



AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

ECOLE NATIONALE SUPÉRIEURE DES INDUSTRIES CHIMIQUES

THÈSE

Pour l'obtention du titre de

Docteur INPL

Spécialité : Génie des procédés

**HYDRODYNAMIQUE D'UN PROCÉDÉ DE MÉLANGE DE FLUIDES
ALIMENTAIRES CHARGÉS DE PARTICULES MACROSCOPIQUES**

par

Maud BLANCHEMAIN-LAMBERT

Ingénieur ENSIC

Soutenue à huis clos le 8 octobre 2004

Président :	Gérard CUVELIER	ENSIA, Massy
Rapporteurs :	Jean-Jacques BIMBENET	ENSIA, Massy
	Catherine XUEREB	LGC, Toulouse
Examineurs :	Lionel CHOPLIN	GEMICO, Nancy
	Huai Zhi LI	LSGC, Nancy
	Caroline BACHELET	Danone Vitapole, Palaiseau

REMERCIEMENTS

Je souhaitais tout d'abord remercier M. Lionel Choplin et M. Frédéric René de m'avoir permis de réaliser cette thèse dans le cadre d'un partenariat entre le laboratoire GEMICO et le centre de recherche Danone Vitapole. Je remercie également M. Choplin pour avoir suivi et dirigé ma thèse et M. René pour son intérêt pour mon travail et pour avoir facilité ma venue sur le site de Danone Vitapole. Un grand merci à M. H.Z. Li, Professeur à l'Ecole Nationale des Industries Chimiques, pour avoir accepté d'être mon co-directeur de thèse, pour son expertise et pour être toujours resté disponible malgré son évolution professionnelle.

Je tenais particulièrement à remercier M. J.-C. Leuliet qui, par sa vision claire et sa compréhension des problèmes, m'a permis d'avancer. Ses avis et conseils éclairés m'ont été très précieux et m'ont beaucoup appris.

Je souhaitais également remercier M. Cuvelier, M. Bimbenet et Mme Xuereb d'avoir accepté de participer à mon jury de thèse et d'avoir formulé des critiques constructives sur l'ensemble de mon travail.

L'essentiel de celui-ci ayant été réalisé sur le site de Danone Vitapole, je tenais à remercier l'ensemble des personnes rencontrées et plus particulièrement tout le service MODSI ainsi que Technovaleur pour le bon accueil que j'y ai trouvé. Je tenais à remercier plus particulièrement :

- L. Schmitt et T. Ququ, anciens ingénieurs MODSI, pour l'encadrement au sein de Danone Vitapole en début de thèse. Merci particulièrement à Thierry pour ses précieux conseils techniques et son soutien lors de la réalisation des essais.
- P. Cornillon, chef de groupe MODSI, pour avoir repris le suivi de ma thèse en cours lors du départ de T. Ququ et pour être toujours resté disponible. Un grand merci également pour les échanges et les discussions constructives que nous avons eues lors de l'interprétation des résultats.
- C. Bachelet, ingénieur MODSI, pour son investissement dans la reprise du suivi de ma thèse, son intérêt pour mon travail, sa disponibilité, son soutien et sa bonne humeur au sein de MODSI ainsi que ses conseils et ses critiques avisés lors de l'interprétation des résultats et de la rédaction du manuscrit. Les échanges que nous avons eus m'ont permis de prendre du recul par rapport à mes résultats pour mieux les analyser et les critiquer.
- les techniciens de MODSI : F. Duppéret en début de thèse ; M. Coco ensuite, pour la mise en place des essais, que je remercie pour son professionnalisme et son goût du travail bien

fait ; puis F. Vauloup que je remercie pour son aide lors de la difficile réalisation des essais et ses idées pratiques pour faciliter leur bon déroulement ; je remercie également tous les techniciens de Technovaleur (notamment F. Lambert, S. Begagnon-Levassort) ainsi que l'équipe transversale qui m'auront ponctuellement aidée voire dépannée.

- M. Sanchez, stagiaire ENSIC n+i, pour m'avoir aidé à réaliser les essais et à mettre en place la méthode de mesure des temps de séjour des particules ainsi que pour sa réflexion sur l'interprétation des résultats obtenus avec cette méthode.
- L. Souchaud, ingénieur GSDON, pour son aide précieuse dans la mise en place de l'acquisition des données, pour son dépannage lors des essais et pour tous ses petits programmes ainsi que A. Genovesi pour son aide ponctuelle lorsque Laurent n'était pas disponible.
- J.-L. Blachon, pour son aide indispensable en statistiques notamment pour la mise en place et l'interprétation des plans d'expériences.
- M.A. Soucé, P. Rondeau, de l'UMA de Danone Vitapole pour leur aide dans l'utilisation des appareils permettant la caractérisation des produits et M. Veleva , de l'UMA également, pour la mise en place des programmes d'analyse d'images.
- Les ateliers de Danone Vitapole et du GEMICO sans qui les essais n'auraient pas été possibles, notamment pour la réalisation des pièces et le dépannage lors d'incidents pendant les essais.

Pour finir, je tenais également à remercier L. Benfaïd pour tout son travail concernant mon installation à Palaiseau et pour sa sympathie à mon égard.

Un grand merci à tous.

Je n'oublie pas de remercier les personnes rencontrées dans mon laboratoire de rattachement, le GEMICO, par lequel je serai passée par intermittence, avec notamment les différentes « générations » de thésards qui ont contribué à rendre l'ambiance de travail plus sympathique : Christelle, Dorra, Joachim, Delphine, Nadia, Marianna, Fernando, Oscar. Un grand merci également à Philippe Marchal pour ses conseils passionnés et passionnants en rhéologie ainsi qu'à Josiane Moras pour tous les services administratifs effectués dans la bonne humeur.

Pour finir, je tenais à remercier ma famille, principalement ma sœur Laure, ma mère et mon père, pour leur soutien tout au long de ma thèse et pour avoir su trouver les mots justes lors des moments de doute pour me re-motiver.

Enfin, merci du fond du cœur à mon David pour être là tous les jours auprès de moi et pour avoir supporté ces moments souvent difficiles.

SOMMAIRE

NOMENCLATURE	6
---------------------------	----------

INTRODUCTION GÉNÉRALE	8
------------------------------------	----------

Chapitre I – Revue Bibliographique

I. PERTE D'INTÉGRITÉ DES PARTICULES EN SUSPENSION DANS UN LIQUIDE VISQUEUX AU COURS D'UN PROCÉDÉ	12
---	-----------

<i>I.1 Généralités</i>	<i>12</i>
------------------------------	-----------

<i>I.2 Mesure des propriétés mécaniques des matériaux</i>	<i>12</i>
---	-----------

I.2.1 Définitions	12
-------------------------	----

I.2.1.1 Etat de déformation	12
-----------------------------------	----

I.2.1.2 Etat de contrainte	14
----------------------------------	----

I.2.1.3 Comportement solide élastique	14
---	----

I.2.1.4 Comportement liquide visqueux	15
---	----

I.2.1.5 Viscoélasticité linéaire	16
--	----

I.2.2 Caractérisation des propriétés mécaniques de particules solides – Tests empiriques	19
--	----

I.2.2.1 Généralités	19
---------------------------	----

I.2.2.2 Pénétrométrie	20
-----------------------------	----

I.2.2.3 Compression	23
---------------------------	----

I.2.2.4 Compression – extrusion	26
---------------------------------------	----

I.2.2.5 Cisaillement – extrusion	28
--	----

I.2.2.6 Conclusions	30
---------------------------	----

<i>I.3 Détermination de la concentration en particules</i>	<i>31</i>
--	-----------

<i>I.4 Détermination de la distribution en taille des particules</i>	<i>32</i>
--	-----------

I.4.1 Analyse d'image	32
-----------------------------	----

I.4.2 Pesée	33
-------------------	----

<i>I.5 Evaluation de la perte d'intégrité de particules</i>	<i>34</i>
---	-----------

I.5.1 Méthodologie	34
--------------------------	----

I.5.2 Dégradation des particules lors d'un procédé de pompage	35
---	----

I.5.3 Dégradation des particules lors d'un procédé de mélange	36
---	----

II. MÉLANGE – HOMOGENÉISATION DE SUSPENSIONS DE PARTICULES FRAGILES	36
--	-----------

<i>II.1 Ecoulement de suspensions de particules</i>	<i>36</i>
---	-----------

II.1.1 Propriétés d'écoulement des fluides	37
--	----

II.1.1.1 Fluides indépendants du temps	37
--	----

II.1.1.2 Fluides dépendant du temps	38
---	----

II.1.1.3 Influence de différents paramètres	40
---	----

II.1.2 Ecoulement en conduite sans particule	41
--	----

II.1.3 Ecoulement en conduite avec particules	41
II.1.4 Vitesse minimale d'entraînement	43
II.1.5 Vitesse de sédimentation	44
II.2 Mélange et homogénéisation	44
II.2.1 Quantification de l'homogénéité d'une suspension de grosses particules	45
II.2.1.1 Généralités et méthodes disponibles dans la littérature	45
II.2.1.2 Tomographie électrique	46
II.2.1.2.1 Historique	46
II.2.1.2.2 Principe	46
II.2.1.2.3 Principaux résultats de la littérature	48
II.2.1.2.4 Conductivités électriques des matériaux	49
II.2.2 Mesure de la rétention des particules – notion de dispersion des temps de séjour	50
II.2.2.1 Généralités	50
II.2.2.2 Définitions	51
II.2.2.3 Détermination expérimentale de la dispersion des temps de séjour	52
II.2.2.3.1 Principe	52
II.2.2.3.2 Méthodes de mesure	53
II.2.2.3.3 Dispersion des temps de séjour – principaux résultats	56
II.2.3 Principaux résultats	56
III. YOGHOURT AUX FRUITS – PRÉSENTATION DES PRODUITS	57
III.1 Yoghourt ou masse blanche	57
III.1.1 Appellation yoghourt	57
III.1.2 Procédé de fabrication	57
III.1.3 Propriétés rhéologiques du yoghourt – principaux résultats	58
III.2 Préparation de fraises sur sucre	61
III.2.1 Présentation du produit	61
III.2.2 Caractéristiques des propriétés rhéologiques du fluide suspendant	62
IV. OBJECTIFS SPÉCIFIQUES DE L'ÉTUDE PAR RAPPORT AU CONTEXTE BIBLIOGRAPHIQUE	62

Chapitre 2 – Matériaux

I. PRÉPARATION DE FRAISES SUR SUCRE	64
<i>I.1 Taille des particules</i>	<i>64</i>
<i>I.2 Caractérisation de la fermeté des morceaux de fraises</i>	<i>65</i>
I.2.1 Matériels et méthodes	65
I.2.2 Résultats	65
<i>I.3 Caractérisation des propriétés rhéologiques du fluide suspendant</i>	<i>67</i>
I.3.1 Matériels et méthode	67
I.3.2 Résultats	67
<i>I.4 Conclusions et critères de choix pour les produits modèles</i>	<i>71</i>
I.4.1 Position de l'étude	71
I.4.2 Critères de choix de morceaux de fruits modèles	72
I.4.3 Critères de choix d'un fluide suspendant modèle	72
II. PRÉPARATION DE FRUITS MODÈLE	72
<i>II.1 Fruit modèle</i>	<i>72</i>
II.1.1 Présentation du produit modèle retenu	72

II.1.2 Protocole de fabrication	74
II.1.2.1 Laboratoire	74
II.1.2.2 Pilote	74
II.1.3 Caractérisation des gels	76
II.1.3.1 Propriétés mécaniques	76
II.1.3.2 Ajustement de la formulation initiale	77
II.1.3.2.1 Influence de la quantité de calcium	77
II.1.3.2.2 Influence de la quantité de pectine	79
II.1.3.2.3 Formulations retenues	80
<i>II.2 Fluide suspendant modèle</i>	81
II.2.1 Détermination du produit modèle	81
II.2.1.1 Formulation initiale – présentation et caractérisation	81
II.2.1.2 Nouvelle formulation	82
II.2.2 Protocole de fabrication	85
II.2.2.1 Laboratoire	85
II.2.2.2 Pilote	85
II.2.2.3 Comparaison des caractéristiques d'écoulement laboratoire / pilote	86
<i>II.3 Fabrication du produit modèle final et caractérisation</i>	87
II.3.1 Mise en suspension des particules modèles – dispositif expérimental	87
II.3.2 Caractérisation des propriétés physiques	88
II.3.2.1 Conductivité des matériaux	88
II.3.2.2 Masse volumique	89
III. MASSE BLANCHE – YOGHOURT	90
<i>III.1 Caractérisation des propriétés rhéologiques de la masse blanche étudiée</i>	90
<i>III.2 Conclusions et critères de choix d'un produit modèle</i>	91
IV. MASSE BLANCHE MODÈLE	92
<i>IV.1 Evaluation de la formulation initiale et ajustement</i>	92
<i>IV.2 Comparaison avec le produit réel</i>	95
IV.2.1 Courbes d'écoulement	95
IV.2.2 Comportement d'écoulement en fonction du temps	96
<i>IV.3 Propriétés physiques</i>	97
IV.3.1 Conductivité électrique	97
IV.3.2 Masse volumique	98

Chapitre 3 – Installation pilote et méthodes d'analyse

I. INSTALLATION PILOTE	99
<i>I.1 Schéma de l'installation et instrumentation</i>	99
<i>I.2 Eléments de procédé étudiés</i>	99
I.2.1 Pompe doseuse	99
I.2.2 Mélangeur dynamique	101
II. PARAMÈTRES ÉTUDIÉS ET MÉTHODOLOGIE D'ENSEMBLE	103
<i>II.1 Paramètres d'étude retenus</i>	103
II.1.1 Paramètres « produits »	103

II.1.2 Paramètres « procédé »	103
II.1.2.1 Etude de la dégradation des particules à travers la pompe doseuse	104
II.1.2.2 Etude de la perte d'intégrité des particules et de l'homogénéisation dans le mélangeur dynamique	104
II.1.3 Conclusions et choix de la méthodologie d'étude	105
II.2 Plans d'expériences	105
II.2.1 Présentation générale	105
II.2.2 Objectifs de l'étude et plans possibles	106
II.2.3 Plans d'expériences retenus	107
II.2.3.1 Plan lié à l'étude de la dégradation des particules à travers la pompe doseuse ..	107
II.2.3.2 Plan lié à l'étude de la perte d'intégrité des particules et de l'homogénéisation dans le mélangeur dynamique	108
III. MESURE DE LA PERTE D'INTÉGRITÉ DES PARTICULES : MÉTHODOLOGIE	108
III.1 Détermination expérimentale de la taille et de la concentration des particules par tamisage et analyse d'image	109
III.2 Evaluation de la perte d'intégrité – Méthodologie	110
III.2.1 Choix des données de travail	110
III.2.2 Modélisation des courbes	112
III.2.3 Définition et calcul du critère de perte d'intégrité	113
III.3 Evaluation de la méthode	115
III.3.1 Précision	116
III.3.1.1 Evaluation de l'analyse d'image	116
III.3.1.2 Erreur due aux trois dimensions des particules	117
III.3.1.3 Erreur due à la prise d'échantillon	120
III.3.2 Comparaison avec une autre méthode	121
III.3.3 Conclusions	124
IV. CARACTÉRISATION DE L'EFFICACITÉ DU MÉLANGE	124
IV.1 Quantification de l'homogénéisation par tomographie électrique	124
IV.1.1 Dispositif expérimental	125
IV.1.2 Choix des données de travail	126
IV.1.3 Méthodologies	128
IV.1.3.1 Efficacité du mélangeur dans le temps	128
IV.1.3.2 Efficacité du mélangeur sur la section de conduite	130
IV.1.4 Précision de la méthode	131
IV.1.4.1 Capteurs	131
IV.1.4.2 Analyse	133
IV.2 Evaluation de la dispersion des particules dans l'espace par une méthode visuelle	134
IV.2.1 Acceptabilité du degré de mélange dans le temps	134
IV.2.2 Acceptabilité du degré de mélange dans l'espace	135
IV.3 Mesure de la dispersion des temps de séjours des particules	135
IV.3.1 Dispositif expérimental	136
IV.3.2 Méthodologie	138
IV.3.3 Précision de la méthode	140
IV.3.3.1 Capteurs	140
IV.3.3.2 Répétabilité	140

Chapitre 4 – Résultats – Analyse et discussion

I. OBSERVATIONS PRÉLIMINAIRES SUR LA MISE EN SUSPENSION DES PARTICULES MODÈLES	142
<i>I.1 Qualité de la distribution en taille des particules</i>	142
<i>I.2 Qualité de l'homogénéité de la suspension</i>	143
<i>I.3 Conclusions</i>	145
II. RÉSULTATS	145
<i>II.1 Plan d'expériences A – valeurs des facteurs et réponses</i>	145
<i>II.2 Plan d'expériences B – valeurs des facteurs et réponses</i>	146
III. PERTE D'INTÉGRITÉ DES PARTICULES DANS LA POMPE DOSEUSE	147
<i>III.1 Première étude – interprétation du plan d'expériences A</i>	147
III.1.1 Résultats	147
III.1.2 Discussion	149
<i>III.2 Seconde étude – interprétation du plan d'expériences B</i>	149
III.2.1 Résultats	149
III.2.2 Discussion	151
<i>III.3 Analyse complémentaire – Influence de la fermeté sur la perte d'intégrité des particules dans la pompe doseuse</i>	152
<i>III.4 Conclusions</i>	152
IV. MÉLANGEUR DYNAMIQUE – PERTE D'INTÉGRITÉ DES PARTICULES ET QUALITÉ DU MÉLANGE	154
<i>IV.1 Dispersion des temps de séjour moyens des particules</i>	154
IV.1.1 Temps de séjour moyen des particules dans le mélangeur	154
IV.1.2 Dispersion des temps de séjour	156
<i>IV.2 Perte d'intégrité des particules à travers le mélangeur dynamique</i>	158
IV.2.1 Résultats	158
IV.2.2 Discussion	161
<i>IV.3 Homogénéité du mélange</i>	164
IV.3.1 Capacité d'homogénéisation du mélangeur dans le temps – atténuation des bouchons	164
IV.3.1.1 Résultats	164
IV.3.1.2 Discussion	166
IV.3.2 Acceptabilité du degré de mélange en sortie – Existence de bouchons	168
IV.3.3 Capacité d'homogénéisation du mélangeur dans la section de conduite	169
IV.3.4 Acceptabilité de la répartition des particules dans l'espace en sortie de mélangeur	170
V. CONCLUSIONS DE L'ÉTUDE SUR L'IMPACT DES DIFFÉRENTS FACTEURS ET RECOMMANDATIONS ÉVENTUELLES	172
CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES	175
BIBLIOGRAPHIE	178
ANNEXES	191

NOMENCLATURE

a_1, a_2	constantes [m^{-1}]
A	aire [m^2]
A	contrainte nécessaire à l'initiation de la déstructuration du matériau [Pa]
A_1, A_2, A_3	constantes [$^{\circ}C^{-1}$]
b_1, b_2	constantes [-]
B	coefficient de déstructuration thixotrope [Pa]
C	constante [N], loi de Bourne
C_1	concentration en solide dissous [-]
C_2	concentration en particules solides [-]
C_m	concentration moyenne en particules [-]
d_p	taille caractéristique de particule [m]
D	diamètre de la conduite [m]
D_a	diamètre de l'agitateur [m]
e	rapport entrefer / taille de particule [-]
E	fonction de distribution des temps de séjour [-]
E	module de Young [Pa]
E_a	énergie d'activation [$J.kg^{-1}.mol^{-1}$]
K_c	coefficient de compression de commodité [$N.m^{-2}$], loi de Bourne
K_s	coefficient de cisaillement de commodité [$N.m^{-1}$], loi de Bourne
K_1, K_2	constantes de loi d'écoulement
F	constante [Pa.s]
F	force [N]
g	accélération de la pesanteur [$m.s^{-2}$]
G	module de cisaillement [Pa]
G	fonction de transfert dans le domaine de Laplace
h	hauteur [m]
i	indice de comptage [-]
IH_s	indice d'homogénéisation dans l'espace [-]
IH_t	indice d'homogénéisation dans le temps [-]
k	indice de consistance [$Pa.s^n$]
l_0	longueur [m]
δl	variation de longueur [m]
n	indice d'écoulement [-]
n	nombre de points d'un tomogramme [-]
P	périmètre [m]
PI	critère de perte d'intégrité [fréquence*mm]
Q	débit volumique [$m^3.s^{-1}$]

$\mathfrak{R}$	constante universelle des gaz parfaits [$\text{J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$]
r, R	rayon de la conduite [m]
R	résistance [S.m]
RSD	déviati�n standard relative
s	constante reli�e au r�acteur et � la g�om�trie de l'agitateur
S	surface [m^2]
t_{disp}	dispersion des temps de s�jour [s]
t_p	temps de passage [s]
t_s	temps de s�jour [s]
T	temp�rature [$^\circ\text{C}$ ou K]
u_0	vitesse minimale d'entra�nement [m.s^{-1}]
v	vitesse [m.s^{-1}]
V	volume [m^3]
V_u	volume de r�acteur [m^3]
V_p	volume de particule [m^3]
x, y, z	direction de l'espace, longueur [m]
x_e	signal d'entr�e
x_s	signal de sortie
X_1, X_2, X_3	facteurs de plan d'exp�riences
Y	r�ponse �tudi�e dans un plan d'exp�riences
α	�ge interne [s]
α	fraction massique de solide dans la suspension [-]
β_i	coefficient du facteur i dans le mod�le empirique consid�r�
γ	d�formation due � une force de cisaillement [-]
$\dot{\gamma}$	vitesse de cisaillement [s^{-1}]
δ	angle de d�phasage [$^\circ$]
Δ	diff�rence des crit�res max. et min. de perte d'int�grit�
ε	d�formation due � une force de tension ou de compression [-]
η	viscosit� apparente [Pa.s]
θ	rapport d'ouverture de la chambre de la pompe doseuse [-]
κ	pente de distribution gaussienne [-]
λ	esp�rance de vie [s]
μ_n	moment d'ordre n
ν	viscosit� cin�matique [$\text{Pa.s.m}^3.\text{kg}^{-1}$]
ρ	masse volumique [kg.m^{-3}]
σ	conductivit� [S.m^{-1}]
σ	contrainte due � une force de tension ou de compression [Pa]
σ^2	variance
τ	contrainte due � une force de cisaillement [Pa]
χ	m�diane [m]

CHAPITRE 0

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Introduction

Le yoghourt est un produit très ancien qui a bâti sa réputation sur ses vertus nutritionnelles et diététiques. Son apparition en France remonte à la Renaissance où le roi François 1^{er} fut guéri d'une affection intestinale par un yoghourt au lait de brebis préparé par un médecin turc. Cependant, il faudra attendre le XX^{ème} siècle pour que le yoghourt devienne vraiment populaire en Europe. La première unité de production industrielle fut créée par Isaac Carasso à Barcelone en 1919. Il donna le nom de « Danone », du prénom de son fils Daniel, à la première marque industrielle de yoghourt en Europe puis dans le monde entier.

En 1925, les mots « yaourt », d'origine grecque, et « yoghourt », d'origine turque, firent leur entrée officielle dans le Petit Larousse, signe de la popularité grandissante du produit. L'arrivée des yoghourts aux fruits dans les années 1950 a permis de lui donner une image totalement nouvelle : l'attitude des consommateurs essentiellement motivés par le bénéfice santé du produit s'est alors progressivement modifiée pour s'orienter vers un aspect plus « plaisir ». La consommation n'a cessé d'augmenter depuis et les produits se sont diversifiés : yoghourts au lait écrémé, demi-écrémé ou entier ; yoghourts naturels, sucrés, aromatisés ou aux fruits ; yoghourts fermes, brassés ou à boire.

La consommation de yoghourts et de laits fermentés s'élève en France à 1,436 millions de tonnes en 2002, soit 21,1kg par an et par habitant (source SCEES/ONILAIT 2004). Les yoghourts aux fruits représentent aujourd'hui près de 40% du marché (fig.1) (23,7% en 1991 (Badier, 1993)) et la gamme des produits existants est large : on trouve des yoghourts à la pulpe de fruits, sur lit de fruits, aux morceaux de fruits et plus récemment aux fruits mixés.

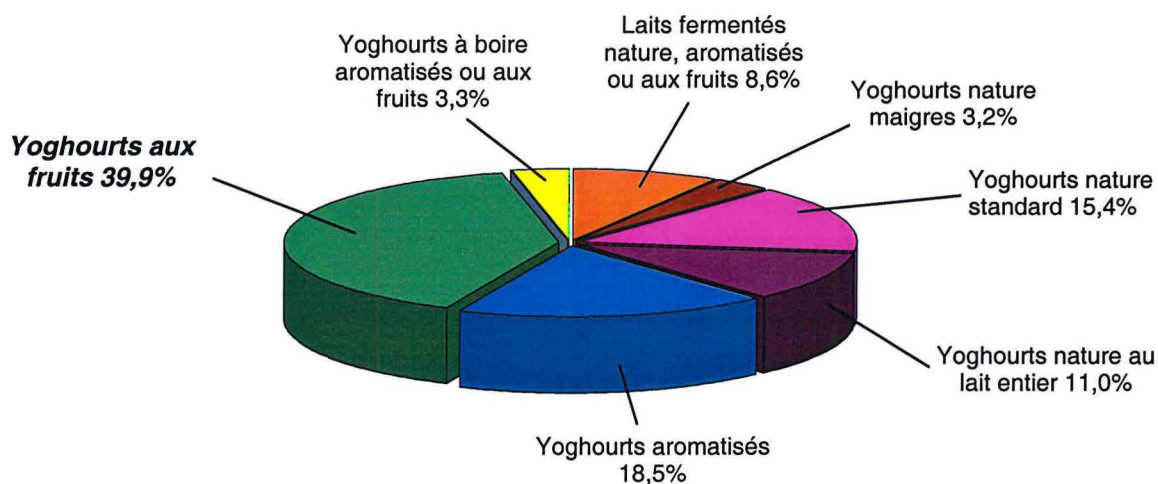


Fig. 1 Production 2000 – Yoghourts et laits fermentés
 % par rapport au total yoghourts laits fermentés
 Source SYNDIFRAIS (Chiffres 2001)

La préférence des consommateurs en terme de type de fruits va principalement à la fraise et à la cerise (fig.2). Les autres fruits se situent ensuite dans une gamme de préférence équivalente (Carle, 2000).

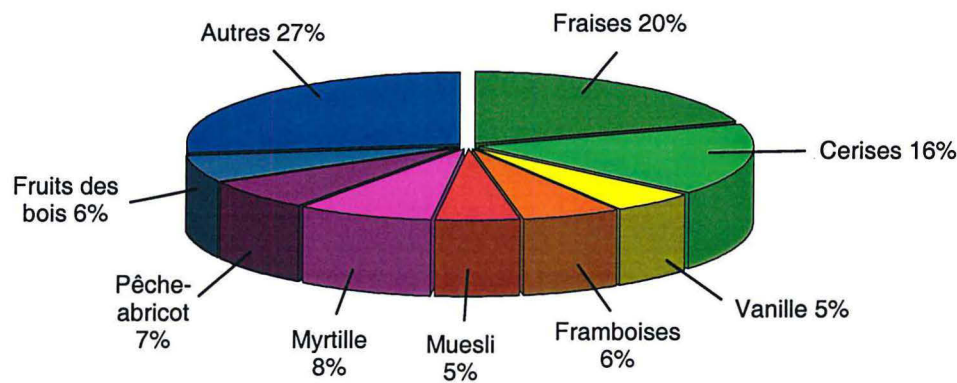


Fig.2 Echelle de préférence pour les yogourts aux fruits (selon Wild Research 02/2000 ; Carle, 2000)

Contexte de l'étude

Compte-tenu des exigences des consommateurs, la fabrication des yogourts aux fraises représente donc un enjeu important. Il n'est cependant pas aussi simple d'incorporer des morceaux de fruits dans le yoghourt ou « masse blanche », principalement en ce qui concerne les fruits dits fragiles tels que la fraise ou la framboise. Le procédé de fabrication de yogourts aux fruits comporte les différentes étapes suivantes : pompage des fruits et de la masse blanche, mise en contact des deux produits par l'intermédiaire d'un embranchement en té, mélange puis conditionnement (fig.3).

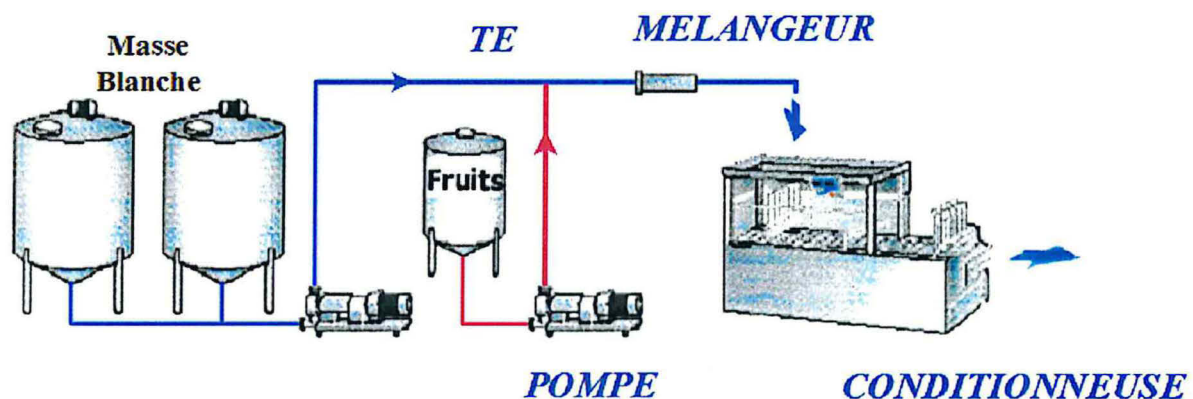


Fig.3 Schéma du procédé de fabrication de yogourts aux fruits (Tamime et Robinson, 1999)

Deux problèmes principaux ont été observés lors de ce procédé de fabrication :

- il s'agit tout d'abord de la perte d'intégrité des morceaux de fruits au cours du procédé : la quantité de fruits mise en œuvre en début de ligne n'est pas retrouvée en sortie. Plusieurs points sont jugés particulièrement critiques en ce qui concerne la dégradation des morceaux de fruits : le pompage de la préparation de fruits tout d'abord ; vient ensuite le té, point de mise en contact des fruits avec la masse blanche, où l'on ne connaît pas bien les phénomènes existants ; le point critique suivant est le mélangeur où le cisaillement du mobile d'agitation

nécessaire à l'obtention d'un bon mélange n'est cependant pas recommandé pour les particules fragiles ; en fin de ligne, on trouve le conditionnement où le produit « yoghourt aux fruits » doit pouvoir être dosé sans dégradation des morceaux de fruits.

Cet aspect de la perte d'intégrité des morceaux de fruits est très important d'un point de vue économique. En effet, les consommateurs préfèrent les yoghourts contenant un grand nombre de petits morceaux de fruits. Pour répondre à cette demande, il est important de minimiser les pertes à travers le procédé pour obtenir la plus grande quantité de morceaux dans les pots en sortie de procédé avec le minimum de fruits au départ. Ceci permet une compétitivité plus grande d'un point de vue rapport qualité/prix.

- l'autre point à améliorer concerne l'homogénéité du produit en sortie de ligne : les consommateurs ne retrouvent pas la même quantité de morceaux de fruits d'un pot à l'autre, ce qui est dommageable pour l'image du produit. Différentes raisons peuvent être avancées pour expliquer cet état de fait : l'hétérogénéité de la préparation de fruits dans le container au départ peut en être la cause, les morceaux de fruits ayant en effet tendance à sédimenter ; le problème peut cependant également venir ou être renforcé par l'opération de mélange, étape critique pour l'homogénéisation mais également pour la perte d'intégrité.

Ces deux points peuvent donc s'avérer ne pas être compatibles. En effet, il est nécessaire de cisailer davantage pour mieux mélanger ; cependant, cela entraîne une dégradation supplémentaire des morceaux. Dans ce cas, on comprend qu'un optimum doit être trouvé pour obtenir un mélange et une perte d'intégrité acceptables.

Objectifs de l'étude

Dans cette étude, nous nous intéresserons à la fabrication de yoghourts aux fraises en raison de l'importance économique du produit (Cf. fig.2).

Il s'agira principalement d'identifier les paramètres produits et/ou procédé responsables de la dégradation des particules et de leur mauvaise répartition dans les pots.

Une étude bibliographique nous permettra dans un premier temps de connaître les produits étudiés et d'identifier les méthodes existantes pour mesurer la perte d'intégrité des particules et l'homogénéité du mélange. En fonction des résultats, nous devrons ensuite adapter les méthodes d'analyses retenues à nos produits. Ceux-ci devront être tout d'abord caractérisés d'un point de vue fermeté, texture et taille, ces paramètres étant critiques par rapport aux deux points d'étude qui nous intéressent. L'hétérogénéité d'une préparation de fraises sur sucre rendant difficile une comparaison des résultats entre essais, des produits modèles seront développés. Pour réaliser les essais, une ligne de mélange pilote sera créée reproduisant le plus fidèlement possible une ligne de fabrication industrielle à échelle réduite. Des méthodologies d'étude de la perte d'intégrité des particules et de l'homogénéité de mélange seront également mises au point.

Pour finir, des modèles prédictifs pourront être élaborés à partir des paramètres influents en vue de l'optimisation du procédé par rapport aux produits utilisés.

CHAPITRE I
REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

I. EVALUATION DE LA PERTE D'INTÉGRITÉ DE PARTICULES FRAGILES

I.1 Généralités

Il n'existe pas de définition de la perte d'intégrité dans la littérature. D'un point de vue empirique, on peut envisager la dégradation de particules fragiles au cours d'un procédé de deux façons différentes :

- par *érosion* : ceci se traduira par une légère diminution de leur taille globale, particulièrement sensible au niveau des zones anguleuses ; pour des cubes notamment, on comprend bien que les arrêtes pourront facilement être endommagées.
- par *brisure* : les contraintes imposées par les différents éléments du procédé sont telles que les particules sont cassées en un ou plusieurs morceaux ; cette dégradation peut être plus ou moins acceptable selon la taille des morceaux retrouvés.

Pour bien comprendre les enjeux liés à la dégradation des particules, nous devons tout d'abord définir les notions liées à la caractérisation des propriétés mécaniques des matériaux. Nous verrons notamment les différents tests existants pour caractériser la fermeté des particules solides ainsi que le test retenu pour notre étude.

Pour permettre ensuite une quantification de la perte d'intégrité, nous devons suivre d'autre part l'évolution de deux paramètres clé tout au long du procédé : la *taille* et la *concentration* des particules considérées comme des morceaux. La définition de ce que l'on appelle « morceau » dépend de l'étude réalisée. Nous considérerons un morceau comme ayant une taille supérieure à 3 mm.

I.2 Mesure des propriétés mécaniques des matériaux

I.2.1 Définitions

I.2.1.1 Etat de déformation

Un matériau peut se déformer sous l'influence de différents types de forces (tension, cisaillement, compression). Considérons une barre légèrement étirée sous l'influence d'une force de tension (fig.1.1).

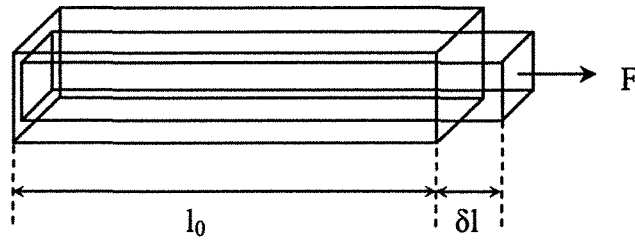


Fig. 1.1 Barre soumise à une force de tension

On définit deux types de déformation : la déformation de Cauchy ϵ_C , rapport entre la variation de dimension sur la dimension initiale, et la déformation de Hencky ϵ_H , logarithme du rapport de la longueur allongée sur la longueur originale.

$$\epsilon_C = \delta l / l_0$$

$$\epsilon_H = \int_{l_0}^l dl / l = \ln(l / l_0)$$

Les deux déformations sont reliées par la relation suivante :

$$\epsilon_H = \ln(1 + \epsilon_C)$$

La déformation vraie due à une force de compression est définie par (Hamann, 1983) :

$$\epsilon_H = -\ln(1 - \epsilon_C)$$

On préfère la déformation de Hencky pour les larges déformations (Steffe, 1996).

Un autre type de déformation bien connu en rhéologie est celui du cisaillement illustré sur la figure 1.2. La surface inférieure de la barre est maintenue immobile alors que la surface supérieure est déplacée parallèlement d'une longueur δl .

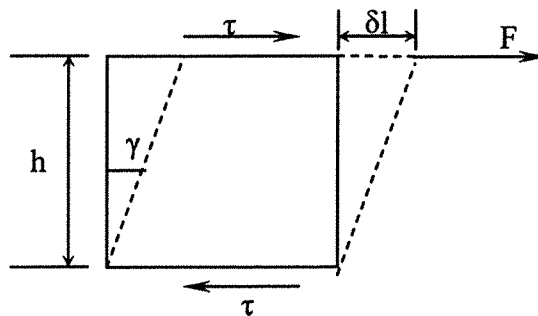


Fig. 1.2 Corps soumis à une force de cisaillement

Tous les éléments sont soumis à la même déformation. On calcule l'angle de cisaillement γ de la façon suivante :

$$\tan(\gamma) = \frac{\delta l}{h}$$

Pour les corps déformables indéfiniment (les liquides), on définit également la vitesse de cisaillement, dérivée par rapport au temps de la déformation de cisaillement :

$$\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt}$$

I.2.1.2 Etat de contrainte

Une contrainte est définie comme un rapport d'une force à la surface sur laquelle elle s'exerce, exprimée en N.m^{-2} et peut être le résultat d'une force de tension, de compression (notée σ) ou de cisaillement (notée τ).

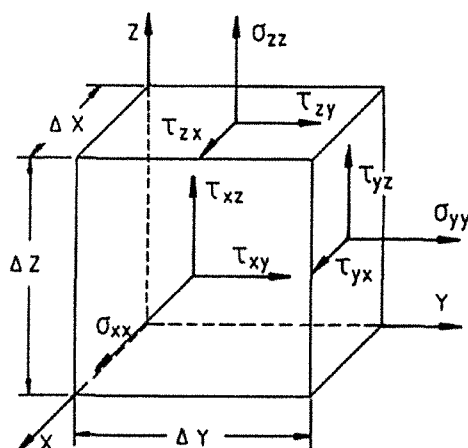


Fig. 1.3 Nomenclature des contraintes appliquées à un élément de volume (Pahl et al., 1991)

Neuf composantes sont nécessaires pour décrire l'état de contrainte d'un matériau (fig.1.3). Celles-ci peuvent être réunies dans une matrice appelée tenseur des contraintes :

$$\sigma_{ij} = \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & \tau_{xy} & \tau_{xz} \\ \tau_{yx} & \sigma_{yy} & \tau_{yz} \\ \tau_{zx} & \tau_{zy} & \sigma_{zz} \end{bmatrix}$$

Considérant l'élément de volume en équilibre, les lois basiques de mécanique sur le moment autour de l'axe montrent que cette matrice est symétrique soit

$$\sigma_{ij} = \sigma_{ji}$$

I.2.1.3 Comportement solide élastique

Pour relier l'état de contrainte à l'état de déformation d'un matériau, la relation la plus simple envisagée est la proportionnalité ou loi de Hooke. Celle-ci caractérise le solide idéal. Les matériaux hookéens ne s'écoulent pas ; ils sont dits *élastiques linéaires*. Un matériau élastique qui se déforme sous l'influence d'une contrainte retrouve sa forme initiale lorsque celle-ci n'est plus appliquée. On considère que pour des déformations infinitésimales tous les matériaux obéissent à cette loi.

Dans le cas d'une compression ou d'une traction uniaxiale, le rapport contrainte(σ)/déformation(ϵ) est appelé *module de Young E* ou *module d'élasticité* :

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon}$$

Lorsque l'on s'intéresse à une contrainte (τ) et une déformation de cisaillement (γ), le coefficient de proportionnalité G est appelé *module de rigidité* ou *module de cisaillement* :

$$G = \frac{\tau}{\gamma}$$

Lorsque G dépend de la contrainte ou de la déformation, le comportement du matériau n'est plus linéaire.

D'un point de vue énergétique, le comportement élastique représente la restitution de toute l'énergie perdue pendant la déformation.

1.2.1.4 Comportement liquide visqueux

Un fluide idéal se déforme et continue à se déformer sous l'influence d'une contrainte (tant qu'une charge est appliquée). Le matériau ne retrouve pas sa forme originelle lorsque celle-ci n'est plus appliquée. Cette réponse est appelée « visqueuse ». Dans le cas d'une force de cisaillement, l'écoulement des matériaux visqueux peut être décrit par le modèle du fluide newtonien généralisé :

$$\tau = \eta \left(\frac{d\gamma}{dt} \right)$$

où $\eta = \eta(\dot{\gamma}) = \eta(\tau)$ représente la viscosité du matériau.

Dans le cas où η est indépendant de $\dot{\gamma}$ et/ou de τ , le comportement est dit visqueux linéaire ou newtonien.

La viscosité est définie comme la résistance à l'écoulement du fluide. D'un point de vue énergétique, l'écoulement visqueux représente la perte complète d'énergie perdue pendant la déformation (transformée en chaleur).

1.2.1.5 Viscoélasticité

Les comportements solide élastique et liquide visqueux représentent les deux réponses extrêmes des matériaux soumis à des contraintes extérieures. Cependant, les matériaux réels rencontrés se trouvent le plus souvent dans une gamme de comportement rhéologique comprise entre les deux. On dit qu'un matériau a un comportement **viscoélastique** lorsque les comportements de solide élastique et de liquide visqueux linéaires coexistent simultanément. Pratiquement tous les aliments liquides ou solides appartiennent à ce groupe. Les propriétés de viscoélasticité peuvent être étudiées notamment par un test de fluage, par un test de relaxation ou par des tests de spectroscopie mécanique (cisaillement oscillatoire).

Pour un test de fluage, il s'agit d'imposer à un échantillon une contrainte constante et d'observer la réponse en déformation en fonction du temps. Les différents comportements sont représentés sur la figure 1.4.

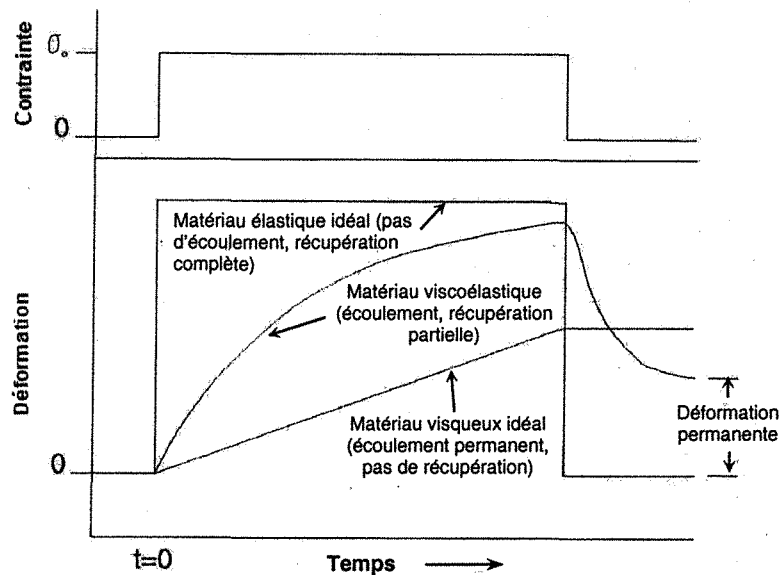


Fig. 1.4 Réponse des différents matériaux à un créneau de contrainte (Steffe, 1996)

Pour le test de relaxation, un créneau de déformation est imposé à un échantillon et on observe la réponse en contrainte du matériau en fonction du temps (fig.1.5). Le solide hookéen (b) ne montre aucune relaxation alors que le fluide newtonien (c) se détend aussitôt que la déformation appliquée devient constante. Le fluide ou solide viscoélastique (d) montre une relaxation de la contrainte pendant un temps significatif ; celle-ci tend vers zéro pour le premier et vers une contrainte d'équilibre pour le deuxième.

