

## Eau, aliments & procédés

Les scientifiques de trois unités de l'INRA mettent leurs compétences en commun pour donner à voir, d'une part le rôle clé de l'eau dans les aliments, d'autre part les usages de l'eau dans l'industrie agroalimentaire. H2o, février 2012.

Les chercheurs de l'unité Science et technologie du lait et de l'œuf de l'INRA de Rennes cherchent à améliorer les performances des opérations de concentration et séchage de produits agroalimentaires, en particulier laitiers. Ils étudient les phénomènes de transfert et les réactions chimiques qui se produisent au cours des opérations de filtration, d'évaporation et de séchage par atomisation, ce qui les conduit à proposer des voies d'amélioration des procédés en termes de consommations d'eau et d'énergie. Dans l'unité Génie et microbiologie des procédés alimentaires de l'INRA Versailles-Grignon, les recherches sont menées pour comprendre et modéliser les mécanismes expliquant la dynamique de transfert et de libération de molécules odorantes au cours des procédés de transformation et de séparation. Les scientifiques travaillent notamment sur le traitement des eaux issues de l'industrie alimentaire pour en récupérer les molécules aromatiques, soit pour les valoriser (détergent, cosmétique), soit pour désodoriser les effluents. À Lille, les travaux de l'unité Processus aux interfaces et hygiène des matériaux visent à améliorer la sécurité des aliments lors de transformation industrielle par la compréhension des mécanismes en jeu aux interfaces bactéries-aliment-matériau. Ils concernent par exemple le nettoyage des biofilms qui colonisent toutes les surfaces industrielles, les canalisations...

INRAimages 1. INRA - 2. Faible Industrie Environnement

H2o - février 2012

Économiser l'eau dans l'agroalimentaire

À

L'usage d'eau dans l'industrie - toutes filières confondues - représente près de 20 % de la consommation d'eau dans le monde. Les industries agroalimentaires n'en sont pas les plus grandes consommatrices mais elles font partie des grands utilisateurs et elles sont particulièrement exigeantes sur la qualité de l'eau utilisée. Par exemple, il faut 1,5 litre d'eau pour un litre de lait traité en usine, et 20 litres pour la production d'un kilogramme de salade en sachet.

Gérer l'eau est un réel enjeu de recherche : il s'agit de réduire les coûts et l'impact environnemental en diminuant les consommations et en réduisant les rejets polluants. À ce titre, les chercheurs de l'INRA consacrent une partie de leurs travaux à l'optimisation des procédés industriels pour économiser l'eau. Des solutions sont étudiées : diminuer les pertes par la mise en place d'outils de mesure et le contrôle des procédés, et par un nettoyage optimisé des équipements ; récupérer et valoriser l'eau alimentaire (par exemple, dans l'industrie laitière, après filtration du lait, l'eau récupérée peut être utilisée en eau de nettoyage) ; régénérer les fluides techniques, comme les solutions de nettoyage en place. L'INRA coordonne également un programme européen de recherche (2012-2015) qui examine les nouvelles stratégies de lavage et de désinfection tout en développant de nouvelles conceptions plus hygiéniques d'équipements pour les industries de fruits et légumes frais : le projet SUSCLEAN.

Les chercheurs proposent aussi des actions préventives et curatives pour limiter la formation des biofilms, ces pellicules bactériennes visqueuses qui adhèrent aux surfaces des équipements industriels dans l'agroalimentaire. Résistants aux méthodes classiques de nettoyage, les biofilms sont incriminés dans 40 % des toxi-infections alimentaires en France. Les chercheurs de l'INRA de Lille sont experts dans l'étude des processus microbiens, chimiques et physiques entrant en jeu dans la formation et le détachement des biofilms. En 2011, ils ont mis au point un détergent enzymatique permettant l'élimination de ces biofilms, en partenariat avec un industriel.

## Extraire l'eau du lait

Pour les industries agroalimentaires, le séchage est une opération délicate: mal conduite, elle peut entraîner la non-conformité du produit et des pertes économiques substantielles. Les chercheurs de l'INRA ont développé un logiciel de prédiction des paramètres de séchage du lait par pulvérisation, le SD2P, Spray Drying Parameters Simulation & Determination. Augmentant la productivité du procédé de séchage, le logiciel fait déjà l'objet de 19 licences destinées aux principales industries laitières mondiales. Il est actuellement en phase de test dans d'autres industries alimentaires et pharmaceutiques.

