: none"> • Ali Ayadi M., "Vérification métrologique des instruments de mesure d'une plate-forme de traitement thermique par chauffage électrique direct", Mastère Métrologie / Qualité de l'Ecole des Mines de Douai, Mai - Septembre 2001. • Ali Ayadi M., "Etude hydrodynamique d'une boucle de traitement thermique de produits alimentaires par chauffage électrique direct ", DEA en Génie Biologique, Université de Sfax, Tunisie, Janvier-Septembre 2001. • Ali Ayadi M. (doctorant), Contrat CIFRE (EDF R&D, Alpha-Laval, INRA-LGPTA), “ Chauffage électrique direct ”, début : Septembre 2001. • Boissier B., "Etude hydrodynamique (courbe de frottement, distribution des temps de séjour) d'un échangeur tubulaire à passage de courant avec et sans modification géométrique." Mémoire de fin d'étude IAAL, Mémoire de DEA Majeure en Génie des Procédés Industriels, Université de Technologie de Compiègne, France (60), Janvier-Septembre 2003. • Ghimi S., "Etude des performances thermiques, hydrauliques et électriques d'une cellule de chauffage à effet Joule direct par jet du fluide – Application aux fluides agroalimentaires fortement visqueux et encrassant", thèse de Doctorat , Université de Technologie de Compiègne, France (60), débuté le 01 novembre 2004 (Fillaudeau 15% - direction de thèse passée à JEF Maingonnat après mutation vers le LISBP en février 2005) - Contrat ADEME (EDF R&D, INRA-LGPTA).
	Collaboration :	<ul style="list-style-type: none"> • Université de Nancy (LEMTA), Mesure par vélocimétrie laser (PIV) des écoulements dans les cellules de chauffage ohmique.
<ul style="list-style-type: none"> • Stabilisation de fluides complexes contenant de grosses particules. 	Contrat :	<ul style="list-style-type: none"> • Contrat de Recherche EdF R&D, INRA-LGPTA. « Traitement thermique en continu de fluides alimentaires complexes chargés ou non en particules – Incidence de la technologie de chauffage », 2000-2004.
	Encadrement :	<ul style="list-style-type: none"> • Lecompte J.Y., Chauffage par tube à passage de courant de fluides contenant de grosses particules : étude de la distribution cumulée en particules dans une section cylindrique circulaire. ", Mémoire de fin d'étude IAAL, DEA Majeure en Génie des Procédés Industriels, Université de Technologie de Compiègne, France (60), Janvier-Septembre 2002. • Legrand A., “ Traitement thermique en continu de fluides alimentaires complexes chargés en particules : application à la sauce Chili, mise au point d'un fluide modèle & étude de l'écoulement de la suspension ”, Mémoire de DEA Majeure en Génie des Procédés Industriels, Université de Technologie de Compiègne, France (60), Janvier-Septembre 2002. • Legrand A. (doctorante), Contrat CIFRE (EDF R&D, INRA-LGPTA), “ Traitement thermique en continu de fluides alimentaires complexes chargés ou non en particules – Incidence de la technologie de chauffage ”, début : Janvier 2002. • Santer J., "Etude des caractéristiques physiques de produits alimentaires complexes chargés en particules", .", Institut Agroalimentaire de Lille (IAAL), Février-Avril 2003.

	Collaboration :	<ul style="list-style-type: none"> • EdF R&D, Co-encadrement du doctorat de Mlle A. Legrand, expérimentations sur le sites EdF des Renardières. • ENSCL – Cité scientifique, Villeneuve D'Ascq • ISA, Lille.
<ul style="list-style-type: none"> • Encrassement des échangeurs (et métrologie associée). 	Contrat :	<ul style="list-style-type: none"> • ANS département CEPIA, Encrassement des échangeurs de chaleur, 2004-2005. • ACPI-CEPIA, "Méthode et système pour la mesure et l'étude de l'encrassement d'un réacteur", Industrialisation du brevet INRA n°PCT FR2006-05424, collaboration avec la société NéoSENS.
	Encadrement :	<ul style="list-style-type: none"> • Cozic F., "Etude thermique d'une sonde de coagulation: projet sonde thermique LEIMA", Institut Agroalimentaire de Lille (IAAL), Janvier-Avril 2002. • Jourdain E., Druart S. et Maillet-Lerrat J., « Mise en œuvre et évaluation d'un capteur (sonde thermique) de changement de structure (procédé batch) ou d'encrassement (procédé continu) », Projet Industriel IAAL, Lille, Septembre – Décembre 2002. • Lejaye J., "Etude d'un capteur thermique (principe du fil chaud) : sensibilité et application en procédé continu et batch", Institut Agroalimentaire de Lille (IAAL), Février-Avril 2003.
	Collaboration :	<ul style="list-style-type: none"> • INRA-LEIMA, (Nantes) • INRA-LRTL (Rennes)
PROCEDES ATHERMIQUES		
OBJECT SCIENTIFIQUE	NATURE	ACTIONS MENEES
<ul style="list-style-type: none"> • Procédés de séparation par membrane. 	Contrat :	<ul style="list-style-type: none"> • Groupement des procédés de séparation par membrane GPSM – INRA 1996-2001 • Groupement d'intérêt scientifique GIS – INRA-CNRS PROSETIA (Procédé de Séparation et Technologie Agroalimentaire) • Contrat région Nord-Pas-de-Calais • Contrat de recherche INRA-ORELIS SA • Prestation de service PROFILTRA, Mai-Juillet 2000. • Contrat de Recherche PROFILTRA-INRA, n°A1544, « Application potentielle de la microfiltration dynamique (technologie RVF) en brasserie et étude hydrodynamique du module RVF », 2001- 2002.
	Encadrement :	<ul style="list-style-type: none"> • Ermolaev S., Chercheur accueilli dans le cadre du contrat PROFILTRA n°A1544 (Karpov Institute of Physical Chemistry, Russie), Juin 2001-Juillet 2002. • Boissier B., "Microfiltration dynamique (Technologie RVF) en brasserie - Analyse de la bière: méthodes EBC et granulométrie.", Institut Agroalimentaire de Lille (IAAL), Janvier-Avril 2002.
	Collaboration :	<ul style="list-style-type: none"> • Laboratoire de Biomécanique et d'Instrumentation Médicale (LBGB), Université de Technologie de Compiègne, Compiègne • Laboratoire de Bioadhésion et d'Hygiène des Matériaux (LBM), INRA, Massy • Laboratoire de Génie et Microbiologie des Procédés Alimentaires (LMPA), INRA, Grignon. • LMPM-CNRS, ENSCM, Montpellier

Tableau 11 : Synthèse administrative des contrats et projets de recherche, des encadrmeents et collaboration (1996-2007).

C. QUELQUES REFERENCES ET INVARIANTS DE SIMILITUDE.

- Abdelrahim K.A., Ramaswamy H.S., Marcotte M., & Toupin C. (1993) Residence time distribution of carrot cubes in starch solutions in a pilot scale aseptic processing system. *Food Research International*, 26, 431-442
- Abid C., Papini F., Ropke A., Veyret D., *Int. J. Heat Mass Transfer*, 37 (1994), 91-101.
- Aldiguié A.S., *Activité biocatalytique en haute densité cellulaire de Saccharomyces cerevisiae*, doctorat INSA Toulouse, 2005,
- Anderson A.K., Finkelstein R. (1919) A study of the electro-pure process of treating milk. *J. Dairy Sci.*, 2, 374-406.
- Ben Chaabane F., *Intensification de la production d'éthanol par Saccharomyces cerevisiae dans un réacteur biétagé avec recyclage cellulaire : modélisation et stratégie de conduite*. doctorat INSA Toulouse, 2006
- Benabderrahmane Y., Pain J.P., (2000), *Chem. Eng. Sci.*, 55, 1371-1384.
- Bhat A., Joshi V.K. (1998) Ohmic processing of foods, the concept, application, present status and future outlook. *Alimentaria*, Enero - Febrero, 83-88.
- Bimbenet J.J., Duquenoy A., Trystram G., *Génie des Procédés Alimentaires : des bases aux applications*. RIA Edition, Ed. Dunod, ISBN n°2 10 004435 4, 2002
- Biss C.H., Coombes S.A., Skudder P.J., (1989) The development and application of ohmic heating for the continuous heating of particulate food stuffs, *Proceeding of Process Engineering in the Food Industry*, Ed. Elsevier (Essex, England), 17-25.
- Blanpain-Avet P., Doubrovine N., Lafforgue C., Lalande M. (1999), The effect of oscillatory flow on crossflow microfiltration of beer in a tubular mineral membrane system – Membrane fouling resistance decrease and energetic considerations, *Journal of Membrane Science*, 152, 151-174.
- Bock M., Rögener F. (2002). Beer recovery from spent yeast with Keraflux membranes, *Brewing and Beverage Industry International*, 3, 8-10.
- Broens L., Shuurman R., Mepschen A., Noordman T.R., Holterman M. 2003). Practical brewery experience with beer membrane filtration. In: *Proceedings of the 29th European Brewery Convention*, Dublin, Ireland, 326-347.
- Bouzerar R., Jaffrin M.Y., Ding L., Paullier P., (2000), Influence of geometry and angular velocity on performance of a rotating disk filter, *AIChE Journal*, 46(2), 257-265.
- Bouzerar R., Ding L., Jaffrin M.Y., (2000), Local permeate flux-shear-pressure relationships in a rotating disk microfiltration module: implications for global performances, *Journal of Membrane Science*, 170, 127-141.
- CBMC (2002), *The brewers of Europe, Guidance note for establishing BAT in the brewing industry*. Confédération des Brasseurs du Marché Commun (CBMC), 181, chaussée de la Hulpe, boîte 20, B-1170 Bruxelles), réf. 1916-09-2001, 14 Octobre 2002.
- Chandarana D.I. (1992) Acceptance procedures for aseptically processed particulate foods. *Advances in Aseptic Processing Technologies*, R.K. Singh and P.E. Nelson Eds; Publisher: Elsevier Applied Science, London

