

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



UNIVERSITÉ DJILLALI LIABES DE SIDI-BEL-ABBÈS  
Faculté de Technologie  
Département d'Électrotechnique

Thèse présentée par

**BELLEBNA YASSINE**

Pour l'obtention du diplôme de

**Doctorat Ès-Sciences en Électrotechnique**

Option : *Matériaux diélectriques et haute tension*

Intitulé de la thèse

***Contribution à l'étude de l'application du  
champ électrique pulsé dans le domaine  
agroalimentaire***

Présentée devant le jury composé de :

<b>Pr. Medles Karim</b>	Professeur (U.D.L. Sidi Bel-Abbès)	Président
<b>Dr. Ouiddir Rabah</b>	MCA (U.S.T.O ORAN)	Encadreur
<b>Pr. Tilmatine Amar</b>	Professeur (U.D.L. Sidi Bel-Abbès)	Co-Encadreur
<b>Pr. Hamid Azzedine</b>	Professeur (U.S.T.O ORAN)	Examineur
<b>Pr. Benmimoun Youcef</b>	Professeur (Université de MASCARA)	Examineur
<b>Dr. Miloua Farid</b>	MCA (U.D.L. Sidi Bel-Abbès)	Examineur

Soutenu le : Décembre 2014



Laboratoire de Recherche APELEC (Applications of Plasma, Electrostatics  
& Electromagnetic Compatibility)





## Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier les membres du jury pour avoir accepté de participer à la soutenance de cette thèse en commençant par professeur Medles Karim d'avoir accepté de présider le jury.

Je remercie vivement les professeurs Hamid Azzedine et Benmimoun Youcef ainsi que Docteur Miloua Farid pour avoir consacré du temps à la lecture de ce document en tant que rapporteurs de ce travail.

Je remercie également mes deux directeurs de thèse Messieurs Ouiddir Rabah et Tilmatine Amar pour avoir accepté d'encadrer cette thèse. Je remercie très chaleureusement Monsieur Tilmatine Amar pour tous ses conseils et critiques sur le plan scientifique également pour la relation humaine qu'il a su développer.

Un grand remerciement également à Monsieur Damijan Miklavcic, le président de COST Action, pour son soutien à la recherche dans le domaine de l'électroporation à Sidi Bel Abbés et d'avoir offert des prises en charge pour participer à des manifestations scientifiques sur l'électroporation.

Un grand remerciement également à Monsieur Luis Redondo, pour avoir guidé mes premiers pas dans le domaine des générateurs pulsés lorsque j'ai eu l'occasion de séjourner deux mois dans leur laboratoire à Portugal.

Je tiens aussi à remercier Monsieur Sabri du laboratoire de recherche en physiologie, physiopathologie et biochimie de la nutrition de l'université de Tlemcen pour sa contribution dans cette thèse par les analyses qui ont été effectuées.

J'adresse mes remerciements à tous les membres de l'équipe de champ électrique pulsé et également les autres membres du laboratoire en particulier à Messieurs Nemnich, Brahmi Nadjib, Aksa, Rezoug, Benaboun, Brahmi Youcef, Mokeddem, Aicha.

Je remercie toute ma famille surtout ma mère, mon père, mes frères et mes sœurs pour leur soutien tout le long de cette thèse notamment dans les moments les plus difficiles.

Pour finir, je tiens à remercier spécialement tous mes amis ainsi que mes collègues de travail.

**Yassino Bellebna**

# Table des matières

**Table des matières** \_\_\_\_\_

**Introduction générale** \_\_\_\_\_ **1**

## **1. Etat de l’art sur le champ électrique pulsé (CEP) et ses applications**

**1. Introduction** \_\_\_\_\_ **4**

**2. Une brève histoire de la technologie “champ électrique pulsé ”** \_\_\_\_\_ **5**

**3. Installations à champs électriques pulsés** \_\_\_\_\_ **7**

    1. Source d’énergie primaire \_\_\_\_\_ 7

    2. Stockage de l’énergie \_\_\_\_\_ 7

**3. Le commutateur haute tension** \_\_\_\_\_ **9**

    1. Les différentes technologies de commutateurs à fermeture \_\_\_\_\_ 10

    2. Résumé des performances des techniques de commutation pour la génération des impulsions électriques \_\_\_\_\_ 13

    3. Les caractéristiques d’un commutateur \_\_\_\_\_ 14

**4. Chambre de traitement** \_\_\_\_\_ **15**

    1. Les électrodes \_\_\_\_\_ 16

**4. Interactions des CEP avec le vivant** \_\_\_\_\_ **17**

    1. Effets primaires : Electroporation classique \_\_\_\_\_ 20

    2. Effets secondaires (électroporation irréversible) \_\_\_\_\_ 23

**5. Historique de l’électroporation** \_\_\_\_\_ **24**

**6. Effet des paramètres des champs électriques pulsés sur la perméabilisation des cellules** \_\_\_\_\_ **25**

    1. Effet de l’amplitude et de la durée des impulsions \_\_\_\_\_ 25

    2. Effet du nombre et de la fréquence de répétition des impulsions \_\_\_\_\_ 26

    3. Effet de la forme des impulsions \_\_\_\_\_ 27

**7. Vers des impulsions plus courtes** \_\_\_\_\_ **29**

**8. Avantage de l’impulsion courte** \_\_\_\_\_ **31**

**9. Diverses applications de CEP** \_\_\_\_\_ **31**

    1. Traitement de préservation des denrées alimentaires \_\_\_\_\_ 32

        1. Inactivation des micro-organismes \_\_\_\_\_ 32

2. Traitement des tumeurs	32
3. Traitement des plaies	33
4. Electro chimiothérapie des tumeurs	33
5. Extraction de composés cellulaires	34
1. Extraction de pigments	35
2. Extraction des jus	35
6. Désinfection de l'eau et autres liquides	35
<b>10. Conclusion</b>	<b>36</b>

## 2. Générateurs d'impulsion haute tension

<b>1. Introduction</b>	<b>37</b>
<b>2. Générateurs : Circuit de base</b>	<b>38</b>
<b>3. Concepts de génération d'impulsions de l'électroporation</b>	<b>39</b>
<b>4. Générateurs de champ électrique pulsé</b>	<b>41</b>
1. Générateurs de Décharge de condensateur	41
2. Générateurs de Marx	42
1. Classification des générateurs de Marx	44
2. Forme d'onde d'impulsion	46
3. Répétitivité	47
4. Bilan énergétique et charge disponible	47
3. Générateurs de ligne de transmission	48
1. Réflexion d'onde incidente	49
4. Générateurs d'impulsions haute tension à transformateur	52
5. Générateurs d'impulsions Ondes carrées	52
6. Générateurs analogiques	53
<b>5. Conclusion</b>	<b>55</b>

## 3. Etude et réalisation des générateurs de champ électrique pulsé

<b>1. Introduction</b>	<b>56</b>
<b>2. GENERATEUR CEP A ECLATEUR</b>	<b>56</b>

1. Le dispositif de traitement par CEP _____	56
2. Principe de fonctionnement _____	57
3. Eléments généraux du banc expérimental de CEP réalisé _____	58
4. Autotransformateur _____	58
5. Alimentation haute tension continue _____	59
6. Resistances _____	60
7. Condensateurs _____	60
8. Appareillage de mesure _____	61
9. Commutateur _____	62
10. Chambre de traitement _____	63
11. Réglage de la valeur du champ électrique _____	65
12. Influence de la tension sur l'électroporation _____	66
13. Influence du courant sur l'électroporation _____	67
14. Description du banc expérimental utilisé _____	68
15. Forme d'onde de la tension _____	69
<b>3. GENERATEUR CEP A COMPOSANT SEMI-CONDUCTEUR _____</b>	<b>70</b>
1 Technologie de commutateur à Demi-pont _____	71
2. Circuit électrique du générateur d'impulsion HT avec commutateur Demi-pont _____	72
3. Paramètres de l'impulsion _____	72
<b>4. Analyse par simulation du fonctionnement du générateur _____</b>	<b>73</b>
1. Introduction au logiciel PSPICE _____	74
2. Simulation avec PSPICE _____	74
3. Résultats et discussions _____	75
1. Influence de la résistance de limitation de courant _____	76
2. Influence de la résistance de protection $R_P$ _____	78
3. Influence de la résistance de la charge $R_c$ _____	79
<b>5. Réalisation de générateur pulsé HT _____</b>	<b>81</b>
<b>6. Description du générateur pulsé réalisé _____</b>	<b>85</b>
1. Module de commande _____	85
2. Microcontrôleur _____	86
3. Module de puissance _____	87
<b>7. Formes d'onde d'impulsions obtenues _____</b>	<b>88</b>

<b>8. Étude de la chute de tension de l'impulsion</b>	<b>88</b>
1. Influence de la résistance de la charge	89
2. Influence de la capacité du condensateur	91
3. Influence de la fréquence de répétition	93
<b>9. Conclusion</b>	<b>94</b>

#### **4. Etude expérimentale paramétrique de l'extraction de jus par CEP**

<b>1. Introduction</b>	<b>95</b>
<b>2. Extraction solide-liquide</b>	<b>96</b>
<b>3. Extraction solide-liquide par pression</b>	<b>96</b>
<b>4. Effet de l'impédance de l'aliment sur le procédé de CEP</b>	<b>97</b>
<b>5. Etude expérimentale de l'extraction</b>	<b>99</b>
1. Choix de pression de travail	100
2. Procédure expérimentale	102
3. Procédure de mesure de la teneur en humidité $H$	103
4. Analyse de l'influence de la valeur du champ électrique	104
5. Analyse de l'influence du nombre d'impulsion ( $n$ )	105
6. Analyse de l'Influence de la durée d'impulsion $\tau$	106
<b>6. Procédure expérimentale d'extraction de jus de betterave</b>	<b>107</b>
1. Analyse de l'influence de la valeur du champ électrique	107
2. Analyse de l'influence du nombre d'impulsion ( $n$ )	108
3. Analyse de l'Influence de la durée d'impulsion $\tau$	109
<b>7. Consommation d'énergie au cours du traitement CEP</b>	<b>109</b>
<b>8. Etude de l'efficacité de l'électroporation par l'analyse de la coloration du jus de Betterave</b>	<b>112</b>
<b>9. Variation de l'Impédance et de la conductivité au cours du traitement par CEP</b>	<b>114</b>
<b>10. Electroporation réversible ou irréversible ?</b>	<b>115</b>
<b>11. Conclusion</b>	<b>116</b>

#### **5. Modélisation expérimentale par plans d'expérience du procédé d'extraction par CEP**



---

<b>1. Introduction</b>	<b>117</b>
<b>2. Modélisation expérimentale par plans d'expériences</b>	<b>118</b>
1. Plans factoriels complets	118
2. Modèle polynomial du second degré	118
3. Plan composite à faces centrés	119
4. Logiciels des plans d'expériences	120
5. Logiciel MODDE 5.0	120
<b>3. Choix des facteurs influents</b>	<b>121</b>
<b>4. Modèle mathématique quadratique</b>	<b>122</b>
<b>5. Modélisation de l'extraction de jus par CEP</b>	<b>123</b>
<b>6. Plans d'expériences appliqués à l'extraction de jus de carotte par CEP</b>	<b>123</b>
1. Choix des intervalles d'étude	123
2. Résultats et discussions	124
3. Robustesse des facteurs contrôlables du point de fonctionnement optimal	130
4. Analyse physico-chimique	132
<b>7. Plans d'expériences appliqués à l'extraction de jus de betterave par CEP</b>	<b>134</b>
1. Choix des intervalles de variation des facteurs	134
2. Résultats et discussions	135
3. Analyse physico-chimique	140
<b>8. Conclusion</b>	<b>141</b>
<b>Conclusion générale</b>	<b>142</b>
<b>Références bibliographiques</b>	

# Introduction générale

## ***Introduction générale***

Les champs électriques pulsés (CEP) de forte intensité sont depuis longtemps utilisés en génie génétique pour l'incorporation de grosses molécules (ADN) ou en biotechnologie, ou l'effet destructeur sur les microorganismes est exploré [1].

Depuis quelques décennies, le monde industriel et sociétal s'intéresse de plus en plus aux interactions entre les champs électromagnétiques et le vivant. A l'image du champ magnétique terrestre, indispensable autrefois à l'orientation des marins, ou du champ électrique naturel provoqué par la foudre, les champs électromagnétiques ont toujours eu un impact direct ou indirect sur la vie humaine. Le développement des moyens de télécommunications au cours du XXème siècle, a fait apparaître de plus en plus dans notre environnement un nouveau spectre de signaux avec des intensités et des fréquences beaucoup plus élevées. L'effet sanitaire de ces champs suscite encore aujourd'hui une grande polémique et continue de faire l'objet de plusieurs études et réglementations au niveau mondial.

Au delà des effets nocifs éventuels des ondes électromagnétiques, il existe un certain nombre d'applications qui utilisent les champs électromagnétiques à des fins thérapeutiques ou de diagnostic, comme par exemple l'imagerie médicale. Sur les aspects thérapeutiques, l'application de champs électriques pulsés (CEP) ou « Pulsed Electric Fields » (PEF), de fortes amplitudes, couplée ou non à l'emploi de certaines molécules, est utilisée pour le traitement des tumeurs cancéreuses cutanées et sous-cutanées. Ces champs électriques présentent des effets athermiques prouvés sur les propriétés fonctionnelles des cellules biologiques et peuvent favoriser le transfert de gènes et de molécules à l'intérieur de ces organismes (électrochimiothérapie). C'est essentiellement la membrane plasmique des cellules qui est la cible de ces champs électriques pulsés, qui induisent une augmentation de la perméabilisation de la membrane, réversible ou pas, en fonction de la durée et de l'intensité du champ.

Plus récemment, des effets complémentaires sur la membrane plasmique et à l'intérieur de la cellule ont été observés grâce à l'utilisation d'impulsions de champ

électrique de plus courtes durées que celles utilisées dans le cas de l'électrochimiothérapie. Elles se nomment « nano pulse » ou en anglais nanoseconde Pulsed Electric Field (nsPEF). Un nouveau champ d'applications est alors apparu pour ces signaux ultracourts [2].

Dans le domaine agroalimentaire, la plupart des applications CEP en tant qu'une technique non- thermique se sont concentrées vers la pasteurisation d'aliments liquides tels que le lait ou les jus de fruits. Plusieurs études développent le concept d'un traitement combine des tissus végétaux par l'application simultanée d'une pression et d'un champ électrique pulse pour l'extraction des jus à partir des tissus à forte teneur d'eau. Très peu d'études ont porte sur l'application d'un traitement sous CEP dans des solides d'origine végétale. Le procédé propose combine le prétraitement CEP à l'extraction solide-liquide classique. L'objectif est d'utiliser l'accroissement de la perméabilité cellulaire sous l'effet des CEP pour faciliter le transfert de matière des molécules chargées comme les polysaccharides, les protéines, tannins ou certains lipides. Les cellules végétales sont très sensibles aux champs électriques, en raison de la très faible conductivité électrique des membranes de lipides qui les entourent ( $\approx 1 \mu\text{S}/\text{cm}$ ). Selon le mécanisme propose par Zimmermann l'exposition de la membrane a un champ électrique entraine une accumulation des charges en surface de la membrane, ce qui augmente le potentiel transmembranaire initial. L'accumulation des charges, de signe oppose, provoque une compression de la membrane et donc son amincissement, qui à son tour, augmente l'attraction entre les deux faces. A un moment donne, une rupture localisée de la membrane avoir lieu: il y a formation d'ouvertures microscopiques (électropores). Lorsque l'intensité du champ électrique est nettement supérieure au champ électrique de rupture, la formation des pores devient irréversible [1].

### **Objectif de l'étude**

Au cours des deux dernières décennies, il ya eu de nombreuses études sur les effets du traitement CEP sur l'extraction des jus. Cependant, il ya une lacune dans la connaissance des effets du traitement PEF l'augmentation de la quantité de jus extraite. Cette étude a été menée pour faire la lumière sur les aspects pratiques de traitement des aliments par CEP en vue l'extraction de jus et de pousser la technologie CEP un pas de plus vers une application

industrielle. L'objectif principal de cette étude était d'étudier les effets de CEP sur la quantité de jus extraite en jouant sur les paramètres de traitement:

- 1) A fin d'étudier l'effet de l'amplitude de champ électrique pulsé sur le rendement d'extraction de jus.
- 2) Effet de la durée de l'impulsion sur l'optimisation de l'extraction de jus.
- 3) A fin d'étudier l'effet de nombre d'impulsion sur l'extraction de jus.

### **Un aperçu de l'étude**

Cette étude a utilisé un système de CEP à l'échelle du laboratoire pour traiter des différents aliments avec une série des paramètres de champ électrique, amplitudes de champ électrique, temps de traitement, nombre d'impulsion et la durée d'impulsion afin de déterminer leurs effets sur le rendement d'extraction de jus. Il ya cinq chapitres de cette thèse pour répondre aux objectifs ci-dessus. Le premier chapitre est une introduction générale à la thèse, et couvre l'histoire du développement de la technologie CEP et applications à travers des décennies. Le deuxième chapitre présente un examen de la littérature qui donne une description des systèmes CEP et ses composantes. Le troisième chapitre porte sur la réalisation des générateurs de champ électrique pulsé à au niveau de laboratoire APELEC de Djilali Liabes Sidi Bel-Abbés, Algérie et au niveau de laboratoire de Pulsed Power Avanced Application Research Group GIA<sup>2</sup>P<sup>2</sup>, ISEL Institute, Portugal. Une étude paramétrique sur tous les facteurs liés au traitement par CEP est menée dans le quatrième chapitre. Le cinquième chapitre de notre thèse consacré à une modélisation expérimentale de procédé de l'extraction de jus par CEP.

# Chapitre 1

## Etat de l'art sur le champ électrique pulsé (CEP) et ses applications

## Etat de l'art sur le champ électrique pulsé (CEP) et ses applications

### 1.1. Introduction

Depuis le milieu du siècle dernier, les besoins en forts courants et fortes tensions impulsionnels ont fait naître une nouvelle activité dans le domaine du génie électrique appelée « les fortes puissances électriques pulsées ». Le principe de ces fortes puissances électriques pulsées consiste à emmagasiner de l'énergie électrique pendant quelques secondes, puis à la restituer très rapidement vers une charge par l'intermédiaire d'un commutateur (figure 1.1) [3]. Les ordres de grandeurs typiquement rencontrés, selon les applications, sont :

Energie :  $10 - 10^7$  J

Puissance :  $10^6 - 10^{14}$  W

Tension :  $10^3 - 10^7$  V

Courant :  $10^{-1} - 10^7$  A

Temps de restitution :  $10^{-6} - 10^{-10}$  s

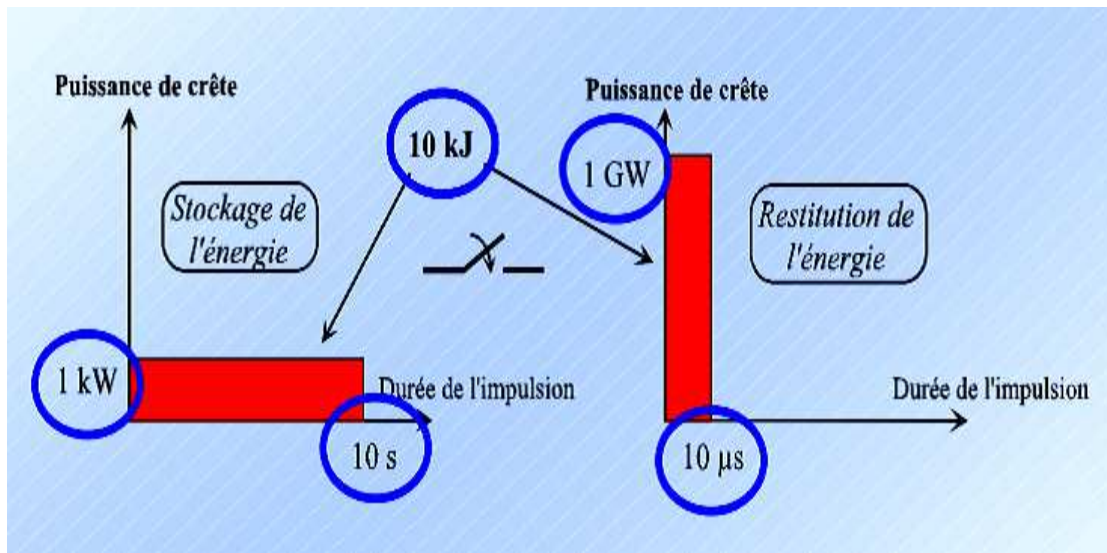


Fig.1.1. Principe de la production de puissances pulsées [4]

Ainsi, par exemple, partant d'une source d'énergie électrique délivrant 1 kW, on peut emmagasiner pendant 10 s une énergie de 10 kJ dans des condensateurs ou des inductances

de stockage. Si l'on sait restituer cette énergie en 10  $\mu$ s, on délivrera, durant ce laps de temps, une puissance de 1 GW [4].

La génération de champ électrique pulsé passe, par conséquent, par une phase de stockage depuis une source primaire vers une application, schématisée par une charge. La figure 1.2 présente le principe de cette chaîne et ses éléments constitutifs.

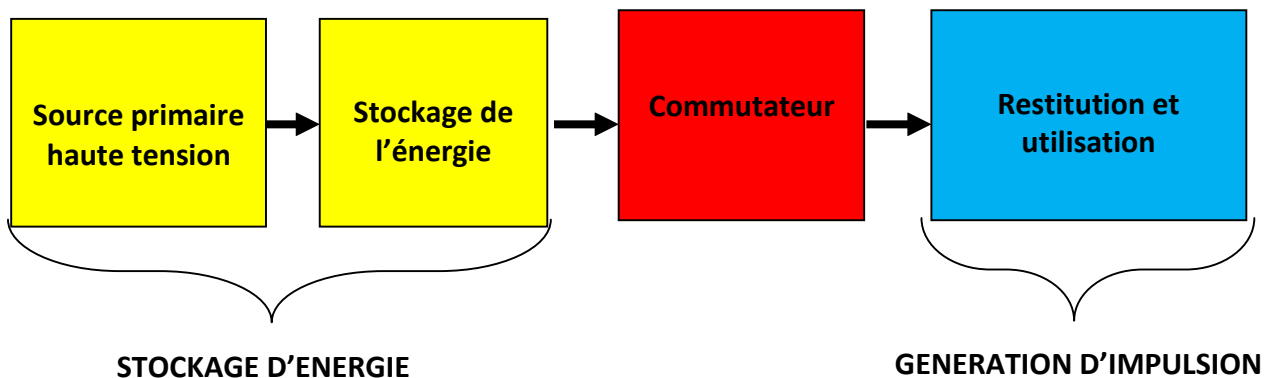


Fig.1.2. Processus général de génération d'impulsion [3]

Pour soumettre un aliment à un champ électrique pulsé il faut disposer d'une installation électrique qui doit comporter les éléments suivants:

- La partie stockage (source haute tension et stockage de l'énergie),
- La partie utilisation (mise en forme et utilisation),
- Une chambre de traitement comportant deux électrodes, entre lesquelles sont disposés les aliments à traiter.
- Le commutateur.

Ce dernier est l'organe central de la chaîne puisqu'il réalise la fonction souhaitée, à savoir création d'impulsion. Cette impulsion dépend de l'aptitude du commutateur à faire transiter rapidement l'énergie stockée vers la charge (utilisation).

## 1.2. Une brève histoire de la technologie "champ électrique pulsé"

Les champs électriques pulsés sont depuis longtemps utilisés en génie génétique, pour l'hybridation cellulaire et l'électrofusion [5].

Les premières études sur les effets des champs électriques pulsés sur la viabilité des micro-organismes ont débuté au début des années 60 [6].



Les premiers résultats expérimentaux sur les paramètres électriques et microbiologiques montraient une perturbation irréversible au niveau de la membrane de cellules. Une première utilisation des champs électriques pulsés pour la décontamination des bactéries a vu le jour avec une approche différente des méthodes et techniques traditionnelles (la filtration, le traitement chimique). La décontamination bactérienne employant des impulsions élevées de champ électrique a été rapportée d'abord dans les articles parus en 1967 et 1968 par Sale et al [7-8]. Le mécanisme causant la réduction de la viabilité de la cellule est supposé être basé sur l'augmentation de la perméabilité de la membrane externe exposée à des impulsions de durées relativement longues (ordre de grandeur de la milliseconde). Une telle augmentation dans la perméabilité de la membrane de cellules avec l'augmentation de l'amplitude du champ électrique avait été déjà prévue par Coster et al dans l'article [9] en 1965 comme mécanisme pouvant lyser les cellules. Dans les années 70, le groupe de Zimmermann à l'université de Würzburg en Allemagne, continuait sur le concept de la décharge diélectrique des membranes de cellules. Dans les années 80, les chercheurs à Hanovre, Allemagne, se sont également concentrés sur les effets mortels des champs électriques pulsés sur les bactéries et les cellules de levure. Après ces études de base, une partie des travaux de recherche sur les champs électriques pulsés s'est concentrée sur la décontamination bactérienne, avec dans la plupart des études des impulsions microseconde et milliseconde. Une revue sur la pasteurisation athermique de nourriture avec les champs électriques pulsés a été éditée par Wouters et al en 1997 [10].

Plus récemment, des équipes de recherche sur l'effet des impulsions électriques ultracourtes sur les cellules biologiques pour des applications cliniques ont continué leurs travaux sur deux voies :

❖ La première se basant sur l'électroperméabilisation des cellules, menée par les équipes de Luis Mir [11], Justin Tessié [12] et Damijan Miklavcic [13] pour des applications d'électrochimiothérapie à savoir le traitement des cellules cancéreuses et transfert d'ADN. Dans ce cas, la membrane des cellules est affectée et il y a création de pores sans qu'elle soit détruite et le phénomène de l'électroporation est réversible. Ces études ont été menées dans le cadre des projets européens « ESOPE », « ANGIOSKIN » et « Cliniporateur » pour faire l'électrotransfert d'ADN.

❖ Au cours des trois dernières décennies, l'électroporation irréversible a été considérée comme un effet secondaire indésirable et a été étudiée seulement pour définir la limite supérieure de paramètres électriques qui induisent l'électroporation réversible. Toutefois, au cours des dernières années, l'électroporation irréversible a émergé en exposant les cellules à des niveaux de champs électriques de façon à avoir la destruction irréversible de leur membrane extérieure. Ce type d'étude a été fait par Rubinsky [14] pour faire de l'ablation de tissus avec l'électroporation irréversible.

### 1.3. Installations à champs électriques pulsés

Nous allons étudier, un peu plus en détail, chacun des blocs constituant la chaîne de production d'impulsion.

#### 1.3.1. Source d'énergie primaire

La source primaire est une alimentation de laboratoire réglée en tension et souvent en courant.

La tension délivrée par la source peut, soit égale à la tension que l'on souhaite appliquer à l'utilisation, soit inférieure à la tension de sortie dépendant des caractéristiques du commutateur utilisé. Le courant débité dépend essentiellement du temps dont on dispose pour stocker l'énergie [15].

#### 1.3.2. Stockage de l'énergie

##### 1.3.2.1. Stockage capacitif

Dans la grande majorité des applications que l'on rencontre, le stockage de l'énergie est de type capacitif (dans ce cas, le commutateur est forcément à fermeture). L'énergie stockée est égale à  $(CV^2)/2$ , où C représente la valeur de la capacité totale et V la tension de charge du condensateur.

Il est possible de réaliser des associations série de condensateurs pour résoudre des problèmes de tenue en tension et/ou des associations parallèle pour augmenter l'énergie stockée (à tension donnée) ou le courant délivré à l'utilisation (ou charge) (figure 1.3).

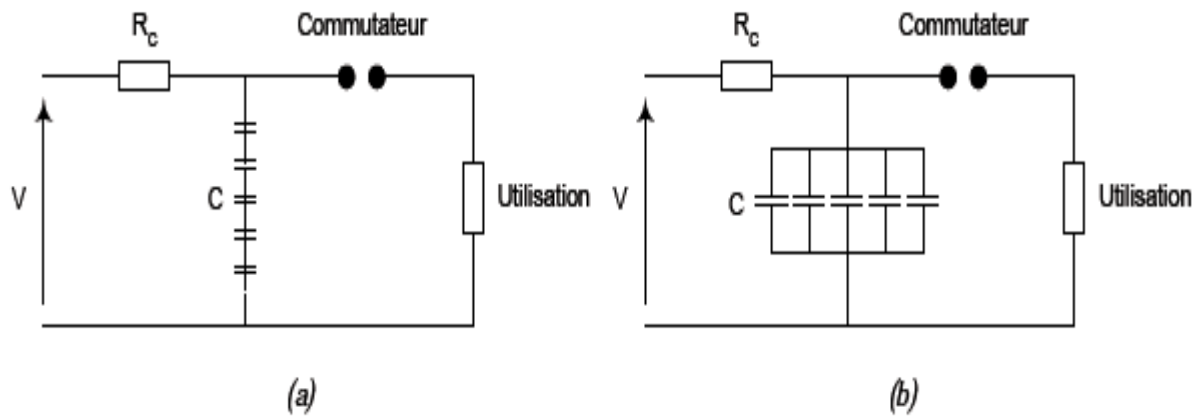


Fig.1.3. Stockage capacitif de l'énergie par association série (a) ou parallèle (b)

Il existe des structures de stockage permettant de multiplier la tension de charge  $V_0$  qui nécessite plusieurs commutateurs. La figure 1.4 représente une structure de stockage de type générateur de Marx [15].

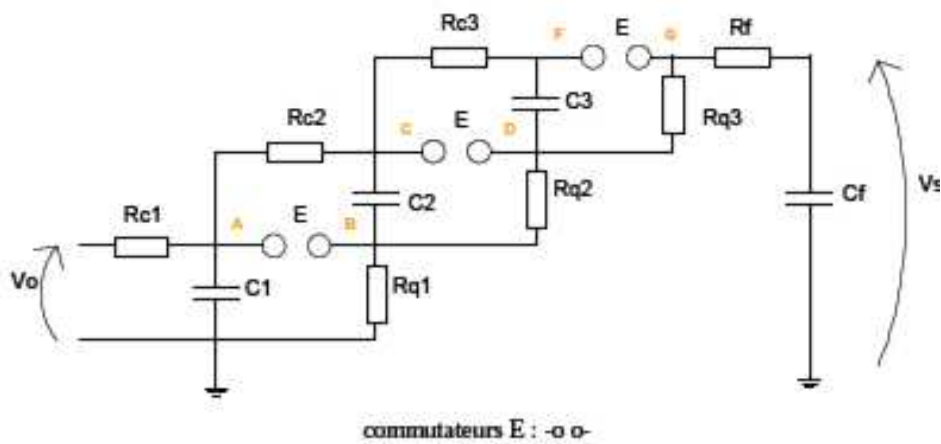


Fig.1.4. Structure de stockage avec multiplication de la tension de charge : exemple d'un générateur de Marx à trois étages

### 1.3.2.2. Stockage inductif

Pour le stockage inductif, le courant qui circule à travers une faible résistance et la bobine permet à cette dernière d'accumuler une énergie égale à  $(LI^2 / 2)$ . Cette énergie est transférée, presque en totalité, à la charge lorsque le commutateur s'ouvre (figure 1.5) [4].

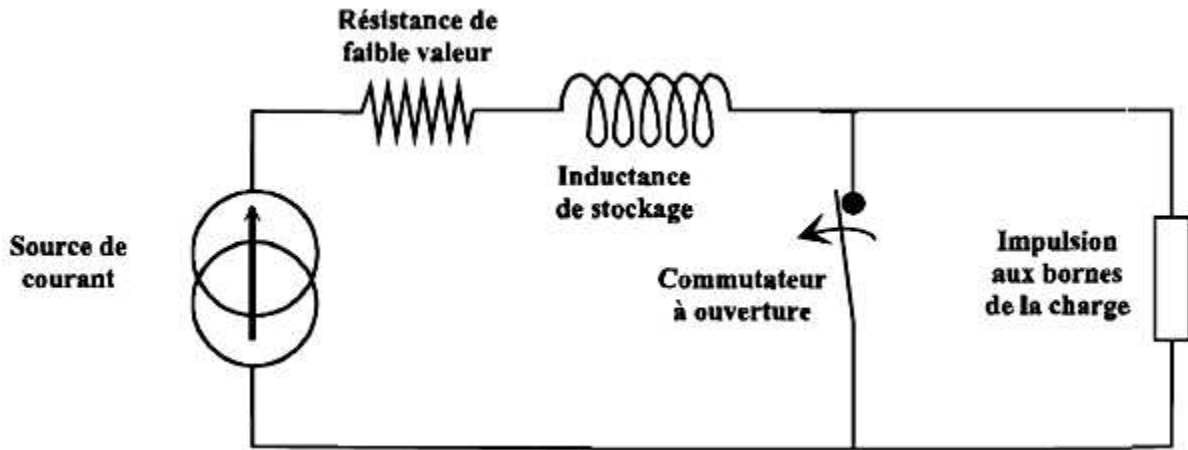


Fig.1.5. Schéma de principe de générateur à stockage inductif

En fonction du type d'application visée, il sera préférable d'utiliser un stockage de type capacitif permettant un contrôle fiable de la tension de sortie, ou de privilégier un stockage inductif permettant une gestion fine du courant.

L'intérêt principal du stockage inductif réside dans la compacité des systèmes mais reste pénalisé par les commutateurs à ouverture.

Le stockage capacitif fonctionnant avec une technologie de commutation à fermeture rapide offre plus de degrés de liberté et une mise en œuvre moins délicate. Les domaines de commutation allant de la microseconde à la dizaine de picoseconde sont alors accessibles.

Néanmoins, ces types de stockage inductif et capacitif localisés ne permettent pas d'obtenir des profils variés. Seuls des signaux avec des formes de type bi-exponentielles sont engendrés [16].

### 1.3.3. Le commutateur haute tension

Bien qu'il ne soit pas le seul élément limitatif dans certaines applications, le commutateur est l'organe critique de la chaîne de conversion. De façon tout à fait générale, on peut considérer, en première approximation, qu'il est constitué de deux électrodes, respectivement connectées aux parties faible et forte puissance, séparées par un diélectrique qui peut être solide (diélectrique ou semi-conducteur), liquide ou gazeux (sous pression ou dans le vide).

### 1.3.3.1. Les différentes technologies de commutateurs à fermeture

#### a) Les éclateurs solides ou liquides

Ils présentent l'avantage de posséder des rigidités diélectriques très élevées qui permettent de fixer un écartement faible entre les électrodes (figure 1.6).

Pour certaines applications très hautes tensions (plusieurs MV et fronts de montée élevés), le choix du matériau isolant est restreint. Les solides sont préférés mais ne peuvent être utilisés qu'une unique fois. On pourra choisir des éclateurs liquides que l'on peut utiliser plusieurs fois [17].



Fig.1.6. Eclateur solide

#### b) Les semi-conducteurs

Les semi-conducteurs sont, aujourd'hui, largement utilisés pour réaliser la fonction de commutation. Si nous parlons des composants « classiques » (transistors, thyristors, IGBT.), il faut noter qu'ils peuvent présenter des claquages locaux irréversibles et que leurs performances sont parfois insuffisantes pour les très fortes puissances (figure 1.7) [17].

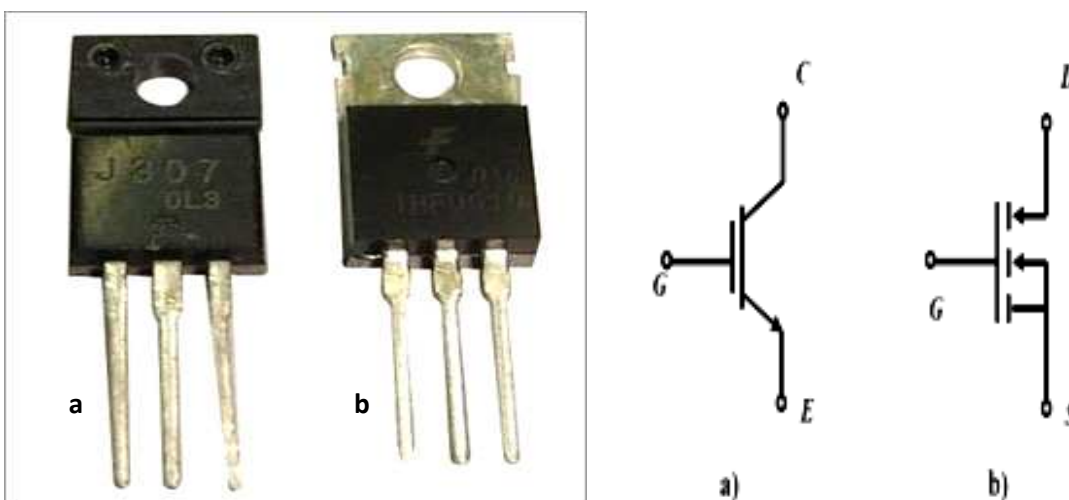


Fig.1.7. Représentation d'un commutateur a) IGBT, b) MOSFET

Les commutateurs à base de semi-conducteur de puissance peuvent être classés selon leurs possibilités de commande : composants non commandables (diode), composants

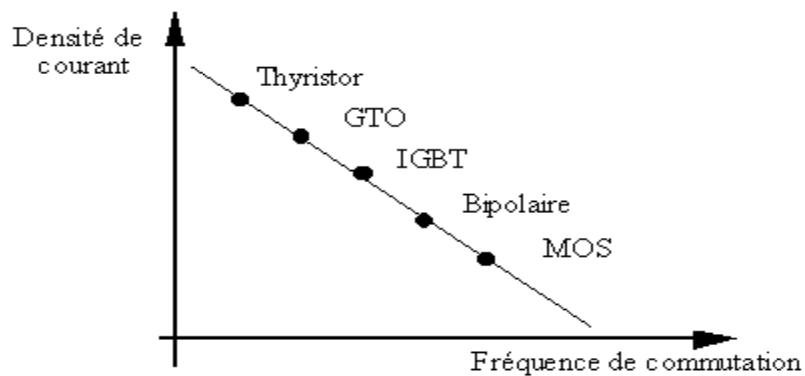
commandables à la fermeture (thyristor) et les composants commandés à la fois à la fermeture et à l'ouverture (transistor bipolaire, transistor MOS, IGBT). Un descriptif des semi-conducteurs les plus utilisés dans la génération des puissances pulsées est donné ci-après.

- **Thyristor** : Le thyristor est le premier semi-conducteur contrôlé permettant de choisir l'instant de déclenchement grâce à l'injection d'une impulsion de courant de quelques ampères. Le thyristor s'arrêtera de commuter lorsque le courant passera à zéro. Les thyristors sont utilisés pour la commutation de très hautes tensions (de l'ordre de quelques kV) mais présentent des temps de commutation assez longs (de 25 à 50  $\mu$ s). Ces commutateurs seront privilégiés pour la génération d'impulsions longues ( $\mu$ s, ms) [16].

- **MOSFET** :(Metal-Oxide-Semiconductor Field-Effect Transistor). Le transistor MOSFET a été inventé par Lilienfeld et Heil dans les années trente mais la première réalisation réussie se fit attendre jusqu'en 1960. Il s'agit d'un composant semi-conducteur à effet de champ qui se différencie par rapport à un transistor bipolaire classique par le mode de commande. En effet, le MOSFET utilise l'effet de champ à travers l'oxyde de grille pour contrôler la densité de porteurs dans le canal du dispositif et ainsi l'intensité du courant. Ces composants ne permettent pas de travailler à des niveaux de tension élevés (limités à 1 kV et à 100 A) mais offrent des temps de commutation relativement rapides de l'ordre de 10 ns.

- **IGBT** :(Insulated Gate Bipolar Transistor). Le transistor IGBT est basé sur une technologie qui date du début des années 80 et qui succède aux thyristors. C'est un composant semi-conducteur de puissance permettant de travailler à des tensions supérieures à 1 kV. Il garde le même mode de commande que le transistor MOSFET, beaucoup plus simple à mettre en œuvre qu'une commande par courant. Cependant, les temps de commutation de ce type de composant restent relativement élevés (de l'ordre de 200 ns). Ils sont donc inappropriés pour des applications nécessitant une synchronisation rapide dans le domaine nanoseconde et picoseconde [16].

La figure 1.8 représente la densité de courant en fonction de la fréquence de commutation de différents semi-conducteurs.



**Fig.1.8. Densité de courant des différents semi-conducteurs en fonction de la fréquence de commutation**

La principale limitation de la technologie des semi-conducteurs est due au fait qu'ils présentent des jonctions dont les propriétés peuvent être définitivement altérées par l'application de champs électriques élevés ou de forts courants. La solution vers laquelle se dirige la technologie des semi-conducteurs, dédiés aux fortes puissances, est le matricage de composants. La disposition d'éléments en parallèle permet d'améliorer l'aptitude à véhiculer des courants importants et de diminuer les contraintes thermiques. La disposition en série permet des tenues en tension plus élevées.

Leurs domaines privilégiés correspondent à des applications à fronts lents / forte énergie (redressement) ou à des applications rapides / faibles énergies.

On peut améliorer leur temps de montée en faisant fonctionner des composants classiques en régime d'avalanche. D'autres « familles » de semi-conducteurs ont également été développées de façon à essayer de solutionner les problèmes liés à la commutation ultra rapide de très forte puissance. Il s'agit, principalement, des commutateurs à photoconducteurs (AsGa), des diodes DSRD (Drift Step Recovery Diodes) et de transistors spécialement conçus pour fonctionner en régime d'avalanche [18].

### c) Les éclateurs à gaz

L'éclateur à gaz se compose de deux électrodes séparées par un isolant de type gazeux (figure 1.9). Cette technologie est commune à plusieurs applications nécessitant une rigidité électrique et une densité de courant élevées. Cette grande tenue en tension est déterminée essentiellement par la géométrie des électrodes, le type et la pression du gaz utilisés. La commutation des éclateurs peut se faire sous deux régimes :

- Régime déclenché où le commutateur est commandé par une énergie externe lumineuse ou électrique. Par le biais de cette énergie, le gaz est pré-ionisé et un milieu conducteur se forme progressivement et se substitue au milieu isolant. L'inconvénient majeur de ce mode de fonctionnement est la détérioration du front de montée due à l'utilisation d'une électrode auxiliaire pour amener l'énergie vers l'extérieure.
- Régime relaxé où le déclenchement se fait de façon autonome par l'éclateur. L'initiation de la décharge s'effectue de façon spontanée pour une tension donnée. Ce mode de fonctionnement permet d'obtenir des temps de montée plus courts mais au détriment d'une bonne synchronisation.

L'utilisation des éclateurs à gaz comme technologie de commutation offre la possibilité de travailler à des niveaux de tension élevés (de l'ordre de quelques centaines de kV). Pour les deux modes de déclenchement, les temps de montée restent relativement élevés (quelques dizaine de ns) et une gigue temporelle plus importante est observée. Beaucoup d'efforts ont été réalisés pour améliorer les temps de commutation. En effet, dans le cas où le déclenchement se fait par l'intermédiaire d'un faisceau laser, les temps de montée deviennent très courts arrivant jusqu'à quelques centaines de picosecondes.

Néanmoins, le réglage des propriétés du gaz et de la distance inter-électrodes reste délicat et la reproductibilité des impulsions est pénalisée. En outre, la durée de vie de ces composants reste faible à cause de la forte érosion des électrodes, ce qui peut entraîner une instabilité dans l'éclateur à gaz et donc une difficulté pour contrôler le déclenchement de la commutation [16].



Fig.1.9. Photo d'un éclateur à air



### 1.3.3.2. Résumé des performances des techniques de commutation pour la génération des impulsions électriques

Le tableau 1.1 résume les performances des technologies de commutation pour la génération de hautes puissances pulsées [16].

Tableau.1.1. Comparaison des performances des principales technologies de commutation

performances	Semi-conducteurs de puissance	Eclateurs à gaz
Tenue en tension	+	+++
Courant de conduction élevé	+	+++
Efficacité	++	++
Taux de répétition	++	+
Coût	+	++
Durée de vie	++	+

### 1.3.3.3. Les caractéristiques d'un commutateur

Elles dépendent de l'état dans lequel il se trouve :

- **Etat ouvert** : ses principales caractéristiques sont sa tenue en tension maximale admissible et son courant de fuite. Pour certaines applications, on précise, également, le taux de commutations erratiques.
- **Phase de commutation** : sa principale caractéristique est sa rapidité à faire transiter l'énergie stockée en amont vers la charge c'est-à-dire, en fait, le temps que met la valeur de la résistance du commutateur pour passer de  $R_{OFF} \sim \infty$  à  $R_{ON} \sim 0$ . Le front de montée du signal électrique résultant de la commutation dépend, en plus de cette variation temporelle de la résistance, de la valeur de la capacité inter-électrodes liée à la géométrie propre du commutateur (nature du « matériau » et distance inter-électrodes) ainsi que de l'inductance liée à la nature du milieu conducteur (volume de l'arc, décharge multicanaux, dopage). Il dépend également des caractéristiques intrinsèques du diélectrique utilisé (nature du gaz,

pression, dopage...) ainsi que des valeurs des grandeurs électriques (courant, tension) que l'on commute.

Un deuxième paramètre découle de cette phase de commutation : le jitter. Il correspond à l'écart entre les valeurs extrêmes du retard existant entre l'instant de déclenchement et le début de la commutation. Certaines applications requièrent des jitters sub-nanoseconde.

- **Phase de conduction** : la valeur du courant maximal admissible par le commutateur, le temps de conduction et la valeur de la résistance équivalente dans l'état fermé sont les trois principaux paramètres qui caractérisent cette phase. Notons également que la puissance dissipée lors du passage du courant peut engendrer des problèmes d'érosion et de limitation du taux de répétition. Certains commutateurs ont, par conséquent, une durée de vie limitée qui peut varier en fonction de la « dureté » avec laquelle on les utilise [19].

- **Phase de réouverture** : elle correspond à la durée (temps de recouvrement) que met le commutateur à retrouver ses propriétés diélectriques initiales. Cette phase met en jeu des propriétés physiques permettant d'éliminer les porteurs de charge (effet de recombinaison) et des propriétés thermiques (refroidissement des semi-conducteurs ou du gaz par exemple). Suivant la valeur de ce temps de recouvrement, le commutateur sera capable de travailler à plus ou moins haute fréquence de répétition [19].

#### 1.3.4. Chambre de traitement

C'est l'élément fondamental de l'installation puisque c'est à l'intérieur de celle-ci qu'auront lieu les impulsions électriques au travers de l'aliment à traiter.

De nombreuses versions de chambres de traitement CEP ont été conçues et évaluées et chaque conception de la chambre cible un ensemble spécifique de caractéristiques de produit. On peut rencontrer deux grands types de chambre : statique et dynamique. Les chambres statiques, où seul un volume donné peut être traité à la fois, ne concernent que les applications expérimentales.

Les chambres dynamiques permettent un traitement en continu, en accord avec les exigences d'une application industrielle. Actuellement, deux types de chambre prédominent:

➤ Les chambres à plaques parallèles, consistant en deux électrodes discales, percées d'un trou central permettant la circulation des aliments.

➤ Les chambres coaxiales, les électrodes étant deux cylindres coaxiaux.  
La figure 1.10 montre quelques exemples de types de chambres [5].

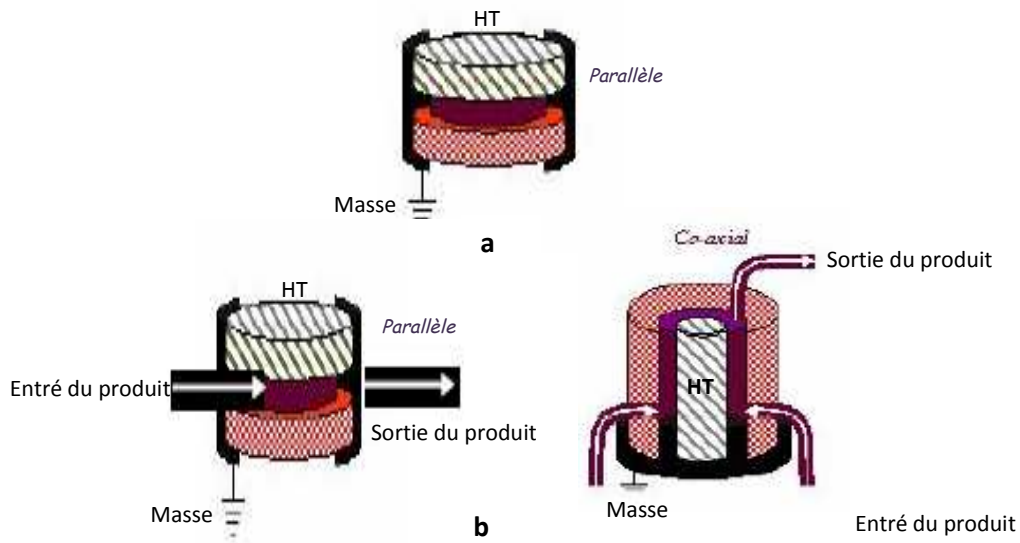


Fig.1.10. Dessins des chambres de traitement  
a) Statique, b) Dynamique

Cependant, pour les chambres COFIELD deux tubes en acier inoxydable représentant l'électrode de masse sont séparés par une électrode de haute tension (figure 1.11) [20].

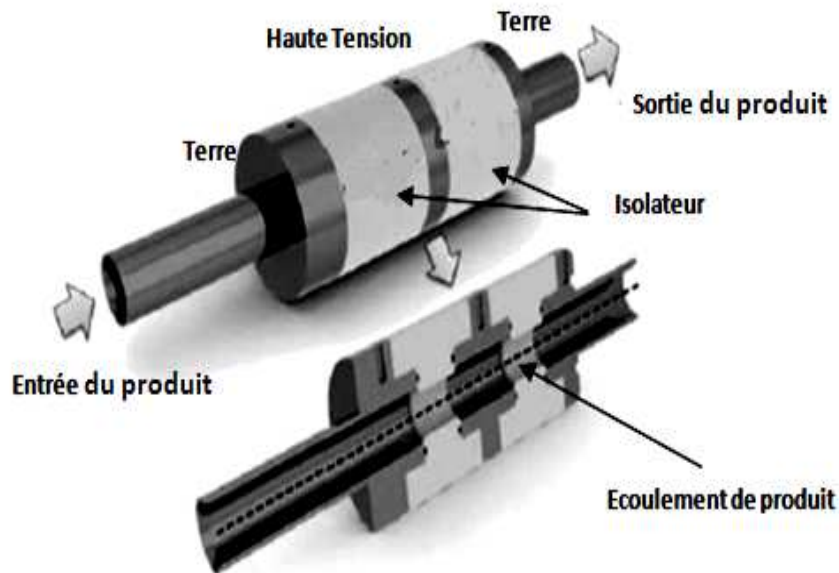


Fig.1.11. Chambre de traitement de type Co-field

### 1.3.4.1. Les électrodes

Les électrodes sont situées à l'intérieur de la chambre de traitement dans différentes positions à travers laquelle le liquide s'écoule et est exposé à l'intensité de champ. Les électrodes sont réalisées à partir de matériaux inertes électro-chimiquement tels que le carbone, l'acier inoxydable, le titane, l'or, le platine ou des oxydes métalliques et doivent être remplacés au moins toutes les 100 heures de fonctionnement en raison de l'érosion chimique provoquée par les liquides s'écoulant et la formation de dépôts sur leur surface. [20].

#### 1.4. Interactions des CEP avec le vivant

##### 1.4.1. Impulsion de champ électrique

L'efficacité des phénomènes conduisant à l'interaction de CEP avec les cellules biologiques dépend des caractéristiques de l'impulsion électrique appliquée. Cette impulsion est un signal de courte durée qui varie dans le temps sans porteuse. La figure 1.12 décrit les caractéristiques générales d'une impulsion de champ électrique.