Pour les industries agroalimentaires, le séchage est une opération délicate: mal conduite, elle peut entraîner la non-conformité du produit et des pertes économiques substantielles. Les chercheurs de l'INRA ont développé un logiciel de prédiction des paramètres de séchage du lait par pulvérisation, le SD2P, Spray Drying Parameters Simulation & Determination. Augmentant la productivité du procédé de séchage, le logiciel fait déjà l'objet de 19 licences destinées aux principales industries laitières mondiales. Il est actuellement en phase de test dans d'autres industries alimentaires et pharmaceutiques.

25 % de l'énergie totale consommée par l'industrie laitière produisant des poudres de lait sont utilisés pour extraire l'eau du lait. Déshydrater le lait allonge sa durée de conservation et réduit volumes et coûts de transports. Pour cette déshydratation, l'industrie laitière utilise la technique d'évaporation sous vide suivie d'un séchage par pulvérisation, dit atomisation. Ce séchage consiste à pulvériser un produit dans un courant d'air chaud et sec avec un impact plus ou moins considérable sur la qualité des poudres laitières suivant la conduite du procédé. Mais cette extraction d'eau d'un produit agro-alimentaire est un procédé délicat : mal réalisé, il dénature des propriétés organoleptiques du produit n'existe pas ce jour de méthodes permettant de déterminer a priori les paramètres de séchage pour des produits laitiers. La plupart des industriels laitiers ont acquis empiriquement ces connaissances en déterminant a posteriori les paramètres de fonctionnement. Mais ces essais sont complexes, coûteux et doivent être reconduits pour chaque nouveau produit.

Afin que ce procédé puisse gagner en productivité (quantité de poudre produite par heure) et en qualité, il est devenu nécessaire de modifier la manière dont les concentrés, en fonction de leurs propriétés physico chimiques et thermodynamiques, s'évaporent et séchent. Pour répondre au besoin de l'industrie, l'INRA, en collaboration avec la laiterie de Montauville, étudie depuis dix ans ces transferts d'eau au cours du séchage.

À l'aide d'un système expérimental original, l'équipe a déterminé les différentes vitesses d'élimination d'eau au sein du produit. Ces recherches ont abouti à la mise au point en 2005 d'une méthode couplée à un logiciel. Modélisant les principaux paramètres du procédé selon les caractéristiques des fractions concentrées (interaction eau-constituants) à sécher, le logiciel prévoit son comportement au séchage avec une précision sur les températures d'entrée et de sortie supérieure à 95 % (de l'ordre d'un à deux degrés). Commercialisé auprès des industries laitières en 2008, ce logiciel permet d'améliorer et d'optimiser la productivité (quantité de poudre produite par heure) du séchage de 5 à 25 % ainsi que les coûts énergétiques associés. Les principaux groupes laitiers mondiaux en sont aujourd'hui équipés : plus de 50 % du volume de lait mondial en poudre transite ainsi par le logiciel de séchage le SD2P.

Ce logiciel protège s'adresse à l'heure actuelle à l'industrie laitière. Mais des recherches complémentaires ont validé cette démarche à d'autres produits agro-alimentaires, voire pharmaceutiques. L'équipe a notamment réalisé des expériences concluantes sur le séchage de la maltodextrine, de la gélatine, mais aussi de l'œuf, de l'alimentation animale, du sang et des hydrolysats de poissons... De nombreux utilisateurs industriels, concepteurs de tours de séchages ou chercheurs, s'intéressent aujourd'hui au développement et à l'application de ce logiciel dans d'autres domaines.

