



HAL
open science

Etude des effets thermiques et non-thermiques au cours d'un procede de pasteurisation d'une matrice alimentaire par micro-ondes : approches numerique et experimentale

Clarissa Detomi de Albuquerque

► To cite this version:

Clarissa Detomi de Albuquerque. Etude des effets thermiques et non-thermiques au cours d'un procede de pasteurisation d'une matrice alimentaire par micro-ondes : approches numerique et experimentale. Ingénierie des aliments. Oniris, Ecole Nationale Vétérinaire, Agroalimentaire et de l'Alimentation Nantes Atlantique; Universite de Nantes, 2019. Français. NNT : 2019ONIR128F . tel-04303104

HAL Id: tel-04303104

<https://institut-agro-montpellier.hal.science/tel-04303104v1>

Submitted on 23 Nov 2023

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

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



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

THESE DE DOCTORAT

ONIRIS

DELIVREE CONJOINTEMENT AVEC
L'UNIVERSITE DE NANTES

Comue Université Bretagne Loire

Ecole Doctorale n° 602

Sciences pour l'Ingénieur

Spécialité : Génie des Procédés

Par

Clarissa Detomi de Albuquerque

**Étude des effets thermiques et non-thermiques au cours d'un
procédé de pasteurisation d'une matrice alimentaire par micro-
ondes : approches numérique et expérimentale**

Thèse présentée et soutenue à Oniris, le 26 Septembre 2019

Unité de recherche : GEPEA-UMR CNRS 6144

Rapporteurs avant soutenance :

Alain KONDJAYAN, Directeur de Recherche (DR2), INRA, Paris

Hélène SIMONIN, Maître de conférences HDR, AgroSup Dijon

Composition du Jury :

Président :

Examineurs : Francis COURTOIS, Professeur HDR, Université de Montpellier

Hélène TORMO, Enseignante chercheuse, École d'ingénieurs de PURPAN, Toulouse

Dir. de thèse : Lionel BOILLEREAUX, Professeur, Oniris Nantes

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier Jorge Ninow pour avoir cru en mes compétences et pour sa bienveillance. Grâce à lui, j'ai eu la chance de connaître mon directeur de thèse.

Je voudrais exprimer ma profonde reconnaissance à Lionel Boillereaux pour avoir dirigé et encadré ce travail de recherche. Ses compétences professionnelles, sa disponibilité et son humour, toujours bienvenu, sont autant de qualités que j'ai appréciées durant ces quatre années. Je le remercie très sincèrement aussi pour son vif intérêt pour le bon déroulement de mes séjours à Nantes et son attention à mon avancement professionnel et personnel.

Je remercie également Sébastien Curet pour l'encadrement de ma thèse. Ses précieux conseils, sa grande disponibilité, sa gentillesse, mais aussi ses vastes connaissances scientifiques ont été indispensables. J'ai pu bénéficier de son expertise dans le domaine de la modélisation appliquée aux micro-ondes. Je lui exprime mon profond respect.

Je remercie sincèrement les rapporteurs, Alain Kondjoyan et Hélène Simonin, pour avoir consacré du temps pour évaluer cette thèse. Je tiens également à remercier Francis Courtois et Hélène Tormo, en tant que membres examinateurs. Je remercie tout particulièrement Hélène Tormo pour m'avoir donné goût à la recherche lors de mes années d'étudiante à EI Purpan, Toulouse et pour le soutien qu'elle a apporté à mon avenir.

J'adresse mes remerciements à l'ensemble du personnel technique qui de multiples manières m'a aidé dans les réalisations des expériences pendant ces quatre ans dans le laboratoire. Plus particulièrement à mon référent technique Christophe Couedel, pour son suivi qui m'a permis d'effectuer la partie expérimentale dans les meilleures conditions. Merci, également à Patricia Corbière et Delphine Queveau, techniciennes responsables pour le laboratoire de microbiologie et DSC et à Sylvie Chevallier pour le temps consacré au développement du traitement d'image pour les comptages microbiens.

Je saisis cette occasion pour remercier l'ensemble du personnel du département GPA : enseignants chercheurs, techniciens, ingénieurs, doctorants, contractuels et stagiaires pour la bonne ambiance et les agréables moments partagés au sein du laboratoire. Je voudrais aussi remercier Anne Doré pour son aide dans les démarches administratives et sa riche connaissance en microbiologie.

Je n'oublie pas de remercier tous mes collègues de bureau : Timothée Gally, Doina Crucean, Mirian Kubo, Monique Khodeir et Mathilde Roze pour leur appui amical, leur

ambiance agréable et leur sympathie. J'ai également une pensée très forte pour le trio français Timothée Gally, Cécilia Arnaud et Mathieu Sadot, mais aussi à Hanna Lesme et Sophie Laurent qui m'a accueilli avec beaucoup de gratitude et m'a fait découvrir la culture française de plus près.

J'ai apprécié les moments conviviaux organisés par Association des doctorants d'Oniris (ATD). Je tiens également à remercier vivement mes accompagnants sportifs pour les moments de décontraction et les échanges gratifiants. Un mot spécial à mes coachs du marathon Jean-Michel Praud et Nathalie Geneix.

Je salue, avec une sincère et totale gratitude, mon professeur de français Gérard Bonin qui a lu et a corrigé ce manuscrit, en apportant la logique et la fluidité au texte avec une grande disponibilité, respect et attention.

Je remercie le Conseil National pour le Développement Scientifique et Technologique (CNPq, Brésil) pour la bourse de doctorat et le soutien financier (processus numéro 232767/2014-9). Sans ce support, la réalisation de ce travail n'aurait pas été possible

Enfin, je remercie ma famille pour la confiance et le soutien qu'elle m'a accordés pendant mes études. Certainement, mon séjour en France a été plus agréable avec toutes les visites et voyages que nous avons vécus ensemble débordant de bonheur. J'aimerais citer mon père Carlos Henrique et ma mère Cristina Detomi pour leur amour inconditionnel, ils m'ont permis d'avoir une éducation de qualité.

Et pour finir, je remercie du fond du cœur mon conjoint Francilins, pour ses encouragements quotidiens et pour avoir choisi de partager sa vie avec moi, en plein amour et compassion, et acceptant de quitter le Brésil pour vivre ces années avec moi sous le soleil nantais !

"Les scientifiques d'aujourd'hui pensent profondément plutôt que clairement. Il faut être sain d'esprit pour penser clairement, mais on peut penser profondément et être totalement fou".

Nikola Tesla

TABLE DE MATIÈRES

Table des matières

Nomenclature.....	10
Table des figures.....	15
Table des tableaux.....	20
Introduction.....	22
1. SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE.....	28
1.1. Les ondes électromagnétiques et les micro-ondes	28
1.1.1. Les micro-ondes	28
1.1.2. Les équipements fours à micro-ondes	29
1.1.3. Méthode de chauffage par micro-ondes.....	30
1.1.4. Interaction micro-ondes matière.....	31
1.2. Propriétés électromagnétiques du milieu	33
1.2.1. Permittivité électrique	34
1.2.2. Perméabilité magnétique	35
1.2.3. Conductivité électrique.....	35
1.2.4. Propriété diélectrique des aliments.....	36
1.3. Propagation des ondes électromagnétiques.....	39
1.3.1. Les équations de Maxwell.....	39
1.3.2. Propagation libre	41
1.3.3. Mode de propagation	42
1.3.4. Propagation guidée	44
1.3.5. Constante de propagation guidée dans un milieu diélectrique parfait	45
1.3.6. Constante de propagation guidée dans un milieu diélectrique à pertes	46
1.3.7. Réflexion, transmission et absorption d'une onde électromagnétique	47
1.3.8. Régime des ondes	49
1.4. Modélisation et simulation du procédé de chauffage par micro-ondes	50

TABLE DE MATIÈRES

1.4.1.	<i>Modélisation des ondes électromagnétiques</i>	50
1.4.2.	<i>Méthodes numériques de résolution</i>	52
1.5.	Inactivation microbienne lors d'un traitement thermique par micro-ondes	53
1.5.1.	<i>Pasteurisation par micro-ondes</i>	53
1.6.	Modèles de cinétique d'inactivation microbienne	57
1.6.1.	<i>Modèle de régression log-linéaire</i>	59
1.6.2.	<i>Modèle de régression log-linéaire avec épaulement et/ou trainée</i>	61
1.6.3.	<i>Modèle de Weibull</i>	62
1.6.4.	<i>Modèle bi-phasique</i>	63
1.6.5.	<i>Modèles microbiens en conditions statiques ou dynamiques de température</i>	63
1.7.	Effet thermique et non-thermique des micro-ondes	64
1.8.	Conclusions	69
2.	MATÉRIELS ET MÉTHODES	70
2.2.	Analyses microbiologiques	71
2.2.1.	<i>Mise en culture et stockage de la souche</i>	71
2.2.2.	<i>L'échantillon de viande de bœuf hachée frais</i>	72
2.2.3.	<i>Préparation et l'inoculation de la viande hachée</i>	73
2.2.4.	<i>Analyse microbiologique</i>	74
2.2.5.	<i>Expression des résultats des dénombrements</i>	75
2.3.	Déterminations des paramètres du modèle	76
2.3.1.	<i>Teneur en eau de la viande hachée</i>	76
2.3.2.	<i>Densité relative de la viande hachée</i>	76
2.3.3.	<i>Capacité calorifique de la viande hachée</i>	76
2.3.4.	<i>Coefficient de transfert de chaleur global lors d'un traitement par micro-ondes</i>	76
2.3.5.	<i>Propriété diélectrique déterminée par sonde coaxiale</i>	77
2.3.6.	<i>Propriété diélectrique déterminée par cavité résonante</i>	78

TABLE DE MATIÈRES

2.4. Traitement thermique pour l'inactivation microbienne	79
2.4.1. <i>Traitement conventionnel au bain-marie</i>	79
2.4.2. <i>Traitement par micro-ondes</i>	80
2.5. Effet non-thermique lors du traitement par micro-ondes	83
2.5.1. <i>Traitement d'inactivation microbienne par bain-marie et par micro-ondes, à différentes pentes de chauffage linéaires</i>	84
2.5.2. <i>Traitement d'inactivation microbienne par micro-ondes avec deux différents apports d'énergie</i>	84
2.5.3. <i>Traitement d'inactivation microbienne par micro-ondes à température sublétales</i>	85
3. MODÉLISATION MULTIPHYSIQUE	86
3.1. Paramètres du modèle	86
3.1.1. <i>Propriétés thermophysiques</i>	86
3.1.2. <i>Estimation du coefficient de transfert de chaleur convectif (h_{air}), lors du chauffage au bain-marie</i>	87
3.1.3. <i>Détermination du coefficient de transfert de chaleur global, lors d'un traitement par micro-ondes</i>	89
3.2. Modélisation des transferts de chaleur et des écoulements au cours du procédé de chauffage conventionnel (bain-marie)	90
3.2.2. <i>Géométrie et hypothèses du modèle</i>	90
3.2.3. <i>Modèle de transfert de chaleur</i>	92
3.2.4. <i>Modèle d'écoulement</i>	93
3.2.5. <i>Procédures numériques</i>	94
3.3. Modélisation du champ électromagnétique couplé au transfert de chaleur au cours du procédé de chauffage par micro-ondes	95
3.3.2. <i>Géométrie et hypothèses du modèle multiphysique</i>	95
3.3.3. <i>Modélisation du champ électromagnétique dans un guide d'onde rectangulaire</i>	97

TABLE DE MATIÈRES

3.3.4.	<i>Modélisation du transfert de chaleur avec la source thermique micro-ondes</i>	99
3.3.5.	<i>Validation du modèle électromagnétique couplé au transfert de chaleur</i>	100
3.3.6.	<i>Procédures numériques</i>	101
3.4.	Modélisation de l'inactivation d'<i>E. coli</i> inoculé dans la viande hachée soumise à un traitement thermique dynamique	102
3.4.2.	<i>Modèle d'inactivation microbienne</i>	102
3.4.3.	<i>Estimation numérique des paramètres du modèle d'inactivation microbienne</i> .	104
3.4.4.	<i>Comparaison entre les modèles, selon le nombre de paramètres estimés</i>	104
3.4.5.	<i>Modèle d'inactivation microbienne couplé aux modèles thermiques</i>	105
4.	RÉSULTATS ET DISCUSSION	107
4.1.	Analyses microbiologiques	107
4.1.1.	<i>Colonies aérobies et <i>E. coli</i> dans la viande hachée crue</i>	107
4.1.2.	<i>Homogénéité du processus d'inoculation <i>E. coli</i> dans la viande hachée</i>	108
4.2.	Paramètres du modèle électromagnétique et thermique	109
4.2.1.	<i>Teneur en eau de la viande hachée</i>	109
4.2.2.	<i>Masse volumique de la viande hachée</i>	110
4.2.3.	<i>Capacité calorifique de la viande hachée</i>	110
4.2.4.	<i>Coefficient de transfert global de chaleur (h_{global}) lors d'un traitement par micro-ondes</i>	111
4.2.5.	<i>Propriétés diélectriques de la viande hachée</i>	112
4.3.	La validation du modèle d'écoulement couplé aux transferts de chaleur lors d'un chauffage par bain-marie	115
4.4.	Estimation des paramètres du modèle d'inactivation microbienne et comparaison entre les modèles, selon le nombre de paramètres estimés	118
4.5.	Validation de la modélisation du champ électromagnétique couplé au transfert de chaleur au cours du procédé de chauffage par micro-ondes	123

TABLE DE MATIÈRES

4.6. Modélisation de l'inactivation microbienne lors d'un traitement thermique par micro-ondes	137
4.6.1. <i>Étude des approches de modélisation</i>	137
4.6.2. <i>Étude de la distribution de la température et de l'inactivation microbienne lors d'un traitement par micro-ondes à différentes vitesses de chauffage</i>	142
4.6.3. <i>Validation du modèle multiphysique</i>	148
4.7. Effet non-thermique lors du traitement par micro-ondes	151
4.7.1. <i>Traitements dynamiques par chauffage conventionnel et par micro-ondes</i>	151
4.7.2. <i>Le traitement par micro-ondes avec différents apports d'énergie</i>	153
4.7.3. <i>Traitement par micro-ondes à température sublétales</i>	158
Figure 4.64 Données expérimentales de la mesure de la température dans le centre géométrique de l'échantillon de 200 mg de viande (étoile noire) pour un traitement thermique à 10 °C/ min et les prédictions obtenues par modulation (ligne rouge) ou par micro-ondes pulsées (ligne bleue).	155
Conclusion générale et perspectives	162
Références	169
Production scientifique	178

Nomenclature

a	Longueur du grand côté du guide d'onde	mm
A	Surface	m^2
a	Demi grand axe d'une ellipse	mm
b	Demi petit axe d'une ellipse	
B	Induction magnétique	T
b	Longueur du petit côté du guide d'onde	mm
BHI	Brain Heart Infusion	
Bi	Nombre de Biot	
C	Vitesse de propagation des ondes	m/s
C_0	Vitesse de la lumière	$3 \cdot 10^8$ m/s
C_c	Composant critique lié à l'état physiologique des cellules (-)	
C_p	Capacité calorifique	$\text{kJ kg}^{-1} \text{K}^{-1}$
D	Intensité induction électrique	C/m^2
d_p	Profondeur de pénétration de la puissance micro-ondes	m
D_p	Profondeur de pénétration du champ électrique	m
D_{ref}	decimal reduction time	s
f	Fréquence du rayonnement électromagnétique	Hz
FEM	Méthode d'éléments finis	
FR	Facteur de réflexion	
g	Constante gravitationnelle	m/s^2
Gr	Nombre de Grashof	
H	Intensité du champ magnétique	A/m
H	Hauteur	m
h	Coefficient de transfert thermique	$\text{W/m} \cdot \text{K}$
h_{air}	Coefficient de transfert de chaleur par convection avec l'air	$\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}$

NOMENCLATURE

h_{global}	Coefficient de transfert de chaleur global	
J	Densité de courant électrique	A /m ²
K	Constante de propagation d'onde	m ⁻¹
k_{max}	Taux d'inactivation spécifique	s ⁻¹
L	longueur	m
N	Concentration microbienne	CFU /g
N_0	Concentration cellulaire initiale	CFU /g
N_{exp}	Concentration microbienne expérimental	CFU /g
N_{simu}	Concentration microbienne simulé	CFU /g
Nu	Nombre de Nusselt	
P	Pression absolue	Pa
P	Puissance micro-ondes	W
Pr	Nombre de Prandtl	
Q	terme volumétrique de génération de chaleur	W /m ³
Q_{abs}	Chaleur générée	J
R	Rayon	m
r	Distance radiale	m
T	temperature	°C
t	Temps	s
T_0	Température initial	°C
T_{∞}	Température ambiante	°C
TBX	Tryptone bile X glucuronide	
t_i	Temps initial de simulation	s
T_{ref}	Température de reference	°C
T_{wall}	Température des surfaces latérales du cylindre	°C
\bar{u}	Champ de vitesse	m /s

NOMENCLATURE

u, v, w	Composantes spatiales de la vitesse	
UFC	Unité formant colonie	
V	Volume	m^3
Z	Impédance du milieu	ohm
z	Constant de resistance thermique	$^{\circ}C$
μDSC	Microcalorimètre à balayage différentiel	
PID	Proportionnelle Intégrale Dérivée	
Pb	Bande proportionnelle	
ti	Temps d'intégration	s
td	Temps de dérivation	s
CIP	Collection de l'Institut Pasteur	
TM	Mode de propagation transversal magnétique	
TE	Mode de propagation transversal électrique	
<i>Lettres latines</i>		
\emptyset	Diamètre	
<i>Lettres grecques</i>		
ρ	Masse volumique	Kg/m^3
$\mu \quad \eta$	Viscosité dynamique	Pa s
λ	Conductivité thermique	$W m^{-1} K^{-1}$
Γ	Coefficient de réfraction du champ électrique	
δ	Angle de perte	rad
ε	Permittivité électrique complexe	F /m
ε_0	Permittivité électrique du vide	$8,85 \cdot 10^{-12} F /m$
ε'	Constante diélectrique	F /m
ε'_r	Constante diélectrique relative	
ε''	Facteur de perte diélectrique	F /m

NOMENCLATURE

ε_r''	Facteur de perte diélectrique relative	
λ_0	Longueur d'onde en propagation libre	m
λ_c	Longueur d'onde de coupure	m
λ_g	Longueur d'onde guidée	m
μ	Perméabilité magnétique	H /m
μ_0	Perméabilité magnétique du vide	$1,25 \cdot 10^{-6}$ H /m
μ_r	Perméabilité magnétique relative	
σ	Conductivité électrique (voir aussi écart-type)	S /m
ρ_e	Densité de charges électrique libres	C /m ³
ω	Pulsation	Rad /s
β	Constante d'atténuation	m ⁻¹
α	Constante de phase	m ⁻¹

Indices

0	Espace libre
∞	Infini
<i>abs</i>	Absorbé
<i>app</i>	Apparent
<i>c</i>	Coupure
<i>exp</i>	Expérience
<i>g</i>	Guidé
<i>ini</i>	Initial
<i>max</i>	Maximum
<i>min</i>	Minimum
<i>r</i>	Relatif
<i>ref</i>	Réfléchi
<i>sim</i>	Simulé

NOMENCLATURE

<i>trans</i>	Transmis
<i>x, y, z</i>	Coordonnées spatiales en trois dimensions
<i>L</i>	Local

Table des figures

Figure 1.1. Spectre des ondes électromagnétiques.28

Figure 1.2 Schéma d'une section transversale d'un magnétron avec la structure détaillée d'une anode, où (1) représente la cathode, (2) les électrons et (3) les ailettes de l'anode (adapté de Charles R. Buffler (1993))......30

Figure 1.3 Milieu diélectrique formé par des molécules dipolaires et sa polarisation par orientation dipolaire lorsqu'un champ électrique est appliqué.32

Figure 1.4 Les quatre types de polarisations en fonction de la fréquence de l'onde.....32

Figure 1.5 Illustration des deux mécanismes principaux de chauffage par micro-ondes : la polarisation par orientation dipolaire (rotation de dipôles) et la conduction ionique.33

Figure 1.6 Classification du matériau selon son interaction avec l'onde électromagnétique.35

Figure 1.7 Constante diélectrique (ϵ') et facteur de perte (ϵ'') en fonction de la température et de la fréquence : (\blacktriangle) 27,12 MHz ; (\blacksquare) 896 MHz et (\circ) 2450 MHz. Graphiques : (A/D) pour la viande de bœuf maigre ; (B/E) pour le mélange (50 :50 ; viande : graisse) et (C/F) pour la graisse (Frag et al., 2008).38

Figure 1.8 Schéma de propagation d'une onde électromagnétique.39

Figure 1.9 À droite : le guide d'ondes rectangulaire, l'onde se propage dans le mode TE_{10} dans la direction z . A gauche : le câble coaxial constitué de deux conducteurs séparés par un diélectrique, avec le mode TEM.....42

Figure 1.10 Schéma représentatif de la profondeur de pénétration d'une onde plane dans un milieu diélectrique à pertes, avec un vecteur du champ électrique transmis et l'autre réfléchi.47

Figure 1.11 Réflexion, absorption et transmission d'une onde électromagnétique dans un milieu diélectrique à pertes, où η et θ sont des angles dépendants de la différence de vitesse de propagation entre les deux milieux : air et aliment (Adapté de Charles R. Buffler (1993))......48

Figure 1.12 Représentation d'une onde guidée en mode TE_{10} selon le régime stationnaire (en haut) et progressive (en bas).50

Figure 1.13 Maillage d'un domaine cylindrique composé par mailles d'éléments tétraédriques unis par des nœuds.53

Figure 1.14 Les différentes formes de courbes d'inactivation microbienne d'après les modèles de : (1) Chick (1908), (2-4) Geeraerd, Herremans and Van Impe, (2000), (5) Cerf (1977), (6) Geeraerd, Valdramidis and Van Impe (2005), (7-8) Mafart *et al.* (2002), (9) Albert and Mafart (2003) et (10) Coroller *et al.* (2006).59

Figure 1.15 Courbe d'inactivation microbienne log-linéaire.60

Figure 1.16 Représentation d'une courbe log-linéaire (II) avec épaulement (I) et traînée (III), selon le modèle de Geeraerd, Herremans and Van Impe (2000).62

Figure 1.17 Courbe d'inactivation issue du modèle de Weibull avec les paramètres : (δ) temps de la première réduction décimale et (p) facteur de forme.62

Figure 1.18 Courbe bi-phasique représentant deux sous-populations microbiennes.63

TABLE DES FIGURES

Figure 2.19 Mise en culture et stockage de la souche <i>Escherichia coli</i> (CIP 54.117).	71
Figure 2.20 Étape de réactivation de la souche et inoculation dans l'échantillon.	73
Figure 2.21 Plan d'échantillonnage pour vérifier l'homogénéité du processus d'inoculation d' <i>E. coli</i> dans la viande hachée pour différentes aliquotes.....	74
Figure 2.22 Procédure d'analyse microbiologique pour les échantillons inoculés soumis au traitement thermique (bain-marie et micro-ondes) ou non (N_0).	75
Figure 2.23 Dispositif expérimental pour déterminer le coefficient d'échange global de chaleur (h_{global}).	77
Figure 2.24 Cellule de chauffage utilisée pour les mesures de propriétés diélectriques.	78
Figure 2.25 À gauche, l'échantillon à traiter. À droite, le schéma de l'appareil expérimental utilisé lors du traitement par bain-marie.	80
Figure 2.26 Le schéma du dispositif expérimental micro-ondes.	81
Figure 2.27 À gauche : vue xz de la cavité d'applicateur avec la fenêtre en grille métallique. À droite : vue yz du système de circulation de la charge à l'eau.....	82
Figure 2.28 À gauche : échantillon de viande. À droite : vue dans le plan yz de l'applicateur.	82
Figure 2.29 Échantillon de viande pour le traitement thermique afin de valider le modèle électromagnétique couplé au transfert de chaleur.....	83
Figure 3.30 La cellule de chauffage (<i>a</i>) avec l'échantillon de viande avant (<i>b</i>) et après (<i>c</i>) le traitement thermique au bain-marie.	90
Figure 3.31 À gauche, représentation en 2D de la cellule de chauffage ($d = 12$ mm et $L = 60$ mm) rempli d'eau avec l'échantillon (cylindre elliptique) ($a = 5,8$ mm, $b = 2,8$ mm et $L = 60$ mm). À droite, représentation en 3D d'un quart du dispositif expérimental modélisé.	91
Figure 3.32 Maillage du domaine d'étude avec des éléments tétraédriques et les couches limites au niveau des frontières.	94
Figure 3.33 Schéma du guide d'ondes complet modélisé à l'aide du logiciel COMSOL®. À gauche : modélisation du chauffage d'un échantillon de 5 g de viande à des fins de validation du modèle. À droite : traitement par micro-ondes d'un échantillon de 200 mg de viande pour inactivation microbienne.	96
Figure 3.34 Schéma simplifié en 3D en coupe d'applicateur micro-ondes avec l'échantillon de viande pour illustrer les conditions aux limites associées.	98
Figure 3.35 Maillage du domaine d'étude avec les raffinements des éléments tétraédriques.	101
Figure 4.36 Plan d'interprétation des résultats à trois classes.	107
Figure 4.37 Capacité calorifique massique de la viande hachée (5% matière grasse) en fonction de la température (K).....	111
Figure 4.38 Profil des températures moyennes de refroidissement d'un solide cylindrique de laiton (ligne noire), jusqu'à l'équilibre à température ambiante (ligne pointillé rouge).....	112
Figure 4.39 Données expérimentales (ligne jaune) pour estimer le coefficient de transfert global de chaleur.....	112

TABLE DES FIGURES

Figure 4.40 Constante diélectrique de la viande hachée (5% matière grasse) en fonction de la température, à 2,45 GHz.	113
Figure 4.41 Facteur de pertes de la viande hachée (5% en matière grasse) en fonction de la température, à 2,45 GHz.....	114
Figure 4.42 (a) Profils de température expérimentaux et simulés, lors d'un chauffage par bain-marie d'un échantillon de 3 g de viande hachée. Légende : température expérimentale mesurée dans l'eau (cercle bleu) et dans l'échantillon (cercle rouge) ; températures simulées dans l'eau (ligne bleue) et dans l'échantillon (ligne rouge) et la consigne de température réglée à 10 °C/min (ligne noire) ; (b) Se rapprocher d'une vue du graphique sur les 120 premières instantes pour illustre le phénomène de retard thermique.....	115
Figure 4.43 Champ de vitesse de l'eau (mm/s) simulée dans ¼ d'une cellule de chauffage confinée, lors d'un traitement thermique à 10 °C /min, à quatre instants de simulation.	116
Figure 4.44 Températures simulées à l'instant final du traitement thermique, dans ¼ de la cellule de chauffage, pour les différentes vitesses de chauffage.	117
Figure 4.45 Courbes de la réduction logarithmique moyenne en volume d' <i>E. coli</i> . Légende : données expérimentales en triplicata représentées par les marqueurs noirs ; courbes d'inactivation microbienne simulées avec les paramètres : $D_{ref}=73$ s, $z=3,79$ °C et $T_{ref}=58$ °C, selon Smith <i>et al</i> (2001) et $C_c=0,23$ après Hamoud-Agha <i>et al</i> (2013) en ligne bleue discontinue ; D_{ref} estimée, $C_c=0$, $z=3,79$ et $T_{ref}=58$ °C avec marqueurs rouges et $D_{ref}=47$ s, $C_c=0$, $z=3,79$ et $T_{ref}=58$ °C pour la ligne continue noire.	119
Figure 4.46 Représentation de l'antenne selon différentes vues d'après le dispositif expérimental (a-b) et la géométrie simulée (c-d).	124
Figure 4.47 Simulation en 3D de la distribution du champ électrique dans les matériaux en quartz, polystyrène et Teflon®.	128
Figure 4.48 Distribution du champ électrique à l'intérieur du guide (a) et représentation de la propagation d'une onde stationnaire sur une ligne de coupe centrale (b).	130
Figure 4.49 Distribution du champ électrique sur l'échantillon de viande (a) et eau (b).....	131
Figure 4.50 Distribution en 3D de la température au sein d'un échantillon de 5 g de viande hachée, pour chaque cas simulé après 131 s de traitement thermique.....	133
Figure 4.51 Profils de température sur deux points de mesure dans le volume d'un échantillon cylindrique de 5 g de viande obtenus par expérience et simulation numérique.	134
Figure 4.52 a. Distribution du champ électrique dans le guide (a) et représentation de propagation d'ondes sur une ligne centrale de coupe (b) dans le quatrième cas simulé, selon l'approche de résolution : une étape (dans l'instant final) ou deux étapes.	135
Figure 4.53 Simulation de la distribution de la température dans le volume d'échantillon de 5 g de viande après 131 s de traitement thermique (a) et profil de température obtenus expérimentalement et par simulation sur deux points de mesure dans le volume du produit (b).....	136
Figure 4.54 Courbe de la montée en température de la consigne (ligne pointillée noire) et lors d'une modulation de la puissance micro-ondes (ligne pointillée grise) suivie d'un refroidissement par injection d'air froid (ligne rouge).....	138
Figure 4.55 Données expérimentales de la mesure de la température au centre géométrique de l'échantillon de 200 mg de viande (étoile noire) pour un traitement thermique à 13 °C/ min et les	

TABLE DES FIGURES

prédictions obtenues par modulation de la puissance délivrée sur l'antenne (ligne bleue) ou via le terme de génération de chaleur (ligne rouge).....	139
Figure 4.56 Distribution du champ électrique, de la température et de l'inactivation <i>E. coli</i> selon l'approche de résolution en une (a) ou deux étapes (b), dans le volume du produit (200 mg), après 205 s de traitement thermique par micro-ondes à 13 °C /min.	140
Figure 4.57 Prédictions numériques de la réduction logarithmique d' <i>E. coli</i> (ligne en continu) inoculé dans la viande hachée simulé avec modulation de la puissance délivrée à l'antenne (ligne bleue) ou avec modulation du terme source de génération de chaleur (ligne rouge). Température moyenne volumique (ligne pointillée).	141
Figure 4.58 Distribution du champ électrique dans le guide d'onde avec un échantillon de 200 mg de viande (a) et représentation de la propagation d'une onde électromagnétique en régime stationnaire sur une ligne de coupe centrale (b).	142
Figure 4.59 Profil de température obtenu par des mesures expérimentales au centre géométrique d'échantillon (étoile noire) et par la simulation numérique (ligne rouge), pour les vitesses de chauffage de 7 °C /min (a) et de 10 °C /min (b).	143
Figure 4.60 Prédiction numérique de la distribution volumique en 3D de la température et de la réduction logarithmique d' <i>E. coli</i> inoculée dans 200 mg de viande, à quatre instants, selon les vitesses de chauffage de : 7 °C /min (a), 10 °C /min (b) et 13 °C /min (c).	146
Figure 4.61 Données expérimentales, en triplicata, d'inactivation d' <i>E. coli</i> inoculé dans 200 mg de viande hachée (cercle rouge) et prédictions moyennes volumiques de la température (ligne bleue) et de la réduction microbienne (ligne noire), lors d'un traitement thermique par micro-ondes à vitesses de chauffage de 7 °C /min (a), 10 °C /min (b) et 13 °C /min (c).	149
Figure 4.62 Cinétiques d'inactivations microbiennes obtenues expérimentalement en triplicata (i) et température moyenne volumique estimée avec écart-type (2 σ) (ii). Les deux courbes sont présentées en fonction de la température locale expérimentale. Les données des traitements au bain-marie sont représentées par des cercles bleus et les données par micro-ondes par des carrés rouges.	152
Figure 4.63 Données expérimentales de la température (ligne bleue) et de la puissance réglée en modulation (ligne rouge) ou pulsée (ligne pointillé grise), pour un chauffage par micro-ondes à 10 °C /min.	154
Figure 4.64 Données expérimentales de la mesure de la température dans le centre géométrique de l'échantillon de 200 mg de viande (étoile noire) pour un traitement thermique à 10 °C /min et les prédictions obtenues par modulation (ligne rouge) ou par micro-ondes pulsées (ligne bleue).	155
Figure 4.65 Simulation de la distribution volumique de la température et de la réduction logarithmique d' <i>E. coli</i> inoculée dans 200 mg de viande, à trois instants, selon un traitement thermique avec la modulation de la puissance (a) ou avec des micro-ondes pulsées (b).	157
Figure 4.66 Prédictions moyennes volumiques de la température et de la réduction microbienne, lors d'un traitement thermique à 10 °C /min par micro-ondes pulsées (ligne bleue) ou micro-ondes modulées (ligne rouge).	157
Figure 4.67 Données expérimentales de la température au centre géométrique de l'échantillon de 200 mg de viande (ligne bleue) et du signal de la puissance micro-ondes sans refroidissement externe (ligne grise) et avec refroidissement (ligne rouge).	158

TABLE DES FIGURES

Figure 4.68 Prédiction numérique de la distribution volumique de la température pendant un traitement par micro-ondes avec maintien de température constante à 30 °C, sans refroidissement externe. 159

TABLE DES TABLEAUX

Table des tableaux

Tableau 1.1 Descriptions des paramètres du procédé de chauffage par micro-ondes pour inactiver des micro-organismes dans des produits carnés.	55
Tableau 1.2 Principales caractéristiques qui différencient le chauffage par micro-ondes du chauffage conventionnel.	66
Tableau 2.3. Paramètres de réglages PID : bande proportionnelle (Pb), temps d'intégration (ti) et temps de dérivation (td), lors d'un traitement par micro-ondes à 10 °C /min.	84
Tableau 3.4 Propriétés thermo-physiques de la viande hachée.	86
Tableau 3.5 Propriétés thermo-physiques de l'eau en fonction de la température (Kelvin).	87
Tableau 3.6 Propriétés thermo-physiques de l'air à 300 K et à pression atmosphérique d'après Frank M. W. (1988).	88
Tableau 3.7 Les propriétés du cylindre solide de laiton jaune.	90
Tableau 3.8 Concentration initiale de la population microbienne d' <i>E. coli</i> inoculé dans la viande hachée (N_0), pour les deux traitements thermiques réalisés.	103
Tableau 4.9 Critères d'hygiène des procédés de viande hachée selon la Commission de Régulation (EC) N° 2073/2005.	107
Tableau 4.10 Résultat expérimental des colonies aérobies et <i>E. coli</i> dans la viande de bœuf hachée crue (Steaks Hachés pur Bœuf, 5% de matière grasse – Charal, Cholet, France).	108
Tableau 4.11 Résultats d'analyses d'homogénéité d'inoculation d' <i>E. coli</i> dans la viande hachée, pour différentes masses d'échantillons et un N_0 de 10 g de viande selon le protocole d'analyse.	108
Tableau 4.12 Paramètres du modèle électromagnétique et thermique.	109
Tableau 4.13 Test d'égalité des variances (Test- F) réalisé pour la teneur en l'eau de la viande hachée fraîche et décongelée.	110
Tableau 4.14 Valeurs estimées pour D_{ref} , z et $C_c(0)$, en fixant $T_{ref} = 58$ °C, écart-type des données expérimentales (σ^2), intervalle de confiance à 95% et critère d'information d'Akaike simplifié (AIC*).	120
Tableau 4.15 Valeurs estimées pour D_{ref} et z , en fixant $T_{ref} = 58$ °C, écart-type des données expérimentales (σ^2), intervalle de confiance à 95% et critère d'information d'Akaike simplifié (AIC*).	121
Tableau 4.16 Valeurs estimées pour D_{ref} , en fixant $z = 3,79$ °C et $T_{ref} = 58$ °C, écart-type des données expérimentales (σ^2), intervalle de confiance à 95% et critère d'information d'Akaike simplifié (AIC*).	121
Tableau 4.17. Bilan de puissance pour chaque cas de guide d'ondes simulé.	127
Tableau 4.18 Températures minimale (T_{min}) et maximale (T_{max}) simulées dans le volume d'échantillon, pour chaque cas étudié et écarts de température min-max.	132
Tableau 4.19 Températures moyennes volumiques (T_{moy}) estimées pour les deux traitements thermiques à l'instant final de chauffage et inactivations d' <i>E. coli</i> moyennes obtenues expérimentalement en triplicata.	153

TABLE DES TABLEAUX

Tableau 4.20 Résultats d'analyse microbiologique d'un échantillon de viande exposé à différents instants aux micro-ondes à une température sublétale.	160
--	-----

Introduction

Le traitement thermique, approche très ancienne, reste l'une des méthodes les plus efficaces et courantes pour la conservation des aliments. Des historiens relatent qu'un processus similaire à la pasteurisation aurait pu exister dès la Chine du XI^e siècle. Pour tenter de préserver le vin, les Chinois remplissaient des pots d'argile chaude avec du vin frais, les couvraient de feuilles, les scellaient avec de la boue et les enterraient ensuite dans un sol froid. Le premier processus documenté s'apparentant à la pasteurisation remonte au XVI^e siècle au Japon, en ce qui concerne la sauce de soja. Afin de l'expédier en Europe sans que celle-ci ne soit dégradée avant même d'arriver, les Japonais ont imaginé de la faire bouillir dans un pot en fer, de la canaliser dans des bouteilles qu'ils fermaient immédiatement.

En France, des siècles plus tard, Louis Pasteur (1822-1895) réalisa ses célèbres travaux sur les fermentations et les microbes. Pasteur brevète son procédé de chauffage et de refroidissement en 1865. Il découvre que le vin pouvait être préservé de la dégradation et que la saveur originale était préservée en le chauffant à 50-70 °C en vase clos. Rapidement adopté par l'industrie vinicole, ce processus nommé pasteurisation n'a été étendu au lait que bien des années plus tard. Aujourd'hui, ce processus est devenu très largement utilisé dans l'industrie pour divers produits.

Avant Pasteur, Nicolas Appert (1749-1841), confiseur à Paris, développa vers 1780 un procédé pour la conservation des aliments par la chaleur qui porte maintenant son nom (appertisation). Appert commercialisa dès 1801 des conserves préparées par cette méthode et elles furent rapidement adoptées par la Marine. Il publie en 1810 l'ouvrage : "L'art de conserver pendant plusieurs années toutes les substances animales et végétales".

En résumé, la conservation et la transformation des aliments par la chaleur présentent des avantages multiples : (i) un contrôle relativement simple des conditions de traitement thermique, (ii) une capacité de produire des aliments de longue conservation sans besoin d'être réfrigérés, (iii) la destruction des facteurs antinutritionnels (*i.e.* inhibiteur de la trypsine dans certaines légumineuses) et (iv) l'amélioration de la disponibilité de certains nutriments (*i.e.* la digestibilité des protéines, la gélatinisation des amidons et la libération de la niacine liée). Mais aussi en raison des effets thermiques d'inactivation des enzymes, micro-organismes, insectes et parasites, le traitement thermique s'est avéré être un moyen efficace de décontaminer les aliments pour en assurer la salubrité.

INTRODUCTION

La pasteurisation est reconnue comme étant un traitement thermique moins sévère que la stérilisation. En effet, la stérilisation est un traitement thermique qui vise à détruire les cellules et les spores microbiennes et à inactiver les enzymes et toxines, afin de rendre les aliments sûrs sur des durées de conservation à température ambiante très longues. Cependant, ce processus consistant à élever à très haute température (≥ 121 °C) les aliments pendant plusieurs minutes nuit à la qualité nutritionnelle et sensorielle de ceux-ci. A contrario, avec des températures moins élevées ou des temps beaucoup plus courts, la pasteurisation permet d'obtenir des durées de conservation de quelques jours à quelques semaines, en détruisant les micro-organismes nuisibles et /ou en inactivant les enzymes. La technique est basée sur le barème temps / température, dont les plus courants sont : la pasteurisation basse (63 °C pendant 30 minutes) aussi appelée "low temperature, long time" (L.T.L.T), la pasteurisation haute (72 °C pendant 15 secondes ou 80-85 °C pendant 5 secondes) ou "high temperature, short time" (H.T.S.T.) et la flash pasteurisation (140-150 °C pendant quelques fractions de secondes) ou "ultra-high temperature" (U.H.T). Malgré cela, pendant le traitement thermique, une chaleur excessive peut détruire les nutriments et vitamines ainsi que modifier la saveur, la couleur, le goût ou la texture du produit. Par conséquent, dans le cas des plats cuisinés, certains de ces produits pasteurisés sont perçus de nos jours comme étant de qualité inférieure aux produits frais.

On comprend alors que la maîtrise de la température dans le produit est un point clé de la pasteurisation, de façon à garantir les effets escomptés tout en préservant au mieux la qualité. On peut également souligner que, comme tout traitement thermique, celui-ci est également fort consommateur d'énergie. Pour l'ensemble de ces raisons, de nouvelles technologies pour apporter l'énergie à l'aliment lors de la pasteurisation sont actuellement en cours de développement, tout comme des procédés dits athermiques. C'est le cas par exemple des électrotechnologies (chauffage par micro-ondes, chauffage ohmique principalement), et pour les procédés athermiques, les traitements par haute pression, sous vide, par lumière pulsée ou par ajout d'agents conservateurs. Ces techniques sont appliquées seules ou combinées. Des études sont menées pour améliorer, remplacer ou compléter les technologies de traitements conventionnels.

Dans ce travail de thèse, c'est l'apport d'énergie par microonde qui a été l'objet de notre attention. Le chauffage par micro-ondes est né avec le brevet américain intitulé "Method of treating foodstuffs" déposé en 1945 par Percy L. Spencer. Avec le système micro-ondes décrit, l'auteur a démontré, par exemple, qu'un œuf peut être rendu dur avec une dépense de 2 kJ au

lieu de 36 kJ dans une cuisson conventionnelle. Des résultats similaires avec d'autres denrées alimentaires sont aussi cités. Spencer conclut que dans chaque cas, lorsque la longueur d'onde du rayonnement micro-ondes est de l'ordre de la dimension moyenne de la denrée alimentaire à cuire, le processus est très efficace, puisqu'il nécessite une dépense minimale d'énergie sur un temps minimum de chauffage. Cette extraordinaire invention ne fut rendue possible que grâce au développement du magnétron. En effet, lors du développement des radars pendant la guerre, des magnétrons émettant de fortes puissances micro-ondes, donnèrent à cet instrument des portées et des précisions considérables. Le hasard a, en effet, voulu que le four à micro-ondes actuel fut une retombée *post bellum* de la technologie radar.

Au cours d'un chauffage par micro-ondes, la chaleur est générée à l'intérieur du matériau par le transfert d'énergie contenue dans l'onde électromagnétique. C'est un effet volumique, ce qui permet des élévations de température beaucoup plus rapides et conduit donc à des temps bien plus courts par rapport aux techniques conventionnelles de chauffage, séchage, cuisson ou décongélation de produit. Cet avantage s'affranchit des inconvénients imposés par le phénomène de diffusion thermique, résolument lent, lors du chauffage conventionnel. De par ces avantages, le procédé micro-ondes se révèle alors être une alternative efficace pour mieux préserver la qualité des produits traités par la chaleur. Ainsi, ce type de chauffage est utilisé avec succès à l'échelle domestique, aussi bien qu'à l'échelle industrielle. Des installations industrielles de tempérage et de cuisson partielle ou totale de produits se sont développées au fur à et mesure des années. Elles ont permis des réductions de temps de process d'environ un facteur de 10, à un prix relativement compétitif.

Malgré ces avantages indéniables, cette technologie n'est toujours pas très répandue dans les processus industriels de pasteurisation et stérilisation des aliments. Les entreprises restent encore hésitantes en raison de la difficulté à maîtriser ce procédé complexe, et ce principalement dans les applications sur les produits alimentaires solides. Dès lors, les phénomènes physiques d'interactions entre le champ électrique et la matière sont difficiles à appréhender. Les inconvénients majeurs résident dans l'hétérogénéité du traitement, ce qui rend le procédé délicat à contrôler. Une distribution non uniforme de la température à l'intérieur de l'aliment peut entraîner des phénomènes de surcuisson et de sous-cuisson locaux. Ainsi, lorsque la température de cuisson n'atteint pas la température cible souhaitée pour inactiver les micro-organismes, ceux-ci peuvent survivre dans les régions froides et être responsables d'infections d'origine alimentaire.

Au cours des dernières décennies, l'étude des mécanismes d'inactivation microbienne lors d'un chauffage micro-ondes a suscité beaucoup d'intérêt. En particulier, une controverse porte sur l'existence éventuelle d'effets non-thermiques. Des théories ont été proposées pour expliquer comment les champs électromagnétiques pouvaient inactiver les micro-organismes, dans des conditions de température sublétales. À l'opposé, plusieurs études affirment que l'effet létal des micro-ondes est purement thermique. Des investigations scientifiques s'avèrent par conséquent nécessaires. Avec le progrès récent des techniques de calcul et des algorithmes, l'usage de la simulation numérique a permis d'obtenir des informations difficilement mesurables expérimentalement, comme par exemple la distribution de la température et d'inactivation microbienne en 3D au sein du produit à traiter, qui constitue un élément de cette thèse.

À notre connaissance, peu d'études concernent la modélisation des champs électriques couplée aux transferts de chaleur ainsi qu'à l'inactivation bactérienne au cours d'un procédé de pasteurisation par micro-ondes, permettant alors une prédiction locale de l'inactivation microbienne dans un produit alimentaire réel. Cette affirmation est d'autant plus vraie si l'on considère des traitements thermiques en conditions dynamiques. L'élaboration d'un tel modèle confronté à des données expérimentales s'avère particulièrement utile pour comprendre et décrire l'ensemble des phénomènes et pour mettre à jour l'existence ou l'absence d'effets non-thermiques.

Ce manuscrit est organisé en cinq chapitres.

Le premier chapitre présente une synthèse bibliographique permettant de mieux comprendre les enjeux de la thèse. En premier lieu, une revue générale sur les ondes électromagnétiques est proposée, en incluant la méthode de chauffage par micro-ondes, les principes d'interaction micro-ondes matière et les propriétés diélectriques du milieu. Les équations fondamentales de Maxwell sont également abordées. La seconde partie est consacrée aux approches de modélisation des transferts de chaleur sous rayonnement micro-ondes et leurs résolutions par méthodes numériques. La troisième partie couvre un résumé d'ouvrages disponibles dans la littérature sur la pasteurisation par micro-ondes. Ensuite, les principaux modèles de cinétique d'inactivation microbienne sont présentés dans la quatrième partie. Enfin, une discussion est amenée autour des effets thermiques et non-thermiques des micro-ondes responsables de l'inactivation microbienne.

Le deuxième chapitre de la thèse traite des méthodologies expérimentales. Les protocoles décrivant les matériels et méthodes utilisés dans les analyses microbiologiques, ainsi que la détermination des propriétés thermophysiques et diélectriques de la viande sont présentés. Les procédures et les instruments utilisés pendant les traitements thermiques au bain-marie et sous micro-ondes sont également abordés. Afin d'estimer les paramètres cinétiques du modèle d'inactivation microbienne, une série d'expériences à vitesses de chauffages variant de 1 à 13 °C/min est proposée. Le dispositif pilote micro-ondes est présenté et les stratégies expérimentales sont détaillées, permettant la validation expérimentale du modèle. Enfin, les expériences concernant la mise en évidence des effets non-thermiques des ondes électromagnétiques sont exposées.

Le troisième chapitre présente quant à lui les démarches de modélisation des procédés de pasteurisation respectivement par bain-marie et par micro-ondes et les estimations numériques des paramètres du modèle. Pour le processus de chauffage conventionnel, un modèle de transfert de chaleur couplé à la mécanique des fluides a été développé. Pour le chauffage par micro-ondes, un modèle électromagnétique couplé au transfert de chaleur a été étudié en prenant en compte le design réel de la cavité micro-ondes considérée. Ce modèle a ensuite été utilisé pour réaliser des simulations numériques des traitements par micro-ondes à trois vitesses de chauffage et différents apports d'énergie aussi bien en conditions de température létale ou sublétale.

Dans ce même chapitre, le modèle d'inactivation microbienne, les approches numériques d'estimation des paramètres cinétiques et la comparaison de la précision des modèles selon le nombre de paramètres estimés sont abordés. Pour finaliser, le couplage des modèles thermiques au modèle d'inactivation microbienne est présenté.

Le quatrième chapitre est destiné à rapporter les principaux résultats expérimentaux et les simulations numériques. Des comparaisons avec des données disponibles dans la littérature sont effectuées afin d'enrichir le manuscrit. Une discussion plus élargie autour des résultats expérimentaux a été réalisée grâce aux informations obtenues via les modèles. Ainsi, les cartographies de température en 3D au sein du produit, les analyses des gradients de températures, mais aussi les prédictions d'inactivation microbienne locales ont été présentées avec leurs enjeux pour comprendre et optimiser le processus de pasteurisation micro-ondes.

INTRODUCTION

Enfin, le dernier chapitre apporte des conclusions et perspectives qui permettent de mettre en évidence les points importants de ce travail pour de futures investigations, en lien avec le contrôle d'un procédé de pasteurisation.

1. SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

Ce chapitre présente une synthèse bibliographique divisée en cinq grands sujets : les ondes électromagnétiques, la modélisation et simulation des procédé de chauffage, l'inactivation des micro-organismes par micro-ondes, les différents modèles de cinétique d'inactivation microbienne et enfin les effets thermiques et non-thermique des rayonnements micro-ondes.

La première section aborde les aspects fondamentaux des ondes électromagnétiques, incluant les mécanismes du chauffage par micro-ondes, les interactions micro-ondes matière, les propriétés des milieux diélectriques et les équations qui gouvernent la propagation des ondes électromagnétiques. Dans la deuxième section, la modélisation du procédé de chauffage par micro-ondes est présentée, ainsi que les méthodes numériques de simulation. Ensuite, dans la troisième section, une brève revue des travaux publiés sur la pasteurisation par micro-ondes est effectuée. Pour compléter ce sujet, la quatrième partie expose les principaux modèles mathématiques d'inactivation microbienne. Enfin, dans la dernière section, des arguments controversés sur les effets thermiques et non-thermiques des micro-ondes sont mis en lumière.

1.1. Les ondes électromagnétiques et les micro-ondes

1.1.1. Les micro-ondes

Les ondes électromagnétiques sont classées en fonction de leur fréquence (f) et de leur longueur d'onde (λ). Elles appartiennent à la partie du spectre électromagnétique située entre les ondes radio et les infra-rouge. Cette bande de fréquence est comprise entre 300 MHz et 300 GHz et avec une longueur d'onde de 1 m à 1 mm (Figure 1.1).

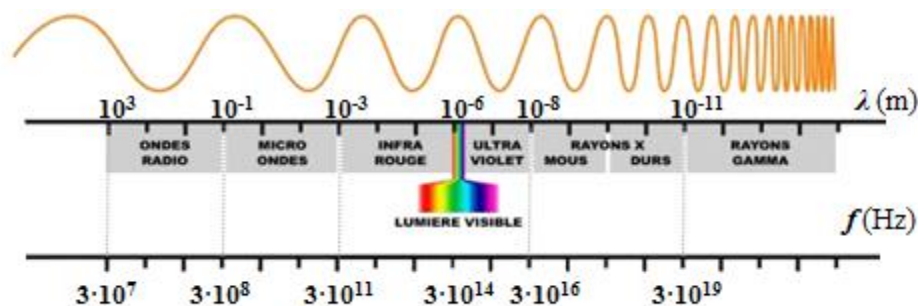


Figure 1.1. Spectre des ondes électromagnétiques.

D'une façon générale, les micro-ondes sont appliquées aux communications, aux radiotélescopes pour l'astronomie, aux systèmes de surveillance radar, ainsi qu'au système de

positionnement de navigation GPS. Le chauffage constitue une autre application des micro-ondes.

Les appareils électroniques qui émettent un rayonnement dans cette bande de fréquence peuvent interférer avec les télécommunications des secteurs de la défense et de la marine. Pour cette raison, l'utilisation des fréquences micro-ondes est règlementée. Pour le chauffage des aliments, la fréquence 915 MHz est utilisée dans les fours industriels, en raison de la grande capacité de pénétration des micro-ondes à l'intérieur des produits. La fréquence 2450 MHz est quant à elle très couramment utilisée dans les appareils micro-ondes de type fours ménagers (Motasemi & Afzal, 2013; Venkatesh & Raghavan, 2004), mais aussi dans l'industrie malgré une pénétration moindre que le 915 MHz.

1.1.2. Les équipements fours à micro-ondes

Il existe une grande variété de fours à micro-ondes. Brièvement, tous les systèmes comprennent une source d'énergie normalement appelée magnétron, un guide d'ondes et une cavité d'application. Le magnétron génère les micro-ondes et le guide d'ondes oriente le rayonnement vers une cavité d'application. Il existe d'autres types de générateurs micro-ondes, comme le klystron, et le gyrotron, qui ne seront pas décrits ici. Les derniers développements d'émetteurs micro-ondes à forte puissance ont donné naissance à des générateurs de type "état solide". À la différence des générateurs micro-ondes à base de magnétrons, la génération de l'onde est issue de composants électroniques (transistors) assemblés. De cette façon, les générateurs à état solide permettent de générer un spectre fréquentiel bien précis à la fréquence micro-ondes souhaitée.

Dans un magnétron, une haute tension est appliquée entre une cathode centrale (émettrice d'électrons) entourée d'une anode concentrique externe percée de cavités résonnantes. Ces ailettes sont dimensionnées pour être en résonance avec la fréquence micro-ondes prévue. Les électrons émis et accélérés sont déviés par le champ magnétique formé. En passant par les ailettes, l'énergie est transférée à l'onde stationnaire se développant à l'intérieur des cavités formées par les ailettes, et l'onde est couplée à une antenne dans le guide d'ondes (Figure 1.2). À titre d'exemple, pour une vitesse des électrons ajustée avec l'espacement entre les ailettes, il est possible de produire une charge alternative sur une ailette à raison de 2,45 milliards de fois par seconde. Cette charge alternative connectée par un fil à n'importe quelle ailette arbitraire conduit à l'antenne un signal rayonnant micro-ondes à la fréquence de 2,45 GHz (Charles R. Buffler, 1993; Ștefănoiu, Tănase, Miteluț, & Popa, 2016).

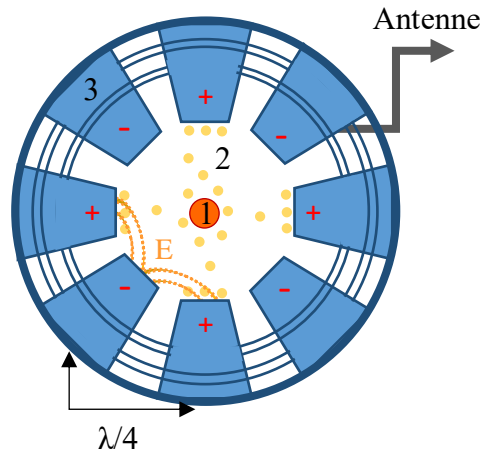


Figure 1.2 Schéma d'une section transversale d'un magnétron avec la structure détaillée d'une anode, où (1) représente la cathode, (2) les électrons et (3) les ailettes de l'anode (adapté de Charles R. Buffler (1993)).

La puissance d'un magnétron est comprise entre 300 et 3000 W. Pour les équipements industriels, plusieurs magnétrons peuvent être utilisés afin d'augmenter la puissance globale disponible. Les principaux dispositifs utilisés pour guider le rayonnement micro-ondes vers la cavité d'application sont les câbles coaxiaux et les guides d'ondes. Ces derniers sont des conducteurs creux de section rectangulaire ou circulaire. En raison de pertes plus faibles, les guides d'ondes sont utilisés dans des applications nécessitant de forte puissance. La plupart des fours micro-ondes ont une cavité d'application multimodale dans laquelle se produisent une infinité de modes de propagation. Mais il existe aussi des cavités d'application monomode, où un seul mode se propage. Ce dernier système a une meilleure efficacité énergétique que le système multimodal (Aymerich, Picouet, & Monfort, 2008; Ștefănoiu et al., 2016).

1.1.3. Méthode de chauffage par micro-ondes

Dans les méthodes conventionnelles de chauffage, l'apport d'énergie au produit se fait principalement par convection ou conduction, à la surface du produit. Le transfert de chaleur s'effectue alors de la surface vers le centre. Comme les aliments présentent une faible conductivité thermique, le processus de chauffage reste relativement lent. En revanche, pendant le chauffage par micro-ondes, l'énergie contenue dans une onde électromagnétique est transformée rapidement en chaleur dans les matériaux diélectriques. Lors d'un traitement micro-ondes, ce sont les propriétés diélectriques des aliments qui décrivent l'interaction entre matière et rayonnement électromagnétique (Motasemi & Afzal, 2013).

De cette manière, le chauffage par micro-ondes permet une génération de chaleur au sein du produit, en évitant la surcuisson à la surface. De fait, le chauffage volumique permet une réduction considérable du temps de traitement, d'autant plus que les vitesses de chauffage sont plus élevées que dans le chauffage conventionnel.

Un autre avantage est lié au fait que le chauffage par micro-ondes est un chauffage sélectif. Autrement dit, il est possible de chauffer un produit directement dans son emballage, puisque chaque matériau exposé possède sa propre capacité de convertir l'énergie micro-ondes absorbée en énergie thermique. Ces deux facteurs (chauffage volumique et sélectif) augmentent l'efficacité énergétique du procédé de chauffage par micro-ondes (Kostas, Beneroso, & Robinson, 2017a; Yin, 2012).

Ces avantages prévalent dans le choix de l'utilisation de la technologie de chauffage par micro-ondes, au niveau domestique et industriel. Les principales applications dans l'industrie alimentaire sont : la décongélation, le séchage, la cuisson des produits de boulangerie, le blanchiment des légumes, le chauffage et la cuisson des plats cuisinés (J. Ahmed & Ramaswamy, 2007).

Cependant, la distribution hétérogène de l'énergie micro-ondes dans le volume du produit est responsable de la génération de points chauds et points froids. Ce phénomène continue d'être un obstacle au développement de systèmes de pasteurisation industrielle, et fait toujours l'objet d'investigations. Tout au long d'un processus de chauffage conventionnel, le point froid est bien défini, et est situé au centre de la matrice à traiter. Dans le chauffage par micro-ondes, il est difficile de prédire l'emplacement des points froids. De ce fait, une inactivation incomplète de micro-organismes peut se produire lors d'une pasteurisation par micro-ondes.

1.1.4. Interaction micro-ondes matière

Le mécanisme de chauffage d'un milieu diélectrique soumis à un champ électromagnétique, dans la bande de fréquence micro-ondes, est dû à la polarisation dipolaire et à la conduction ionique. Brièvement, dans ces deux cas les dipôles existants et / ou les ions essayent de s'orienter dans la direction du champ électrique appliqué (Y. F. Huang, Chiueh, Kuan, & Lo, 2016).

Un milieu diélectrique se présente macroscopiquement comme des entités globalement neutres d'un point de vue électrique. Cependant, ces molécules présentent une répartition

dissymétrique de leurs charges ioniques partielles, nommés dipôles électriques. La molécule d'eau est un bon exemple pour illustrer un dipôle (Figure 1.3).

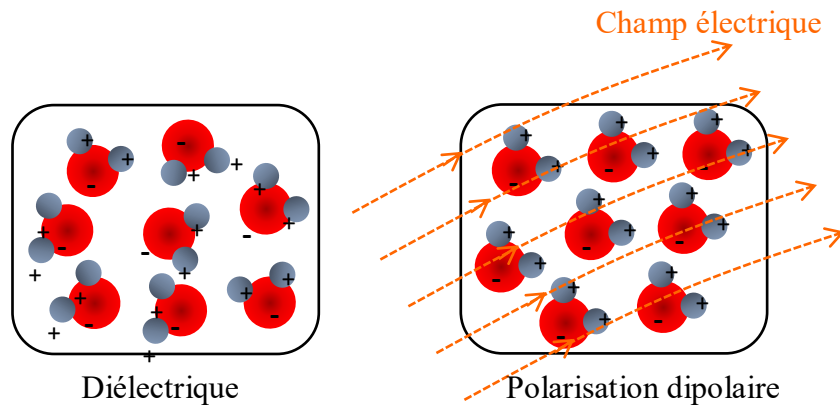


Figure 1.3 Milieu diélectrique formé par des molécules dipolaires et sa polarisation par orientation dipolaire lorsqu'un champ électrique est appliqué.

