



Appel à projets 'soutien à l'innovation' 2002
Programme terminé le 12 juin 2004

**Utilisation des propriétés électriques et diélectriques pour le contrôle non destructif
des modifications structurales du poisson en réfrigération et en congélation**

Chef de file : INRA (Institut national de la recherche agronomique)
Centre de Clermont-Ferrand Theix – 63122 Saint-Genes-Champanelle
Tél : 04.73.62.45.93. ; Fax : 04.73.62.40.89. ; clerjon@clermont.inra.fr
Contact : Sylvie Clerjon

Partenaires : CEVPM (Centre d'expérimentation et de valorisation des produits de la mer)
Syndicat général des mareyeurs de Boulogne-sur-Mer

■ CONTEXTE

Dans un contexte de forte augmentation de la consommation des produits de la mer en France, il est nécessaire de développer des outils analytiques permettant d'apprécier, de manière objective, l'état de fraîcheur des produits commercialisés.

La différenciation du poisson frais et du poisson décongelé constitue également un enjeu important dans la filière des produits de la pêche, dans la mesure où il existe un différentiel de prix important entre le produit frais et le produit congelé.

■ OBJECTIFS DU PROGRAMME

Le but principal de ce programme est de mettre au point une méthode ou un ensemble de méthodes de mesure rapides et non destructives, basées sur les propriétés électriques et diélectriques, permettant de discriminer l'état frais de l'état décongelé sur des filets de poissons d'altération par ailleurs variable. Ces méthodes sont testées sur des filets de poissons d'adiposités très différentes afin de s'assurer que des variations d'adiposité n'introduisent pas un biais dans les résultats.

Compte tenu d'une certaine similitude entre des modifications structurales occasionnées par un cycle congélation – décongélation et celles intervenant au cours du stockage, l'accent est mis sur la recherche de méthodes permettant de distinguer les deux effets.

Les approches classiques dédiées au contrôle de la fraîcheur sont de plusieurs types :

- les méthodes sensorielles
- les méthodes microbiologiques
- les méthodes chimiques.

La problématique de la différenciation du poisson réfrigéré et du poisson décongelé a fait l'objet de plusieurs travaux mettant en œuvre des techniques variées :

- mesure de la résistance électrique de la peau du poisson par l'emploi du Torrymeter
- dosage de l'alpha-glucosidase
- imagerie de Résonance Magnétique (IRM)

- spectroscopie de fluorescence frontale
- spectroscopie infrarouge
- pyrolyse couplée à la spectrométrie de masse.

Mais ces différentes techniques, bien qu'elles puissent aboutir à des résultats intéressants, n'en sont qu'à une phase exploratoire et ne sont pas pour le moment envisageables en tant que méthodes de mesure en ligne.

■ RESULTATS DE L'ETUDE

Phase I : Cartographie des propriétés électriques et diélectriques des filets

La phase I a consisté à établir la cartographie des propriétés électriques, diélectriques et du taux de gras sur les filets pelés de 24 saumons et de 24 cabillauds. Les cartographies des propriétés électriques (dont l'anisotropie électrique) ont été établies avec 4 capteurs d'impédance, celles des propriétés diélectriques avec 2 capteurs hyperfréquences. Les cartographies ont été réalisées en frais à 3 et 10 jours *post mortem*, puis sur les filets ayant subi un cycle congélation/décongélation (des congélations lentes ou rapides ont été appliquées). L'analyse statistique sur les données des cartographies des propriétés électriques et de la teneur en gras a montré une bonne corrélation entre les valeurs d'impédance et les teneurs en gras ($R^2=0.75$).

L'objectif de cette phase I était de déterminer quels capteurs étaient les plus aptes à la discrimination, sur quelle gamme de fréquences, et sur quelle zone du filet. Pour cela, l'ensemble des données de la phase I a été analysé par les logiciels SAS et Matlab. Les analyses statistiques utilisées sont l'analyse de variance, l'analyse discriminante pas à pas, et l'analyse factorielle discriminante. L'analyse de variance a porté sur les discriminations frais / décongelé et stockage court (3 jours) / stockage long (10 jours). L'analyse discriminante pas à pas, et l'analyse factorielle discriminante ont quant à elles permis d'étudier le poids des différentes fréquences de mesure sur la discrimination des caractères "frais" et "décongelé".