Industries agroalimentaires : des enzymes pour un nettoyage à fond

Les biofilms sont des pellicules bactériennes visqueuses qui adhèrent aux surfaces des équipements industriels dans l'agroalimentaire. Résistants aux méthodes classiques de nettoyage, ils sont incriminés dans 40 % des toxi-infections alimentaires en France. Un détergent enzymatique, qui permet l'élimination de ces biofilms, vient d'être mis au point par une société belge en partenariat avec l'INRA de Lille. L'innovation a déjà été distinguée à deux reprises lors de salons professionnels. Le prix "Recherches et technologies" du dernier Salon international du process alimentaire 2010 (IPA) a été attribué à un détergent enzymatique, BioREM 10, issu de la collaboration entre le laboratoire Processus aux interfaces et hygiène des matériaux (PIHM) de l'INRA de Lille et Realco, une société belge. Ce nettoyant s'est montré aussi performant, voire plus, que les traitements classiques à la soude pour lutter contre les biofilms dans les chaînes de transformation des industries alimentaires. L'innovation avait déjà été distinguée avec le Trophée de l'innovation au Carrefour des fournisseurs de l'industrie alimentaire (CFIA) en 2009.

Les biofilms : cauchemars des industries agroalimentaires - Vitrables réservoirs de micro-organismes (bactéries, champignons...) adhérant entre eux et englobés dans une gangue de polymères (polysaccharides, protéines, ADN, lipides et minéraux), les biofilms colonisent toutes les surfaces industrielles, les canalisations, les filtres à membrane... Pour les nettoyer et les éliminer, il est essentiel de déstructurer cette gangue. Le problème est que les biofilms sont très résistants et les détergents classiques comme la soude ne sont pas assez efficaces. De plus, leurs formules chimiques agressives représentent un danger pour les utilisateurs, sont corrosives pour le matériel, et ont un impact négatif sur l'environnement.

"Nous étudions la formation des souillures et leur accrochement dans les chaînes de transformation des aliments afin de pouvoir améliorer les conditions d'hygiène. Nous avons collaboré avec la société Realco dans le cadre du projet Eureka. Notre contribution a porté sur les recherches en amont pour déterminer les souches bactériennes les plus aptes à former des biofilms résistants. Notre unité étudie également les conditions environnementales influençant le développement et la résistance des biofilms en industrie et les activités enzymatiques les plus efficaces contre ces biofilms. La résistance des biofilms dépend des microorganismes qui les composent", explique Christine Faille, directrice de l'unité PIHM.

Du microscope à la halle technique - La valeur ajoutée du laboratoire INRA PIHM dans son partenariat avec Realco repose sur son expertise dans l'étude des processus microbiens, chimiques et physiques entrant en jeu dans la formation et le accrochement des biofilms. Grâce à de nombreux équipements, l'unité travaille sur des échelles d'activité très différentes allant des analyses microscopiques à des essais en boucle pilote dans une halle technique de 800 m<sup>2</sup>. Ces atouts lui permettent de fournir aux industriels des éléments objectifs pour l'amélioration de leurs procédés de transformation grâce à une meilleure compréhension des phénomènes de contamination et de nettoyage des surfaces et des mécanismes impliqués. "Un des problèmes pour éliminer les biofilms vient aussi du fait qu'ils se nichent dans les endroits où les coulements sont perturbés ou difficilement accessibles aux produits détergents", continue Christine Faille. Dans son atelier mécanique, l'équipe PIHM a conçu des dispositifs de géométrie particulière qui miment le raccrochement des conduites, zones identifiées comme étant peu hygiéniques dans les chaînes de transformation de produits agro-alimentaires.

Ces dispositifs, préalablement contaminés par des biofilms, ont été soumis à une procédure de nettoyage en place avec le BioREM 10. Ensuite, ils sont passés au crible des analyses microbiologiques pour dénombrer les bactéries rattachées, et microscopiques à l'aide de la fluorescence afin d'observer la structure des biofilms.

Des enzymes pour mettre en place les biofilms - Les enzymes utilisées sont des protéines qui dégradent la matière organique en résidus de petite taille, solubles dans l'eau, donc facilement décrochantes. Les chercheurs de l'INRA ont d'abord sélectionné neuf souches bactériennes capables de former des biofilms résistants dans différents milieux alimentaires et cinq activités enzymatiques pour leur efficacité contre ces biofilms. Les résultats effectués sur des coupons d'acier inoxydable ont mis en évidence le rôle majeur des polysaccharidases contre les biofilms de type *Pseudomonas fluorescens* et des protéases contre les biofilms de *Bacillus*. La combinaison de ces activités enzymatiques à des tensioactifs à pH alcalin a permis d'améliorer le nettoyage des biofilms quelque soit l'espèce. "Un pH alcalin, pH 10 est ce qui fonctionne le mieux dans le nettoyage des biofilms, quelque soit le milieu alimentaire" conclut la directrice du laboratoire lillois.