- Cheryan, M. (1998), Ultrafiltration and microfiltration handbook (pp.349- 484). Lancaster PN, USA, Technomic publishing Company.
- Ciancia S. (2000), Micro-brewing : a new challenge for beer, *BIOS Int.*, 2, 4-10.
- Daufin G., Escudier J.L., Carrère H., Bérot S., Fillaudeau L., Decloux M. (2001). Recent and emerging application of membrane processes in food and dairy industry, *TransIChemE*, 79, Part C, 89-102.
- Davies L.J., Kemp M.R., Fryer P.J., (1999), The geometry of shadows : effects of onhomogeneities in electrical field processing. *J. Food Eng.*, 40, 245-258.
- De Alwis A., Fryer P.J., (1992), Operability of the ohmic heating process : electrical conductivity effects, *Journal of Food Engineering*, 15, 21-48.
- Duffau C., Grilot J.M., Navarro J.M., Vidil R. (1991) L'encrassement dans échangeurs : description, prévention et remèdes. Ed. GRETh.
- Eagles W.P., Wakeman R.J. (2002). Interactions between dissolved material and the fouling layer during microfiltration of a model beer solution, *Journal of Membrane Science*, 206, 253-264.
- El-Hajal J, Ould El Moctar A., Peerhossaimi H., (1998), Convection mixte dans un écoulement de Poiseuille vertical: étude comparative de chauffage volumique et pariétal à flux constant, *Int. Comm. Heat Mass Transfer*, 25(3), 309-319.
- El-Hajal J., (1997), Etude expérimentale et numérique de la convection mixte dans un écoulement de poiseuille en présence d'une dissipation volumique d'énergie par conduction électrique directe. Thèse de doctorat, ISITEM (Nantes).
- Eliot-Godereaux S., Zuber F., Guolliex A., (2001), Processing and stabilisation of cauliflower by ohmic heating technology, *Inn. Food Sci. Emer. Tech.*, 2, 279-287.
- Ernst & Young initiales ??? (2006), The contribution made by beer to the European economy : Employment, value added and tax. Final report, Amsterdam, January 2006.
- European Commission (1996), Council directive 96/61/EC, Brussels, 24 September 1996.
- Fagla B. (2002) Etudes thermomécaniques expérimentales de suspensions « solide - liquide » newtoniennes et non newtoniennes en écoulement dans une conduite horizontale. Doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine
- Fryer P.J., de Alwis A., Koury E., Stapley A., Zhang L., (1993), Ohmic processing of solid-liquid mixtures : heat generation and convection effects, *J. Food Eng.*, 18, 101-125.
- Fu W.R., Hsieh C.C., (1999), Simulation and verification of Two-dimensional ohmic heating in static system. *J. Food Sci.*, 64(6), 946-949.
- Gan Q., Field R.W., Bird M.R., England R., Howell J.A., McKechnie M.T., O'Shaughnessy C.L., Beer clarification by cross-flow microfiltration : Fouling mechanisms and flux enhancement, *TransIChemE*, 75, Part A, (1997), 3-8.
- Gan Q., Howell J.A., Field R.W., England R., Bird M.R., O'Shaughnessy C.L., McKechnie M.T. (2001). Beer clarification by microfiltration – product quality control and fractionation of particles and macromolecules, *Journal of Membrane Science*, 194, 185-196.
- Gan Q. (2001). Beer clarification by cross-flow microfiltration - effect of surface hydrodynamics and reversed membrane morphology, *Chemical Engineering and Processing*, 40, 413-419.
- Getchell B.E. (1935) Electric Pasteurization of milk, *Agri. Eng.*, 16, 408-410.
- Grabowski S., & Ramaswamy H.S. (1995) Characterization of single particle tube-flow behaviour at elevated temperatures. *J. Food Process Eng.*, 18, 343-361

- Ivory C.F., (2000), Temperatures profiles in the thermal entrance region for laminar flow in an electrically heated slit. *Chem. Eng.Sci.*, 55, 601-613.
- Jitariouk N., Appareil, système et procédé de séparation des liquides, brevet n°FR-97-14825, 26.11.1997.
- Kawasaki Y. and Kondo H. (2005), Challenges in the brewing business in Japan toward an environmentally friendly company. *MBAA TQ*, 42, 107-112.
- Koroneos C., Roumbas G., Gabari Z., Papagiannidou E., Moussiopoulos N. (2005), Life cycle assessment of beer production in Greece. *Journal of Cleaner Production*, 13, 433-439.
- Kuiper S., van Rijn C., Nijdam W., Raspe O., van Wolferen H., Krijnen G., Elwenspoek M. (2002). Filtration of lager beer with microsieves: flux, permeate haze and in-line microscope observation, *Journal of Membrane Science*, 196:159-170.
- Lareo C., Fryer P.J., & Barigou M. (1997) The fluid mechanics of two-phase solid-liquid food flows: a review. *TransIChemE*, 75, 73-105
- Leclerc J.P., Detrez C., Bernard A., Schweich D., DTS: un logiciel d'aide à l'élaboration de modèles d'écoulement dans les réacteurs, *Revue de l'institut Français du Pétrole*, vol.50 (5), 1995, 641-654.
- Lefebvre S., Thèse en Génie des Procédés Industriels, Université de Technologies de Compiègne, (1998).
- Levinson J. (2002), Malting-brewing : a changing sector, *BIOS Int.* 5 (1), 12-15.
- Li F.D., Li L.T., Li Z., Tatsumi E., (2004), Determination of starch gelatinization temperature by ohmic heating. *J. Food Eng.*, 62(2), 113-120.
- Marcotte M., Piette J.P.G., (1998), Electrical conductivities of hydrocolloid solution. *J. Food Process Eng.*, 21, 503-520.
- Mahalingam R., Tilton L.O., Coulson J.M., *Chem. Eng. Sci.*, 30 (1975), 921-929.
- Muzzio A., Parolini P., Wärme-und Stoffübertragung, 29 (1994), 487-494.
- Noordman T.R., Peet C., Iverson W., Broens L., van Hoof S. (2001), Cross-flow filtration for clarification of lager beer – Economic reality, *MBAA Technical Quarterly*, 38(4), 207-210.
- Noordman T.R., Berghuis O.A.E., Mol M.N.M., Peet C.J., Muller J.L.M., Broens L., Van Hoof S. (1999). Membrane filtration for bright beer, an alternative to Kieselguhr filtration. In: *Proceedings of 27th EBC Congress, Cannes, France*, 815-822.
- Okuda K. (1981) Trajectory and diffusion of particles in liquid-solid flow of slurry pipeline. *Journal of pipeline*, 1, 211-223
- Ould El Moctar A., (1992), Etude des phénomènes physiques couplés lors du chauffage volumique d'un liquide ionique en écoulement par conduction électrique directe, Thèse de doctorat, Ecole centrale de Nantes (Nantes).
- Ould-El-Moctar A., Peerhossaini H., Le Peurian P., Bardon J.P., (1993), Ohmic heating of complex fluids, *Int. J. Heat Mass Transfer*, 36(12), 3143-3152.
- Petukov B.S., Polyakov A.F., *Teplofizika Vysokikh Temp.*, 5 (1967), 87-95.
- Prakash S., Datta N., Deeth H. (2005) Methods of detecting fouling caused by heating of milk. *Food Reviews Int.*, 21, 267-293.
- Pratt J. (2001). Non-fouling membrane filter to recover beer from surplus yeast, *Brewing and Distilling International*, 32(6), 13-14.

- Prescott S.C. (1927) The treatment of milk by an electrical method. *Am. J. Public Health*, 17, 221-223.
- Quarini G.L., (1995), Thermal-hydraulic aspects of the ohmic heating process. *J. Food Eng.*, 24, 561-574.
- Ramaswamy H.S., Pannu K., Simpson B.K., & Smith J.P. (1992) An apparatus for particle-to-fluid relative velocity measurement in tube flow at various temperatures under nonpressurized flow conditions. *Food Research International*, 25, 277-284
- Riddell P., Kelly A., (2004), The Effect of Microporous Membrane Filtration on Beer Foam Stability, *MBAA Technical Quarterly*, 41(4), 379-385.
- Riou C., Rapport de la Direction des Etudes et Recherches d'E.D.F., HT-31/95/017/A, (1995).
- Sancho M.F., & Rao M.A. (1992) Residence time distribution in a holding tube. *J. Food Eng.*, 15, 1-19
- Sastry S.K., Palaniappan S., (1992), Mathematical modeling and experimental studies on ohmic heating of liquid-particle mixtures in a static heater. *J. Food Process Eng.*, 15, 241-261.
- Sastry S.K., Salengke S., (1998), Ohmic heating of solid-liquid mixtures : a comparison of mathematical models under worst-case heating conditions, *J. Food Process Eng.*, 21, 441-458.
- Sastry S.K., & Zuritz C.A. (1987) A review of particle behaviour in tube flow: applications to aseptic processing. *J. Food Process Eng.*, 10, 27-52
- Sastry S.K., & Zuritz C.A. (1988). A review of particle behaviour in tube flow : applications for aseptic processing. *J. Food Process Eng.*, 10, 27-52
- Sastry S.K. (1993) Momentum and heat transfer in particulate sterilization. In *Proceedings of Third Conference on Food Engineering*, Chicago-IL, USA
- Singh R.K., & Lee J.H. Residence time distribution of foods with/without particulates in aseptic processing systems. In *Advances in Aseptic Processing Technologies*, (1992) Elsevier Appl. Sci., Plubl., London
- Schneider J., Krottenthaler M., Back W., Weisser H. (2001). Vibrating membrane filtration of mash for the beer production, In *Proceeding of the 28th European Brewery Convention*, Budapest, Hungary.
- Serra C.A., Wiesner M.R., Lainé J.M., (1999), Rotating membrane disk filters: design evaluation using computational fluid dynamics, *Chemical Engineering Journal*, 72, 1-17.
- Snyder J., Haughney H. (1999). Use of vibrating membrane filter for the recovery of beer from surplus yeast, *MBAA Technical Quarterly*, 36 (2), 191-193.
- Stopka J., Bugar S.G., Broussous L., Schlosser S., Larbot A. (2001), Microfiltration of beer yeast suspension through stamped ceramic membranes, *Separation and Purification Technology*, 25, 535-543.
- Taine J., Petit J .P., *Mécanique des fluides anisothermes*, Ed. Dunod Universités-Bordas, Paris (1989), 213-229.
- Taylor M., Faraday D.B.F., O'Shaughnessy C.L., Underwood B.O., Reed R.J.R. (2001), Quantitative determination of fouling layer composition in the microfiltration of beer, *Separation and Purification Technology*, 22/23, 133-142.
- Thereska J., in *Proc of Récent Progrès en Génie des Procédés : Traceurs et Méthodes de Traçage* (Ed. Lavoisier Tech&Doc) 1998, 12 (61), 1-7.