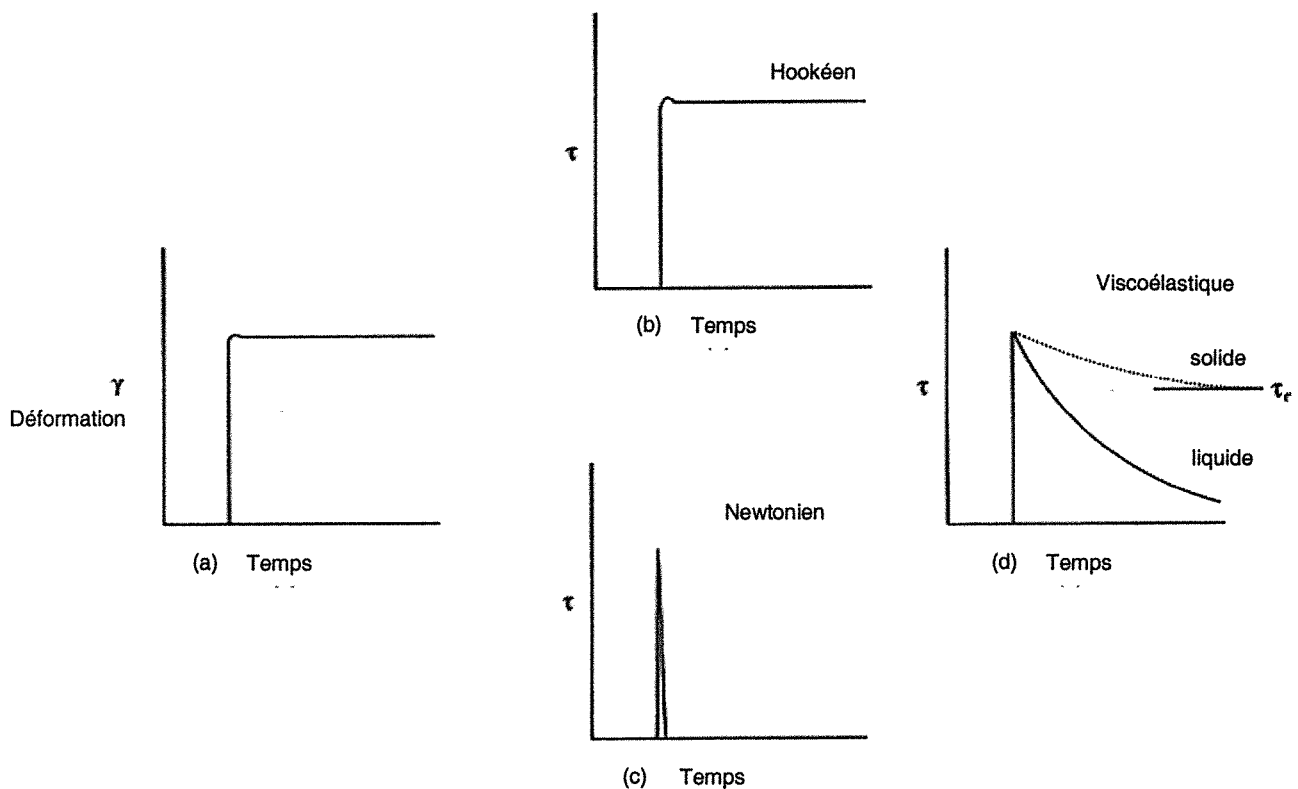


Fig. 1.5 Réponse des différents types de matériaux à un créneau de déformation (Macosko, 1994)

Pour les tests de spectroscopie mécanique, une contrainte ou une déformation variant sinusoïdalement au cours du temps est appliquée à l'échantillon étudié. Ces tests sont effectués de préférence dans le domaine linéaire du matériau. D'un point de vue macroscopique, c'est le domaine pour lequel la contrainte et la déformation restent proportionnels l'une à l'autre quel que soit le type de sollicitation. A l'échelle microscopique, cela correspond à des sollicitations mécaniques de suffisamment faible intensité pour ne pas perturber ni la dynamique ni la structure du matériau.

Pour déterminer le domaine linéaire du matériau, on impose une déformation variant sinusoïdalement en fonction du temps à une fréquence donnée ω (fig.1.6) :

$$\gamma(t) = \gamma_0 \sin(\omega t)$$

où γ_0 est l'amplitude de la déformation de cisaillement.

On observe la réponse en contrainte du matériau. Pour des petites déformations, celle-ci varie également sinusoïdalement avec le temps avec un angle de déphasage δ ($0 < \delta < \frac{\pi}{2}$) :

$$\tau(t) = \tau_0 \sin(\omega t + \delta) = \tau_0 [(\cos \delta \sin \omega t) + (\sin \delta \cos \omega t)]$$

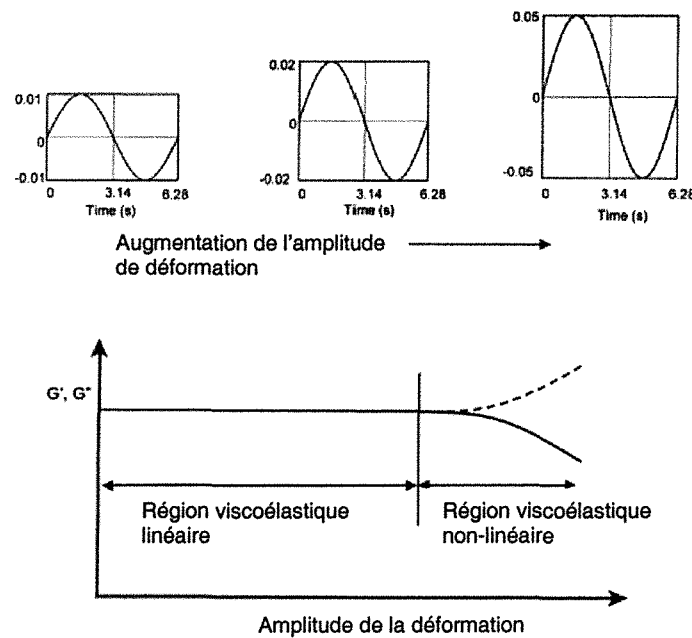


Fig. 1.6 Exemple de balayage en déformation (Gunasekaran et Ak, 2000)

Pour faciliter les calculs, on fait appel au formalisme des nombres complexes, utilisables pour des phénomènes sinusoïdaux linéaires :

$$\bar{\gamma}(t) = \gamma_0 e^{i\omega t}$$

$$\bar{\tau}(t) = \tau_0 e^{i(\omega t + \delta)}$$

Les équations différentielles linéaires de la viscoélasticité se transforment en équations algébriques complexes qui peuvent s'écrire sous la forme :

$$\bar{\tau}(t) = \bar{G}(\omega) \bar{\gamma}(t)$$

avec $\bar{G}(\omega)$ module de rigidité complexe, parfois noté G^* .

Celui-ci se décompose en une partie réelle et une partie imaginaire :

$$\overline{G}(\omega) = G'(\omega) + iG''(\omega)$$

Les fonctions G' et G'' sont respectivement le module élastique de cisaillement (de stockage) et le module visqueux de cisaillement (de perte). G' est l'énergie stockée puis relâchée par cycle de déformation et par unité de volume. G'' est la mesure de l'énergie dissipée en chaleur au cours d'un cycle de déformation par unité de volume :

$$G'(\omega) = \frac{\tau_0}{\gamma_0} \cos \delta$$

$$G''(\omega) = \frac{\tau_0}{\gamma_0} \sin \delta$$

On utilise également la « tangente de perte », rapport du module visqueux sur le module élastique qui donne l'effet relatif des composants élastique et visqueux dans un comportement viscoélastique :

$$\tan \delta(\omega) = \frac{G''(\omega)}{G'(\omega)}$$

On peut montrer que le rapport G''/G' est proportionnel au rapport de la puissance de l'énergie dissipée sur la puissance de l'énergie emmagasinée (Couarraze et al., 2000) :

$$\tan \delta = \frac{G''}{G'} \equiv \frac{P_d}{P_e}$$

Pour un solide élastique parfait, on obtiendra les relations suivantes :

$$\overline{G}(\omega) = \frac{\overline{\tau}(t)}{\overline{\gamma}(t)} = G, \quad G'(\omega) = G, \quad G''(\omega) = 0, \quad \text{soit } \delta = 0^\circ$$

Pour un liquide visqueux Newtonien, les paramètres ont les valeurs suivantes :

$$\overline{G}(\omega) = \frac{\overline{\tau}(t)}{\overline{\gamma}(t)} = \eta \frac{\dot{\overline{\gamma}}(t)}{\overline{\gamma}(t)} = i\omega\eta, \quad G'(\omega) = 0, \quad G''(\omega) = \eta\omega, \quad \text{soit } \delta = 90^\circ$$

La réponse en contrainte d'un matériau viscoélastique linéaire à une déformation sinusoïdale est donnée par la relation suivante :

$$\tau(t) = \gamma_0 G'(\omega) \sin(\omega t) + \gamma_0 G''(\omega) \cos(\omega t)$$

Une fois l'amplitude de déformation correspondant au domaine linéaire du matériau choisie, on réalise alors un balayage en fréquence ou spectre mécanique, caractéristique de la structure de l'échantillon. Les matériaux que nous utiliserons sont de type gel ; les différents spectres mécaniques sont représentés sur la figure ci-dessous (fig.1.7).

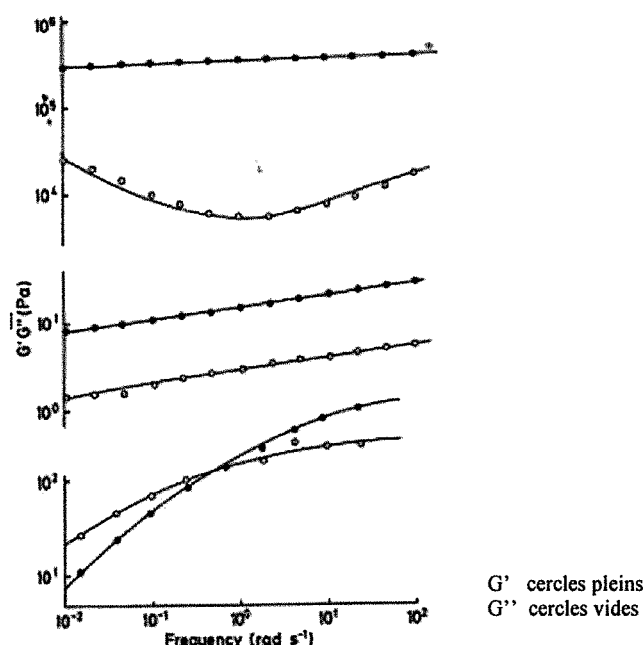


Fig. 1.7 Spectres mécaniques typiques obtenus pour des gels (en haut), gels faibles (milieu) et réseaux (en bas). Les données sont respectivement celles de gélatine à 25%, de xanthane à 5% et de guar à 3%. (Clark & Ross-Murphy, 1987)

I.2.2 Caractérisation des propriétés mécaniques de particules solides – Tests empiriques

I.2.2.1 Généralités

Pour un grand nombre d'aliments, il est trop difficile de caractériser leurs propriétés mécaniques avec des tests classiques. En effet, les fraises sont des matériaux non-homogènes, non-isotropes et avec des géométries complexes. Différents tests empiriques ont alors été mis en place pour mesurer le plus objectivement possible leur fermeté et leur comportement à la rupture (Bourne, 1982 ; Steffe, 1996).

Les types de forces appliquées résultent du comportement que l'on cherche à caractériser. Il pourra s'agir de force de compression (Apostolopoulos et al., 1994), de tension (Pesenti et Luginbühl, 1999 ; Harker et Sutherland, 1993 ; DeMars et Ziegler, 2001), de torsion (Lanier, 2000 ; Truong et Daubert, 2000 ; Studman et Yuwana, 1992), de cisaillement (Ahmed et al., 1972), de flexion (Kamyab et al., 1998 ; Alvarez et al., 2000). Ces résultats sont souvent corrélés à des analyses sensorielles (Tunick, 2000).

Quatre tests semblent relativement bien adaptés : la pénétrométrie, la compression, la rétro-extrusion et le cisaillement-extrusion par une cellule de Kramer. Les deux premiers tests sont très fréquemment rencontrés pour caractériser la fermeté des matériaux alors que les deux derniers sont intéressants pour étudier le comportement d'écoulement et de rupture de particules alimentaires dans un fluide suspensé.

1.2.2.2 Pénétrométrie

• Principe

Le test de pénétrométrie consiste à mesurer la force nécessaire à enfoncer un poinçon ou une sonde dans un aliment entraînant un écrasement irréversible ou un écoulement de l'aliment (fig.1.8).

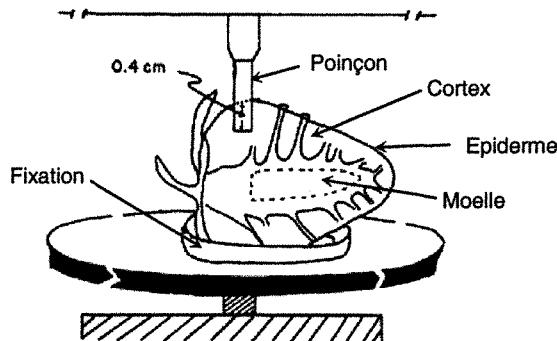
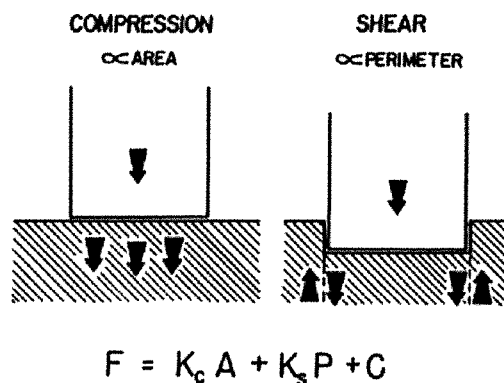


Fig. 1.8 Principe du test de pénétrométrie appliqué à la fraise (Ahmed et Fluck, 1972b)

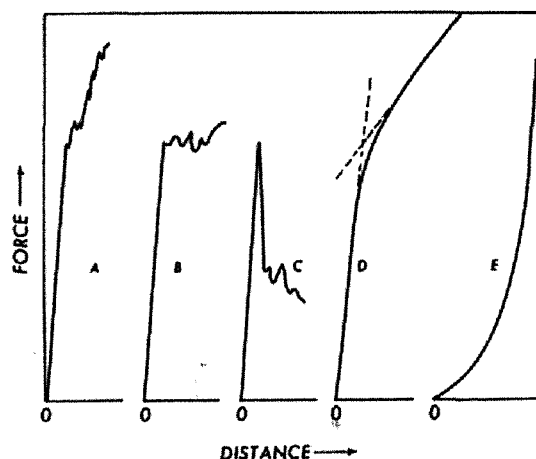
La forme du poinçon peut varier (conique, cylindrique, étoilée, sphérique). On manque encore de connaissances théoriques sur tous les phénomènes mis en jeu dans un test de pénétrométrie. Cependant, beaucoup s'accordent pour dire que deux phénomènes physiques majeurs interviennent principalement : compression et cisaillement. Bourne (1966) a ainsi proposé une relation reliant la force mesurée avec l'aire A et le périmètre P de l'embout (fig.1.9), avec K_c le coefficient de compression ($N.m^{-2}$) et K_s le coefficient de cisaillement de ($N.m^{-1}$).



Reprinted from *J. Food Sci.* 31, 284, 1966; copyright by Institute of Food Technologists.

Fig. 1.9 Représentation schématique d'un test de pénétrométrie (Bourne, 1982)

La composante de compression sur l'embout ainsi que la composante de frottement sur sa paroi étant directement liées aux contraintes du tissu environnant, la force mesurée au cours du test est donc un très bon indicateur de l'état de contrainte du milieu évalué (Roudot, 1996). Selon le matériau étudié, on obtient des allures de courbes différentes (fig.1.10).



From Bourne, 1979b; copyright Academic Press Inc. (London) Ltd.

Fig. 1.10 Représentation schématique des cinq types de courbes force – déplacement obtenues lors d'un test de pénétrométrie (Bourne, 1982)

Pour les courbes A, B et C, on observe tout d'abord une augmentation rapide de la force mesurée pour une courte distance de déplacement du poinçon. Dans cette partie, l'aliment est déformé sous l'action de la charge ; il n'y a cependant pas perforation des tissus sous-jacents. Cette étape se termine brusquement lorsque le poinçon commence à pénétrer dans l'aliment. Ceci est représenté par une rupture de pente soudaine appelée point critique ou seuil de rupture. C'est le point le plus intéressant du test. Dans la deuxième partie de la courbe, la force augmente (cas A), reste approximativement constante (cas B) ou diminue (cas C). La signification physique et sensorielle de ces différents comportements n'est pas encore bien expliquée selon Bourne (1982).

Le quatrième type de courbe D est obtenu pour certaines pâtes d'amidon, des crèmes fouettées, des mousses. Il s'agit en fait d'une courbe se rapprochant du type A avec un seuil de rupture nettement moins marqué. Celui-ci peut cependant être déterminé par extrapolation des deux portions de ligne droite.

Le type de courbe E correspond à certaines pâtes d'amidon dont le comportement se rapproche des liquides visqueux. Il n'y a pas dans ce cas de seuil de rupture et il est difficile d'analyser ces matériaux par un test de pénétrométrie.

• Principaux résultats dans la littérature

Le test de pénétrométrie est l'un des tests les plus simples et les plus largement utilisés. Il reste une référence pour évaluer des techniques récentes de mesure de fermeté des aliments, notamment non-destructives (Hung et al., 1999 ; Mc Glone et al., 2000). Il a notamment beaucoup été employé pour mesurer la fermeté des fruits (mûrissement, résistance de la peau) (tab.1.3).

Référence	Systèmes étudiés	Appareil	Autres tests
Ahmed et al.(1972)a	Fraises stockées et irradiées	Instron Universal Testing Machine	Compression
Ahmed et Fluck (1972)b	Fraises	Instron UTM, différents poinçons	–
Ahmed et al.(1972)c	Pêches stockées et irradiées	Magness-Taylor	Evaluation sensorielle Cellule de Kramer Compression (Instron)
Belaubre (2000)	Morceaux de fraises Gels de pectine	Adamel Lhomargy DY30	Compression Rétro-extrusion Cisaillement-extrusion
Bourne (1966)	Carotte, pomme, pomme de terre, rutabaga	Instron UTM	–
Büttner et al. (1987)	Fraises	Appareil spécifique	–
Cook et al. (1999)	Framboise	Ametek Accuforce « Cadet »	Compression
Delong et al.(2000)	Pomme	Fruit Quality Tester, nouvel appareil Effegi hand-held Firmness Tester Magness-Taylor Electronic Pressure Tester	–
Gregson et al. (1999)	Gels de gélatine, d'alginate, de carraghénane	TA-XT2i	–
Greve et al. (1994)a,b	Carotte	Instron UTM	Mesure de la pression cellulaire, changement de la paroi cellulaire
Harker et al.(1996)	Pomme, Kiwi	Effegi Instron UTM	–
Harker et al.(2000)	Fraise	Imada Penetrometer Instron UTM	Tension Rasoir (cutting)
Hietaranta et al.(1999)	Fraise	LRX, motorisé, poinçon cylindrique	–
Hung et al. (1999)	Pêche	Effegi Penetrometer	Laser à coussin d'air
Karlsen et al.(1999)	Pomme	TA-XT2	–
Lacroix et al.(1985)	Fraise	Instron UTM, poinçon en étoile	–
Lu et al. (2000)	Pommes	Magness-Taylor TA-XT2	NIR Reflectance
McGlone et al.(2000)	Kiwi, Abricot	Effegi hand-held Penetrometer	Laser à coussin d'air
Mizrach et al.(2000)	Avocat	Chatillon Durometer	Ultra-sons
Ourecky et al.(1968)	Fraise	Instron UTM, poinçon en étoile	–
Patel et al. (1993)	Framboise	Ametek force Gauge	« Berrybounce », une méthode non destructive
Peleg (1994)	Tomate, fraise, melon	Non spécifié	Mesures vibratoires
Schultz et al. (1991)	Pomme	Appareil spécifique	–
Smewing (1996)	Fruit (poire)	TA-XT2	Extrusion (Ottawa)
Yu et al. (1996)	Fraise	Instron UTM	Irradiation par faisceau d'électrons

Tab. 1.1 Le test de pénétrométrie dans la littérature

Büttner et al. (1987) ont réalisé une étude particulièrement poussée de l'utilisation du test de pénétrométrie sur la fraise (influence de la forme du poinçon, de la nature de la couche de fraise perforée sur la forme de la courbe). Ils se sont principalement concentrés sur la caractérisation de la dureté de la peau qu'ils ont divisée en 4 classes correspondant à des génotypes différents.

Les mesures rencontrées dans la littérature ont cependant été effectuées le plus souvent sur des fraises entières. En effet, il s'agissait principalement de caractériser la fermeté des fruits entiers. On note cependant l'étude de Belaubre (2000) qui caractérise la texture de différents morceaux de fraises à l'aide d'un test de pénétrométrie (poinçon de 3mm de diamètre, vitesse de perforation de 10 mm/min). Il obtient un nuage de points de rupture très dispersé avec des contraintes à la rupture comprises essentiellement entre 5000 et 30000 Pa et des déformations se situant entre 30 et 80% (fig.1.11). Belaubre conserve tout de même ce test pour observer l'évolution de la fermeté des morceaux de fraises lors d'un traitement thermique, même si celui-ci n'offre pas une bonne reproductibilité des résultats. Il permet cependant la caractérisation de l'hétérogénéité structurale des morceaux de fraise.

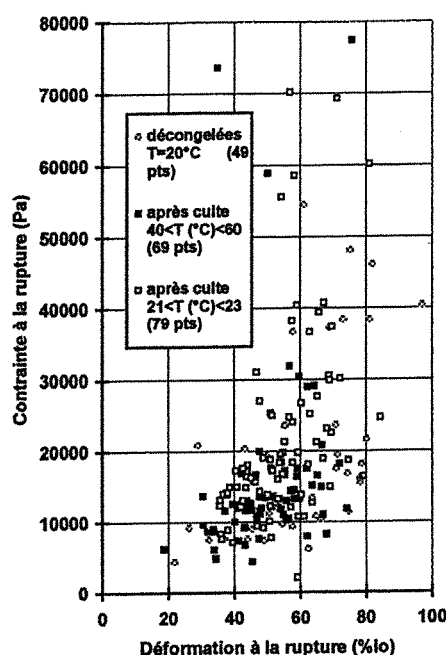


Fig. 1.11 Comparaison des points de rupture de différents types de morceaux de fraises lors d'un test de pénétrométrie (Belaubre, 2000)

1.2.2.3 Compression

• Principe

Il existe deux types de compression, soit volumique soit uniaxiale. On rencontre le plus fréquemment le test de compression uniaxiale, la compression volumique étant plus difficile à mettre en œuvre. Il s'agit de compresser un petit cylindre découpé dans le matériau

à analyser entre deux plans parallèles (fig.1.12). On applique à l'échantillon une vitesse de déformation constante jusqu'à ce qu'il y ait rupture.

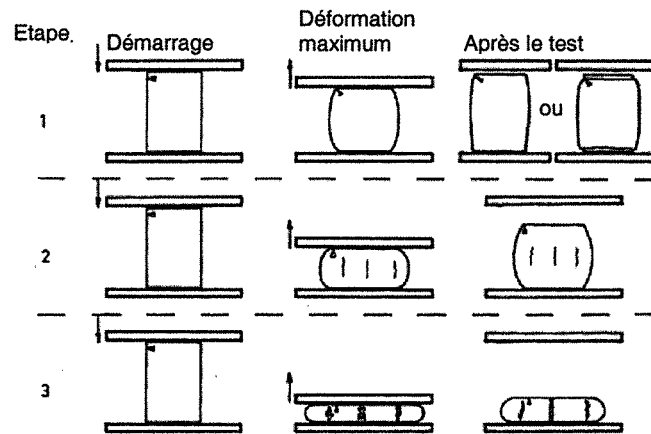


Fig. 1.12 Trois étapes de déformation de test de compression (Olkku et Sherman, 1979)

1. Déformations dues à un test de petites déformations
2. Déformations dans un test de déformations intermédiaires
3. Déformations dues à un test de larges déformations

La force mesurée en fonction de la déformation donne des informations sur les propriétés viscoélastiques du matériau (fig.1.13). On note deux paramètres intéressants à relever : tout d'abord la déformation et la contrainte à la rupture permettant de caractériser le comportement à la rupture du matériau puis le module de Young E , rapport entre la contrainte et la déformation à l'origine ($\sigma = E\epsilon$), permettant de caractériser l'élasticité du matériau.

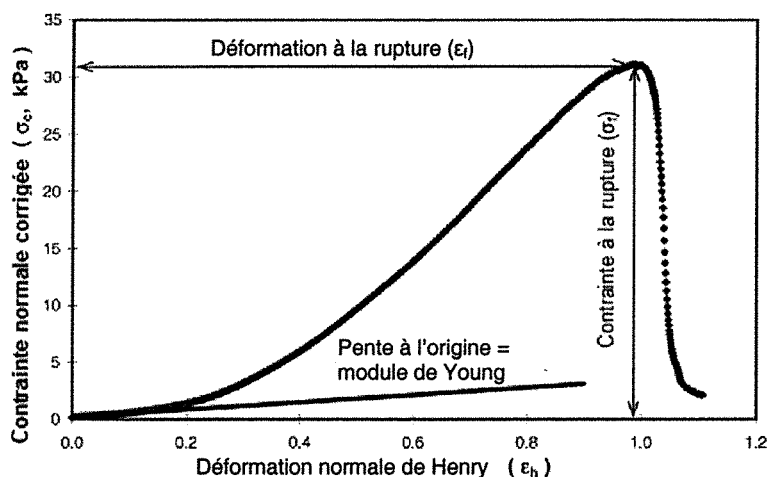


Fig. 1.13 Courbe de compression pour des gels de gellan (Mao et al., 2000)

Steffe (1996) propose également une interprétation complète d'une courbe de compression généralisée d'un solide biologique distinguant notamment un premier point de rupture caractérisant un dommage microstructural avant le point de rupture critique caractérisant la fracture macroscopique du matériau. Dans le cas de produits fragiles, les deux points sont très proches, alors que pour des produits durs, ceux-ci sont bien séparés.

• Principaux résultats dans la littérature

Le test de compression est l'un des tests les plus communs pour évaluer les propriétés de déformation / rupture et l'élasticité d'un grand nombre d'aliments. Il a largement été utilisé en raison de sa simplicité. Le tableau 1.2 propose un aperçu des études réalisées à l'aide de ce test sur des matériaux alimentaires.

Il est cependant rarement appliqué à des fraises. En effet, Lacroix et al. (1985) font remarquer que pour réduire les variations de surface de compression et pour pouvoir effectuer des comparaisons valables entre les échantillons, des cylindres de dimension déterminée doivent être découpés dans la pulpe du fruit étudié. Il est cependant difficile de réaliser des cylindres homogènes du fait de l'hétérogénéité de la fraise en elle-même. Belaubre (2000) évalue ce test pour déterminer la fermeté de morceaux de fraises. Il ne le gardera pas pour son étude car celui-ci ne permet pas la comparaison entre échantillons ; il est en effet très difficile de déterminer la surface de contact de morceaux de fruits de formes très diverses.

Référence	Système alimentaire	Appareil
Aguilera et al (1993)	Gels laitiers	Instron UTM modèle 1122
Ahmed et al. (1972) a	Fraises irradiées et stockées	Instron UTM modèle TM
Ahmed et al.(1972) b	Pêches irradiées et stockées	Instron UTM modèle TM
Alvarez et al. (2000)	Carotte, pomme, céleri, concombre	TA-XT2
Belaubre (2000)	Morceaux de fraises	Adamel Lhomargy DY30
Ben Zion et al. (1996)	Gels multicouches	Instron UTM modèle 1100
Cho et al. (1999)	Pomme	Non spécifié
Clark et al.(1978)	Pêche	Appareil de compression dynamique construit spécifiquement
Fizman et Damasio (2000) a	Gels de coings Gels de carraghénane et de gomme de caroube	TA-XT2
Gupta et al. (2000)	Graines de tournesol	Instron UTM modèle 1011
Krokida et al.(2000)	Pomme, banane, carotte, pomme de terre déshydratée	Zwick UTM modèle 3210
Mancini et al. (1999) a,b	Gels d'alginate	Instron UTM modèle 4301
Mao et al. (2000)	Gels de gellan	TA-XT2
Medina-Torres et al. (2000)	Gels de carraghénane et gomme de mucilage	MTS Sintech 1/S Universal Machine
Meullenet et al. (1999)	24 produits alimentaires dont pomme, fromage...	TA-XT2
Nielsen et al.(1997)	Carotte	Instron UTM
Rohm et al. (1997)	Gouda, pommes, pommes de terre, pain	Instron UTM modèle 1011
Tang et al. (1997)	Gels de gellan	Instron UTM modèle 1125
Thybo et al.(1999)	Pomme de terre cuite	Instron UTM modèle 5565
Thybo et al.(2000)	Pomme de terre cuite	Instron UTM modèle 5565
Truong et al. (2000)	Gels alimentaires sélectionnés	Instron UTM modèle 1122
Truong et al. (1997)	Pomme de terre cuite	Instron UTM modèle 1122
Tunick et al. (2000)	Mozarella	Non précisé
Watkinson et al.(1999)	Fromage	TAHD
Wium et al.(1997) a,b	Fromage	Instron UTM modèle 4301
Zamorano et al. (1999)	Fruit de Cherimoya	Instron UTM modèle 1140

Tab 1.2 Le test de compression appliqué aux aliments et gels dans la littérature

1.2.2.4 Compression - extrusion

• Principe

Le test de compression - extrusion est souvent employé dans le cas des particules alimentaires (Steffe, 1996). L'aliment est comprimé par un piston jusqu'à ce qu'il s'écoule à travers une ou plusieurs sorties (fig.1.14).



Fig. 1.14 Principe de compression - extrusion

On distingue le test de rétro-extrusion, lorsque l'extrusion se fait par un espace annulaire dans le sens inverse du sens de compression (fig.1.15), et le test de compression - extrusion, lorsque l'extrusion se fait dans le sens de la compression (fig.1.14). Le test de rétro-extrusion permet d'analyser plus facilement des matériaux contenant du liquide.

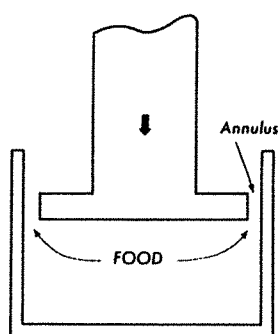


Fig 1.15 Diagramme schématique d'un dispositif de rétro-extrusion
(Bourne, 1982 ; reprinted with permission from D. Reidel Publ. Co.)

La force maximum nécessaire pour réaliser l'extrusion est habituellement mesurée et utilisée comme indice de qualité texturale. Ce test ne peut s'appliquer qu'à des aliments pouvant couler aisément sous l'influence d'une force à travers l'orifice de sortie. C'est le cas par exemple des petits pois ou des pêches au sirop (fig.1.16)

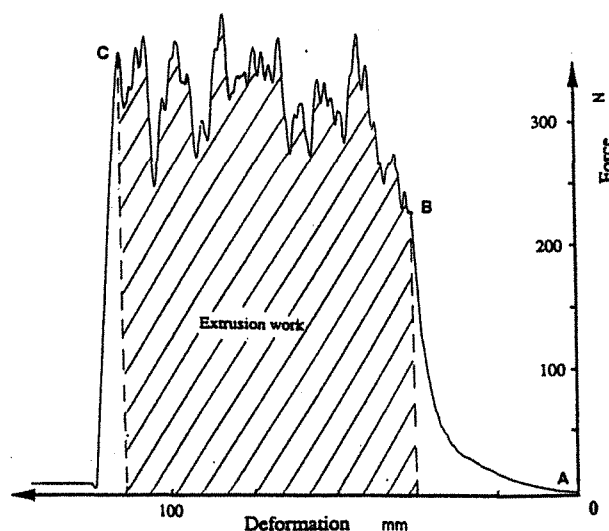


Fig. 1.16 Courbe Force – Déformation obtenue pendant un test de rétro-extrusion sur des pêches en boîte dans du jus de poire (Apostolopoulos et Brennan, 1994a)

La courbe peut être divisée en deux parties (Bourne, 1982 ; Apostolopoulos et Brennan, 1994). En premier lieu s'effectue la phase de compression, du point A au point B. Les principaux phénomènes ayant lieu lors de cette phase sont une compression de l'échantillon, un réarrangement des morceaux dans la cellule puis un écrasement accompagné d'excrétion de jus. La deuxième phase est la phase d'extrusion du point B au point C. Les principaux phénomènes mis en jeu lors de cette étape sont la rupture totale de la structure du matériau puis l'excrétion de jus non seulement due aux forces de compression mais également aux forces de cisaillement, prédominantes dans cette étape. La force mesurée fluctue du fait de la non-homogénéité du fruit (fig.1.16). La surface sous la courbe pendant l'étape d'extrusion est utilisée comme indice de fermeté. Le point B donne la force nécessaire au commencement du processus d'extrusion et le plateau BC montre la force nécessaire pour continuer l'extrusion.

La forme et l'amplitude de la courbe sont influencées par l'élasticité, la viscoélasticité, la viscosité et le comportement de rupture du matériau. La taille de l'échantillon, la vitesse de déformation, la température de l'échantillon, le type de cellule test et l'homogénéité de l'échantillon jouent également un rôle important.

• Principaux résultats de la littérature

Ce test est beaucoup moins fréquent que les deux précédents. Il reste néanmoins très intéressant pour notre étude car il est parfaitement adapté pour l'étude de particules alimentaires.

Belaubre (2000) analyse la fermeté de morceaux de fraises à l'aide, entre autres, d'un test de compression - extrusion avec une cellule d'Ottawa. Il constate que le test est répétable avec des valeurs moins dispersées que celles du test de pénétrométrie. En effet, la compression - extrusion prenant en compte la globalité d'un échantillon de morceaux de

fraises, notamment en taille et en fermeté, l'hétérogénéité inhérente aux morceaux seuls est gommée. Il conclut alors que le test de compression - extrusion est le plus aisé d'utilisation, le plus reproductible et finalement le mieux adapté à la caractérisation de la fermeté d'un ensemble de morceaux de fraises en comparaison au test de pénétrométrie.

Bourne et Moyer (1968) ont étudié l'influence de la largeur de la sortie (en rétro-extrusion) sur la force d'extrusion de petit pois. Cette dernière diminue avec l'augmentation de la largeur de l'espace annulaire de sortie.

Lee et al. (1999) analysent la fermeté de dés de tomate de deux variétés différentes et obtenues par trois procédés différents à l'aide, entre autres, d'un test de rétro - extrusion. Ils comparent les valeurs obtenues aux résultats d'analyse sensorielle. Ils concluent que cette dernière donne une évaluation plus précise de la qualité texturale des dés de tomate que le test de rétro - extrusion.

Apostolopoulos et Brennan (1994 a,b) étudient la fermeté de pêches en boîte et comparent les résultats avec ceux de l'analyse sensorielle. Ils concluent que les paramètres mécaniques déterminés à l'aide de la courbe d'extrusion (fig.1.16) permettent de prédire correctement les caractéristiques texturales des fruits.

Référence	Système étudié
Apostolopoulos et Brennan (1994)a,b	Pêches en boîte
Belaubre (2000)	Préparation de fraises sur sucre
Bourne (1982)	Petits pois
Bourne et Moyer (1968)	Petits pois frais
Brusewitz et Yu (1996)	Moutarde (slurry)
Lee et al. (1999)	Dés de tomates
Peksa et al. (2002)	Purée de pommes de terre cuites

Tab. 1.3 Le test de compression - extrusion dans la littérature

1.2.2.5 Cisaillement - extrusion

• Principe

Comme le test précédent, ce dispositif est bien adapté à l'étude des propriétés mécaniques des particules alimentaires (Steffe, 1996). On utilise le plus souvent pour le test de cisaillement - extrusion une cellule de Kramer (fig.1.17). Un système caractéristique comprend une dizaine de lames de cisaillement de 3,2mm d'épaisseur et séparées d'une distance égale à leur épaisseur. Des barres forment des fentes en haut et bas du dispositif. Pour l'analyse, on remplit la cellule du matériau à tester. Les lames de cisaillement, bien alignées avec les barres du haut, forcent le matériau à passer à travers les barres du bas du support. La force exercée sur le piston où sont fixées les lames est mesurée dans le temps et corrélée à la fermeté du produit.

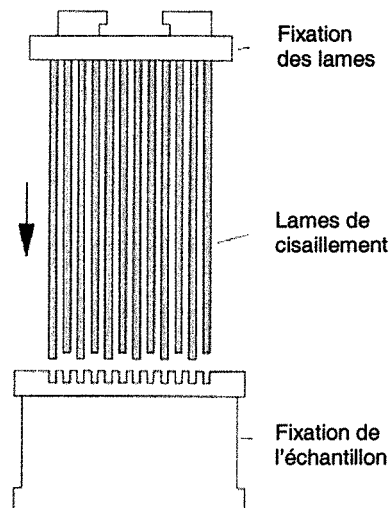


Fig. 1.17 Cellule de Kramer utilisée habituellement pour étudier le comportement des particules alimentaires (Steffe, 1996)

Apostolopoulos et Brennan (1994) proposent une courbe Force – Déformation obtenue pour des pêches en boîte à l'aide d'un appareil Instron (fig.1.18). Les fruits ont préalablement été découpés en tranches.

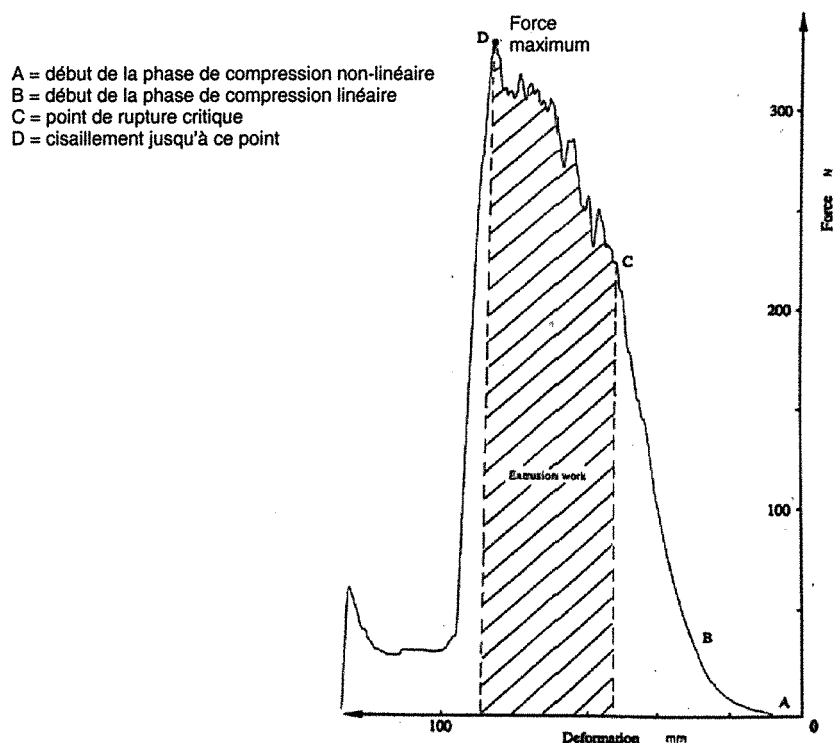


Fig. 1.18 Courbe Force-Déformation d'un test de Kramer sur des pêches en boîte au sirop (Apostolopoulos et Brennan, 1994a)

On peut reconnaître dans la courbe deux étapes particulières. Il y a tout d'abord une phase de compression qui peut se diviser en deux sous-étapes, une non linéaire et une linéaire. Du point A au point B, il y a réarrangement des morceaux de fruits, forcés par les lames à

remplir les espaces libres dus au remplissage aléatoire de la cellule. La deuxième sous-étape, linéaire, du point B au point C, représente la véritable compression où les fruits sont déformés sans rupture totale de leur structure (il y a également excrétion de jus). La deuxième phase correspond à de l'extrusion - cisaillement des morceaux de fruits. Elle commence quand un défaut structural apparaît dans les fruits. Du point C au point D, les larges lames obligent les fruits à passer dans les fentes au fond de la cellule. La force mesurée augmente avec le temps, atteignant un pic au point D, suivi par une diminution soudaine de cette force lorsque les derniers morceaux de fruits sont poussés hors de la cellule. Après le point D, quand les lames continuent de descendre, la force mesurée correspond aux frottements des lames avec les côtés des fentes ou avec les fruits restant dans la cellule.

• Principaux résultats de la littérature

Ce test est toujours relativement utilisé notamment en ce qui concerne les particules alimentaires. Le tableau 1.6 donne un aperçu des études réalisées sur des fruits.

Lee et al. (1999) comparent les résultats d'analyse sensorielle avec la mesure de la fermeté de dés de tomate par un test de rétro-extrusion et de cisaillement - extrusion. L'analyse descriptive se révèle être dans tous les cas plus précise mais la fermeté sensorielle peut être mieux corrélée avec la surface sous une courbe de test de Kramer que sous une courbe de rétro-extrusion (coefficient de régression de 0,97 pour Kramer et de 0,95 pour la rétro-extrusion).

Paradoxalement, Lacroix et al. (1985) observent que ce test est peu recommandable pour évaluer la texture des fraises. En effet, la friction entre les grilles de métal peut devenir une source d'erreur dans la lecture de la force, en particulier dans le cas d'aliments mous. Bourne (1982) démontre que les forces de friction peuvent fausser totalement la mesure.

Référence	Système étudié
Ahmed et Al. (1972a)	Fraises irradiées ou mûres
Ahmed et Al. (1972b)	Pêches après mûrissement
Apostolopoulos et Brennan (1994)	Pêches en boîte
Belaubre (2000)	Préparations de fraises sur sucre
Carle et al. (2001)	Fraises et cerises en boîte
Harker et al. (1997)	Différents fruits
Kramer et al. (1966)	Gelée de pomme et raisin, CMC
Lacroix et al. (1985)	Fraises
Lee et al. (1999)	Dés de tomate
Sormani et al. (1999)	Fraises traitées (pré hydratation et congélation)

Tab. 1.4 Le test de cisaillement - extrusion (cellule de Kramer) dans la littérature

1.2.2.6 Conclusions

Dans notre étude, nous cherchons à mesurer la fermeté et les propriétés de fracture de morceaux de fraises pour mieux comprendre leur dégradation au cours d'un procédé de

mélange. D'après ce que nous avons vu précédemment, les tests de pénétrométrie et de rétro-extrusion semblent les mieux adaptés au type de produit. Pour le test de compression, il est en effet difficile d'obtenir des cylindres homogènes et de surface de contact déterminée. Le test de Kramer introduit quant à lui trop d'incertitudes dues aux frottements des lames.

Dans le cas de la préparation de fruits sur sucre contenant plusieurs morceaux de fraises, le test de compression - extrusion est plus répétable que le test de pénétrométrie ; la disparité entre les morceaux est gommée par l'effet d'ensemble. Cependant, nous ne travaillerons pas directement avec des fruits réels mais avec des produits pour lesquels le test de pénétrométrie est répétable et reconnu pertinent pour caractériser la mesure de fermeté (gels modèles ; Belaubre, 2000). Un test de rétro-extrusion apporteraient des informations supplémentaires mais jugées non nécessaires par rapport à la caractérisation de la fermeté. C'est pourquoi nous avons choisi de ne garder que le test de pénétrométrie.

1.3 Détermination de la concentration en particules

Pour mesurer la concentration en particules, plusieurs méthodes sont disponibles selon la nature des morceaux et du fluide porteur utilisés. Ces méthodes se recoupent mais permettent de s'adapter au produit étudié.

Belaubre (2000) détermine la concentration de cubes de gel de pectine (taille supérieure à 5 mm) contenus dans un fluide porteur à base de CMC. La méthode est décrite sur la figure 1.19. Il s'agit tout d'abord de peser l'échantillon à analyser puis de le verser de façon uniforme sur trois tamis superposés de 8, 5 et 1 mm. Les tamis sont ensuite arrosés délicatement avec de l'eau pour séparer les particules du fluide qui les enrobe puis égouttés et essuyés. La concentration en particules est obtenue par pesée directe des particules séchées ôtées des tamis.

Une variante de cette méthode, utilisable pour les morceaux de fruits moins sensibles à la température que des gels, consiste à dissoudre préalablement l'échantillon à analyser dans de l'eau chaude avant de le tamiser. Ceci permet dans le cas d'un fluide porteur collant de mieux le séparer des morceaux de fruits.

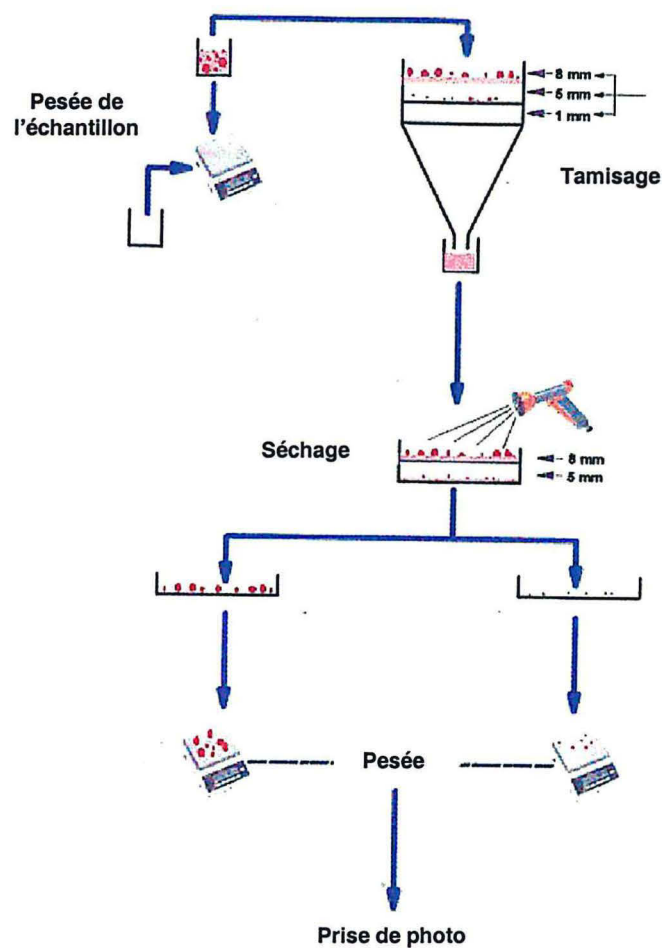


Fig.1.19 Détermination de la concentration en particules (Belaubre, 2000)

I.4 Détermination de la distribution en taille des particules

II.4.1 Analyse d'image

Belaubre (2000) étudie la dégradation de particules modélisant des morceaux de fraises (cubes de gel) à l'aide d'une méthode basée sur l'analyse d'image. Les différentes étapes nécessaires à la détermination de la distribution en taille des particules sont présentées sur la figure 1.20.