À partir de ces résultats, la société Realco a élaboré une solution enzymatique de nettoyage qui a été testée. "Nous avons testé ces solutions enzymatiques sur des pièces en acier inoxydable présentant des singularités de géométrie difficiles à nettoyer. Nous pouvons ainsi étudier le décrochement des biofilms à l'échelle semi-industrielle, des conditions proches de celles des industries agroalimentaires", explique Christine Faille. Le détergent enzymatique, utilisé à 45 °C, a montré une efficacité de nettoyage supérieure à un traitement à la soude 0,5 % à 45 °C pour tous les biofilms et similaire à un traitement à la soude 2 % à 60 °C pour les biofilms de *Bacillus cereus*. Comparativement aux traitements classiques à la soude, l'utilisation du BioREM 10 limite la consommation d'énergie (température d'utilisation préconisée : 50 °C) ainsi que les rejets de détergents. Les enzymes présentent aussi l'avantage d'être biodégradables et ont donc un moindre impact sur l'environnement.

Des essais sur sites industriels, menés par la société Realco, ont confirmé l'efficacité du nouveau cocktail enzymatique. Le produit mis au point, BioREM 10, a fait l'objet d'une demande de brevet par Realco et l'INRA. Il est préconisé pour des utilisations préventives ou curatives après un audit complet de l'installation qui aura mis en évidence, localisé et quantifié la contamination. La préparation enzymatique représente une alternative écologique aux traitements chimiques, susceptible de réduire de plus en plus les entreprises agroalimentaires s'inscrivant dans une démarche de développement durable.

Vers une meilleure efficacité des procédures de nettoyage dans les industries alimentaires

Assurer la sécurité sanitaire des produits transformés est au cœur des préoccupations des industries agroalimentaires. Tout en minimisant les coûts et l'impact environnemental, les industriels doivent mettre en place des procédures de nettoyage efficaces de leurs équipements. Des scientifiques de l'INRA de Lille et de l'université de Nantes travaillent sur le sujet avec pour objectif final de limiter la consommation d'eau et les rejets dans les procédures de nettoyage pour répondre à des critères de qualité, de flexibilité, de santé, et de respect de l'environnement.

"Les biofilms", bêtes noires du nettoyage industriel - La contamination microbienne des surfaces constitue un danger pour la santé à travers la contamination possible des aliments au cours de leur transformation. C'est par exemple le cas avec l'apparition de spores bactériennes au sein de biofilms, communautés multicellulaires de micro-organismes adhérant entre eux et à une surface. En effet, les spores de bactéries présentent des caractéristiques remarquables de résistance et contaminent les surfaces des équipements et des tuyauteries de raccordement. Pour les industriels, l'élimination des biofilms demande dans la plupart des cas d'utiliser des procédures d'hygiène surdimensionnées pour assurer la bonne conservation des aliments transformés, et éviter contaminations alimentaires. Dans ce contexte, les scientifiques cherchent à comprendre les mécanismes se déroulant aux interfaces bactérie-aliment et matériau. Ils

Étudient en particulier les écoulements turbulents. La turbulence désigne l'état d'un fluide, liquide ou gaz, dans lequel la vitesse d'écoulement de ce fluide présente en tout point un caractère fluctuant. C'est souvent le cas pour les fluides nettoyants circulant dans les installations industrielles.