- Van Hoof S.C.J.M., Noordman T., Berghuis O., Mol M., Peet C., Broens L. (2000). Membrane filtration for bright beer, an alternative to Kieselguhr, *MBAA technical Quarterly*, 37(2), 273-276.
- Verstl I. (1999), An open marriage – The brewing industry and international relations, *Brauwelt Int.*, 4, 464-467.
- Villiermaux J., *Génie es reaction chimique : conception et fonctionnement des réacteurs*. Ed. tech&Doc Lavoisier, ISBN n°2-85206-759-5, 1993
- Wang W.C., Sastry S.K., (1997), Changes in electrical conductivity of selected vegetables during multiple thermal treatments. *J. Food Eng.*, 20, 499-516.
- Wouda P., Seegers, R. (2005), Benchmarking energy efficiency world-wide in the beer industry 2003. In: Fachverlag Hans Carl Editor. *Proceedings of the 30th European Brewery Convention, Pragues (Czeck republic)*, Lecture 13.
- Yang B.B., & Swartzel K.R. (1991) Photo-sensor methodology for determining residence time distribution of particles in continuous flow in thermal processing systems. *Journal of Food Science*, 56, 1076-1081
- Yang T.C.S., Cohen J.S., Kluter R.A., Tempest P., Manvell C., Blackmore S.J., Adams S., (1997), Microbiological and sensory evaluation of six ohmically heated stew type foods, *J. Food Quality*, 20, 303-313.
- Ye X., Ruan R., Chen P., Chang K., Ning K., Taub I.A., Doona C., (2003), Accurate and fast temperature mapping during ohmic heating using proton resonance frequency shift MRI thermometry. *J. Food Eng.*, 59, 143-150.
- Ye X., Ruan R., Chen P., Doona C., (2004), Simulation and verification of ohmic heating in static heater using MRI temperature mapping. *Lebensm.-Wiss. U-Technol.*, 37(1), 49-58.
- Zareifard M.R., Ramaswamy H.S., Trigui M., Marcotte M. (2003) Ohmic heating behaviour and electrical conductivity of two-phase food system. *Inn. Food Sci. Emer. Tech.*, 4, 45-55.

Nombre de Reynolds	$Re = \frac{U \cdot d_h \cdot \rho}{\mu}$
Nombre de Reynolds azimutal, Re_R	$Re_R = \frac{\rho \cdot \omega \cdot r^2}{\mu}$
Nombre de Reynolds basé sur le débit, Re_Q	$Re_Q = \frac{\rho \cdot Q}{\mu \cdot \pi \cdot r}$
Nombre d'Eckman, E (inverse du Nombre de Reynolds d'entrefer, Re_s)	$E = \frac{1}{Re_s} = \frac{\mu}{\rho \cdot \omega \cdot s^2}$
Rapport de dimension, R	$R = \frac{s}{r}$
Facteur de frottement et nombre de Darcy	$f/2 = \frac{d_h}{4 \cdot \rho \cdot U^2} \cdot \frac{\Delta P}{L}$ ou $f/2 = \frac{Da}{8}$
Nombre de Rugosité	$Rug = \frac{2 \cdot \varepsilon}{d_h}$
Nombre de Sherwood	$Sh = \frac{k_m \cdot d_h}{D} = \frac{d_h}{\delta}$
Nombre de Schmidt	$Sc = \frac{\mu}{\rho \cdot D}$
Nombre de Nusselt	$Nu = \frac{h \cdot d_h}{\lambda}$
Nombre de Prandtl	$Pr = \frac{\mu \cdot C_p}{\lambda}$
Nombre de Peclet	$Pe = \frac{\rho \cdot u \cdot D_h \cdot C_p}{\lambda} = Re \cdot Pr$
Nombre Graetz	$Gz = \frac{\rho \cdot Q \cdot C_p}{\lambda \cdot L} = \frac{\dot{m} \cdot C_p}{\lambda \cdot L} = Re \cdot Pr \cdot \left(\frac{d_h \cdot \pi}{x \cdot 4} \right)$
Nombre de Grashof	$Gr = \frac{g \cdot \rho \cdot \Delta \rho \cdot d_h^3}{\mu^2}$
Nombre de Rayleigh	$Ra = \frac{g \cdot \rho \cdot \Delta \rho \cdot d_h^3 \cdot C_p}{\mu \cdot \lambda} = Gr \cdot Pr$
Nombre de Richardson	$Ri = \frac{g \cdot \Delta \rho \cdot d_h}{\rho \cdot U^2} = \frac{Gr}{Re^2}$
Nombre de Cameron	$X^+ = \frac{\left(\frac{x}{d_h} \right)}{\left(\frac{\rho \cdot U \cdot d_h \cdot C_p}{\lambda} \right)} = \frac{\left(\frac{x}{d_h} \right)}{Re \cdot Pr}$

Nombre de Stanton	$St = \frac{h}{\rho \cdot U \cdot C_p} = \frac{Nu}{Re \cdot Pr}$
Performance hydraulique :	$\frac{f}{2} = f(Re, Rug)$
Transferts thermiques :	$Nu = f(Re, Pr, Gz, Pe)$ en convection forcée $Nu = f(Pr, Gr, Ra)$ en convection naturelle $Nu = f(Re, Pr, Gr, Gz, Ri, X^+, Pe)$ en convection mixte
Transfert de masse :	En régime laminaire, $Sh = A' \cdot Re^\alpha \cdot Sc^\beta \cdot \left(\frac{d_h}{L}\right)^\epsilon$ en régime turbulent, $Sh = A'' \cdot Re^\alpha \cdot Sc^\beta$

Annexe 1: Quelques nombres sans dimension utilisés pour prédire les performances des procédés.

D. FORMATION PERSONNELLE, ENSEIGNEMENT, ENCADREMENT ET EXPERTISE

D.1. FORMATION PERSONNELLE

• Formations suivies de 1996 à 2004 :

1. Formation en Anglais – AFA (CERTIA, Villeneuve d'Ascq) – 1 à 2h / semaine (1997-2000).
2. Formation Powerpoint Perfectionnement (Lille) – 2 jours (2000).
3. Formation à la rédaction scientifique en français et en anglais (Danaé science, Mons) – 5 jour (2001)
4. Formation à la simulation numérique à partir de Fluent (HEI, Lille) – 5 jours (2003).
5. Formation communiquer avec les médias sur des enjeux scientifiques (Jaeglé consultant, Paris) – 2 jours (2004).

• ...depuis 2005 : formation aux sciences du vivant.

Le projet scientifique défini sous l'axe général "Transferts couplés dans les réacteurs biologiques" repose sur l'intégration d'une composante biologique (inexistante dans ma formation initiale) et m'a conduit à suivre une formation préalable en science du vivant (2005-2006). L'acquisition d'une compétence minimale en microbiologie, l'intégration des outils et des méthodologies spécifiques aux domaines abordés et l'apprentissage des cultures microbiennes en fermenteurs selon différents modes de conduite s'avèrent être un préalable obligatoire et nécessaire. La formation débutée au cours de l'année 2005 a nécessité un investissement personnel important et s'appuie sur (1) le suivi d'enseignement du département GBA de l'INSA (3^{ème} et 4^{ème} années) et la participation à des journées thématiques et (2) la participation à quelques fermentations encadrées et la prise en main de manière autonome des fermenteurs.

Les formations suivies représentent un volume horaire d'environ 120h et ont porté sur les enseignements suivants :

1. Physiologie Microbienne et production de Métabolites – Formation Prof. CRITT-INSA de Toulouse,
2. Microbiologie Générales (Aspect généraux de la biologie, cellule procaryote, cellule eucaryote, nutrition et croissance, virus) => biologie et biochimie structurale – M. REMAUD-SIMEON,
3. Identification Microbienne (classification et nomenclature, Caractères de classification et d'identification, Panorama du monde microbien) – V. PAQUET,
4. Filières Biologiques (Elément d'une filière, production d'éthanol et de solvant, production de polymère, filière de traitement des eaux) – E. PAUL,
5. Génie Microbiologique I, II et III (Formations de Produits, Réaction biologiques, Cinétiques, Stœchiométrie et rendement, Bilan matière –énergie – redox, modélisation, etc...) – J.L. URIBELARREA,
6. Formation LIREC – Lissage et Réconciliation de données – Formation intra-équipe 29 Novembre 2005.

D.2. ACTIVITE D'ENSEIGNEMENT

L'enseignement et l'encadrement, qui apparaissent étroitement liés, ont constitué une part importante de mon activité scientifique sur la période 2001 – 2007 (*tableau 12*). Cette activité d'enseignement en Génie Industriel Alimentaire (GIA) a donné lieu à l'élaboration de supports de cours spécifiques (Séchage, Procédés de séparation, Mécanique des Fluides non-Newtonien, Traitement thermique et technologies alternatives). Depuis mon arrivée au LISBP, toute mon activité d'enseignement liée au GIA a disparu. Seule une contribution mineure à un atelier bibliographique dans le cadre du Master Bioséparation et la participation à une formation ADRIA sur les technologies alternatives en GIA ont été effectuées. Ces actions seront maintenues dans les années à venir. La réémergence de mon activité d'enseignement en GIA devrait être possible si l'INSA en exprime le besoin sur des sujets

liés à mes précédentes activités scientifiques (i.e. procédé de séparation, stabilisation et conservation en IAA, traitement thermomécanique des fluides alimentaires complexes, Mécaniques des fluides non-newtoniens : rhéologie et interactions produit-procédé).

Année	Intervention	Organisme	Volume (h)	C+TD+TP (h)
2000	TP de GIA	CESIA	64	
	Formation Word / Excel	HEI	24	
	TP de GIA	IUT Bio. Appli	32	
	Séchage	CESIA	12	27+4+96
2001	TP de GIA	IAAL	64	
	Méca. Flu. Non Newtonien	HEI	10	
	Séchage	CESIA	12	
	TP de GIA	CESIA	64	10+12+128
2002	TP de GIA	CESIA	64	
	Méca. Flu. Non Newtonien	HEI	10	
	Séparation	HEI	8	
	Séchage	CESIA	8	
	TP de GIA	CESIA	32	20+8+98
2003	TP de GIA (M2)	ISA	32	
	TP de GIA	CESIA	32	
	TP de GIA (M2)	TECOBIO	16	
	Séchage (M2)	ISA	10	
	Méca. Flu. Non Newtonien (M2)	HEI	10	
	Séparation (M1)	HEI	8	22+8+80
2004	Séchage (M2)	ISA	12	
	Méca. Flu. Non Newtonien (M2)	HEI	10	16+6
2005	Atelier bibliographique (M2)	INSA	10	6
2006	Atelier bibliographique (M2)	INSA	10	6
	Technologies alternatives en GIA	ADRIA	4	4

Tableau 12 : Récapitulatif des enseignements dispensés sur la période 2003-2007.

D.3. ENCADREMENT DE MASTER, DOCTORANT ET POST-DOCTORANT.