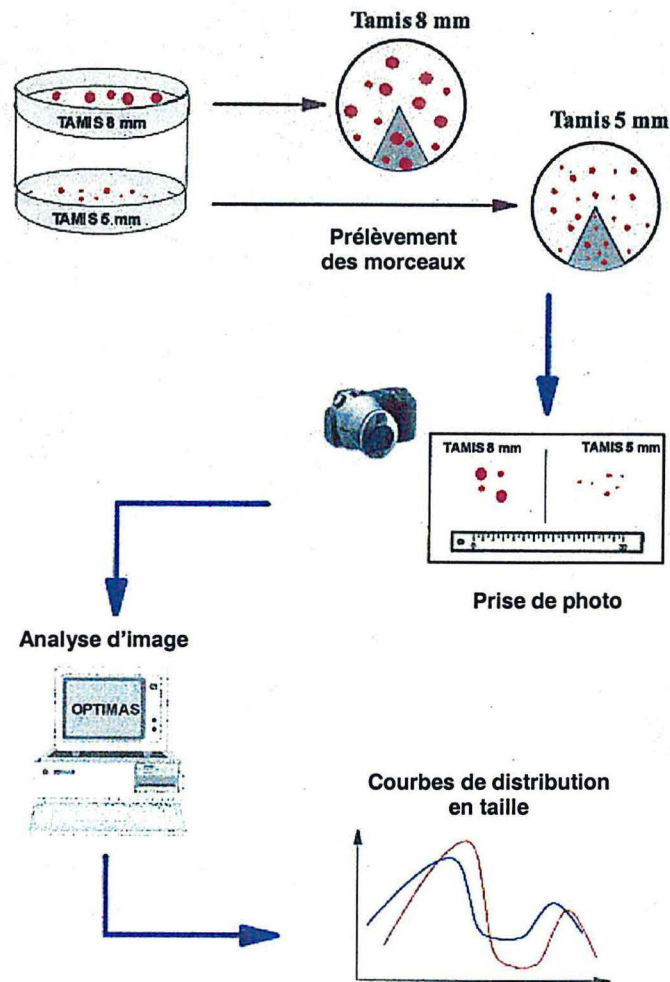


Fig.1.20 Méthodologie pour l'obtention de la distribution en taille d'un échantillon de particules par analyse d'image (Belaubre, 2000)

L'échantillon à analyser est tout d'abord tamisé puis une partie des morceaux présents sur chaque tamis est prélevée pour être prise en photo. Un logiciel d'analyse d'image permet ensuite d'analyser les clichés effectués et de déterminer la surface projetée des particules. Belaubre retient la racine carrée de la surface mesurée comme taille caractéristique (d_p) des morceaux en forme de cube :

$$d_p = \sqrt{S}$$

Cette méthode semble la plus simple à mettre en œuvre. Cependant, elle ne considère qu'une partie des morceaux situés sur le tamis. Il faut être sûr, dans ce cas, que la partie prélevée représente bien l'échantillon dans son ensemble.

I.4.2 Pesée

La distribution en taille des particules peut également être déterminée en pesant individuellement chaque particule. Avec la densité du produit, on peut alors remonter au

volume individuel (V_p) puis à une taille caractéristique (d_p) en prenant la racine cubique du volume mesuré :

$$d_p = \sqrt[3]{V_p}$$

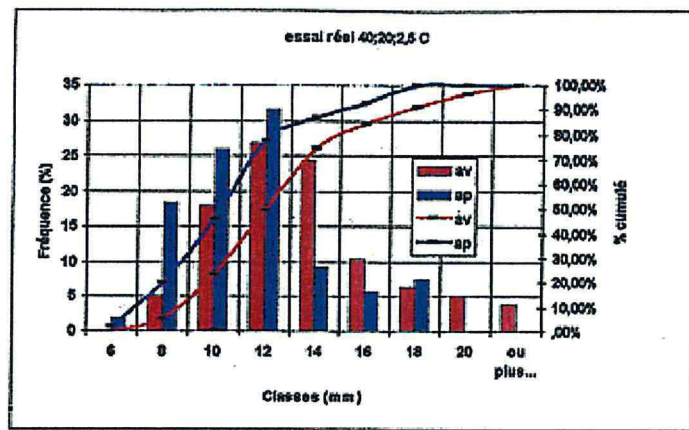
Cette méthode paraît être plus précise que l'analyse d'image car elle prend en compte les trois dimensions de l'espace. Cependant, il ne faut pas avoir beaucoup de particules à analyser car la méthode peut se révéler être rapidement fastidieuse dans le cas d'un grand nombre de particules.

1.5 Evaluation de la perte d'intégrité de particules

1.5.1 Méthodologie

Belaubre (2000) a analysé l'évolution de la taille moyenne et de l'écart type pour les morceaux de fraises réels ainsi que l'évolution de la concentration des particules de taille supérieure à 5 mm au cours d'un procédé de fabrication de préparation de fraises sur sucre comprenant un échangeur tubulaire et une cuve mécaniquement agitée. Il compare les histogrammes de distribution en taille, classes de 2 mm, avant et après le procédé étudié. Pour déterminer la perte d'intégrité, il relie les points de l'histogramme de fréquence par une courbe (fig.1.21). L'aire sous la courbe avant procédé correspond à 100% des particules en présence et l'aire sous la courbe après représente la proportion de particules conservées.

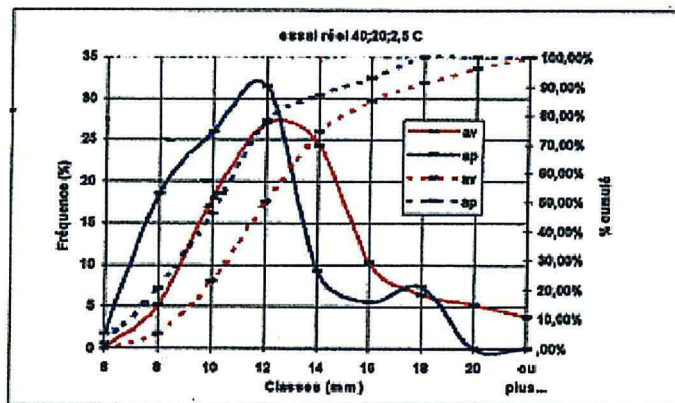
Cette interprétation peut poser quelques problèmes d'un point de vue statistique. En effet, l'échantillon analysé en sortie n'est pas précisément celui prélevé en entrée puis transformé à travers l'élément de procédé. On ne peut alors pas comparer directement les histogrammes de fréquence de tailles avant et après procédé sans les rapporter au nombre total de morceaux de chaque échantillon ; il est en effet possible de prélever en sortie un plus grand nombre global de morceaux (à la fois plus de petits et de gros morceaux) qu'en entrée. L'aire obtenue sous la courbe de sortie sera donc plus grande que celle de l'entrée entraînant une perte d'intégrité négative (création de morceaux) ce qui est impossible. Il faut alors travailler en fréquence relative, c'est-à-dire rapporté au nombre total de morceaux de l'échantillon ; dans ce cas, l'aire sous la courbe est toujours égale à l'unité (avant et après) et il n'est pas possible d'évaluer une perte d'intégrité à l'aide de cette représentation. La courbe de fréquence cumulée quant à elle semble permettre d'apporter des réponses : il faudra en exploiter les possibilités.



Distribution en taille :

- Histogrammes en fréquence
- Courbes de pourcentages cumulé

Points de l'histogramme
reliés par une courbe



Distribution en taille :

- Courbes de fréquence (traits pleins)
- Courbes de pourcentages cumulé (traits en pointillés)

Fig. 1.21 Distribution en taille ; étape de passage d'une représentation à l'autre (Belaubre, 2000)

Courbe rouge : avant procédé (av) ; courbe bleue : après procédé (ap)

I.5.2 Dégradation des particules lors d'un procédé de pompage

Très peu d'informations sont disponibles sur le sujet. Nous ne disposons que des recommandations fournisseurs (Worldpumps, 1995). Des pompes doseuses à flux discontinu, type DACC de PCM Dosys, sont recommandées pour dégrader au minimum les morceaux de fruits. C'est ce type de pompe qu'utilise Belaubre (2000) pour ses morceaux de fraises. Dans une autre étude, Baptista et al. (1994) utilisent une pompe spécialement développée dans le cas de leur étude pour ne pas écraser les particules (pois, haricots et particules de polystyrène). Celle-ci est composée d'un simple rotor et de neuf pales en caoutchouc. Elle n'est cependant pas développée commercialement.

Les deux précédents travaux n'étudient toutefois pas la dégradation des particules à travers la pompe ; il ne s'agit que d'un élément de procédé inclus dans une étude axée principalement sur la mise en suspension des particules fragiles pour Belaubre (2000) ou sur

la minimisation des variations de concentration en particules (sphères de polystyrène dans une solution de CMC) en sortie de mélangeur pour Baptista et al. (1994).

I.5.3 Dégradation des particules lors d'un procédé de mélange

Belaubre (2000) étudie la mise en suspension de morceaux de fraises en cuve agitée (mobile hélicoïdal type Paravisc® de Ekato). Les résultats sur produits réels confirmés avec des suspensions modèles donnent les informations suivantes : la dégradation des particules augmente avec la vitesse de rotation de l'agitateur, la taille des morceaux, la viscosité du fluide porteur, la concentration en particules et la fragilité des particules. Le rapport entrefer (espace entre la paroi et le mobile d'agitation) à la taille des particules est un paramètre essentiel.

Pour un mélange en continu, les fournisseurs recommandent un mélangeur dynamique de type Dosymix de PCM Dosys pour incorporer les fruits à la masse blanche. Il est reconnu pour son action de mélange relativement douce pour les morceaux de fruits (World Pumps, 1995). Nous ne disposons cependant pas de travaux publiés sur l'étude de ce mélangeur.

II. MÉLANGE – HOMOGÉNÉISATION DE SUSPENSIONS DE PARTICULES FRAGILES

II.1 Etude de l'écoulement solide – liquide

Un très grand nombre de travaux ont été réalisés sur le thème de l'écoulement de fluide contenant de grosses particules. Il s'agit principalement d'études de procédés aseptiques où il est important de connaître le comportement d'écoulement du mélange pour pouvoir stériliser les particules alimentaires sans trop les cuire.

Dans le cas de notre étude, il est important de connaître l'état du mélange avant chaque étape de procédé étudiée et d'être ainsi assuré que les particules sont bien entraînées dans les conduites tout au long du procédé. Pour cela, nous devons tout d'abord décrire les différents types de comportement d'écoulement des matériaux, les fluides utilisés lors de cette étude n'étant en effet pas des fluides visqueux newtoniens, ainsi que les différentes méthodes pour les caractériser. Nous présenterons ensuite les caractéristiques hydrodynamiques d'un écoulement solide – liquide permettant de décrire l'état du mélange dans les conduites entre les différents éléments de procédé.

II.1.1 Propriétés d'écoulement des fluides

II.1.1.1 Fluides indépendants du temps

Pour déterminer le comportement d'écoulement d'un matériau, on détermine son équation rhéologique d'état : $\tau = f(\dot{\gamma})$. On définit la viscosité dynamique ou viscosité apparente η selon la relation :

$$\eta = f(\dot{\gamma}) = \frac{\tau}{\dot{\gamma}}$$

Le modèle fréquemment rencontré pour caractériser une courbe d'écoulement est la loi de puissance ou relation d'Ostwald / de Waele :

$$\tau = k\dot{\gamma}^n$$

$$\text{et } \eta_a = k\dot{\gamma}^{n-1}$$

avec k , indice de consistance

n , indice d'écoulement

Selon l'allure de la courbe $\tau = f(\dot{\gamma})$ observée, on distingue les différents types d'écoulement suivants (fig.1.22) :

- les fluides newtoniens comme l'eau ou le lait : $k = \eta$ et $n = 1$; la viscosité ne dépend pas de la vitesse de cisaillement mais seulement de la température et de la pression ; il s'agit de fluides idéaux.
- les fluides rhéo-fluidifiants (shear-thinning) comme le jus d'orange concentré ou la purée de banane : $n < 1$ et la viscosité diminue avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement.
- les fluides rhéo-épaississants (shear-thickening) : $n > 1$ et la viscosité augmente avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement. Ce type de comportement est moins fréquent ; on peut citer comme exemple une solution d'amidon de blé brute à 40% ou certains types de miel. De plus, ce type de comportement n'existe en général que sur une plage restreinte de vitesse de cisaillement.
- les fluides à contrainte seuil (fluide de Bingham ou de Herschel - Bulkley) : il est nécessaire d'appliquer une contrainte minimale τ_0 pour que le fluide s'écoule ($\tau = k\dot{\gamma}^n + \tau_0$). Le ketchup est un bon exemple de fluide de Bingham : il est nécessaire de compresser le tube pour que celui-ci s'écoule.

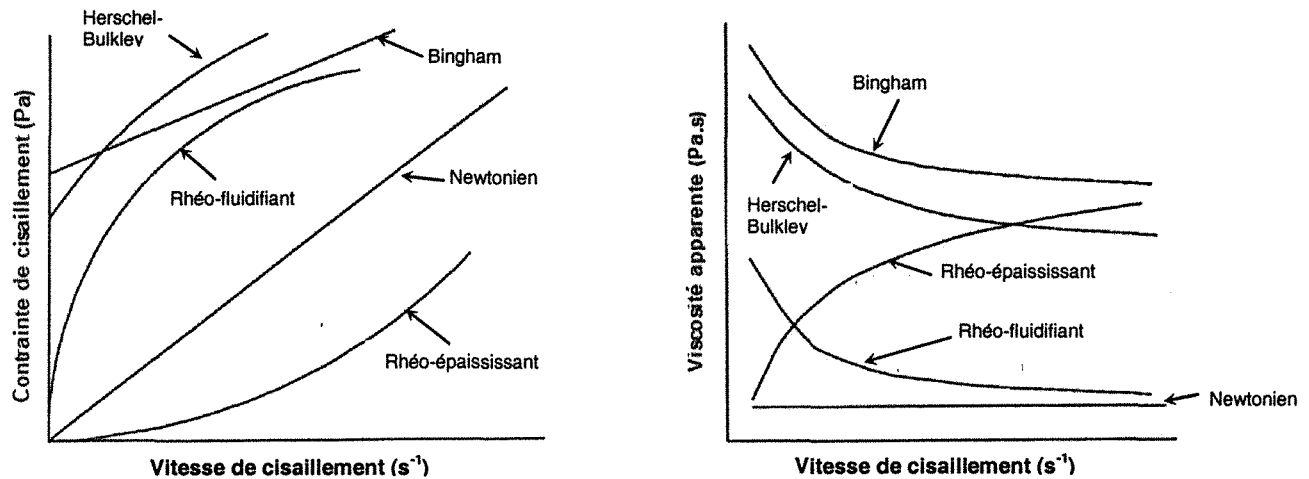


Fig. 1.22 Courbes d'écoulement et de viscosité des fluides indépendants du temps (Steffe, 1996)

D'autres modèles rencontrés pour décrire les courbes d'écoulement existent. Quelques-uns, parmi les plus fréquemment utilisés, sont regroupés dans le tableau 1.5.

Modèle (source)	Equation
Casson (Casson, 1959)	$\tau^{0,5} = \tau_0^{0,5} + K_1 \dot{\gamma}^{0,5}$
Casson modifié (Mizrahi et Berk, 1927)	$\tau^{0,5} = \tau_0^{0,5} + K_1 \dot{\gamma}^{n_1}$
Ellis (Ellis, 1927)	$\dot{\gamma} = K_1 \tau + K_2 \tau^{n_1}$
Herschel – Bulkley généralisé (Ofoli et al., 1987)	$\tau^{n_1} = \tau_0^{n_1} + K_1 \dot{\gamma}^{n_2}$
Carreau (Carreau, 1968)	$\eta = \eta_\infty + (\eta_0 - \eta_\infty) \left[1 + (K_1 \dot{\gamma})^2 \right]^{(n-1)/2}$
Cross (Cross, 1965)	$\eta = \eta_\infty + \frac{\eta_0 - \eta_\infty}{1 + K_1 \dot{\gamma}^n}$

K_1, K_2, n, n_1, n_2 sont respectivement des constantes arbitraires et des indices de puissance déterminés à partir des données expérimentales

Tab 1.5 Modèles rhéologiques – Description du comportement de fluides indépendants du temps (Steffe, 1996)

II.1.1.2 Fluides dépendant du temps

Certains matériaux gardent en mémoire l'histoire des contraintes ou déformations qui leur ont été appliquées. C'est le cas du yoghourt par exemple. Les différents types de comportement rencontrés sont représentés sur la figure 1.23 :

- lorsque la viscosité / contrainte de cisaillement diminue avec le temps, il s'agit d'un fluide thixotrope.
- lorsque la viscosité / contrainte de cisaillement augmente avec le temps, il s'agit d'un fluide rhéopectique ou anti-thixotrope.

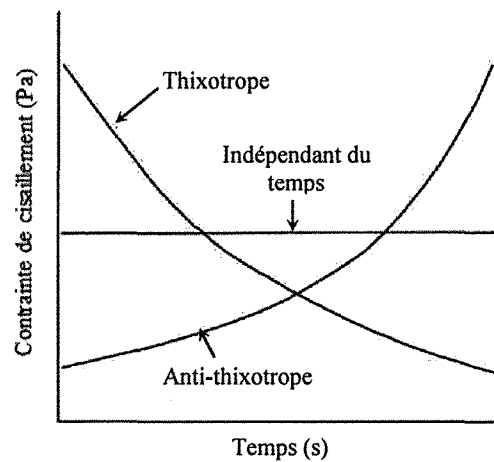


Fig. 1.23 Comportements d'écoulement sous l'application d'une vitesse de cisaillement constante de fluides dépendant du temps (Steffe, 1996)

Pour caractériser le comportement d'écoulement d'un fluide en fonction du temps, différentes études sont possibles (fig.1.24) : palier de vitesse de cisaillement ou rampes de vitesse de cisaillement croissante et décroissante.

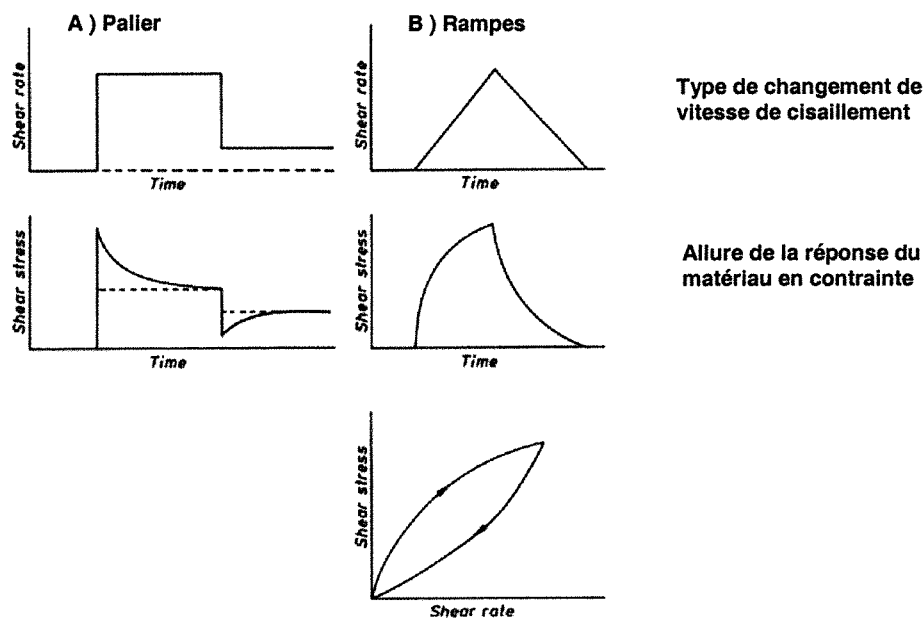


Fig. 1.24 Représentation schématique de la réponse d'un matériau thixotrope à deux types d'histoire de vitesse de cisaillement (Barnes, 1989)

Le comportement du matériau soumis à un créneau de vitesse de cisaillement en fonction du temps peut être modélisé par la relation de Weltman (Ramaswamy et Basak, 1991,1992 ; Carbonell et al., 1991 ; Marcotte, 2001) :

$$\tau(t) = A - B \cdot \log(t)$$

avec B coefficient de temps de la déstructuration thixotrope (Pa)
 et A contrainte nécessaire pour initier la déstructuration du matériau (Pa)

II.1.1.3 Influence de différents paramètres

- la température

La dépendance des paramètres k et n des lois de puissance ou de Herschel - Bulkley peut être modélisée par une approche de Turian (Turian, 1964) et celle de la viscosité apparente par une loi d'Arrhénius (Marcotte et al., 2001) :

$$\tau = k\dot{\gamma}^n \text{ et } \eta_a = k\dot{\gamma}^{n-1}$$

$$\log(k) = \log(k_0) - A_1 T$$

$$n = n_0 + A_2 T$$

$$\eta_a = \eta_0 \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right)$$

où E_a représente l'énergie d'activation (J.mol^{-1})
 R , la constante universelle des gaz ($8,315 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$)

Ces relations sont très fréquemment utilisées pour des matériaux de type CMC, xanthane, pectine (Abdelrahim et al., 1994 et 1995 ; Bhamidipati et Singh, 1990 ; Marcotte et al., 2001 ; Speers et al., 1983) et également pour du yoghourt (Ramaswamy et al., 1991).

Bhamidipati et Singh (1990) proposent pour la sauce tomate la relation suivante entre l'indice d'écoulement n et la température :

$$\log(n) = \log(n_0) - A_3 T$$

Ibarz et al. (1995) proposent une loi de type Arrhénius également pour l'indice de consistance de jus de kiwi concentré :

$$k = k_0 \exp\left(\frac{E_a}{RT}\right)$$

- la concentration en particules

Bhamidipati et Singh (1990) ont étudié le comportement d'écoulement de sauce tomate avec et sans particules dans une conduite tubulaire. Ils évaluent la dépendance de la viscosité apparente avec la température, la concentration en solide dissous C_1 et la concentration en particules C_2 avec la relation suivante :

$$\eta_a = \eta_0 C_1^a \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) + C_2^b$$

Ceci correspond à une extension de la relation proposée par Rao (1987) pour l'écoulement de jus d'orange chargé de pulpe :

$$\eta_a = \eta_0 \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) + A[\text{pulpe}]^B$$

Pordesimo et al. (1994) ont trouvé des résultats concordants sur l'étude du comportement d'écoulement de morceaux de pommes de terre dans des solutions de CMC.

II.1.2 Ecoulement en conduite sans particules

On considère tout d'abord le comportement d'écoulement de fluides alimentaires sans particules à l'intérieur d'une conduite. Celui-ci peut généralement être décrit par une loi de puissance reliant la contrainte à la vitesse de cisaillement (Cf. § précédent) :

$$\tau = k\dot{\gamma}^n$$

avec k , indice de consistance

n , indice d'écoulement

Le profil de vitesse d'un fluide obéissant à cette loi à l'intérieur d'une conduite peut être déterminé en régime laminaire à l'aide de la relation suivante :

$$\frac{v(r)}{\bar{v}} = \left(\frac{3n+1}{n+1} \right) \left[1 - \left(\frac{r}{R} \right)^{(n+1)/n} \right]$$

avec $\bar{v} = \frac{Q}{\pi R^2}$, Q le débit volumique, R le rayon de la conduite.

Cette relation donne les profils d'écoulement représentés sur la figure 1.25. La vitesse du fluide est plus rapide au centre de la conduite que près des parois.

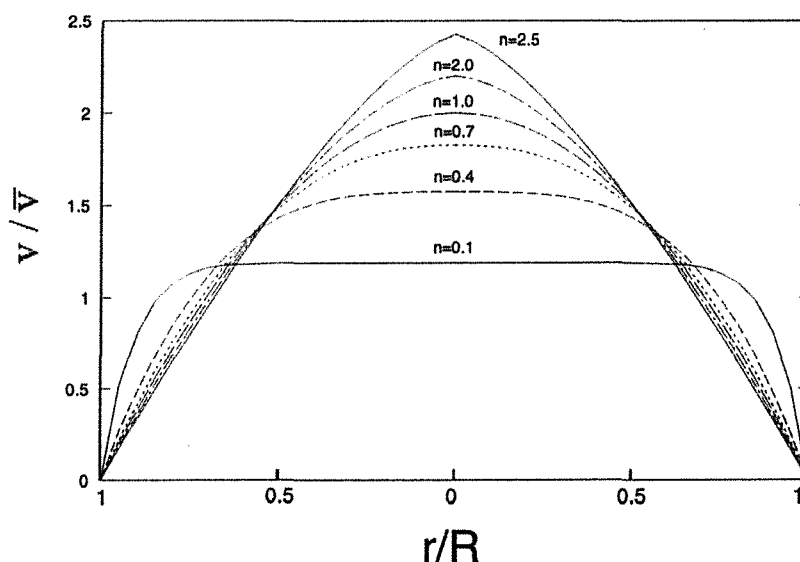


Fig. 1.25 Profils de vitesse en régime laminaire pour des fluides ostwaldiens avec différentes valeurs d'indice d'écoulement (Steffe, 1996)

II.1.3 Ecoulement en conduite avec particules

On considère maintenant l'écoulement de fluides chargés de grosses particules en conduite tubulaire. Sastry et Zuritz (1987) ont déterminé cinq types différents de régimes d'écoulement pour un écoulement liquide – solide : écoulements homogène, hétérogène, intermédiaire, par sauts (les particules alternent entre un état de sédimentation et un état de déplacement) et en capsules (déplacement des particules en groupe).

Plusieurs auteurs ont d'autre part observé en régime laminaire une forme d'écoulement concentrique caractérisé par un anneau se déplaçant lentement à la paroi du tube, une région centrale s'écoulant plus rapidement et une fine zone intermédiaire sans particules à fort cisaillement (Berry, 1989 ; Barigou et al., 2003 ; Fairhurst et Pain, 1999) (fig.1.26).

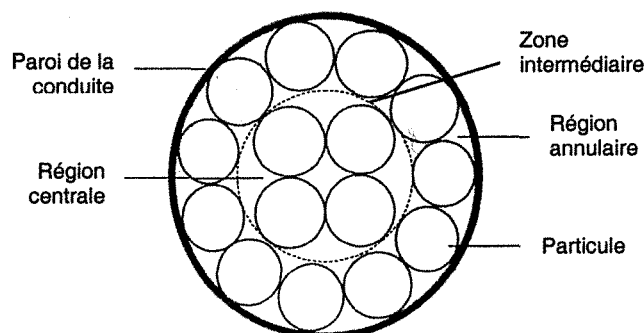


Fig. 1.26 Remplissage d'une section de conduite – Noyau central entouré d'une région annulaire épaisse de la taille d'une particule : $d = 10$ mm ; 0,8wt% CMC solution ; $C_s = 40$ -45% (Barigou et al., 2003)

Palmieri et al. (1992) ont également observé pour des cubes de pommes de terre dans de l'eau+NaCl que le pic de temps de séjour moyen le plus bas correspondait à l'écoulement des particules au centre du tube alors que le pic de temps de séjour le plus élevé correspondait aux particules se déplaçant lentement près de la paroi du tube.

Barigou et al (2003) étudient le comportement d'écoulement de sphères d'alginate (5 - 10 mm) dans des solutions de CMC. Ils déterminent la fréquence relative des particules dans la région centrale ou annulaire en fonction de la taille des particules et de leur concentration (fig.1.27). Les particules ont plutôt tendance à se trouver dans la région centrale pour les petites fractions en solide. Plus la concentration augmente et plus les particules migrent vers la région annulaire. On observe également une différence selon la taille des particules.

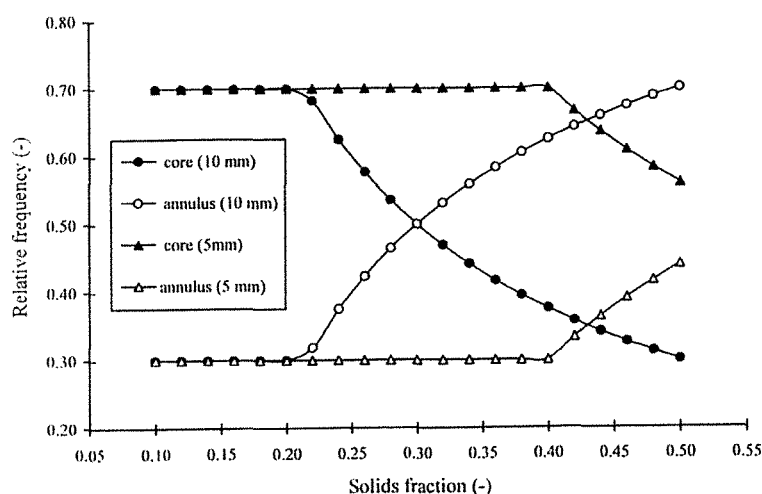


Fig. 1.27 Fréquence relative des particules dans le noyau et la région annulaire en fonction de la taille et de la concentration (Barigou et al., 2003)

Fairhurst et Pain (1999) proposent le même type d'écoulement bimodal pour des sphères d'alginate de 10 mm dans des solutions de CMC.

II.1.4 Vitesse minimale d'entraînement

La vitesse minimale d'entraînement est la vitesse minimale du fluide nécessaire pour mettre les particules solides en mouvement. Pour des vitesses inférieures, celles-ci ont tendance à s'accumuler dans la conduite, entraînant un blocage de l'écoulement. La vitesse minimale d'entraînement est influencée par la densité des particules et du fluide, la viscosité du fluide, la taille et la forme des particules, la température du mélange ayant un effet indirect sur la densité et la viscosité. Pour un fluide répondant à une loi de puissance, la viscosité effective est définie par McCabe et al. (1985) :

$$\eta = \frac{8^{n-1} k \left(\frac{3n+1}{4n} \right)^n}{u_0^{1-n} D^{n-1}}$$

avec u_0 la vitesse minimale d'entraînement et
D le diamètre de la conduite

Grabowski et Ramaswamy (1995) ont étudié la vitesse minimale d'entraînement pour différentes sortes de particules alimentaires solides (cubes de carotte, de panais et de pomme de terre) ainsi que pour des sphères de nylon dans des solutions d'eau et d'amidon. Ils déterminent une corrélation à l'aide des nombres adimensionnels suivants :

- nombre de Reynolds généralisé au démarrage : $Re_{g0} = \frac{u_0 D \rho_f}{\eta}$

- nombre d'Archimède : $Ar = \frac{g D^3 \frac{\rho_s - \rho_f}{\rho_f}}{\left(\frac{\eta}{\rho_f} \right)^2}$

- taille adimensionnelle des particules : $\frac{d_p}{D}$,

avec $d_p = \left(\frac{6V_p}{\pi} \right)^{\frac{1}{3}}$ diamètre de la sphère de même volume que la particule

- facteur de sphéricité des particules : $\psi = \pi \left(\frac{6V_p}{\pi} \right)^{2/3}$

Ils proposent la corrélation suivante :

$$Re_{g0} = 0,0056 Ar^{0,615} \left(\frac{d_p}{D} \right)^{-0,07} \psi^{-8,5}$$

valable pour $Ar < 2.10^9$; $0,15 < \frac{d_p}{D} < 0,65$; $0,8 < \psi < 1$.

La viscosité effective du fluide porteur, la densité relative des particules et du fluide ainsi que la sphéricité des particules sont les facteurs influençant le plus la vitesse minimale d'entraînement. Le rapport taille particule au diamètre de la conduite a moins d'effet.

La viscosité du fluide est le facteur limitant : pour des fluides basse viscosité, la densité relative particule – fluide a un effet majeur sur la vitesse minimale d'entraînement alors que pour des fluides haute viscosité, c'est la viscosité effective qui aura le rôle le plus important.

II.1.5 Vitesse de sédimentation

Pour mesurer la vitesse de sédimentation de particules, Welfringer (1999) utilise une colonne de Plexiglas de 90 cm de hauteur et de 12 cm de diamètre. Les particules sont lâchées en haut de la colonne et le temps mis pour atteindre différentes graduations est mesuré. La vitesse terminale de différents types de particules (cubes et cylindres de polyméthyl méthacrylate et polyvinyl chloride, cubes de carotte) est ainsi déterminée dans des solutions transparentes à base de xanthane de différentes viscosités. A l'aide des mesures effectuées, Welfringer propose de relier les nombres adimensionnels significatifs pour la sédimentation suivants :

- nombre de Reynolds généralisé :

$$Re_g = \frac{\rho_f u^{2-n} d^n}{8^{n-1} k \left(\frac{3n+1}{4n} \right)^n}$$

- coefficient de traînée :

$$C_x = \frac{4}{3} \frac{gd}{u^2} \frac{\rho_s - \rho_f}{\rho_f}$$

Ces expressions étant valables pour une sphère dans un fluide obéissant à une loi de puissance, Welfringer utilise comme taille caractéristique des particules le diamètre de la sphère de même volume que la particule vue au paragraphe précédent (d).

Elle obtient des corrélations du type :

$$C_x = \frac{A}{Re_g}$$

II.2 Mélange et homogénéisation

Après avoir étudié les différents résultats concernant l'écoulement solide – liquide, nous allons maintenant aborder le mélange proprement dit. Différents aspects sont intéressants à analyser : il s'agit principalement de quantifier l'homogénéisation de la suspension de particules au travers du mélangeur mais également de vérifier si l'on observe

des phénomènes de rétention de particules. Nous allons donc présenter les méthodes de mesure proposées dans la littérature concernant l'homogénéité d'une suspension avant de décrire celle retenue pour l'étude. Nous verrons ensuite les méthodes permettant de quantifier la rétention des particules dans un mélangeur, faisant ainsi appel à la notion de dispersion des temps de séjour.

II.2.1 Quantification de l'homogénéité d'une suspension de grosses particules

II.2.1.1 Généralités et méthodes disponibles dans la littérature

Dans notre étude, nous cherchons principalement à vérifier que la préparation de fruits est bien incorporée dans la masse blanche et que les particules sont bien réparties en sortie de mélangeur. Nous devons pour cela mélanger trois phases : une solide, les morceaux de fraises, et deux liquides, le fluide suspendant et la masse blanche.

Le but recherché lors de l'action de mélange solide – liquide est d'obtenir une suspension complète et homogène, ce qui signifie respectivement qu'aucune particule ne doit rester plus de 1s dans le fond du mélangeur et que les particules doivent être bien distribuées sur toute la hauteur de fluide (Zlokarnik, 2001).

Pour quantifier l'homogénéisation de suspension de grosses particules, nous disposons des méthodes suivantes :

- *collection de fractions* : Belaubre (2000) étudie la mise en suspension de morceaux de fraises dans une cuve mécaniquement agitée (ruban hélicoïdal, recommandé pour ce type d'opération). Il prélève des échantillons de produits à différents niveaux de la cuve et compare leur concentration en particules. Cette méthode ne peut cependant être appliquée pour un mélange en continu où l'on doit analyser la répartition des particules dans la conduite en sortie et non à différents niveaux du mélangeur.
- *technique visuelle* : dans le cas d'un mélange en continu, une observation de la quantité de particules passant à travers un viseur (avec des fluides transparents) peut permettre de vérifier la disposition des particules au sein de la conduite en sortie. Baptista et al. (1994) étudient la variation de concentration en particules à la sortie d'un mélangeur à l'aide d'un enregistrement vidéo du passage des particules. Ils utilisent une moyenne de 24 échantillons pour déterminer leur concentration en sortie. Nous pourrions également observer à travers un viseur la position des particules dans la conduite en sortie de mélangeur pour vérifier la bonne cohérence avec une autre technique de mesure.
- *sonde de conductivité électrique* : des sondes intrusives sont placées à différents niveaux de la cuve et permettent de mesurer des gradients de concentration. Mc Kee et al. (1995) évaluent deux techniques de tomographie avec des sondes de conductivité. Cette méthode n'est cependant pas intéressante dans notre cas car les particules sont trop grosses pour induire un changement de conductivité du milieu mesurable par les sondes et leur intrusivité conduirait à une dégradation supplémentaire des particules.
- *tomographie par émission de positron (PET)* : Mc Kee et al. (1995) étudient le mélange solide – liquide en cuve agitée à l'aide de cette technique ; elle permet d'obtenir des images

très précises de la répartition des phases dans le mélangeur mais nécessite des temps relativement longs pour l'acquisition et le traitement des données. D'autre part, il n'est pas recommandé dans notre cas d'utiliser des rayons γ .

- *tomographie électrique* : la tomographie par résistance électrique s'appuie sur la différence de conductivité des matériaux et permet de donner une image des champs de conductivité sur une section de conduite. Elle donne des images de moins bonne résolution que la tomographie par émission de positron mais est par contre beaucoup plus rapide.

Cette dernière méthode semble la mieux adaptée à notre système de mélange en continu. Elle permet en effet de visualiser la répartition des phases de conductivités différentes dans une conduite. La comparaison entre l'entrée et la sortie du mélangeur pourra alors permettre de quantifier la capacité du mélangeur à homogénéiser la suspension.

Nous allons donc présenter maintenant les caractéristiques et les principaux résultats de cette méthode obtenus sur le mélange solide – liquide.

II.2.1.2 Tomographie électrique

II.2.1.2.1 Historique

La tomographie électrique a été inventée dans les années 1980 et a beaucoup progressé depuis. Elle propose de nombreux avantages : il s'agit d'une technique de visualisation très rapide des champs de conductivités à l'intérieur d'un réacteur ou d'une conduite ; elle ne nécessite pas l'utilisation de fluides transparents ou de viseurs, n'utilise pas de radiation et est surtout non intrusive. Il existe différents types de tomographie électrique (impédance, capacité, résistivité). Les deux principes historiques sont les mesures de capacité (Electrical Capacitance Tomography, ECT) et les mesures de résistance (Electrical Resistance Tomography, ERT). Ils sont similaires ; cependant, le premier est plutôt adapté aux systèmes gaz – solide alors que le deuxième correspond mieux aux systèmes dits « mouillés », c'est-à-dire solide – liquide (avec un fluide conducteur), les électrodes devant être en contact avec le milieu analysé. La technique d'ERT a par la suite évolué et des travaux ont également été réalisés sur l'étude de mélange gaz – liquide (Ma et al., 2001).

Notre système étant composé d'un fluide masse blanche conducteur et de particules solides moins conductrices, nous avons choisi d'utiliser l'ERT.

II.2.1.2.2 Principe

Les capteurs utilisés pour cette méthode sont composés de paires d'électrodes montées sur la paroi (fig.1.28). Leur longueur varie d'un système à l'autre. Ma et al. (2001) utilisent des électrodes de $5 \times 12 \text{ mm}^2$ pour étudier un écoulement gaz – liquide.

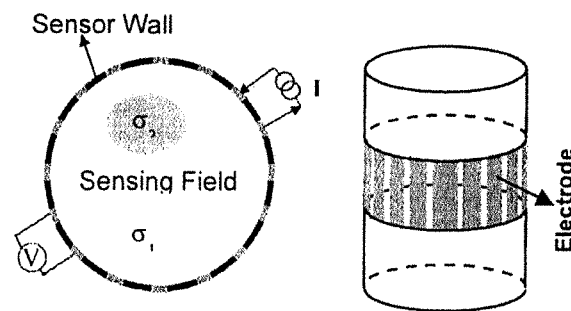


Fig.1.28 Schéma des capteurs de tomographie (Ma et al., 2001)

Le courant électrique est introduit entre une paire d'électrodes voisines et la différence de potentiel entre les autres paires d'électrodes adjacentes restantes est mesurée (fig.1.29). L'injection de courant est répétée pour toutes les paires d'électrodes jusqu'à ce qu'une rotation complète du champ électrique soit obtenue. Le nombre de mesures indépendantes de tension différentielle pour un système de N électrodes est $L = N(N-3)/2$. Pour un système de 16 électrodes par exemple, on obtiendra 104 mesures (Dyakowski et al., 2000).

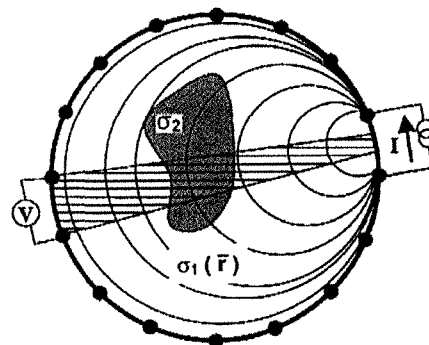


Fig.1.29 Schéma de l'injection du courant électrique (Dyakowski et al., 2000)

Les valeurs brutes de différences de potentiel sont envoyées au logiciel de traitement des données qui, grâce à un algorithme de reconstruction d'image, permet de visualiser les champs de conductivité (fig.1.30).

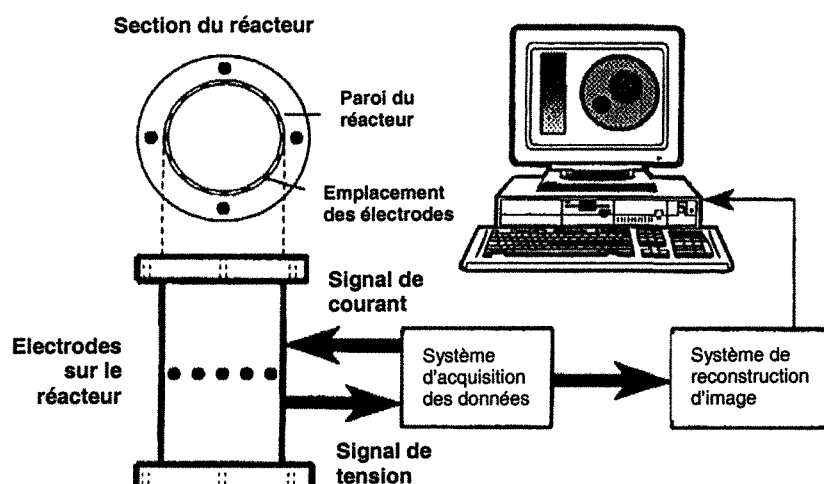


Fig.1.30 Schéma d'un système complet de ERT (Dyakowski et al., 2000)

II.2.1.2.3 Principaux résultats de la littérature

Cette technologie est encore récente. Dyakowski et al. (2000) proposent une revue des applications de la tomographie électrique sur les systèmes gaz – solide et liquide – solide.

Loh et al. (1999) décrivent l'application de la tomographie pour mesurer le débit volumique et la distribution des vitesses de solide dans un écoulement solide – liquide constitué de billes de plastique dans un fluide conducteur. Ils concluent que cette technique peut être utilisée pour mesurer les vitesses d'écoulement indépendamment du régime. Celle-ci leur permet également de remonter à la fraction α des matériaux solides en présence par la relation de Maxwell :

$$\alpha = \frac{2\sigma_c + \sigma_d - 2\sigma_{mc} + \frac{\sigma_{mc}\sigma_d}{\sigma_d}}{\sigma_{mc} - \frac{\sigma_d}{\sigma_c} + 2(\sigma_c - \sigma_d)}$$

avec σ_c la conductivité de la phase continue

σ_d la conductivité de la phase dispersée

σ_{mc} la conductivité locale du mélange

Cette relation a été déterminée pour des sphères en faible concentration. Cependant, d'autres études portant sur des concentrations plus élevées et des formes de particules différentes ont montré un bon accord avec la relation proposée. Lucas et al. (1999) mesurent la fraction volumique et la distribution de vitesses de billes de plastique de 4 mm de diamètre dans de l'eau à l'aide de cette même équation. Lorsque les particules solides sont non conductrices, la relation de Maxwell se simplifie de la façon suivante :

$$\alpha = \frac{2\sigma_c - 2\sigma_{mc}}{\sigma_{mc} + 2\sigma_c}$$

Fangary et al. (1998) étudient la déposition de solide dans un système de transport hydraulique. La tomographie électrique permet de contrôler les phénomènes de sédimentation entraînant le bouchage des conduites.

Mc Kee et al. (1995) proposent deux relations pour quantifier l'homogénéité d'un mélange solide – liquide. La conductivité étant connue à chaque point d'un tomogramme en deux dimensions, celle-ci peut s'exprimer sous la forme d'une déviation relative standard (*RSD*) ou simplement par la variance (σ^2) du profil de concentration :

$$RSD = \frac{1}{C_m} \left(\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (C_{xz} - C_m)^2 \right)^{1/2}$$

$$\sigma^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (C_{xz} - C_m)^2$$

avec n le nombre de points ou pixels d'un tomogramme,

C_{xz} la concentration solide au pixel i

et C_m la concentration solide moyenne

Ces relations ont été proposées pour des particules de tailles comprises entre 425 et 710 μm mais peuvent également être appliquées dans tous les cas de mélange. Williams et al. (1996) reprend comme indice de mélange la première équation de déviation standard (*RSD*). Celui-ci tend vers 0 lorsque l'on tend vers un mélange parfait. Dans cette étude également, le mélange étudié concerne des particules de tailles comprises entre 150 et 710 μm . Les électrodes de tomographie sont directement montées sur le mélangeur comme représenté sur la figure 1.30.

Nous ne disposerons pas pour notre étude d'un mélangeur directement équipé de capteurs de tomographie électrique sur ses parois. En effet, ce n'est pas la répartition des particules dans le mélangeur qui nous importe principalement mais celle dans la conduite en sortie. Des capteurs placés de part et d'autre du mélangeur sont alors préférables. Cette méthode semble particulièrement intéressante car elle permet la comparaison et la visualisation des écoulements en entrée et sortie de mélangeur. Il faudra alors évaluer les différentes informations que l'on peut obtenir de cette analyse : visualisation des particules, quantification de l'homogénéisation sur une section de conduite ou dans le temps (flux de fruits discontinu).

Cette méthode étant basée sur les propriétés de résistance électrique des matériaux, nous allons maintenant présenter les différentes notions et résultats de la littérature liés à la conductivité et à la résistance électrique des matériaux, permettant ainsi une meilleure compréhension des signaux de tomographie électrique.

II.2.1.2.4 Conductivité électrique des matériaux

Pour un échantillon de longueur L et de section A , la relation entre la conductivité σ et la résistance R du matériau est la suivante :

$$R = \frac{L}{A\sigma}$$

Palaniappan et Sastry (1991c) ont étudié l'influence de la température, de la concentration en solide et de la taille des particules pour du jus d'orange et de tomate ainsi que pour des suspensions de sphères de polystyrène dans des solutions de phosphate de sodium. Il ressort que la conductivité du milieu augmente linéairement avec la température et diminue avec la concentration en solide. D'autre part, la conductivité électrique augmente avec la diminution de la taille des particules.

Zareifard et al. (2003) étudient l'influence de la température, de la taille des particules, de la concentration en particules, de la position des particules dans la cellule de mesure sur la conductivité électrique mesurée pour des cubes de carottes dans des solutions d'amidon (fig.1.31). Ils obtiennent les mêmes résultats que Palaniappan et Sastry (1991c) : la conductivité augmente linéairement avec la température et diminue avec la concentration et la taille des particules.