La polarisation diélectrique est l'effet observé dans un matériau diélectrique soumis à un champ électrique statique ou alternatif. Le champ électrique appliqué provoque une rupture d'équilibre électrique et les charges positives et négatives se déplacent, s'opposant aux forces de liaison ioniques, moléculaires et atomiques. Selon le type de diélectrique et la fréquence du champ électrique, quatre types de polarisation peuvent être distingués (Figure 1.4) : polarisation ionique, polarisation par orientation dipolaire, polarisation atomique ou vibrationnelle et polarisation électronique.

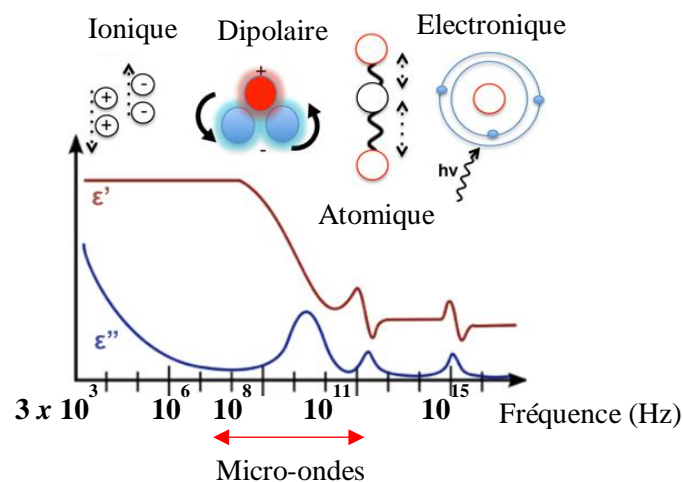


Figure 1.4 Les quatre types de polarisations en fonction de la fréquence de l'onde.

Dans la gamme de fréquence des micro-ondes, le phénomène prépondérant de polarisation se produit au niveau moléculaire par orientation dipolaire. En l'absence de champ

électrique, les dipôles d'un milieu diélectrique sont aléatoirement orientés (Figure 1.3). Lorsque le champ électrique alternatif est appliqué à une fréquence f , les dipôles s'orientent dans le sens du champ dans une demi-alternance. Ils se désorientent lorsque le champ s'annule et se réorientent en sens opposé pendant la seconde demi-alternance. Le résultat en est la rotation synchrone de toutes les molécules du matériau sur elles-mêmes (Figure 1.5). Ce phénomène s'accompagne de frictions intermoléculaires successives qui conduisent à un dégagement volumique de chaleur (J. Thuery, 1983). À titre d'exemple, pour un champ électrique alternatif à la fréquence de 2,45 GHz les dipôles oscillent à raison de $2,45 \times 10^9$ fois par seconde (Curet, 2008).

Un second phénomène responsable de l'interaction micro-ondes matière est la conduction ou polarisation ionique. Dans ce cas, les ions chargés positivement ou négativement dans la matrice sont mis en mouvement par les oscillations du champ électrique (Figure 1.5). Pendant ces déplacements se produisent de multiples collisions qui conduisent aussi à la génération de chaleur (Charles R. Buffler, 1993).

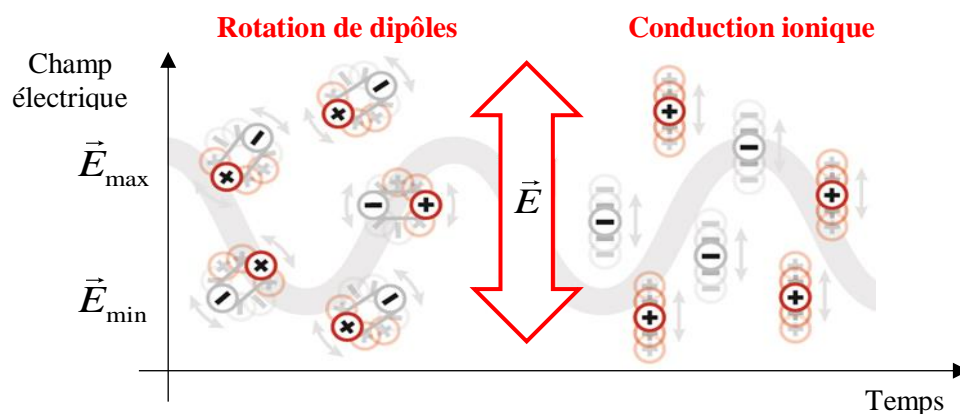


Figure 1.5 Illustration des deux mécanismes principaux de chauffage par micro-ondes : la polarisation par orientation dipolaire (rotation de dipôles) et la conduction ionique.

1.2. Propriétés électromagnétiques du milieu

Les équations mathématiques développées par Maxwell décrivent le comportement complet de l'interaction entre les ondes électromagnétiques et la matière, pour tout type de matériau et géométrie (Charles R. Buffler, 1993). Pour ce faire, le trio de paramètres nécessaires pour décrire le matériau est composé de la permittivité électrique, la perméabilité magnétique et la conductivité électrique.

1.2.1. Permittivité électrique

La permittivité électrique (ε) est définie comme un nombre complexe, où la partie réelle est appelée constante diélectrique (ε') et la partie imaginaire facteur de pertes (ε''). Ces paramètres sont souvent normalisés par rapport à la permittivité du vide (ε_0), donc représentés comme un nombre sans dimension. Dans ce cas, la permittivité relative complexe (ε_r) est donnée par la relation suivante :

$$\varepsilon = \varepsilon' - j \varepsilon'' \text{ donc } \varepsilon_r = \frac{\varepsilon'}{\varepsilon_0} - j \frac{\varepsilon''}{\varepsilon_0} = \varepsilon_0 (\varepsilon_r' - j \varepsilon_r'') \quad (1.1)$$

Avec le terme imaginaire :
$$j = \sqrt{-1} \quad (1.2)$$

La constante diélectrique (ε') est caractérisée par la capacité du matériau à s'orienter dans le sens du champ électrique et à se polariser. Ces phénomènes permettent au matériau de stocker l'énergie électromagnétique et donc de déterminer les rapports entre la quantité d'énergie délivrée au produit et celle transmise au sein du produit.

Le facteur de pertes diélectriques (ε'') est quant à lui lié à l'aptitude d'un matériau à absorber et dissiper l'énergie électromagnétique en chaleur (Castro-Giráldez, Fito, & Fito, 2010). La chaleur au sein du matériau est alors générée par les pertes par conduction ionique ou polarisation dipolaire. Si le facteur de pertes est supérieur à 1, le matériau s'échauffe facilement sous l'influence d'un rayonnement micro-onde. C'est le cas des produits alimentaires où la teneur en eau est supérieure à 20% de la masse totale.

Les phénomènes de frictions intermoléculaires dus à la rotation des dipôles électriques se manifestent par un léger retard pris par les matériaux polarisés pour s'orienter après l'application du champ électrique (Curet, 2008). Ce déphasage est exprimé par l'angle de réorientation pris par les molécules, nommée tangente de l'angle de perte ($\tan \delta$) ou facteur de dissipation. Cette grandeur est représentée par le ratio entre le facteur de pertes et la constante diélectrique :

$$\tan \delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \quad (1.3)$$

La tangente de perte est un paramètre qui décrit l'efficacité globale d'un matériau à utiliser l'énergie du rayonnement micro-ondes. Ainsi, les matériaux peuvent être classés comme (Figure 1.6) : (i) les isolants ou transparents au rayonnement micro-ondes, pour lesquels les micro-ondes passent sans aucune perte (*i.e.* quartz et téflon) ; (ii) les conducteurs, où les micro-

ondes ne peuvent pas pénétrer et sont réfléchies intégralement à la surface (*i.e.* métaux) et (*iii*) les absorbants ou diélectriques qui absorbent les micro-ondes (*i.e.* eau et huiles).

En considérant le matériau comme un diélectrique parfait (*i.e.* air), l'onde se propage dans le milieu sans subir d'atténuation ($\tan \delta = 0$). Dans un milieu diélectrique réel, la tangente de perte peut être forte ($\tan \delta > 0,5$), moyenne ($0,1 < \tan \delta < 0,5$) ou faible ($\tan \delta < 0,1$). Pour ces derniers matériaux, l'onde s'atténue de façon exponentielle avec la profondeur de pénétration et l'énergie est dissipée. Pour un conducteur électrique parfait, l'onde est totalement réfléchi ($\tan \delta \approx \infty$) (Aguilar-Reynosa et al., 2017; Yin, 2012).

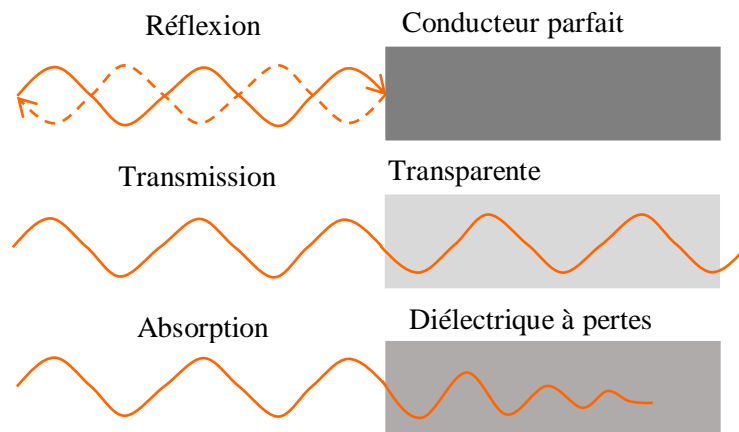


Figure 1.6 Classification du matériau selon son interaction avec l'onde électromagnétique.

1.2.2. Perméabilité magnétique

La perméabilité magnétique (μ) représente la capacité d'interactions et d'orientation des molécules avec le champ magnétique. Cette propriété est définie par :

$$\mu = \mu_0 \mu_r \quad (1.4)$$

où μ_0 est la perméabilité du vide équivalent à $4 \pi 10^{-7}$ H/m et μ_r est la perméabilité relative. Comme la majorité des produits alimentaires contiennent une très faible concentration de matériaux magnétiques, tels que les métaux fer et cobalt, ils sont généralement considérés comme non-magnétiques. Donc, l'hypothèse que la perméabilité magnétique d'un aliment est assimilée à celle du vide est valide pour les applications des micro-ondes avec des produits alimentaires (Curet, 2008).

1.2.3. Conductivité électrique

La conductivité électrique est l'aptitude d'un matériau ou d'une solution à laisser les charges électriques (électrons libres) se déplacer, donc à permettre le passage d'un courant

électrique. Cette propriété est une fonction de la fréquence appliquée et dépend aussi du facteur de perte diélectrique relatif du matériau. La conductivité est définie comme :

$$\sigma = 2 \pi f \varepsilon_0 \varepsilon_r'' \quad (1.5)$$

La frontière entre milieu conducteur et diélectrique est imprécise. Dans la réalité, même les meilleurs diélectriques possèdent une conductivité faible, mais toujours non-nulle. Le caractère conducteur est relié directement à la fréquence, par le rapport :

$$\frac{\sigma}{(2 \pi f) \varepsilon'} = \frac{\sigma}{\omega \varepsilon} \quad (1.6)$$

Un matériau est classifié comme un bon conducteur si $\frac{\sigma}{\omega \varepsilon} \gg 1$. A l'inverse, ce matériau est un bon diélectrique si $\frac{\sigma}{\omega \varepsilon} \ll 1$, puisque le courant de déplacement est plus élevé que le courant de conduction (J. Thuery, 1983).

1.2.4 Propriété diélectrique des aliments

Les propriétés diélectriques des aliments dépendent de la fréquence du champ électrique alternatif appliqué, mais aussi des température, densité, structure et composition chimique. Il faut également aussi souligner l'importance de la teneur en eau, de la concentration en matière grasse et en sel. Dans les aliments granulaires et particulaires, la densité apparente du mélange air-particules est un autre facteur qui influence les propriétés diélectriques (S. O. Nelson & Bartley Jr., 2000).

Dans les produits carnés, une augmentation de la teneur en matières grasses correspond généralement à une réduction de la teneur en eau, ce qui réduit les interactions diélectriques. En plus, du fait de la nature non-polaire des graisses, les propriétés diélectriques de la viande riche en matière grasse sont plus faibles que celles de la viande maigre. Les propriétés physiques de la graisse rendent la constante diélectrique et le facteur de perte plus faibles. Tandis qu'elles accélèrent la vitesse de chauffage sous micro-ondes, augmentent l'uniformité du chauffage et la température maximale atteinte du fait d'une capacité calorifique moindre (Barbosa-Canovas, Medina-Meza, Candogan, & Bermudez-Aguirre, 2014; Farag, Lyng, Morgan, & Cronin, 2008; Ryyniäinen, 1995).

Les propriétés diélectriques de la majorité des matériaux varient considérablement avec la fréquence, en raison du phénomène de relaxation diélectrique. Ce phénomène apparaît

lorsque le champ électrique responsable de la polarisation d'un matériau est supprimé brusquement. Il s'agit du temps nécessaire au système pour retourner à son désordre moléculaire initial. Autrement dit, c'est le déphasage entre le basculement du champ électrique et celui du dipôle. Ainsi, les pertes diélectriques passent par un maximum lorsque la fréquence est égale à la fréquence de relaxation. Dans ce cas, la dissipation d'énergie par le matériau est maximale (J. Thuery, 1983).

Notamment, les molécules d'eau présentent de fortes pertes diélectriques dans les bandes de fréquence de 915 et 2450 MHz. Comme l'eau est le constituant majeur des aliments, elle reste le principal absorbant d'énergie micro-ondes dans ces produits. En effet, la configuration hautement asymétrique de la molécule d'eau lui concède une exceptionnelle polarité. Dans le cas de l'eau libre dans une matrice alimentaire, les dipôles peuvent s'orienter librement sous l'action du champ électrique appliqué, ce qui est moins possible dans le cas de l'eau liée chimiquement à la matrice. Le plus souvent, un produit alimentaire contient aussi des constituants dissous. Dans le cas des sels dissous dans des solutions aqueuses, ils agissent alors comme conducteurs électriques. En ce sens, les sels dissous abaissent la permittivité et augmentent le facteur de pertes diélectriques, par rapport au comportement de l'eau pure. En général, les aliments possédant un fort taux d'humidité disposent de constantes diélectriques et facteurs de pertes élevés et ont par conséquent une plus grande aptitude à chauffer sous micro-ondes. Cependant, cette relation dépend de la température et de la teneur en eau initiale considérée (Içier & Baysal, 2004; J. Thuery, 1983; Venkatesh & Raghavan, 2004).

La dépendance des propriétés diélectriques des matériaux à la température est directement associée aux processus de relaxation diélectrique. D'après l'équation de Debye, la fréquence de relaxation augmente et le temps de relaxation diminue avec l'augmentation de la température. Selon les produits, le facteur de pertes peut augmenter ou diminuer avec l'élévation de la température selon la fréquence appliquée qui peut être supérieure ou inférieure à la fréquence de relaxation (S. O Nelson, 1973; Stuart O. Nelson & Datta, 2001; Venkatesh & Raghavan, 2004).

Les propriétés diélectriques de l'eau changent radicalement pendant le changement de phase. Ainsi la constante diélectrique et le facteur de pertes des aliments congelés augmentent fortement dans la zone de fusion (Içier & Baysal, 2004; Ryyiniänen, 1995).

Les résultats de Farag *et al.*, (2008) vont dans le même sens. Ils ont évalué les propriétés diélectriques de la viande de bœuf à différentes fréquences en fonction de la température (-18 et +10 °C), comme illustré dans la Figure 1.7.

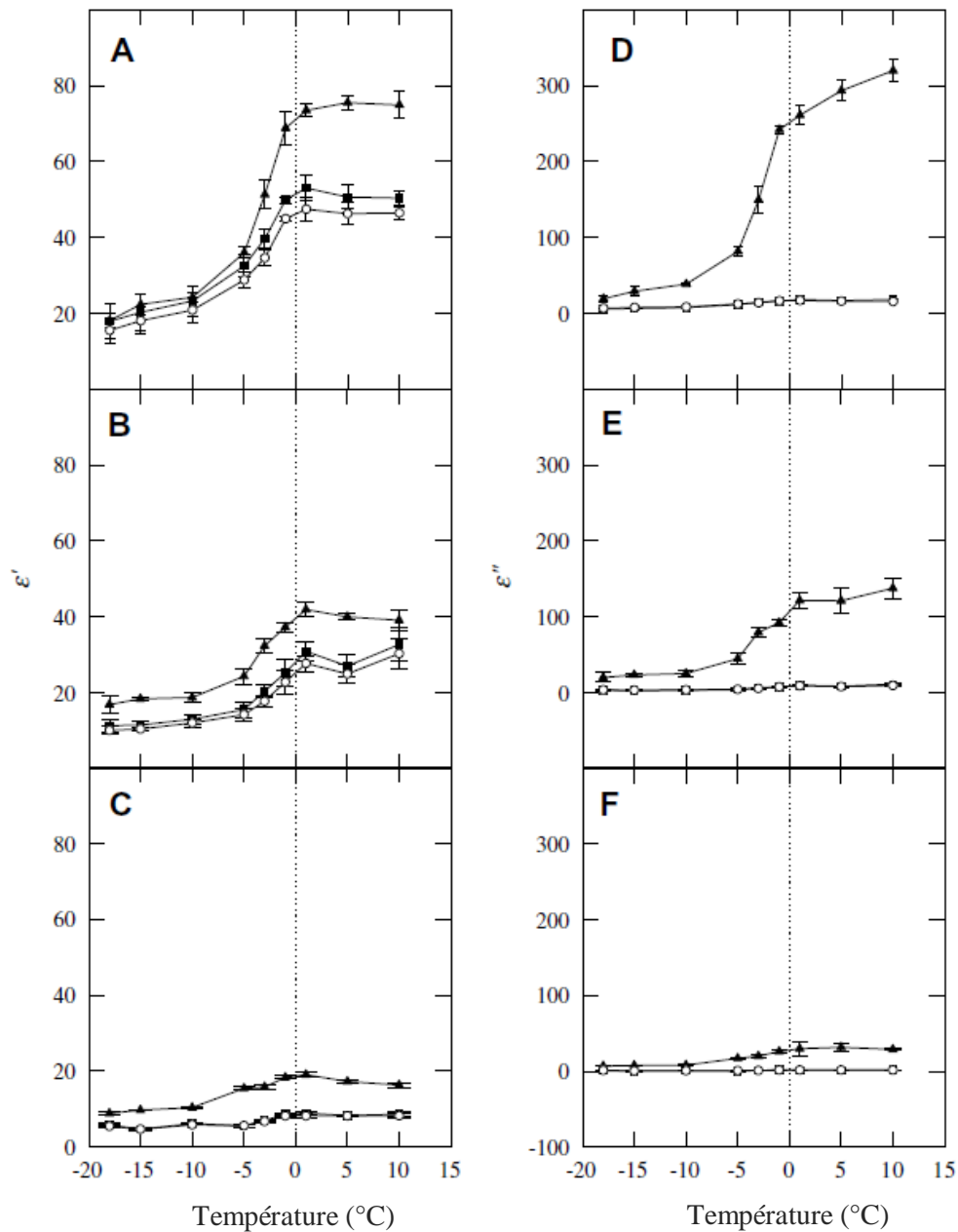


Figure 1.7 Constante diélectrique (ϵ') et facteur de perte (ϵ'') en fonction de la température et de la fréquence : (\blacktriangle) 27,12 MHz ; (\blacksquare) 896 MHz et (\circ) 2450 MHz. Graphiques : (A/D) pour la viande de bœuf maigre ; (B/E) pour le mélange (50 :50 ; viande : graisse) et (C/F) pour la graisse (Farag *et al.*, 2008).

Brunton *et al.* (2006) ont analysé les variations des propriétés diélectriques du muscle de bœuf pendant le chauffage (5 à 85 °C), à différentes fréquences. À 2450 MHz, la constante diélectrique (ϵ') a diminué progressivement entre 5 et 66 °C et le facteur de perte (ϵ'') a augmenté

régulièrement. Entre 66 et 70 °C un pic a été observé à la fois pour ϵ' et pour ϵ'' . Cette augmentation brusque des propriétés diélectriques a été associée à la dénaturation du collagène entraînant une libération rapide de liquide dans le muscle. Après cette phase, les valeurs ont eu tendance à se stabiliser jusqu'à la température maximale mesurée.

Une quantité raisonnable d'informations a été publiée sur les propriétés diélectriques de la viande et des produits carnés. A cet égard on peut citer les courbes obtenues par Bengtsson and Risman (1971) sur la dépendance des propriétés diélectriques à la température, pour différents aliments, en incluant la viande de bœuf crue et cuite. Plus récemment, Lyng, Zhang and Brunton (2005) ont compilé les données de la littérature pour la viande et le poisson. Zhang, Lyng and Brunton (2007) ont présenté une sélection de données publiées sur l'influence de la teneur en eau, du sel et des lipides sur les propriétés diélectriques des produits à base de viande.

1.3. Propagation des ondes électromagnétiques

L'onde électromagnétique se propage dans un milieu suivant deux composantes vectorielles orthogonales entre elles : le champ électrique (E) et le champ magnétique (H). Ces champs oscillent simultanément à la fréquence imposée par la source (Figure 1.8). Dans le vide, la vitesse maximale de propagation de l'onde électromagnétique correspond à la vitesse de la lumière (3×10^8 m/s).

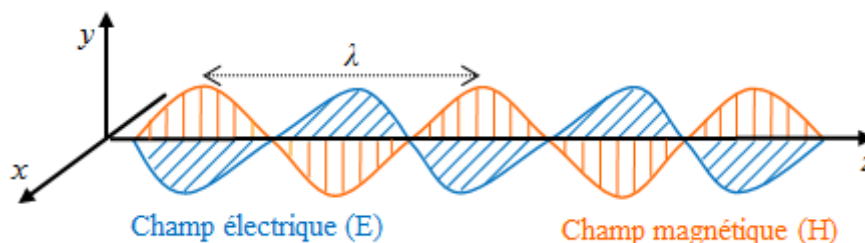


Figure 1.8 Schéma de propagation d'une onde électromagnétique.

1.3.1. Les équations de Maxwell

Les équations fondamentales de Maxwell traduisent mathématiquement la physique de la propagation dans l'espace d'une onde électromagnétique variant dans le temps. Ainsi, quand un courant électrique (J) ou l'induction électrique (D) varient dans le temps, celui-ci génère un champ magnétique (H) en rotation. Ce phénomène est décrit par la loi de Maxwell-Ampère :

$$\text{rot } \vec{H} = \vec{J} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} = \frac{\partial \epsilon \vec{E}}{\partial t} + \sigma \vec{E} \quad (1.7)$$

Par analogie, quand l'induction magnétique (B) varie dans le temps elle génère un champ électrique (E) en rotation représenté par la loi de Maxwell-Faraday :

$$\text{rot } \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} = -\frac{\partial \mu H}{\partial t} \quad (1.8)$$

Les charges électriques sont à l'origine du champ électrique et donc d'une induction électrique. Notamment, la loi de Maxwell Gauss indique la proportionnalité entre la divergence de l'induction électrique en un point et la densité de charge (ρ_e) :

$$\nabla \vec{D} = \rho_e = \nabla \vec{E} \varepsilon \quad (1.9)$$

Par contre, comme il n'existe pas de charge magnétique pour induire un champ magnétique, la divergence de l'induction magnétique est toujours nulle.

$$\nabla \vec{B} = \nabla \vec{H} \mu = 0 \quad (1.10)$$

où ε est la permittivité et μ la perméabilité du milieu. L'opérateur mathématique divergence (∇) mesure le flux total vectoriel qui se manifeste en un point donné.

Pour les milieux diélectriques parfaits linéaires homogènes et isotropes et pour le vide, l'induction électrique (\vec{D}) et magnétique (\vec{B}) sont proportionnels aux champs électrique et magnétique corrigés par un coefficient de proportionnalité indépendant de la position. En effet, les quatre équations fondamentales de Maxwell deviennent :

$$\text{rot } \vec{H} = \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} = \frac{\partial \varepsilon \vec{E}}{\partial t} \quad (1.11)$$

$$\text{rot } \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} = -\frac{\partial \mu H}{\partial t} \quad (1.12)$$

$$\nabla \vec{D} = \rho_e = \nabla \vec{E} \varepsilon = 0 \quad (1.13)$$

$$\nabla \vec{B} = \nabla \vec{H} \mu = 0 \quad (1.14)$$

où les valeurs des permittivité (ε) et perméabilité (μ) correspondent au milieu incluant le vide.

Pour conclure, une onde électromagnétique se propage dans l'espace grâce à une oscillation alternative du champ électrique qui induit un champ magnétique et réciproquement. Ce phénomène permet d'auto entretenir la propagation d'une onde électromagnétique dans le temps.

1.3.2. *Propagation libre*

La propagation d'une onde électromagnétique dans un espace libre, sans limite de dispersion, et dans un milieu diélectrique parfait est donnée à partir des équations fondamentales de Maxwell, selon deux équations du type Helmholtz :

$$\Delta \vec{E} - \mu \varepsilon \frac{\partial^2 \vec{E}}{\partial t^2} = \vec{0} \quad (1.15)$$

$$\Delta \vec{H} - \mu \varepsilon \frac{\partial^2 \vec{H}}{\partial t^2} = \vec{0} \quad (1.16)$$

où l'opérateur Laplacien vectoriel (Δ) se définit en se plaçant dans un système de coordonnées cartésiennes. Donc, le Laplacien vectoriel du champ électrique ($\Delta \vec{E}$) est un vecteur dont les composantes sont les dérivées secondes des composantes (x, y, z) du vecteur du champ électrique (\vec{E}) :

$$\frac{\partial^2 E_x}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 E_y}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 E_z}{\partial z^2} = \mu \varepsilon \frac{\partial^2 \vec{E}}{\partial t^2} \quad (1.17)$$

Par analogie :

$$\frac{\partial^2 H_x}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 H_y}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 H_z}{\partial z^2} = \mu \varepsilon \frac{\partial^2 \vec{H}}{\partial t^2} \quad (1.18)$$

Pour une propagation sinusoïdale, les champs varient dans le temps selon la loi harmonique, avec une pulsation $\omega = 2 \pi f$, et les équations deviennent :

$$\Delta \vec{E} + \omega^2 \mu \varepsilon \vec{E} = \vec{0} \quad (1.19)$$

$$\Delta \vec{H} + \omega^2 \mu \varepsilon \vec{H} = \vec{0} \quad (1.20)$$

En simplifiant les équations par l'incorporation de la constante de propagation (K), soit :

$$\Delta \vec{E} + K^2 \vec{E} = \vec{0} \quad (1.21)$$

$$\Delta \vec{H} + K^2 \vec{H} = \vec{0} \quad (1.22)$$

La constante de propagation (K) pour un milieu sans pertes diélectriques et magnétiques déduite de la vitesse de propagation (C) et de longueur d'onde (λ) est la suivante :

$$K = \omega \sqrt{\mu \varepsilon} = \frac{\omega}{C} = \frac{2\pi}{\lambda} \quad (1.23)$$

Pour
$$C = \frac{1}{\sqrt{\mu \varepsilon}} = \lambda f \quad (1.24)$$

1.3.3. Mode de propagation

En propagation libre, l'onde se disperse selon le mode transverse électromagnétique (TEM). Dans ce mode, ni le champ électrique, ni le champ magnétique n'ont de composantes dans la direction de propagation z , soit $E_z = H_z = 0$. Ainsi, ces vecteurs se propagent uniquement de façon transversale. Le mode TEM existe aussi dans un câble coaxial, mais il est impossible de propager ce type de mode dans les guides d'ondes à un seul conducteur. Dans ces derniers, c'est soit le champ électrique, soit le champ magnétique qui se trouve dans la section du guide.

Dans le mode transverse électrique (TE), le champ électrique est contenu dans la section transverse du guide ($E_z = 0$). Par conséquent, il existe seulement une composante du champ magnétique (H_z) suivant la direction de propagation z . Par analogie, dans le mode transverse magnétique (TM), c'est le champ magnétique qui est contenu dans la section transverse du guide ($H_z = 0$). Donc, uniquement le champ électrique possède une composante (E_z) suivant la direction de propagation z .

Dans un mode de propagation, le nombre de demi-sinusoïdes que forment les champs électrique et magnétique selon les axes x et y du guide est indiqué par des couples d'indices entiers (m, n) . Ainsi, les modes de propagation sont aussi décrits comme TE_{mn} ou TM_{mn} . Par définition, les axes x et y sont respectivement parallèles aux grands (a) et petits (b) côtés du guide, tandis que la propagation est établie suivant la direction d'axe z . A titre d'exemple, dans le mode TE_{10} la demi-sinusoïde formée par le champ électrique est perpendiculaire à l'axe x (grand côté). Le maximum d'énergie est concentré au centre et nul au niveau des petits côtés b (Figure 1.9).

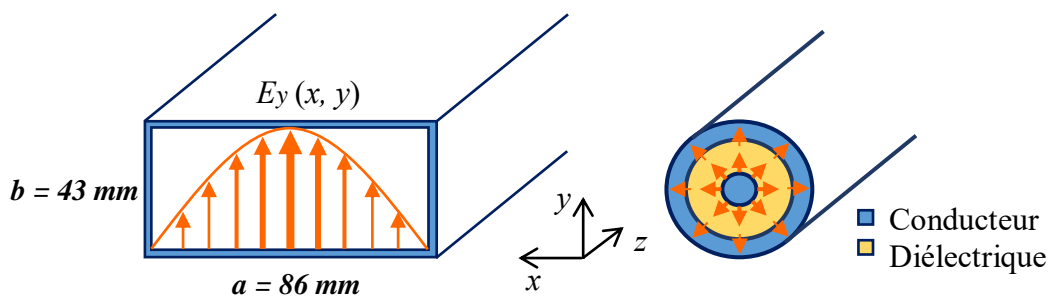


Figure 1.9 À droite : le guide d'ondes rectangulaire, l'onde se propage dans le mode TE_{10} dans la direction z . A gauche : le câble coaxial constitué de deux conducteurs séparés par un diélectrique, avec le mode TEM.

Pour que les ondes se propagent selon un mode donné, deux paramètres sont à considérer : la longueur d'onde de coupure (λ_c) et la fréquence de coupure (f_c). Ces paramètres sont reliés par la vitesse de propagation des ondes (C) et dépendent directement des dimensions de la section du guide.

$$\lambda_c = \frac{C}{f_c} \quad (1.25)$$

Avec
$$C = \frac{1}{\sqrt{\epsilon \mu}} \quad (1.26)$$

Pour un guide d'ondes rectangulaire, la fréquence de coupure est définie par :

$$f_c = \frac{C}{2} \sqrt{\left(\frac{m}{a}\right)^2 + \left(\frac{n}{b}\right)^2} \quad (1.27)$$

Et la longueur d'onde de coupure est calculée comme suit :

$$\lambda_c = \frac{2}{\sqrt{\left(\frac{m}{a}\right)^2 + \left(\frac{n}{b}\right)^2}} \quad (1.28)$$

Pour que les modes TE_{mn} ou TM_{mn} se propagent, la fréquence émise par le générateur micro-ondes f doit être supérieure à la fréquence de coupure $(f_c)_{mn}$. Dans le cas contraire ($f < (f_c)_{mn}$), il n'existe pas de propagation. Trois cas sont mis en évidence selon la valeur de $(f_c)_{mn}$:

- (i) Si $f < (f_c)_{10}$, la longueur d'onde est plus élevée que la longueur de coupure, dans ce cas, le guide sert de filtre et l'onde s'atténue rapidement sur une courte distance ;
- (ii) Si $(f_c)_{10} < f < (f_c)_{20}$, le guide laisse passer uniquement le mode fondamental TE_{10} qui se propage avec une atténuation minimale.
- (iii) Si $f > (f_c)_{20}$, il y a propagation simultanée de plusieurs modes avec pour chacun d'eux leur propre distribution de champs et longueur d'onde de propagation (Akkari Elias, 2007).

Les guides d'onde rectangulaires sont normalement dimensionnés pour que seul un mode se propage, assurant un meilleur transfert d'énergie. C'est le cas d'un guide standard ($a = 86$ mm, $b = 43$ mm) qui est dimensionné afin que le mode fondamental TE_{10} puisse se

propager. Ce mode est habituellement utilisé car il a la plus grande longueur d'onde de coupure, soit la plus basse fréquence de coupure.

1.3.4. Propagation guidée

Les ondes électromagnétiques peuvent se propager librement en espace libre ou de façon guidée. Les supports de transmission de l'onde électromagnétique sont nombreux. Parmi eux, on distingue les guides d'ondes métalliques creux et les lignes de transmission.

Un exemple de ligne de transmission est le câble coaxial. Il est composé par deux conducteurs métalliques cylindriques séparés par un diélectrique (

Figure 1.9). Ce câble présente de bonnes performances pour la transmission de signaux à haute fréquence, en revanche sur de petites distances. Pour ces raisons, le câble coaxial est souvent associé à une antenne.

Dans la gamme des fréquences micro-ondes, l'onde ne pénètre pratiquement pas dans des matériaux bons conducteurs d'électricité, comme les métaux. C'est la raison pour laquelle les guides d'ondes sont des structures métalliques creuses, de section rectangulaire, circulaire, elliptique ou coaxiale, donc les dimensions sont en rapport avec la longueur d'onde. De multiples réflexions de l'onde se produisent dans les parois métalliques du guide, ce qui résulte à une certaine distribution des champs électrique et magnétique et des courants de conduction circulant à la surface des parois du guide. Cette ensemble forme le mode de propagation guidée (J. Thuery, 1983).

Mathématiquement, la propagation d'une onde électromagnétique guidée en mode fondamental TE₁₀, suivant l'axe z orthogonal à la section transverse du guide d'ondes rectangulaire, peut être simplifiée. Considérons que le métal du guide soit un conducteur électrique parfait, alors la composante tangentielle du champ électrique est nulle aux parois du guide. Avec ces conditions aux limites, les équations fondamentales de Maxwell peuvent être résolues uniquement en considérant la composante $E_y(x, z)$ du champ électrique, soit :

$$\frac{\partial^2 E_y}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 E_y}{\partial z^2} = \varepsilon \mu \frac{\partial^2 E_y}{\partial t^2} \quad (1.29)$$

En un régime de propagation harmonique d'une onde, les composantes du champ électrique varient dans le temps pour un point donné suivant l'équation :

$$\frac{\partial^2 E_y}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 E_y}{\partial z^2} = -\varepsilon_0 \varepsilon_r \mu_0 (2\pi f)^2 E_y = -\varepsilon_0 \varepsilon_r \mu_0 \omega^2 E_y \quad (1.30)$$

Finalement, l'équation de propagation guidée du champ électrique en mode TE₁₀ est donnée par :

$$\frac{\partial^2 E_y}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 E_y}{\partial z^2} = -K_g^2 E_y \quad (1.31)$$

Comme la constante de propagation guidée (K_g) dépend de la fréquence, mais aussi des propriétés diélectriques du milieu, elle sera définie par la suite, pour deux cas de propagation guidée : d'une part dans un diélectrique parfait et d'autre part dans un diélectrique à pertes. À partir de la constante de propagation guidée, il est possible de déduire la longueur d'onde guidée.

1.3.5. Constante de propagation guidée dans un milieu diélectrique parfait

Dans le cas de propagation d'une onde électromagnétique en mode TE₁₀, dans un guide uniquement rempli d'air (diélectrique parfait), l'onde se propage à l'infini, sans réflexion, ni atténuation à l'entrée ou à la sortie du guide. La constante de propagation est définie comme la somme de trois composantes indépendantes, dans les coordonnées cartésiennes d'entrée du guide d'ondes rectangulaire (

Figure 1.9), soit :

$$K_0^2 = K_x^2 + K_y^2 + K_z^2 = \left(\frac{2\pi}{\lambda_x}\right)^2 + \left(\frac{2\pi}{\lambda_y}\right)^2 + \left(\frac{2\pi}{\lambda_z}\right)^2 \quad (1.32)$$

La propagation d'ondes se fait suivant l'axe z , donc la constante de propagation longitudinale est égale à :

$$K_z = \frac{2\pi}{\lambda_z} = K_g = \frac{2\pi}{\lambda_g} \quad (1.33)$$

où la constante de propagation (K_z) correspond à la constante guidée (K_g), car la longueur d'onde dans la direction z de propagation (λ_z) est égale à longueur d'onde guidée (λ_g). En mode TE₁₀, la longueur d'onde de coupure dans la direction transverse x équivaut au double de la longueur du grand côté du guide de telle sorte que :

$$K_x = \frac{2\pi}{\lambda_x} = \frac{2\pi}{2a} \quad \text{et} \quad K_y = 0 \quad (1.34)$$

La constante de propagation dans un guide rectangulaire vide est exprimée par :

$$K_g = \sqrt{K_0^2 - K_x^2} = \sqrt{\left(\frac{2\pi}{C_0 f}\right)^2 - \left(\frac{2\pi}{2a}\right)^2} = \sqrt{\omega^2 \mu_0 \varepsilon_0 - \left(\frac{2\pi}{2a}\right)^2} \quad (1.35)$$

Et la longueur d'onde guidée (λ_g), pour un guide vide sans charges électriques libres, est calculée par (Sadot, 2018):

$$\lambda_g = \frac{\lambda_0}{\sqrt{1 - \left(\frac{\lambda_0}{\lambda_c}\right)^2}} \quad (1.36)$$

Donc, pour satisfaire le principe de propagation d'une onde guidée, on vérifie :

$$\left(\frac{1}{\lambda_0}\right)^2 = \left(\frac{1}{\lambda_c}\right)^2 + \left(\frac{1}{\lambda_g}\right)^2 \quad (1.37)$$

1.3.6. Constante de propagation guidée dans un milieu diélectrique à pertes

Contrairement à une propagation dans un guide vide, où le facteur de pertes diélectriques est nul, dans la propagation guidée au sein d'un milieu diélectrique à pertes, la permittivité complexe (ε_r) intervient de telle manière que :

$$K = \sqrt{\omega^2 \mu_0 \varepsilon_0 \varepsilon_r} \quad (1.38)$$

Sous la forme complexe, la constante de propagation dépend des propriétés diélectriques du milieu et s'écrit comme (Campañone, Paola, & Mascheroni, 2012) :

$$K = \alpha + j\beta \quad (1.39)$$

où α représente la constante de changement de phase de l'onde et β le taux de décroissance du champ électrique incident au sein du milieu diélectrique à pertes. Ces deux paramètres dépendent des propriétés diélectriques du milieu comme décrits à la suite (Campañone et al., 2012) :

$$\alpha = \frac{2\pi f}{C_0} \frac{\sqrt{\varepsilon_r' \sqrt{(1 + \tan^2 \delta)} + 1}}{2} \quad (1.40)$$

$$\beta = \frac{2\pi f}{C_0} \frac{\sqrt{\varepsilon_r' \sqrt{(1 + \tan^2 \delta)} - 1}}{2} \quad (1.41)$$

La longueur d'onde dans le milieu (λ_m) est également exprimée en fonction des propriétés diélectriques du milieu :

$$\lambda_{g,m} = \frac{C_0 \sqrt{2}}{f \sqrt{\varepsilon_r' (1 + \sqrt{1 + \tan^2 \sigma})}} \quad (1.42)$$

Le facteur d'atténuation est proportionnel à la profondeur de pénétration du champ électrique (D_p) d'un rayonnement micro-ondes. Ce dernier est défini comme la distance à partir de laquelle la magnitude du champ électrique est diminuée de $1/e$ par rapport à sa valeur en surface du milieu (Figure 1.10). Où e est la base du logarithme népérien dont la valeur constante est 2,7183.

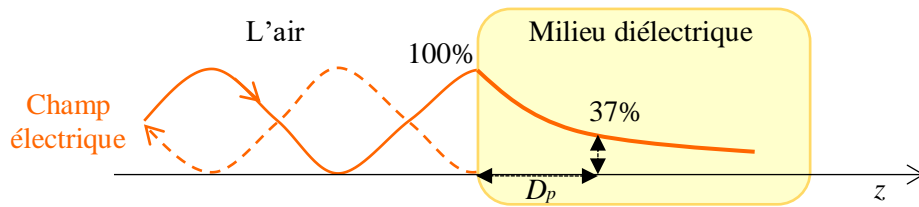


Figure 1.10 Schéma représentatif de la profondeur de pénétration d'une onde plane dans un milieu diélectrique à pertes, avec un vecteur du champ électrique transmis et l'autre réfléchi.

La profondeur de pénétration du champ électrique (D_p) peut être calculée par l'expression (Sadot, 2018) :

$$D_p = \frac{1}{\beta} = \frac{C_0}{\sqrt{2} f \pi \sqrt{\varepsilon_r' (\sqrt{1 + \tan^2 \delta} - 1)}} \quad (1.43)$$

La constante de propagation guidée complexe dans un milieu diélectrique à pertes est exprimée en fonction de la longueur et de la profondeur de pénétration d'onde, comme suit (Bhattacharya & Basak, 2016) :

$$K_g = \frac{2 \pi}{\lambda_m} + j \frac{1}{D_p} \quad (1.44)$$

1.3.7. Réflexion, transmission et absorption d'une onde électromagnétique

Lorsque les micro-ondes sont dirigées vers un matériau, une partie de l'énergie est réfléchiée, une autre partie est transmise à travers la surface, et de cette dernière quantité, une nouvelle partie est absorbée (Figure 1.11). Les proportions d'énergie qui entrent dans ces trois

catégories sont définies en termes de propriétés diélectriques des milieux (Venkatesh & Raghavan, 2004).

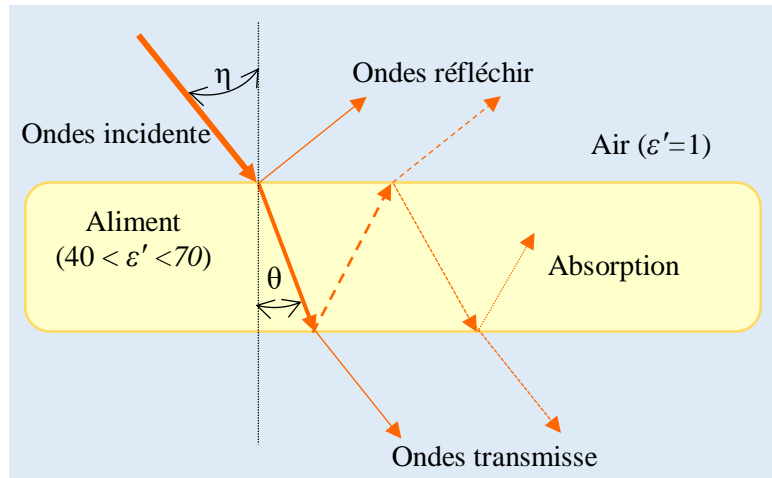


Figure 1.11 Réflexion, absorption et transmission d'une onde électromagnétique dans un milieu diélectrique à pertes, où η et θ sont des angles dépendants de la différence de vitesse de propagation entre les deux milieux : air et aliment (Adapté de Charles R. Buffler (1993)).

Dans un milieu diélectrique, la longueur d'onde est plus courte qu'en espace libre, puisque la constante diélectrique (ϵ') réduit la vitesse de propagation de l'onde. Ce changement de longueur d'onde conduit à une réflexion à l'interface entre ces deux milieux (Ryyniäinen, 1995). En considérant une onde qui provient du milieu A et arrive à l'interface du milieu B , le coefficient de réflexion (Γ) peut être défini en termes d'impédances d'onde caractéristiques de chaque milieu (Arunachalam, Melapudi, Udpa, & Udpa, 2006) :

$$\Gamma = \frac{E_{réflexir}}{E_{incidente}} = \frac{Z_A - Z_B}{Z_A + Z_B} \quad (1.45)$$

où l'impédance des ondes dans le milieu A , en mode de propagation TE_{10} , est donnée par :

$$Z_A = \frac{\lambda_{g,A} - Z_{I,A}}{\lambda_A} \quad (1.46)$$

Donc, Z_I correspond à l'impédance intrinsèque qui dépend de la permittivité et de la perméabilité du milieu (Arunachalam et al., 2006) :

$$Z_{I,A} = \sqrt{\frac{\mu_A}{\epsilon_A}} \quad (1.47)$$

Les ondes réfléchies et transmises, dans le cas d'ondes en propagation harmonique, sont caractérisées par leur amplitude et leur phase, à l'origine ou en un point donné. Selon le principe de la conservation de l'énergie, la puissance transportée par l'onde incidente doit se répartir entre l'onde réfléchie et l'onde transmise. Cette proportion est exprimée par le coefficient de réflexion qui donne la fraction de la puissance réfléchie (FR) :

$$FR = \frac{P_{réfléchir}}{P_{incidente}} = \Gamma^2 \quad (1.48)$$

Pour une onde électromagnétique d'incidence normale sur un plan limite entre le matériau à pertes diélectrique et le vide, le coefficient de réflexion est calculé par (Zhu, Kuznetsov, & Sandeep, 2007) :

$$FR = \frac{1 - \sqrt{2 \epsilon_r' \left[1 + \sqrt{1 + (\tan \delta)^2} \right]} + \epsilon_r' \sqrt{1 + (\tan \delta)^2}}{1 + \sqrt{2 \epsilon_r' \left[1 + \sqrt{1 + (\tan \delta)^2} \right]} + \epsilon_r' \sqrt{1 + (\tan \delta)^2}} \quad (1.49)$$

1.3.8. Régime des ondes

En structure guidée, les ondes électromagnétiques se propagent selon deux régimes : stationnaire ou progressif.

En régime stationnaire, une onde est obtenue par la superposition d'une onde incidente avec l'onde réfléchie. Toutes les deux se propagent dans le même milieu, avec la même fréquence et amplitude, mais en direction opposées (Figure 1.12). La résultante est une onde stationnaire de longueur d'onde guidée constante dont les extremums sont séparés par une distance correspondant à $\lambda_g/4$. L'onde présente une succession de nœuds (champ nul) et de ventres (champ fort). Pour obtenir ce régime d'onde, une charge à impédance nulle (*i.e.* plaque métallique) est placée en bout de guide, désadaptant le système par la réflexion de la totalité de l'onde incidente. L'onde stationnaire est bien adaptée pour le traitement des objets de petite taille devant la longueur d'onde de propagation guidée.

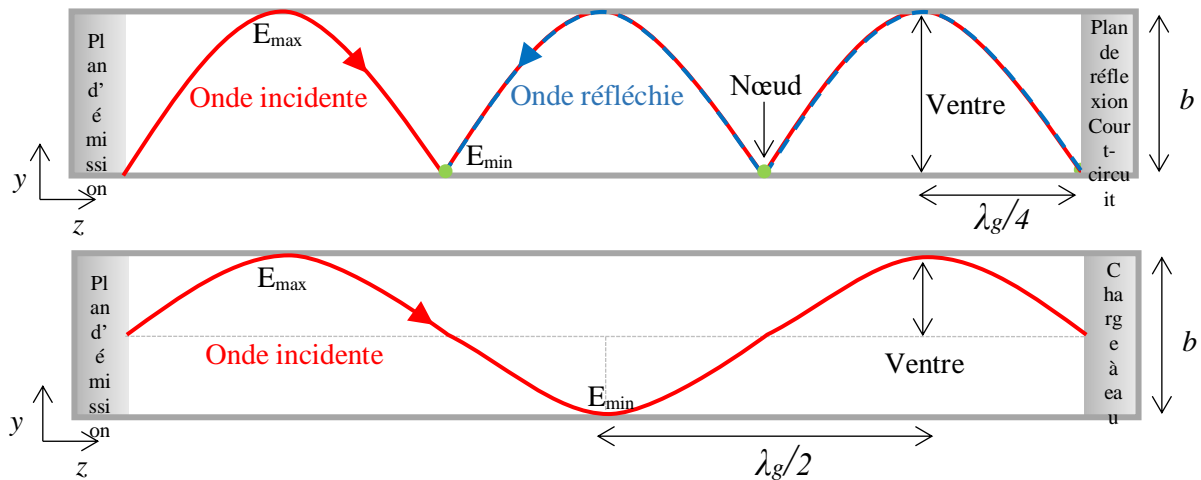


Figure 1.12 Représentation d'une onde guidée en mode TE_{10} selon le régime stationnaire (en haut) et progressive (en bas).

A l'inverse, quand il n'y a pas de réflexion, le régime d'onde est progressif. Ce régime est caractérisé par la propagation d'une onde dans le plan transverse (x, y), où la norme du champ électrique est constante quelle que soit la phase (Figure 1.12). Pour obtenir l'onde progressive dans un guide d'onde, une charge à impédance non-nulle (*i.e.* charge à l'eau) est placée à l'extrémité du circuit empêchant toute réflexion d'onde. Dans ce cas, la distance entre deux extremums du champ électrique transverse (E_y) correspond à la moitié de la longueur d'onde guidée (ici 0,173 m à la fréquence de 2,45 GHz).

1.4. Modélisation et simulation du procédé de chauffage par micro-ondes

1.4.1. Modélisation des ondes électromagnétiques

L'un des principaux inconvénients du traitement thermique par micro-ondes est la répartition non-uniforme des champs électriques dans la cavité, conduisant à une distribution hétérogène de température dans le produit traité pouvant nuire à sa qualité finale. La répartition de température au sein du matériau chauffé par micro-ondes est difficile à prévoir (Chen, Tang, & Liu, 2008; Guo, Sun, Cheng, & Han, 2017; B. Lin et al., 2017), puisque température et champ électromagnétique sont fortement couplés. En outre, il n'est pas possible de mesurer le champ électrique local au sein d'un produit en cours de traitement.

Au cours des deux dernières décennies, le fort développement des puissances de calcul des ordinateurs rend la simulation numérique de plus en plus prometteuse pour résoudre cette problématique. Elle peut permettre d'aider à mieux comprendre le processus complexe de chauffage par micro-ondes, de manière à prédire la cartographie thermique et contrôler le

procédé en vue d'optimiser le design des équipements et des produits traités (Pitchai et al., 2014; Zhao, Huang, & Yan, 2011).

Les approches les plus courantes pour modéliser l'amplitude du champ électromagnétique dans le produit sont basées sur l'utilisation de la loi de Lambert ou alors sur la résolution complète des équations de Maxwell. La loi de Lambert est basée sur la profondeur de pénétration des ondes dans le produit. Elle suppose que la puissance micro-ondes absorbée s'atténue exponentiellement dans la profondeur de l'échantillon. Toutefois, cette hypothèse n'est valable que pour des échantillons de largeur semi infinie et de grande épaisseur devant la profondeur de pénétration des ondes à la fréquence donnée. Dans le cas où ces conditions ne sont pas respectées, cette approche est moins rigoureuse que celle basée sur la résolution des équations de Maxwell (Curet, Rouaud, & Boillereaux, 2008; B. Lin et al., 2017; Ratanadecho, 2002).

À partir de la résolution des équations de Maxwell, il est possible de prédire les variations spatio-temporelles des champs électromagnétiques et la puissance micro-ondes absorbées dans le produit. Pour les matériaux diélectriques à faible perte et pour des échantillons minces, autrement dit, les échantillons plus petits que la profondeur de pénétration des ondes, la résolution des équations de Maxwell est requise. Dans ces conditions, des ondes stationnaires peuvent apparaître en raison des composantes de réflexion et de transmission à l'intérieur du matériau. De plus, pour les géométries cylindriques, les équations de Maxwell prédisent une distribution de température plus précise que la loi de Lambert, surtout près du bord de l'échantillon (Curet et al., 2008; Ratanadecho, 2002; Yang & Gunasekaran, 2004).

Dans les équations de Maxwell, un terme source de chaleur (Q_{abs}), déduit à partir du champ électrique local (E_{local}), est introduit dans l'équation de transfert de chaleur. Avec ce couplage, il est possible de modéliser l'élévation de température au sein du produit. L'équation de transfert de chaleur avec terme source en régime transitoire pour des matériaux solides se présente comme suit :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = \nabla(k\nabla T) + Q_{abs} \quad (1.50)$$

La puissance électromagnétique absorbée par le milieu diélectrique à pertes, désignée aussi comme la source de chaleur dissipée par unité de volume (Q_{abs}), peut être déterminée par :

$$Q_{abs} = \frac{1}{2} \omega \varepsilon_0 \varepsilon_r'' |E_{local}|^2 \quad (1.51)$$

De nombreux facteurs influencent les interactions micro-ondes matière, notamment les propriétés diélectriques, les propriétés thermiques et les propriétés physiques (taille, forme, densité et emplacement dans l'emballage) du produit (H. Zhang & Datta, 2000). Comme ces propriétés sont dépendantes de la température, la résolution simultanée des équations du champ électromagnétique couplé avec le transfert de chaleur peut être réalisée grâce à des méthodes numériques (Chen et al., 2008; Curet et al., 2008).

1.4.2. Méthodes numériques de résolution

De nombreuses techniques numériques peuvent être utilisées pour résoudre les équations de propagation du champ électromagnétique. Parmi celles-ci, deux méthodes majeures sont employées : la méthode " Finite Difference Time Domain " (FDTD) et la méthode des éléments finis (FEM).

Le principe général de la méthode FDTD est de considérer une procédure par pas de temps qui simule les ondes électromagnétiques continues dans une région spatiale finie jusqu'à ce que le temps de simulation désiré soit atteint ou qu'un modèle de champ électromagnétique stable soit établi. De cette façon, les composantes vectorielles du champ électrique dans un volume d'espace sont résolues à un instant donné. Puis les composantes vectorielles du champ magnétique sont résolues à l'instant suivant dans le temps. Le processus est répété jusqu'à ce que le comportement transitoire ou stationnaire désiré du champ électromagnétique soit complètement évalué. Cette méthode est relativement utilisée, car elle est simple et facile à programmer. Cependant, l'inconvénient de la méthode FDTD est qu'elle utilise des grilles géométriques régulières ce qui limite le calcul sur des géométries complexes (Chen et al., 2008; H. Zhang & Datta, 2000; Zhao et al., 2011).

La méthode des éléments finis est une méthode numérique polyvalente. Elle peut traiter des problèmes non-linéaires avec des géométries irrégulières, dans des produits non-homogènes et non-isotropes. La bonne précision de la méthode FEM dépend de plusieurs facteurs, tels que : le type de fonction d'interpolation, le nombre et la forme des éléments, ainsi que le pas de temps utilisé (Akkari Elias, 2007; Choi, Lee, Kim, & Jun, 2015; Y. . E. Lin & Purib, 1995).

Le principe de la méthode FEM est de subdiviser le domaine d'étude en un nombre fini de sous-domaines appelés éléments finis, où aussi mailles. Ces éléments sont ensuite connectés les uns aux autres par des points situés sur leurs frontières, appelés nœuds. L'ensemble forme un maillage (Figure 1.13). Il existe différentes possibilités de mailles en fonction du type de géométrie et des dimensions. Par exemple, pour un domaine en trois dimensions, les logiciels

disposent normalement de mailles formées par des éléments de type tétraèdres, pentaèdres ou hexaèdres (Akkari Elias, 2007; Curet, 2008).

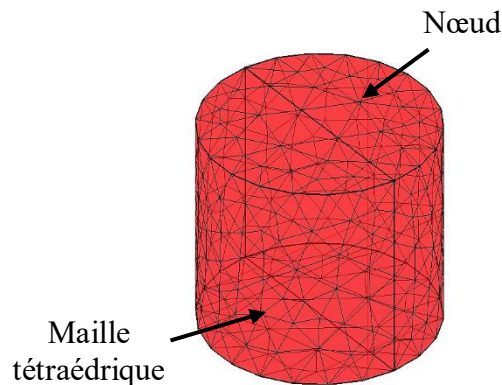


Figure 1.13 Maillage d'un domaine cylindrique composé par mailles d'éléments tétraédriques unis par des nœuds.

Dans un domaine maillé, l'équation à résoudre est discrétisée par une fonction d'interpolation, de manière à ce qu'elle soit continue et nulle en dehors du domaine d'étude tout en satisfaisant les conditions de continuité entre les éléments adjacents et les conditions aux limites imposées étude. En règle générale, dans le cas de la propagation d'ondes électromagnétiques, les dimensions des éléments doivent être choisies de manière à ne représenter qu'une petite fraction de la longueur d'onde minimum dans le matériau. Pour éviter une distorsion de la maille, les éléments doivent être proportionnés : des éléments plus fins peuvent être utilisés dans les régions où une précision supplémentaire est requise, tandis que des éléments plus larges peuvent servir à discrétiser des parties de la géométrie dont la complexité est moindre. Un compromis entre la finesse des éléments et le temps de calcul permet d'optimiser la qualité du maillage (Akkari Elias, 2007; Curet, 2008; Y. . E. Lin & Purib, 1995).

1.5. Inactivation microbienne lors d'un traitement thermique par micro-ondes

1.5.1. Pasteurisation par micro-ondes

La pasteurisation permet de garantir la sécurité microbiologique des aliments et prolonge leur durée de conservation, afin de les rendre propres à la consommation. Dans ce processus, le couple temps /température appliqué est fonction de la nature et du pH du produit, aussi que des micro-organismes cibles à inactiver (J. Ahmed & Ramaswamy, 2007).

Le principe de base de la pasteurisation est de chauffer l'aliment à des températures entre 60 et 85 °C, pendant des durées qui varient de quelques secondes à une heure, suivies d'un rapide refroidissement (Schlegel, 1992). À titre d'exemple, la pasteurisation commerciale du jus de pomme implique un traitement thermique à 77-88 °C, pendant 25 à 30 s, ce qui entraîne des changements nuisibles dans les qualités sensorielles et nutritionnelles du produit (Siguemoto, Gut, Martinez, & Rodrigo, 2018). La pasteurisation inactive les microorganismes pathogènes clés, les bactéries végétatives et les enzymes, mais elle n'agit pas sur les spores bactériennes. Ainsi, la durée de conservation d'un produit stockée sur des conditions réfrigérées peut aller jusqu'à 6 semaines (J. Ahmed & Ramaswamy, 2007).

Cependant, après le processus de pasteurisation conventionnel, des effets indésirables sur la qualité nutritionnelle et sensorielle des aliments peuvent apparaître. De plus, la demande croissante d'aliments peu transformés encourage le développement de technologies alternatives de pasteurisation comme le traitement à haute pression, les champs électriques pulsés, le chauffage ohmique, les radiofréquences et encore les micro-ondes (Aymerich et al., 2008). Il faut souligner que ces techniques dites non-conventionnelles peuvent également affecter les propriétés des aliments, selon la matrice alimentaire et les conditions de traitement appliquées.

Durant ces dernières années, l'utilisation du rayonnement micro-ondes dans les applications alimentaires est devenue populaire en usage domestique et industriel, principalement pour la rapidité de chauffage. Dans l'industrie, cette technologie est appliquée pour la décongélation, le séchage et la cuisson. Le traitement thermique par micro-ondes dispose d'un grand potentiel pour la pasteurisation des aliments, dû au fait qu'il nécessite moins de temps de chauffage que les méthodes classiques pour arriver à une température cible. Cependant, les mécanismes d'interaction entre l'onde électromagnétique et l'inactivation microbienne ne sont pas encore clairs. Les possibles effets non-thermiques des micro-ondes sont controversés dans la littérature (Aziz, Mahrous, & Youssef, 2002; Chizoba Ekezie, Sun, Han, & Cheng, 2017; Nasri, Daghfous, & Landoulsi, 2013).

Mais quel que soit le mode d'action, de nombreuses études ont rapporté que le traitement par rayonnement micro-ondes réduit la présence de différents micro-organismes (*i. e. Escherichia coli*, *Streptococcus faecalis*, *Clostridium perfringens*, *Staphylococcus aureus* et *Listeria spp*) et prolonge la durée de conservation de plusieurs produits alimentaires (Aziz et al., 2002; Nasri et al., 2013). Quelques exemples concernant les produits carnés sont détaillés par la suite.

SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

Yilmaz, Arici and Gümüş (2005) ont comparé les effets de différents procédés de cuisson sur la flore microbienne de boulettes de viande crues inoculées avec *E. coli* O157 : H7 ($2 \cdot 10^4$ UFC /g). La température a été mesurée au centre du produit immédiatement après la cuisson par grillage (72 °C), au four traditionnelle (78 °C) et aux micro-ondes (92 °C). Les résultats ont montré que *E. coli* O157 : H7 a été complètement détruit par toutes les méthodes de cuisson.

Un autre travail réalisé par Aziz, Mahrous and Youssef (2002) a examiné l'effet de traitement par rayonnement gamma et micro-ondes sur la durée de vie de différents produits à base de viande de bœuf. Dans les échantillons qui ont été chauffés par micro-ondes, le nombre de bactéries a diminué avec l'augmentation du temps de traitement. Ils en ont conclu que les traitements combinés des rayons gamma (3,0 kGy) et des micro-ondes (20 s d'exposition) ont le potentiel d'augmenter considérablement la durée de conservation des produits à base de viande, sans trop d'effet sur leur qualité chimique et sensorielle. Apostolou *et al.* (2005) ont étudié la cuisson de viande de poulet fraîche en utilisant des fours à micro-ondes domestiques. Des portions de poitrines (± 20 g chacun) et des poulets entiers (± 1310 g chacun) ont été inoculés avec *Escherichia coli* O157 :H7 ($10^5 - 10^6$ UFC /g). Les poitrines ont été chauffées 35 s et les poulets entiers pendant 22 min. Les résultats indiquent l'élimination de cellules d'*E. coli* pour les portions de poulet. Pour la cuisson des poulets entiers, une hétérogénéité de température a été observée, avec la présence des points chauds (92 °C) et froids (66,7 °C).

Brièvement, le Tableau 1.1 résume les différentes publications sur l'inactivation microbienne dans la viande et les produits à base de viande, lors d'un traitement par micro-ondes.

Tableau 1.1 Descriptions des paramètres du procédé de chauffage par micro-ondes pour inactiver des micro-organismes dans des produits carnés.

Produit	Micro-organisme cible	Inoculum initiale (UFC /g)	Réduction logarithmique et temps de chauffage	Paramètres procédé	Référence
Viande de bœuf	Cocktail bactérien inclus <i>E. coli</i>	$4,9 \times 10^4$	-1,3 (30 s)	2,45 GHz	(Aziz et al., 2002)
Viande hachée		$2,1 \times 10^6$	-1,7 (30 s)	600 W	
Steak de bœuf		$4,3 \times 10^6$	-2.4 (30 s)	Domestique	
Poitrines de poulet	<i>E. coli</i> O157:H7	$1,1 \cdot 10^6$	-4,1 (30 s)	2,45 GHz 800 W Domestique	(Apostolou et al., 2005)

SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

Boulettes de viande crues	<i>E. coli</i> O157:H7	$2,4 \cdot 10^4$	- 4,3 (300 s)	2,45 GHz 800W	(Yilmaz et al., 2005)
Bœuf rôti	<i>Clostridium sporogenes</i>	$1,3 \cdot 10^6$	-4,0 (416 s)	915 MHz 10 kW Monomode L'échelle pilote	(Tang et al., 2008)
Viande de bœuf	<i>E. coli</i> O157:H7	10^5	-3,7 (60 s)	2,45 GHz 1,25 KW Domestique	(L. Huang & Sites, 2010)
Filets de poisson	<i>E. coli</i> O157:H7	$3,2 \cdot 10^5$	-2,2 (60s)	2,45 GHz 1,25 KW Domestique	(S. Sheen, Huang, & Sommers, 2012)
Gel d'alginate de Calcium	<i>E. coli</i> K12	$5,0 \times 10^9$	-1,0 (270 s)	2,45 GHz 130 W Monomode	(Hamoud-Agha, Curet, Simonin, & Boillereaux, 2013)

Toutefois, la pasteurisation par micro-ondes reste un procédé complexe. La principale limitation pour son développement dans les applications industrielles est la distribution hétérogène de la température. La non-disponibilité des profils de température interne au cours du traitement est le principal inconvénient. La mesure ponctuelle de température ne renseigne pas sur la distribution réelle de température au sein du produit du fait de la présence éventuelle de points chauds et froids. De ce point de vue, l'ouvrage de Ahmed and Ramaswamy (2007) présente une compilation des recommandations publiées par Food and Drug Administration (FDA) des États-Unis en 2002, pour une meilleure gestion du chauffage par micro-ondes. Les points majeurs sont présentés ci-dessous :

- i. Lors de la pasteurisation par micro-ondes, la température doit être mesurée en autant d'endroits que possible, afin d'obtenir des informations précises sur l'historique temps-température. De plus, l'usage des techniques variables de mesure (*i. e.* fibre-optique, thermocouple, caméra thermique) ainsi que l'enregistrement de la température permettent de rendre le processus plus fiable ;
- ii. Dans des matrices alimentaires complexes à composants multiples, l'uniformité du chauffage par micro-ondes dépend de l'emplacement des composants alimentaires dans la cavité, de la géométrie des produits et des emballages. Le placement est l'effet le plus

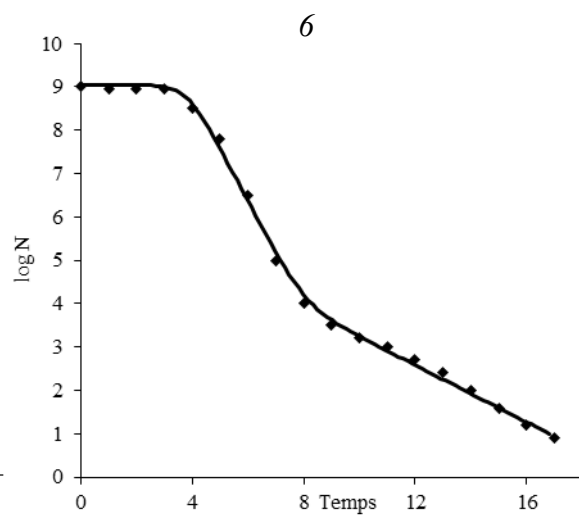
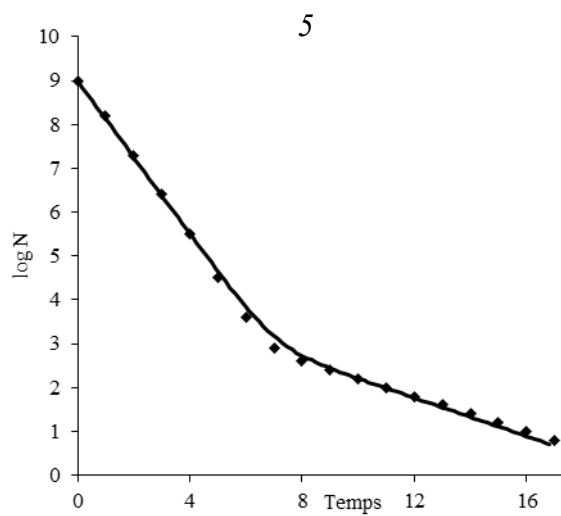
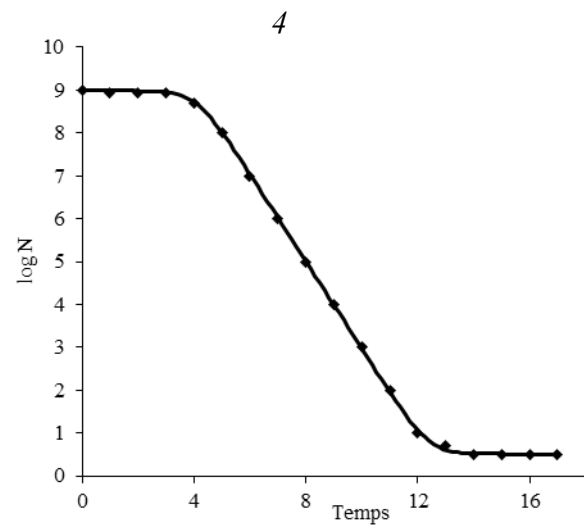
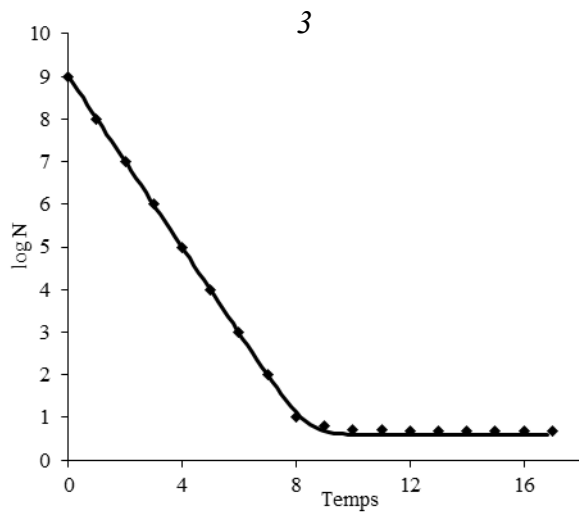
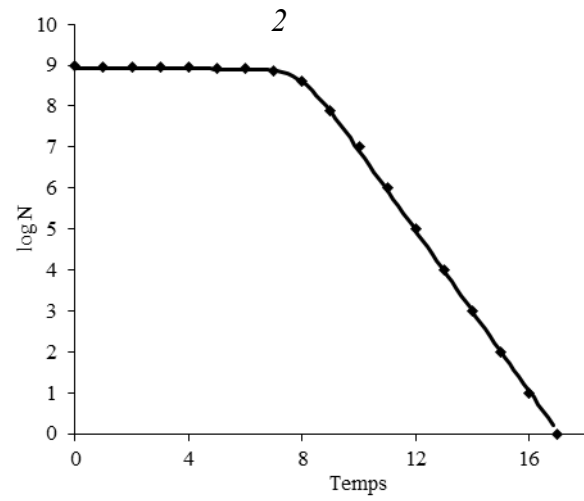
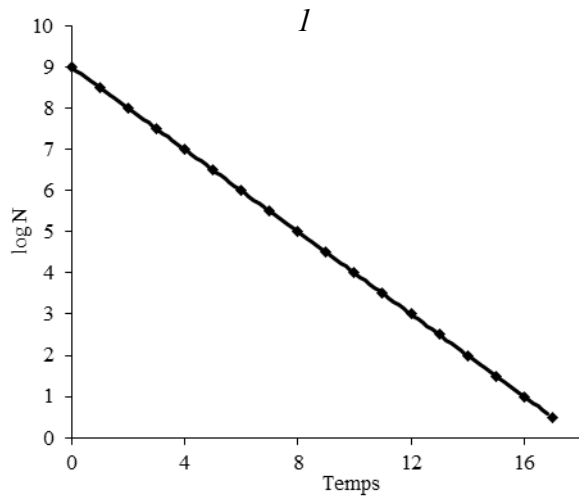
- important. La répartition de la température doit être quantifiée en tenant compte de l'intensification du chauffage sur les bords du produit (arêtes et angles vifs) ;
- iii.* L'information sur l'emplacement du point froid dans le produit est primordiale pour la sécurité microbienne lors d'une pasteurisation par micro-ondes. La simulation numérique devient un outil important dans ce cas. Le couplage des modèles de transfert de chaleur et de l'électromagnétisme, permet de prendre en compte des changements des propriétés diélectriques en fonction de la température. Les prédictions doivent être réalisées à partir de l'incorporation des profils de températures dans des modèles de cinétique d'inactivation microbienne ;
 - iv.* Pour améliorer l'efficacité du chauffage par micro-ondes et les caractéristiques sensorielles des aliments, une alternative est d'étudier la formulation des ingrédients, la conception de l'emballage et une combinaison des éléments ci-dessus. On peut utiliser le chauffage par micro-ondes pulsées, car la distribution de température est plus uniforme dans le produit que le chauffage en mode continu. De plus, une autre alternative est de combiner les micro-ondes avec d'autres sources de chaleur, tels par exemple que l'infrarouge, les rayons gamma, les jets d'air ou la vapeur.

1.6. Modèles de cinétique d'inactivation microbienne

L'inactivation microbienne par la chaleur ou par d'autres moyens est une opération clé dans l'industrie des aliments. Par conséquent, la cinétique de survie microbienne dans un environnement hostile doit être étudiée avec attention. Au début du vingtième siècle, des modèles d'inactivation linéaires ont été développés en raison de moyens limités pour traiter des modèles algébriques complexes et résoudre des équations différentielles. Cependant, avec les progrès en matière de puissance de calcul des ordinateurs et la disponibilité de logiciels mathématiques et statistiques, des problèmes insolubles, il y a seulement quelques décennies, peuvent aujourd'hui être abordés avec facilité grâce à l'utilisation de ces outils modernes (Bott, 2014).

Dans la littérature existent plusieurs modèles mathématiques couvrant les différentes formes de courbe d'inactivation des cellules bactériennes. À titre d'exemple, la Figure 1.14 présente les courbes log-linéaires classiques (1), les courbes avec un épaulement avant une diminution log-linéaire (2), les courbes affichant une traînée après une baisse log-linéaire (3), les courbes de survie affichant à la fois l'épaulement et une traînée (4), la cinétique d'inactivation bi-phasique (5), la cinétique d'inactivation bi-phasique précédée par un épaulement (6), des courbes concaves (7), des courbes convexes (8), courbes

concaves /convexes suivies par une traînée (9) et la cinétique d'inactivation bi-phasique concave (10).



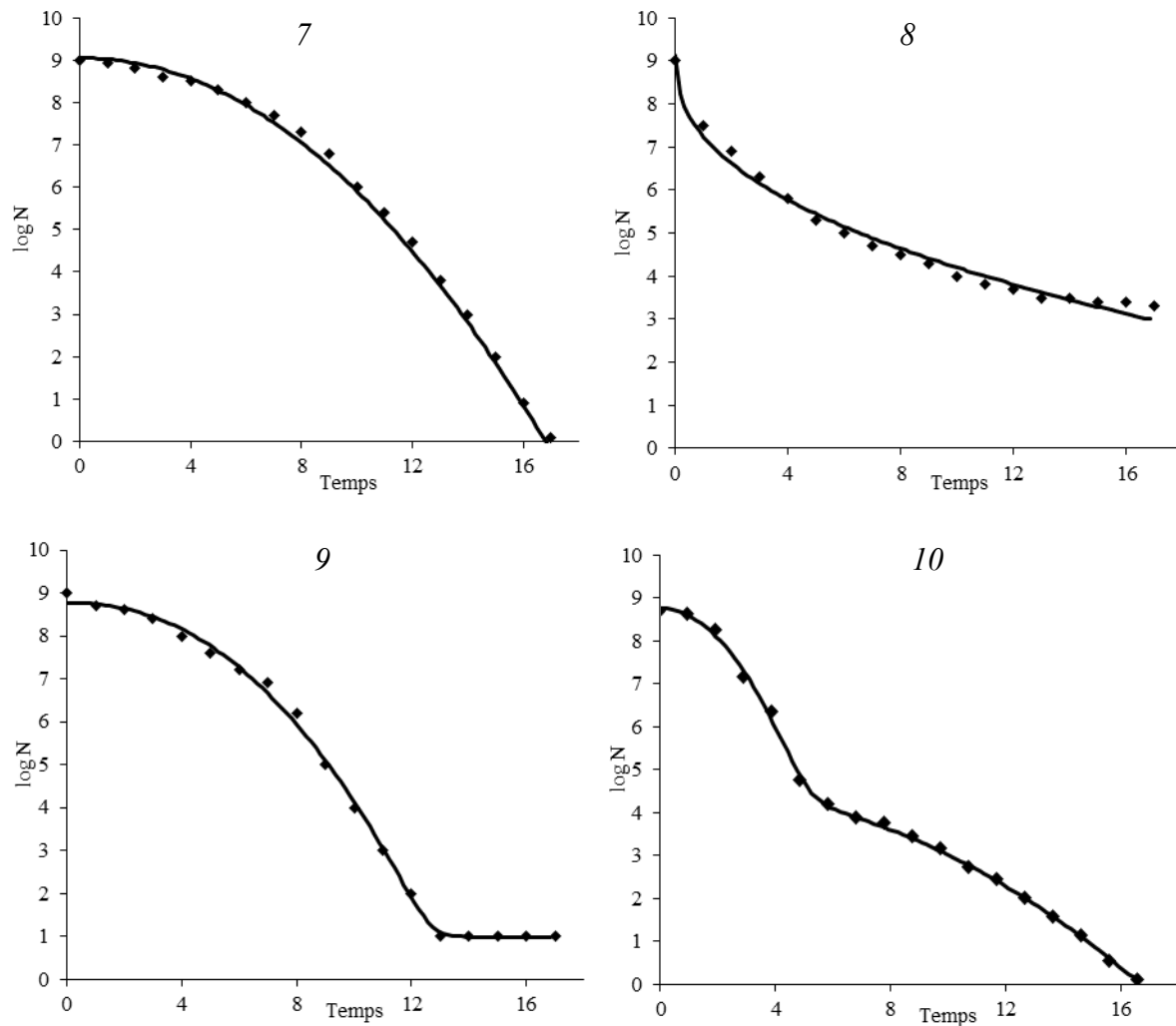


Figure 1.14 Les différentes formes de courbes d'inactivation microbienne d'après les modèles de : (1) Chick (1908), (2-4) Geeraerd, Herremans and Van Impe, (2000), (5) Cerf (1977), (6) Geeraerd, Valdramidis and Van Impe (2005), (7-8) Mafart *et al.* (2002), (9) Albert and Mafart (2003) et (10) Coroller *et al.* (2006).

1.6.1. Modèle de régression log-linéaire

Classiquement, l'inactivation thermique pendant les processus de pasteurisation et de stérilisation est décrite de façon dynamique par analogie avec une cinétique chimique, soit, une réaction de décomposition de premier ordre de la population microbienne (N) au cours du temps (t), comme ceci a été démontré par Chick (1908) :

$$\frac{dN}{dt} = -k N \quad (1.52)$$

Dans ce modèle, on suppose que toutes les cellules d'une population ont la même sensibilité à la chaleur. Ainsi, la mort d'un microorganisme dépend de la probabilité qu'une

molécule clé ou cible reçoive suffisamment de chaleur (Geeraerd et al., 2005). Cela implique que les courbes d'inactivation isothermes obéissent à la relation :

$$N(t) = N_0 \exp[-k(T) t] \quad (1.53)$$

où N_0 et $N(t)$ sont respectivement le nombre initial et le nombre à un instant t de microorganismes ou de spores. $k(T)$ décrit la dépendance de la température au taux d'inactivation spécifique (min^{-1}) à travers une équation de type Arrhenius. Selon ce modèle, la courbe de survie isotherme (Figure 1.15) sera toujours une ligne droite avec une pente égale à $-k(T)$.

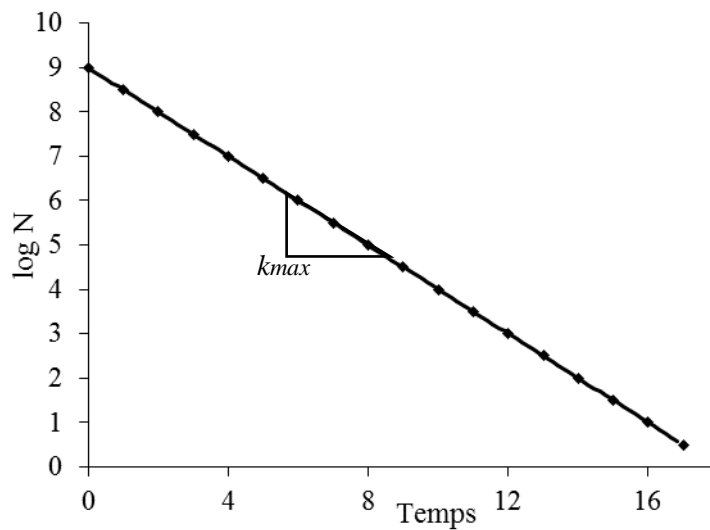


Figure 1.15 Courbe d'inactivation microbienne log-linaire.

Bigelow (1921) a introduit le concept de la durée de réduction décimale D (min). Cela sous-entend le temps nécessaire pour réduire la population bactérienne d'une unité logarithmique sous conditions isothermes. La dépendance de la valeur D à la température est paramétrée par la valeur de z : l'augmentation de la température nécessaire pour réduire 10 fois la valeur de D . En traçant $\log D$ en fonction de la température, une relation linéaire est habituellement obtenue. Celle-là permet de déterminer la valeur de la résistance thermique z , qui est indépendante de la température :

$$\log N = \log N_0 - \frac{t}{D} \quad (1.54)$$

Soit,
$$D(T) = D_{ref} 10^{\frac{T-T_{ref}}{z}} \quad (1.55)$$

Ainsi, pour prédire le taux d'inactivation spécifique à une température donnée :

$$k_{\max}(T) = \frac{\ln 10}{D_{ref}} \exp\left(\frac{\ln 10}{z} (T - T_{ref})\right) \quad (1.56)$$

où D_{ref} est la durée de réduction décimale à la température de référence T_{ref} .

1.6.2. Modèle de régression log-linéaire avec épaulement et/ou traînée

Les modèles log-linéaires avec épaulement et /ou traînée (Figure 1.16) ont été développés par Geeraerd, Herremans and Van Impe (2000). Ces modèles ont été établis à l'origine par les deux équations différentielles couplées suivantes :

$$\frac{dN}{dt} = -k_{\max} \left(\frac{1}{1 + C_c} \right) N \left(1 - \frac{N_{res}}{N} \right) \quad (1.57)$$

$$\frac{dC_c}{dt} = -k_{\max} C_c \quad (1.58)$$

où la variable C_c est liée à l'état physiologique des cellules [-], k_{\max} est le taux d'inactivation spécifique (min^{-1}) et N_{res} est la densité de la population résiduelle (UFC /mL). Le modèle utilise quatre degrés de liberté, deux états initiaux $N(0)$ et $C_c(0)$ et deux paramètres k_{\max} et N_{res} .

L'effet de l'épaule est basé sur l'hypothèse de la présence des composants critiques C_c (unités /cellules) intra ou extracellulaires, liés à l'état physiologique des cellules. En cas d'épaulement, $1/(1 + C_c(0))$ prend une valeur positive faible. Vers la fin de la zone d'épaulement, $1/(1 + C_c(t))$ devient (environ) égal à un (Geeraerd et al., 2005). La partie log-linéaire de la courbe d'inactivation est modélisée avec la cinétique de premier ordre (k_{\max}). L'effet de traînée est représenté par le facteur complémentaire $(1 - N_{res}/N)$ qui implique l'existence d'une sous-population résiduelle (N_{res}).

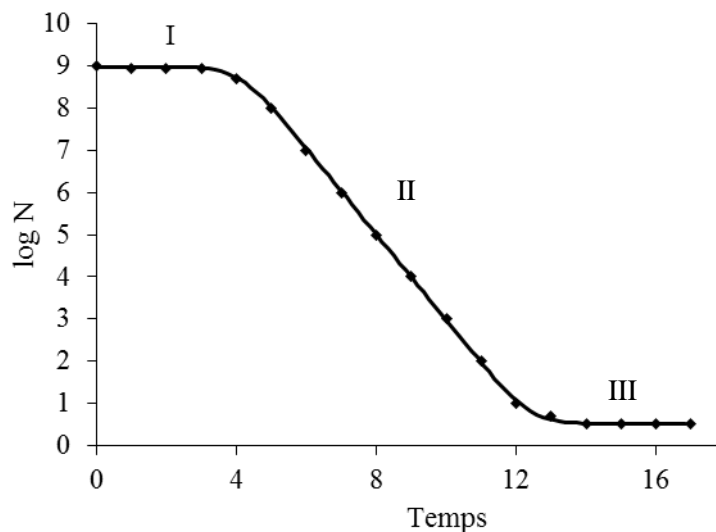


Figure 1.16 Représentation d'une courbe log-linéaire (II) avec épaulement (I) et traînée (III), selon le modèle de Geeraerd, Herremans and Van Impe (2000).

1.6.3. Modèle de Weibull

Un modèle simple et robuste qui provient de la loi de distribution de fréquence de Weibull a été proposé par Mafart *et al.* (2002). Ce modèle décrit des courbes de survie de spores non-linéaires, adapté pour les courbes concaves vers le bas (Figure 1.17) (*Bacillus cereus* et *Bacillus pumilus*), ainsi que pour les courbes concaves vers le haut (*Clostridium botulinum*). Les auteurs ont présenté une adaptation du modèle de Bigelow (1921), en supposant qu'à une température donnée, le temps d'exposition à la chaleur (qui cause la mort d'une cellule microbienne ou une spore bactérienne) est variable d'un individu à l'autre, et que la dispersion individuelle de la résistance à la chaleur est régie par la loi de Weibull, sur la forme cumulative, ce qui donne :

$$\frac{N}{N_0} = 10^{\left(\frac{-t}{\delta}\right)^p} \quad (1.59)$$

où le paramètre δ (s) dénote le temps de la première réduction décimale et p le facteur de forme qui varie suivant le type de courbe : concave ($p > 1$), convexe ($p < 1$) ou linéaire ($p = 1$).

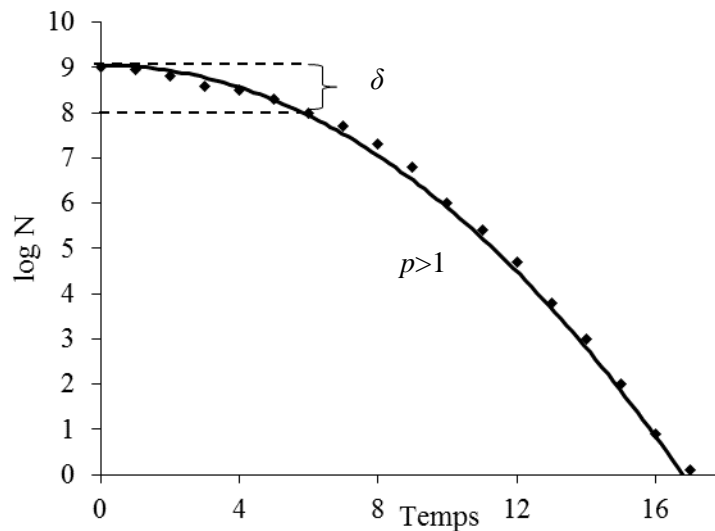


Figure 1.17 Courbe d'inactivation issue du modèle de Weibull avec les paramètres : (δ) temps de la première réduction décimale et (p) facteur de forme.

Ce modèle, sans modifications, présente deux inconvénients majeurs : d'une part, l'évaluation des paramètres nécessite une régression non-linéaire. D'autre part, p est fortement corrélé avec les valeurs de δ (Mafart *et al.*, 2002).

1.6.4. *Modèle bi-phasique*

Cerf, (1977) a proposé un modèle basé sur la présence de deux sous-populations qui coexistent dans une population bactérienne. La première sous-population a une résistance plus faible que la seconde, chacune caractérisée par une courbe de destruction log-linéaire. Elles peuvent être formulées comme suit :

$$\log N = \log N(0) + \log (f \cdot e^{-k_{max1} t} + (1-f) e^{-k_{max2} t}) \quad (1.60)$$

où f est la fraction de la population initiale dans une sous-population majeure, $(1-f)$ est la fraction de la population initiale dans une sous-population mineure (qui est plus résistante à la chaleur que la précédente), et k_{max1} et k_{max2} (min^{-1}) sont les taux d'inactivation spécifique des deux sous-populations, respectivement (Figure 1.18).

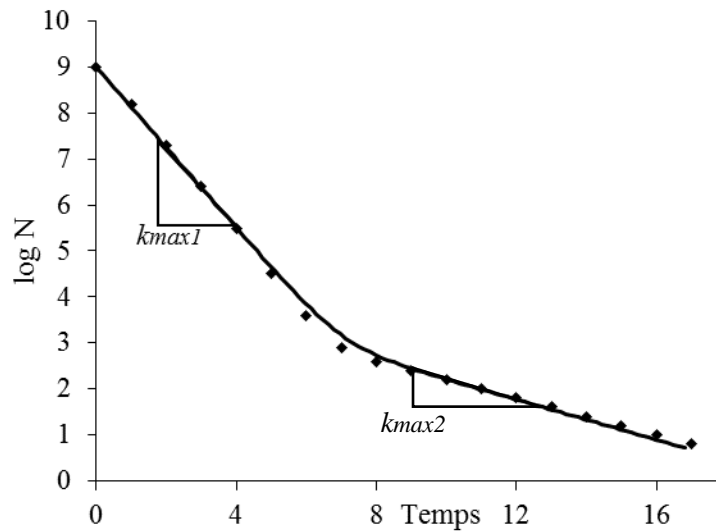


Figure 1.18 Courbe bi-phasique représentant deux sous-populations microbiennes.

Ce modèle bi-phasique est capable de décrire les courbes de survie de formes linéaire, linéaire avec traînée et bi-phasique. Il peut, aussi être utilisé dans des conditions dynamiques, à partir de deux équations différentielles de premier ordre : une pour N_1 (la sous-population principale) et l'autre pour N_2 (la sous-population mineure).

Des courbes d'inactivation bi-phasiques ont été observées dans le cadre de l'inactivation thermique et l'inactivation athermique, par exemple dans des produit à faible activité de l'eau ou à des niveaux de pH extrêmes (acide ou basique)(Geeraerd et al., 2005).

1.6.5. *Modèles microbiens en conditions statiques ou dynamiques de température*

Traditionnellement, la cinétique microbienne est identifiée par une approche de modélisation en deux étapes. Dans cette approche, les paramètres cinétiques du modèle,

décrivant l'évolution de la concentration microbienne par rapport au temps, sont estimés pour au moins trois conditions environnementales statiques différentes (températures isothermes). Les paramètres estimés (*i.e.* D_{ref} et z) sont ensuite utilisés à des fins de validation dans des conditions dynamiques de température (Valdramidis, Geeraerd, Bernaerts, & Van Impe, 2008). Si les résultats prédits et mesurés sont proches, cela confirme l'hypothèse selon laquelle des paramètres déduits des conditions statiques sont quasi inchangés en conditions dynamiques de température. Par contre, la transposition des résultats obtenus à partir des conditions statiques à des conditions dynamiques peuvent nécessiter un ajustement de la structure mathématique initiale du modèle (Valdramidis et al., 2008).

Les avantages d'une approche modélisation en deux étapes sont la facilité de mise en œuvre ainsi que la possibilité d'interpréter graphiquement les paramètres du modèle. Néanmoins, certains inconvénients principaux peuvent être mis en évidence (Valdramidis et al., 2008). Dans la prédiction en conditions statiques, les taux d'inactivation microbienne sont basés sur l'hypothèse que la résistance à la chaleur des microorganismes mesurés dans des conditions isothermes est constante et sera également applicable à des conditions dynamiques de température. Cela conduit à supposer que pour toute température, la cinétique d'inactivation ne dépend pas de la vitesse de chauffage, mais juste de la température cible. Dans certaines conditions réelles, cette hypothèse ne peut pas être validée (Valdramidis, Geeraerd, Bernaerts, & Van Impe, 2006). Des profils de température dynamiques suivis d'un temps de maintien peuvent induire une résistance des bactéries à la chaleur (Valdramidis et al., 2008).

1.7. Effet thermique et non-thermique des micro-ondes

Deux types d'effets attribués aux rayonnements micro-ondes sur les matrices alimentaires coexistent, à savoir les effets thermiques et non-thermiques. L'existence d'effets dit non-thermiques est devenu un sujet de controverse et de débat dans la communauté scientifique. Bien qu'il existe de nombreux rapports insistants sur l'existence d'un effet non-thermique (Bohr & Bohr, 2000; Edwards, Young, & Deiters, 2009; Porcelli et al., 1997; Siguemoto et al., 2018; Velizarov, Raskmark, & Kwee, 1999; Y. Zhang, Zeng, & Zhang, 2012), d'autres auteurs infirment cette hypothèse (Bergqvist et al., 1994; Bhattacharya & Basak, 2017; Fujikawa, Ushioda, & Kudo, 1992; Kou, Li, Hou, Zhang, & Wang, 2018; Shazman, Mizrahi, Cogan, & Shimoni, 2007; Welt, Tong, Rossen, & Lund, 1994).

Pour préciser, les effets thermiques sont liés à l'augmentation de la température qui induit la mortalité cellulaire. Cela suppose donc de dépasser la température létale au sein de la

matrice. Brièvement, le mécanisme de chauffage par les ondes électromagnétiques est caractérisé par un phénomène de polarisation moléculaire permanente ou induite. Celui-ci se produit lorsque l'énergie générée par les micro-ondes est absorbée par un milieu diélectrique. Quatre types d'effets thermiques coexistent dans les procédés micro-ondes (De La Hoz, Díaz-Ortiz, & Moreno, 2005; Kostas, Beneroso, & Robinson, 2017b) :

- (i) Le chauffage volumique : pendant le chauffage conventionnel, la chaleur d'une source externe est transférée à la surface d'un matériau par conduction /convection ou rayonnement. Ensuite, l'énergie est transférée lentement vers les régions intérieures plus froides, par conduction thermique. À l'inverse de ce procédé, le chauffage par micro-ondes est décrit comme une forme de conversion d'énergie électromagnétique en chaleur au sein du milieu diélectrique. Ce type de chauffage est rapide et élimine le risque de surchauffer la surface du produit ;
- (ii) La vitesse élevée de chauffage : du fait du chauffage volumique inhérent au procédé micro-ondes, une augmentation de l'efficacité du transfert d'énergie se produit par rapport au chauffage conventionnel. Par conséquent, il y a une réduction du temps pour atteindre une température cible donnée.
- (iii) Le chauffage sélectif : tous les matériaux n'ont pas la même capacité à absorber le rayonnement électromagnétique. L'interaction micro-ondes matière dépend directement des propriétés diélectriques qui définiront la capacité du matériau à stocker l'énergie électromagnétique et à la convertir en chaleur ;
- (iv) Les "points chauds" : il s'agit de zones dans l'échantillon où la température locale peut devenir plus élevée que dans les régions voisines. Des points chauds peuvent être générés en raison de la répartition inégale de l'intensité du champ électromagnétique et à la différence des propriétés diélectriques des composantes du matériau. Dans le but d'obtenir des profils de température plus uniformes et de minimiser la présence des "points chauds", une stratégie intermédiaire consiste à appliquer les micro-ondes à différents rapports cycliques. De fait, le chauffage par micro-ondes pulsées permet ainsi de laisser le temps à la conduction thermique de s'opérer dans le produit de manière à équilibrer les points chauds et froids dans la matrice (Yang & Gunasekaran, 2004).

SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

Ces effets thermiques sont difficilement reproductibles dans des conditions classiques de chauffage par micro-ondes du fait de la variabilité des produits à traiter (propriétés diélectriques, formes géométriques). Ainsi, ce sont les différences entre les modes de chauffage sous micro-ondes et par convection / conduction qui encouragent une partie de la société scientifique à soutenir l'existence d'effets non-thermiques (Tableau 1.2).

Tableau 1.2 Principales caractéristiques qui différencient le chauffage par micro-ondes du chauffage conventionnel.

Chauffage par micro-ondes	Chauffage conventionnel
Couplage électromagnétique et thermique	Conduction /convection /rayonnement
Chauffage volumique	Chauffage superficiel
Rapide	Lent
Polarisation et relaxation diélectrique	Agitation moléculaire
Sélectif	Non-sélectif
Dépend des propriétés diélectriques et thermo-physiques du matériau	Dépend des propriétés thermo-physiques du matériau

En revanche, les connaissances sur les mécanismes impliqués dans les phénomènes présumés non-thermiques ne sont pas claires dans la littérature et plusieurs théories sont envisagées. Dans les systèmes biologiques, les effets non-thermiques sont souvent associés à des interactions et changements (réversibles ou irréversibles) dans la physiologie, la biochimie et dans sa fonction, sans une élévation détectable de la température (Y. Zhang et al., 2012).

Une des hypothèses pour expliquer les effets non-thermiques est que le rayonnement micro-ondes peut conduire à des oscillations dipolaires dans les sites actifs des macromolécules, comme par exemple une protéine (altération de la structure et de la fonction). Il est évoqué aussi que les effets non-thermiques dépendent fortement de la fréquence, de l'amplitude de la puissance micro-ondes appliquée et de la durée de l'exposition (Alsuhaïm, Vojisavljevic, & Pirogova, 2012; Devyatkov, 1973; Porcelli et al., 1997).

Zhang, Zeng and Zhang (2012) soutiennent que les champs électriques d'une durée de l'ordre de la nanoseconde et d'une amplitude supérieure à 10 kV/cm peuvent affecter les structures subcellulaires, et donc, conduire à l'apoptose des cellules (sous-entend mort cellulaire programmée). La question clé posée est de savoir comment obtenir cette intensité de champ élevée pour inactiver les bactéries, mais en limitant les effets thermiques des micro-ondes. Contrairement à cette hypothèse, Shazman *et al.* (2007) défendent l'idée que seuls les

effets thermiques doivent être pris en considération dans un traitement par micro-ondes. Sachant que dans la gamme d'hyperfréquences (0,1 à 3 GHz), l'énergie est relativement faible dans des photons individuels (10^{-3} à 10^{-4} eV). Il est donc supposé que les effets thermiques restent prépondérants devant les effets non-thermiques.

Comme mentionnés précédemment, les effets non-thermiques résultent des interactions entre le champ électromagnétique et le matériau, mais sans prendre en compte l'action de la température. A cet égard, lors d'un chauffage par micro-ondes, potentiellement les effets non-thermiques peuvent coexister et interférer avec les effets thermiques, de telle sorte qu'ils ne peuvent pas être facilement découplés (De La Hoz et al., 2005).

Pour distinguer les effets thermiques et non-thermiques, la plupart des études se basent sur une approche expérimentale en utilisant deux sources d'énergie : conventionnelle et sous micro-ondes. Dans ce cas, pour pouvoir comparer les résultats, il est nécessaire de disposer d'un même historique thermique dans les deux procédés. En outre, les expériences se doivent d'inclure un contrôle très soigneux et précis de la température dans le produit traité. De plus, pour les traitements par micro-ondes, il est également important de réduire ou d'éliminer la présence de points chauds (Jacob, Chia, & Boey, 1995; Shazman et al., 2007).

Un bref aperçu des études controversées sur les effets non-thermiques des micro-ondes est présenté par la suite. En ce qui concerne l'inactivation microbienne et l'altération de systèmes biologiques, certains chercheurs ont réalisé des études afin de prouver l'existence d'effets non-thermiques.

Zhang, Zeng and Zhang (2012) ont proposé un résonateur à cavité coaxiale à 2,45 GHz pour la stérilisation des liquides à températures sublétal. Les résultats expérimentaux préliminaires ont indiqué que lorsque la puissance micro-ondes incidente était de 100 W, un taux d'inactivation d'*E. coli* était supérieur à 90% et la température du liquide n'augmentait que de 8,6 °C. Ils ont donc suggéré l'existence d'effets non-thermiques.

Avec des objectifs similaires, Kozempel *et al.* (1998) ont mis au point un procédé pilote de pasteurisation continu de liquides par micro-ondes, à température sublétale (en dessous de 40 °C). L'énergie micro-ondes absorbée par le produit a été évacuée par un système de refroidissement externe simultané. Les résultats obtenus ne sont pas suffisants pour affirmer, ni pour rejeter aucune des théories (thermique ou non-thermique), étant donné que les paramètres du processus n'étaient pas tous maîtrisés (*i.e.* homogénéité de température et temps de séjour).

Intéressés aussi par les effets des micro-ondes à des températures sublétales, Shamis *et al.* (2011) ont appliqué des rayonnements micro-ondes à 18 GHz sur une suspension d'*Escherichia coli*. Les expériences sur la viabilité cellulaire ont révélé que le traitement micro-ondes n'était pas bactéricide, puisque 88% des cellules ont été récupérées après l'exposition. Dans les conditions de l'étude, il a été avancé que la surface de la cellule subissait une modification de nature électrocinétique, entraînant une formation quasi réversible des pores de la membrane cellulaire due à l'exposition aux micro-ondes.

Alsuhaim, Vojisavljevic and Pirogova (2012) ont évalué expérimentalement l'effet des micro-ondes à 900 MHz sur le taux de prolifération de cellules de *Saccharomyces Cerevisiae*. Les cellules ont été exposées continuellement à faible puissance (0,02 W, 2 milliwatts et 0,2 milliwatts) pendant 6 heures. Les résultats ont révélé qu'une puissance de 0,2 milliwatt n'induit aucun effet sur la croissance des levures. Cependant, les puissances de 0,02 W et 2 milliwatts ont affecté significativement (14% et 11% respectivement) la concentration des cellules de levure.

En revanche, certains auteurs nient l'existence des effets non-thermiques. Fujikawa, Ushioda and Kudo (1992) ont réalisé une étude sur la cinétique de destruction des cellules d'*Escherichia coli* par exposition au rayonnement micro-ondes. Pour ce faire, un dispositif micro-ondes domestique à 2,45 GHz a été réglé à différentes puissances (100, 200, 300 et 500 W). Une solution de tampon phosphate inoculée avec la suspension d'*E. coli* a été chauffée à des températures de 56 à 64 °C, avec un intervalle de 2 °C. Aucune différence remarquable entre les profils de destruction pour l'exposition aux micro-ondes et le chauffage conventionnel (bain-marie) n'a été détectée. À partir de ces résultats, les auteurs ont conclu que la destruction microbienne peut être expliquée principalement à partir des effets thermiques.

A la fin, l'étude conduite par Shazman *et al.* (2007) a examiné la possibilité d'un effet non-thermique des micro-ondes dans un certain nombre de systèmes chimiques, biochimiques et microbiens. Dans l'ensemble, compte tenu des conditions expérimentales et de la précision des mesures utilisées, aucun effet thermique n'a été détecté.

Pour conclure sur ce sujet controversé, la coexistence potentielle d'effets thermiques et non-thermiques n'est pas encore claire dans la littérature. En se consacrant à la pasteurisation des aliments par micro-ondes, l'hypothèse selon laquelle l'inactivation des micro-organismes est uniquement due à un effet thermique peut se remettre en question. Ainsi, certaines théories visent à expliquer l'interaction entre le champ électromagnétique et les microorganismes, mais

nécessitent des études expérimentales plus approfondies. Dans cette contribution, nous proposons différentes façons d'apprécier un effet non-thermique lors de l'inactivation par micro-ondes d'*E. Coli* inoculé dans la viande hachée.

1.8. Conclusions

La revue bibliographique présentée dans ce chapitre met en perspective les principaux aspects associés à la simulation d'inactivation microbienne par un processus de traitement par micro-ondes. De même, elle pose le problème de la possibilité d'existence d'effets non-thermiques des ondes électromagnétiques, un objectif central de cette étude. Pour ce faire, il a été nécessaire de comprendre le principe du chauffage par micro-ondes, mais aussi de définir les modèles mathématiques qui décrivent la propagation des micro-ondes et qui prédisent l'inactivation bactérienne.

Ainsi, une présentation non exhaustive sur la façon dont les micro-ondes interagissent avec la matière et les facteurs qui influencent cette interaction a été faite, soulignant alors l'importance des propriétés diélectriques des matériaux dans ce processus de chauffage. Les équations fondamentales de Maxwell ont été brièvement exposées, puisqu'elles constituent la base théorique permettant de simuler la propagation du champ électrique, dans un milieu diélectrique à pertes, tel que notre cas. Enfin, en raison des conditions expérimentales, la compréhension des phénomènes relatifs à la réflexion, transmission et absorption d'une onde électromagnétique était requise, au même titre que les régimes de propagations d'onde : stationnaire et progressif.

Compte tenu de l'objectif de simuler un processus multiphysique décrivant la pasteurisation par micro-ondes pour la comparer avec un traitement conventionnel, l'implémentation et le couplage des modèles physiques ont été nécessaires pour décrire les phénomènes liés à l'électromagnétisme, l'écoulement d'un fluide et le transfert de chaleur, incluant aussi les équations dynamiques de la cinétique d'inactivation microbienne. Les méthodes numériques employées ont été également présentées.

Dans la séquence, afin d'avoir une vue d'ensemble du sujet traité, une revue des publications sur l'inactivation thermique microbienne par micro-ondes a été proposée, plus particulièrement des investigations autour des produits carnés inoculés avec *Escherichia coli*. Pour finir, des éléments montrant l'existence controversée d'effets non-thermiques possibles sur l'inactivation microbienne ont été rapportés, présentant certains résultats et théories issus d'études d'ores et déjà réalisées.

2. MATÉRIELS ET MÉTHODES

Ce chapitre est dédié à exposer les protocoles et des conditions des expériences réalisées dans cette étude. Une brève introduction est présentée de manière à justifier les choix des matériels et des méthodes utilisées.

Cette investigation est une continuité des études réalisées par Hamoud-Agha (2013). Nous avons choisi de conserver la même souche bactérienne, mais cette fois ci, inoculée dans une matrice alimentaire réelle de type viande hachée. Dans Hamoud-Agha (2013), les auteurs ont utilisé un produit modèle, le gel d'alginate de Calcium, qui présente des propriétés thermophysiques et diélectriques proches de la viande, mais la composition est plus homogène. Comme la viande hachée est un produit présentant un haut risque de contamination microbienne, lors du procédé de fabrication, nous avons choisi d'étudier cette matrice dont la composition est complexe (protéines, matière grasse, eau, ...).

Une faible teneur en matière grasse dans la viande hachée a été préféré, afin d'éviter une modification trop importante des propriétés thermophysiques et diélectriques du produit, pendant le chauffage par micro-ondes. De plus, l'approvisionnement a été réalisé dans un supermarché avec des portions de steak hachés préemballés provenant d'un même lot.

Pour les analyses microbiologies, un milieu de culture sélectif normalisé a été choisi pour le dénombrement bactérien dans la viande. Dans la composition de ce milieu, la présence des sels biliaires inhibe la croissance des microorganismes à Gram positif. De plus, la présence d'un substrat chromogène entraîne la coloration des colonies de type *Escherichia coli* en bleu, ce qui favorise le comptage microbien pour l'identification de ce type de bactérie.

Par rapport à la démarche sur les traitements thermiques, le principal avantage d'un chauffage par micro-ondes est la réduction du temps de traitement, due à des vitesses de chauffage élevées. Ainsi, nous avons choisi d'étudier l'inactivation microbienne avec des vitesses de chauffage linéaires contrôlées d'une température initiale jusqu'à une température cible, sans phase de maintien. Pour pouvoir comparer les résultats avec un chauffage conventionnel au bain marie, les vitesses de chauffage devaient être similaires entre les deux traitements.

Des études préliminaires ont été réalisées sur l'inactivation microbienne par micro-ondes. Différentes géométries (cube, pyramides, prismes, cylindres) et masses d'échantillons (200 mg jusqu'à 5 g) ont été traitées par micro-ondes, dans le but de trouver les conditions

optimales de traitement dans le volume du produit. Ces résultats préliminaires ont montré qu'une faible masse de produit et une géométrie cylindrique étaient appropriés pour l'étude du traitement micro-ondes de viande hachée. Ces résultats ont été en accord avec Hamoud-Agha (2013).

En ce qui concerne la conception du dispositif expérimental micro-ondes, il a été élaboré au cours de l'étude, afin de disposer de conditions expérimentales bien contrôlées (chauffage d'une faible masse de produit, réfrigération d'échantillon à l'intérieur du guide d'onde, contrôle de la rampe de température, métrologie thermique en cours de traitement micro-ondes et adaptation d'impédance).

Enfin, trois approches différentes d'investigation des effets non-thermiques des micro-ondes ont été proposées. Une des préoccupations majeures a consisté à découpler les effets thermiques et non-thermiques au niveau expérimental.

Voici une description plus détaillée de la méthodologie utilisée dans cette étude.

2.2. Analyses microbiologiques

2.2.1. Mise en culture et stockage de la souche

La souche d'*Escherichia coli* (CIP 54.117, n° 11.612) utilisée dans cette étude a été fournie par l'Institut Pasteur, France, sous forme de lyophilisat. La première étape de la préparation de l'inoculum a été la mise en culture de cette souche. Cette étape a pour but d'obtenir un échantillon bactérien aux propriétés biologiques stables et qui peut se conserver pendant la durée de l'étude. Les procédures ont suivi les recommandations du fournisseur et elles sont schématisées dans la Figure 2.19.

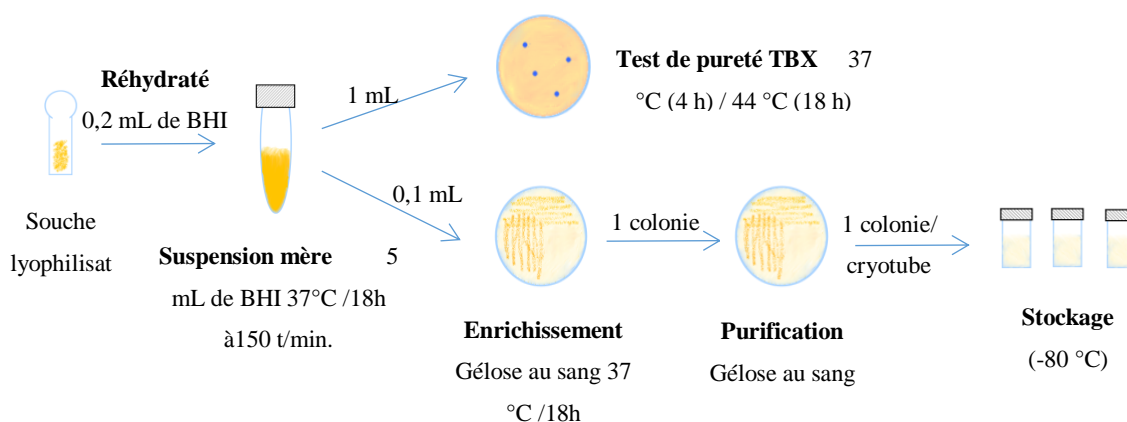


Figure 2.19 Mise en culture et stockage de la souche *Escherichia coli* (CIP 54.117).

Le lyophilisat a été réhydraté avec 0,2 mL de Bouillon Cœur-cerveille / Brain Heart Infusion (BHI) (Panreac Applichem – Darmstadt, Allemagne). La suspension obtenue a été ensemencée dans 5 mL du même bouillon. Le tube a été incubé à 37 °C, pendant 18 h, à 150 tours par minute (Incubator Shaker Series – Model Excella E24, New Jersey, USA).

Pour vérifier la pureté de la souche, 1 mL de la suspension mère a été transférée dans des boîtes de Pétri stériles et 18 mL du milieu sélectif Tryptone Bile X-Glucuronide (TBX) (BioKar Diagnostics - Allonne, France) ont été versés dessus. L'inoculum a été mélangé soigneusement au milieu. Après séchage, les boîtes ensemencées ont été retournées. D'abord, les boîtes ont été incubées pendant 4 h à une température de 37 °C, puis pendant 18 h, à une température de 44 °C (Etuve Memmert UF 55 – Büchenbach, Allemagne). Dans ce cas, les bactéries du type *Escherichia coli* β -glucuronidase positives forment à 44 °C des colonies bleues caractéristiques dans le milieu de culture TBX.

Pour constituer le stock de la souche, 0,1 mL de la suspension mère a été ensemencé à la gélose au sang (Columbia + 5% Sheep blood – Bio-Rad – Marnes-la-Coquette, France) afin de produire une quantité suffisante de cellules (étape d'enrichissement). Les boîtes ont été incubées pendant 18 h, à la température de 37 °C. Ensuite, un clone a été prélevé dans la boîte du premier isolement et dissous dans 2 mL d'eau stérile (NaCl 0,85% - Medium, BioMérieux). 0,1 mL de cette solution ont été isolé dans plusieurs boîtes de la gélose au sang à l'aide d'une pipette Pasteur stérile, et incubées pendant 18 h à 37 °C (étape de purification).

Les colonies du deuxième isolement ont été prélevées à l'aide d'un écouvillon stérile (Ecouvillon Stérile Tige Plastique avec Rayon – Copan- Brescia, Italia), dissoutes dans 1 mL du mélange sérum de bœuf : glycérol (80 : 20 ; v : v) et congelées à -80 °C (Thermo Scientific TSE - USA). Les 30 cryotubes stériles (Cryovial –T310-2A – Canada) produits constituent le stock pour la conservation de la souche pour la durée de l'étude.

2.2.2. *L'échantillon de viande de bœuf hachée frais*

La viande de bœuf hachée crue (Steaks Hachés pur Bœuf, 5% de matière grasse – Charal, Cholet, France) a été achetée en supermarché local (Nantes, France). La proportion viande maigre et matière grasse a été déterminée sur la base des informations de l'emballage. La viande hachée a été fournie en portions de 100 g sous vide. Les échantillons ont été ensuite congelés (convection forcée) à -20 °C (Servathin, Carrières-sous-Poissy, France) et stockés en chambre de congélation à -20 ± 1 °C, jusqu'à utilisation.

Pour avoir les caractéristiques microbiologiques du lot de viande hachée achetée, un plan d'échantillonnage a été effectué, comme recommandé par la Commission de Réglementation (EC) N° 2073/2005 concernant les critères microbiologiques applicables aux denrées alimentaires. Les méthodes des analyses utilisées pour le dénombrement de colonies aérobies et *E. coli* ont été suivies, respectivement, les normes ISO 4833-1:2013 et ISO 16649-2:2001.

La norme ISO 4833-1:2013 spécifie une méthode horizontale de dénombrement des micro-organismes capables de croître et de former des colonies en milieu solide après une incubation aérobie à 30 °C. Cette méthode est applicable aux produits destinés à la consommation humaine. La norme ISO 16649-2:2001 décrit la méthode horizontale pour le dénombrement d'*Escherichia coli* positives pour la β -glucuronidase. Soulignons que cette norme est utilisée pour les aliments qui peuvent contenir des cellules fortement stressées.

2.2.3. Préparation et l'inoculation de la viande hachée

Pour chaque expérience, un nouvel inoculum a été préparé, tel que décrit dans Figure 2.20. Le cryotube congelé destiné au mois d'analyse en cours a été sélectionné pour réactiver la souche. L'utilisation d'un cryotube par mois évite la mutation de la souche, due à plusieurs isolements dans les géloses pendant la période d'étude. Le temps de déplacement du cryotube, du congélateur jusqu'au laboratoire, a été suffisant pour le décongeler. La souche a été isolée dans la gélose au sang, avec l'aide d'un écouvillon stérile. Les boîtes ont été incubées pendant 18 h, à 37 °C.

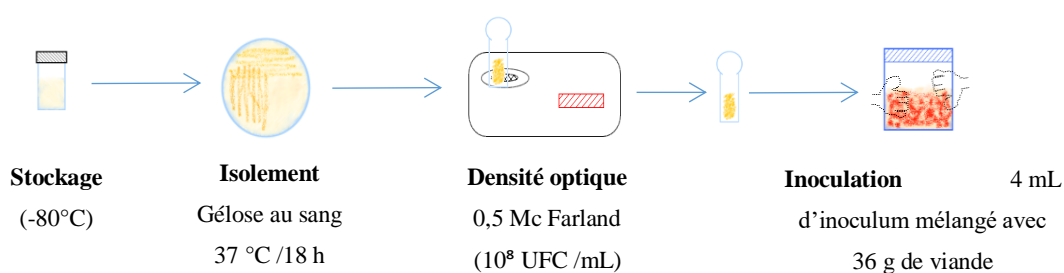


Figure 2.20 Étape de réactivation de la souche et inoculation dans l'échantillon.

Afin d'avoir un inoculum standardisé, des colonies fraîches ont été prélevées soigneusement avec l'écouvillon stérile et dissoutes dans 5 mL de Suspension Medium (Api – BioMérieux) jusqu'à obtenir une concentration cellulaire correspondant à une densité optique de 0,5 McFarland (Densitomètre Densimat – BioMérieux, Italia). La densité de 0,5 McFarland

standard est comparable à celle d'une suspension bactérienne de $1,5 \times 10^8$ CFU /mL (CLSI, 2012).

Les viandes hachées ont été décongelées au réfrigérateur pendant 18 h, à $4 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$. 36 g de viande hachée ont été inoculés avec 4 mL de suspension bactérienne et mélangés manuellement dans un sac stomacher stérile (Sachets –Filtre stérile (400 mL) - BagPage – St. Nom, France). À chaque processus d'inoculation, 10 g de la viande inoculée ont été prélevés pour analyser la concentration cellulaire initiale (N_0).

Pour vérifier l'homogénéité de l'inoculation d'*E. coli* dans la viande hachée, un plan échantillonnage a été réalisé (Figure 2.21). Du mélange de 36 g de viande avec 4 mL d'inoculé, quatre échantillons ont été prélevés (3 g ou 0,2 g, selon le traitement thermique visé) dans différents endroits du volume total de viande. En plus, 10 g ont été prélevés pour la détermination de la concentration cellulaire initiale (N_0). Des analyses microbiologiques ont été réalisées conformément à la description du paragraphe : 2.2.4 Analyse microbiologique.

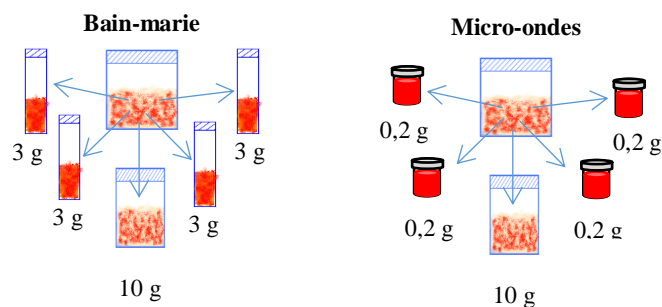


Figure 2.21 Plan d'échantillonnage pour vérifier l'homogénéité du processus d'inoculation d'*E. coli* dans la viande hachée pour différentes aliquotes.

2.2.4. Analyse microbiologique

Les analyses microbiologiques ont été réalisées suivant la norme ISO 16649-2:2001. La suspension mère (première dilution) a été obtenue après avoir été homogénéisée pendant 2 min à 230 tours /min (Stomacher Lab Blender Interscience Bag Mixer[®] - 400, Grosseron, St. Herblain, France) à partir d'une aliquote de produit dilué avec une quantité neuf fois égale d'eau peptonée stérile. Les dilutions décimales suivantes ont été obtenues en mélangeant un volume mesuré de la suspension mère avec un volume neuf fois égal de diluant. Cette opération a été répétée sur les dilutions suivantes, jusqu'à obtention d'une gamme de dilutions décimales appropriée pour l'inoculation de 1 mL dans les milieux de culture TBX. Deux boîtes par

dilution ont été ensemencées et incubées à une température de 44 °C, pendant 18 h (Figure 2.22).

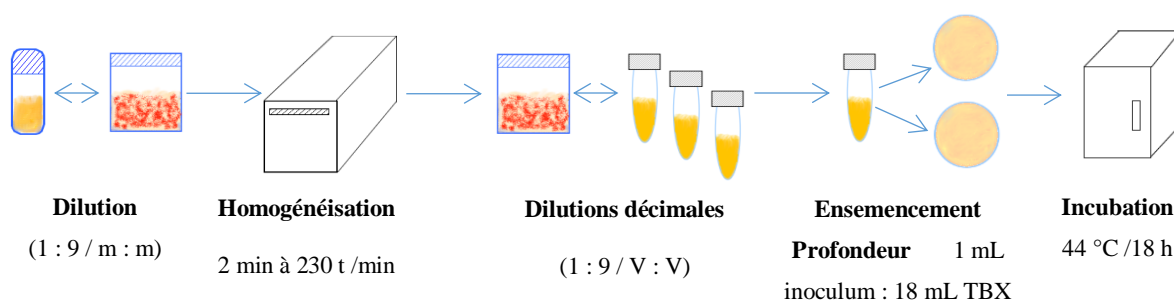


Figure 2.22 Procédure d'analyse microbiologique pour les échantillons inoculés soumis au traitement thermique (bain-marie et micro-ondes) ou non (N_0).