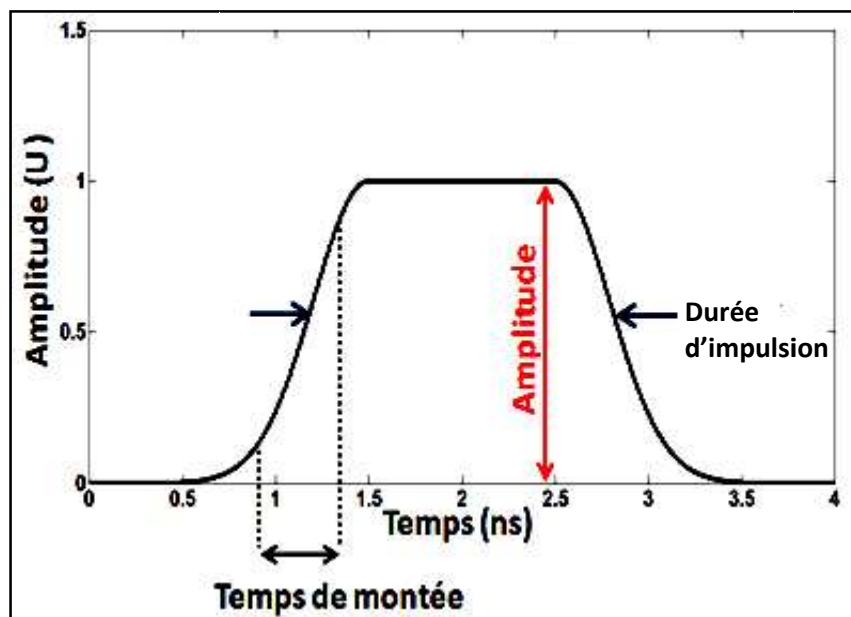


Fig.1.12. Caractéristiques d'une impulsion de champ électrique

Les impulsions électriques utilisées pour stimuler les cellules biologiques se caractérisent par :

- L'amplitude maximale de l'impulsion en kV.

- La durée à mi-hauteur de l'impulsion « FWHM : Full Width at Half Maximum » (50 % De l'amplitude) ou 37 % lorsqu'il s'agit d'une impulsion exponentielle décroissante.
- La fréquence de répétition en Hz.
- Le nombre d'impulsions.

## 1.4.2. Cellule biologique

### 1.4.2.1. La cellule : Approche biologique

La cellule est un système complexe qui peut grandir, se reproduire, traiter des informations, répondre à des stimuli et exécuter un nombre extraordinaire de réactions chimiques. La figure 1.13 illustre les éléments constituant une cellule biologique [21].

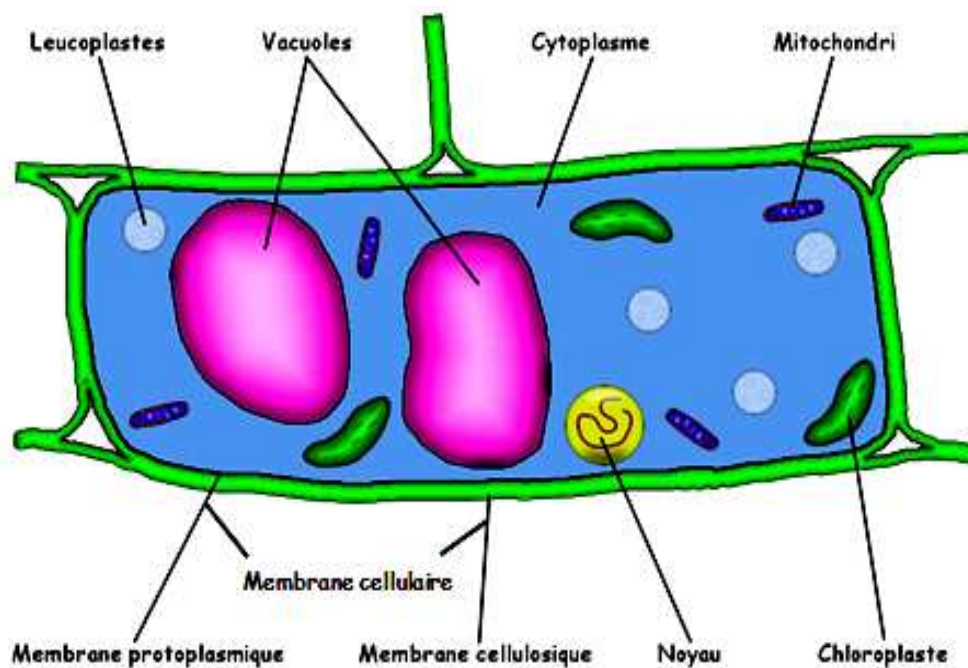


Fig.1.13. Modèle d'une cellule biologique végétale

Une grande partie du volume de la cellule est composée d'un milieu appelé cytoplasme. Il contient entre autres des mitochondries, la vacuole, chloroplaste, le noyau (contenant le matériel génétique), dont les fonctions permettent le maintien en vie de la cellule.

Ce milieu est délimité par une membrane cellulaire (bicouche phospholipidique), qui a une composition chimique différente du milieu extérieur de la cellule. La figure 1.14 présente un modèle schématique d'une membrane cellulaire. Elle régule grâce à des canaux, des échangeurs et des pompes qui se trouvent dans la membrane plasmique, les concentrations ioniques de part et d'autre, et laisse pénétrer les substances nutritives dans la cellule et en laisse sortir les déchets.

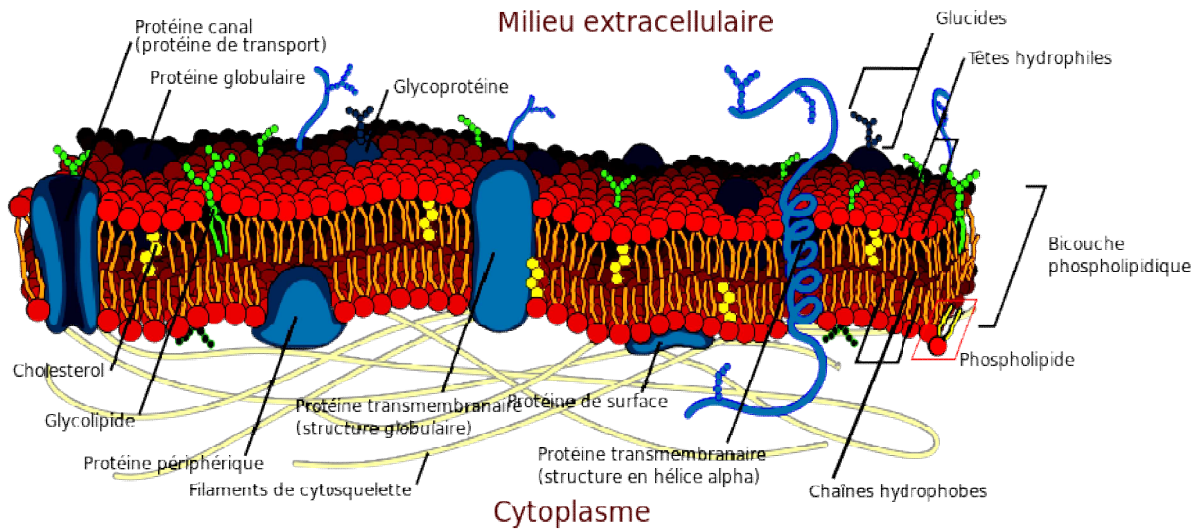


Fig.1.14. Représentation schématique d'une membrane cellulaire [21]

#### 1.4.2.2. La cellule : Approche physique

La figure 1.15.A présente un schéma très simplifié d'une cellule biologique. Un modèle simple d'une cellule biologique consiste à décrire celle-ci comme une entité composée d'un milieu conducteur correspondant au cytoplasme, caractérisé par sa conductivité  $\sigma_{\text{Cytoplasme}}$  et d'un milieu isolant, correspondant à la membrane plasmique, caractérisée par sa permittivité  $\epsilon_{\text{Membrane}}$ .

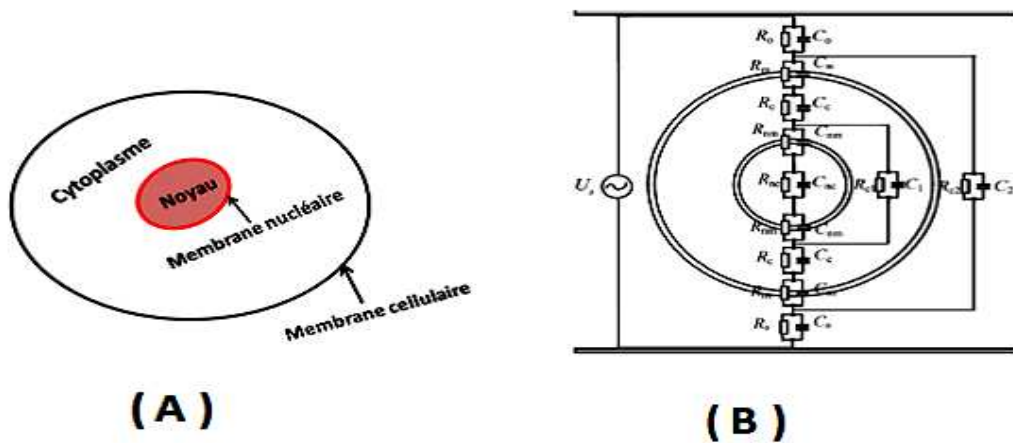


Fig.1.15. Modèle d'une cellule biologique simplifié (A) et modèle électrique d'une cellule (B) [22]

Dans les modèles électriques de cellules, la membrane cellulaire est assimilée à un condensateur et les milieux intra et extracellulaires sont considérés comme modérément conducteurs. La figure 1.15.B présente un exemple de modèle électrique d'une cellule biologique prenant en compte la modélisation de la membrane plasmique et nucléaire de la cellule [22].

### 1.4.3. Effets primaires : Electroporation classique

Une cellule biologique est composée essentiellement d'une membrane entourant un liquide appelé le cytoplasme (figure 1.16a). La membrane des cellules biologiques peut être assimilée du point de vue électrique à un isolant constitué d'une bicouche bilipidique d'épaisseur environ 5 nm contenant des protéines. Cette bicouche représente 50 % de la masse de la plupart des membranes de la cellule. Elle est la structure de base et sert de barrière qui est relativement imperméable au passage de molécules plus petites et des ions.

La membrane est caractérisée électriquement par la permittivité ( $\xi$ ). D'autre part, le cytoplasme peut être assimilé à un milieu qui est modérément conducteur et qui a une résistivité  $\rho$  ( $\Omega.m$ ) ou par sa conductivité électrique  $\sigma$  (S/m) qui est l'inverse de la résistivité. L'application d'un champ électrique à la cellule en plaçant cette dernière entre deux électrodes induit un déplacement de charges (Force de Coulomb) (figure 1.16.b). Il en résulte un courant qui entraîne l'accumulation des charges électriques de part et d'autre de la membrane cellulaire (figure 1.16.c) et en conséquence une tension à travers la membrane [23].

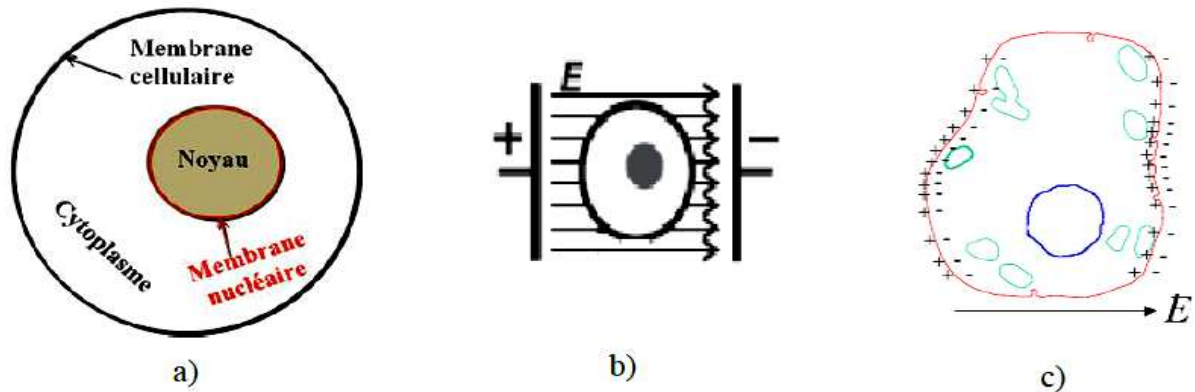


Fig.1.16. a) Schéma d'un modèle simpliste de cellule, b) la cellule placée entre deux électrodes, c) la cellule après exposition au champ électrique

Le premier effet résultant de l'interaction des impulsions électriques avec la cellule est l'électroporation classique qui peut être définie par le changement de la structure de la cellule suite à la formation de pores dans la membrane lors de l'exposition à un champ électrique. Un effet observable est l'augmentation rapide de la conductivité électrique de la cellule. Cette augmentation est due à la formation des pores dans la membrane de la cellule. Donc, sous l'application des champs électriques, la cellule devient de plus en plus perméable et transparente. En effet, une électroperméabilisation de la cellule a lieu, se traduisant par l'augmentation significative de la perméabilité de la membrane. Il y aura la formation de pores qui représente également l'augmentation de la conductivité de la membrane ou également la diminution de la résistance au passage des ions à travers la membrane. Dans ce cas, l'électroperméabilisation des cellules est un phénomène général, non thermique et réversible. Il permet l'entrée de molécules non perméantes directement dans le cytoplasme cellulaire, tout en préservant l'intégrité des vésicules internes. Dans l'état de perméabilité élevée, la membrane plasmique permet le passage des petites et grandes molécules et des ions dans le cytoplasme. En revanche, à l'état normal, cette membrane représente une barrière considérable pour ces particules [23].

Les charges accumulées de part et d'autre de la membrane expliquent le « comportement capacitif » de la cellule exposée et impliquent la présence d'une tension appelée « tension transmembranaire » dont l'ordre de grandeur est de quelques millivolts à quelques volts. L'électroporation reste un phénomène réversible tant qu'on n'a pas dépassé un seuil critique de tension transmembranaire. La cellule survivra si le champ n'est ni très fort ni très long et elle revient à son état physiologique normal. Si ce seuil critique est



dépassé, il y aura formation de pores de rayon assez grand et ce phénomène sera irréversible et la mort de la cellule surviendra (figure 1.17).

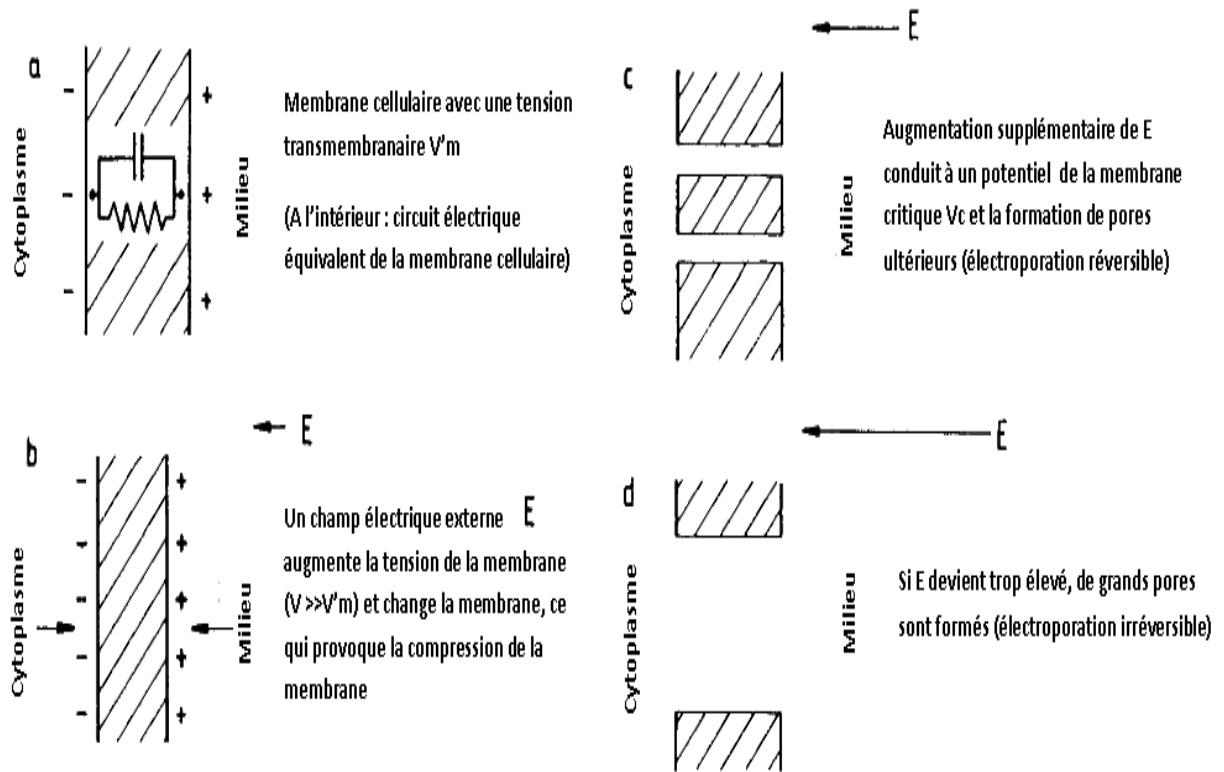


Fig.1.17. Schéma illustrant les étapes de l'électroporation (réversible et irréversible) [46]

L'électroporation classique et irréversible est utilisée pour introduire des molécules dans des cellules. De nombreuses applications commencent à émerger comme le montre la figure 1.18.

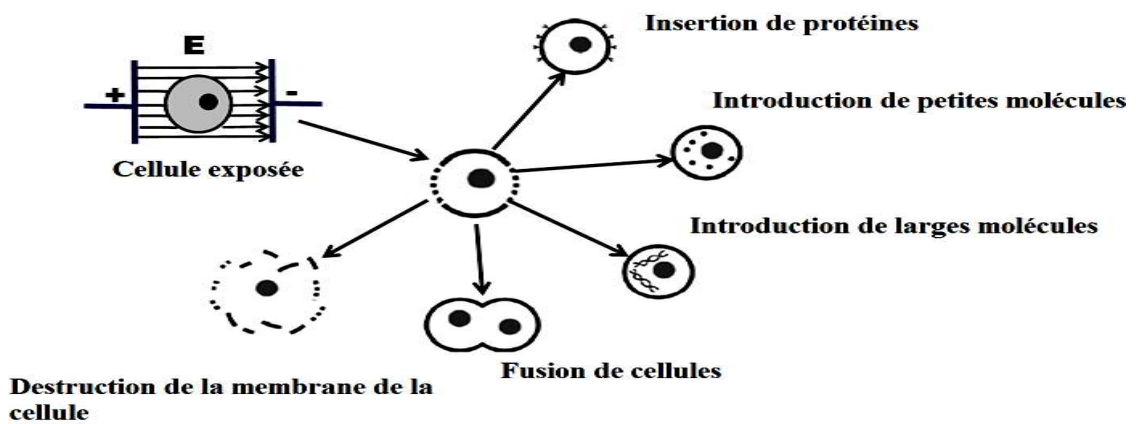


Fig.1.18. Schéma illustrant les applications de l'électroporation

Les cellules ont des diamètres de l'ordre de quelques  $\mu\text{m}$ . La membrane et le cytoplasme de la cellule sont caractérisés par une résistivité et une valeur de permittivité. Par exemple, pour les cellules mammifères, le diamètre est égal à  $10\ \mu\text{m}$ , la capacité de la membrane plasmique est d'environ  $1\ \mu\text{F}/\text{cm}^2$ , et la résistivité du cytoplasme est l'ordre de  $100\ \Omega\cdot\text{cm}$ . Le temps de charge de la membrane cellulaire est environ  $75\ \text{ns}$ . Il dépend des dimensions de la cellule et ses propriétés diélectriques. Ainsi si on émet des impulsions de durée plus grande que le temps de charge de la membrane extérieure, alors seule cette dernière se charge. Dans ce cas, les membranes des sous structures cellulaires ne sont plus affectées. Si la durée des impulsions devient très courte, le champ électrique peut traverser la membrane extérieure et affecter les structures sous cellulaires. Ceci rend possible la modification des fonctions de la cellule sans endommagement permanent de la membrane extérieure. La membrane plasmique étant un milieu diélectrique d'épaisseur de quelques nanomètres, ceci conduit à des champs électriques au niveau de la membrane de la cellule de la centaine de  $\text{kV}/\text{cm}$ . Il est donc nécessaire, pour perturber électriquement l'édifice membranaire, d'imposer un champ électrique intense pendant un certain temps.

L'application des impulsions doit être faite de façon à éviter l'échauffement thermique par effet Joule pour ne pas endommager les cellules exposées suite à une augmentation importante de température [23].

#### **1.4.4. Effets secondaires (électroporation irréversible)**

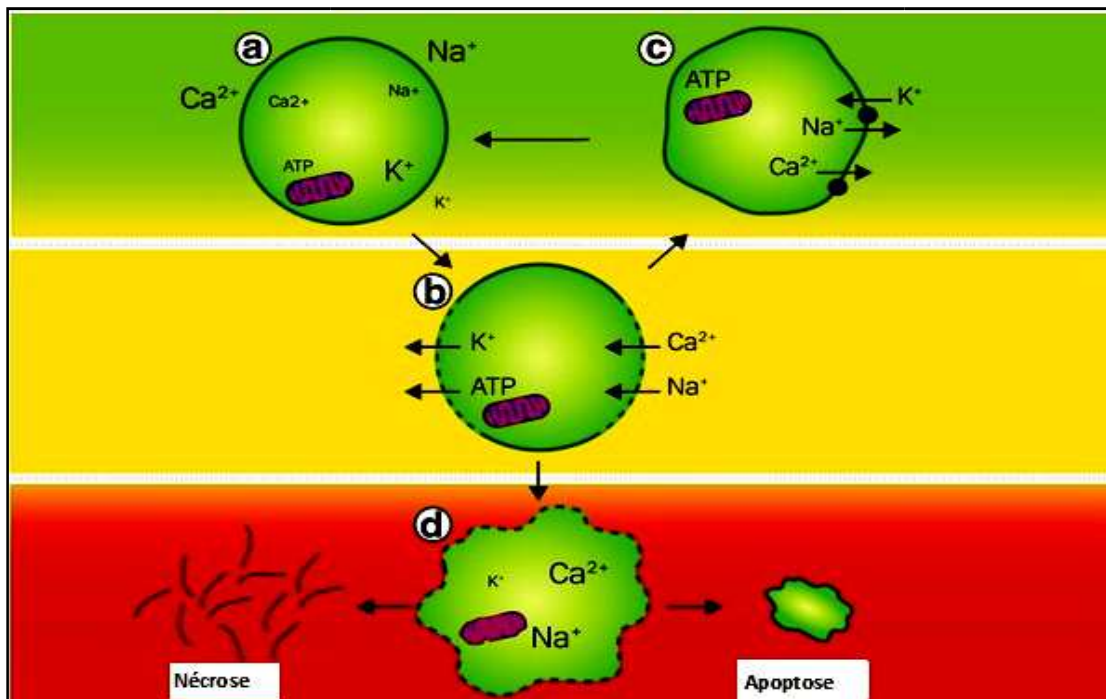
Les effets secondaires représentent les applications dues au changement du fonctionnement de la cellule biologique exposée aux nsCEP (champ électrique pulsé de l'ordre de nanoseconde). Ces effets sont maintenant présentés et succinctement décrits (figure 1.19).

##### **1.4.4.1. Apoptose**

L'Apoptose est la mort programmée de la cellule. Elle peut être définie par un processus par lequel des cellules déclenchent leur autodestruction en réponse à un signal appliqué à ces cellules.

### 1.4.4.2. Nécrose (dégagement intracellulaire du Calcium)

Les impulsions ultracourtes dont les amplitudes de champ électrique sont inférieures à celles exigées pour induire l'apoptose, ont été utilisées pour déclencher des réponses physiologiques dans les cellules. L'une de ces réponses est le dégagement intracellulaire de calcium. Ce dernier est stocké dans les sous structures cellulaires et surtout la mitochondrie. A titre d'information, une élévation de concentration du Calcium a été obtenue en appliquant des impulsions de durée 300 ns et d'amplitude de champ électrique de l'ordre de 12 kV/cm [23].



**Fig.1.19. Effets de la perméabilisation de la cellule.**

(a) La cellule dans des conditions normales. Noter les gradients de Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup> et Ca<sup>2+</sup> à travers la membrane ainsi que la forte teneur en ATP. (b) La cellule perméabilisée. L'augmentation de perméabilité de la membrane conduit à l'influx de Ca<sup>2+</sup> et de Na<sup>+</sup> et de la perte de K<sup>+</sup> et d'ATP. (c) La cellule refermée. Refermeture de la membrane de la cellule permet de récupérer des gradients d'ions en utilisant des pompes ioniques (le Ca<sup>2+</sup> et Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup> ATPases). (d) La cellule endommagée. Si les membranes perméabilisées ne pas refermer ou refermer trop lentement, une surcharge cellulaire de Ca<sup>2+</sup> se produisent, conduisant à d'autres dommages de la membrane de la mitochondriale et un autre surcharge de calcium Ca<sup>2+</sup>. Selon les circonstances, la cellule meurt soit par apoptose ou nécrose [24]

### 1.5. Historique de l'électroporation

L'électroporation a récemment suscité l'enthousiasme dans les domaines de la biotechnologie et de la médecine. Cette technique a été observée dès les années 1750, mais les 30 dernières années ont vu une augmentation des recherches conduisant à la mise en œuvre à des fins médicales. Les premières expérimentations théoriques utilisant

l'électroporation sur la bicouche lipidique ont été menées en 1970. À la suite de ces études, Neumann et al. l'auteur de la première publication sur l'électroporation en 1982 sur le transfert de gènes dans les cellules murines. Peu de temps après, électroporateurs impulsions ont été développés, et le phénomène de l'électroporation pour la livraison de molécules dans les cellules se sont généralisés. En 1993, les enquêtes menées par Belehradek et al. rapporté la première utilisation de l'électroporation pour augmenter l'absorption d'agents chimiothérapeutiques dans les tumeurs. Depuis, de nombreuses études et publications ont été faites sur les différentes pratiques cliniques de l'électroporation, qui comprend l'induction de médicaments et de gènes dans les cellules et électrochimiothérapie pour le traitement du cancer. Ces différentes applications de l'électroporation "réversible" nécessitent cellules de survivre après la procédure [24].

## **1.6. Effet des paramètres des champs électriques pulsés sur la perméabilisation des cellules**

### **1.6.1. Effet de l'amplitude et de la durée des impulsions**

Les premières expériences mettant en évidence les mécanismes d'électroporation ont été réalisées avec des champs électriques de quelques centaines de volts par centimètre avec une durée de l'ordre de la milliseconde ou avec des champs électriques de quelques kilovolts par centimètre pour une durée de l'ordre de la microseconde [25]. Pour atteindre une même efficacité d'électroporation, ces deux paramètres du champ électrique sont souvent inversement proportionnels. En résumé, l'effet d'électroporation semble être sensible à l'énergie transportée par l'impulsion électrique.

L'équipe de Justin Teissié a réalisé plusieurs études concernant l'effet de la durée des impulsions sur la capacité de la cellule à intégrer des molécules de tailles différentes. Ces résultats montrent que la durée de l'impulsion contrôle le pourcentage de pénétration de macromolécules dans la cellule [26]. Plus récemment, plusieurs études ont mis en évidence un effet avec des impulsions de durée encore plus courtes et cela sur des membranes contenues dans le milieu intracellulaire [27-29]. En effet, dans le cas d'impulsions nanosecondes et sub-nanosecondes, les charges électriques n'ont pas le temps de se déplacer et de modifier le potentiel transmembranaire permettant d'aboutir au processus

d'électroporation. Dans ce cas, le champ électrique se propage ainsi dans le milieu intracellulaire et peut créer un phénomène d'électroporation des membranes du noyau ou des mitochondries [30-31]. Des amplitudes beaucoup plus importantes de champ électrique sont nécessaires (quelques centaines de kV/cm) pour obtenir une efficacité d'électroporation notable. Enfin, certaines publications ont montré que la combinaison d'impulsions de forte et de faible amplitude augmentait l'efficacité de l'électro-transfert de gènes dans les muscles [32].

### 1.6.2. Effet du nombre et de la fréquence de répétition des impulsions

Plusieurs études ont montré que le couple nombre et amplitude des impulsions appliquées détermine la phase de déclenchement du mécanisme d'électroporation [33].

Une efficacité similaire de perméabilité des membranes a été obtenue soit par un grand nombre d'impulsions de faible intensité (quelques centaines de V/cm) soit par un nombre plus faible d'impulsions de plus forte amplitude (quelques kV/cm). Le travail de Rubisky a notamment pu déterminer la quantité d'impulsions nécessaires pour effectuer une électroporation irréversible efficace pour le cancer de la prostate et cela sans effet secondaire [34].

Des résultats obtenus par l'équipe de Miklavcic sur l'électroporation de cellules de vésicule endocytotique de souris ont montré qu'un grand nombre d'impulsions de durée de 60 ns et d'intensité de 50 kV/cm ont un effet à la fois sur les membranes interne et externe de la cellule [35]. En réduisant le nombre de ces impulsions, un effet de perméabilité est détecté uniquement sur la membrane plasmique.

La fréquence de répétition joue aussi un rôle important sur la perméabilisation des membranes. L'équipe de Pucihar a montré que le seuil de déclenchement de l'électroporation augmente avec l'augmentation de la fréquence de répétition [36]. Dans le domaine de l'électro-chimiothérapie, il a été montré que l'augmentation de la fréquence de répétition des impulsions réduisait sensiblement les effets secondaires au cours du traitement et notamment les effets dus aux fortes contractions musculaires [37].

### 1.6.3. Effet de la forme des impulsions

Certaines études ont montré que la forme de l'impulsion représente un paramètre influant sur l'efficacité de l'électroporation.

L'article scientifique le plus à même de montrer cette dépendance est celui de Kotnik [38]. Des impulsions avec des durées allant de la milliseconde jusqu'à la microseconde et de forme monopolaire, bipolaire, triangulaire ou sinusoidale ont été testées. Des différences statistiques significatives ont été observées sur l'efficacité de la perméabilisation des membranes lorsque différentes formes d'impulsions sont appliquées.

D'autres résultats de ce travail montrent que des impulsions de forme bipolaire sont plus efficaces que des impulsions rectangulaires pour l'électroporation des membranes externes des cellules [39]. Des impulsions d'amplitude inférieure de 20 % par rapport à des impulsions monopolaires ont permis d'obtenir une efficacité de perméabilisation identique. La forme bipolaire et symétrique des impulsions réduit aussi sensiblement la contamination des cellules par le phénomène d'électrolyse de l'applicateur (cuvette à électrode d'aluminium ou de fer par exemple) [40].

Les figures 1.20, 1.21 et 1.22 montrent trois types d'impulsions avec leurs caractéristiques: La première impulsion est de forme gaussienne. La durée peut être calculée à mi-hauteur. Le temps de montée est calculé de la façon suivante :  $t_{90\%}-t_{10\%}$  [23].

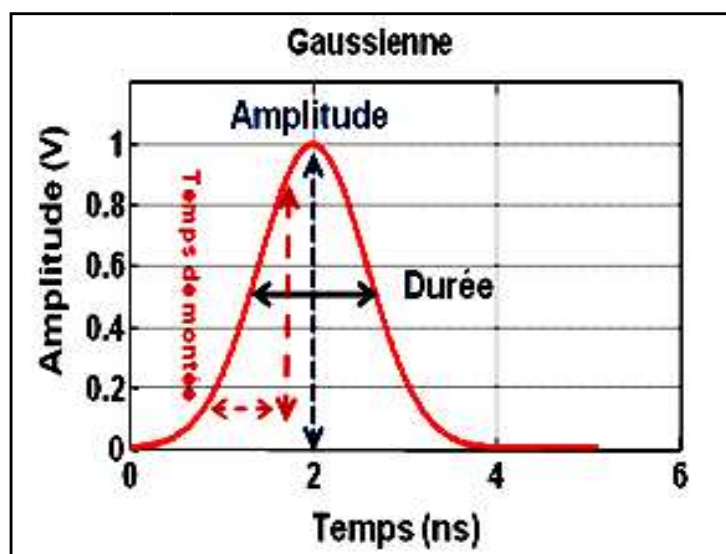


Fig.1.20. Forme temporelle d'une impulsion gaussienne

Un autre type est l'impulsion monopolaire rectangulaire. Elle est caractérisée par une amplitude unipolaire. Sa durée est définie par la largeur à mi-hauteur. Le temps de montée est calculé de la même façon que celui de l'impulsion gaussienne :  $t_{90\%}-t_{10\%}$  [23].

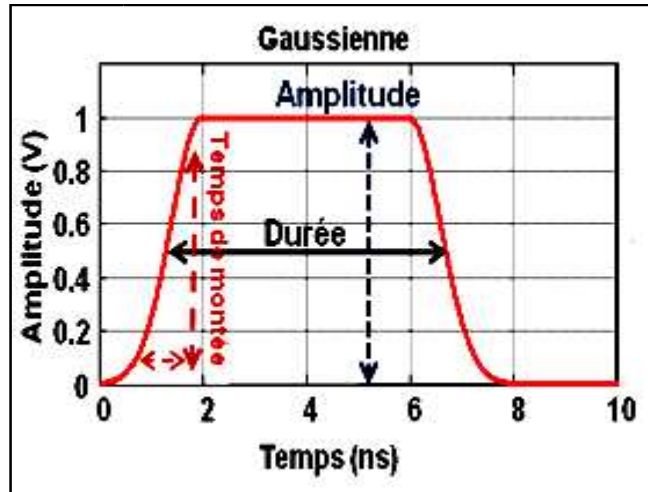


Fig.1.21. Forme temporelle d'une impulsion rectangulaire

Il existe aussi des impulsions de type bipolaire. Ce type d'impulsions présente deux polarités, à savoir positive et négative (figure 1.22) [23].

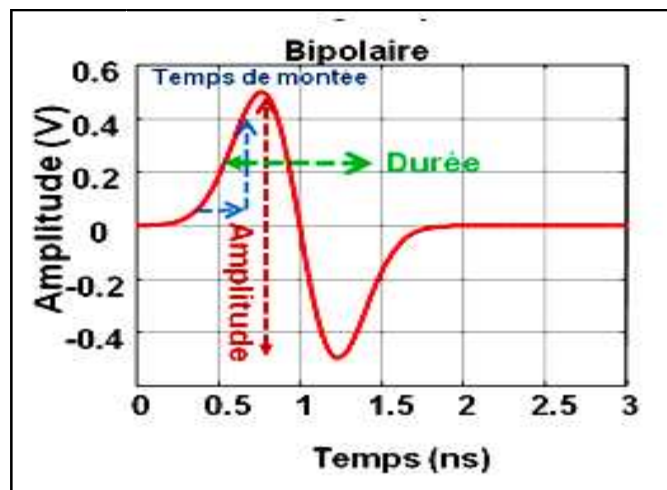


Fig.1.22. Forme temporelle d'une impulsion bipolaire

Dans ces conditions, l'amplitude, la durée, la forme, le nombre et la fréquence de répétition des impulsions sont des paramètres influant sur le phénomène de perméabilisation des cellules.

### 1.7. Vers des impulsions plus courtes

Le mécanisme de base dû à l'interaction de la cellule avec le champ électrique est déjà expliqué. Les impulsions de durée relativement longues (ms,  $\mu$ s) permettent la charge de la membrane externe de la cellule (75 ns). L'électroporation classique de la membrane cellulaire se produit. Si une impulsion de très courte durée et dont le temps de montée est faible devant la constante de temps propre de la membrane est appliquée, la membrane n'a pas le temps de se charger et les charges électriques ne s'accumulent pas aux bords de la membrane d'autant plus qu'elle a une faible conductivité. Dans ce cas, l'impulsion traverse la membrane cellulaire vers les membranes des sous-structures cellulaires. C'est l'électroporation des membranes intracellulaires qui a lieu car ces dernières ont une épaisseur plus petite que celle de la membrane externe et elles ont une constante de temps plus petite (15 ns) [23].

Trois grandes catégories d'effets peuvent être mises en évidence suivant la configuration du champ électrique impulsionnel appliqué :

- Les impulsions lentes (domaine de la milliseconde), d'amplitude inférieure à 10 kV/m permettant d'accélérer le déplacement des molécules à travers la membrane et de pouvoir traiter plus efficacement le milieu intracellulaire,
- Les impulsions relativement rapides (domaine de la microseconde) et d'amplitude moyenne (quelques dizaines de kV/cm) rendent poreuse la membrane externe de la cellule permettant ainsi l'introduction de substances appropriées dans le milieu : l'électroporation classique,
- Les impulsions ultra rapides (domaine de la nanoseconde) et de très grande amplitude (supérieure au MV/cm) ont peu d'effet sur la membrane externe de la cellule mais les champs appliqués pénètrent dans le milieu interne et agissent sur les membranes des sous-systèmes cellulaires (mitochondries, organelles ou encore le noyau par exemple) permettant d'entrevoir alors des applications particulièrement essentielles comme l'introduction d'ADN dans le noyau (thérapie génique) ou la destruction de cellules par un effet sélectif des champs sur certaines sous-structures [23].



Les différents paramètres notamment la durée de l'impulsion et l'amplitude du champ électrique peuvent être déterminées en fonction de l'application biologique (figure 1.23). Les premières applications ont été exploitées avec des impulsions relativement longues de millisecondes comme le transfert de gènes.

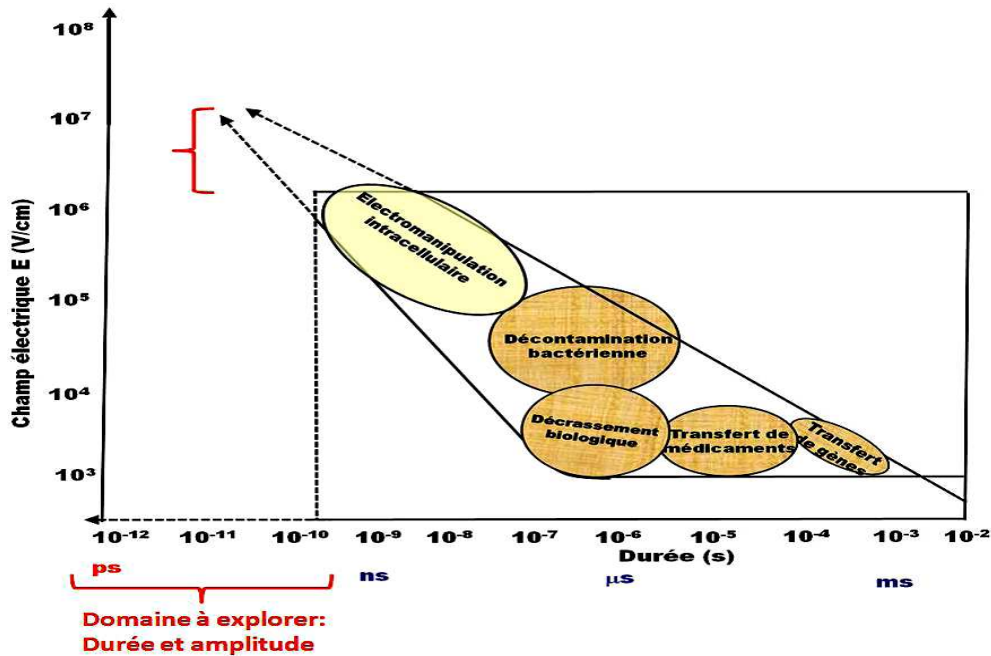


Fig.1.23. Différentes applications biologiques

Afin de pousser les limites de la destruction des cellules exposées aux nsCEP ( champ électrique de l'ordre de nanoseconde), des impulsions plus courtes et d'amplitudes plus grandes ont été utilisées. La durée plus courte permet davantage d'affecter les structures intracellulaires et il en résulte d'autres applications biologiques.

Aujourd'hui de nouvelles applications sont en train d'apparaître et nécessitent des impulsions très courtes et des champs électriques de très haute amplitude (gauche du diagramme dans la figure 1.23). Ces applications ou effets s'appellent « électromanipulation intracellulaire ». Vu leur durée ultracourte, de l'ordre de nanoseconde, ces impulsions ont des effets sur les structures subcellulaires qui peuvent servir pour des applications comme la thérapie génique et le traitement des tumeurs.

L'utilisation des impulsions plus courtes exigent des niveaux de champs plus élevés. Ceci nécessite l'étude des quantités d'énergie produites afin de déterminer leur effet sur le milieu exposé [23].

### 1.8. Avantage de l'impulsion courte

Les avantages liés à la possibilité d'obtenir des impulsions courtes permettent :

- de mieux contrôler, donc de minimiser, l'injection électrique,
- de consommer une faible puissance moyenne, même si les puissances instantanées sont énormes,
- de délivrer brusquement l'énergie puis de laisser évoluer le système, notamment pour certaines réactions chimiques,
- de maîtriser le domaine temporel,
- d'éviter les processus concurrents (phases de leader et d'arc par exemple) [4].

### 1.9. Diverses applications de CEP

Les domaines d'applications des puissances pulsées sont également multiples ; on peut les classer en trois grandes catégories :

- Les applications dans le domaine des lasers, des rayons X et des microondes (laser mega-joule, synchrotron soleil, radars, brouilleurs ...),
- Les applications pour des moyens d'essais spécifiques (tests foudre, CEM, lanceurs électriques...),
- Les applications civiles « tout public » : dépollution, traitement de surface, recyclage, magnétoformage,
- Les applications liées à l'électroporation de la membrane cellulaire.

Parmi les applications envisageables des puissances pulsées, toutes nécessitent de fortes puissances mais pas obligatoirement de fortes énergies. Nous reportons à la figure 1.24 un classement établi par Kristiansen [4].

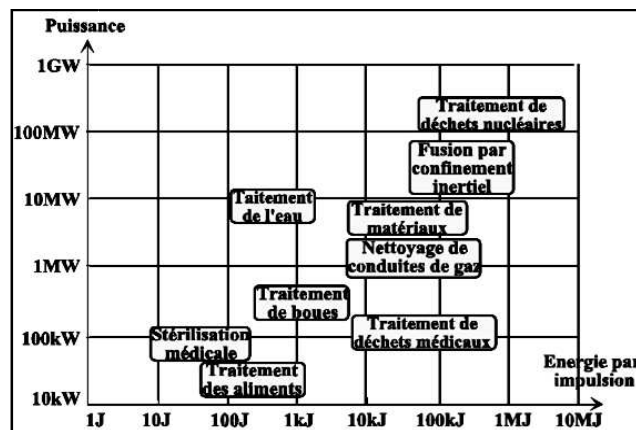


Fig.1.24. Quelques applications des puissances pulsées (d'après Kristiansen) [4]

### 1.9.1. Traitement de préservation des denrées alimentaires

Les applications potentielles de cette technologie incluent la majeure partie des boissons et jus de fruits, le lait, les œufs liquides, les sirops, les sauces ou purées et les soupes [4].

#### 1.9.1.1. Inactivation des micro-organismes

Le traitement des aliments liquides par champ électrique pulsé (CEP) est une méthode de pasteurisation à froid ayant la capacité d'inactiver les microorganismes pathogènes et de détérioration des aliments tout en réduisant au minimum la perte des propriétés physico-chimiques et des composés aromatiques des produits, comparé au traitement thermique conventionnel.

La cinétique d'inactivation des microorganismes et les effets des stresses due au CEP sur l'inactivation des microorganismes sont indispensables pour l'industrie alimentaire afin de comprendre et d'évaluer le potentiel de cette technologie comme un processus alternatif ou complémentaire aux méthodes traditionnelles de conservation des aliments.

JAYARAM et coll. (1992) obtiennent 9 réductions décimales de la population de *Lactobacillus brevis*, après un traitement à 25 kV/cm, à 60°C [5].

Des études ont montré qu'un traitement à 40 kV/cm, pour une température inférieure à 25°C, diminuait les populations d'*Escherichia coli* de 3 à 4 cycles logarithmiques du jus de pomme [41].

### 1.9.2. Traitement des tumeurs

Les effets cytotoxiques d'impulsions électriques de 10 ns (champ électrique pulsée de 50-380 kV / cm) ont été analysés dans des cellules cultivées (lymphome humain). La densité des cellules vivantes et mortes ont été comparés dans plus de 500 échantillons à des intervalles de 0,5 à 48 h après l'exposition de champ électrique pulsé.

Des impulsions électriques de durée de 60 ns à 300ns et d'amplitude 40kV/cm peuvent provoquer la disparition totale du cancer de la peau (mélanome) chez la souris [42].

### 1.9.3. Traitement des plaies

Il a été montré que l'exposition à des impulsions de 300 ns d'amplitude de 30 kV/cm provoque l'association des plaques et la production d'un gel de plaques qui aide à la fermeture des blessures.

Donc, l'interaction des impulsions électriques avec les cellules biologiques présente des effets qui peuvent être manipulés dans le but d'atteindre des applications médicales et sanitaires. Les applications citées ci-dessus, sont dues soit au changement de la structure des cellules exposées (effets primaires), soit au changement de leurs fonctions (effets secondaires) [42].

### 1.9.4. Electro chimiothérapie des tumeurs

Électrochimiothérapie consiste en la chimiothérapie, suivie par l'application locale d'impulsions électriques à la tumeur pour augmenter la délivrance des médicaments dans des cellules. L'absorption de drogues peut être augmentée par électroporation pour les seuls médicaments dont le transport à travers la membrane plasmique est entravé. Parmi les nombreux médicaments qui ont été testés jusqu'à présent, seule la bléomycine et le cisplatine ont trouvé leur chemin à partir des essais précliniques aux essais cliniques. Des études in vitro ont démontré plusieurs fois plus de leur cytotoxicité après l'électroporation des cellules. In vivo, l'électroporation de tumeurs après administration locale ou systémique de l'un des médicaments, soit électrochimiothérapie, s'est avéré être un traitement antitumoral efficace (figure 1.25).

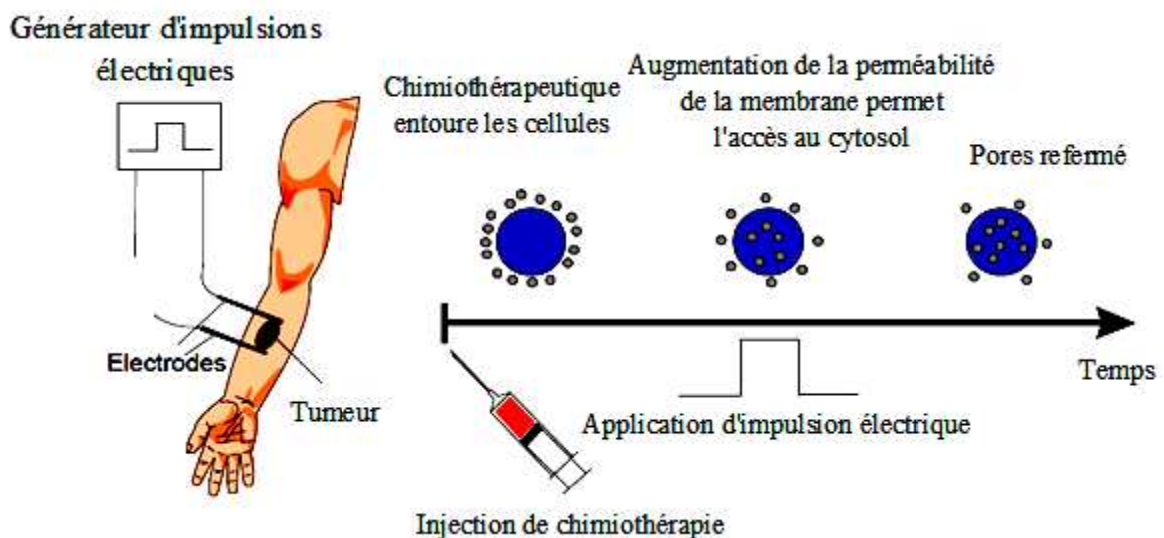


Fig.1.25. Processus de l'Electrochimiothérapie

En médecine vétérinaire, l'électrochimiothérapie s'est également avéré être efficace dans le traitement des tumeurs primaires chez les chats, les chiens et les chevaux. Au cours des études cliniques chez l'homme, l'électrochimiothérapie a été réalisée sur les patients atteints de maladie progressive et nodules tumoraux accessibles de différentes tumeurs malignes. Toutes les études cliniques ont démontré que l'électrochimiothérapie est un traitement efficace pour le contrôle local de la tumeur chez les patients cancéreux.

Le médicament est injecté par voie intraveineuse ou par voie intratumorale, aux doses qui n'exercent pas d'effet anti-tumoral. Après l'intervalle qui permet l'accumulation de médicament suffisante dans les tumeurs, des impulsions électriques sont appliquées à la tumeur, soit par des électrodes à plaque ou une aiguille (1300 V / cm, 100 ms, 1 Hz et 5 kHz, 8 impulsions) (figure 1.26.A). Les électrodes de plaque sont placés de façon que la totalité de la tumeur est englobé entre les électrodes, assurant une bonne répartition du champ électrique dans les tumeurs pour une électroporation optimale des cellules dans les tumeurs figure 1.26 (B) [43].

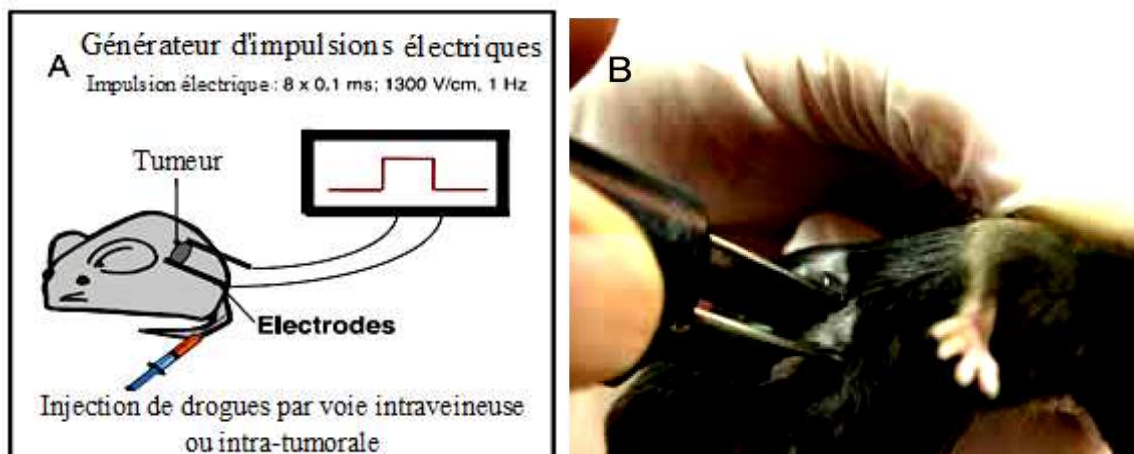


Fig.1.26. Protocole d'électrochimiothérapie de tumeurs expérimentales présenté schématiquement (A), expérimentalement (B)

### 1.9.5. Extraction de composés cellulaires

Les recherches actuelles s'orientent, principalement, vers le traitement de cellules végétales pour l'extraction de composés aromatiques, de pigments ou de jus. Les principales expériences menées à ce jour visent à évaluer les rendements d'extraction des pigments et des jus tout en maximisant la durée de vie des cellules [4].

#### 1.9.5.1. Extraction de pigments

De nombreuses études ont été réalisées et il ressort de ces travaux que l'efficacité des champs électriques pulsés sur la perméabilisation cellulaire dépend étroitement du type de cellules. Ainsi, par exemple, en ce qui concerne l'extraction d'amaranthine (pigment provenant des cellules de *Chenopium rubrum*), une relation a pu être établie entre la valeur du champ, le nombre d'impulsions, la mortalité des cellules et l'extraction de pigments. Un traitement par 10 impulsions créant un champ d'amplitude  $1,6 \text{ kV.cm}^{-1}$  à température ambiante permet l'extraction de près de 100% du contenu cellulaire en amaranthine.

Néanmoins, dans tous les cas, lorsque plus de 30% des pigments ont été extraits, la plus grande partie des cellules est inactivée [4].

#### 1.9.5.2. Extraction des jus

L'effet d'un traitement par champ électrique pulsé (CEP) sur l'extraction de jus de luzerne a été étudié. Des feuilles de luzerne ont été hachées au broyeur-mélangeur. Des échantillons de 40 g de luzerne hachée ont été traités par CEP en utilisant 200 impulsions à une fréquence de 1 hertz. La protéine blanche a été séparée de la protéine verte et la teneur en minéraux des diverses composantes des échantillons a été déterminée. La matière sèche, la teneur en protéines et la teneur en minéraux des échantillons traités par CEP furent significativement plus élevées que pour les échantillons de luzerne traités par pression seulement. Le traitement de la luzerne par CEP a augmenté l'extraction de la protéine blanche [44].