D.3.1. DEA / Master recherche

1. Beuf M., "Longueur d'établissement thermique dans un échangeur tubulaire à densité de flux constante", Mémoire de fin d'étude, **DEA option Génie des Procédés Industriels, Université de Technologie de Compiègne, France (60)**, Mars - Septembre 2000. (co-encadrement avec JC Leuliet).
2. Ali Ayadi M., "Etude hydrodynamique d'une boucle de traitement thermique de produits alimentaires par chauffage électrique direct », **DEA en Génie Biologique, Université de Sfax, Tunisie, Janvier-Septembre 2001.** (co-encadrement avec JC Leuliet).
3. Lecompte J.Y., "Chauffage par tube à passage de courant de fluides contenant de grosses particules : étude de la distribution cumulée en particules dans une section cylindrique circulaire.", Mémoire de fin d'étude IAAL, **DEA Majeure en Génie des Procédés Industriels, Université de Technologie de Compiègne, France (60)**, Janvier-Septembre 2002. (co-encadrement avec JC Leuliet).
4. Legrand A., "Traitement thermique en continu de fluides alimentaires complexes chargés en particules : application à la sauce Chili, mise au point d'un fluide modèle & étude de l'écoulement de la suspension", **Mémoire de DEA Majeure en Génie des Procédés Industriels, Université de Technologie de Compiègne, France (60)**, Janvier-Septembre 2002.
5. Boissier B., "Etude hydrodynamique (courbe de frottement, distribution des temps de séjour) d'un échangeur tubulaire à passage de courant avec et sans modification géométrique." Mémoire de fin d'étude IAAL, **Mémoire de DEA Majeure en Génie des Procédés Industriels, Université**

de Technologie de Compiègne, France (60), Janvier-Septembre 2003. (co-encadrement avec C. André, HEI, Lille)

D.3.2. Doctorants

6. Legrand A., "Traitement thermique en continu de fluides alimentaires complexes chargés ou non en particules : Incidence de la technologie de chauffage", thèse de Doctorat , **Université de Technologie de Compiègne, France (60)**, soutenue le 17 janvier 2005. (co-encadrement JC Leuliet 30% / Fillaudeau 70%) - Contrat CIFRE (EDF R&D, INRA-LGPTA).
7. Ayadi M., "Etude et compréhension des phénomènes couplés : électriques, thermiques, hydrauliques et impact sur les mécanismes d'encrassement dans une cellule de chauffage ohmique de type ERRO", **thèse de Doctorat, Université de Nancy I**, soutenue le 21 janvier 2005. (co-encadrement JC Leuliet 70% / Fillaudeau 30%) - Contrat CIFRE (EDF R&D, Alpha-Laval, INRA-LGPTA).
8. Ghimi S., "Etude des performances thermiques, hydrauliques et électriques d'une cellule de chauffage à effet Joule direct par jet du fluide – Application aux fluides agroalimentaires fortement visqueux et encrassant", thèse de Doctorat , **Université de Technologie de Compiègne, France (60)**, débuté le 01 novembre 2004 (Fillaudeau 15% - direction de thèse passée à JEF Maingonnat après mutation vers le LISBP en février 2005) - Contrat ADEME (EDF R&D, INRA-LGPTA).

D.3.3. Post-doctorant

9. Ermolaev S., "Microfiltration tangentielle en brasserie (technologie RVF / Membranes planes)", contrat INRA-PROFILTRA n°A1544, accueil d'un chercheur russe (Karpov Institute of Physical Chemistry, Russie), Juin 2001-Juin2002.

D.3.4. Perspectives 2008-2010

Les différentes actions initiées (contrats de recherche, contrat région) doivent donner lieu à l'encadrement et l'accueil des personnes suivantes :

1. D. Lamia Ben Gaïda (post-doctorante, bourse INRA-CEPIA, durée 24mois, 2007-2009),
2. M. Yannick MANON (doctorant, bourse MESR, durée 36mois, 2007-2010) – co-encadrement avec D. Dominique Anne-Archard (IMFT)
3. M. Jonathan CRATTELET (doctorant, bourse CIFRE, durée 36mois, 2007-2010) – co-encadrement avec D. Daniel ESTEVE (LAAS-CNRS).
4. Poste Ingénieur de recherche (CDD 18mois, financement AVAMIP, 2008-2009) – co-encadrement avec D. Laurent AURET (CEO, NéoSSENS).

D.4. EXPERTISE

Une activité de review d'articles scientifiques est menée pour divers journaux scientifiques dont TransIChemE, Journal of Membrane Science, Chemical Engineering Journal, Resources, Conservation and Recycling.

Une activité d'expertise (technologie alimentaire / sécurité alimentaire) auprès de l'AFSSA (CES "Arômes, Additifs et Auxiliaires Technologiques") est menée depuis 2003 à raison d'une réunion mensuelle (1 jour/ mois + travail sur saisine et auto-saisine) soit l'équivalent de 25 à 30 jours par an depuis 2003. Ce travail est très formateur et enrichissant par la diversité des experts rencontrés et leurs compétences (technologue, toxicologue, biochimiste, microbiologiste, médecin, pharmacien), la complémentarité des approches et outils scientifiques pour l'analyse des saisines, et la méthodologie d'expertise permettant de conduire à la proposition par le CES d'un avis.

Ce travail d'expertise a été complété plus récemment en 2007 par une participation au groupe d'experts européens "Food additives and processing aids" dans le cadre de la CE-DG Agriculture et développement rural (F5).

E. PRODUCTION SCIENTIFIQUE 1997-2007

E.1. ARTICLES PRIMAIRES

E.1.1. Brevet

1. **Fillaudeau L.**, Debreyne P., Cardenas R., Korolzuck J. "Méthode et système pour la mesure et l'étude de l'encrassement d'un réacteur », Brevet français n°05-51202 déposé le 10 Mai 2005, Extension par voie PCT n° FR2006/05424, publication le 17/11/2006 n°FR2885694 (licence sur brevet par NeoSENS depuis octobre 2007).

E.1.2. Dans périodique à comité de lecture.

2. **Fillaudeau L.**, Lalande M., " Déterminations analytique et numérique des pressions transmembranaires en microfiltration tangentielle - Validation expérimentale ", Entropie, n°209, 1998, pp. 25-34.
3. **Fillaudeau L.**, Lalande M., " Le point sur la microfiltration tangentielle de bière de garde - Sur quel marché cette technologie peut-elle s'implanter ? ", BIOS, Septembre-Octobre 1998, n°276, 1998, pp32-36.
4. **Fillaudeau L.**, Lalande M., " Il punto sulla microfiltrazione tangenziale della bière de garde - Su quale mercato può inserirsi questa tecnologia ? ", Imbottigliamento, Tecniche nuove - Novembre/Dicembre 1998, n°6 anno 21 - pp58-63. (traduction de l'article paru dans BIOS n°276)
5. **Fillaudeau L.**, " La microfiltration tangentielle et ses applications potentielles en brasserie ", BIOS Boissons Conditionnement, Septembre 1999, n°283, 1999, pp42-44 (tirée de la communication orale au salon IPA 98).
6. **Fillaudeau L.**, Lalande M., " A practical method to predict steady-state flux and fouling in the crossflow microfiltration of rough beer with 1,40 micron tubular ceramic membranes ", TransIChemE, vol.76, Part C, December 1998, pp. 217-223.
7. Blanpain-Avet P., **Fillaudeau L.**, Lalande M., " Investigation of mechanisms governing membrane fouling and protein rejection in the sterile microfiltration of beer with an inorganic membrane ", (from Fouling and Cleaning in Food Processing '98 - COST-98, Jesus College Cambridge, 6-8 April 1998),.Trans IChemE, vol. 77, Part C, June 1999, pp. 75-89.
8. **Fillaudeau L.**, " Cross-flow microfiltration in the brewing industry - An overview of uses and applications ", Brewers'Guardian, July 1999, pp. 20-28.
9. **Fillaudeau L.**, "Outlook for new filtration techniques in brewing - application of cross-flow microfiltration for rough beer clarification", Brauwelt International, n°5, Vol. 17, Octobre 1999, pp 414-421.
10. Daufin G., Escudier J.P., Carrère H., Bérot S., **Fillaudeau L.**, Decloux M., "Recent and emerging application of membrane processes in food and dairy industry", TransIChemE, vo.79, Part A, June 2001, pp.1-14.
11. **Fillaudeau L.**, Carrère H., "Yeast cells, beer composition and mean pore diameter impacts on fouling and retention during cross-flow filtration of beer with ceramic membranes", Journal of Membrane Science, 196 (1), 2002, pp.39-57.
12. **Fillaudeau L.**, Chauffage des fluides agroalimentaires par effet Joule direct : conductivité électrique et expressions analytiques des profils de température", J. Ind. Agr. Alim., Juin 2004, pp.10-19.
13. **Fillaudeau L.**, "Investigation of fouling phenomena using hot wire method", Encyclopedia of Agricultural, Food and Biological Engineering, Ed. Dennis R. Heldman, Marcel Dekker Inc., 270 Madison avenue, New York, NY 10016 (<http://www.dekker.com/serlet/product/productid/E-EAFE>), DOI 10.1081/E-EAFE-120040368, 2006, 1-8.
14. **Fillaudeau L.**, Leuliet J.C., Tissier J.P., Maury V., Semet F., Debreyne P., Berthou M., Chopard F., "Etude de l'encrassement lors du traitement thermique du lait entier par effet Joule Direct", Ind. Alim. Agr., 123(09), 26-35, 2006.
15. **Fillaudeau L.**, Blanpain-Avet P., Daufin G., "Water, wastewater and waste management in brewing industries", Journal of Cleaner Production, 14, 2006, 463-471.
16. Legrand A., Berthou M., **Fillaudeau L.**, "Analyse de la distribution cumulée en particules dans des conduits cylindriques: application à l'écoulement de suspensions agroalimentaires solides – liquides", Ind. Agr. Alim., Janvier/Février, 123, 2006, 7-15.
17. **Fillaudeau L.**, Winterton P., Leuliet J.C., Tissier J.P., Maury V., Semet F., Debreyne P., Berthou M., Chopard F., "Heat treatment of whole milk by direct Joule effect – Experimental and numerical approaches to fouling phenomena", Journal of Dairy Science, 89, 2006, 4475-4489.
18. Legrand A., Berthou M., **Fillaudeau L.**, "Characterization of solid-liquid suspensions (real, large and non-spherical particles in non newtonian carrier fluid) flowing in horizontal and vertical pipes", J. Food Engineering, 78, 2007, 345-355.
19. **Fillaudeau L.**, Boissier B., Moreau A., Blanpain-Avet P., Ermolaev S., Jitariouk N., Gourdon A., "Investigation of rotating and vibrating filtration for clarification of rough beer", J. Food Engineering, 80, 2007, 206-217.
20. André C., Boissier B. and **Fillaudeau L.**, "Residence time distribution in tubular Joule Effect Heaters with and without geometric modifications", J. Chem. Eng. Technol., 30, n°1, 1-9, 2007.