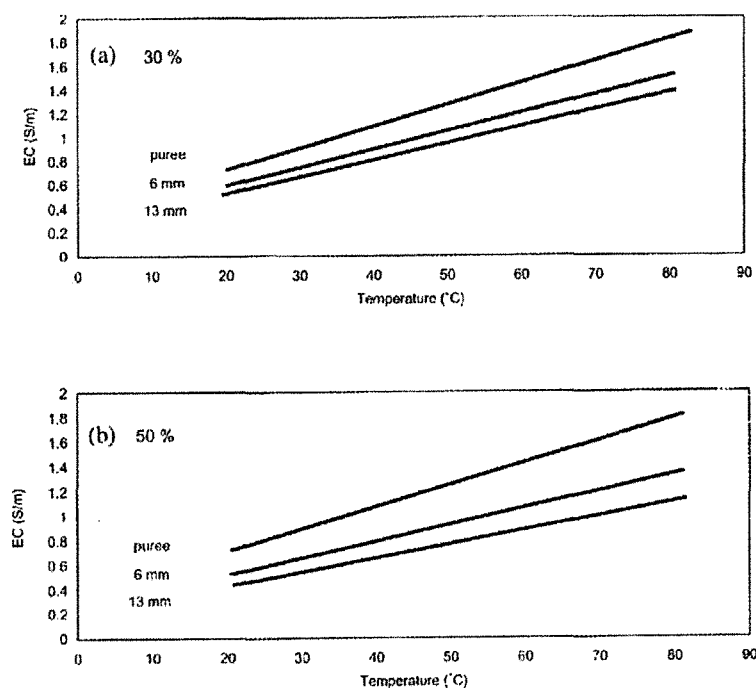


Fig. 1.31 Valeurs de conductivité électrique pour des mélanges carotte – solution d’amidon influencées par la taille des particules et la température pour des concentrations de 30 et 50% w/w en morceaux de carotte (Zareifard et al., 2003)

Sastry et Palaniappan (1992) ont également analysé l’influence de l’orientation des particules sur la conductivité électrique du mélange pour des cubes de pomme de terre dans une solution de phosphate de sodium. Les résultats montrent que l’effet est léger pour des particules cubiques. Cependant, ils ne s’appliquent pas à des particules rectangulaires.

Pour finir, Marcotte et Piette (1998) ont étudié les conductivités de différents hydrocolloïdes. Il ressort que le carraghénane donne les plus hautes valeurs de conductivité ($0,2 \text{ S.m}^{-1}$ à 25°C et 1%) suivi par le xanthane ($0,14 \text{ S.m}^{-1}$ à 25°C et 1%). Les solutions de pectine et de gélatine donnent des conductivités plus faibles et du même ordre ($0,06 \text{ S.m}^{-1}$ à 25°C pour les faibles concentrations jusqu’à $0,37 \text{ S.m}^{-1}$ pour les plus hautes concentrations).

Pour comprendre les raisons d’une plus ou moins bonne homogénéisation, nous allons maintenant étudier plus précisément les phénomènes de rétention des particules dans le mélangeur.

II.2.2 Mesure de la rétention des particules – notion de dispersion des temps de séjour

II.2.2.1 Généralités

Pour caractériser le fonctionnement d’un mélangeur, on peut faire appel à la notion de temps de séjour. Dans notre étude, il s’agit principalement de comprendre les phénomènes mis en jeu à l’intérieur du mélangeur en ce qui concerne les particules. En effet, la mesure de la dispersion des temps de séjour peut permettre de mettre en évidence des *phénomènes de rétention* des particules à l’intérieur du mélangeur.

Nous chercherons donc à mesurer la dispersion des temps de séjour des particules pour observer quel impact celle-ci peut avoir sur l'homogénéité de la suspension en sortie de mélangeur mais également sur la dégradation des particules. En effet, les particules séjournant longtemps dans le mélangeur risquent d'être d'autant plus dégradées.

Nous allons dans un premier temps définir les notions liées au temps de séjour et à la détermination de leur distribution. Ensuite, nous présenterons les différentes méthodes de mesure expérimentales disponibles ainsi que celle retenue pour l'étude.

II.2.2.2 Définitions (Villermaux, 1993)

Considérons une molécule à l'intérieur d'un réacteur. On définit l'*âge interne* α de cet élément comme le temps qui s'est écoulé depuis qu'il a franchi la section d'entrée du réacteur, son *espérance de vie* λ comme le temps qui lui reste à passer dans le réacteur et son *temps de séjour* t_s comme le temps total qu'il aura passé à l'intérieur.

$$t_s = \alpha + \lambda$$

On définit la fonction de distribution d'âges locale $f(x,y,z,\alpha,t)$ telle que $f(x,y,z,\alpha,t)d\alpha$ représente la fraction du nombre total de molécules en circulation à l'instant t dans le volume $dV = dx dy dz$ avec un âge compris entre α et $\alpha+d\alpha$. La fonction de distribution des temps de séjour $E(t_s)$ est telle que $E(t_s)dt_s$ est la fraction du débit de sortie contenant des éléments d'âge compris entre t_s et t_s+dt_s .

En posant les hypothèses d'un écoulement permanent, déterministe (c'est-à-dire sans processus aléatoire) pour un fluide incompressible, $E(t_s)$ s'écrit :

$$E(t_s) = \frac{\iint_S u f dS}{\iint_S u dS}$$

où u est la vitesse du fluide en différents points de la section S .

Cette fonction est normée :

$$\int_0^\infty E(t_s) dt_s = 1$$

On définit les moments statistiques pour cette fonction de distribution de la façon suivante :

$$\mu_n = \int_0^\infty t^n E(t) dt$$

Ils s'expriment aussi par la relation de Van der Laan :

$$\mu_n = (-1)^n \lim_{s \rightarrow 0} \frac{\partial^n G}{\partial s^n}$$

où G est la fonction de transfert du réacteur dans le domaine de Laplace :

$$G(s) = \int_0^\infty E(t) e^{-st} dt$$

On obtient en particulier :

$\mu_1 = \bar{t}_s$, temps de séjour moyen des éléments dans le réacteur

$\mu_2 - \mu_1^2 = \sigma^2$, variance de la distribution qui caractérise son étalement autour de la moyenne.

II.2.2.3 Détermination expérimentale de la dispersion des temps de séjour

II.2.2.3.1 Principe

La détermination expérimentale de la dispersion des temps de séjour se fait à l'aide de traceurs, méthode qui consiste à marquer des molécules à l'entrée d'un réacteur et de suivre leur histoire jusqu'à la sortie. Ces traceurs ne doivent pas modifier les propriétés hydrodynamiques et rhéologiques d'un fluide ou les propriétés caractéristiques d'une particule solide (densité, fermeté). Ils doivent être décelables par une mesure physique particulière telle que la conductivité électrique ou thermique par exemple.

En général, on applique en entrée un signal à l'aide d'un traceur et on mesure la réponse en sortie. L'injection doit se faire dans une zone où règne de préférence de fortes turbulences (zones rétrécies par exemple) assurant ainsi une bonne condition de mélange. Il existe différents types d'injection, l'idéal étant une injection de type impulsion ou de type échelon (fig.1.32)

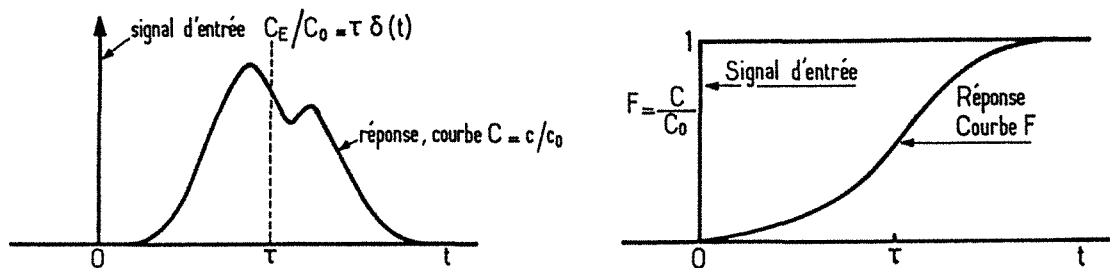


Fig. 1.32 Injection impulsion et injection échelon avec les courbes réponses (Villermaux, 1993)

Cependant, dans la réalité, il est difficile d'obtenir de tels signaux. En pratique, on applique un signal d'entrée de forme quelconque et on observe la réponse en sortie (fig.1.33).

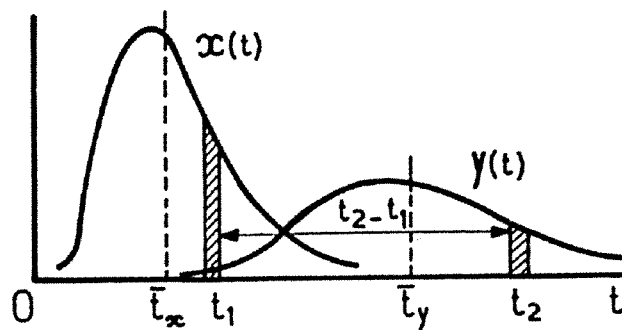


Fig. 1.33 Réponse à un signal d'injection quelconque (Villermaux, 1993)

La relation entre les signaux d'entrée $x(t)$ et de sortie $y(t)$ supposés normés est la suivante :

$$y(t_2) = \int_0^{t_2} x(t_1) E(t_2 - t_1) dt_1$$

$E(t)$ étant la réponse impulsionnelle du réacteur à une injection impulsion unité. Ceci correspond au produit de convolution de x par E .

On détermine les moyennes et variances des signaux d'entrée et de sortie $\bar{t}_x$, $\bar{t}_y$, σ_x^2 , σ_y^2 . A partir de l'équation de Van der Laan et de l'équation du produit de convolution dans le domaine de Laplace, on détermine le temps de séjour moyen et la variance par les relations suivantes :

$$\bar{t}_s = \bar{t}_y - \bar{t}_x$$

$$\sigma^2 = \sigma_y^2 - \sigma_x^2$$

Dans la pratique, on détermine le temps de séjour moyen et la variance obtenus à partir d'un signal $x(t)$ non normé avec les équations suivantes :

$$\bar{t}_s = \frac{\int t * x_i(t) dt}{\int x_i(t) dt} \cong \frac{\sum t * x_i * \Delta t}{\sum x_i * \Delta t}$$

$$\sigma^2 = \frac{\int t^2 * x_i(t) dt}{\int x_i(t) dt} - \bar{t}_s^2 \cong \frac{\sum t^2 * x_i * \Delta t}{\sum x_i * \Delta t} - \bar{t}_s^2$$

avec x_i la valeur du signal au temps t et Δt l'intervalle de temps entre deux données.

II.2.2.3.2 Méthodes de mesure

Il existe différentes méthodes pour déterminer les temps de séjour de particules solides dans un réacteur. Elles ont principalement été développées pour étudier les temps de séjour moyen, minimum et maximum de particules au travers de procédés aseptiques. Il est en effet important notamment de connaître ces facteurs dans le cas d'un procédé de stérilisation, où la température interne des particules est difficile à mesurer.

Les principales méthodes rencontrées dans la littérature sont les suivantes :

- *méthode optique* (tab.1.6) : les particules colorées sont repérées le plus souvent par une caméra vidéo équipée d'un timer à travers une conduite transparente (Alhamdan et Sastry, 1997 ; Baptista et al., 1996 ; Palmieri et al., 1992 ; Salengke et Sastry, 1996 ; Sandeep et Zuritz, 1995). Les détecteurs peuvent également être des capteurs photosensibles (Harris et al., 2002 ; Yang et Swartzel, 1992). Cette méthode nécessite donc des matériaux et des équipements transparents. D'autre part, il est difficile d'observer simultanément un grand nombre de particules avec cette méthode.

Auteurs	Matériaux	Procédé
Alhamdan et al. (1997)	Cubes, sphères, cylindres de pomme de terre, carotte, pois verts, polystyrène / solutions de CMC	Conduite tubulaire
Baptista et al. (1996)	Particules sphériques (6,35 mm et 9,52 mm) en polystyrène et acrylique/solutions de CMC	Système tubulaire, procédé aseptique
Harris et al. (2002)	Solide – gaz : particules Cu:ZnS 25 μ m / air	Lit fluidisé
Palmieri et al. (1992)	Cubes de pommes de terre 10 mm / eau, NaCl	Conduite tubulaire
Salengke et al. (1996)	Particules cylindriques 20 mm de gel d'agar / solution de CMC	Section courbe d'une conduite transparente
Sandeep et al. (1995)	Particules sphériques (7 mm et 12 mm) en polystyrène / solutions de CMC	Conduite tubulaire transparente
Walch et al. (1999)	Non spécifiés	Mélangeur (high speed rotary mixer)
Yang et al. (1992)	Particule sphérique en polystyrène (19,1 mm) / eau	Conduite circulaire horizontale, procédé aseptique

Tab. 1.6 Systèmes étudiés par méthode optique

- méthode manuelle par *collection de fractions* (tab.1.7) : le temps de sortie de la particule la plus rapide est mesuré puis des fractions de mélange sont prélevées tous les instants prédéfinis (Abdelrahim et al., 1993 ; Abdelrahim et al., 1997 ; Ramaswamy et al., 1995).

Auteurs	Matériaux	Procédé
Abdelrahim et al. (1993)	Cubes de carottes de 6 - 13 mm / solutions d'amidon	Echangeur à surface raclée, conduite tubulaire (procédé aseptique)
Abdelrahim et al. (1997)	Cubes de carottes (6 et 13 mm) et de viande (10,15 et 20 mm) / solutions d'amidon	Conduite d'un procédé aseptique
Ramaswamy et al. (1995)	Cubes de carottes (6 et 13 mm) et de viande (10,15 et 20 mm) / solutions d'amidon	Echangeur à surface raclée dans un procédé aseptique

Tab. 1.7 Systèmes étudiés par collection de fractions

- *méthode magnétique* (tab.1.8) : il s'agit de détecter par des bobines de cuivre ou des capteurs à effet Hall le passage de particules contenant un aimant par un changement de force électromagnétique. Fairhurst et al. (1998) évalue cette méthode pour un mélange cubes de pommes de terre dans une solution d'amidon : ils concluent que cette méthode est appropriée pour des fluides porteurs opaques et très visqueux, en régime laminaire ou turbulent, à hautes températures et pressions. Welfringer (1999) développe des capteurs composés d'aimant et de bobines de cuivre permettant de détecter le passage de petites billes de fer contenues dans les cubes de carottes.

Auteurs	Matériaux	Procédé
Barigou et al. (2003)	Sphères d'alginate 5 - 10 mm diam./ solutions de CMC (0,3 à 0,8 wt%)	Conduite tubulaire d'un procédé aseptique
Chandarana et al. (1996)	Cubes de pommes de terre, de poulet/alginate 12,7 mm / solution d'amidon à 6% (Thermtex et Thermoflo)	Procédé aseptique (chauffeur, conduite tubulaire, refroidisseur)
Eliot – Goderaux et al. (2001)	Sphères d'alginate de sodium (diam 10,2 mm) et cubes de pommes de terre (11,5 mm)/ solution de Xanthane	Colonne de chauffage et sections supports d'un pilote de chauffage ohmique
Fairhurst et al. (1998)	Cubes de pommes de terre de 12 mm / solution d'amidon à 7% (thermtex)	Colonne de chauffage et sections supports d'un pilote de chauffage ohmique
Fairhurst et al. (1999)	Particules sphériques d'alginate de calcium de 5 et 10 mm de diam/ solutions de CMC à différentes viscosités	Conduite tubulaire
Tucker et al. (1994)	Cubes de carottes/ solutions d'amidon (Colflo 67)	Ecoulement en conduite ; procédé de stérilisation
Welfringer (1999)	Cubes de carottes / solutions de CMC	Echangeur de chaleur tubulaire

Tab. 1.8 Systèmes étudiés par méthode magnétique

- *autres méthodes* (tab. 1.9) : la dispersion des temps de séjour peut également être mesurée à l'aide de particules tracées chimiquement (dépôt d'un oxyde de fer ; Brucato et al, 1992) ou à l'aide d'ultra-sons (Marcotte et al., 2000)

INDICATEURS CHIMIQUES			
Auteurs	Méthode	Matériaux	Procédé
Brucato et al. (1992)	Approche par un « système jumeau »	Particules de silices tamisées (180-212 μm) et billes de verre (450-550 μm) /eau	Mélangeur à turbines Rushton

ULTRA-SON		
Auteurs	Matériaux	Procédé
Marcotte et al. (2000)	Particules de carotte / solution d'amidon	Chauffage ohmique, procédé aseptique

Tab. 1.9 Autres méthodes et systèmes étudiés

Nous retiendrons pour notre étude la méthode magnétique développée par Welfringer (1999). En effet, celle-ci permet la mesure des temps de séjour d'un grand nombre de particules passant simultanément à travers des conduites en inox. Il s'agit également d'une méthode robuste et déjà validée sur des produits de mêmes types (cubes de carotte). Nous devons simplement vérifier préalablement l'adaptabilité de la méthode à nos particules fragiles.

II.2.2.3.3 Dispersion des temps de séjour dans un mélangeur – principaux résultats

Comme nous l'avons vu dans les tableaux précédents, très peu d'études sont consacrées à la dispersion des temps de séjour de particules dans un mélangeur. Les travaux se sont principalement portés sur les conduites tubulaires ou échangeurs à surface raclée. Brucato et al. (1992) se sont tout de même intéressés au phénomène de rétention dans un réacteur agité alimenté et soutiré simultanément en solide et liquide. La taille des particules utilisées était inférieure au millimètre. Ils ont étudié la fraction d'air entraîné ainsi que la concentration C_s en solide à la sortie du réacteur. Cette dernière peut être évaluée à l'aide de l'équation suivante :

$$C_s = C_v \frac{V_v / Q}{\tau_v}$$

avec C_v la concentration moyenne en solide à l'intérieur du mélangeur,

V_v / Q le temps de séjour moyen dans le même réacteur

et τ_v le temps de séjour moyen mesuré

II.2.3 Principaux résultats

Rushton (1965) a montré que la concentration en solide à la sortie d'un réacteur agité alimenté et soutiré en continu était une fonction de différentes variables telles que la géométrie de l'agitateur et du mélangeur, la position, l'orientation et la taille de la sortie, la taille et la densité des particules, le débit de sortie et la vitesse d'agitation. Brucato et al. (1992) étudient le même système et montrent que la concentration à l'intérieur du réacteur agité n'est pas la même qu'à la sortie.

Baptista et al. (1994) ont étudié les conditions optimales pour minimiser les variations de concentration en particules (sphères de polystyrène dans une solution de CMC) en sortie d'un même type de réacteur, pour contrôler les phénomènes d'accumulation de particules à l'intérieur. Il ressort que la vitesse de rotation et le débit n'ont pas d'influence dans les conditions étudiées alors que la viscosité du fluide, le volume de liquide dans le réacteur ainsi que la concentration en particules jouent un rôle. Un optimum peut être trouvé en fonction des caractéristiques du réacteur. Ils attirent cependant l'attention sur le fait que leurs résultats ne peuvent être directement appliqués à d'autres réacteurs de géométries différentes ; certaines variables sont en effet intrinsèquement liées au design du réacteur.

Si les types de réacteurs étudiés et la taille des particules utilisées sont différents de ceux de notre étude, cela nous permet de voir quels sont les paramètres susceptibles d'intervenir dans l'homogénéisation d'une suspension solide – liquide.

III. YOGHOURT AUX FRUITS – PRÉSENTATION DES PRODUITS

III.1 Yoghourt ou masse blanche

III.1.1 Appellation yoghourt

Le yoghourt est une dénomination réservée au lait fermenté obtenu uniquement par le développement des seules bactéries lactiques *Streptococcus salivarius thermophilus* et *Lactobacillus delbrueckii bulgaricus* qui doivent êtreensemencées simultanément et retrouvées vivantes à la vente du produit à raison d'au moins 10 millions de bactéries par gramme rapportées à la partie lactée. La flore microbienne ne doit renfermer aucun germe pathogène. De plus, la quantité d'acide lactique doit être supérieure à 0,7 g/100g.

L'appellation est stricte et soumise à réglementation (tab.1.10). Il existe plusieurs types de yoghourt qui se différencient par leur composition chimique, leur méthode de production, leur arôme et la nature du procédé de post-incubation. Les deux types essentiels sont le *yoghourt ferme* et le *yoghourt brassé*. On distingue également le yoghourt à boire, dont la viscosité est beaucoup plus faible que celle du yoghourt brassé.

OPÉRATIONS AUTORISÉES	OPÉRATIONS INTERDITES
• addition de sucre • addition de poudre de lait (maximum 5%) • coloration • aromatisation d'origine naturelle ou artificielle (abricot, ananas, poire, banane, fraise, framboise, prune, cerise, vanille) • addition de fruits ou préparations de fruits sur sucre • addition de sorbate de potassium ou acide sorbique (< 2‰ du poids desdites préparations) • addition de pulpes, jus de fruits, miel, confitures	• utilisation de lait en poudre uniquement • égouttage du coagulum • utilisation de fruits confits • utilisation des colorants autres que ceux cités • utilisation de l'anhydride sulfureux • utilisation de stabilisants (gomme de guar, farine de caroube) qui limitent l'exsudation de sérum

Tab. 1.10 Appellation yoghourt – Opérations autorisées ou interdites (source Danone)

III.1.2 Procédé de fabrication

Le procédé de fabrication de yoghourt brassé nature est composé des principales étapes suivantes : choix des laits, standardisation au taux de matière grasse et d'extrait sec laitier souhaités, homogénéisation (division des globules de graisse à 150-200 bars), traitement thermique composé de la pasteurisation et du chambrage, refroidissement à 42-46°C avant ensemencement des bactéries lactiques, fermentation, décaillage avant conditionnement et refroidissement final à 4°C. L'addition de fruits se fait, le cas échéant

avant le conditionnement. Un exemple de procédé de fabrication est représenté sur la figure 1.34.

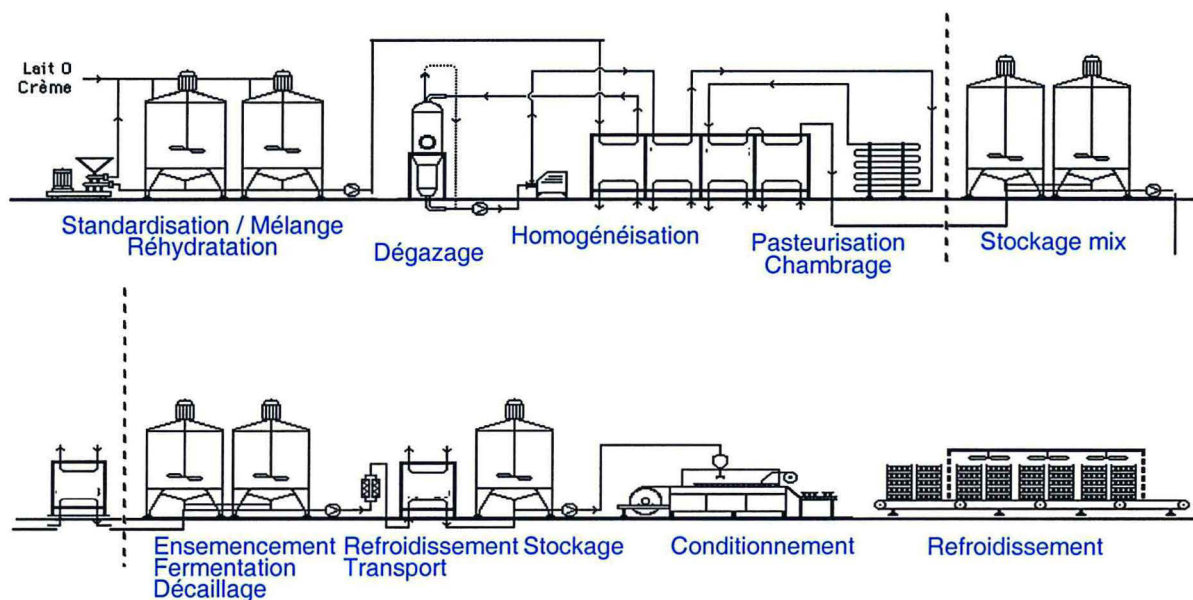


Fig. 1.34 Procédé de fabrication industrielle du yoghurt

I.1.3 Propriétés rhéologiques du yoghurt – principaux résultats

De nombreuses études ont été réalisées sur les propriétés rhéologiques du yoghurt. Benezech et Maingonnat (1994) proposent une revue des travaux disponibles dans la littérature. Différentes approches sont possibles selon la propriété que l'on désire caractériser :

- étude en régime oscillatoire pour caractériser la structure (Afonso et Maia, 1999 ; Keogh et O'Kennedy, 1998 ; Rönnegård et Dejmeck, 1993 ; Skriver et al., 1999)
- rampe de cisaillement (Afonso et Maia, 1999 ; Rohm, 1992) pour caractériser le comportement d'écoulement (fig.1.35)

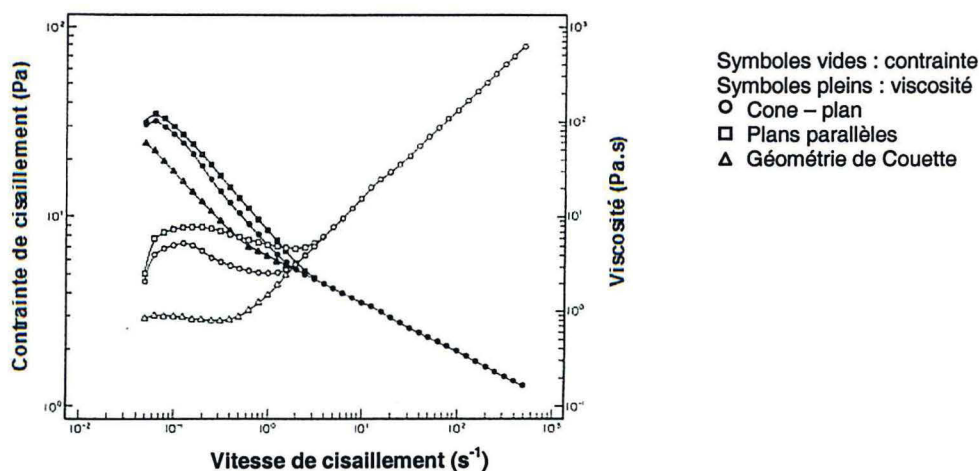


Fig. 1.35 Courbes d'écoulement de yoghurt brassé selon différentes géométries de mesure, Rohm (1992)

- palier de vitesse de cisaillement (Benezech et Maingonnat, 1993 ; de Kee et al., 1983 ; Ramaswamy et Basak, 1992a ; Rohm, 1989) ou boucles d'hystérésis (Ramaswamy et Basak, 1991 ; Rohm, 1992 ; Zuniga del Lopez, 1999) pour étudier le comportement d'écoulement en fonction du temps (fig.1.36)

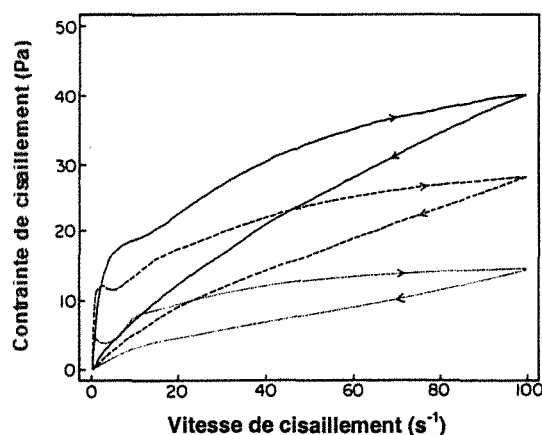


Fig. 1.36 Effet du temps de mesure sur la relation entre la contrainte de cisaillement et la vitesse de cisaillement du yoghourt obtenu avec la méthode des boucles thixotropes (temps total : — 20s, ---200s 2000s) (Rohm, 1992)

- test de pénétrométrie : mesure de la texture d'un point de vue empirique et corrélable avec le sensoriel (Rohm, 1989)

D'une façon générale, le yoghourt brassé est un fluide fortement non newtonien : il montre un seuil de contrainte (faible), un comportement de cisaillement dépendant du temps (thixotropie) et rhéofluidifiant (la viscosité décroît en fonction de la vitesse de cisaillement). Le spectre mécanique obtenu est caractéristique d'une structure de type gel (Benezech et Maingonnat, 1994) : les modules G' et G'' sont légèrement dépendant de la fréquence dans le domaine viscoélastique linéaire.

Plusieurs modèles comme celui de Herschel-Bulkley (de Kee et al., 1983 ; Ramaswamy et Basak, 1991 ; Benezech et Maingonnat, 1993 ; Skriver et al., 1993) ou Casson (Rohm, 1989 ; Skriver et al., 1993) ont été utilisés pour modéliser la courbe d'écoulement du yoghourt brassé, réponse d'une augmentation progressive de la vitesse de cisaillement, ou un modèle linéaire pour les courbes représentant des vitesses de cisaillement décroissantes (fig.1.37).

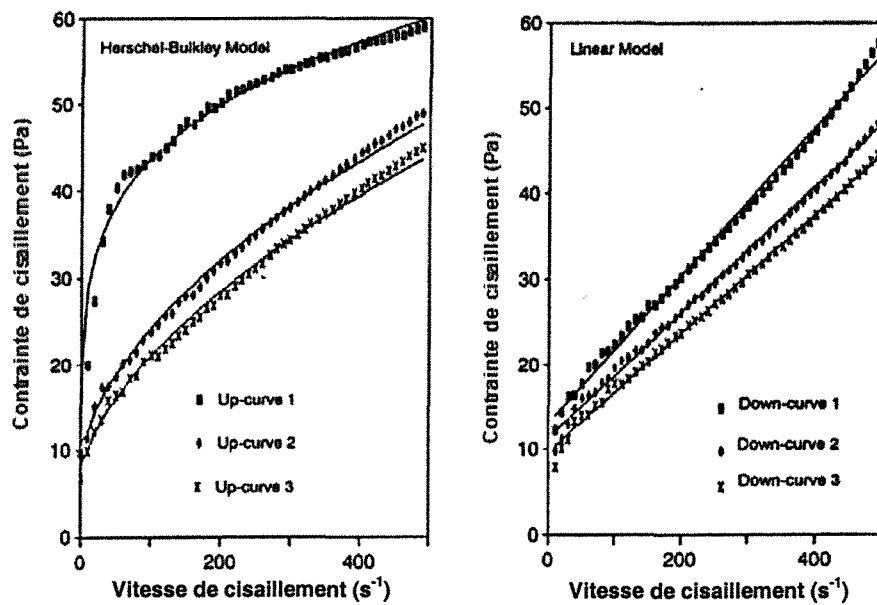


Fig. 1.37 Modèle de Herschel- Bulkley et modèle linéaire pour les courbes ascendantes et descendantes de yoghourt de la marque Yoplait (Ramaswamy et Basak, 1991)

Le comportement du matériau en fonction du temps est modélisé par une relation de Weltman généralisée (1943) (fig. 1.38) :

$$\sigma = A - B[\log(t/t_m)] \quad (t \geq t_m)$$

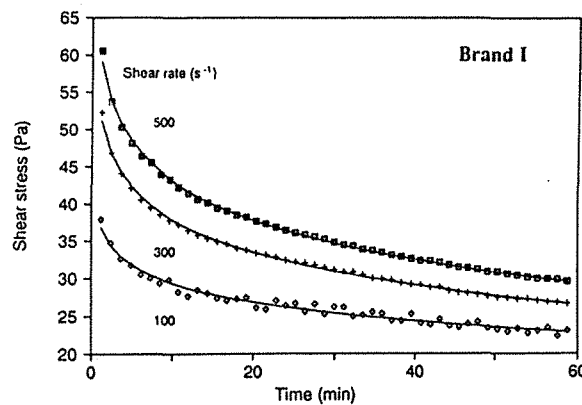


Fig. 1.38 Courbe d'évolution de la contrainte d'un yoghourt au cours du temps soumis à différentes vitesses de cisaillement ($T = 10^\circ\text{C}$), Ramaswamy et Basak (1991)

La dépendance de la viscosité avec la température est modélisée quant à elle par une loi de type Arrhénius (Ramaswamy et Basak, 1991) :

$$\eta_a = f \cdot \exp(E_a / \mathcal{R}T)$$

avec f , constante (Pa.s)

E_a , énergie d'activation de l'écoulement (J.mol^{-1})

$\mathcal{R}$, constante des gaz ($\text{J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$)

T , température absolue (K)

III.2 Préparation de fraises sur sucre

III.2.1 Présentation du produit

Il existe différents types de préparations de fraises sur sucre avec des morceaux de formes (cubes ou tranches), de tailles (de 6 à 12 mm) et de concentrations différentes. Lors de la fabrication de ce produit, les morceaux de fraises sont cuits dans une solution composée d'eau, de sucre et d'épaississant ou de gélifiant. Un exemple de composition et de fabrication de préparation de fraises sur sucre est donné dans le tableau 1.11 (Belaubre, 2000).

COMPOSITION (P/P)	MODE DE FABRICATION
• fraises à 40% (Senga sengana ; cubes de 10mm de côté) • sucre 40% • acide citrique 0,05% • amidon (Firmtex) 3% • sorbate de potassium (0,16%) • eau qsp 100	• fraises décongelées + eau + agitation ; montée de 10 à 35°C sous 20 tr.min⁻¹ • à 50°C, + 50% sucre + sorbate de potassium + agitation à 40 tr.min⁻¹ • à 70°C, + lait d'amidon (amidon + eau) puis 50% sucre • à 82°C, palier de pasteurisation 15min • prélèvements échantillons • refroidissement jusqu'à 40°C • prélèvement échantillons

Tab 1.11 Exemple de composition et de mode de fabrication du produit réel (Belaubre, 2000)

On se trouve en présence d'un produit complexe, à savoir de grosses particules fragiles dans un fluide porteur viscoélastique, et très hétérogène, principalement du fait de la variabilité structurale des morceaux de fruits (fig.1.39).

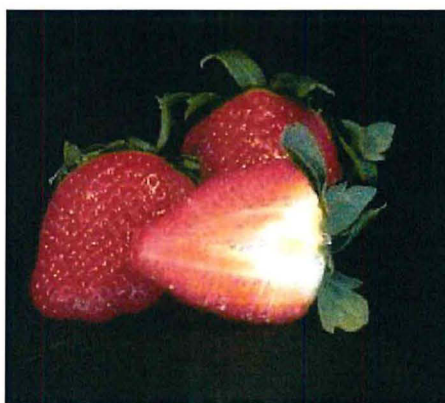


Fig. 1.39 Structure de la fraise

(http://www.saveurs.sympatico.ca/ency_4/fraise/fraise.htm)

Kratz et Dengler (1995)a,b répertorient les différentes propriétés exigées des préparations de fruits destinées aux yoghourts :

- les morceaux de fruits doivent être conservés après fabrication
- leur répartition dans le container doit être homogène ; il ne doit pas y avoir de morceaux flottants

- la texture doit être constante et on ne doit pas observer de processus de gélification supplémentaire pendant le transport et le stockage
- le produit doit être stable sous cisaillement et pompable
- il faut éviter la synérèse
- le mélange avec les produits laitiers doit se faire facilement
- la texture du yoghourt aux fruits doit être améliorée et non dégradée par l'ajout de préparation de fruits
- son utilisation doit être économique

On comprend cependant qu'il n'est pas aisé de remplir toutes ces conditions. La préparation de fruits sur sucre est un produit fini avec les imperfections de fabrication qui en résultent. Un des enjeux dans la fabrication porte notamment sur la conservation du « croquant », de la fermeté des morceaux, qui peuvent être altérés pendant les différentes étapes du procédé, principalement lors du traitement thermique (Carle, 2000).

III.2.2 Caractéristiques des propriétés rhéologiques du fluide suspendant

Le fluide suspendant est un fluide visqueux contenant de l'eau, du sucre et des agents épaississants. Il contient d'autre part les résidus de la dégradation des morceaux de fraises pendant le procédé de fabrication de la préparation de fruits sur sucre, à savoir des solides dissous et des particules de différentes origines (akènes, peau, fibres...).

Les fluides porteurs des préparations de fruits ont un comportement d'écoulement rhéofluidifiant à seuil modélisé par les lois de Herschel – Bulkley ou Casson (Carbonell et al., 1991 ; Chiampo et al., 1996 ; Costell et al., 1987 ; Grigelmo-Miguel et al., 1999). De plus, le produit est thixotrope ce qui requiert l'application d'un pré-cisaillement au produit avant de déterminer la viscosité apparente d'équilibre (Carbonell et al., 1991).

A travers les tests rhéologiques, les auteurs cherchent principalement à mesurer la teneur en fruit (Carbonell et al., 1991), établir des corrélations avec l'analyse sensorielle (Issanchou, 1991) ou analyser l'influence de différents produits ajoutés comme de la pectine, des fibres ou des particules solides (Costell et al., 1993, Grigelmo – Miguel, 1999 ; Ibarz et al., 1995).

IV. OBJECTIFS SPÉCIFIQUES DE L'ÉTUDE PAR RAPPORT AU CONTEXTE BIBLIOGRAPHIQUE

Dans cette étude, nous nous intéressons particulièrement aux phénomènes mis en jeu au niveau de particules macroscopiques dans un procédé de mélange. La recherche bibliographique a montré qu'il n'existait que peu de travaux publiés sur les thèmes de la dégradation de particules fragiles et de l'homogénéisation de suspensions de grosses particules. Nous disposons tout de même pour chacune des deux thématiques d'éléments de

méthodologies d'étude. Cependant, celles-ci n'ont pas été employées sur des produits ou procédés similaires.

L'intérêt principal de notre étude réside donc tout d'abord dans la mise au point de méthodologies permettant la quantification des deux phénomènes étudiés. Dans le cas de la perte d'intégrité, nous avons montré les limites de la définition et de la méthode d'évaluation proposées dans la littérature. Celles-ci devront être développées et affinées pour permettre une évaluation plus significative. En ce qui concerne la quantification de l'homogénéité de mélange, nous disposons d'une technique de mesure prometteuse, la tomographie. Des informations complémentaires pourront être apportées par des mesures plus « classiques » de dispersion des temps de séjour des particules ou par des techniques visuelles.

Une fois ces méthodologies acquises, l'ensemble des essais réalisés devra permettre :

- de ressortir les paramètres influant sur les deux phénomènes étudiés
- de proposer des modèles prédictifs, lorsque ceci sera possible, pour la perte d'intégrité des particules et pour l'homogénéité du mélange permettant ainsi l'optimisation du procédé

Pour mener à bien cette étude, il est nécessaire de bien comprendre tous les enjeux liés aux produits utilisés. Nous allons présenter dans le chapitre suivant les différentes propriétés physiques et mécaniques des matériaux choisis.

CHAPITRE III

MATÉRIAUX

I. PRÉPARATION DE FRAISES SUR SUCRE

I.1 Taille des particules

Selon la préparation utilisée, les morceaux sont plus ou moins gros. L'observation d'une première préparation (fournisseur SIAS) donne une grande diversité de la taille et de la forme des morceaux de fraises avec des tranches de 5 à 35 mm de longueur environ (fig.2.1). La fermeté diffère également d'un morceau à l'autre : on trouve aussi bien de gros morceaux fermes que des morceaux filandreux se désagrégeant facilement.

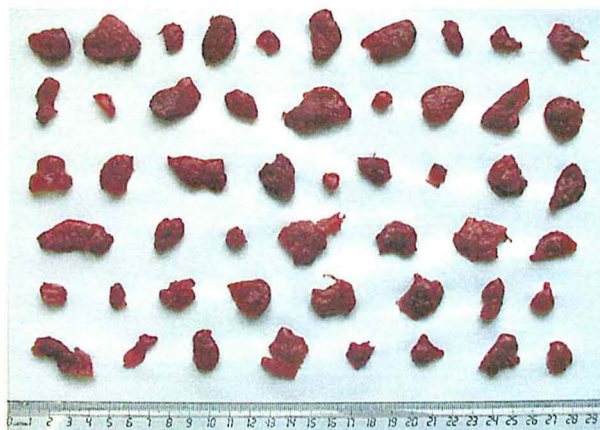


Fig. 2.1 Diversité en taille et en forme des morceaux de fraises au sein d'une même préparation (SIAS)

Il existe cependant d'autres types de préparation de fraises sur sucre : celle du fournisseur ZUEGG par exemple est composée principalement de cubes de 6 mm. Les morceaux sont nettement plus petits que la préparation vue précédemment (comparaison fig.2.2).

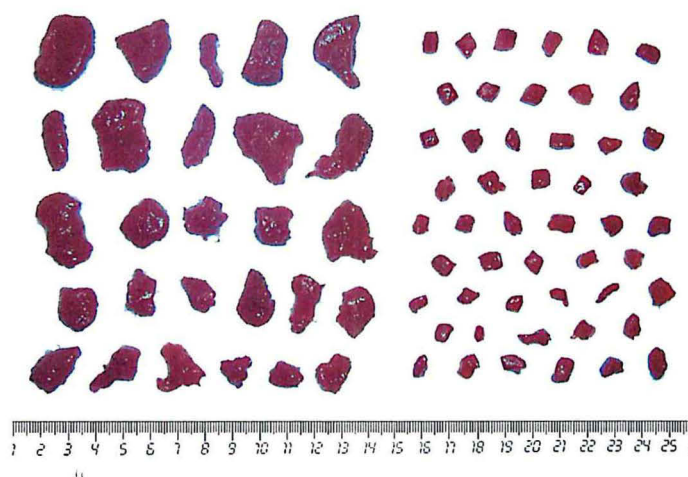


Fig. 2.2 Comparaison de la taille et forme des morceaux de la préparation SIAS (tranche de 10 mm, à gauche) et de la préparation ZUEGG (cubes de 6 mm de côté, à droite)

Nous baserons notre étude sur la préparation utilisée actuellement pour la fabrication des yoghourts aux fruits chez Danone, à savoir celle à base de morceaux de 6 mm (fournisseur ZUEGG).

I.2 Caractérisation de la fermeté des morceaux de fraises

I.2.1 Matériels et méthodes

La caractérisation de la fermeté des morceaux de fraises est effectuée à l'aide du test de pénétrométrie. On utilise un appareil Instron 5569 avec un capteur de force 0-10 N et un poinçon de 3 mm de diamètre. L'acquisition des données se fait par le logiciel Merlin. La vitesse de pénétration est de 10 mm.min^{-1} (valeur préconisée par Belaubre, 2000).

On mesure la force nécessaire pour enfoncer le poinçon dans les morceaux de fruits en fonction du déplacement. La force et le déplacement à la rupture sont utilisés pour caractériser la fermeté. Les valeurs sont exprimées en contrainte, rapport de la force mesurée sur la surface de contact poinçon – échantillon, et en déformation, rapport de la réduction de hauteur sur la hauteur initiale. On détermine également le module d'Young, rapport de la contrainte à la déformation pour les déformations inférieures à 10% ou pente à l'origine de la courbe (Cf. fig.1.13).

On analyse la fermeté des morceaux de fraises issus des deux types de préparation vues précédemment (morceaux sous forme de tranches ou de cubes). Les morceaux analysés sont pris au hasard dans la préparation de fruits. L'analyse se révèle être relativement difficile ; en effet, il n'est pas toujours aisé de repérer le point de rupture pour tous les morceaux. Les morceaux vraiment trop fragiles ne peuvent pas être analysés. 100 morceaux de fraises en tranche et 50 sous forme de cubes sont analysés. On ne garde que les échantillons pour lesquels le point de rupture est net.

I.2.2 Résultats

Les courbes obtenues diffèrent d'un morceau à l'autre (fig.2.3). Le point de rupture est parfois bien net ; dans d'autre cas, la courbe est plus aplatie ou montre deux pics. D'autre part, la pente à l'origine correspondant au module d'Young varie de façon importante d'un morceau à l'autre. Ceci montre bien l'hétérogénéité structurale des morceaux de fraises.

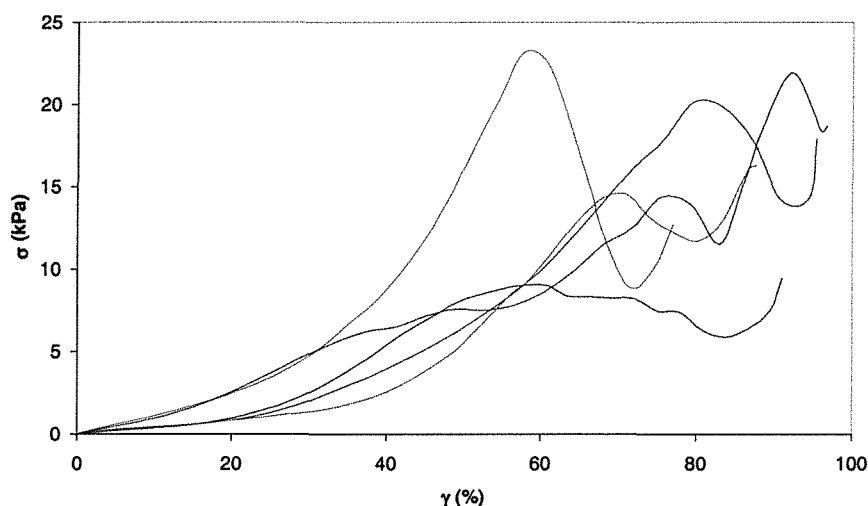


Fig. 2.3 Courbes Contrainte – Déformation de morceaux de fraises donnant un point de rupture

Ceci se retrouve dans le nuage de points de rupture, relativement dispersé pour les deux types de préparation de fruits (fig.2.4).