Flux pulsés et fréquence, les solutions face aux salissures - Il est possible de jouer avec ces conditions de turbulence et de s'en servir comme outils pour améliorer l'élimination des souillures, et donc le nettoyage des surfaces. Ainsi, des stratégies adaptées comme les débit pulsés permettent clairement d'optimiser les procédures de nettoyage, notamment en ce qui concerne les contaminations sous forme de spores bactériennes particulièrement adhérentes et résistantes. Le laboratoire PIHM (Processus aux interfaces et Hygiène des matériaux) de l'INRA de Villeneuve d'Ascq et l'unité mixte de recherche de l'Université de Nantes / CNRS GEPEA (Génie des procédés Environnement et Agroalimentaire) ont démontré que des conditions précises de pulsation des écoulements permettent une élimination efficace des bactéries lors des procédures de nettoyage.

Les microbes présents sur les surfaces en acier inoxydable sont mieux éliminés en variant l'intensité et l'amplitude des pulsations lors du processus de nettoyage. Un nettoyage avec débit pulsé permet la réduction de l'énergie de pompage, de la durée du nettoyage et de la concentration des solutions détergentes tout en conservant une efficacité de nettoyage aussi bonne sinon meilleure que dans les conditions classiques utilisées en industries. Il s'agit d'un réel intérêt économique pour les industriels. Les chercheurs ont observé pour des équipements de formes géométriques simples installés sur un démonstrateur pilote de Villeneuve d'Ascq que faire varier de façon séquentielle les flux de nettoyants était plus efficace et permettait d'envisager une réduction de la facture énergétique. Les chercheurs ont ainsi prouvé que les écoulements pulsés sont efficaces pour des équipements de géométries simples, et des travaux complémentaires semblent déjà démontrer que c'est aussi le cas sur des équipements plus complexes (coudes et changements de diamètres, échangeurs de chaleur...).

Vers une optimisation des solutions de nettoyage en place dans les industries agroalimentaires

Les opérations de "nettoyage en place" des équipements alimentaires sont encore majoritairement conduites de manière empirique, avec des paramètres utilisés par excès (temps, concentration en détergent des solutions) et des renouvellements de principe, par exemple hebdomadaire des solutions de nettoyage. Elles conduisent ainsi à une surconsommation d'eau et de produits chimiques, majoritairement de la soude (environ 120 tonnes par an pour une usine produisant 1 million de litres de lait par jour). Dans ce contexte, les chercheurs de l'unité mixte de recherche de l'INRA / Agrocampus Ouest, STLO (Science et Technologie du Lait et de l'œuf) à Rennes se sont intéressés à la recherche de stratégies de révision des phases de nettoyage. Ils ont montré qu'il était possible de "régénérer" les solutions nettoyantes tout en améliorant leur efficacité !

Quels que soient le système de nettoyage en place et le type d'atelier considérés, lors des utilisations successives des solutions de soude industrielles, l'augmentation de la concentration en pollution (demande chimique en oxygène, DCO) des solutions s'accompagne d'une diminution rapide de la tension superficielle. Ces faibles valeurs, semblables à celles des solutions détergentes commerciales, résultent de la saponification de la matière grasse en savons d'acides gras et de l'hydrolyse des protéines en peptides et acides aminés. Les chercheurs ont montré que l'abaissement de la tension superficielle des solutions conjugué à l'absence de matières en suspension exerce une action positive sur le nettoyage de membrane de filtration: l'action des solutions régénérées est aussi efficace que celle d'un détergent alcalin du commerce, reconnu plus efficace que la soude "propre". Parmi les opérations de purification (microfiltration, ultrafiltration, nanofiltration), la microfiltration tangentielle s'est avérée la plus efficace pour éliminer les matières en suspension, y compris économiquement, avec des temps de retour sur investissement inférieurs à deux ans. La microfiltration génère cependant un niveau élevé de DCO soluble, dont l'impact reste à quantifier.

Ces résultats offrent des perspectives de retombées économiques importantes pour le nettoyage des installations industrielles en acier inoxydable. La détermination des limites de la régénération des solutions de soude sur plusieurs

semaines (effet de la DCO, développement bactérien...) reste à établir par les industriels eux-mêmes pour chiffrer exactement le gain en quantité de produit, eau et énergie. Ce travail ouvre également la voie à une réflexion sur le nettoyage des équipements à membrane et la formulation de solutions détergentes. .