21. Legrand A., Leuliet J.C., Kesteloot R., Duquesne S., **Fillaudeau L.**, " Physical, Mechanical, Thermal and Electrical properties of cooked red bean (*Phaseolus Vulgaris L.*) for continuous ohmic heating process", J. Food Engineering., 81, 2007, 447-458.
22. **Fillaudeau L.**, Boissier B., Ermolaev S., Jitariouk N., Gourdon A., "Etude hydrodynamique d'un module de filtration dynamique", Ind. Alim. Agri. (accepté pour publication).
23. **Fillaudeau L.**, Debreyne P., Ronse G., Guerin R., Doubrovine N., Bonnet B., Desmarest J., Auret L., "Comparaison de trois méthodes pour la mesures en ligne de la formation et l'élimination d'un encrassement laitier en procédé continu", Ind. Alim. Agr. (accepté pour publication).

E.1.3. Rapports diplômant

24. **Fillaudeau L.**, " Dosage de la matière grasse dans les poudres de lait - Corrélation entre les méthodes de référence (extraction à l'éther), acido-butyrométrique et infrarouge ", Rapport technique (IUT de Chimie – stage technicien), Laiterie Bridel-Besniers, Retiers (35), Juillet-Aout 1990.
25. **Fillaudeau L.**, " Bilan et optimisation de la station d'épuration de l'usine LU - La Haye Fouassière (44) ", Rapport technique (IUT de Chimie - stage technicien), SAUR, Nantes (44), Mai - Juin 1991.
26. **Fillaudeau L.**, " Suivi du traitement d'affinage par adsorption sur charbon actif à l'usine de production d'eau potable de Basse Goulaine (44) ", Rapport technique (H.E.I. – stage technicien), SAUR, Nantes (44), Juillet - Août 1992.
27. **Fillaudeau L.**, " Modélisation des pertes de charge sur l'unité de production d'oxyde d'éthylène ", Rapport ingénieur (H.E.I. - stage ingénieur), BP Chemicals, Lavéra (13), Juillet - Novembre 1993.
28. **Fillaudeau L.**, " Traitement thermique des fluides contenant de grosses particules en échangeurs tubulaires à parois modifiées ", Mémoire de DEA, Université de Technologie de Compiègne (60), Mars - Septembre 1994.
29. **Fillaudeau L.**, " Microfiltration tangentielle de la bière de garde sur des membranes céramiques multicanaux ", Thèse de doctorat en Génie des procédés, Université de Technologie de Compiègne (60), Novembre 1996 - Octobre 1998.

E.1.4. Communications courtes dans congrès, symposiums

E.1.4.1. avec comité de lecture sur texte intégral (n°ISBN)

30. **Fillaudeau L.**, Routier D., Moreau A., " Comparative study of physico-chemical properties of materials used in dead-end and cross-flow microfiltration of rough beer ", 2nd European Congress of Chemical Engineering (7th French Congress of Process Engineering), Le Corum, Montpellier, France, 5-6-7 October 1999. (*texte intégral + poster*)
31. Delaplace G., Torrez C., André C., Leuliet J.C., **Fillaudeau L.**, "CFD simulation of foodstuff flows in a agitated vessel", 1st International Conference on Simulation in Food and Bio Industries, Nantes, France, June 26-27, Ed. Daniel Thiel, Publication of the society for computer simulation international (ISBN 1-56555-205-9), 2000, pp. 179-186. (*texte intégral + présentation orale par G. Delaplace*)
32. **Fillaudeau L.**, Delaplace G., Leuliet J.C., Tissier J.P., Berthou M., Chopard F., "Comparaison entre un échangeur de chaleur à plaque (ECP) et un chauffage ohmique pour la stérilisation UHT du lait", Congrès Français de Thermique (SFT 2001), Nantes, 29-30-31 Mai 2001, "Sciences et technologies thermiques face au XXI siècle", Ed. Elsevier (ISBN: 2-84299-200-8), pp.777-782, 2001. (*texte intégral + poster*)
33. **Fillaudeau L.**, Delaplace G., Lefebvre S., Leuliet J.C., Quenard F. "Optimisation du transfert de chaleur dans un échangeur tubulaire à effet Joule (T.P.C.) – Application sur des fluides modèle et réel", Congrès Français de Thermique (SFT 2001), Nantes, 29-30-31 Mai 2001, "Sciences et technologies thermiques face au XXI siècle", Ed. Elsevier (ISBN: 2-84299-200-8), pp.855-860, 2001. (*texte intégral + poster*)
34. **Fillaudeau L.**, Delaplace G., Leuliet J.C., Tissier J.P., Berthou M., Chopard F., "Ohmic heating to achieve UHT sterilisation of milk - Comparison with plate heat exchanger and definition of a heat dissipation coefficient -", ExHFT-5, Thessaloniki, Greece, September 24-28, 2001, Experimental Heat Transfer, Fluid Mechanics and Thermodynamics 2001, Ed. G.P. Celata, P.Di Marco, A. Goulas and A. Mariani, (ISBN: 88-467-0459-2), vol. I, pp. 713-718. (*texte integral+présentation orale*).
35. **Fillaudeau L.**, Delaplace G., Lefebvre S., Leuliet J.C., Quenard F. "Improvement of heat transfer in Joule effect tubular heat exchanger by geometrical modifications – Applications to model (milky dessert) and real (whole egg) fluids", ExHFT-5, Thessaloniki, Greece, September 24-28, 2001, Experimental Heat Transfer, Fluid Mechanics and Thermodynamics 2001, Ed. G.P. Celata, P.Di Marco, A. Goulas and A. Mariani, (ISBN: 88-467-0459-2), vol. II, pp.883-888. (*texte integral+présentation orale*).
36. Delaplace G., Leuliet J.C., **Fillaudeau L.**, Belaubre N., "Heat transfer to highly viscous fluids in a vessel agitated by a non standard helical ribbon impeller", ExHFT-5, Thessaloniki, Greece, September 24-28, 2001, Experimental Heat Transfer, Fluid Mechanics and Thermodynamics 2001, Ed. G.P. Celata, P.Di Marco, A. Goulas and A. Mariani, (ISBN: 88-467-0459-2), vol. II, pp. 877-882. (*texte integral+présentation orale*).

37. Beuf M., Legrand A., **Fillaudeau L.**, Leuliet J.C., Berthou M., Terrien P., "Critère d'apparition de la convection mixte en régime laminaire dans un échangeur tubulaire à flux de chaleur constant (TPC)", 8^{ème} Congrès Francophone de Génie des Procédés, Nancy, 17-19 Octobre 2001, Récent Progrès en Génie des Procédés (Coord. Strock A., Boudrant J., Tondeur D.), Ed. Lavoisier Tech & Doc, Paris, vol. 15, 2001, pp.67-74. (*texte integral+presentation poster*).
38. Ayadi M., Bouvier L., Chopard F., Berthou M., **Fillaudeau L.**, Leuliet J.C., "Heat treatment improvement of dairy products via ohmic heating processes : thermal and hydrodynamic effect on fouling", Heat Exchanger Fouling and Cleaning Fundamentals and Applications, Santa Fe (NM), USA, May 18-22, 2003, ECI (Engineering Conference International, 6 Metro Tech Center, brooklyn, NY 11201). (*texte integral+presentation orale par M. Ayadi*).
39. Ayadi M., Chopard F., Berthou M., **Fillaudeau L.**, Leuliet J.C., "Comparaison entre le comportement hydrodynamique et la répartition de dépôt encrassant dans des cellules ohmiques", 9^{ème} congrès SFGP (Société Française de Génie des Procédés), Gavy-Océanis, St Nazaire, France, 9-11 Septembre 2003, Récent Progrès en Génie des Procédés, Ed. Lavoisier Technique & Documentation, Paris, n°ISBN : 2-910239-64-0. (*texte integral+presentation orale par M. Ayadi*).
40. **Fillaudeau L.**, Lecompte J.Y., Legrand A., Leuliet J.C., "Ecoulement des fluides agroalimentaires contenant de grosses particules : méthode d'analyse de la distribution cumulée en particules dans des conduites cylindriques", 9^{ème} congrès SFGP (Société Française de Génie des Procédés), Gavy-Océanis, St Nazaire, France, 9-11 Septembre 2003, Récent Progrès en Génie des Procédés, Ed. Lavoisier Technique & Documentation, Paris, n°ISBN : 2-910239-64-0. (*texte integral+presentation orale*).
41. Daufin G., Escudier J.L., Carrère H., Bérot S., **Fillaudeau L.**, Decloux M., "Recent and emerging applications of membranes processes in food and dairy industry", PERMEA 2003, Tatranské Matliare, Slovakia, September 7-11, 2003, Proceeding, p.54, Abstract & CD Publisher Slovak Society of Chemical Engineering, ISBN n°80-227-1922-6, Editor S Schlosser and R Kertész. (*texte integral+presentation orale par G. Daufin*).
42. Legrand A., Santer J., **Fillaudeau L.**, Bournaud S., Berthou M., Leuliet J.C., "Study of the physical characteristics of complex foodstuffs charged in particles", ICEF9 International Congress on Engineering and Food, Montpellier (France), 7-11 March 2004, pp.456-462. (*texte integral+presentation orale par A. Legrand*).
43. **Fillaudeau L.**, Cardenas R., Korolczuk J., Lejaye J., Cozic F., Debreyne P., "Application of hot wire method to monitor fouling phenomena in continuous food process", ICEF9 International Congress on Engineering and Food, Montpellier (France), 7-11 March 2004, pp. 195-200. (*texte integral+presentation orale*).
44. Legrand A., **Fillaudeau L.**, Bourneaud S., Berthou M., Leuliet J.C., "Characterization of solid-liquid suspensions (rela, arge and non-spherical particles in non-newtonian carrier fluid) flowing in horizontal and vertical pipes.", 3rd International Symposium on Two-Phase Flow modelling and experimentation, Pisa, Italy, September 22-24, 2004, Editor Celata GP, Di Marco P., Mariani A., Shah R.K., ISBN: 88-467-1075-4, pp.1-10. (*texte integral+presentation orale*).
45. **Fillaudeau L.**, Maury V., Debreyne P., "Echangeur de chaleur à Effet Joule Direct en Agroalimentaire: Mesure et modélisation des températures pariétales et du fluide", Rencontres AGORAL 2004, Nantes (France), 30 Novembre – 1^{er} Décembre 2004, Ed. Tech & Doc Lavoisier, pp.135-140. (*texte integral+presentation orale*).
46. Legrand A., **Fillaudeau L.**, Zaïd I., Berthou M., and Leuliet J.C., "Traitement thermique en continu de fluides alimentaires complexes chargés en particules. Incidence de la technologie de chauffage", Rencontres AGORAL 2004, Nantes (France), 30 Novembre – 1^{er} Décembre 2004, Ed. Tech & Doc Lavoisier, pp.140-145. (*texte integral+presentation orale*).
47. J. Cescut, **L. Fillaudeau**, S. Alfenore, C. Bideaux, X. Cameleyre, N. Goret, S. Guillouet, J. Lesage, C. Molina-Jouve et J.L.Uribelarrea Microbial production of fatty acids : performances of a new way to produce molecules to energetic or chemical uses, 28th Symposium on Biotechnology for Fuels and Chemicals, Nashville, Tennessee, April 30 – May 3 2006.
48. **Fillaudeau L.**, Maury V., Debreyne P., Semet F., "Etude de la surchauffe pariétal dans un échangeur de chaleur à effet Joule direct avec et sans encrassement", SFT 2006, 16-19 Mai 2006, Ile de Ré, France. Editor. Penot F., El Ganaoui M., Petit D., Fauchais P., Ed. Societe Française de Thermique, ISBN: 2-905267-49-6, vol.14, tome 2, 1039-1044. (*texte integral+poster*).
49. André C., Boissier B., **Fillaudeau L.**, "Modelling and measurement of residence time distribution in tubular Joule effect heaters with and without geometric modifications", TRACER 4, Autrans/Grenoble, France, 2-5 October 2006. (*texte integral+poster*)