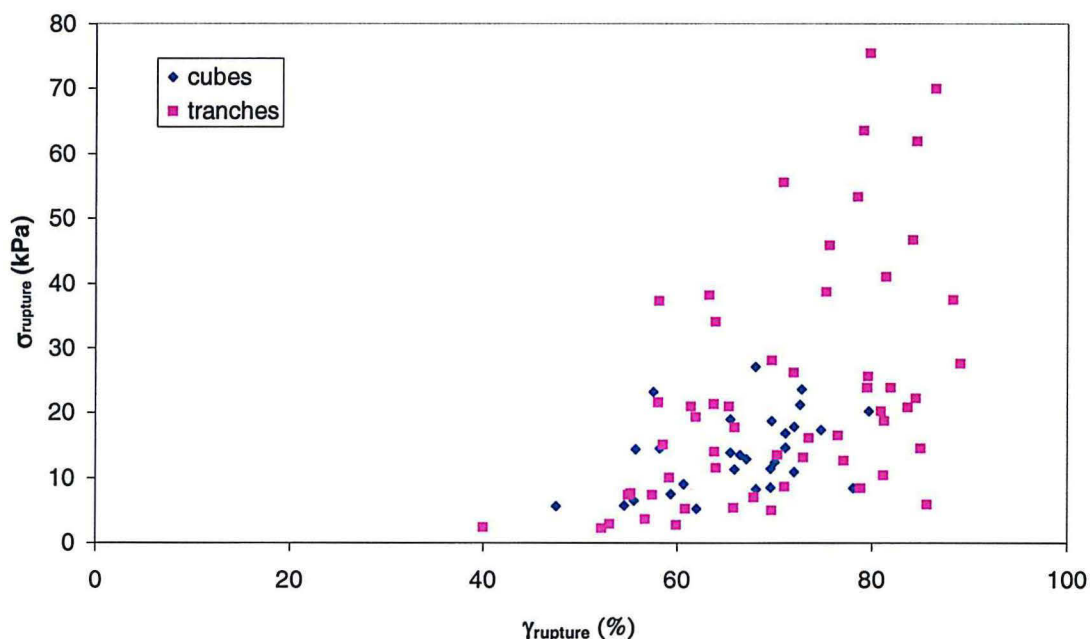


Fig. 2.4 Points de rupture des morceaux de fraises pour deux types de préparations différentes

On retrouve des valeurs semblables à celles de Belaubre (2000) (Cf. fig.1.11). On observe cependant des valeurs de déformations à la rupture un peu plus élevées, dans un domaine compris entre 60 et 80%. La préparation de fruits à base de cubes de fraises (morceaux découpés dans la chair du fruit) donne des contraintes à la rupture plus basses ; ceci montre que les morceaux ont été légèrement plus dégradés pendant le traitement thermique. C'est cette préparation que nous considérerons pour la suite de l'étude.

Les valeurs moyennes et écarts types des déformations et contraintes à la rupture ainsi que les modules de Young obtenus pour les cubes de fraises de cette préparation sont regroupées dans le tableau 2.1.

Paramètre	Moyenne	Ecart type	%
Déformation à la rupture (%)	66	7,5	11,4
Contrainte à la rupture (kPa)	13,7	5,9	43,1
Module de Young (kPa)	53,8	22,6	42

Tab. 2.1 Paramètres caractéristiques de la fermeté des morceaux de fraises

On constate que les précisions pour la contrainte à la rupture et du module d'Young ne sont pas bonnes. Ceci confirme l'hétérogénéité structurale des morceaux de fraises. On comprend alors qu'il sera difficile de mener une étude à l'aide de ce produit réel. En effet, nous ne pourrions pas déterminer si les variations observées d'un essai à l'autre viennent de la modification de certains paramètres ou de l'hétérogénéité du produit utilisé. Il est également impossible d'étudier l'impact de la taille et de la fermeté des particules sur la perte d'intégrité

ou sur l'homogénéisation de la suspension. Des produits modèles devront donc être développés.

I.3 Caractérisation des propriétés rhéologiques du fluide suspendant

I.3.1 Matériel et méthode

Pour déterminer les propriétés rhéologiques du fluide suspendant, on utilise un rhéomètre RFS2 de Rheometric Scientific (USA) avec une géométrie plan – plan. Les mesures sont réalisées à 20°C. Le fluide est déposé dans la cellule de mesure après avoir retiré les morceaux de la préparation de fraises sur sucre (il reste cependant toujours les akènes, des filaments).

La caractérisation rhéologique consiste en premier lieu en une évaluation structurale par l'intermédiaire d'une spectroscopie mécanique dans le domaine de viscoélasticité linéaire déterminé au préalable à l'aide d'un balayage en déformation à une fréquence de 1 rad.s^{-1} , puis en second lieu en une caractérisation de la viscosité en écoulement de cisaillement en régime permanent (courbe d'écoulement à l'équilibre) à des vitesses de cisaillement comprises entre $0,01$ et 100 s^{-1} , à différentes températures (de 0 à 40°C). Les données d'équilibre sont obtenues après imposition de paliers de vitesse de cisaillement.

I.3.2 Résultats

• structure du matériau

Le domaine linéaire du fluide suspendant correspond à des déformations inférieures à 0,01. Le fluide montre une prédominance du caractère viscoélastique avec un module élastique G' supérieur au module visqueux G'' (fig.2.5).

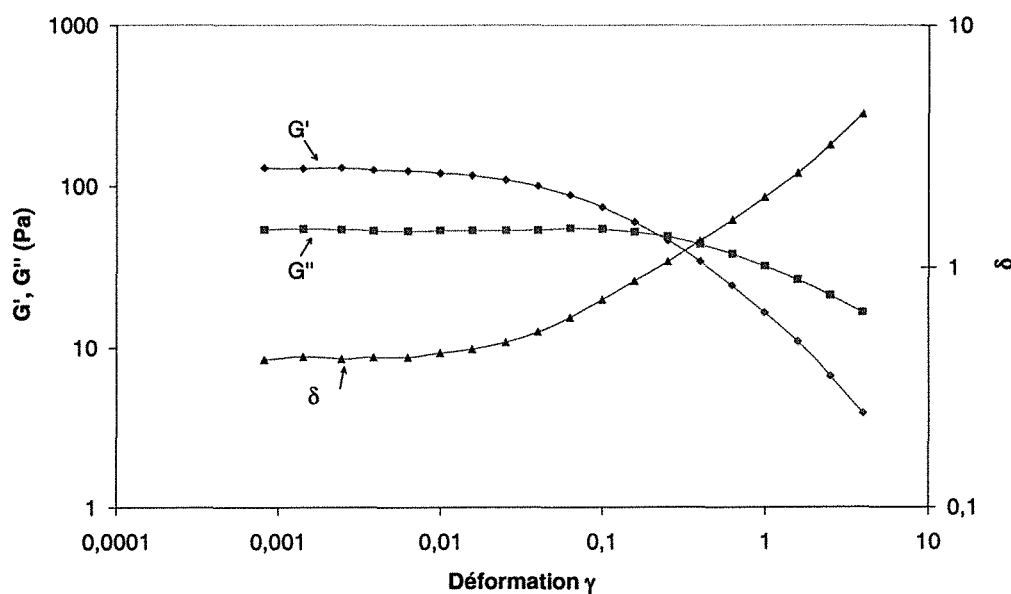


Fig. 2.5 Balayage en déformation du fluide porteur réel à 20°C ($\omega = 1 \text{ rad.s}^{-1}$)

On réalise ensuite trois mesures des modules G' et G'' du spectre mécanique à 20°C (les mesures ne sont pas très stables du fait de l'hétérogénéité du produit). On représente la moyenne des trois mesures avec indication de l'erreur (fig.2.6). Le spectre obtenu correspond typiquement à celui d'un gel faible. En effet, le module élastique est régulièrement supérieur au module visqueux sur la plage de fréquence étudiée et les deux modules G' et G'' montrent une légère dépendance avec la fréquence (Cf. fig.1.7).

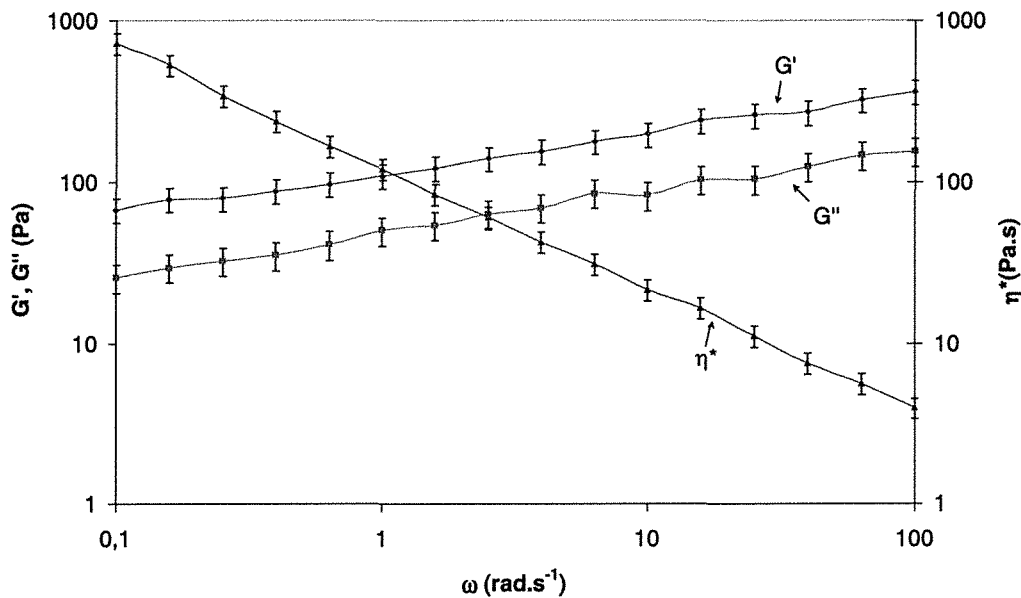


Fig. 2.6 Spectre mécanique du fluide suspendant à 20°C

• thixotropie

On impose des paliers croissants de vitesse de cisaillement d'une durée de 100 s. La figure 2.7 montre l'évolution de la contrainte de cisaillement résultante avec le temps à différentes vitesses de cisaillement. La relation de Weltman (Cf. Chapitre I § II.1.1.2) modélise relativement bien cette dépendance avec le temps (tab.2.2).

Vitesse (s^{-1})	A (Pa)	B (Pa)	R^2
1	3,704	40,24	0,96
10	6,243	83,66	0,98
100	16,16	160,4	0,98

Tab. 2.2 Paramètres A et B de la relation de Weltman pour le fluide suspendant réel à 20°C

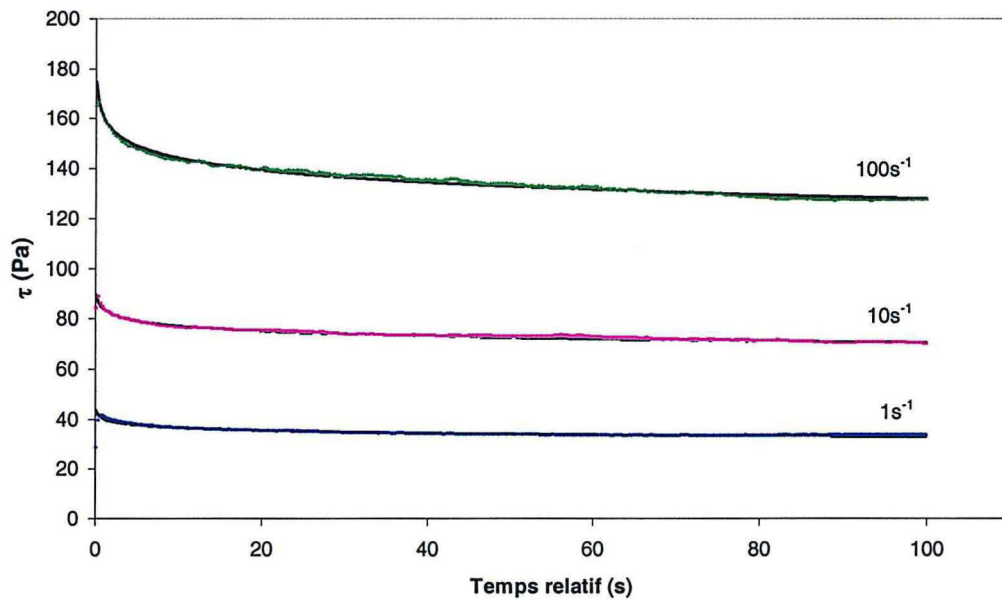


Fig. 2.7 Courbe de la contrainte en fonction du temps pour différentes vitesses de cisaillement

• courbe d'écoulement

Les viscosités d'équilibre sont obtenues après une durée d'application de la vitesse de cisaillement étudiée de 30 s. 4 échantillons issus de la même préparation de fruits (Prep. n°1, tests 1-4) et 2 échantillons d'une préparation de même type mais provenant d'une fabrication différente (Prep. n°2, tests 1-2) sont utilisés. Toutes les courbes sont essentiellement semblables et un exemple type est représenté sur la figure 2.8.

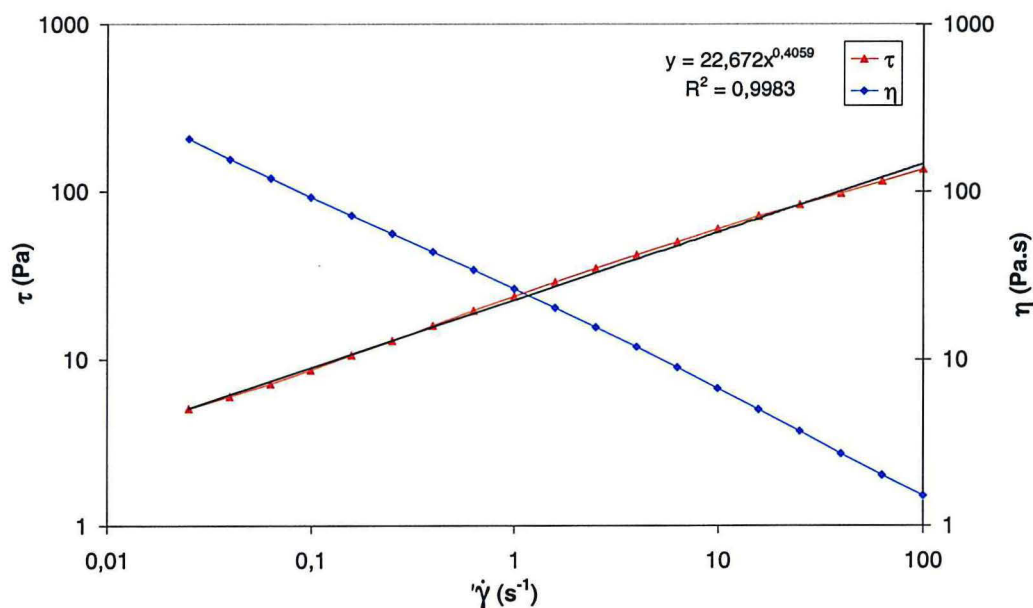


Fig. 2.8 Exemple de courbes d'écoulement du fluide suspensé réel à 20°C (Prep n°2 – Test n°2)

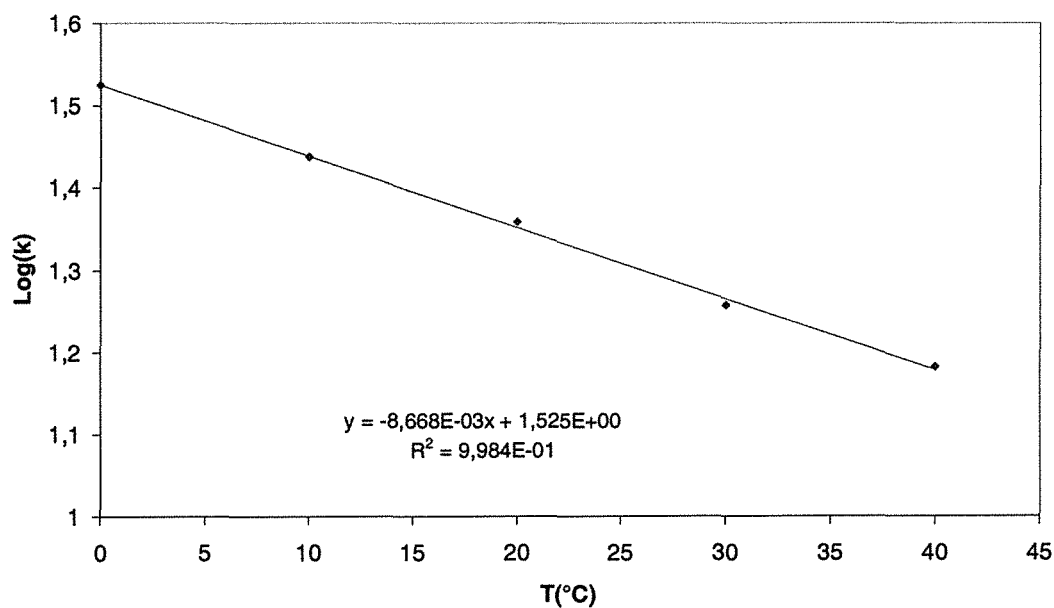
N° Préparation	N° Test	n	k (Pa.s ⁿ)	R ²
1	1	0,4093	19,02	0,9995
	2	0,4294	18,88	0,9995
	3	0,3970	27,18	0,9994
	4	0,4227	25,37	0,9990
2	1	0,4117	24,76	0,9988
	2	0,4059	22,67	0,9993
Moyenne		0,4127	22,98	
Ecart type		0,0117	3,44	
%		2,8	15,0	

Tab. 2.3 Paramètres de la loi de puissance pour les fluides suspendant étudiés à 20°C

Le modèle de la loi de puissance est approprié pour décrire les courbes d'écoulement (tab.2.3). Le fluide analysé se révèle être fortement non newtonien avec un indice d'écoulement moyen n de 0,41. On observe un pourcentage d'erreur relativement élevé pour l'indice de consistance k . Ceci peut se comprendre dans le sens où les échantillons analysés ne contiennent pas obligatoirement la même quantité de résidus solides ou de solides dissous. Ceci montre également la variabilité du fluide suspendant d'une fabrication à l'autre.

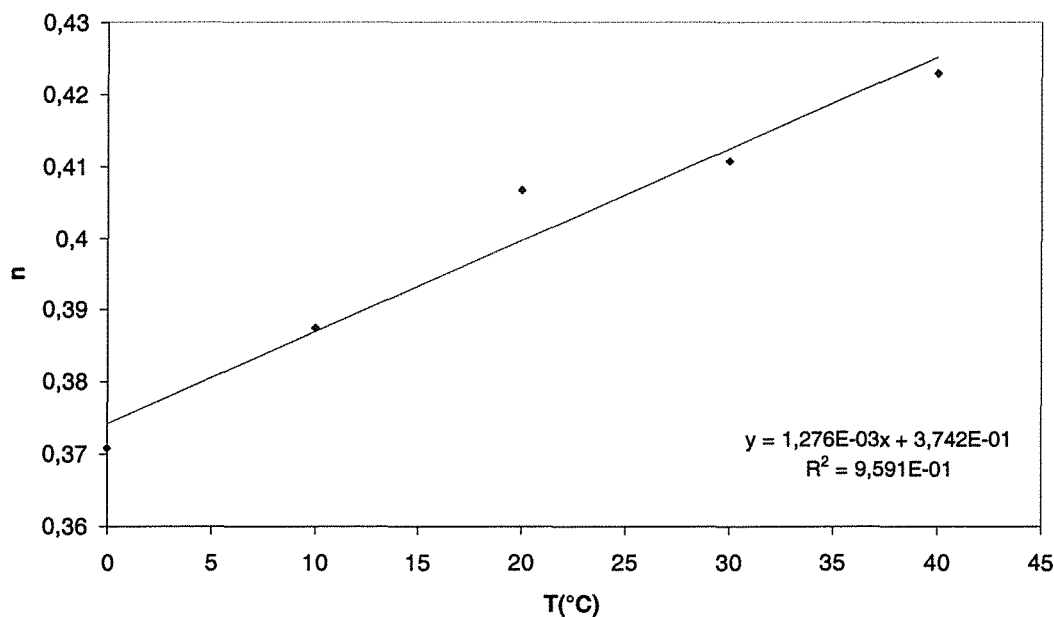
• *influence de la température sur les indices de consistance et d'écoulement*

Les échantillons analysés proviennent de la même préparation de fruits. Les expressions proposées par Turian (Cf. Chapitre I § II.1.1.3) représentent correctement la dépendance de k et de n avec la température entre 0 et 40°C (fig. 2.9 et 2.10).

Fig. 2.9 $\text{Log } k = f(T)$ selon l'expression de Turian

k_0 (Pa.s ⁿ)	A_1 (°C ⁻¹)	R^2
6,610	$8,669.10^{-3}$	0,9984

Tab. 2.4 Paramètres de loi de Turian pour l'indice de consistance du fluide suspendant réel

Fig. 2.10 $n = f(T)$ selon l'approche de Turian

n_0 (Pa.s ⁿ)	A_2 (°C ⁻¹)	R^2
0,3742	$1,276.10^{-3}$	0,9984

Tab. 2.5 Paramètres de loi de Turian pour l'indice d'écoulement du fluide suspendant réel

I.4 Conclusions et critères de choix pour les produits modèles

I.4.1 Position de l'étude

L'analyse des propriétés des différents constituants de la préparation de fraises sur sucre permet de montrer une variabilité relativement significative, principalement au niveau de la fermeté et de la taille des morceaux de fraises mais également au niveau des caractéristiques rhéologiques du fluide suspendant. Nous avons alors opté pour l'utilisation de systèmes modèles. Une conclusion et une décision identiques avaient été obtenues par Belaubre (2000) dans son étude sur les procédés de fabrication de préparations de fraises sur sucre.

I.4.2 Critères de choix de morceaux de fruits modèles

Les morceaux de fraises modèles doivent répondre aux exigences suivantes :

- les gammes de fermeté (pénétrométrie) et de taille moyenne doivent être respectées.
- la réalisation doit être rapide et aisée pour permettre une fabrication en grande quantité.
- les propriétés des produits (surtout la fermeté) ne doivent pas s'altérer dans le temps.
- pour une meilleure visualisation, il convient d'utiliser des produits « colorés » (technique d'analyse d'image).
- la conductivité des particules obtenues doit être faible.

I.4.3 Critères de choix d'un fluide suspensé modèle

Le fluide modèle choisi doit présenter les caractéristiques suivantes :

- son comportement d'écoulement doit être proche de celui du fluide réel.
- il doit être transparent (ou translucide) pour permettre une bonne visualisation des morceaux de fruits modèles « colorés ».
- aucun transfert de matière entre particules modèles et fluide ne doit se produire
- la réalisation du fluide doit pouvoir se faire en grande quantité et de façon reproductible
- les propriétés rhéologiques du fluide ne doivent pas évoluer au cours du temps
- en ce qui concerne la conductivité du fluide, elle devra être proche de celle des particules, afin de pouvoir évaluer le mélange et l'homogénéité du système « préparation de fruits – masse blanche ».

II. PRÉPARATION DE FRUITS MODÈLE

II.1 Fruit modèle

II.1.1 Présentation du produit

Nous choisirons une formulation de type gel à base de pectine inspirée des travaux de Belaubre (2000). La pectine utilisée est celle de Danisco Cultor (LA110). Il s'agit d'une pectine amidée (DA = 15%) faiblement méthylée (degré d'estérification = 35%) (fig.2.11).

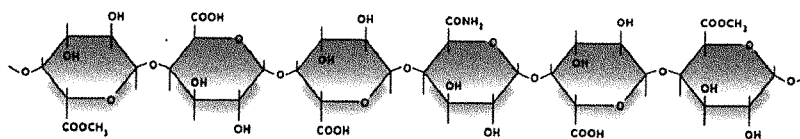
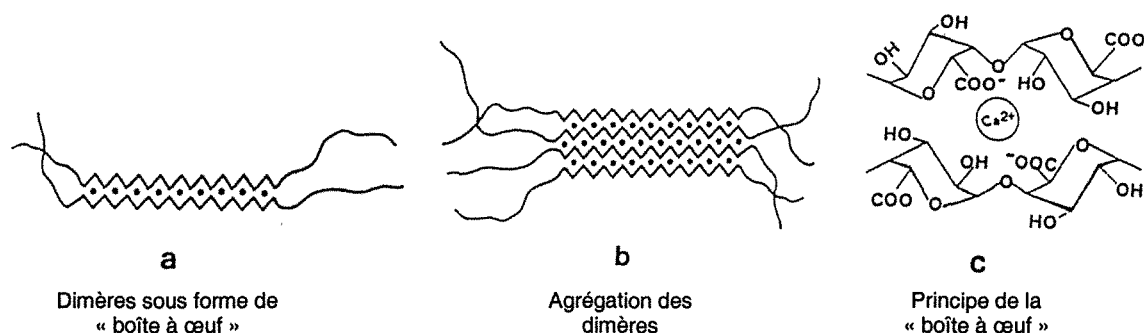


Fig. 2.11 Molécule de pectine amidée (Doc. Danisoc Cultor)

Les pectines faiblement méthylées (low-methoxyl, LM) gélifient en présence d'ions calcium sur une grande gamme de pH avec ou sans sucre. Le modèle de boîte à œuf (fig.2.12)

a largement été accepté pour modéliser les zones de jonction dans un gel de pectine, conséquence des interactions entre les ions calcium et les groupes carboxyle des chaînes de pectine (Fu et Rao, 2001).



2.12 Représentation schématique des liaisons calcium
(Axelos&Thibault, 1991)

La composition du gel modèle proposé par Belaubre est donnée dans le tableau 2.6.

PRODUITS	COMPOSITION (P/P)
Pectine	2%
Sucre	40%
CaCl ₂	0.09%
Acide citrique	1.4%
Eau distillée	56.51%
Rouge de méthyle	0.001%

Tab. 2.6 Composition du gel modèle de Belaubre (2000)

Cette composition n'est bien entendu valable que pour la pectine LA 110 de Danisco. En effet, pour une autre pectine, il faudrait reformuler la quantité de CaCl₂. Le CaCl₂ permet la gélification de la pectine tandis que l'acide citrique garantit un pH acide, favorisant ainsi la couleur rouge – rose du rouge de méthyle (indicateur coloré). La quantité de sucre correspond à celle contenue dans les préparations de fruits réelles.

Pour garder une tolérance alimentaire des produits, nous avons remplacé le rouge de méthyle par un colorant alimentaire, le *rouge de Cochenille*. La couleur ne dépend plus alors du pH du gel. L'acide citrique est tout de même maintenu pour une bonne conservation du produit. Le tableau 2.7 donne la composition du gel modèle retenu.

PRODUITS	COMPOSITION (P/P)
Pectine	2%
Sucre	40%
CaCl ₂	0.09%
Acide citrique	1.4%
Eau distillée	56.51%
Rouge de Cochenille	0.001%

Tab. 2.7 Composition du gel modèle retenu

II.1.2 Protocole et matériel de fabrication

II.1.2.1 Laboratoire

Le protocole de fabrication en laboratoire pour une quantité de 1kg est le suivant (Belaubre, 2000) :

- l'eau distillée est chauffée à 65°C (bain-marie).
- les produits sont ensuite ajoutés dans l'ordre suivant : CaCl_2 , temps d'agitation de 1 min ; acide citrique, 1 min ; pectine, 15 min ; sucre, 10 min puis le colorant avant la fin.
- le gel est ensuite coulé et refroidi à 4°C ; après 24 h, il est prêt pour être découpé en morceaux.

Quelques précautions doivent être prises :

- lors du versement du sucre, la température doit rester impérativement **supérieure à 57°C**, température de gélification de la pectine.
- l'agitation doit être suffisante tout au long de la fabrication pendant laquelle la viscosité du mélange augmente non seulement lors de l'ajout de la pectine mais aussi lors de l'ajout du sucre.

II.1.2.2 Pilote

Lors de la fabrication à l'échelle pilote, les conditions sont légèrement différentes. Le protocole reste le même mais le matériel utilisé est différent. Il s'agit cette fois-ci de fabriquer les morceaux de fruits modèles en grande quantité (100 kg environ) avec une découpe la plus précise possible des gels en cubes. Le protocole de fabrication général est présenté sur la figure 2.14. Lors du « poudrage », nous avons utilisé une cuve double enveloppe de 200 l équipée d'une turbine défloculeuse et reliée à une boucle de vapeur surchauffée pour porter la température du mélange à 70°C (fig.2.13).



Fig. 2.13 Cuve de poudrage du gel de pectine

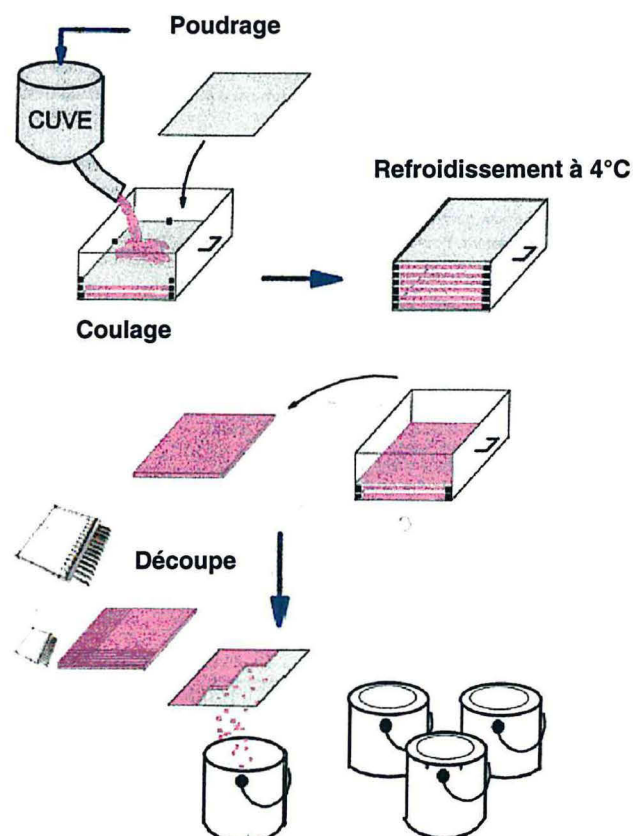


Fig. 2.14 Protocole de fabrication des morceaux de fruits modèles (Belaubre, 2000)

Les gels sont ensuite coulés dans des bacs comportant des plaques avec des cales de hauteurs définies et stockés en chambre froide à 4°C. Après 24 h de conservation, ils sont ensuite découpés manuellement en cubes avant utilisation (fig.2.15).

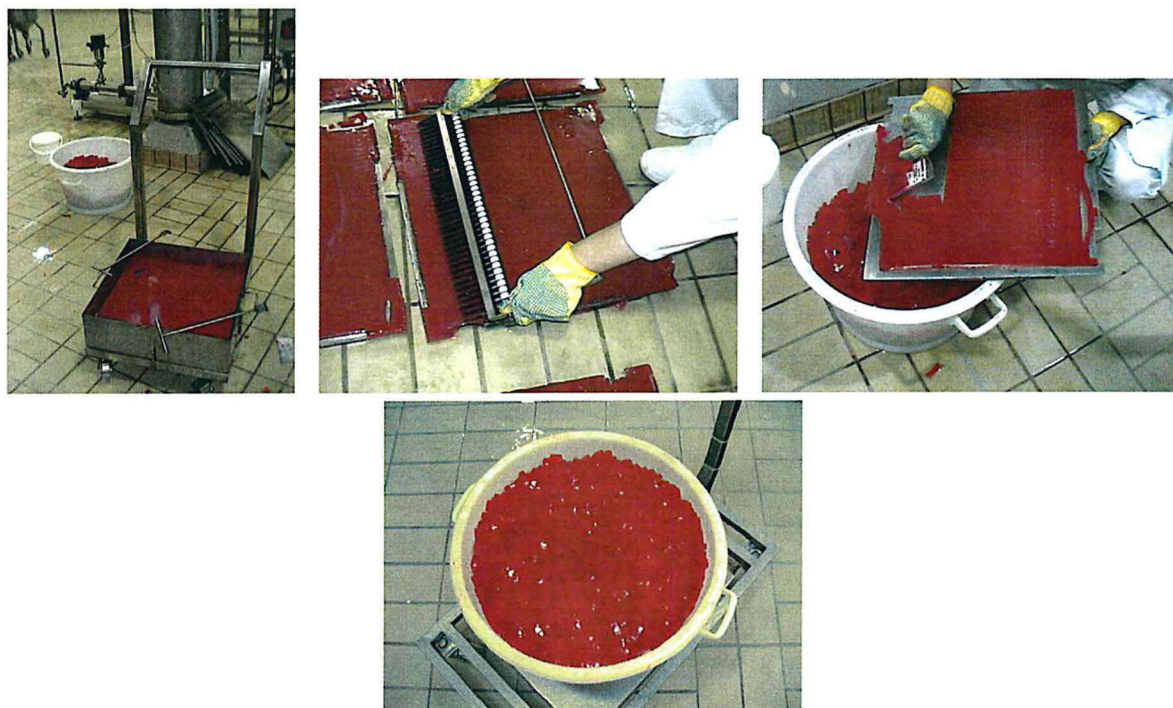


Fig. 2.15 Système de découpe manuel des gels et produit obtenu

II.1.3 Caractérisation des gels

II.1.3.1 Propriétés mécaniques

Nous utilisons le test de pénétrométrie utilisé pour les morceaux de fraises afin de permettre une comparaison. Nous étudions dans un premier temps la formulation proposée par Belaubre. Les mesures des fabrications réalisées en laboratoire se font à l'aide d'un appareil Instron 5565 et celles réalisées au niveau du pilote à l'aide d'un appareil TA-XT2 équipé également d'un poinçon de 3 puis 4 mm de diamètre.

Le test de pénétrométrie se révèle être bien adapté à la mesure de fermeté des gels. En effet, les courbes Force – Déformation montrent toujours un point de rupture net. Les déformations et contraintes à la rupture ainsi que les pentes à l'origine sont sensiblement les mêmes d'un morceau à l'autre (fig.2.16).

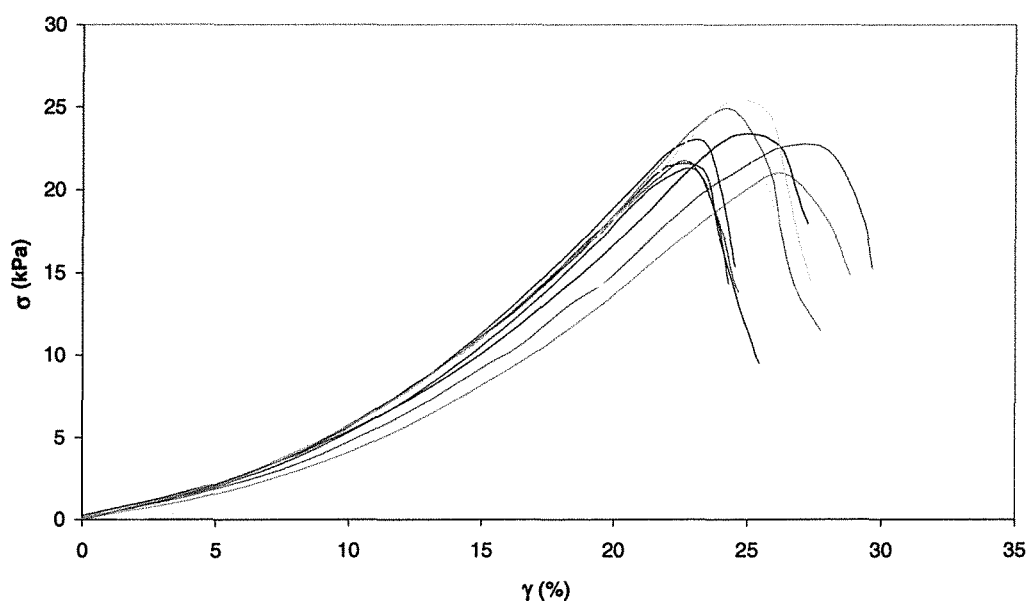


Fig. 2.16 Courbes obtenues pour les gels de pectine

On évalue les paramètres de rupture pour deux fabrications différentes de la formulation proposée par Belaubre (Cf. tab.2.7) et on les compare à ceux des morceaux de fraises (fig.2.19). Les données sont regroupées dans le tableau 2.8. La précision est bien entendu nettement meilleure, notamment en ce qui concerne la contrainte à la rupture et le module d'Young. Il n'y a en effet pas d'hétérogénéité dans la structure du gel, contrairement aux fraises.

Les contraintes à la rupture obtenues pour les gels sont du même ordre de grandeur que celles des fraises, un peu plus élevées. Par contre, les déformations à la rupture sont très différentes.

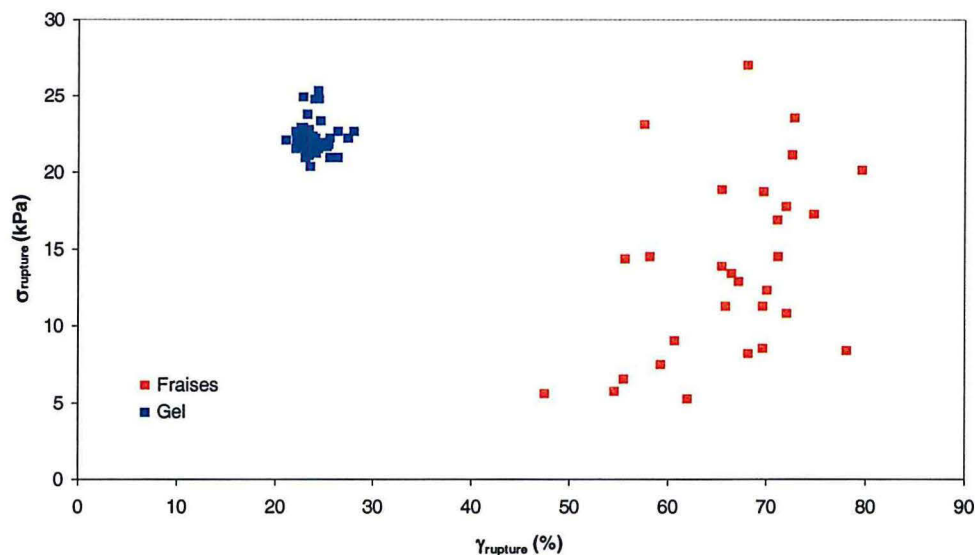


Fig. 2.17 Comparaison des points de rupture des gels et des morceaux de fraises

Paramètre	Moyenne	Ecart type	%
Déformation à la rupture (%)	24	1,5	6,2
Contrainte à la rupture (kPa)	22	1,1	5,1
Module de Young (kPa)	39	2,7	6,8

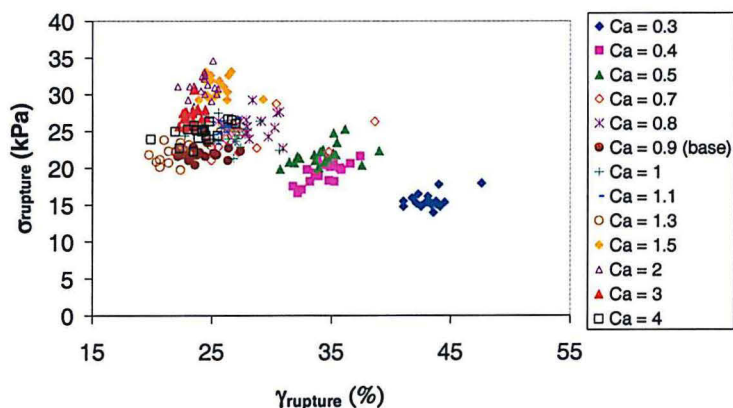
Tab. 2.8 Paramètres caractéristiques de la fermeté des gels

Afin de mieux encadrer les données du nuage de fermeté des fraises, deux possibilités nécessitant un ajustement de la formulation initiale des gels de pectine sont envisageables : soit faire varier la concentration en calcium, soit faire varier la concentration en pectine.

II.1.3.2 Ajustement de la formulation initiale

II.1.3.2.1 Influence de la quantité de calcium

Les données des points de rupture obtenus en faisant varier la concentration en calcium sont représentées sur la figure 2.18.

Fig. 2.18 Points de rupture du gel en fonction de la quantité de calcium (données en calcium exprimées en g.kg^{-1} de produit)

Les contraintes à la rupture des morceaux de gels augmentent avant de décroître avec la quantité de calcium alors que les déformations à la rupture diminuent avant d'atteindre un palier (fig.2.19). Ces résultats contredisent ceux obtenus par Belaubre (2000) (fig.2.20).

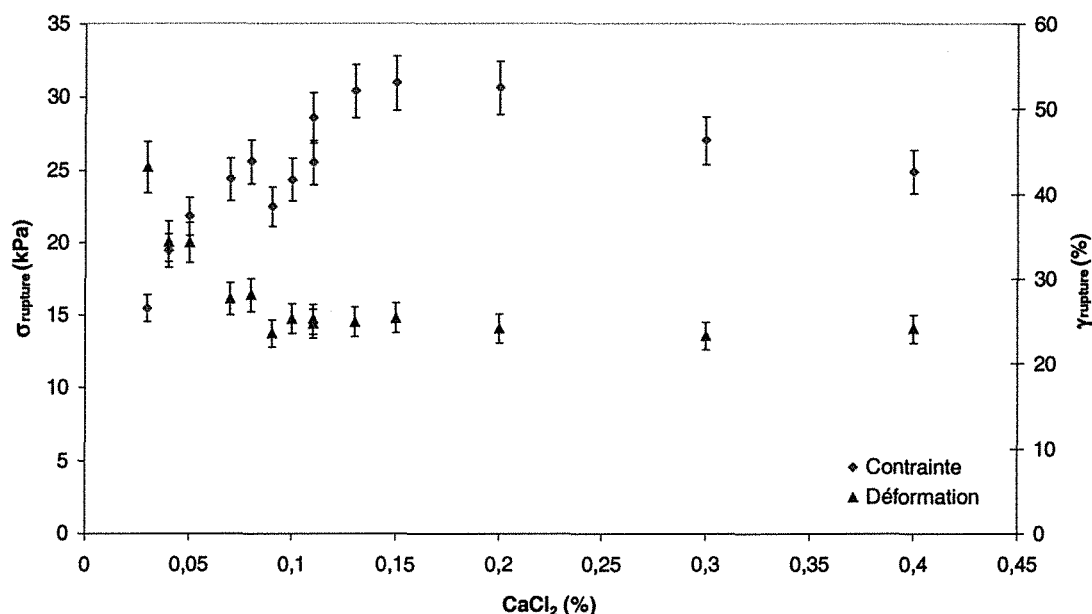


Fig. 2.19 Evolution de la contrainte et de la déformation à la rupture du gel en fonction de la quantité de calcium

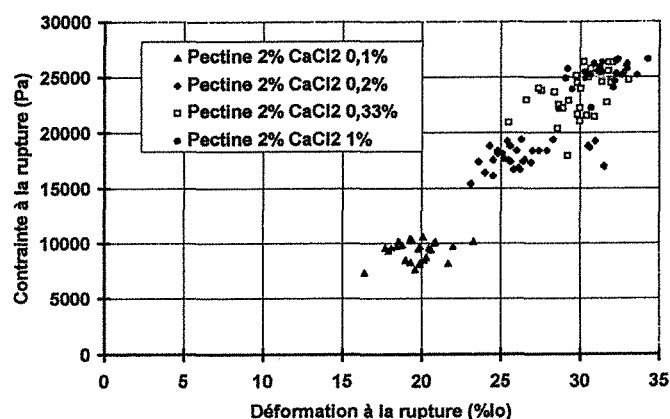


Fig. 2.20 Points de rupture du gel en fonction de la quantité de calcium (Belaubre, 2000)

Dans des domaines de concentrations comparables, soit $[\text{CaCl}_2]$ compris entre 0,1% (équivalent à 1 g.kg^{-1} de produit) et 0,33% (équivalent à $3,3 \text{ g.kg}^{-1}$ de produit), Belaubre observe une augmentation de la déformation et de la contrainte à la rupture alors que nous obtenons une variation différente de la contrainte à la rupture qui passe par un maximum et une déformation à la rupture essentiellement constante. On retrouve les mêmes tendances pour des gels de concentrations en pectine différentes (fig.2.21).

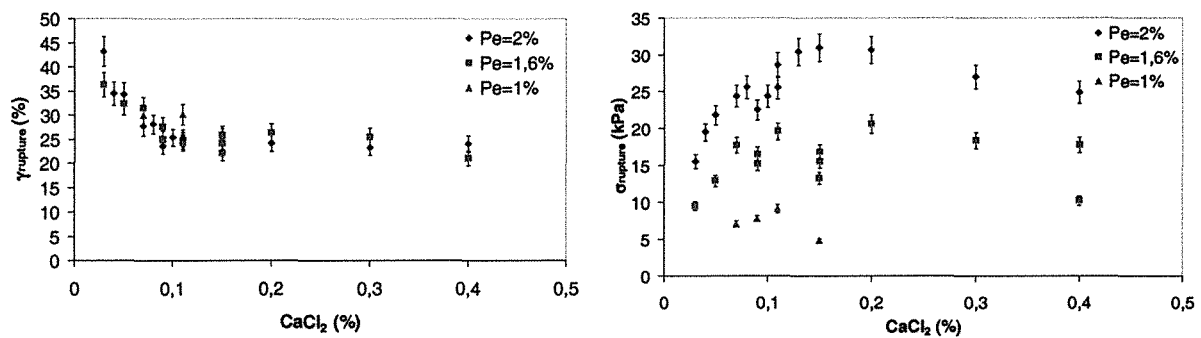


Fig. 2.21 Contraintes et déformations à la rupture obtenues pour différentes concentrations en pectine

Ces résultats sont à rapprocher de ceux de El-Nawawi et Heikal (1995) qui obtiennent également des maxima de contrainte à la rupture variant selon le pH pour des gels de pectine LM à 1% et 30% de sucre (fig.2.22).