De même, Knorr et al rapportent des travaux menés par Flaumenbaum dans lesquels une purée de pomme, soumise à un traitement par champs électriques avant pressage, a vu son rendement d'extraction en jus augmenté de 12% par rapport aux procédés conventionnels. De plus, le jus extrait est plus clair et moins oxydé que celui extrait des échantillons traités par voie thermique ou enzymatique [4].

#### 1.9.6. Désinfection de l'eau et autres liquides

L'eau et d'autres matières liquides sont souvent contaminées par des bactéries pathogènes et autres micro-organismes. Des recherches antérieures sur les effets des impulsions de haute tension sur les cellules vivantes ont démontré que la destruction de la

cellule se produit lorsque l'intensité du champ et de la durée d'impulsion sont supérieures aux valeurs critiques. Le mécanisme de destruction a été démontré que la rupture diélectrique de la membrane cellulaire. L'article [45] examine l'application de ces résultats à un dispositif de désinfection de l'eau à usage domestique ou industriel pratique. Afin de fournir des impulsions de tension aux cellules dans un volume d'eau en mouvement, un courant alternatif constant ou à tension continue est appliquée à un ensemble d'électrodes avec l'eau se déplaçant entre eux. Le mouvement de l'eau à travers une zone de haute intensité de champ électrique génère une impulsion électrique efficace sur les cellules en suspension, entraînant leur destruction. Les paramètres critiques, la force du champ et de la durée d'impulsion, on peut faire varier en réglant la tension appliquée aux électrodes, et le taux d'écoulement de l'eau.

### **1.10. Conclusion**

Le phénomène d'interaction de la cellule avec un champ électrique pulsé particulièrement l'électroporation de la membrane cellulaire présente à l'heure actuelle un axe de recherche très intéressant en termes des applications qu'il génère.

Nous avons présenté dans ce chapitre une synthèse générale sur la technique à CEP et des différentes applications dans les domaines biomédical et agroalimentaire.

L'utilisation d'impulsions électriques courtes (ms,  $\mu$ s) induit des mécanismes d'électroporation de la membrane externe des cellules. La forme, le nombre, l'amplitude, la durée et la fréquence de répétition de ces impulsions influent sur l'efficacité de ce mécanisme.

Le chapitre suivant sera consacré à une synthèse des générateurs de champ électrique pulsé.

# Chapitre 2

## Générateurs d'impulsion haute tension



## Générateurs d'impulsion haute tension

### 2.1. Introduction

A l'heure actuelle, il existe une large gamme de générateurs d'impulsions commerciaux utilisés dans le domaine de la recherche biologique ou médicale. Le tableau 2.1 présente une liste non exhaustive des générateurs utilisés pour l'étude des mécanismes d'électroporation des cellules [2].

**Tableau.2. 1. Principaux générateurs commerciaux utilisés pour l'étude des phénomènes d'électroporation des cellules**

<b>Performances / Electroporteurs</b>	<b>Tension de sortie</b>	<b>Durée de l'impulsion</b>	<b>Fréquence de répétition</b>	<b>Nombre d'impulsions</b>	<b>Forme de l'impulsion</b>
<b>ECM Electroporation System</b>	3000 V	10 s - 10 $\mu$ s	10 Hz	1 – 99	Rectangulaire
<b>Gene Pulser MXCell BioRAD</b>	3000 V	10 ms - 50 $\mu$ s	10 Hz	1 – 2	Rectangulaire
<b>Gene Pulser MXCell</b>	3000 V	60 ms	5 Hz	/	Rectangulaire Exponentielle
<b>Cliniporator</b>	100 - 1000 V	100 $\mu$ s	1 - 5000 Hz	1 – 20	Rectangulaire
<b>Eppendorf Electroporator 2510</b>	200 - 2000 V	5 ms	/	1	Exponentielle
<b>Clonaid RMX 2010</b>	5 - 200 V	10 - 990 $\mu$ s	1-1000 Hz	1	Rectangulaire
<b>ANGIODYNAMICS NanoKnife</b>	100 - 3000 V	20 - 100 $\mu$ s	1 Hz - 10 kHz	/	Rectangulaire

A partir de ce tableau, nous constatons que la majeure partie de ces générateurs ne permettent pas de délivrer des impulsions supérieures à 3 kV et que ces signaux restent limités à des formes de type rectangulaire ou exponentielle.

Dans l'objectif d'explorer de nouveaux mécanismes d'interaction du champ électrique avec des cellules biologiques et notamment dans le milieu intracellulaire, il est nécessaire de pouvoir engendrer des impulsions avec des profils et des amplitudes variés. Des impulsions ultra courtes (de la dizaine de picosecondes à quelques de nanosecondes), avec des profils temporels et spectraux évolutifs et contrôlables doivent pouvoir être engendrées et cela avec des amplitudes très grandes (supérieures au MV/m) [2].

Dans la partie suivante, un inventaire des principales techniques de génération d'impulsions de haute tension sera présenté.

## 2.2. Générateurs : Circuit de base

Le générateur est l'élément qui permet de délivrer l'impulsion électrique. Les formes d'onde particulières qui doivent être appliquées en terme d'amplitude, durée, fréquence de répétition, exigent la mise en œuvre de sources paramétrables qui assurent la reproductibilité et le contrôle des impulsions souhaitées.

L'objectif général d'un générateur est de transformer un signal continu en une impulsion électrique de courte durée (de l'ordre de ms ou moins) et de forte amplitude (kV).

Un schéma bloc de base du système de génération d'impulsion est présenté dans la figure 2.1.

Un générateur est constitué par :

- Une source haute tension continue permettant de charger le système.
- Un élément de stockage déterminant l'énergie et la durée de l'impulsion
- Un commutateur (switch) permettant de délivrer les pulses et influant sur la durée et la forme des impulsions (temps de montée et de descente) [23].

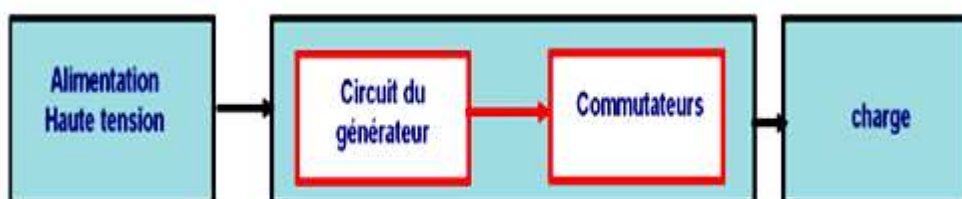


Fig.2.1. Schéma bloc du système de générateur d'impulsion

La source de haute tension permet d'alimenter le système en tension continue. Le deuxième bloc représente le stockage de l'énergie qui est ensuite transférée sous la forme d'une impulsion dont les caractéristiques (durée, amplitude...) dépendent des paramètres du circuit du générateur. Les commutateurs ont pour rôle de contrôler la durée de l'impulsion.

La partie suivante présente dans la littérature les principaux types de générateurs d'impulsions ultracourtes. Les circuits des générateurs changent suivant les applications et les besoins d'impulsions en termes d'amplitude et durée. Ainsi, nous présentons les différents types de générateurs pour mettre en évidence les contraintes concernant les caractéristiques d'impulsions [23].

### 2.3. Concepts de génération d'impulsions de l'électroporation

L'efficacité de l'électroporation dépend de la répartition des champs électriques à l'intérieur de l'échantillon traité. Pour y parvenir (électroporation efficace), nous devons utiliser un ensemble approprié d'électrodes (par exemple, aiguille, des plaques parallèles, des cuvettes, etc) et un dispositif d'électroporation (électroporateur) qui génère les signaux de courant ou tension requise. Bien que les deux parties de l'équipement mentionné sont importants pour l'efficacité de l'électroporation, l'électroporateur est un dispositif plus complexe car il doit être capable de générer le signal requis et fournir le courant / puissance nécessaire, qui est définie par la charge [47].

Pour concevoir ou acheter un électroporateur, il faut connaître l'application pour laquelle l'électroporateur sera utilisé. Par exemple, l'électrotransfert de gène nécessite des impulsions à haute et basse tension

Toutefois, il est également important de connaître la gamme de paramètres électriques qui seront utilisés. La tension maximale d'impulsions d'électroporation définit les éléments de commutation qui seront utilisés dans la conception, car un élément de commutation en particulier ne fonctionne que dans la gamme de tension spécifique et définie [47].

L'autre paramètre qui joue un rôle crucial dans l'électroporation est la durée des impulsions d'électroporation. Lors des impulsions plus courtes, le temps de montée de l'impulsion est généralement plus court. Par conséquent, il est très important de faire adapter l'impédance de la charge. Cependant, pour des impulsions, il est beaucoup plus

important de tenir compte du fait que l'impédance de charge varie pendant l'impulsion d'un échantillon à un autre.

Un autre paramètre important à considérer est la forme d'impulsion. Cette forme d'onde dépend fortement avec le type de commutateur utilisé.

Il existe une variété de différents concepts de génération de signaux pour l'électroporation disponible. Chaque concept permet la génération de formes d'impulsions et présente des avantages et des inconvénients spécifiques et est donc plus ou moins approprié pour les applications d'électroporation spécifiques (tableau.2.2). Les générateurs de signaux d'électroporation peuvent être divisés en trois groupes principaux: la décharge du condensateur, générateurs d'ondes carrées et des générateurs analogiques [47].

**Tableau.2.2. Comparaison de différents concepts de génération de signal pour l'électroporation [47]**

<b>Concept</b>	<b>Application</b>	<b>Avantages</b>	<b>Inconvénients</b>
Décharge de condensateur	Bactéries, de levures électro transfert des gènes et transfert de masse	Système simple de contrôle, haute tension, construction simple et peu coûteux	Mauvaise flexibilité et contrôle des paramètres, survie cellulaire faible
Générateurs d'ondes carrées	Ablation de tissus, électrochimiothérapie, Electroinsertion	Système de contrôle simple, courants élevés, un bon contrôle et la flexibilité des paramètres de temps	Baisse de l'amplitude au cours de l'impulsion, Flexibilité à basse amplitude
Générateurs analogiques	Electrochemotherapy, Electrothérapie génique, contrôle d'électroporation, Recherche d'électroporation	Une grande flexibilité des paramètres d'impulsions, Forme de signaux arbitraires, Contrôle d'électroporation	Système de commande Complexe, Limitation de la dissipation de puissance,

## 2.4. Générateurs de champ électrique pulsé

Les générateurs d'impulsion sont divers et multiples suivant l'application visée. Ils sont basés sur le principe d'utilisation de stockage de l'énergie dans un condensateur puis la restitution dans une charge.

### 2.4.1. Décharge de condensateur

C'est le concept le plus ancien de génération d'impulsions d'électroporation, elle est la technique de base qui est utilisée pour générer des signaux afin de produire l'électroporabilisation des milieux. Le dispositif se compose d'une source d'alimentation haute tension, d'un condensateur, d'un commutateur et éventuellement une résistance (figure 2.2). Ce type de générateurs fonctionne en deux phases, la charge et la décharge de condensateur et génère des impulsions à décroissance exponentielle. Au cours de la phase de charge, l'interrupteur (S) est en position 1 et la source d'alimentation charge le condensateur (C).

Dans la phase de décharge, le commutateur est en position 2 et le condensateur se décharge à travers la charge reliée à la sortie. La durée ou la constante de temps de décharge est de l'ordre du produit  $Z_L C$ , où C est la capacité du condensateur et  $Z_L$  est la valeur de l'impédance de charge. Cependant, la plupart des dispositifs disponibles dans le commerce ont intégré des résistances qui sont connectées en parallèle à la charge. Leur principal objectif est de définir exactement la durée de la décharge car l'impédance de milieu varie en fonction de la fréquence de répétition [45].

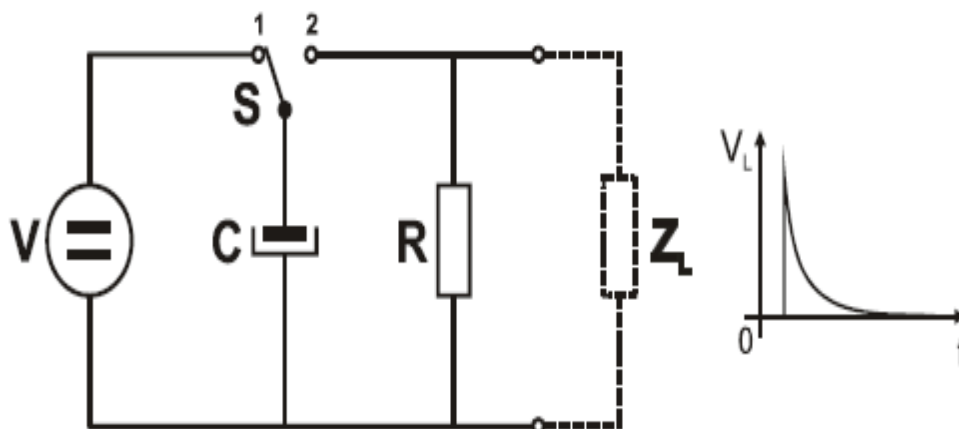


Fig.2.2. Circuit de générateur à décharge de condensateurs

L'inconvénient de cette configuration est que le commutateur n'est pas toujours capable de supporter les hautes tensions surtout pour des applications qui nécessitent des tensions de l'ordre de la centaine de kV. Pour résoudre ce problème, une autre configuration est proposée basée sur le même principe mais en utilisant une série de commutateurs afin de répartir la tension aux bornes de chacun. La tension au niveau de chaque commutateur sera  $V/n$  où  $n$  est le nombre de commutateurs et  $V$  la tension aux bornes du condensateur. Par contre, l'utilisation de plusieurs commutateurs nécessite la synchronisation pour l'ouverture et la fermeture des commutateurs [23].

### 2.4.2. Générateurs de Marx

Les générateurs de Marx appartiennent à la famille des sources d'impulsions de haute tension à stockage d'énergie sous forme capacitive. Inventé en 1923 par Erwin Marx, son principe fondamental consiste à charger des condensateurs en parallèle, puis à les décharger en série. Idéalement, l'amplitude de l'impulsion de sortie est égale au produit du nombre d'étage par la tension de charge [47].

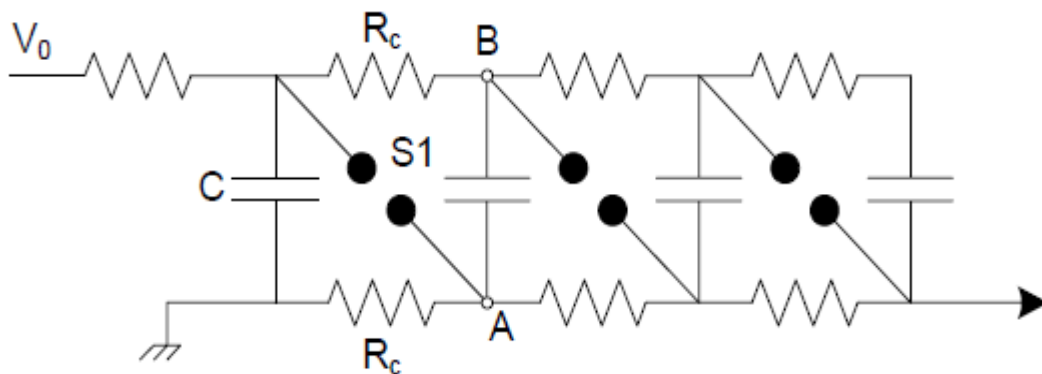


Fig.2.3. Schéma électrique d'un générateur de Marx

La figure 2.3 décrit le schéma électrique d'un générateur de Marx. Les condensateurs  $C$  sont chargés à travers les résistances  $R_c$  jusqu'à la tension  $V_0$ . Quand le premier commutateur ( $S1$ ) se ferme, le potentiel au point  $A$  est porté à  $V_0$ . Par conséquent, celui du point  $B$  passe de  $V_0$  à  $2V_0$ . A cet instant, le commutateur suivant est soumis à une tension de  $2V_0$  et doit alors se fermer afin de poursuivre le processus de multiplication de la tension d'étage en étage jusqu'à la sortie [48].

Le circuit est décrit en détails dans la figure 2.4, chaque condensateur  $C_i$  de chacun des étages est chargé à la tension  $V_0$  à travers une impédance de charge  $Z_{C,i}$  (qui est souvent une résistance  $R_{C,i}$  dont la valeur est choisie en fonction de la puissance de l'alimentation délivrant la tension  $V_0$ ). A partir du second étage, le circuit de la charge se comporte aussi une résistances  $R_{C,i}$ , qui ont un double rôle : référencer par rapport à la masse une des électrodes des condensateurs puis, permettre la décharge de ces derniers, notamment quand l'utilisation (la charge) présente une impédance infinie (tube, réacteur à plasma...). La valeur de ces résistances est ajustée en fonction de la forme de l'onde que l'on veut générer, notamment de son temps de décroissance [23].

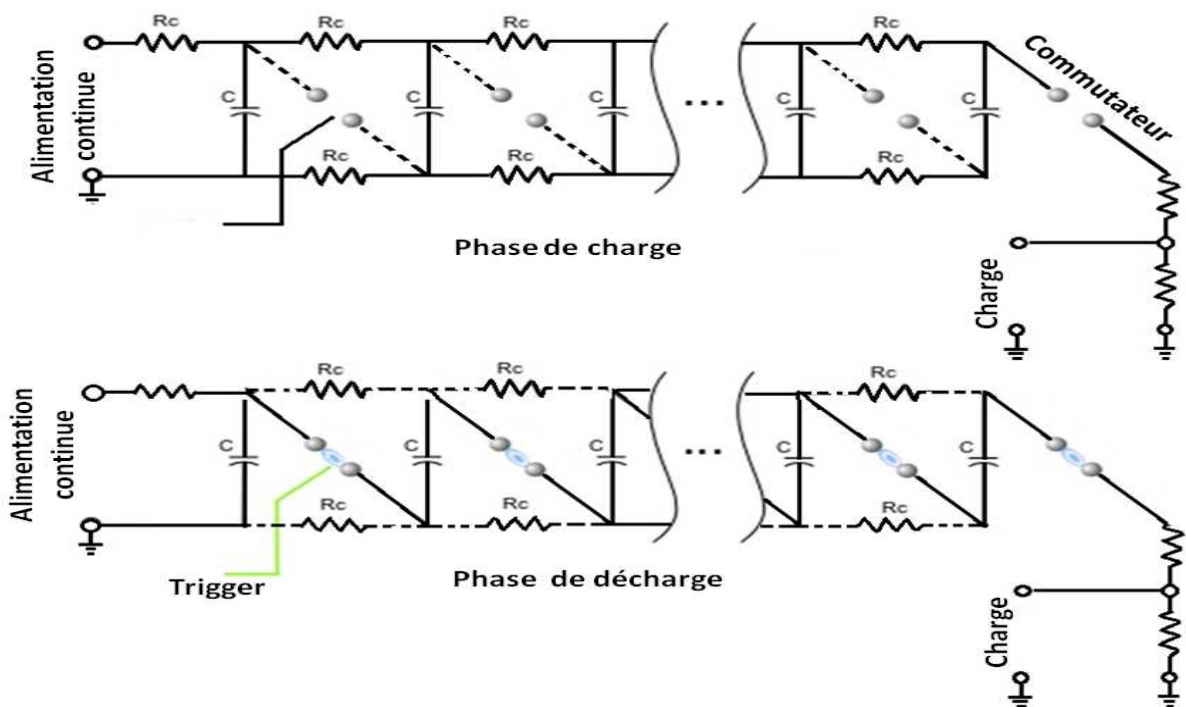


Fig.2.4. Circuit principal du générateur de Marx en phases de charge et décharge

La charge à travers les résistances fonctionne bien pour les fréquences de répétition relativement faibles (figure 2.5). Par exemple, le temps de charge complet d'un circuit formé de 5 étages est environ  $\tau = 5nRC$  n est le nombre d'étages du circuit, R la résistance de chaque étage en  $\Omega$ , C la capacité de chaque étage en Farad. La valeur élevée de la résistance réduit l'efficacité du processus de chargement. Pour les applications nécessitant une fréquence de répétition élevée, les résistances peuvent être remplacées par des selfs, afin d'obtenir un processus de charge plus rapide et plus efficace. En outre, le couplage mutuel entre les deux bobines d'une même cellule peut encore augmenter les performances du

système. Généralement, les commutateurs utilisés dans les générateurs de type Marx sont des commutateurs à éclateurs à gaz. Ils présentent la possibilité d'avoir une tension très grande. Par contre, avec ce type de générateur il est difficile d'avoir une bonne reproductibilité des impulsions et il présente la complexité du contrôle des conditions des commutateurs à éclateurs à gaz (pression, décharge électrique...) [23].

Le point faible de cette structure est une limitation de la fréquence de répétition qui dépend du nombre d'étages. En effet, comme les résistances sont toutes en série, chaque étage est chargé à une allure plus lente que celui qui le précède et le grand nombre d'étages augmente le temps de charge et limite la fréquence de répétition à quelques dizaines de Hz [49].

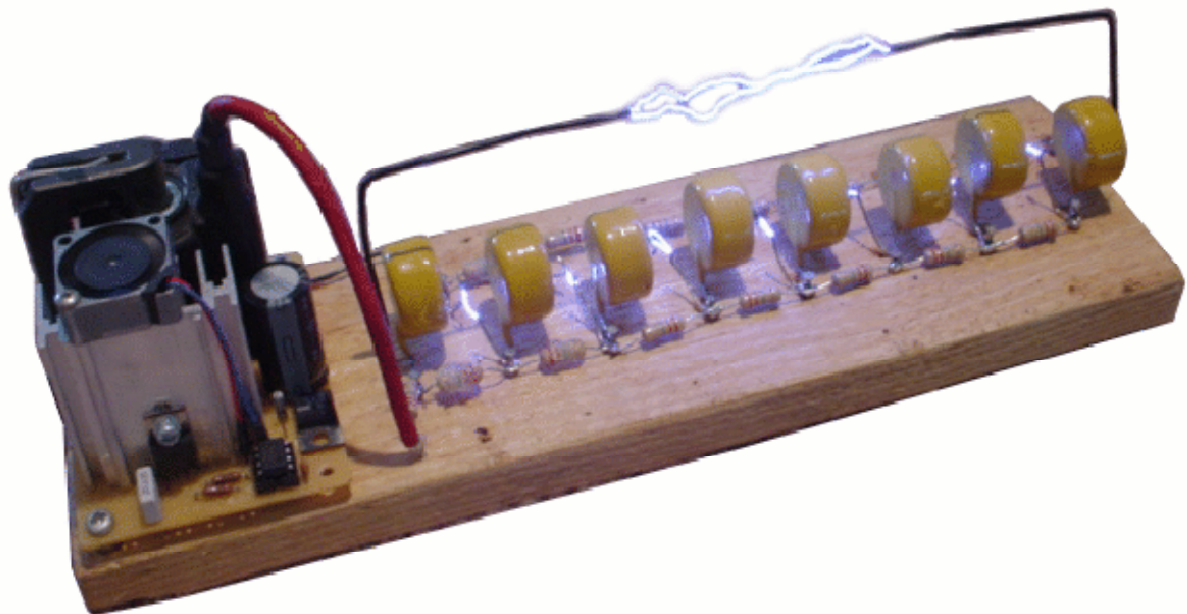


Fig.2.5. Générateur de Marx

#### 2.4.2.1. Classification des générateurs de Marx

On peut classer les générateurs de Marx en deux grandes catégories liées à l'énergie qu'ils sont susceptibles de délivrer et qui conditionne leur architecture :

##### a) Les générateurs délivrant de fortes énergies (> 10kJ)

Ils sont, généralement, de grandes dimensions et les arcs qui apparaissent entre les électrodes de leurs éclateurs sont très énergétiques. Des selfs parasites, de valeurs



relativement importantes, apparaissent donc et conduisent à des oscillations de tension dont les amplitudes inverses peuvent être préjudiciables pour les condensateurs de puissance. Dans ce type de générateurs, on a donc l'habitude d'ajouter, en série avec les éclateurs, des résistances d'amortissement,  $R_{d,i}$  de faibles valeurs, de telle sorte que le schéma équivalent du générateur de Marx, lors de sa décharge, est celui représenté à la figure 2.6 ( $R_d$  = la somme de  $R_{d,i}$ ) [15].

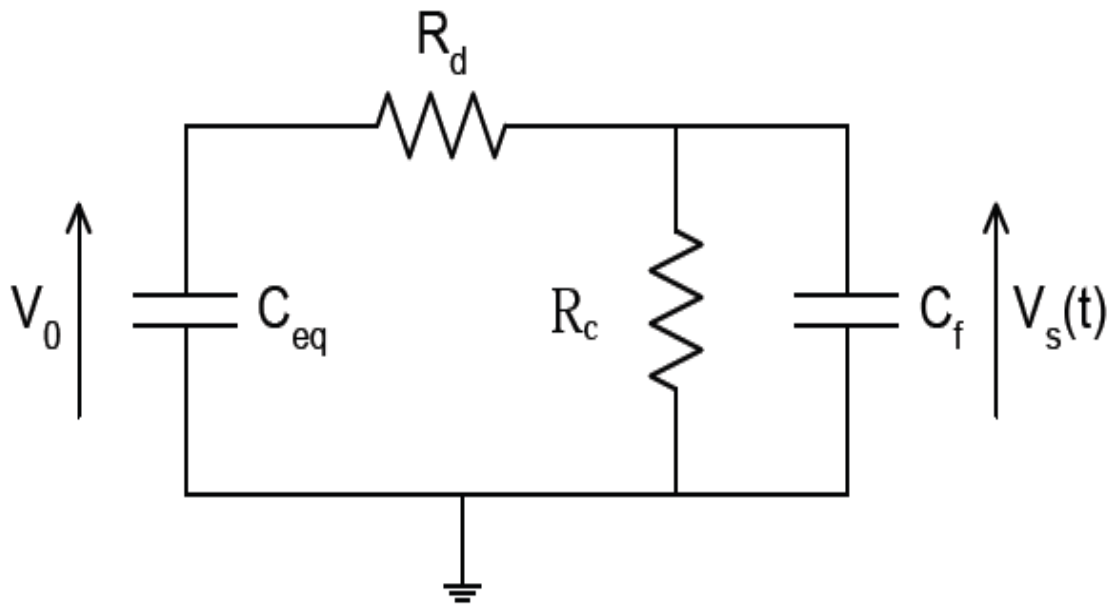


Fig.2.6. Circuit équivalent d'un générateur de Marx forte énergie lors de sa phase de décharge

### b) Les générateurs de Marx délivrant des énergies moyennes ou faibles

Dans ce cas, les résistances  $R_{d,i}$  ne sont plus nécessaires. Pour régler simplement la valeur du front de l'onde de tension, on utilise, généralement, une « résistance de front »,  $R_f$ , et un « condensateur de front »  $C_f$ , qui peut être simplement constitué par la capacité du diviseur utilisé pour mesurer la forme d'onde. Le schéma équivalent du montage est alors celui représenté à la figure 2.7 [15].

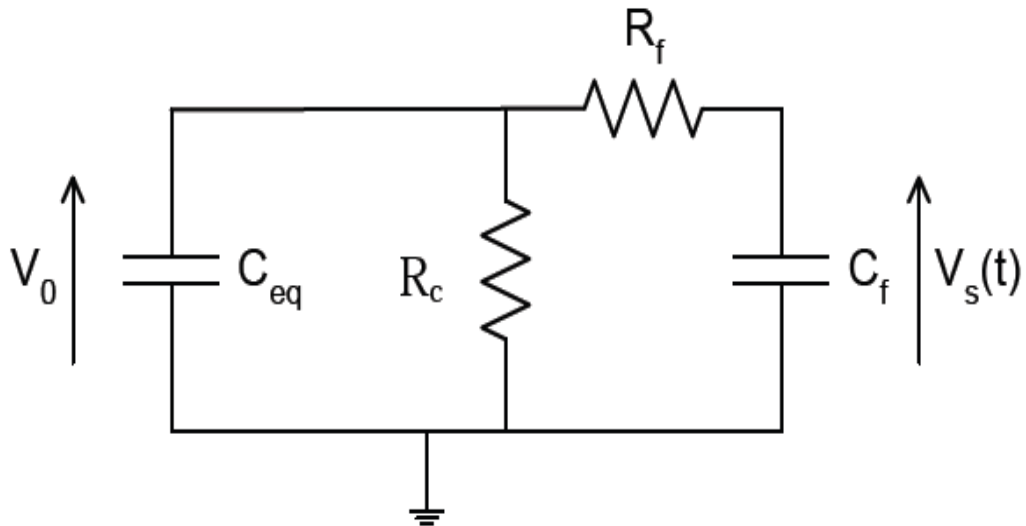


Fig.2.7.Circuit équivalent d'un générateur de Marx faible énergie lors de sa phase de décharge

#### 2.4.2.2. Forme d'onde d'impulsion

L'impulsion de sortie du générateur de Marx est une onde de choc résultant de la différence de deux exponentielles de phase de chargement et phase de déchargement (d'où l'appellation d'onde bi-exponentielle) [15].

La figure 2.8 représente la forme conventionnelle d'onde de choc.

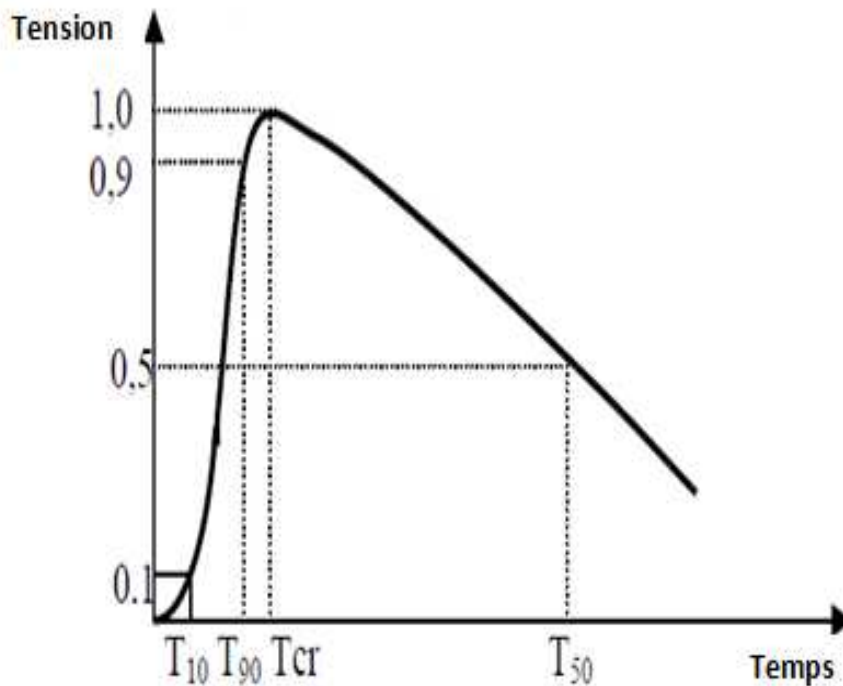


Fig.2.8. Onde de choc conventionnelle

Cette onde est équivalente à une tension qui croit rapidement jusqu'à une valeur crête c'est la phase de chargement dans le générateur de Marx, puis décroît jusqu'à zéro c'est le décharge via un éclateur.

### 2.4.2.3. Répétitivité

La répétitivité est définie comme la cadence maximale de fonctionnement du générateur. Deux facteurs pénalisent la montée en fréquence de répétition :

- Le temps de rétablissement du milieu diélectrique dans les éclateurs ;
- Le temps de charge des condensateurs de stockage.

Des solutions technologiques existent pour réduire le premier en jouant sur la nature du diélectrique utilisé et sur le conditionnement des éclateurs (géométrie, flux de gaz ...).

Le second dépend du nombre d'étages et des paramètres du générateur. Généralement, les condensateurs sont chargés par un courant constant grâce à une alimentation haute tension. Cependant, comme les résistances sont toutes en série, chaque étage est chargé à une allure plus lente que celui qui le précède.

L'augmentation du nombre d'étage pénalise énormément le temps de charge donc la répétitivité maximale.

Cette analyse montre qu'il est préférable de concevoir un générateur avec peu d'étages mais de relativement grande capacité afin d'optimiser l'efficacité de la multiplication et la répétitivité [48].

### 2.4.2.4. Bilan énergétique et charge disponible

Il est également intéressant d'effectuer un bilan de l'énergie et des charges mises en jeu lors de la transition série/parallèle des condensateurs du générateur. En effet, l'association en série des condensateurs provoque une annulation des charges stockées de polarités opposées dans les condensateurs intermédiaires : seules les deux plaques extérieures du montage en série conservent leurs charges.

Dans la phase de charge, les  $n$  condensateurs sont associés en parallèle et la charge stockée dans le montage s'écrit :

$$Q = n C V_0 \quad (2.1)$$

Avec :

$C$  : capacité de chaque étage en Farad

$n$  : nombre d'étage

$V_0$  : Tension d'entrée

Ce qui correspond à une énergie emmagasinée de :

$$W = \frac{1}{2} n C V_0^2 \quad (2.2)$$

Dans la phase de décharge, la tension de sortie  $V_s$  vaut, au rendement près :

$$V_s = n V_0 \quad (2.3)$$

Et la charge restituée à la commutation :

$$Q = \frac{C}{n} n V_0 = C V_0 \quad (2.4)$$

Soit une énergie restituée à la commutation :

$$W = \frac{1}{2} \frac{C}{n} n^2 V_0^2 = \frac{1}{2} n C V_0^2 \quad (2.6)$$

L'énergie emmagasinée est, en théorie, totalement restituée (au rendement du montage près), alors que la charge fournie en sortie du générateur n'équivaut qu'à celle d'un seul condensateur [15].

### 2.4.3. Générateur à ligne de transmission

C'est le concept le plus ancien de génération d'impulsions nanosecondes à haute tension principalement utilisé dans les systèmes de radar et récemment aussi pour l'électroporation. Ce type de générateur permet de créer une impulsion rectangulaire dont les propriétés temporelles sont fixées par la configuration du circuit correspondant. Le principe général d'un tel générateur (figure 2.9) est basé sur l'utilisation d'une ligne de transmission d'une impédance caractéristique  $Z_0$  alimentée par une source continue haute tension. La ligne est ainsi alimentée à une haute tension  $V_{HT}$  [23].

Le générateur fonctionne en deux phases, la charge et la décharge, et génère des impulsions à ondes carrées. Au cours de la phase de charge, l'interrupteur  $S$  est hors tension et l'alimentation à haute tension variable  $V_{HT}$  charge la ligne de transmission à la tension préétablie. Dans la phase de décharge, le commutateur est activé, et la ligne de transmission est évacuée à travers la charge reliée à la sortie [47].

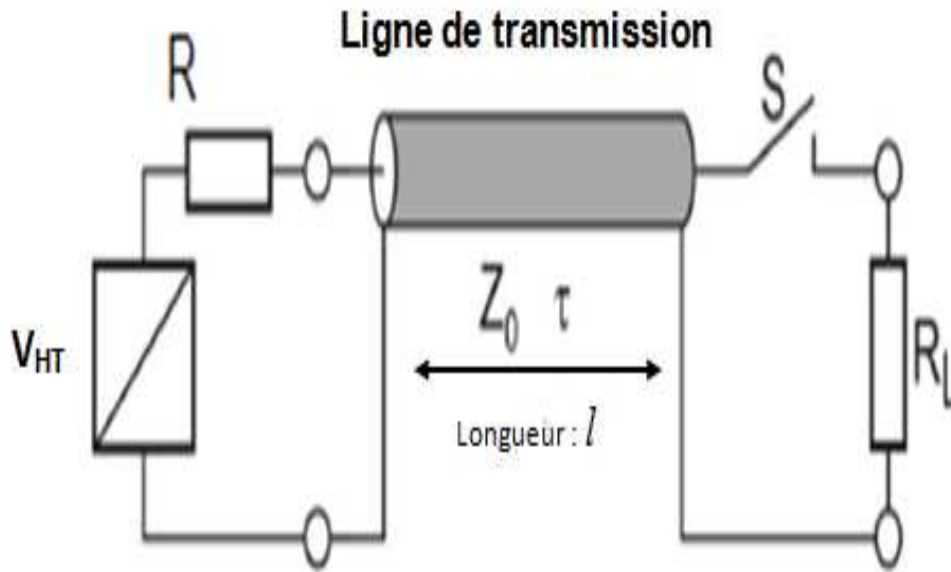


Fig.2.9.Générateur de ligne de transmission TLG

La durée de l'impulsion dépend de la longueur du câble de transmission et elle peut être calculée à partir de la formule suivante :

$$\tau = \frac{l\sqrt{\epsilon_r}}{c} \quad (2.7)$$

Où  $\epsilon_r$  est la permittivité relative du diélectrique utilisé dans la ligne Blumlein,  $c$  est la vitesse de la lumière dans le vide et  $l$  la longueur de la ligne de transmission. Le niveau de tension de l'impulsion est égal au niveau de tension de la source [23].

#### 2.4.3.1. Réflexion d'onde incidente

L'impédance de charge biologique joue un rôle très important de détermination de l'amplitude d'impulsion à la sortie de générateur de ligne de transmission. C'est dû à ce qu'on appelle « réflexion de la tension ».

Le Coefficient de réflexion de la tension peut être calculé par la relation suivante :

$$\rho = \frac{R_l - Z_0}{R_l + Z_0} \quad (2.8)$$

Avec :

$Z_0$  : Impédance de ligne de transmission.

$R_l$  : Résistance de l'aliment biologique.

A partir de l'équation 2.8, on peut déterminer l'amplitude de tension  $V_s$  à la sortie de générateur et délivré à la charge biologique.

$$V_s = V_0 + \rho V_0 \quad (2.9)$$

Avec :

$V_s$  : Tension de sortie de générateur

$V_0$  : Tension de la source continue haute tension

La figure.2.10 représente un schéma explicatif de la tension délivré par le générateur de la ligne de transmission en fonction de différentes valeurs Coefficient de réflexion de la tension [47].

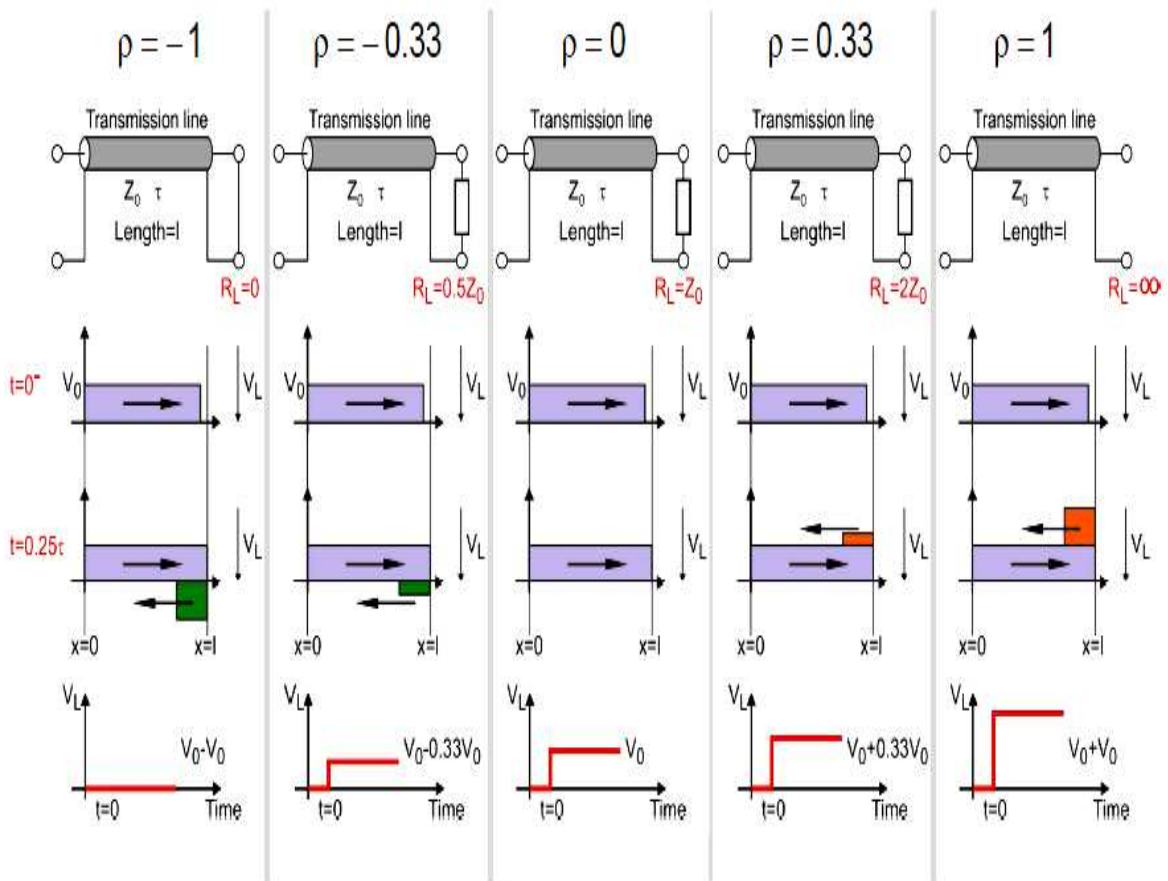


Fig.2.10. Coefficient de réflexion de la tension pour différents cas

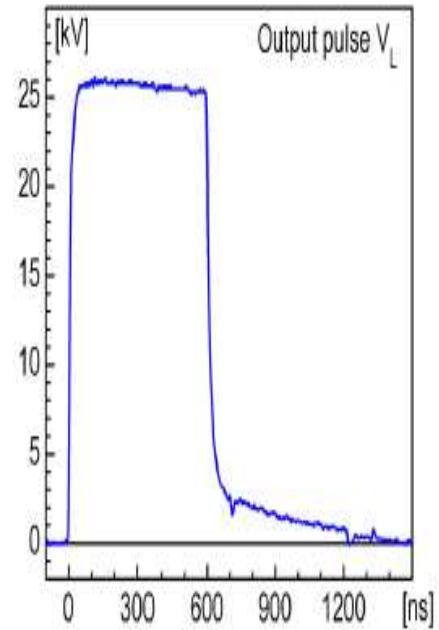
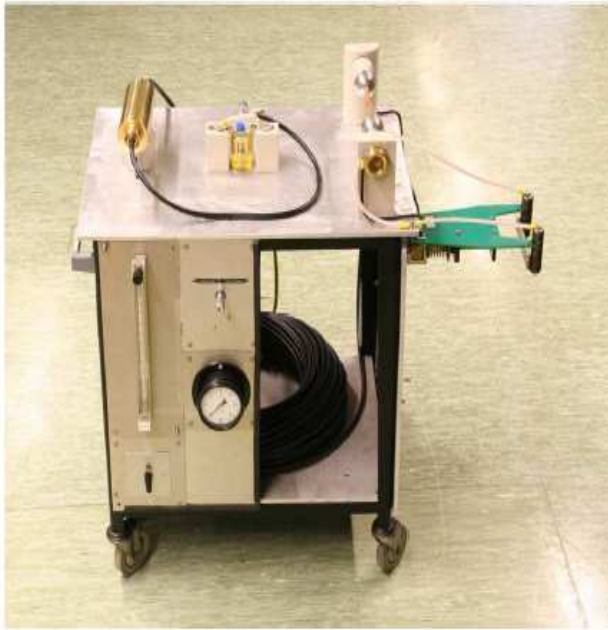


Fig.2.11. Générateur d'impulsions à ligne de transmission pour les études à l'échelle de laboratoire

#### 2.4.4. Générateur d'impulsion haute tension à transformateur

Le générateur s'est porté sur l'utilisation d'un commutateur à Semi-conducteur (thyristors), associé à un transformateur d'impulsions destiné à amplifier les impulsions délivrées par le commutateur suivant le schéma de principe de la figure 2.10. Le but est donc de générer, à une fréquence réglable de 0 à 500 Hz, des impulsions de tension de fronts de montée rapides (200 ns) et d'amplitude voisine de 60 kV.

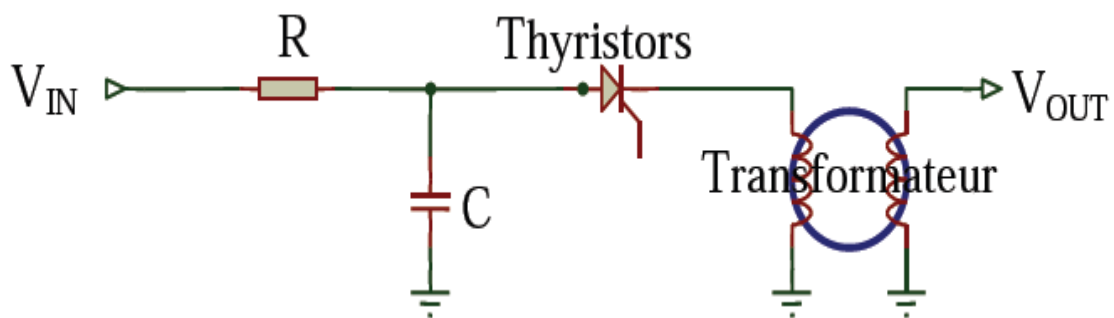


Fig.2.10. Schéma de principe du dispositif utilisant un transformateur d'impulsions

Les générateurs à transformateur d'impulsion possèdent un condensateur de stockage petit.

L'impulsion de 10 kV d'amplitude, délivrée en sortie du commutateur, est ensuite amplifiée au moyen d'un transformateur d'impulsions [15].

### 2.4.5. Générateurs d'impulsions Ondes carrées

Pour un meilleur contrôle des paramètres de champ électrique, les générateurs d'impulsions d'ondes carrées ont été créés. Le concept est proche de la notion de décharge de condensateur, sauf que l'interrupteur  $S$  de puissance est capable de commutation rapide (figure 2.11)

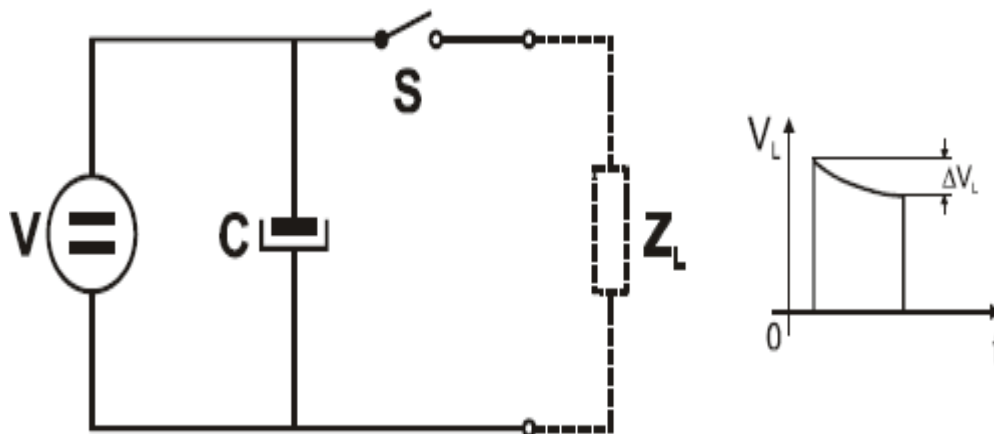


Fig.2.11. Circuit d'alimentation haute tension de commutation pour la production d'impulsions d'électroporation d'ondes carrées

Généralement, le transistor MOSFET de puissance rapide (oxyde de transistor à effet de champ en silicium du métal) ou IGBT (transistor bipolaire à grille isolée) sont utilisés en tant que commutateur. L'amplitude de sortie de l'impulsion est définie par l'amplitude de l'alimentation électrique variable  $V$ , tandis que la durée d'impulsion, la fréquence de répétition des impulsions et, éventuellement, le nombre d'impulsions sont définies par la séquence de commutation de l'interrupteur  $S$ .

Malgré un meilleur contrôle sur les paramètres de champ électrique, ce concept a encore des inconvénients qui limitent la flexibilité et la précision des paramètres d'impulsion disponibles pour l'utilisateur. Le principal problème est que les impulsions d'électroporation sont de forte puissance mais très courtes. Ainsi, un bloc d'alimentation ne peut pas générer de l'énergie pour l'impulsion suivante au cours de la génération de l'impulsion, mais elle doit être générée et stockée dans le condensateur avant que la génération de l'impulsion en cours ne s'achève. Il en résulte ainsi  $\Delta V_L$  une chute de tension lors de l'impulsion.



$$\Delta V_L \sim \frac{\tau}{C Z_L} \quad (2.10)$$

Où  $\tau$  est la durée de l'impulsion,  $C$  est le condensateur de stockage,  $Z_L$  est l'impédance de l'aliment.

Afin de minimiser cette chute de tension un grand condensateur est nécessaire. Cependant en raison d'une très grande capacité, il est maintenant plus difficile de modifier l'amplitude entre les impulsions. Par conséquent, les générateurs d'impulsions d'ondes carrées produisent habituellement des impulsions avec un plat de tension. Néanmoins, à des charges très élevées (courant très élevé) la tension du condensateur diminuera inévitablement lors de la génération d'impulsions. Comme il est généralement nécessaire que chaque impulsion a la même amplitude que la première qui a été générée, la prochaine impulsion ne peut être livrée qu'une fois le condensateur rechargé à la tension prédéfinie. En conséquence, la limitation de l'alimentation définit également la fréquence de répétition d'impulsions plus élevée. En utilisant des MOSFET ou IGBT pour le commutateur  $S$  les amplitudes de sortie peuvent atteindre quelques kV et plusieurs Ampères [47].

#### 2.4.6. Générateurs analogiques

Bien que l'onde carrée et des impulsions décroissance exponentielle étaient et sont probablement encore les signaux les plus fréquemment utilisés pour l'électroporation, les générateurs analogiques ont certainement des avantages par rapport à eux. Le concept du générateur analogique a été introduit pour générer des impulsions d'électroporation de forme quelconque et pour améliorer la stabilité de l'amplitude de sortie du générateur d'impulsions d'onde carrée. Le concept de base comprend une haute tension d'alimentation  $V$ , le condensateur  $C$ , le générateur de signal délivré par un générateur de fonction GF, un commutateur  $Q$  et un diviseur de tension  $R_1$  et  $R_2$  pour régler la tension de sortie (figure 2.12).

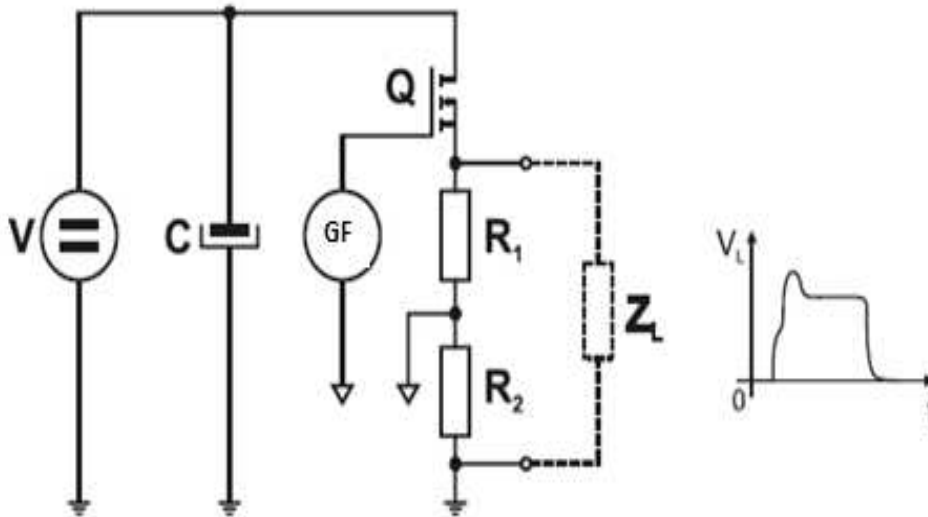


Fig.2.12. Générateur analogique pour la génération d'impulsions quelconques d'électroporation

L'énergie de l'impulsion est stockée dans le condensateur  $C$  en fixant la tension d'alimentation  $V$  supérieure à l'amplitude maximale générée [47].