E.1.4.2. avec comité de lecture sur résumé

50. **Fillaudeau L.**, Lalande M., Blanpain-Avet P., "Détermination des pressions transmémbranaires en MFT - Approches analytique et numérique des profils de pression validation expérimentales", 3^{ème} Colloque PROSETIA INRA-CNRS, Institut National Polytechnique de Lorraine, 1997, pp147-158. (*texte integral+presentation orale*)
51. Blanpain-Avet P., Cillier D., **Fillaudeau L.**, Lalande M., "Etude expérimentale des mécanismes gouvernant le flux de perméat et la rétention des protéines en microfiltration tangentielle stérilisante de bière sur une membrane

- Nucléopore 0,20 micron”, 3^{ème} Colloque PROSETIA INRA-CNRS, Institut National Polytechnique de Lorraine, 1997, pp101-109. (*texte intégral + présentation orale par P. Blanpain-Avet*)
52. **Fillaudeau L.**, Blanpain-Avet P., Lalande M., “ Fouling mechanisms in beer cross-flow microfiltration with tubular ceramic membranes ”, Fouling and Cleaning in Food Processing '98 - COST-98, Jesus College Cambridge, 6-8 April 1998. (*texte intégral + poster*)
53. Blanpain-Avet P., **Fillaudeau L.**, Lalande M., “ Investigation of mechanisms governing membrane fouling and protein rejection in the sterile microfiltration of beer with an organic membrane ”, Fouling and Cleaning in Food Processing '98 - COST-98, Jesus College Cambridge, 6-8 April 1998. (*texte intégral + présentation orale par P. Blanpain-Avet*)
54. **Fillaudeau L.**, Blanpain-Avet P., Lalande M., “ Approches qualitatives et quantitatives de la microfiltration tangentielle de la bière de garde sur des membranes céramiques tubulaires ”, 4^{ème} colloque PROSETIA INRA - CNRS, 24-25 Novembre 1998, CERTIA Lille 1998. (*texte intégral + présentation orale*)
55. Blanpain-Avet P., Manno P., **Fillaudeau L.**, Aptel P., “ Effet des vortex de Dean sur le transfert de matière en microfiltration tangentielle de la bière de garde sur des membranes organiques fibres creuses ”, 4^{ème} colloque PROSETIA INRA - CNRS, 24-25 Novembre 1998, CERTIA Lille 1998. (*texte intégral + présentation orale*)
56. **Fillaudeau L.**, Lalande M., “ Cross-flow microfiltration of rough beer with tubular ceramic membranes - Qualitative and quantitative performances of the process ”, Proceedings of the 27th International Congress, Cannes, France, 29 Mai - 3 Juin 1999, Ed. European Brewery Convention (ISBN 9990-70143-20-8), pp 823-831. (*texte intégral + poster*).
57. **Fillaudeau L.**, Blanpain-Avet P., Lalande M., “ Empirical modelling of steady-state flux in the cross-flow microfiltration of rough beer with tubular ceramic membrane ”, International Congress on Membrane and Membrane Processes ICOM'99, Westin Harbour Castle Hotel, Toronto, Canada, 12-18 June 1999. (*présentation orale + poster*)
58. **Fillaudeau L.**, Blanpain-Avet P., Moreau A., Tissier J.P. and Lalande M., “ Study and analysis of fouling during cross-flow microfiltration of beer with 0.10µm and 1.40µm tubular ceramic membranes ”, Euromembrane'99, Leuven, Belgium, 19-22 September 1999. (*poster*)
59. Blanpain-Avet P., Bialopiotrowicz T., **Fillaudeau L.**, Ricatte G., Maingonnat J.F., “ Characterization of the porous structure of inorganic carbon supported microfiltration and ultrafiltration membranes by a liquid-phase adsorption of phenol ”, Euromembrane'99, Leuven, Belgium, 19-22 September 1999. (*poster*)
60. **Fillaudeau L.**, Delaplace G. et Leuliet J.C., “ Application du chauffage ohmique pour le traitement thermique de fluides agroalimentaires ”, 5^{ème} colloque PROSETIA INRA - CNRS, 1 et 2 Février 2000, INSA Toulouse, 2000, pp.139-144. (*texte intégral*)
61. **Fillaudeau L.**, Ricatte G., Moreau A., Blanpain-Avet P., Jitariouk N., Gourdon A., "Etude de la clarification de la bière de garde par microfiltration tangentielle – Application de la technologie RVF", 6^{ème} Colloque PROSETIA, Versailles – St Cyr, 19-21 Mars 2001. (*présentation orale + texte intégral*)
62. **Fillaudeau L.**, Delaplace G., Leuliet J.C., Ronse G., Six Th., Jacquemont J., Tissier J.P., Berthou M., Chopard F., "Etude des performances thermiques d'un chauffage ohmique pour la stérilisation UHT du lait - Définition d'un critère d'encrassement", 6^{ème} Colloque PROSETIA, Versailles – St Cyr, 19-21 Mars 2001. (*présentation orale + texte intégral*)
63. **Fillaudeau L.**, Ermolaev S., Jitariouk N., Gourdon A., "Use of RVF technology to achieve rough beer clarification and cold-sterilisation of beer", 28th Congress of the European Brewery Convention, Budapest, Hungary, 12-17 May 2001, Publisher Fachverlag Hans Carl, Germany, n°ISBN : 90-70143-21-6. (*texte intégral + poster*).
64. Ermolaev S., **Fillaudeau L.**, Ricatte G., Moreau A., Jitariouk N., Gourdon A., "Etude hydrodynamique d'un module de filtration dynamique : détermination des courbes de frottement, de consommation de puissance et de la distribution radiale de la pression", 7^{ème} colloque PROSETIA, Université de Technologie de Compiègne, Compiègne, 19-20 Mars 2002, pp.36-41. (*texte intégral + poster*).
65. Ayadi M., Debreyne P., Chopard F., Berthou M., Chopard F., **Fillaudeau L.**, Leuliet J.C., "Conséquence d'un mauvais remplissage sur l'encrassement de cellules ohmiques", 8^{ème} colloque PROSETIA, Maison de l'Agriculture de Rennes, Rennes, 19-20 Mars 2003, pp.30-35. (*texte intégral + présentation orale*).
66. **Fillaudeau L.**, Moreau A., Ermolaev S., Jitariouk N., Gourdon A., "Dynamic filtration for rough beer clarification : application of rotating & vibrating filtration (RVF Technology)", 29th Congress of the European Brewery Convention, Dublin, Ireland, 17-22 May 2003. (*texte intégral + présentation orale*).
67. Debreyne P., Cardenas R., Korolczuk J., **Fillaudeau L.**, "Capteur en ligne pour mesurer l'encrassement dans les procédés continus", Journées de la Mesures et de la Métrologie INRA, 11-14 Octobre 2004, Dijon, Communication C15. (*texte intégral+présentation orale par P. Debreyne*).
68. **Fillaudeau L.**, Korolczuk J., Boissier B., André C., "Tubular Joule Effect Heater with and without geometric modifications : Investigation of flow regime and tube diameter impacts on residence time distribution", EFFoST Food Innovations for an Increasing Europe, 26-29 October 2004, Varsaw, Poland (*présentation poster*).
69. Korolczuk J., Baron F., Grosset N., Roignant M., Rippoll Mc Keag J., Carballeira Fernandez J., **Fillaudeau L.**, Brion J.C., Jeantet R., "Salmonella Enteritidis inactivation by pulsed electric fields", EFFoST Food Innovations for an Increasing Europe, 26-29 October 2004, Varsaw, Poland. (*présentation poster*).

70. **Fillaudeau L.**, Detavernier A., Boissier B., André C., "Impact of processing conditions (flow regime, heating) on residence time distribution in tubular joule effect heaters", IUFOST, 13th World Congress of Food Science and Technology "Food is Life", 17-21 Septembre 2006, Nantes, France, p.217-218. (*presentation poster*).
71. **L. Fillaudeau**, D. Anne-Archard, J. Cescut, Ph. Blanc, C. Molina-Jouve, J.M. Nicaud et J-L.Uribelarrea. Evolution du comportement rhéologique d'un moût de fermentation lors de des phases de croissance et d'accumulation de lipide chez une levure oléagineuse. 3^{ème} rencontre des laboratoires midi-pyrénéens de microbiologie. MicroBioToul2007, Toulouse, 18-19 avril 2007, Poster n°12, p.24-25. (*presentation poster*).
72. Cescut J., **Fillaudeau L.**, Blanc Ph., Nicaud J.M., Molina-Jouve C., Uribellarea J.L., Alternative pathway for the synthesis of energetic molecules : profile modulation of fatty acids accumulated during R. glutinis fermentation. 15th European Biomass conference & exhibition. ICC, Berlin, Germany, 7-11 May 2007. (*presentation poster*).
73. Nicaud J.M., Beopoulos A., Chardot T., Thevenieuv F., Cescut J., **Fillaudeau L.**, Blanc Ph., Molina-Jouve C., Uribellarea J.L., Fatty acid accumulations in Yeast. 8th Yeast lipid conference, TICC Torino, Italy, 10-12 May 2007. (*presentation poster*).
74. **L. Fillaudeau**, D. Anne-Archard, J. Cescut, P. Blanc, C. Molina-Jouve et J-L.Uribelarrea. Evolution du comportement rhéologique d'un moût de fermentation lors de l'accumulation de lipides chez Rhodotorula glutinis. Proceeding du GFR42: Rhéologie des milieux évolutifs, Clermont-Ferrand, 10-12 Octobre 2007, pp.84-89. (*presentation orale*).
75. **Fillaudeau L.**, Debreyne P., Desmarest J., Auret L., "On-line fouling / Cleaning monitoring in continuous dairy food processing – Comparison of three methods", EFFOST-EHEDG, Lisbon, Portugal, 14-17 November 2007. (*presentation poster*).