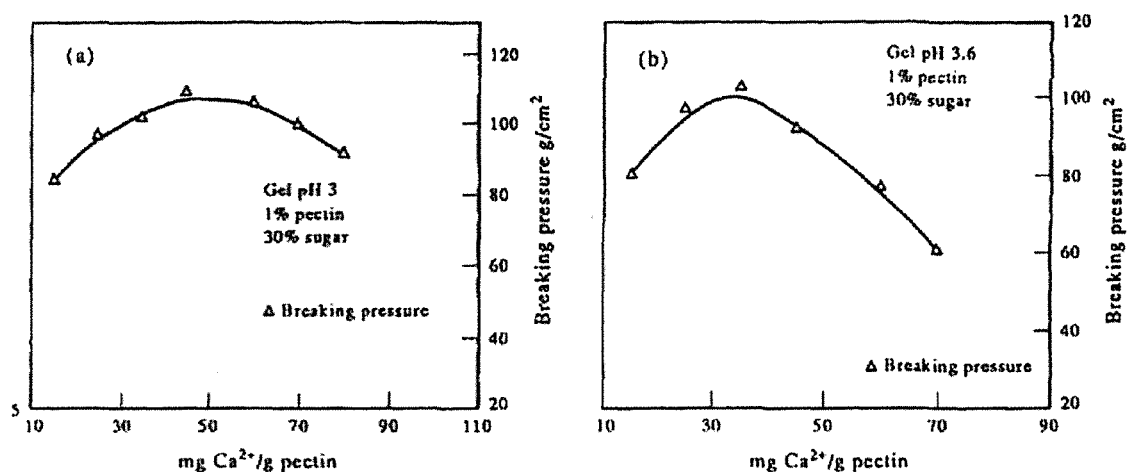


Fig. 2.22 Evolution de la force à la rupture de gel (« breaking pressure ») de pectine LM en fonction de la concentration en calcium pour deux pH différents (El-Nawawi et Heikal, 1995)

S'il est possible de faire varier la contrainte à la rupture du gel en modifiant la concentration en calcium, cette variation s'accompagne d'une variation en déformation que nous ne recherchons pas. Nous souhaitons en effet conserver la même déformation à la rupture pour tous nos gels modèles choisis afin d'encadrer le nuage de fermeté des morceaux de fraises. D'autre part, la concentration en calcium ne doit pas être trop faible pour éviter une trop grande friabilité du gel. Nous choisissons donc de garder la concentration en calcium proposée par Belaubre (2000).

Pour obtenir des contraintes à la rupture de différentes amplitudes, on étudie alors l'influence de la concentration en pectine.

II.1.3.2.2 Influence de la quantité de pectine

L'augmentation de la quantité de pectine permet de modifier la contrainte à la rupture du gel sans modifier la déformation à la rupture (fig.2.23).

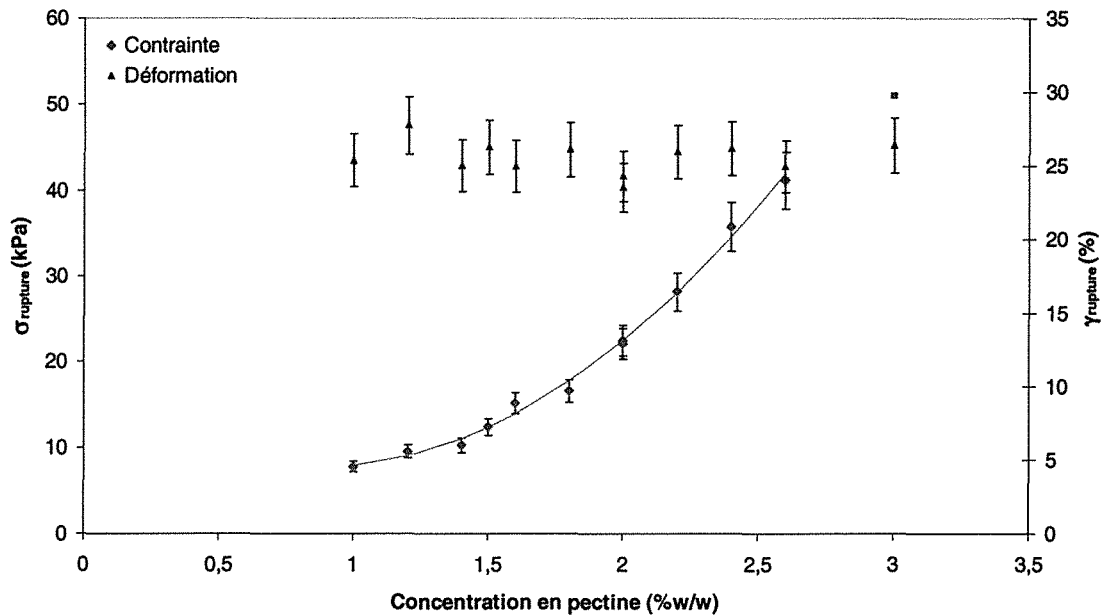


Fig. 2.23 Evolution de la contrainte et de la déformation à la rupture du gel en fonction de la concentration en Pectine

Il est possible d'utiliser alors un modèle empirique reliant la contrainte à la rupture du gel à la concentration en pectine dans le domaine considéré. Celui-ci nous permettra de choisir les formulations adaptées. Le modèle proposé est le suivant (fig.2.24a) :

$$\sigma_{rupt} = 11,2 * [Pe]^2 - 19,0 * [Pe] + 15,7$$

avec $[Pe]$ la concentration en pectine (%w/w)

On peut également l'exprimer de la façon suivante (fig.2.24b) :

$$[Pe] = -1,01.10^{-3} * \sigma_{rupt}^2 + 9,20.10^{-2} * \sigma_{rupt} + 4,59.10^{-1}$$

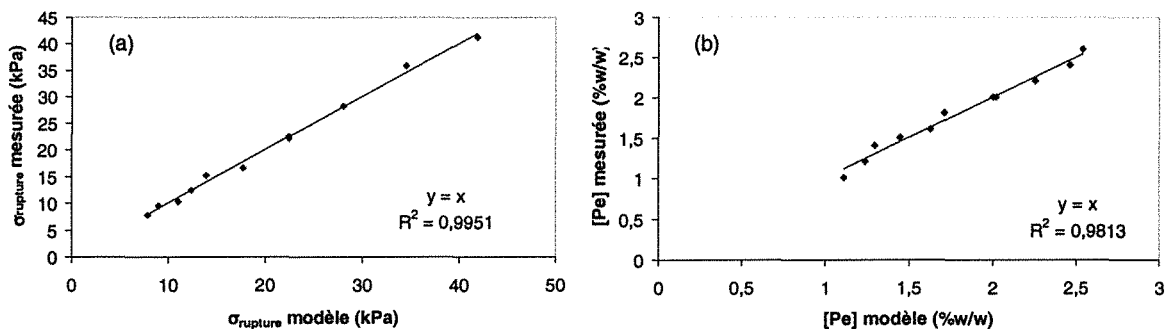


Fig. 2.24 Modèles empiriques entre contrainte à la rupture et concentration en Pectine

II.1.3.2.3 Formulations retenues

On choisit initialement trois formulations permettant de représenter au mieux le nuage de fermeté des morceaux de fraises. Cependant, le gel ayant une fermeté de 8 kPa ($[Pectine] = 1\%$) est beaucoup trop fragile. Il est trop difficile de le mélanger avec le fluide

suspendant sans le dégrader complètement. On choisit alors d'augmenter les fermetés. Les formulations choisies sont récapitulées dans le tableau 2.9 et représentées sur la figure 2.25.

	σ_{rupt} (kPa)	[Pectine] (%w/w)
Gel	28	1,6
	22	2
	15	2,2
Fraises	13,7	

Tab. 2.9 Paramètres des formulations de gel retenues

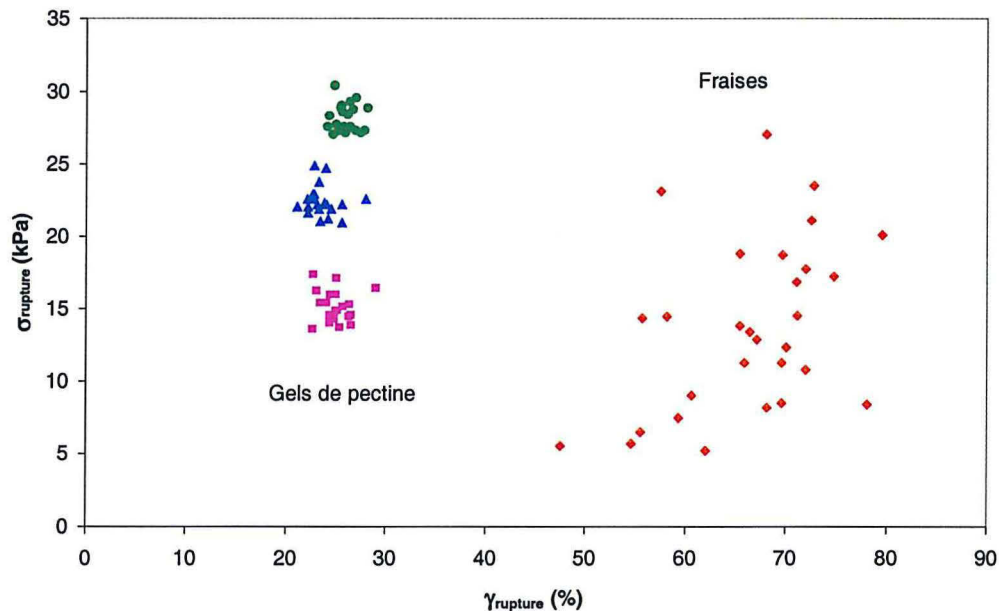


Fig. 2.25 Nuage de fermeté des gels en comparaison avec les morceaux de fraises

II.2 Fluide suspendant modèle

II.2.1 Détermination du produit modèle

II.2.1.1 Formulation initiale – présentation et caractérisation

Belaubre (2000) propose alors une solution à base de carboxymethylcellulose (CMC). Pour modéliser le fluide suspendant, Belaubre (2000) propose une solution de carboxymethylcellulose (CMC) à 1,6-2,4%. Un exemple de formulation est présenté dans le tableau 2.10.

PRODUITS	COMPOSITION (P/P)
CMC	2%
Sucre	40%
CaCl ₂	0.09%
Eau distillée	57.91%

Tab. 2.10 Exemple de composition d'un fluide suspendant modèle transparent (Belaubre, 2000)

La structure du fluide proposé évaluée par spectroscopie mécanique est cependant totalement différente du produit réel (fig.2.26).

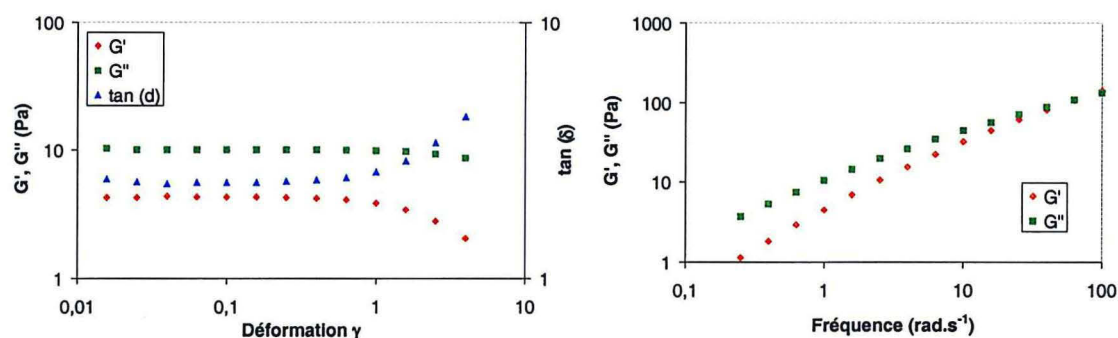


Fig. 2.26 Balayage en déformation et en fréquence du fluide à base de CMC à 2%

En ce qui a trait à la caractérisation du comportement en écoulement, les indices de consistance et d'écoulement sont également très différents (fig.2.27) : $k = 4,82 \text{ Pa.s}^n$ et $n = 0,79$ dans le cas du fluide à base de CMC à 2% ; $k = 23 \text{ Pa.s}^n$ et $n = 0,41$ pour le fluide réel.

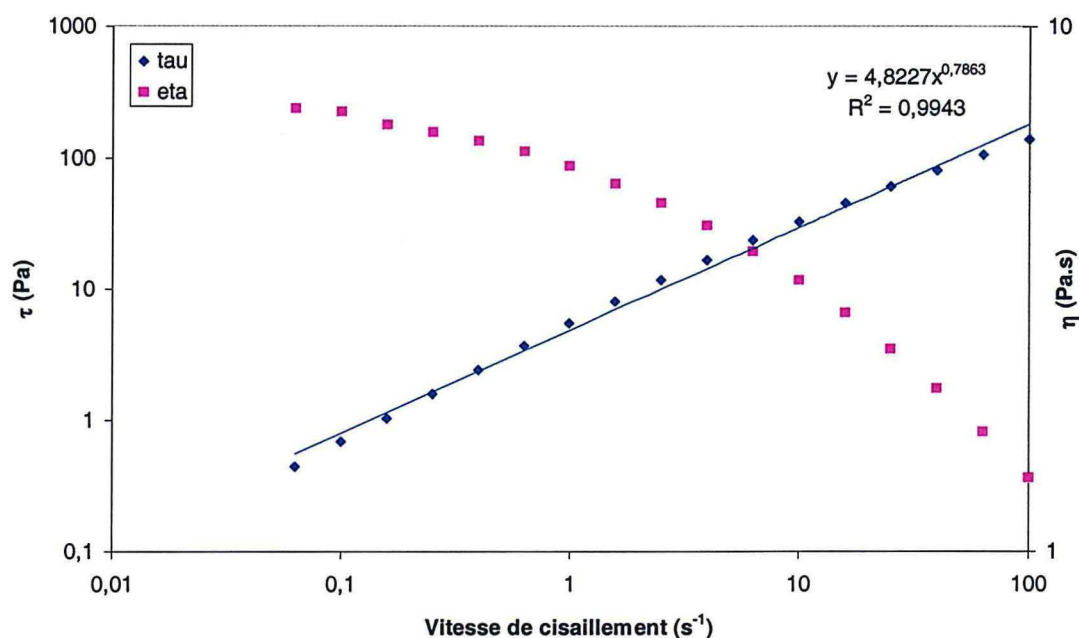


Fig. 2.27 Courbes d'écoulement d'un fluide composé de 2% de CMC, 40% de sucre, 0,09% de CaCl_2 et 1,4% d'acide citrique

Il est par conséquent essentiel de proposer une nouvelle formulation. L'ajout de xanthane à une formulation établie sur la base de celle proposée par Belaubre (2000) permet d'obtenir les comportements rhéologiques similaires à celui du fluide réel.

II.2.1.2 Nouvelle formulation

Pour éviter le transfert de matière entre le fluide suspensé et les particules modèles, le sucre, le CaCl_2 mais également l'acide citrique ont été conservés. La formulation-type a une composition conforme à celle indiquée dans le tableau 2.11.

PRODUITS	COMPOSITION (P/P)
CMC	[CMC] à déterminer
Xanthane	[Xa] à déterminer
Sucre	40%
CaCl_2	0.09%
Acide citrique	1,4%
Eau distillée	qsp 100

Tab. 2.11 Formulation type d'un fluide suspensé modèle avec les compositions en CMC et xanthane à définir

Pour différentes combinaisons de concentrations en CMC et Xanthane, nous avons déterminé les courbes d'écoulement qui obéissent toutes au modèle de la loi de puissance. Les indices d'écoulement et de consistance pour ces différentes combinaisons sont représentés dans le tableau 2.12.

%xanthane	%CMC	n	k (Pa.s ⁿ)
0,2	0,6	0,4682	1,94
0,2	0,8	0,4532	2,98
0,3	0,8	0,3859	5,08
0,3	0,9	0,3997	6,67
0,4	1,2	0,4164	15,1
0,5	1,5	0,4222	23,5
0,7	1,8	0,389	48,1
0,7	1,9	0,4011	46,2

Tab. 2.12 Paramètres d'écoulement de fluides modèles à base de CMC et de xanthane

A partir de ces résultats, deux modèles empiriques permettent de relier les concentrations de xanthane, [Xa], et de CMC, [CMC], aux valeurs de n et k. Les deux modèles (voir validité fig.2.28) sont :

$$[Xa] = -0,181n^{11,3} + 0,150(\log k)^{2,33} + 0,197$$

$$[CMC] = 1,31n^{0,708} + 0,540(\log k)^{1,76} - 0,170$$

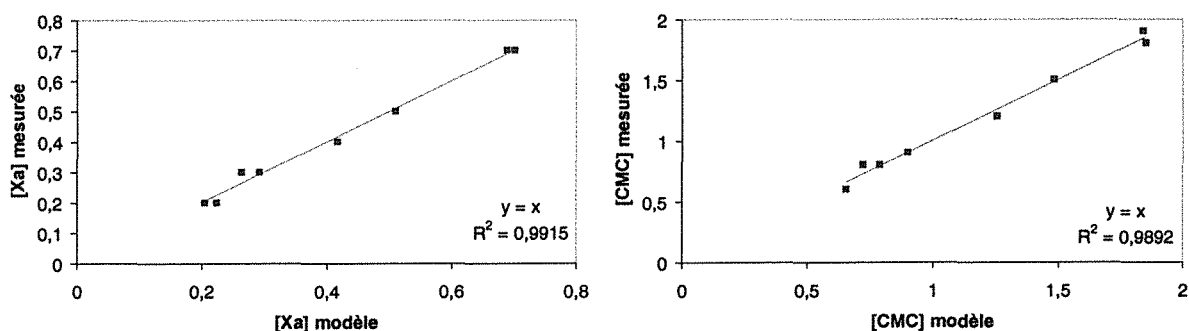


Fig. 2.28 Validité des modèles empiriques pour [xanthane] et [CMC] en fonction de n et k

Nous choisissons trois formulations : l'une doit modéliser le mieux possible le fluide suspendant réel et les deux autres encadrer la valeur de l'indice de consistance k en conservant le même indice d'écoulement n .

Les formulations retenues sont récapitulées dans le tableau 2.13 et les courbes d'écoulement correspondantes, ainsi que celle du fluide suspendant réel, représentées sur la figure 2.29.

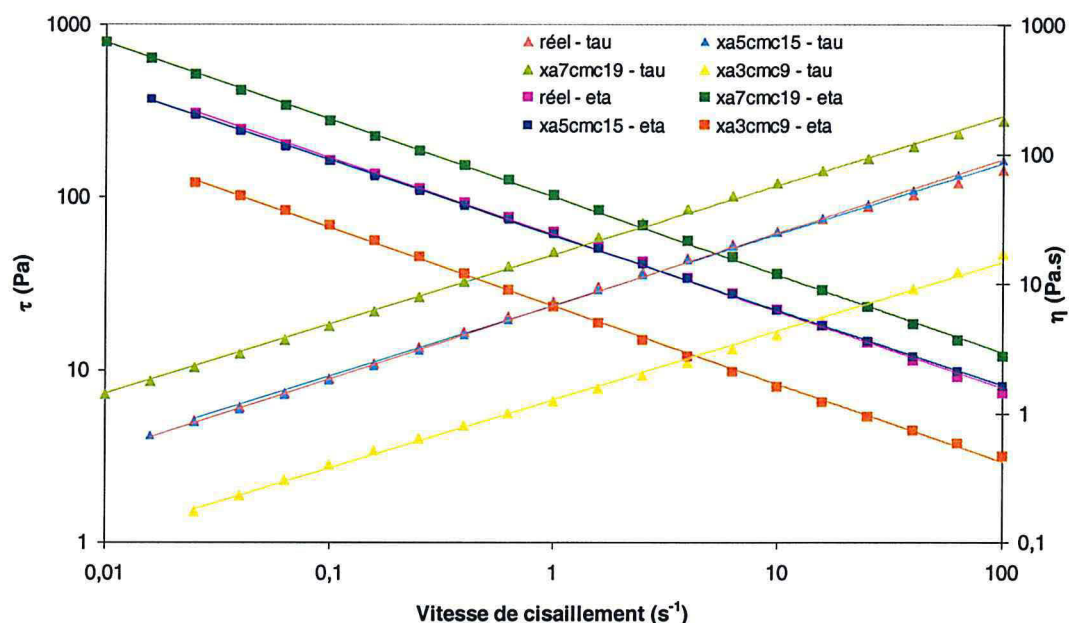


Fig. 2.29 Courbes d'écoulement des différents produits modèles ainsi que du produit réel

	%xanthane	%CMC	n	k (Pa.s ^{n})
Basse viscosité	0,3	0,9	0,40	6,67
Viscosité moyenne	0,5	1,5	0,42	23,5
Haute Viscosité	0,7	1,9	0,40	46,2

Tab. 2.13 Paramètres d'écoulement des formulations choisies

Le spectre mécanique du fluide modèle proposé est semblable à celui du fluide réel (fig.2.30) : le module élastique G' est toujours supérieur au module visqueux G'' dans le domaine de fréquence considéré. Les deux modules augmentent faiblement avec la fréquence.

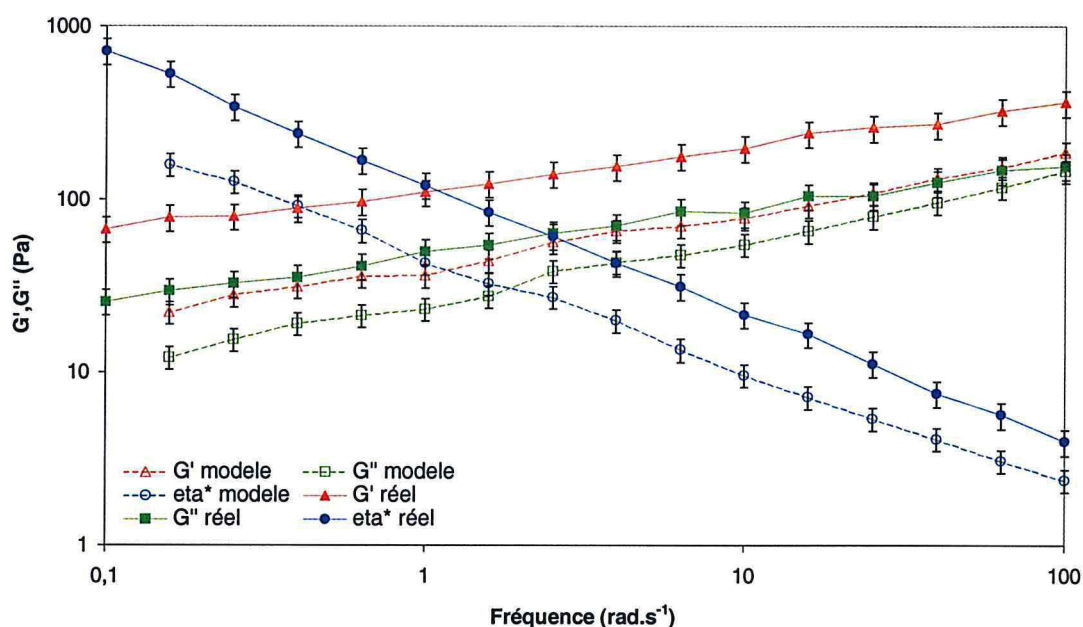


Fig. 2.30 Comparaison de la structure des produits réels et modèles

II.2.2 Protocole de fabrication

II.2.2.1 Laboratoire

Le matériel utilisé est le même que celui utilisé pour la fabrication du gel modèle. Le protocole de fabrication de 1 kg de fluide modèle est le suivant :

- l'eau distillée est chauffée à 65°C (bain-marie)
- les produits sont ensuite ajoutés dans l'ordre suivant : CaCl_2 , temps d'agitation de 1 min ; acide citrique, 1 min ; sucre ; sucre, 10 min ; CMC, 10 min ; xanthane, 10 min
- le fluide est ensuite conservé à 4°C

L'ordre d'incorporation des produits a été défini selon l'aptitude des différents constituants à se disperser dans un mélange plus ou moins visqueux. Le sucre en effet se dissout difficilement dans une solution contenant à la fois du CMC et du xanthane.

II.2.2.2 Pilote

Le protocole de fabrication est le même qu'en laboratoire mais le matériel est bien entendu adapté. Nous utilisons une cuve EKATO à double enveloppe de 100 l équipée de mobiles d'agitation de type Intermig® (fig.2.31). Le schéma du montage est représenté sur la figure 2.32.

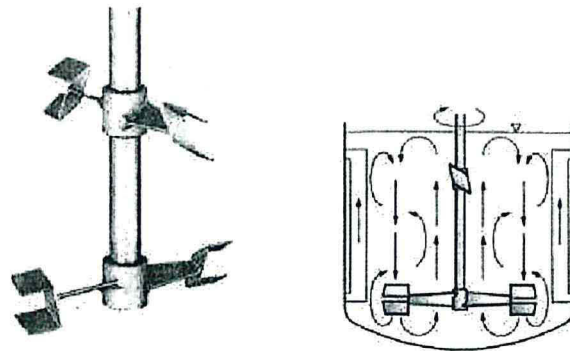


Fig. 2.31 Mobiles Intermig® utilisés pour la dispersion de la CMC et du xanthane (Doc. EKATO)

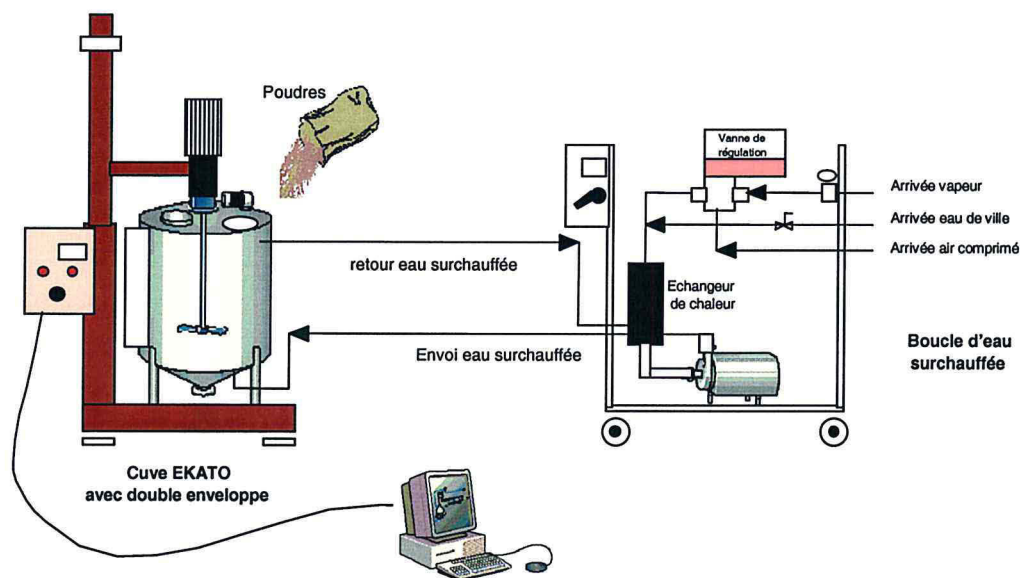


Fig. 2.32 Installation de fabrication du fluide suspensé modèle

La CMC et le xanthane se dispersant difficilement (tendance à l'apparition de grumeaux), ils sont mélangés à une petite quantité de sucre pour favoriser leur dissolution.

II.2.2.3 Comparaison des caractéristiques d'écoulement laboratoire / pilote

L'analyse des propriétés rhéologiques des fluides modèles est effectuée à l'aide d'un rhéomètre MCR 300 équipé d'une géométrie Couette. La dispersion s'effectuant à moins grande échelle et de petits grumeaux subsistant dans le fluide modèle pilote, les caractéristiques d'écoulement, principalement l'indice de consistance k , se trouvent alors légèrement modifiées (fig. 2.33 et 2.34).

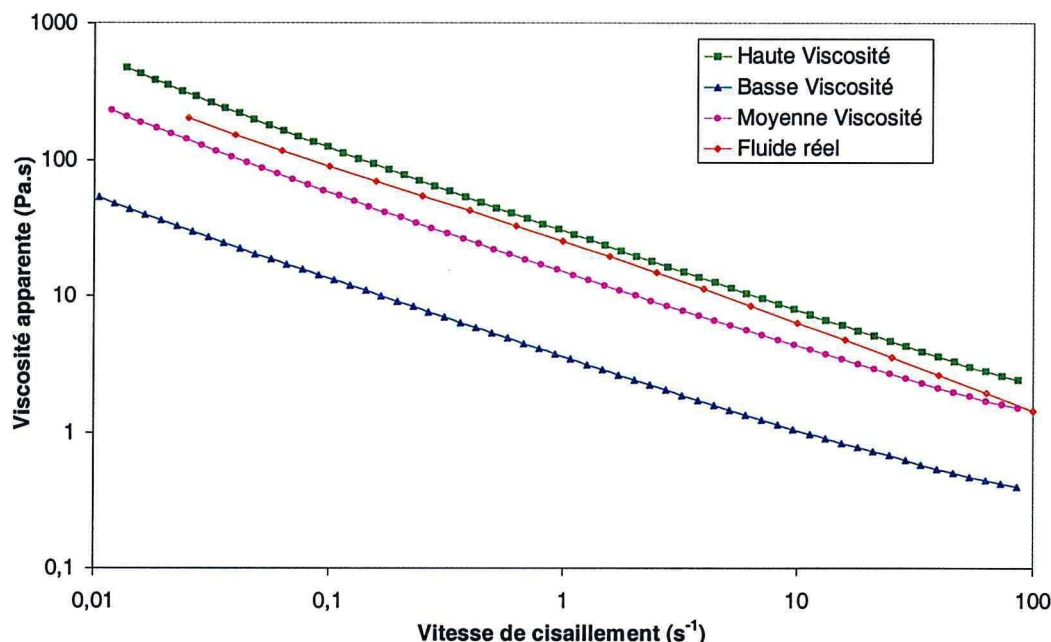


Fig. 2.33 Courbes d'écoulement des fluides modèles fabriqués à l'échelle pilote comparées à celle du fluide réel

	Labo	Pilote	
$k_{\text{moy}} =$	23,5	16	Pa.s ⁿ
$k_{\text{max}} =$	46	30,5	Pa.s ⁿ
$k_{\text{min}} =$	6,7	3,5	Pa.s ⁿ

Fig. 2.34 Evolution de l'indice de consistance k lors du passage de la fabrication laboratoire au pilote pour les trois fluides modèles

La symétrie des valeurs étant respectée et le domaine d'écoulement du fluide porteur réel étant bien couvert (compte tenu notamment de l'écart type concernant k), on choisit de garder ces formulations inchangées.

II.3 Fabrication du produit modèle final

II.3.1 Mise en suspension des particules modèles – dispositif expérimental

Une fois les cubes de gel découpés, ils doivent être mis en suspension dans le fluide porteur modèle avant utilisation dans l'installation pilote. Les résultats obtenus par Belaubre (2000) (Cf. Chapitre I § I.5.3) ont été utilisés pour optimiser les conditions de mélange et minimiser la dégradation des particules lors de leur mise en suspension. Celle-ci se fait avec le même type de matériel : cuve EKATO de 100 l équipée cette fois-ci d'un mobile Paravisc® (fig. 2.35 et 2.36). Les particules sont introduites par le haut de la cuve. Le sens de rotation du mobile d'agitation est ensuite choisi pour favoriser l'incorporation des particules (sens opposé à celui indiqué sur la figure 2.36), permettant un passage préférentiel des particules par le milieu de la cuve en direction du bas. Le sens opposé non seulement ne favorise pas

l'incorporation des particules au sein du fluide mais entraîne en supplément une dégradation mécanique des particules sans compter un temps d'homogénéisation global (temps de macromélange) plus long.



Fig. 2.35 Cubes de gel avant la mise en suspension dans le fluide suspendant

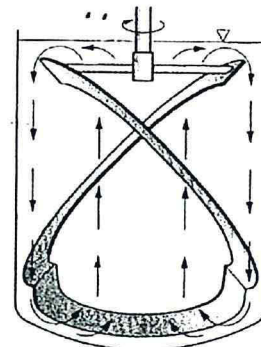


Fig. 2.36 Flux dans la cuve lors d'un mélange avec un mobile de type Paravisc® (Doc. EKATO)

Nous avons vu ensuite dans la revue bibliographique que la perte d'intégrité des particules augmente avec la vitesse de rotation de l'agitateur, la taille des morceaux, la viscosité du fluide porteur, la concentration en particules et la fragilité des particules. Les derniers paramètres étant fixés, on choisit alors la vitesse d'agitation la plus faible possible (15 tr.min^{-1}). Le temps de mise en suspension a ensuite été défini par l'observation de la position des particules dans la cuve à travers une fenêtre. Un compromis a été cherché entre une dégradation minimum des particules et une bonne homogénéité de la suspension. Le temps a été fixé à 5 min 30 s.

II.3.2 Caractérisation des propriétés physiques

II.3.2.1 Conductivité électrique des matériaux

La conductivité électrique des fluides est mesurée avant chaque essai à l'aide d'une sonde. On mesure également celle du gel en fonction de la température en laissant le gel prendre autour de la sonde lors du refroidissement. La conductivité est mesurée lors de la remontée en température, hors chambre froide.

Les valeurs des conductivités mesurées lors de chaque essai sont représentées pour les fluides hautes et basses viscosités ainsi que pour le gel sur la figure 2.37. La dépendance à la température semble différer légèrement. Cependant, les conductivités des produits sont relativement voisines dans la plage de température des essais (température ambiante, $20\text{--}23^\circ\text{C}$) avec $0,1 \text{ S.m}^{-1}$ pour le gel et le fluide haute viscosité et $0,08 \text{ S.m}^{-1}$ pour le fluide basse viscosité.

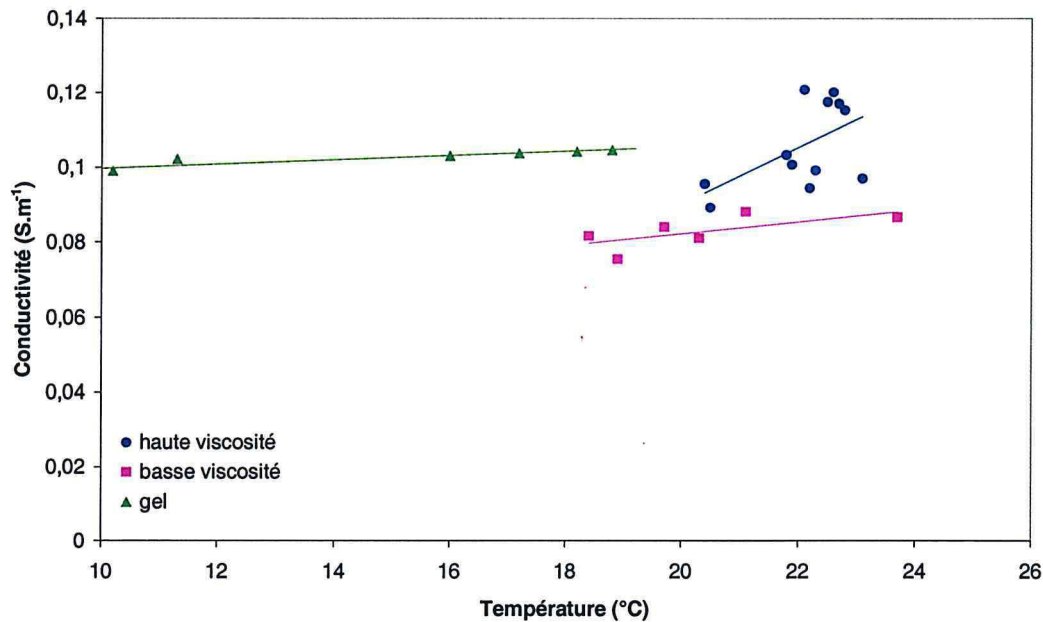


Fig. 2.37 Comparaison de la conductivité des fluides modèles et du gel haute fermeté en fonction de la température

II.3.2.2 Masse volumique

La mesure des masses volumiques des particules de gel et du fluide porteur modèle se fait à l'aide d'une éprouvette graduée à température ambiante. Celle-ci est remplie d'un volume d'eau déterminé puis les variations de masse et de volume sont mesurées lors de l'ajout de produit à analyser. Le rapport des deux donne la densité.

Les masses volumiques des produits ont été déterminées pour tous les essais. Il ressort que celle des fluides augmente légèrement avec l'indice de consistance et donc avec les concentrations en CMC et xanthane (fig.2.38) : elles varient de $1185 \text{ kg.m}^{-3} \pm 2\%$ pour le fluide basse viscosité à $1210 \text{ kg.m}^{-3} \pm 2\%$ pour le fluide haute viscosité.

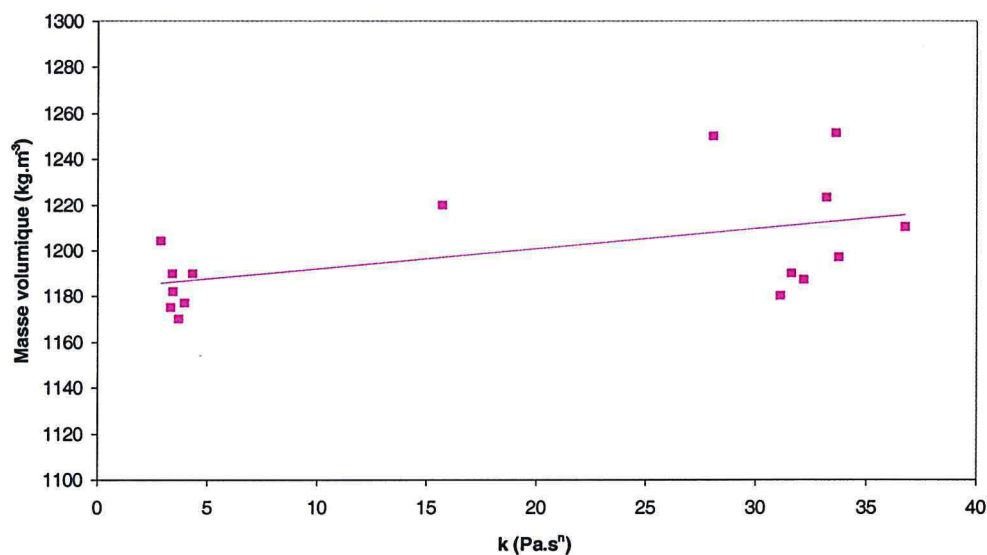


Fig. 2.38 Evolution de la masse volumique du fluide modèle en fonction de l'indice de consistance

Par contre, la masse volumique du gel ne dépend quasiment pas de la fermeté et donc de la concentration en pectine (fig.2.39) : celle-ci est de $1170 \text{ kg.m}^{-3} \pm 2\%$. Les gels obtenus sont un peu plus légers que les fluides modèles même si leurs masses volumiques restent proches.

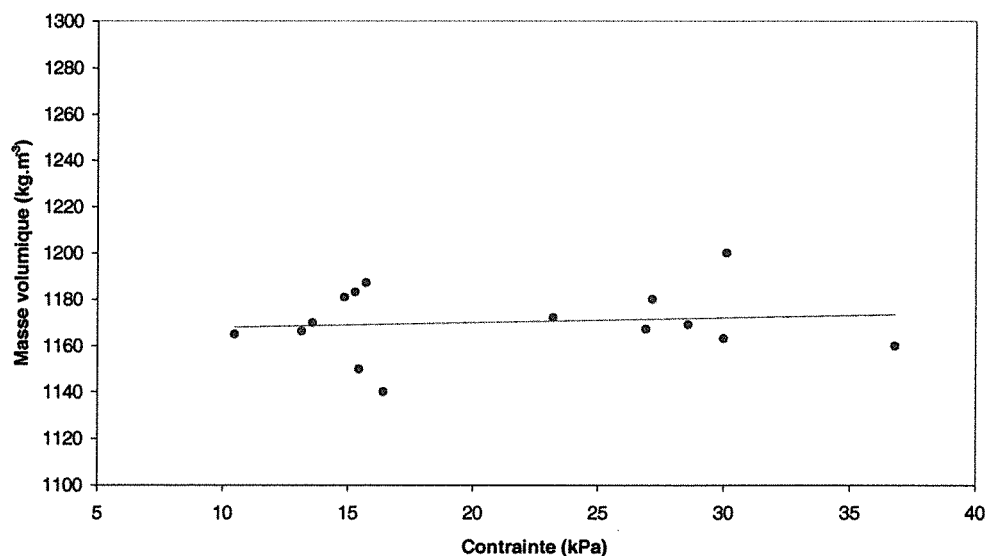


Fig. 2.39 Evolution de la masse volumique du gel modèle en fonction de la fermeté

III. MASSE BLANCHE - YOGHOURT

III.1 Caractérisation des propriétés rhéologiques de la masse blanche étudiée

Nous avons vu dans le Chapitre I § III.1.3 que la rhéologie du yoghourt avait été largement étudiée. Le comportement d'écoulement étant fortement thixotrope, la courbe d'écoulement peut être déterminée de différentes façons, soit au début du cisaillement ou au bout d'un temps donné de cisaillement. Nous présentons ici les caractéristiques d'écoulement de la masse blanche correspondant au produit étudié. Les contraintes et viscosités apparentes sont déterminées après 1 s et 3 min de cisaillement. On utilise un appareil de type MCR 300 avec une géométrie de Couette.

Le comportement d'écoulement est relativement bien modélisé par une loi de puissance donnant les caractéristiques d'un fluide fortement non newtonien avec un indice de consistance peu élevé (fig.2.40 et tab.2.14).

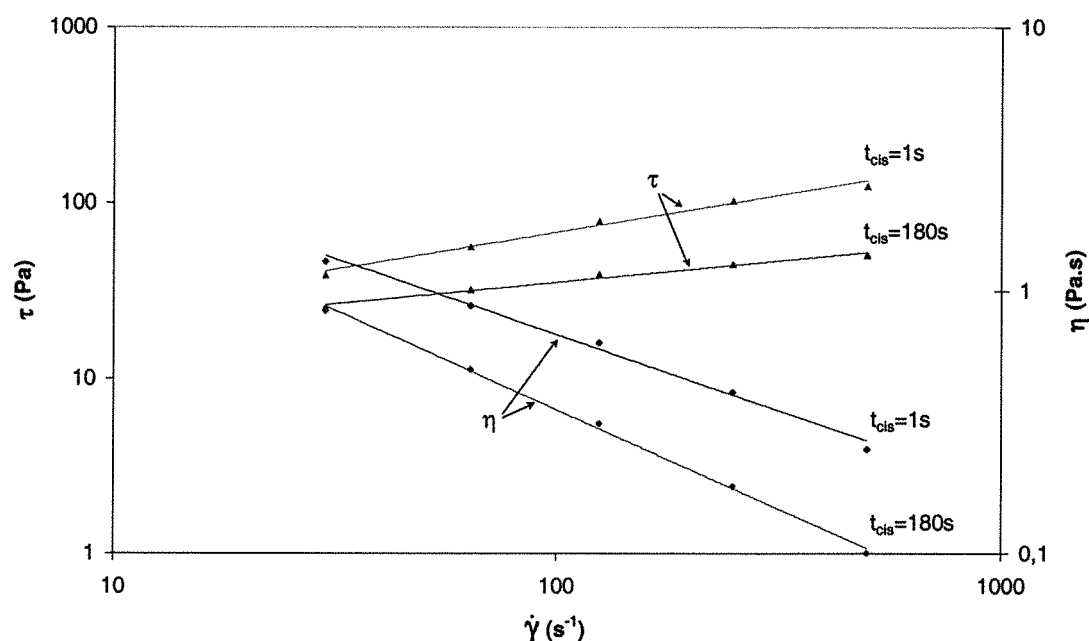


Fig. 2.40 Courbe d'écoulement en régime permanent de la masse blanche étudiée à 20°C

Durée pré-cisaillement (s)	n	k (Pa.s ⁿ)	R ²
180	0,2456	11,39	0,989
1	0,422	9,647	0,986

Tab. 2.14 Paramètres de la loi de puissance pour la masse blanche à 20°C

Nous retiendrons pour la comparaison des produits les valeurs prises à un temps de cisaillement de 1 s.

De façon générale, les yoghourts brassés donnent des valeurs de n comprises entre 0,4 et 0,5 et des valeurs de k comprises entre 5 et 15 Pa.sⁿ. Pour des masses blanches de type fromage frais, les valeurs de k peuvent atteindre 50 Pa.sⁿ.

La dépendance du comportement visqueux avec le temps est illustrée sur la figure 2.41 à deux vitesses de cisaillement différentes. Les échantillons sont changés pour chaque vitesse de cisaillement. La variation de la contrainte en fonction du temps est bien modélisée par la relation de Weltman (fig.2.41 et tab.2.15).