Cette conception permet une grande flexibilité de tous les paramètres électriques et de contrôle d'électroporation, mais quelques inconvénients existent encore. L'étape de la conduite est beaucoup plus complexe que dans les autres électroporateurs décrits et la montée et descente des impulsions peuvent ne pas être aussi rapide qu'avec un générateur d'impulsions d'onde carrée. Par conséquent, la durée, la tension et le courant de l'impulsion sont limités. Les amplitudes de sortie ne peuvent pas être supérieures à quelques kV et plusieurs A. les générateurs analogiques peuvent également être conçus pour générer des impulsions bipolaires au moyen de commutateur de pont push-pull ou complet [47].

## 2.5. Conclusion

Le choix d'une conception d'un générateur d'impulsion est toujours commandé par la demande de l'application. Celle-ci définit les exigences concernant les paramètres des impulsions électriques (amplitude d'impulsion, durée d'impulsion, nombre d'impulsions, taux de répétition des impulsions, forme des impulsions, etc.). Cependant, pour la recherche en biologie cellulaire et moléculaire, il est très utile d'avoir une large flexibilité et le contrôle des paramètres d'impulsion.

À l'avenir, comme dans le passé, les chercheurs vont essayer de casser les frontières du possible. Ils vont essayer de produire des impulsions d'électroporation de plus en plus courtes.

Au cours de ce chapitre, nous avons présenté et expliqué le contexte général de l'étude concernant différents systèmes d'exposition existants. Nous avons décrit brièvement les différents types de générateurs d'électroporation et analysé les applicateurs vis-à-vis des besoins biologiques.

Au cours du chapitre suivant notre étude sera basée sur la réalisation et la conception de deux générateurs d'impulsion haute tension.

# Chapitre 3

## Etude et réalisation des générateurs de champ électrique pulsé

## Etude et réalisation des générateurs de champ électrique pulsé

### 3.1. Introduction

Dans de nombreuses applications de CEP, il faut qu'il y ait amplification, notamment de la tension. Nous avons énuméré au chapitre précédent de ce travail un certain nombre de dispositifs susceptibles de réaliser cette amplification. Pratiquement tous ces dispositifs mettent en jeu des circuits RC, à constantes réparties ou localisées, associés à des commutateurs. Parmi ces dispositifs amplificateurs de tension, les générateurs à décharge de condensateur (Marx), les transformateurs à lignes et les transformateurs d'impulsions sont les plus utilisés [15]. Nous consacrons ce chapitre à l'étude des générateurs à décharge de condensateur réalisés pour les applications d'extraction par champ électrique pulsé (CEP).

Ce chapitre décrira les deux générateurs de champ électrique pulsé réalisés dans le cadre de cette thèse capables de fonctionner à haute tension (dizaines de kilovolts) et à un courant et une énergie élevés. Le premier générateur est de type classique utilisant un éclateur comme moyen de commutation, le second est de type électronique utilisant comme commutateur des IGBTs.

Donc, cette partie de thèse peut être divisée en deux parties :

- ❑ **PARTIE A : GENERATEUR CEP A ECLATEUR**
- ❑ **PARTIE B : GENERATEUR CEP A COMPOSANT SEMI-CONDUCTEUR**

### 3.2. GENERATEUR CEP A ECLATEUR

#### 3.2.1. Le dispositif de traitement par CEP

Le dispositif d'essai pour le procédé CEP se compose d'un certain nombre de composants, comprenant une source de haute tension continue, une batterie de condensateurs de stockage d'énergie, un interrupteur, une chambre de traitement. En général, l'alimentation en courant continu utilisée pour charger la batterie de condensateurs est obtenue à partir d'un transformateur élévateur avec redressement du courant. Un commutateur (éclateur) permet de décharger instantanément l'énergie à partir du banc de condensateurs de stockage vers l'aliment qui se trouve dans la chambre de traitement (figure 3.1).

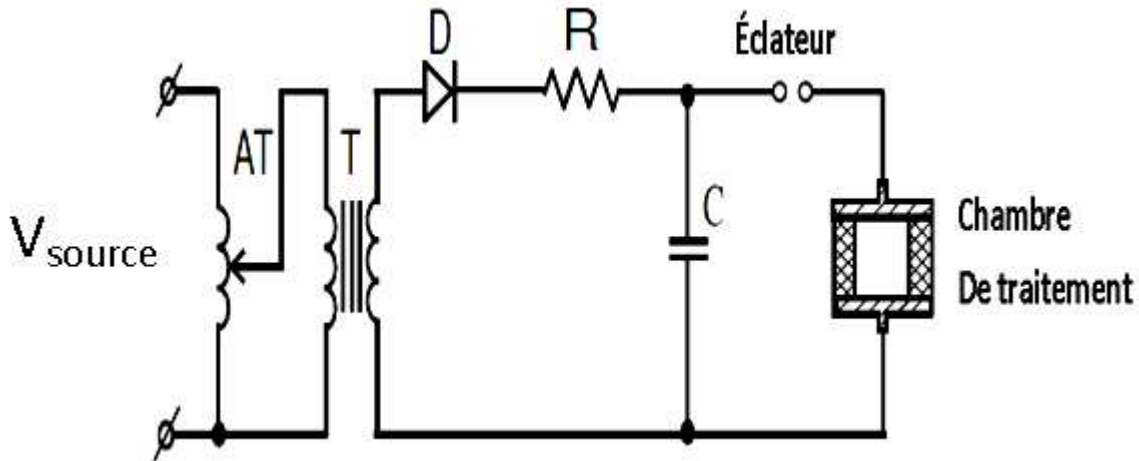


Fig.3.1. Schéma de circuit électrique pour le générateur de CEP à éclateur

### 3.2.2. Principe de fonctionnement

Les générateurs (CEP) de type décharge de condensateur sont des générateurs de type MARX basés sur le principe de la charge de condensateurs associés en parallèle puis de leur décharge lorsqu'ils sont associés en série. Ils sont constitués d'un ou plusieurs étages et peuvent être considérés comme des multiplicateurs de tension.

Le passage de l'association parallèle à l'association série s'effectue grâce à la fermeture des commutateurs. Lors de la fermeture, les condensateurs se déchargent dans la chambre de traitement donnant naissance à une impulsion électrique au travers de l'aliment. La durée de l'impulsion varie de moins d'une microseconde à des centaines de microsecondes.

De tels générateurs délivrent des ondes d'impulsion de forme exponentielle décroissante (bi-exponentielle) (figure 3.2).

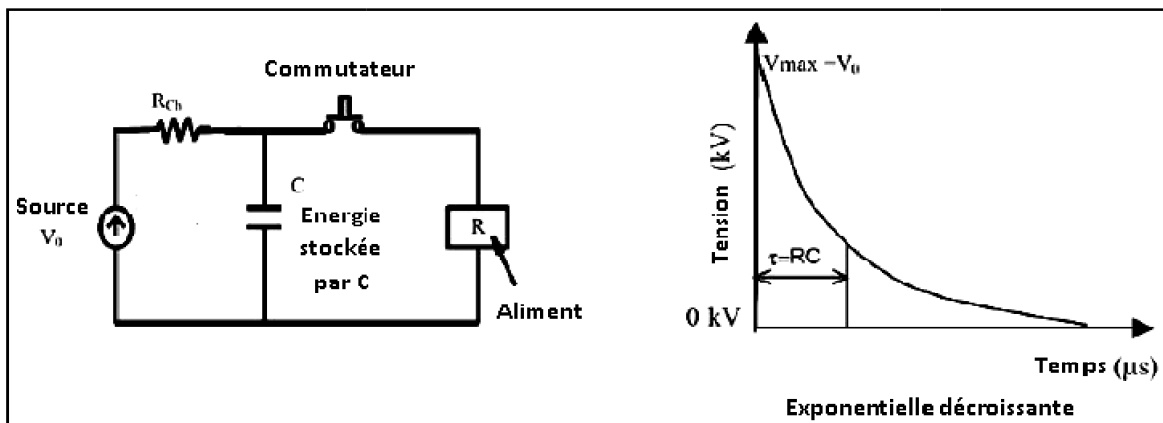


Fig.3.2. Circuit électrique du générateur CEP à éclateur avec forme d'impulsion générée

### 3.2.3. Éléments généraux du banc expérimental de CEP réalisé

Pour soumettre un aliment à un champ électrique pulsé il faut disposer d'une installation électrique qui doit comporter les éléments suivants :

1. Un autotransformateur,
2. Une alimentation haute tension qui fournit l'énergie électrique à la tension désirée pour charger les condensateurs,
3. Une résistance pour limiter le courant de charge,
4. Un ou plusieurs condensateurs, qui emmagasinent temporairement l'énergie électrique,
5. Appareillage de mesure,
6. Un éclateur qui permet la décharge de l'énergie stockée,
7. Une chambre de traitement comportant deux électrodes, entre lesquelles est disposé l'aliment à traiter.

### 3.2.4. Autotransformateur

Un autotransformateur variable sous capot de type **ALT5A LANGLOIS** est utilisé principalement pour alimenter et régler l'alimentation haute tension. Cet autotransformateur peut fournir une tension de sortie variable allant de 0 jusqu'au 220 V alternatif avec un courant maximal de 5 A et une puissance de 1,25 kVA (figure 3.3).



Fig.3.3. Autotransformateur utilisé

### 3.2.5. Alimentation haute tension continue

L'alimentation haute tension a un rôle principal de fournir l'énergie continue aux condensateurs. Elle comprend un transformateur élévateur de rapport de transformation de 300 et un circuit de redressement intégré, le tout placé à l'intérieur d'une cuve métallique reliée à la terre et remplie d'huile minérale de type borek22, elle peut atteindre jusqu'à une tension de 60 kV (figure 3.4).



Fig.3.4. Alimentation haute tension DC utilisée

1. Autotransformateur ,2.Transformateur HT, 3.Entrée base tension, 4.Sortie HT, 5.La masse

### 3.2.6. Résistance

La résistance installée dans le circuit de générateur de CEP servent à limiter le courant de charge pour protéger le condensateur, elle est placée en amont de ce dernier, de valeur  $R = 10 \text{ k}\Omega$  (figure 3.5).Dans notre, il s'agit de trois résistances en série de valeur de  $3,5 \text{ k}\Omega$  chacune.





Fig.3.5. Circuit de résistance pour limiter le courant

### 3.2.7. Condensateurs

Leur rôle principal est de stocker l'énergie nécessaire pour créer l'impulsion par la suite. Il a une tension limite de fonctionnement de 10 kV avec un courant limite de 1,25 A. La quantité d'énergie maximale stockée dans ce condensateur peut atteindre 10 J. On peut avoir différentes valeurs de la capacité suivant nos besoins par l'association en série et en parallèle de deux condensateurs de capacités 1  $\mu\text{F}$  et 2  $\mu\text{F}$  (figure 3.6).



Fig.3.6. Condensateurs de stockage

### 3.2.8. Appareillage de mesure

Un oscilloscope à mémoire numérique Instek GDS-3154 150 MHz 4 canaux qui aborde les mesures complexes a été utilisé pour surveiller et capturer les formes d'ondes de tension. Un voltmètre électrostatique de calibre 6 kV a été également utilisé pour la mesure de la tension de claquage de l'éclateur, celle-ci représentant alors la tension appliquée à la chambre de traitement.

Une sonde haute tension Tektronix P6015A avec un rapport d'atténuation de 1 :1000 a été utilisé pour mesurer les tensions qui excèdent 6kV (figure 3.7).

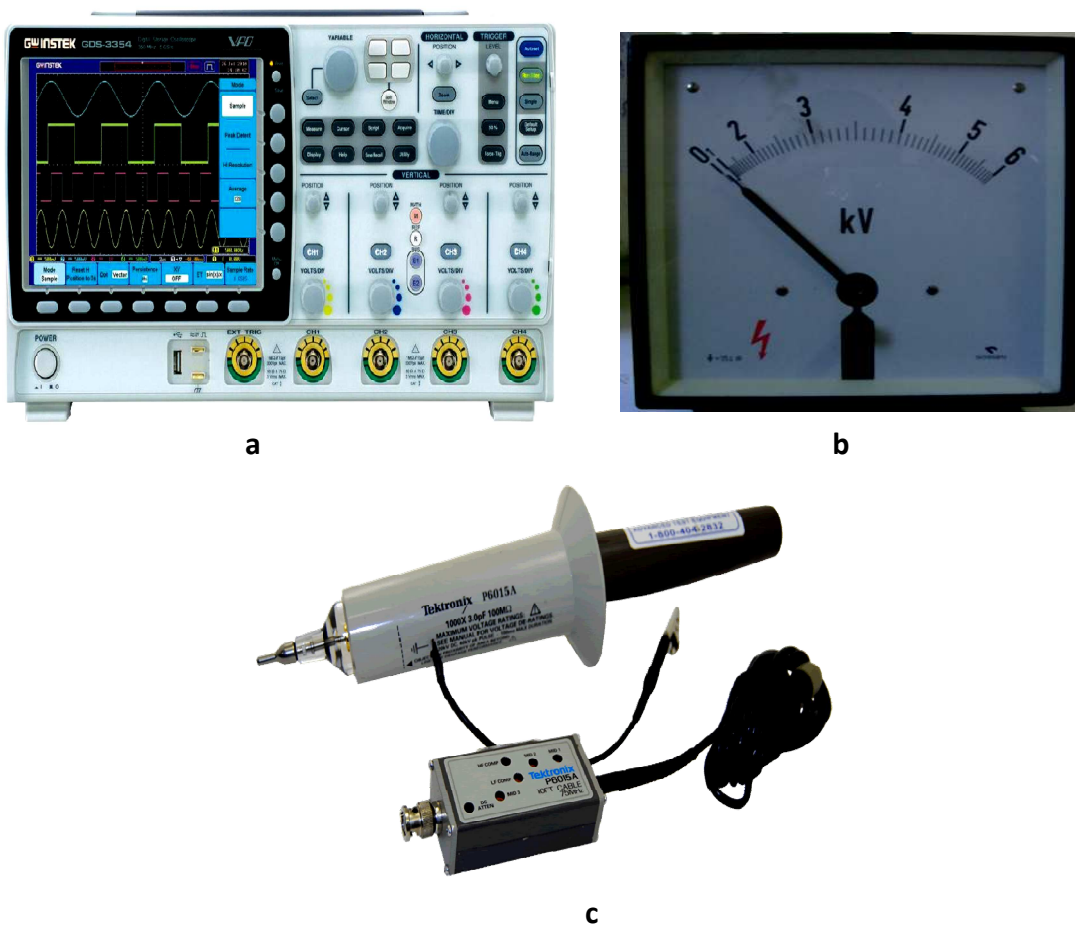


Fig.3.7. Appareillage de mesure utilisé

a) Oscilloscope, b) Voltmètre électrostatique et c) Sonde haute tension

### 3.2.9. Commutateur

Dans la technologie du CEP, les tensions de chargement des condensateurs sont généralement délivrées par des sources d'alimentation DC de 1 à 60 kV, alors que le courant

dépend de la conductivité de l'aliment à traiter et de la conception des chambres de traitement.

Plusieurs types de commutateurs sont capables de générer la tension pulsée désirée qui sont les plus utilisés dans les systèmes CEP : trigatrons, ignitrons, thyratrons, les semi-conducteurs et les éclateurs. Cependant les plus utilisés actuellement sont les commutateurs à semi-conducteurs et à éclateurs, et qui ont fait tous les deux l'objet de réalisation décrite dans cette thèse.

Les éclateurs sont constitués de deux électrodes face à face dans un milieu qui est généralement l'air ambiant (éclateur à air).

Dans la réalisation de générateur de CEP, nous avons utilisé un éclateur constitué de deux sphères en acier de 28 mm de diamètre. Ce type d'éclateur peut décharger des tensions allant jusqu' au 100 kV et peuvent supporter des courants très élevés de l'ordre de plusieurs dizaines d'ampères, mais peuvent être tirés uniquement au taux de 1 Hz à 100 Hz, ce qui représente une fréquence faible mais suffisante dans les expériences de laboratoire (figure 3.8).



**Fig.3.8. Eclateur pour le déchargement des condensateurs**

- 1) Electrode HT, 2) Electrode de masse, 3) Connexion de l'électrode de la masse, 4) Support pour le réglage de distance inter-électrode

La tension initiale de traitement appliquée à la chambre de traitement dépend de la distance entre les deux sphères de l'éclateur.

La tension de claquage pour ce diamètre peut être calculée en utilisant l'équation suivante :

$$V_0 = 5.85 d_{sph}^{0.75} \quad 3.1$$

Où :

$d_{sph}$  : Distance entre les sphères (mm),

$V_0$  : Tension de claquage, qui est la tension appliquée à la chambre de traitement.

Le tableau 3.1 décrit quelques valeurs de tension de claquage en fonction de distance entre les sphères d'éclateur.

**Tableau .3.1. Tension de claquage en fonction de distance**

Distance entre sphères (mm)	Tension de claquage (kV)
0.235	2
0.66	4
1.066	6
1.301	7
1.701	9

### 3.2.10. Chambre de traitement

Deux types de chambres de traitement sont utilisées dans les applications de CEP : la chambre plaque-plaque qui est appelée souvent chambre statique et la chambre de type à tuyau appelée chambre dynamique. Dans le cadre de cette thèse, une chambre statique plaque-plaque spécialement conçue représentée a été réalisée au laboratoire APELEC de l'Université Djilali Liabes, Sidi Bel Abbés, Algérie.

La chambre de traitement est composée d'un cylindre isolant en matière plastique (téflon), le piston cylindrique et un disque de diamètre de 70 mm forment des électrodes pendant le traitement CEP ainsi que la structure rigide pour le pressage de jus (figures 3.9, et 3.10). Le Jus extrait a été filtré à travers un tamis en acier inoxydable placé sur le dessus du piston perforé. Le jus extrait pendant le pressage a été recueilli dans un collecteur en plastique placée sous la chambre de traitement (figure 3.11). Le volume de la chambre de traitement est de 192,3 millilitres (ml).

L'aliment à traiter est introduit dans la chambre de traitement entre les électrodes, la tension appliquée aux électrodes produit un champ électrique uniforme à travers l'aliment.

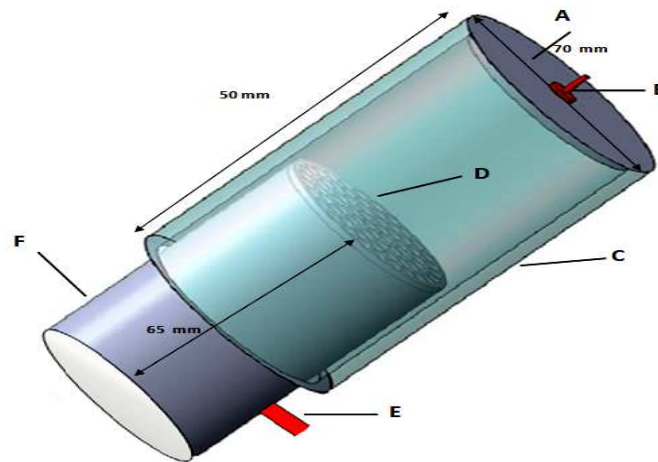


Fig.3.9. Dessin de la chambre de traitement tracé avec Solide-Works

A-Disque en acier inoxydable (électrode supérieure), B - prise de connexion électrique sur l'électrode de disque, C - cylindre en téflon, D - Tamis en acier, E - piston en acier cylindrique perforé (électrode inférieure), F - Prise de connexion électrique sur l'électrode cylindrique

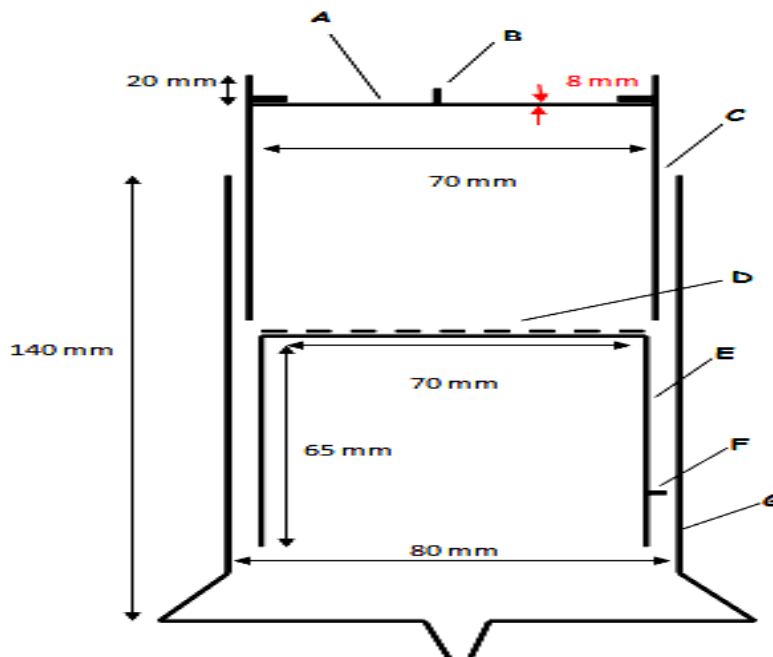
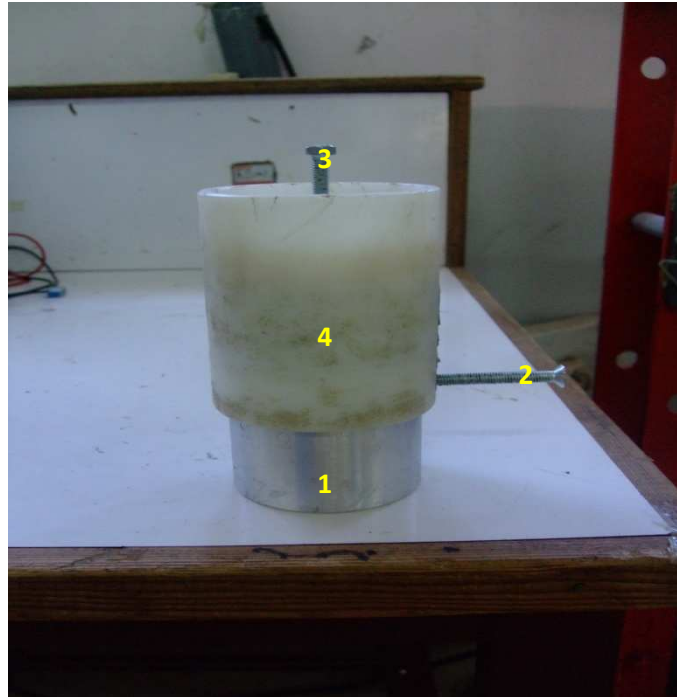


Fig.3.10. Schéma synoptique de la chambre de traitement

A-Disque en acier inoxydable (électrode supérieure), B - prise de connexion électrique sur l'électrode de disque, C - cylindre en téflon, D - Tamis en acier, E - piston en acier cylindrique perforé (électrode inférieure), F - Prise de connexion électrique sur l'électrode cylindrique, G - récipient en plastique pour la collecte des jus exprimé



**Fig.3.11. Chambre de traitement statique utilisée**

1-Disque en acier inoxydable (électrode inférieure de masse), 2 - Prise de connexion électrique sur l'électrode de disque, 3- Prise de connexion électrique sur l'électrode HT, 4 - Cylindre en téflon

### 3.2.11. Réglage de la valeur du champ électrique

Pendant les traitements, la matière alimentaire est en contact direct avec les électrodes et par conséquent elle est soumise à un champ électrique. En supposant l'homogénéité de l'échantillon, la valeur moyenne de l'intensité du champ électrique pulsé  $E$  est la suivante:

$$E = \frac{V}{d} \quad 3.2$$

Où :

$V$  : Tension aux bornes de l'échantillon d'aliment.

$d$  : Distance entre les électrodes de la chambre de traitement.

A partir de l'équation précédente, on peut voir que le champ électrique est inversement proportionnel à la distance entre les électrodes et proportionnelle avec la tension délivrée par le condensateur.

Donc un réglage de la distance entre les électrodes de la chambre de traitement pour appliquer une tension précise aux bornes de la chambre est nécessaire pour obtenir le champ électrique souhaité (champ électrique critique correspondant à la rupture de la membrane).

### 3.2.12. Influence de la tension sur l'électroporation

Comme mentionné dans la littérature, pour produire une électroporation, il faut qu'un champ électrique supérieur au seuil critique soit appliqué à travers la cellule vivante pour un temps bien déterminé, de l'ordre de la centaine de nanosecondes au moins.

Le champ électrique appliqué casse la membrane cellulaire par formation des pores provoquant la mort de la cellule. Il doit induire des tensions aux bornes des membranes cellulaires qui doivent être plus grandes que le potentiel transmembranaire critique (figure 3.12) [50]. Le champ critique pour créer l'électroporation de la membrane cellulaire peut être calculé :

$$E_c = U / 1.5 r \cos \theta \quad 3.3$$

Où : U : Tension transmembranaire en volt, R : Rayon de la cellule et  $\theta$  : Angle entre la direction du champ électrique et la membrane, qui est supposé tend vers zéro [50].

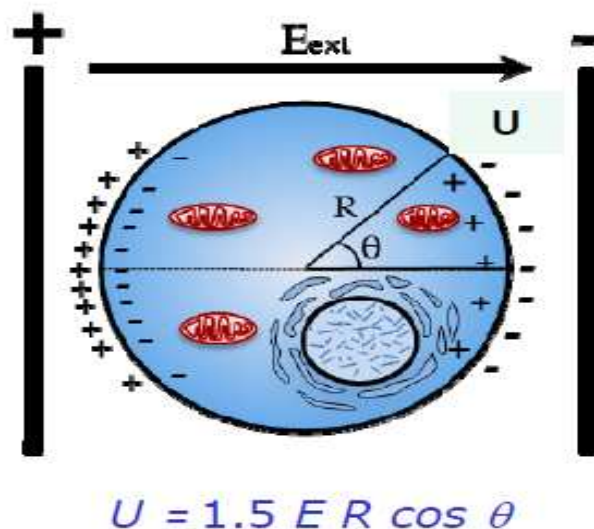


Fig.3.12. Cellule vivante sous application d'un champ électrique [50]

Dans les études rapportées dans la littérature, la valeur du champ appliqué pour une inactivation efficace dans les applications CEP varie de 1 kV/mm à 6 kV/mm. Cependant, on



a utilisé des niveaux de champs faibles dans nos applications d'extraction (figure 3.13), car cette application nécessite des valeurs petites.

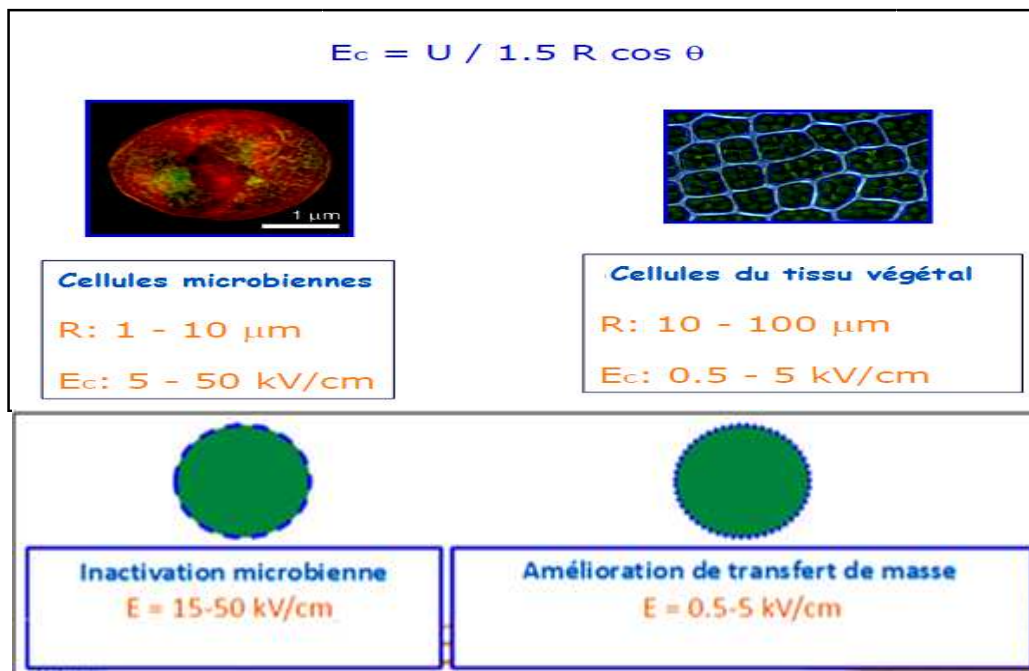


Fig.3.13. Valeurs critiques du champ pour différents procédés

### 3.2.13. Influence du courant sur l'électroporation

Bien que le champ électrique soit le paramètre qui a provoqué l'électroporation, un courant nécessaire pour le traitement doit également être fourni.

Un courant associé à la conductivité (résistance) de l'aliment passe à travers la chambre, fournissant ainsi de l'énergie à cet aliment. La chambre de traitement peut être modélisée comme une charge résistive en parallèle avec une capacité. En effet la résistance des produits alimentaires est généralement très faible par rapport à leur capacité, donc l'aliment peut être considéré comme une charge purement résistive.

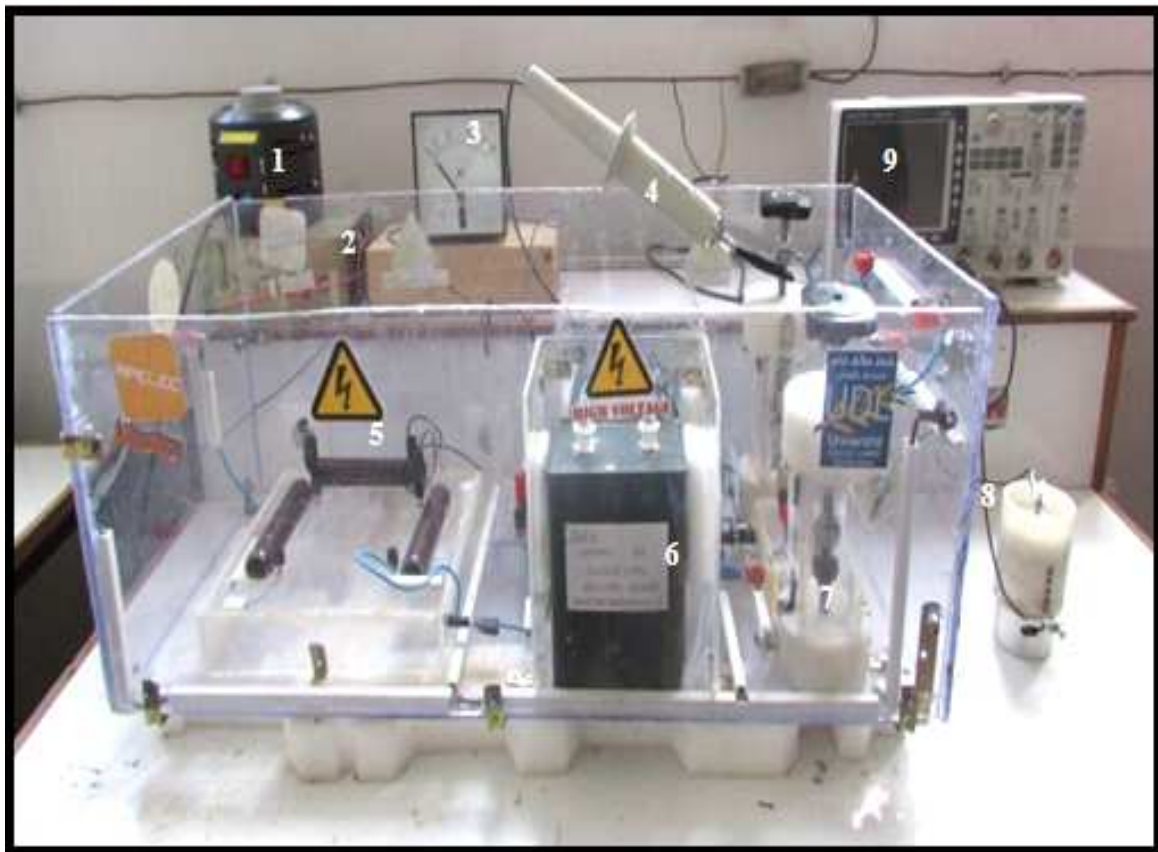
### 3.2.14. Description du banc expérimental utilisé

La figure 3.14 représente le banc expérimental réalisé au laboratoire.

Le banc de CEP fonctionne en deux étapes : chargement et déchargement de condensateur.



Le chargement de condensateur (6) se fait par le biais d'un générateur haute tension continu (1) alimenté lui-même par un auto-transformateur (2), à travers une résistance (5) qui sert à protéger ce condensateur contre les valeurs élevées de courant. La haute tension impulsionnelle délivrée à la chambre de traitement (8) est mesurée en utilisant un voltmètre électrostatique (3) afin de produire une impulsion bi-exponentielle captée par la sonde HT (4) et un oscilloscope (9).



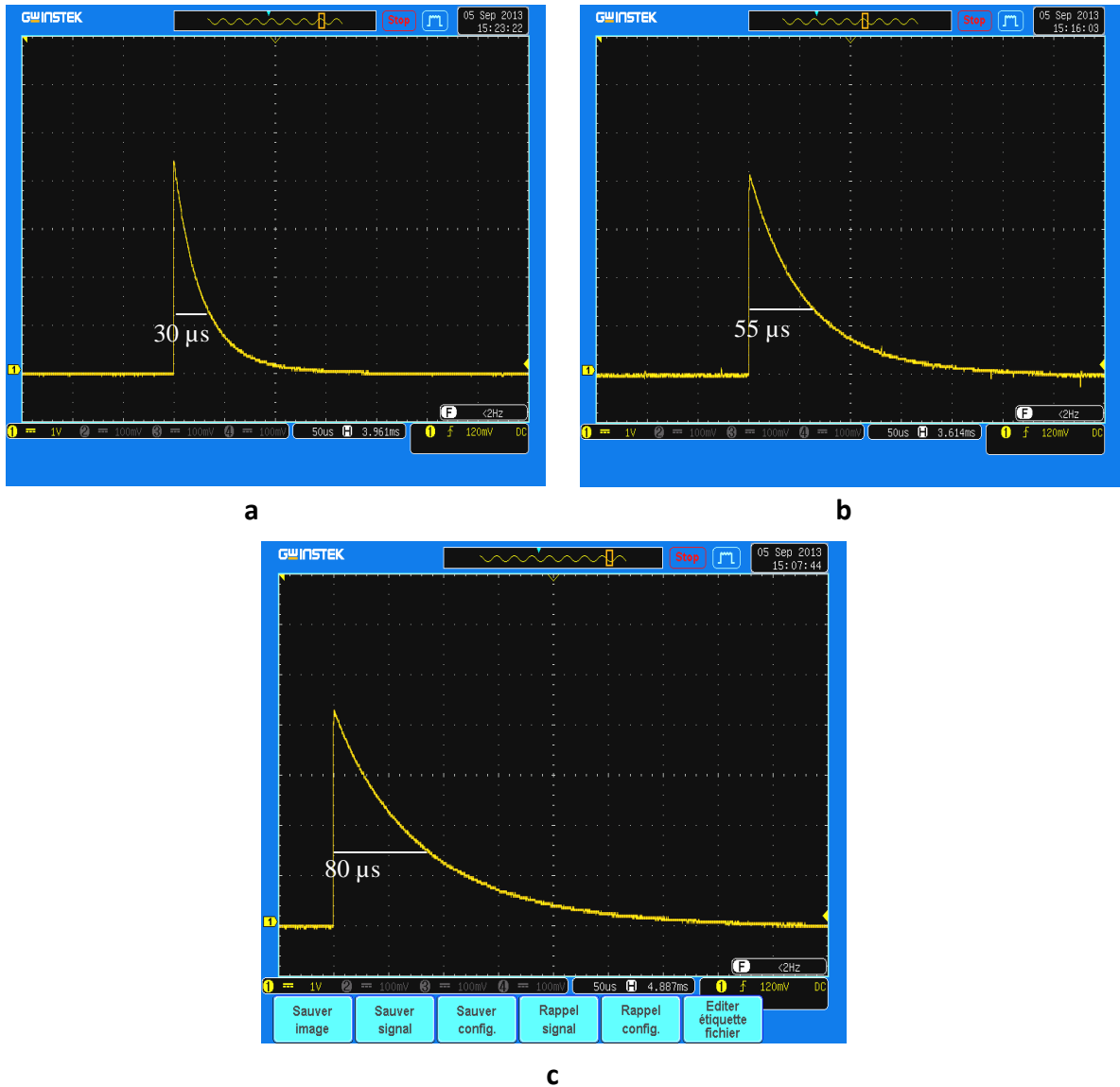
**Fig.3.14. Générateur de champ électrique pulsé (CEP) à éclateur**

1. Autotransformateur, 2. Alimentation haute tension, 3. Voltmètre électrostatique, 4. Sonde HT, 5. Résistances, 6. Condensateurs, 7. Eclateur, 8. chambre de traitement, 9. Oscilloscope

### 3.2.15. Forme d'onde de la tension

L'un des paramètres les plus importants dans le processus à CEP est la forme d'onde de la tension appliquée aux aliments.

Les figures 3.15.a ,3.15.b et 3.15.c montrent les oscillogrammes de la forme d'onde d'impulsion obtenus par le générateur de champ électrique pulsé (CEP) réalisé, en utilisant trois valeurs de capacité différentes et un échantillon de pâte de carotte comme charge.



**Fig.3.15. Oscillogrammes des impulsions de type exponentiel décroissant des différentes durées pour la patte de carotte**

a)  $\tau = 30 \mu\text{s}$  pour  $C = 1 \mu\text{F}$ , b)  $\tau = 55 \mu\text{s}$  pour  $C = 2 \mu\text{F}$ , c)  $\tau = 80 \mu\text{s}$  pour  $C = 3 \mu\text{F}$

Les impulsions exponentielles décroissantes présentent une longue queue avec un champ électrique qui diminue progressivement au cours du temps, ce qui non seulement diminue le rendement énergétique, mais également limite la zone de traitement efficace par durée d'impulsion  $\tau$ . La figure 3.16 montre un schéma explicatif des zones de traitement pour une impulsion exponentielle décroissante.

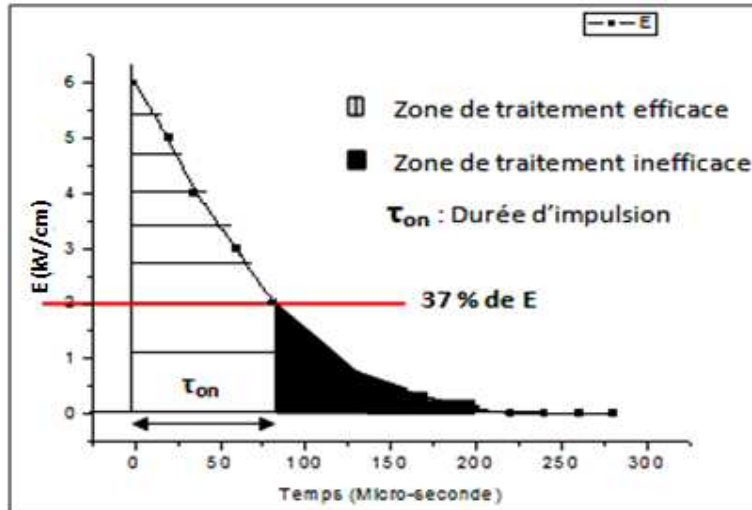


Fig.3.16. Dissipation d'énergie dans une impulsion de forme d'onde exponentielle décroissante

### 3.3. GENERATEUR CEP A COMPOSANT SEMI-CONDUCTEUR

La seconde partie du travail effectué dans ce chapitre a été consacrée à la réalisation d'un générateur de CEP mais utilisant un commutateur électronique par une technologie de demi-pont au lieu d'un éclateur. Ce travail a été effectué durant mon stage de deux mois au laboratoire de Pulsed Power Avanced Aplication Research Group GIA<sup>2</sup>P<sup>2</sup>, Institut d'ISEL, Portugal.

#### 3.3.1. Technologie de commutateur à Demi-pont

La topologie « demi-pont » ou **Half-Bridge en anglais**, est une nouvelle technologie utilisée de nos jours pour construire des générateurs d'impulsion de type Marx.

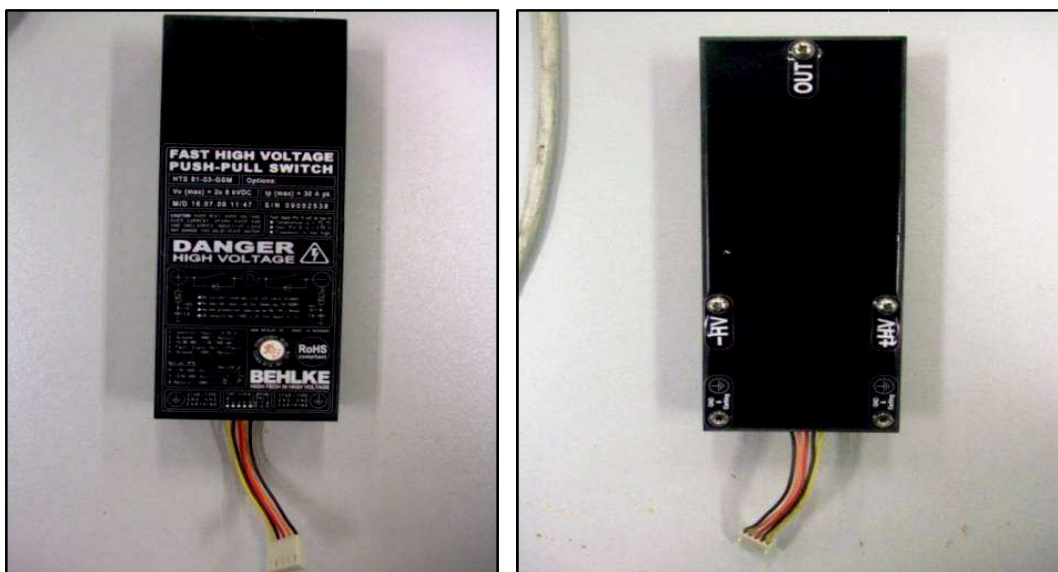


Fig.3.17. Semiconducteur Demi-pont (Half-Brigdge)

Cette technologie utilise un commutateur à demi-pont qui est un commutateur haute tension rapide (Fast High Voltage Switch) (figure 3.17).

Ce commutateur à demi-pont est constitué de deux semi-conducteurs de type MOSFET monté en série supportant chacun une tension de 6 kV (figure3.18). Trois types de générateurs conçus par ce type de commutateur peuvent être réalisés afin de générer des hautes tensions pulsées positive, négative ou bipolaire. Celui que nous allons étudier et réaliser délivre une tension pulsée positive.

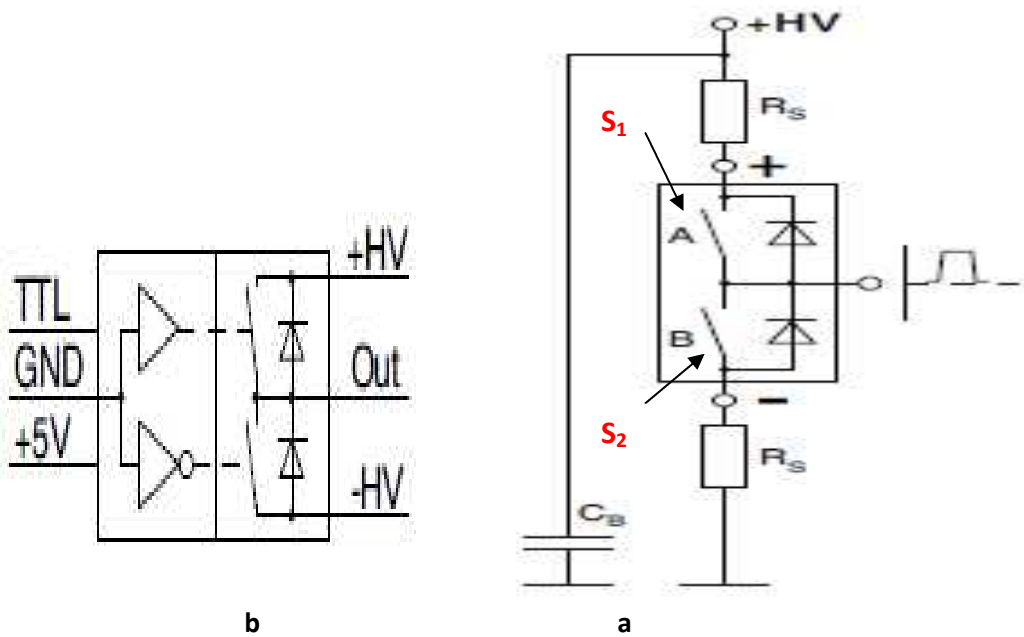


Fig.3.18. commutateur à demi-pont

a) Schéma électrique, b) Circuit de commande

### 3.3.2. Circuit électrique du générateur d'impulsion HT avec commutateur Demi-pont

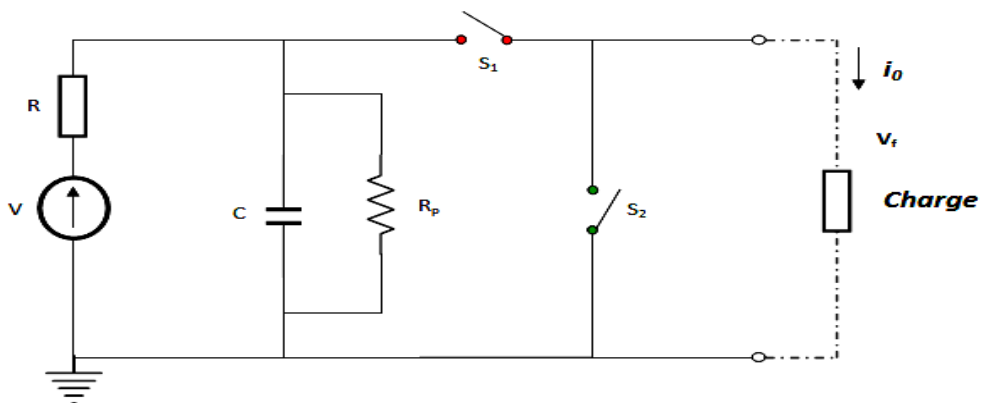


Fig.3.19. Schéma de principe du générateur d'impulsion avec la topologie Half-Bridge

Le principe de fonctionnement de ce générateur est basé toujours sur le chargement et déchargement d'un condensateur haute tension.

Durant la phase de chargement le commutateur  $S_1$  est ouvert, le condensateur dans ce cas se charge à la tension  $V$  fixée par l'alimentation continue, le commutateur  $S_2$  étant fermé.

Durant la phase de déchargement pour la génération de l'impulsion haute tension le commutateur  $S_2$  s'ouvre et  $S_1$  se ferme permettant par la suite de créer une impulsion haute tension pour la charge.

Après la création d'impulsion le commutateur  $S_2$  est fermé et le commutateur  $S_1$  devient ouvert pour permettre par la suite l'élimination de l'effet capacitif de la charge.

La résistance  $R_p$  est une résistance de protection du condensateur, permet de décharger le condensateur lorsque l'alimentation DC est débranchée.

### 3.3.3. Paramètres de l'impulsion

Il est important de définir certains des paramètres d'impulsion comme le montre la Figure 3.20 pour la forme pratique d'impulsions de tension unipolaires.

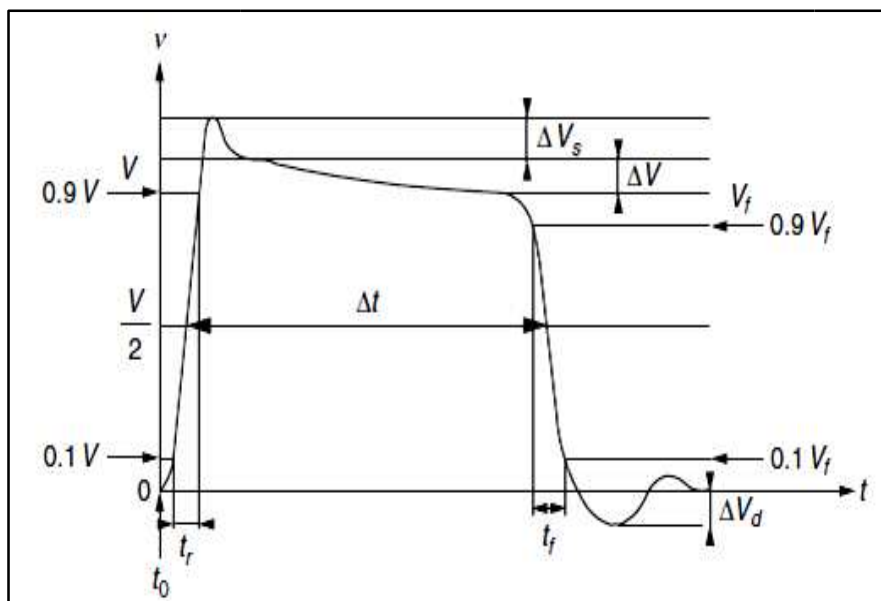


Fig.3.20. Forme pratique d'onde et paramètres d'impulsion de tension

Considérant la figure 3.20, l'impulsion de tension peut être caractérisée par plusieurs paramètres :

- Temps de montée  $t_r$  : c'est la durée de temps requise pour augmenter de 0,1 à 0,9 V, où V est l'amplitude de la tension initiale;
- Dépassement positif de la tension,  $\Delta V_s$  : représente l'excès de tension après le temps de montée, au-dessus de la valeur V;
- Dépassement négatif de la tension,  $\Delta V_d$  : Déficit de la tension après le temps de décharge, au-dessous de la tension minimum, 0 volt;
- Largeur  $\Delta t$ : c'est la durée de l'impulsion dans la région de 0,5 V;
- Chute de tension  $\Delta V$  :  $\Delta V = V - V_f$ ;
- Temps de descente  $t_f$  : période de temps de 0,9 à 0,1 V<sub>f</sub>, où V<sub>f</sub> est la tension d'impulsion finale, différente de V en raison de la chute de tension  $\Delta V$ ;

### 3.4. Analyse par simulation du fonctionnement du générateur

Nous avons commencé par faire un travail de simulation pour analyser le fonctionnement de ce générateur, en utilisant le logiciel d'analyse électronique PSPICE.

#### 3.4.1. Introduction au logiciel PSPICE

PSPICE est un outil d'analyse de circuit qui permet à l'utilisateur de simuler un circuit et d'extraire des tensions et des courants importants. C'est un programme qui nous permettra de faire des simulations et voir les résultats graphiques. Il ya beaucoup de choses que nous pouvons faire avec PSpice, mais les choses les plus importantes pour vous d'apprendre sont :

- ❑ Concevoir et dessiner les circuits
- ❑ Simuler les circuits
- ❑ Analyser les résultats de simulation

PSpice est issu de Spice (Simulation Program with Integrated Circuit Emphasis), logiciel créé à l'université de Californie (Berkeley) au début des années 1970.

PSpice fait partie d'une suite, OrCAD, qui contient également :

- Capture (saisie de schéma électrique)
- Layout (conception des circuits imprimés)

OrCAD est un des leaders dans son domaine (on citera également Protel, Proteus, Eagle, Edwin...). Nous avons utilisé la version d'évaluation (Orcad Family Release 9.2) pour la simulation des circuits.

### 3.4.2. Simulation avec PSPICE

On se réfère au circuit de la figure 3.19, Le schéma de simulation tracé par le logiciel PSPICE est montré à la figure 3.21. Dans cette simulation nous avons considéré un seul MOSFET  $S_1$ , le deuxième MOSFET  $S_2$  étant omis car il ne sert en réalité qu'à décharger la tension résiduelle aux bornes de la charge.