E.2. SYNTHESES SCIENTIFIQUES

E.2.1. Chapitre d'ouvrage

76. **Fillaudeau L.**, Blanpain-Avet P., "Caractéristiques du secteur brassicole", Techniques de l'Ingénieur, Traité Agro-alimentaire, F6210, 1999, pp1-11.
77. **Fillaudeau L.**, Blanpain-Avet P., "Applications de la microfiltration tangentielle en brasserie", Techniques de l'Ingénieur, Traité Agro-alimentaire, F3260, 1999, pp 1-13.
78. **Fillaudeau L.**, Decloux M. and Bories A., "Improving Water and Energy Management in Food Industry - Part 5 : Improving water and/or energy management in particular industry sectors : Chap 5-7: Brewing / Distilling / Wine", Ed. Woodhead Publishing Limited – Smith / Klemes / Kim (under press), 2007.

E.2.2. Conférences dans congrès ou symposium

79. **Fillaudeau L.**, Blanpain-Avet P., Moreau A, Ricatte G. et Lalande M., "Clarification et stérilisation de la bière par microfiltration tangentielle - La microfiltration sur membrane et ses applications potentielles en brasserie", Salon IPA'98 - Journée d'étude "Membranes", Parc des expositions Paris - Porte de Versailles, 21 Octobre 1998. (*présentation orale*)
80. Daufin G., Escudier J.P., Carrère H., Bérot S., **Fillaudeau L.**, Decloux M., "Application of membrane processes in food and dairy industry", NACE Corrosion 2000, 26-31 March 2000, Orlando, FL, USA, Ed. Nace International, Publication Division, PO Box 218340, Houston, Texas 77218-8340, Paper 00313, 2000, pp. 1-24. (*texte intégral + présentation orale par G. Daufin*)
81. **Fillaudeau L.**, "La microfiltration tangentielle en brasserie : réduction des rejets et alternative technologique", Récents Progrès en Génie des Procédés : Intégration des membranes dans les procédés, Colloque Intégration des Membranes dans les Procédés: Facteurs de succès, Perspectives, CPE Lyon, 3-4-5 Mai 2000, Ed. Lavoisier Technique et documentation (ISBN 2-910239-000-4), Paris, vol.14, n°74, 2000, pp.129-138. (*texte intégral + présentation orale*)
82. Daufin G., Decloux M., Carrère H., Bérot S., **Fillaudeau L.**, Escudier J.L., Mickalski M.C. et Lozano Y., "L'intégration des membranes dans l'industrie alimentaire: applications récentes et procédés émergents", Séminaire NOVELECT, Saint Nazaire, 14 Juin 2000. (*présentation orale par G. Daufin*)
83. Daufin G., Bories A., Laméloise M-L., **Fillaudeau L.**, "Clean membrane processes for effluents and wastewaters treatment in food and dairy industry", Indo-French Seminar, 9-12 February 2004, NewDehli, India. (*présentation orale par Daufin G.*)
84. **Fillaudeau L.**, "La stabilisation en procédé continu des fluides alimentaires complexes : les défis des technologies alternatives utilisant l'électricité", Conférence INRA Instrumentation & Procédés, Salon IPA 23 Novembre 2004. (*texte intégral + présentation orale*)
85. **Fillaudeau L.**, "Ohmic heating of complex foods in continuous process – Challenges and solutions", IFT 2006 – Annual Meeting June 24-28, 2006 (*présentation orale*).

86. **Fillaudeau L.**, Debreyne P., Auret L., Desmaret J., Bonnet B., "A new sensor for on-line and continuous measurement of fouling in industrial processes : BIOMOSYS-HW (NeoSens / INRA)", salon POLLUTEC, 28 November-1 December, 2006 (*présentation du prototype + poster*).
87. **Fillaudeau L.**, "Procédés membranaires en brasserie : recherché, innovations et réalité industrielle", Journée thématique CFM, Membrane et innovations dans les IAA, 2 juillet 2007, ENCPB (Paris). (*présentation orale*)

E.3. DOCUMENTS A VOCATION DE TRANSFERT OU RELATIFS A L'ANIMATION DE LA RECHERCHE

E.3.1. Rapport écrits

E.3.1.1. Brevet

88. **Fillaudeau L.**, Debreyne P., Cardenas R., Korolzuck J. "Méthode et système pour la mesure et l'étude de l'encrassement d'un réacteur », Brevet français n°05-51202 déposé le 10 Mai 2005, Extension par voie PCT n° FR2006/05424, publication le 17/11/2006 n°FR2885694.

E.3.1.2. Contrat de recherche

89. **Fillaudeau L.**, Leuliet J.C., Ronse G., Jacquemont J., Six Th., "Traitement thermique en continu par chauffage ohmique (Prototype E.R.R.O.) de fluides agro-alimentaires (produits laitiers) – Synthèse de la première phase d'expérimentation", Contrat INRA-EDF-VICARB, Août 1999.
90. Leuliet J.C., **Fillaudeau L.**, "Development of fouling mitigation methodology at the heat exchanger design stage : report at T0+24months", Contract JOE3-CT-97-0058, Meeting at the University of Surrey, England, 25-26 November 1999.
91. **Fillaudeau L.**, Leuliet J.C., Ronse G., Jacquemont J., Six Th., "Traitement thermique en continu par chauffage ohmique (Prototype E.R.R.O.) de fluides agro-alimentaires – Synthèse des essais n°14, 15 et 16 – Rapport Intermédiaire", Contrat INRA-EDF-VICARB, Janvier 2000.
92. **Fillaudeau L.**, Leuliet J.C., Delaplace G., Jacquemont J., Ronse G., Six Th., "Development of fouling mitigation methodology at the heat exchanger design stage : report at T0+30months", Contract JOE3-CT-97-0058, Meeting at the University of Thessaloniki, Thessaloniki, Greece, 5-6 June 2000.
93. Leuliet J.C., **Fillaudeau L.**, Quennard F., Souard X., "Development of fouling mitigation methodology at the heat exchanger design stage : report at T0+30months", Contract JOE3-CT-97-0058, Final meeting in Brussels, Brussels, Belgium, 24 November 2000.
94. Leuliet J.C., **Fillaudeau L.**, Jacquemont J., Ronse G. and Six T., "Development of fouling mitigation methodology at the heat exchanger design stage : Final report", Contract JOE3-CT-97-0058, April 2001.
95. **Fillaudeau L.**, "Microfiltration tangentielle en brasserie (Technologie RVF / Membranes planes) - Contrat INRA-PROFILTRA n°A1544", rapport n°1 à T0+3, Septembre 2001.
96. **Fillaudeau L.**, "Microfiltration tangentielle en brasserie (Technologie RVF / Membranes planes) - Contrat INRA-PROFILTRA n°A1544", rapport n°1 à T0+6, Décembre 2001.
97. Ayadi M., **Fillaudeau L.**, Leuliet J.C., "Study of ohmic heating (ERRO) for liquid food application", Report n°1 at T0+6months, Meeting on 22nd April 2002 (Alpha-Laval, Grenoble).
98. **Fillaudeau L.**, "Microfiltration tangentielle en brasserie (Technologie RVF / Membranes planes) - Contrat INRA-PROFILTRA n°A1544", rapport n°1 à T0+9, Mars 2002.
99. Ayadi M., **Fillaudeau L.**, Leuliet J.C., "Study of ohmic heating (ERRO) for liquid food application", Report n°1 at T0+9months, Meeting on 25 June 2002 (EdF-DER, Moret-Sur-Loing).
100. Ermolaev S., **Fillaudeau L.**, "Microfiltration tangentielle en brasserie (Technologie RVF / Membranes planes) - Contrat INRA-PROFILTRA n°A1544", Rapport final, Juillet 2002.
101. Ayadi M., **Fillaudeau L.**, Leuliet J.C., Chopard F., Berthou M., "Study of ohmic heating (ERRO) for liquid food application", Report n°2 at T0+12months, Meeting on 22 October 2002 (INRA-LGPTA, Lille).
102. Ayadi M., **Fillaudeau L.**, Leuliet J.C., Chopard F., Berthou M., "Study of ohmic heating (ERRO) for liquid food application", Report n°3 at T0+15months, Meeting on 29 January 2003 (INRA-LGPTA, Lille).
103. Ayadi M., **Fillaudeau L.**, Leuliet J.C., Chopard F., Berthou M., "Study of ohmic heating (ERRO) for liquid food application", Report n°4 at T0+18months, Meeting on 24 June 2003 (INRA-LGPTA, Lille).
104. Legrand A., **Fillaudeau L.**, Leuliet J.C., "Traitement thermique des produits alimentaires complexes avec morceaux", Rapport n°2 à To+10 mois, Réunion du 04 novembre 2002 (MASTERFOODS/EDF/INRA).
105. Legrand A., **Fillaudeau L.**, Leuliet J.C., "Traitement thermique des produits alimentaires complexes avec morceaux : Propriétés thermophysiques des produits, DTS, Chauffage ohmique et champ de température, essais pilote sur produits réels", Rapport n°3 à To+18 mois, Réunion du 17 septembre 2003 (EDF/INRA/MASTERFOODS).

106. Legrand A., **Fillaudeau L.**, Leuliet J.C., "Traitement thermique des produits alimentaires complexes avec morceaux : analyse comparative des deux produits A et B", Rapport n°4 à To+24mois, Réunion du 02 février 2004 (MASTERFOODS/BONDUELLE/EDF/INRA).
107. Legrand A., **Fillaudeau L.**, Leuliet J.C., "Traitement thermique des produits alimentaires complexes avec morceaux : les performances thermiques et hydrauliques des 2 essais réalisés avec la technologie de chauffage conventionnel sur les produits A et B", Rapport n°5 à To+28mois, Rapport d'avancement du 20 avril 2004 (BONDUELLE/MASTERFOODS/INRA).
108. Legrand A., **Fillaudeau L.**, Leuliet J.C., "Traitement thermique des produits alimentaires complexes avec morceaux : performances thermiques et hydrauliques des 2 essais réalisés avec la technologie de chauffage Effet Joule Indirect (TPC) sur les produits A et B", Rapport n°6 à To+30mois, Rapport d'avancement 20 juin 2004 (BONDUELLE/MASTERFOODS/INRA).
109. Legrand A., **Fillaudeau L.**, Leuliet J.C., "Traitement thermique des produits alimentaires complexes avec morceaux", Rapport n°7 à To+33mois, Présentation du 07 septembre 2004 (MASTERFOODS/BONDUELLE/EDF/INRA).