Vitesse (s ⁻¹)	A (Pa)	B (Pa)	R ²
30	48,19	10,15	0,9973
125	98,31	26,61	0,9981

Tab. 2.15 Paramètres de Weltman pour un type de yoghourt brassé à 20°C

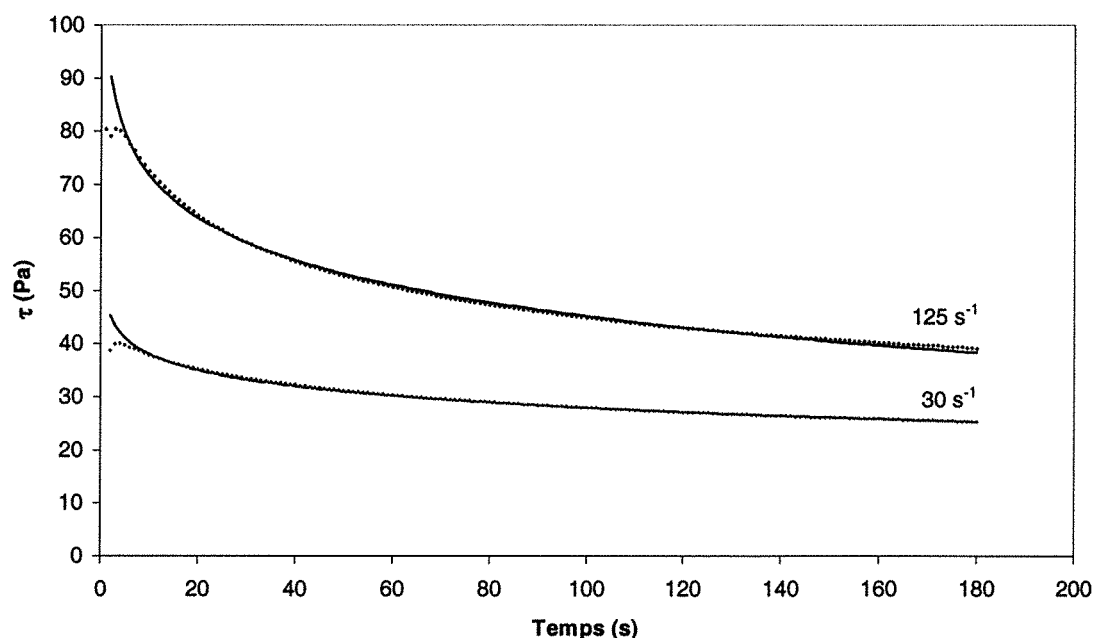


Fig. 2.41 Dépendance au temps de la contrainte à 20°C

III.2 Conclusions et critère de choix d'un produit modèle

Dans le cas de la masse blanche, l'utilisation d'un fluide modèle s'impose pour la raison essentielle de visualisation de l'écoulement des particules. Les caractéristiques suivantes sont requises :

- comportement d'écoulement équivalent (fluide fortement non newtonien et thixotrope)
- fluide transparent
- fabrication possible en grande quantité
- propriétés d'écoulement reproductibles
- pas de transfert de matière entre les particules modèles et la masse blanche modèle
- conductivité électrique notablement supérieure à celles des fluides suspendant modèles et gels

IV. MASSE BLANCHE MODÈLE

IV.1 Evaluation de la formulation initiale et ajustement

Nous disposons d'une formulation initiale (source Danone) dont la courbe d'écoulement donne un indice de consistance k relativement élevé (30 au lieu de 15 Pa.s^n maximum pour le produit réel) et un indice d'écoulement n faible (0,2 au lieu de 0,4 pour le produit réel) (fig.2.42).

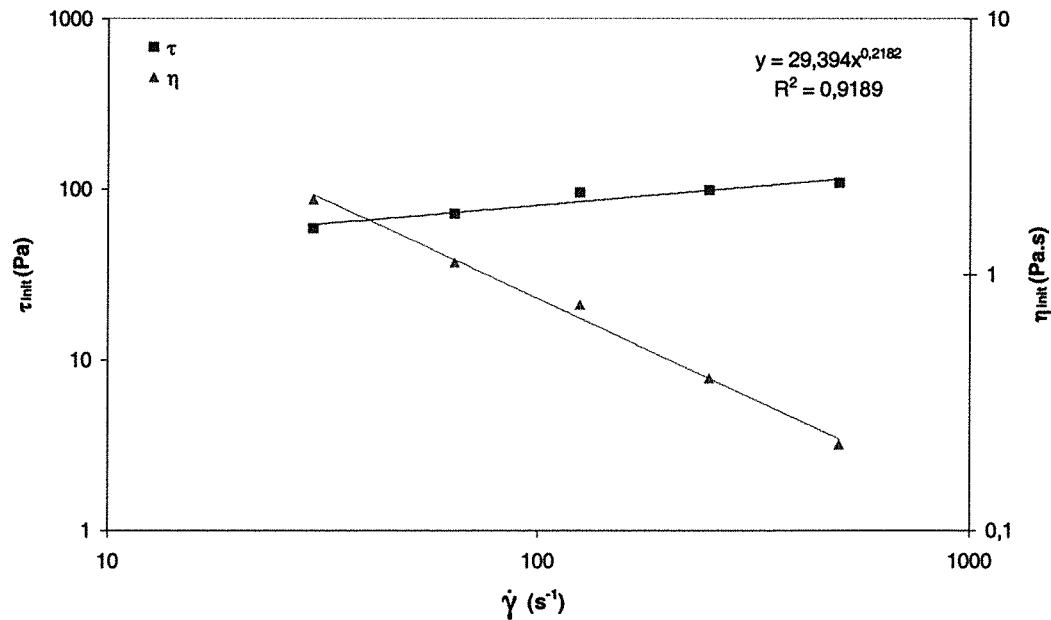


Fig. 2.42 Courbes d'écoulement de la masse blanche modèle à 20°C

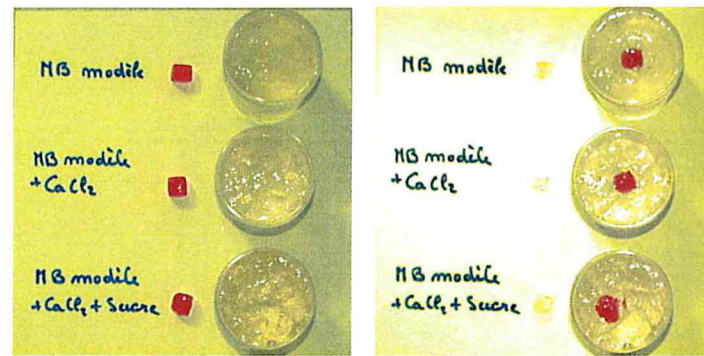
Cependant, le principal problème observé concerne le transfert de matière entre les particules et la masse blanche modèle entraînant une dissolution complète des particules de gel en moins de deux heures (durée d'un essai). Il est alors impossible de conserver les échantillons pendant 24 h pour les analyser. Les raisons du transfert de matière peuvent provenir principalement de l'absence de deux constituants dans la formulation de la masse blanche modèle : le calcium, permettant la gélification de la pectine, et le sucre présent en grande concentration dans les gels (40%). Deux fabrications sont alors réalisées avec une formulation contenant la même concentration en CaCl_2 que les gels et une autre contenant la même concentration en CaCl_2 et en sucre. Après 24 h, on observe les résultats suivants (fig.2.43) :

- les gels sont dissous dans la formulation initiale et dans la formulation contenant du CaCl_2 .
- les particules de gel sont conservées dans la formulation contenant une concentration en CaCl_2 et en sucre identique à celle des gels.

Le sucre est donc le constituant se diffusant le plus rapidement et entraînant la perte de structure du gel de pectine. On choisit donc la nouvelle formulation à base de 0,09% en CaCl_2 et 40% en sucre. La texture du produit ressemble à celle d'un yoghourt brassé : il prend en masse en refroidissant et se casse lorsqu'on le brasse.

Avec l'ajout du sucre, le fluide obtenu augmente de façon significative en viscosité (fig.2.44). On observe alors un autre problème : le produit refroidit très lentement en cuve. Le transfert de chaleur n'est pas bon dans la masse gélifiée. Le produit, fabriqué dans la même cuve double enveloppe que celle des gels (Cf. fig.2.13), ne refroidit pas de façon homogène. La température est plus chaude au cœur de la masse (elle peut atteindre 50°C) alors qu'elle est proche de la température ambiante près des parois.

Au départ



Après 24 h

Formulation initiale

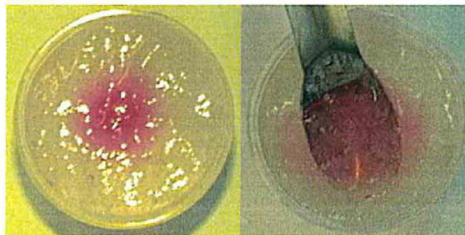
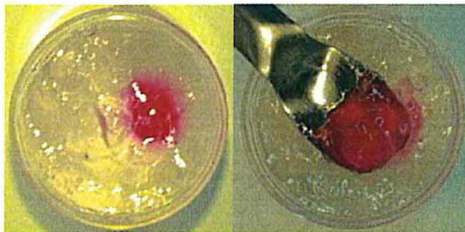
Formulation initiale
+ CaCl_2 Formulation initiale
+ CaCl_2 + sucre

Fig. 2.43 Etude de la conservation des particules de gel dans différentes formulations de masse blanche modèle

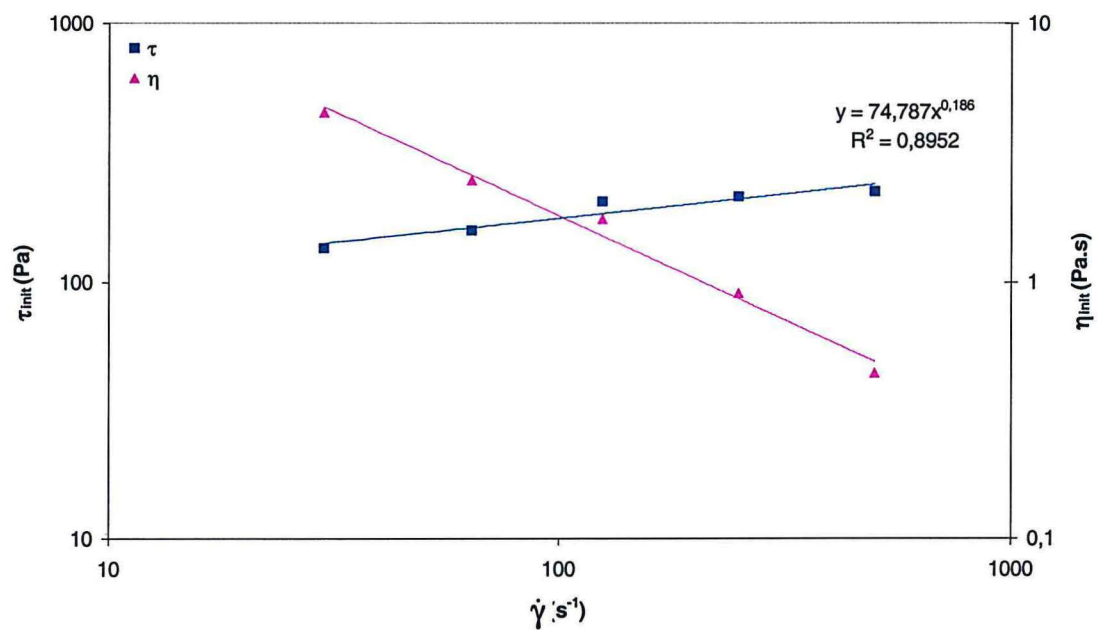


Fig. 2.44 Courbes d'écoulement de la masse blanche modèle nouvelle formulation à 20°C

L'utilisation d'eau glacée dans la double enveloppe renforce le gradient de température cœur – paroi mais ne refroidit pas la masse dans son ensemble. Comme la conductivité électrique dépend de la température, il faut refroidir le produit de façon homogène à température ambiante. Nous disposons pour cela d'un échangeur tubulaire. Le fluide passe par une pompe PCM Moineau avant de traverser l'échangeur contenant des mélangeurs statiques sur une partie. La masse est ainsi bien refroidie à 25°C. La texture est cependant également modifiée. On obtient un produit moins visqueux avec des indices de consistance et d'écoulement proches de ceux du fluide proposé initialement (fig.2.45).

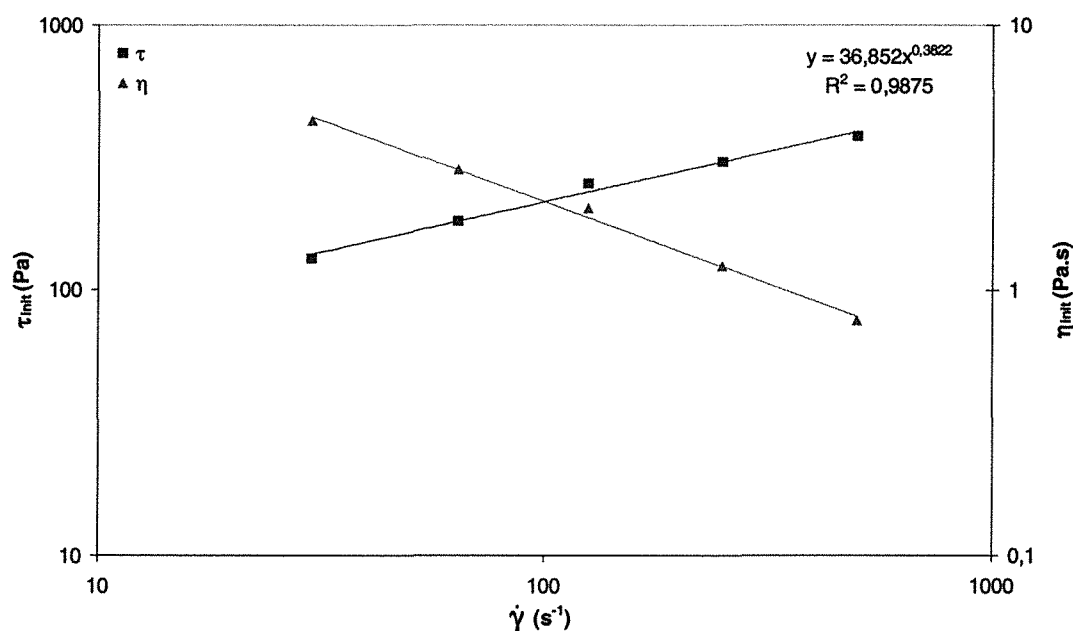


Fig. 2.45 Exemple de courbe d'écoulement de la masse blanche modèle retenue

IV.2 Comparaison avec le produit réel

IV.2.1 Courbes d'écoulement

Les courbes d'écoulement des masses blanches modèle et réelle sont représentées fig. 2.46 et les paramètres de loi de puissance associés sont récapitulés dans le tableau 2.16.

La masse blanche modèle proposée possède un indice d'écoulement relativement proche de celui du produit réel. Par contre, l'indice de consistance k est supérieur mais du même ordre que celui de la formulation proposée initialement par Danone. On choisit tout de même de conserver cette formulation pour deux raisons : cette viscosité supérieure va entraîner des contraintes supplémentaires dans le procédé, permettant d'observer le maximum de dégradation lié au produit masse blanche ; d'autre part, on a vu que certaines masses pouvaient atteindre des indices de consistance de 50 Pa.sⁿ, notamment les fromages frais. On se place ainsi dans une gamme de viscosité permettant d'appréhender des contraintes maximales de cisaillement dans le mélangeur par rapport à ce que l'on trouve dans la réalité.

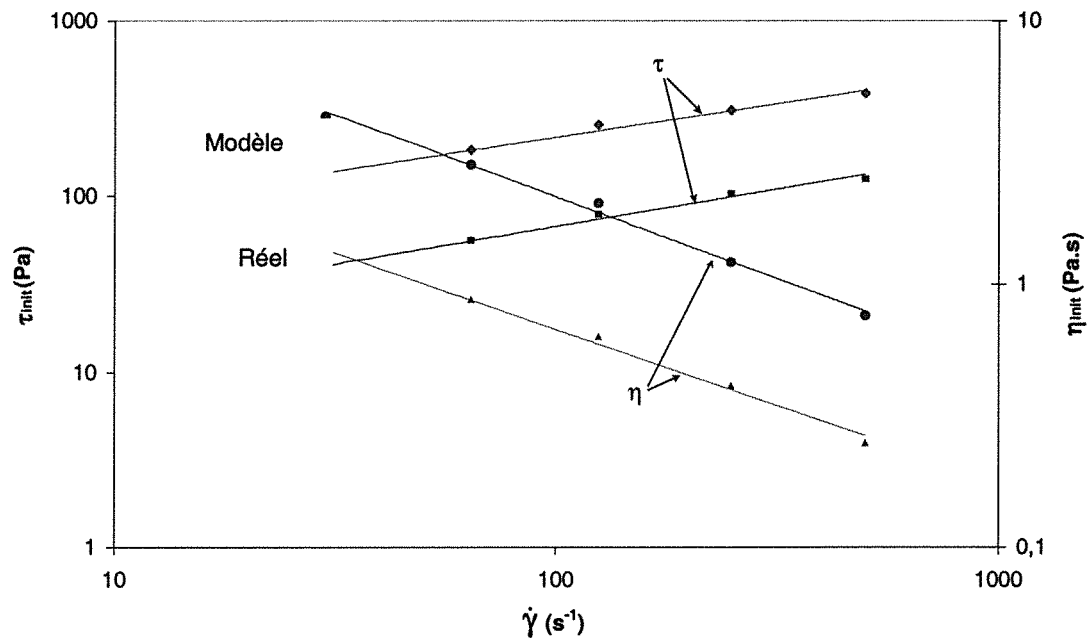


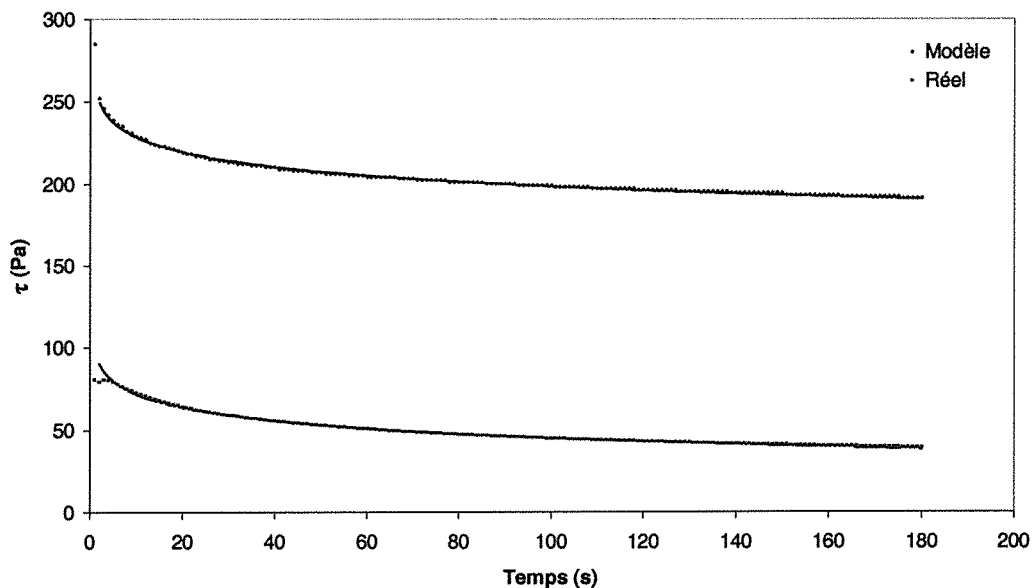
Fig. 2.46 Comparaison des courbes d'écoulement des masses réelles et modèles

Type Masse Blanche	n	k (Pa.s ⁿ)	R ²
Modèle	0,38	36,8	0,988
Réelle	0,42	9,65	0,986

Tab. 2.16 Paramètres de la loi de puissance pour les différents types de masse blanche à 20°C pour un temps de pré-cisaillement de 1 s

IV.2.2 Comportement d'écoulement en fonction du temps

L'évolution de la contrainte en fonction du temps est représentée sur la figure 2.47.

Fig. 2.47 Comparaison de l'évolution de la contrainte en fonction du temps pour les deux masses à une vitesse de cisaillement de 125 s⁻¹ à 20°C

L'évolution des deux produits est comparable : leurs paramètres B de la loi de Weltman, indication de la déstructuration du produit, sont du même ordre (tab.2.17).

Produit	A (Pa)	B (Pa)	R ²
Modèle	258,6	30,08	0,9972
Réel	98,31	26,61	0,9981

Tab. 2.17 Paramètres de la loi de Weltman pour les deux masses à 20°C

IV.3 Propriétés physiques

IV.3.1 Conductivité électrique

Pour l'utilisation de la tomographie électrique, la conductivité de la masse blanche modèle doit être bien supérieure à celles du fluide porteur et du gel. Les mesures de conductivité en fonction de la température réalisées sur les différentes fabrications des essais sont représentées sur la figure 2.48 et comparées avec les valeurs du fluide haute viscosité. L'échelle de température est faible mais donne une idée de la dépendance à la température. On observe une conductivité électrique de masse modèle environ 5 fois plus élevée que celle du fluide à environ 0,5 S.m⁻¹ pour 0,1 S.m⁻¹. La dépendance à la température est du même ordre pour les deux produits, même si l'échelle de température étudiée ne permet pas de conclure définitivement sur le sujet.

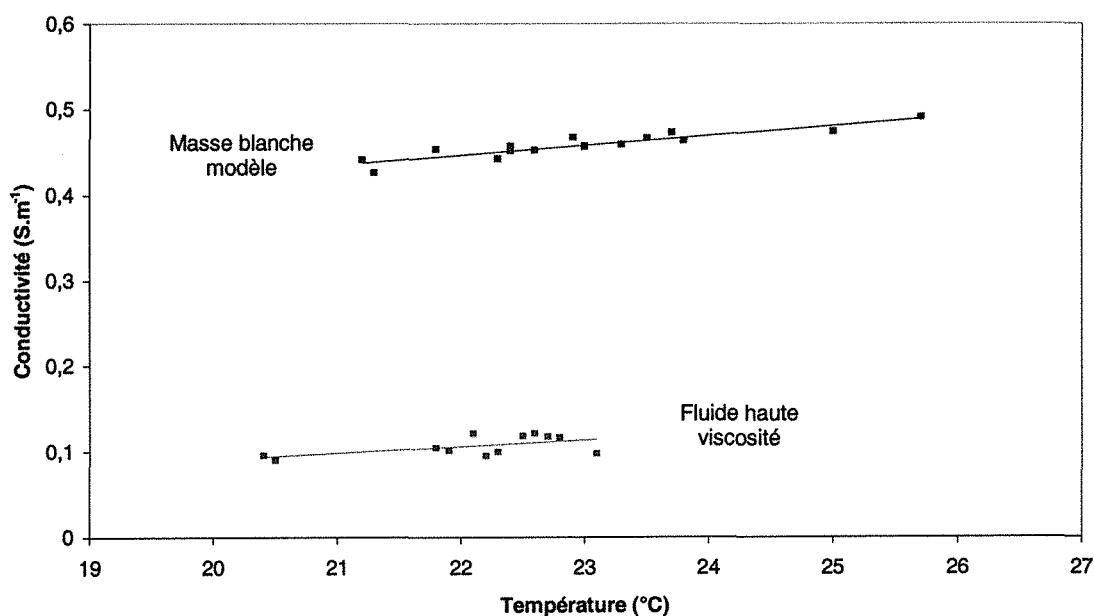


Fig. 2.48 Comparaison des valeurs de conductivité électrique en fonction de la température de la masse modèle et du fluide suspendant modèle haute viscosité

IV.3.2 Masse volumique

La masse volumique de la masse blanche modèle est du même ordre que celles du fluide et du gel, en étant tout de même légèrement supérieure. Les données sont récapitulées dans le tableau 2.18.

Produit	Masse volumique (kg.m⁻³)
Fluide	1185
Gel	1170
Masse blanche	1200

Tab. 2.18 Masses volumiques des produits modèles utilisés

Après avoir présenté les différents produits utilisés pour cette étude, nous allons maintenant décrire l'installation pilote développée ainsi que les différentes méthodologies mises en place.

CHAPITRE III
**INSTALLATION PILOTE ET
METHODES D'ANALYSE**

I. INSTALLATION PILOTE

I.1 Schéma de l'installation et instrumentation

Le pilote utilisé pour les essais a été développé en collaboration avec le fournisseur PCM Dosys. Il est composé d'un bâti comprenant la pompe pour la masse blanche (pompe à rotor excentré Série H de PCM Moineau), la pompe doseuse pour la préparation de fruits (gamme Dosyfruit), l'armoire de commande et d'acquisition des données de pressions, températures et débits et de la ligne de mélange proprement dite, comprenant outre le mélangeur dynamique les différents éléments nécessaires à l'analyse :

- les éléments passifs : capteurs de pression différentielle autour du mélangeur dynamique, capteurs de température et de pression en sortie de ligne, système d'injection de particules pour la mesure des temps de séjour, vanne à trois voies manuelle pour la prise d'échantillons, viseur placé en sortie de mélangeur pour contrôler l'écoulement et la dispersion spatiale des particules.
- les éléments actifs : capteurs de tomographie électrique, capteurs magnétiques de mesure des temps de séjour (« capteurs DTS »).

L'ensemble de la ligne de mélange pilote est représenté sur la figure 3.1 (page 100). Les éléments de commande de la pompe doseuse et d'acquisition en ligne des données de pressions, températures et débits ne sont pas représentés.

I.2 Eléments de procédé étudiés

Comme nous l'avons mentionné dans l'introduction générale, différents « points » du procédé sont critiques pour la perte d'intégrité des particules et l'homogénéité du mélange. Il s'agit principalement de la pompe doseuse en aval du réservoir contenant la préparation de fruits, de l'embranchement en T (té) où s'effectue la mise en contact entre la préparation de fruits et la masse blanche, du mélangeur dynamique et du système de conditionnement. Nous concentrerons notre étude sur les deux « points » suivants : la pompe doseuse et le mélangeur dynamique, éléments jugés les plus critiques industriellement par rapport aux deux sujets d'étude que sont la perte d'intégrité et l'homogénéité de mélange.

I.2.1 Pompe doseuse

Nous utilisons une pompe doseuse à flux discontinu de type DACC de PCM Dosys (gamme Dosyfruit) recommandée pour l'injection de fruit dans du yoghourt brassé. Le principe consiste à aspirer la préparation de fruits dans une chambre par un piston et de la refouler après rotation du clapet (fig.3.2). Le volume de la chambre d'aspiration est réglable grâce à un vernier. Son volume maximum est de 312 ml.

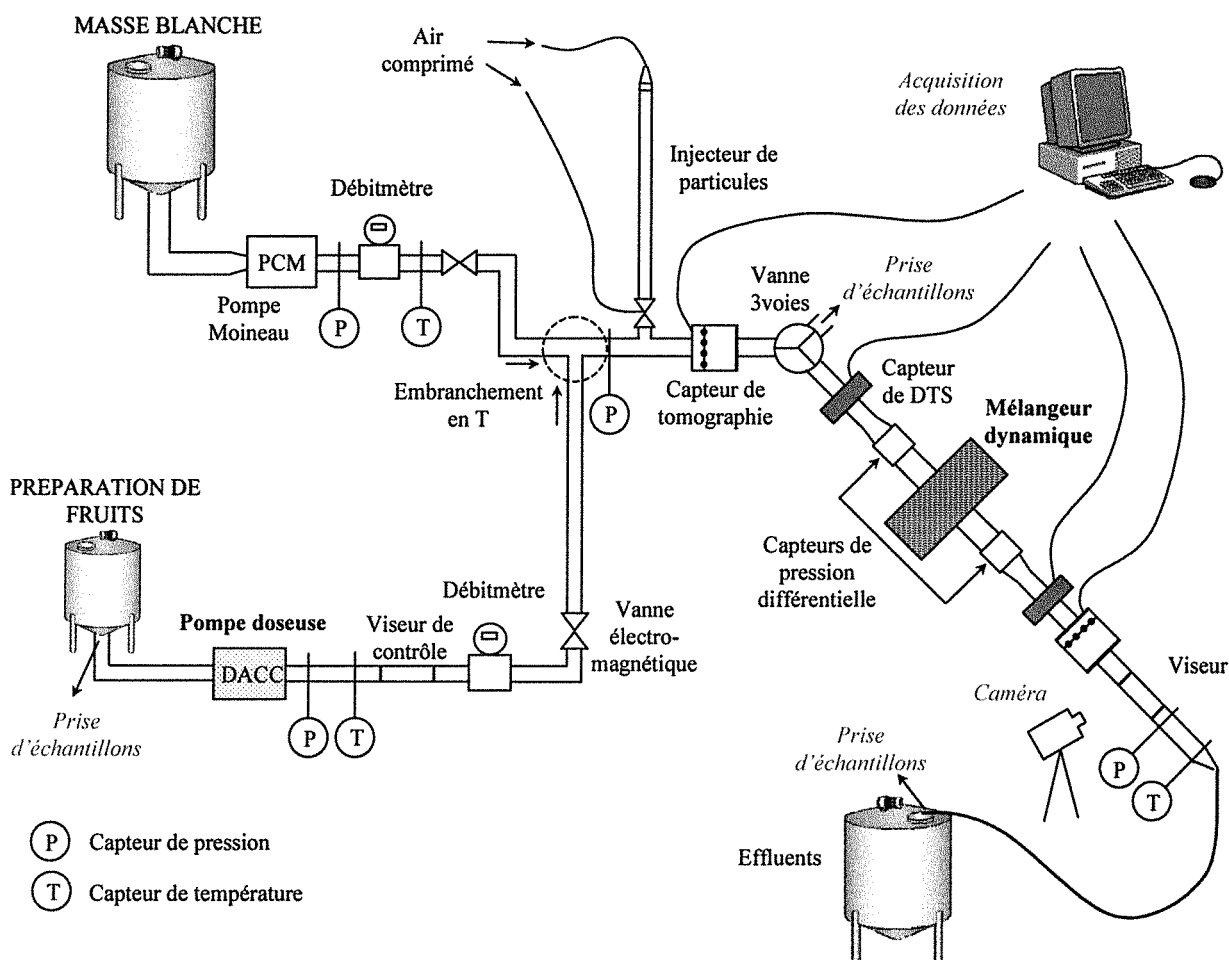


Fig. 3.1 Schéma de l'installation pilote

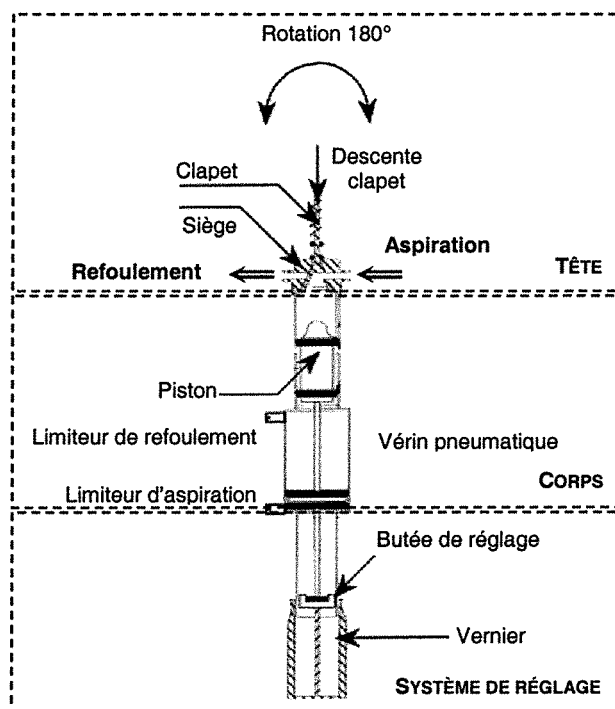


Fig. 3.2 Principe de fonctionnement de la pompe doseuse (Doc. Dosys)

Le flux de produit à travers la pompe est caractérisé par un temps d'aspiration et un temps de refoulement. Ceux-ci sont imposés sur le pilote fourni par PCM Dosys.

Au niveau de la pompe doseuse, il s'agit principalement de quantifier la perte d'intégrité des particules et d'identifier les paramètres produits ou procédé qui peuvent l'affecter. La qualité des particules en termes de distributions de taille sera comparée entre la sortie de la cuve de fabrication et la sortie de la pompe (fig.3.3).



Fig. 3.3 Installation pilote pour l'étude de la pompe doseuse

I.2.2 Mélangeur dynamique

Pour le mélange en ligne, l'appareil utilisé est le mélangeur dynamique Dosymix (gamme Dosyfruit de PCM Dosys) représenté sur les figures 3.4 et 3.5. D'après le fournisseur, le profil particulier des spires du mobile d'agitation (composé d'une double hélice) a été spécialement conçu pour obtenir un (macro) mélange homogène avec un cisaillement minimum dans un objectif de respect de la texture du produit mélangé et de l'intégrité des particules fragiles (Doc. Dosys). Le modèle utilisé est le DM1000 standard permettant de travailler jusqu'à des débits de 1000 l/h.

Le mélange, du fait de la géométrie en double hélice, est réalisé par la circulation de produit à co- et contre-courant. L'entrée et la sortie des produits peuvent se faire par le bas ou par le haut du mélangeur. De plus, le sens de rotation des hélices peut être inversé. Un variateur de fréquence permet de modifier la vitesse d'agitation.

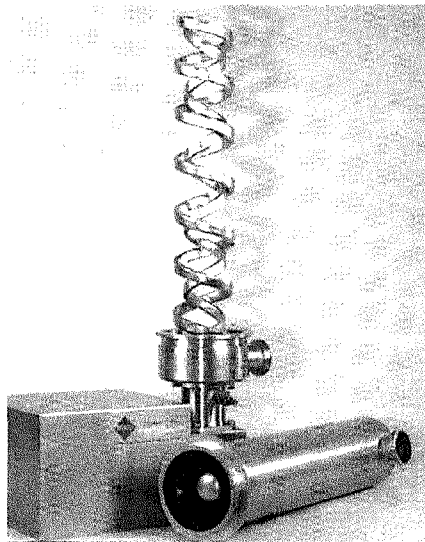


Fig. 3.4 Mélangeur dynamique DM1000
(Doc. Dosys)

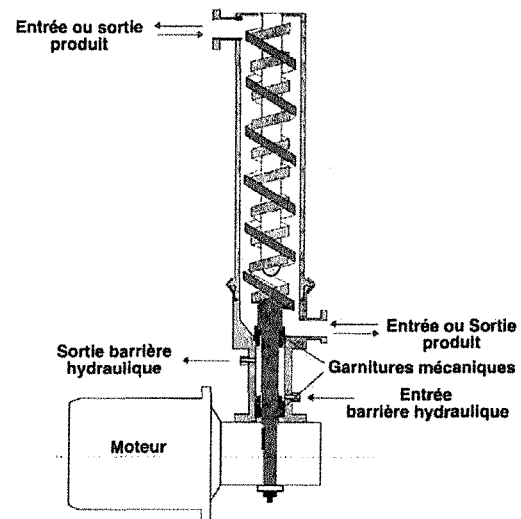


Fig. 3.5 Principe de fonctionnement du mélangeur
(Doc. Dosys)

Au niveau du mélangeur dynamique seront étudiés les différents points suivants :

- il s'agit tout d'abord, comme dans le cas de la pompe doseuse, de quantifier la perte d'intégrité des particules et d'identifier les paramètres pouvant l'influencer. La largeur des entrefers notamment peut être source de dégradation (fig.3.6).

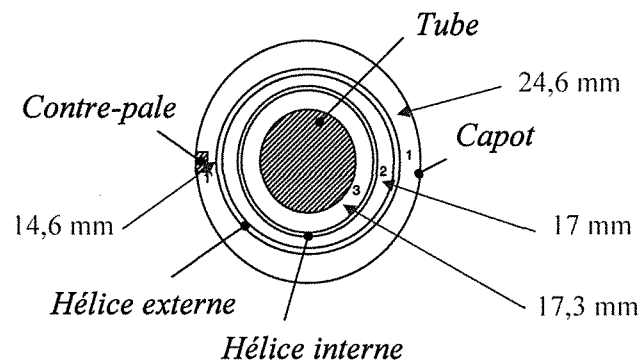


Fig. 3.6 Taille des entrefers à l'intérieur du DM1000

- il s'agit également de quantifier l'homogénéisation des masses préparation de fruits/masse blanche et de caractériser les paramètres importants nécessaires pour l'obtention d'un meilleur macromélange.

II. PARAMÈTRES D'ÉTUDES ET METHODOLOGIE D'ENSEMBLE

II.1 Paramètres d'étude retenus

II.1.1 Paramètres « produits »

Nous sommes en présence de trois phases : les particules modèles, le fluide suspendant modèle et la masse blanche modèle. Différentes caractéristiques peuvent être modifiées pour chacun de ces constituants. En ce qui concerne les morceaux de fruits modèles, il s'agit de la taille (fig.3.7), critique par rapport aux entrefers dans le procédé, de la fermeté, caractéristique de la fragilité du produit et de la concentration en particules dans la préparation modèle que nous appellerons $C_{\text{cubes} \rightarrow \text{prep}}$. Les valeurs des paramètres sont choisies pour représenter le domaine de variation constaté en industriel (tab.3.1).

Paramètre	Domaine de variation
Taille (mm)	6 – 9 – 12
Fermeté (kPa)	15 – 22 – 28
$C_{\text{cubes} \rightarrow \text{prep}}$ (%massique)	25 – 40 – 55

Tab. 3.1 Paramètres « produit » (particules modèles)

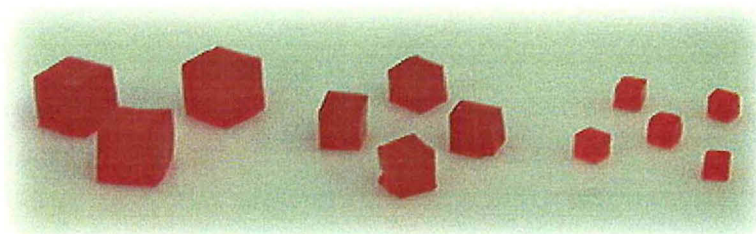


Fig. 3.7 Tailles des particules choisies pour l'étude

Pour le fluide suspendant modèle, seul l'indice de consistance k sera considéré car il est directement lié au niveau des contraintes auxquelles peuvent être soumises les particules au niveau du pompage de la préparation de fruits modèle (tab.3.2).

Paramètre	Domaine de variation
Indice de consistance k ($\text{Pa.s}^{0.4}$)	3,5 – 16,5 – 29,5

Tab. 3.2 Paramètre « produit » (fluide suspendant modèle)

Comme nous n'avons considéré qu'une seule masse blanche modèle dans un souci de simplification par rapport à un type de yoghourt, nous étudierons donc l'impact de quatre paramètres « produits ».

II.1.2 Paramètres « procédé »

Ils se divisent en deux groupes, l'un lié à l'étude de la pompe doseuse et l'autre à l'étude du mélangeur dynamique.

II.1.2.1 Etude de la dégradation des particules à travers la pompe doseuse

Nous choisissons d'étudier l'impact du débit de la préparation de fruits modèle sur la perte d'intégrité des particules pendant l'opération de pompage. D'autre part, en ce qui concerne la pompe proprement dite, le volume de la chambre (ou pourcentage d'ouverture) peut être modifié. Les temps d'aspiration et de refoulement du produit ne peuvent être que mesurés (Cf. Chap. III § I.2.1). Cette étude de la dégradation des particules à travers la pompe doseuse fera donc intervenir un total de 6 paramètres, 4 paramètres « produit » et 2 paramètres « procédés ».

Paramètre	Domaine de variation
Débit fruit (l/h)	20 – 80 – 150
% ouverture	30 – 50 – 70

Tab. 3.3 Paramètres « procédé » liés à la pompe doseuse

II.1.2.2 Etude de la perte d'intégrité des particules et de l'homogénéisation dans le mélangeur dynamique

Dans le cas du mélangeur dynamique, le nombre de paramètres « procédé » pertinents est plus important. Il y a tout d'abord le débit total au travers du mélangeur et la concentration de la préparation de fruits modèle dans la masse blanche modèle que nous appellerons $C_{\text{prep} \rightarrow \text{MB}}$. Au niveau spécifique du mélangeur, le sens de son alimentation sera considéré ainsi que le sens de rotation de la double hélice : en effet, le flux empruntera un « chemin » préférentiel différent selon le sens choisi, soit près de la paroi, soit par le centre du mélangeur. Les entrefers n'étant pas les mêmes (Cf. fig.3.6), l'impact de ce paramètre sur la perte d'intégrité mais également sur l'homogénéité doit être étudié. La vitesse d'agitation, autour de la vitesse préconisée par le fournisseur (145 tr.min^{-1}), est également un paramètre à considérer. Enfin, nous conserverons comme paramètre « procédé » pour cette étude le pourcentage d'ouverture de la pompe doseuse en amont. Il convient en effet d'évaluer la capacité d'homogénéisation du mélangeur en fonction de la taille des « bouchons » de préparation modèle injectés dans la masse blanche en amont du mélangeur. Tous ces paramètres et leurs domaines de variation choisis sont récapitulés dans le tableau 3.4. Au total, l'étude de la perte d'intégrité des particules et de l'homogénéisation dans le mélangeur dynamique fait intervenir 10 paramètres, 4 paramètres « produits » et 6 paramètres « procédé ».

Paramètre	Domaine de variation
Débit total (l/h)	400 – 500 – 600
$C_{\text{prep} \rightarrow \text{MB}}$ (%volumique)	5 – 15 – 25
Sens d'alimentation	Haut – Bas
Sens de rotation	Paroi – Centre
Vitesse d'agitation (tr.min^{-1})	90 – 145 – 200
% ouverture	30 – 50 – 70

Tab. 3.4 Paramètres « procédé » liés à l'étude du mélangeur dynamique

II.1.2.3 Conclusions et choix de la méthodologie d'étude

Dans le cas des deux études précitées, le nombre de paramètres est très important et induit en conséquence un très grand nombre d'essais avec une durée minimale de trois jours pour la fabrication des produits modèles, l'essai en lui-même et les analyses. Afin de réduire au maximum le nombre des essais, nous avons choisi d'utiliser la méthodologie des *plans d'expériences*.

II.2 Plans d'expériences

II.2.1 Présentation générale

Il s'agit de définir dans un cadre mathématique rigoureux un ensemble d'expériences à réaliser dans lesquelles varient tous les facteurs (ou paramètres) pertinents préalablement déterminés. Il existe différents types de plan d'expériences selon les connaissances déjà établies du problème et l'objectif recherché. Les principaux sont les suivants :

- les plans de criblage ou plans « screening » : au début d'une étude, il s'agit de réduire l'ensemble initial des facteurs aux facteurs les plus influents.
- les plans de surface de réponse : ils sont utilisés pour une optimisation finale une fois le nombre de paramètres réduit aux plus influents. Ils permettent de proposer un modèle de la réponse étudiée en fonction de ces facteurs influents.
- les plans comparatifs : ces plans sont intéressants pour déterminer si un facteur a priori important a un effet significatif en la présence ou malgré l'existence d'autres facteurs.

Les différents types de plans les plus rencontrés en fonction de l'objectif de l'étude et du nombre de facteurs sont récapitulés dans le tableau 3.5.

Nombre de facteurs	Objectifs de comparaison	Objectifs de criblage	Objectifs de modélisation (surface de réponse)
2 – 4	Plan à blocs aléatoires	Plan factoriel partiel ou complet	Plan central composite ou de Box-Behnken
5 et plus	Plan à blocs aléatoires	Plan factoriel partiel ou Plackett-Burman	Cribler préalablement

Tab. 3.5 Guide de sélection de plans d'expériences
(<http://www.itl.nist.gov/div898/handbook/pri/section3/pri33.htm>)

L'analyse des résultats utilisant des outils de régression permet ensuite, selon le plan choisi, d'identifier les facteurs influençant le plus et le moins la réponse observée, les conditions optimales de fonctionnement, la présence d'interactions...

Les types de modèles empiriques obtenus par cette méthode d'analyse sont le plus souvent de forme linéaire ou quadratique. Pour un modèle à deux facteurs, on obtient le type de réponse suivant :

- modèle linéaire :

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_{12} X_1 X_2 + \text{erreur expérimentale}$$

avec Y la réponse obtenue pour les effets principaux X_1 et X_2

$X_1 X_2$ correspond à l'interaction entre X_1 et X_2

β_0 est la réponse quand tous les effets sont nuls

- modèle quadratique (typiquement utilisé dans les plans à surface de réponse) :

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_{12} X_1 X_2 + \beta_{11} X_1^2 + \beta_{22} X_2^2 + \text{erreur expérimentale}$$

où les effets quadratiques sont en fait tout simplement ajoutés au modèle linéaire

II.2.2 Objectifs de l'étude et choix de plans

Dans les deux cas d'étude précitées, l'état des connaissances est limité et le nombre de facteurs est important (6 ou 10). On se trouve donc dans le cas d'un objectif de criblage ou « screening ». En se référant au tableau 3.5, les plans les mieux adaptés sont les plans de type factoriel partiel ou Plackett-Burman (<http://www.itl.nist.gov/div898/handbook/pri/section3/pri3.htm>).

- *plan factoriel partiel* :

Le plan factoriel partiel ne prend en compte qu'une partie des combinaisons de facteurs proposées dans le plan complet. Un plan factoriel complet commun de k facteurs à deux niveaux induit un nombre d'essai de 2^k . Pour 6 facteurs, on obtient donc un minimum de 64 essais sans compter les points au centre nécessaires pour ce type de plan et les essais à refaire en cas de problème. Ce nombre d'essais étant trop important, on diminue le nombre de combinaisons de facteurs à réaliser. Sans entrer précisément dans la construction mathématique du plan factoriel partiel à partir du plan complet, le principe général consiste à

confondre l'effet d'un facteur X3 (ou d'une interaction de facteurs) avec l'interaction de deux autres facteurs X1 et X2, ce qui peut se noter « $X3 = X1 \cdot X2$ ». Cette combinaison est également appelée aliase. Plus on diminue le nombre d'essais par rapport au plan complet et plus le plan devient aliase : il sera alors peut-être impossible de différencier l'effet provenant d'un facteur ou de celui provenant de l'interaction de deux autres. Dans ce cas, des essais complémentaires mais ciblés devront être réalisés pour lever l'ambiguïté. Il existe de nos jours des outils informatiques permettant de déterminer rapidement le choix des combinaisons de facteurs et les aliasés résultant de ces choix. Nous utiliserons à cet effet le logiciel JMP de SAS Institute Inc. .

• *plan Plackett-Burman:*

Plackett et Burman ont proposé la construction d'un plan très « économique » avec un nombre d'expériences multiple de 4 (et non puissance de 2). Ce type de plan est très intéressant dans un objectif de criblage où seuls les effets principaux sont recherchés parmi de nombreux facteurs. En effet, ceux-ci sont confondus avec les effets des interactions de deux facteurs. Ils ne sont cependant pas égaux comme dans le cas du plan factoriel partiel mais corrélés. Ce type de plan contient 12 expériences seulement sans les points au centre pour un nombre de facteurs allant jusqu'à 11.

II.2.3 Plans d'expériences retenus

II.2.3.1 Plan lié à l'étude de la dégradation des particules à travers la pompe doseuse

Nous souhaitons étudier l'impact de 6 facteurs sur la dégradation des particules pour déterminer lesquels d'entre eux sont les plus influents. Ce nombre de facteurs n'étant pas trop élevé, nous choisissons le plan factoriel partiel réduit au minimum d'essais possible soit 8 (toutes les interactions sont aliasées) en ajoutant un point au centre pour la vérification de la linéarité (tab.3.6).