À

## ResSources

Centre INRA de Rennes

Unité mixte de recherche Inra-AgroCampus Ouest

Laboratoire science et technologie du lait et de l'œuf - STLO

Sylvie Lortal

Centre INRA de Lille

Unité de recherche

Département Caractérisation et Elaboration des produits issus de l'agriculture

Processus aux interfaces et hygiène des matériaux - PIHM

Christine Faille - Thierry Bénézech

Zhu P., Majeau S., Blanchard B., Jeantet R., Schuck P., Prediction of dry mass glass transition temperature and the spray drying behaviour of a concentrate using a desorption method, *J Food Eng.* 105, 460-467 (2011)

Lequette Y., Boels G., Clarisse M. and Faille C. (2010), Using enzymes to remove biofilms of bacterial isolates sampled in the food-industry, *Biofouling*, 26: 4, 421-431. 01 March 2010.

Blel W., Le Gentil-Lelièvre C., Bénézech T., Legrand J. and Legentilhomme P. (2009), Application of turbulent pulsating flows to the bacterial removal during a cleaning in place procedure. Part 2: Effects on cleaning efficiency, *J. Food Eng.*, 90, 433-440.

Blel W., Legentilhomme P., Le Gentil-Lelièvre C., Faille C., Legrand J. and Bénézech T. (2010), Cleanability study of complex geometries: interaction between *B. cereus* spores and the different flow eddies scales, *Biochem. Eng. J.*, 49, 40-51.

Alvarez N., Gasan-Guiziu G., Daufin G. (2007), The major role of surface tension of re-used NaOH in alkaline cleaning (efficiency, cleanliness, cleaning rate) in the dairy industry, *Int. Dairy J.* 17, 403-411.

Gãsan-Guiziou G., Alvarez N., Jacob D., Daufin G. (2007), Cleaning-in-place coupled with membrane regeneration for re-using caustic soda solutions, Sep.Purif & Technol. 54, 329-339.

Alvarez N., Daufin G., Gãsan-Guiziou G. (2010), Recommendations for rationalizing cleaning-in-place in the dairy industry: case study of an ultra-high temperature heat exchanger, J. Dairy Sci., 93, 808-821.

INRA - L'eau, recherches pour une ressource vitale

Le traitement des effluents dans l'industrie agroalimentaire

À

La rãglementation sur la mise en dãcharge et l'ãpandage des effluents industriels ainsi que l'augmentation de la taxe sur les rejets mises en application dãs le dãbut des annães 2000 pãsent sur ces industries, gourmandes en eau et fortement productrices d'effluents. L'INRA travaille sur la problãmatique de rãduction de ces effluents et cherche à concevoir des procãdãs pour rãduire les volumes d'eau ou de produits chimiques consommãs tout en maintenant la productivitã et la sãcuritã alimentaire des produits.

Des chercheurs de l'INRA de Versailles-Grignon, de leur cãtã, ont adaptã une technologie d'extraction innovante pour ãliminer un composã malodorant et pour extraire des molãcules à haute valeur ajoutãe d'un effluent : les contacteurs membranaires. Grãce à cette technique, les chercheurs ont pu extraire des composãs aromatiques des eaux de procãdãs industriels (eaux de blanchiment de chou-fleur, condensat issu de la concentration d'une purãe de tomate...). Cette mãthode a ãgalement pour avantage de dãsodoriser des effluents odorants.

ãéviter le gaspillage des eaux de distilleries : recycler plutãt qu'ãliminer

Il faut environ 5 litres d'eau pour produire 1 litre d'ãthanol à partir de sirops de sucre. En sortie de distillerie, les eaux ayant servi à la production de cet alcool sont ãliminães par ãpandage. Des chercheurs d'un laboratoire INRA-AgroParisTech ont mis au point un processus de valorisation intensif et moins coãteux que les pratiques actuelles. Ce processus combine deux procãdãs de purification. Il est actuellement testã en unitã pilote.