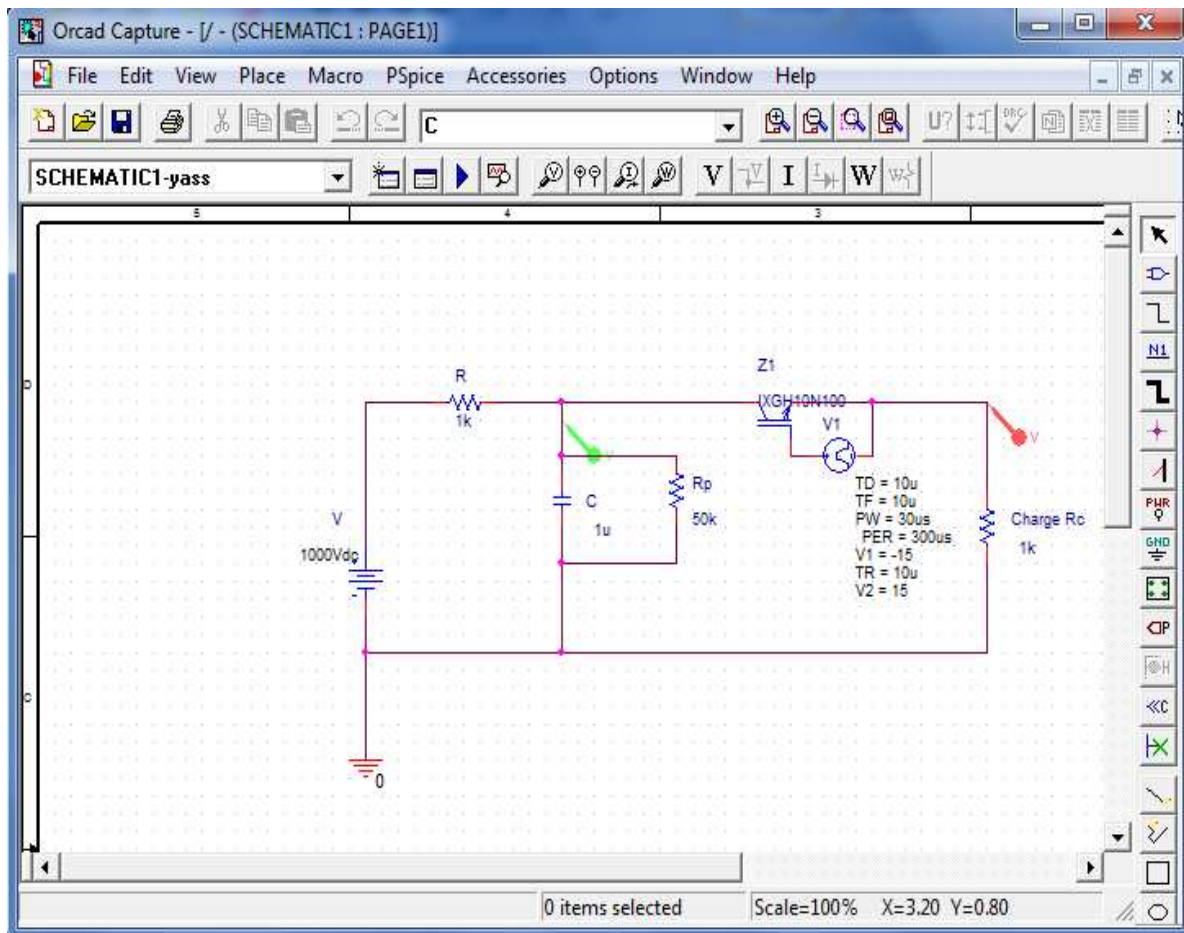


Fig.3.21. Schéma de simulation du générateur tracé par PSPICE

### 3.4.3. Résultats et discussions

Les résultats de la simulation obtenus avec le logiciel PSPICE sont montrés dans la figure 3.22. On a choisi les paramètres du générateur pulsé suivants:

- Amplitude de tension : 1 kV.
- Durée d'impulsion : 30  $\mu$ s.
- Résistance de la charge : 1 k $\Omega$ .
- Capacité : 1 $\mu$ F.

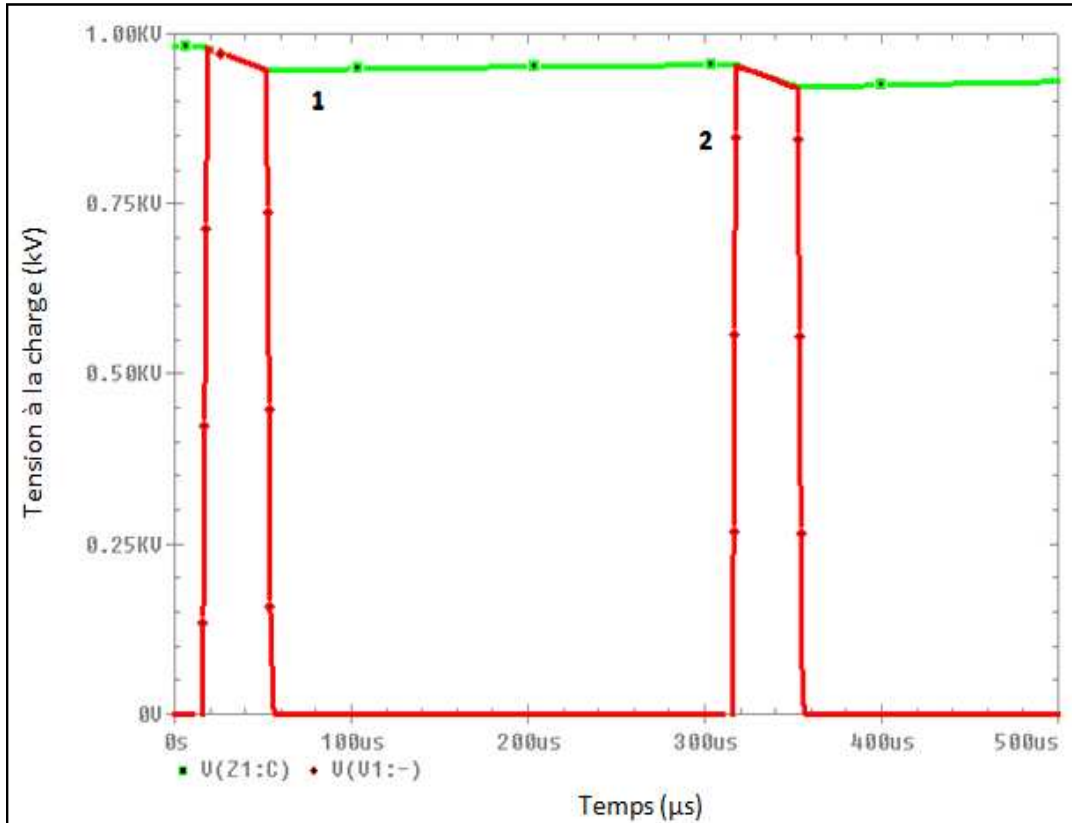


Fig. 3.22. Forme de la tension pulsée obtenue par simulation

- 1) Tension de chargement de condensateur C, 2) Tension d'impulsion fournie à la charge

### 3.4.3.1. Influence de la résistance de limitation de courant

Dans cette partie de l'étude, on va analyser l'influence causée par la résistance de limitation de courant sur les performances du générateur et la solution recommandée.

La figure 3.23 montre une simulation de fonctionnement du générateur pour deux différentes valeurs de la résistance à savoir 10 k $\Omega$  et 50 k $\Omega$  en gardant les mêmes paramètres de la première simulation.

A partir de cette figure, on voit qu'une augmentation de la valeur de la résistance induit une chute de tension remarquable au niveau de la charge, dû principalement au temps important de chargement que nécessite la capacité pour créer l'impulsion suivante à



cause de la constante de temps élevée. Par conséquent, la tension d'impulsion (à la charge) décroît avec le temps jusqu'à atteindre zéro. Le générateur n'est plus fiable dans ce cas surtout en haute fréquence.

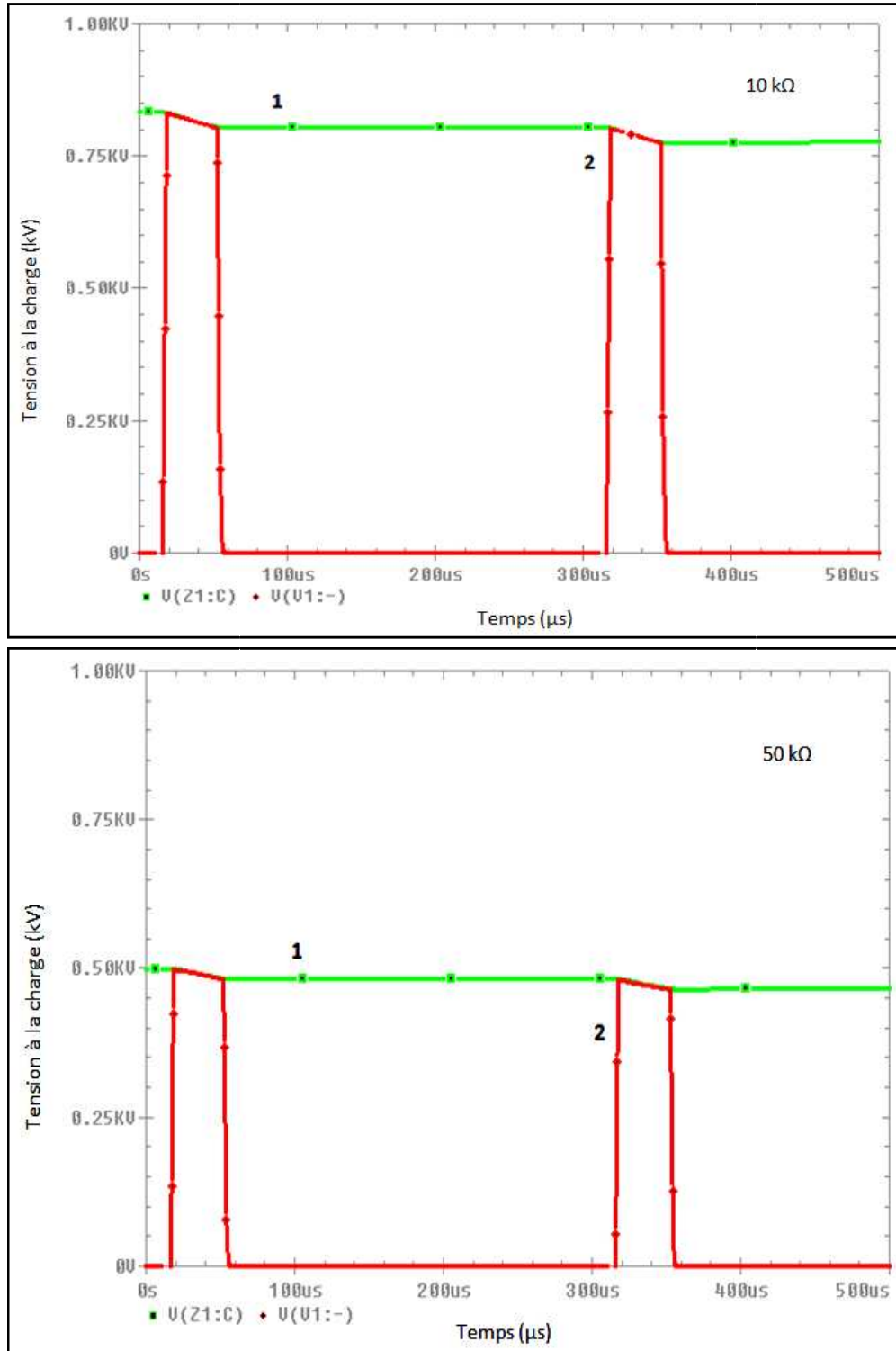


Fig.3.23. Comparaison entre les formes d'onde obtenues pour R= 10 kΩ et R= 50 kΩ

1) Tension de chargement de condensateur C, 2) Tension d'impulsion fournie à la charge

A cet effet le choix adéquat de la résistance de limitation de courant est indispensable pour un bon fonctionnement du générateur d'impulsion. Pour cela, il ne faut pas que cette résistance prenne des valeurs élevées et doit satisfaire la condition suivante :

$$R C \leq T - \tau_{on} \quad 3.4$$

Avec :

$R$  : Résistance de chargement de condensateur.

$C$  : Capacité à charger.

$T$  : Période de signal de générateur d'impulsion.

$\tau_{on}$  : Durée d'impulsion.

En pratique, les solutions pour un fonctionnement correct du générateur sont :

1. Soit calculer avec précision la résistance à utiliser.
2. Soit Travailler à de faibles fréquences pour laisser un temps suffisamment élevé au condensateur pour se recharger (figure 3.24).

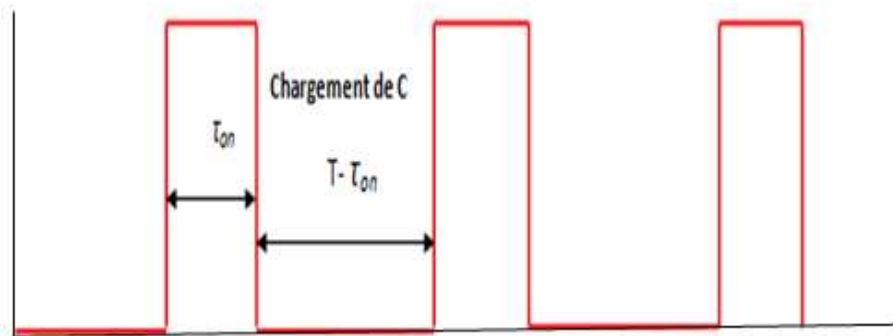


Fig.3.24.Schéma explicatif de période de chargement de condensateur

### 3.4.3.2. Influence de la résistance de protection $R_p$

La résistance de protection  $R_p$  est une résistance placée en parallèle avec le condensateur pour le décharger à la fin de chaque expérimentation. Nous allons voir maintenant par simulation l'influence de cette résistance sur la performance de notre générateur d'impulsion.

La figure 3.25 montre une simulation de fonctionnement pour deux différentes valeurs de la résistance à savoir  $10\ \Omega$  et  $5\ M\Omega$  en gardant les mêmes paramètres de la première simulation.

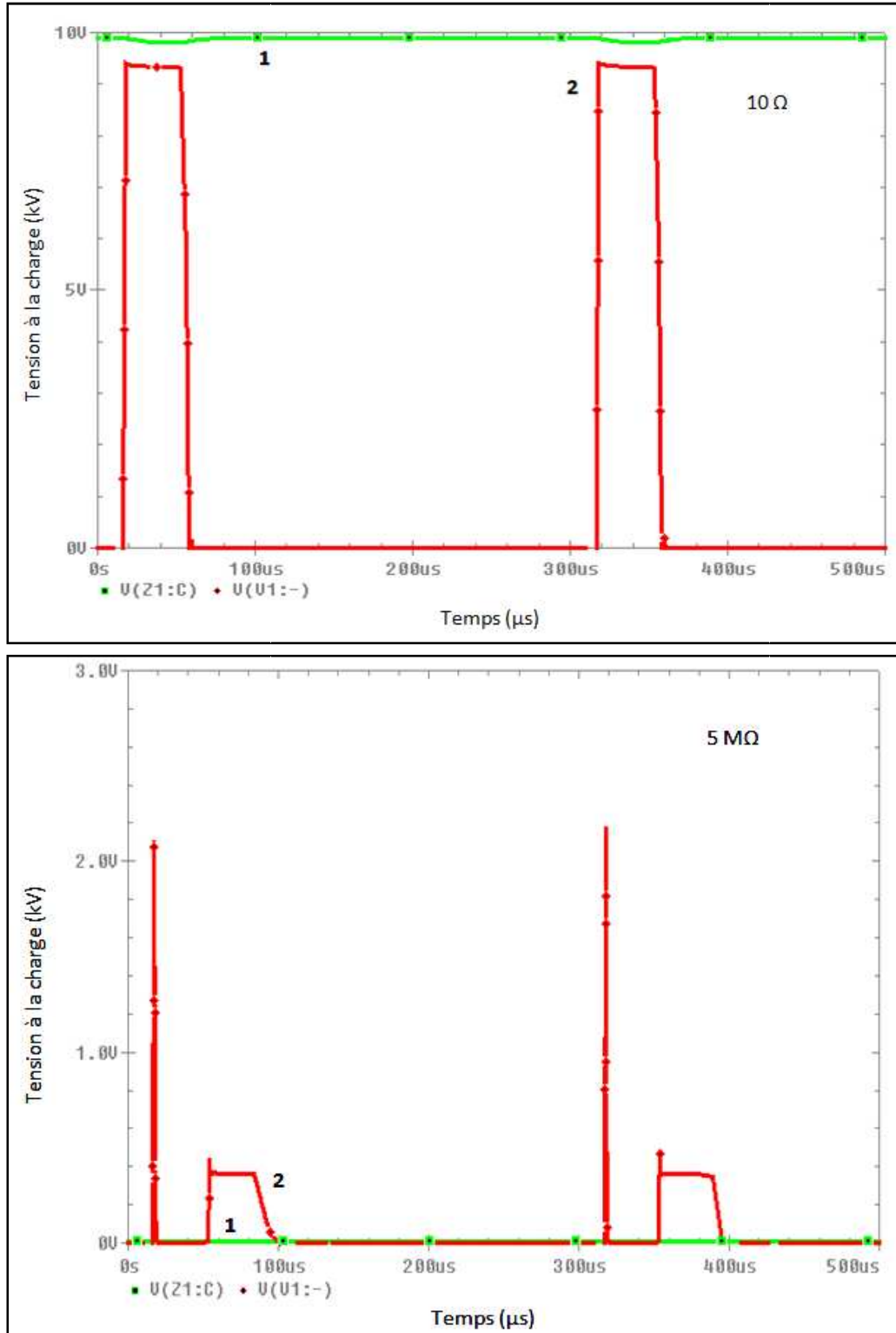


Fig.3.25. Comparaison entre les formes d'onde obtenues pour  $R_p= 10\ \Omega$  et  $R_p= 5M\Omega$

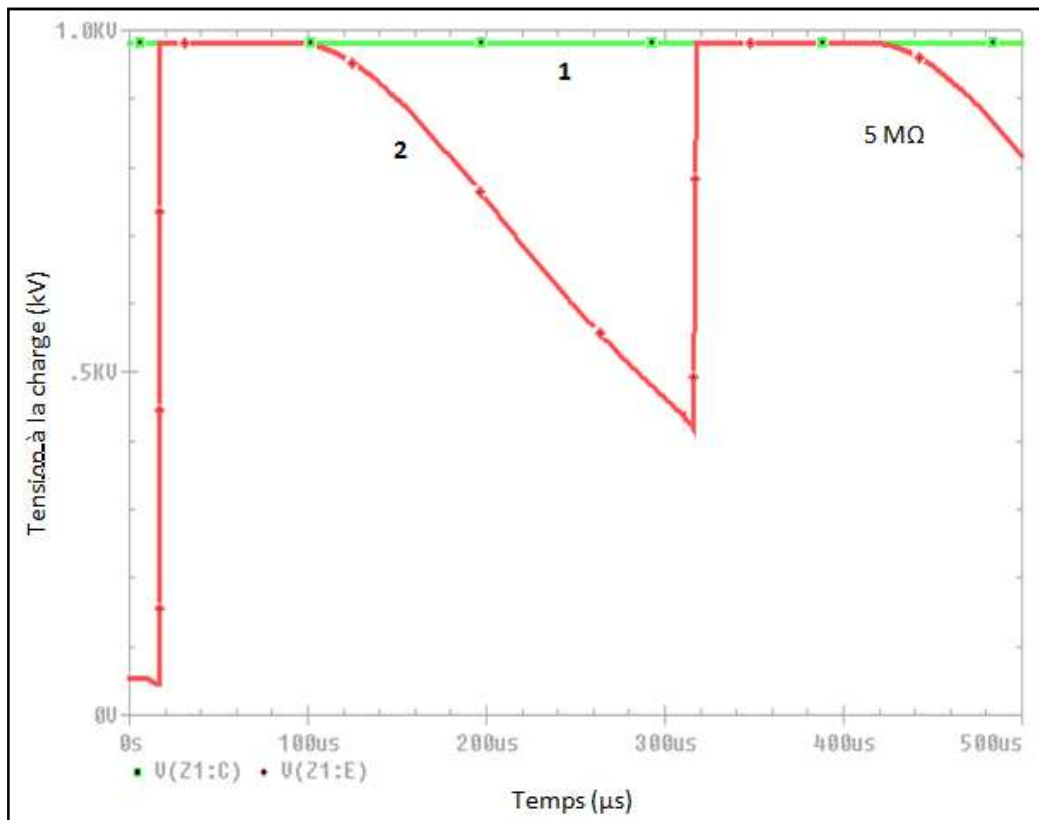
1) Tension de chargement de condensateur C, 2) Tension d'impulsion fournie à la charge

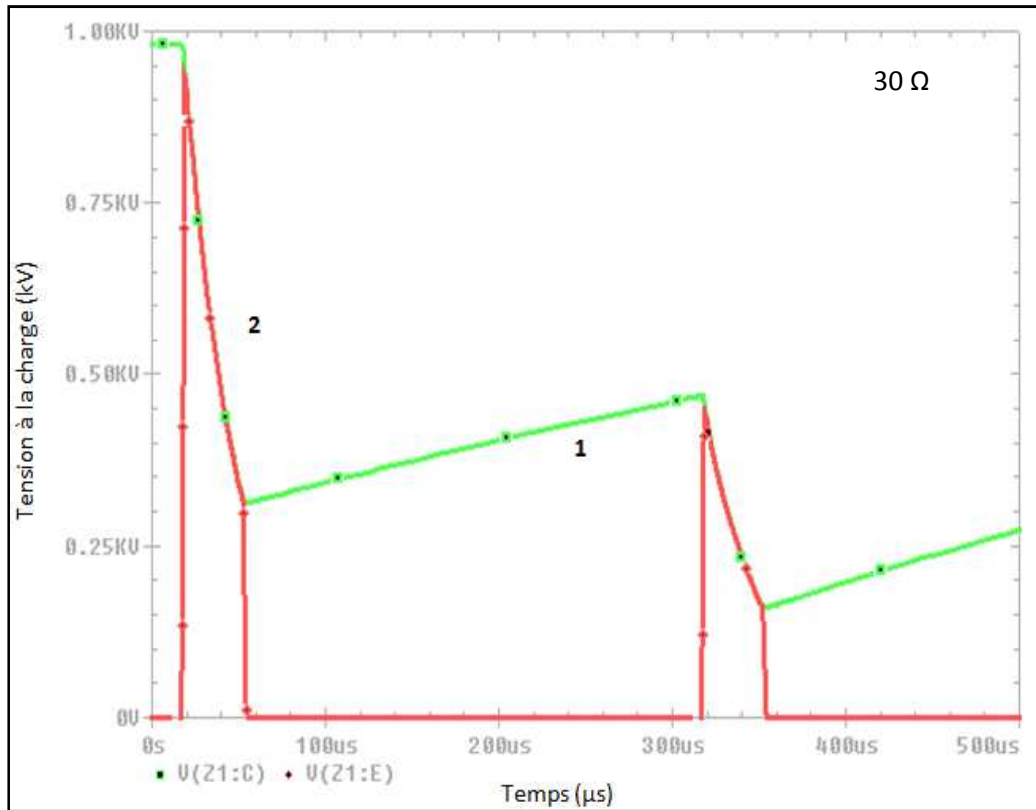
La résistance de protection  $R_p$  ne doit pas être très grande. En effet, cela empêche le chargement rapide du condensateur (grande impédance) traduit par un dysfonctionnement de système, aussi elle ne doit pas être très petite pour ne pas court-circuiter le condensateur et produire des petites impulsions inutiles. Une résistance de protection de l'ordre de 50 k $\Omega$  est généralement recommandée.

### 3.4.3.3. Influence de la résistance de la charge $R_c$

Dans cette partie, nous allons mettre la lumière sur l'un des paramètres très importants et influents sur le système de la génération d'impulsions haute tension qui est la résistance de la charge qu'on veut traiter  $R_c$ .

La figure 3.26 représente une simulation de fonctionnement du générateur pour deux différentes valeurs de la résistance de charge (5 M $\Omega$ , 30  $\Omega$ ) en gardant les mêmes paramètres que la première simulation.





**Fig.3.26. Comparaison entre les formes d'onde obtenues pour  $R_c = 10 \Omega$  et  $R_c = 5 M\Omega$**

1) Tension de chargement de condensateur C, 2) Tension d'impulsion fournie à la charge

Une grande résistance du produit à traiter  $R_L$  est traduite par une difficulté de déchargement du condensateur et création d'une impulsion suivie par une déformation de la forme qui présente une longue queue et influe négativement sur le traitement puisque ceci provoque toujours une élévation indésirable de la température. La charge se comporte alors comme une capacité.

Cependant, la diminution de cette résistance conduit à une élévation de courant et provoque une chute brutale de la tension à la charge (comportement de court-circuit). Le procédé de champ électrique pulsé est conçu pour des résistances modérées et calculables.

### 3.5. Réalisation de générateur pulsé HT

Après l'analyse par simulation, on va décrire dans cette section les étapes de réalisation du générateur d'impulsion haute tension.

Avant de faire une conception de n'importe quel générateur d'impulsion HT, il est primordial de connaître certaines grandeurs importantes liées à notre application pour garantir un fonctionnement correct et fiable. Ces paramètres sont :

1. Amplitude de la tension  $V$  désirée pour notre application.
2. Durée d'impulsion adéquate maximale  $t_{on}$ .
3. Chute de tension imposée  $\Delta V$  : c'est la chute de tension imposée dès le début avant de réaliser le générateur qu'on ne doit pas dépasser à la charge.
4. Fréquence de répétition d'impulsions  $f$ .
5. Résistance minimale de la charge à traiter  $R_L$ .

Après la détermination de toutes ces valeurs relatives à l'application spécifique, on passe à la deuxième étape qui consiste en la détermination de la valeur adéquate de la capacité pour cette application.

Toutefois, les caractéristiques des impulsions sont influencées par l'énergie stockée dans la batterie de condensateurs, les performances et la puissance dissipée par les commutateurs, et également le taux de charge du condensateur [52].

L'énergie initialement stockée dans le condensateur C est :

$$E_C = \frac{1}{2} CV^2 \quad 3.5$$

Où :

C : Capacité de stockage de l'énergie.

V : Tension d'alimentation initiale.

Si  $S_1$  est ouvert et  $S_2$  est fermé,  $T-t_{on}$  doit être suffisant pour que l'alimentation puisse charger suffisamment le condensateur. Ensuite, au cours de la période de temps  $t_{on}$ , l'énergie fournie à la charge est :

$$E_0 = \frac{V^2}{R_L} t_{on} \quad 3.6$$

Pour les applications en Puissance Pulsée, seule une petite fraction de l'énergie stockée doit être transféré à la sortie pendant le mode d'impulsions, sinon la tension d'impulsion présente une forme d'onde typique de décharge RC comme le montre la figure 3.27 (comme celle obtenue avec la commutation par éclateur) et non une forme presque rectangulaire, comme représenté sur la Figure 3.21 [52].

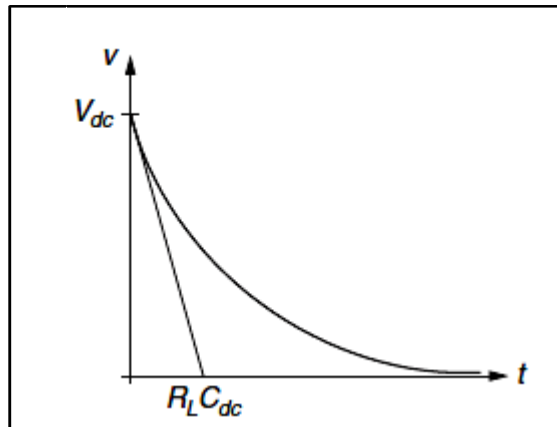


Fig.3.27. Forme typique d'onde de décharge RC

Pour une charge résistive, la tension d'impulsion de décroissance  $V_f$  peut être calculée comme suit :

$$V_f = V e^{-\frac{t_{on}}{R_L C}} \quad 3.7$$

Avec :

$V_f$ : Tension finale délivrée à la charge (à la fin d'impulsion).

$V$ : Tension initiale du condensateur, celle délivrée par l'alimentation.

En considérant une charge résistive  $R_L$ , la capacité du condensateur  $C$  peut être déterminée en fonction de l'énergie délivrée à la charge. Pour la chute de tension d'impulsion nécessaire  $\Delta V_0$ ,

$$\Delta V_0 = \frac{V_f}{V} \quad 3.8$$

Notons  $E_f$  la différence entre (3.5) et (3.6) qui est l'énergie stockée dans le condensateur à la fin de la décharge,

$$E_f = E_C - E_0 \quad 3.9$$

$E_C$  : Energie initialement stockée dans le condensateur C.

$E_0$  : Energie fournie à la charge.

A partir de l'équation (3.9) on peut écrire alors :

$$\frac{1}{2}CV^2 - \frac{V^2}{R_L} t_{on} = \frac{C (\Delta V_0 V)^2}{2} \quad 3.10$$

Par conséquent, en se basant sur l'équation (3.10), la valeur de la capacité du condensateur doit satisfaire la condition suivante [52] :

$$C \geq \frac{2t_{on}}{R_L (1 - \Delta V_0^2)} \quad 3.11$$

En outre, l'alimentation HT continue doit être en mesure de recharger le condensateur C avec une énergie égale à l'énergie  $E_0$  fournie lors de l'impulsion précédente ainsi que les pertes, au cours de la charge pendant la période de temps  $T-t_{on}$  avec une puissance qui peut être calculée par l'équation suivante.

$$P_{V_C} = \frac{E_0}{T - t_{on}} + P_{Perdue} \quad 3.12$$

Avec

$P_{V_C}$  : Puissance doit être fournie par l'alimentation continue pour créer une impulsion semblable à la précédente.

$P_{Perdue}$  : Pertes de puissance.

T : Période de signal.

### Exemple de calcul : [52]

Considérons un générateur d'impulsions HT, où  $V = 20$  kV. Calculer la valeur du condensateur C pour  $t_{on} = 50 \mu s$ ,  $f = 1600$  Hz,  $R_L = 1$  k $\Omega$ , ainsi que la puissance minimale de l'alimentation compte tenu de 20% de pertes dans le condensateur et la charge.

**Solution** : Compte tenu de la capacité C initialement chargé avec la tension V et une chute de tension de 5%, alors :



$$\Delta V_0 = \frac{V_f}{V} = \frac{19000}{20000} = 0,95$$

Il en résulte :

$$C \geq \frac{2t_{on}}{R_L(1 - \Delta V_0^2)} = \frac{2 \times 50 \times 10^{-6}}{1000(1 - 0,95^2)} = 1,025 \mu F$$

Si on opte pour une capacité de 1.2  $\mu F$ , alors l'énergie stockée dans C est donnée par :

$$E_C = \frac{1}{2} CV^2 = \frac{1}{2} \times 1,2 \times 10^{-6} 20000^2 = 240 J$$

L'énergie fournie à charge durant chaque impulsion est :

$$E_0 = \frac{V^2}{R_L} t_{on} = \frac{20000^2}{1000} \times 50 \times 10^{-6} = 20 J$$

Cela signifie que à la fin l'impulsion, l'énergie stockée dans le condensateur C est 220 J, correspondant à une tension finale d'impulsion  $V_f = 19,149V$  qui représente chute tension de 4,2 %.

Enfin, l'alimentation V doit pouvoir recharger le condensateur avec 20 J, plus 4 J des pertes (soit 20%) durant le temps  $t_{off} = T - t_{on} = 625\mu s$  :

Avec :

T : Période de signal ( $T = \frac{1}{f}$ ) ou f : fréquence de signal.

$t_{on}$  : Durée d'impulsion.

$$P_{Vc} = \frac{E_0}{T - t_{on}} + P_{Perdue} = \frac{20}{625 \times 10^{-6}} + \frac{4}{625 \times 10^{-6}} = 38,4 kW$$

### 3.6. Description du générateur pulsé réalisé

Cette section décrit la conception, la construction et le fonctionnement du module du circuit d'alimentation pulsée réalisé au laboratoire « Pulsed Power Avanced Aplication Research Group GIA<sup>2</sup>P<sup>2</sup> », ISEL Institute, Portugal. Il représente un générateur de Marx à un étage utilisant un Switch électronique comme commutateur.

#### 3.6.1. Module de commande

Le module de commande permet l'alimentation pulsée pour être connecté. Il est alimenté par 220 V.

Ce module contient un microcontrôleur pour faire varier la largeur des impulsions, le rapport cyclique et la fréquence de répétition d'impulsions par seconde. Ce microcontrôleur est alimenté par une alimentation électrique de 5 Vcc est assurée par **TRACO TMS 06105** (220/5 V) et assure aussi une isolation galvanique aux réseaux électrique pour que notre circuit ne soit pas perturbé.

Les figures 3.28 et 3.29 représentent Une image du module de commande prise par logiciel **DESIGN SPARK PCB 6.0** ainsi que le module de commande réalisé respectivement.

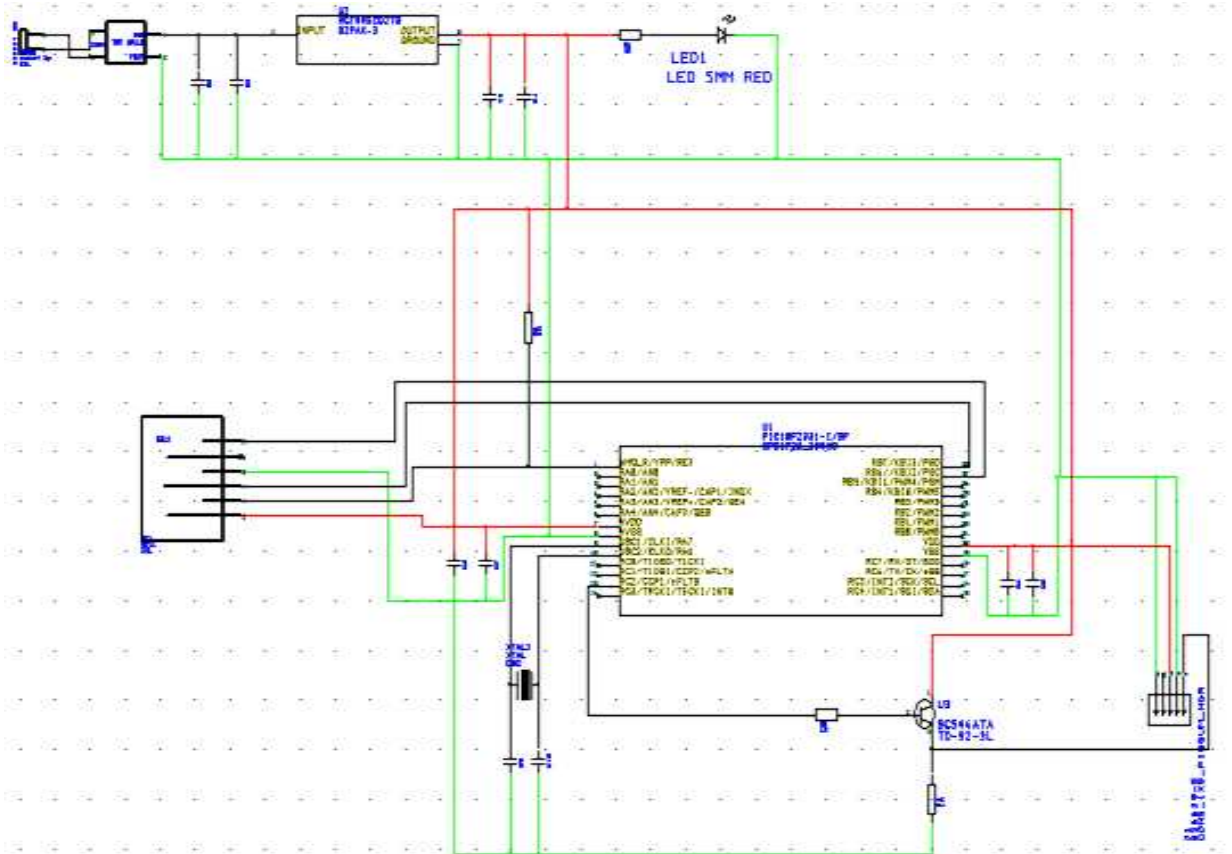


Fig.3.28. Module de commande de l'alimentation pulsée

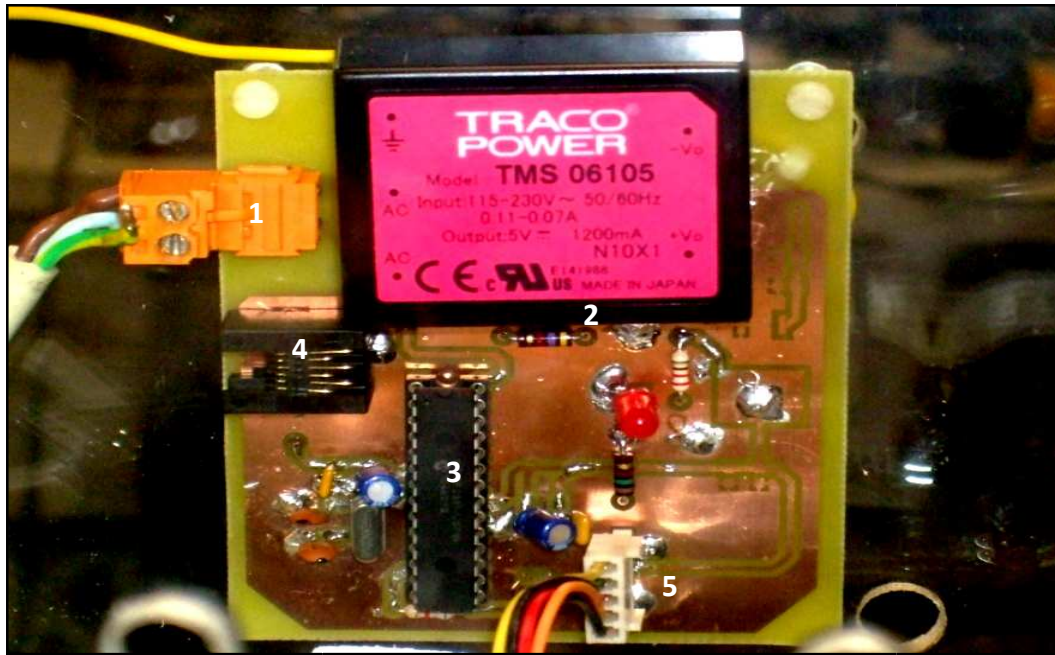


Fig.3.29. Module de commande réalisé

1. Alimentation 220 V, 2. Alimentation 5 V (TRACO POWER), 3. PIC18F2331, 4. Connexion de programmation de PIC, 5. Prise de commande de commutateur.

### 3.6.2. Microcontrôleur

Il a été établi que le contrôle précis des paramètres de l'impulsion est important pour les applications de champs électriques pulsés, surtout quand il est nécessaire d'optimiser un processus. Pour cette raison, nous avons opté pour l'utilisation d'un microcontrôleur pour envoyer un signal au circuit d'attaque du commutateur push-pull. Un microcontrôleur permet à l'utilisateur de contrôler la largeur d'impulsion, le temps entre deux impulsions successives ainsi que la fréquence de répétition. En outre, l'utilisateur peut programmer n'importe quelles séquences d'impulsions. Les critères de sélection du microcontrôleur sont: une fréquence d'horloge rapide qui permet un taux élevé d'instructions par seconde, un grand nombre de broches entrée/sortie. Sur la base de ces critères, le microcontrôleur PIC18F2331 par Microchip Technology Inc. a été choisi. Le PIC18f2331 a une fréquence d'horloge de 10 MHz et la capacité d'exécuter 2 millions d'instructions par seconde. Depuis le PIC18F2331 a une fréquence d'horloge de 10 MHz l'utilisateur a le contrôle complet en spécifiant la largeur d'impulsions, le temps entre deux impulsions successives et la fréquence de répétition.

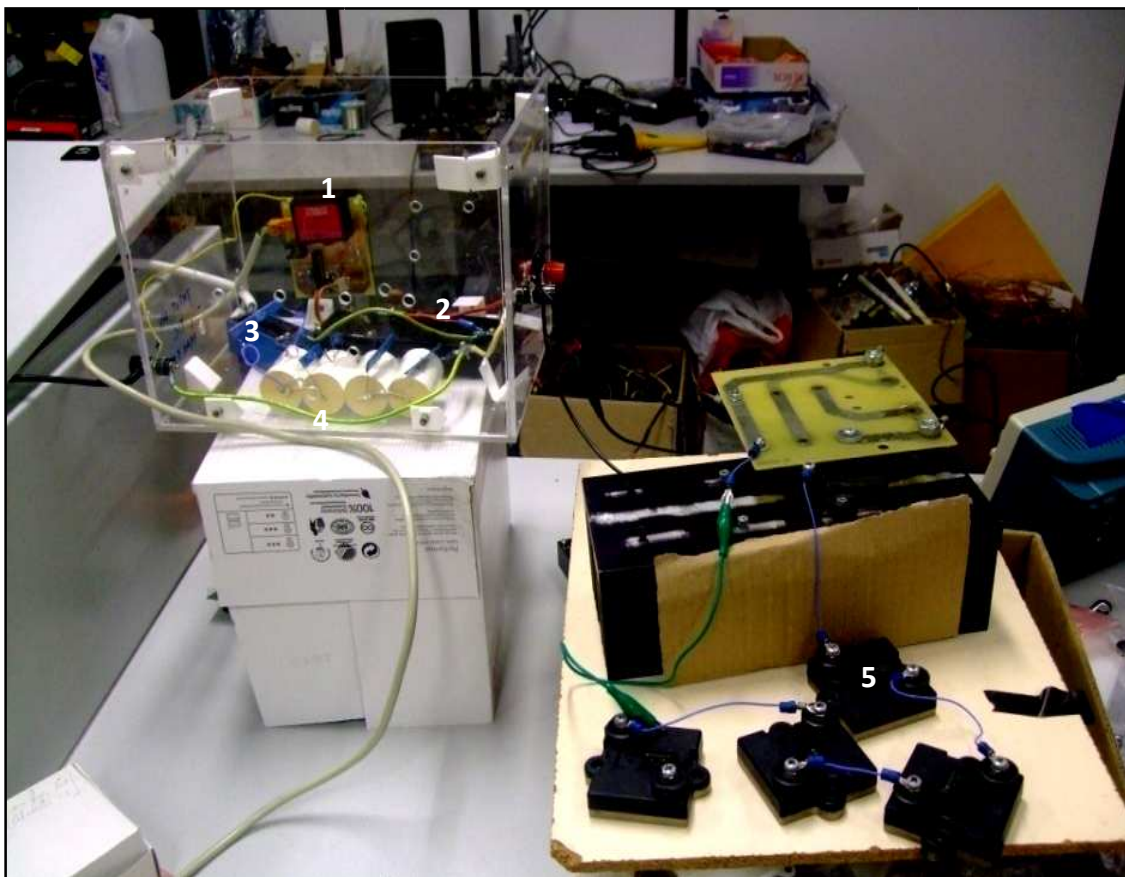
La Programmation du microcontrôleur a été faite directement par langage de programmation assembleur pour assurer un temps d'exécution rapide. Le logiciel **MPLAB IDE version 8.70** et le programmeur PICSTART Plus ont été utilisés pour programmer le microcontrôleur.

### 3.6.3. Module de puissance

Le module de puissance est constitué par :

- ❑ Une alimentation de haute tension continue pour charger les condensateurs.
- ❑ Des résistances de protection.
- ❑ Commutateur Demi-pont (half-bridge) constitué de deux MOSFET monté en série.
- ❑ La charge.

La figure 3.30 représente le module de puissance du générateur d'impulsions haute tension.



**Fig.3.30.Circuit de générateur d'impulsion haute tension**

1. Circuit de commande, 2. Commutateur, 3. Diode HT, 4. Condensateurs, 5. La charge

### 3.7. Formes d'onde d'impulsion obtenues

La figure 3.31 montre les oscillogrammes de forme d'onde d'impulsion pour différents valeurs de l'amplitude de tension et pour différentes valeurs de la durée d'impulsion.

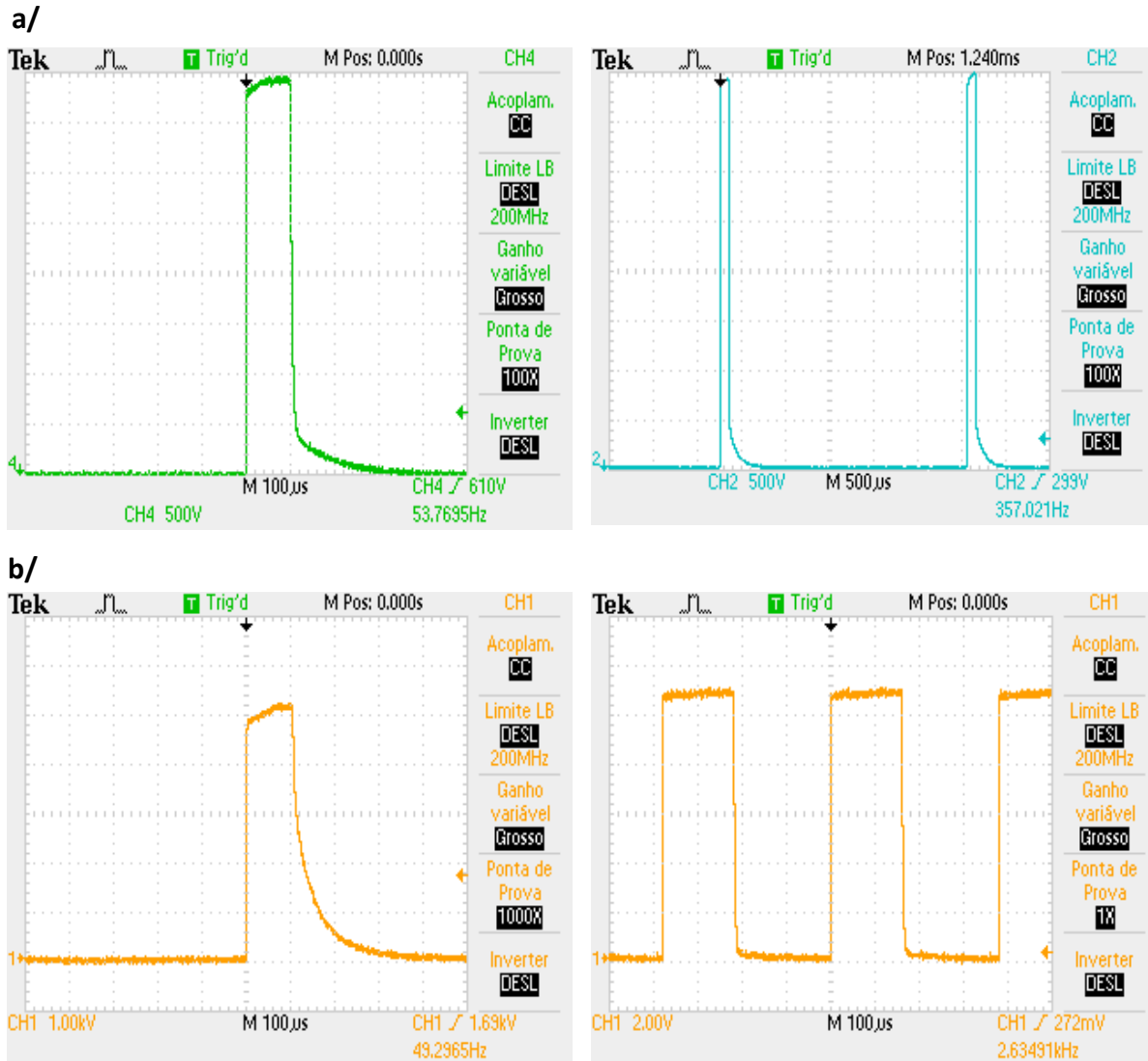


Fig.3.31. Oscillogrammes de la forme d'onde d'impulsion

a) 4 kV avec différentes durées d'impulsion; b) 100 µs avec différentes tensions

### 3.8. Étude de la chute de tension de l'impulsion

La chute de tension de l'impulsion représente la diminution de la tension d'entrée au cours de la délivrance de l'impulsion (figure 3.32). Ce paramètre représente un critère d'évaluation du générateur d'impulsion, le meilleur générateur étant celui qui présente une chute de tension minimale.

L'incapacité de l'alimentation représente la limitation de la source continue à recharger rapidement à nouveau le condensateur pour créer la même impulsion que les précédentes.

Dans cette partie, nous allons étudier l'effet de la capacité et la résistance de la charge sur la chute de tension ainsi que sur l'incapacité de l'alimentation.

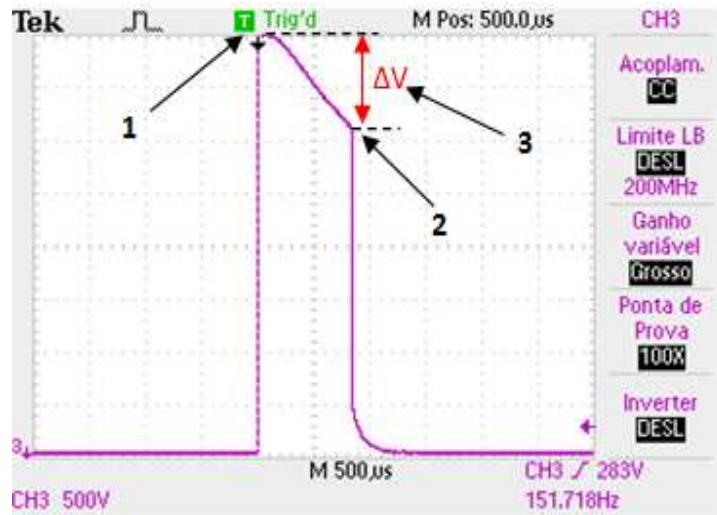


Fig.3.32. Oscillogramme représentant la chute de tension de l'impulsion

- 1) Tension fournie par l'alimentation, 2) Tension de l'impulsion, 3) Chute de tension de l'impulsion

### 3.8.1. Influence de la résistance de la charge

Nous avons utilisé dans cette expérience une alimentation de 1 kV avec différentes charges, différentes fréquences et différentes capacités. La figure 3.33 représente l'oscillogramme obtenu pour une charge de résistance  $R = 188 \Omega$  et une capacité de condensateur  $C = 0,25 \mu\text{F}$ .

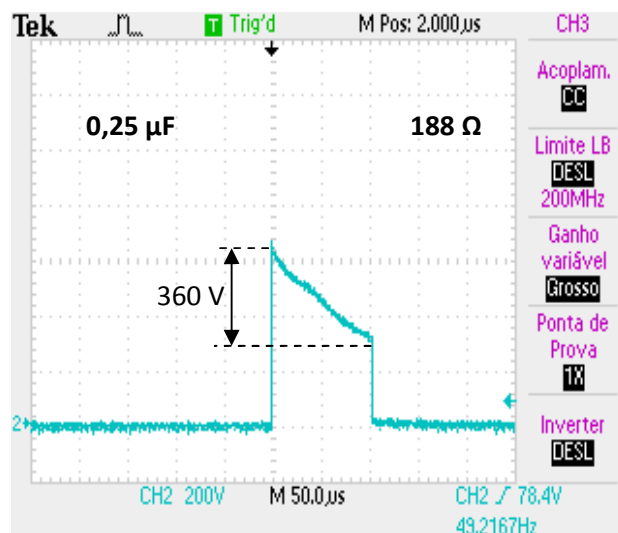


Fig.3.33. Oscillogramme de l'impulsion pour  $R = 188 \Omega$ ,  $C = 0,25 \mu\text{F}$



La chute de tension dans ce cas est élevée. En effet, l'alimentation n'a pas la capacité de charger le condensateur rapidement pour créer les impulsions suivantes, ce qui induit une grande diminution de l'amplitude d'impulsion, d'une valeur de 360 V.

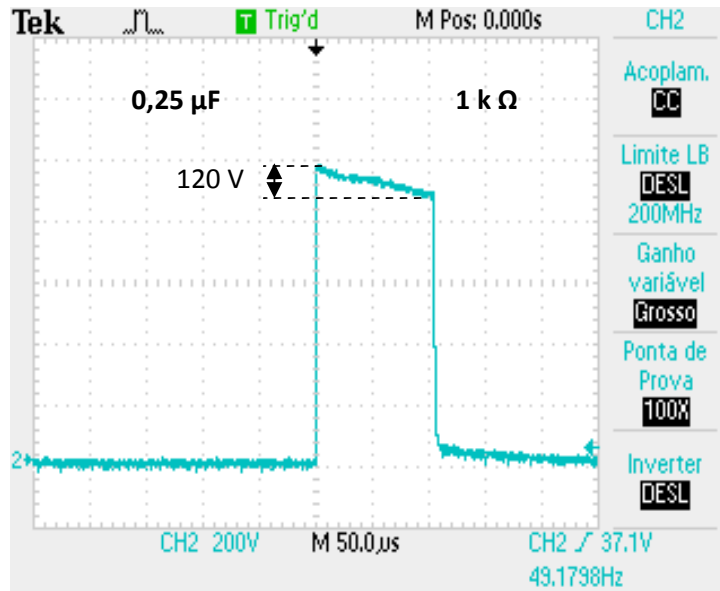


Fig.3.34. Oscillogramme de l'impulsion pour  $R = 1 \text{ k}\Omega$ ,  $C = 0,25 \text{ }\mu\text{F}$

En remplaçant la charge par une autre de résistance  $1 \text{ k}\Omega$ , la chute de tension dans ce cas a diminué de près de 120 V (Figure 3.34). L'alimentation a la capacité de charger le condensateur pour créer les impulsions suivantes. L'augmentation de la charge a diminué la chute de tension de l'impulsion.