E.3.1.3. Prestation de Service

110. **Fillaudeau L.**, Leuliet J.C., Jacquemont J., Ronse G., "Traitement thermique en continu de fluides agroalimentaires complexes - Application à des sauces béchamel et carbonara", Compte rendu de prestation de service, Société Le Petit Cuisinier, Henin-Beaumont (62), Décembre 1998.
111. **Fillaudeau L.**, "Microfiltration tangentielle en brasserie : Applications potentielles de la technologie RVF et des membranes planes circulaires metallo-céramiques pour la filtration stérilisante, la filtration clarifiante et la récupération des fonds de tanks", Rapport final Prestation de service pour la société PROFILTRA, Mai-Juin-Juillet 2000.
112. Leuliet J.C., **Fillaudeau L.**, Jacquemont J., Ronse G., Six Th, "Stérilisation de lait cru à 150°C à l'aide d'un prototype ohmique fourni par EDF", Compte-rendu de l'essai sur les cellules ohmiques FLASH du 15 Mars 2000, Août 2000.

E.3.1.4. Collaboration

113. **Fillaudeau L.**, "MFT en brasserie : Stérilisation à froid – Fabrication de membranes céramiques de microfiltration et évaluation de leur performance", Collaboration INRA, LGPTA – CNRS, ENSCM-LMPM, Juin 2000.

E.3.1.5. Support de cours (transparents, photocopiés)

114. **Fillaudeau L.**, Delaplace G., "Opérations unitaires du GIA: 1-Evaporation, 2-Séchage", Enseignement CESIA (Spécialisation Ingénieur IAAL), 2000, 70p.
115. **Fillaudeau L.**, Delaplace G., "Mécanique des Fluides Non-Newtoniens: 1- Rhéologie des Fluides Agroalimentaires, 2-Interaction produit - procédé", Enseignement HEI (cycle ingénieur), 2001, 60p.
116. **Fillaudeau L.**, "Opérations unitaires du GIA : Décantation & Centrifugation", Enseignement HEI (cycle ingénieur), 2002, 40p.
117. **Fillaudeau L.**, "Opérations unitaires du GIA : Les procédés industriels de filtration", Enseignement HEI (cycle ingénieur), 2002, 77p.
118. **Fillaudeau L.**, "Effet Joule direct et indirect dans l'industrie agroalimentaire : les opportunités et les défis", 2007, 50p.

E.3.2. Créations informatiques ou audiovisuelles

119. **SIMIFIT**. SIMIFIT simule dans le domaine du génie des procédés, le fonctionnement de l'opération unitaire de filtration tangentielle sur support poreux. Son originalité est d'intégrer le mode de fonctionnement à co-courant de cette opération, en lien avec tout modèle de colmatage du support et ainsi de prédire l'évolution de l'encrassement tout au long de la membrane, ce qui permet d'optimiser les conditions opératoires. Dépôt INRA – DAJ, 16 septembre 1998.
120. **SPC v1.0**. SPC a pour objectif de *simuler les performances thermiques des procédés continus* lors de la stabilisation des fluides alimentaires complexes. De manière générale, ceci fait appel à la notion *d'échangeur – réacteur*. Les objectifs se décomposent en plusieurs points : (i) pourvoir simuler les performances thermiques (profil de température du fluide, de peau et de dépôt) et hydrauliques (perte de charge) d'un échangeur tubulaire, (ii) prendre en compte l'incidence d'un dépôt encrassant sur les performances du procédé (température de peau et de dépôt), (iii) intégrer l'évolution qualitative (chimique et microbiologique) du produit au travers de plusieurs cinétiques de réaction, (iv) comparer l'efficacité et les conditions de fonctionnement de plusieurs technologies de chauffage : chauffages conventionnels méthodique (1) et antiméthodique (2), chauffage par effet Joule Indirect (3), chauffages par Effet Joule Direct avec des champs de vitesse et de potentiel parallèle (4) et perpendiculaire (5). Dépôt INRA – DISI / UCPI, 31 Août 2004 – Dépôt APP n°IDN.FR.001.450005.000.R.P.2004.000.30600.

E.3.3. Travaux encadrés ou coordonnés par l'auteur

E.3.3.1. Mémoires de stages

121. Routier D., "Etude des interactions physico-chimiques en microfiltration tangentielle de bière de garde. Méthode de la montée capillaire", stage de fin d'étude, IUT "A" de Lille I département Chimie, Avril - Juin 1998.
122. Guyot T. et De Grossouvre O., "Etude des performances thermo-hydrauliques d'un échangeur de chaleur à plaques industriel", Travail d'Etude Recherche n°2000-012 (cycle ingénieur), Hautes Etudes Industriels, Mars - Mai 2000.
123. Beuf M., "Longueur d'établissement thermique dans un échangeur tubulaire à densité de flux constante", Mémoire de fin d'étude, DEA option Génie des Procédés Industriels, Mars - Septembre 2000.
124. Legrand A., "Critère d'apparition de la convection mixte dans un échangeur tubulaire à densité de flux constante", Stage de fin d'étude, Ingénieur CNAM orientation Biochimie et Technologie des Industries Agroalimentaires, Janvier - Octobre 2000.
125. Ali Ayadi M., "Vérification métrologique des instruments de mesure d'une plate-forme de traitement thermique par chauffage électrique direct", Mastère Métrologie / Qualité de l'Ecole des Mines de Douai, Mai - Septembre 2001.
126. Ali Ayadi M., "Etude hydrodynamique d'une boucle de traitement thermique de produits alimentaires par chauffage électrique direct », DEA en Génie Biologique, Université de Sfax, Tunisie, Janvier-Septembre 2001.
127. Ermolaev S., "Microfiltration tangentielle en brasserie (technologie RVF / Membranes planes)", contrat INRA-PROFILTRA n°A1544, accueil d'un chercheur russe (Karpov Institute of Physical Chemistry, Russie), Juin 2001-Juin 2002.
128. Boissier B., "Microfiltration dynamique (Technologie RVF) en brasserie - Analyse de la bière: méthodes EBC et granulométrie.", Institut Agroalimentaire de Lille (IAAL), Janvier-Avril 2002.
129. Cozic F., "Etude thermique d'une sonde de coagulation: projet sonde thermique LEIMA", Institut Agroalimentaire de Lille (IAAL), Janvier-Avril 2002.
130. Lecomte J.Y., "Chauffage par tube à passage de courant de fluides contenant de grosses particules : étude de la distribution cumulée en particules dans une section cylindrique circulaire.", Mémoire de fin d'étude IAAL, DEA Majeure en Génie des Procédés Industriels, Université de Technologie de Compiègne, France (60), Janvier-Septembre 2002.
131. Legrand A., "Traitement thermique en continu de fluides alimentaires complexes chargés en particules : application à la sauce Chili, mise au point d'un fluide modèle & étude de l'écoulement de la suspension", Mémoire de DEA Majeure en Génie des Procédés Industriels, Université de Technologie de Compiègne, France (60), Janvier-Septembre 2002.
132. Lejaye J., "Etude d'un capteur thermique (principe du fil chaud) : sensibilité et application en procédé continu et batch", Institut Agroalimentaire de Lille (IAAL), Février-Avril 2003.
133. Santer J., "Etude des caractéristiques physiques de produits alimentaires complexes chargés en particules", .", Institut Agroalimentaire de Lille (IAAL), Février-Avril 2003.
134. Boissier B., "Etude hydrodynamique (courbe de frottement, distribution des temps de séjour) d'un échangeur tubulaire à passage de courant avec et sans modification géométrique." Mémoire de fin d'étude IAAL, Mémoire de DEA Majeure en Génie des Procédés Industriels, Université de Technologie de Compiègne, France (60), Janvier-Septembre 2003.
135. Maury V., "Comparaison des températures pariétales entre un chauffage par effet Joule direct (chauffage ohmique) et indirect (tube à passage de courant)", Institut Supérieur Agricole (ISA, Lille), Juillet-Aout 2003.
136. Renuy M., "Conception, réalisation et validation d'une ligne de traitement thermique en continu de fluides chargé en particules", stage EBI (Paris), Juillet-Août 2003.
137. De Ferrier L., "Traitement thermique en procédé continu de fluides alimentaires complexes", Polytech-Lille dept IAAL, Avril-Juin 2004.
138. Felgine N., "Etude de la DTS dans un Tube à passage de courant - Impact du couplage thermique - hydraulique", Polytech-Lille dept. IAAL, Avril - Juin 2004.
139. Delcroix F., "Développement d'un code de calcul (S.P.C.) sous Visual Basic appliqué au traitement thermique de fluides alimentaires complexes en procédé continu", IUP GMI (Université de Valenciennes), Avril - Septembre 2004.
140. Detavernier A., "Etude de la distribution des temps de séjour (DTS) dans des échangeurs tubulaires à passage de courant (TPC) - Incidence de la chauffe sur l'homogénéité de traitement -", HEI, TER Septembre - Décembre 2004.
141. Ali Ayadi M., "Traitement thermique des fluides alimentaires encrassants par la technologie de chauffage ohmique en géométrie rectangulaire", Thèse de doctorat en Mécanique - Energétique, Université Henri Poincaré, Nancy I, Janvier 2005.

142. Legrand A., "Faisabilité technologique du traitement thermique en continu de fluides chargés en particules en utilisant trois technologies de chauffage", Thèse de doctorat en Génie des Procédés Industriels, Université de Technologie de Compiègne, France (60), Janvier 2005.
143. Vergnes C., "Modélisation d'un microcapteur d'encrassement en technologies MEMS", IUT Mesures physiques, UPS Toulouse III, Mars-Juin 2007.
144. Le Roy Th." Instrumentation d'un procédé biotechnologique et développement d'un système d'acquisition", IUT Mesures physiques, UPS Toulouse III, Mars-Juin 2007.

F. QUELQUES PUBLICATIONS

Nous illustrerons notre démarche générique en IA avec des travaux ayant une portée académique et finalisée.

OBJET	ACADEMIQUE	FINALISEE
Filtration tangentielle	2	11
Filtration dynamique	22	19
Traitement thermique – Chauffage ohmique	12	17
Traitement thermique – Encrassement	13	23