2.2.5. Expression des résultats des dénombrements

Après la période d'incubation spécifiée, les boîtes contenant moins de 150 Unités Formant Colonies (UFC) caractéristiques d'*Escherichia coli* β -glucuronidase positive (colonies bleues) ont été sélectionnées. Pour que le résultat soit validé et représentatif, il est en général nécessaire de compter les colonies caractéristiques sur au moins une boîte contenant un minimum de 15 UFC.

Le calcul du nombre (N) d'UFC d'*Escherichia coli* β -glucuronidase positive présentes dans l'échantillon par essai et par gramme est la moyenne pondérée de deux dilutions successives, comme décrit par l'équation suivante :

$$N = \frac{\sum a}{V (n_1 + 0,1 n_2) d} \quad (2.61)$$

Où :

- a est la somme des UFC comptées sur toutes les boîtes retenues de deux dilutions successives, dont une au moins contient au minimum 15 UFC bleues ;
- V est le volume d'inoculum, en millilitres, appliqué à chaque boîte ;
- n_1 est le nombre de boîtes retenues à la première dilution ;
- n_2 est le nombre de boîtes retenues à la seconde dilution ;
- d est le facteur de dilution correspondant à la première dilution retenue.

Les résultats des dénombrements microbiens ont été exprimés en UFC par gramme de viande hachée. Les valeurs ont ensuite été converties en logarithme décimal. La cinétique d'inactivation a été tracée pour les données exprimées en réduction microbienne ($\log N/N_0$).

2.3. Déterminations des paramètres du modèle

2.3.1. Teneur en eau de la viande hachée

L'analyse a été effectuée selon la méthode d'analyse officielles AOAC (950.46) : humidité dans la viande. Brièvement, dans des disques d'aluminium (50 mm de diamètre par 40 mm de profondeur), 2 g d'échantillon ont été mis à l'étuve (100-102 °C) pendant 18 h. Après refroidissement dans un dessiccateur, la masse des échantillons a été déterminée. Deux échantillons de viande hachée crue (Charal, 5% matière grasse) ont été analysés : de la viande fraîche et de la viande décongelée (18 h en réfrigération). Les analyses ont été répétées cinq fois et les résultats ont été exprimés comme la moyenne des valeurs de teneur en eau en base humide.

2.3.2. Densité relative de la viande hachée

La densité relative de la viande hachée (Charal, 5% matière grasse) a été déterminée par le rapport entre la masse volumique (masse d'une unité de volume) de la viande et la masse volumique (masse de la même unité de volume) d'une substance de référence : l'eau. Un cristallisoir a été utilisé comme volume de référence et la masse a été déterminée à l'aide d'une balance de précision (Radwag-PS3500-R2, Pologne). Cette procédure a été répétée cinq fois à température ambiante. Le résultat a été exprimé comme la moyenne des valeurs obtenues avec leur écart-type.

2.3.3. Capacité calorifique de la viande hachée

La capacité calorifique massique (C_p), à pression constante, de la viande hachée (Charal 5% matière grasse) a été mesurée à l'aide d'un microcalorimètre à balayage différentiel (μ DSC VII Evo - Setaram Instrumentations, France). La masse des échantillons (~500 mg) a été mesurée dans des cellules en aluminium scellées hermétiquement. Une cellule vide hermétiquement a été utilisée comme référence. Les échantillons ont été équilibrés à 10 °C et ensuite chauffés jusqu'à 70 °C, à une vitesse de 1° C/ min. Les mesures ont été effectuées en triplicata et le résultat est présenté comme une courbe des valeurs moyennes obtenues.

2.3.4. Coefficient de transfert de chaleur global lors d'un traitement par micro-ondes

L'expérience pour déterminer le coefficient d'échange global de chaleur (h_{global}) a consisté à chauffer au bain-marie un échantillon métallique à 80 °C et à le laisser refroidir jusqu'à l'équilibre avec la température ambiante (Figure 2.23). L'échantillon est constitué d'un cylindre solide de laiton jaune. Ce matériel présente une haute conductivité thermique

($\lambda = 116 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$) (Davis, 2001), donc le gradient de température est négligeable au sein du volume. Les dimensions du cylindre solide (rayon de 6 mm \times 16 mm de longueur) ont été les mêmes que celles du tube en polypropylène qui contient la viande.

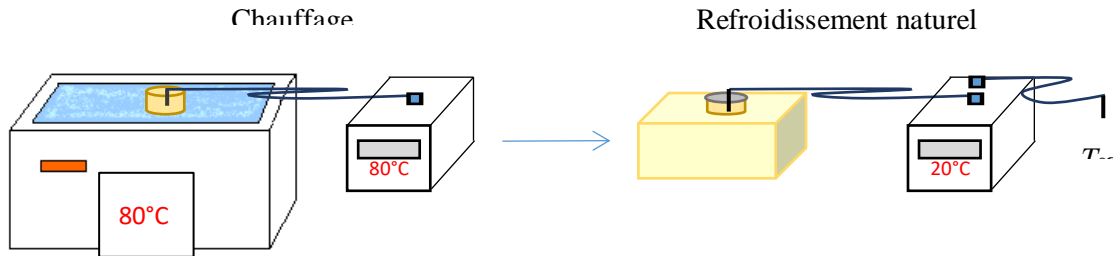


Figure 2.23 Dispositif expérimental pour déterminer le coefficient d'échange global de chaleur (h_{global}).

Une fois la température stabilisée, l'échantillon a été déplacé rapidement du bain-marie dans le support en polyéthylène et couvert avec le bouchon du matériel PEEK. Un thermocouple a été inséré dans le centre géométrique du solide et un autre pour la mesure de la température ambiante. Les températures ont été enregistrées à chaque seconde par data logger (AOIP datalog, 91133 RisOrangis, France). Les expériences ont été répétées cinq fois et le résultat est exprimé comme la valeur moyenne de h_{global} .

2.3.5. Propriété diélectrique déterminée par sonde coaxiale

Le système utilisé pour mesurer les propriétés diélectriques était constitué d'une sonde coaxiale ouverte (Dielectric probe kit - 85070^E, Agilent Technologies) connectée à un analyseur de réseaux vectoriel (via le logiciel Agilent 85070), par l'intermédiaire d'un boîtier de calibration électronique (85092-60010, Agilent Technologies). La constante diélectrique (ϵ') et le facteur de pertes (ϵ'') ont été déterminés à la fréquence de 2,45 GHz. La méthode d'analyse consiste à mesurer l'onde réfléchiée à la surface plane de l'échantillon, et, à partir de ce signal, un algorithme spécifique estime les valeurs de ϵ' et ϵ'' , à une température donnée.

Le système a été étalonné en utilisant la procédure suivante : circuit ouvert (air), court-circuit et eau distillée à 25 °C, à la même fréquence d'analyse. Pour les mesures, la sonde coaxiale a été fixée dans un support et les échantillons ont été surélevés par une plate-forme (Fish Scientific, 67403 Illkirch, France) jusqu'à ce que les surfaces entrent en contact, évitant ainsi la formation de bulles d'air entre la sonde et l'échantillon.

Pour chauffer les échantillons, une cellule de chauffage en verre a été utilisée, comme illustrée dans la Figure 2.24. Pour maintenir la température stable, un liquide chauffant (Galden[®], PFPE - Fluides fluorés à base de perfluoropolyéthers) connecté au bain-marie

thermostaté (Ministat-230 Huber, Offenburg, Allemagne) circule dans la double enveloppe de la cellule de chauffage. Grâce à ce système, la température a été quasi homogène ($\Delta T \approx \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$) dans le volume d'échantillon pendant les analyses. La température a été mesurée par fibre optique à la surface et au centre de l'échantillon.

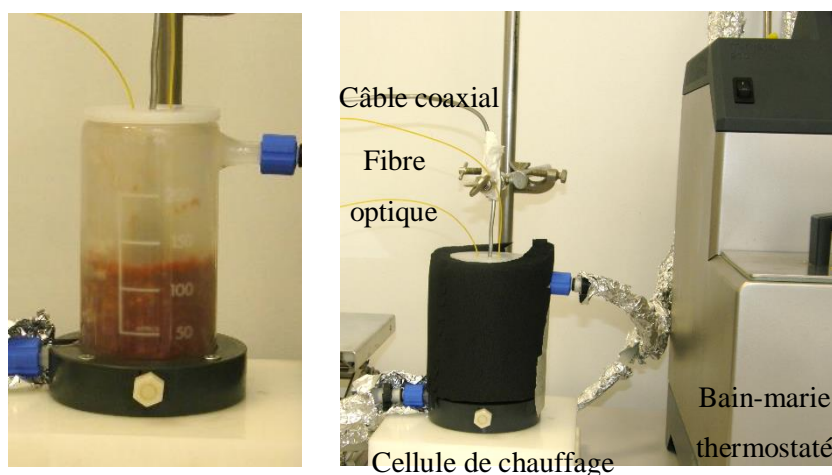


Figure 2.24 Cellule de chauffage utilisée pour les mesures de propriétés diélectriques.

Les propriétés diélectriques des échantillons ont été déterminées pour différentes plages de températures. À savoir, pour un échantillon de viande hachée (100 g), l'analyse a été effectuée à des températures allant de 20 à 70 $^\circ\text{C}$, tous les 10 $^\circ\text{C}$. Les analyses, à chaque température donnée, ont été réalisées en triplicata.

2.3.6. Propriété diélectrique déterminée par cavité résonante

La technique de perturbation en cavité résonnante est fréquemment utilisée pour mesurer les propriétés diélectriques de matériaux homogènes et à faibles pertes diélectriques (Venkatesh & Raghavan, 2005). Cette technique a été utilisée pour déterminer les propriétés diélectriques des matériaux en polystyrène et Teflon[®]. L'analyse a été réalisée en collaboration avec l'Université de Limoges (XLIM, UMR CNRS 7252).

Les cavités résonnantes sont conçues de manière à propager un mode TM ou TE en fonction des caractéristiques souhaitées des champs électromagnétiques. La méthode de la perturbation en cavité est basée sur le décalage de la fréquence de résonance de la cavité à vide et remplie par l'échantillon à caractériser. Les mesures des fréquences de résonance spécifique peuvent être détectées à l'aide d'un analyseur de réseaux connecté via des antennes à la cavité de traitement. Le signal mesuré peut être en transmission ou en réflexion. Ainsi, les mesures des perturbations des fréquences et des largeurs de bande correspondantes fournissent des

informations permettant de calculer la constante diélectrique. Les variations du facteur de qualité Q (rapport entre l'énergie stockée et l'énergie dissipée dans la cavité) sont utilisées pour estimer la pertes diélectriques (J. Sheen, 2009; Venkatesh & Raghavan, 2005).

2.4. Traitement thermique pour l'inactivation microbienne

Les deux dispositifs expérimentaux utilisés pour le traitement thermique pour l'inactivation d'*E. coli* dans la viande hachée, à savoir : le bain-marie et les micro-ondes, sont décrits ci-après

Dans le bain-marie, les traitements thermiques ont été réalisés en suivant une rampe de température linéaire (7, 10 et 13 °C /min), similaire à celle appliquée dans le traitement par micro-ondes. Le but a été d'obtenir des résultats microbiologiques qui puisse être comparables, avec des histoires thermiques similaires entre les deux traitements.

Dans le dispositif micro-ondes, plusieurs expériences ont été réalisées. Tout d'abord, le chauffage d'un échantillon de 5 g a été réalisé, afin de valider de protocole expérimental. Pour ce faire, une puissance micro-ondes incidente fixe de 22 W a été appliquée. Dans un second temps, un échantillon de 200 mg de viande hachée inoculée avec *E. coli* a subi différents traitements thermiques de manière à caractériser les effets thermiques et non-thermiques : (i) en suivant des rampes de température linéaires en un point de mesure suivant deux stratégies de traitement (un apport d'énergie micro-ondes constant ou pulsé) (ii) un maintien de la température au-dessus de 30 °C, pendant différents temps de chauffage par micro-ondes sur différentes intensités de champ électrique.

2.4.1. Traitement conventionnel au bain-marie

Les traitements thermiques ont été réalisés dans un bain-marie programmable à effet Peltier (Hart Scientific AOIP, FC 9105, USA). L'équipement est constitué d'un récipient cylindrique où l'échantillon a été inséré avec 4 mL d'eau distillée (Figure 2.25). Des rampes de chauffage linéaires (1, 5, 7, 10 et 13 °C /min) ont été imposées à la paroi de la cellule de chauffage. Après le traitement thermique, l'échantillon a été rapidement refroidi jusqu'à 20 °C par immersion dans la glace.

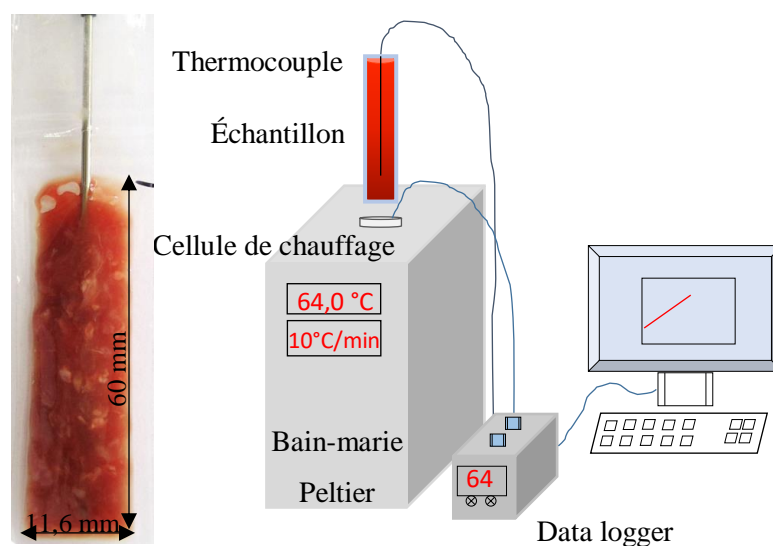


Figure 2.25 À gauche, l'échantillon à traiter. À droite, le schéma de l'appareil expérimental utilisé lors du traitement par bain-marie.

Les échantillons ont été constitués de 3 g de viande hachée inoculés avec *E. coli* (concentration initiale cellulaire de 10^7 UFC /g) et conditionnés dans des sachets en polypropylène de 11,6 mm de large sur 60 mm de long. La température ponctuelle a été mesurée avec un thermocouple type-K inséré au centre géométrique de l'échantillon (Figure 2.25). Les données ont été enregistrées tous les uns seconds par un data logger (AOIP datalog, 91133 RisOrangis, France).

2.4.2. Traitement par micro-ondes

Une étude préliminaire a été effectuée afin d'élaborer les protocoles expérimentaux et d'adapter le prototype micro-ondes, puisque plusieurs facteurs affectent le chauffage par micro-ondes. Les paramètres pris en compte ont été : la géométrie, la masse d'échantillon, la position et la distribution des produits dans le guide d'ondes, ainsi que la méthode de mesure de température dans la viande (fibre optique et thermocouple).

Le schéma du dispositif expérimental pilote utiliser pour le traitement par micro-ondes est détaillé dans la Figure 2.26. Cette figure illustre un générateur micro-ondes état solide (SG 524, modèle AG340M3, Alter, Reggio Emilia, Italie) réglé à une fréquence de 2,45 GHz, avec une puissance de sortie ajustable entre 2 et 415 W. L'équipement transmet une onde monochromatique selon la direction z d'un guide d'ondes rectangulaire TE_{10} (section 86 mm \times 43 mm). L'appareil comprend une antenne qui transmet l'onde générée par le générateur jusqu'au guide d'ondes, un adaptateur d'impédances à trois stubs, deux fenêtres en

quartz pour protéger les côtés supérieur et inférieur de la cavité de l'applicateur, un tube quartz traversant rempli d'eau et un piston de court-circuit.

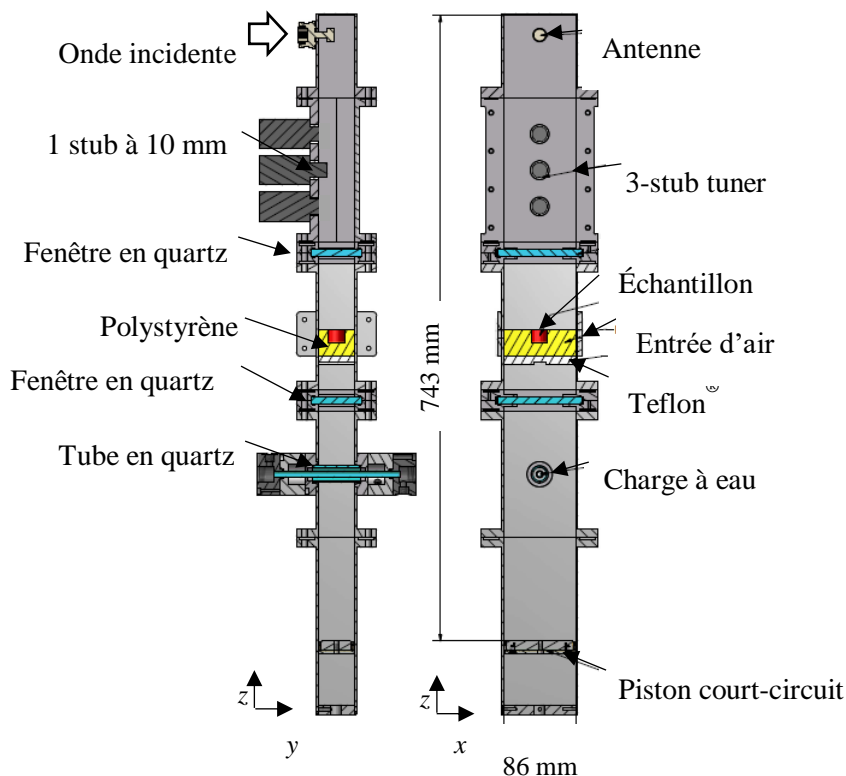


Figure 2.26 Le schéma du dispositif expérimental micro-ondes.

L'adaptateur d'impédance à trois stubs ainsi que le piston de court-circuit ont été utilisés pour minimiser la puissance réfléchi dans le guide d'ondes. Le tube quartz traversant rempli d'eau liquide est détaillé dans la Figure 2.27. Afin d'éviter l'élévation de température de l'eau dans le tube ($\Delta T \approx \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$), le fluide circule en continu à un débit de 305 L/h et il est connecté à un bain-marie thermostaté (JulaboF-32, Seelbach, Allemagne) réglé à 20 °C.

De plus, un système de circulation d'air froid a été installé dans l'applicateur. Pour rendre cette circulation possible, deux fenêtres en grille métallique ont été ouvertes dans la paroi le long du petit côté du guide d'ondes. Cela permet la circulation du jet d'air comprimé sans avoir de fuites micro-ondes (Figure 2.27).

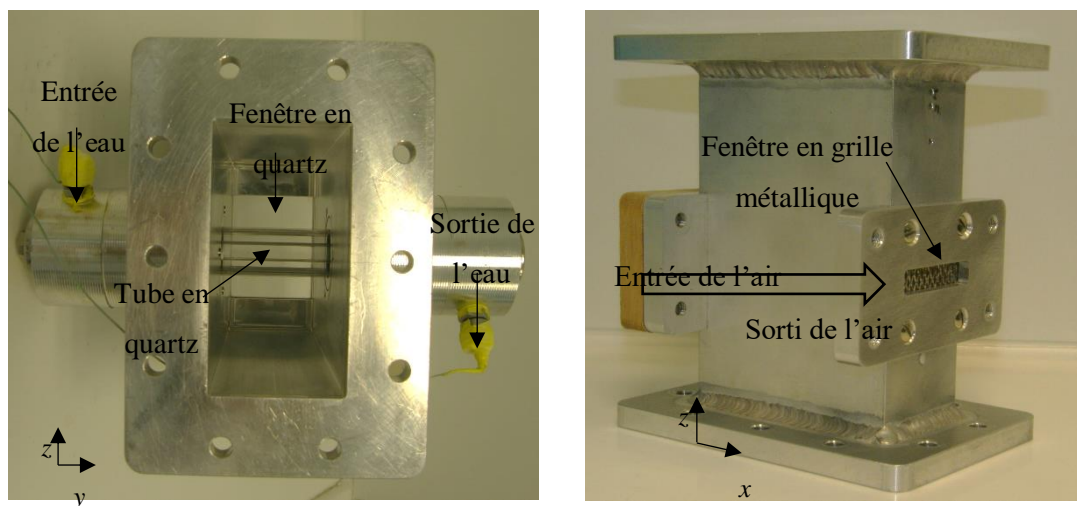


Figure 2.27 À gauche : vue xz de la cavité d'applicateur avec la fenêtr en grille métallique. À droite : vue yz du système de circulation de la charge à l'eau.

Les échantillons ont été constitués de 200 mg de viande hachée inoculés avec *E. coli* (concentration initiale cellulaire de 10^7 UFC /g) conditionnés dans des tubes de polypropylène (rayon de 6 mm x 16 mm de longueur) fermés avec un bouchon en PEEK (Figure 2.28). Pour améliorer l'isolation thermique, l'échantillon a été placé au centre d'une plaque de polystyrène (85 x 42 x 30 mm) insérée perpendiculairement à la direction de propagation des ondes (Figure 2.28).

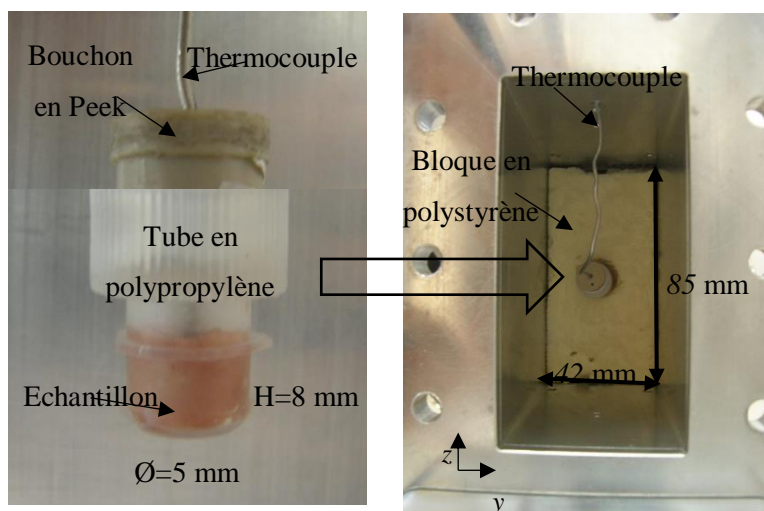


Figure 2.28 À gauche : échantillon de viande. À droite : vue dans le plan yz de l'applicateur.

La température a été mesurée au centre géométrique de l'échantillon par un thermocouple type-K relié à un enregistreur de données. Les consignes des températures ont été respectées grâce à une commande PID (Proportionnelle Intégrale Dérivée) de la puissance

micro-ondes incidente sur le générateur (régulateur 2408, Eurotherm Automation). Lorsque la température cible ou le temps du traitement a été atteint, les échantillons ont été immédiatement refroidis. Le refroidissement a été effectué par un tube Vortex basé sur l'effet Venturi couplé au guide d'ondes (ExairTM Corporation, OH, USA).

Pour valider le modèle électromagnétique couplé au transfert de chaleur, le même système expérimental a été utilisé, cependant avec une masse de 5 g d'échantillon, sous forme d'un cylindre de 19 mm de diamètre par 15 mm de hauteur de viande hachée inséré au centre du bloc de polystyrène (85 x 42 x 30 mm) (Figure 2.29). La température a été mesurée dans deux endroits de l'échantillon par des thermocouples type-K et consignée sur un enregistreur de données. Le traitement thermique a été réalisé avec une puissance micro-ondes réglée à 22 W, pendant 130 s. Les expériences ont été répétées cinq fois et une courbe de la température moyenne à chaque point de mesure a été obtenue.

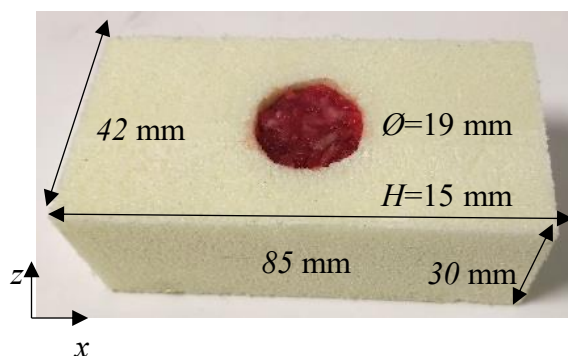


Figure 2.29 Échantillon de viande pour le traitement thermique afin de valider le modèle électromagnétique couplé au transfert de chaleur.

2.5. Effet non-thermique lors du traitement par micro-ondes

Afin de mettre en évidence l'existence des effets non-thermiques sur l'inactivation d'*E. coli* inoculé dans la viande hachée, trois approches ont été adoptées :

- i. Comparer les résultats d'inactivation microbienne lors d'un traitement par bain-marie et par micro-ondes avec la même histoire thermique ;
- ii. Comparer les résultats d'inactivation microbienne d'un traitement par micro-ondes avec un apport d'énergie pulsé en discontinu et module ;
- iii. Réaliser des traitements par micro-ondes à température sublétales sur différentes intensités de champ électrique.

La description détaillée du traitement d'inactivation microbienne par bain-marie et micro-ondes a été détaillée au préalable dans la partie 2.4.

2.5.1. Traitement d'inactivation microbienne par bain-marie et par micro-ondes, à différentes pentes de chauffage linéaires

Dans cette approche, la cinétique d'inactivation microbienne d'un traitement thermique conventionnel a été comparé à celle d'un procédé micro-ondes. Pour ce faire, trois vitesses de chauffage ont été étudiés : 7, 10 et 13 °C /min. Le traitement a consisté en une montée linéaire de température jusqu'à une température cible (50, 52, 54, 56, 58, 60, 62 et 64 °C), suivie d'un rapide refroidissement. Il faut souligner que ces traitements dynamiques en température ont été effectués en l'absence d'une phase de maintien. Des triplicatas ont été réalisés pour chaque expérience.

2.5.2. Traitement d'inactivation microbienne par micro-ondes avec deux différents apports d'énergie

Cette approche a été réalisée dans le but de vérifier l'effet d'un apport d'énergie micro-ondes sur l'inactivation microbienne. Ainsi, des traitements thermiques par micro-ondes à 10 °C /min ont été réalisés avec deux réglages différents du régulateur PID (Tableau 2.3). Le premier réglage a été obtenu grâce à la fonction "auto-tuning" du régulateur pour permettre de suivre la consigne linéaire avec une commande la plus douce possible engendrant une puissance microonde régulière. Le second réglage a consisté à dégrader le réglage par une forte diminution de la bande proportionnelle (*Pb*) et de l'action intégrale ($1/ti$) visant à s'approcher d'une régulation par modulation de largeur d'impulsion correspondant à des micro-ondes pulsées.

Tableau 2.3. Paramètres de réglages PID : bande proportionnelle (*Pb*), temps d'intégration (*ti*) et temps de dérivation (*td*), lors d'un traitement par micro-ondes à 10 °C /min.

Traitement	<i>Pb</i>	<i>ti</i>	<i>td</i>
Micro-ondes modulés	2,3	30	3
Micro-ondes pulsés	0,1	100	1

La puissance maximale micro-ondes imposée a été de 315 W. L'apport d'énergie a été calculé comme l'aire au-dessus de la courbe par intégration numérique trapézoïdale (fonction *trapz* disponible sur Matlab®). Les expériences ont été répétées cinq fois.

2.5.3. *Traitement d'inactivation microbienne par micro-ondes à température sublétale*

Cette approche consistait à maintenir la température de l'échantillon en dessous de la température létale d'*E. coli*. Les traitements par micro-ondes ont été réalisés à 30 °C, pendant trois différents temps d'exposition : 30, 60 et 90 minutes. Afin d'augmenter l'intensité de la puissance incidente, ce traitement a été réalisé aussi avec un flux continu d'injection d'air froid ($5\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$). Les expériences ont été répétées cinq fois.

3. MODÉLISATION MULTIPHYSIQUE

Ce chapitre est dédié aux modèles numériques multiphysiques développés dans cette étude permettant de décrire le procédé de pasteurisation conventionnel et par micro-ondes, dans une matrice alimentaire carnée. Pour y parvenir, il a été nécessaire d'élaborer des hypothèses, de définir la géométrie et les paramètres des modèles de définir les conditions aux limites et initiales. Les principaux paramètres à implémenter dans les modèles sont exposés, ainsi que les procédures d'estimation des coefficients de transfert de chaleur convectifs naturel et global.

Les paramètres cinétiques du modèle d'inactivation microbienne ont été estimés en conditions dynamiques de températures (1 à 13 °C /min), par la procédure de minimisation d'un critère quadratique. Une évaluation de la pertinence du nombre de paramètres à ajuster par rapport à la précision du modèle a été aussi effectuée.

3.1. Paramètres du modèle

3.1.1. Propriétés thermophysiques

Pour les deux modèles développés dans cette étude, à savoir (i) le modèle des écoulements couplé au transfert de chaleur et (ii) le modèle électromagnétique couplé au transfert de chaleur, les propriétés thermo-physiques de la viande ont été utilisées conformément aux descriptions suivantes : la conductivité thermique de la viande hachée a été extraite de Pan & Paul Singh (2001), la capacité calorifique et la masse volumique ont été déterminées expérimentalement. Comme ces propriétés ne changent pas de manière significative en fonction de la plage de températures étudiée (entre 5 et 75 °C), elles ont été considérées constantes avec la température (Tableau 3.4).

Tableau 3.4 Propriétés thermo-physiques de la viande hachée.

Propriétés	Valeur	Unité	Source
Capacité calorifique (C_p)	$3,69 \pm 0,01$	$\text{kJ kg}^{-1} \text{K}^{-1}$	Expérimental
Conductivité thermique (λ)	0,41	$\text{W m}^{-1} \text{°C}^{-1}$	Pan and Paul Singh (2001)
Masse volumique (ρ)	1131 ± 10	kg /m^3	Expérimental

Au contraire, les propriétés thermo-physiques de l'eau ont été considérées comme dépendantes de la température (Green & Perry, 2007). Ces propriétés ont été directement implémentées dans le modèle d'écoulement à l'aide de fonctions d'interpolation (Tableau 3.5).

Tableau 3.5 Propriétés thermo-physiques de l'eau en fonction de la température (Kelvin).

Fonction*	Unité
$C_p = 12010,15 - 80,41 \times T + 0,31 \times T^2 - 5,38 \times 10^{-4} \times T^3 + 3,62 \times 10^{-7} \times T^4$	J kg ⁻¹ K ⁻¹
$\lambda = -0,87 + 8,95 \times 10^{-3} \times T - 1,58 \times 10^{-5} \times T^2 + 7,97 \times 10^{-9} \times T^3$	W m ⁻¹ °K ⁻¹
$\rho = 838,47 + 1,40 \times T - 3,01 \times 10^{-3} \times T^2 + 3,72 \times 10^{-7} \times T^3$	kg/m ³

*Green & Perry, 2007.

3.1.2. Estimation du coefficient de transfert de chaleur convectif (h_{air}), lors du chauffage au bain-marie

Le coefficient de transfert de chaleur convectif caractérise la convection naturelle entre le milieu atmosphérique environnant et la surface supérieure du produit. À l'instant initial, la température de l'échantillon a été considérée uniforme et la température du milieu extérieur a été fixée à 20 °C. Dans ces conditions, le coefficient de transfert convectif autour du cylindre vertical est calculé directement à partir d'une corrélation dédiée à un plaque verticale isotherme (Churchill & Chu, 1975) pour un régime d'écoulement laminaire :

$$h_{air} = \frac{h_{plaquevertical} L}{Nu_L fc} \quad (3.62)$$

Un facteur de correction (fc) a été appliqué pour corriger la déviation du nombre de Nusselt local (Nu_L) d'un cylindre vertical isotherme mince par rapport à celui d'une plaque plane. Différentes valeurs correctrices en fonction du nombre de Prandtl (0,01 à 100) ont été proposées par Cebeci & Qasim (1974). Le nombre de Nusselt local est déterminé par corrélation :

$$Nu_L = 0.68 + \frac{0.67 Ra_L^{1/4}}{\left[1 + \left(\frac{0.492}{Pr} \right)^{4/9} \right]^{1/4}} \quad (3.63)$$

où Ra_L est le nombre de Rayleigh local et Pr est le nombre de Prandtl. Cette équation fournit une bonne représentation pour $Ra_L < 10^5$. Les nombres adimensionnels de Prandtl, Rayleigh local et Grashof local (Gr_L) sont définis comme suit :

$$\text{Pr} = \frac{\mu_{air} C_{p\ air}}{\lambda_{air}} \quad (3.64)$$

$$\text{Ra}_L = \text{Pr} \text{Gr}_L \quad (3.65)$$

$$\text{Gr}_L = \frac{\rho_{air}^2 g \beta L^3 \Delta T}{\mu_{air}^2} \quad (3.66)$$

où g est la gravité, L est la longueur caractéristique du cylindre et β est le coefficient de dilatation. Ce dernier paramètre dépend de la température du film, soit :

$$\beta = \frac{1}{T_{film}} \quad (3.67)$$

Toutes les propriétés thermo-physiques de l'air doivent être évaluées à la température du film :

$$T_{film} = \frac{T_{paroi} + T_{\infty}}{2} \quad (3.68)$$

Ces nombres adimensionnels dépendent des propriétés thermo-physiques de l'air et ils sont présentés dans le Tableau 3.6.

Tableau 3.6 Propriétés thermo-physiques de l'air à 300 K et à pression atmosphérique d'après Frank M. W. (1988).

Propriétés	Valeur	Unité
Capacité calorifique (C_p)	1006	J kg ⁻¹ K ⁻¹
Conductivité thermique (λ)	0,0262	W m ⁻¹ °K ⁻¹
Masse volumique (ρ)	1,413	kg /m ³
Viscosité dynamique (μ)	1,85 x 10 ⁻⁵	Pa /s

Les conditions initiales et aux limites autour du cylindre sont données par :

$$T = T_0 \quad \forall r, z \quad t = 0 \quad (3.69)$$

$$\lambda \left. \frac{\partial T}{\partial r} \right|_{r=0} = 0 \quad \forall z \quad t > 0 \quad (3.70)$$

$$\lambda \left. \frac{\partial T}{\partial r} \right|_{r=R} = h_{air} (T - T_{\infty}) \quad \forall z, t > 0 \quad (3.71)$$

$$\lambda \left. \frac{\partial T}{\partial z} \right|_{z=\pm \frac{L}{2}} = h_{air} (T - T_{\infty}) \quad \forall r, t > 0 \quad (3.72)$$

3.1.3. Détermination du coefficient de transfert de chaleur global, lors d'un traitement par micro-ondes

Conformément à ce que nous avons présenté en chapitre matériels et méthodes, le coefficient de transfert de chaleur global (h_{global}) a été obtenu expérimental via un cylindre métallique considéré thermiquement homogène. Ce coefficient a été estimé à partir d'un bilan thermique sur un système à nombre de Biot faible (Cleland, Cleland, & Jones, 1994). Cette méthode est basée sur l'hypothèse que la distribution de température dans le solide est spatialement uniforme et que la température est uniquement fonction du temps. Ainsi, d'après un bilan thermique en régime transitoire, l'énergie thermique apportée par convection externe est égale au terme d'accumulation de chaleur dans le volume.

$$h_{global} (T_{\infty} - T(t)) A_s = \rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} V \quad (3.73)$$

Avec la condition initiale $T(0) = T_0$. En intégrant l'équation (3.73) :

$$T(t) = T_{\infty} + (T_0 - T_{\infty}) e^{-\frac{h_{global} A_s}{\rho C_p V} t} \quad (3.74)$$

$$\ln \left(\frac{T(t) - T_{\infty}}{T_0 - T_{\infty}} \right) = -\frac{h_{global} A_s}{\rho C_p V} t \quad (3.75)$$

La densité (ρ), le volume (V) et la surface externe (A_s) ont été calculés à partir des dimensions et de la masse d'échantillon et la capacité calorifique (C_p) est issue de la littérature (Tableau 3.7).

Tableau 3.7 Les propriétés du cylindre solide de laiton jaune.

Paramètre	Laiton jaune	Unité	Source
A_s	$9,59 \times 10^{-4}$	m^2	Expérimental
C_p	404	$J \text{ kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$	Kubo (2018)
ρ	8462	Kg / m^3	Expérimental
V	$1,46 \times 10^{-6}$	m^3	Expérimental

3.2. Modélisation des transferts de chaleur et des écoulements au cours du procédé de chauffage conventionnel (bain-marie)

3.2.2. Géométrie et hypothèses du modèle

La géométrie du modèle numérique a été basée sur le design expérimental réel utilisé dans le procédé de chauffage conventionnel. Cependant, il a été nécessaire de faire des simplifications et d'élaborer des hypothèses pour sa résolution. Comme illustré dans la Figure 3.30, l'échantillon de viande a été emballé dans un sachet rectangulaire. Mais, en insérant le produit dans la cellule de chauffage cylindrique, il a subi des déformations dans sa géométrie. Ainsi, après le traitement thermique, l'échantillon se rapproche d'un cylindre elliptique

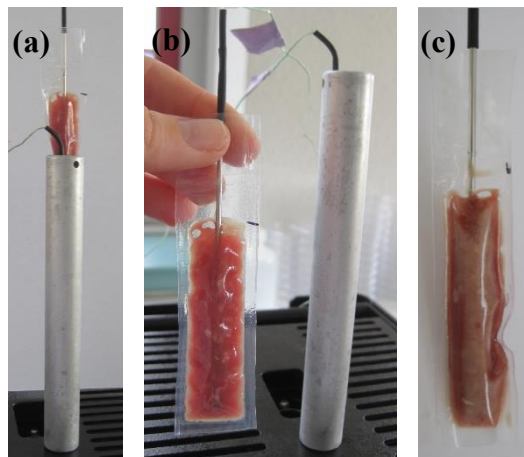


Figure 3.30 La cellule de chauffage (a) avec l'échantillon de viande avant (b) et après (c) le traitement thermique au bain-marie.

Le dispositif expérimental de la cellule de chauffage est schématisé dans la Figure 3.31. À gauche en 2D, la viande hachée emballée présente la forme d'un cylindre ellipsoïdal ($a = 5,8 \text{ mm}$, $b = 2,8 \text{ mm}$ et $L = 60 \text{ mm}$). Le produit a été inséré dans la cellule de chauffage d'un diamètre (d) de 12 mm et une longueur (L) de 60 mm, rempli avec 4 mL d'eau. Le flux de

chaleur s'est établi de la paroi de la cellule vers le centre du produit. La température a été mesurée par un thermocouple type-K inséré au centre de l'échantillon.

Au lieu de prendre en compte toute la géométrie, seulement $\frac{1}{4}$ du système de chauffage a été modélisé au regard des conditions de symétrie (Figure 3.31, à droite). Le but a été de réduire les besoins en ressources de calcul et le temps de simulation. En effet, la modélisation en 3D du transfert de chaleur en tenant compte des écoulements requiert de très grandes ressources de calcul.

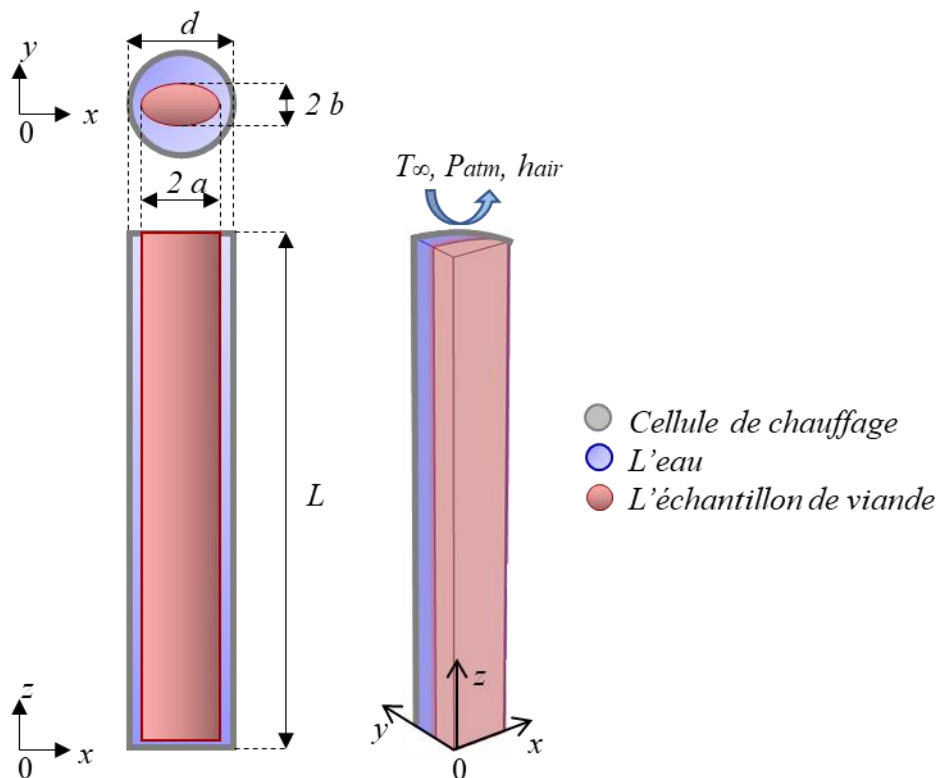


Figure 3.31 À gauche, représentation en 2D de la cellule de chauffage ($d = 12$ mm et $L = 60$ mm) rempli d'eau avec l'échantillon (cylindre elliptique) ($a = 5,8$ mm, $b = 2,8$ mm et $L = 60$ mm). À droite, représentation en 3D d'un quart du dispositif expérimental modélisé.

Pour la modélisation, les hypothèses suivantes ont été adoptées :

- Le produit emballé et l'eau du bain-marie ont été initialement équilibrés à 7°C ;
- L'échantillon a été considéré comme homogène et isotrope ;
- Les propriétés thermophysiques de la viande hachée : la capacité calorifique, la masse volumique et la conductivité thermique sont considérées constantes dans la plage de températures étudiée ;

- Le transfert de masse et la rétractation de la viande ont été supposés négligeables, puisque le produit traité a été emballé ;
- Le transfert de chaleur dans l’emballage plastique fin a été présumé nul, dû la faible résistance thermique de contact avec l’emballage ;
- La géométrie de la viande emballée a été considérée comme un cylindre elliptique à section transversale homogène le long de la coordonnée z ;
- Une symétrie axiale a été supposée pour le problème thermique et la mécanique des fluides, en limitant la taille du dispositif expérimental à un quart de la géométrie complète.

3.2.3. *Modèle de transfert de chaleur*

Le modèle vise à prédire le profil de température lorsqu’une vitesse de chauffage est imposée sur la paroi de la cellule du bain-marie. Pour ce faire, une condition aux limites de Dirichlet a été appliquée : la température (T) de la paroi de la cellule de chauffage évoluent avec le temps selon une rampe prédéfinie. Le modèle comprend deux domaines de calcul principaux : (i) l’échantillon qui est placé au centre de la cellule cylindrique et (ii) l’eau liquide qui remplit la cellule du bain-marie. Le produit emballé a été immergé dans l’eau et sa surface supérieure a été exposée à l’air (convection naturelle).

Pour modéliser le transfert de chaleur dans l’échantillon, l’équation de la chaleur avec les propriétés thermo-physiques de la viande hachée (Tableau 3.4) a été utilisée :

$$\rho_{(viande)} C_{p(viande)} \frac{\partial T}{\partial t} = \text{div} (\lambda_{(viande)} \nabla T) \quad (3.76)$$

Pour l’eau liquide, un terme convectif a été ajouté pour prendre en compte la variation des propriétés thermophysiques de l’eau en fonction de la température (Tableau 3.5) :

$$\rho_{(eau)} C_{p(eau)} \frac{\partial T}{\partial t} + \rho_{(eau)} C_{p(eau)} \vec{u} \nabla T = \text{div} (\lambda_{(eau)} \nabla T) \quad (3.77)$$

où \vec{u} est le champ de vitesse en tous points du domaine dans l’espace (u, v, w) en 3D. Les conditions initiales et aux limites (Figure 3.31) ont été définies par les expressions mathématiques suivantes :

- La température initiale a été homogène :

$$T = T_0, \quad t = 0 \quad \forall x, y, z \quad T_0 = 7^\circ C \quad (3.78)$$

- La surface supérieure d’échantillon a été exposée à l’air ambiant :

$$\lambda \left. \frac{\partial T}{\partial z} \right|_{z=L} = h_{air} (T - T_{\infty}), \quad \forall x, y \quad \forall t > 0 \quad T_{\infty} = 20^{\circ}\text{C} \quad (3.79)$$

- La température dans la paroi de la cellule de chauffage a suivi la pente de chauffage imposée au système :

$$T_{cellule\ chauffage} = T_0 + \frac{dT}{dt} t \quad \begin{cases} \text{pour } x, y = R & \forall t > 0 & \text{pour } z \in [0; L] \\ \text{pour } z = 0 & \forall t > 0 & \forall x, y \in [0; R] \end{cases} \quad (3.80)$$

3.2.4. Modèle d'écoulement

Le traitement thermique a été réalisé dans un bain-marie, où la température de la paroi de la cellule de chauffage évolue avec le temps selon une rampe de chauffage imposé. L'eau liquide s'en échauffe et entre en mouvement dû à la convection naturelle. Les courants convectifs ont été modélisés à partir des équations de Navier Stokes, en considérant un fluide Newtonien et incompressible, avec un écoulement laminaire. En supposant la conservation de la quantité de mouvement, l'équation de Navier Stokes se présente comme suit :

$$\rho_{eau} \left(\frac{\partial \vec{u}}{\partial t} + (\vec{u} \cdot \nabla) \vec{u} \right) = \rho_{eau} \mathbf{g} - \nabla P + \mu_{eau} \Delta \vec{u} \quad (3.81)$$

Cette équation décrit le principe fondamental de la dynamique d'un fluide soumise à sa masse volumique, à la force d'inertie, à la force gravitationnelle, aux forces de pression et à la force de viscosité. En plus, en considérant l'équation de conservation de la masse, l'équation de continuité a été appliquée pour un fluide incompressible :

$$\frac{\partial u}{\partial x} + \frac{\partial v}{\partial y} + \frac{\partial w}{\partial z} = 0 \quad (3.82)$$

Les conditions initiales et aux limites associées sont données telles que :

- La pression statique correspond à la somme de la pression atmosphérique et de la pression exercée par la colonne d'eau dans le fluide :

$$P = P_{atm} + \rho_{eau} g z \quad t = 0 \quad \forall x, y \quad z \in [0; L] \quad (3.83)$$

- Le champ de vitesse est nul à la paroi de la cellule du bain-marie pendant le chauffage :

$$\vec{u} = 0 \quad R = x, y \quad \forall t > 0 \quad z \in [0; L] \quad (3.84)$$

3.2.5. Procédures numériques

Basée sur la méthode des éléments finis, l'étude numérique a été résolue avec le code de calcul COMSOL® Multiphysics 5.3a. Le temps de calcul n'excédait pas 4 heures 9 minutes et 12 secondes. L'ordinateur a été un Dell® Precision™ Workstation, équipé de 2 processeurs Intel® Xeon (8 cœurs), à 2,5 GHz, avec 256 Go de RAM, fonctionnant sous Windows® 8 Professional, 64 bits.

Le maillage généré a été conçu pour une configuration en 3D du domaine composé de 522 830 éléments tétraédriques, avec une taille maximale de l'élément de 4,8 mm. Des couches limites ont été ajoutées dans la zone proche de la paroi de la cellule de chauffage, afin de garantir une bonne précision de la résolution des équations d'écoulement du fluide (Figure 3.32). En plus, des études supplémentaires de sensibilité au maillage ont été réalisées pour obtenir un nombre précis d'éléments de maillage par rapport au temps de calcul. L'indépendance du maillage aux résultats numériques a été vérifiée.

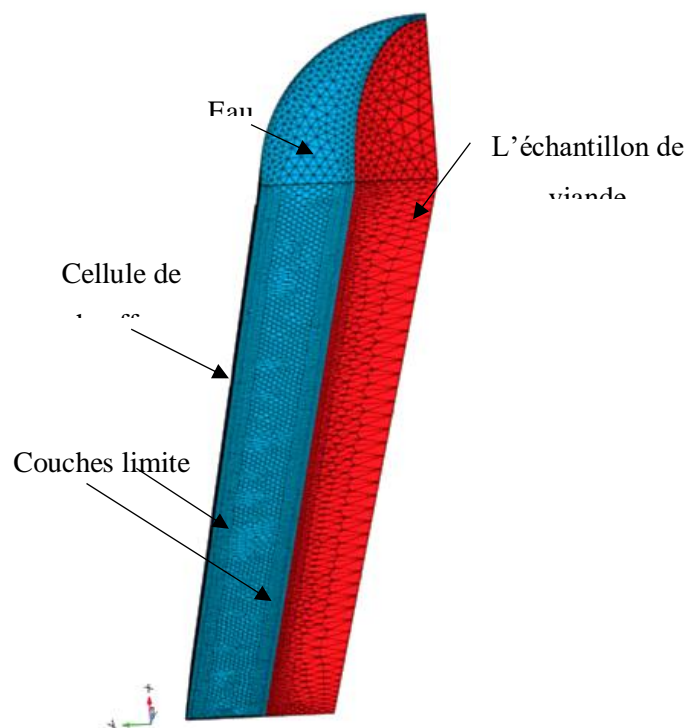


Figure 3.32 Maillage du domaine d'étude avec des éléments tétraédriques et les couches limites au niveau des frontières.

La simulation numérique d'écoulement couplée au transfert de chaleur a été réalisée en deux étapes. Tout d'abord, l'écoulement couplé à la thermique a été résolu à partir d'une étude stationnaire, afin d'initialiser le champ de vitesse à une température initiale constante de 7 °C.

Ensuite, du fait des propriétés thermo-physiques de l'eau devant être dépendantes de la température, l'écoulement couplé au transfert de chaleur dans l'eau et au sein d'un échantillon de viande a été résolu à partir d'une étude temporelle.

Le pas de temps initial pour la résolution a été fixé à 10^{-7} s, afin d'assurer une solution initiale consistante. Ensuite, le pas de temps a été adapté par rapport à la physique par le programme COMSOL[®]. Les simulations ont été effectuées pour chaque vitesse de chauffage étudiée (de 1 à 13 °C /min). Afin de valider le modèle d'écoulement couplé au transfert de chaleur, la température simulée au point de mesure en 3D dans l'échantillon et dans l'eau a été comparée aux résultats obtenus expérimentalement, pour la vitesse de chauffage de 10 °C /min.

3.3. Modélisation du champ électromagnétique couplé au transfert de chaleur au cours du procédé de chauffage par micro-ondes

La quantité de viande utilisée dans ce travail pour évaluer l'effet d'un chauffage micro-ondes sur la destruction des micro-organismes a été fixée à 200 mg, pour limiter au maximum les fortes hétérogénéités thermiques inhérentes au chauffage micro-ondes. Néanmoins, avec une aussi faible masse de produit, les incertitudes sur les puissances incidentes, réfléchies et sur la position des capteurs de température ne permettent pas de valider le modèle expérimentalement, tant la sensibilité d'une si faible masse de produit est grande face à ces incertitudes. Il a donc été nécessaire de valider l'approche numérique sur une masse de 5 g pour s'affranchir de ce problème.

Une fois le modèle validé, la simulation numérique de l'inactivation microbienne lors d'un chauffage par micro-ondes a été réalisé pour l'échantillon de 200 mg de viande. Ainsi, les équations du modèle d'inactivation microbienne ont pu ensuite être couplées à ce modèle.

3.3.2. Géométrie et hypothèses du modèle multiphysique

La géométrie réelle du dispositif expérimental a été prise en compte pour la modélisation numérique en 3D du traitement par micro-ondes (Figure 3.33). Les équations de Maxwell ont été résolues numériquement, afin de prédire la distribution et l'intensité du champ électromagnétique dans les matériaux diélectriques à l'intérieur du guide d'ondes rectangulaire.

Ainsi, un guide d'onde rectangulaire complet a été modélisé, permettant qu'une onde stationnaire se propage à la fréquence de 2,45 GHz et dans le mode TE₁₀. Les trois vis d'adaptation d'impédance, le tube quartz traversant rempli eau et le piston de court-circuit présents dans le dispositif expérimental ont été également modélisés. La puissance incidente

des micro-ondes a été délivrée par une antenne à l'entrée de guide d'ondes, modélisée via un port coaxial. Dans le dispositif expérimental, deux fenêtres en quartz ont été incluses dans l'équipement afin d'isoler l'applicateur contenant l'échantillon de viande. Elles ont été également prises en compte dans le modèle.

Dans l'applicateur contenant l'échantillon de viande, tous les matériaux diélectriques en présence ont été modélisés. Pour le chauffage de 5 g de produit, l'échantillon de viande a été préparé directement dans le bloc de polystyrène. Pour la viande inoculée avec *E. coli*, l'échantillon a été conditionné dans un tube en polypropylène fermé avec un bouchon en PEEK au-dessus et l'ensemble a été inséré dans un bloc de polystyrène supporté par une plaque de Teflon®, comme est illustré dans la Figure 3.33 à droite.

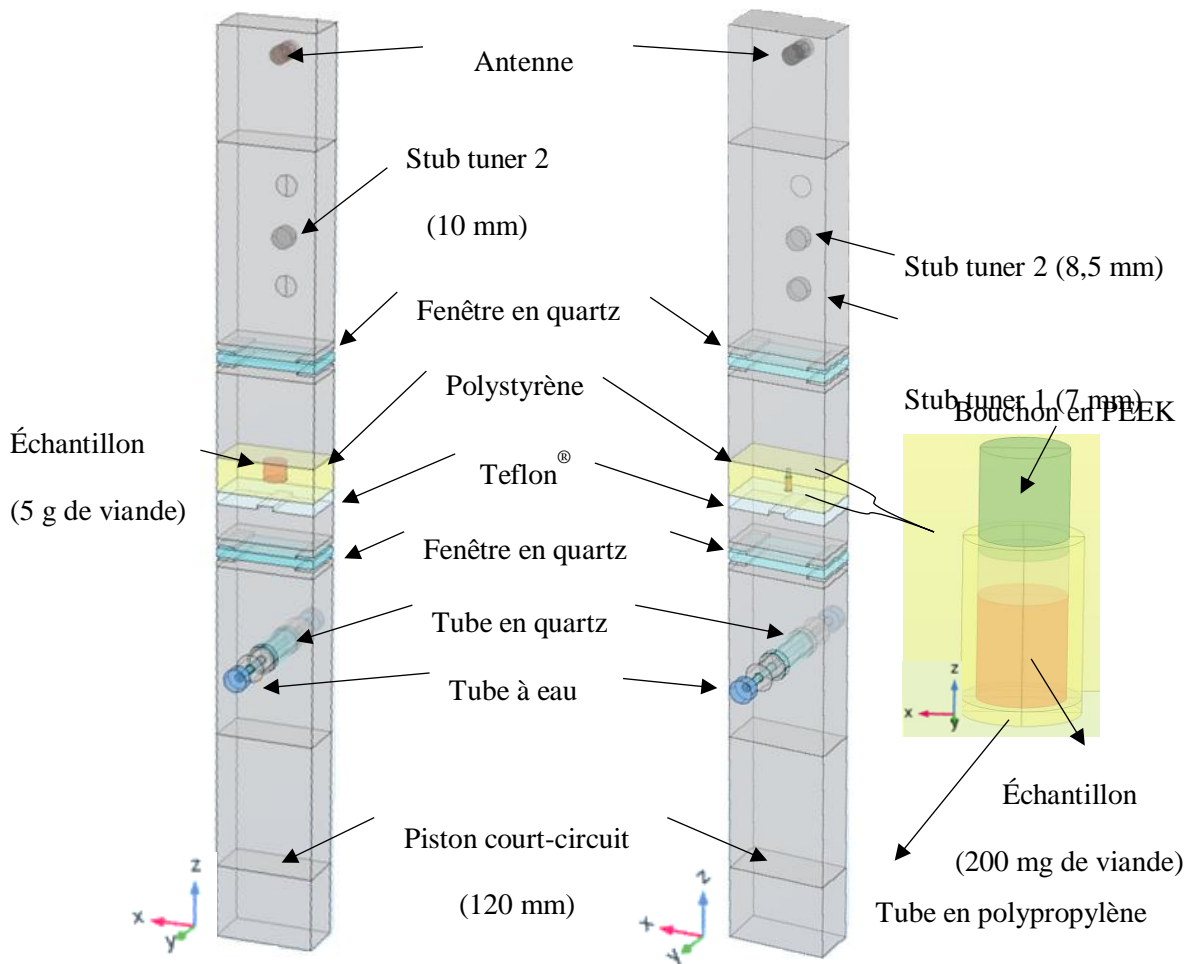


Figure 3.33 Schéma du guide d'ondes complet modélisé à l'aide du logiciel COMSOL®. À gauche : modélisation du chauffage d'un échantillon de 5 g de viande à des fins de validation du modèle. À droite : traitement par micro-ondes d'un échantillon de 200 mg de viande pour inactivation microbienne.

Pour les traitements thermiques, des consignes de température ont été imposés et la puissance incidente a été contrôlée par un régulateur PID. Le signal modulé a été récupéré et ces données ont été insérées dans le modèle, afin de prendre en compte l'effet de ce réglage. La température a été mesurée dans le centre géométrique d'échantillon par un thermocouple type-K.

Le modèle permet de prédire à la fois la distribution des champs électriques dans le guide d'ondes rectangulaire et les profils de température dans la viande pendant le traitement par micro-ondes dans les conditions expérimentales imposées. Pour atteindre cet objectif, les hypothèses suivantes ont été introduites :

- La température initiale de l'échantillon a été uniforme ;
- L'échantillon de viande a été considéré comme un cylindrique homogène et isotrope ;
- Les propriétés thermo-physiques de la viande hachée ont été constantes ;
- La rétractation et le transfert de masse dans l'échantillon ont été négligés ;
- La surface supérieure du produit a été entourée d'air (aucune perte diélectrique) ;
- Les surfaces latérales et inférieures du produit n'étaient pas parfaitement isolées (pertes par conduction au sein du tube plastique, bouchon de PEEK et du polystyrène) ;
- Les propriétés diélectriques des matériaux ont été constantes et indépendantes de la température ;
- Les propriétés diélectriques du tube en polypropylène et du bouchon en PEEK ont été considérées similaires à celle de l'air, donc négligeables ;
- La température externe ambiante a été fixée à 20°C.

3.3.3. Modélisation du champ électromagnétique dans un guide d'onde rectangulaire

Pour modéliser la distribution du champ électromagnétique dans les matériaux diélectriques à l'intérieur du guide d'ondes rectangulaire, l'équation de propagation du champ électrique en régime harmonique ont été résolues :

$$\nabla^2 \vec{E} + \omega^2 \mu \varepsilon \left(1 - j \frac{\sigma}{\omega \varepsilon} \right) \vec{E} = 0 \quad (3.85)$$

Le mode fondamental TE₁₀ a été considéré. Dans ce cas, le champ électrique est contenu dans le plan (xOy) avec une seule composante E_y. Des simplifications mathématiques ont été réalisées conduisant à (Curet, Rouaud, & Boillereaux, 2009) :

$$\left(\frac{\partial^2 E_y}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 E_y}{\partial z^2} \right) + \omega^2 \mu \varepsilon_r' \left(1 - j \frac{\sigma}{\omega \varepsilon_r''} \right) E_y = 0 \quad (3.86)$$

$$\left(\frac{\partial^2 E_y}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 E_y}{\partial z^2} \right) + \mu_r k_0^2 \left(\varepsilon_r' - j \left(\varepsilon_r'' + \frac{\sigma}{\omega \varepsilon_0} \right) \right) E_y = 0 \text{ avec } k_0 = \omega \sqrt{\varepsilon_0 \mu_0} \quad (3.87)$$

Dans cette équation, la permittivité diélectrique (ε), la perméabilité magnétique (μ) et la pulsation des micro-ondes (ω) ont été définies respectivement comme suit :

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \varepsilon_r' - j \varepsilon_0 \varepsilon_r'' \quad (3.88)$$

$$\mu = \mu_0 \mu_r \quad (3.89)$$

$$\omega = 2 \pi f \quad (3.90)$$

où ε_0 est la permittivité électrique du vide, ε_r' est la constante diélectrique relative, ε_r'' le facteur de perte électrique relatif, μ_0 la perméabilité magnétique du vide, μ_r est la perméabilité magnétique relative et f est la fréquence micro-ondes (2,45 GHz).