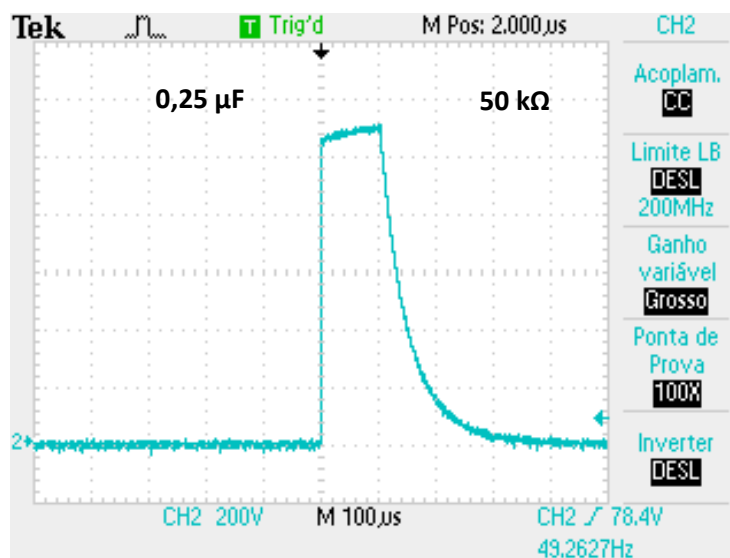


Fig.3.35. Oscillogramme de l'impulsion pour  $R = 50 \text{ k}\Omega$ ,  $C = 0,25 \text{ }\mu\text{F}$

Lorsque la résistance augmente encore plus pour atteindre 50 kΩ (Figure 3.35), la chute de tension est pratiquement nulle. La charge est devenue plus capacitive et influe négativement sur la forme d'impulsion qui présente une longue queue. Dans ce cas, l'alimentation a la capacité de charger le condensateur pour créer les impulsions suivantes. Les résultats expérimentaux confirment ceux obtenus par simulation.

La valeur de la chute de tension est liée fortement à la valeur de la charge (résistance de l'aliment à traiter). Ainsi, de petites valeurs de celle-ci provoquent une grande chute de tension à la charge ce qui nécessite une alimentation trop puissante pour conserver la même amplitude d'impulsion durant le traitement. Cependant les grandes valeurs de la résistance de la charge élimine la chute de tension mais déforme la forme d'onde d'impulsion. La technologie CEP est conçue pour des résistances modérées.

### 3.8.2. Influence de la capacité du condensateur

Les figures 3.36 ,3.37 et 3.38 représentent les oscillogrammes de tension d'impulsion pour deux différentes valeurs de la capacité à savoir 1 μF et 0,25 μF mais pour la même charge de 1 kΩ.

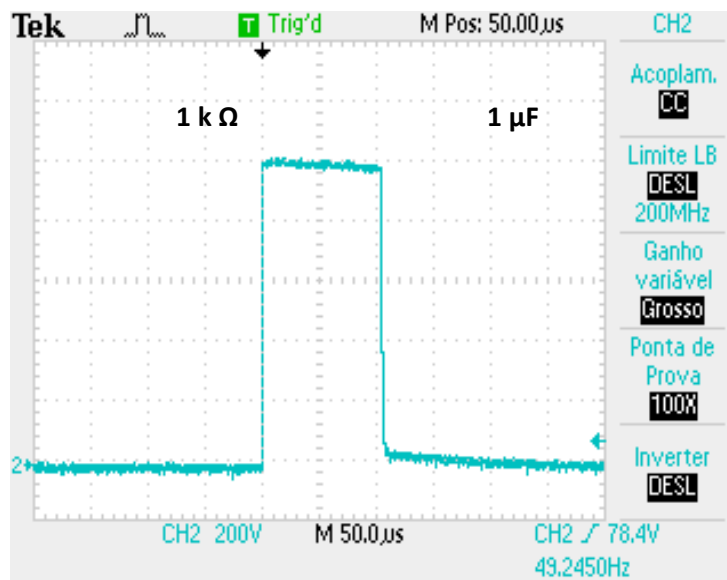


Fig.3.36. Oscillogramme de l'impulsion pour  $R = 1 \text{ k}\Omega$ ,  $C = 1 \text{ }\mu\text{F}$ ,  $f = 50 \text{ Hz}$



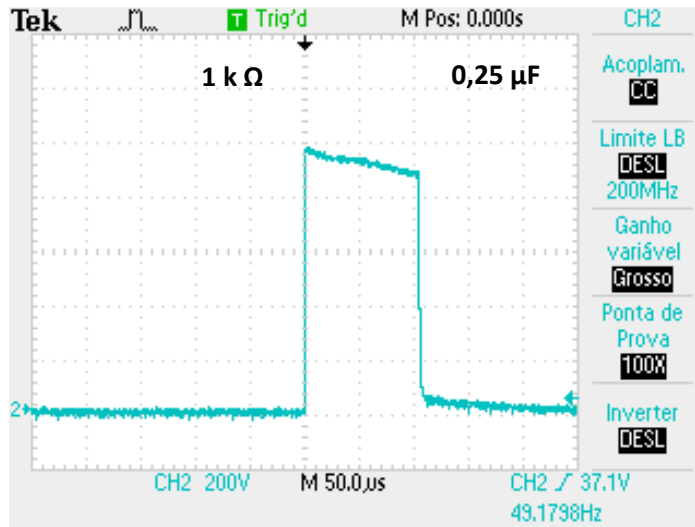


Fig.3.37. Oscillogramme de l'impulsion pour  $R = 1 \text{ k}\Omega$ ,  $C = 0,25 \text{ }\mu\text{F}$ ,  $f = 50 \text{ Hz}$

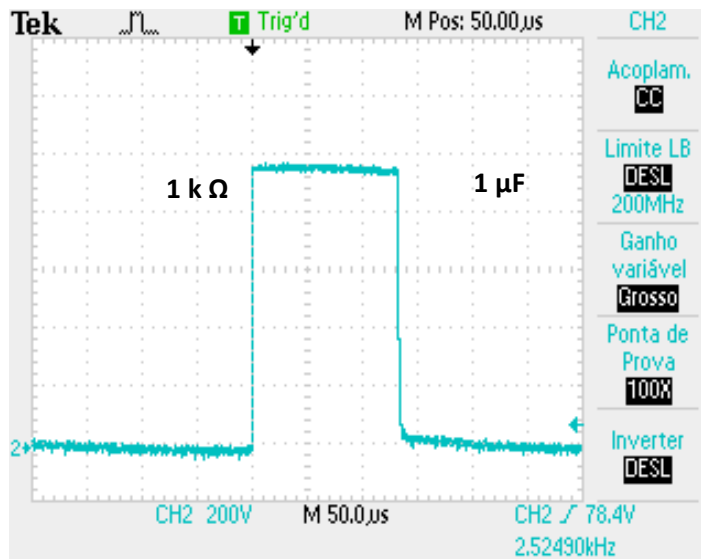


Fig.3.38. Oscillogramme de l'impulsion pour  $R = 1 \text{ k}\Omega$ ,  $C = 0,25 \text{ }\mu\text{F}$ ,  $f = 2,5 \text{ kHz}$

A partir de ces figures on peut conclure que la chute de tension de l'impulsion est inversement proportionnelle avec la valeur de la capacité utilisée pour créer l'impulsion. Une augmentation de la valeur de la capacité induit une diminution de la valeur de la chute de tension, cela étant du au fait que l'énergie emmagasinée est plus élevée. Par conséquent, afin d'éliminer la chute de tension de grandes valeurs de la capacité sont recommandées pour les générateurs.

### 3.8.3. Influence de la fréquence de répétition

Les figures 3.39 et 3.40 sont obtenues pour les mêmes valeurs de la capacité et la résistance de charge, mais pour deux valeurs de fréquence différentes. Elles représentent l'effet de la fréquence de répétition sur la limitation de l'alimentation utilisée.

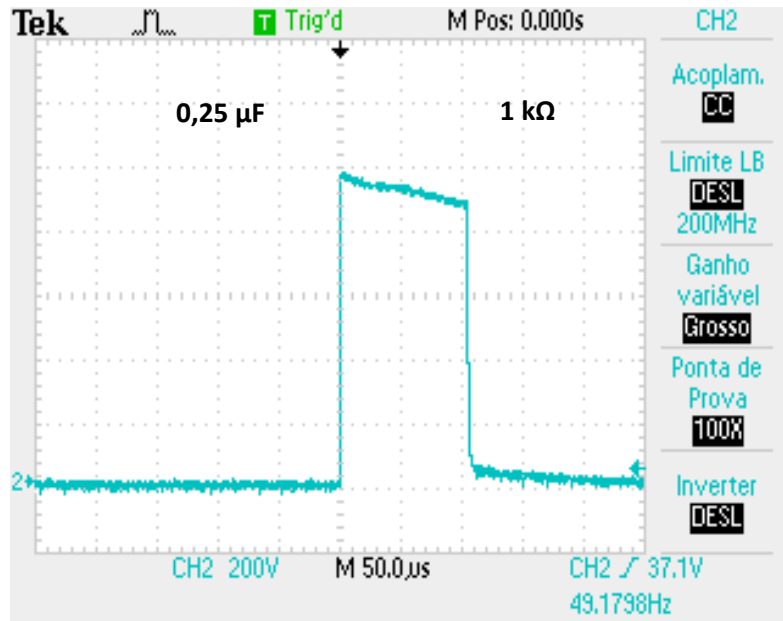


Fig.3.39. Oscillogramme de l'impulsion pour  $R = 1 \text{ k}\Omega$ ,  $C = 0,25 \text{ }\mu\text{F}$ ,  $f = 50 \text{ Hz}$

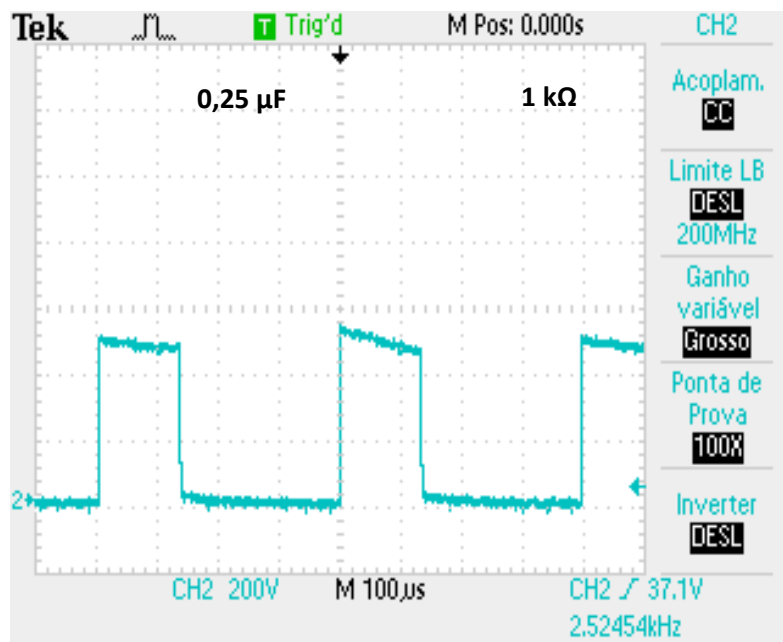


Fig.3.40. Oscillogramme de l'impulsion pour  $R = 1 \text{ k}\Omega$ ,  $C = 0,25 \text{ }\mu\text{F}$ ,  $f = 2,5 \text{ kHz}$

La chute de tension est élevée. L'alimentation n'a pas la capacité de charge suffisante pour créer les prochaines impulsions, l'amplitude d'impulsion diminue.

Lorsque nous utilisons la haute fréquence, l'alimentation n'a pas suffisamment de temps pour recharger le condensateur. La puissance de l'alimentation nécessaire sera très élevée et nous avons besoin dans ce cas d'une alimentation de grande puissance.

La haute fréquence est un problème car elle provoque une chute remarquable de l'amplitude d'impulsion au cours du traitement.

### 3.9. Conclusion

Nous avons abordé dans ce chapitre la réalisation de deux types de générateurs d'impulsion haute tension avec deux différents types de commutateurs.

Les deux générateurs réalisés dans cette partie de l'étude sont des générateurs Marx, le premier utilise un éclateur à air et le deuxième utilise un semi-conducteur à demi-pont (half-bridge).

L'avantage du deuxième générateur par rapport au premier est de délivrer des impulsions bien définies pour différentes fréquences avec un minimum d'énergie, qui va réduire le coût de traitement et augmenter la durée de vie de condensateur car une partie d'énergie emmagasiné dans le condensateur va être restituée vers la charge, le condensateur n'a pas besoin de se recharger de zéro pour créer l'impulsion suivante. L'inconvénient majeur de ce type de générateur est le coût élevé de commutateur qui est proche de 4 k€.

Par ailleurs, la simulation par logiciel PSPICE nous permis d'étudier et connaître les limites liées à la construction de générateurs par la topologie half-bridge qui est valable pour n'importe quelle réalisation d'un générateur d'impulsion haute tension.

L'étude préalable des caractéristiques du générateur d'impulsion en fonction des différents paramètres et la détermination de la valeur de la capacité adéquate pour l'application avant toute construction de générateur sont primordiales si on veut qu'il soit efficace et performant.

# Chapitre 4

## Etude expérimentale paramétrique de l'extraction de jus par CEP

## Etude expérimentale paramétrique de l'extraction de jus par CEP

### 4.1. Introduction

La demande actuelle des consommateurs s'oriente, de plus en plus, vers des produits alimentaires ayant les caractéristiques suivantes :

- Produits aussi proches que possible des produits frais,
- Produits rapides à préparer,
- Durée de conservation relativement longue.

Pour répondre à cette préoccupation, les industriels du secteur utilisent actuellement, principalement, des procédés thermiques, dont les inconvénients sont connus et significatifs:

- Dégradation des propriétés sensorielles,
- Perte de certaines propriétés nutritionnelles,
- Altération irréversible de la fonctionnalité de certaines molécules.

Ces inconvénients entraînent des différences qualitatives importantes entre les produits frais et les produits conservables.

En réponse à cette antinomie entre qualité et conservabilité, apparaissent actuellement des traitements alternatifs non thermiques. Il s'agit, essentiellement, de techniques mettant en jeu des hautes pressions, de la lumière pulsée (principalement de l'ultraviolet) ou des champs électriques pulsés. Ces nouvelles technologies font aujourd'hui l'objet de nombreuses recherches, à la fois fondamentales et appliquées. Parmi ces technologies, seules émergeront celles répondant aux souhaits des consommateurs et présentant les caractéristiques suivantes :

- Souplesse d'utilisation (facilité de mise en œuvre, capacité à traiter différents produits ...),
- Coûts d'investissement et d'exploitation raisonnables,
- Sécurité et reproductibilité du traitement.

Parmi ces techniques, celles mettant en jeu les champs électriques pulsés. La technique des champs électriques pulsés (en anglais « Pulsed Electric Fields » ou PEF) semble répondre de manière satisfaisante, et à un coût raisonnable, aux besoins évoqués précédemment. Les principales applications concernent l'extraction de métabolites ou de composés cellulaires (pigments, jus, ...) et la réduction de la contamination bactérienne pour augmenter la durée de vie des denrées alimentaires [4].

L'application d'un champ électrique pulsé a un effet sur les cellules vivantes traduit par un changement de la perméabilité de la membrane cellulaire. Ce processus est connu sous le nom « électroporation », pouvant être réversible ou irréversible. Les Processus réversibles peuvent être utilisés dans des applications d'insertion des médicaments alors que l'électroporation irréversible est utile pour les applications de traitement ou d'extraction [50].

#### **4.2. Extraction solide-liquide**

Historiquement, l'extraction solide-liquide est une opération très ancienne. L'homme a toujours cherché à exploiter les ressources naturelles dont il dispose. Cette opération était utilisée dans la préparation de produits alimentaires, pharmaceutiques, drogues, teintures ou parfums où elle prend des dénominations différentes.

L'extraction solide-liquide est l'opération fondamentale qui a pour but d'extraire, de séparer, de dissoudre soit par pression mécanique, par immersion soit par percolation d'un liquide, un ou plusieurs composants (liquide ou solide) mélangés à un solide. C'est une opération de transfert ou d'échange de matière entre une phase solide qui contient la matière à extraire et une phase d'extraction.

#### **4.3. Extraction solide-liquide par pression**

Le produit à presser est supporté par une paroi ou une toile permettant le passage du liquide. On procède tout d'abord à un broyage qui permet d'abaisser la résistance au passage du jus. L'extraction par pression consiste ensuite à faire sortir le liquide de la masse poreuse sous l'effet d'une diminution de volume de l'ensemble. Ce procédé est réservé, la plupart du temps, aux variétés de fruits ou de végétaux comme oranges, citrons, mandarines, carotte, pomme, les huiles...).

Les mécanismes de base sont donc:

- la déformation de la cellule via une déformation au niveau de la membrane cellulaire par

l'application de la pression;

- l'écoulement du liquide à travers ce milieu poreux.



Fig. 4.1. Extraction en utilisant une pression hydraulique

Ce procédé comporte plusieurs côtés négatifs :

1. Le produit pressé à froid a souvent une **durée de vie courte** (environ six mois).
2. Les outils nécessaires doivent être remplacés régulièrement.
3. Il nécessite « un bon apprentissage », donc une **main d'œuvre coûteuse**
4. Ainsi, on peut en conclure que la **rentabilité est moindre par rapport aux procédés actuels**.

#### 4.4. Effet de l'impédance de l'aliment sur le procédé de CEP

L'impédance est la propriété d'un matériau à ralentir le passage d'un courant électrique. Elle est souvent désignée par la lettre **Z** et son unité de mesure est l'ohm (symbole :  $\Omega$ ).

Plusieurs expériences ont été effectuées pour analyser l'influence de l'impédance du produit à traiter. Nous avons utilisé plusieurs valeurs de résistance.

Les figures 4.2a-4.2e représentent le comportement du champ électrique pulsé (type de l'impulsion) pour différentes valeurs de l'impédance du produit alimentaire pour une capacité de  $1 \mu\text{F}$ .

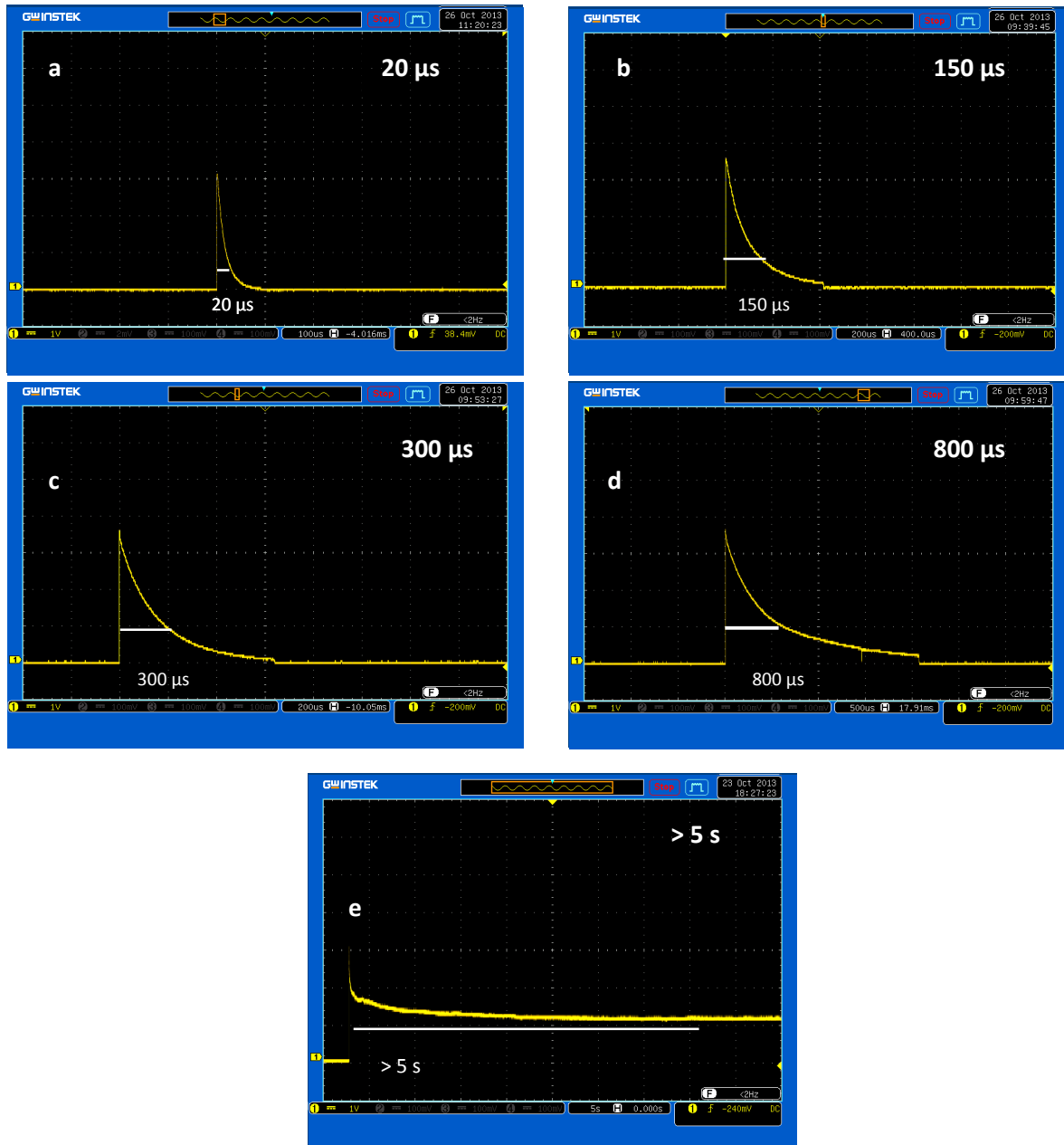


Fig.4.2. Durée de l'impulsion pour différentes valeurs de l'impédance de la charge pour  $C = 1 \mu\text{F}$

a)  $20 \Omega$  , b)  $150 \Omega$  ,c)  $300 \Omega$  ,d)  $800 \Omega$  ,e)  $5 \text{ M}\Omega$

A partir des ces figures, il apparait clairement que l'impédance des aliments joue un rôle essentiel dans le procédé de champ électrique pulsé. L'augmentation de l'impédance conduit à une difficulté remarquable pour la décharge du condensateur et création de



l'impulsion à cause de l'augmentation de la durée de décharge qui dépend de la constante de temps de décharge  $\tau = RC$ . Par la suite on obtient un traitement inefficace de produit alimentaire (figure 4.2e), car ce n'est plus un champ de courte durée.

Le procédé de champ électrique pulsé est un procédé applicable à des aliments ayant une impédance modérée. Dans la plupart des cas, la notion de la conductivité  $\gamma$  (ou la conductance électrique  $G$ ) est souvent utilisée pour les traitements liés à l'application de CEP, une impédance élevée correspondant à une conductivité (conductance) faible.

En général, les aliments dont la conductivité électrique est élevée sont difficiles à traiter car ils génèrent de faibles champs électriques dans leurs chambres de traitement en raison du courant élevé produit pendant le traitement CEP de ces produits. Dans ce cas, la pasteurisation du produit alimentaire à forte conductivité électrique peut être réalisée avec une faible efficacité.

$$J = \sigma E \Rightarrow E = \frac{J}{\sigma}$$

Où  $E$  : champ électrique : conductivité électrique et  $J$  : densité de courant.

D'autre part, les produits à faible conductivité sont généralement plus sensibles à un traitement CEP efficace. La conductivité électrique est liée à l'efficacité de l'énergie transférée au cours du traitement CEP.

#### **4.5. Etude expérimentale de l'extraction**

Différentes méthodes sont traditionnellement utilisées pour augmenter le degré de transfert de masse : le chauffage, le séchage osmotique, déshydratation par congélation, bris alcaline, le traitement enzymatique. Auparavant, la méthode de traitement de champ électrique (courant continu et alternatif à la fois) a également été proposée pour augmenter le transfert de masse cellulaire (connu sous le nom **électroporation cellulaire**). Les méthodes d'électroporation se sont avérées efficaces pour augmenter le rendement en jus et pour améliorer la qualité des produits dans la production de jus, le traitement de légumes, traitement des denrées alimentaires, la vinification et la production de sucre.

Mais toutes ces applications de champ électrique sont généralement limitées par une forte augmentation incontrôlée de la température des tissus cellulaires qui conduit à la détérioration de la qualité du produit (caractéristiques organoleptiques) liées au goût et la valeur nutritive de produit.

Par ailleurs, l'application de CEP prévoit une possibilité de régulation fine de la puissance électrique et peut entraîner des perméabilisation efficaces des membranes cellulaires, sans élévation de température importante.

Une des méthodes émergentes et prometteuses est le CEP combiné à l'application de la pression, qui permet une intensification significative de rendement pour le jus extrait.

#### 4.5.1. Choix de la pression d'extraction

L'objectif de cette partie fut de déterminer la pression de travail optimale à utiliser durant les expériences. A cet effet, on a fixé les paramètres liés au champ électrique pulsé constants ( $E = 3 \text{ kV/cm}$ ,  $n = 100$  et  $\tau = 30 \mu\text{s}$ ) et nous avons varié la pression d'extraction. Les résultats obtenus sont montrés au tableau 4.1.

Tableau.4.1.Taux d'extraction de jus en fonction de la pression

Pression ( $\text{kg/cm}^2$ )	20	40	60	80	100
Echantillon de contrôle	14,75	17,99	20,52	21,32	21,35
Echantillon traité par CEP	32,67	35,75	35,35	38	38,2

Pour toutes les expériences qui vont suivre, nous avons opté une pression de  $100 \text{ kg/cm}^2$ . Une pression trop élevée endommage le mécanisme d'extraction.

L'observation visuelle de la patte pressée de carotte et de betterave a montré que les échantillons traités par CEP sont beaucoup moins volumineux que ceux non -traités. Les échantillons traités ont été beaucoup plus comprimés que les échantillons non traités (Figure 4.3). Ceci est indicatif à la perturbation de la structure cellulaire des plantes à la suite d'électroporation de la membrane cellulaire.

Par ailleurs, plus de jus a été extrait de la purée d'aliment traitée par CEP comme indiqué aux figures 4.3 et 4.4 respectivement pour la carotte et la betterave. Le pressage a été effectué à l'aide d'une presse hydraulique (Mega, 15 tonnes) (Figure 4.5).

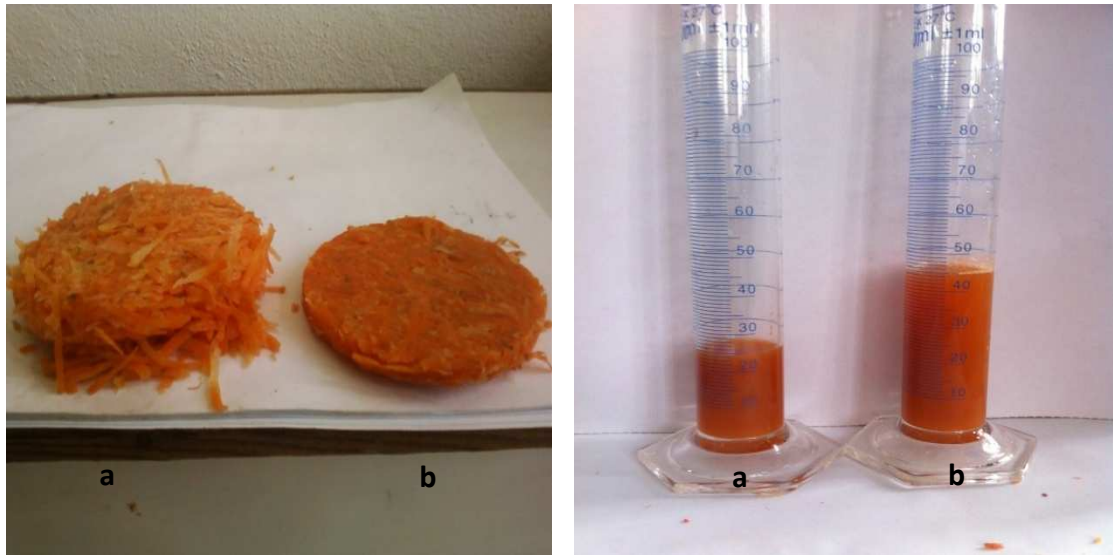


Fig.4.3. Illustration des quantités relatives de jus extraits et pâte de carotte après pressage

a) Echantillon de contrôle, b) Echantillon traité par CEP

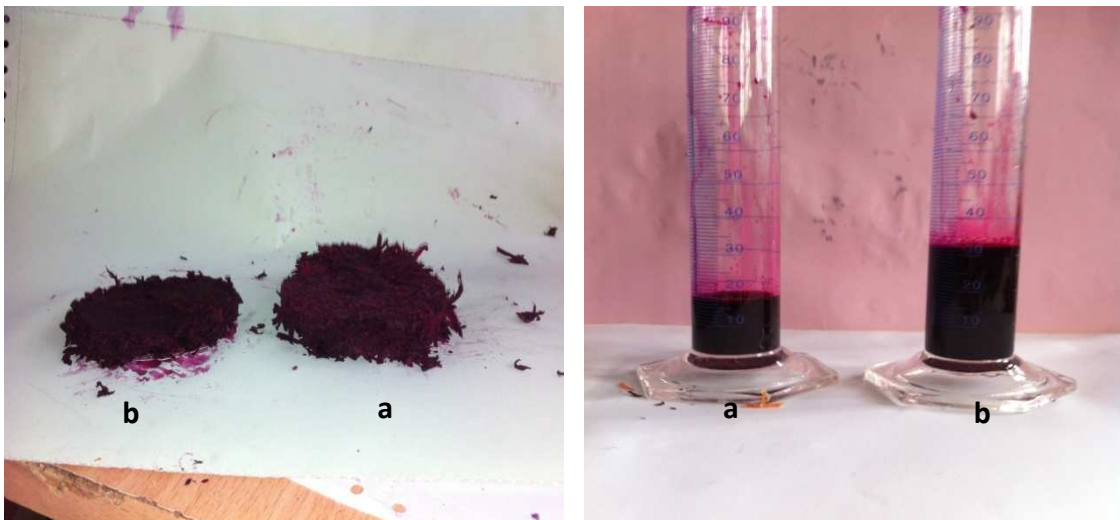


Fig.4.4. Illustration des quantités relatives de jus extraits et pâte de betterave après pressage

a) Echantillon de contrôle, b) Echantillon traité par CEP



Fig.4.5. Presse Hydraulique utilisés pour l'extraction

Le pré-traitement par CEP de la pâte de carotte est suivi par l'application d'une pression de  $40 \text{ kg/cm}^2$ , à la température ambiante, pendant une durée de 5 min. Le traitement par CEP a donné lieu à une augmentation significative de la quantité de jus.

#### 4.5.2. Procédure expérimentale

Toutes les expériences ont été réalisées en maintenant certains facteurs constants pour toute l'étude:

- Fréquence de répétition d'impulsion  $f = 1 \text{ Hz}$ ,
- Une pression constante  $P = 100 \text{ kg/cm}^2$
- Durée totale de l'expression mécanique  $t = 300 \text{ s}$ .
- Intervalle inter-électrodes de la chambre de traitement soit égal à 20 mm.

Les facteurs qui ont été variés sont :

- Intensités de champ électrique  $E$  entre 1 et 4 kV/cm,
- Durée d'impulsion entre  $\tau = 20$  et  $\tau = 80 \mu\text{s}$ ,
- Nombre d'impulsions entre  $n = 25$  et  $n = 200$ ,

Le **jus de carotte** qui est produit à partir de carottes, est une excellente source de bêta-carotène, dont une partie est transformée en vitamine A dans l'organisme. 100 g de carotte couvrent 80% de l'apport journalier recommandé en vitamine A. Le jus de carotte

apporte aussi en bonnes quantités des vitamines B6 et K, ainsi que B1, B2, B3, C et E et de nombreux minéraux, notamment du fer, du phosphore et du potassium.

La carotte a été choisie comme objet de la présente étude vu qu'elle contient une quantité significative de jus. Des carottes « **Muscade** » fraîches de bonne qualité ont été achetées au marché local et entreposés dans un réfrigérateur à 4°C jusqu'à utilisation. Afin d'exclure les effets liés à l'hétérogénéité du matériau, les échantillons ayant approximativement la même taille et un degré de maturité ont été sélectionnés pour les expériences. La Pâte carotte a été obtenue en utilisant un broyeur domestique, ensuite des échantillons de même masse de 60 g ont été utilisés. L'échantillon est introduit dans la chambre de traitement cylindrique, celle-ci étant utilisé à la fois pour le traitement par CEP et ensuite placée dans la presse pour l'extraction du jus. La teneur en humidité initiale de carottes était comprise entre 87 et 92%.

#### **4.5.3. Procédure de mesure de la teneur en humidité H**

La teneur en humidité est la quantité d'eau contenue initialement dans un échantillon de matière.

En fonction du principe de mesure utilisé, les méthodes de mesure peuvent être regroupées sous les catégories rationnelles suivantes:

- Méthodes thermogravimétriques,
- Méthodes chimiques,
- Méthodes spectrométriques,
- Autres.

La méthode thermogravimétrique (séchage à l'étuve) que nous avons opté pour la détermination de la teneur en humidité de la pâte de carotte et la pâte de betterave est une méthode de pesage-séchage, où les échantillons sont séchés jusqu'à ce qu'ils atteignent un poids stable. La perte de masse est interprétée comme humidité libérée.

Le principe de séchage à l'étuve est simple :

1. Placer une quantité déterminée du matériau humide à tester dans une boîte,
2. Peser l'ensemble ( $P_h$ ) et l'introduire dans une étuve pendant 24 heures sous une température de 105°Celsius,

3. Après séchage, on pèse l'ensemble une seconde fois ( $P_s$ ),
4. Déduire les masses humide et sèche de l'échantillon et calculer la teneur en humidité H.

$$H(\%) = \frac{P_e}{P_h} \times 100 \% = \frac{P_h - P_s}{P_h} \times 100 \%$$

Avec :

$P_e$  : Masse d'eau dans l'échantillon.

$P_h$  : Masse humide de l'échantillon.

$P_s$  : Masse sèche de l'échantillon.

#### 4.5.4. Analyse de l'influence de la valeur du champ électrique

L'étude consiste à fixer trois paramètres (nombre d'impulsions, durée d'impulsion et la fréquence de répétition) et faire varier l'intensité du champ électrique, pour une distance entre les deux électrodes de la chambre de traitement ( $e$ ) fixée à 20 mm. La figure 4.6 montre l'effet de champ électrique pulsé (CEP) sur le taux d'extraction de jus de carotte ( $n = 100$ ,  $\tau = 30 \mu s$  et  $f = 1 \text{ Hz}$ ).

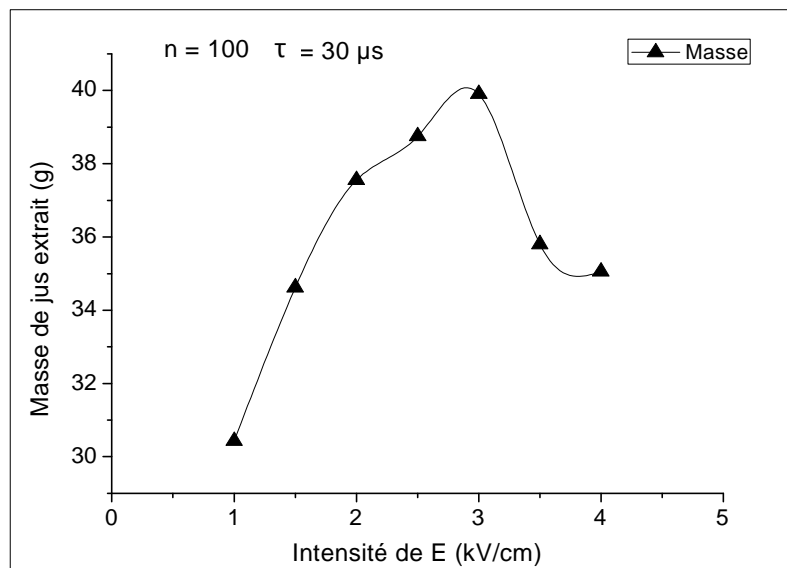


Fig.4.6. Taux d'extraction de jus en fonction du champ électrique

La figure 4.6 montre que la quantité de jus extraite augmente de plus en plus avec l'accroissement du champ électrique à cause d'une forte perméabilisation de la membrane cellulaire. Cet effet s'arrête à partir d'une certaine valeur limite du champ électrique, égal à 3 kV/cm dans notre cas. Au delà de cette valeur, l'électroporation n'est plus efficace et le traitement par CEP devient négatif. Ceci s'explique par le fait que l'effet de perméabilisation atteint souvent une valeur maximale dite de saturation où la membrane cellulaire est complètement électroporée provoquant une diminution de la masse de jus à cause de l'énergie trop élevée injectée à l'intérieur de cellule.

#### 4.5.5. Analyse de l'influence du nombre d'impulsion ( $n$ )

En plus du champ électrique, l'autre paramètre qui peut avoir une influence est le nombre d'impulsions auquel l'aliment est exposé. La figure 4.7 montre les résultats obtenus de la masse de jus extraite en fonction du nombre d'impulsions, pour des valeurs constantes de  $E = 3 \text{ kV/cm}$  et  $\tau = 30 \mu\text{s}$ .

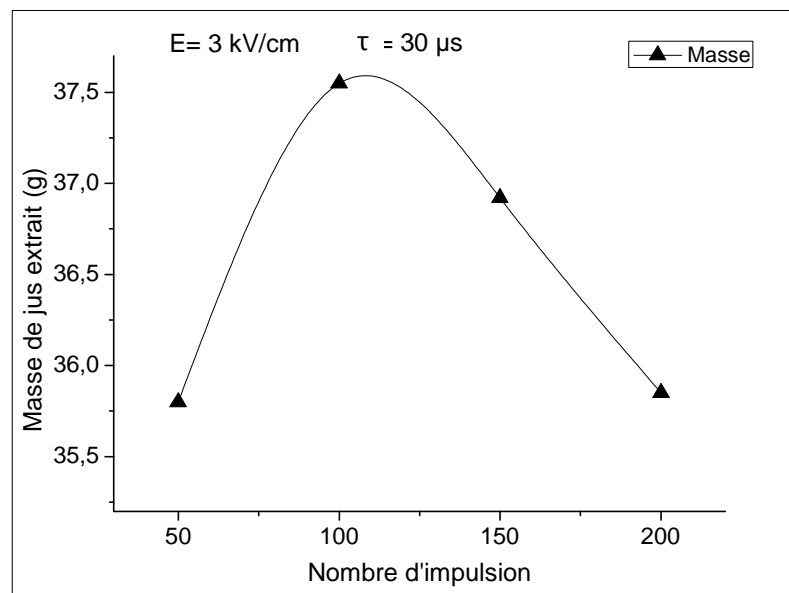


Fig.4.7. Masse de jus en fonction du nombre d'impulsions

Le nombre d'impulsion est un paramètre important dans la technologie de champ électrique pulsé (CEP) car il est lié directement à l'énergie fournie à l'aliment durant le traitement.

Le nombre d'impulsion appliquée à l'aliment durant le traitement peut donner un effet négatif sur le rendement de jus extrait. La quantité de jus augmente avec l'augmentation de

nombre d'impulsions jusqu'à une certaine valeur de 100 pour notre cas. Au-delà de cette valeur la quantité de jus extraite devient inversement proportionnelle au nombre d'impulsions. Cela signifie que la quantité d'énergie de traitement plus grande que nécessaires se traduit par une électroporation totale du tissu biologique et la mort biologique de la cellule (Figure 4.7).

#### 4.5.6. Analyse de l'Influence de la durée d'impulsion $\tau$

La figure 4.8 montre les résultats obtenus de la masse de jus extrait en fonction de la durée d'impulsion, en gardant le champ et le nombre d'impulsions constants ( $E = 3 \text{ kV/cm}$ ,  $n = 100$ ).

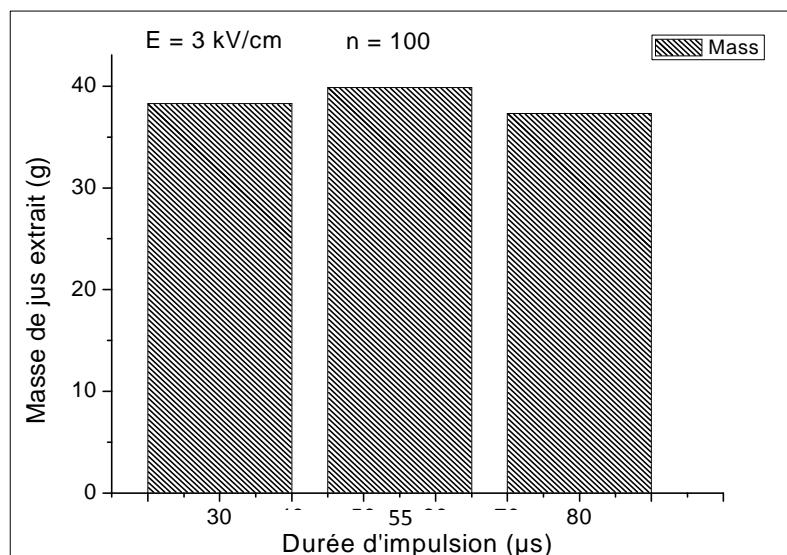


Fig.4.8. Masse de jus en fonction de durée d'impulsions

La durée d'impulsion représente le temps de traitement appliqué à l'aliment durant la délivrance d'une impulsion. L'efficacité d'extraction de jus augmente avec l'augmentation de la durée de l'impulsion jusqu'à une valeur de  $55 \mu\text{s}$  puis diminue (figure 4.8).

Pour atteindre une même efficacité d'électroporation, la durée d'impulsion est souvent inversement proportionnelle. Ainsi, des champs électriques de quelques centaines de volts par centimètre avec une durée de l'ordre de la milliseconde ou des champs électriques de quelques kilovolts par centimètre pour une durée de l'ordre de la microseconde, peuvent délivrer une même énergie. En résumé, l'effet de l'augmentation de



la durée d'impulsion conduit à une augmentation incontrôlable de la température qui peut détruire les caractéristiques organoleptiques de l'aliment et diminue la quantité de jus.

#### **4.6. Procédure expérimentale d'extraction de jus de betterave**

Depuis qu'il a été montré que la consommation de jus de betterave pouvait avoir un impact sur la performance des sportifs, la betterave fait l'objet d'un regain d'intérêt dans le monde sportif. La betterave peut se consommer crue, cuite ou en jus. L'apport énergétique d'une betterave est plus élevé que celui de la majorité des légumes.

Le jus de betterave est très riche en vitamines dont la **vitamine A**, les vitamines du groupe **B**, et la vitamine **C** ; il contient aussi du **Fer** et un peu de Calcium ; également de l'**acide folique** (vitamine B9) qui peut favoriser un taux stable de Fer dans le sang.

Le jus de betterave riche en bétanine qui est utilisé comme additifs alimentaires et est autorisé au niveau mondial sous le code E162.

Plusieurs betteraves fraîches ont été sélectionnées pour les expériences et stockées à 4°C jusqu'à utilisation. La Pâte de betterave a été obtenue en utilisant un broyeur domestique pour préparer des échantillons d'environ 60 g qui sont ensuite introduits dans une chambre de traitement cylindrique qui a été utilisée à la fois pour le traitement à haute tension et l'extraction du jus. La teneur en humidité initiale dans la betterave était comprise entre 47-58% sur une base humide.

Nous avons adopté la même procédure expérimentale que celle utilisée pour l'extraction de jus de carotte. Les mêmes facteurs ont été analysés, à savoir : le champ électrique (E), nombre d'impulsion (n) et la durée d'impulsion ( $\tau$ ).

##### **4.6.1. Analyse de l'influence de la valeur du champ électrique**

La même procédure expérimentale que nous avons utilisé dans l'étude paramétrique de l'extraction de jus de carotte, a été aussi adoptée pour l'extraction de jus de betterave. L'épaisseur de la pâte qui correspond à l'espace entre les électrodes de la chambre de traitement dans ce cas est aussi égale à 20 mm.

La figure 4.9 montre l'effet de champ électrique pulsé sur le rendement d'extraction de jus de betterave en gardant les facteurs  $n=100$  impulsions et  $\tau = 20 \mu s$  constants.

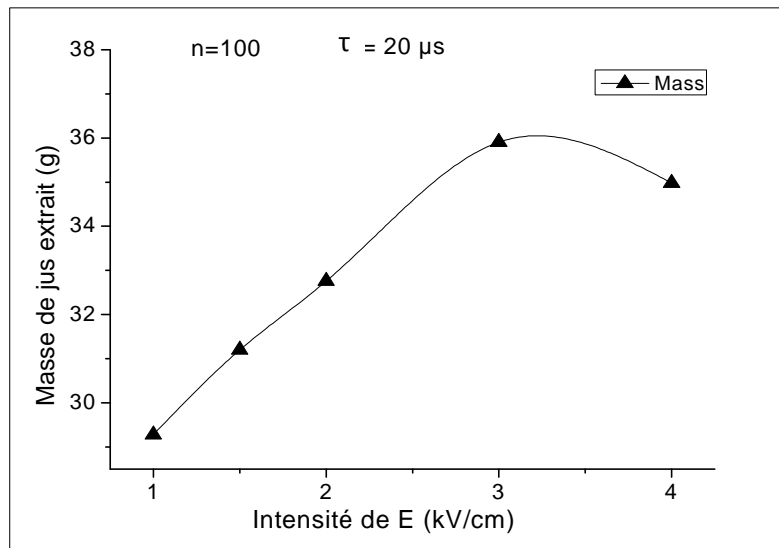


Fig.4.9. Taux d'extraction de jus en fonction du champ électrique

#### 4.6.2. Analyse de l'influence du nombre d'impulsion ( $n$ )

Le champ électrique pulsé n'est pas le seul paramètre qui rentre en jeu, également il y'a le nombre d'impulsions auquel est exposé l'aliment. C'est un paramètre très important qui permet d'avoir un rendement optimal avec une énergie minimale. L'effet du nombre d'impulsions sur la quantité de jus extraite est illustré dans la figure 4.10, en gardant les facteurs  $E = 3 \text{ kV/cm}$  et  $\tau = 20 \mu\text{s}$  constants.

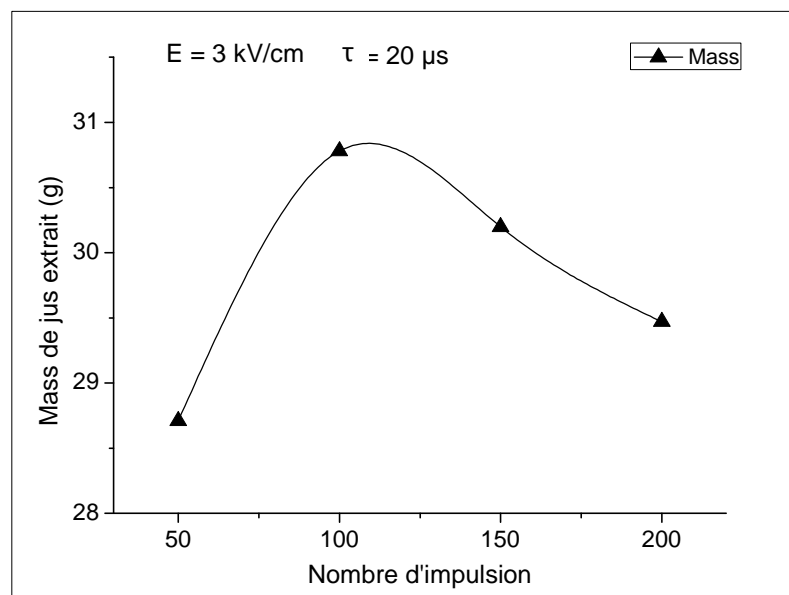


Fig.4.10. Masse de jus en fonction du nombre d'impulsions

### 4.6.3. Influence de la durée d'impulsion $\tau$

Le résultat de la variation de quantité de jus de betterave extraite en fonction de la durée d'impulsion  $\tau$  est rapporté à la figure 4.11, en gardant  $E = 3 \text{ kV/cm}$  et  $n = 100$  impulsions constants.

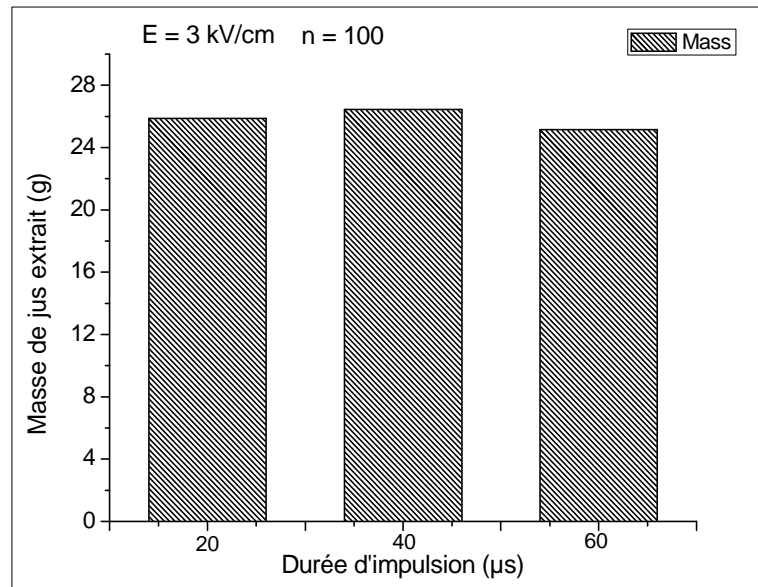


Fig.4.11. Masse de jus en fonction de différentes valeurs de  $\tau$

L'étude paramétrique de l'extraction de jus de betterave semble être similaire à l'étude de l'extraction de carotte. La durée d'impulsion change d'un aliment à un autre en fonction de l'impédance propre de l'aliment lui-même. L'étude de l'extraction de jus de betterave nous a montré les mêmes résultats obtenus que dans le cas de l'extraction de jus de carotte.

### 4.7. Consommation d'énergie au cours du traitement CEP

Lors d'un traitement CEP, la matière alimentaire est placée entre deux électrodes formant une chambre de traitement et des impulsions haute tension répétitives sont appliquées à travers le système afin de parvenir à la dégradation de la membrane.

L'énergie appliquée à l'aliment est l'un des paramètres les plus importants dans le processus de CEP. L'application d'une énergie plus grande que nécessaire provoque la mort cellulaire et une élévation de température qui déclenche un traitement thermique et rend le

traitement inefficace. D'autre part, un niveau d'énergie trop faible peut conduire à un traitement inefficace. L'application d'une valeur d'énergie appropriée est donc essentielle.

Dans cette thèse, les pâtes de carotte et de betterave ont été traitées avec des impulsions exponentielles décroissantes. L'énergie totale de traitement  $W$  peut être calculée en utilisant l'équation 4.1 :

$$W = 0,5 C V^2 \times n \quad 4.1$$

Avec :

$W$  : Energie consommée durant le traitement en Joule,

$C$  : Capacité du condensateur,

$V$  : Tension de traitement (tension appliquée à la chambre de traitement),

$n$  : Nombre d'impulsion exposé à l'aliment.

L'équation (4.1) montre que l'énergie de traitement est proportionnelle avec le nombre d'impulsions et la valeur de champ électrique pulsé. Il est important d'observer que l'augmentation du nombre d'impulsions conduit à une augmentation de consommation d'énergie.

