HAL
open science

Dossier de candidature : Habilitation à diriger des recherches

Antoine Collignan

To cite this version:

Antoine Collignan. Dossier de candidature : Habilitation à diriger des recherches. Sciences du Vivant [q-bio]. CIRAD Réunion, 2000. tel-01398552

HAL Id: tel-01398552

https://hal.univ-reunion.fr/tel-01398552

Submitted on 17 Nov 2016

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.

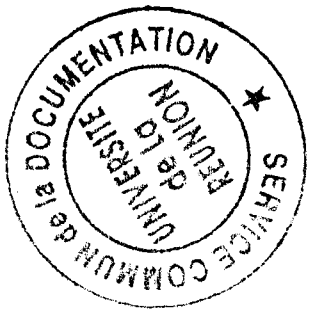
F

15 décembre 2000

DOSSIER DE CANDIDATURE

HABILITATION A DIRIGER DES RECHERCHES

Antoine COLLIGNAN



CIRAD-Réunion

BP 20, 97408 Saint-Denis

SOMMAIRE

I- TRAVAUX – ENCADREMENTS - PUBLICATIONS **3**

I.1- Curriculum Vitae **3**

I.2- Parcours scientifique **4**

I.3- Contrats de recherche **5**

I.4- Production scientifique **6**

I.5- Activités d'encadrement **6**

I.6- Activités d'enseignement **8**

II- SYNTHÈSE DES ACTIVITÉS DE RECHERCHE SUR LE THÈME :

Déshydratation et formulation de produits carnés. Etude et optimisation des procédés de salaison mettant en œuvre une opération de traitement des produits en solution aqueuse concentrée. **9**

II.1- Introduction générale et problématique scientifique **9**

II.2- Etude, modélisation et optimisation des transferts de matière **15**

II.2.1- Salage/séchage simultané 15

II.2.2- Formulation directe de produit par traitement à pression atmosphérique et sous vide pulsé 22

II.3- Relation procédé-qualité **24**

II.3.1- Incidence du procédé sur la qualité du produit fini 24

II.3.2- Evolution de la qualité au cours du procédé 25

II.4- Contrôle et mise en œuvre du procédé à l'échelle pilote **26**

II.4.1- Mise en œuvre du procédé 26

II.4.2- Contrôle du procédé 28

II.4.3- Régénération des solutions concentrées 29

II.5- Validation des recherches par un transfert sur site industriel **31**

II.6- Réflexions sur les activités menées et perspectives **33**

II.7- Publications citées dans le texte **37**

ANNEXE 1 : Liste des publications et travaux **42**

ANNEXE 2 : Présentation du pôle agro-alimentaire du CIRAD-Réunion **49**

I- TRAVAUX – ENCADREMENTS - PUBLICATIONS

I.1- Curriculum Vitae

Antoine COLLIGNAN (M.)

Né le17 juillet 1960
Marié, 3 enfants

Adresse professionnelle :
CIRAD / Pôle agro-alimentaire, BP20
Station la Bretagne, 97408 St-Denis Messag.
Cedex 9, France. Tel: 0262 92 24 47
email : antoine.collignan@cirad.fr

Adresse personnelle :
48 chemin de la Grotte
97490 Sainte Clotilde
Téléphone : 0262 52 71 41

FONCTION : Responsable du pôle agro-alimentaire au CIRAD*-Réunion

FORMATION :
- **Post-doctorat :** Laboratoire des Technologies Electriques et des Electrotechnologies d'Hydro-Québec à Shawinigan. Rattaché à l'Université Mc GILL - Montréal - Canada (1990).
- **Doctorat** en Génie Mécanique. LEPT-ENSAM**. Université de Bordeaux I - France (1988).
- **DEA** en Energétique, option solaire. Université de Toulouse - France (1985).
- **MST** : Méthodes et Techniques Physiques de la Chimie Industrielle. Université de Bordeaux I - France (1983).
- **DUT** de Techniques Instrumentales. Université de Bordeaux I - France (1981).

COMPETENCES LINGUISTIQUES : Anglais (lu, écrit, parlé) Espagnol (lu, écrit, parlé)

EXPERIENCE PROFESSIONNELLE :
- Depuis 1998 : **CIRAD-AMIS***. La Réunion (France). Ingénieur de recherche. Responsable du pôle agro-alimentaire au CIRAD-Réunion.
- 1990-1998 : **CIRAD-AMIS.** Montpellier (France). Ingénieur de recherche au sein du programme agro-alimentaire.
- 1988-1990 : **LTEE d'hydro-Québec**. Shawinigan (Canada). Chercheur en électrotechnologies industrielles. Modélisation et simulation des processus de séchage.
- 1985-1988 : **Agence Française pour la Maîtrise de l'Energie au LEPT-ENSAM.** Talence (France). Doctorat sur le thème " Elaboration et utilisation d'une cinétique de séchage. Application au pin maritime" .
- 1983-1984 : **Etablissement Technique Central de l'Armement**. Odeillo (France). Technicien du Contingent. Travaux relatifs à la métrologie sur un four solaire.

---

* Centre de coopération internationale en recherche agronomique pour le développement (CIRAD)
** Laboratoire d'Energétique et Phénomènes de Transferts – Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers
*** Amélioration des méthodes pour l'innovation scientifique

I.2- Parcours scientifique

Mon expérience dans le domaine de la recherche s'est déroulée successivement dans trois laboratoires (*cf. § I.1-Curriculum Vitae*).

J'ai tout d'abord réalisé mon stage de DEA et ma thèse de Doctorat au LEPT-ENSAM (1985-1988) dans le domaine du séchage du bois.
Ce doctorat m'a permis d'acquérir une compétence sur les mécanismes mis en jeu lors du séchage de milieux poreux humides (transferts de matière et de chaleur). L'application particulière au pin maritime et le développement d'un logiciel de simulation à vocation industrielle m'ont mis en contact avec plusieurs centres de recherche et industriels de la filière. Cette première expérience en recherche-développement a été déterminante et m'a convaincue de poursuivre ma carrière dans cette voie.

Un séjour post-doctoral (1988-1990) dans un laboratoire de recherche industriel , le LTEE d'Hydro-Québec à Shawinigan (Québec-Canada), m'a donné l'opportunité de participer à la mise en place d'une équipe de recherche sur « la modélisation et la simulation des processus de séchage » et en particulier de développer des infrastructures de mesure des propriétés thermo-physiques de matériaux poreux.

J'ai intégré le CIRAD en 1990 où je me suis tout d'abord impliqué dans diverses opérations en cours en génie des procédés alimentaires (séchage, transferts de matière dans les emballages, procédés combinés, etc.). A partir de janvier 1991, j'ai coordonné une Action Thématique Programmée (ATP) du Cirad intitulée :
« Modélisation et optimisation du procédé de Déshydratation-Imprégnation par Immersion appliqué à la valorisation des produits alimentaires d'origine animale ».
Ce travail m'a permis de développer des compétences jusqu'alors inexistante au Cirad sur la transformation des produits carnés et en particulier sur le traitement de ces produits en solution aqueuse concentrée (*cf. § II-Synthèse scientifique*).
Différents projets connexes (régionaux, européens, industriels) ont ensuite prolongé l'ATP-CIRAD et renforcé cette thématique (*cf. § I.3- Contrats de recherche*). Les principaux résultats ont été consignés dans nombre de publications et communications et ont donné lieu aux dépôts de trois brevets (*cf. § I.4- Production Scientifique*). A partir de ces brevets, des développements industriels ont vu le jour (*cf. § II.6- Validation des recherches par un transfert sur site industriel*).

Depuis septembre 1998, je suis affecté à la Réunion où j'ai pris la responsabilité du montage d'un pôle de compétence du CIRAD en agro-alimentaire (Annexe 2). Ma mission est de constituer une équipe de recherche présentant une masse critique suffisante pour développer, en partenariat étroit avec l'Université et la Chambre de Commerce et d'Industrie de la Réunion, des thématiques de recherche répondant à des enjeux aux niveaux local et régional. Un important travail de programmation de nos activités de recherche a été réalisé. Il entre dans le cadre de notre convention générale avec les collectivités locales (Région et Département Réunion).

I.3- Contrats de recherche

Mon activité de recherche et développement menée au CIRAD m'a amené à participer au montage et à la coordination des projets pour lesquels des financements ont été recherchés auprès de bailleurs de fonds nationaux et internationaux. Aux principaux contrats présentés dans le tableau 1, s'ajoutent des appuis techniques à des industriels européens de la filière « produits de la mer » (Belmonte, Essencias del Mar, Delpierre, Arbor Technologies, Comptoir des mers, etc.) ainsi que des expertises outre-mer (Paraguay, Mayotte, Nouvelle Calédonie).

Les actions de développement issues des produits de nos recherches m'ont amené à participer à la rédaction et à la cession de contrats de licence d'exploitation (Arbor Technologie, Belmonte).

En tant que responsable de pôle agro-alimentaire du CIRAD à la Réunion, j'ai depuis deux ans contribué au montage et à la structuration des activités du Cirad dans ce domaine (programmation de la recherche, élaboration des budgets) qui représentent actuellement un volume annuel de 3,4 millions de francs (cofinancement CIRAD- Collectivités locales).

Tableaux 1 : Principaux contrats de recherche entre 1990-1999

Objet du contrat	Qualité	Partenaires	Origine des financements	Durée
Action Thématique Programmée sur la transformation des produits animaux	Coordonateur	Autres départements du CIRAD - Ifremer	Crédits Cirad	3 ans
Programme régional sur la transformation des produits de la mer	Coordonateur	Cepralmar - Delpierre - UFF	Etat/ Région Languedoc-Roussillon	3 ans
Utilisation d'un mélange de cristaux de sel et de sucre en salaison	Coordonateur	Compagnie des Salins du Midi et des Salines de l'Est	Compagnie des Salins du Midi et des Salines de l'Est	1,5 an
STD3 PROGRAM ERB 3504 PL 910521. Valorisation des céphalopodes	Participant	France, Espagne Uruguay, Argentine, Chili	Communauté Eropéenne	3 ans
EU-FAIR Concerted Action CT96-1118. Osmotic Treatment	Participant	6 pays d'Europe	Communauté Européenne	3 ans
Validation d'un procédé de salage-séchage-fumage en continu	Coordonateur	IFREMER	ANVAR Languedoc-Roussillon	1 an
Salage-séchage fumage à froid de filet de poisson à l'échelle artisanale	Coordonateur	Aquacoop	ANVAR Réunion	1 an
Projet Cordet sur la valorisation du poisson d'Ouvéa	Coordonateur	Province des Iles, Cirad-Nouvelle Calédonie	Ministère de la Recherche et de l'Enseignement Supérieur	2 ans

I.4- Production scientifique

Mes activités de recherche ont donné lieu à une cinquantaine de publications et communications (cf. Annexe 1- Liste des publications et travaux):

- 18 publications dans des revues internationales à comité de lecture dont trois soumises,
- 3 brevets (2 européens et 1 français),
- 2 publications dans des revues nationales,
- 18 communications dans des congrès internationaux, dont 13 avec actes,
- 8 communications dans des congrès nationaux.

D'autre part, les travaux sur la Déshydratation-Imprégnation par Immersion, en particulier pour leur application à la transformation des produits animaux, ont fait l'objet de 2 journées de séminaire AFSIA-CIRAD en 1994 que j'ai organisées conjointement avec Anne-Lucie Wack, (chef du programme agro-alimentaire du CIRAD-AMIS). Celles-ci ont donné lieu à des actes publiés (Cahiers de l'AFSIA n°10, 1994).

I.5- Activités d'encadrement

Au cours des dix dernières années, j'ai encadré 6 DEA et ai participé à l'encadrement de 4 thèses dont la liste et les références sont présentées dans le tableau 2.
J'ai en outre encadré en moyenne 2 à 3 étudiants par an (stage ingénieur de 6 mois) sur ma thématique de recherche.
J'ai également été amené à recevoir et à collaborer de façon étroite avec des chercheurs étrangers en séjour post-doctoral (Pr D.Vidal – Univ. Valencia – Espagne/ programme européen AIR) ou bénéficiant d'une bourse du Ministère de la Coopération (Kalilou Souley, Univ. Niamey, Niger ; Pr J.C. Igbeka, Univ. Ibadan, Nigéria)

Tableau 2 : Participation à l'encadrement de doctorat et DEA

Titre	Diplôme	Nom	Période	Encadrement*
Déshydratation-Imprégnation par Immersion en solutions ternaires : étude des transports d'eau et de solutés sur gel et produits d'origine animale.	Doctorat	BOHUON Philippe	92-95	40 %
Etude et optimisation du procédé traditionnel de fabrication du *kilishi.*	Doctorat	SOULEY Kalilou	95-97	15 %
Formulation et déshydratation de viande de volaille par immersion. Etude des transferts de matière à pression atmosphérique et sous vide.	Doctorat	DEUMIER François	97-00	20 %
Etude et optimisation du procédé traditionnel de fabrication du boucané.	Doctorat	POLIGNE Isabelle	98-01	60 %
Etude expérimentale et modélisation des transferts de matière en Déshydratation-Imprégnation par Immersion. Cas des solutions ioniques.	DEA	BOHUON Philippe	1992	40 %
Traitements combinés d'attendrissement et de Déshydratation-Imprégnation par Immersion appliqués au céphalopodes.	DEA	BESSIERE Philippe	1994	60 %
Evaluation sensorielle de produits de salaison à base de viande de daim formulée par Déshydratation-Imprégnation par Immersion.	DEA	DEUMIER François	1994	40 %
Contribution à l'étude des mécanismes régissant les transferts de matière en salaison sèche.	DEA	LE GUEN Olivier	1995	40 %
Etude et optimisation d'anchois faiblement marinés par Déshydratation-Imprégnation par Immersion.	DEA	POLIGNE Isabelle	1997	80 %

*Le pourcentage représente la part de l'encadrement que j'ai assuré personnellement

I.6- Activités d'enseignement

J'ai toujours assuré, parallèlement à mes activités de recherche, des activités d'enseignement.

Durant ma thèse (1985-1988) j'ai dispensé une quarantaine d'heures de TP et TD par an en DEUG A et en IUT « Mesures physiques » en énergétique.
Entre 1990 et 1998 j'ai effectué des cours de vacation à l'Ecole Nationale Supérieure des Industries Agricoles et Alimentaires, Section Industries Alimentaires des Régions Chaudes de Montpellier à raison de 20 à 30 heures par an (thermodynamique, transferts de matière et de chaleur, transformation des produits animaux).

Depuis 1999, j'interviens à l'Institut Universitaire Professionnalisé Agroalimentaire de la Réunion en tant que vacataire où je dispense avec ma collègue Isabelle Poligné (doctorante), des cours sur le séchage de produits alimentaires (12 heures) et sur la transformation des produits animaux (15 heures).

J'ai participé au montage d'un module de formation sur la transformation des produits carnés aujourd'hui dispensé à l'ENSIA-SIARC.
J'anime actuellement un groupe de réflexion (financement de l'AUPELF-FICU) impliquant les universités de Maurice, de la Réunion, de Madagascar, le CIRAD de Montpellier et l'ENSIA de Massy. L'objectif est le montage d'un module de formation sur la transformation des produits carnés adapté aux problématiques des pays de la zone Océan Indien et qui serait à terme dispensé dans chacune de ces universités.