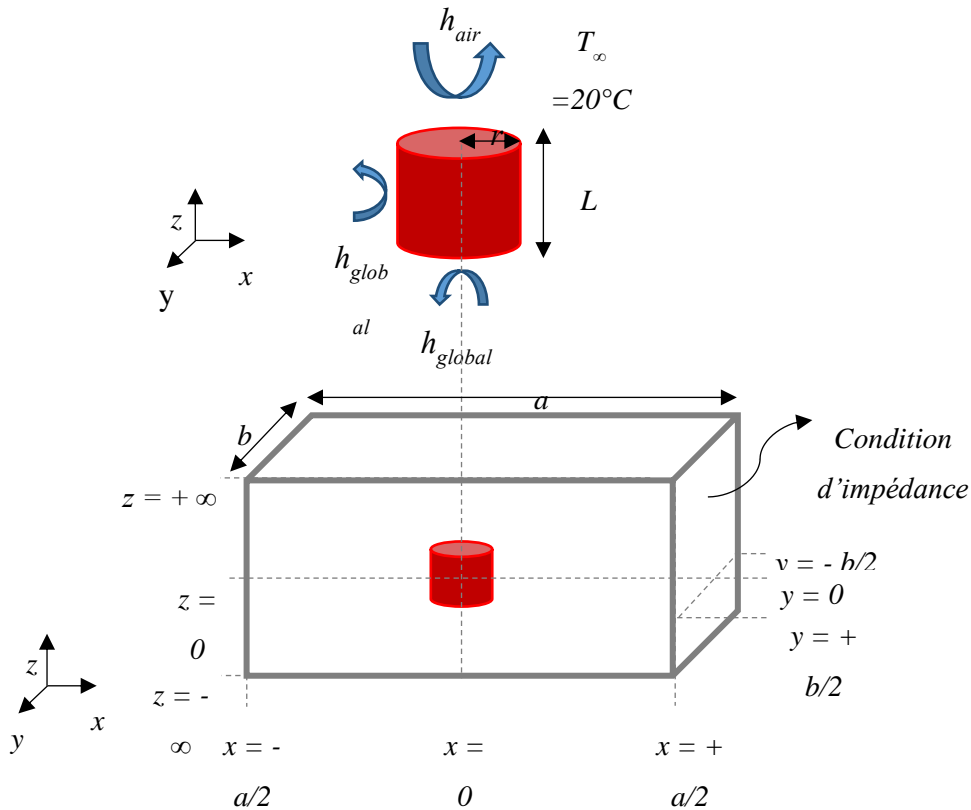


Figure 3.34 Schéma simplifié en 3D en coupe d'applicateur micro-ondes avec l'échantillon de viande pour illustrer les conditions aux limites associées.

Les conditions initiales et aux limites associées sont illustrées dans la Figure 3.34 et sont les suivantes :

- Le champ électrique est nul à l'instant initial :

$$\vec{E} = 0 \quad t = 0 \quad \forall x, y, z \quad (3.91)$$

- L'onde est excitée dans le port d'entrée (antenne) par un mode coaxial TEM :

$$\vec{E}_{in} = E_0 \cos\left(\frac{\pi x}{a}\right) \quad z = -\infty \quad \forall x, y \quad \forall t > 0 \quad (3.92)$$

- Une condition d'impédance de frontière a été appliquée sur les parois du guide d'onde :

$$Z_0 = \frac{|V|^2}{2P} \quad (3.93)$$

où V est la tension évaluée par l'intégrale de chemin du champ électrique à n'importe quelle ligne entre le conducteur intérieur et extérieur et P est l'intégrale du flux de Poynting à n'importe quelle section transversale.

3.3.4. Modélisation du transfert de chaleur avec la source thermique micro-ondes

L'équation généralisée du transfert de chaleur réduite (sans le terme convectif) a été utilisée pour modéliser le chauffage de la viande hachée, lors du traitement par micro-ondes. Cette équation dépend des propriétés thermophysiques de l'échantillon de viande hachée :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = \text{div}(\lambda \nabla T) + Q_{abs} \quad (3.94)$$

où Q_{abs} désigne le terme de génération de chaleur issu du champ électromagnétique. Il quantifie l'énergie dissipée dans le produit par des pertes diélectriques. Ce terme est calculé à partir de l'intensité du champ électrique local (E_{local}), à n'importe quel endroit du domaine cylindrique de l'échantillon de viande, à partir de la résolution des équations de Maxwell :

$$Q_{abs} = \frac{1}{2} \omega \varepsilon_0 \varepsilon_r'' |E_{local}|^2 \quad (3.95)$$

La perte de chaleur par convection autour de l'échantillon a été calculée, en considérant le coefficient de transfert de chaleur (h_{global}) qui a été déterminé expérimentalement, soit :

$$Q_{global} = h_{global} (T_\infty - T) \quad (3.96)$$

Les conditions initiales et aux limites associées (Figure 3.34) sont exprimées comme suit :

- La température initiale a été considérée homogène dans le produit :

$$T = T_0 \quad \forall x, y, z \quad \forall t = 0 \quad (3.97)$$

- La surface supérieure du produit a été soumise à un flux de chaleur convectif externe (h_{air}) :

$$\lambda \nabla T = h_{air} (T - T_\infty) \quad \forall x, y, z \quad \forall t > 0 \quad T_\infty = 20^\circ C \quad (3.98)$$

- Une perte de chaleur par conduction (q_{global}) autour de l'échantillon a été considérée :

$$-n \vec{q} = q_{global} \quad x, y = r \quad \forall z \quad \forall t > 0 \quad (3.99)$$

$$-n \vec{q} = q_{global} \quad z = L \quad \forall x, y \in [0, r] \quad \forall t > 0 \quad (3.100)$$

3.3.5. Validation du modèle électromagnétique couplé au transfert de chaleur

Quatre cas de configuration de guide d'onde ont été étudiés, afin de valider le modèle de chauffage par micro-ondes. Dans ce but, il a été vérifié à la fois l'influence des propriétés diélectriques des matériaux et la conception de la cavité, sur : (i) la distribution du champ électrique et (ii) le profil de température au sein de l'échantillon. À cet effet, une masse d'échantillon cylindrique plus représentative (5 g de viande hachée) a été utilisée. La température a été mesurée en deux endroits par un thermocouple. Les quatre conceptions sont décrites comme suit :

- *Cas 1* : Le guide d'ondes a été modélisé avec une antenne (port coaxial), l'échantillon de viande, le tube quartz traversant rempli d'eau et le piston de court-circuit. Les propriétés diélectriques des autres matériaux ont été supposées proches de celles de l'air ;
- *Cas 2* : Cas 1 en ajoutant une vis d'adaptation avec 10 mm de déplacement ;
- *Cas 3* : Cas 2 en considérant les propriétés diélectriques du quartz ;
- *Cas 4* : Cas 3 en considérant les propriétés diélectriques des matériaux en polystyrène et en Téflon®.

Suivant les quatre cas précédents, la distribution du champ électrique et de la température à l'intérieur de l'échantillon ont été toutes les deux étudiées. Pour tenir compte de l'incertitude expérimentale des emplacements des sondes de température dans le plan (x, z), une erreur de position de ± 1 mm a été considérée dans la modélisation des emplacements des sondes de température.

Les simulations ont été effectuées pour un traitement thermique à la puissance incidente de 22 W. À des fins de validation du modèle électromagnétique couplé au transfert de chaleur, les températures simulées dans les deux points de mesure en 3D ont été comparées aux profils de températures moyens obtenu expérimentalement.

3.3.6. Procédures numériques

Le modèle multiphysique électromagnétique couplé au transfert de chaleur a été résolu par éléments finis à l'aide du code de calcul COMSOL® Multiphysics 5.3a. L'ordinateur utilisé a été le même d'écrit précédemment dans la partie 3.2.5.

Le maillage généré consistait en un total de 1 000 760 éléments tétraédriques dans un domaine tridimensionnel (Figure 3.35). La taille maximale des éléments a été de 0,9 mm. Un raffinement du maillage a été effectué dans les zones étroites de la géométrie, afin d'assurer une précision numérique suffisante. Une étude de sensibilité a été réalisée dans le but d'obtenir l'indépendance au maillage des résultats numériques. Le rapport entre le temps de calcul et le nombre d'éléments a été également vérifié.

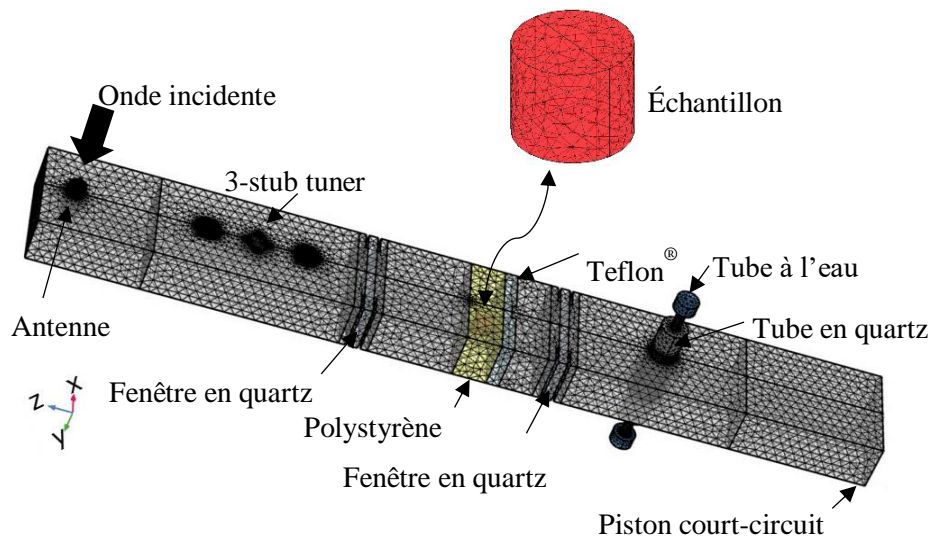


Figure 3.35 Maillage du domaine d'étude avec les raffinements des éléments tétraédriques.

Des études ont été réalisées pour évaluer la sensibilité des simulations lorsque la résolution est effectuée en une étape ou en deux étapes. Dans le premier cas, le couplage du modèle électromagnétique avec le transfert de chaleur (une étape) dans un régime transitoire a permis de considérer une constante diélectrique pour la viande dépendante de la température.

Dans le deuxième cas, le modèle a été résolu numériquement en deux étapes : (i) d'abord, la distribution du champ électromagnétique a été calculée dans toute la géométrie

suivant une propagation harmonique à 2,45 GHz. Ceci a permis de calculer, entre autres, le terme source de génération de chaleur par micro-ondes dans la viande ; (ii) ensuite, l'équation de la chaleur en transitoire a été résolue pour calculer la distribution de la température dans l'échantillon de viande, en considérant une valeur fixée pour le constat diélectrique. Pour assurer une solution initiale consistante pour la résolution du calcul du transfert de chaleur, le pas de temps initial a été fixé à 10^{-7} s. Ensuite, cette valeur a été adaptée pour une bonne résolution de la physique.

Enfin, l'autre élément étudié dans la démarche de modélisation a porté sur l'incorporation du signal de réglage PID de la puissance incidente. Pour la résolution en une étape, le signal de sortie du PID a directement été utilisé pour la résolution. Dans l'approche en deux étapes, où la première étape consiste à résoudre les équations de Maxwell en fréquentiel sans nécessiter la connaissance de ce signal, c'est le terme source utilisé dans la seconde étape, issu du champ électromagnétique, qui a été modulé selon le signal de sortie normalisé du PID.

3.4. Modélisation de l'inactivation d'*E. coli* inoculé dans la viande hachée soumise à un traitement thermique dynamique

3.4.2. Modèle d'inactivation microbienne

Le modèle développé par Geeraerd, Herremans, & Van Impe (2000) a été sélectionné pour modéliser l'inactivation de *E. coli* dans des conditions dynamiques de température. Ce modèle décrit un comportement log-linéaire avec épaulement et / ou trainée. Dans cette étude, aucun effet de trainée n'a été observé expérimentalement. Par conséquent, le modèle réduit a été utilisé. Il présente trois degrés de liberté : deux états initiaux N_0 et $C_c(0)$ et un paramètre k_{max} . Le modèle est établi par les deux équations différentielles ordinaires couplées suivantes :

$$\frac{dN}{dt} = -k_{max} \left(\frac{1}{1 + C_c} \right) N \quad (3.101)$$

$$\frac{dC_c}{dt} = -k_{max} C_c \quad (3.102)$$

où N est la concentration de la population microbienne (UFC /g), k_{max} est le taux d'inactivation spécifique (min^{-1}) et C_c est liée à l'état physiologique des cellules (-). Quand la méthodologie d'inoculation est normalisée, un état physiologique initial similaire est attendu pour les cellules. Par conséquent, une valeur unique pour $C_c(0)$ peut être utilisée pour toutes les expériences modélisées (Geeraerd et al., 2000). Pour N_0 , la valeur correspond à la moyenne des données

expérimentales obtenues pour chaque vitesse de chauffage, selon le traitement thermique (Tableau 3.8).

Tableau 3.8 Concentration initiale de la population microbienne d'*E. coli* inoculé dans la viande hachée (N_0), pour les deux traitements thermiques réalisés.

Vitesse de chauffage (°C /min)	Bain-marie		Micro-ondes	
	(UFC /g)	log ₁₀	(UFC /g)	log ₁₀
1	7 285 545	6,9		
3	5 405 400	6,7		
5	6 569 650	6,8		
7	2 006 000	6,3	18 501 301	7,3
10	13 139 300	7,1	7 228 358	6,9
13	1 451 450	6,2	8 968 814	7,0

La partie log-linéaire de la courbe d'inactivation a été modélisée avec la cinétique de premier ordre. Pour mettre en relation le taux d'inactivation spécifique (k_{max}) avec la température, le modèle de Bigelow (1921) a été employé :

$$k_{max}(T) = \frac{\ln 10}{D_{ref}} \exp\left(\frac{\ln 10}{z}(T - T_{ref})\right) \quad (3.103)$$

où D_{ref} (s) dénote le temps de réduction décimal à une température de référence T_{ref} (°C) et z (°C) représente la résistance thermique. Ces trois paramètres sont normalement obtenus expérimentalement en conditions isothermes de température (T_{ref}). Ainsi, D_{ref} représente le temps nécessaire pour inactiver 1 log, lorsque la température est maintenue à T_{ref} . z est équivalent à la température nécessaire pour réduire de 10 fois la valeur de D .

Puisque cette étude a été réalisée dans des conditions dynamiques de températures, T_{ref} , D_{ref} , z et C_c ne peuvent pas être déterminés expérimentalement. Ainsi, deux approches ont été ciblées pour la détermination de ces paramètres : (i) utiliser des valeurs disponibles dans la littérature et obtenues expérimentalement sur des conditions isothermes de température, et (ii) estimer ces données par des procédures numériques d'identification paramétrique.

Les hypothèses du modèle d'inactivation microbienne sont données comme suit :

- L'inactivation microbienne a été négligeable en dessous de 50 °C ;

- Lorsque la population microbienne atteint 1 CFU /g dans le modèle, le membre de droite de l'équation 3.43 a été forcé à 0.

3.4.3. Estimation numérique des paramètres du modèle d'inactivation microbienne

Les paramètres $C_c(0)$, D_{ref} et z ont été estimés par l'algorithme Levenberg-Marquardt (*lsqnonlin* disponible dans Matlab® 7.10). Cet algorithme est basé sur la technique de minimisation des moindres carrés entre les données d'inactivation microbienne obtenues expérimental et simulées suivante (*RSS* pour residual sum of squares) :

$$RSS = \sum_{i=1}^n \left(\log \frac{\frac{1}{V} \int N_{simu}(t_i) dV}{N_0} - \log \frac{\bar{N}_{exp}(t_i)}{N_0} \right)^2 \quad (3.104)$$

où t_i (s) représente le temps de traitement thermique pour atteindre la température cible (soit 50, 52, 54, 56, 58, 60, 62 et 64 °C) au point de mesure, n est le nombre de points de données expérimentales, N_{simu} (UFC /g) est la valeur moyenne volumique de la concentration cellulaire simulée aux temps t_i , N_{exp} (UFC /g) sont les valeurs des concentrations cellulaires expérimentales en triplicata aux temps t_i , V (m³) est le volume de l'échantillon de viande et N_0 est la concentration cellulaire initiale (UFC /g).

Des intervalles de confiance à 95% ont été calculés pour les paramètres estimés à l'aide de la fonction *nlparci* disponible dans Matlab® 7.10.

3.4.4. Comparaison entre les modèles, selon le nombre de paramètres estimés

Les triplets $C_c(0)$, D_{ref} et z ont été estimés numériquement, néanmoins, il a été nécessaire d'évaluer la pertinence du nombre de paramètres ajustés. Ainsi, le critère d'information d'Akaike (AIC) a été utilisé afin de comparer les modèles entre eux. En supposant que la distribution des résidus est Gaussienne, l'expression d'AIC a été établie comme suit (Akaike, 1974) :

$$AIC = 2 p - 2 \ln (LL) \quad (3.105)$$

où p est le nombre de paramètres ajustés indépendamment dans le modèle et LL est la fonction maximum de vraisemblance décrits par :

$$LL = \prod_{i=1}^n \left(\frac{1}{2 \pi \sigma_i^2} \right)^{1/2} \exp \left(- \sum_{i=1}^n \frac{\left(\log \frac{\frac{1}{v} \int N_{simu}(t_i) dv}{N_0} - \log \frac{\bar{N}_{exp}(t_i)}{N_0} \right)^2}{2 \sigma_i^2} \right) \quad (3.106)$$

En considérant, pour chaque expérience réalisée $\sigma_i = \sigma \forall i$, l'équation devient :

$$LL = \prod_{i=1}^n \left(\frac{1}{2 \pi \sigma^2} \right)^{1/2} \exp \left(- \frac{RSS}{2 \sigma^2} \right) \quad (3.107)$$

Ainsi, l'expression d'AIC est écrite comme suit :

$$AIC = 2 p - 2n \ln \left(\frac{1}{\sqrt{2 \pi \sigma^2}} \right) + \frac{RSS}{\sigma^2} \quad (3.108)$$

Une simplification a été réalisée, car le critère d'AIC a été utilisé seulement afin de comparer les modèles entre eux. Comme le deuxième terme de l'équation ne dépend pas du modèle, il a été omis. Par conséquent, l'expression simplifiée a été dénotée par AIC* :

$$AIC^* = 2 p + \frac{RSS}{\sigma^2} \quad (3.109)$$

À partir des résultats expérimentaux obtenus en triplicatas, la variance a été calculée pour chaque vitesse de chauffage.

3.4.5. Modèle d'inactivation microbienne couplé aux modèles thermiques

Afin de prédire l'inactivation microbienne au sein d'un échantillon de viande lors d'un traitement thermique, les profils de températures volumiques estimés dans le modèle de chauffage par bain-marie et aux micro-ondes ont été récupérés. Ainsi, la température simulée dans les nœuds dans le l'échantillon maille a été incorporée dans l'équation de Bigelow (1921) (Equation 3.103) et l'inactivation microbienne a été calculée par le couplage avec le modèle de Geeraerd et al. (2000) (Equation 3.101 et 3.102).

Etant donné que la température n'était pas homogène dans le volume d'échantillon, cette approche a permis de prédire l'inactivation microbienne en prenant en compte les gradients de températures existants pendant le traitement thermique.

Une fois l'inactivation microbienne estimée dans tout le domaine, une valeur moyenne de la réduction logarithmique a été calculée pour chaque pente de chauffage étudiée. La validation du modèle a été effectuée en comparant la courbe d'inactivation microbienne volumique moyenne simulée avec les données obtenues expérimentalement.

4. RÉSULTATS ET DISCUSSION

4.1. Analyses microbiologiques

4.1.1. Colonies aérobies et *E. coli* dans la viande hachée crue

Les résultats d'analyses microbiologiques des colonies aérobies et ceux relatifs à la bactérie *E. coli* dans la viande hachée crue sont répertoriés d'après la Commission de Régulation (EC) N° 2073/2005 (critères microbiologiques applicables aux denrées alimentaires). Cette norme définit un plan d'interprétation des résultats selon trois classes qui prend en compte notamment la tolérance de la technique d'analyse (Tableau 4.9). Ainsi, il existe un critère fixé (m) et une limite maximum d'acceptabilité (M). De plus, le plan d'échantillonnage doit respecter un nombre d'unités constituant l'échantillon (n) et le critère (c) défini comme le nombre maximal de résultats qui peuvent présenter des valeurs comprises entre m et M , pour le nombre d'échantillons n réalisés.

Tableau 4.9 Critères d'hygiène des procédés de viande hachée selon la Commission de Régulation (EC) N° 2073/2005.

Denrée alimentaire	Microorganismes	Plan d'échantillonnage		Limites (UFC /g)		Méthode de référence
		n	c	m	M	
Viande hachée	Colonies aérobies	5	2	5×10^5	5×10^6	ISO 4833
	<i>E. coli</i>	5	2	50	500	ISO 16649-2

La qualité de la viande hachée est définie comme (Figure 4.36) : (i) satisfaisante, lorsque toutes les valeurs observées sont $\leq m$; (ii) acceptable, lorsqu'un maximum de c/n valeurs se situent entre m et M , et que le reste des valeurs observées est $\leq m$ et (iii) insatisfaisante, lorsqu'une ou plusieurs valeurs observées sont $> M$ ou lorsque plus de c/n valeurs se situent entre m et M (Commission de Régulation (EC) N° 2073/2005).

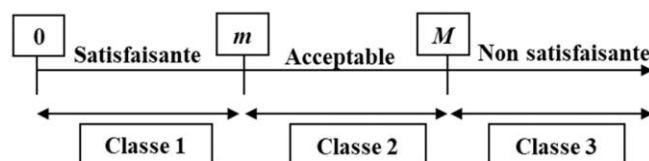


Figure 4.36 Plan d'interprétation des résultats à trois classes.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Les résultats des colonies aérobies et *E. coli* dans la viande hachée crue (Tableau 4.10), pour les cinq échantillons analysés, sont inférieurs aux limites fixées (m). En conséquence, le produit a été classé comme satisfaisant suivant les critères d'hygiène des procédés définis.

Tableau 4.10 Résultat expérimental des colonies aérobies et *E. coli* dans la viande de bœuf hachée crue (Steaks Hachés pur Bœuf, 5% de matière grasse – Charal, Cholet, France).

Microorganismes	Résultat (UFC /g)				
Colonies aérobies	4350	5000	5650	4800	5950
<i>E. coli</i> *	<1 /10	<1 /10	<1 /10	<1 /10	<1 /10

*En absence de colonies bleues sur les deux boîtes de la suspension mère, exprimer le résultat comme : moins de 1 /10 d'*E. coli* β -glucuronidase-positif par gramme (ISO 16649-2).

Remarquons que les résultats microbiologiques ont confirmé que le produit analysé est jugé propre à la consommation humaine. La faible contamination des colonies aérobies ($< 5 \times 10^5$) n'a pas dégradé la viande analysée. Signalons que la présence de colonies aérobies, due au milieu de culture sélectif utilisé, n'influence pas les résultats des analyses des bactéries *E. coli*. Enfin, l'absence de détection des colonies d'*E. coli* dans la viande hachée valide ce produit pour la suite de l'étude.

4.1.2. Homogénéité du processus d'inoculation *E. coli* dans la viande hachée

À cause de la spécificité de chaque traitement thermique (bain-marie ou micro-ondes), les masses de produit traité ont été adaptées aux processus. De cette façon, pour vérifier : (i) l'influence de la masse d'échantillon et (ii) l'homogénéité d'inoculation d'*E. coli* dans la viande hachée, un plan d'échantillonnage a été réalisé. Les résultats sont présentés dans le Tableau 4.11.

Tableau 4.11 Résultats d'analyses d'homogénéité d'inoculation d'*E. coli* dans la viande hachée, pour différentes masses d'échantillons et un N_0 de 10 g de viande selon le protocole d'analyse.

Échantillon	Résultat (UFC /g)					N_0 (UFC /g)
Bain-marie (3,0 g)	log 6,57	log 6,55	log 6,64	log 6,61	log 6,55	log 6,55
Micro-ondes (0,22 g)	log 6,92	log 6,99	log 7,00	log 7,06	log 7,16	log 7,16

Selon la norme ISO 4833-1:2013, les données obtenues ont indiqué une bonne répétabilité, car la différence entre les valeurs n'a pas dépassé 0,25 log N . Les résultats ont

confirmé l'homogénéité d'inoculation de *E. Coli* dans la viande hachée ainsi que l'indépendance de la masse d'échantillon prélevée par rapport à la concentration initiale de cellules *E. coli* inoculées. Ces résultats ont permis de valider le protocole expérimental.

4.2. Paramètres du modèle électromagnétique et thermique

Le Tableau 4.12 résume l'ensemble des paramètres et propriétés thermophysiques et diélectriques utilisé dans le processus de modélisation. Les données ont été déterminées par expériences, par estimations numériques ou prise dans la littérature.

Tableau 4.12 Paramètres du modèle électromagnétique et thermique.

Paramètre	Valeur	Unité	Source
C_p	$3,69 \pm 0,01$	$\text{kJ kg}^{-1} \text{K}^{-1}$	Expérimental
h_{air}		$\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}$	Estimation numérique
h_{global} (micro-ondes)	6,82	$\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}$	Expérimental
ϵ'_r (Teflon®)	1,7		Expérimental*
ϵ''_r (Teflon®)	$3,4 \cdot 10^{-4}$		Expérimental*
ϵ'_r (quartz)	4,2		(Salema & Afzal, 2015)
ϵ''_r (quartz)	0		(Salema & Afzal, 2015)
ϵ'_r (polystyrene)	1		Expérimental*
ϵ''_r (polystyrene)	$2,5 \cdot 10^{-5}$		Expérimental*
ϵ'_r (viande hachée)	$-0,0045 T^2 + 2,64 T - 346,74$		Expérimental*
ϵ''_r (viande hachée)	$14,46 \pm 0,62$		Expérimental*

* Par l'Université de Limoges (XLIM, UMR CNRS 7252).

4.2.1. Teneur en eau de la viande hachée

La teneur en eau de la viande hachée fraîche (Charal, 5% matière grasse) et décongelée a été respectivement de 72,6% et 72,8%, base humide. Le test- F d'égalité des variances a été réalisé et le résultat a montré qu'il n'y a pas de différence significative ($p < 0,05$) entre la teneur en eau de l'échantillon frais par rapport à l'échantillon congelé (Tableau 4.13). D'après ces résultats, des échantillons de viande hachée du même lot ont été stockés et congelés. Ceci constitue la réserve d'échantillons pour la période trimestrielle d'étude.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Tableau 4.13 Test d'égalité des variances (Test- F) réalisé pour la teneur en l'eau de la viande hachée fraîche et décongelée.

Échantillon	Décongelé	Frais
Moyenne	72,61	72,76
Variance	0,07	0,11
Observations	5	5
Degré de liberté	4	4
F	0,61	
$P (F \leq f)$ unilatéral	0,32	
Valeur critique pour F (unilatéral)	0,16	

La teneur en eau de la viande et des produits carnés frais varie selon la composition du produit. Pan and Paul Singh (2001) relatent avoir obtenu une humidité de 60% (base humide) pour la viande hachée bovine composée de 24% de matière grasse. Tsai *et al.* (1998) ont déterminé la teneur en eau des composants des produits à base de viande bovine restructurée. Les valeurs des humidités obtenues variaient de 71,5% à 75,5%, base humide.

4.2.2. Masse volumique de la viande hachée

La masse volumique de la viande hachée (5% de matière grasse) déterminée à température ambiante a été de $1131 \pm 10 \text{ kg/m}^3$. Cette valeur est proche des valeurs de la littérature ($1019\text{-}1160 \text{ kg/m}^3$) obtenues par Gunasekaran (2002) pour la viande de bœuf hachée, à différentes teneurs en matière grasse (4, 9 et 20%).

4.2.3. Capacité calorifique de la viande hachée

La Figure 4.37 présente l'évolution de la capacité calorifique moyenne de la viande hachée en fonction de la température. La courbe a été obtenue à partir des données en triplicata d'analyses réalisées en μ DSC. Dans la gamme de température étudiée (de 20 à 65 °C), les valeurs de C_p se sont avérées relativement constantes. Pour cette raison, la capacité calorifique de la viande a été considérée comme une variable indépendante de la température. Cette hypothèse a été mise en place après être vérifié que cela ne modifie pas fondamentalement les résultats. Ainsi, la valeur moyenne du C_p mesurée a été intégrée directement dans le modèle de transfert de chaleur. Cette valeur correspond à $3,69 \pm 0,01 \text{ kJ kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$.

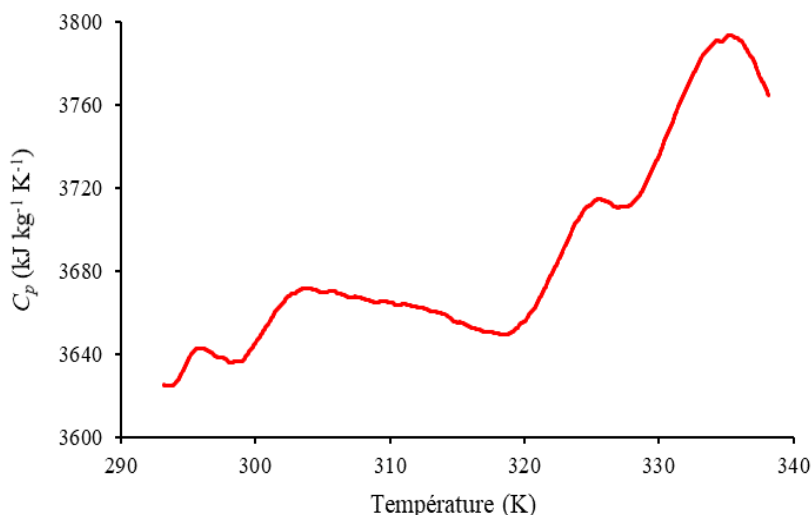


Figure 4.37 Capacité calorifique massique de la viande hachée (5% matière grasse) en fonction de la température (K).

Dans Tavman, Kumcuoglu and Gaukel (2007), les auteurs ont étudié la capacité calorifique pour la viande de bœuf et différents produits carnés. Les analyses ont été réalisées en DSC et les valeurs de C_p expérimentales à 20 °C ont été 3,48 kJ kg⁻¹ K⁻¹ pour la viande hachée (16% de matière grasse) et 3,17 kJ kg⁻¹ K⁻¹ pour la préparation de hamburger (18% de matière grasse et 5% de glucides). Pour les produits carnés à base de viande de porc, Zhang *et al.* (2004) ont déterminé le C_p dans la gamme de température de 5 °C à 85 °C. La valeur moyenne de C_p pour le boudin blanc (16% de matière grasse et 9% de glucides) a été de 2,98 kJ kg⁻¹ K⁻¹ et de 3,44 kJ kg⁻¹ K⁻¹ pour la viande de porc en conserve (15% de matière grasse et 11% de glucides). Finalement, la valeur de C_p estimée dans cette étude a été proche de celle rapportée dans la littérature pour les produits carnés.

4.2.4. Coefficient de transfert global de chaleur (h_{global}) lors d'un traitement par micro-ondes

La détermination du coefficient de transfert global de chaleur est important pour modéliser le procédé de traitement thermique. Ce coefficient représente la perte de chaleur globale par conduction et convection de l'échantillon pendant le processus de chauffage. Compte tenu d'un faible nombre de Biot, les profils expérimentaux de la décroissance de la température d'un petit échantillon de laiton (métal de haute conductivité thermique) en fonction du temps ont été enregistrés (Figure 4.38). La température initiale de l'échantillon a été uniforme à 80 °C et la température finale correspond à la température ambiante.

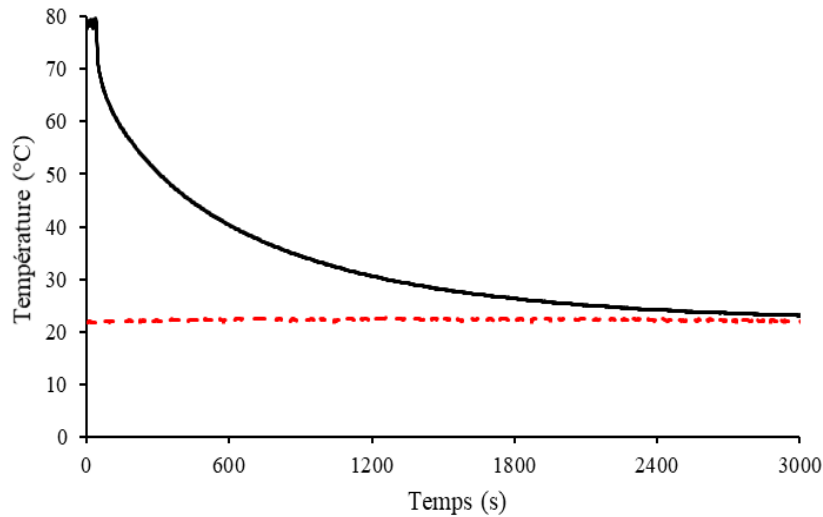


Figure 4.38 Profil des températures moyennes de refroidissement d'un solide cylindrique de laiton (ligne noire), jusqu'à l'équilibre à température ambiante (ligne pointillé rouge).

La Figure 4.38 représente le courbe de refroidissement moyen issu de cinq répétitions et la mesure de la température ambiante. La température moyenne a été calculée et utilisée pour estimer le h_{global} . Une relation linéaire entre $\ln (T(t)_{moy}-T_{\infty}) / (T_0-T_{\infty})$ et le temps a été tracée, comme illustré dans la Figure 4.39. La valeur de la pente de la droite (-0,0013) a été insérée directement dans l'équation 3.75 et le h_{global} a été estimé à $6,82 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$.

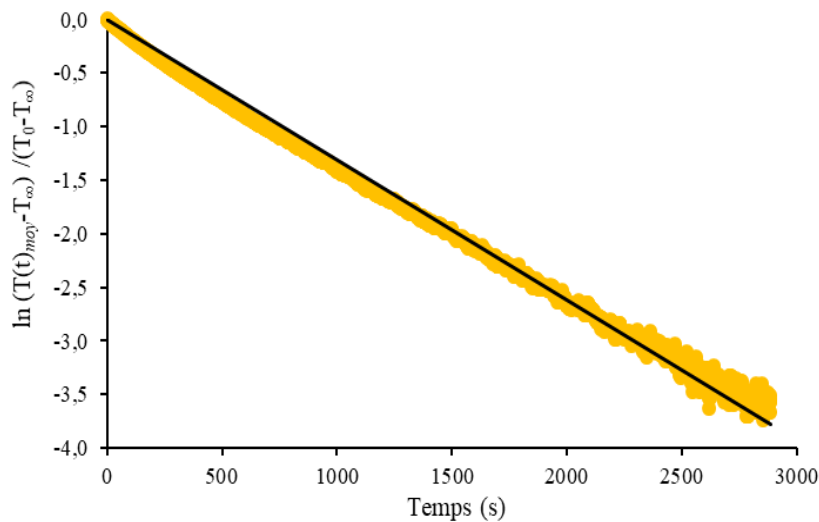


Figure 4.39 Données expérimentales (ligne jaune) pour estimer le coefficient de transfert global de chaleur.

4.2.5. Propriétés diélectriques de la viande hachée

L'effet de la température sur les valeurs de la constante diélectrique (ϵ') et du facteur de pertes (ϵ'') de la viande hachée (5% de matière grasse), à 2,45 GHz, est illustré dans les Figure

4.40 et Figure 4.41. En raison de la perte de chaleur du système de chauffage par convection et à cause de la difficulté de répétabilité de la mesure exactement à la même température, les valeurs se présentent comme un nuage de points formant une courbe de tendance.

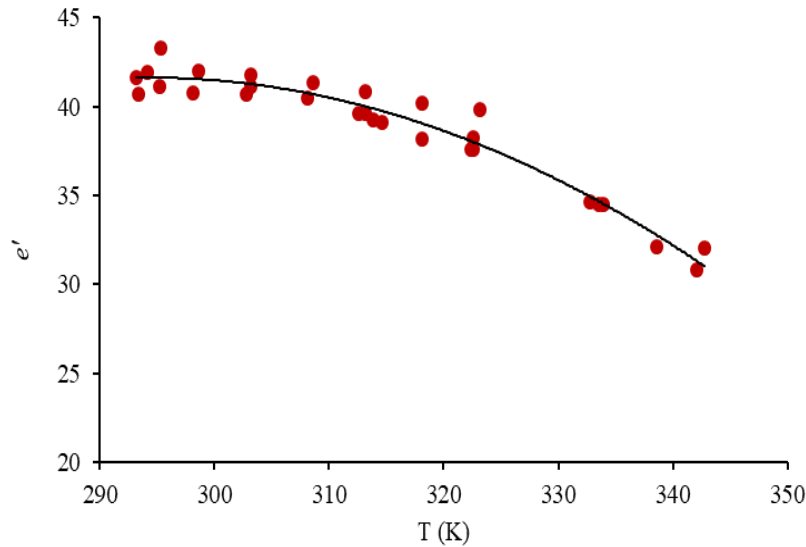


Figure 4.40 Constante diélectrique de la viande hachée (5% matière grasse) en fonction de la température, à 2,45 GHz.

Comme on peut le voir sur la Figure 4.40, la constante diélectrique (ϵ') diminue avec l'augmentation de la température. Ce phénomène apparaît dans les produits carnés (teneur en eau proche de 70% (base humide), en raison d'un alignement dipolaire réduit avec l'augmentation de la température due à l'agitation moléculaire (N. Gunasekaran, 2002). L'évolution de la constante diélectrique au cours de la cuisson a été exprimée par une fonction quadratique de la température en Kelvin ($R^2 = 0,94$) :

$$\epsilon' = -0,0045T^2 + 2,64T - 346,74 \quad (4.110)$$

Le facteur de perte (ϵ'') présente une valeur assimilée constante ($14,46 \pm 0,62$) dans la plage de température étudiée.

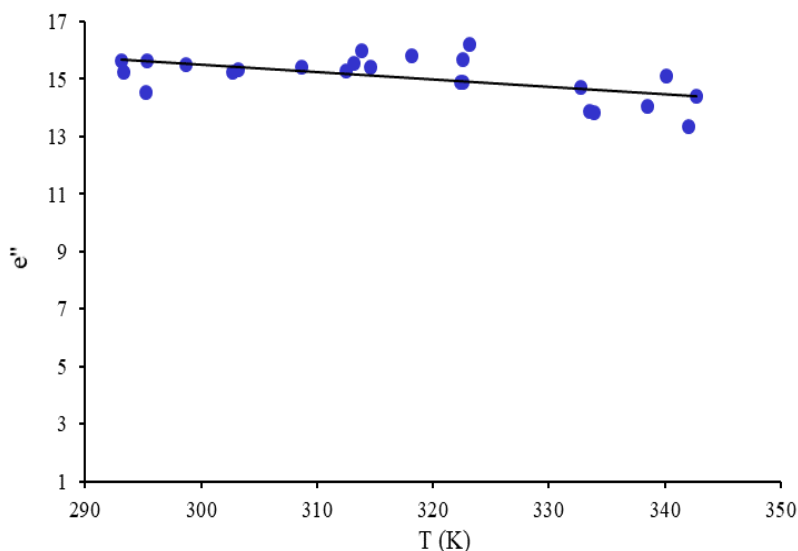


Figure 4.41 Facteur de pertes de la viande hachée (5% en matière grasse) en fonction de la température, à 2,45 GHz.

Ces résultats sont en accord avec Gunasekaran (2002). L'auteur a déterminé les propriétés diélectriques de la viande hachée à 4, 9 et 20% de matière grasse. L'étude a été réalisée dans la gamme de fréquence de 0,3 à 3 GHz et à des températures de -25 °C à 75 °C. Les résultats ont montré que les propriétés diélectriques de la viande hachée à faible teneur en matière grasse (4%) étaient plus élevées que celles de la viande hachée riche en matière grasse (20%). À 2,45 GHz, les valeurs moyennes obtenues pour la viande hachée (4% de matière grasse) ont été à peu près de 44 pour la constante diélectrique et 15 pour le facteur de pertes.

Dans Brunton *et al.* (2006), les auteurs ont déterminé les propriétés diélectriques du muscle de la viande bovine (*biceps femoris*), dans la gamme de température de 5 à 85 °C. À la fréquence 2,45 GHz, les valeurs moyennes rapportées pour la constante diélectrique ont été de 53,6 et de 17,0 pour le facteur de pertes. Sur la base de ces résultats, on peut conclure que le muscle de viande de bœuf présente des propriétés diélectriques supérieures à celles de la viande de bœuf hachée. En effet, l'opération de hachage de la viande augmente la porosité du produit et rend donc possible l'incorporation d'air dans le volume (Gunasekaran, 2002). Ainsi, une hypothèse est que la présence d'air dans les espaces vides induit des valeurs inférieures pour les propriétés diélectriques de la viande hachée par rapport au muscle.

4.3. La validation du modèle d'écoulement couplé aux transferts de chaleur lors d'un chauffage par bain-marie¹

Pour valider l'approche de la modélisation dans le cas du chauffage conventionnel, les températures expérimentales mesurées en fonction du temps dans le fluide caloporteur (eau) et dans l'échantillon ont été comparées à celles simulées. Les résultats sont illustrés dans la Figure 4.42, pour le cas d'un traitement thermique à 10 °C/min. Les écart-types des données expérimentales ont été d'environ $\pm 0,3$ °C. Puisque cette valeur correspond à la précision de mesure du thermocouple utilisé, nous avons choisi de ne pas le représenter dans le graphique.

En analysant la Figure 4.42, la ligne droite noire représente la consigne de température linéaire imposée au bain-marie. La conformité entre les températures expérimentales et modélisées dans l'eau et dans l'échantillon est notable. Des retards thermiques non-négligeables d'environ 28 s pour l'eau et 54 s pour le produit peuvent être observés pour les deux profils de températures : mesure expérimentale (cercle) et simulée (ligne), par exemple à 20 °C.

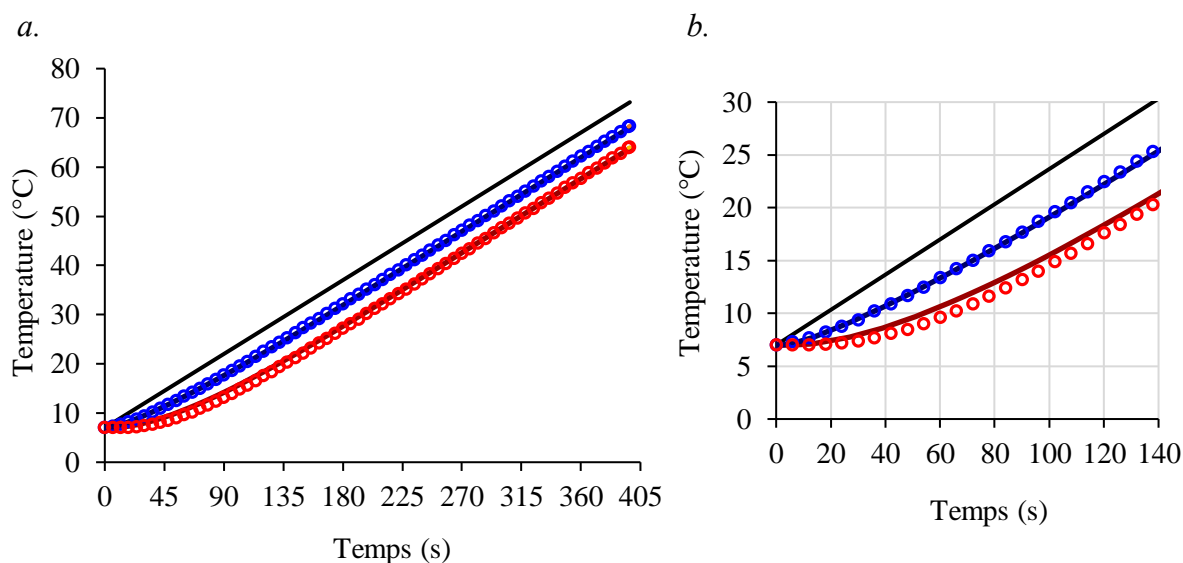


Figure 4.42 (a) Profils de température expérimentaux et simulés, lors d'un chauffage par bain-marie d'un échantillon de 3 g de viande hachée. Légende : température expérimentale mesurée dans l'eau (cercle bleu) et dans l'échantillon (cercle rouge) ; températures simulées dans l'eau (ligne bleue) et dans l'échantillon (ligne rouge) et la consigne de température réglée à 10 °C/min (ligne noire) ; (b) Se

¹ Les contenus présentés dans cette partie ont été publiés dans Albuquerque, Curet and Boillereaux (2019)a.

rapprocher d'une vue du graphique sur les 120 premières instantes pour illustrer le phénomène de retard thermique.

La modélisation de l'écoulement du fluide caloporteur a permis de prédire les champs de vitesse dus à la convection naturelle dans une enceinte close. L'équation de Navier-Stokes a été résolue en considérant un écoulement laminaire. La norme du champ de vitesse, par exemple à 10 °C/min, est représentée sur la Figure 4.43, pour différents temps de traitement. Le mouvement du fluide se produit (illustré par les flèches noires) en raison de la dépendance des propriétés thermophysiques de l'eau vis-à-vis de la température. La recirculation du fluide conduit à des gradients de vitesse, avec une valeur maximale de 2,5 mm/s autour du produit (norme du champ de vitesse). Le nombre de Reynolds calculé était égal à 9,4, en tenant compte de cette vitesse maximale. Ce résultat démontre clairement une convection naturelle de l'eau dans un espace confiné, cellule de chauffage, avec un régime d'écoulement laminaire.

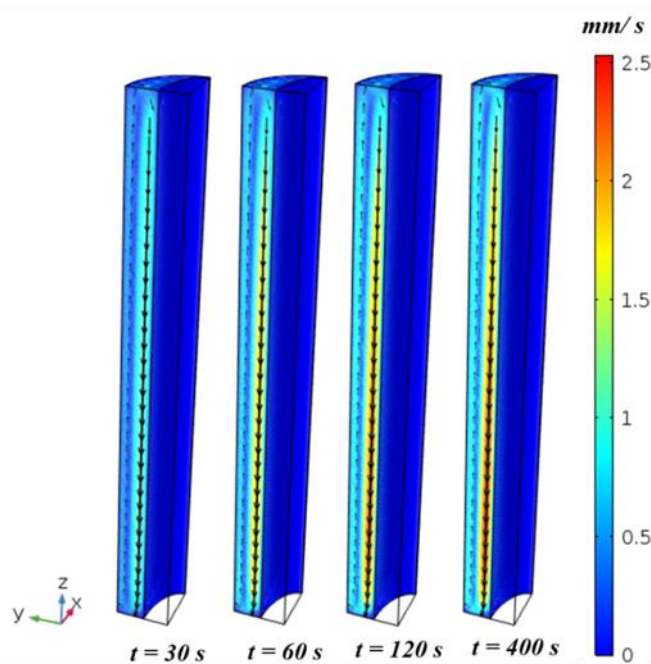


Figure 4.43 Champ de vitesse de l'eau (mm/s) simulée dans $\frac{1}{4}$ d'une cellule de chauffage confinée, lors d'un traitement thermique à 10 °C/min, à quatre instants de simulation.

Une fois l'approche d'écoulement validée, le modèle complet a été résolu pour les six vitesses de chauffage étudiées (1, 3, 5, 7, 10 et 13 °C/min). La simulation numérique a été arrêtée lorsque la température, au point correspondant à la position du thermocouple a atteint la valeur cible. Les résultats de la simulation de la distribution volumique de la température à l'instant final du traitement au bain-marie sont représentés dans la Figure 4.44. Pour toutes les vitesses de chauffage, la zone la plus chaude était située à la surface de l'échantillon, à

RÉSULTATS ET DISCUSSION

l'exception de la partie centrale supérieure, en raison du contact avec l'air ambiant (refroidissement par convection naturelle). La zone la plus froide se trouvait au long de l'axe central du produit. L'écart de température entre la zone la plus chaude et la zone la plus froide augmentait avec les vitesses de chauffage appliquées, soit 4,3 °C, 8,1 °C, 9,8 °C, 12,4 °C et 15,8 °C pour 1, 5, 7, 10 et 13 °C/min, respectivement.

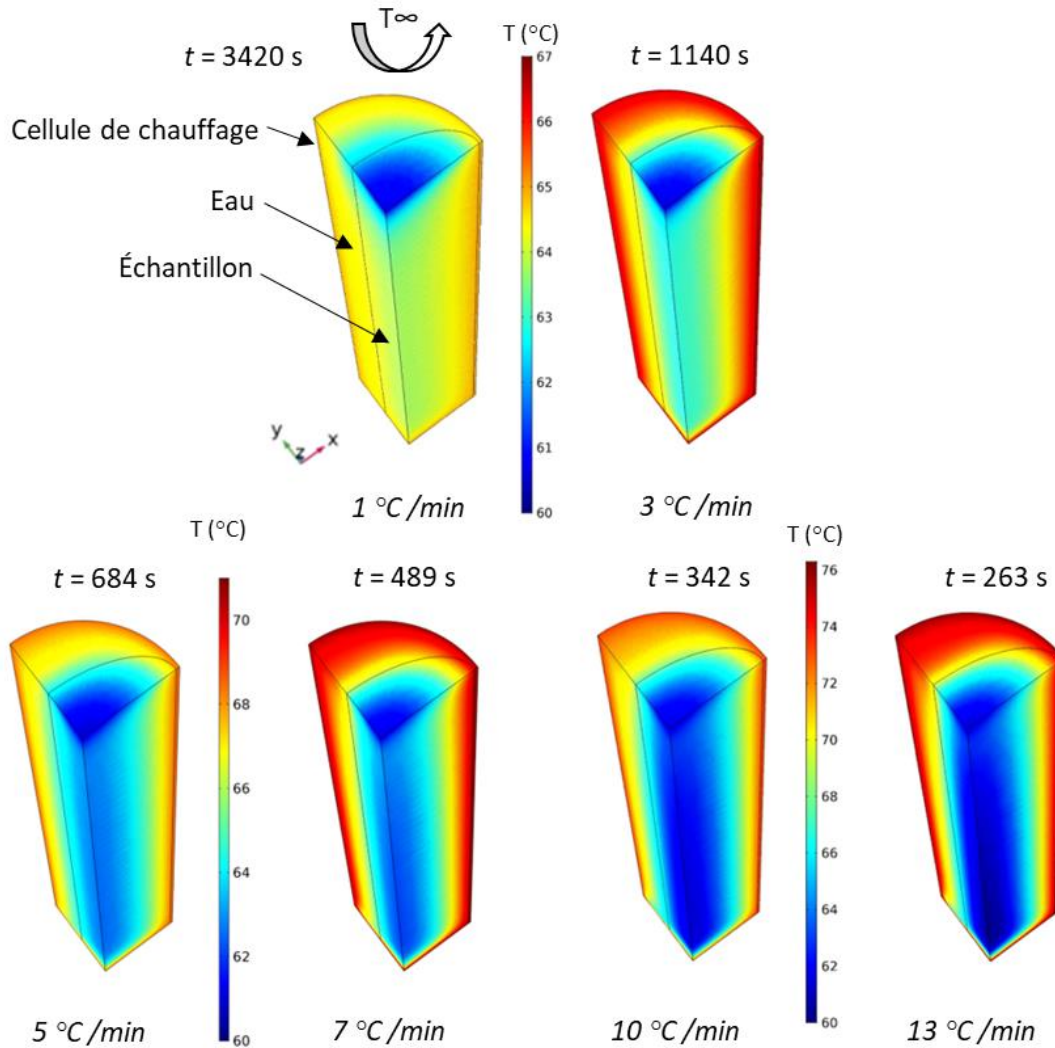


Figure 4.44 Températures simulées à l'instant final du traitement thermique, dans $\frac{1}{4}$ de la cellule de chauffage, pour les différentes vitesses de chauffage.

4.4. Estimation des paramètres du modèle d'inactivation microbienne et comparaison entre les modèles, selon le nombre de paramètres estimés²

Deux approches ont été réalisées afin d'estimer les paramètres cinétiques (T_{ref} , D_{ref} , z et C_c) du modèle d'inactivation microbienne appliqué avec des conditions dynamiques de températures. Les vitesses de chauffage de 1, 3, 5, 7, 10 et 13 °C /min ont été imposées pendant le traitement thermique au bain-marie.

La première approche consiste à utiliser des paramètres cinétiques, disponibles dans la littérature, qui ont été déterminés dans des conditions isothermes. Dans une étude sur la résistance à la chaleur d'*Escherichia coli* 0157 : H7 inoculée dans la viande hachée à 7% de matière grasse, Ahmed, Conner and Huffman (1995) ont obtenu un temps de réduction décimal D_{ref} de 684 s par régression linéaire (pour $T_{ref} = 55$ °C) et 27 s ($T_{ref} = 60$ °C) avec une valeur de z égale à 4,78 °C. Pour la même souche inoculée dans le même produit, mais avec un teneur en matière grasse inférieure (4,8%), Smith *et al.* (2001) ont déterminé par une cinétique de premier ordre un D_{ref} égal à 73 s ($T_{ref} = 58$ °C) et 19 s ($T_{ref} = 61$ °C), pour une valeur z de 3,79 °C. Les variations dans l'estimation de ces paramètres pourraient être attribuées à différents états physiologiques de la bactérie *E. coli*, des teneurs en matière grasse variables, ainsi qu'à des différences dans les méthodes analytiques employées (Smith *et al.*, 2001; Stringer, George, & Peck, 2000). Il convient de noter que dans les deux études, les valeurs de D_{ref} sont assez différentes, alors que la valeur z reste du même ordre de grandeur.

Dans la suite de l'étude, nous avons choisi d'utiliser les paramètres cinétiques issus de la publication la plus récente, à savoir celle de Smith *et al.* (2001) : $D_{ref}=73$ s, $z=3,79$ °C et $T_{ref}=58$ °C. Pour le composant critique, paramètre liée à l'état physiologique des cellules, la valeur initiale ($C_c(0)=0,23$) estimée par Hamoud-Agha *et al.* (2013) a été utilisée.

Ces paramètres ont été insérés directement dans les modèles de Geeraerd *et al* (2000) et Bigelow (1921). Les résultats sont représentés dans la Figure 4.45. Les marqueurs noirs illustrent les données expérimentales, en triplicata, de l'inactivation microbienne d'*E. coli* inoculée dans la viande hachée, lors d'un traitement au bain-marie, tandis que les courbes prédites avec les paramètres cinétiques de la littérature sont représentées par la ligne bleue discontinue. Notons que le modèle sous-estime les résultats obtenus par les expériences.

² Les contenus présentés dans cette partie ont été publiés in Albuquerque, Curet and Boillereaux (2019)a.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Cependant, cette sous-estimation est du même ordre de grandeur, quelle que soit la vitesse de chauffage imposée.

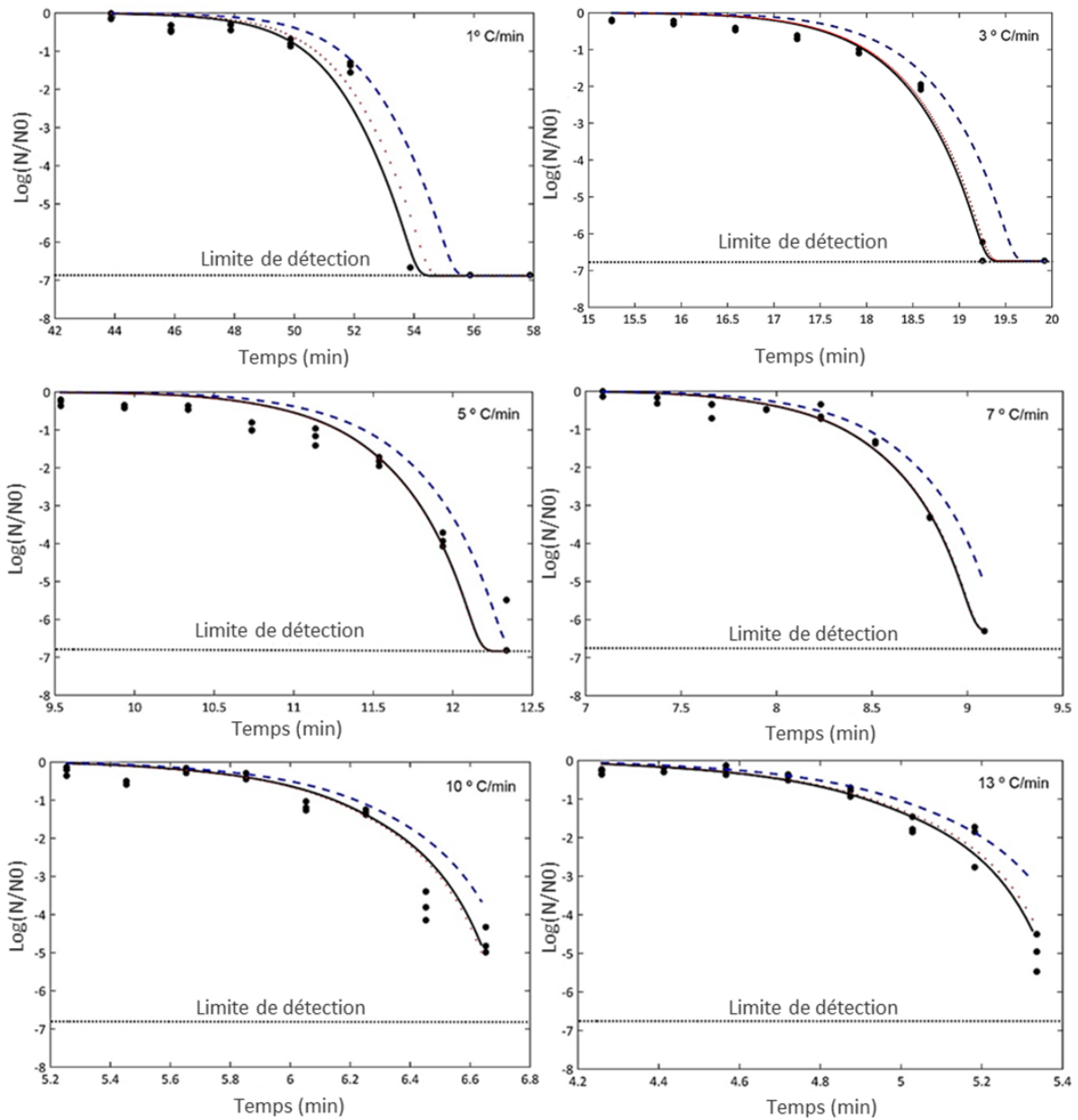


Figure 4.45 Courbes de la réduction logarithmique moyenne en volume d'*E. coli*. Légende : données expérimentales en triplicata représentées par les marqueurs noirs ; courbes d'inactivation microbienne simulées avec les paramètres : $D_{ref}=73$ s, $z=3,79$ °C et $T_{ref}=58$ °C, selon Smith *et al* (2001) et $C_c=0,23$ après Hamoud-Agha *et al* (2013) en ligne bleue discontinue ; D_{ref} estimée, $C_c=0$, $z=3,79$ et $T_{ref}=58$ °C avec marqueurs rouges et $D_{ref}=47$ s, $C_c=0$, $z=3,79$ et $T_{ref}=58$ °C pour la ligne continue noire.