Afin d'analyser l'influence de l'énergie, nous avons tracé aux figures 4.12 et 4.13 l'efficacité de l'électroporation, en termes de masse de jus extraite, en fonction de l'énergie délivrée aux échantillons de pâtes de carotte et de betterave. Nous avons fixé les valeurs du champ électrique ( $E = 3 \text{ kV/cm}$ ) pour une valeur de capacité de  $1 \mu\text{F}$  et nous avons varié le nombre d'impulsions.

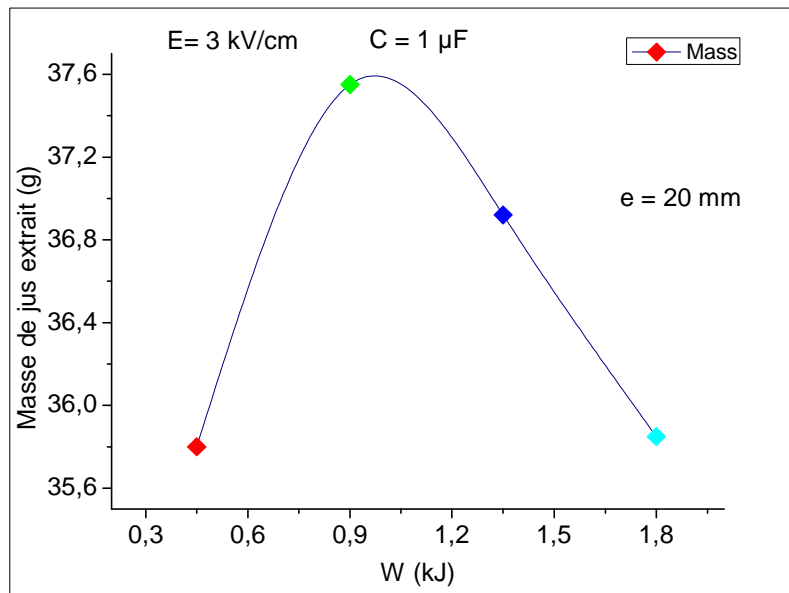


Fig.4.12. Masse jus de carotte extrait en fonction de l'énergie

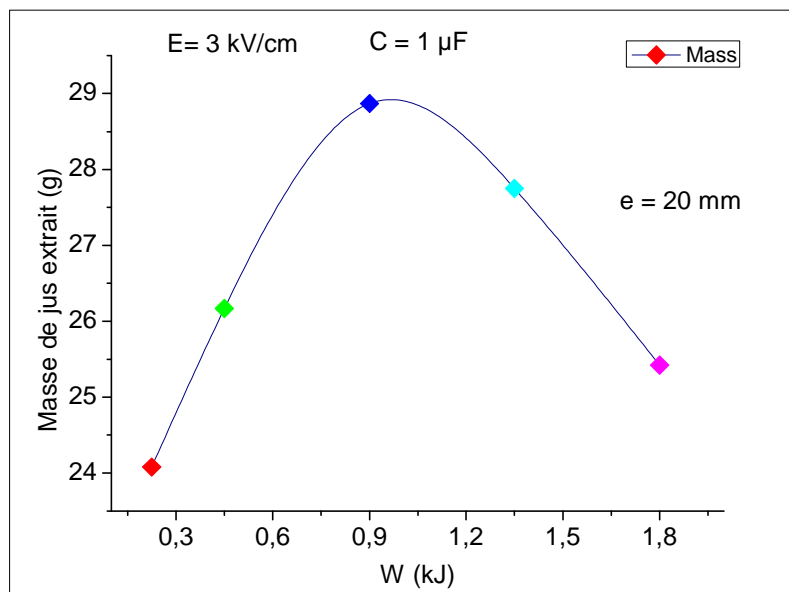


Fig.4.13. Masse jus de betterave extrait en fonction de l'énergie

L'énergie totale consommée durant le traitement par champ électrique pulsé n'est pas trop élevée car la technologie CEP utilise des valeurs de CEP élevé correspondant à des durées d'impulsion très courtes qui sont de l'ordre de la microseconde, ce qui représente l'un des avantages de l'utilisation de la technologie CEP.

Par ailleurs, l'efficacité d'extraction augmente avec l'accroissement de l'énergie puis diminue lorsqu'il y a un excès de l'énergie apportée à la cellule et par la suite une diminution de masse de jus extrait.

#### **4.8. Etude de l'efficacité de l'électroporation par l'analyse de la coloration du jus de betterave**

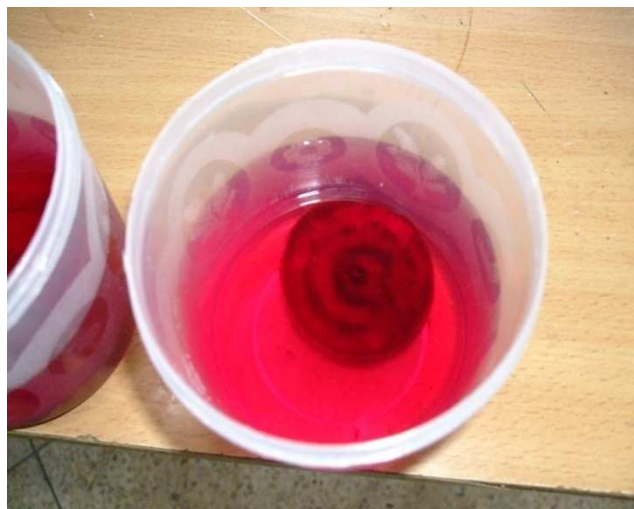
##### **a) Procédure expérimentale**

On découpe un échantillon de betterave de 70 mm de diamètre et 20 mm d'épaisseur (figure 4.14) qu'on met dans la chambre de traitement remplie d'eau puis on applique le champ électrique pulsé pour des valeurs de 1 kV/cm , 2 kV/cm et 3 kV/cm, pour un nombre d'impulsions  $n = 30$  maintenu constant durant les expériences.



**Fig.4.14. Echantillon de betterave utilisé pour l'expérience**

Après un prétraitement par CEP, on immerge l'échantillon dans 250 ml d'eau distillée (Figure 4.15).



**Fig.4.15. Echantillon de betterave traité par CEP dans de l'eau distillée**

Les échantillons précédemment traités sont comparés avec un autre échantillon sans traitement par CEP dit échantillon de contrôle.

Les résultats obtenus pour les trois valeurs du champ électrique sont montrés à la figure 4.16.



**Fig.4.16. Différence de la coloration obtenue en fonction du champ électrique**

L'observation visuelle montre que les échantillons traités par (CEP) sont fortement colorés comparativement à l'échantillon non traité.

En outre, le degré de coloration dépend de l'intensité du champ électrique appliqué, plus grand est le champ plus forte est la perméabilisation de la membrane cellulaire, ce qui explique l'augmentation du taux d'extraction de la Bétanine qui est la substance colorante de la betterave.

Cette méthode est également considérée comme l'une des méthodes faciles et rapides pour la détection d'endommagement cellulaire et connaître le taux d'électroporation de la membrane cellulaire suite à une exposition d'un (CEP).

#### **4.9. Variation de l'Impédance et de la conductivité au cours du traitement par CEP**

Cette section dans notre étude expérimentale décrit le comportement de la conductivité de l'aliment durant le traitement par CEP. Pour cela, nous avons pris un

échantillon de pâte de carotte broyée de masse 60 g et on le traite par un champ électrique de 3 kV/cm et une durée d'impulsion de 30  $\mu$ s, puis on mesure après chaque deux impulsions (02), en utilisant un LCR mètre (UNAOHM RCL 51), l'impédance ainsi que la conductance de l'aliment (Figure 4.17).

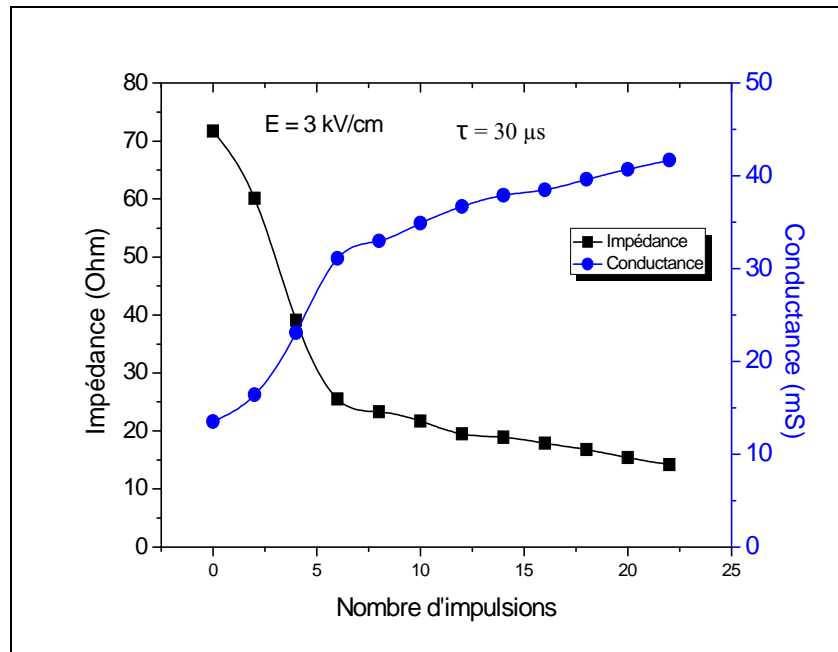


Fig.4.17. Variation de l'Impédance et de la conductance de l'aliment au cours du traitement CEP

On remarque à partir de la figure 4.17, que l'impédance de l'aliment diminue tandis que la conductance de l'aliment augmente suite à une application de champ électrique pulsé.

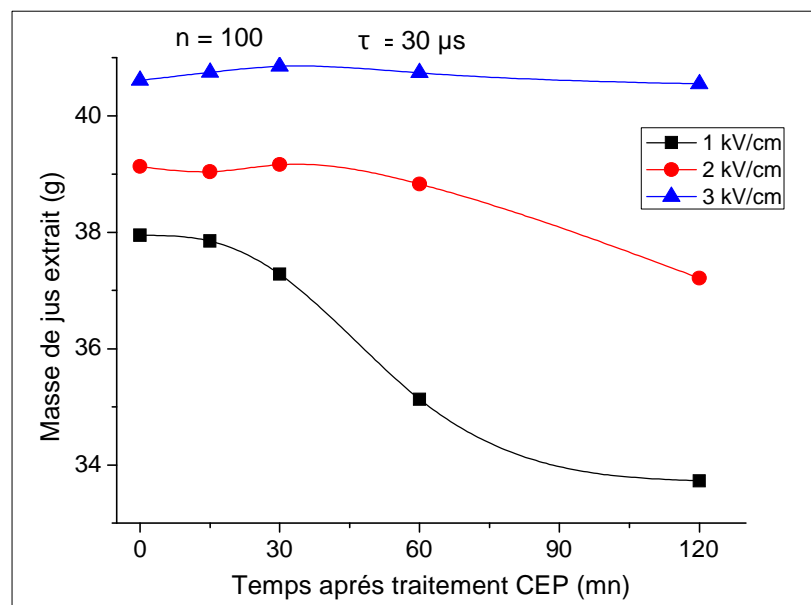
La conductance électrique est inversement proportionnelle avec l'impédance pour une section et longueur constantes. Lors d'un traitement CEP l'impédance de l'aliment diminue à cause de l'électroporation de plus en plus soutenue qui cause l'extraction du contenu du cytoplasme et provoque ainsi l'augmentation de la conductance. Le milieu devient de plus en plus conducteur expliquant la variation obtenue, ce moyen de mesure est également utilisé pour estimer l'efficacité de l'électroporation au lieu de mesurer par le taux d'extraction.

Après le traitement par CEP, la cellule se comporte comme une pure résistance, alors qu'elle est équivalente à une charge résistive-capacitive avant le traitement.



#### 4.10. Electroporation réversible ou irréversible ?

Cette expérience a pour but de connaître approximativement la durée de vie de phénomène de l'électroporation après le traitement par CEP. Nous avons traité plusieurs échantillons de pâte de carotte par CEP, puis nous avons effectué le pressage pour l'extraction à différents moments après le traitement CEP pour voir si l'électroporation est momentanée (réversible) ou permanente (irréversible), et ce pour différentes valeurs du champ électrique (Figure 4.18).



**Fig.4.18. Masse de jus extraite d'un échantillon de pâte broyée de carotte en fonction du moment de pressage**

La durée de vie du phénomène de l'électroporation de la membrane plasmique est la durée après laquelle la membrane commence à revenir à son état initial autrement dit le début de la re-fermeture des pores lorsque la cellule est exposée à un fort champ électrique pulsé.

L'extraction des échantillons après le traitement par CEP à différents moments après le traitement CEP peut nous donner une idée sur la réversibilité ou non réversibilité de ce phénomène.

A partir de la figure 4.18, on peut voir que pour un champ de 1 kV/cm les pores commencent à se refermer et la membrane cellulaire revient à son état initial au bout de 30 minutes après traitement qui se traduit par une diminution de rendement de jus extrait. De même, pour une valeur de champ de 2 kV/cm la cellule commence à reprendre son état initial après 60 minutes après le traitement par CEP. Pour une valeur de champ de 3 kV/cm et après 120 minutes après le traitement le rendement de jus extrait reste constant et ne change pas.

En résumé, la réversibilité ou la non réversibilité du phénomène de l'électroporation sont liées à l'aptitude de la cellule à revenir à son état initial après le traitement. On peut alors dire que pour des valeurs modérées de champ de 1 kV/cm et 2 kV/cm, l'électroporation est réversible, cependant dans le cas où le champ électrique égale 3 kV/cm l'électroporation est de type irréversible.

#### **4.11. Conclusion**

Au cours de ce chapitre, nous avons présenté une étude expérimentale paramétrique concernant l'utilisation des champs électriques pulsés dans des applications d'extraction de jus. Le nombre, l'amplitude et la durée et de ces impulsions influent sur l'efficacité de ce mécanisme puisque ces trois grandeurs sont étroitement liées à l'énergie délivrée lors de l'électroporation.

L'étude paramétrique de mécanisme de traitement par champ électrique pulsé nous a permis d'avoir une idée plus précise du comportement des facteurs liés au traitement par CEP sur le rendement d'extraction.

Ainsi, l'objectif du chapitre suivant est consacré au développement d'un modèle mathématique du procédé CEP appliqué à l'extraction de jus par l'utilisation de la modélisation par surfaces de réponse.

# Chapitre 5

Modélisation expérimentale par plans  
d'expérience du procédé d'extraction par CEP

## Modélisation expérimentale par plans d'expérience du procédé d'extraction par CEP

### 5.1. Introduction

L'identification, ou modélisation des systèmes à partir de données expérimentales, constitue une des étapes obligatoires dans plusieurs domaines d'ingénierie (mécanique, électrotechnique, électronique, hydraulique...). Même en disposant de modèles issus de la physique, l'estimation fiable de paramètres reste un problème à résoudre lorsqu'on est confronté à la détermination d'un modèle qui intègre toute la chaîne de commande.

L'objectif de l'identification est alors de fournir une estimation du modèle mathématique du système considéré afin de le simuler, de le commander ou de détecter un défaut de fonctionnement. De nombreuses techniques ont été mises au point pour effectuer cette modélisation expérimentale, principalement par minimisation d'un critère quadratique. Le plus souvent, l'obtention d'un modèle fiable, d'ordre réduit, capable de reproduire le comportement du système quelle que soit son excitation, est l'objectif essentiel de la modélisation.

Les plans d'expériences permettent d'organiser au mieux les essais qui accompagnent une recherche scientifique ou des études industrielles [53]. Ils sont applicables à de nombreuses disciplines et à toutes les industries à partir du moment où l'on recherche le lien qui existe entre une grandeur d'intérêt,  $y$ , et des variables,  $x_i$ . Il faut penser aux plans d'expériences si l'on s'intéresse à une fonction du type :

$$Y = f(x_i)$$

Ce chapitre est consacré à une modélisation expérimentale par les plans d'expériences du procédé de l'extraction des jus de carotte et de betterave afin de déterminer un modèle mathématique capable de décrire la quantité de jus en fonction de l'intensité de champ électrique pulsé ( $E$ ), le nombre d'impulsions ( $n$ ) et la largeur d'impulsion  $\tau$ .

## 5.2. Modélisation expérimentale par plans d'expériences

La méthodologie des plans d'expérience permet de déterminer le nombre d'expériences qui seront réalisés conformément à un objectif bien défini, afin d'étudier plusieurs facteurs simultanément, à réduire la dispersion associée à des mesures, d'apprécier les effets de couplage entre les facteurs et enfin d'évaluer les influences respectives des facteurs et leurs interactions..

### 5.2.1. Plans factoriels complets

Il s'agit de plans pour lesquels on étudie  $k$  facteurs prenant chacun deux niveaux. Le modèle mathématique adopté a priori est un polynôme prenant en compte la moyenne, les effets de chaque facteur et toutes les interactions entre les facteurs pris deux à deux, trois à trois, quatre à quatre,...,  $k$  à  $k$ . [53].

$$y = a_0 + \sum a_i x_i + \sum a_{ij} x_i x_j + \sum a_{ijl} x_i x_j x_l + \dots + \sum a_{ij\dots k} x_i x_j x_i \dots x_k \quad (5.1)$$

Un plan  $2^k$  comporte  $2k$  points expérimentaux qui se situent aux  $2^k$  sommets d'un hyper cube de  $k$  dimensions. Le modèle mathématique contient  $2^k$  coefficients qui sont les inconnues. L'ensemble des résultats d'un plan  $2k$  conduit donc à un système de  $2^k$  équations à  $2^k$  inconnues, si l'on ne tient pas compte des erreurs expérimentales [53].

### 5.2.2. Modèle polynomial du second degré

Le modèle mathématique est analogue à la relation (5.1) à laquelle on ajoute un terme carré:

$$y = a_0 + \sum a_i x_i + \sum a_{ij} x_i x_j + \sum a_{ijl} x_i x_j x_l + \dots + \sum a_{ij\dots k} x_i x_j x_i \dots x_k + \sum a_{ii} x_i^2 \quad (5.2)$$

Dans le cas d'un plan à deux facteurs, la formule est la suivante :

$$y = a_0 + a_1 x_1 + a_2 x_2 + a_{12} x_1 x_2 + a_{11} x_1^2 + a_{22} x_2^2 \quad (5.3)$$

Il y a donc six inconnues à déterminer.

Le plan d'expériences fournit un certain nombre de valeurs de la réponse  $y$ . L'interprétation du plan consiste donc à trouver les coefficients et, par la suite, résoudre un système de  $n$  équations (s'il y a  $n$  réponses) et  $p$  inconnues (s'il y a  $p$  coefficients).

### 5.2.3. Plan composite à faces centrés

Le plan composite centré fait partie des plans d'expériences pour l'étude des surfaces de réponses. Dans ce contexte, il s'agit sûrement des dispositifs expérimentaux les plus répandus dans la littérature. Leur usage est particulièrement destiné aux problèmes d'optimisation, quand la stratégie expérimentale conduit à construire et interpréter un modèle empirique, pour la recherche d'une solution dans le domaine expérimental.

La construction d'un plan composite centré proposée par *George E. Box* et *K.B. Wilson* peut se décomposer en trois parties :

- ❑ Les  $2k$  sommets du domaine sont définis à partir d'un plan factoriel à deux niveaux par facteur analogue à ceux que nous avons précédemment décrits;
- ❑ Les points positionnés en étoile à une distance  $\pm\alpha$  du centre du domaine suivant les axes des facteurs (figure 5.1) sont destinés à l'estimation des termes carrés présents dans le modèle mathématique. L'ensemble des points en étoile constitue un dispositif au sein duquel on ne fait varier qu'un seul facteur à la fois. Il y a donc  $2k$  points en étoile [53].
- ❑ On effectue enfin  $n_0$  répétitions au centre du domaine. Le nombre de répétitions au point central dans les plans d'expériences pour l'étude des surfaces de réponse est généralement trois points.

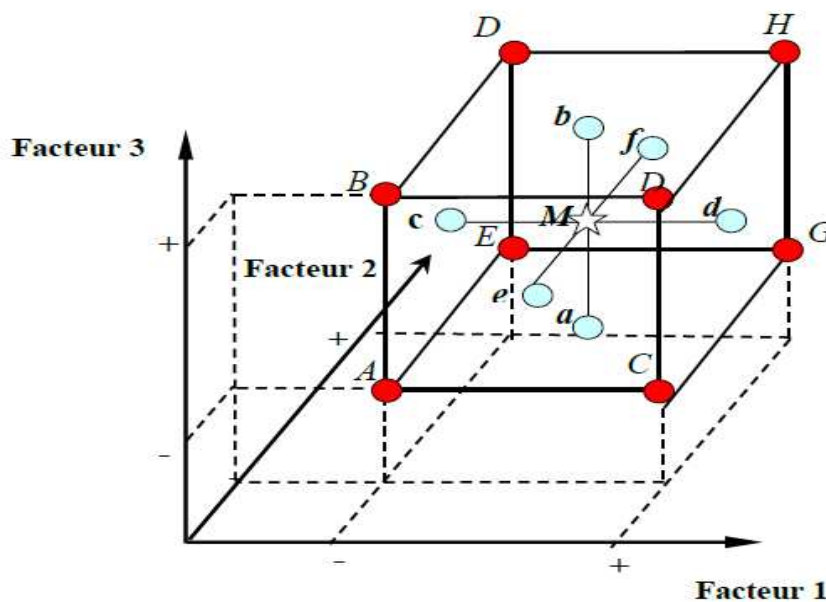


Fig.5.1. Disposition des expériences dans un plan composite centré

Lorsque le domaine expérimental est défini à partir des variations de  $k$  facteurs, le nombre de traitements expérimentaux proposés par un plan composite centré est donc égal à :

$$N = 2^k + 2k + n_0 \quad (5.4)$$

Avec

- ✓  $2^k$  : nombre d'essais correspondant au plan factoriel ;
- ✓  $2k$  : nombre d'essais du plan en étoile ;
- ✓  $n_0$  : nombre d'essais au centre.

#### **5.2.4. Logiciels des plans d'expériences**

La plupart des logiciels qui traitent des plans d'expériences sont inclus dans des logiciels de statistiques.

Ces logiciels sont encore très marqués par leur origine statistique et peuvent rebuter certains utilisateurs. Mais l'on constate un progrès constant vers l'amélioration, c'est-à-dire vers une meilleure prise en compte des exigences des expérimentateurs. Néanmoins, ces logiciels nécessitent tous une bonne connaissance de la méthode des plans d'expériences et ne peuvent pas être utilisés sans une formation solide aux plans d'expériences.

Ces logiciels comportent, en général, les chapitres suivants :

- ✚ Construction des plans d'expériences : Plans factoriels complets, plans factoriels fractionnaires, plans à plus de deux niveaux (surfaces de réponse), plans de mélanges, plans D-optimaux.
- ✚ Interprétation et analyse : Calcul des effets, des interactions, des coefficients du modèle mathématique, modélisation, calcul des réponses prédites, analyse des résidus.
- ✚ Représentations graphiques : Diagramme des effets, diagramme des interactions, diagramme des résidus, diagramme de Daniel, courbes iso réponses en 2-D ou 3-D.

#### **5.2.5. Logiciel MODDE 5.0**

Nous avons utilisé le logiciel MODDE 5.0 qui est un programme Windows pour la création et l'évaluation de modèles expérimentaux. Le programme aide l'utilisateur à l'interprétation des résultats et la prévision des réponses. Il calcule les coefficients du modèle mathématique et identifie les meilleures adaptations des facteurs permettant d'optimiser le processus.

En outre, le programme calcule deux importants critères statistiques qui permettent de valider ou non le modèle mathématique, symbolisé par  $R^2$  et  $Q^2$ . Le premier est appelé la qualité de l'ajustement, et est une mesure de la façon dont le modèle peut être adapté à des données brutes, il varie entre  $0$  et  $1$ , où  $1$  indique un modèle parfait et  $0$  indique aucun modèle. Le deuxième critère est appelé la qualité de prédiction, et estime la puissance prédictive du modèle. Comme  $R^2$ ,  $Q^2$  a une limite supérieure  $1$ , mais sa limite inférieure est moins l'infini ( $-\infty$ ). Pour qu'un modèle puisse passer le test de diagnostic, les deux paramètres doivent être élevés, et de préférence non séparés par plus de  $0,2$  à  $0,3$  [54].

### **5.3. Choix des facteurs influents**

Les facteurs sont les grandeurs supposés influencer sur les variations des réponses. Le procédé de champ électrique pulsé (CEP) est un processus multifactoriel interdépendant, il est donc très important de formuler l'ensemble des facteurs qui ont une influence sur les critères de performance de l'extraction de jus. Selon les expériences préliminaires, trois facteurs ont été considérés comme les plus influents :

#### **a) Facteurs contrôlables liés à l'expérimentateur**

- Champ électrique pulsé  $E$  (kV/cm).
- Nombre d'impulsion  $n$
- Durée d'impulsion  $\tau$  ( $\mu s$ )

#### **b) Facteurs incontrôlables liés à l'aliment**

- Conductivité  $\rho$ .
- Impédance  $Z$ .

Dans cette étude, nous nous sommes penchés sur l'étude des facteurs contrôlables et leur influence sur les performances de traitement par champ électrique pulsé (CEP) et le rendement de l'extraction de jus.

### **5.4. Modèle mathématique quadratique**

Le plan composite double à faces centrées (CCF) qui donne des modèles quadratiques a été adopté. La relation quadratique entre la fonction de sortie à optimiser (réponse) et les variables d'entrée  $u_i$  ( $i = 1, \dots, k$ ) (facteurs):



$$y = f(u_i) = c_0 + \sum c_i u_i + \sum c_{ij} u_i u_j + \sum c_{ii} u_i^2 \quad (5.5)$$

Comme  $\Delta u_i$  et  $u_{i0}$  sont respectivement le pas de variation et la valeur centrale de facteur  $i$ , les valeurs centrées réduites des facteurs d'absorption peuvent être définies par la relation suivante:

$$x_i = (u_i - u_{i0}) / \Delta u_i \quad (5.6)$$

Avec ces nouvelles variables, on obtient:

$$y = f(x_i) = a_0 + \sum a_i x_i + \sum a_{ij} x_i x_j + \sum a_{ii} x_i^2 \quad (5.7)$$

### 5.5. Modélisation de l'extraction de jus par CEP

La figure 5.2 montre les expériences d'un plan simple composite à faces centrées (CCF) avec 3 facteurs. Il se compose de 8 expériences situées au sommet du cube (points carrés A, B ... H), 6 expériences situés dans les centres des faces du cube (points ronds a, b ... f) et 3 expériences identiques dans le point central M (point étoile). Ainsi, un plan d'expériences CCF avec 3 facteurs comprend (17) expériences.

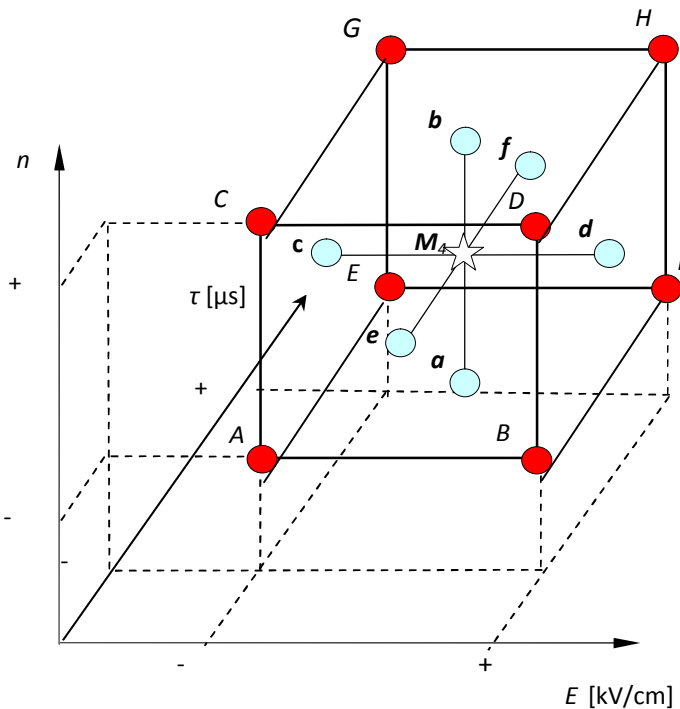


Fig.5.2. Représentation graphique des 17 points expérimentaux du plan composite à trois facteurs :

Champ électrique E (kV/cm), durée d'impulsion τ (μs) et nombre d'impulsion n

## 5.6. Plans d'expériences appliqués à l'extraction de jus de carotte par CEP

L'objectif de notre recherche est d'utiliser une procédure expérimentale pour l'optimisation du processus d'extraction en utilisant un dispositif de laboratoire qui a été utilisée avec succès dans d'autres domaines de recherche pour la modélisation et l'optimisation [55-61].

### 5.6.1. Choix des intervalles d'étude

Les expériences classiques "un facteur à la fois" sont effectuées pour identifier le domaine de variation des trois facteurs suivants:

1. Champ électrique  $E$  (kV/cm);
2. Nombre d'impulsions  $n$ ;
3. Durée d'impulsion  $\tau$  ( $\mu$ s).

La durée d'impulsion est variée en utilisant les valeurs appropriées du condensateur de charge. Comme la forme d'onde de tension est bi-exponentielle, la durée d'impulsion  $\tau$  correspond à 37 % de l'amplitude. Ainsi, les valeurs suivantes ont été obtenues:  $\tau = 30 \mu$ s pour  $C = 1 \mu$ F,  $\tau = 55 \mu$ s pour  $C = 2 \mu$ F et  $\tau = 80 \mu$ s pour  $C = 3 \mu$ F.

Le plan CCF central a été réalisé pour identifier le point optimal ( $E_0$ ,  $n_0$  et  $\tau_0$ ); les deux niveaux "max" et "min" sont les limites établies pour chacune des trois variables d'entrée ( $E_{min}$ ,  $E_{max}$ ), ( $n_{min}$ ,  $n_{max}$ ) et ( $\tau_{min}$ ,  $\tau_{max}$ ), le point central ( $E_c$ ,  $n_c$  et  $\tau_c$ ) selon les expériences préliminaires que nous avons effectuées au chapitre précédent, étant calculé comme suit:

$$E_c = (E_{min} + E_{max})/2 = (2.5 + 3.5)/2 = 3 \text{ kV/cm}$$

$$n_c = (n_{min} + n_{max})/2 = (50 + 150)/2 = 100$$

$$\tau_c = (\tau_{min} + \tau_{max})/2 = (30 + 80)/2 = 55 \mu\text{s}$$

### 5.6.2. Résultats et discussions

Les résultats du plan CCF sont donnés dans le tableau 5.1.

Tableau.5.1. Résultats du plan CCF (identification du point optimal)

Exp. N°	$E$ [kV/cm]	$n$	$\tau$ [μs]	$m$ [g]
1	2,5	30	50	39,61
2	3,5	30	50	36,08
3	2,5	80	50	40,31
4	3,5	80	50	34,28
5	2,5	30	150	40,31
6	3,5	30	150	38,2
7	2,5	80	150	39,41
8	3,5	80	150	35,78
9	2,5	55	100	41,89
10	3,5	55	100	36,72
11	3	30	100	40,82
12	3	80	100	39,86
13	3	55	50	40,04
14	3	55	150	40,28
15	3	55	100	40,88
16	3	55	100	40,88
17	3	55	100	40,88

La qualité prédictive du modèle est satisfaisante puisque les valeurs de coefficient  $Q^2$  et  $R^2$  proche de 100% ( $R^2 = 0,98$ ;  $Q^2 = 0,87$ ), conduisent à un modèle mathématique validé.

Le modèle mathématique de la masse de jus extrait en fonction des facteurs proposé par MODDE 5.0 est :

$$m = 40,89 - 2,05 E^* + 0,36 n^* - 0,54 \tau^* - 1,59 E^{*2} - 0,74 n^{*2} - 0,56 \tau^{*2} - 0,50 E^* \tau^* + 0,48 E^* n^* \quad (5.8)$$

La figure 5.3 représente le tracé de degré de l'influence de chaque facteur sur la réponse à partir de ce modèle mathématique.

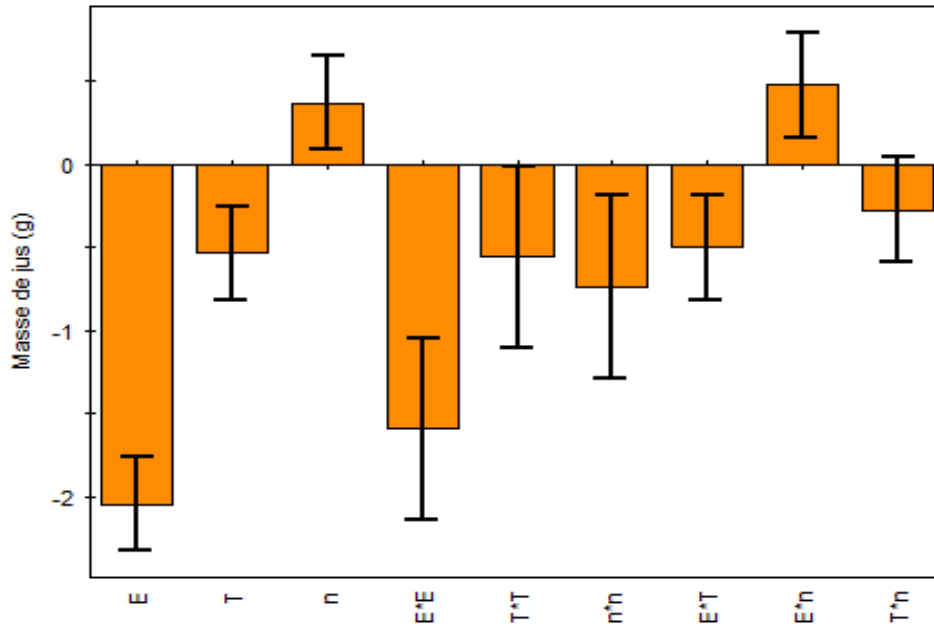


Fig.5.3. Valeurs des coefficients d'effets et des interactions des facteurs

Cette figure montre clairement que le champ électrique est le facteur le plus important et le plus influent sur le rendement de masse de jus extrait. Cela aussi est bien évident sur ces interactions avec les autres facteurs.

L'utilisation d'une valeur de champ électrique proche de la valeur minimale de l'intervalle d'étude, à savoir 2,5 kV/cm, est suffisante pour atteindre une électroporation complète de tissu de la carotte et un rendement en jus maximal. Au delà de cette valeur, le champ électrique aura un effet négatif comme présenté dans le tracé des coefficients par le logiciel MODDE 5.0.

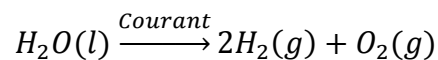
Le nombre d'impulsions présente aussi un effet positif sur le rendement d'extraction de jus. Un nombre d'impulsion important avec un champ électrique faible peut donner la même efficacité qu'un nombre d'impulsions petit et un champ électrique élevé. L'augmentation des deux à la fois pourrait être inutile vue que c'est une perte d'énergie pour une efficacité similaire. Il vaut mieux d'augmenter la valeur de champ électrique pulsé afin de diminuer le nombre d'impulsion exposé car un nombre d'impulsion important signifie un temps de traitement important qui est indésirable dans l'industrie.

Par ailleurs, la durée d'impulsion  $\tau$  affecte négativement le rendement d'extraction de jus. Une augmentation de la durée d'impulsion  $\tau$  résulte en une augmentation indésirable

de la température de l'aliment et une diminution de rendement en jus est constatée par la suite.

Les facteurs de traitement de CEP sont pratiquement proportionnels avec le rendement de jus extrait jusqu'à une valeur de seuil ou une augmentation d'un facteur provoque un excès de l'énergie fournie à l'aliment, ce qui influe négativement par la suite sur le taux d'extraction de jus. Cela peut être du par le déclenchement thermique produit dans l'aliment, ce qui ouvre la proposition des hypothèses suivantes expliquant la diminution de rendement en jus :

- 1) Probabilité de l'évaporation des molécules d'eau contenues dans le tissu de la carotte sous l'effet de la température.
- 2) Les interactions chimiques de molécules qui composent le tissu de la carotte avec les molécules d'eau (H<sub>2</sub>O) (phénomène d'hydrolyse des protéines, des acides nucléiques ou des polysaccharides...) catalysées par des enzymes sous l'effet de la température présente dans l'aliment.
- 3) L'électrolyse de l'eau est un procédé électrolytique qui décompose l'eau en dioxygène et dihydrogène gazeux avec l'aide de courant électrique généré lors de traitement par CEP. Le courant électrique dissocie la molécule d'eau (soit H<sub>2</sub>O) ce qui donne l'équation de décomposition par électrolyse suivante :



Par conséquent, un choix approprié des valeurs des facteurs de traitement pour l'extraction de jus est indispensable pour éviter toute élévation de la température et permettre un traitement efficace avec un résultat optimal. Ainsi donc, la technologie de CEP est une technologie de traitement athermique.

Selon ce modèle, l'optimum du processus proposé par **MODDE 5.0** qui donne les valeurs optimales des facteurs pour obtenir un rendement maximal de jus extrait doit être obtenue pour un champ électrique  $E = 2,7 \text{ kV/cm}$ , nombre d'impulsion  $n = 105$  impulsions et durée d'impulsion  $\tau = 49 \mu\text{s}$  (figure 5.4).

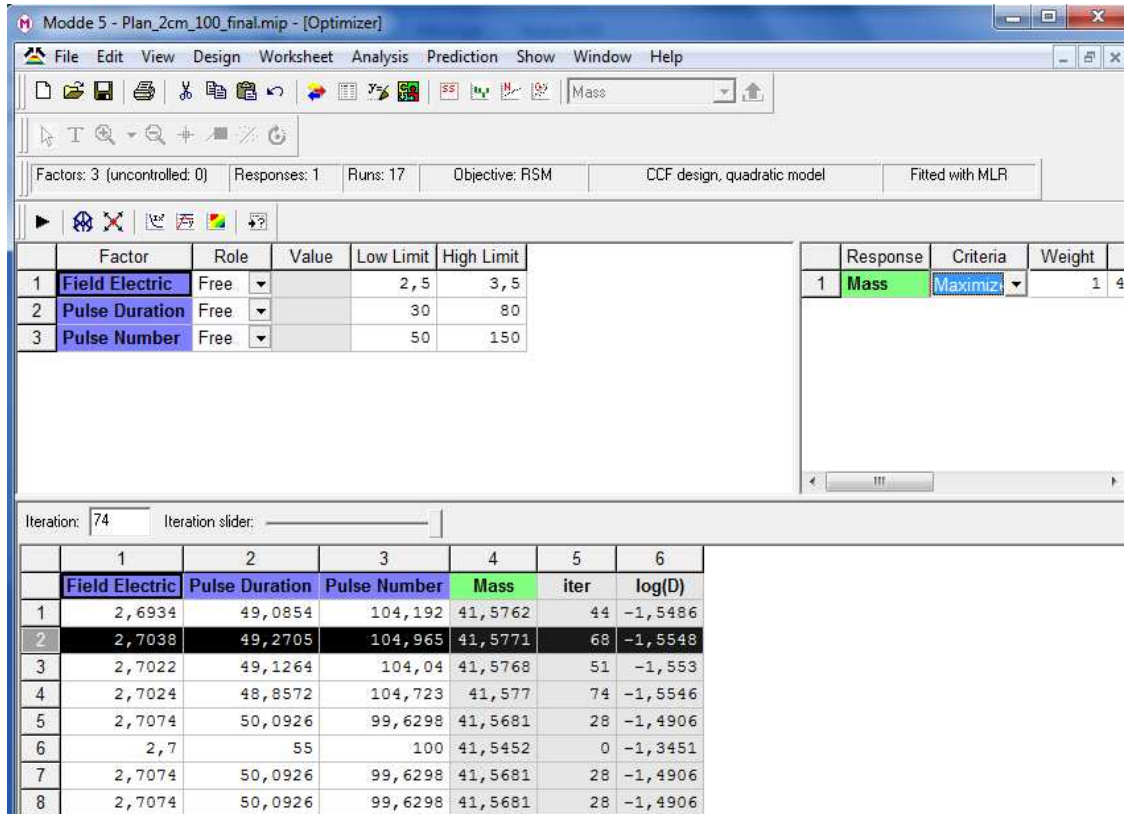
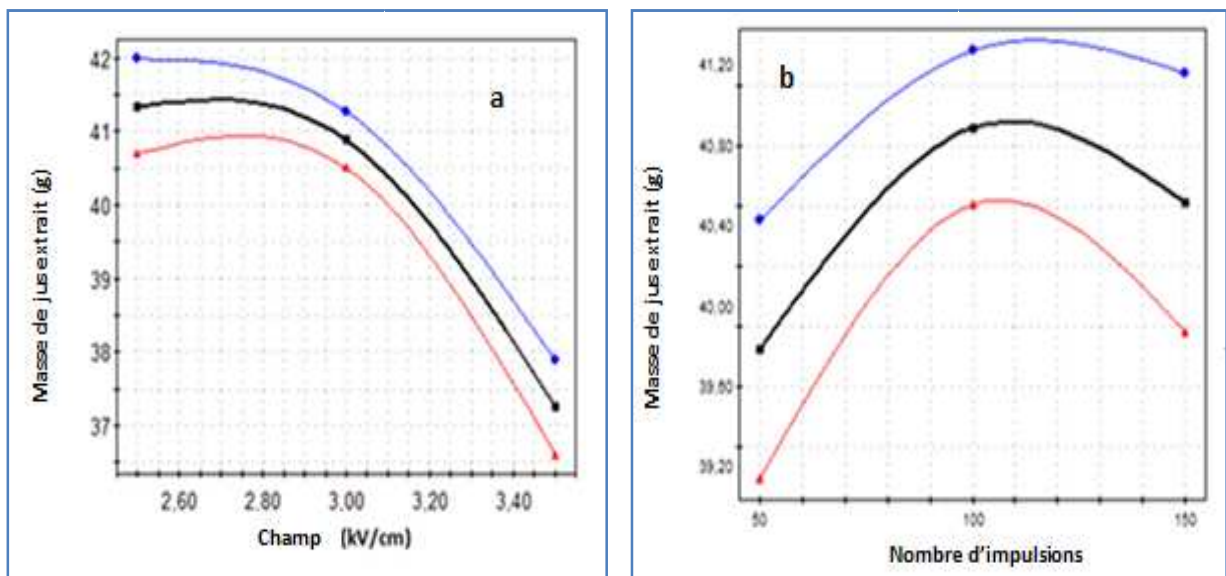
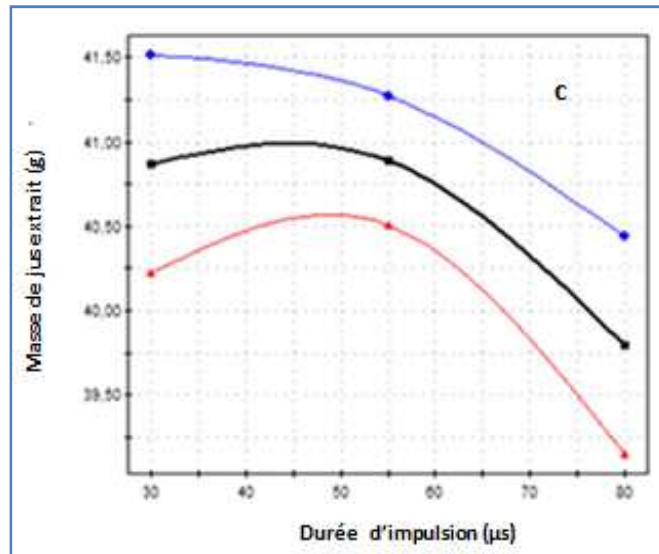


Fig.5.4. Valeurs optimales des facteurs proposés par MODDE 5.0

Le modèle mathématique obtenu nous a permis de déterminer l'influence de chaque facteur sur la réponse, en se basant sur la courbe de prédiction de la variation de la réponse en fonction de ces facteurs choisis (figure 5.5).





**Fig.5.5. Courbes de prédiction représentant l'effet de chaque facteur sur la réponse**

Le graphique de la réponse prédite de la masse de jus extrait montre un comportement quadratique en fonction de trois facteurs (champ électrique, nombre d'impulsions et la durée d'impulsion) (figure 5.5.a) ; c'est un résultat important, car il prouve que la quantité de jus extrait diminue considérablement pour  $E > 2,7$  kV/cm. L'explication est simple : le champ électrique rend le tissu biologique de l'aliment perméable grâce à la formation des pores créés au niveau de la membrane cellulaire, à une certaine valeur du champ électrique, ce tissu est entièrement électroporé. Dans ce cas toute augmentation de valeur de E provoque une augmentation de la température qui se traduit par la suite par une diminution de la quantité de jus.

De même, dans le plan de la figure 5.5.b, on voit que la masse de jus augmente de façon linéaire avec le nombre d'impulsion jusqu'à  $n = 100$  puis elle diminue : ceci renseigne sur l'excès d'énergie plus que nécessaire qui conduit à un traitement inefficace de l'aliment. De même que dans la figure 5.5.c, on voit qu'une durée d'impulsion élevée, influe de façon inverse sur le rendement du jus extrait.

La durée d'impulsion  $\tau$  et le champ électrique E sont souvent inversement proportionnels si on veut atteindre la même efficacité de traitement, lorsque le champ est intense la durée d'impulsion doit être petite si on veut un rendement qualitatif et quantitatif optimal.

Les figures 5.6 et 5.7 montrent les contours d'iso-réponse obtenus avec le présent modèle, pour  $E = 3 \text{ kV/cm}$ .

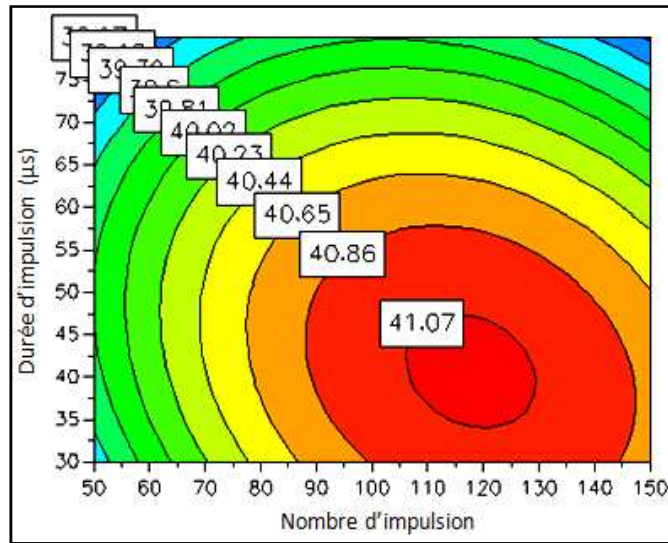


Fig.5.6. Courbe iso-réponse obtenue avec « MODDE 5.0 » ( $\tau, n$ ) pour  $E = 3 \text{ kV/cm}$

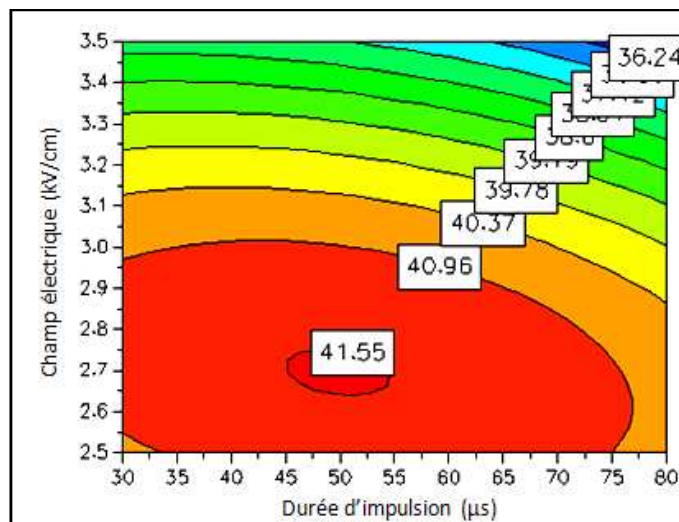


Fig.5.7. Courbe iso-réponse obtenue avec « MODDE 5.0 » (CEP,  $\tau$ ) pour  $n = 100$

En analysant les courbes iso-réponses des figures 5.6 et 5.7, on remarque qu'elles confirment les conclusions déduites par les courbes de prédiction. C'est-à-dire que la modélisation par surface de réponse (RMS) permet de voir qu'une augmentation du nombre d'impulsions augmente celle de la masse de jus extraite jusqu'à une valeur de 41,07 g.

De même, que l'augmentation du champ électrique entraîne un accroissement jusqu'à une valeur de 41,55 g puis diminue avec le champ électrique. Par contre, la durée d'impulsion a un effet presque non significatif, il provoque l'effet inverse puisqu'il conduit à une légère diminution de la masse de jus extraite.



### 5.6.3. Robustesse des facteurs contrôlables du point de fonctionnement optimal

Cette étude consiste à évaluer la robustesse de notre processus d'extraction du jus suite à de légères variations de niveaux des facteurs contrôlables autour du point optimal. Dans la pratique, ces variations peuvent être dues à des erreurs de manipulation ou de réglage des paramètres les plus influents sur le processus de l'extraction. Pour ce genre d'étude, il est très utile d'utiliser des plans d'expériences fractionnaires qui permettent l'étude de tous les facteurs choisis, mais dont le nombre d'essais est réduit par rapport aux plans factoriels complets. Un plan fractionnaire a 2 fois ou 4 fois moins d'essais que le plan factoriel correspondant.

Le nombre d'essais à effectuer par un plan fractionnaire est donné par :

$$N = \frac{1}{2} 2^k + n_0 \quad (5.9)$$

Donc le nombre total d'essais à réaliser pour  $k = 2$  (nombre des facteurs) et  $n_0 = 1$  (expériences centrées) est de 5 essais

Deux facteurs ont été considérés seulement qui sont le champ électrique et le nombre d'impulsions. En effet, étant donné que la capacité C des condensateurs de charge ne doit pas varier au cours d'un fonctionnement normal du procédé, la durée de l'impulsion a été fixée à  $\tau = 30 \mu s$ .

Le niveau «min» et «max» ont été choisis en tenant compte du point optimal donné par  $(E_o, n_o \text{ and } \tau_o)$  déterminé dans la section précédente et les variations  $\pm \Delta E_o = 0,1 \text{ kV/cm}$  and  $\pm \Delta n_o = 5$  qui peuvent se produire dans les valeurs de réglage des éléments de commande pendant le fonctionnement normal du procédé.

Le point optimal de l'expérience a été choisi comme:  $E_o = 5,4 \text{ kV/cm}$ ,  $n_o = 105$ .

Les résultats du plan expérimental factoriel fractionnaire correspondant sont présentés dans le tableau 5.2. Les résultats obtenus dans les tests de robustesse de la réponse (masse de jus extrait) montrent clairement que le processus CEP d'extraction du jus de carottes est robuste, car il n'y a pas de grandes différences entre les réponses lorsque les facteurs varient légèrement autour du point de consigne.

Tableau.5.2. Résultats de l'expérience du test de robustesse

Exp. N°	E (kV/cm)	n	m (g)
1	5,15	100	40,78
2	5,65	100	41,24
3	5,15	110	41,18
4	5,65	110	41,43
5	5,4	105	41,86
6	5,4	105	41,86
7	5,4	105	41,86

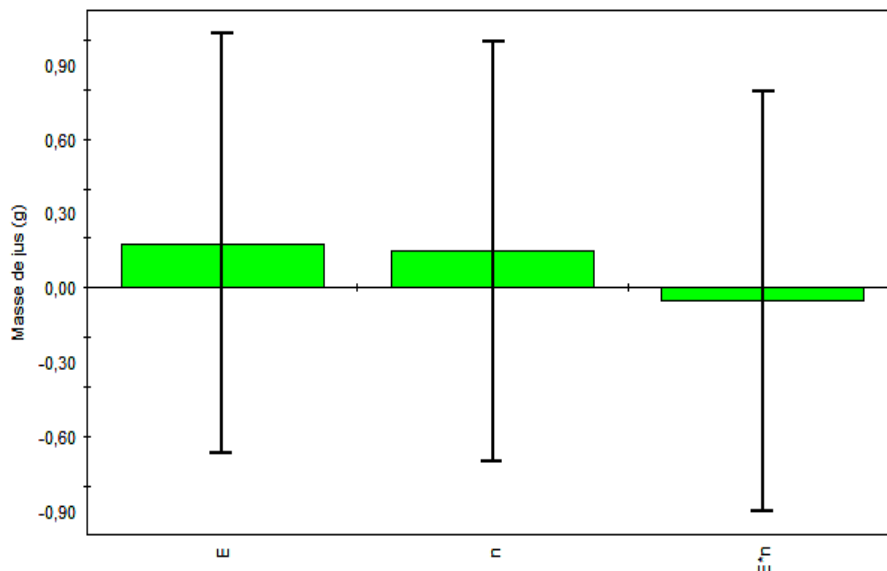


Fig.5.8. Tracés des coefficients du modèle obtenu.