II- SYNTHESE DES ACTIVITES DE RECHERCHE SUR LE THEME : Déshydratation et formulation de produits carnés. Etude et optimisation des procédés de salaison mettant en œuvre une opération de traitement des produits en solution aqueuse concentrée.

II.1- Introduction générale et problématique scientifique

Les produits carnés (viande et produits de la pêche et de l'aquaculture), riches en protéines sont d'une importance nutritionnelle majeure, mais s'altèrent rapidement après abattage ou capture. Ce constat est particulièrement marqué en régions chaudes où les techniques de réfrigération et de congélation, utilisées couramment dans les pays du nord, sont mal maîtrisées ou peu utilisées en raison de leur coût et de l'énergie qu'elles nécessitent.

Lorsqu'ils ne sont pas consommés dans l'immédiat, ces produits sont transformés par différents procédés traditionnels basés, que ce soit dans les pays du nord ou du sud, sur l'utilisation unitaire ou combinée d'opérations de salage, séchage, cuisson, fumage, marinage. On peut citer à titre d'exemple certains produits fabriqués à partir de viande (salaison de porc en Europe ; kilishi en zone sahélienne ; biltong en Afrique du Sud ; charque et carne do sol au Brésil ; boucané à la Réunion) ou de poissons (saumon et hareng fumés en France ; tilapia séché au Mali ; poisson fumé à Madagascar ou en Afrique de l'Ouest). Dans ces procédés qui bénéficient d'un savoir-faire ancestral, une part importante est laissée à l'empirisme. Les traitements sont généralement longs, mal maîtrisés et générateurs d'effluents liquides nuisibles pour l'environnement.

Dans le cas des pays du sud, l'importance de ces produits dans l'économie des filières est cruciale. Cependant, leur développement est souvent confronté à des problèmes de qualité d'ordre sanitaire qui portent préjudice à leur commercialisation tant sur le marché intérieur que sur des marchés régionaux. En effet, les techniques utilisées sont rustiques avec des conditions d'hygiène médiocres et l'altération du produit le rend souvent impropre à la consommation.

Dans les pays occidentaux, les enjeux sont tout autres et l'adaptation du produit à la demande d'un marché en perpétuelle évolution rencontre un certain nombre de difficultés. En effet, les

produits traditionnels très « typés » (rollmops, morue, hareng fumé etc.) ne reçoivent plus nécessairement la faveur du consommateur actuel qui leur préfère des produits plus « doux » (nouvelles marinades, saumon fumé, etc.). Cette tendance n'a cessé de s'affirmer au cours de ces dernières années et les produits obtenus, moins traités, présentent de ce fait une moins bonne stabilité. Le risque lié à la conservation de ces produits est d'autant plus grand que la maîtrise de ces procédés est rendue difficile par un accroissement brutal de la capacité des unités de production auparavant artisanales ou familiales.

Ces constats concourent à la nécessité de mieux comprendre et maîtriser les mécanismes mis en jeu au cours de ces procédés encore mal connus et ne bénéficiant pas suffisamment de l'expérience et des compétences disponibles en génie des procédés ; l'objectif finalisé étant de proposer des améliorations ou des alternatives technologiques adaptées à la demande.

Cette analyse est rendue difficile en raison de la particularité des procédés traditionnels qui comportent généralement plusieurs étapes intimement liées. La simultanéité ou le séquençage de certaines opérations unitaires (salage, séchage, fumage, cuisson etc.) qui les constituent induit des interactions entre mécanismes élémentaires (transferts de matière, de chaleur et réactions) qui ont une répercussion sur les propriétés conférées au produit.
De plus, l'aliment carné, de structure et composition complexes et hétérogènes, apporte une difficulté supplémentaire qui rend difficile le suivi de l'ensemble de ses caractéristiques au cours du procédé. Aussi, faut-il trouver une stratégie expérimentale qui permette de faire la part entre les caractéristiques intrinsèques au produit et les facteurs exogènes qui agissent sur le comportement dynamique du procédé et en modifient les processus élémentaires.

Travailler sur des systèmes, dont la complexité est liée au caractère multifonctionnel des procédés appliqués de surcroît à des aliments réels, est en soi un objet d'étude scientifique pertinent. Mais le bien fondé des recherches mises en jeu doit aussi être appréciée en terme de résultats transférables au niveau industriel, qu'il s'agisse du produit (formulation maîtrisée) ou du procédé (innovations technologiques).

Traitement des produits en solution aqueuse concentrée (la liste des publications citées ci-dessous n'est pas exhaustive).

Le Cirad travaille depuis plus de dix ans sur le traitement de produits alimentaires en solution aqueuse concentrée. A partir de 1991, il a appliqué cette opération à la transformation de produits carnés. En effet, les procédés traditionnels (salage, fumage, marinage) ont souvent en commun une étape de mise en contact du produit (pièce de viande ou de poisson) avec une solution chargée en solutés (sel, sucres, acides, substances aromatiques, etc.). Ce traitement relève de l'opération unitaire de Déshydratation-Imprégnation par Immersion (DII) sur laquelle plusieurs équipes de recherche travaillent depuis une quinzaine d'années.

Le terme générique de DII recouvre tous les procédés où ont lieu des transferts de matière induits par la différence de concentration existant entre l'aliment (d'origine animale ou végétale) riche en eau et la solution concentrée riche en solutés (Ponting *et al.*, 1966 ; Le Maguer, 1988 ; Raoult-Wack *et al.,* 1992). Au cours de cette opération se produisent des transferts de matière croisés et interactifs en condition isotherme qui conduisent à (Figure 1) :

- un départ d'eau du produit vers la solution (sans changement de phase),
- une incorporation de soluté(s) de la solution vers le produit,
- une perte en solutés propres du produit vers la solution.

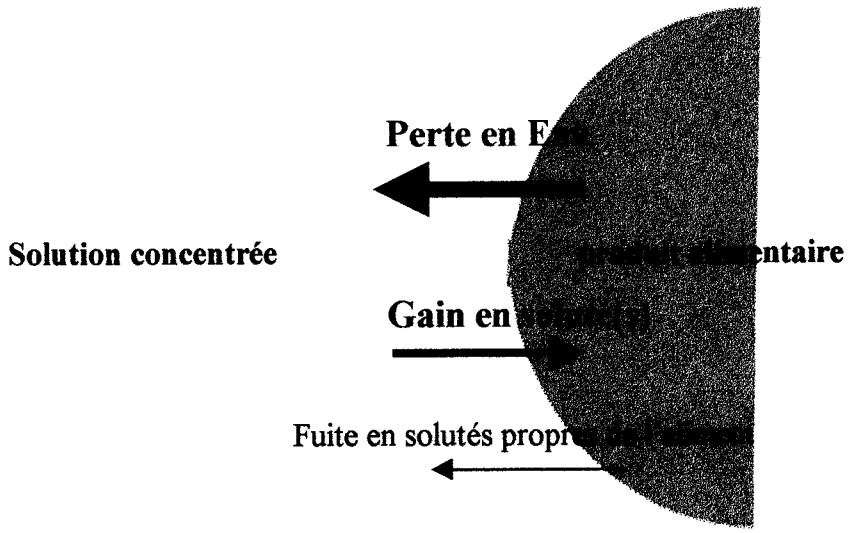


Figure 1. Transferts de matière résultants au cours de l'opération de Déshydratation-Imprégnation par Immersion.

On réalise ainsi simultanément une déshydratation et une formulation directe de l'aliment.
Cette opération, combinée à des pré et/ou post-traitements, conduit à une large gamme d'applications (Figure 2).
Différentes études expérimentales, réalisées sur aliments modèles (Raoult-Wack *et al.,* 1992) et sur produits végétaux (Saurel *et al.,* 1994a ; 1994b) en utilisant des solutions de complexité croissante, ont permis de mieux comprendre les mécanismes mis en jeu au cours de l'opération de DII et de faire notamment la part entre les mécanismes diffusifs et osmotiques qui régissent les transferts de matière.
La modélisation des transports de matière en DII a été essentiellement traitée soit à partir de la loi de Fick en solution binaire eau-sel ou eau-saccharose sur des produits animaux (Jason, 1965 ; Favetto *et al.*, 1981 ; Djelveh et Gros, 1988 ; Diaz *et al.*, 1993) et végétaux (Hawkes et Flink, 1978 ; Isse et Schubert, 1991; Yao, 1994), soit à partir de la Thermodynamique des Processus Irréversibles (Le Maguer et Biswal, 1988; Raoult-Wack, 1991 ; Djelveh *et al.,* 1992). Des modèles empiriques (Lenart et Flink, 1984, Saurel *et al.,* 1994a-b) ou de type « boîte grise » (Raoult-Wack *et al.*, 1991 ; Giroux, 1992 ; Tréléa *et al.*, 1998) ont également été utilisés dans un but de contrôle-commande et d'optimisation du procédé.
Le contrôle des conditions hydrodynamiques autour du produit est nécessaire pour une conduite maîtrisée du procédé. D'autant qu'en solution fortement concentrée, les transferts de matière à l'interface solide/liquide peuvent être limitants (Cussler, 1984 ; Raoult-Wack *et al.,* 1989). Sur le plan technologique, la mise en contact d'une phase solide fragile et légère avec une phase liquide lourde et visqueuse n'est pas triviale. Pour cela, la recherche d'un mode de mise en contact des phases adapté revêt une importance particulière (Giroux et Marouzé, 1994).

Une littérature abondante existe sur le traitement de produits végétaux et en particulier de fruits en solution concentrée en sucre (Flink, 1975 ; Lerici *et al.*, 1985 ; Guilbert *et al.*, 1990 ; Saurel *et al.,* 1994a-b ; etc.). Par contre, peu de travaux antérieurs à nos études ont porté sur le traitement de produits carnés en solution multiconstituant (Favetto *et al.*, 1981 ; Mugurama *et al.*, 1987), que ce soit dans un but de déshydratation ou de formulation directe de l'aliment.

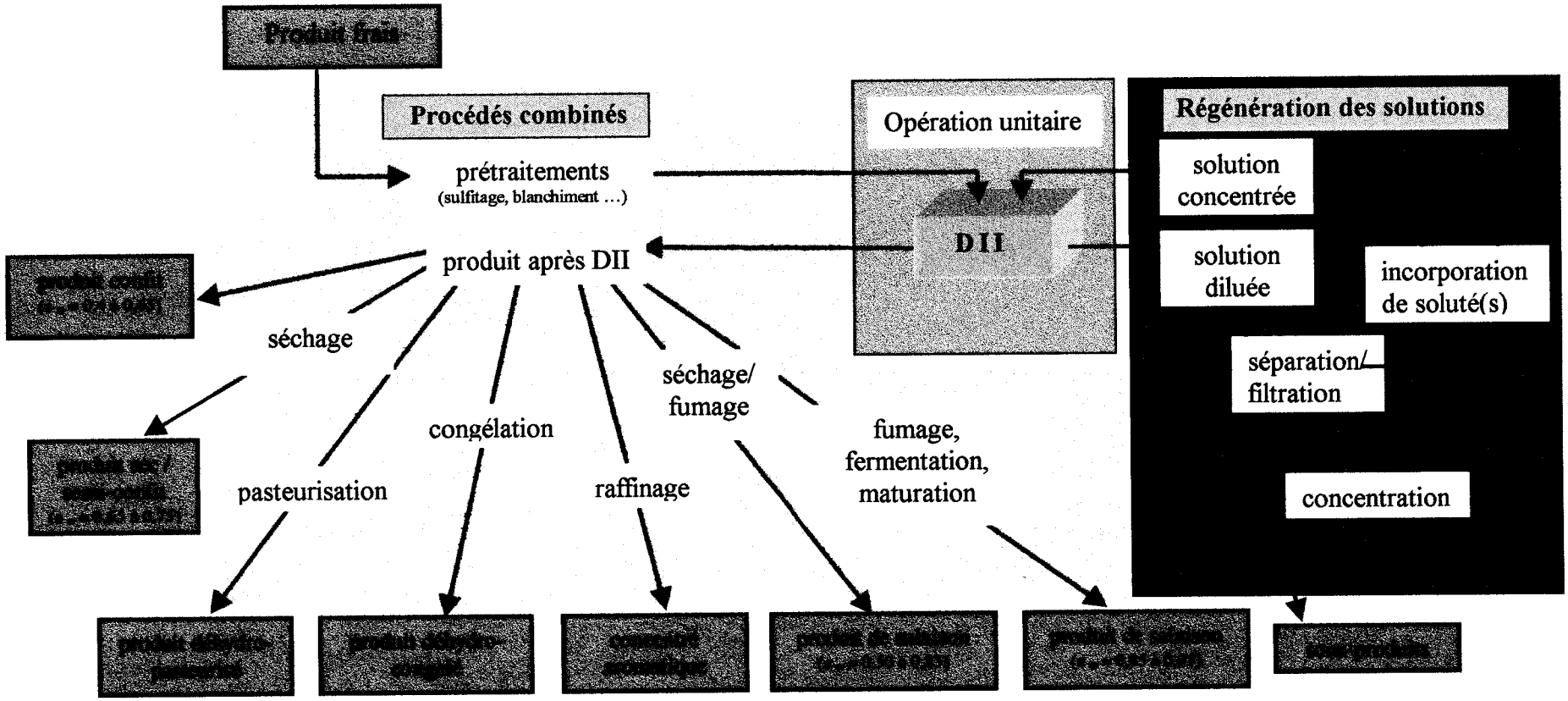


Figure 2 : Diagramme d'utilisation de la DII en association avec des traitements complémentaires (Bohuon et Raoult-Wack, 2000).

La présentation qui suit consacre 9 années de recherche dans le domaine de la transformation des produits carnés et porte plus particulièrement sur l'intérêt d'introduire une étape de traitement des produits en solution aqueuse concentrée dans les procédés de salaison. La démarche scientifique adoptée a consisté à séparer les problèmes selon leur nature (étude au laboratoire sur procédé et produits, conditions de mise en œuvre du procédé, validation à l'échelle pilote) et à les résoudre isolément de façon progressive (méthodologie expérimentale appliquée à des aliments modèles et réels) au moyen d'outils appropriés (modélisation, méthodes analytiques, procédures de contrôle, test sur maquettes, réalisation d'unités pilotes) en procédant par étapes successives. La présentation qui suit (§ II.2) illustre cette démarche et recompose les résultats obtenus en un ensemble cohérent qui respecte dans ses grandes lignes la genèse de ce projet de recherche. Ce dernier comprend différentes étapes qui nous ont paru nécessaires pour aboutir à un produit transférable au niveau industriel.

Cette présentation se structure en cinq parties.

La première porte sur l'étude des principaux transferts de matière ayant lieu au cours de la mise en contact d'une structure protéique animale avec une solution concentrée. Le but est de mieux cerner les mécanismes mis en jeu et d'évaluer les possibilités qu'offre cette technique comme alternative aux procédés classiques.

La deuxième partie étudie l'incidence du procédé sur le développement de la qualité du produit en cours de traitement et de stockage.

La troisième partie porte sur les possibilités de mise en œuvre du procédé à l'échelle pilote.

La quatrième partie présente la démarche d'innovation qui a été développée et les applications technologiques qui ont abouti.