La deuxième approche a consisté à estimer les paramètres du modèle en utilisant une méthode d'optimisation. Pour chaque paramètre estimé, l'intervalle de confiance à 95% a été calculé ainsi que le critère d'information d'Akaike simplifié (AIC*).

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Tout d'abord, les trois paramètres $C_c(0)$, D_{ref} et z ont été estimés en fixant la valeur de T_{ref} à 58 °C, tel que défini par Smith *et al.* (2001). Ce choix a été basé sur les résultats obtenus d'après Poschet *et al.* (2005). Dans leur étude, les auteurs ont montré que les incertitudes sur les estimations des valeurs de D_{ref} et z sont minimisées lorsque la valeur de T_{ref} est égale à la moyenne de la plage de température d'inactivation du microorganisme cible. Le $C_c(0)$ a été estimé avec une limite inférieure égale à zéro.

Les valeurs de ces trois paramètres estimés sont présentées dans le Tableau 4.14. D'après les résultats, les valeurs de $C_c(0)$ estimées ne sont pas significativement différentes de zéro, pour toutes les vitesses de chauffage étudiées. Par conséquent, le terme qui représente l'épaule dans le modèle de Geeraerd *et al.* (2000) devient nul et l'équation d'inactivation microbienne est réduite à une équation de premier ordre. Soit :

$$\frac{dN}{dt} = -k_{\max} N \quad (4.111)$$

Tableau 4.14 Valeurs estimées pour D_{ref} , z et $C_c(0)$, en fixant $T_{ref} = 58$ °C, écart-type des données expérimentales (σ^2), intervalle de confiance à 95% et critère d'information d'Akaike simplifié (AIC*).

Vitesse de chauffage (°C /min)	σ^2	D_{ref} (s)	Intervalle confiance D_{ref} (s)	z (°C)	Intervalle confiance z (°C)	$C_c(0)$	Intervalle confiance $C_c(0)$	AIC*
1	0,2	33,1	3,8	2,0	1,4	0	0,3	11,8
3	0,2	48,9	6,8	3,8	0,6	0	0,2	12,2
5	0,2	41,7	5,3	7,3	1,5	0,11	0,2	10,2
7	0,3	45,7	8,1	3,6	0,6	0,21	0,2	9,3
10	0,5	56,2	22,4	6,2	2,3	0,08	0,2	11,0
13	0,6	74,7	33,1	3,0	0,7	0,04	0,2	9,2

Ensuite, le couple D_{ref} et z a été estimé et les résultats sont présentés dans le Tableau 4.15. Notons que les valeurs d'AIC* calculées pour le modèle avec deux paramètres estimés (Tableau 4.15) sont inférieures à celles obtenues avec les trois paramètres estimés précédemment (Tableau 4.14). En d'autres termes, cela confirme que la simplification du modèle a permis un meilleur ajustement des paramètres sans dégrader la pertinence du modèle, voire en l'améliorant puisque les valeurs d'AIC ont diminué.

En ce qui concerne les intervalles de confiance, les valeurs d'incertitude pour D_{ref} augmentent à des vitesses de chauffage importantes, de 10 et 13 °C /min. La raison est

RÉSULTATS ET DISCUSSION

probablement liée à une importante hétérogénéité de température dans le volume d'échantillon traité dans le bain marie.

En analysant les résultats du paramètre z estimé tel qu'indiqué dans le Tableau 4.15, nous pouvons observer que la valeur 3,79 °C, d'après Smith *et al.*, 2001, est presque incluse dans l'intervalle de confiance, pour toutes les vitesses de chauffage étudiées. Nous adopterons donc la valeur z (3,79°C) pour la suite de l'étude.

Tableau 4.15 Valeurs estimées pour D_{ref} , et z , en fixant $T_{ref} = 58$ °C, écart-type des données expérimentales (σ^2), intervalle de confiance à 95% et critère d'information d'Akaike simplifié (AIC*).

Vitesse de chauffage (°C /min)	σ^2	D_{ref} (s)	Intervalle confiance D_{ref} (s)	z (°C)	Intervalle confiance z (°C)	AIC*
1	0,2	33,1	3,8	2,0	1,4	8,8
3	0,2	48,9	6,8	3,8	0,6	9,2
5	0,2	40,8	5,1	6,7	1,4	7,2
7	0,3	31,4	12,4	4,8	0,8	7,2
10	0,5	62,1	23,2	6,0	2,7	8,2
13	0,6	73,1	32,6	3,0	0,7	6,6

Une fois z choisi, on peut donc procéder à une nouvelle optimisation avec cette fois un seul degré de liberté : D_{ref} . Les résultats sont résumés dans le Tableau 4.16. Les intervalles de confiance à 95% pour D_{ref} sont largement réduits, en comparaison avec les données obtenues avec les estimations précédentes. Cependant, les valeurs restent encore significatives pour les vitesses de chauffage de 10 et 13 °C /min, soit 12,5 s et 8,8 s, respectivement (Tableau 4.16). Par rapport aux valeurs du critère d'information d'Akaike, les données sont assez semblables ou inférieures à celles obtenues dans l'estimation à deux paramètres (Tableau 4.15).

Tableau 4.16 Valeurs estimées pour D_{ref} , en fixant $z=3,79$ °C et $T_{ref} = 58$ °C, écart-type des données expérimentales (σ^2), intervalle de confiance à 95% et critère d'information d'Akaike simplifié (AIC*).

Vitesse de chauffage (°C /min)	σ^2	D_{ref} (s)	Intervalle confiance D_{ref} (s)	AIC*
1	0,2	40,1	0,03	9,0
3	0,2	47,5	0,4	6,2
5	0,2	50,0	0,6	8,2
7	0,3	50,0	0,5	3,6

RÉSULTATS ET DISCUSSION

10	0,5	50,1	12,5	6,8
13	0,6	46,7	8,8	3,6

De plus, les valeurs de D_{ref} restent dans le même ordre de grandeur, pour tous les traitements (Tableau 4.16). Finalement, les résultats suggèrent que l'unique estimation de D_{ref} est suffisante pour ajuster les données expérimentales, sans dégrader la précision du modèle. Par conséquent, la moyenne des valeurs de D_{ref} estimées, donc D_{ref} égal à 47 s, a été utilisée pour prédire l'inactivation microbienne. En effet, pour les valeurs de D_{ref} comprises entre 40 et 50 s, le fait de considérer une valeur unique cas fixée à 47 s, n'affecte pas significativement la prédiction de l'inactivation microbienne selon les différentes conditions de chauffage.

Le résumé de ces résultats est illustré graphiquement dans la Figure 4.45 précédente. Les courbes modélisées avec D_{ref} estimé pour chaque vitesse de chauffage sont représentées par des marqueurs rouges. L'inactivation microbienne modélisée à partir des paramètres indépendants des vitesses de chauffage ($D_{ref} = 47$ s, $z = 3,79$ °C et $T_{ref} = 58$ °C) est présentée par la ligne continue noire. Ces deux approches de modélisation ont conduit à des résultats très proches car les deux courbes se superposent dans l'ensemble.

Pour conclure, les résultats révèlent que l'inactivation microbienne d'*E. coli* dans des conditions dynamiques de température peut être modélisée à partir d'une équation de premier ordre, avec k_{max} en fonction de la température (équation de Bigelow (1921)). Ce modèle est capable de s'adapter aux données expérimentales obtenues dans des conditions dynamiques de température et avec de forts écarts de température (>15 °C pour le traitement à 13 °C /min). Mais ceci, à condition que les hétérogénéités de températures dans le volume d'échantillon soient considérées dans le modèle thermique prévisionnel. Ainsi, des valeurs constantes pour les paramètres T_{ref} , z et D_{ref} peuvent être adoptées pour toutes les vitesses de chauffage dans la plage de 1 à 13 °C /min. De plus, les valeurs de T_{ref} et z citées dans la littérature par Smith *et al.* (2001) ont été utilisées, en nécessitant uniquement un ajustement de D_{ref} pour prédire correctement la cinétique d'inactivation.

4.5. Validation de la modélisation du champ électromagnétique couplé au transfert de chaleur au cours du procédé de chauffage par micro-ondes³

Cette étude a pour but la modélisation d'une cavité adaptée dans un guide d'ondes rectangulaire, où une onde stationnaire en mode TE₁₀ se propage à la fréquence de 2,45 GHz. Pour ceci, une étude de la conception de la cavité a été réalisée et les influences des propriétés diélectriques des matériaux en quartz, Téflon[®] et polystyrène sur la distribution du champ électrique et de la température ont été mises en évidence. Quatre cas ont été envisagés.

Nous nous sommes inspirés des modèles précédents développés au laboratoire. Hamoud-Agha, 2013 et Kubo, 2018 ont modélisé une cavité micro-ondes, où une onde progressive se propage à la même fréquence et au même mode que dans cette étude. Brièvement, la cavité simulée était constituée d'un port rectangulaire actif, d'un produit à traiter et d'un port de sortie parfaitement absorbant (charge à eau). Cependant, dans notre étude, nous sommes contraints de modéliser une onde stationnaire car les deux extrémités, inférieure et supérieure, du guide d'ondes sont fermées par une plaque métallique. Dans ce but, nous avons décidé de modéliser non seulement la cavité d'application, mais tout l'ensemble du guide d'ondes. Pitchai *et al.* (2014) ont démontré l'importance de modéliser toutes les caractéristiques géométriques de la cavité micro-ondes comme par exemple le plateau tournant dans un four micro-ondes domestique.

Ainsi, nous avons choisi de modéliser une géométrie selon la configuration expérimentale de l'équipement, en considérant toutes les dimensions réelles des équipements composants le guide d'ondes (antenne, adaptateur d'impédance, fenêtres quartz, piston de court-circuit). Notons qu'une condition aux limites de perte de puissance par impédance a été imposée aux parois du guide d'ondes pour modéliser les pertes par effet Joule dans le guide composé d'aluminium. Cette condition remplace la condition de conducteur électrique parfait habituellement utilisée dans les études précédentes.

Dans cette conceptualisation, la transmission du signal micro-ondes ne peut plus être modélisée simplement par un port actif rectangulaire car la forme du champ électrique est *a priori* inconnue dans le guide d'ondes. C'est pourquoi une antenne a été modélisée pour se rapprocher au mieux des conditions réelles. Comme présenté dans la Figure 4.46, l'antenne à

³ Une partie du contenu présenté dans cette partie a été publiée en (Albuquerque, Curet, & Boillereaux, 2019b)b.

l'intérieur du guide est connectée à un câble coaxial. Le modèle a conservé les mêmes similarités géométriques, où un port coaxial actif transmet les micro-ondes au sein du guide via l'antenne. Ce port est modélisé par deux cercles concentriques d'un matériau à base d'aluminium avec la présence d'un matériau diélectrique dans la zone annulaire ($\epsilon' = 0$ et $\epsilon'' = 2,2$).

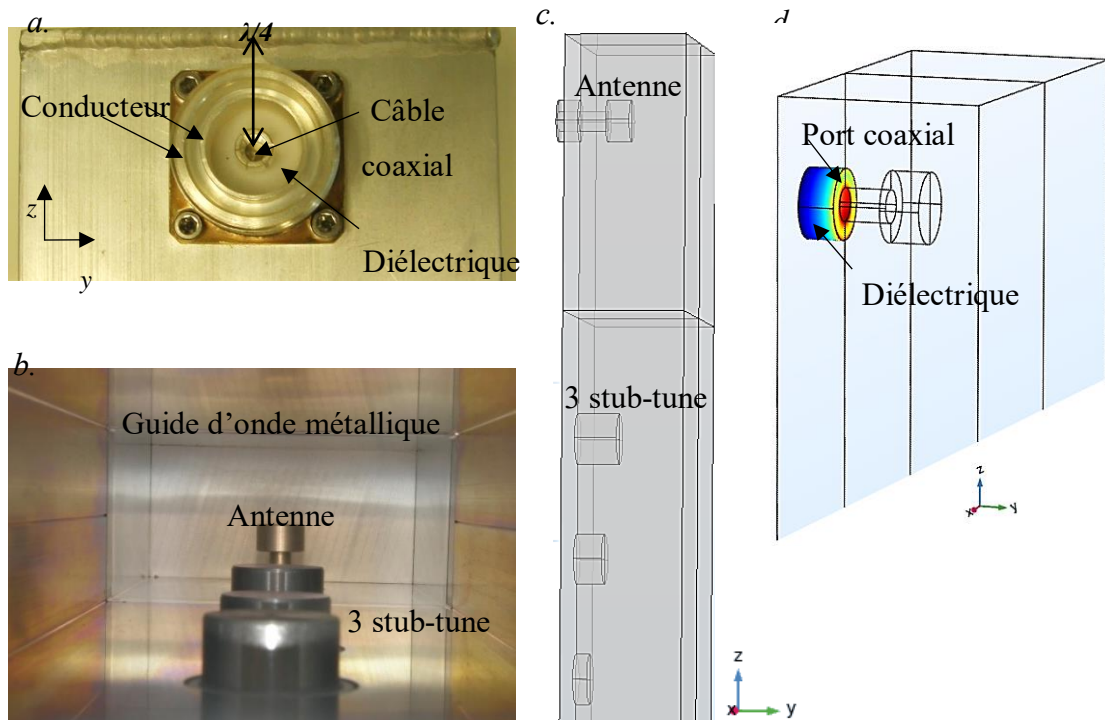


Figure 4.46 Représentation de l'antenne selon différentes vues d'après le dispositif expérimental (a-b) et la géométrie simulée (c-d).

Un autre paramètre important à prendre en compte est le positionnement de l'antenne dans le guide d'ondes. Bandici, Leuca and Palade (2009) ont investigué quelques aspects concernant l'optimisation de la propagation du champ électromagnétique dans des fours micro-ondes. Quatre designs ont été étudiés, en changeant la position du guide de transmission d'ondes (analogue à l'antenne). Ils en ont conclu que la position de l'antenne influence directement la distribution du champ électromagnétique à l'intérieur de la cavité. Dans notre modèle, la distance entre le centre de l'antenne et l'extrémité supérieure du guide a été mesurée sur l'équipement (Figure 4.46). La valeur correspond exactement à un quart de la longueur d'onde guidée dans la cavité remplie d'air, soit 43,25 mm.

Lorsque la transmission des micro-ondes est réalisée par une antenne, un paramètre non-négligeable est le facteur de réflexion. Autrement dit, il faut prendre en considération la fraction

de puissance réfléchi par l'antenne. Ce paramètre est sensible à la longueur de la cavité, mais aussi aux réglages des vis d'adaptation (stub-tuner) et aux propriétés diélectriques des matériaux présents dans la cavité (Nowakowska & Mizeraczyk, 2008). Dans l'expérience, la puissance minimale réfléchi pouvant être détectée par l'équipement de mesure est égale à 9W.

Dans le même esprit, lors de la transmission de l'énergie micro-ondes, une perte de puissance de 10% prenant en compte les pertes dans la ligne de transmission et les connecteurs électriques a été considérée sur la base de la puissance incidente réelle délivrée par le générateur. Cette hypothèse est fondée sur les résultats obtenus par Pitchai *et al.* (2012). De plus, dans la modélisation de l'antenne, une perte additionnelle de 6% a été considérée. Ce pourcentage est basé sur des données détectées expérimentalement lors de la caractérisation du paramètre S11 de l'antenne avec l'analyseur de réseau vectoriel. Au final, sur les 22 W de puissance incidente, la puissance délivrée par l'antenne est de 18,6 W dans la modélisation.

Un autre détail qui mérite d'être expliqué est l'utilisation d'eau circulant dans un tube transversal au sein du guide d'ondes. En effet, la plage de puissance réglable dans l'équipement micro-ondes varie entre 9 et 450 W. Cependant, au vu des faibles masses d'échantillon traitées (200 mg et 5 g de viande) au regard de la puissance micro-ondes disponible, il a fallu envisager un autre matériau diélectrique. Ainsi, l'eau absorbe l'excédent d'énergie et a rendu possible le réglage des profils de température souhaités pendant les traitements thermiques sous micro-ondes. Ainsi, grâce à ce montage, l'eau à une température constante de 20 °C et un débit de 305 L/h circule à l'intérieur d'un tube quartz de diamètre 6 mm traversant le grand côté du guide (*a*). Du fait du débit important dans le tube, l'eau s'échauffe très peu et les variations des propriétés diélectriques de l'eau avec la température n'interfèrent pas sur l'adaptation d'impédance dans la cavité pendant le processus de chauffage.

Ce tube rempli d'eau en écoulement permet l'absorption, mais aussi la transmission et la réflexion de l'onde. Au final, une onde stationnaire peut se propager. Au contraire, dans un système avec une simple charge à eau, toute l'énergie micro-ondes est absorbée de telle sorte qu'une onde progressive se propage dans le guide. La charge à eau est alors installée dans l'extrémité inférieure du guide avec un tube quartz traversant le petit côté (*b*) du guide d'ondes. Ce système est normalement modélisé par un port rectangulaire inactivé (Hamoud-Agha *et al.*, 2013; Kubo, 2018).

À la suite de cette brève introduction, il est important aussi d'expliquer la démarche de modélisation. Comme cela a été mentionné par Pitchai *et al.* (2014), la simulation numérique

de modèles couplant l'électromagnétisme et le transfert de chaleur en 3D en instationnaire nécessite beaucoup de ressources informatiques. Par exemple, après validation de la conception de la cavité, une simulation du champ électromagnétique couplé au transfert de chaleur a été effectuée, en considérant la constante diélectrique de la viande hachée variable avec la température. Cette approche a entraîné un temps de calcul important, soit 1 h et 20 min et 50 s. C'est pourquoi, une seconde approche basée sur une simulation en deux étapes a été réalisée : tout d'abord la modélisation du champ électromagnétique et ensuite la modélisation du transfert de chaleur. Cette approche a été choisie pour trouver le meilleur compromis entre le temps de calcul (7 min et 10 s) et la précision des résultats. Cependant cette approche suppose que les propriétés diélectriques du produit soient considérées indépendantes de la température. Les résultats obtenus selon chaque approche de modélisation sont discutés dans ce chapitre.

La validation de la modélisation du guide d'ondes a été effectuée en comparant les profils de température dans 5 g d'échantillon de viande et ceux obtenus expérimentalement. Deux points géométriques en 3D positionnés dans la viande hachée ont été pris en compte.

Récapitulons les quatre cas étudiés. En premier, le guide d'ondes est modélisé avec antenne, l'échantillon de viande, le tube traversant rempli d'eau et le piston de court-circuit (cas 1). Du fait de la nécessité de minimiser la puissance réfléchie dans la cavité, une vis déplacée de 10 mm dans le guide a été considérée (réglage expérimental) et a été ajoutée au modèle précédent (cas 2). Étant donné que la vis n'était pas suffisante pour réduire le facteur de réflexion, les propriétés diélectriques des matériaux en quartz ont été prises en charge (cas 3). Le modèle étant devenu complexe, les propriétés diélectriques des matériaux en polystyrène et en Téflon® ont été aussi incorporées, étant donné qu'ils remplissaient une partie importante de la cavité (cas 4). Les résultats détaillés obtenus pour chaque cas modélisé sont discutés ci-après.

Tout d'abord, un bilan de puissance a été effectué et les résultats sont synthétisés dans le Tableau 4.17. En résumé, la puissance délivrée par l'antenne a été considérée de 18,6 W pour les quatre cas. De cette puissance, une fraction a été réfléchie par l'antenne et l'autre a été absorbée par les matériaux (P_{abs}). Une perte de puissance due à l'impédance des parois du guide d'onde métallique a été également calculée.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Tableau 4.17. Bilan de puissance pour chaque cas de guide d'ondes simulé.

Cas	Facteur de réflexion (%)	P_{abs} (W) viande	P_{abs} (W) eau	P_{abs} (W) Matériaux*	Pertes par impédance (W)
1	65,0	12,1	3,4	3,0	0,1
2	50,8	9,4	4,8	4,2	0,2
3	28,8	5,3	2,5	10,7	0,005
4	8,5	1,6	3,8	13,1	0,01

*Matériaux en quartz, Téflon® et polystyrène.

D'après les données présentées dans le Tableau 4.17, on peut noter que dans le premier cas, le dispositif n'est pas du tout adapté, car un facteur de réflexion de 65% a été obtenu. En d'autres termes, sur les 18,6 W délivrés, 12,1 W ont été réfléchis vers l'antenne. Dans le cas 2, où une vis d'adaptation a été modélisée, le facteur de réflexion a été légèrement réduit, mais il reste encore important (50,8%).

L'incorporation dans le modèle des propriétés diélectriques du quartz, Téflon® et polystyrène a permis de réduire la puissance réfléchie comme dans les conditions expérimentales. Dans le cas 4, une réduction significative du facteur de réflexion a été obtenue. Soit, 1,6 W contre 12,1 W dans le premier cas. Cette valeur est en accord avec les contraintes expérimentales de mesure de la puissance réfléchie sur le générateur micro-ondes (≥ 9 W).

L'absorption d'énergie par le quartz, le polystyrène et le Téflon® (0,01 W dans l'ensemble) sont négligeables en raison de leur très faible facteur de pertes diélectriques. De ce fait, ils sont considérés dans la littérature comme des matériaux transparents aux micro-ondes. Néanmoins, ces matériaux ont des constantes diélectriques non négligeables (Tableau 4.12). Ainsi, ils sont capables de polariser le champ électrique à l'intérieur du guide d'ondes comme l'illustre la Figure 4.47. Au niveau des fenêtres quartz, le champ électrique est nul à proximité des parois du guide (b) et maximal au centre (3140 V/m). Ce type de distribution du champ est caractéristique du mode de propagation fondamental TE₁₀. Le bloc en polystyrène et la plaque en Téflon® remplissent également la section du guide. Ils présentent une distribution du champ similaire à la fenêtre en quartz. Par contre, on peut noter qu'une légère modification sur la géométrie de la plaque de Téflon® intensifie le champ électrique sur cette région (3810 V/m). Sur le tube en quartz, où l'eau ($d = 6$ mm) circule, le champ électrique est maximal au niveau de certaines zones concentriques.

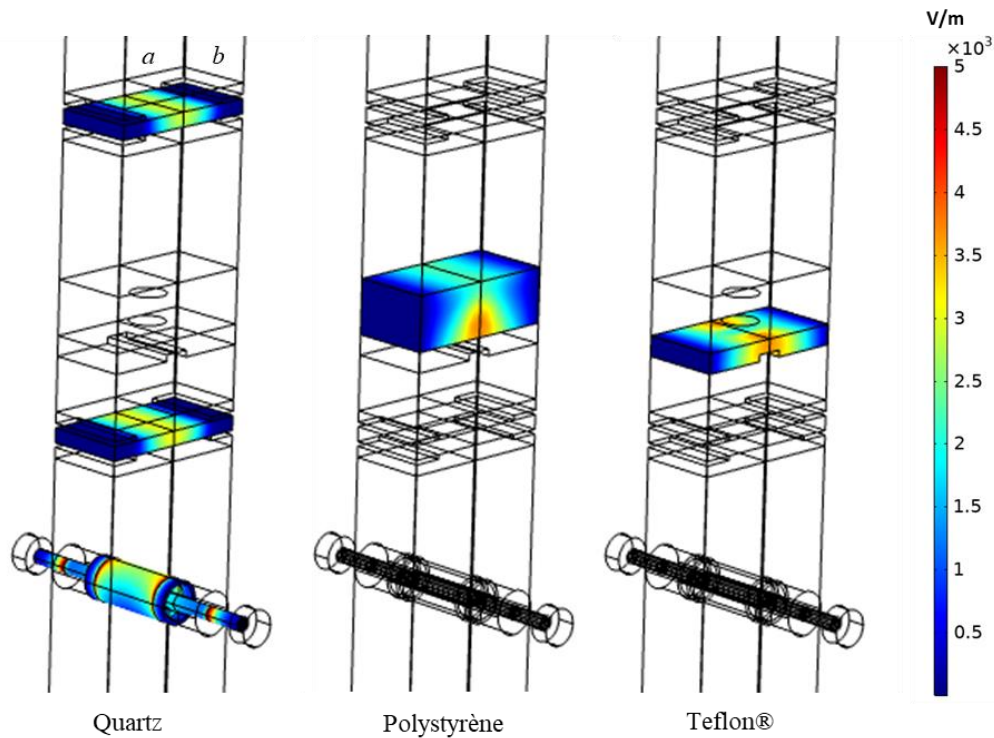


Figure 4.47 Simulation en 3D de la distribution du champ électrique dans les matériaux en quartz, polystyrène et Teflon®.

Désormais, en observant la forme globale de la distribution du champ électrique dans le guide, on aperçoit une similarité pour tous les cas, mais avec différents niveaux d'intensités des champs électriques (Figure 4.48-a). Cette explication est visualisée dans la Figure 4.48-b, où l'onde se propage sur une ligne située au centre géométrique du guide. La direction de propagation va de l'antenne (représentée par un carré rose), vers le piston de court-circuit (carré noir), soit, du côté droit du graphique vers la gauche (Figure 4.48-b).

Pour les quatre cas modélisés, l'onde incidente est superposée à l'onde réfléchie, ce qui conduit à une onde stationnaire. L'amplitude de l'onde varie notamment selon les perturbations produites par les matériaux diélectriques à l'intérieur du guide. Par exemple, dans les deux premiers cas, un champ électrique maximal est observé à la hauteur de l'antenne (8 820 V /m pour le cas 1 et 9 290 V /m pour le cas 2). Ensuite, concernant la mesure de l'onde se propageant dans la direction z du guide, l'intensité du champ a diminué graduellement, jusqu'à devenir presque nulle après le tube transversal rempli d'eau. L'effet de l'insertion d'une vis d'adaptation à l'intérieur du guide a provoqué une intensification immédiate du champ électrique en aval de la vis, comme on peut le noter dans la représentation du cas 2 (Figure 4.48).

La prise en compte des valeurs des propriétés diélectriques des matériaux en quartz dans le modèle (cas 3) a réduit l'intensité globale du champ électrique propagé dans le guide d'onde (5 000 V /m maximal). Dans le cas 4, où les propriétés diélectriques du bloc de polystyrène et de la plaque en Teflon[®] ont été prises en compte dans la modélisation, une intensification du champ électrique se produit dans la cavité d'application, ceci est dû la capacité de ces matériaux à polariser le champ électrique.

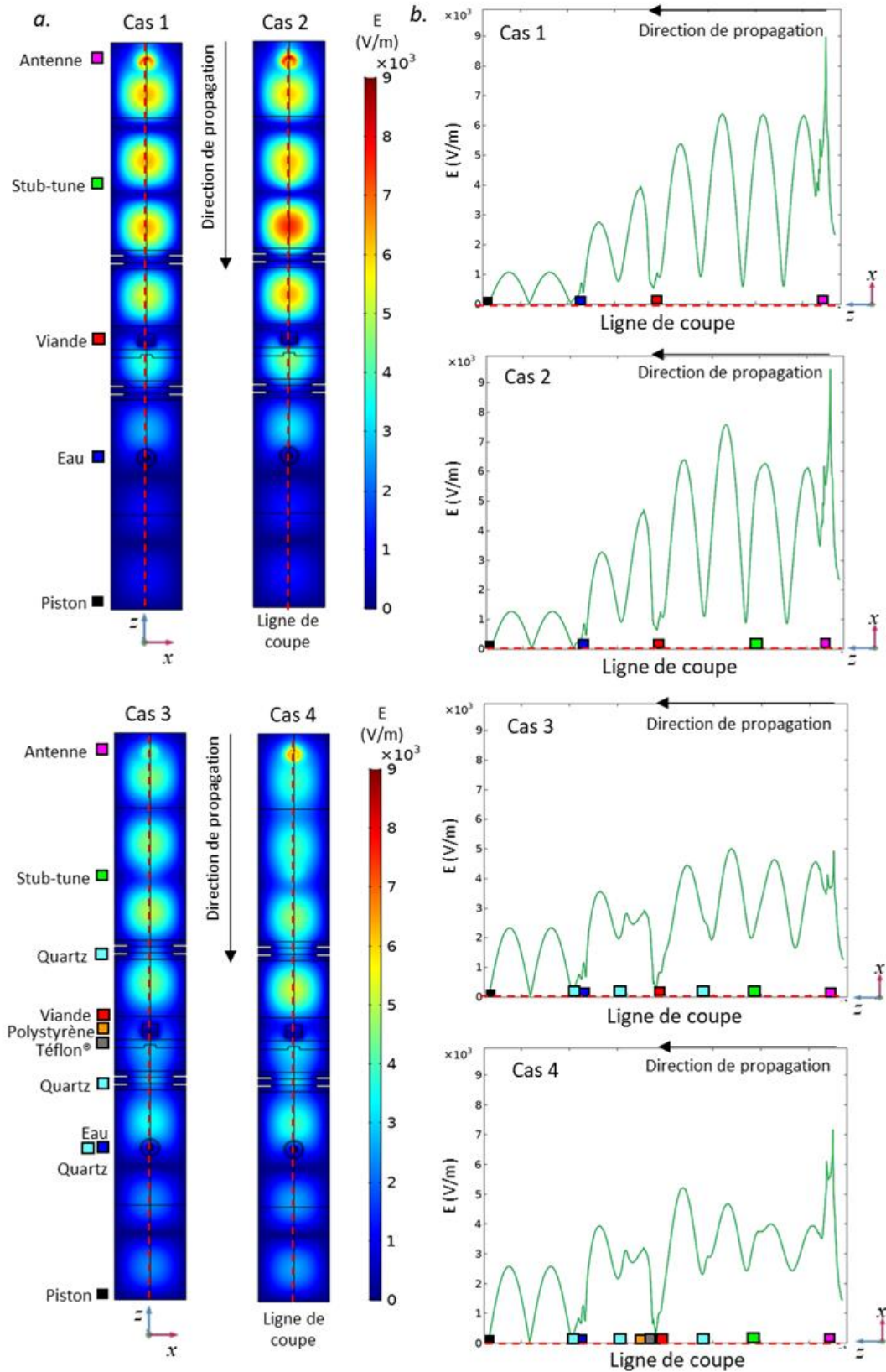


Figure 4.48 Distribution du champ électrique à l'intérieur du guide (a) et représentation de la propagation d'une onde stationnaire sur une ligne de coupe centrale (b).

Il convient de souligner aussi que l'échantillon de viande et le tube traversant rempli d'eau sont toujours situés dans le minimum du champ électrique, pour tous les cas simulés (Figure 4.48). Ces résultats suggèrent que la distribution du champ électrique dans le guide d'onde est fortement influencée par la longueur de la cavité. Ces résultats sont en accord avec Nowakowska and Mizeraczyk (2008).

La Figure 4.49 illustre plus en détail la distribution du champ électrique dans ces deux milieux diélectriques. Une distribution hétérogène est observée sur la surface cylindrique d'échantillon de viande avec des valeurs qui varient de 16,9 à 1050 V /m. La région où le champ électrique est maximal est située sur la surface supérieure du cylindre, mais des concentrations de champ électrique importantes sont observées également sur quelques zones latérales. Au niveau du tube quartz, l'eau s'écoule à la fois dans le cylindre de 6 mm de diamètre interne mais aussi dans des sections circulaires plus importantes au niveau des deux extrémités du tube. Dans ces conditions, l'onde se propage dans l'eau et quand elle se réfléchit elle forme un champ électrique symétrique maximal situé en dehors du guide, comme on l'observe dans la Figure 4.49-*b*.

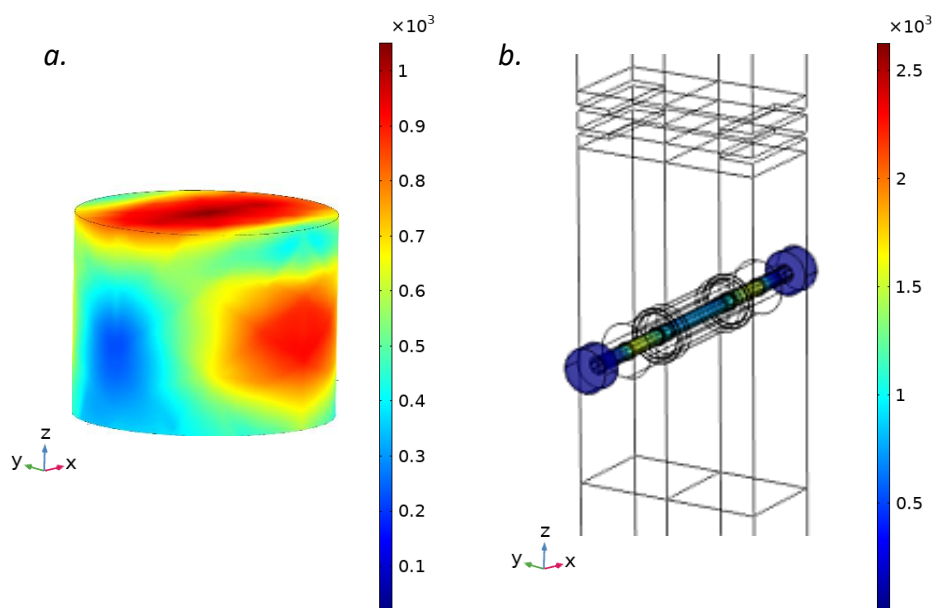


Figure 4.49 Distribution du champ électrique sur l'échantillon de viande (a) et eau (b).

Néanmoins, comme la distribution du champ électrique dans la cavité ne peut pas être validée expérimentalement, une étude thermique devient indispensable pour comprendre les phénomènes physiques couplés relatifs aux procédés de chauffage par micro-ondes. Ainsi, à partir du modèle de propagation d'onde électromagnétique, un terme source a été calculé et

intégré dans le modèle de transfert de chaleur. Les résultats thermiques sont présentés par la suite.

La distribution de température dans l'échantillon a été évaluée en considérant un processus de chauffage par micro-ondes à une puissance constante de 18,6 W pendant 131 secondes. La simulation numérique en 3D de 5 g de viande a indiqué clairement que le processus de chauffage est très hétérogène dans le volume de l'échantillon. La température, minimale et maximale, simulée au sein d'échantillon pour chaque cas, ainsi que les écarts de température sont indiqués dans le Tableau 4.18. Dans tous les exemples, un important écart de température (supérieur à 24 °C) a été détecté. Ces résultats sont illustrés dans la Figure 4.50.

Tableau 4.18 Températures minimale (T_{min}) et maximale (T_{max}) simulées dans le volume d'échantillon, pour chaque cas étudié et écarts de température min-max.

Cas	T_{min} (°C)	T_{max} (°C)	Écart ($T_{max} - T_{min}$) (°C)
1	25,3	60,1	34,8
2	28,0	76,9	48,9
3	25,4	49,9	24,5
4	29,9	65,7	35,8

Selon la Figure 4.50, des zones chaudes et froides dans l'échantillon sont notables. Pour tous les exemples, un point chaud se trouve au centre de la surface supérieure du cylindre de viande et un point froid dans la partie inférieure de l'échantillon. Ce profil de distribution de température est lié à la forme du champ électrique dans l'échantillon (voir Figure 4.49-a).

Spécifiquement dans le deuxième cas, où l'insertion de la vis d'adaptation a entraîné une intensification du champ électrique dans la cavité, l'échantillon a absorbé le plus de puissance micro-ondes (4,8 W, Tableau 4.17). Cependant, l'énergie n'est pas répartie uniformément dans le volume du produit, ce qui génère un écart de température élevé (48,9 °C). Au contraire, dans le troisième cas, à cause de la polarisation du champ électrique par le quartz, une distribution plus homogène et moins intense d'énergie dans le guide se produit. Par conséquent, le produit a absorbé moins de puissance micro-ondes (2,5 W) et un écart de température moins important a été détecté (24,5 °C).

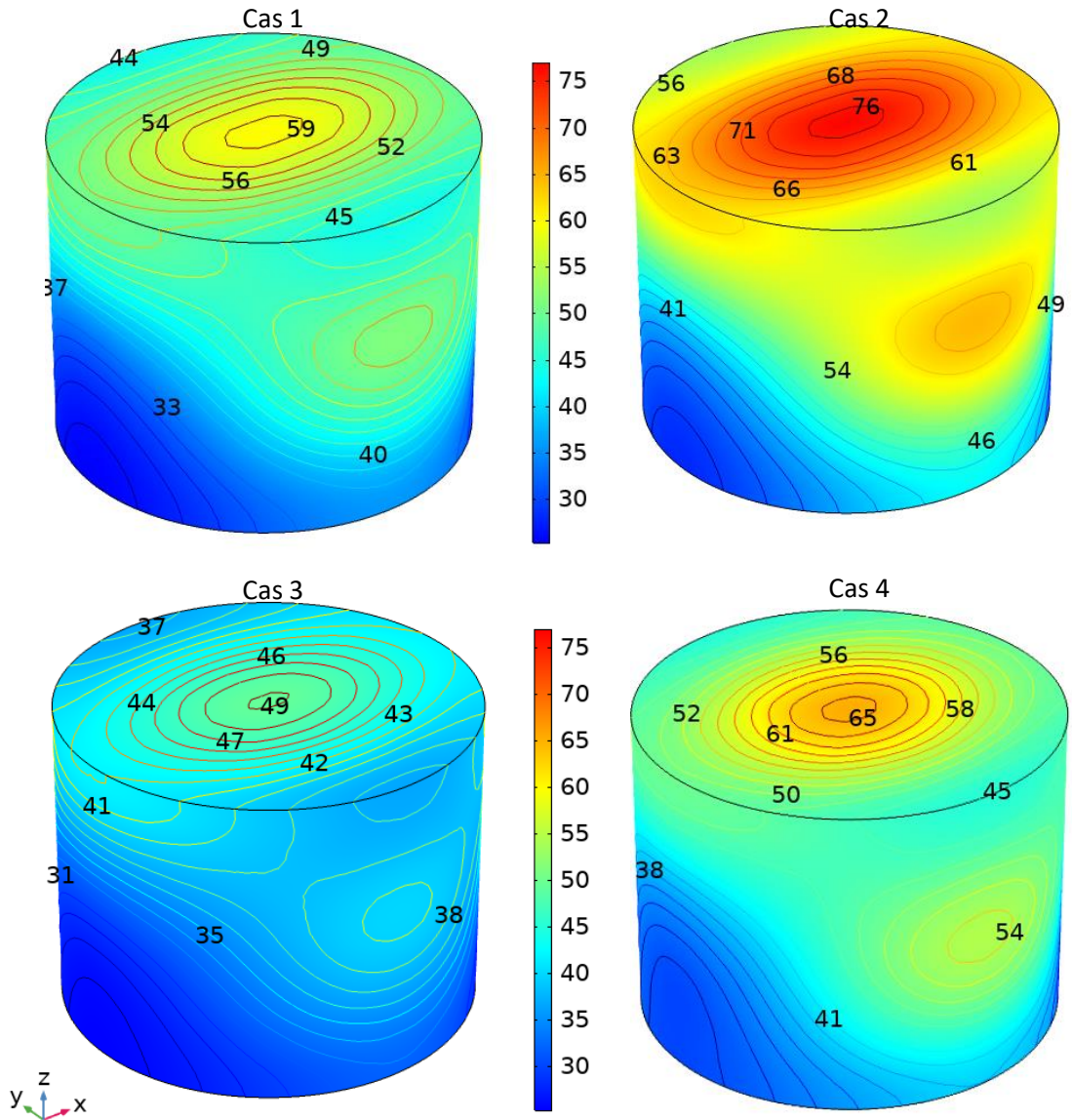


Figure 4.50 Distribution en 3D de la température au sein d'un échantillon de 5 g de viande hachée, pour chaque cas simulé après 131 s de traitement thermique.

Pour valider le modèle multiphysique en 3D, les mesures expérimentales de la température à deux endroits dans le produit ont été comparées avec des températures simulées. Les résultats sont schématisés dans la Figure 4.51. Brièvement, pour les cas 1 et 2, les températures mesurées expérimentalement ont été supérieures à celles simulées. Le scénario est inverse pour le troisième exemple. Pour le quatrième cas, où tous les détails de la géométrie du guide et les propriétés diélectriques des matériaux sont pris en compte, on obtient un très bon accord entre les valeurs de températures expérimentales et les valeurs simulées.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

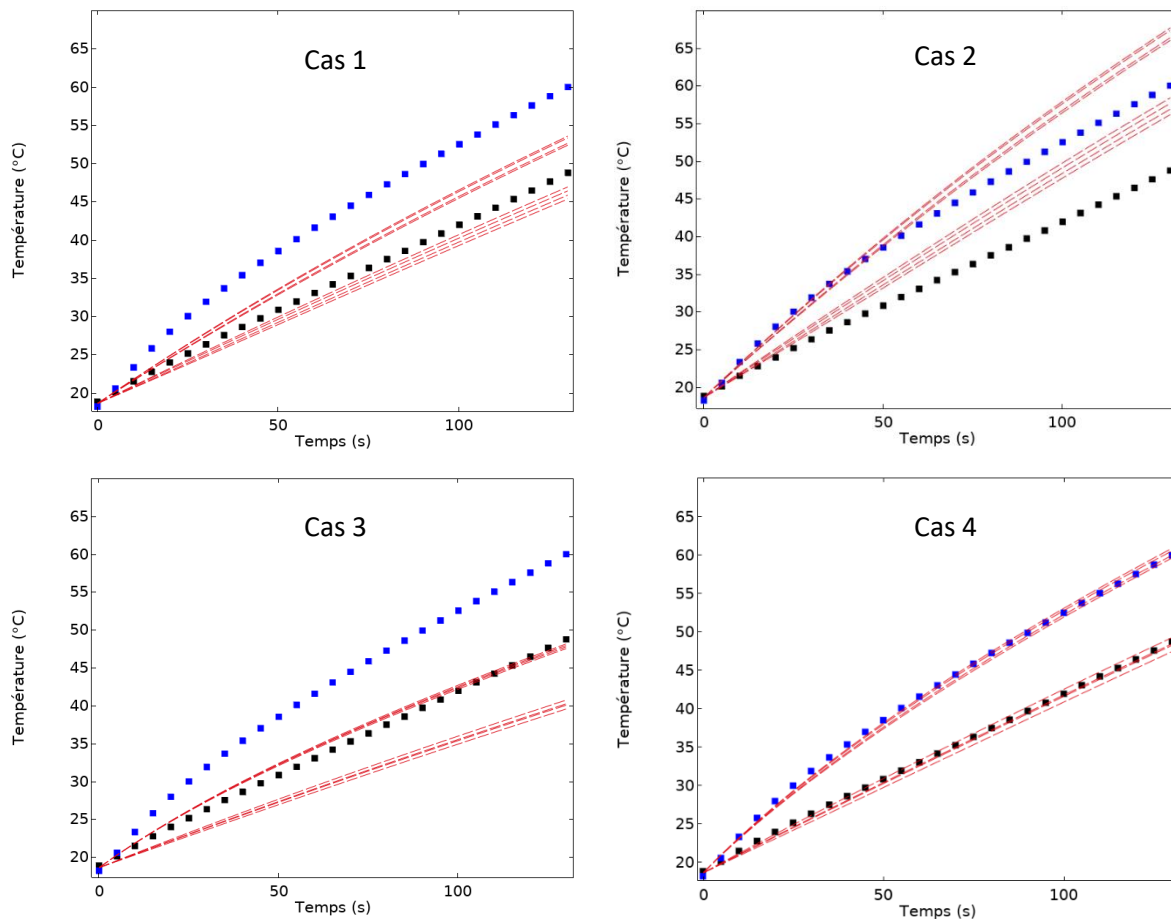


Figure 4.51 Profils de température sur deux points de mesure dans le volume d'un échantillon cylindrique de 5 g de viande obtenus par expérience et simulation numérique.

Après validation du modèle, il semble important de comparer deux approches de résolution. Si l'on considère que la constante diélectrique de la viande est dépendante de la température, on est en présence d'un couplage fort entre électromagnétisme et transfert de chaleur, nécessitant une résolution simultanée (ou en une étape) des deux phénomènes. *A contrario*, si l'on peut considérer que la constante diélectrique est constante avec la température, il sera possible de résoudre dans un premier temps les équations de Maxwell et ensuite les phénomènes de transfert de chaleur, que nous appellerons par la suite résolution en deux étapes. Soulignons que les deux approches ont été réalisées sur la quatrième configuration du guide d'ondes.

Dans la Figure 4.52, nous pouvons observer qu'il n'existe pas de différences notables sur la distribution du champ électrique dans la cavité, selon l'approche de résolution employée. En une étape, les champs, maximal et minimal, obtenus ont été respectivement de $7\ 010$ et $1,09\ 10^{-4}$ V/m, contre $7\ 110$ et $1,06\ 10^{-4}$ V/m pour la démarche en deux étapes.

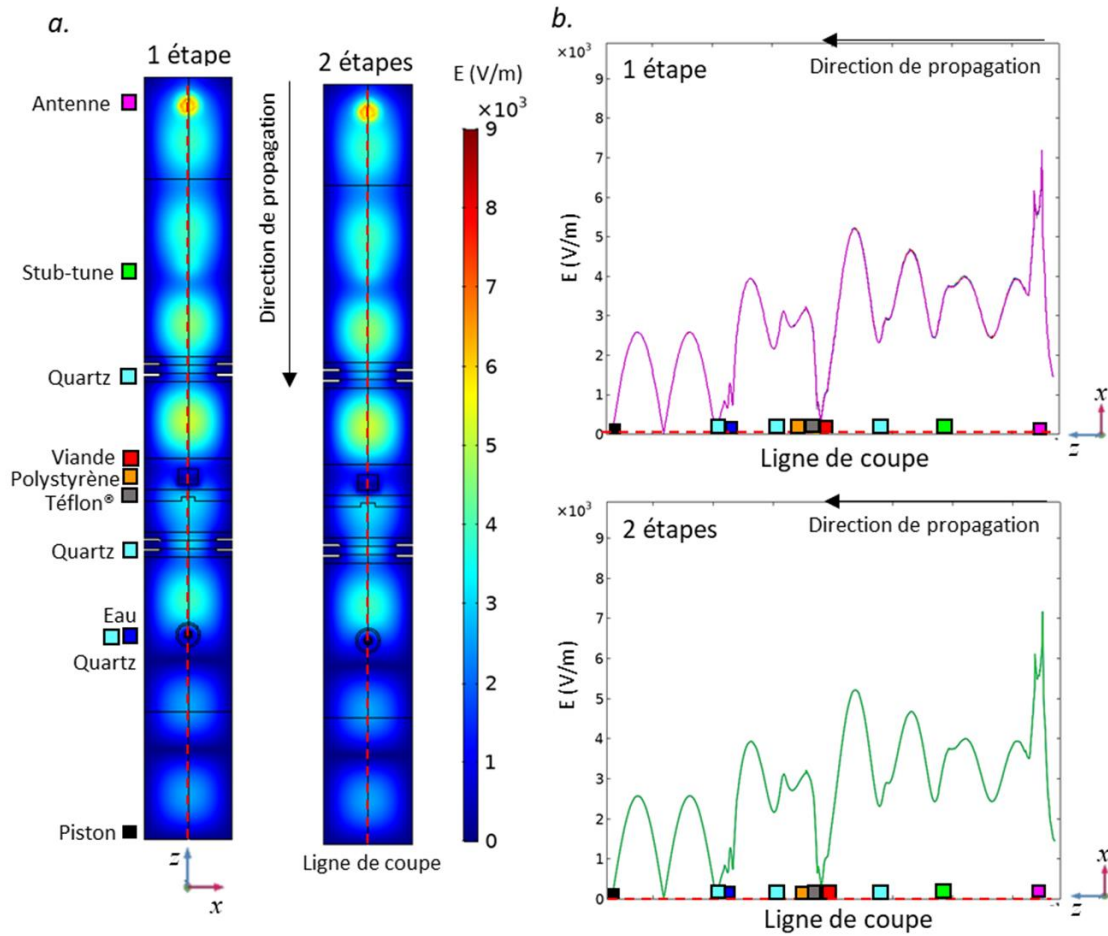


Figure 4.52 *a.* Distribution du champ électrique dans le guide (*a*) et représentation de propagation d'ondes sur une ligne centrale de coupe (*b*) dans le quatrième cas simulé, selon l'approche de résolution : une étape (dans l'instant final) ou deux étapes.

En analysant les données thermiques (Figure 4.53), la distribution de température au sein de l'échantillon est similaire pour les deux approches. Les zones chaudes et froides sont localisées dans le produit dans les mêmes régions. La différence entre la température ponctuelle maximale ($66,4\text{ }^{\circ}\text{C}$ – 1 étape et $65,7\text{ }^{\circ}\text{C}$ -2 étapes) et minimale ($29,7\text{ }^{\circ}\text{C}$ – 1 étape et $29,9\text{ }^{\circ}\text{C}$ - 2 étapes) est de moins de $1\text{ }^{\circ}\text{C}$. De plus, la température simulée pour les deux points mesurés dans le produit est en accord avec les valeurs expérimentales obtenues.

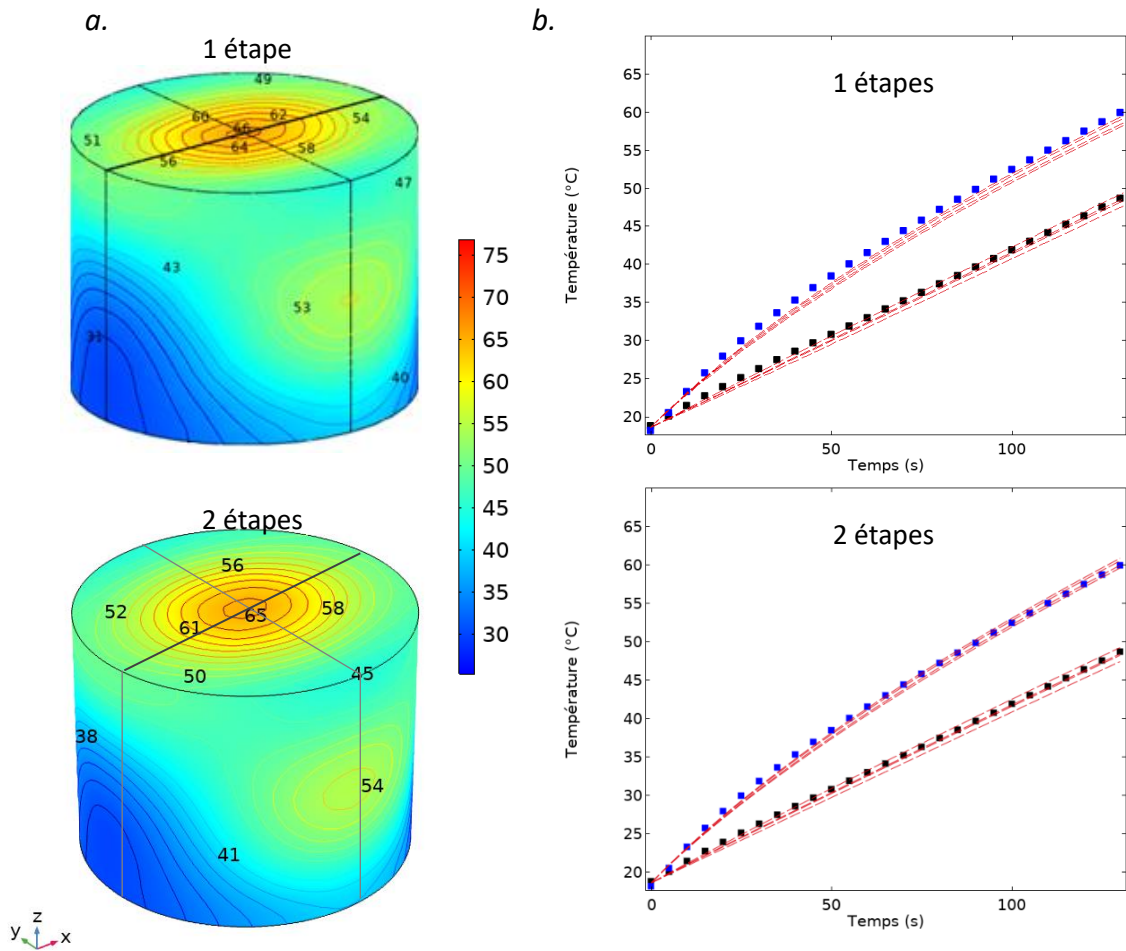


Figure 4.53 Simulation de la distribution de la température dans le volume d'échantillon de 5 g de viande après 131 s de traitement thermique (a) et profil de température obtenus expérimentalement et par simulation sur deux points de mesure dans le volume du produit (b).

En conclusion, ces résultats démontrent que la décroissance de la valeur de la constante diélectrique de la viande en fonction de la température n'interfère pas sur la distribution du champ électrique dans la cavité, ni au sein de l'échantillon. Donc, le profil de température obtenu dans les deux approches est similaire. Enfin, la résolution en deux étapes a montré sa performance par rapport à l'approche en une étape, étant donné que la vitesse de calcul a été 13,5 fois plus rapide que pour le modèle couplé.

4.6. Modélisation de l'inactivation microbienne lors d'un traitement thermique par micro-ondes

4.6.1. Étude des approches de modélisation

Pour les traitements thermiques micro-ondes, des rampes linéaires de températures de 7, 10 et 13 °C /min ont été imposées au système. Pour ce faire, la puissance incidente du générateur micro-ondes a été contrôlée par un régulateur PID de manière à suivre la trajectoire de température imposée à partir d'une mesure thermique ponctuelle dans l'échantillon de viande hachée. Les données expérimentales sont présentées dans la Figure 4.54. Notons que, pour les trois vitesses de chauffage étudiées, un bon accord entre la consigne (ligne pointillée noire) et la température mesurée au centre géométrique de l'échantillon (ligne rouge) a été constaté, grâce à la modulation de la puissance micro-ondes incidente (ligne pointillée grise). Une fois la température cible atteinte, le produit a été refroidi par injection d'air froid. L'efficacité du processus de refroidissement peut être observée par la chute de température juste après l'arrêt de la génération micro-ondes.

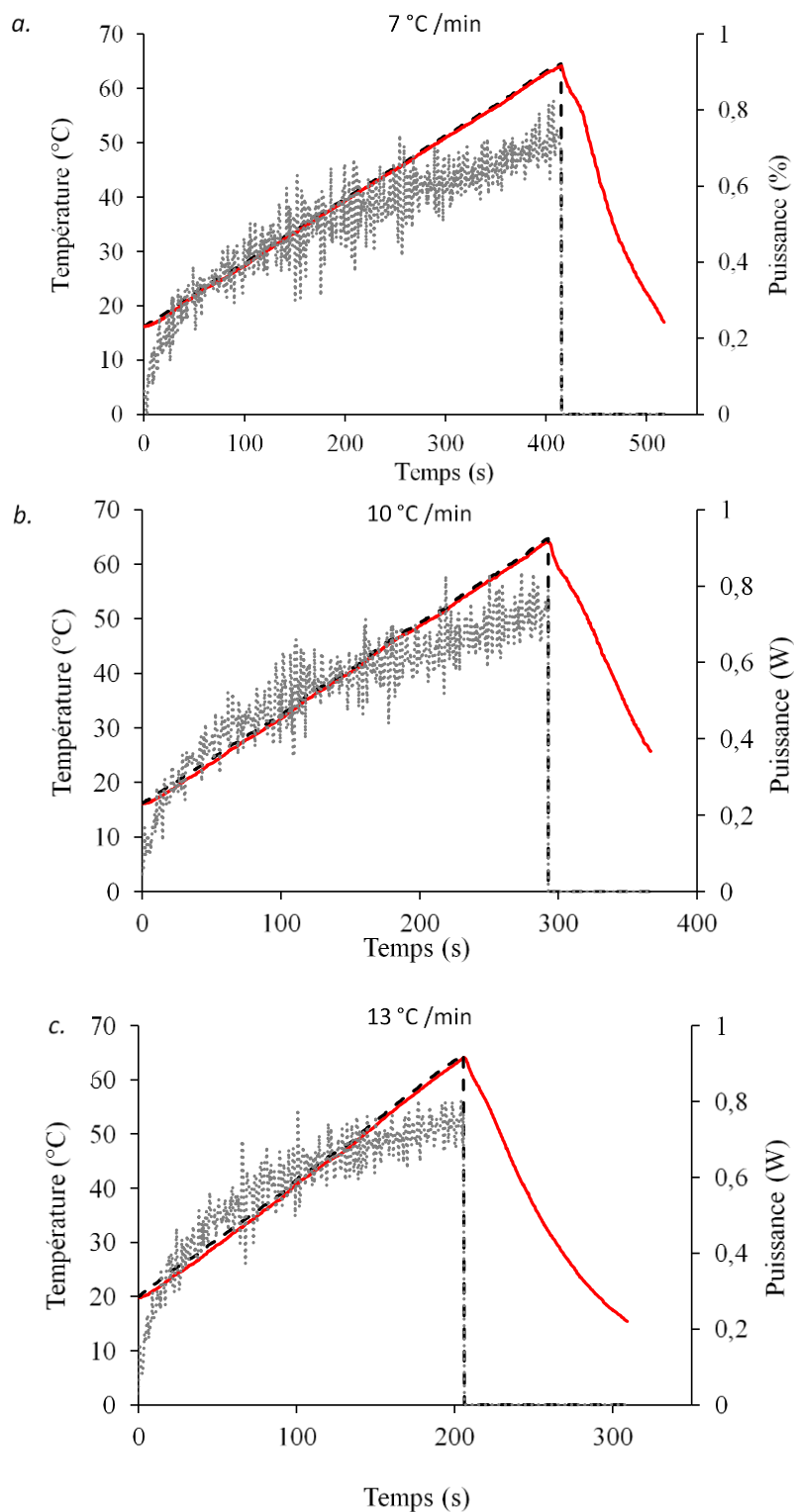


Figure 4.54 Courbe de la montée en température de la consigne (ligne pointillée noire) et lors d'une modulation de la puissance micro-ondes (ligne pointillée grise) suivie d'un refroidissement par injection d'air froid (ligne rouge).

Afin de simuler ces profils linéaires de température, le signal expérimental de la puissance incidente modulée a été inséré dans le modèle de transfert sous micro-ondes. Deux

options d'implémentation dans le modèle ont été envisagées : (i) moduler la puissance délivrée au niveau du port coaxial d'excitation de l'antenne ou (ii) moduler le terme source de génération de chaleur (Q_{abs}) dans l'équation générale du transfert thermique

Dans un premier temps, le champ électromagnétique couplé au transfert de chaleur et à la cinétique d'inactivation microbienne ont été étudiés en régime transitoire avec prise en compte des variations de la constante diélectrique de la viande en fonction de la température, conformément à ce que l'on a appelé "résolution en une étape" dans la section précédente. Dans ce cas, la puissance micro-ondes incidente a été modulée directement sur le port incident de l'antenne. Dans le cas de la résolution en deux étapes décrites en section précédente, le terme source a été modulé pour chaque vitesse de chauffage dans la seconde étape concernant la résolution du transfert de chaleur couplé au modèle d'inactivation microbienne.

Le traitement à 13 °C /min a été simulé selon ces deux approches. La Figure 4.55 illustre les profils de température au centre géométrique d'échantillon prédits par la modulation de la puissance délivrée par l'antenne (ligne bleue) ou par la modulation du terme de génération de chaleur (Q_{abs}) (ligne rouge). Les résultats montrent un bon accord entre les simulations numériques et les données expérimentales (étoile noire).