Les matiãres premiãres des distilleries sont de deux types en fonction de la pãriode de l'annãe. Pendant la campagne sucriãre, les jus (de betterave) sont directement fermentãs. En dehors de cette pãriode, les sirops issus de la fabrication du sucre doivent ãtre diluãs pour atteindre une concentration idãale (de l'ordre de 0,18 kg de saccharose par litre). À l'issue de la fermentation, l'ãthanol est distillã. Pour 1 litre d'ãthanol, on obtient environ 5 litres d'un rãsidu aqueux riche en matiãres organiques, la vinasse. Ce liquide est concentrã dans des ãvaporateurs. On obtient alors un concentrã

utilisés comme engrais et des condensats qui seront évaporés. Cependant la gestion de ces derniers (lagunage préalable, transport, évaporation) représente un coût économique de plus en plus conséquent, tandis que la distillerie consomme de l'eau de forage. Il serait donc préférable de recycler directement ces condensats dans le circuit de fermentation. Pour ce faire, ils doivent être traités pour éliminer les composés organiques formés au cours de la fermentation et des diverses opérations thermiques. En effet, ces composés (composés phénoliques, acides carboxyliques et dérivés du furane) inhibent la fermentation.

**Combiner pour recycler** - Des chercheurs d'un laboratoire INRA-AgroParisTech ont mis au point une technique combinée de purification des eaux usées de distillerie (condensats). Les eaux sont traitées par osmose inverse et échange d'ions. Ce procédé permet d'éliminer 99 % des agents inhibiteurs de fermentation et ne perturbe ni la croissance des levures responsables de la fermentation, ni leur production d'éthanol. Les chercheurs ont vérifié l'efficacité de la purification en étudiant l'activité fermentaire des levures lors de fermentations en continu utilisant l'eau recyclée. Le caractère fermentescible des eaux de recyclage a été corrigé à l'efficacité de rétention du procédé.

L'osmose inverse permet d'éliminer les ions par passage sur une membrane semi-perméable. Ces membranes sont commercialisées pour le dessalement de l'eau de mer. Les chercheurs ont sélectionné celles qui retenant également les petites molécules organiques que l'on retrouve dans les condensats. Ils essaient de les caractériser afin de les adapter à ces fonctions particulières. Les résines échangeuses d'anions pour leur part retiennent les acides, composés inhibiteurs les moins bien retenus par osmose inverse. Leur utilisation présente un inconvénient : elles doivent être régénérées régulièrement, ce qui entraîne la production d'eaux usées qui ne peuvent être recyclées. En positionnant après l'osmose inverse, on limite la fréquence des régénérations. À partir de cette combinaison, les chercheurs ont optimisé les conditions d'application pour améliorer l'efficacité de la rétention et proposer une mise en œuvre industrielle. Un petit pilote a été testé positivement pour la technique combinée. À l'échelle industrielle, seule la purification par osmose inverse a été testée sur pilote préindustriel (4 m<sup>3</sup>.h<sup>-1</sup> de condensats) pendant 2 mois. La faisabilité du procédé combiné doit être étudiée à la lumière des progrès enregistrés sur la propreté des condenseurs, ils pourraient être de qualité suffisante pour éviter la phase de purification par échange d'ions.

Ces travaux ont été cofinancés par l'ADEME, Agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie, et trois partenaires industriels. Ils ont fait l'objet de trois thèses de doctorat financées également par l'ANRT et par le ministère de la recherche.

À

À

**Les contacteurs membranaires : une technique innovante d'extraction à toutes épreuves**

Extraire des molécules à haute valeur ajoutée pour l'industrie ou éliminer un composé odorant exige de séparer de façon sélective des molécules, si possible à moindre coût. Les chercheurs de l'INRA de Versailles-Grignon, en collaboration avec leurs collègues d'AgroParisTech, étudient depuis une dizaine d'années une technologie d'extraction innovante, les contacteurs membranaires. Ils ont récemment défini les conditions d'utilisation de ce procédé pour traiter des huiles essentielles de citron et récupérer des molécules à plus haute valeur ajoutée, les terpènes oxygénés. Ils étudient également son application pour le traitement d'eaux issues de procédés industriels.

Les huiles essentielles d'agrumes sont une source abondante et peu chère de terpènes oxygénés, molécules à haute valeur ajoutée pour l'industrie des arômes et des parfums notamment. Actuellement, ces composés sont généralement récupérés des huiles essentielles d'agrumes par extraction liquide-liquide en utilisant comme solvant des mélanges d'eau et d'éthanol. Ce procédé reste une opération difficile à mettre en œuvre car coûteuse en temps, en énergie, comme solvant et en effluent à traiter.