Enfin, la cinquième partie tente d'analyser de façon critique la démarche adoptée et la qualité des résultats obtenus d'une part, et de dégager des pistes de recherche qu'il reste à explorer sur cette thématique d'autre part.

II.2- Etude, modélisation et optimisation des transferts de matière

II.2.1- Salage/séchage simultané

Traditionnellement, l'étape d'immersion en solution concentrée est utilisée pour l'imprégnation en sel et/ou en autres ingrédients de salaison du produit carné (salage, saumurage, salaison). Dans ce cas, la pièce de viande ou de poisson (Voskresensky, 1965 ; Del Valle et Nickerson, 1967 ; Ravesi et Krzynowek, 1991 ; Medina-Vivanco *et al.,* 1998) est généralement traitée en solution constituée d'eau et de sel comme soluté majoritaire. Ces techniques favorisent l'imprégnation du soluté dans l'aliment, limitant de ce fait le phénomène de déshydratation, surtout lorsque la concentration en sel est inférieure à 250 g/L (Reay, 1936 ; Slabyj *et al.*, 1987 ; Deng, 1977). C'est pourquoi cette étape est souvent combinée à un séchage complémentaire dans le but de stabiliser partiellement ou entièrement le produit (Del Campo et Cutting, 1957 ; Ismail et Wooton, 1992 ; Chang et Huang, 1996).

Nous avons ici évalué l'intérêt d'ajouter dans la solution concentrée un soluté supplémentaire, le sucre[1], pour favoriser la déshydratation du produit. Pour cela, notre travail s'est centré sur l'étude des transferts de matière lors de l'immersion d'un produit d'origine animale dans une solution ternaire (eau, sel, sucre), transferts sur lesquels très peu de données était disponible.

II.2.1.1- Etude expérimentale des transferts de matière sur aliments modèles et réels

Un important travail expérimental a été accompli par le biais d'études cinétiques combinées à la méthodologie des plans d'expériences afin de caractériser expérimentalement les transferts de matière (Collignan et Wack, 1992 et 1994 ; Bohuon *et al.*, 1998).

Les première études menées sur aliments réels (viande ou poisson) (Collignan et Raoult-Wack, 1994) ont montré que de substantielles pertes en eau (< 40%) pouvaient être obtenues à basse température (10°C) (Figure 3).

[1] Le terme «sucre» recouvre les molécules glucidiques simples (glucose, fructose, saccharose) et complexes (sirop de glucose et maltodextrines).

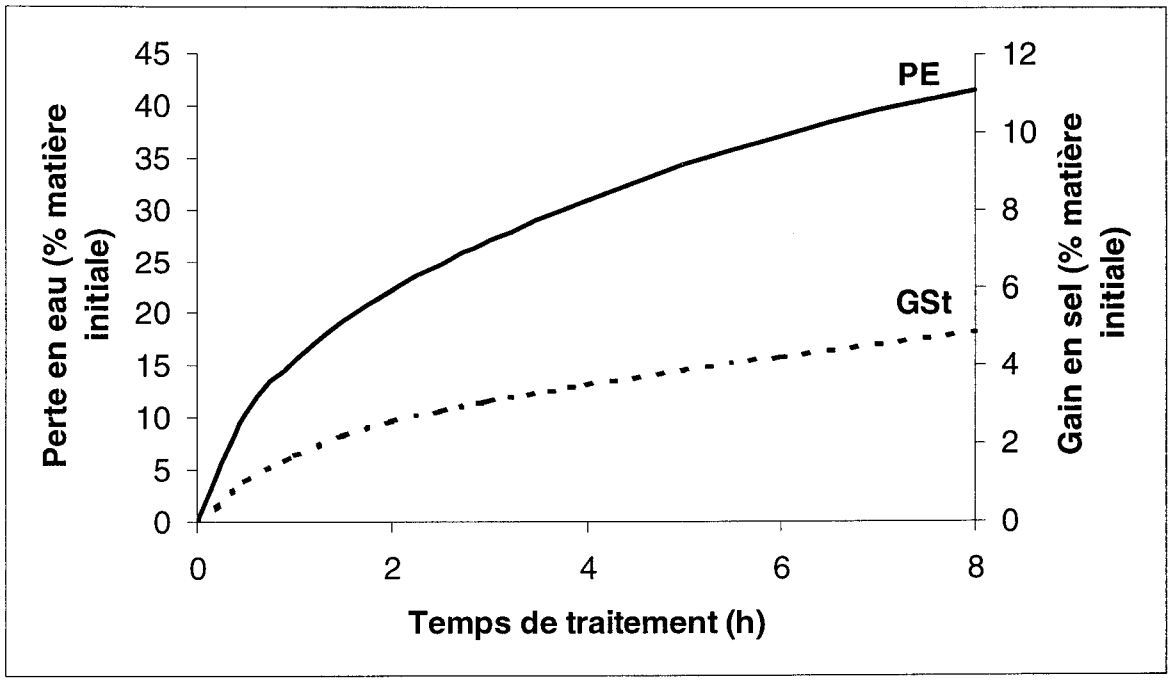


Figure 3. Cinétiques de perte en eau (——) et gain en sel (----) obtenues sur des filets de cabillaud de 150 × 60 × 9 mm^3 immergés à 10 °C dans une solution ternaire de concentrations [NaCl] = 350 g/kg d'eau et [Saccharose] = 1200 g/kg d'eau (Collignan et Raoult-Wack,1994)

L'utilisation d'un plan d'expériences en réseau de Doehlert a permis de révéler les fortes interactions existant entre les deux solutés (sel et sucre). Ainsi le sucre, de par sa masse moléculaire importante, reste en grande partie localisé en surface du produit et modifie les conditions de la couche limite. Il accentue le gradient de concentration existant entre l'aliment et la solution et favorise le départ d'eau d'une part et limite par effet d'obstruction l'imprégnation en sel d'autre part (Figure 4).

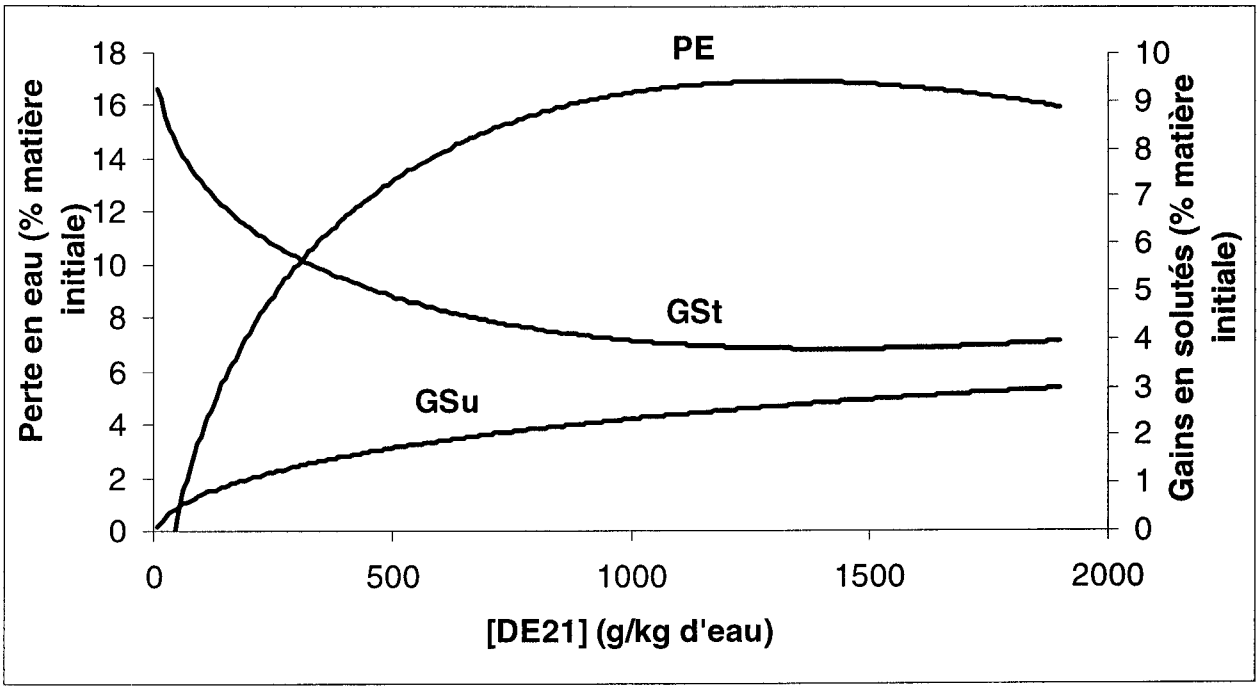


Figure 4. Effet de la concentration en sirop de glucose sur les transferts de matières, perte en eau (WL), gain en sel (StG) et gain en sucre (SuG), observés sur des filets de dinde de $7 \times 5 \times 1$ cm^3 immergés à 10 °C pendant 5 h dans solution ternaire saturée en sel (Deumier, 2000).

En effet, l'association de sucre et de NaCl dans une même solution à 20°C permet, par rapport à une solution binaire (eau-NaCl) saturée à 26% (p/p), d'accéder à une concentration totale de 75% (p/p) et donc de créer un potentiel de transfert favorable à un traitement rapide et à un niveau de déshydratation élevé. D'autre part, la masse molaire du sucre, supérieure à celle du sel, fait qu'il diffuse beaucoup plus lentement dans le produit et reste en grande partie localisé à sa périphérie.

En solution ternaire eau-sel-sucre, les effets fortement antagonistes sur le gain en solutés du produit traité ont été identifiés. L'imprégnation en sel est en particulier limitée par la présence du sucre. Cet effet « barrière » du sucre sur la pénétration du sel a été mis en évidence sur des produits végétaux (Bolin *et al.*, 1983; Lenart et Flink, 1984) et des produits d'origine animale (Favetto *et al.,* 1981 ; Collignan et Raoult-Wack, 1992 ; Collignan et Raoult-Wack, 1994 ; Deumier *et al.*, 1996 ; Bohuon *et al.*, 1998). Il serait dû à la formation dans l'aliment, d'une couche périphérique fortement concentrée en sucre (Figure 5).

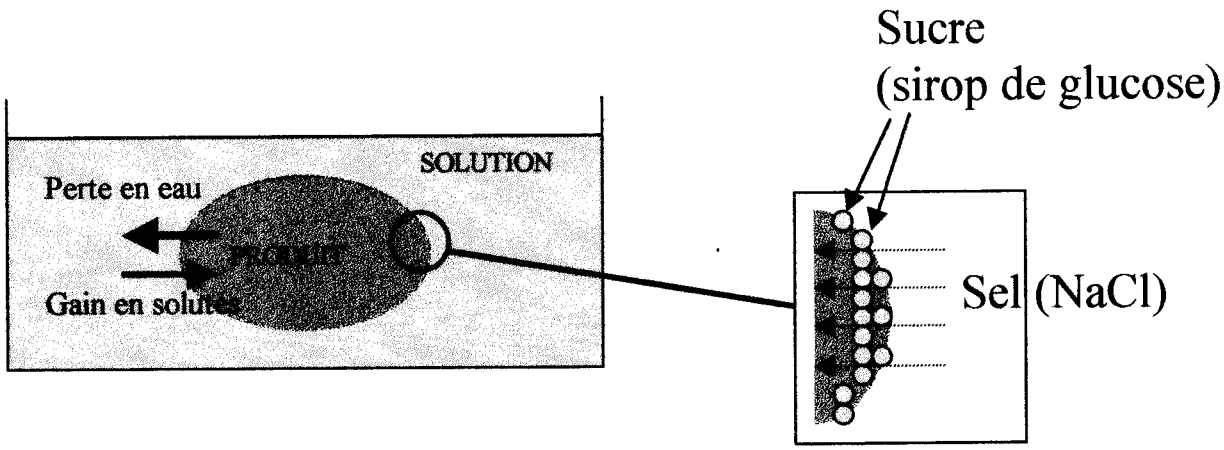


Figure 5. Effet barrière du sucre lors de la mise en contact d'une matrice protéique avec une solution ternaire eau-sel-sucre.

La présence de sucre dans cette couche diminuerait fortement le coefficient de diffusion du NaCl (Bohuon *et al.*, 1998). Par exemple, pour une solution KCl-eau, le coefficient de diffusion droit du KCl peut être divisé par un facteur onze lorsque du saccharose est rajouté (Reinfelds et Gosting, 1964 ; Henrion, 1964). Cette diminution serait essentiellement due au développement d'une forte viscosité en solution ternaire. Bohuon *et al.* (1997) constatent le développement de fortes interactions NaCl-saccharose qui augmentent significativement la viscosité d'un tel mélange.

On relève ainsi (Figure 4) l'existence d'une concentration critique au-delà de laquelle l'effet de la concentration en sucre de la solution sur le gain en sel devient faible. D'autre part, la perte en eau se stabilise au-delà de 900 g de sucre/kg d'eau, ce qui est dû à des transferts externes limitants (Bohuon *et al.*, 1998).

Une analyse des cinétiques montre que l'imprégnation en sucre du produit est rendue négligeable (Figure 6) lorsque l'on utilise des sucres de forte masse molaire (sirop de glucose) et ce, sans affecter le gain en sel et la perte en eau (Collignan et Raoult-Wack, 1994).

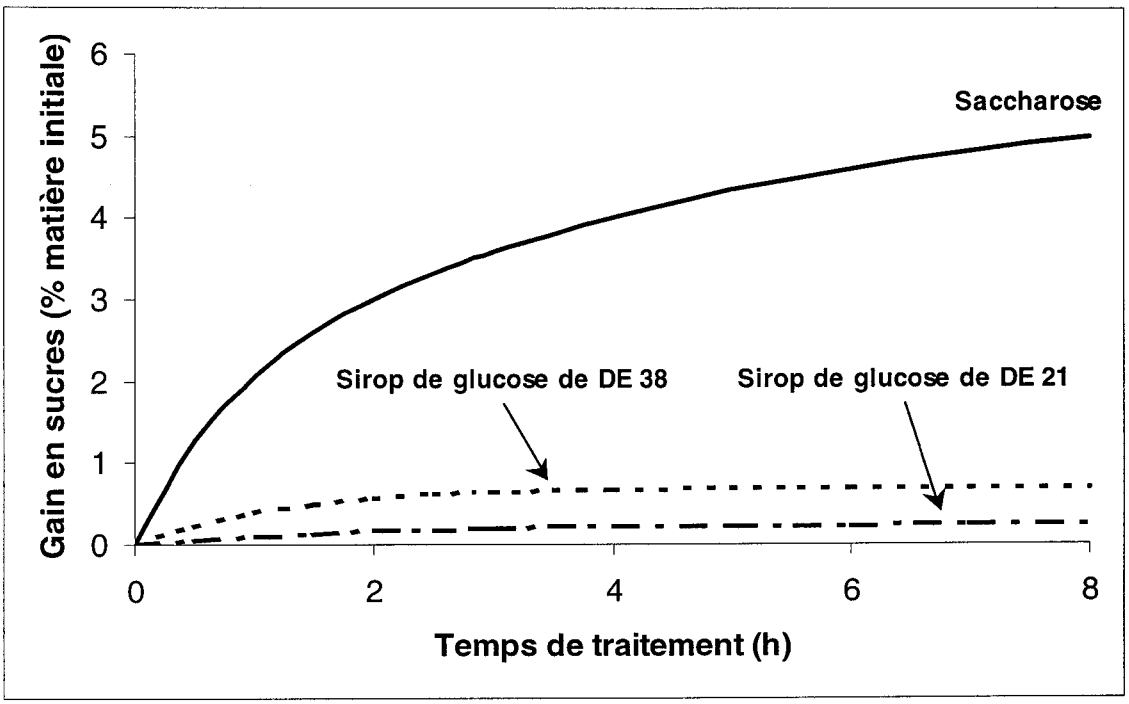


Figure 6. Cinétiques de gain en sucre de filets de cabillaud de 150 × 60 × 9 mm^3 immergés à 10°C dans une solution ternaire. [NaCl] = 350 g/kg d'eau et [Sucre] = 1200 g/kg d'eau. Sucrose (——) , DE 38 glucose syrup (----) and DE 21 glucose syrup (– — –) (Collignan et Raoult-Wack, 1994).