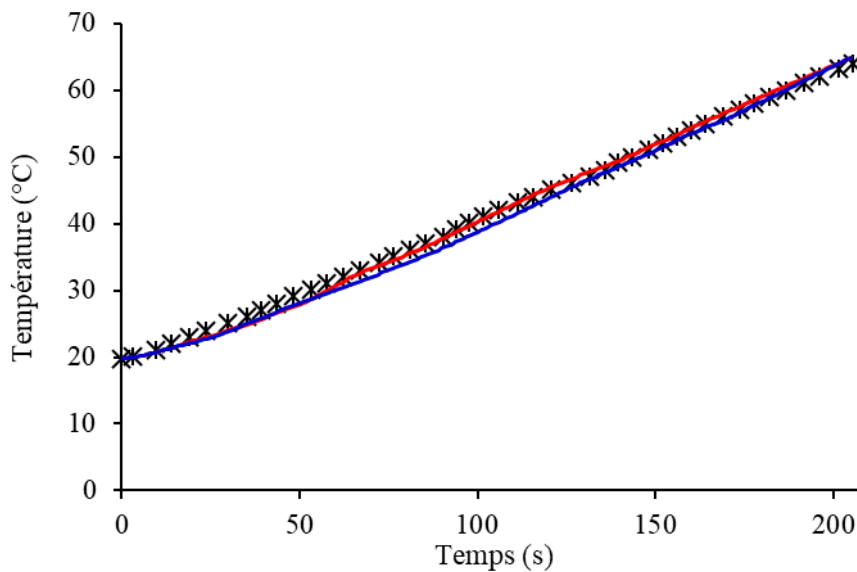


Figure 4.55 Données expérimentales de la mesure de la température au centre géométrique de l'échantillon de 200 mg de viande (étoile noire) pour un traitement thermique à 13 °C/ min et les prédictions obtenues par modulation de la puissance délivrée sur l'antenne (ligne bleue) ou via le terme de génération de chaleur (ligne rouge).

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Afin de comparer ces deux démarches, les prédictions de la distribution du champ électromagnétique, de la température et de la réduction d'*E coli*, à l'instant final du traitement (205 s), ont été analysées. Les résultats sont illustrés dans la Figure 4.56.

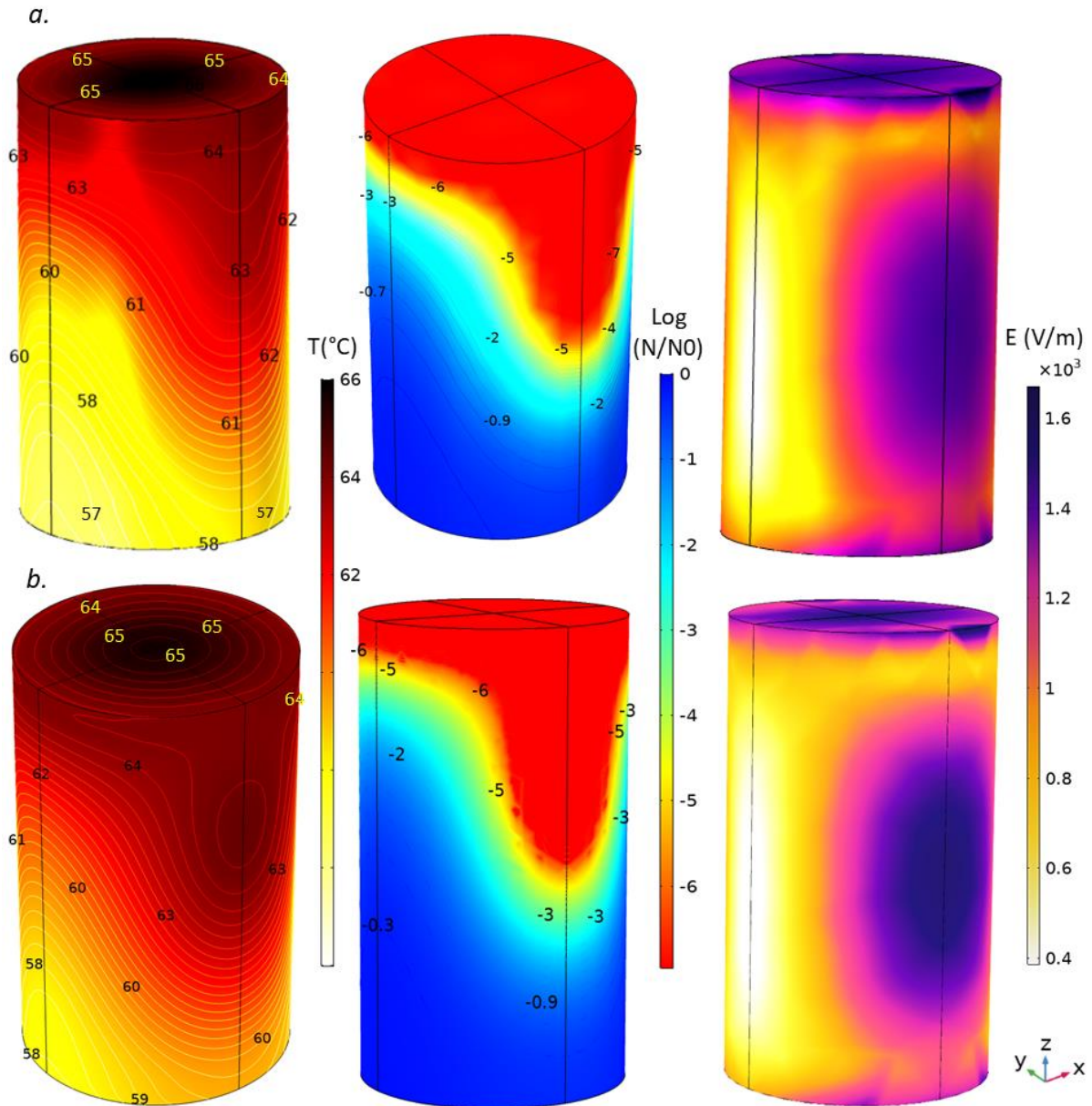


Figure 4.56 Distribution du champ électrique, de la température et de l'inactivation *E. coli* selon l'approche de résolution en une (a) ou deux étapes (b), dans le volume du produit (200 mg), après 205 s de traitement thermique par micro-ondes à 13 °C/min.

Dans les deux démarches, les distributions du champ électrique et de la température simulées sont proches, de même que celle de l'inactivation microbienne. Pour la résolution en deux étapes, les valeurs maximale et minimale correspondent respectivement à 1670-387 V/m, 66-58 °C et logN, semblables à 1660-375 V/m, 66-57 °C et -6,95 log à -0,14 log obtenues par

la démarche en une étape. Par contre, dans le cas en une étape, du fait de la décroissance de la constante diélectrique de la viande en fonction de la température, la distribution volumique de la température est différente de celle prédite dans la simulation en deux étapes (Figure 4.56). Ainsi, la température moyenne au sein du produit (ligne bleue) est légèrement inférieure à celle estimée par le modèle résolu en deux étapes avec une valeur fixée pour la constante diélectrique (ligne rouge).

Comme les modèles thermique et microbiologique sont fortement couplés, l'impact de la distribution de la température est aussi visible dans les prédictions des courbes d'inactivation microbienne moyenne (Figure 4.57). Cependant, l'estimation microbienne issue des deux approches de modélisation reste assez proches des données obtenues par expérience.

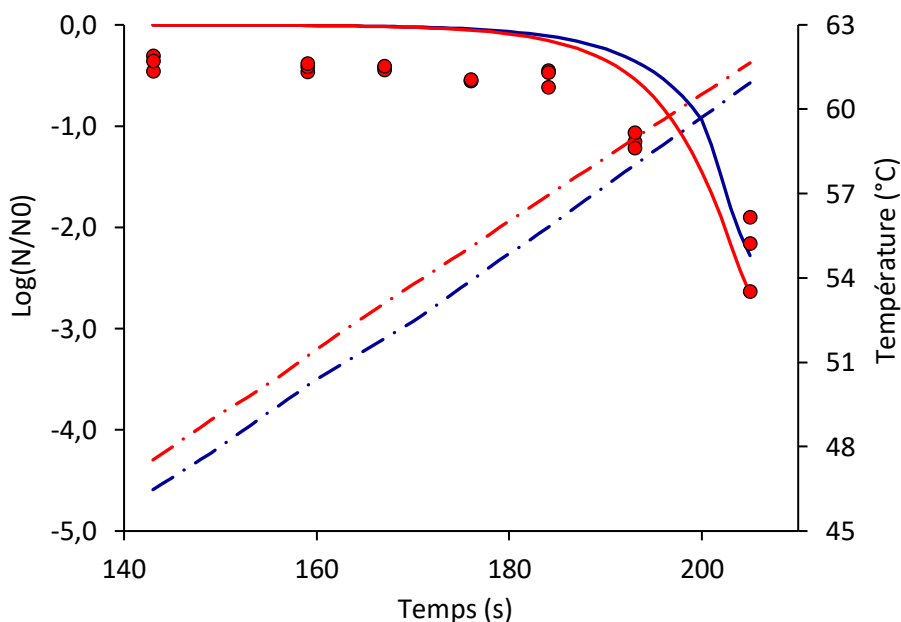


Figure 4.57 Prédictions numériques de la réduction logarithmique d'*E. coli* (ligne en continu) inoculé dans la viande hachée simulé avec modulation de la puissance délivrée à l'antenne (ligne bleue) ou avec modulation du terme source de génération de chaleur (ligne rouge). Température moyenne volumique (ligne pointillée).

Ainsi, bien que la méthode de résolution équations du modèle soit différente en théorie, les deux approches présentent des résultats proches. En effet, dans cette étude, la modulation de la puissance micro-onde incidente sur l'antenne, modifie l'intensité du champ électrique au cours du chauffage sans trop modifier la cartographie du champ électromagnétique au cours du temps (due aux faibles variations de la constante diélectrique en fonction de la température). Par conséquent, une résolution en deux étapes devient possible sans remettre en cause la

précision de la solution numérique. Le principal avantage de cette approche est une réduction du temps de calcul (9 min en deux étapes contre 194 min en une seule étape).

4.6.2. *Étude de la distribution de la température et de l'inactivation microbienne lors d'un traitement par micro-ondes à différentes vitesses de chauffage*

Les résultats exposés par la suite ont été obtenus par une résolution en deux étapes. Tout d'abord, les équations de Maxwell ont été résolues en domaine fréquentiel à une puissance incidente de 315 W (266,5 W délivrés par l'antenne compte tenu des pertes en ligne). La distribution du champ électrique simulé dans le guide d'ondes pour le traitement thermique d'une faible masse de viande (200 mg) est illustrée dans la Figure 4.58. Un champ électrique maximal est formé au niveau de l'antenne (30 000 V/m). Ensuite, la propagation d'une onde stationnaire le long du guide est perturbée par l'insertion des deux vis d'adaptation qui augmentent légèrement le champ électrique (de 1 500 V/m à 1 700 V/m). L'autre phénomène remarquable est la polarisation du champ électrique autour de la fenêtre de quartz (élévation du champ à 1 800 V/m). Comme il l'a été vérifié antérieurement, l'échantillon de viande et le tube transversal rempli d'eau sont situés dans une région où le champ électrique est minimal.

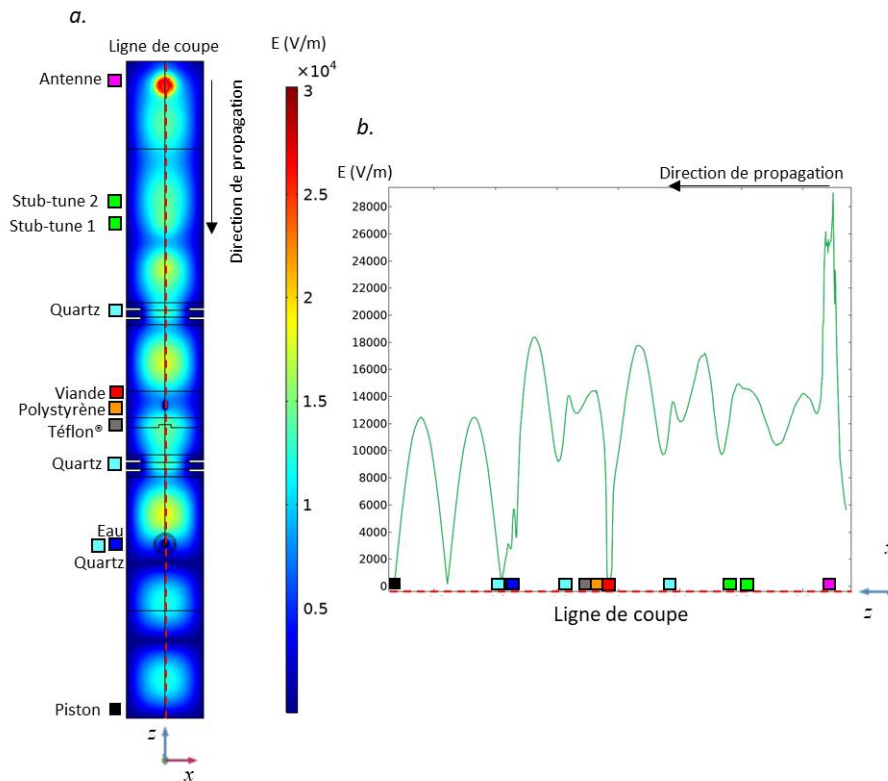


Figure 4.58 Distribution du champ électrique dans le guide d'onde avec un échantillon de 200 mg de viande (a) et représentation de la propagation d'une onde électromagnétique en régime stationnaire sur une ligne de coupe centrale (b).

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Dans une deuxième étape de résolution, les équations du transfert de chaleur et d'inactivation microbienne ont été résolues en fonction du temps. Comme mentionné précédemment, le terme source issu de la dégradation de l'onde a été ajusté avec le signal expérimental modulé (Figure 4.54). Selon la Figure 4.59, un bon accord entre la température mesurée au centre géométrique de l'échantillon et celle simulée a été trouvé, tout en respectant la vitesse de chauffage imposée par le traitement thermique.

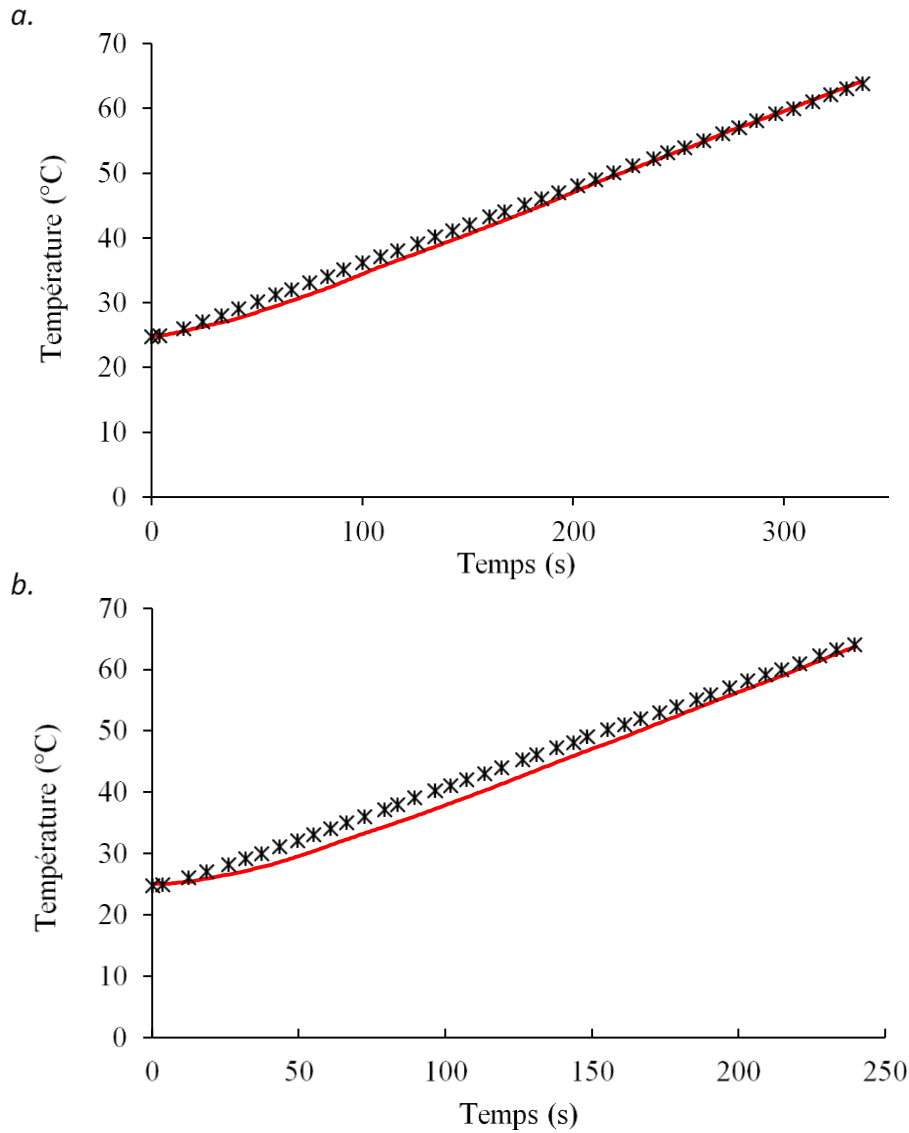


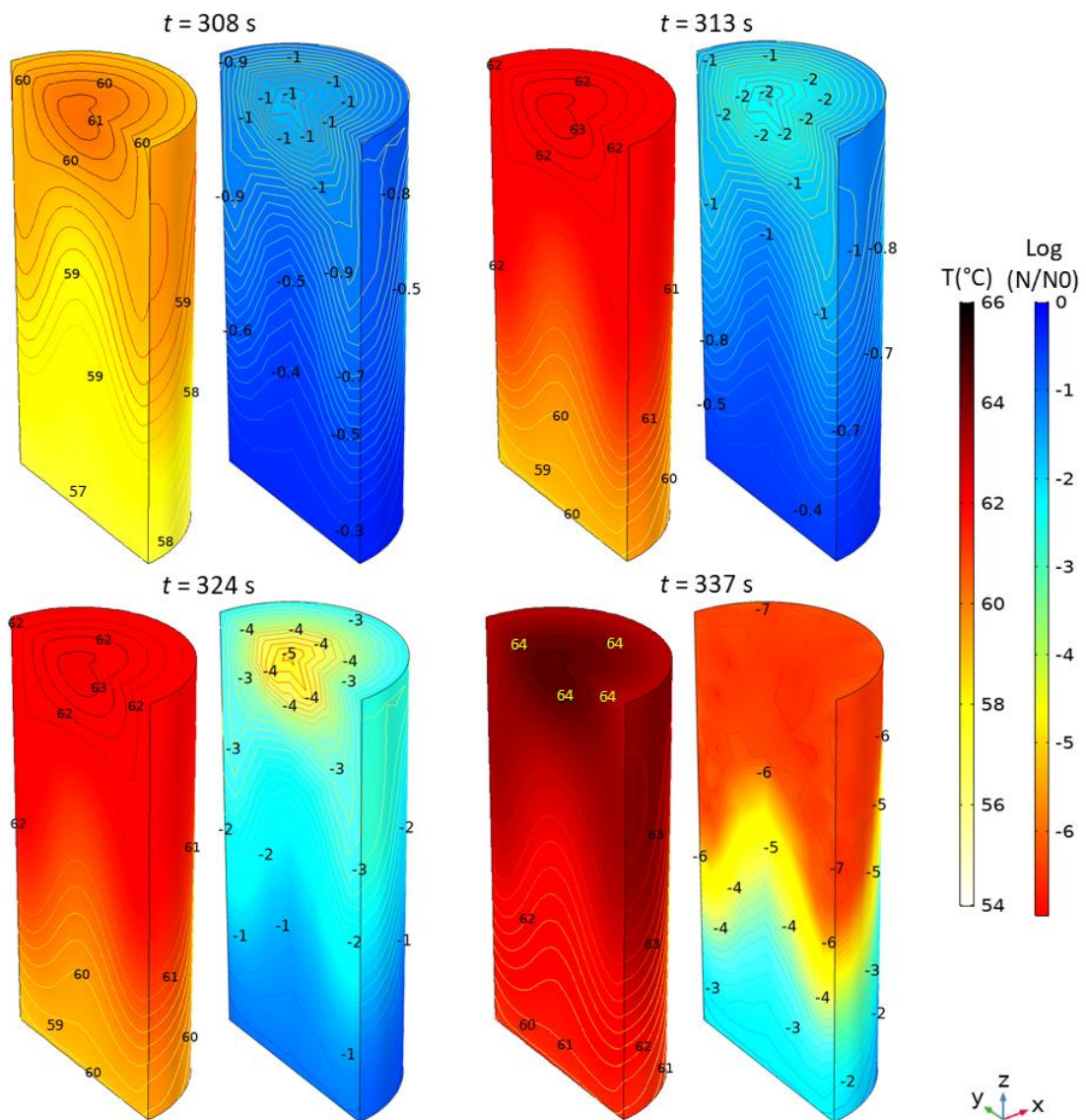
Figure 4.59 Profil de température obtenu par des mesures expérimentales au centre géométrique d'échantillon (étoile noire) et par la simulation numérique (ligne rouge), pour les vitesses de chauffage de 7 °C /min (a) et de 10 °C /min (b).

Le modèle d'inactivation microbienne a été couplé au modèle thermique, afin de simuler un processus de pasteurisation par micro-ondes. Comme la température à l'intérieur du produit n'est pas totalement uniforme, l'inactivation microbienne a été évaluée en fonction des

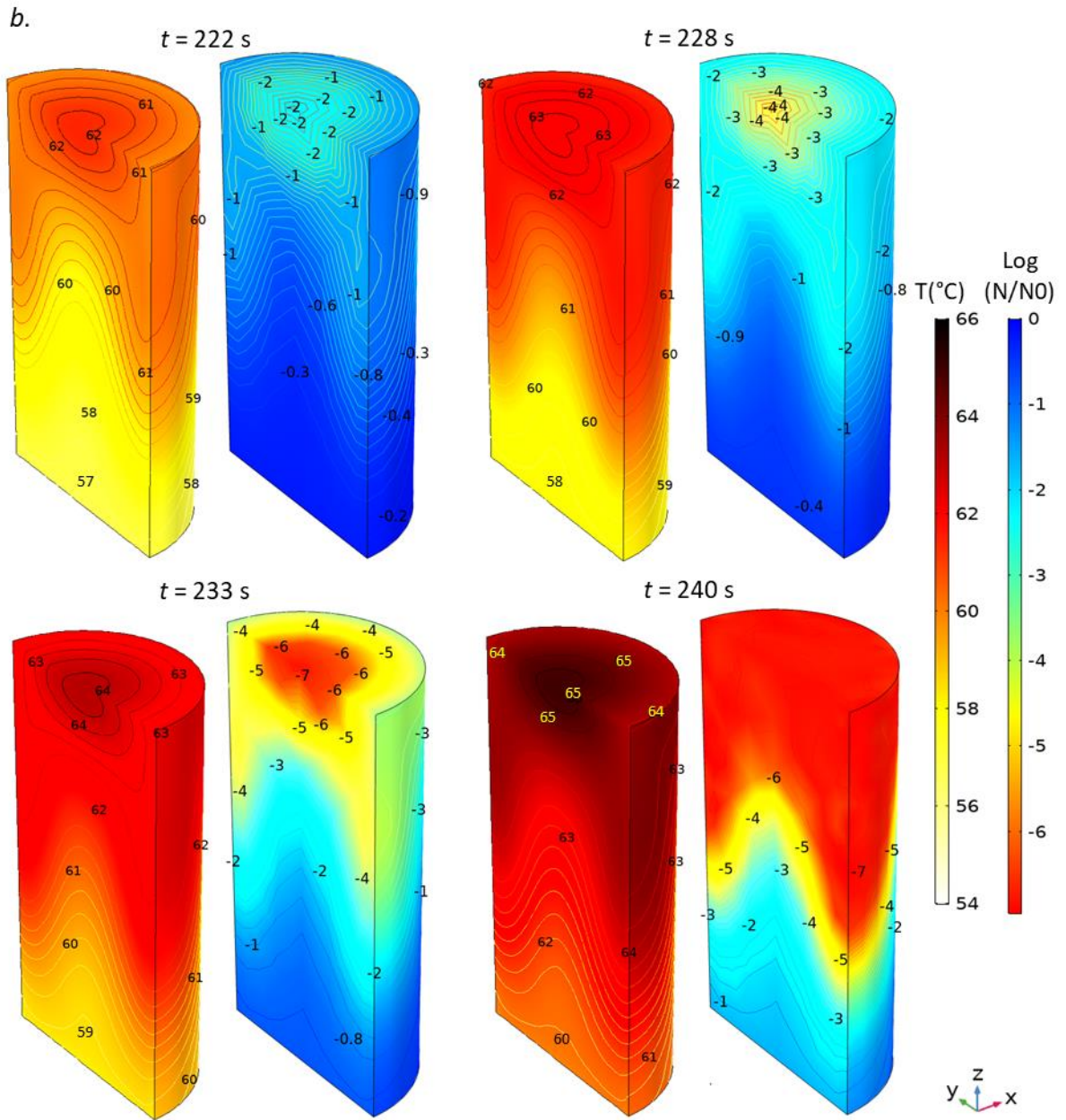
RÉSULTATS ET DISCUSSION

coordonnées spatiales en 3D (x, y, z). Ainsi, pour chaque instant, la température locale simulée au sein du produit a été utilisée pour prédire l'inactivation microbienne également locale. La Figure 4.60 expose les résultats obtenus dans la simulation numérique par éléments finis. La distribution volumique de la température et d'inactivation d'*E. coli* est représentée-pour quatre instants distincts et pour des traitements thermiques à vitesse de chauffages de 7, 10 et 13 °C /min. Pour une meilleure représentation de la solution au sein du produit, les résultats sont illustrés sur une vue 3D, où seulement la moitié du domaine simulé est représentée.

a.



RÉSULTATS ET DISCUSSION



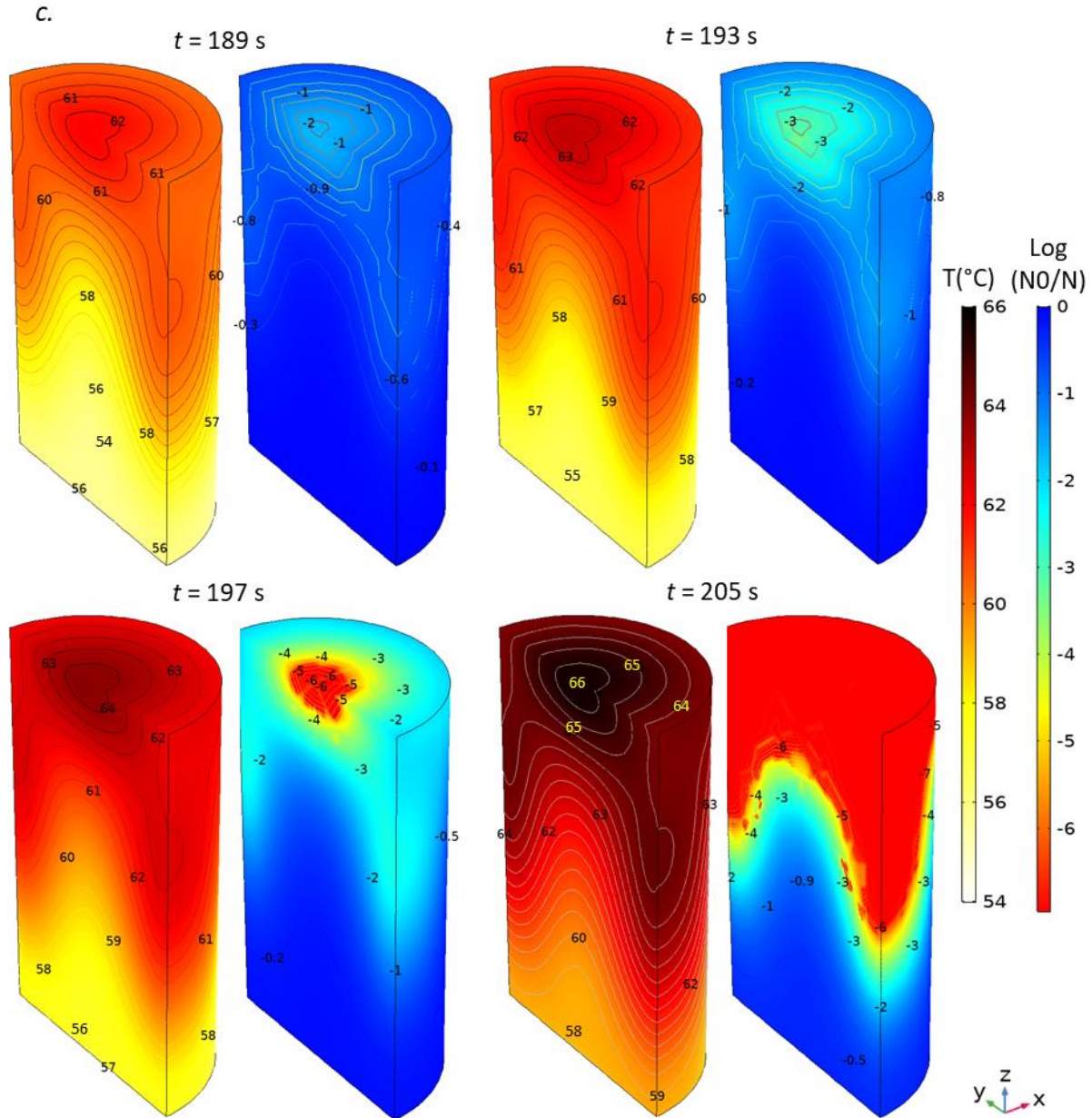


Figure 4.60 Prédiction numérique de la distribution volumique en 3D de la température et de la réduction logarithmique d'*E. coli* inoculée dans 200 mg de viande, à quatre instants, selon les vitesses de chauffage de : 7 °C/min (a), 10 °C/min (b) et 13 °C/min (c).

Dans le traitement thermique à 7 °C/min, la distribution de la température est relativement homogène. Après 308 s de chauffage, une différence de 4 °C est observée entre la zone la plus chaude, localisée sur la moitié supérieure du cylindre de viande, et la zone froide sur l'autre partie du produit (Figure 4.60-a). Ce gradient thermique n'évolue pas au cours du temps, il se maintient jusqu'à l'instant final du chauffage. Le niveau de réduction microbienne est variable selon la région géométrique du produit, en conformité avec les températures locales simulées. À l'instant final (337 s), on peut atteindre une inactivation bactérienne locale presque

complète (les données simulées varient entre -6 et -7 log) dans toute la région supérieure de l'échantillon, représentée par l'échelle de couleur rouge dans la Figure 4.60-*a*. En revanche, dans les zones froides, une réduction maximale de seulement -2 log est constatée.

Après un temps de chauffage de 233 s, à une vitesse de 10 °C /min, les résultats suggèrent que l'effet de la température seule, sans tenir compte d'un temps de séjour, n'est pas efficace pour que l'inactivation se produise. En effet, la température spatiale en 3D obtenue dans l'ensemble du volume du produit varie de 57 à 64 °C (Figure 4.60-*b*) et est dans située dans la zone de létalité d'*E. coli*. Par contre, une inactivation très hétérogène se produit. La réduction de la population microbienne varie entre -0,8 et -7 log. Ces résultats justifient bien le fait que malgré la température cible atteinte au centre géométrique, le temps de séjour n'est pas suffisant pour que les réactions d'inactivation microbienne se produisent dans le volume d'échantillon de viande. Par exemple, dans la petite région circulaire à la surface de l'échantillon cylindrique (Figure 4.60-*b*), des températures de 62 à 64 °C ont été maintenues pendant au moins 10 secondes (de l'instant 222 s à 233 s), afin de permettre une désactivation d'*E. coli* d'environ -4 log.

Il convient de souligner également la réduction microbienne locale à l'instant 197 s, explicitée dans la Figure 4.60-*c*, probablement à cause de la formation d'un point chaud. À vitesses de chauffage élevée, comme c'est le cas pour 13 °C /min, la distribution hétérogène de la température est amplifiée par la consigne de température imposée au processus. De plus, du fait de la faible conduction thermique de la viande ($\lambda=0,41$ W/ m K), les zones chaudes et froides s'écartent dans le volume du produit. Par conséquent, il se produit un phénomène de surcuisson et sous-cuisson. Comme cité par Santos *et al.* (2011), la surchauffe d'un produit doit être évitée, car elle est responsable d'une dégradation locale de sa structure.

Ainsi, lorsqu'il s'agit d'un procédé de pasteurisation, si on considère un même temps de séjour, l'élévation de la température s'élève bien au-dessus de la température létale du micro-organisme cible (responsable de surcuisson), ce qui est inutile du point de vue microbien et indésirable pour la qualité finale de l'aliment transformé.

Enfin, les prédictions ont démontré que plus vite se déroule le traitement thermique, plus important est l'écart de température au sein du produit (4 °C à 7 °C /min contre 8 °C à 13 °C /min). Pourtant, le chauffage par micro-ondes est mentionné dans la littérature comme étant un processus rapide, avec des vitesses de chauffage élevées et sans gradients de température excessifs (Santos *et al.*, 2011). C'est-à-dire, pour un même temps de traitement, le

chauffage par micro-ondes (volumique) aboutit à des températures plus homogènes que lors d'un chauffage classique (superficiel). Malgré tout, les résultats ont démontré que les écarts de température sous micro-ondes sont non négligeables, lorsqu'il s'agit d'un processus de pasteurisation, même pour une faible masse de produit.

4.6.3. Validation du modèle multiphysique

Pour valider le modèle, les données expérimentales ont été comparées aux prédictions numériques issues du modèle électromagnétique couplé au transfert de chaleur et aux équations d'inactivation microbienne. Les paramètres cinétiques ($D_{ref} = 47$ s ; $z = 3,79$ °C et $T_{ref} = 58$ °C) estimés précédemment, d'après les données obtenues au bain-marie, ont été appliquées à la cinétique sous micro-ondes.

La Figure 4.61 présente les valeurs moyennes prédites de la température (ligne bleue) et des réductions microbiennes (ligne noire), sur l'ensemble du volume géométrique du produit. Les cercles rouges représentent les données expérimentales de l'inactivation d'*E. coli*, en triplicata.

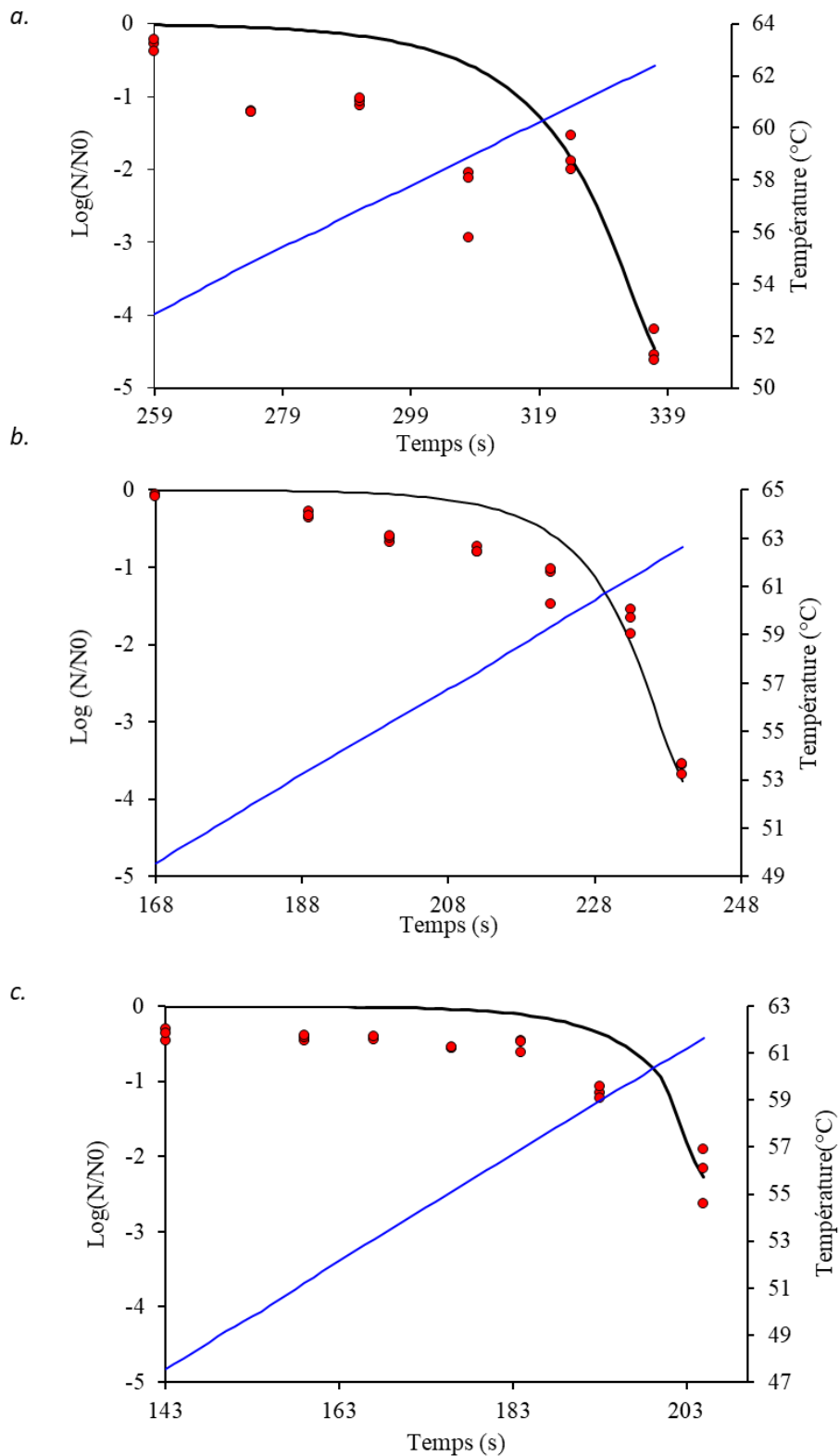


Figure 4.61 Données expérimentales, en triplicata, d'inactivation d'*E. coli* inoculé dans 200 mg de viande hachée (cercle rouge) et prédictions moyennes volumiques de la température (ligne bleue) et de la réduction microbienne (ligne noire), lors d'un traitement thermique par micro-ondes à vitesses de chauffage de 7 °C /min (a), 10 °C /min (b) et 13 °C /min (c).

Les courbes d'inactivation prédites numériquement et expérimentalement sont en accord. Ce fait démontre la robustesse d'estimation des paramètres cinétiques et valide l'extrapolation réussie des données issues des expériences au bain-marie, au traitement par micro-ondes. Dans le traitement à 7 °C /min, après 337 s de chauffage par micro-ondes, la température moyenne simulée de l'échantillon a été de 62,4 °C ± 1,7, avec une réduction microbienne globale de -4,5 log, en conformité avec les données expérimentales. En accélérant le processus de chauffage, les écarts de température au sein du produit augmentent, comme il a été démontré (Figure 4.60). De plus, des points chauds indésirables sont apparus. Au vu de ces phénomènes, une inactivation moyenne inférieure se produit à 10 °C /min (-3,5 log à 240 s) et 13 °C /min (-2,2 log à 205 s). Il convient de souligner que pour ces trois cas, la température ponctuelle mesurée et simulée au centre géométrique du produit, à l'instant final du traitement, est la même, environ 64 ± 0,3 °C.

Cette approche de modélisation met en évidence la possibilité de prédire l'inactivation d'un microorganisme cible dans l'ensemble du produit traité, à partir d'une mesure ponctuelle de température et compte tenu de l'hétérogénéité de la température volumique.

Les résultats de Hamoud-Agha *et al.* (2013) sont en accord avec cette étude. Les auteurs ont modélisé la cinétique d'inactivation microbienne d'*E. coli* inoculé dans un gel d'alginate de calcium. Les 500 mg de produit ont été soumis à un chauffage par micro-ondes (130 W) à 9 °C /min, pendant 270 s. La température a été aussi mesurée en un point central dans l'échantillon. Une inactivation d'environ 1 log a été détectée expérimentalement, quand la température locale a atteint 64 °C. D'après les résultats des simulations numériques effectués, la distribution hétérogène de la température au sein du produit a provoqué une inactivation très variable au sein du volume. Dans ce travail, des résultats similaires sont obtenus avec une masse encore plus faible (200 mg) et en considérant une matrice alimentaire complexe soumise à des rampes de chauffages variables. Enfin, les résultats de cette étude conduisent à des conclusions en accord avec celles issues des travaux de Hamoud-Agha *et al.* (2013) et Pitchai *et al.* (2014). En raison de la non-uniformité de chauffage par micro-ondes, la prédiction de la cartographie 3D de la température au sein du produit est une condition essentielle pour assurer la sécurité des aliments traités. Une simple mesure de température ponctuelle n'est pas une condition nécessaire et suffisante pour prédire correctement l'abattement logarithmique.

Comme il a été démontré dans cette étude, grâce à la modélisation numérique, il est possible d'identifier les emplacements des points froids et d'estimer la température à l'intérieur

de la matrice alimentaire. Ainsi, des simulations du procédé de chauffage par micro-ondes peuvent être utilisées, afin de prédire l'inactivation d'un microorganisme cible.

4.7. Effet non-thermique lors du traitement par micro-ondes

4.7.1. Traitements dynamiques par chauffage conventionnel et par micro-ondes

Cette première approche expérimentale a pour but de mettre en évidence ou non des effets non-thermiques des micro-ondes sur l'inactivation des bactéries en comparant avec un procédé de chauffage conventionnel. Pour ce faire, trois vitesses de chauffage (7, 10 et 13 °C /min) ont été imposées au système, afin de disposer d'historiques thermiques similaires entre les deux processus. La température a été mesurée au centre géométrique des échantillons dans les deux cas. Cette température locale a été utilisée comme référence pour contrôler la rampe de chauffage linéaire jusqu'à la température cible souhaitée (50, 54, 56, 58, 60, 62 et 64 °C). Ensuite, un rapide refroidissement a été réalisé. Les courbes de réduction d'*E. coli* sont présentées en fonction de la température locale mesurée, pour chaque vitesse de chauffage, pour les deux traitements thermiques (Figure 4.62-i).

Comme il l'a été constaté par Koutchma, Le Bail and Ramaswamy (2001), il est difficile d'évaluer avec précision l'efficacité d'un processus de chauffage par micro-ondes par rapport à un chauffage conventionnel, surtout en ce qui concerne l'incapacité de contrôler la distribution de la température. Les raisons sont dues aux caractéristiques d'apport d'énergie spécifiques à chaque méthode de chauffage : conventionnel ou par micro-ondes. Ces raisons sont explicitées en détail dans le chapitre bibliographique (Tableau 1.2) et sont les principales difficultés rencontrées pour résoudre la controverse sur les effets thermiques et non-thermiques des micro-ondes.

Compte tenu des difficultés de maîtrise de la température cible dans le point froid de l'échantillon, il est nécessaire de générer des informations supplémentaires sur la distribution de la température à l'intérieur du produit. Notamment, la modélisation doit permettre de compléter les données de température locales obtenues par expérience et fournir des données thermiques complémentaires pour comparer les deux modes de chauffage. Ainsi, les températures moyennes volumiques estimées par les modèles numériques et associées à leur dispersion autour de la moyenne (2σ) sont présentées en fonction de la température locale, pour chaque rampe de chauffage et pour chaque procédé (bain-marie ou micro-ondes) (Figure 4.62-ii).

RÉSULTATS ET DISCUSSION

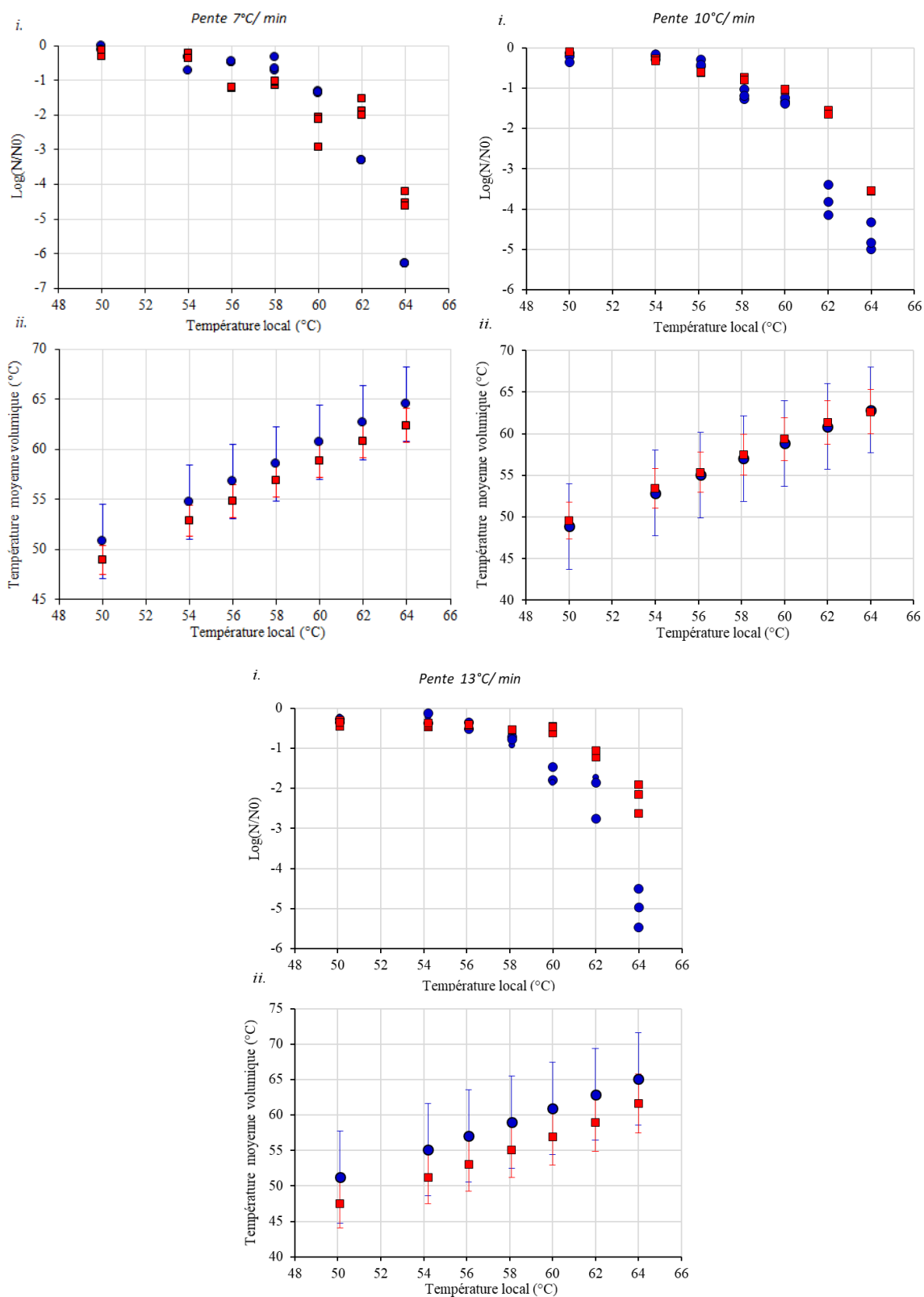


Figure 4.62 Cinétiques d'inactivations microbiennes obtenues expérimentalement en triplicata (i) et température moyenne volumique estimée avec écart-type (2σ) (ii). Les deux courbes sont présentées en fonction de la température locale expérimentale. Les données des traitements au bain-marie sont représentées par des cercles bleus et les données par micro-ondes par des carrés rouges.

Les résultats illustrés dans la Figure 4.62 suggèrent que l'inactivation microbienne obtenue pour les deux processus est liée uniquement aux effets thermiques. Donc, la mortalité cellulaire est induite par le couple temps et température létale au sein de la matrice alimentaire. Ainsi, à histoire thermique similaire au niveau du point de mesure ponctuel, la température moyenne volumique entre les deux traitements reste différente (Tableau 4.19).

En ce qui concerne le traitement par bain-marie, les écarts élevés de températures sont expliqués, d'un part par la méthode de chauffage conventionnel, d'autre part, par la masse d'échantillons à traiter (3 g au bain marie contre 200 mg aux micro-ondes). En effet, à l'instant final, les échantillons traités au bain marie présentent des températures plus élevées que ceux exposés aux micro-ondes, pour toutes les vitesses de chauffage testées. Par conséquent, la réduction logarithmique d'*E. coli* est plus importante pour le traitement par chauffage conventionnel (Tableau 4.19).

Tableau 4.19 Températures moyennes volumiques (T_{moy}) estimées pour les deux traitements thermiques à l'instant final de chauffage et inactivations d'*E. coli* moyennes obtenues expérimentalement en triplicata.

Traitement	7 °C /min		10 °C /min		13 °C /min	
	T_{moy} (°C)	Log(N/N0)	T_{moy} (°C)	Log(N/N0)	T_{moy} (°C)	Log(N/N0)
Bain-marie	64,5 ± 3,7	-6,3 ± 0	62,8 ± 5,1	-4,7 ± 0,7	62,9 ± 6,5	-5,0 ± 1,0
Micro-ondes	62,4 ± 1,7	-4,5 ± 0,2	62,6 ± 2,6	-3,6 ± 0,2	59,0 ± 4,0	-2,2 ± 0,7

Pour conclure, grâce aux informations générées par les modélisations numériques, on constate que pour des températures létales, les effets des micro-ondes sur l'inactivation bactérienne sont majoritairement issus d'effets thermiques. Par la suite, deux autres approches complémentaires sont exposées.

4.7.2. Le traitement par micro-ondes avec différents apports d'énergie

Des traitements thermiques à 10 °C /min ont été réalisés avec deux commandes différentes de la puissance incidente lors du suivi de la rampe de température imposée afin de vérifier l'effet de l'apport d'énergie micro-ondes sur l'inactivation microbienne. Pour ceci, un régulateur PID a été utilisé avec différents réglages : une première configuration établie à partir d'un autoréglage optimum (puissance modulée, ligne rouge Figure 4.63) et un second réglage manuel permettant de moduler la largeur d'impulsion du signal de sortie entre les amplitudes minimum et maximum du générateur micro-ondes. Les micro-ondes pulsées (ligne pointillé

grise Figure 4.63) ont été obtenues en diminuant la valeur de la bande proportionnelle (P_b) et celle de l'action intégrale ($1/t_i$). Un tel réglage permet au final de transformer le régulateur PID en régulateur tout-ou-rien. Ceci a permis d'obtenir un signal avec une puissance incidente variant de 0 à 315 W (266,5 W délivrée à l'antenne).

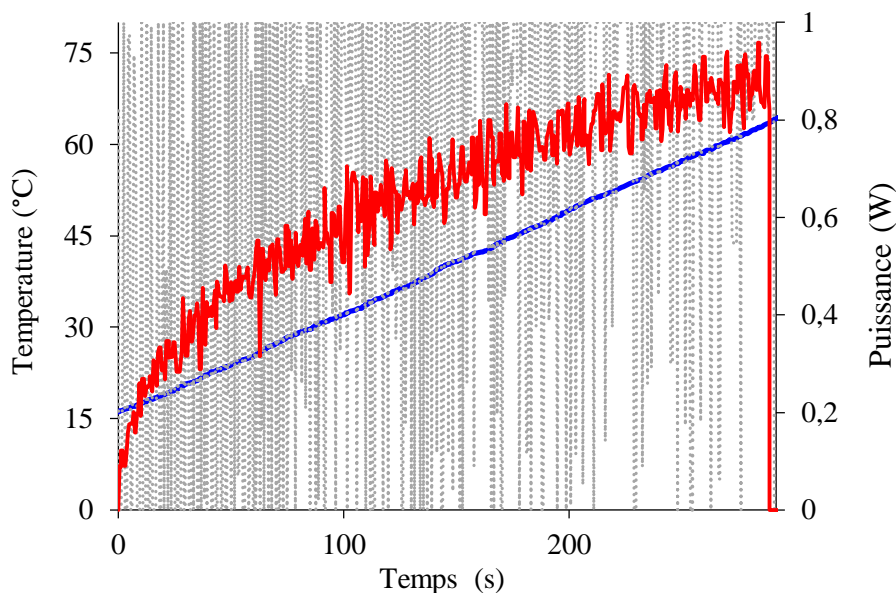


Figure 4.63 Données expérimentales de la température (ligne bleue) et de la puissance réglée en modulation (ligne rouge) ou pulsée (ligne pointillé grise), pour un chauffage par micro-ondes à $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

L'aire au-dessus de la courbe (Figure 4.63) a été calculée par intégration numérique trapézoïdale, afin de déterminer l'énergie consommée pour chaque traitement : 63,4 kJ avec les micro-ondes pulsées et 65,9 kJ avec la puissance modulée. Ces résultats sont conformes à ce que l'on attendait, étant donné que les deux traitements ont eu la même histoire thermique, ce qui sous-entend que les températures initiales et finales des échantillons ont été similaires, pour n'importe quel traitement. Ainsi, quelle que soit la façon d'apporter de l'énergie micro-ondes, la valeur moyenne fournie aux échantillons est du même ordre de grandeur.

Comme démontré auparavant, la magnitude de la puissance incidente n'interfère pas sur la distribution du champ électrique tant que les propriétés diélectriques des matériaux sont considérés constants en fonction de la température. Ainsi les traitements thermiques ont été modélisés à partir d'un calcul en deux étapes. Le terme de génération de chaleur (Q_{abs}) issu du champ électromagnétique résolu en domaine fréquentiel a été ajusté avec le signal expérimental de puissance issu du régulateur. D'après la Figure 4.64, les températures simulées par modulation (ligne rouge) ou micro-ondes pulsées (ligne bleue), sur un point central dans le

produit, sont en conformité avec les données obtenues par les mesures expérimentales (étoile noire).

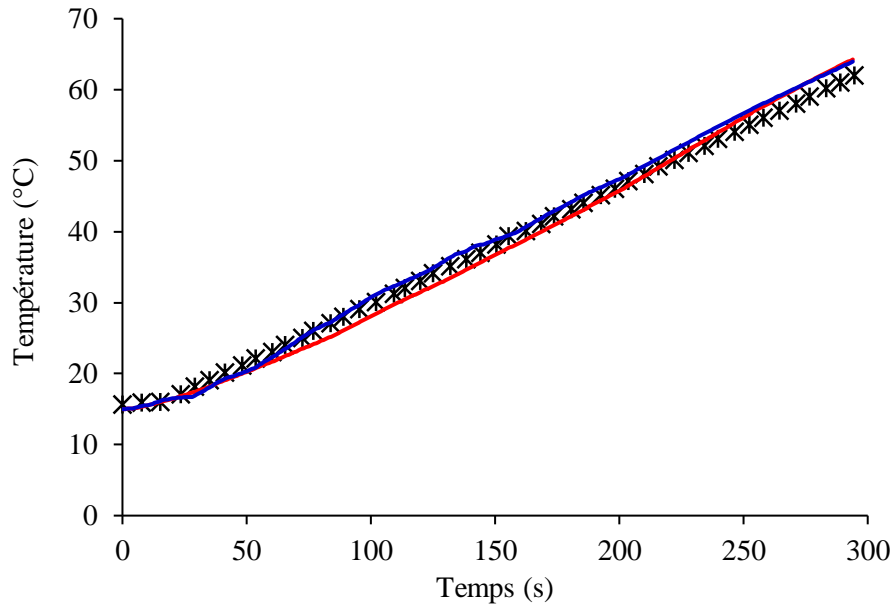


Figure 4.64 Données expérimentales de la mesure de la température dans le centre géométrique de l'échantillon de 200 mg de viande (étoile noire) pour un traitement thermique à 10 °C/ min et les prédictions obtenues par modulation (ligne rouge) ou par micro-ondes pulsées (ligne bleue).

Des simulations numériques du domaine en 3D ont été réalisées, afin de vérifier l'influence d'apport d'énergie micro-ondes sur la distribution de la température et de l'inactivation d'*E. coli* au sein du produit. Les résultats sont exposés sur la Figure 4.65.

Tout d'abord, une attention a été portée sur les gradients de température. Les résultats ont démontré que quelle que soit la façon dont la puissance est envoyée au système, la différence de température entre le point chaud et le point froid du produit est constante dans le temps (5 °C). Par contre, une différence de 1 °C a été détectée sur les températures, minimale et maximale, issues de chaque traitement

RÉSULTATS ET DISCUSSION

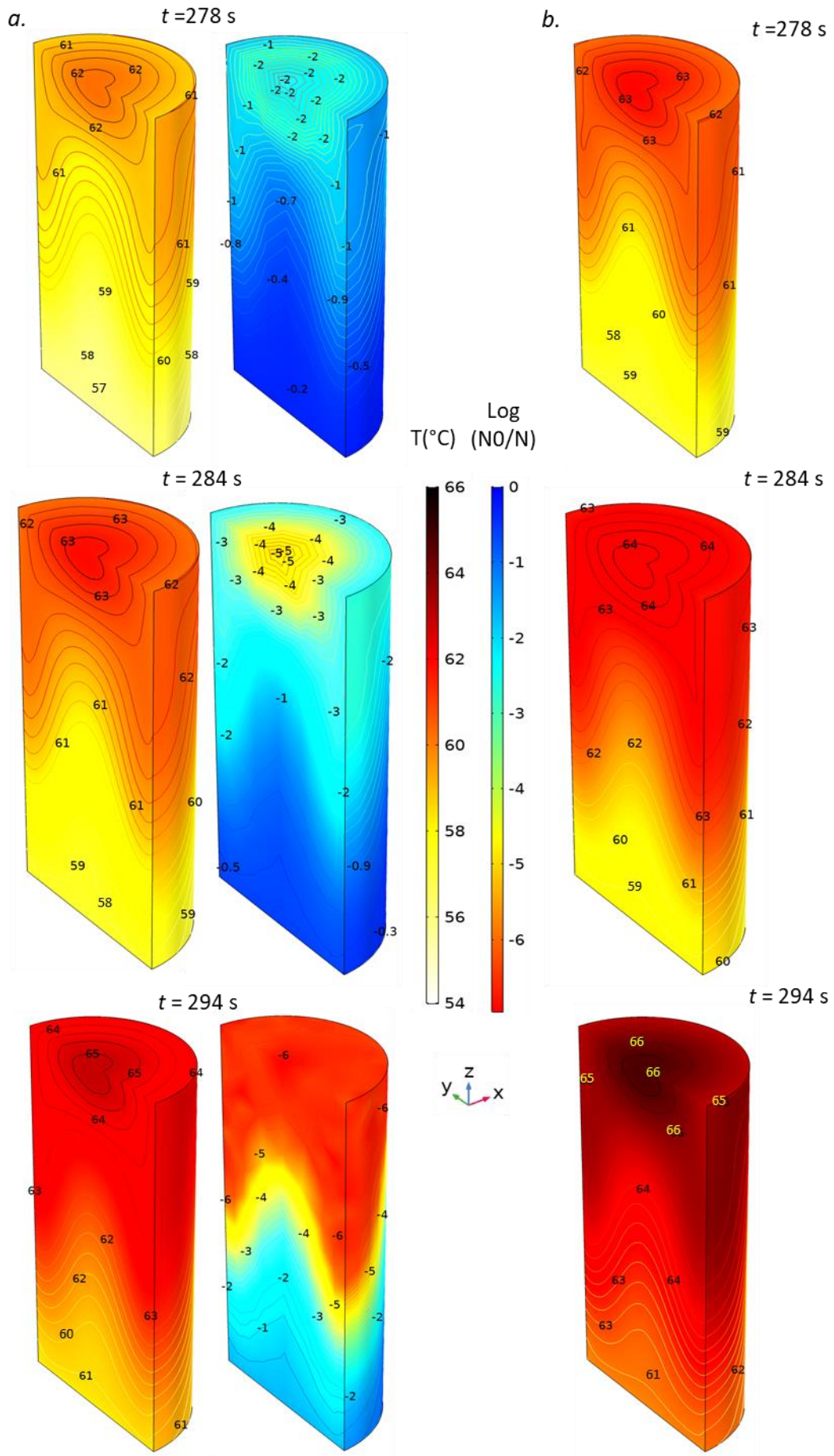


Figure 4.65 Simulation de la distribution volumique de la température et de la réduction logarithmique d'*E. coli* inoculée dans 200 mg de viande, à trois instants, selon un traitement thermique avec la modulation de la puissance (a) ou avec des micro-ondes pulsées (b).