Les chercheurs de l'INRA de Versailles-Grignon et leurs collègues d'AgroParisTech ont défini les conditions physico-chimiques optimales et les matériaux les mieux adaptés afin d'utiliser des membranes poreuses ou contacteurs membranaires pour extraire les composés oxygénés à partir d'huiles essentielles de citron grâce à une solution hydro-alcoolique. Grâce à des considérations théoriques doublées d'expérimentations, les scientifiques ont ainsi déterminé le type de matériau (hydrophobicité) et la structure des membranes (taille des pores) qui permettent d'augmenter la stabilité de l'interface afin de récupérer des molécules cibles à partir de systèmes complexes tels que les huiles essentielles et d'élargir la gamme de solvants qui peuvent être utilisés en considérant les propriétés de surface des membranes.

Déclinée dans le registre des huiles essentielles, cette technologie innovante appelle à développer des matériaux encore plus performants et mettre en œuvre un procédé d'extraction liquide-liquide à membrane continue au sein d'un système dont les performances seraient comparées à celles d'un procédé d'extraction conventionnel. Elle rend le processus industriel d'extraction ainsi défini plus économe en énergie et en solvant et améliore les rendements. Enfin, elle offre des perspectives intéressantes de développement industriel.

À ce jour, les chercheurs ontores et défini leur actif la modélisation des transferts de matière d'une large gamme de composés d'arômes dans les contacteurs. Ainsi, l'utilisation d'un contacteur à fibres creuses (offrant une grande surface d'échange pour un faible encombrement) a permis de traiter des effluents "odorants" (eaux de blanchiment de chou-fleur, condensat issu de la concentration d'une purée de tomate...). La récupération de molécules d'arôme d'intérêt des eaux de procédés de l'industrie alimentaire permet tout à la fois de valoriser l'extrait et de désodoriser les eaux de procédés, autorisant ainsi leur recyclage. Les extraits aromatiques dans le cas de la tomate sont utilisés en parfumerie (note fraîche, verte). Pour le chou-fleur, il est possible d'obtenir un extrait aromatique (composé d'arômes soufrés) environ 5 000 fois plus concentré que la solution initiale à traiter, avec des rendements d'extraction supérieur à 90 %. Ils peuvent être utilisés en agroalimentaire pour des préparations à base de fromage en particulier. En effet, les composés odorants extraits des eaux de blanchiment de chou-fleur sont présents naturellement dans de nombreux aliments et participent à leur typicité : fromage et fruits exotiques en particulier. Aujourd'hui, les travaux des scientifiques s'orientent vers l'utilisation de solvants obtenus à partir de ressources renouvelables et à faible impact pour l'environnement et la recherche de matériaux membranaires encore plus performants. .

À

## ResSources

Centre INRA de Jouy-en-Josas

Unité mixte de recherche INRA-AgroParisTech-CNAM

Département Caractérisation et Collaboration des produits issus de l'agriculture

GENIAL - Ingénierie Procédés, Aliments

Marie-Laure Lameloise

Centre INRA de Versailles-Grignon

Unité mixte de recherche INRA-AgroParisTech

Génie et microbiologie des procédés alimentaires - GMPA

Isabelle Souchon

Fargues C., Lewandowski R., Lameloise M.-L., Evaluation of ion-exchange and adsorbent resins for the detoxification of beet distillery effluents, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 49 (2010) 9248-9257.

Sagne C., Fargues C., Lewandowski R., Lameloise M.-L., Gavach M., Decloux M., A pilot scale study of reverse osmosis for the purification of condensate arising from distillery stillage concentration plant, *Chem. Eng. Process.*, 49 (2010) 331-339.

Dupuy A., Athes V., Schenk J., Jenelten U., Souchon I. (2011), Experimental and theoretical considerations on breakthrough pressure in membrane-based solvent extraction: Focus on citrus essential oil/hydro-alcoholic solvent systems with low interfacial tension, *Journal of Membrane Science*, 378, 203-213.

INRA - L'eau, recherches pour une ressource vitale