Ainsi, plus la masse molaire du sucre est faible, plus la dynamique d'imprégnation est rapide, les sucres ayant pénétré la viande étant majoritairement des glucose, maltose et malto-triose (Deumier, 2000).

Ces résultats ont été confirmés par une étude plus fine menée sur un gel protéique (combinaison de carraghénane et de gélatine) en utilisant un dispositif expérimental d'agitation original (disque en rotation) permettant de se mettre en situation de transferts externes non limitants (Bohuon *et al.*, 1998). Ainsi, en régime de transports internes monodimensionnels, les fortes interactions existant entre les deux solutés (sel et sucre), que l'on attribuait à la formation et au maintien d'une couche superficielle concentrée en sucre, ont pu être précisées par une analyse expérimentale des profils de concentration (Bohuon *et al.*, 1998).

Plusieurs travaux ont permis d'évaluer le rôle de facteurs intrinsèques au produit carné sur les transports de matière. Le gel protéique (carraghénane-gélatine) reproduit de façon satisfaisante le comportement d'une structure tissulaire animale (Bohuon *et al.*, 1998). Il démontre ainsi que la

présence de membranes cellulaires n'est pas nécessaire pour obtenir de forts niveaux de perte en eau, ce qui confirme les résultats antérieurs obtenus sur gel d'agar et produits végétaux modèles (Raoult-Wack *et al.,* 1992 ; Saurel *et al.,* 1994a-b). Une autre étude montre que deux filets de viande et de poisson, matrices protéiques d'organisation très différente, ayant les mêmes caractéristiques dimensionnelles et les mêmes teneurs en matière grasse présentent des comportements qualitatif et quantitatif identiques en terme de transfert de matière (Collignan et Raoult-Wack, 1992). Par contre, la teneur en matière grasse du produit carné est un facteur déterminant dont la variation modifie de façon notable la dynamique des transferts de matière (Collignan et Raoult-Wack, 1992). Un travail mené en parallèle sur aliments modèles et réels apporte un éclairage sur le rôle spécifique de la phase lipidique. Elle agit principalement de façon indirecte en diminuant, par sa présence, la quantité d'eau transférable et, dans une moindre mesure, directement en augmentant la tortuosité du milieu (Bohuon *et al.*, 1998).

Un étude récente a mis en évidence les limites du champ d'application des solutions eau-sel-sucre pour le salage-séchage de pièces de dinde (Deumier, 2000). Les résultats obtenus montrent que l'application rationnelle de cette opération se limite à la formulation de produits faiblement et moyennement déshydratés (55 à 70% d'eau). Le traitement de DII ne permet pas en une seule opération de décliner tous les produits existants du fait d'une imprégnation en sel devenant trop importante lorsque l'on accentue la déshydratation du produit. Cependant une analyse plus poussée est nécessaire afin d'évaluer si ces résultats sont généralisables à l'ensemble des produits carnés.

II.2.1.2- Transferts à l'interface produit/solution

L'étude des transferts de matière à l'interface solide/liquide est nécessaire pour identifier les cas où les transferts externes sont limitants selon les situations expérimentales rencontrées. Un dispositif original constitué d'un disque de gel en rotation axiale immergé dans la solution concentrée a permis de maîtriser les conditions hydrodynamiques à l'interface gel/solution et de caractériser l'influence des conditions de convection externes sur les transferts de matière (Bohuon *et al.*, 1998). Pour des solutions binaires eau-sel, l'agitation de la solution n'est pas nécessaire car la convection naturelle est suffisante pour renouveler la couche limite à l'interface

produit-solution. Par contre, dans le cas de solutions ternaires eau-sel-sucre fortement concentrées et à basse température, la convection naturelle pourtant très prononcée (Figure 7) n'assure plus le renouvellement de la couche limite et les transferts de matière à l'interface deviennent limitants. Dans ce cas, l'agitation est nécessaire car elle favorise la cinétique de mélange existant entre la phase diluée et la phase concentrée visqueuse, rétablissant ainsi un gradient de concentration favorable aux transferts de matière.

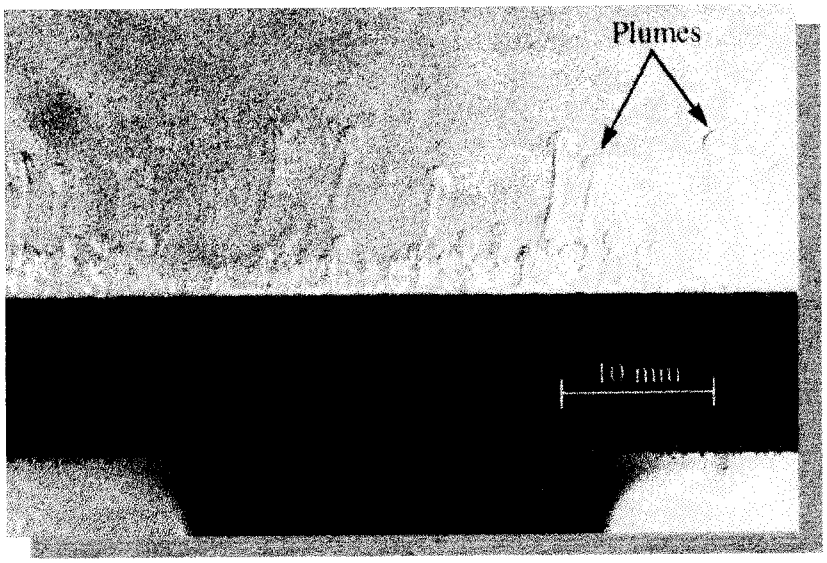


Figure 7. Observation des plumes d'eau ascensionnelles à l'interface gel/solution en convection naturelle après une minute de traitement d'un disque de gel horizontal dans une solution ternaire ([NaCl] =350 g/kg, [saccharose] = 1900 g/kg) à 10°C (Bohuon *et al.*, 1998).

II.2.1.3- Caractérisation des propriétés des solutions concentrées et modélisation

Les propriétés physico-chimiques des solutions ternaires (masse volumique, viscosité dynamique, activité de l'eau) dont la connaissance est indispensable pour la compréhension des mécanismes de transfert de matière ont été mesurées et des corrélations simples élaborées dans un but de prédiction (Bohuon, 1995 ; Deumier, 2000). Par contre, les propriétés de transport validées en solutions binaires eau-sel et eau-saccharose n'ont pas pu être évaluées en solution ternaire et les coefficients de diffusion ternaire NaCl-eau-saccharose n'ont pu être estimés.

L'aptitude d'un modèle diffusionnel à rendre compte des mécanismes de transport globaux et locaux (profils de concentration) sur gel en solution binaire eau-saccharose avait déjà été évaluée par Raoult-Wack (1991). En solution ternaire eau-sel-sucre, les bases d'un modèle diffusif de transport de matière ont été posées. Etant données les lacunes existant quant aux propriétés de transport en solutions ternaires, le modèle a été appliqué dans un premier temps en solution binaire eau-sel et eau-saccharose. Dans ce cas, le modèle simule correctement le comportement d'un gel protéique (Bohuon, 1995).

Ces différents travaux, organisés autour d'une approche expérimentale progressive mettant en œuvre des dispositifs expérimentaux spécifiques, nous ont permis d'analyser les mécanismes et les variables qui pilotent l'opération de traitement de produits carnés en solution ternaire eau-sel-sucre. L'effet de synergie lié à l'utilisation de deux solutés complémentaires, le sel et le sucre, a été dévoilé et quantifié. Le rôle de la matrice protéique a pu être caractérisé (effet de la structure, influence de la matière grasse). Il est possible d'éviter le séquençage traditionnel d'opérations de salage et de séchage des produits carnés, en utilisant une seule opération de Déshydratation-Imprégnation par Immersion (DII) en solution ternaire (eau-sel-sucre). Néanmoins, une analyse approfondie des transferts de matière (découplage et quantification des transferts externes et transports internes) ainsi qu'une meilleure prédiction du comportement du produit dans des conditions expérimentales variées demanderaient la construction d'un modèle de connaissance. Même si un modèle diffusif de transport de matière a été élaboré, son application s'est limitée à un milieu biphasique. Son utilisation en solution ternaire nécessiterait une meilleure connaissance des propriétés des solutions, des phénomènes à l'interface et de l'effet de la rétraction de la matrice protéique.

II.2.2- Formulation directe de produit par traitement à pression atmosphérique et sous vide pulsé

Si le salage/séchage simultané de produits carnés est une application originale de l'opération de DII, le traitement en solution aqueuse concentrée peut également présenter un intérêt dans l'optique d'une formulation du produit. L'utilisation d'acides en complément du sel peut être recherchée pour attendrir la chair (Collignan et Montet, 1998) ou stabiliser le produit et lui

conférer des qualités organoleptiques spécifiques (Poligné et Collignan, 2000). Une formulation plus complexe du produit salé/séché peut également être réalisée par ajout d'additifs de salaison dans la solution (Deumier *et al.*, 1996). L'impact sur les transferts de matière de solutés complémentaires au sel et utilisés couramment en salaison tels que les nitrites, les polyphosphates et l'acide ascorbique a été évalué.

Cependant, lorsque la formulation de pièces de viande à pression atmosphérique est rendue difficile en raison de l'épaisseur importante des pièces traitées, d'une diffusion lente des solutés (importante masse molaire et/ou fortes interactions avec la matrice protéique), un procédé d'Immersion sous Vide Pulsé (IVP) peut être appliqué. Le produit est alors immergé dans la solution et est soumis à un traitement alternant des phases sous vide partiel et des phases à pression atmosphérique. Ce procédé avait été proposé par Fito *et al.* (1994) pour le traitement de fruits. Les travaux que nous avons réalisés (Deumier, 2000) révèlent que, dans le cas du traitement de produits carnés en saumure simple, le traitement d'IVP augmente le gain en sel et diminue la perte en eau avec pour conséquence une augmentation du rendement massique. Les essais conduits sur de la viande de dinde ont permis de proposer une représentation schématique des transports de matière en IVP (Figure 8).

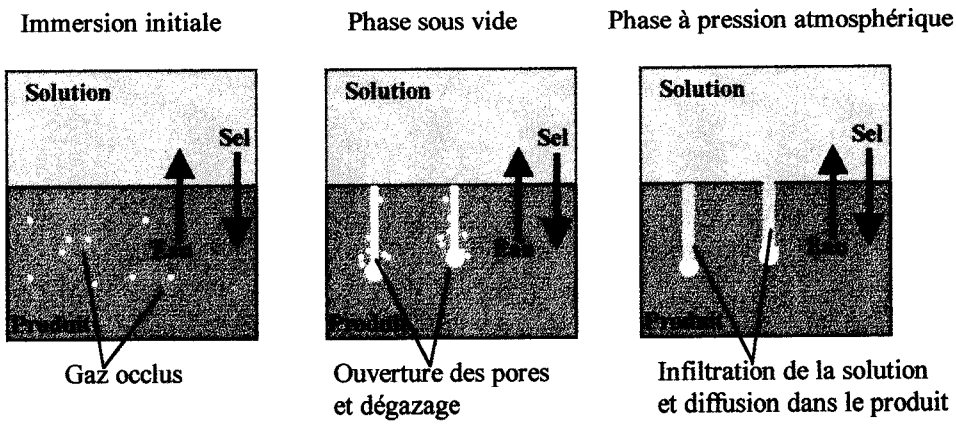


Figure 8 : Représentation des mécanismes impliqués dans le procédé d'immersion sous vide pulsé (Deumier, 2000).

Ainsi, le traitement sous vide permet-il de dégazer les pores de la viande (gaz initialement occlus et/ou dissous) et la restitution de la pression atmosphérique induit une infiltration de la solution dans ces pores, les gaz encore présents étant comprimés et dissous.

Ces travaux montrent, qu'à pression atmosphérique, une formulation maîtrisée et rapide du produit carné est envisageable. D'un point de vue technologique, il est possible d'accéder aux caractéristiques physico-chimiques de certains produits du commerce (hareng et saumon fumés, morue, magret salé et séché viande des Grisons, hareng mariné etc.).
L'immersion sous vide pulsé autorise une formulation plus rapide du produit et l'emploi de solutés à faible coefficient de diffusion en induisant un mouvement de filtration de la solution au cœur de la viande. Cependant, de nombreuses questions restent posées quant aux contributions respectives des différents mécanismes mis en jeu (filtration, diffusion) en IVP.

II.3- Relation procédé-qualité

II.3.1- Incidence du procédé sur la qualité du produit fini

L'évaluation de la qualité de la pièce de viande ou de poisson traitée par immersion en solution aqueuse concentrée est primordiale. Celle-ci peut déboucher sur une meilleure maîtrise de la qualité de productions traditionnelles (homogénéité de traitement, durée de vie du produit, etc.) d'une part, et sur la mise au point des produits présentant des caractéristiques nouvelles d'autre part. Différents travaux ont été menés afin d'apprécier l'incidence d'une opération de traitement en solution aqueuse concentrée, utilisée seule ou combinée à des pré et/ou post-traitements, sur la qualité de produits carnés. L'impact d'un traitement en solution aqueuse concentrée sur la diminution de la charge microbienne du produit a été relevée. A titre d'exemple, dans le cas du salage/séchage d'une viande en solution eau-sel-sucre, la flore aérobie mésophile totale, initialement à 2,5 10^3 unités formatrice de colonies (UFC), a été divisée par 20 après 15 heures (Deumier *et al.,* 1996). Pour le marinage de filets de poissons en solution eau-sel-acides, le produit initialement à 1.5 10^3 UFC est entièrement décontaminé après seulement 32 minutes de traitement (Poligné et Collignan, 2000).
L'amélioration de la qualité microbienne du produit est essentiellement liée à une décontamination de surface due aux fortes concentrations en solutés à l'interface produit–solution (forte pression osmotique), au temps de séjour des produits dans la solution ainsi qu'à la nature des solutés impliqués.

La décontamination du produit au cours du traitement en solution, associée à un abaissement de son pH (4,0) et/ou à une diminution de son Aw (qui peut atteindre dans certain cas 0,8), autorise une durée de vie en froid positif (2-4°C) de plusieurs mois (Deumier *et al.*, 1996 ; Poligné et Collignan, 2000). En particulier, l'effet de synergie, en terme de conservation, lié à l'emploi simultané de plusieurs acides peut être remarquable (Poligné et Collignan, 2000).