Les pourcentages de discrimination des filets frais et décongelés (quel que soit le type de congélation, lent ou rapide), pour chaque type de poisson et pour chaque capteur, quelle que soit la durée de stockage (3 ou 10 jours) avant la mesure en frais et la congélation sont excellents et varient de 82 à 98% suivant les capteurs. De la même façon, l'ensemble des capteurs discriminent le stockage court (J+3) du stockage long (J+10), quel que soit l'état (frais ou décongelé) des filets, et ce dans des pourcentages variés de 71 à 90% suivant les capteurs. Ce type d'analyse discriminante a également été réalisé pour chaque position (et non plus sur les 32 positions poolées) sur l'ensemble des capteurs. Le nombre d'observations étant alors trop faible devant le nombre de variables, une analyse discriminante pas à pas a permis de connaître le poids de chacune des impédances (pour chacune des fréquences) (indépendamment des autres), et a ainsi permis de choisir les fréquences les plus pertinentes.

Phase II : Validation - Etude de la robustesse en fonction du temps de stockage

Les résultats de la phase I ont permis de faire des choix pour le déroulement de la phase II. Ainsi, seuls les capteurs d'impédance "2 contacts ras 20 mm" et "2 aiguilles distance réglable" ont été retenus (bande de fréquences 100 Hz-1.5 MHz). L'étude des variations d'impédances en fonction de la position sur le filet (cartographies de la phase I) nous a également conduits à concentrer les mesures sur le quart "dos-tête" des filets.

L'objectif de la phase II est de valider les méthodes mises au point dans la première phase, et de contrôler quel est l'effet du temps de stockage (3 suivis d'altération sur 4 temps *post mortem* : J+5, J+8, J+11, J+13) sur la discrimination de l'état congelé ou non. L'impédance électrique a été mesurée pour chaque poisson sur un filet (INRA), alors que les caractéristiques d'altération (examens organoleptiques des filets selon le barème de cotation mis au point par SOUDAN, dénombrement de la flore totale aérobique mésophile, dénombrement de *Shewanella putrefaciens* sur milieu PCA-H₂S, dosages de l'ABVT et de la TMA, évaluation colorimétrique du facteur K par kit Transia, mesure du pH, mesures physiques à l'aide du Torrymeter) ont été mesurées en parallèle sur l'autre filet (CEVPM). Nous avons montré qu'il existe une bonne corrélation entre certaines de ces caractéristiques et l'anisotropie électrique.

Le tableau 1 donne la discrimination des caractères "frais" et "congelé" par la mesure de l'anisotropie électrique pour chaque couple "capteur-espèce". Par exemple, on voit que 87 % des filets de cabillaud congelés (tous temps *post mortem* confondus) ont été classés dans "congelé" par le capteur 2 aiguilles distance réglable. La première ligne donne les discriminations tout temps confondus alors que les suivantes ne concernent que les filets à un temps *post mortem* donné. Par exemple, 83 % des filets de saumon congelés à J8 ont été classés comme "congelé" par le capteur 2 contacts ras 20 mm.

Produit	Cabillaud	Cabillaud	Saumon	Saumon	
Capteur	2 aiguilles dist. réglable	2 contacts ras 20 mm	2 aiguilles dist. réglable	2 contacts ras 20 mm	
Cong %	87	83	96	87	tous
Frais %	70	70	79	92	temps
Cong %	83	100	83	100	
Frais %	83	100	83	100	J5
Cong %	100	67	100	83	
Frais %	50	67	50	100	J8
Cong %	100	83	83	100	
Frais %	83	67	67	83	J11
Cong %	100	60	100	100	
Frais %	80	100	83	100	J13

Tableau 1 : pourcentages de discrimination des filets frais et décongelés

■ CONCLUSION

Ce projet a démontré la possibilité de discriminer des filets frais et décongelés et ce pour deux espèces : le saumon et le cabillaud.

Les capteurs mis en œuvre dans la phase de validation comportent deux électrodes espacées de 2 à 5 cm et mesurent l'impédance électrique complexe de 100 à 1.5 MHz. La différence des modules de l'impédance transversale (mesure perpendiculaire aux fibres musculaires) et de l'impédance longitudinale (mesure parallèle aux fibres musculaires) est le paramètre pertinent à retenir.

Les valeurs d'impédances étant très corrélées sur un même spectre, et en vue d'un capteur industriel, les analyses statistiques ont montré qu'il est possible de faire cette discrimination sur un nombre réduit de fréquences (8 fréquences par exemple). L'ensemble des résultats de cette étude permet d'être optimistes sur la valorisation de ce type de capteur en milieu industriel.