En effet, les coefficients tracés ne sont pas significatifs car ils varient autour de la valeur zéro; leur valeur moyenne est de l'ordre zéro (figure 5.8). Par conséquent, les tests de robustesse confirment que la réponse n'est pas sensible à de faibles variations des facteurs, dans une plage étroite autour de la valeur de consigne. La robustesse du procédé, à savoir, le rendement du système reste satisfaisante même lorsque les facteurs varient légèrement autour de ce point.

#### 5.6.4. Analyse physico -chimique

##### □ Protocole de l'analyse

Les échantillons frais extraits ont été filtrés à travers deux couches de toile de fromage, puis ont été mélangés avec 90% de méthanol (50 ml pour chaque gramme). Les échantillons ont été centrifugés en utilisant le modèle centrifugeuse Eppendorf 5804R à 3000 tours par minute pendant dix minutes. Le surnageant a été séparé et les absorbances ont été mesurés dans le spectre visible à 400-700 nm à l'aide d'un spectrophotomètre (SPECORD 200 plus).

La quantité de ces pigments a été calculée selon les formules de la Lichtentaler et Wellburn (1985).

Les équations utilisées pour le calcul sont présentés ci-dessous.

$$Ca = 15,65 A_{666} - 7,340 A_{653}$$

$$Cb = 27,05 A_{653} - A_{666} 11,21$$

$$Cx + c = 1000 A_{470} - 2,860 Ca - 129,2 Cb/245$$

Les concentrations des composants sont :

- ✓ Ca = chlorophylle a
- ✓ Cb = chlorophylle b
- ✓ Cx + c = carotène total

La méthode de détermination des concentrations des différentes substances consiste tout d'abord à déterminer les absorbances correspondant aux longueurs d'onde de spectre visible de 653 nm et 666 nm respectivement.

La valeur de l'absorbance détermine la concentration des pigments dans l'échantillon. Plus l'absorbance est grande, plus élevée est la concentration.

Les résultats obtenus de chlorophylles A, B et carotène sont représentés dans le tableau 5.3 et la figure 5.9.

Tableau.5.3. Résultats obtenus avec spectrophotométrie

		chlorophylle A (µg/ml)	chlorophylle B (µg/ml)	carotène (µg/ml)
Echantillon optimal	5,4 kV, 55 µs, 100,100 kg/cm <sup>2</sup>	0,39791	0,71743	0,51498
Echantillon 1	6 kV, 55µs, 100, 100 kg/cm <sup>2</sup>	0,3637	0,61118	0,41631
Echantillon 2	4 kV, 30 µs, 100, 100 kg/cm <sup>2</sup>	0,33143	0,59071	0,37442
Echantillon contrôle	0kV/cm, 100 kg/cm <sup>2</sup>	0,12077	0,06604	0,37192

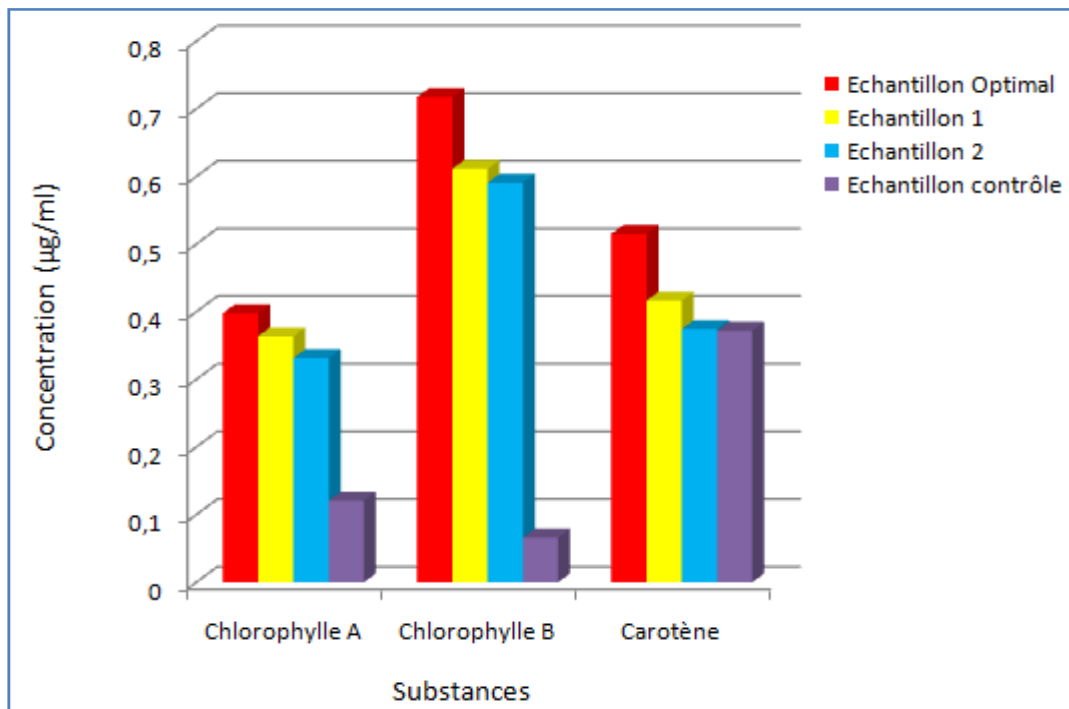


Fig.5.9. Concentration des différents composants obtenus avec spectrophotométrie

L'analyse physico-chimique des différents jus extraits ont montré qu'il y a des différences significatives des concentrations des pigments entre l'échantillon traité par CEP et non traité d'une part, ainsi qu'entre l'échantillon traité avec des valeurs optimales et celui traité avec des valeurs aléatoires.

Les résultats obtenus ont montré que le traitement avec des valeurs appropriés optimales augmente la qualité de jus extrait toute en augmentant la concentration des substances contenues dans le jus (chlorophylle A, chlorophylle B et carotène) (figure 5.9.). Par ailleurs, le jus obtenu sans traitement (échantillon contrôle) reste le moins qualité par rapport aux autre jus traités par CEP.

Ces résultats confirment l'efficacité de l'utilisation du traitement par CEP sur le plan qualitatif et quantitatif dans l'industrie agroalimentaire.

### **5.7. Plans d'expériences appliqués à l'extraction de jus de betterave par CEP**

En suivant les mêmes étapes que nous avons adoptées dans notre étude précédente, nous avons fait une étude sur le procédé d'extraction de jus de betterave. Les études paramétriques préliminaires ont été effectuées au chapitre précédent.

#### **5.7.1. Choix des intervalles de variation des facteurs**

Les expériences classiques "un facteur à la fois" sont effectuées pour identifier le domaine de variation des trois facteurs suivants:

1. Champ électrique E (kV/cm);
2. Nombre d'impulsions n;
3. Durée d'impulsion  $\tau$  ( $\mu$ s).

La durée d'impulsion dans ce cas est variée en utilisant les valeurs appropriées de la capacité du condensateur et la pate de betterave comme une charge. Comme la forme d'onde de la tension est bi-exponentielle, la durée d'impulsion  $\tau$  correspond à 37 % de l'amplitude. Ainsi, les valeurs suivantes ont été obtenues:  $\tau = 20 \mu$ s pour  $C = 1 \mu$ F,  $\tau = 40 \mu$ s pour  $C = 2 \mu$ F et  $\tau = 60 \mu$ s pour  $C = 3 \mu$ F.

Le plan CCF central a été réalisé pour identifier le point optimal ( $E_0$ ,  $n_0$  et  $\tau_0$ ); les deux niveaux "max" et "min" sont les limites établies pour chacune des trois variables d'entrée ( $E_{min}$ ,  $E_{max}$ ), ( $n_{min}$ ,  $n_{max}$ ) et ( $\tau_{min}$ ,  $\tau_{max}$ ). En ce qui concerne le point central ( $E_c$ ,  $n_c$  et  $\tau_c$ ), il a été déterminé selon les expériences préliminaires que nous avons effectuées au chapitre 4, le choix des intervalles de l'étude a été défini comme suit:

$$E_c = (E_{min} + E_{max})/2 = (1 + 3)/2 = 2 \text{ kV/cm}$$

$$n_c = (n_{min} + n_{max})/2 = (50 + 150)/2 = 100$$

$$\tau_c = (\tau_{min} + \tau_{max})/2 = (20 + 60)/2 = 40 \mu\text{s}$$

### 5.7.2. Résultats et discussions

Le résultat du plan du CCF est montré dans le tableau 5.4.

Tableau.5.4. Résultats du plan du CCF (identification du point optimal)

Exp. N°	E [kV/cm]	n	$\tau$ [ $\mu$ s]	m [g]
1	1	50	20	29,02
2	3	50	20	35,07
3	1	50	60	29,6
4	3	50	60	32,38
5	1	150	20	30,82
6	3	150	20	36,2
7	1	150	60	30,83
8	3	150	60	32,67
9	1	100	40	31,55
10	3	100	40	36,15
11	2	100	20	32,79
12	2	100	60	32,68
13	2	50	40	33,19
14	2	150	40	34,68
15	2	100	40	34,74
16	2	100	40	34,74
17	2	100	40	34,74

Les tests statistiques conduisent à un modèle mathématique validé puisque les deux critères  $R^2$  et  $Q^2$  atteignent des valeurs élevées :

$$R^2 = 0,98 \text{ et } Q^2 = 0,88.$$

Le modèle mathématique de masse de jus extrait en fonction des facteurs proposé par logiciel **MODDE 5.0** :

$$m = 34,50 + 2,06 E^* - 0,57 \tau^* + 0,59 n^* - 1,6 \tau^{*2} - 0,85 E^* \tau^* \quad (5.10)$$

La figure 5.10 représente le tracé du degré de l'influence de chaque facteur sur la réponse à partir de ce modèle mathématique.

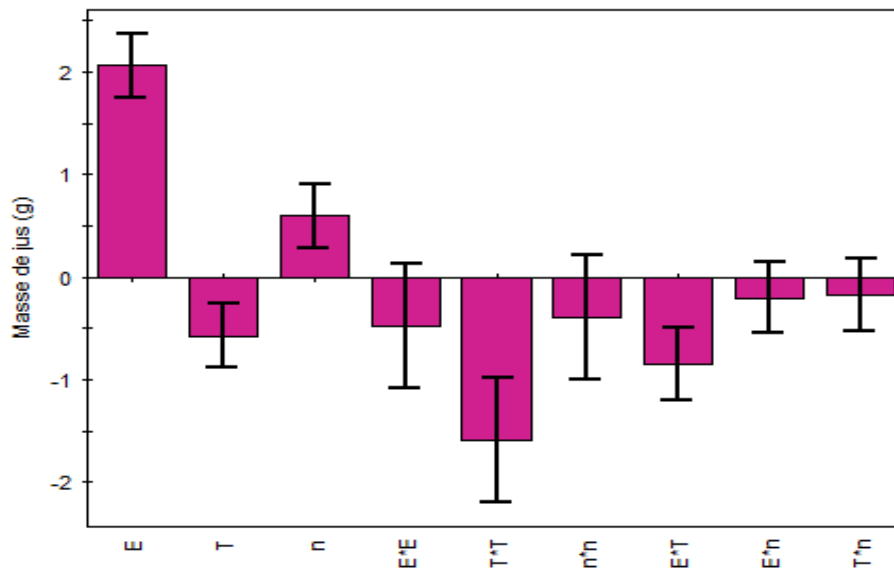


Fig.5.10. Valeurs des coefficients d'effets et des interactions des facteurs

Les valeurs des coefficients associés aux facteurs dans le modèle mathématique montrent le degré d'influence de chaque facteur. Ce modèle du tracé proposé par le logiciel **MODDE 5.0** montre clairement que le champ électrique est le facteur le plus influent sur le rendement de jus de betterave extrait. Le coefficient du champ électrique dans ce cas est positif, cela signifie que le tissu de la betterave a besoin d'un champ plus élevé (proche de la valeur maximale de l'intervalle d'étude choisi) que le tissu de la carotte pour atteindre une électroporation complète, étant donné que la durée d'impulsion dans ce cas est plus petite. Ceci confirme que le champ électrique et la durée d'impulsion sont souvent inversement proportionnels pour atteindre la même efficacité d'électroporation.

Selon ce modèle, l'optimum du processus qui donne les valeurs optimales des facteurs pour obtenir un rendement maximal de jus extrait doit être obtenu pour un champ électrique  $E = 2,99 \text{ kV/cm}$ , durée d'impulsion  $\tau = 30 \mu\text{s}$  et nombre d'impulsion  $n = 128$  impulsions (figure 5.11).

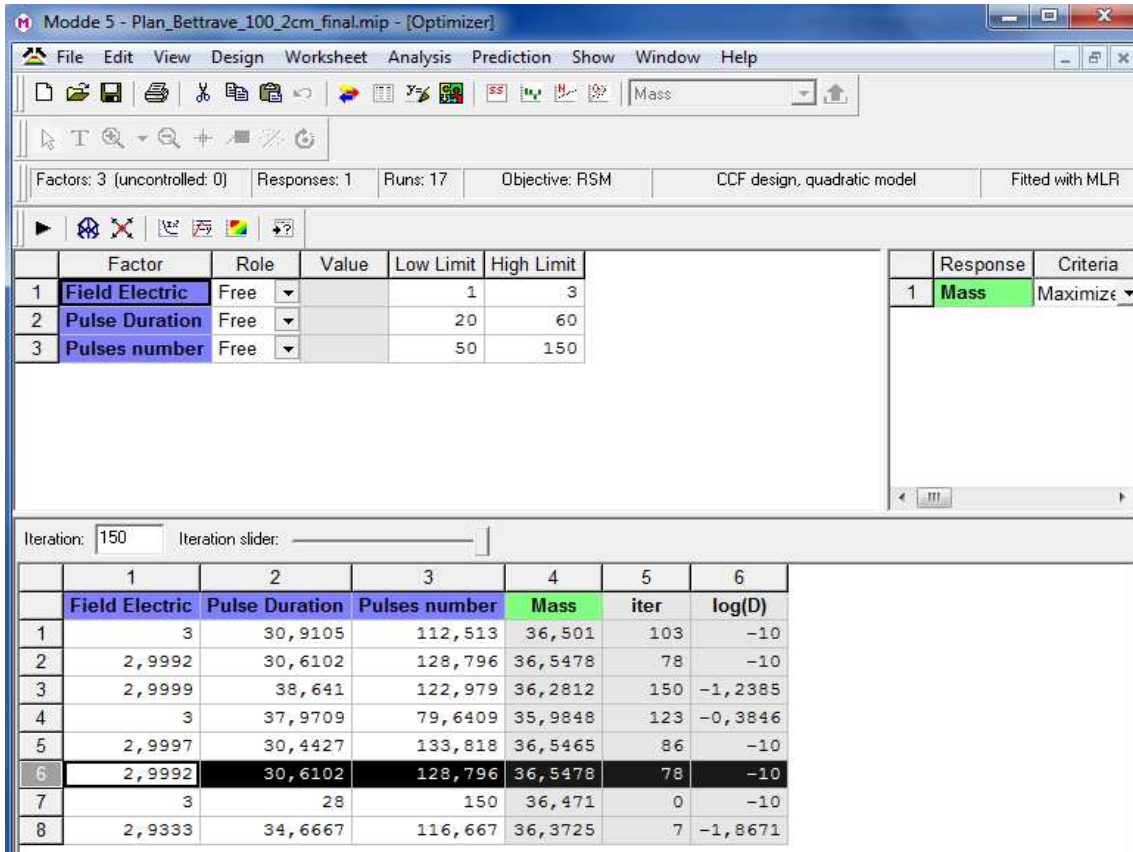
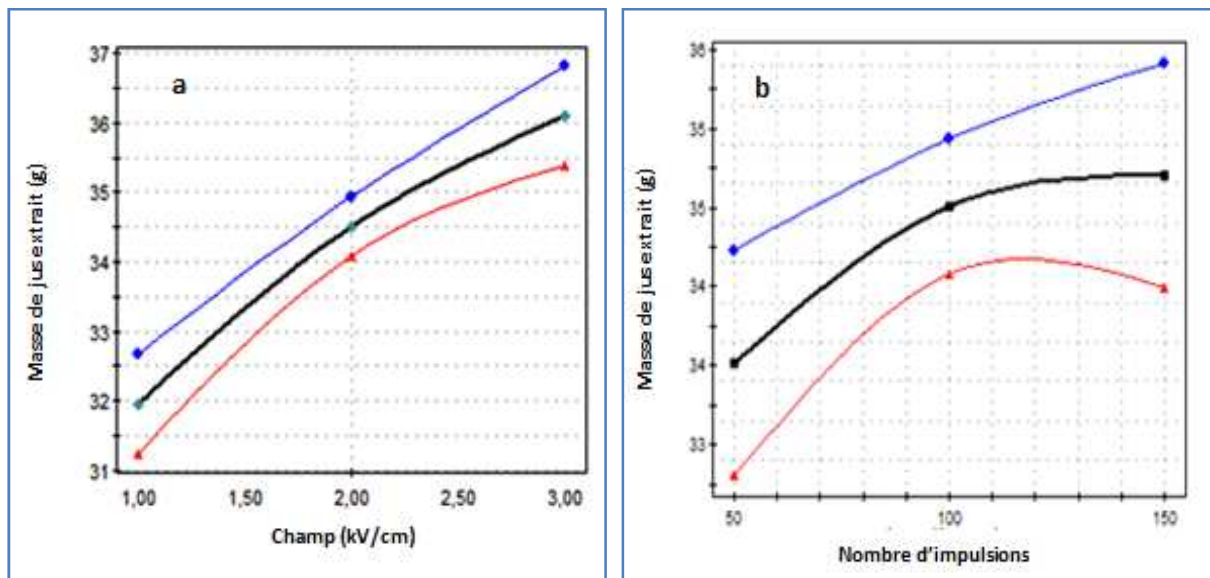


Fig.5.11. Valeurs optimales des facteurs proposés par MODDE 5.0

A partir du modèle mathématique obtenu, on a pu déterminer l'influence de chaque facteur sur la réponse, en traçant la variation de la réponse (courbe de prédiction) en fonction de ces facteurs choisis (figure 5.12).





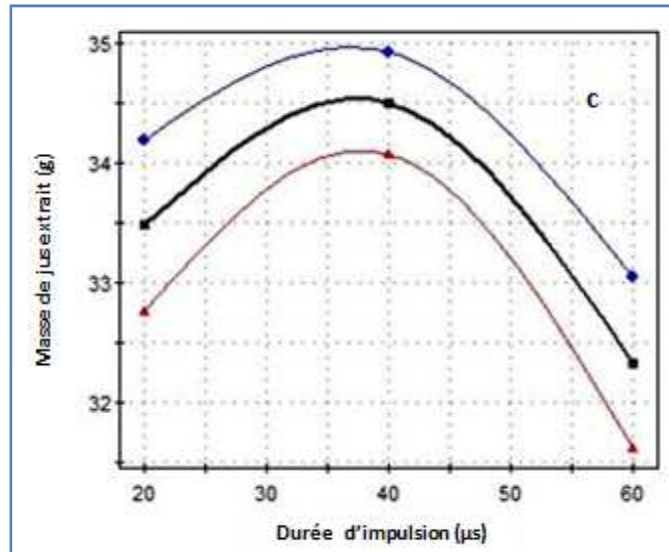


Fig.5.12. Courbe de prédiction représente l'effet de chaque facteur sur la réponse

La courbe de prédiction de la réponse la masse de jus extrait montre la variation en fonction de trois facteurs (champ électrique  $E$ , nombre d'impulsion  $n$  et la durée d'impulsion  $\tau$ ) (figure 5.12). Cette courbe confirme les résultats donnés par le tracé de l'influence des coefficients.

L'effet de chaque facteur sur la réponse peut présenter comme suit :

Le champ électrique pulsé (CEP) : l'augmentation d'intensité de champ électrique pulsé induit une augmentation de la masse.

Le nombre d'impulsion  $n$  : l'augmentation de nombre d'impulsion induit une augmentation légère de la masse.

La durée d'impulsion  $\tau$  : l'augmentation de la durée de traitement par CEP traduit par une augmentation également de la masse, puis une diminution lorsque cette durée augmente de plus en plus.

Une augmentation de la valeur de la durée d'impulsion provoque souvent une augmentation de la température qui est indésirable pour le traitement par CEP et influe négativement sur l'efficacité. En effet, la technologie de CEP est une technique de traitement athermique.

La figure 5.13 et 5.14 montrent les contours d'iso-réponse obtenues avec le présent modèle, pour  $E = 2 \text{ kV / cm}$ .

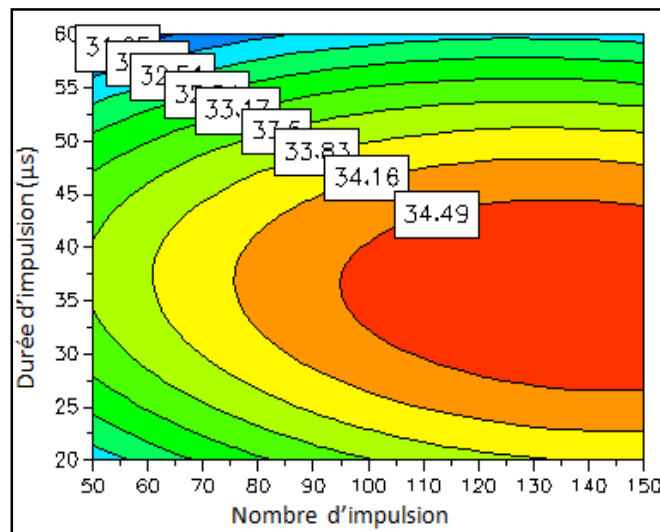


Fig.5.13. Courbe iso-réponse obtenue avec « MODDE 5.0 » ( $\tau$ , n) pour  $E = 2 \text{ kV/cm}$

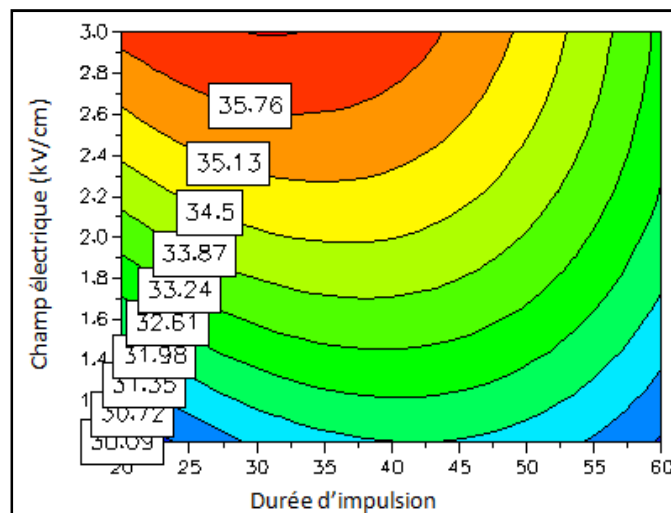


Fig.5.14. Courbe iso-réponse obtenue avec « MODDE 5.0 » (CEP,  $\tau$ ) pour  $n = 100$

Les courbes iso-réponses confirment les conclusions déduites par les courbes de prédiction, concernant l'influence de chaque facteur sur la réponse.

Le champ électrique reste le paramètre le plus influent, la courbe iso-réponse montre en effet que la réponse est proportionnelle au champ électrique, la variation étant presque linéaire ; l'augmentation du champ électrique induit une augmentation de la masse de jus extrait qui atteint une valeur de 35,76 g.

Par contre, une augmentation du nombre d'impulsions fait croître légèrement la masse de jus jusqu'à une valeur de 34,49 g. En outre, le facteur de la durée d'impulsion provoque l'effet inverse à une certaine valeur puisque conduit à une diminution de la masse de jus extraite.

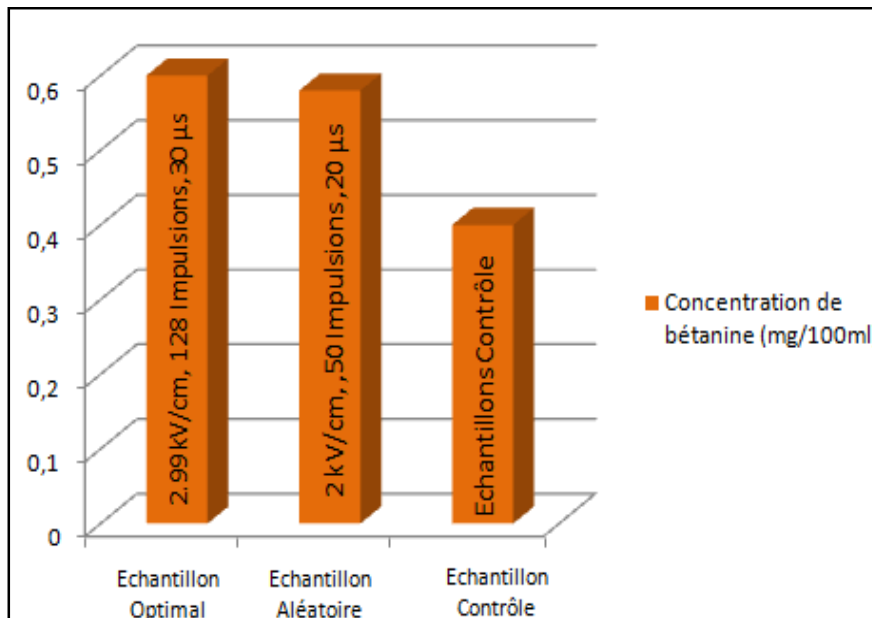
### 5.7.3.Analyse physico-chimique

En outre, trois échantillons ont été analysés avec un spectrophotomètre, dont un échantillon obtenu avec les valeurs optimales ( $E_0 = 2,99 \text{ kV / cm}$ ,  $n_0 = 128$  et  $\tau_0 = 30 \mu\text{s}$ ). Les résultats obtenus de la concentration de Bétanine sont représentés dans le tableau.5.6. Échantillons extraits fraîches ont été filtrés à travers deux toiles de fromage à la couche, puis ont été mis en 90% de méthanol (50 ml pour chaque gramme). Les échantillons ont été centrifugés en utilisant le modèle centrifugeuse Eppendorf 5804R à 3000 tours par minute pendant dix minutes. Le surnageant a été séparé et les absorbances ont été lues à  $\lambda = 537$  et  $\lambda = 600 \text{ nm}$  sur un spectrophotomètre SPECORD 200 plus.

Le résultat d'analyse des échantillons est représenté dans le tableau 5.5 et la figure 5.15 respectivement.

**Tableau.5.5. Résultats obtenus avec un spectrophotomètre**

Les valeurs des facteurs E, n et $\tau$	Concentration de bétanine (mg/100ml)
Point Optimale ( $E_0 = 2,99 \text{ kV/cm}$ , $n_0 = 128$ et $\tau_0 = 30 \mu\text{s}$ )	0,60
Point aléatoire (2 kV/cm, 20 $\mu\text{s}$ et 50 impulsions)	0,58
Echantillon Contrôle	0,40



**Fig.5.15. Concentration de Bétanine avec spectrophotométrie**

Les résultats de la concentration en bétanine sont montrés dans la figure 5.15. Ces résultats montrent qu'il y avait des différences significatives entre les valeurs de bétanine pour chaque échantillon. Les analyses de pigments de bétanine effectuées pour différents échantillons montrent clairement la possibilité d'avoir un produit de bonne qualité suite à un traitement par CEP avec les valeurs optimales.

### **5.8. Conclusion**

Nous avons présenté dans ce chapitre une procédure expérimentale que nous proposons d'utiliser afin de modéliser la masse de jus par champ électrique pulsé (CEP) dans le procédé d'extraction de jus, par le choix approprié des conditions de fonctionnement de l'installation. Cette procédure basée sur la méthode des plans d'expériences nous a permis de délimiter les intervalles de variation des facteurs contrôlables et ensuite de modéliser le rendement d'extraction en proposant des modèles mathématiques validés en vérifiant des critères bien définis. Les modèles ainsi obtenus ont été utilisés pour déterminer les valeurs optimales des différents facteurs et ainsi prédire un traitement efficace par CEP et par la suite une extraction maximale du jus.

# Conclusion générale

## **Conclusion générale**

Le traitement par champ électrique pulsé peut être considéré comme une technique de perméabilisation non thermique efficace dans la transformation des aliments, à condition qu'une analyse minutieuse des conditions de procédé pour la denrée alimentaire spécifique soit effectuée. Il a été démontré qu'une perméabilisation efficace peut être obtenue, de manière générale, pour un certain nombre de légumes, mais les conditions opératoires optimales doivent être déterminées précédemment par des tests de laboratoire.

Le traitement Champ électrique pulsé (CEP) est une méthode non-thermique de la conservation des aliments qui utilise de courtes impulsions de l'électricité pour de nombreuses applications et provoque un effet néfaste minimal ou pas sur les attributs de la qualité des aliments. La technique CEP peut être utilisée pour le traitement de liquides et de produits alimentaires semi-liquides.

Ces premiers travaux de ce genre en Algérie ont porté sur l'étude des applicateurs pour l'exposition des cellules biologiques à des impulsions électriques. Plus précisément, les travaux menés consistaient à développer et caractériser ce type de dispositifs avec des moyens expérimentaux et en s'appuyant sur la modélisation expérimentale. Nous avons présenté, dans ce document, notre contribution à l'étude et à la réalisation d'un dispositif, essentiellement un générateur, délivrant des hautes tensions impulsionnelle.

Nous avons donc développé une étude de la construction des générateurs de haute tension sur deux points essentiels : la caractérisation des éléments constituant les générateurs et le dimensionnement de la capacité de haute tension afin d'optimiser le gain en tension.

Dans ce cadre, une simulation PSPICE a été menée, simultanément, de façon à identifier clairement le rôle des différents éléments indispensables.

Les résultats obtenus avec le traitement des aliments par les champs électriques pulsés sont encourageants, même s'ils sont pour l'instant cantonnés à l'échelle du laboratoire. La rapidité de traitement permise par cette technique représente un atout majeur, quant au devenir de ce procédé appliqué aux produits pompables. Il en est de même

pour la consommation énergétique globale, qui n'est que de 10 % de celle d'un procédé thermique. Toutefois le coût de l'équipement constitue un frein à l'intensification des études.

D'après les expériences menées et l'analyse, nous pouvons conclure que le traitement par CEP entraîne la rupture de la membrane cellulaire de carotte et de betterave, ce qui à son tour améliore l'extraction du jus par rapport à l'échantillon non traité. Le traitement par CEP a augmenté la quantité de carotène, chlorophylle A et chlorophylle B pour la carotte et la quantité de bétanine pour la betterave ce qui augmente la qualité de jus.

Pour clore cette conclusion, nous tenons à rappeler deux choses qui ont été entreprises et qui pourraient présenter un intérêt certain pour l'avenir :

Nous avons réalisé un générateur haute tension impulsionnel qui permettrait donc de s'affranchir au traitement des aliments qui ont nécessité des champs électrique important pour leurs traitement.

Nous avons essayé de déclencher la discipline de l'électronique de puissance dans notre laboratoire afin de réaliser d'autres prototypes des alimentations impulsionnelle à base des semi-conducteurs.

### **Perspective d'avenir**

Le travail de l'avenir en premier temps sera de concevoir des alimentations électroniques de haute tension afin de les utiliser dans plusieurs applications telles que extraction des composants de haute valeur à partir des micro-algues, extraction d'huile d'olive ainsi les applications de la pasteurisation des liquides...

# Références bibliographiques



## Références bibliographiques

- [1] Mariana Savova, Ilonka Saykova  
**Etude de l'effet des champs électriques pulsés sur l'extraction solide-liquide à partir des matières premières végétales.**  
*Revue de Génie Industriel, Université de technologie chimique et de métallurgie, Sofia, Bulgarie, 20 juillet 2008*
- [2] Saad EL AMARI  
**Développement et caractérisation de générateur optoélectronique d'impulsions de champ électrique nanoseconde et subnanoseconde de forte intensité : application au domaine biomédical.**  
Thèse de doctorat, Université De Limoges, 14 Décembre 2011.
- [3] PAI S.T., ZHANG Qi.  
**Introduction to High Power Pulse Technology.**  
*World Scientific, Advanced Series in Electrical and Computer Engineering, vol. 10, 307 p., 1995,*  
  
Disponible ce se site Web :  
[http://books.google.dz/books?id=spZ\\_H4nwINOC&printsec=frontcover&hl=fr&source=gbs\\_ge\\_summary\\_r&cad=0#v=onepage&q&f=false](http://books.google.dz/books?id=spZ_H4nwINOC&printsec=frontcover&hl=fr&source=gbs_ge_summary_r&cad=0#v=onepage&q&f=false)
- [4] Gilles Touya  
**Contribution à l'étude expérimentale des décharges électriques dans l'eau et des ondes de pression associées Réalisation d'un prototype industriel 100kJ pour le traitement de déchets par puissances électriques pulsées.**  
Thèse de doctorat, Université de peau 9 Décembre 2005.
- [5] B. PETIT, M. RITZ\* et M. FEDERIGHI  
**Nouveaux traitements physiques de conservation des aliments : revue bibliographique**  
*École Nationale Vétérinaire de Nantes, UMR 1014 Hygiène des Aliments INRA/ENVN, B.P. 40706, F-44307 Nantes*
- [6] K. H. Schoenbach, R. P. Joshi, R. H. Stark, F. C. Dobbs, and S. J. Beebe  
**Bacterial decontamination of liquids with pulsed electric fields**  
*Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on, vol. 7, pp. 637-645, 2000.*
- [7] A. J. H. Sale and W. A. Hamilton  
**Effects of high electric fields on microorganisms killing of bacteria and yeasts.**  
*Biochimica Et Biophysica Acta, vol. 148, pp. 781-788, 1967.*

- [8] A. J. H. Sale and W. A. Hamilton  
**Effects of high electric fields on microorganisms .3. Lysis of erythrocytes and protoplasts.**  
*Biochimica Et Biophysica Acta*, vol. 163, pp. 37-43, 1968.
- [9] H. G. L. Coster  
**A quantitative analysis of voltage-current relationships of fixed charge membranes and associated property of punch-through.**  
*Biophysical Journal*, vol. 5, pp. 669-686, 1965.
- [10] S. J. Beebe, P. M. Fox, L. J. Rec, K. Somers, R. H. Stark, and K. H. Schoenbach  
**Nanosecond pulsed electric field (nsPEF) effects on cells and tissues: apoptosis induction and tumor growth inhibition.**  
*Plasma Science, IEEE Transactions on*, vol. 30, pp. 286-292, 2002.
- [11] D. Miklavcic, D. Semrov, H. Mekid, and L. M. Mir  
**A validated model of in vivo electric field distribution in tissues for electrochemotherapy and for DNA electrotransfer for gene therapy.**  
*Biochimica Et Biophysica Acta-General Subjects*, vol. 1523, pp. 73-83, Sep 2000.
- [12] G. Pucihar, T. Kotnik, J. Teissie, and D. Miklavcic  
**Electropermeabilization of dense cell suspensions**  
*European Biophysics Journal with Biophysics Letters*, vol. 36, pp. 173-185, Mar 2007.
- [13] M. Pavlin, V. Leben, and D. Miklavcic  
**Electroporation in dense cell suspension - Theoretical and experimental analysis of ion diffusion and cell permeabilization.**  
*Biochimica Et Biophysica Acta-General Subjects*, vol. 1770, pp. 12-23, Jan 2007.
- [14] R. V. Davalos, L. M. Mir, and B. Rubinsky  
**Tissue ablation with irreversible electroporation**  
*Annals of Biomedical Engineering*, vol. 33, pp. 223-231, Feb 2005.
- [15] Jérôme BAC  
**Contribution à l'étude et à la réalisation commutateurs et de générateurs haute tension transitoires.**  
Thèse de doctorat, Université de PAU, 12 juillet 2005.
- [16] Saad EL AMARI  
**Développement et caractérisation de générateur optoélectronique d'impulsions de champ électrique nanoseconde et subnanoseconde de forte intensité : application au domaine biomédical.**  
Thèse de doctorat, Université De Limoges, 14 Décembre 2011.
- [17] CHAMPNEY P D, CURRY R, EICHENBERGER C, FOCKLER J, MORTON D, SEARS R, SMITH I, CONRAD R,  
**The development and testing of subnanosecond-rise, kilohertz oil switches.**  
*Proc. 8th IEEE International Pulsed Power Conference*, 1991, pp 863-869.

- [18] Pierre LEFRANC  
**Étude, conception et réalisation de circuits de commande d'IGBT de forte puissance.**  
Thèse de doctorat, Institut National Des Sciences Appliquées De Lyon ,30 novembre 2005.
- [19] DONALDSON A.L., KRISTIANSEN M., KROMPHOLZ H., HAGLER M.O., HATFIELD L.L., LEIKER G.R., PREDECKI P.K., JACKSON G.L.  
**Analysis of electrode surface damage in high energy spark gaps**  
*Proc. 5th IEEE International Pulsed Power Conference, pp. 457-460, 1985*
- [20] Kambiz Shamsi  
**Effects of Pulsed Electric Field Processing on Microbial, Enzymatic and Physical Attributes of Milk and the Rennet-Induced Milk Gels**  
Thèse de doctorat, School of Applied Sciences College of Science, Engineering and Technology RMIT University, December 2008.
- [21] M. S. Bretscher  
**The Molecules of the Cell Membrane.**  
*Scientific American, vol. 253, no. 4, p. 100–08, 1985.*
- [22] C. Yao, Y. Mi, C. Li, X. Hu, X. Chen, et C. Sun  
**Study of transmembrane potentials on cellular inner and outer membrane— Frequency response model and its filter characteristic simulation.**  
*Biomedical Engineering, IEEE Transactions on, vol. 55, no. 7, p. 1792–1799, 2008.*
- [23] Mohamad KENAAN  
**Développement d’applicateurs pour étudier le comportement des cellules biologiques soumises à des impulsions électromagnétiques ultracourtes.**  
Thèse de doctorat, Université de Limoges, 25 octobre 2010.
- [24] Stephen T. Kee , Julie Gehl , Edward W. Lee  
**Clinical Aspects of Electroporation.**  
*Springer New York Dordrecht Heidelberg London, ISBN 978-1-4419-8362-6.*
- [25] E. Neumann, M. Schaefer-Ridder, Y. Wang, et P. H. Hofschneider,  
**Gene transfer into mouse lyoma cells by electroporation in high electric fields.**  
*The EMBO journal, vol. 1, no. 7, p. 841, 1982.*
- [26] L. M. Mir et al  
**Effective treatment of cutaneous and subcutaneous malignant tumours by electrochemotherapy.**  
*British journal of cancer, vol. 77, no. 12, p. 2336, 1998.*
- [27] L. M. Mir, H. Banoun, et C. Paoletti  
**Introduction of definite amounts of nonpermeant molecules into living cells after electropermeabilization: direct access to the cytosol**  
*Experimental cell research, vol. 175, no. 1, p. 15–25, 1988.*

- [28] M. P. Rols et J. Teissié  
**Electropermeabilization of mammalian cells to macromolecules: control by pulse duration.**  
*Biophysical journal*, vol. 75, no. 3, p. 1415–1423, 1998.
- [29] K. H. Schoenbach et al.  
**The effect of intense subnanosecond electrical pulses on biological cells**  
*Plasma Science, IEEE Transactions on*, vol. 36, no. 2, p. 414–422, 2008.
- [30] K. H. Schoenbach, S. J. Beebe, et E. S. Buescher  
**Intracellular effect of ultrashort electrical pulses.**  
*Bioelectromagnetics*, vol. 22, no. 6, p. 440–448, 2001.
- [31] K. H. Schoenbach et al.  
**Ultrashort electrical pulses open a new gateway into biological cells.**  
*Proceedings of the IEEE*, vol. 92, no. 7, p. 1122–1137, 2004.
- [32] S. J. Beebe, P. F. Blackmore, J. White, R. P. Joshi, et K. H. Schoenbach  
**Nanosecond pulsed electric fields modulate cell function through intracellular signal transduction mechanisms.**  
*Physiological Measurement*, vol. 25, p. 1077, 2004.
- [33] P. T. Vernier, Y. Sun, L. Marcu, S. Salemi, C. M. Craft, et M. A. Gundersen  
**Calcium bursts induced by nanosecond electric pulses**  
*Biochemical and biophysical research communications*, vol. 310, no. 2, p. 286–295, 2003.
- [34] F. M. Andre et al.  
**Efficiency of high-and low-voltage pulse combinations for gene electrotransfer in muscle, liver, tumor, and skin**  
*Human gene therapy*, vol. 19, no. 11, p. 1261–1272, 2008.
- [35] A. M. Lebar et D. Miklavčič,  
**Cell electropermeabilization to small molecules in vitro: control by pulse parameters.**  
*Radiol*, vol. 35, no. 3, p. 193–202, 2001.
- [36] J. Rubinsky, G. Onik, P. Mikus, et B. Rubinsky  
**Optimal parameters for the destruction of prostate cancer using irreversible electroporation.**  
*The Journal of urology*, vol. 180, no. 6, p. 2668–2674, 2008.
- [37] T. B. Napotnik, M. Reberšek, T. Kotnik, E. Lebrasseur, G. Cabodevila, et D. Miklavčič  
**Electropermeabilization of endocytotic vesicles in B16 F1 mouse melanoma cells.**  
*Medical and Biological Engineering and Computing*, vol. 48, no. 5, p. 407–413, 2010.
- [38] G. Pucihar, L. M. Mir, et D. Miklavi  
**The effect of pulse repetition frequency on the uptake into electropermeabilized**

- cells in vitro with possible applications in Electrochemotherapy.**  
*Bioelectrochemistry*, vol. 57, no. 2, p. 167–172, 2002.
- [39] D. Miklavcic et al.  
**The effect of high frequency electric pulses on muscle contractions and antitumor efficiency in vivo for a potential use in clinical Electrochemotherapy.**  
*Bioelectrochemistry*, vol. 65, no. 2, p. 121–128, 2005.
- [40] T. Kotnik, G. Pucihar, M. Reberek, D. Miklavi, et L. M. Mir  
**Role of pulse shape in cell membrane electropermeabilization.**  
*Biochimica et Biophysica Acta (BBA)-Biomembranes*, vol. 1614, no. 2, p. 193–200, 2003.
- [41] Malek Amiali  
**Inactivation of *Escherichia coli* O157:H7 and *Salmonella Enteritidis* in Liquid Egg Products using Pulsed Electric Field.**  
Thèse de doctorat, Macdonald Campus, McGill University Montreal, Quebec, June 2005.
- [42] A. G. Pakhomov, A. Phinney, J. Ashmore, K. Walker, III, J. F. Kolb, S. Kono, K. H. Schoenbach, and M. R. Murphy  
**Characterization of the cytotoxic effect of high-intensity, 10-ns duration electrical pulses.**  
*Plasma Science, IEEE Transactions on*, vol. 32, pp. 1579-1586, 2004.
- [43] Gregor Serša, Maja Čemažar, Damijan Miklavčič and Zvonimir Rudolf  
**Electrochemotherapy of tumours**  
*Radiol Oncol* 2006; 40(3): 163-74
- [44] T.K. Gachovska, M.O. Ngadi\* and G.S.V. Raghavan  
**Pulsed electric field assisted juice extraction from alfalfa.**  
*CANADIAN BIOSYSTEMS ENGINEERING, Volume 48, 2006.*
- [45] P T Johnstone, P S Bodger  
**High voltage disinfection of liquids.**  
*IPENZ Transactions*, Vol. 24, No. 1/EMCh. 1997.
- [46] Francesca De Vito  
**APPLICATION OF PULSED ELECTRIC FIELD (PEF) TECHNIQUES IN FOOD PROCESSING.**  
Thèse de doctorat, Université de Salerne, Italie, 2006.
- [47] Matej Reberšek, Damijan Miklavcic  
**Advantages and Disadvantages of Different Concepts of Electroporation Pulse Generation.**  
*ISSN 0005-1144 ATKAFF* 52(1), 12–19(2011), *AUTOMATIKA* 52(2011) 1, 12–19.

- [48] Benoît MARTIN  
**Etude et conception d'un étage de mise en forme d'impulsions ultra-large-bande de forte puissance.**  
Thèse de doctorat, Université de Limoges, octobre 2008
- [49] M. Sack et R. Stangle,  
**A bipolar Marx generator for a mobile electroporation device.**  
*In 2007 16th IEEE International Pulsed Power Conference, Albuquerque, NM, 2007, p. 1319-1322.*
- [50] Mohammad Saleh Moonesan  
**Design and Implementation of IGBT Based Power Supply for Food Treatment.**  
Thèse de doctorat, Université de Waterloo, Canada, 2011.
- [51] C.P.NAVATHE AND S.NIGAM  
**Numerical Evaluation of Different Methods Used for Charging Capacitor Banks in Pulsed Power Applications.**  
Laser Plasma Division, Raja Ramanna Centre for Advanced Technology, Indore, India.
- [52] Luis Redondo and J. Fernando Silva  
**Solid State Pulsed Power Electronics.**  
*Power Electronics Handbook, Third Edition.*
- [53] Jacques GOUPY  
Pratiquer les plans d'expériences  
Collection : Technique et ingénierie, Dunod. 2005
- [54] **MODDE 5.0**, "User guide and tutorial", Umetrics (1999).
- [55] Frigon, N.L. and Mathews, D., Practical Guide to Experimental Design, 1<sup>st</sup> Edn., Wiley, New York (1996).
- [56] Taguchi, G., System of Experimental Designs, Kraus International Publications, New York (1987).
- [57] Dascalescu L., Samuila A., Mihalcioiu A., Bente S., and Tilmatine A.  
**Robust control of electrostatic separation processes.**  
IEEE Transactions on Industry Applications. vol. 41, no. 3, pp. 715–720, May/Jun. 2005.
- [58] A. Tilmatine, S. Bendimerad, M. Younes and L. Dascalescu.  
**Experimental analysis and optimisation of a free-fall triboelectric separator of granular plastic particles.**  
International Journal of Sustainable Engineering, Vol. 2, No. 3, September 2009, 184–191.
- [59] A.Tilmatine, L. Dascalescu.  
**Set-point identification of a free-fall triboelectrostatic separation process for plastic**

**particles.**

International Journal of Environmental Studies, Vol. 67, No. 1, February 2010, 27–40

- [60] Medles K., Tilmatine A., Miloua F., Bendaoud A., Younes M., Rahli M. and Dascalescu L.  
**Set point identification and robustness testing of electrostatic separation processes**  
IEEE Transactions on Industry Applications., Vol.3, May/June, 2007.
- [61] Medles K., Dascalescu L., Tilmatine A., Bendaoud A. and Younes M.  
**Experimental Modelling of the Electrostatic Separation of Granular Materials.**  
Particulate Science and Technology, Volume 25, Issue 2 March 2007 , pages 163 - 171.

**Publications ET communications**

- [62] **Yassine Bellebna**, Rabah Ouiddir, Zouaoui Dey, Mohamed Miloudi & Amar Tilmatine  
**Robustness testing of the juice extraction process using a pulsed electrical field**  
International Journal of Environmental Studies, 2014 Vol. 71, No. 3, 360–371.
- [63] **YASSINE BELLEBNA**, AMAR TILMATINE  
**Application of Dielectric Surface Barrier Discharge For Air Disinfection**  
ACTA ELECTROTECHNICA ET INFORMATICA, VOL 13, No.3, 2013, 22-26
- [64] **Yassine BELLEBNA**  
"School on Applications of Pulsed Electric Fields for Food Processing".  
Held at Zaragoza on January 20th-23th, 2014.  
Organised by university of Zaragoza, COST ACTION TD1104-European network for development of electroporation-based technologies and treatments.
- [65] **Yassine BELLEBNA** Said NEMMICH, Nacera HAMMADI, Amar TILMATINE.  
"Ozone production by dielectric barrier discharge for air treatment".  
International conference on energy and sustainable development (CESD'2013),  
February 19-20, 2013, Adrar, Algeria.
- [66] **Yassine BELLEBNA**, Amar TILMATINE, Rabah OUIDDIR.  
"Application of dielectric barrier discharge for air disinfection."  
4th International Conference on Electrical Engineering. May 07-09 2012, Algiers  
Algeria, pp 344-349, ISBN: 9947-34-010-3. [http://www.usthb.dz/ICEE\\_12](http://www.usthb.dz/ICEE_12).
- [67] Said NEMMICH, **Yassine BELLEBNA**, Nacera HAMMADI, Amar TILMATINE.  
"Realization of an ozone generator dielectric barrier discharge and the application of water treatment".  
Second International Conference on the maintenance, management, and electrical logistics CIMGLE'2011.
- [68] N.Hammdi, **Y. BELLEBNA**, S.NEMMICH and A.TILMATINE.  
"Development of a High Voltage power supply for Ozone Generation".  
CNHT'13 from 9 to 11 April 2013 Laghouat, Algerian Journal Of Technology AJOT  
Series B Special Issue April 2013 ISSN 1111 -357x.

- [69]** Said NEMMICH, **Yassine BELLEBNA**, Nacera HAMMADI, Rabah OUIDDIR, Abdelber BENDAOUD, Amar TILMATINE .  
“Experimental study of the influence of parameters on the efficiency of ozone generation by dielectric barrier discharge”.  
CNHT'13 from 9 to 11 April 2013 Laghouat Algerian Journal Of Technology Ajot Series B Special Issue April 2013 ISSN 1111 -357x.



## Résumé

Depuis quelques décennies le monde industriel et sociétal s'intéresse de plus en plus aux interactions entre les champs électriques pulsés et le vivant. Au delà des effets nocifs éventuels de champ électrique pulsé, il existe un certain nombre d'applications dans les domaines de médecine et l'agroalimentaire.

Le procédé des champs électriques pulsés, appliqué au domaine agroalimentaire, consiste à soumettre les aliments à des champs électriques de très forte intensité, de manière répétée (pulsé), pendant des temps très courts (de l'ordre de la microseconde). C'est essentiellement la membrane plasmique des cellules qui est la cible de ces champs électriques pulsés, qui induisent une augmentation de la perméabilisation de la membrane, réversible ou pas, en fonction de la durée et de l'intensité du champ.

Ce travail a pour vocation d'apporter une contribution au développement des connaissances sur ce sujet. Dans ce contexte, on s'est proposé de concevoir et de réaliser des générateurs d'impulsion haute tension pour l'utilisation dans l'extraction des jus. Parallèlement à ce travail, une modélisation expérimentale par méthodes des plans d'expériences d'extraction des jus a été faite.

## المخلص

لعدة عقود اهتم العالم الصناعي والمجتمعي كثيرا بالتفاعل بين الحقول الكهربائية نابضة والكائن الحي. بعيدا عن الآثار الضارة المحتملة للحقل كهربائي النابض، هناك عدد من التطبيقات في مجالات الطب والصناعات الغذائية. عملية المجالات الكهربائية نابض المطبقة في مجال الأغذية، ينطوي على تعريض الغذاء لمجالات كهربائية عالية جدا، بشكل متكرر (نابض) لفترة قصيرة جدا (في حدود ميكروثانية).

و في الأساس الغشاء البلازمي للخلايا هو الهدف من الحقول الكهربائية النبضية، مما يحفز على زيادة نفاذية الغشاء، وهذا يتوقف على مدة وشدة الحقل.

ويهدف هذا العمل إلى المساهمة في تطوير المعرفة حول هذا الموضوع. في هذا السياق، اقترح العمل على تصميم وإنتاج مولدات نبض عالية الجهد لاستخدامها في استخراج العصير. إلى جانب هذا العمل، تم إجراء النمذجة التجريبية لاستخراج العصير بأساليب تصميم التجارب.