D'autre part, une modification des qualités organoleptiques des produits traités en solution concentrée peut être recherchée. Dans le cas d'un salage/séchage, des ingrédients de salaison utilisés comme solutés complémentaires au sel et au sucre permettent d'améliorer la couleur (nitrite) et la texture (polyphosphates) (Deumier *et al.*, 1996). En solution acide, l'effet conjugué du pH et de la température peut provoquer une protéolyse ayant pour conséquence l'amélioration de la texture de produits à chair dure tels que les céphalopodes (Collignan et Montet, 1998). Enfin les saveurs acide et salée de produits de la mer peuvent être modulées en fonction du type d'acide, utilisé seul ou combiné, sans affecter la stabilité des produits finis (Poligné et Collignan, 2000).

II.3.2- Evolution de la qualité au cours du procédé

Plus récemment, une approche originale a été engagée afin de mieux cerner la manière dont se développe et peut être améliorée la qualité du produit carné au cours d'un procédé traditionnel. Cette démarche est adoptée dans le cadre d'un travail en cours qui évalue l'intérêt d'inclure une opération de traitement par immersion dans le procédé traditionnel de fabrication du boucané (Poligné, thèse en cours : 1998-2001), viande salée-séchée-fumée typique de la Réunion (Poligné *et al.*, 2000). Notre approche consiste à identifier, au niveau du procédé traditionnel, les opérations simultanées indissociables (en particulier les termes de couplage entre transferts et mécanismes réactionnels), qui participent à la stabilisation, la coloration et l'aromatisation du produit fini, fonctions du procédé et critères de qualité reconnus par le consommateur réunionnais. Une deuxième étape étudie les mécanismes élémentaires qui se développeraient au travers d'un traitement par immersion en solution concentrée et qui permettraient de retrouver la qualité du produit traditionnel.

Le chantier que nous avons ouvert sur l'amélioration des procédés traditionnels par l'étude des relations existant entre la conduite du procédé et le développement de la qualité du produit est vaste et pourra se poursuivre à travers l'étude d'autres procédés de séchage et formulation de produits alimentaires.

La formulation de produits de salaison en utilisant des solutions de complexité variable, la combinaison de la DII avec des pré- et post-traitements (maturation, fumage, grillage etc.), la « tropicalisation » du procédé (température élevée, rusticité du procédé, échelle de traitement artisanale) sont autant de pistes qu'il reste à étudier sous l'angle de la relation entre le procédé et la qualité des produits traités.

II.4- Contrôle et mise en œuvre du procédé à l'échelle pilote

II.4.1- Mise en œuvre du procédé

Pour assurer l'homogénéité du traitement d'un même lot de produits, il faut induire un mouvement différentiel entre le produit et la solution concentrée afin de renouveler la solution à son contact. La principale difficulté réside dans la mise en contact d'une solution lourde et visqueuse avec un produit léger et fragile. Pour cela, différents modes d'agitation ont été étudiés (Marouzé *et al.*, 2000).

Un premier contacteur de phases consiste à disposer les produits dans une nacelle qui est immergée dans la solution concentrée et agitée verticalement au moyen d'un vérin pneumatique (Deumier *et al.*, 1997).

Ce mode d'agitation (Figure 9) assure un bon renouvellement de la solution au contact des produits, nécessaire dans le cas de solutions fortement concentrées et pour le traitement homogène d'un lot de produits.

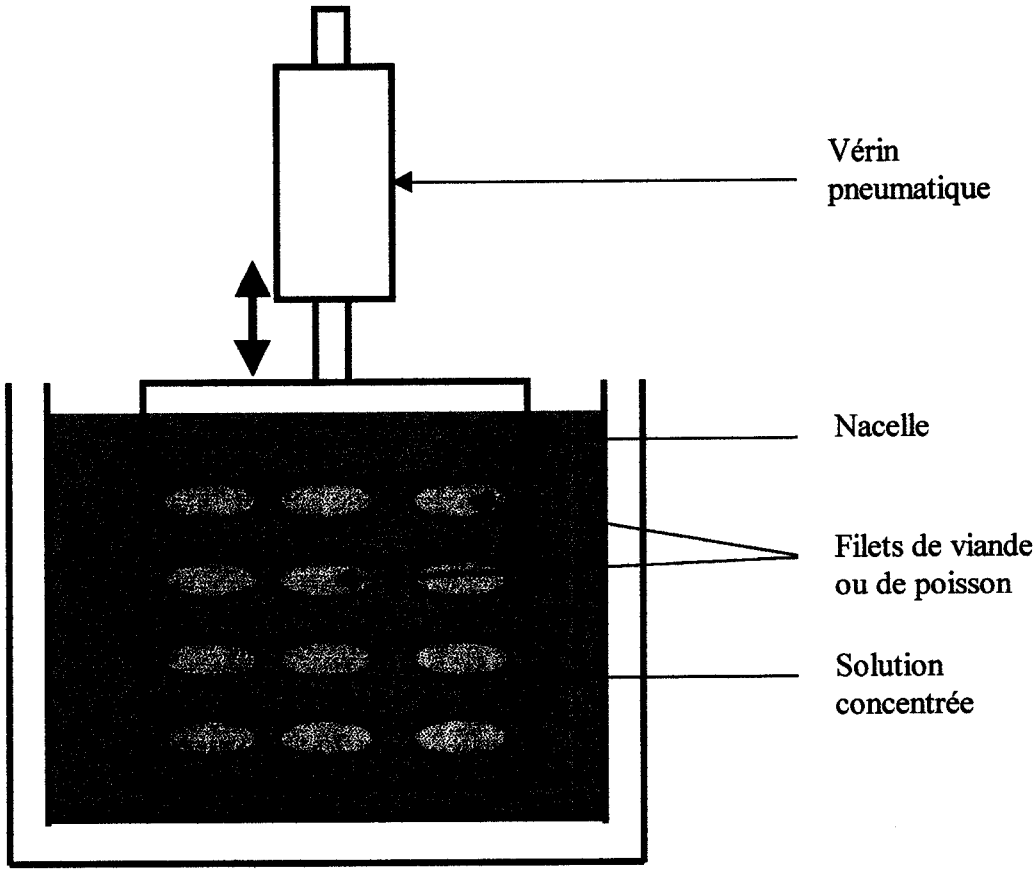


Figure 9. Schéma du dispositif de Déshydratation-Imprégnation par Immersion (DII) avec agitation verticale.

Un deuxième mode de mise en contact des phases par douchage (DID : Déshydratation-Imprégnation par Douchage) a été réalisé (Marouzé *et al.*, 1996). Les produits sont disposés sur des claies ondulées et logés aux creux de l'ondulation (Figure 10). Les claies sont empilées et douchées en permanence par la solution concentrée. Les ondulations permettent de canaliser l'écoulement de telle sorte que, d'une claie à l'autre, les produits sont douchés et par conséquent traités de manière identique.

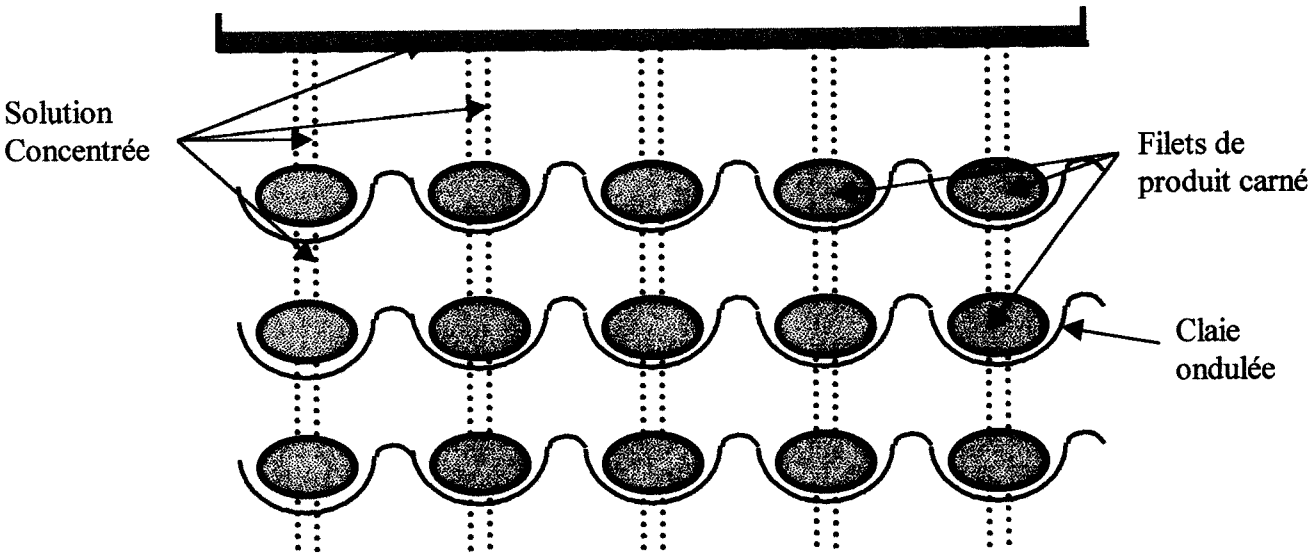


Figure 10. Représentation schématique du dispositif de Déshydratation-Imprégnation par Douchage (DID).

La performance d'un tel dispositif est équivalente en terme de transferts de matière à l'immersion, les produits étant maintenus enrobés par la solution concentrée (du fait de sa viscosité) qui est renouvelée en permanence à leur contact. Le traitement homogène d'un lot de filets de poissons disposé sur vingt claies empilées a été validé (Collignan *et al.*, 2000-a).

Ces dispositifs d'immersion et de douchage apportent aux procédés de salage, séchage, fumage et marinage des avantages remarquables tels que, la rapidité de traitement (Collignan *et al.*, 1992-a ; Marouzé *et al.*, 1996), la facilité de mise en œuvre en continu (Marouzé *et al.*, 1996), l'amélioration du rendement, les économies d'énergie (Collignan *et al.*, 1992-b) et la limitation des rejets par régénération des solutions usagées (Collignan *et al.*, 2000-b). De plus la rusticité et la robustesse du dispositif de douchage a été éprouvée dans le cadre d'une validation à petite échelle (Collignan *et al.*, 2000-a).

II.4.2- Contrôle du procédé

Les applications artisanales et industrielles nous ont amené à introduire différentes stratégies de conduite du procédé. Elles ont été prévues lors de la définition des conditions de mise en œuvre

du procédé en tentant de prendre en compte les contraintes liées à l'environnement socio-économique local (échelle de production, capacité des opérateurs à intégrer une innovation).
Les variables de commande qui permettent d'agir sur le procédé afin de maintenir les critères de qualité des produits ont été identifiées. Différentes études ont montrées qu'un bon contrôle de l'opération de traitement en solution aqueuse concentrée peut être obtenu par un suivi et une maîtrise des caractéristiques des solutions utilisées (Collignan *et al.*, 1992-a) ou bien en effectuant une mesure directe sur le lot de produits en cours de traitement (Deumier *et al.*, 1997).
Dans le domaine du salage/séchage en solution ternaire, le sucre est un facteur essentiel de contrôle du procédé car il permet à la fois de déshydrater le produit et de maîtriser son imprégnation en sel. Les différentes applications faites sur aliments réels (Collignan et Raoult-Wack, 1994 ; Deumier *et al.*, 1996) montrent qu'à saturation en sel de la solution, une simple action sur les variables concentration en sucre et temps de séjour du produit dans la solution suffit pour obtenir les niveaux de déshydratation et de salage voulus. Des outils d'aide à l'opérateur, tels que la mise au point de procédures (Collignan *et al.*, 2000-a) et d'abaques, ont été réalisés.
Lorsque les caractéristiques initiales des produits varient de façon significative d'un lot à un autre en raison de variation de facteurs non contrôlés intrinsèques au produit (calibre, teneur en matière grasse, état de fraîcheur, etc.), il devient difficile de prédire les durées de traitement. Pour cela, un dispositif original a été étudié et appliqué à l'équipement à agitation verticale (Deumier *et al.*, 1997). Il autorise le suivi en temps réel et en continu des transferts de matière. Son principe repose sur la mesure de la résultante poids-poussée d'Archimède à partir de laquelle les pertes en eau et gain en sel sont déduites. Il a été validé sur le salage-séchage de filets de hareng.

II.4.3- Régénération des solutions concentrées

La viabilité économique (coût de la solution) et écologique (limitation des rejets) du procédé repose sur une réutilisation de la solution d'un traitement à l'autre. Aussi, la régénération des solutions est un des points clés du procédé. Les solutés composant la solution, de par leur concentration (saturation en sel et forte concentration en sucre) et leur nature, induisent une stabilité naturelle de la solution (a_w <0,75) qui est de surcroît maintenue à basse température

(10°C). La résistance des micro-organismes se limite aux flores halophiles et osmophiles. Cependant, en raison des utilisations successives, les caractéristiques de la solution vont évoluer. Une première évaluation des différentes alternatives à mettre en œuvre pour le traitement des solutions concentrées utilisées en salage/séchage de poissons a été réalisée. Un principe de recyclage a été retenu (Collignan *et al.*, 2000-a) en recherchant un agencement optimal des opérations au sens technique et économique. Il est basé sur un maintien de la saturation en sel et de la concentration en sucre. Quotidiennement, une filtration frontale (filtre poche de 10 µm de porosité) couplée à un cycle d'acidification-neutralisation (HCl, NaOH) est appliqué afin de décontaminer et de clarifier la solution (coagulation des protéines par voie acide). Un dispositif a été validé à l'échelle pilote où, pendant 15 réutilisations successives, le milieu a été maintenu stérile et le potentiel de transferts de la solution, en terme de perte en eau et gain en sel, constant.

Les modes de mise en contact des phases qui ont été testés sont simples et robustes et parfaitement adaptés au traitement de pièces de viande et de poisson. Des procédures de contrôle et de régénération des solutions concentrées ont été validées dans le cas particulier des solutions ternaires eau-sel-sucre. Ces choix ne sont certes ni universels, ni optimaux. Aussi, un important travail reste à réaliser sur la gestion des solutions concentrées qui constitue le véritable verrou à lever pour une exploitation industrielle du procédé.

Si l'utilisation d'autres solutés et/ou de solutions plus complexes (combinaison d'acides, arômes liquides naturels, etc.) peut paraître attrayante, elle pose cependant un réel problème de contrôle du procédé au travers du maintien des concentrations en solutés et s'envisagerait d'autant plus difficilement que les solutés sont coûteux. On touche peut-être ici la limite actuelle d'application de cette opération qui pourra être repoussée par la mise au point de mesures directes (capteurs spécifiques) ou d'indicateurs indirects (pH, densité, couleur...).

Enfin, un travail particulier reste à accomplir sur la mise en œuvre du vide pulsé, soit en utilisant et modifiant des équipements existants (malaxeurs), soit en réalisant des dispositifs spécifiques.

II.5- Validation des recherches par un transfert sur site industriel

La démarche d'innovation qui a structuré et guidé nos travaux de recherche a eu en partie pour objectif de réunir les informations scientifiques nécessaires pour garantir un transfert en milieu industriel avec un minimum de risques. Cet objectif de recherche finalisée, cher à la structure CIRAD, nous a rapidement amené à construire un partenariat durable avec des acteurs des filières produits carnés.