Il est remarqué que la distribution de la température est différente selon l'apport d'énergie micro-ondes considéré (Figure 4.65). En effet, l'application de micro-ondes pulsées, permet à la conduction thermique de s'opérer dans le produit, de manière à équilibrer la température au niveau des points chauds et froids (Yang & Gunasekaran, 2004). D'après Yang and Gunasekaran (2004) et Gunasekaran and Yang (2007), l'application de micro-ondes pulsées a donné lieu à une distribution relativement uniforme de la température au sein de l'échantillon, par rapport à l'application de micro-ondes en continu. Ces résultats sont en accord avec cette étude.

En relation avec les prédictions microbiennes, après 294 s de chauffage, le modèle a estimé une réduction d'*E. coli* plus importante dans le traitement thermique avec des micro-ondes pulsées, qu'avec la modulation de la puissance (Figure 4.65). Comme on pouvait s'y attendre, la température moyenne volumique estimée en mode pulsé est plus élevée ($64 \pm X$ °C) que dans le cas où la puissance est modulée ($62 \pm X$ °C). Par conséquent, la prédiction microbienne moyenne dans le produit conduit à une réduction de -4,95 log (ligne bleue) contre -3,33 log (ligne rouge), comme illustré dans la Figure 4.66.

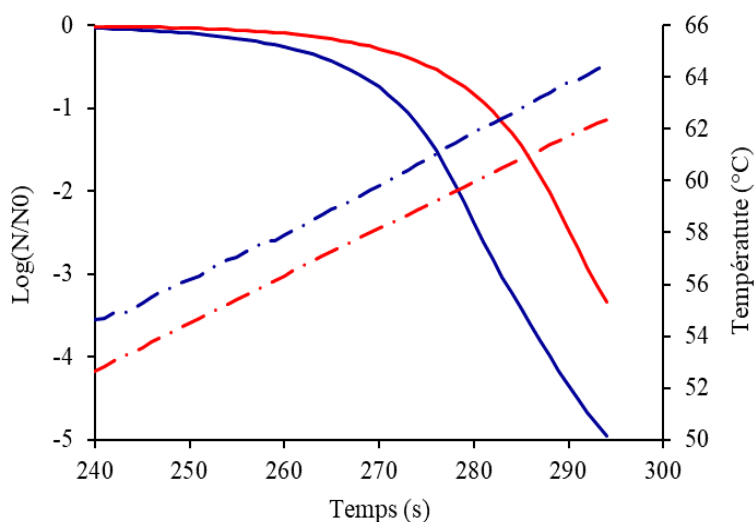


Figure 4.66 Prédictions moyennes volumiques de la température et de la réduction microbienne, lors d'un traitement thermique à 10 °C /min par micro-ondes pulsées (ligne bleue) ou micro-ondes modulées (ligne rouge).

Cependant, les résultats obtenus par les analyses microbiologiques des échantillons issus d'un traitement à 294 s avec la puissance modulée ou pulsée ont été respectivement, -

$2,28 \pm 0,39$ et $-1,99 \pm 0,26$. D'après ces résultats analytiques, il semble nécessaire de refaire des expériences, afin de confirmer ces valeurs.

4.7.3. Traitement par micro-ondes à température sublétale

Une dernière approche expérimentale a été réalisée, afin de vérifier les effets non-thermiques des ondes électromagnétiques sur l'inactivation bactérienne. Celle-ci consistait à maintenir la température de l'échantillon de viande en dessous de la température létale d'*E. coli*, selon différents temps d'exposition. En complément, l'intensité de la puissance incidente a été également analysée, sur un ordre de grandeur de 1 :8. Pour ce faire, un réglage du régulateur PID a été réalisé, en imposant une consigne de température constante fixée à 30 °C selon deux traitements (avec ou sans refroidissement externe de l'échantillon au cours du traitement micro-ondes). Les données expérimentales enregistrées sont exposées sur la Figure 4.67.

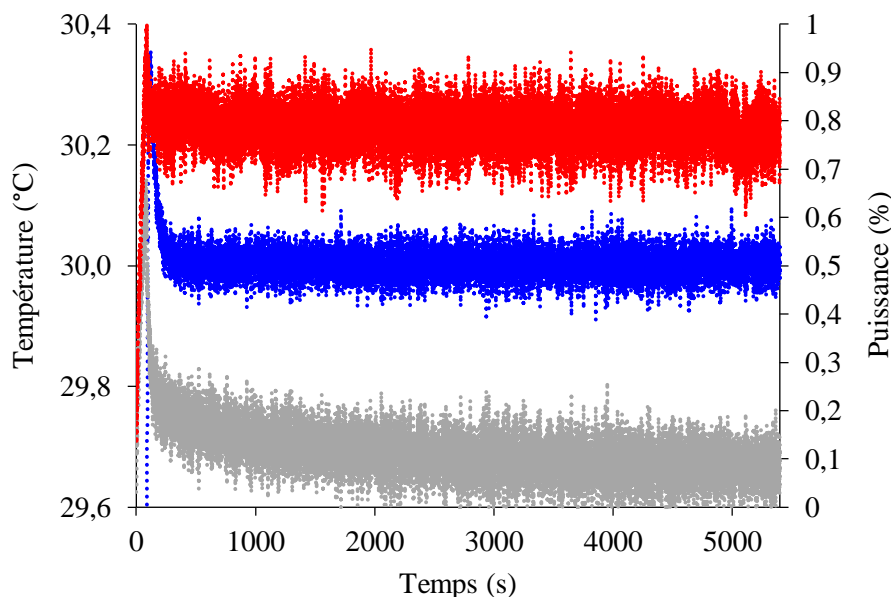


Figure 4.67 Données expérimentales de la température au centre géométrique de l'échantillon de 200 mg de viande (ligne bleue) et du signal de la puissance micro-ondes sans refroidissement externe (ligne grise) et avec refroidissement (ligne rouge).

A partir du signal de modulation de la puissance obtenu expérimentalement, des simulations numériques ont été réalisées pour le traitement sans refroidissement, dans le but de comprendre la distribution de température au sein du produit et d'identifier la présence éventuelle de points chauds dans le volume du produit. Les prédictions des inactivations microbiennes n'ont pas pu être réalisées, car les paramètres du modèle actuel ne prennent en compte que l'effet thermique comme cause de la létalité bactérienne.

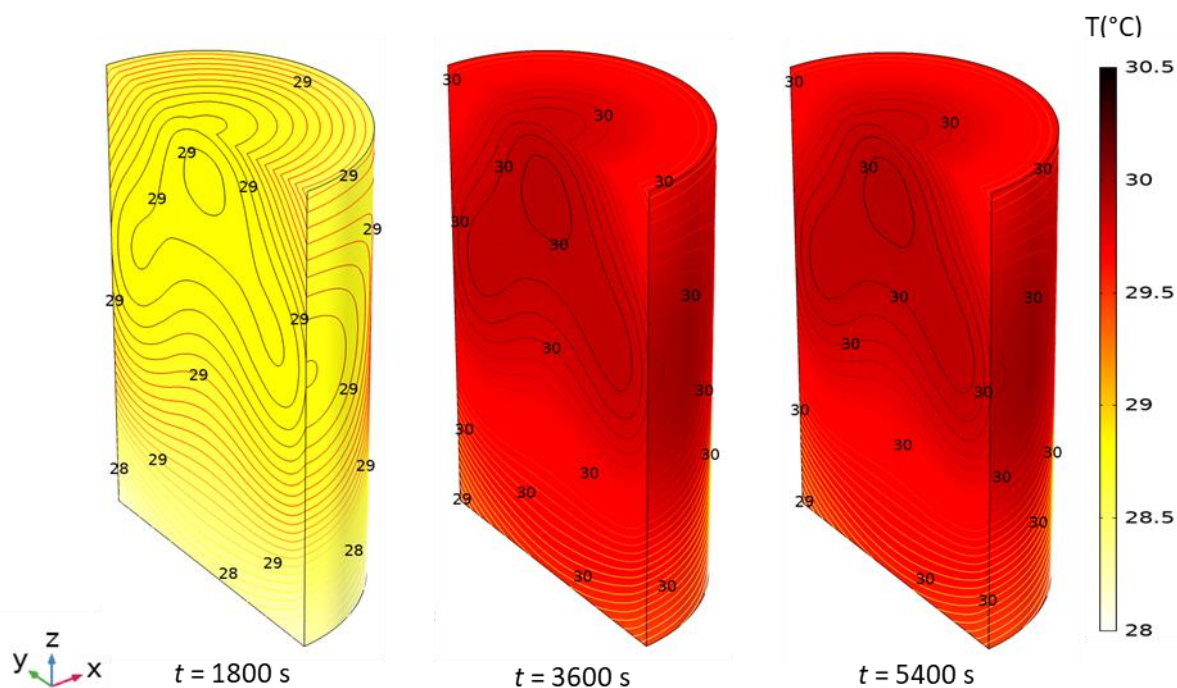


Figure 4.68 Prédiction numérique de la distribution volumique de la température pendant un traitement par micro-ondes avec maintien de température constante à 30 °C, sans refroidissement externe.

Comme on peut le constater sur la Figure 4.68, une distribution en 3D homogène en température a été estimée ($30 \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$, après 3600 s de traitement), sans la présence de points chauds et froids dans le volume du produit. L'uniformité de la température a été obtenue, grâce à la méthode de modulation de la puissance micro-ondes. En effet, la faible puissance micro-ondes appliquée ainsi que la durée du traitement ont permis de favoriser les transferts de chaleur par conduction dans le volume du produit au cours du traitement micro-ondes.

Des analyses microbiologiques ont été réalisées pour les trois durées d'exposition d'échantillons aux ondes électromagnétiques : 1800, 3600 et 5400 s, avec et sans refroidissement externe. Les résultats sont présentés dans le Tableau 4.20. Tout d'abord, on peut noter qu'aucune réduction microbienne détectable n'est observée. Au contraire, les résultats démontrent qu'une légère croissance d'*E. coli* se produit.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Tableau 4.20 Résultats d'analyse microbiologique d'un échantillon de viande exposé à différents instants aux micro-ondes à une température sublétales.

Temps (s)	30 °C Log (N/N_0)	30 °C + air froid Log (N/N_0)
1800	0,10 ± 0,13	0,19 ± 0,05
3600	0,05 ± 0,33	0,35 ± 0,04
5400	0,12 ± 0,15	0,30 ± 0,10

Pour le traitement à 30 °C, la durée de traitement micro-ondes semble n'avoir aucune influence sur la concentration de la population microbienne. Sur les cinq échantillons analysés, le nombre de colonies reste autour de 0,1 log. En revanche, les résultats sont surprenants pour le traitement avec refroidissement externe. Le flux d'air froid turbulent permet ici d'évacuer, la chaleur générée par micro-ondes au sein du produit de manière à maintenir la température constante autour de 30°C. La puissance micro-ondes qui doit être appliquée est donc supérieure à celle mesurée sans refroidissement externe. Il est évoqué dans la littérature que l'amplitude de la puissance micro-ondes appliquée peut avoir un effet non-thermique sur les microorganismes (Alsuhaïm et al., 2012; Devyatkov, 1973; Porcelli et al., 1997). Mais ce sujet reste controversé dans la littérature scientifique

Dans cette étude, les analyses microbiennes ont révélé une légère augmentation de la concentration de la population initiale (à peu près 0,3 log), avec une exposition à 250 W de puissance micro-ondes. Ce résultat n'était pas de tout attendu, compte tenu des conditions du traitement : (i) court temps d'incubation (temps maximum de 1h30), (ii) température (30 °C) en dehors de la température optimale de croissance d'*E. coli* (37 °C) et (iii) pertes thermiques importantes aux parois pour évacuer le flux de chaleur.

Pourtant, en se basant sur les résultats obtenus, aucune conclusion au sujet des effets non-thermiques ne peut être tirée. Mais les résultats suggèrent qu'à un certain niveau de puissance, les micro-ondes peuvent activer les bactéries pour favoriser leur croissance par division cellulaire. Des études plus approfondies sur ce sujet devront être mises en œuvre pour affiner ces conclusions.

Dans la littérature, Alsuhaïm, Vojisavljevic and Pirogova (2012) ont obtenus des conclusions analogues à cette étude. Ces résultats ont révélé que le taux de croissance des

levures *Saccharomyces cerevisiae* était augmenté après 6 heures d'exposition au rayonnement micro-ondes.

Conclusion générale et perspectives

Ce travail de thèse a fait suite à la thèse de Hamoud-Agha (2013) au sein du laboratoire GEPEA. L'objectif était de passer d'un milieu modèle (gel d'alginate de calcium) à une matrice alimentaire complexe (viande de bœuf hachée) et de pousser plus loin les investigations expérimentales autour des potentiels effets non-thermiques d'un traitement par micro-ondes. Un des principaux enseignements tirés des travaux de Hamoud-Agha (2013) est l'apport indéniable des outils de modélisation numériques pour prédire les cartographies électromagnétiques, thermiques et microbiennes en 3 dimensions. Nous avons donc repris cette approche en l'adaptant à notre problématique en poussant plus loin la précision en tenant compte de l'hétérogénéité de température durant le traitement bain-marie, en prenant en compte le design complexe de la cavité micro-onde. De même, l'étude a été étendue à plusieurs vitesses de chauffage et l'étude des phénomènes non-thermiques, jusqu'alors théorique, a été étendue via des expérimentations.

Dans une première partie, l'étude bibliographique a permis d'appréhender les phénomènes majeurs à prendre en considération pour la modélisation d'un processus de pasteurisation par micro-ondes, mais aussi de découvrir dans la littérature dédiée la possible existence, controversée, d'effets non-thermiques associés aux ondes électromagnétiques. Ainsi, une bonne connaissance des interactions entre micro-ondes et matière associées aux principes fondamentaux du chauffage micro-ondes sont des éléments incontournables pour simuler un traitement thermique par micro-ondes. De plus, dans le cas d'une pasteurisation par micro-ondes, un résumé des études basées sur des produits carnés inoculés avec *E. coli* a été proposé, tout comme les principaux modèles d'inactivation microbienne disponibles dans la littérature.

Concernant les méthodologies expérimentales, des protocoles normalisés ont été préférés dans la mesure du possible pour caractériser les propriétés thermophysiques ainsi que pour les analyses microbiologiques des produits. Au niveau des procédés, les procédures expérimentales et les équipements utilisés pour réaliser les traitements thermiques ont été détaillés. Compte tenu de ces éléments, un modèle numérique 3D au plus proche de la géométrie réelle des équipements a été développé moyennant des conditions initiales et aux limites prédéfinies et associées à plusieurs hypothèses.

Pour tenter de confirmer ou infirmer un possible effet non-thermique des micro-ondes sur l'inactivation bactérienne, le plan d'action suivant a été imaginé : réaliser divers traitements thermiques dynamiques similaires, par exemple, avec les mêmes historiques thermiques, selon

un procédé de chauffage conventionnel au bain-marie et avec un traitement par micro-ondes. Ainsi, si l'exposition par micro-ondes aboutit à une réduction d'*E. coli* plus importante à histoire thermique similaire, cela suggérerait qu'en plus de l'effet de la température, il y aurait aussi un effet létal spécifique aux ondes électromagnétiques.

Afin de valider cette supposition, des démarches expérimentales ont été réalisées. Pour vérifier que l'histoire thermique appliquée dans les deux modes de chauffage était équivalente, une mesure ponctuelle de température au centre géométrique de chaque échantillon a été effectuée. Cependant, en raison de la spécificité de chaque mode de chauffage et du matériel expérimental disponible, les produits traités avaient des masses et des formes différentes. En outre, l'apport de chaleur au produit est foncièrement différent entre le chauffage conventionnel et sous micro-ondes (superficiel versus volumique). Par conséquent, il était impossible de garantir que chaque point du produit échantillon avait été soumis strictement à la même histoire thermique. En conséquence, une approche de modélisation du procédé était donc incontournable.

Si l'état actuel des connaissances ne nous permet pas de distinguer s'il y a un effet non-thermique, il nous permet encore moins de savoir comment le prendre en compte dans un modèle phénoménologique. La démarche suivante a alors été appliquée : modéliser les phénomènes (écoulement, transfert de chaleur, inactivation des micro-organismes) dans le cas d'un chauffage conventionnel bain-marie, et vérifier ensuite si les paramètres du modèle d'inactivation microbienne trouvés restent valables ou non dans un modèle où l'apport de chaleur est réalisé par micro-ondes. S'il n'est pas nécessaire de réadapter les paramètres cinétiques d'inactivation, tout en ayant appliqué des historiques thermiques ponctuels aussi proches que possibles, on peut alors raisonnablement penser que l'effet non-thermique est négligeable voire inexistant. Ainsi, comme souligné, la modélisation de ces processus de pasteurisation était donc requise pour comprendre à la fois les distributions de température et par conséquent prédire l'inactivation de *E. coli* suivant les coordonnées spatiales 3D du produit.

La première étape a donc consisté en une modélisation du traitement thermique de pasteurisation par bain-marie : celle-ci a requis la prise en compte d'un couplage entre les équations de la mécanique des fluides et du transfert de chaleur. La résolution de l'écoulement du fluide caloporteur, décrit par les équations de Navier-Stokes, a été effectuée en considérant un écoulement laminaire. Les mouvements de convection naturelle du fluide sont dus à la dépendance en température des propriétés thermophysiques de l'eau. Les propriétés thermophysiques de la viande, déterminées expérimentalement ou issues de la littérature le cas

échéant, ont été introduites dans le modèle en les considérant indépendantes de la température. Une bonne concordance entre les données expérimentales et estimées a été observée, permettant de valider le modèle.

Notons qu'afin de réduire le temps de calcul, le modèle thermique couplé a été résolu sur $\frac{1}{4}$ du domaine géométrique, grâce à des conditions de symétrie. Les températures prédites au sein du produit avec une vitesse de chauffage consignée à la paroi du fluide caloporteur, sans temps de maintien, ont permis de conclure : (i) qu'il existe un retard thermique non négligeable dû à la faible conduction thermique au sein du produit, (ii) que la surface du produit atteint des températures plus élevées que le centre, (iii) que le processus de chauffage est hétérogène avec un écart de température pouvant atteindre $15,8^{\circ}\text{C}$ ($13^{\circ}\text{C}/\text{min}$) entre les points froid et chaud de l'échantillon.

La deuxième phase de cette modélisation a consisté au couplage d'un modèle d'inactivation d'*E. coli* au processus de chauffage par bain-marie. Habituellement, les paramètres cinétiques du modèle d'inactivation microbienne (D_{ref} , z et T_{ref}) sont déterminés expérimentalement en conditions isothermes. L'introduction de ces paramètres dans des modèles dynamiques de température fait l'objet de débats dans la littérature et nous a conduit à faire le choix d'une estimation numérique de ces paramètres pour différentes conditions dynamiques, après avoir tenté sans succès d'utiliser des paramètres obtenus en condition isotherme issus de la littérature. Nous avons aussi étudié l'intérêt de modifier la structure du modèle d'inactivation pour prendre en compte une éventuelle thermotolérance des bactéries lors du processus de chauffage. Cette phase d'estimation des paramètres cinétiques (au bain-marie) a été réalisée à des vitesses de chauffage de 1, 3, 5, 7, 10 et $13^{\circ}\text{C}/\text{min}$. La méthodologie a été couplée avec une étude de sensibilité du modèle au nombre de paramètres estimés afin de retenir la structure la plus pertinente. Ainsi, un critère d'information d'Akaike simplifié (AIC^*) et l'intervalle de confiance à 95% ont été calculés.

Au vu des résultats, l'équation de premier ordre avec k_{max} dépendant de la température, a été suffisante pour prédire avec simplicité et précision la réduction d'*E. coli* dans des conditions dynamiques de température, pour peu que les hétérogénéités de températures dans le volume d'échantillon soient prises en compte dans le modèle thermique prévisionnel. De plus, des valeurs constantes pour T_{ref} , z et D_{ref} ont pu être adoptées, avec uniquement la nécessité d'un ajustement de D_{ref} . Enfin, une prédiction satisfaisante de la cinétique d'inactivation d'*E. coli* a été obtenue dans cette étude, avec les paramètres : $D_{ref} = 47$ s, $z = 3,79^{\circ}\text{C}$ et $T_{ref} = 58^{\circ}\text{C}$, pour tous les traitements thermiques à des vitesses de chauffage dans la plage de 1 à $13^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

Il convient de noter que le modèle d'inactivation microbienne utilisé dans cette étude ne prend en compte que l'effet léthal de la température sur les bactéries.

La seconde étape a alors concerné la modélisation d'une pasteurisation par micro-ondes, avec en premier lieu une procédure de validation de la propagation du champ électrique dans le guide d'ondes. Quatre configurations ont été étudiées concernant la propagation de l'onde stationnaire dans le guide et le scénario optimal a été validé expérimentalement par des mesures de température dans un échantillon de 5 g de viande. Les résultats ont démontré l'importance d'inclure avec précision dans le modèle les paramètres géométriques du guide d'ondes expérimental, ainsi que les propriétés diélectriques des matériaux qui remplissent la section du guide d'ondes (quartz, polystyrène et Teflon®). Les valeurs de température prédites ont été en très bon accord avec les températures mesurées expérimentalement en différents points de l'échantillon. Le modèle a pu être résolu à partir d'une approche en deux étapes, permettant de réduire le temps de calcul machine.

La résolution des équations de Maxwell, en domaine fréquentiel, a généré des informations importantes concernant la forme du champ électrique dans le guide d'ondes ainsi que l'amplitude maximale du champ le long de la direction de propagation z . L'onde électromagnétique stationnaire modélisée se propage dans le guide d'ondes selon un mode TE_{10} . La cavité formée dans le guide d'ondes a été adaptée en impédance, pour obtenir un facteur de réflexion de la puissance micro-ondes minimal. L'équation du transfert de chaleur a été résolue dans le produit alimentaire en prenant en compte le terme source issu de la génération de chaleur sous micro-ondes.

Compte tenu de l'objectif initial de comparer les deux approches de pasteurisation, le modèle d'inactivation microbienne validé auparavant en chauffage bain-marie a été implémenté dans le modèle avec micro-ondes. Trois vitesses de chauffage ont été ciblées (7, 10 et 13 °C/min). Un bon accord entre les températures mesurée et simulée au centre géométrique d'un échantillon de 200 mg a été obtenu.

Les prédictions numériques de la distribution de la température au sein du produit ont mis en relief l'hétérogénéité du processus de chauffage par micro-ondes. De plus, l'effet de la vitesse de chauffage a amplifié l'écart de température entre les zones froides et chaudes. Le modèle d'inactivation microbienne implémenté a permis de prédire en temps et en espace la réduction logarithmique des bactéries. Un bon accord entre les valeurs d'inactivations simulées et celles mesurées expérimentalement a permis de conclure que le modèle cinétique

d'inactivation établi au bain-marie restait valable sous micro-ondes. Dès lors, pour ce qui est du potentiel effet non-thermique des micro-ondes, le fait que le modèle cinétique n'ait pas eu à être adapté tend à laisser penser que pour des histoires thermiques similaires, l'inactivation d'*E. coli* se révèle liée uniquement à l'effet thermique. La différence entre les réductions logarithmique issues des deux méthodes de chauffage est justifiée par les distributions non uniformes de la température, ce qui au final est en accord avec la conclusion apportée par Hamoud-Agha, Curet, Simonin, & Boillereaux (2013).

Les résultats obtenus dans ce travail de thèse prouvent et valident l'intérêt de la démarche de modélisation appliquée aux processus de pasteurisation par bain-marie et par micro-ondes. En outre, ils mettent en évidence la possibilité de prédire l'inactivation d'un micro-organisme cible à partir d'une mesure ponctuelle de température, en tenant compte de l'hétérogénéité volumique de la température dans les deux processus de chauffage investigués.

Afin de compléter l'investigation sur les effets non-thermiques potentiels des ondes électromagnétiques, une étude sur la méthode d'apport de l'énergie micro-ondes lors du traitement a été réalisée expérimentalement et numériquement. Ainsi, lors du suivi d'une rampe de température à 10 °C /min, deux réglages du régulateur PID ont été étudiés. Dans le premier cas, le PID a été réglé en "auto-tuning" permettant une régulation douce et un apport continu de puissance, tandis que le second cas a consisté en un réglage simple proportionnel engendrant une commande en puissance par impulsions (tout ou rien). Le modèle de pasteurisation par micro-ondes validé précédemment a été utilisé et les traitements ont été simulés en modulant le terme source conformément aux puissances obtenues expérimentalement. D'après les données de mesure de température sur un point central dans le produit et les estimations numériques, un bon accord a été obtenu. Les prédictions de la distribution de la température ont suggéré que l'application de micro-ondes en discontinu conduit à une moindre hétérogénéité de la température au sein de l'échantillon, comparativement à l'application de micro-ondes modulées en continu. En adéquation avec cela, une inactivation microbienne plus importante a été prédite quand l'énergie micro-ondes est apportée sous la forme pulsée. Les résultats numériques tendent à montrer que l'usage de rayonnements micro-ondes pulsés dans un procédé de pasteurisation est plus efficace sur l'inactivation à énergie apportée similaire. Cependant, ces résultats numériques n'ont pas été validés par l'expérience. Les analyses microbiologies ont conclu à un taux de réduction d'*E. coli* du même ordre de grandeur (-2 log) dans les deux cas, avec une dépense énergétique moyenne de 64,6 kJ.

Enfin, une dernière hypothèse a été investiguée : l'influence de l'intensité du champ électrique sur l'inactivation bactérienne. Ainsi, afin d'étudier les effets non-thermiques, la température d'échantillon a été maintenue à une valeur sublétales, pour différentes durées d'exposition. Pour ce faire, la température au centre d'échantillon a été régulée autour de 30 °C. Néanmoins, pour réussir à élever l'intensité de puissance sans dépasser la consigne de température fixée, un flux d'air froid a été injecté dans la cavité du guide d'ondes pendant le traitement. D'après les résultats expérimentaux, aucun effet non-thermique des micro-ondes sur l'inactivation microbienne n'a été détecté, quel que soit le traitement réalisé. En revanche, les résultats ont suggéré une légère augmentation de la concentration de la population bactérienne, en particulier pour le traitement avec l'injection d'air (0,3 log). Selon des données issues de la littérature, l'hypothèse suivante a été mise en perspective : l'énergie micro-ondes, à certaines puissances spécifiques, peut induire un effet non-thermique sur la prolifération cellulaire des micro-organismes en activant le processus de division cellulaire. Cependant, cela n'est qu'une hypothèse, qui mériterait des études plus poussées.

Ces conclusions permettent de dégager des orientations futures pour la poursuite des investigations. Du point de vue des applications industrielles, l'hétérogénéité de température est connue comme étant le frein principal au développement de la technologie de pasteurisation des aliments par micro-ondes. L'utilisation d'un modèle multiphysique qui prend en compte la géométrie réelle des équipements dans la cavité micro-ondes permet l'optimisation du procédé, afin de viser une distribution plus uniforme de la température dans le produit. De cette manière, la simulation de la distribution du champ électrique peut fournir des informations pertinentes concernant l'amplitude et la forme du champ. Les degrés de libertés du modèle permettent l'optimisation de paramètres, comme la taille de la cavité, la masse du produit, le positionnement de l'échantillon dans la cavité, mais aussi l'optimisation de la forme des contenants et supports du produit à traiter. La combinaison des micro-ondes avec d'autres sources d'énergie (*i.e.* injection d'air, immersion du produit dans l'eau) semble être aussi prometteuse, tout comme l'apport cyclique de l'énergie micro-onde au cours du traitement.

Concernant le processus de pasteurisation, où la température varie avec le temps pendant l'inactivation microbienne, la mise en œuvre d'approches de modélisation qui associent la distribution volumique de la température avec l'histoire thermique du procédé permet d'obtenir des prévisions fiables des paramètres cinétiques dans des plages de températures et vitesses de chauffage imposées. Un modèle robuste, performant et efficient, avec un temps de calcul raisonnable, peut être intéressant pour des applications industrielles. L'alimentation du modèle

avec des données issues de mesures directes de température fournit des informations pour le contrôle du procédé afin d'optimiser la qualité finale du produit.

À propos des effets non-thermiques potentiels, un sujet de recherche dans lequel il vaut la peine d'investir concerne la prolifération microbienne due à l'exposition aux micro-ondes dans certaines conditions de température. Des analyses quantitatives (dénombrement microbienne, analyse d'ADN) et qualitatives (analyses d'image microscopique des modifications cellulaires, mutations) permettraient de mieux comprendre les phénomènes. Un autre axe de recherche à développer pourrait être l'application de la technologie micro-ondes dans des bioréacteurs et incubateurs utilisés à des fins de production de micro-organismes et levures.

Références

- Aguilar-Reynosa, A., Romanić, A., Ma. Rodríguez-Jasso, R., Aguilar, C. N., Garrote, G., & Ruiz, H. A. (2017). Microwave heating processing as alternative of pretreatment in second-generation biorefinery: An overview. *Energy Conversion and Management*, *136*, 50–65. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2017.01.004>
- Ahmed, J., & Ramaswamy, H. (2007). Microwave Pasteurization and Sterilization of Foods. In L. Taylor & Francis Group (Ed.), *Handbook of Food Preservation* (Second Ed., pp. 691–711). <https://doi.org/10.1201/9781420017373.ch28>
- Ahmed, N. M., Conner, D. E., & Huffman, D. L. (1995). Heat-resistance of Escherichia Coli O157:H7 in meat and poultry as affected by product composition. *Journal of Food Science*, *60*(3), 606–610.
- Akaike, H. (1974). A New Look at the Statistical Model Identification. *IEEE Transactions on Automatic Control*, *19*(6), 716–723. <https://doi.org/10.1109/TAC.1974.1100705>
- Akkari Elias. (2007). *Modelisation et commande de la decongelation par micro-ondes*. Universite de Nantes.
- Albert, I., & Mafart, P. (2003). A modified Weibull model for bacterial inactivation. In J. F. M. Van Impe, A. H. Geeraerd, I. Leguerinel, & P. Mafart (Eds.), *Modelling in Foods* (pp. 143–145). <https://doi.org/ISBN:90-5682-400-7>
- Albuquerque, C. D., Curet, S., & Boillereaux, L. (2019a). A 3D-CFD-heat-transfer-based model for the microbial inactivation of pasteurized food products. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, *54*(March), 172–181. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2019.04.007>
- Albuquerque, C. D., Curet, S., & Boillereaux, L. (2019b). Microwave processing of food samples: influence of cavity design and dielectric properties. *17th International Conference on Microwave and High Frequency Heating*. Valence.
- Alsuhaim, H., Vojisavljevic, V., & Pirogova, E. (2012). Effects of Non-thermal Microwave Exposures on the Proliferation Rate of Saccharomyces Cerevisiae Yeast. *IFMBE Proceedings*, *39*, 48–51. <https://doi.org/10.1515/bmte.1982.27.10.226>
- Apostolou, I., Papadopoulou, C., Levidiotou, S., & Ioannides, K. (2005). The effect of short-time microwave exposures on *Escherichia coli* O157:H7 inoculated onto chicken meat portions and whole chickens. *International Journal of Food Microbiology*, *101*(1), 105–110. <https://doi.org/10.1016/j.ijfoodmicro.2004.10.043>
- Arunachalam, K., Melapudi, V. R., Udpa, L., & Udpa, S. S. (2006). Microwave NDT of cement-based materials using far-field reflection coefficients. *NDT and E International*, *39*(7), 585–593. <https://doi.org/10.1016/j.ndteint.2006.03.001>
- Aymerich, T., Picouet, P. A., & Monfort, J. M. (2008). Decontamination technologies for meat products. *Meat Science*, *78*(1–2), 114–129. <https://doi.org/10.1016/j.meatsci.2007.07.007>

RÉFÉRENCES

- Aziz, N. H., Mahrous, S. R., & Youssef, B. M. (2002). Effect of gamma-ray and microwave treatment on the shelf-life of beef products stored at 5 °C. *Food Control*, 13(6–7), 437–444. [https://doi.org/10.1016/S0956-7135\(01\)00049-4](https://doi.org/10.1016/S0956-7135(01)00049-4)
- Bandici, L., Leuca, T., & Palade, P. A. (2009). Some Aspects Regarding the Optimization of the Electromagnetic Field Propagation in Microwave Structures. *Journal of Electronics & Electrical Engineering*, 7–12.
- Barbosa-Canovas, G. V., Medina-Meza, I., Candogan, K., & Bermudez-Aguirre, D. (2014). Advanced retorting, microwave assisted thermal sterilization (MATS), and pressure assisted thermal sterilization (PATS) to process meat products. *Meat Science*, 98(3), 420–434. <https://doi.org/10.1016/j.meatsci.2014.06.027>
- Bengtsson, N. E., & Risman, P. O. (1971). Dielectric Properties of Foods at 3 GHz as Determined by a Cavity Perturbation Technique. *Journal of Microwave Power*, 6(2), 101–106. <https://doi.org/doi.org/10.1080/00222739.1971.11688788>
- Bergqvist, B., Arvidsson, L., Pettersson, E., Galt, S., Saalman, E., Hamnerius, Y., & Nordén, B. (1994). Effect of microwave radiation on permeability of liposomes. Evidence against non-thermal leakage. *BBA - General Subjects, Acta 1201*, 51–54. [https://doi.org/10.1016/0304-4165\(94\)90150-3](https://doi.org/10.1016/0304-4165(94)90150-3)
- Bhattacharya, M., & Basak, T. (2016). A review on the susceptor assisted microwave processing of materials. *Energy*, 97, 306–338. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2015.11.034>
- Bhattacharya, M., & Basak, T. (2017). A comprehensive analysis on the effect of shape on the microwave heating dynamics of food materials. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 39, 247–266. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2016.12.002>
- Bigelow, W. D. (1921). The logarithmic nature of thermal death time curves. *The Journal of Infectious Diseases*, 29(5), 528–536.
- Bohr, H., & Bohr, J. (2000). Microwave-enhanced folding and denaturation of globular proteins. *Physical Review E - Statistical Physics, Plasmas, Fluids, and Related Interdisciplinary Topics*, 61(4), 4310–4314. <https://doi.org/10.1103/PhysRevE.61.4310>
- Bott, R. (2014). Modelling microorganisms in food. In S. Brul, Suzanne van Gerwen, & M. Zwietering (Eds.), *Woodhead Publishing Limited, Abington Hall, Abington*. Cambridge.
- Brunton, N. P., Lyng, J. G., Zhang, L., & Jacquier, J. C. (2006). The use of dielectric properties and other physical analyses for assessing protein denaturation in beef biceps femoris muscle during cooking from 5 to 85 °c. *Meat Science*, 72(2), 236–244. <https://doi.org/10.1016/j.meatsci.2005.07.007>
- Campañone, L. A., Paola, C. A., & Mascheroni, R. H. (2012). Modeling and Simulation of Microwave Heating of Foods Under Different Process Schedules. *Food and Bioprocess Technology*, 5(2), 738–749. <https://doi.org/10.1007/s11947-010-0378-5>
- Castro-Giráldez, M., Fito, P. J., & Fito, P. (2010). Application of microwaves dielectric spectroscopy for controlling pork meat (*Longissimus dorsi*) salting process. *Journal of Food Engineering*, 97(4), 484–490. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2009.11.005>
-

RÉFÉRÉNCES

- Cerf, O. (1977). Tailing of survival curves of bacterial spores. *The Journal of Applied Bacteriology*, 42, 1–19. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2672.1977.tb00665.x>
- Charles R. Buffler. (1993). *Microwave cooking and processing. Engineering fundamentals for the food scientist*. New York: Van Nostrand Reinhold.
- Chen, H., Tang, J., & Liu, F. (2008). Simulation model for moving food packages in microwave heating processes using conformal FDTD method. *Journal of Food Engineering*, 88(3), 294–305. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2008.02.020>
- Chick, H. (1908). An investigation of the laws of disinfection. *The Journal of Hygiene*, 8(1), 92–158. <https://doi.org/10.1017/S0022172400006987>
- Chizoba Ekezie, F. G., Sun, D. W., Han, Z., & Cheng, J. H. (2017). Microwave-assisted food processing technologies for enhancing product quality and process efficiency: A review of recent developments. *Trends in Food Science and Technology*, 67, 58–69. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2017.05.014>
- Choi, W., Lee, S. H., Kim, C. T., & Jun, S. (2015). A finite element method based flow and heat transfer model of continuous flow microwave and ohmic combination heating for particulate foods. *Journal of Food Engineering*, 149, 159–170. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2014.10.016>
- Churchill, S. W., & Chu, H. H. S. (1975). Correlating equations for laminar and turbulent free convection from a vertical plate. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 18(11), 1323–1329.
- Cleland, D. J., Cleland, A. C., & Jones, R. C. (1994). Collection of accurate experimental data for testing the performance of simple methods for food freezing time prediction. *Journal Food Process Engineering*, 17, 93–119.
- CLSI. Methods for dilution antimicrobial susceptibility tests for bacteria that grow aerobically - Approved Standard. , 32 Clinical and Laboratory Standards Institute 68 (2012).
- Commission Regulation (EC) N° 2073/2005. (2005). Commission Regulation (EC) N° 2073/2005 of 15 November 2005 on microbiological criteria for foodstuffs. *Official Journal of the European Union*, 1–26.
- Coroller, L., Leguerinel, I., Mettler, E., Savy, N., & Mafart, P. (2006). General model, based on two mixed weibull distributions of bacterial resistance, for describing various shapes of inactivation curves. *Applied and Environmental Microbiology*, 72(10), 6493–6502. <https://doi.org/10.1128/AEM.00876-06>
- Curet, S. (2008). Traitement micro-ondes et transferts de chaleur en milieu multiphasique. *Sciences Pour l'Ingénieur, Géosciences, Architecture*, 196.
- Curet, S., Rouaud, O., & Boillereaux, L. (2008). Microwave tempering and heating in a single-mode cavity: numerical and experimental investigations. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 47(9–10), 1656–1665. <https://doi.org/10.1016/j.cep.2007.09.011>
- Curet, S., Rouaud, O., & Boillereaux, L. (2009). Effect of Sample Size on Microwave Power

RÉFÉRÉNCES

- Absorption Within Dielectric Materials: 2D Numerical Results vs. Closed-Form Expressions. *AIChE Journal*, 55(6), 1569–1583. <https://doi.org/10.1002/aic>
- Davis, J. R. (Ed.). (2001). *ASM specialty handbook: copper and copper alloys*. Materials Park, Ohio: ASM International.
- De La Hoz, A., Díaz-Ortiz, Á., & Moreno, A. (2005). Microwaves in organic synthesis. Thermal and non-thermal microwave effects. *Chemical Society Reviews*, 34(2), 164–178. <https://doi.org/10.1039/b411438h>
- Devyatkov, N. D. (1973). Influence of the millimetre wavelength range electromagnetic radiation upon biological objects. *Soviet Phys. Uspekhi*, 452–469.
- Edwards, W. F., Young, D. D., & Deiters, A. (2009). The effect of microwave irradiation on DNA hybridization. *Organic and Biomolecular Chemistry*, 7(12), 2506–2508. <https://doi.org/10.1039/b903609a>
- Farag, K. W., Lyng, J. G., Morgan, D. J., & Cronin, D. a. (2008). Dielectric and thermophysical properties of different beef meat blends over a temperature range of –18 to +10 °C. *Meat Science*, 79(4), 740–747. <https://doi.org/10.1016/j.meatsci.2007.11.005>
- Frank M. W. (1988). *Heat and Mass Transfer* (2nd ed.). Addison-Wesley.
- Fujikawa, H., Ushioda, H., & Kudo, Y. (1992). Kinetics of Escherichia-Coli Destruction By Microwave Irradiation. *Applied and Environmental Microbiology*, 58(3), 920–924.
- Geeraerd, A. H., Herremans, C. H., & Van Impe, J. F. (2000). Structural model requirements to describe microbial inactivation during a mild heat treatment. *International Journal of Food Microbiology*, 59(3), 185–209.
- Geeraerd, A. H., Valdramidis, V. P., & Van Impe, J. F. (2005). GInaFiT, a freeware tool to assess non-log-linear microbial survivor curves. *International Journal of Food Microbiology*, 102(1), 95–105. Retrieved from <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0168160505000073>
- Green, D. W., & Perry, R. H. (2007). *Perry's Chemical Engineering Handbook* (Eighth). The McGraw-Hill Companies, Inc.
- Gunasekaran, N. (2002). Effect of Fat Content and Food Type on Heat Transfer during Microwave Heating. Faculty of Virginia Polytechnic Institute.
- Gunasekaran, S., & Yang, H. W. (2007). Effect of experimental parameters on temperature distribution during continuous and pulsed microwave heating. *Journal of Food Engineering*, 78(4), 1452–1456. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2006.01.017>
- Guo, Q., Sun, D. W., Cheng, J. H., & Han, Z. (2017). Microwave processing techniques and their recent applications in the food industry. *Trends in Food Science and Technology*, 67, 236–247. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2017.07.007>
- Hamoud-Agha, M. M. (2013). *Modélisation et contrôle d'un procédé de pasteurisation par micro-ondes*. L'Université Nantes Angers Le Mans.

RÉFÉRENCES

- Hamoud-Agha, M. M., Curet, S., Simonin, H., & Boillereaux, L. (2013). Microwave inactivation of *Escherichia coli* K12 CIP 54.117 in a gel medium: experimental and numerical study. *Journal of Food Engineering*, *116*(2), 315–323.
- Huang, L., & Sites, J. (2010). New automated microwave heating process for cooking and pasteurization of microwaveable foods containing raw meats. *Journal of Food Science*, *75*(2), 110–116. <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2009.01482.x>
- Huang, Y. F., Chiueh, P. Te, Kuan, W. H., & Lo, S. L. (2016). Microwave pyrolysis of lignocellulosic biomass: Heating performance and reaction kinetics. *Energy*, *100*, 137–144. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2016.01.088>
- Içier, F., & Baysal, T. (2004). Dielectrical properties of food materials - 1: Factors affecting and industrial uses. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, *44*(6), 465–471. <https://doi.org/10.1080/10408690490886692>
- ISO 16649-2:2001. (2001). *Microbiology of food and animal feeding stuffs — Horizontal method for the enumeration of b-glucuronidase-positive Escherichia coli*.
- ISO 4833-1:2013. (2013). *Microbiology of the food chain - Horizontal method for the enumeration of microorganisms*.
- J. Thuery. (1983). *Les micro-ondes et leur effets sur la matière. Applications industrielles, agro-alimentaire et médicales* (CDIUPA, Ed.). Paris.
- Jacob, J., Chia, L. H. L., & Boey, F. Y. C. (1995). Review Thermal and non-thermal interaction of microwave radiation with materials. *Journal of Materials Science*, *30*, 5321–5327.
- Kostas, E. T., Beneroso, D., & Robinson, J. P. (2017a). The application of microwave heating in bioenergy: A review on the microwave pre-treatment and upgrading technologies for biomass. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, *77*(March), 12–27. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2017.03.135>
- Kostas, E. T., Beneroso, D., & Robinson, J. P. (2017b). The application of microwave heating in bioenergy: A review on the microwave pre-treatment and upgrading technologies for biomass. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, *77*(February), 12–27. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2017.03.135>
- Kou, X., Li, R., Hou, L., Zhang, L., & Wang, S. (2018). Identifying possible non-thermal effects of radio frequency energy on inactivating food microorganisms. *International Journal of Food Microbiology*, *269*, 89–97. <https://doi.org/10.1016/j.ijfoodmicro.2018.01.025>
- Koutchma, T., Le Bail, A., & Ramaswamy, H. S. (2001). Comparative experimental evaluation of microbial destruction in continuous-flow microwave and conventional heating systems. *Canadian Biosystems Engineering / Le Genie Des Biosystems Au Canada*, *43*, 31–38.
- Kozempel, M. F., Annous, B. a, Cook, R. D., Scullen, O. J., & Whiting, R. C. (1998). Inactivation of microorganisms with microwaves at reduced temperatures. *Journal of Food Protection*, *61*(5), 582–585.
- Kubo, M. T. K. (2018). *Thermal process of fruit juices using microwaves: multiphysics modeling and enzyme inactivation*. Universite Bretagne Loire.
-

RÉFÉRÉNCES

- Lin, B., Li, H., Chen, Z., Zheng, C., Hong, Y., & Wang, Z. (2017). Sensitivity analysis on the microwave heating of coal: A coupled electromagnetic and heat transfer model. *Applied Thermal Engineering*, 126, 949–962. <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2017.08.012>
- Lin, Y. . E., & Purib, V. M. (1995). Finite element analysis of microwave heating of solid foods. *Journal of Food Engineering*, 25, 85–112.
- Lyng, J. G., Zhang, L., & Brunton, N. P. (2005). A survey of the dielectric properties of meats and ingredients used in meat product manufacture. *Meat Science*, 69(4), 589–602. <https://doi.org/10.1016/j.meatsci.2004.09.011>
- Mafart, P., Couvert, O., Gaillard, S., & Leguerinel, I. (2002). On calculating sterility in thermal preservation methods: application of the Weibull frequency distribution model. *Acta Horticulturae*, 566(1–2), 107–114. [https://doi.org/10.1016/S0168-1605\(01\)00624-9](https://doi.org/10.1016/S0168-1605(01)00624-9)
- Motasemi, F., & Afzal, M. T. (2013). A review on the microwave-assisted pyrolysis technique. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 28, 317–330. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2013.08.008>
- Nasri, K., Daghfous, D., & Landoulsi, A. (2013). Effects of microwave (2.45 GHz) irradiation on some biological characters of Salmonella typhimurium. *Comptes Rendus Biologies*, 336(4), 194–202. <https://doi.org/10.1016/j.crv.2013.04.003>
- Nelson, S. O., & Bartley Jr., P. G. (2000). Measuring frequency and temperature dependent dielectric properties of food materials. *Transactions of the ASAE*, 43(6), 1733–1736. <https://doi.org/10.13031/2013.3075>
- Nelson, S. O. (1973). Electrical Properties of Agricultural Products-A Critical Review. *Transactions of the ASAE*, 16(2), 0384–0400. <https://doi.org/10.13031/2013.37527>
- Nelson, Stuart O., & Datta, A. K. (2001). Dielectric properties of food materials and electric field interactions. In A. K. Datta & R. C. Anantheswaran (Eds.), *Handbook of microwave technology for food applications* (pp. 69–114). New York: Marcel Dekker, Inc.
- Nowakowska, H., & Mizeraczyk, J. (2008). *Electric Field Distributions and Energy Transfer in Waveguide-Based Axial-Type Microwave Plasma Source*. 2–7.
- Pan, Z., & Paul Singh, R. (2001). Physical and thermal properties of ground beef during cooking. *LWT - Food Science and Technology*, 34(7), 437–444.
- Pitchai, K., Birla, S. L., Subbiah, J., Jones, D., & Thippareddi, H. (2012). Coupled electromagnetic and heat transfer model for microwave heating in domestic ovens. *Journal of Food Engineering*, 112(1–2), 100–111. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2012.03.013>
- Pitchai, K., Chen, J., Birla, S., Gonzalez, R., Jones, D., & Subbiah, J. (2014). A microwave heat transfer model for a rotating multi-component meal in a domestic oven: Development and validation. *Journal of Food Engineering*, 128, 60–71. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2013.12.015>
- Porcelli, M., Cacciapuoti, G., Fusco, S., Massa, R., D'Ambrosio, G., Bertoldo, C., ... Zappia, V. (1997). Non-thermal effects of microwaves on proteins: Thermophilic enzymes as
-

RÉFÉRÉNCES

- model system. *FEBS Letters*, 402, 102–106. [https://doi.org/10.1016/S0014-5793\(96\)01505-0](https://doi.org/10.1016/S0014-5793(96)01505-0)
- Poschet, F., Geeraerd, A. H., Loey, A. M. Van, Hendrickx, M. E., & Impe, J. F. Van. (2005). *Assessing the optimal experiment setup for first order kinetic studies by Monte Carlo analysis*. 16, 873–882. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2004.07.009>
- Ratanadecho, P. (2002). *A numerical and experimental investigation of the modeling of microwave heating for liquid layers using a rectangular wave guide (effects of natural convection and dielectric properties)*. 26, 449–472.
- Ryyniäinen, S. (1995). The Electromagnetic Properties of Food Materials : A Review of the Basic Principles. *Journal of Food Engineering*, 26(4), 409–429. [https://doi.org/10.1016/0260-8774\(94\)00063-F](https://doi.org/10.1016/0260-8774(94)00063-F)
- Sadot, M. (2018). *Etude numérique et expérimentale d'un procédé de congélation assistée par micro-ondes*. Université de Nantes.
- Salema, A. A., & Afzal, M. T. (2015). Numerical simulation of heating behaviour in biomass bed and pellets under multimode microwave system. *International Journal of Thermal Sciences*, 91, 12–24. <https://doi.org/10.1016/j.ijthermalsci.2015.01.003>
- Santos, T., Valente, M. A., Monteiro, J., Sousa, J., & Costa, L. C. (2011). Electromagnetic and thermal history during microwave heating. *Applied Thermal Engineering*, 31(16), 3255–3261. <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2011.06.006>
- Schlegel, W. (1992). Commercial pasteurization and sterilization of food products using microwave technology. *Food Technology*, 46(12), 50–56.
- Shamis, Y., Taube, A., Mitik-Dineva, N., Croft, R., Crawford, R. J., & Ivanova, E. P. (2011). Specific electromagnetic effects of microwave radiation on *Escherichia coli*. *Applied and Environmental Microbiology*, 77(9), 3017–3022. <https://doi.org/10.1128/AEM.01899-10>
- Shazman, A., Mizrahi, S., Cogan, U., & Shimoni, E. (2007). Examining for possible non-thermal effects during heating in a microwave oven. *Food Chemistry*, 103(2), 444–453. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.08.024>
- Sheen, J. (2009). Comparisons of microwave dielectric property measurements by transmission/reflection techniques and resonance techniques. *Measurement Science and Technology*, 20(4). <https://doi.org/10.1088/0957-0233/20/4/042001>
- Sheen, S., Huang, L., & Sommers, C. (2012). Survival of *Listeria monocytogenes*, *Escherichia coli* O157:H7, and *Salmonella* spp. on Catfish Fillets Exposed to Microwave Heating in a Continuous Mode. *Journal of Food Science*, 77(8), 209–215. <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2012.02817.x>
- Siguemoto, É. S., Gut, J. A. W., Martinez, A., & Rodrigo, D. (2018). Inactivation kinetics of *Escherichia coli* O157:H7 and *Listeria monocytogenes* in apple juice by microwave and conventional thermal processing. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 45, 84–91. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2017.09.021>
- Smith, S. E., Maurer, J. L., Orta-Ramirez, A., Ryser, E. T., & Smith, D. M. (2001). Thermal

RÉFÉRÉNCES

- inactivation of *Salmonella* spp., *Salmonella typhimurium* DT104 , and *Escherichia coli* O157 : H7 in ground beef. *Food Microbiology and Safety Thermal*, 66(8), 1164–1168.
- Ștefănoiu, G.-A., Tănase, E. E., Miteluț, A. C., & Popa, M. E. (2016). Unconventional Treatments of Food: Microwave vs. Radiofrequency. *Agriculture and Agricultural Science Procedia*, 10, 503–510. <https://doi.org/10.1016/j.aaspro.2016.09.024>
- Stringer, S. C., George, S. M., & Peck, M. W. (2000). Thermal inactivation of *Escherichia coli* O157 : H7. *Journal of Applied Microbiology Symposium Supplement*, 88(Coia 1998), 79S–89S.
- Tang, Z., Mikhaylenko, G., Liu, F., Mah, J. H., Pandit, R., Younce, F., & Tang, J. (2008). Microwave sterilization of sliced beef in gravy in 7-oz trays. *Journal of Food Engineering*, 89(4), 375–383. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2008.04.025>
- Tavman, S., Kumcuoglu, S., & Gaukel, V. (2007). Apparent specific heat capacity of chilled and frozen meat products. *International Journal of Food Properties*, 10(1), 103–112. <https://doi.org/10.1080/10942910600755151>
- Tsai, S. J., Unklesbay, N., Unklesbay, K., & Clarke, A. (1998). Thermal properties of restructured beef products at different isothermal temperatures. *Journal of Food Science*, 63(3), 481–484.
- Valdramidis, V. P., Geeraerd, A. H., Bernaerts, K., & Van Impe, J. F. (2006). Microbial dynamics versus mathematical model dynamics: The case of microbial heat resistance induction. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 7(1–2), 80–87.
- Valdramidis, V. P., Geeraerd, A. H., Bernaerts, K., & Van Impe, J. F. M. (2008). Identification of non-linear microbial inactivation kinetics under dynamic conditions. *International Journal of Food Microbiology*, 128(1), 146–152.
- Velizarov, S., Raskmark, P., & Kwee, S. (1999). The effects of radiofrequency fields on cell proliferation are non-thermal. *Bioelectrochemistry and Bioenergetics*, 48(1), 177–180. [https://doi.org/10.1016/S0302-4598\(98\)00238-4](https://doi.org/10.1016/S0302-4598(98)00238-4)
- Venkatesh, M. S., & Raghavan, G. S. V. (2004). An overview of microwave processing and dielectric properties of Agri-food Materials. *Biosystems Engineering*, 88(1), 1–18. <https://doi.org/10.1016/j.biosystemseng.2004.01.007>
- Venkatesh, M. S., & Raghavan, G. S. V. (2005). An overview of dielectric properties measuring techniques. *Canadian Biosystems Engineering*, 47, 715–730.
- Welt, B. A., Tong, C. H., Rossen, J. L., & Lund, D. B. (1994). Effect of microwave radiation on inactivation of *Clostridium sporogenes* (PA 3679) spores Effect of Microwave Radiation on Inactivation of *Clostridium sporogenes* (PA 3679) Sporest. *Applied Environmental Microbiology*, 60(2), 482–488.
- Yang, H. W., & Gunasekaran, S. (2004). Comparison of temperature distribution in model food cylinders based on Maxwell's equations and Lambert's law during pulsed microwave heating. *Journal of Food Engineering*, 64(4), 445–453. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2003.08.016>

RÉFÉRÉNCES

- Yilmaz, I., Arici, M., & Gümüş, T. (2005). Changes of microbiological quality in meatballs after heat treatment. *European Food Research and Technology*, 221(3–4), 281–283. <https://doi.org/10.1007/s00217-005-1157-9>
- Yin, C. (2012). Microwave-assisted pyrolysis of biomass for liquid biofuels production. *Bioresource Technology*, 120, 273–284. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2012.06.016>
- Zhang, H., & Datta, A. K. (2000). Coupled electromagnetic and thermal modeling of microwave oven heating of foods. *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, 35.(2), 71–85.
- Zhang, L., Lyng, J. G., Brunton, N., Morgan, D., & McKenna, B. (2004). Dielectric and thermophysical properties of meat batters over a temperature range of 5–85 °C. *Meat Science*, 68(2), 173–184.
- Zhang, Lu, Lyng, J. G., & Brunton, N. P. (2007). The effect of fat, water and salt on the thermal and dielectric properties of meat batter and its temperature following microwave or radio frequency heating. *Journal of Food Engineering*, 80(1), 142–151. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2006.05.016>
- Zhang, Y., Zeng, B.-Q., & Zhang, H. (2012). A 2.45 GHz reentrant coaxial cavity for liquid sterilization based on non-thermal microwave effect. *Progress In Electromagnetics Research C*, 33, 145–156. <https://doi.org/10.2528/pierc12061704>
- Zhao, X., Huang, K., & Yan, L. (2011). Review of Numerical Simulation of Microwave Heating Process. *INTECH Open Access Publisher*, 27–28. <https://doi.org/10.5772/13387>
- Zhu, J., Kuznetsov, A. V., & Sandeep, K. P. (2007). Mathematical modeling of continuous flow microwave heating of liquids (effects of dielectric properties and design parameters). *International Journal of Thermal Sciences*, 46(4), 328–341. <https://doi.org/10.1016/j.ijthermalsci.2006.06.005>

Production scientifique

Ci-dessous sont présentées la liste des articles publiés dans des périodiques et des actes de conférences. Ainsi que les communications orales et poster, lors de congrès scientifiques internationaux.

Publications dans des revues internationales à comité de lecture

ALBUQUERQUE, C. D.; CURET S.; BOILLEREAUX, L. A 3D-CFD-heat-transfer-based model for the microbial inactivation of pasteurized food products. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, In Press (2019). <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2019.04.007>

Congrès National et internationaux avec actes à comité de lecture

ALBUQUERQUE, C. D.; CURET S.; BOILLEREAUX, L. Microwave processing of food samples: influence of cavity design and dielectric properties. 17th International Conference on Microwave and High Frequency Heating (AMPERE), Valencia, Spain, 2019.

ALBUQUERQUE, C. D.; CURET S.; BOILLEREAUX, L. A coupled CFD-heat transfer model for in-package solid food pasteurization. 10th International conference on simulation and modelling in the food and bio-industry, FoodSim'2018 - Ghent, Belgium, p. 172-176, 2018.

ALBUQUERQUE, C. D.; CURET S.; BOILLEREAUX, L. Evaluation of non-thermal effects during microwave heating applied to E. Coli inactivation in ground beef. 32nd International conference of the European Federation of Food Science and Technology (EFFoST), Poster, Nantes, France, 2018.

CURET, S.; ALBUQUERQUE, C. D.; BOILLEREAUX, L. Modélisation d'un applicateur micro-ondes dédié à la pasteurisation de produits alimentaires liquides en écoulement. 17^{ème} congrès de la Société Française de Génie des Procédés (SFGP). Poster, Nantes, France, 2019.

Titre : Étude des effets thermiques et non-thermiques au cours d'un procédé de pasteurisation d'une matrice alimentaire par micro-ondes : approches numérique et expérimentale

Mots clés : Pasteurisation, micro-ondes, modélisation, effets thermiques et non-thermiques

Résumé : Au travers d'approches numériques et expérimentales, ce travail concerne le processus de pasteurisation par micro-ondes dans une matrice alimentaire, pour en comprendre les mécanismes en vue d'une amélioration future. En cherchant à mettre en évidence l'existence d'effets non-thermiques, trois démarches ont été proposées : (i) comparaison chauffage conventionnel / micro-ondes en imposant des histoires thermiques similaires ; (ii) comparaison entre apport d'énergie microonde pulsée ou modulée en continu sur l'inactivation microbienne et (iii) mise en évidence de l'influence de l'amplitude du champ électrique durant un traitement à température subléthale. Deux modèles multiphysiques tridimensionnels, résolus par

éléments finis, sont proposés pour simuler la pasteurisation au bain-marie et par micro-ondes. Les paramètres cinétiques d'inactivation sont estimés numériquement en conditions dynamiques de température. Ces modèles sont capables de prédire l'hétérogénéité de température et par conséquent de l'inactivation microbienne au sein d'un produit. L'accord entre simulations et expériences est satisfaisant. D'après les résultats, aucun effet non-thermique des micro-ondes sur l'inactivation d'*E. coli* n'a pu être détecté. En conclusion, cette étude démontre l'intérêt de la simulation numérique comme outil de compréhension du processus de pasteurisation par micro-ondes, et également pour en améliorer la conception et le contrôle.

Title: Thermal and non-thermal effects investigation during microwave pasteurization process of a food matrix: numerical and experimental approaches.

Keywords: Pasteurization, microwaves, modelling, thermal and non-thermal effects.

Abstract: Through numerical and experimental approaches, this work concerns the process of microwave pasteurization in a food matrix, to understand its mechanisms for future improvement. In seeking to highlight the existence of non-thermal effects, three approaches have been proposed: (i) comparison of conventional heating / microwave by imposing similar thermal histories; (ii) comparison between pulsed or continuously modulated microwave energy input on microbial inactivation and (iii) demonstration of the influence of electric field amplitude during sublethal temperature treatment. Two three-dimensional multiphysics models, solved by finite elements, are proposed to simulate pasteurization in a water bath and by

microwave. The inactivation kinetics parameters are estimated numerically under dynamic temperature conditions. These models are able to predict temperature heterogeneity and therefore microbial inactivation within a product. The agreement between simulations and experiments is satisfactory. Results indicated that no non-thermal effects of microwaves on the inactivation of *E. coli* could be detected. In conclusion, this study demonstrates the interest of numerical simulation as a tool for understanding the microwave pasteurization process, and also to improve its design and control.