Le succès d'une démarche d'innovation repose sur la prise en compte de critères à la fois techniques et socio-économiques (Figure 11). Elle s'appuie dans notre cas sur des connaissances fondamentales du génie alimentaire ainsi que sur une bonne connaissance de l'ensemble de la filière (du producteur au consommateur). Une connaissance des enjeux économiques et des pratiques traditionnelles associés aux fabrications concernées est indispensable et, si les données ne sont pas disponibles, elles peuvent s'acquérir par des études particulières (Kalilou, 1997 ; Poligné *et al.,* 2000).

Plusieurs des applications mises au point ont été transférées au niveau industriel.

Au préalable, deux brevets ont été déposés et étendus à 5 pays de la communauté européenne sur le traitement des produits animaux. L'un concerne un nouveau procédé et dispositif de salage/séchage/fumage, combinant un salage-séchage par immersion à un fumage électrostatique (Collignan *et al.*, 1992-b). L'autre porte sur un procédé et dispositif de Déshydratation-Imprégnation par Douchage (DID) (Marouzé *et al.,* 1996).

Sur la base de ces deux brevets, un prototype industriel de salage/séchage par douchage en continu de filets de poisson a été réalisé avec l'appui de l'Anvar et validé sur site industriel. Une licence d'exploitation a été concédée en février 1997 à la société Arbor Technologies, qui commercialise des équipements de salage/séchage/fumage basés sur ce procédé. A l'heure actuelle, deux équipements d'une capacité de 500 kg/heure ont été vendus à la société Ledun en Haute Normandie pour la production de hareng fumé et à la société Sagra en Espagne pour la production de saumon fumé.

De même, le dispositif de douchage a été appliqué au marinage de filets de poisson. Un producteur du Languedoc-Roussillon (Belmonte) a acheté une licence d'exploitation (juin 1998) et utilise cette technologie pour la fabrication d'anchois marinés.

Lors du dernier Salon de l'agro-alimentaire à Paris, le procédé développé par Arbor Technologies a été primé comme l'une des cinq meilleures innovations des deux dernières années (IPA 98). La société Belmonte (SIAL 98) a été également primée pour la qualité de ses anchois marinés.

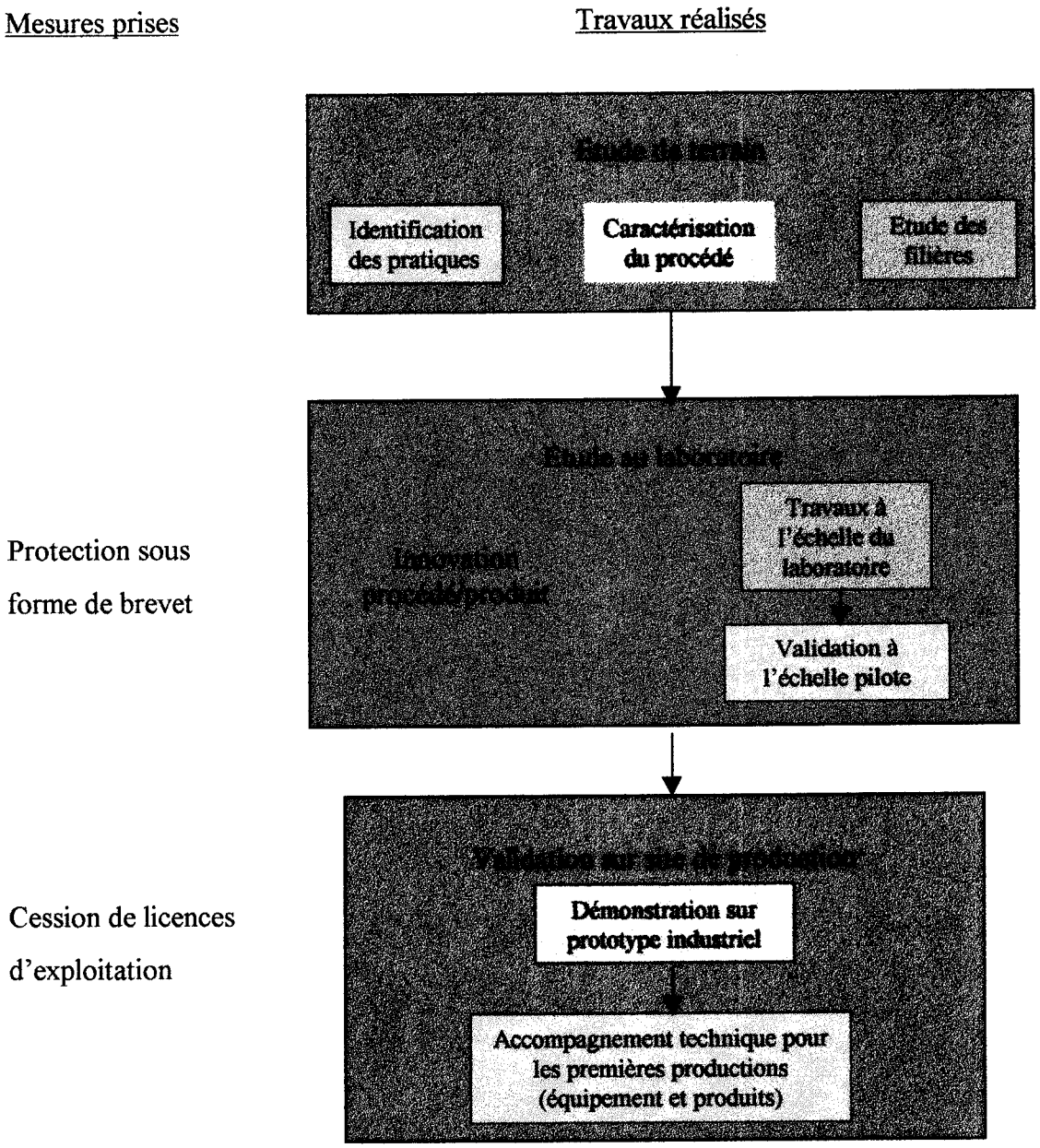


Figure 11 : Démarche d'innovation adoptée

Enfin, un prototype de salage-séchage-fumage à froid de poissons à vocation artisanal a été conçu, réalisé et validé en situation de production à la Réunion (Collignan *et al.*, 2000-a). La coopérative réunionnaise d'aquaculture (Aquacoop) souhaite démarrer une production de Tilapias fumés en utilisant cet équipement.

Un des enseignements que nous pouvons tirer du transfert d'une technologie au niveau industriel est la nécessité d'accompagner l'équipementier ou le producteur lors de l'implantation de la première unité ou de la mise au point des premiers produits. L'importance de cet appui technique ne doit pas être sous-estimée. Dans le cadre de notre expérience avec l'équipementier Arbor la non prise en compte de cette étape explique en partie les problèmes rencontrés. La difficulté est d'assurer un accompagnement suffisant sans pour autant déresponsabiliser le partenaire qui doit s'approprier la technologie dans les meilleurs délais.

II.6- Réflexions sur les activités menées et perspectives

Les travaux de recherche présentés dans le cadre de cette synthèse ont permis d'initier et de développer au Cirad une compétence dans le domaine de la transformation des produits animaux. Centrée en grande partie sur le traitement de ces produits en solution aqueuse concentrée, elle recouvre à la fois la connaissance des procédés traditionnels (salage, séchage, fumage, cuisson et marinage) et la possibilité de mettre au point des procédés et produits nouveaux.

La démarche scientifique adoptée, au confluent du génie des procédés et de la science des aliments, nous a permis d'améliorer la connaissance de l'opération unitaire de Déshydratation Imprégnation par Immersion, notamment pour son application originale à la transformation de produits carnés.

Une méthodologie expérimentale fine et progressive nous a éclairée sur les mécanismes mis en jeu, que ce soit à pression atmosphérique ou sous vide pulsé, et nous a permis de définir des domaines d'applications pour les produits carnés.

Différents types de modèles (diffusifs, polynomiaux, cinétiques, etc.) ont été utilisés dans le but de représenter, comprendre et optimiser les transferts de matière. En particulier, des algorithmes d'optimisations associés aux plans d'expériences, à différentes études cinétiques et plus

S.C.D. REUNION

récemment aux réseaux de neurones ont aidé à la définition de conditions opératoires optimales pour la viande et les produits de la mer.

Des critères d'appréciation de la qualité des produits ont été définis et suivis pour mieux cerner les modifications du produit en cours du traitement.

La mise en œuvre du procédé à l'échelle pilote a nécessité l'étude de différentes maquettes à partir desquelles ont été retenus des modes de contact entre phases solide et liquide innovants, alliant facilité de réalisation et performance. Plusieurs dispositifs et procédures de contrôle du procédé ont été validés sur site de production.

Le caractère pluridisciplinaire des recherches développées (étude du procédé, évolution de la qualité des produits, mise en œuvre et contrôle du procédé, conception et réalisation d'équipements, environnement socio-économique) a nécessité la mobilisation autour de cette thématique de compétences complémentaires tant au niveau interne (Cirad) qu'à l'extérieur (en France et à l'étranger) par le biais de programmes de recherche et d'échanges.

Enfin, la volonté de déboucher sur des applications industrielles nous a conduit à tisser des liens solides avec des partenaires du secteur privé (transformateurs et équipementiers).

Le champ scientifique qui a été couvert partiellement dans le cadre de ce travail est suffisamment large pour que persistent des zones obscures qui nous amènent à proposer des axes de recherche pour les années futures :

- *Etude et modélisation des transferts de matière lors du traitement de milieux complexes en solution multiconstituants.*

En milieu ternaire, la caractérisation des transferts de matière s'est essentiellement centrée sur l'étude expérimentale d'aliments modèles et réels. L'utilisation d'un modèle phénoménologique autoriserait une description plus fine des mécanismes mis en jeu mais il nécessite une connaissance des propriétés de transport et des dynamiques de transfert des différents composés actifs des solutions concentrées non disponibles à l'heure actuelle. En particulier, la détermination des matrices de diffusivité des solutés constituant les solutions ternaires (eau-sel-sucre, eau-sel-acides etc.) est nécessaire et pourrait être réalisée grâce à un dispositif expérimental de type cellule de diffusion.

Dans le domaine de l'immersion sous vide pulsé, la construction d'un modèle phénoménologique est complexe car elle doit prendre en compte à la fois les mécanismes de filtration de la solution et de diffusion des solutés. La difficulté repose en grande partie sur la mesure de certaines propriétés des produits traités (perméabilité effective, porosité, surface spécifique, mouillabilité, etc.). Celles-ci pourraient être identifiées à partir d'expérimentations spécifiques, préalable à l'élaboration d'une modélisation adaptée.

- *Evolution de la qualité des produits carnés au cours du traitement en solution aqueuse concentrée.*

Dans la plupart des études, la qualité a essentiellement été appréciée sous l'angle de l'analyse des produits finis après traitement et est souvent restée factuelle. Aussi, une meilleure connaissance du développement de la qualité demande une analyse cinétique des mécanismes au cours du procédé en insistant sur les phénomènes de couplage entre transferts de matière, de chaleur et mécanismes réactionnels (thèse en cours d'I.Poligné : 1998-2001). Cette qualité ne doit pas rester descriptive et énumérative mais doit être précisée par une analyse fonctionnelle du procédé.

Le traitement en solution aqueuse concentrée autorise également une décontamination de surface des produits. Celle-ci a été constatée et reconnue comme un atout supplémentaire de l'opération mais pourrait être mieux valorisée. Un axe de recherche particulier consisterait a évaluer le potentiel de décontamination de produits carnés lié à cette opération de façon beaucoup plus globale. Le travail mené sur la stabilisation de produits de la mer par un traitement rapide en solution acide constitue une piste intéressante (Poligné et Collignan, 2000).

- *Gestion des solutions concentrées (contrôle et recyclage).*

La gestion des solutions concentrées constitue le principal verrou technologique qu'il faut lever pour assurer la viabilité technique, économique et écologique du procédé. Des solutions techniques ont certes été trouvées dans le cas relativement simple du salage-séchage en solution eau-sel-sucre mais ne sont pas universelles. La formulation de produits carnés en solutions plus complexes (incorporation d'arômes liquides, d'ingrédients de salaisons, combinaison de plusieurs acides etc.) posera des problèmes de mesure pour le maintien des concentrations optimales en solutés (élaboration de capteurs spécifiques) et de régénération pour leur

réutilisation ultérieure (reconcentration, filtration, décontamination). Dans certains cas, les limites d'une formulation directe en une seule et même opération seront atteintes et on lui préférera alors plusieurs traitements successifs.

- *Procédé combinant un traitement en solution aqueuse concentrée à des pré- et post-traitements et amélioration des techniques traditionnelles.*

L'intégration d'une opération de traitement en solution aqueuse concentrée en substitution ou en complément d'opérations existantes peut induire une révision complète d'un procédé conventionnel. La recherche d'un agencement idéal d'opérations et de conditions opératoires optimales doit amener à la conception d'outils méthodologiques adaptés (plans d'expériences, réseaux de neurones, etc.). Il pourrait s'agir pour les produits carnés d'étudier par exemple l'incidence d'un prétraitement d'immersion en solution concentrée (acidification, salage-séchage) sur un traitement complémentaire (séchage, maturation, fumage, grillage). C'est le cas du travail en cours sur le *boucané* et à l'image de cette étude, d'autres procédés traditionnels de conservation des produits carnés en milieu tropical pourraient être étudiés *(charqui* brésilien, *biltong* sud-africain, *kitoza* malgache, *etc.)* et améliorés.

L'opération de salage-séchage par immersion ou douchage a été validée sur prototype et transférée à l'échelle industrielle pour des niveaux de déshydratation faibles des produits. Sa mise en œuvre à petite échelle et en conditions tropicales, pour l'obtention de produits plus déshydratés, se heurte à des problèmes non résolus dont les principaux sont :

- la gestion des solution concentrées à haute température (20-40 °C) avec une étape de reconcentration,
- l'évaluation de la performance de solutés complémentaires disponibles dans les pays du sud et en substitution du sirop de glucose (mélasse, empois d'amidon, gomme arabique...),
- la répercussion d'une forte température de traitement sur la qualité du produit,
- l'étude d'une étape complémentaire pour l'obtention d'un produit stable en conditions tropicales (thèse en cours de montage de Sunita Santchurn/Ile Maurice).

- *Ouverture vers d'autres opérations unitaires peu étudiées (traitement solide-liquide - solide-gaz)*

L'ensemble des travaux réalisés sur le traitement de produits carnés en solution aqueuse concentrée a contribué de façon importante à une meilleure compréhension et maîtrise des mécanismes mis en jeu lors du contact d'une matrice solide protéique fragile avec une phase liquide. D'autres opérations unitaires ont d'ores et déjà bénéficiées de ces acquis en termes de méthodes d'analyse, de représentation des mécanismes et de connaissance du comportement des produits. C'est le cas des travaux actuels du Cirad et de ses partenaires sur le refroidissement et la congélation par immersion et la friture.

Le traitement par contact solide-gaz, opération unitaire encore peu étudiée, s'inscrirait également dans la droite ligne de ces travaux et pourrait faire l'objet d'un programme de recherche spécifique. Cette opération autorise le dépôt sur un produit alimentaire d'une quantité faible et maîtrisée de solutés à des fins organoleptiques et de préservation. Elle recouvre des procédés existants tels que le fumage et pourrait être appliquée de manière plus globale à la formulation et la décontamination de produits alimentaires. Elle présente un intérêt là où le contact solide-liquide atteint ses limites du fait du coût des solutés utilisés et d'une difficulté de contrôle de l'opération et de régénération des solutions lorsque les solutions concentrées mises en œuvre sont complexes.

II.7- Publications citées

Bohuon, 1995. *Déshydratation-Imprégnation par Immersion en solutions ternaires : étude des transports d'eau et de solutés sur gel et produits d'origine animale.* Thèse de doctorat de l'Université de Montpellier II, France, 216p.

Bohuon P., Le Maguer M., Raoult Wack A.L., 1997. Densities and viscosities of ternary systems on NaCl-Sucrose-Water from 283.15 to 303.15 K. *J. Chem. Eng. Data*, 42 (2), 266-269.

Bohuon P., Collignan A., Rios G.M., Raoult-Wack A.L., 1998. Soaking process in ternary liquids: experimental study of the mass transport under natural and forced convection, *J. Food Eng.* 37: 451-469.

Bohuon, P., Raoult-Wack, A. L. (2000). Procédé de déshydratation osmotique. in *L'eau dans les aliments, chapitre 4. L'eau et les procédés*, Multon, ed., Tec. et Doc. Lavoisier, Paris, 00-50 à paraître.

Bolin H.R., Huxsoll C.C., Jackson R., Ng K.C., 1983. Effect of osmotic agents and concentration on fruit quality. *J. Food Sci.*, 48 : 202-205.

Chang S.F. & Huang T.C., 1996. Control of dehydration process in production of intermediate-moisture meat products: a review. *Adv. Food Nutr. Res.*, 39: 71-161.

Collignan A., Knockaert C., Raoult-Wack A.L., Vallet J.L., 1992-a. Procédé et dispositif de salage-séchage et de fumage à froid de produits alimentaires carnés. *Brevet Européen n° 92/08958* .

Collignan A., Raoult Wack A.L., Themelin A., 1992-b. Energy study of food processing by osmotic dehydration and air drying. *Agric. Eng. Journal*, vol. 1, n. 3, p. 125-135.

Collignan A., Raoult-Wack A.L., 1992. Dewatering through immersion in sugar/salt concentrated solutions at low temperature. An interesting alternative for animal foodstuffs stabilisation. In: *Drying'92*, Mujumdar A.S.(ed), 1887-1897.

Collignan A., Raoult-Wack A.L., 1994. Dewatering and salting of cod by immersion in concentrated sugar/salt solutions. *Lebens. -Wiss. u. Technol,* 27, 259-264.

Collignan A., Montet D., 1998. Tenderizing squid mantle by marination at different pH and temperature levels. *Lebens. -Wiss. u. Technol*, Vol 31, 7, 673-679.

Collignan A., Rivier M., Deumier F., Lacombe A., 2000-a. Improvement of salting, drying and cold smoking of fish fillets using Dehydration and Impregnation Drenching process (DID). Soumis à *Innov. Food Sci. Emerg. Technol.*

Collignan A., Bohuon P., Deumier F., Poligné I., 2000-b. Fish and Meat processing by Osmotic Treatment. *J. Food Eng.*

Cussler E.L., 1984. Diffusion. Mass transfer in fluid systems. (eds), Cambridge University Press, New York. 525 P.

Del Campo M.M. & Cutting C.L., 1956. Heat and water transfer during the dehydration of herring fillets. *J. Sci. Food Agric.*, 7 (1), 417-424.

Del Valle F.R. & Nickerson J.T.R., 1967. Studies on salting and drying of fish. II. Dynamic aspects of the salting of fish. *J. Food Sci.*, 32: 218-224.

Deng J.C., 1977. Effect of freezing and frozen storage on salt penetration into fish muscle immersed in brine. *J. Food Sci.*, 42 (2) : 348-351.

Deumier F., Zakhia N., Collignan A., 1996. Formulation of a cured meat product by the dewatering-impregnation soaking (DIS) process. Mass transfers study and assessment of product quality. *Meat Sci.,,* vol.24, 4, 293-306.

Deumier F., Mens F., Hériard-Dubreuil B., Collignan A., 1997. Control of immersion processes. A novel system for monitoring mass transfers tested with herring brining. *J. Food Eng.,* 32: 293-311.

Deumier F., 2000. *Formulation et déshydratation de viande de volaille par immersion. Etude des transferts de matière à pression atmosphérique et sous vide.* Thèse de doctorat. Ecole Nationale Supérieure des Industries Agricoles et Alimentaires, France, 191 p.

Diaz G., Wolf W., Kostaropoulos A.E., Spiess W.E.L., 1993. Diffusion of low-molecular compounds in food model systems. *J. Food Process. Preserv.*, 17, 437-454.

Djelveh G. et Gros J.B., 1988. Measurement of effective diffusivities of ionic and non-ionic solutes through beef and pork muscles using a diffusion cell. *Meat Sci.*, 23 : 11-20.

Djelveh G., Malgorn Y., Gros J.B., 1992. Component flows and interactions in agar gels predicted by linear irreversible thermodynamics. *J. Food Sci.,* 57 (2), 449-489.

Favetto G., Chirife J. et Bartholomai G.B., 1981. A study of water activity lowering in meat during immersion-cooking in sodium chloride-glycerol solution. I. Equilibrium considerations and diffusional analysis of solute uptake. *J. Food Technol.*, 16, 609-619.

Fito P., Andrès A., Pastor R. et Chiralt A., 1994. Vacuum osmotic dehydration of fruits. In: *Minimal Processing of Foods and Process optimization. An Interface*, Singh R.P. et Oliveira F.A.R. (eds.), CRC Press, London, 107-121.

Flink J.M., 1975. Process conditions for improved flavor quality of freezed dried foods. *J. Agr. Food Chem.*, 23, 1019-1026.

Giroux F., 1992. *Conception et réalisation d'un procédé automatisé de déshydratation/Imprégnation par Immersion.* Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Industries Agricoles et Alimentaires.

Giroux F., Marouzé C., 1994. Etude de dispositifs permettant l'agitation des produits dans les procédés de déshydratation-imprégnation par immersion. In: G.F.G.P. (eds), Agitation et mélange en biotechnologie alimentaire et industrielle

Guilbert S., Perez A. et Crouzet J., 1990. *Procédé de fabrication de concentré de fruits ou légumes, notamment de tomate.* Brevet français n° 90/04634.

Hawkes J. et Flink J.M., 1978. Osmotic concentration of fruit slices prior to freeze dehydration. *J. Food Process. Preserv.*, 2: 265-284.

Henrion P.N., 1964. Diffusion of sucrose in some three-component aqueous solutions. *Trans. Faraday Soc.*, 60, 75-82.

Ismail N. & Wooton M., 1992. Fish salting and drying: a review. *Asean Food J.*,7 (4), 175-183.

Isse M.G., Schubert H., 1991. Osmotic dehydration of mango: mass transfer between mango and syrop, In: Proceedings of fourth word congress of chemical engineering, Karlsruhe, 738-745.

Jason A.C., 1965. Effects of fat content on diffusion of water in fish muscle. *J. Sci. Food Agric., 16, 281-288.*

Kalilou S., 1997. *Etude et optimisation du procédé traditionnel de fabrication du kilishi.* Thèse de doctorat; Ecole Nationale Supérieure des Industries Agricoles et Alimentaires, France, 125p.

Le Maguer M., 1988. Osmotic dehydration: review and future directions. In: *Progress in Food Preservation Processes*, Vol. 1, CERIA, Brussels, April 12-14, 1988, 283-309.

Le Maguer M., Biswal R.N., 1988. Mass transfer in osmotic processes. In: Bruin S. (eds), Elsevier Science, Amsterdam. 303-305.

Lenart A. et Flink J.M., 1984. Osmotic concentration of potato. II. Spatial distribution of the osmotic effect. *J. Food Technol.*, 19, 65-89.

Lerici C.R., Pinnavaia G., Dalla Rosa M. et Bartolucci L., 1985. Osmotic dehydration of fruits : Influence of osmotic agents on drying behaviour and product quality. *J. Food Sci.*, 50, 1217-1226.

Marouzé C., Mens F., Rivier M. et Collignan A., 1996. Procédé et dispositif de déshydratation et/ou d'imprégnation de produits carnés par douchage. *Brevet Européen n° 96/03471.*

Medina-Vivanco M., Sobral P.J.A. & Hubinger M.D., 1998. Mass transfer during dewatering and salting of tilapia for different volume brine to fillets ratios. In: *Drying'98*, Vol. A, 852-859.

Muguruma M., Katayama K., Nakamura M. et Yamaguchi M., 1987. Low temperature osmotic dehydration improves the quality of intermediate moisture meats. *Meat Sci.*, 21 (2), 99-110.

Poligné I., Collignan A., 2000. Quick marination of anchovies (*Egraulis enchrasicolus*) using acetic and gluconic acids. Quality and stability of the end product. *Lebens. -Wiss. u. Technol,* 33(3), 202-209.

Poligné I., Collignan A., Pieribattesti J.P., Trystram G., 2000. Traditional techniques for processing boucané, a salted/dried/smoked meat product from Réunion. Accepté dans *Trop. Sci.*

Ponting J.D., Watters G.G., Forrey R.R., Jackson R. et Stanley W.L., 1966. Osmotic dehydration of fruits. *Food Technol.*, 20, 1365-1368.

Raoult-Wack A.L., Lafont F., Rios G., Guilbert S., 1989. Osmotic dehydration: study of mass transfer in terms of engineering properties. In: Mujumdar A.S. (eds), Drying'89, Hemisphere publishing Corporation, New York, 487-495.

Raoult-Wack A.L., 1991. *Les procédés de déshydratation-Imprégnation par Immersion dans des solutions concentrées (DII). Etude expérimentale et modélisation des transferts d'eau et de soluté sur gel modèle.* Thèse de Doctorat, Université Montpellier II.

Raoult-Wack A.L., Guilbert S., Le Maguer M. et Rios G., 1991. Simultaneous water and solute transport in shrinking media - Part 2: a compartmental model for the control of dewatering and impregnation soaking process. *Drying Technol.*, 9 (3), 613-630.

Raoult-Wack A.L., Guilbert S. et Lenart A., 1992. Recent advances in drying through immersion in concentrated solutions. In: *Drying of Solids*, A.S. Mujumdar (ed.), International Science Publisher, New York, 21-51.

Ravesi E.M. & Krzynowek J., 1991. Variability of salt absorption by brine dipped fillets of cod (*Gadus morhua*), blackback flounder (*Pseudopleuronectes americanus*), and ocean perch (*Sebastes marinus*). *J. Food Sci.*, 56 (3), 648-652.

Reinfelds G. et Gosting L.J., 1964. Measurements of isothermal diffusion at 25 °C with the Gouy diffusiometer on the system water-sucrose-potassium chloride. *J. Phys. Chem.*, 68, 2464-2470.

Reay G.A., 1936. The salt curing of herring. *J. Soc. Chem. Ind.,* October 30, 309-315.

Saurel R., Raoult-Wack A.L., Rios G. et Guilbert G., 1994-a. Mass transfer phenomena during osmotic dehydration of apple. I. Fresh plant tissue. *Int. J. Food Sci. Technol.*, 29, 531-542.

Saurel R., Raoult-Wack A.L., Rios G. et Guilbert G., 1994-b. Mass transfer phenomena during osmotic dehydration of apple. II. Frozen plant tissue. *Int. J. Food Sci. Technol.*, 29, 543-550.

Slabyj B.M., Maloy T., Cook W.P. & Pisser J.A., 1987. Effect of brining and canning on salt uptake and retention by herring (*Clupea harengus*) examined using four analytical methods. *J. Food Prot.*, 50 (7), 602-613.

Tréléa, I.C., Raoult-Wack, A.L. et Trystram G., 1997. Application of neurol network modelling for the control of dewatering and impregnation soaking process (osmotic dehydration). Food Sci. Technol. Int., 3, 457-455.

Voskresensky N.A., 1965. Salting of herring. In: *Fish as food*, vol. 3., ed. G. Borgstrom, Academic Press, New York, 107-131.

Yao Z., 1994. *Modelling and simulation of mass transfer in osmotic dehydration processes*. Ph.D Thesis, University of Guelph, Ontario, Canada.

ANNEXE 1 : Liste des publications et travaux

Diplôme d'Etudes Approfondies

Collignan A., 1985. Séchage solaire : étude d'un caisson de séchage. Rapport de DEA, LEPT-ENSAM, 34 p.

Thèse de doctorat

Collignan A., 1988. Elaboration et utilisation d'une cinétique de séchage ; application au pin maritime, thèse de l'université de Bordeaux I. 139p.

Publications dans des revues internationales à comité de lecture

1- Collignan A., Raoult Wack A.L., Themelin A., 1992. Energy study of food processing by osmotic dehydration and air drying. *Agricultural Engineering Journal*, vol. 1, n. 3, p. 125-135.

2- Collignan A., Raoult-Wack A.L., 1992. Dewatering through immersion in sugar/salt concentrated solutions at low temperature. An interesting alternative for animal foodstuffs stabilisation. In: *Drying'92*, Mujumdar A.S.(ed), 1887-1897.

3- Collignan A., Nadeau J.P., Puiggali J.R., 1993. Description and analysis of timber drying kinetics. *Drying Technology*, vol. 11, n. 3, p. 489-506.

4- Collignan A., Raoult-Wack A.L., 1994, Dewatering and salting of cod by immersion in concentrated sugar/salt solutions. *Lebens. -Wiss. u. Technol,* **27**, 259-264.

5- Zakhia N., Bohuon P., Collignan A., 1995. Modelling of fish kinetics using a combinaison of surface response methodology and diffusional models. *Drying Technology*, 13(8-9): 2083-2096.

6- Deumier F., Zakhia N., Collignan A., 1996. Formulation of a cured meat product by the dewatering-impregnation soaking (DIS) process. Mass transfers study and assessment of product quality. *Meat Science,* vol.24, 4, 293-306.

7- Deumier F., Mens F., Hériard-Dubreuil B., Collignan A., 1997. Control of immersion processes. A novel system for monitoring mass transfers tested with herring brining. *Journal of food engineering* 32: 293-311.

8- Kalilou S., Collignan A., Zakhia N., 1998. Optimizing the traditional processing of beef into *kilishi. Meat Science*, vol. 50, 1, 21-32.

9- Collignan A., Montet D., 1998. Tenderizing Squid Mantle by Marination at Different pH andTemperature Levels. *Lebens. -Wiss. u. Technol*, Vol 31, 7, 673-679.

10- Bohuon P., Collignan A., Rios G.M., Raoult-Wack A.L., 1998. Soaking process in ternary liquids: experimental study of the mass transport under natural and forced convection, *Journal of food engineering* 37: 451-469.

11- De Verdhelan T., Collignan A., Raoult-Wack A.L., 1999. Deep fat frying of fish at atmospheric pressure. *International Agricultural Engineering Journal.* Vol 8, 4, 245-257.

12- Poligné I., Collignan A., 2000. Quick marination of anchovies (*Egraulis enchrasicolus*) using acetic and gluconic acids. Quality and stability of the end product. *Lebens. -Wiss. u. Technol,* 33(3), 202-209.

13- Poligné I., Collignan A., Pieribattesti J.P., Trystram G., 2000. Traditional techniques for processing boucané, a salted/dried/smoked meat product from Réunion. Accepté dans *Tropical Science.*

14- Collignan A., Bohuon P., Deumier F., Poligné I., 2000. Fish and Meat processing by Osmotic Treatment. Accepté dans *Journal of Food Engineering.*

15- Marouzé C., Giroux F., Collignan A., Rivier M., 2000. Equipment design for osmotic treatment. Accepté dans *Journal of Food Engineering.*

16- Collignan A., Rivier M., Deumier F., Lacombe A., 2000. Improvement of salting, drying and cold smoking of fish fillets using Dehydration and Impregnation Drenching process (DID). Soumis à *Innovative Food Science and Emerging Technologies.*

17- Poligné I., Collignan A., Trystram G., 2000. Caracterization of traditional processing of pork meat into *boucané.* Soumis à *Meat Science.*

18- Deumier F., Bohuon P., Collignan A., 2000. Dehydration-Impregnation soaking process applied to poultry at atmospheric pressure. Soumis à Poultry Science.

Brevets

1- Collignan A., Knockaert C., Raoult-Wack A.L. et Vallet J.L., 1992. Procédé et dispositif de salage-séchage et de fumage à froid de produits alimentaires carnés. *Brevet Européen n° 92/08958* .

2- Marouzé C., Mens F., Rivier M. et Collignan A., 1996. Procédé et dispositif de déshydratation et/ou d'imprégnation de produits carnés par douchage. *Brevet Européen n° 96/03471.*

3- Bohuon P., Collignan A., Deumier F., Gounelle D., Marouzé C., Méot JM, 2000. Procédé et dispositif d'imprégnation par immersion sous pression variable de produits poreux d'origine animale ou végétale. *Brevet Français n°00/05257 déposé le 25-04-00.*

Publication dans des revues ou ouvrages français à comité de lecture

1- Langevin M.L., Collignan A., Bellocq J., Oudin J.L., Ewald M., 1983. Empreinte par degré d'aromaticité des hydrocarbures aromatiques polycycliques extraits de la matière organique d'une roche mère ou d'un pétrole obtenue par chromatographie liquide haute performance (m-silice-NH2). *C. R. Acad. Sc.* Paris. Série II. 705-708.

2- Bohuon P., Collignan A., Raoult-Wack A.L., Rios G.M., 1995. Déshydratation-Imprégnation par Immersion dans des solutions de sel et de sucre. Etude expérimentale et modélisation des transferts de matière. *Récents progrés en génie des procédés.* Tec. Et Doc. Lavoisier, Paris. 9 (42) : 183-188.

Communications à des congrès internationaux avec actes

1- Collignan A., Puiggali J.R., 1988. General behaviour of solar dryer. *Sixth International Drying Symposium (IDS'88). Drying'88*, Mujumdar A.S.(ed).

2- Girod J.F., Collignan A., Themelin A., Raoult Wack A.L., 1990. Energy study of food processing on osmotic dehydratation and air drying. In : Salokhe V.M., Ilangantileke S.G., AIT., *International agricultural engineering conference and exhibition. Vol IV* .3-6 november. Bangkok, Thaïlande, p. 1355-1361.

3- Collignan A., Raoult-Wack A.L., 1992. Dewatering and salting of meat through immersion in concentrated solutions at low temperature. In: *38th International Congress of Meat Science and Technology,* Clermont-Ferrand, 1186-1188.

4- Collignan A., Vallet J.L., Knockaert C., Raoult-Wack A.L., 1992. Dewatering through Immersion In Sugar/Salt Concentrated Solutions at Low Temperature. An Interesting Alternative for Animal Foodstuffs Stabilisation. *Eighth International Drying Symposium (IDS'92). Drying'92*, Mujumdar A.S.(ed).

5- Collignan A., Raoult Wack A.L., 1992. Application de la méthodologie des plans d'expérience à l'étude du traitement par immersion de produits animaux. In: *Agro-industrie et méthodes statistiques*. Journées Européennes Agro-Industrie et Méthodes Statistiques. 30 nov.-1 dec. 1992, Montpellier, France. p. 144-147.

6- Raoult-Wack A.L., Collignan A., 1993. Dewatering through Immersion in Suger/salt Concentrated Solutions (« Osmotic Dehydration »). An interesting Alternative for Seafood Stabilisation. Sixth International Congress on Engineering and Food (ICEF). May 23-27, Chiba, (Japan). In Developments in Food Engineering, Ed. by T.Yano, R. Matsuno et K. Nakamura, Part 1 : 397-400.

7- Collignan A., Wack A.L., Zakhia N., 1995. Modelling and optimization of food processing using response surface design. Application to fish dewatering process. I Congresso Ibero-Americano de Engenharia de Alimentos. 5-9 nov. Campinas (Brazil).

8- Collignan A., 1996. Desecacion osmotica de cefalopodos. *II Jornadas Internacionales sobre utilizacion de cefalopodos : Aspectos Cientificos y Tecnologicos*. 22-25 de enero. Madrid, Espagne.

9- Montet D., Collignan A., 1996. Ablandamiento enzimatico de cefalopodos. *II Jornadas Internacionales sobre utilizacion de cefalopodos : Aspectos Cientificos y Tecnologicos*. 22-25 de enero. Madrid, Espagne.

10- Deumier F., Bohuon P., Collignan A., 1998. Meat Curing (Beef, Deer, Duck and Turkey) using the Dewatering-Impregnation Soaking (DIS) Process. In: 44th International Congress of Meat Science and Technology, Barcelona, 30 Août-4 Septembre 1998, Vol. 1, 450-451.

11- Deumier F., Collignan A., Bohuon P., 2000 Utilization of glucose syrup for drying and salting meat products. Effects on mass transfers. Congrés ICEF6.

12- Deumier F., Collignan A., Trystram G., Bohuon P., 2000 Comparison of mass transfers of turkey meat immersed in brine at atmospheric pressure and under partial pulsed vacuum. Congrés ICEF6.

13- Poligné I., Collignan A., Trystram G., 2000. Salting, drying and smoking of pork meat. Interactions between mass transfer and biochemical reactions. Congrés ICEF6.

Communications à des congrès et séminaires internationaux sans actes

1- Jeantet R., Collignan A., Raoult-Wack A.L., 1992. Dewatering and Impregnation Soaking of Seaweed. XIVth International Seaweed Symposium, 16-21 august. Brest. France.

2- Collignan A., 1995. Procesos combinados de tratamiento de cefalopodos. *I Jornadas Internacionales sobre utilizacion de cefalopodos : Aspectos Cientificos y Tecnologicos*. 1-2 de marzo, Mar del Plata. Argentine.

3- Collignan A., 1995. Processos combinados aplicados a productos carnicos : salga, defumacao, maturacao, secagem. *Simposio Internacional sobre Productos de Origem Animal.* 10-11 nov. Pirassununga. Brazil.

4- Deumier F., Collignan A., Raoult-Wack, 1997 Meat and seafood processing by osmotic treatment In: *Osmotic Treatments for Food Industry.* EU-FAIR Concerted Action CT96-1118. 22 oct. 1997. Porto (Portugal), 87-92.

5- Collignan A., 1998 Industrial development of salting and drying of fish fillets by continuous OT. In: *Industrial application of osmotic dehydration/treatment of food.* EU-FAIR Concerted Action CT96-1118. 1-2 april 1998. Bertinoro (Italy).

Communications à des congrès nationaux

1- Raoult-Wack A.L., Collignan A., 1994, Coordination du Séminaire AFSIA/CIRAD: Déshydratation-imprégnation par immersion (déshydratation osmotique) DII. Ed. Cahier de l'AFSIA, n° 10. , 25-26 mai. Montpellier, France.
Communications présentées:
- Bohuon P., Collignan A., Raoult Wack A.L., Flick D. Etude et modélisation des transferts de matière en déshydratation-imprégnaion par immersion : cas des liquides ternaires à basse température. p. 31-36.
- Raoult Wack A.L., Collignan A. Le traitement par immersion de produits carnés. Etude des transferts de matière. p. 51-59.
- Mens F., De Regt H., Collignan A. Amélioration des procédés de salage/séchage/fumage. Contribution à l'étude de l'influence du mélange sel/sucre utilisé sur le procédé de salage/séchage à sec. p. 61-67.
-Vidal D., Bessière P., Gras L., Aymard C., Collignan A. Procédés combinés DII/traitement de tendreté appliqués aux céphalopodes. Premiers résultats. p. 83-88.
- Deumier F., Zakhia N., Collignan A. Formulation d'un produit de salaison par DII. p. 95-100.
- Zakhia N., Deumier F., Lahon M.C., Collignan A. Traitement de la viande par DII. Incidence sur la qualité microbiologique du produit. p. 89-93.
- Vallet J.L., Knockaert C., Raoult Wack A.L., Collignan A. Le fumage du saumon : méthode traditionnelle et perspectives d'innovations associées à la DII. p. 69-81.

2- Collignan A., Rivier M., Knockaert C., Vallet J.L., 1996. La déshydratation-imprégnation par douchage (DID) combinée au fumage électrostatique : un nouveau procédé appliqué au salage/séchage/fumage de produits carnés. Stand GFGP Transfert de Technologies Génies des Procédés. Salon IPA. Versaille, France.

3- Deumier F., Bohuon P., Collignan A., 1998. Salaison de viandes (boeuf, daim, canard et dinde) à l'aide du procédé de déshydratation-imprénation par immersion (DII). In: *7èmes Journées des Sciences du Muscle et Technologie de la Viande*, 1-2 Octobre, Rodez.

4- Collignan A., 1998. Le salage/séchage/fumage en continu de produits carnés. *Forum de l'innovation. I.P.A. 98.*19-23 octobre. Porte de Versaille. Paris.

5- Poligné I., Collignan A., 1998. Innovation dans le domaine de la transformation des produits animaux (poissons et viandes). *Semaine de la science* 5-9 octobre. Saint Denis (la Réunion).

6- Collignan A., 1998. Le salage/séchage/fumage des produits de la mer. *Semaine de la science.* 13 décembre. Mamoudzou (Mayotte).

7- Maxime D., Valdez-Fragoso A., Giroux F., Collignan A., Lameloise M.L., 1999. Recyclage de solutions concentrées utilisées dans les procédés de déshydratation osmotique: problématique et exemples. In: Agoral 99. 11ième rencontres scientifiques et technologiques des industries alimentaires. 31 mars et 1er avril 1999, Nantes. pp. 461-466.

8- Poligné I., Collignan A., Trystram G., 2000. Etude d'un procédé traditionnel salage/séchage/fumage de viande en milieu tropical et proposition d'innovations. 12ème rencontres scientifiques et technologiques des industries alimentaires, AGORAL, Montpellier, 245-252.

Principaux Rapports

Collignan A., Dostie M., 1989. Propriétés des matériaux poreux : proposition pour une infrastructure de caractérisation, réf. LTEE-90-1-011-52. 85p.

Collignan A., 1989. Base de données sur les propriétés de matériaux poreux, réf. LTEE-89-1-011-41. 8p.

Collignan A., Dostie M., 1990. Séchage hybride convectif et infra-rouge : caractérisation de tuiles acoustiques. Réf. LTEE-90-1-011-3. 20p.

Benet J.C., Berthomieu G., Collignan A., Naon B., Saix C., 1991.Séchage du caoutchouc naturel sous forme de granulés en couches minces. Montpellier, France, CIRAD-CEEMAT, 77 p.

Collignan A., Caron P., 1992. Conservation des produits carnés. Identification des méthodes traditionnelles de conservation des produits animaux par salage et séchage au Brésil. Montpellier, France, CIRAD-SAR, n° 48/92, 19 p.

Chuzel G., Caron P., Collignan A., Malegeant J.Y., 1995. Proposition d'actions sur les filières lait et viande au Paraguay. 9 au 18 mars 1995. Montpellier, France, CIRAD-SAR, n°20/96, 44 p.

Collignan A., Mens F., Poligné I., 1996. Etude et optimisation de l'opération de marinage par douchage. Rapport final d'étude. Montpellier, France, CIRAD-SAR n°158/96, 91 p.

Collignan A., 1996. Activité agro-alimentaire du CIRAD-SAR à la Réunion. Bilan et perspectives. Compte rendu de mission. Ile de la Réunion du 3 au 12 décembre 1995. Montpellier, France, CIRAD-SAR, n°22/96. 23 p.

Collignan A., Mens F., Soudant C., 1996. Salage/séchage à sec manuel et mécanique du saumon. Optimisation des conditions de traitement. Validation industrielle. Rapport final d'étude. Montpellier, France, CIRAD-SAR, n°24/97, 65 p.

Deumier F., Rivier M., Collignan A., 1996. Procédé de salage-séchage-fumage en continu de produits carnés. Application au traitement du hareng et du saumon. . Rapport de fin de programme d'aide à l'innovation Anvar, CIRAD-SAR, n°142/96, 145 p.

Collignan A., Hussenet A., 1997. Valorisation des produits de la pêche à Ouvéa. Rapport final. Projet Cordet. CIRAD-AMIS, n°17/98, 40 p.

Collignan A., 2000. Validation d'une unité artisanale de salage/séchage/fumage à froid de produits carnés. Rapport de fin de programme d'aide à l'innovation Anvar. Juin 2000, 9 p.

ANNEXE 2 : Présentation du pôle agro-alimentaire du CIRAD-Réunion

Le pôle agro-alimentaire, récemment créer (2000), et un des six pôles de compétences qui structurent à l'heure actuelle les activités du Cirad à la Réunion .
Les recherches qui y sont menées ont comme objectif finalisé de mieux valoriser les matières agricoles au niveau local et d'accéder à une qualité de produit suffisante pour affronter la concurrence sur les marchés internationaux. Elles participent ainsi à la structuration et au développement des filières agro-alimentaires aux niveaux local et régional.
Les travaux portent à la fois sur l'étude et l'optimisation des procédés traditionnels et sur la mise au point de procédés et produits nouveaux.
Le pôle est organisé autour de deux projets complémentaires qui comprennent chacun trois opérations de recherche :

Projet 1 : Etude et l'optimisation des procédés de transformation des produits animaux.
- Opération 11 : Traitement des produits animaux en solution aqueuse concentrée.
- Opération 12 : Etude et amélioration du procédé de fabrication de boucané.
- Opération 13 : Optimisation des procédés de salaison de volaille.

Projet 2 : Caractérisation et traitement post-récolte des productions végétales.
- Opération 21 : Conservation en frais des fruits.
- Opération 22 : Caractérisation des caractéristiques nutritionnelles et aromatique des produits végétaux.
- Opération 23 : Transformation des produits végétaux à petite échelle.

Moyens humains :
- 3 chercheurs
- 1 ingénieur (VAT)
- 1 thésard
- 1 technicien supérieur
- 1 secrétaire

Moyens matériels :
A l'heure actuel, le pôle dispose d'un laboratoire de caractérisation aromatique des produits (chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse) et accède au moyens techniques du Critt agroalimentaire (halle de technologie, laboratoires de physico-chimie, de microbiologie et d'analyse sensorielle) pour mener à bien ces activités de RetD.

Il entretient des relations privilégiées avec :
- l'Université de la Réunion,
- le CRITT agroalimentaire,
- la société Crête d'Or,
- L'ENSIA de Massy,
- Le CIRAD de Montpellier.

Le budget annuel est de 3,4 MF