N° Plan	k (Pa.s ⁿ)	Fermeté (kPa)	C _{cubes→prep} (%)	Taille (mm)	% Ouverture	Débit (l/h)
1	3,5	15	55	12	70	20
2	29,5	28	25	6	70	20
3	3,5	28	55	6	30	150
4	3,5	28	25	12	30	20
5*	16,5	21,5	40	9	50	80
6	29,5	15	55	6	30	20
7	29,5	15	25	12	30	150
8	29,5	28	55	12	70	150
9	3,5	15	25	6	70	150

*Point au centre

Tab. 3.6 Plan d'expériences A lié à l'étude de la perte d'intégrité des particules à travers la pompe doseuse

II.2.3.2 Plan lié à l'étude de la perte d'intégrité des particules et de l'homogénéisation dans le mélangeur dynamique

Il s'agit cette fois d'étudier l'impact de 10 facteurs sur différentes réponses concernant perte d'intégrité et homogénéité. On cherchera donc dans un premier temps à déterminer les effets principaux avec un minimum d'essais possible. Un plan factoriel partiel réduit au maximum donne un nombre d'essais supérieur au plan Plackett-Burman (12 essais). On choisit donc ce dernier. Deux facteurs n'ont pas de niveau central : le sens d'alimentation (haut ou bas) et le sens de rotation (paroi ou centre). Quatre points au centre sont alors nécessaires. Le plan d'expériences retenu est représenté dans le tableau 3.7. Une légère modification du plan initialement proposé a été effectuée concernant la définition du facteur « sens de rotation » (L2 transformé en L1 et vice versa pour tous les essais ayant un sens d'alimentation par le haut). Le plan réalisé a tout de même pu être interprété par les outils classiques d'analyse de plans d'expériences.

N° Plan	k (Pa.s ⁿ)	C _{cubes→prep} (%)	Taille (mm)	Fermeté (kPa)	C _{prep→MB} (%)	Débit (l/h)	Vitesse rotation (tr.min ⁻¹)	Sens rotation *	Sens alim.	% Ouverture
1	3,5	25	12	15	5	600	90	L1	Haut	70
2	3,5	55	6	28	25	600	90	L1	Bas	70
3**	15	40	9	21,5	15	500	145	L1	Haut	50
4	29,5	25	12	28	25	400	90	L2	Haut	30
5	3,5	25	12	15	25	600	200	L1	Bas	30
6	29,5	25	6	15	25	400	90	L2	Bas	70
7	29,5	55	12	15	5	400	200	L1	Bas	70
8	3,5	55	6	15	25	400	200	L1	Haut	30
9	29,5	25	6	28	5	600	200	L2	Bas	30
10**	15	40	9	21,5	15	500	145	L2	Bas	50
11	29,5	55	6	15	5	600	90	L2	Haut	30
12	3,5	55	12	28	5	400	90	L2	Bas	30
13**	15	40	9	21,5	15	500	145	L1	Bas	50
14	29,5	55	12	28	25	600	200	L1	Haut	70
15	3,5	25	6	28	5	400	200	L2	Haut	70
16**	15	40	9	21,5	15	500	145	L2	Haut	50

*Sens de rotation : L2 = paroi ; L1 = centre ; **Points au centre

Tab. 3.7 Plan d'expériences B lié à l'étude de la perte d'intégrité des particules et de l'homogénéisation du produit dans le mélangeur dynamique

III. MESURE DE LA PERTE D'INTÉGRITÉ DES PARTICULES – MÉTHODOLOGIE

L'objectif consiste à caractériser et quantifier la perte d'intégrité des particules par un critère ou un paramètre chiffré sur lequel se basera l'interprétation des plans d'expériences. Pour ce faire, nous devons tout d'abord déterminer les paramètres clés que sont la taille et la concentration des particules.

III.1 Détermination expérimentale de la taille et de la concentration des particules par tamisage et analyse d'image

La méthode expérimentale d'obtention de la distribution en taille et de la concentration des particules s'inspire de ce qui a été présenté dans la revue bibliographique (Cf. Chapitre § I.3 et I.4). Elle se déroule selon les étapes suivantes :

- **prise d'échantillon** : il s'agit d'avoir un nombre suffisamment représentatif de particules. On considère en général un minimum de 100 morceaux mais, dans certains cas, notamment pour une faible $C_{\text{prep} \rightarrow \text{MB}}$, une faible $C_{\text{cubes} \rightarrow \text{prep}}$ et une grande taille de particules, le nombre n'atteint qu'une trentaine de morceaux. La taille des échantillons varie d'un essai à l'autre, selon la quantité de particules mise en œuvre. Pour les échantillons de préparation de fruits modèle, une quantité de 400 à 1500 g de produit est prélevée ; en ce qui concerne le yoghourt aux fruits modèle (masse blanche + particules + fluide suspensé), la taille des échantillons correspond à une masse de produit comprise entre 3000 et 8000 g.
- **tamisage/séchage** (fig.3.8) : les échantillons prélevés sont ensuite pesés puis tamisés manuellement à l'aide de trois tamis de 3, 5 et 8 mm. Les morceaux sont délicatement arrosés d'eau froide pour enlever le fluide les enrobant en évitant une dégradation supplémentaire due au maillage des tamis. Les tamis contenant les particules retenues sont ensuite placés sur du papier absorbant pour éliminer l'eau en excès. Les particules une fois séchées sont pesées et la concentration massique de l'échantillon déterminée.



Fig. 3.8 Matériel nécessaire à la détermination de la taille et de la concentration des particules

- **photo** : les morceaux présents sur chaque tamis sont ensuite pris en photo avec une règle graduée nécessaire pour le calibrage de la photo (fig.3.9).

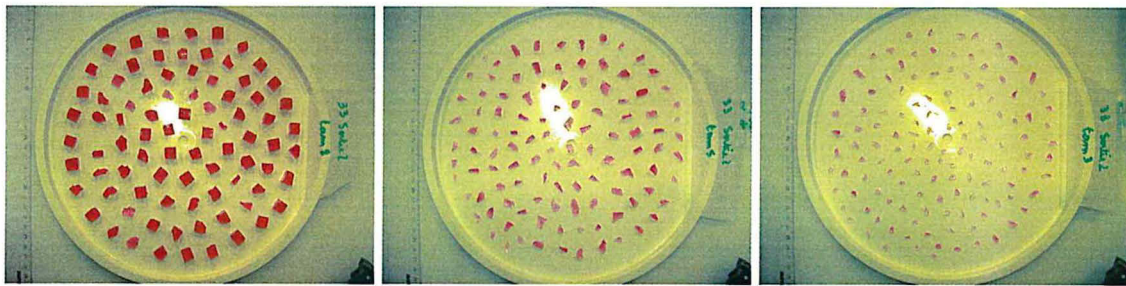


Fig. 3.9 Exemple de photos des particules modèles prélevées sur les tamis 8, 5 et 3 mm pour un échantillon de grosses particules particulièrement dégradées

- **analyse d'image** : la taille de chaque particule est ensuite déterminée à l'aide du logiciel d'analyse d'image Visilog de Noesis ; un programme permet de définir la taille des surfaces de couleur rouge/rose en relation avec la dimension donnée par la règle graduée. La taille caractéristique d_p des particules est donnée par la relation $d_p = \sqrt{S}$.

III.2 Evaluation de la perte d'intégrité - méthodologie

III.2.1 Choix des données de travail

La perte d'intégrité des particules peut être caractérisée par l'évolution de la concentration ou de la taille des particules. Si le premier paramètre donne une indication concernant la perte en morceaux (particules dégradées à une taille inférieure à 3 mm et donc non comptabilisées), il ne permet cependant pas une représentation précise et visuelle de leur dégradation.

En ce qui concerne la taille des particules, différents paramètres peuvent être considérés pour caractériser la perte d'intégrité : la taille moyenne, la taille médiane, l'écart type autour de la moyenne. Cependant, même si l'on ne doit pas les négliger, leurs évolutions ne constituent pas un critère suffisamment précis car elles ne prennent pas en compte toute la spécificité de la distribution en taille. L'étude de l'évolution de cette distribution dans sa totalité permet par contre une meilleure caractérisation de la dégradation des particules.

Celle-ci peut être représentée de deux façons : soit en histogramme de classe soit en fréquence cumulée (ou pourcentages cumulés) (fig.3.10).

La représentation sous forme d'histogramme de classes pose quelques difficultés :

- la définition de la taille des classes en elle-même, la largeur de classe influant sur la précision des résultats
- la comparaison des histogrammes avant et après l'étape de procédé étudiée : Belaubre (2000) relie les points de l'histogramme en fréquence (classes de 2 mm) par une courbe et compare les surfaces sous les courbes caractérisant l'entrée et la sortie. Cependant, dans le cas de l'exemple donné sur la figure 3.10, on observe simultanément une augmentation des gros et des petits morceaux en sortie, ce qui n'est pas possible. C'est donc une comparaison relative qui doit être effectuée, le nombre de

particules par classes de taille devant être rapporté au nombre total de particules de l'échantillon. Dans ce cas, il n'est plus possible de comparer les surfaces sous les courbes entre l'entrée et la sortie car celles-ci sont identiques (somme des fréquences relatives égales à 1 dans les deux cas).

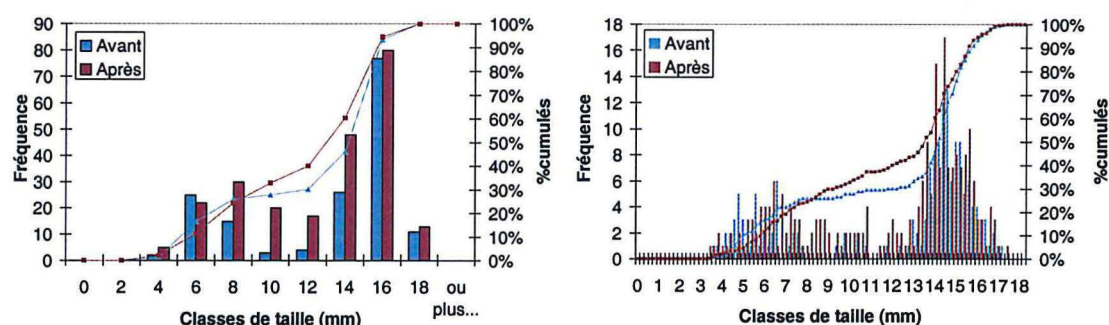


Fig. 3.10 Exemple de représentation de l'évolution de la distribution en taille de particules avec deux définitions de classes de taille (2 et 0,2 mm) – données pompe doseuse

La représentation de la fonction de fréquence cumulée (ou pourcentages cumulés), comparant de façon relative les échantillons, est donc la mieux adaptée ; celle-ci peut se faire sous forme de classes mais également de façon continue, afin de s'affranchir de la définition des classes de taille. Pour obtenir la fonction de fréquence cumulée continue, les tailles sont triées par ordre croissant et le nombre de particules ayant une taille inférieure à chaque point considéré est calculé. La fréquence cumulée est obtenue en divisant ce nombre par le nombre total de particules (tab.3.8). Dans l'exemple cité dans le tableau 3.8, l'échantillon analysé a un total de 202 particules supérieures à 3 mm (définition d'un morceau, cf. Chapitre I § I.1) ; 5 particules ont une taille inférieure ou égale à 3,74 mm soit une proportion de 2,48% par rapport au total des particules.

Taille mesurée (mm)	Nombre de morceaux de taille inférieure ou égale au point considéré	Fréquence cumulée
3,00	0	0
3,09	1	0,0050
3,11	2	0,0010
3,60	3	0,0149
3,62	4	0,0198
3,74	5	0,0248
...		
13,94	198	0,9802
14,06	199	0,9851
14,08	200	0,9901
14,11	201	0,9950
14,67	202	1

Tab. 3.8 Exemple de répartition de tailles de particules d'un échantillon et détermination de la fréquence cumulée

La courbe de fréquence cumulée est ensuite représentée graphiquement (fig.3.11). Chaque point de la courbe représente la fréquence relative de particules ayant une taille inférieure ou égale à celle du point considéré.

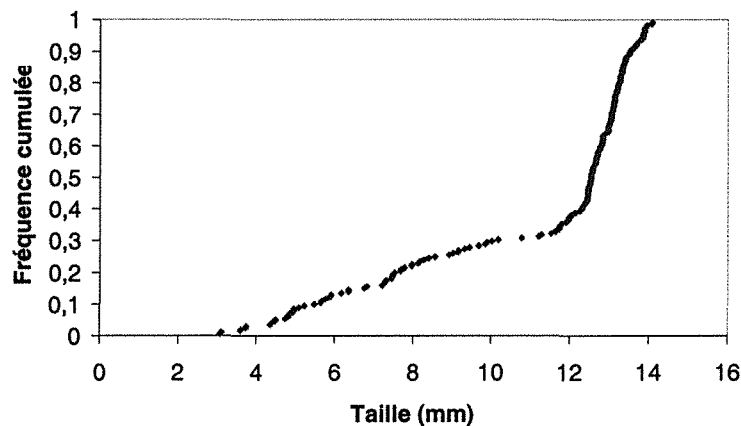


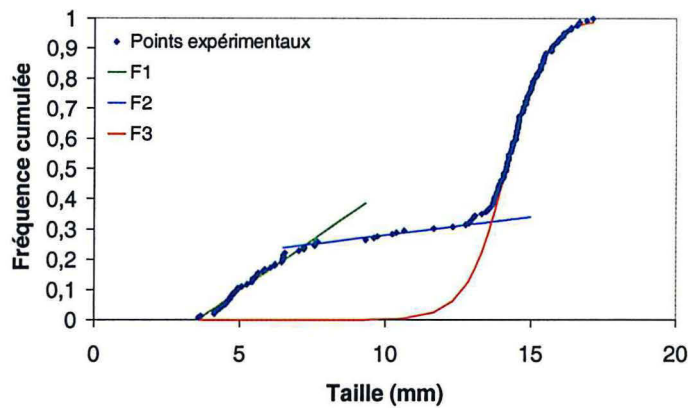
Fig. 3.11 Exemple de courbe de fréquence cumulée des tailles de particules (données issues de tab. 3.8)

III.2.2 Modélisation des courbes

Pour bien caractériser l'allure de la distribution de taille, les courbes obtenues sont modélisées puis moyennées lorsque plusieurs échantillons d'un même point sont disponibles. Le principe de modélisation est représenté sur la figure 3.12.

On utilise deux fonctions linéaires F_1 et F_2 et une fonction de distribution gaussienne F_3 pour modéliser les trois parties de la courbe. Le modèle final est obtenu à l'aide de deux fonctions de liaisons de type F (Eq. 3.4) permettant de relier F_1 et F_2 (coef. m_1) d'un côté et la courbe résultante de cette liaison avec F_3 (coef. m_2) de l'autre.

Cette modélisation fait intervenir des paramètres caractéristiques de la courbe permettant une interprétation plus « physique » : a_1 la pente à l'origine de la courbe caractérisant l'importance de la quantité des petits morceaux en présence, κ la pente de la distribution caractérisant la dispersion des tailles autour de la médiane des particules non brisées et χ la médiane.

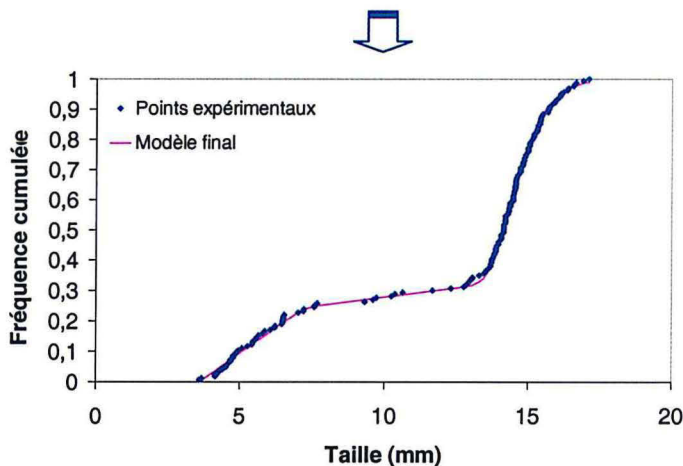


Fonctions de modélisation :

$$F_1(x) = a_1x + b_1 \quad (\text{Eq. 3.1})$$

$$F_2(x) = a_2x + b_2 \quad (\text{Eq. 3.2})$$

$$F_3(x) = \{1 + \text{th}[\kappa(x - \chi)]\} \quad (\text{Eq. 3.3})$$



Fonction de liaison :

$$F(x) = \{F_a(x)^m + F_b(x)^m\}^{1/m} \quad (\text{Eq. 3.4})$$

Fig. 3.12 Principe de modélisation de la courbe de fréquence cumulée des tailles de particules

III.2.3 Définition et calcul du critère de perte d'intégrité

L'évolution de l'allure de la distribution en taille des particules peut être caractérisée par la comparaison des surfaces situées sous les courbes entrée et sortie de l'élément de procédé considéré. On définit le critère de perte d'intégrité PI comme la différence entre ces deux surfaces. Le principe de détermination de ce critère est résumé sur la figure 3.13.

Après avoir déterminé les distributions en taille de trois échantillons par étape de procédé lorsque cela est possible (dans le cas des particules de 6 mm, le temps nécessaire pour analyser trois échantillons différents est trop important), les courbes sont ensuite modélisées selon la méthode présentée dans le paragraphe précédent. Une moyenne des courbes modèles obtenues pour chaque échantillon est effectuée puis les surfaces sous ces courbes sont calculées par la méthode des trapèzes. Le critère PI , différence des deux surfaces avant et après, caractérise bien la perte d'intégrité : plus la courbe de fréquence cumulée « se déplace » vers les petites tailles donc plus la différence de surface augmente et plus les particules sont dégradées.

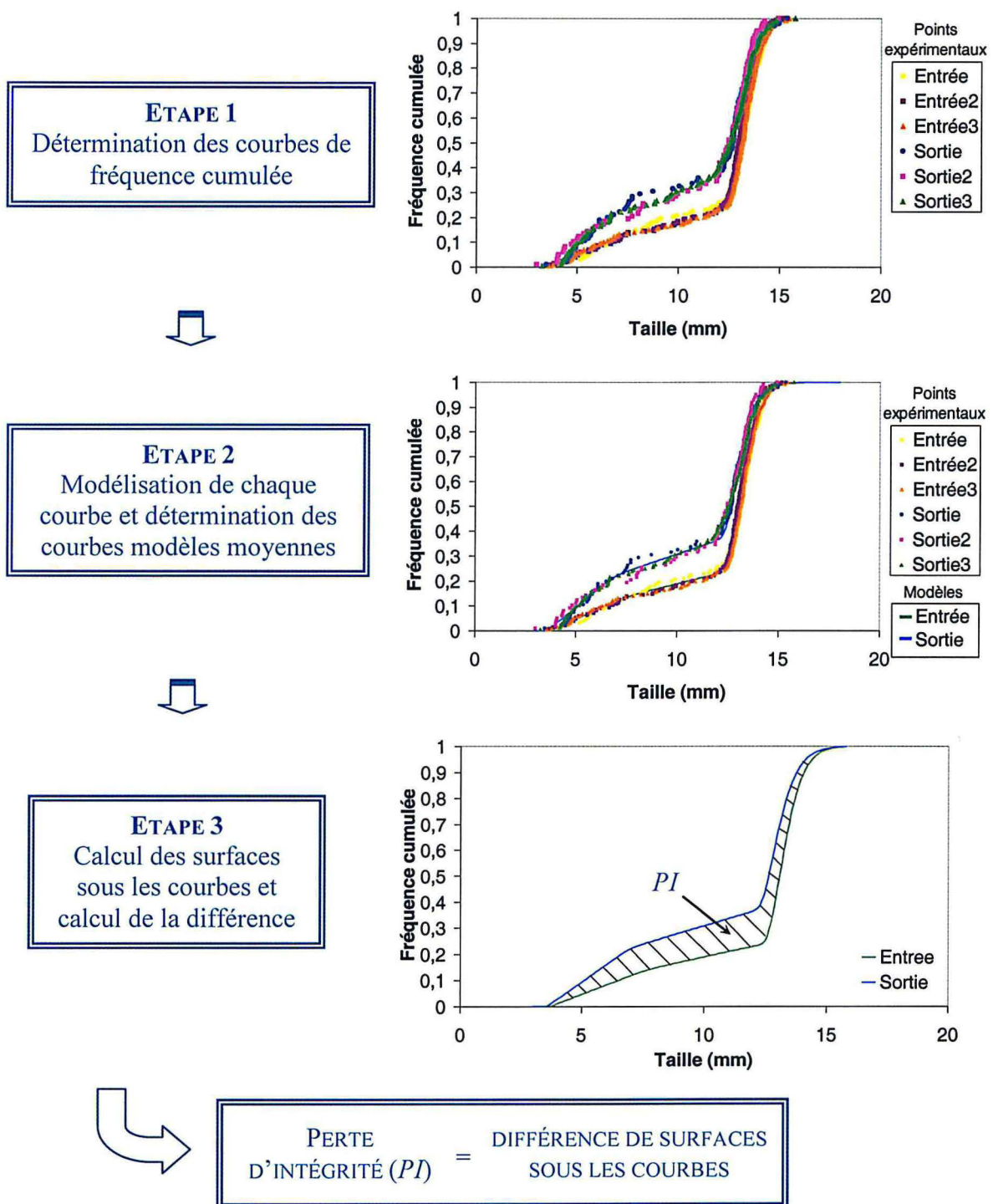


Fig. 3.13 Méthode de détermination du critère de perte d'intégrité

La valeur chiffrée de ce critère peut être transformée en indice de perte d'intégrité plus explicite (les différentes notations sont illustrées sur la figure 3.14) :

- lorsqu'il n'y a pas de perte d'intégrité c'est-à-dire 0% de dégradation, les courbes de fréquence cumulée avant et après sont superposées et $PI = 0$.
- la perte d'intégrité est totale soit 100% de dégradation lorsque la courbe de fréquence cumulée tend vers 1 dès que la taille est égale à 3 mm soit $PI = A_{\max}$.

- la perte d'intégrité effective est la surface PI ; on en déduit l'indice de perte d'intégrité $\%PI$ compris entre le minimum et le maximum de dégradation possible en fonction de l'échantillon de particules étudié :

$$\%PI = \frac{PI}{A_{\max}} * 100$$

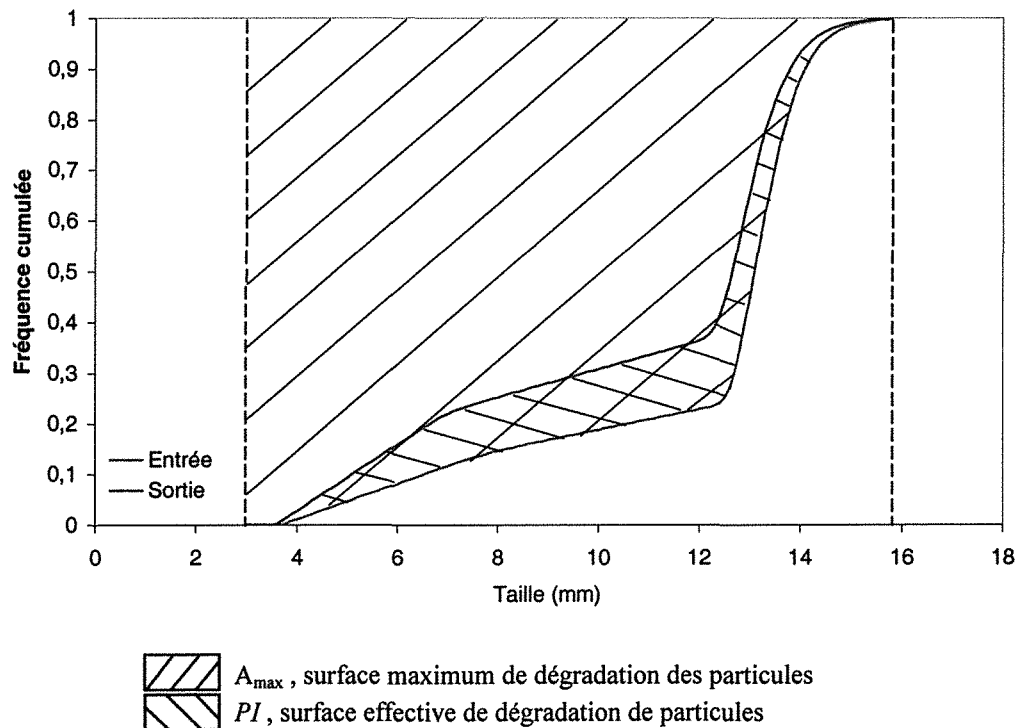


Fig. 3.14 Interprétation de la valeur du critère de perte d'intégrité

Cet indice permet de comparer les pertes d'intégrité pour les échantillons de particules de même taille. Par contre, pour l'interprétation du plan d'expériences, nous utiliserons le critère de surface PI car l'indice $\%PI$ accentue le niveau de perte pour les petites tailles, la surface maximum de référence $A_{\max}$ étant plus petite. Nous étudions la perte en taille et non la perte relative à la taille initiale des particules.

III.3 Evaluation de la méthode

Cette méthode comporte certaines incertitudes, principalement liées au traitement des images en 2D pour des particules 3D. Nous devons évaluer ces incertitudes pour déterminer ce que cette méthode peut apporter comme informations.

III.3.1 Précision

III.3.1.1 Evaluation de l'analyse d'image

Nous devons dans un premier temps évaluer l'erreur introduite lors de la détermination des tailles de particules par le logiciel d'analyse d'image. Pour ce faire, 20 carrés rouges des trois tailles de particules choisies sont analysés (fig.3.15).

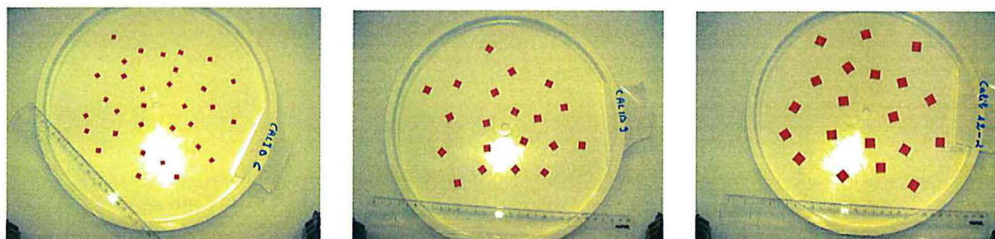


Fig. 3.15 Photos de calibrage du logiciel d'analyse d'image

Une deuxième série de photos des mêmes carrés disposés différemment est également analysée. Les résultats sont récapitulés dans le tableau. 3.9.

Taille (mm)	6	6 (2)	9	9 (2)	12	12 (2)
Moyenne (mm)	6,04	6,01	9,34	9,67	12,31	12,19
Ecart type (mm)	0,35	0,35	0,21	0,20	0,38	0,41

Tab. 3.9 Récapitulatif des tailles mesurées par le logiciel Visilog (calibrage)

Les valeurs moyennes surévaluent légèrement les tailles réelles, particulièrement en ce qui concerne les particules de 9 mm. L'écart type varie entre 0,2 et 0,4 mm ce qui représente entre 1,5 et 6% de la taille moyenne des particules. Les surfaces sont bien délimitées par le logiciel d'analyse d'image (fig.3.16).

L'analyse d'image à l'aide du logiciel Visilog est donc relativement précise pour des carrés de couleur rouge à deux dimensions. Cependant, l'évaluation de la surface et donc de la taille caractéristique des particules se révèle un peu plus complexe pour des morceaux en trois dimensions.

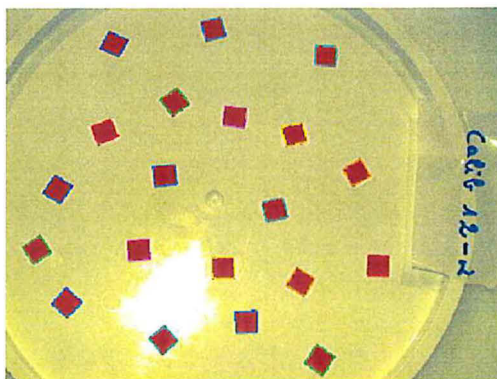


Fig. 3.16 Détermination des surfaces de couleur rouge par le logiciel Visilog (carrés de 12 mm)

III.3.1.2 Erreur due aux trois dimensions des particules

La photo ne considère que deux dimensions. Deux points d'incertitude sont alors introduits du fait de l'absence de considération de l'une des directions de l'espace :

- présence de perspectives (fig.3.17) : il n'est pratiquement pas possible de prendre une photo de la totalité des particules exactement à la verticale de chacune d'elles ; on obtient alors des perspectives qui sont évaluées avec la surface principale lors de l'analyse d'image. La taille des particules est alors surévaluée.
- choix du profil de particule pris en photo : selon le profil de disposition de la particule, la surface obtenue sera différente ; ceci est particulièrement vrai pour les particules dégradées dont la forme n'est plus cubique. C'est ce que nous appellerons l'erreur introduite par l'opérateur.

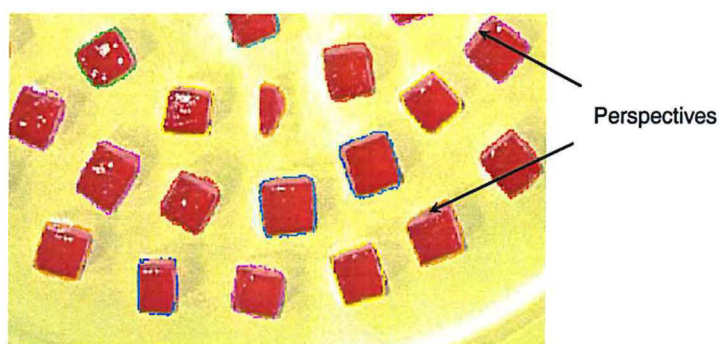
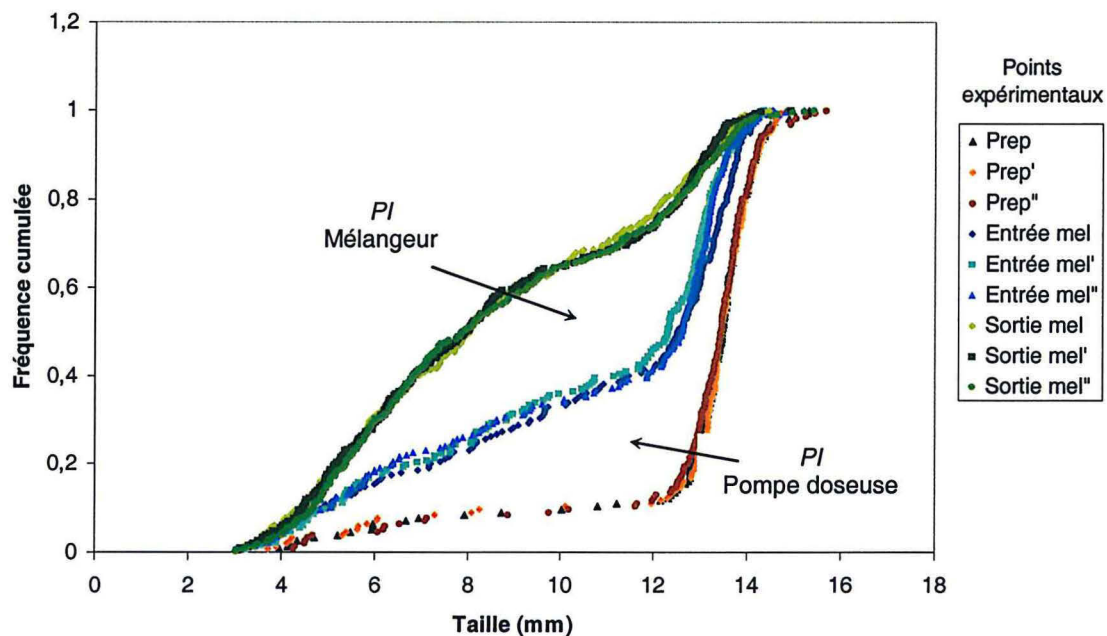


Fig. 3.17 Analyse d'image et perspectives

Il n'est pas possible de retoucher les images pour ôter les perspectives de façon équivalente pour tous les morceaux ; celles-ci sont alors analysées telles quelles, en notant bien que les valeurs de taille obtenues sont surévaluées.

Ensuite, pour évaluer l'erreur introduite par l'opérateur, trois photos d'un même échantillon ont été prises, les particules étant retournées entre les vues pour caractériser les trois dimensions. Le nombre de particules obtenues pour un même lot peut différer suivant les prises, principalement en ce qui concerne les petites particules qui sont comptabilisées dans certains profils et non dans d'autres. L'allure des profils de distribution de taille obtenus est représentée sur la figure 3.18.

Les courbes sont relativement proches. L'écart type entre les trois valeurs de taille caractéristique mesurée pour chacun des profils est calculé par particule. On considère uniquement celles situées sur les tamis de 5 et 8 mm car pour les plus petites, les trois valeurs ne sont pas toujours disponibles. Les résultats sont récapitulés dans le tableau 3.10.



Prep : prise d'échantillon en sortie de cuve de préparation modèle
 Entrée mel : prise d'échantillon avant le mélangeur au niveau de la vanne trois voies
 Sortie mel : prise d'échantillon après le mélangeur en sortie de ligne

Fig. 3.18 Courbes de fréquence cumulée des tailles de particules représentant les prises de vue des trois profils de particules pour chaque point de procédé

Ecart type (mm)	Prep	Entrée mel	Sortie mel
Moyen	0,57	0,99	1,40
Max	2,86	3,51	4,37
Min	0,08	0,03	0,07

Tab. 3.10 Ecart type entre les valeurs de taille caractéristique obtenues pour chaque face

On constate que lorsque les particules sont dégradées (l'échantillon « Prep » étant moins dégradé que l'échantillon « Entrée mel », lui-même étant moins dégradé que l'échantillon « Sortie Mel »), les écarts types moyen et maximum augmentent. Ceci s'explique par le fait que les particules ne sont plus cubiques et que leurs différents profils dans l'espace sont différents. Le fait de prendre les trois profils de particules en photo pourrait donc permettre de caractériser la dégradation des particules en relation notamment avec la modification de forme. Cependant, il serait trop fastidieux de prendre ces trois photos pour chaque lot de particules (certains concernant les particules de 6 mm contiennent jusqu'à 1000 morceaux). Nous devons nous contenter d'une approche en deux dimensions. L'erreur maximum introduite par l'opérateur sur la taille des particules n'est alors pas négligeable (jusque 4,4 mm pour des particules de 12 mm en taille cible) ; cependant, il faut vérifier si celle-ci peut être atténuée par la masse statistique (grand nombre de particules analysées).

On calcule alors l'erreur introduite au niveau des paramètres de modélisation (tab.3.11). L'écart maximum est de 10% environ sur les paramètres principaux κ (pente de la distribution), χ (médiane) et a_1 (pente à l'origine de la courbe). Les autres paramètres peuvent

différer grandement, notamment b_2 , mais caractérisent de façon moins importante la différence d'allure de la courbe.

Préparation modèle avant procédé (prep)						
Erreur opérateur	κ	χ	a_1	b_1	a_2	b_2
Moyenne	1,394	13,41	0,0217	-0,0727	0,0075	0,025
Ecart type	0,144	0,0473	0,0020	0,0058	0,0016	0,018
%	10,3	0,4	9,3	8,0	21,7	73,9
Entrée mélangeur						
Erreur opérateur	κ	χ	a_1	b_1	a_2	b_2
Moyenne	1,240	12,72	0,0574	-0,182	0,0442	-0,102
Ecart type	0,050	0,116	0,0064	0,0277	0,0075	0,0701
%	4,0	0,9	11,2	15,2	17,1	68,9
Sortie mélangeur						
Erreur opérateur	κ	χ	a_1	b_1	a_2	b_2
Moyenne	0,7342	11,56	0,115	-0,399	0,0515	0,128
Ecart type	0,047	0,152	0,0076	0,0483	0,0099	0,103
%	6,4	1,3	6,6	12,1	19,1	80,6

Tab. 3.11 Récapitulatif des paramètres de modélisation des trois séries de données expérimentales de la figure 3.18 par point de procédé analysé

De plus, les courbes représentées sur la figure 3.18 étant très proches, il en résulte une faible erreur sur les surfaces calculées sous chaque courbe (tab.3.12).

Surface	Prep	Entrée mel	Sortie mel
Photo1 ()	5,24	7,16	9,54
Photo2 (')	5,26	7,16	9,48
Photo3 (")	5,25	7,37	9,39
Moyenne	5,25	7,23	9,47
Ecart type	0,011	0,124	0,0748
%	0,206	1,72	0,790

Tab. 3.12 Valeurs des surfaces sous les courbes modèles des données représentées fig. 3.18

Par contre, lorsque l'on calcule le critère de perte d'intégrité PI , différence des surfaces entre les différents points du procédé, l'erreur augmente. La perte d'intégrité dans la pompe doseuse correspond à la différence des surfaces « Entrée mel » et « Prep » et la perte d'intégrité dans le mélangeur correspond à la différence des surfaces entre la sortie et l'entrée du mélangeur (fig.3.18). On détermine les critères PI_{max} et PI_{min} avec les surfaces maximum et minimum de chaque point de procédé. Δ représente la différence entre ces critères (tab.3.13). L'erreur maximum obtenue, rapport de Δ sur la moyenne des valeurs minimum et maximum, est relativement élevée (16%) alors que les courbes sont proches. Elle reste tout de même acceptable.

	Pompe doseuse	Mélangeur
PI min	1,90	2,02
PI max	2,13	2,38
Δ	0,237	0,364
%	12,0	16,3

Tab. 3.13 Valeurs du critère de perte d'intégrité PI pour les valeurs de la figure 3.18

III.3.1.3 Erreur due à la prise d'échantillon

Malgré cette erreur non négligeable due au choix du profil des particules pris en photo et à l'absence de prise en compte de la troisième dimension, les courbes de fréquence cumulée d'échantillons différents mais prélevés au même point ont des allures très proches. Il nous faut alors quantifier l'erreur liée à la prise d'échantillon.

Nous reprenons les données issues du même essai que celui utilisé dans le paragraphe précédent. Cette fois, les trois courbes représentées par élément de procédé ne représentent plus le même échantillon pris en photo selon les trois angles mais trois échantillons différents (fig.3.19). Les courbes sont un peu plus éloignées les unes des autres que sur la figure 3.18 mais sont tout de même relativement proches.

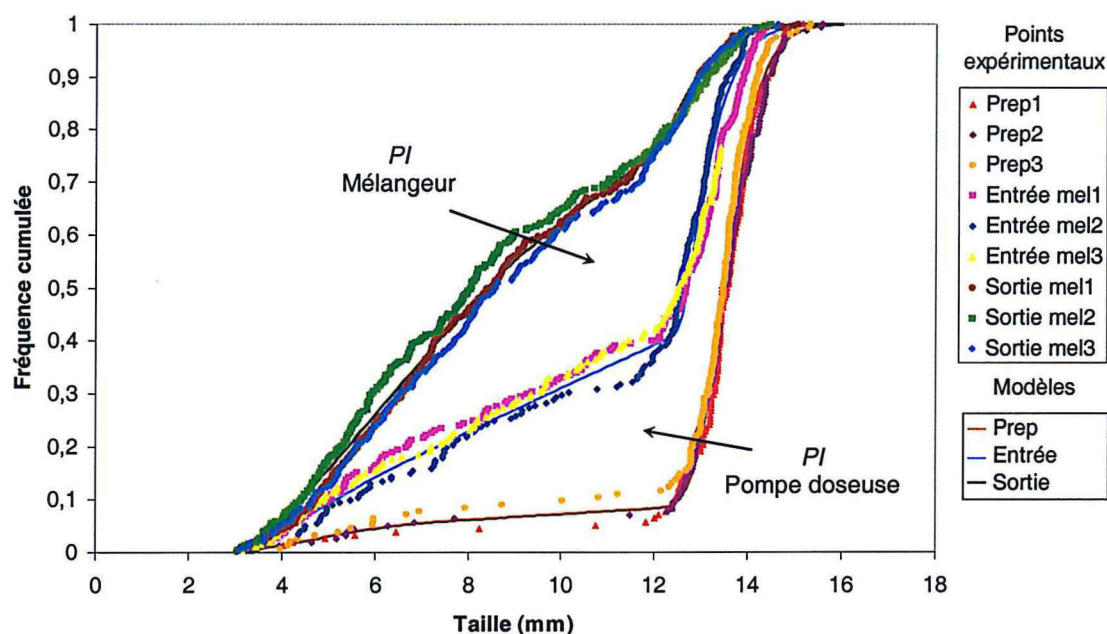


Fig. 3.19 Courbe de fréquence cumulée des tailles de particules – 3 échantillons différents par point de procédé

On compare tout d'abord les surfaces sous chacune des courbes (tab.3.14). Celles-ci sont du même ordre avec un écart type maximum de 5%.

Surface	Prep	Entrée mel	Sortie mel
Ech. 1	4,79	7,18	9,24
Ech. 2	4,94	6,98	9,16
Ech. 3	5,24	7,16	9,54
Moyenne	4,99	7,11	9,3
Ecart type	0,228	0,111	0,202
%	4,57	1,57	2,16

Tab. 3.14 Valeurs des surfaces sous les courbes modèles des données représentées sur la figure 3.19

On compare ensuite les critères de perte d'intégrité maximum, minimum ou déterminé après moyenne des courbes modèles des trois échantillons selon le principe de la méthode présentée (tab.3.15). Δ représente la différence des PI maximum et minimum.

	Pompe doseuse	Mélangeur
PI	2,13	2,20
PI min	1,74	1,98
PI max	2,19	2,56
Δ	0,448	0,585
%	21,1	26,6

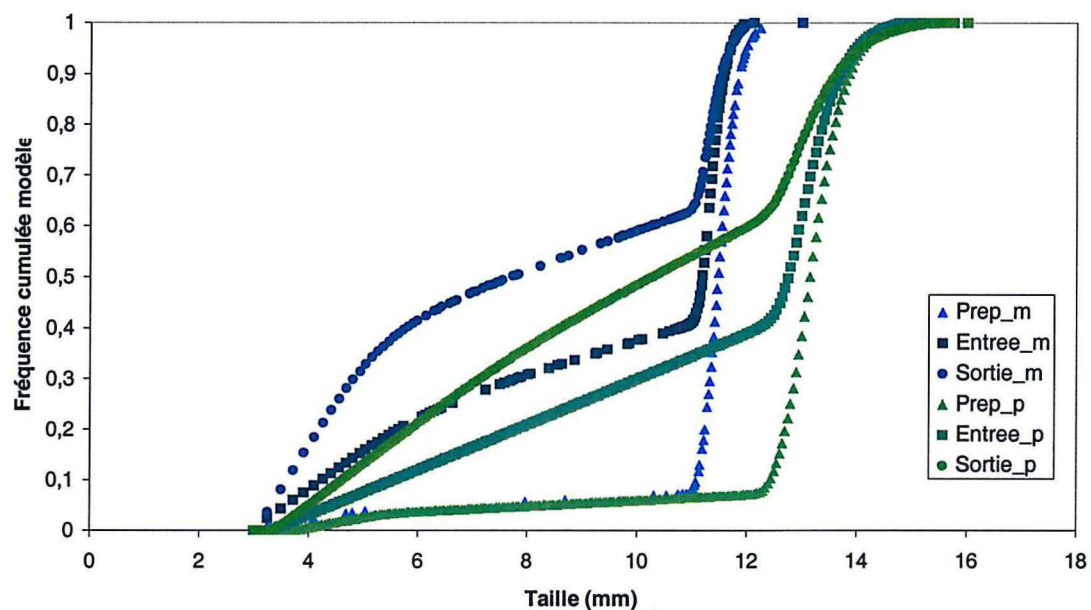
Tab. 3.15 Comparaison des critères de perte d'intégrité pour les données représentées sur la figure 3.19

Alors que les courbes sont proches, l'erreur sur le critère de perte d'intégrité est importante. Ceci montre l'importance de disposer de plusieurs échantillons pour ne pas augmenter l'incertitude. Cependant, dans certains cas et principalement pour les particules de 6 mm, il n'est pas possible d'analyser plusieurs échantillons. La précision est donc encore diminuée. On conçoit alors que cette méthode ne pourra pas évaluer une faible dégradation liée à l'érosion notamment : le critère PI évalué dans le cas de faibles pertes est inférieur à 0,5 c'est-à-dire inférieur à Δ ; dans ce cas, la dégradation sera considérée comme négligeable. La méthode d'analyse d'image peut tout de même quantifier la dégradation liée à la brisure des grosses particules en petits morceaux avec la précision que l'on vient de déterminer.

III.3.2 Comparaison avec une autre méthode

Pour vérifier la validité de la méthode d'analyse d'image par rapport à l'absence de considération d'une troisième dimension de l'espace, nous allons la comparer avec la méthode dite « des pesées » présentée dans le Chapitre I (Cf. § I.4.2). Les particules sont pesées individuellement (masse m). Leur volume V est ensuite déterminé à l'aide de la densité du produit ($V = m/\rho$) et leur taille caractéristique par la relation $d = \sqrt[3]{V}$. Cette méthode en volume prend donc en compte les trois dimensions des particules. La pesée se fait à l'aide d'une balance de précision à 1/100 de gramme. Elle n'est donc pas précise pour les petites particules (masses comprises entre 0,01 et 0,05 g).

La comparaison a pu être effectuée pour les cubes de 9 et 12 mm. En effet, le nombre de particules des échantillons de 6 mm était beaucoup trop élevé pour que celles-ci soient pesées individuellement. Les courbes de fréquence cumulée obtenues pour des particules de 12 mm à partir des deux méthodes d'analyse sont représentées sur la figure 3.20.



_m : données issues de la méthode des pesées utilisant les masses des particules

_p : données issues de la méthode d'analyse d'image

Fig. 3.20 Comparaison des courbes de fréquence cumulée modèles issues des données de l'analyse d'image et de la pesée des particules (cubes de 12 mm)

On constate que la méthode d'analyse d'image surévalue effectivement les tailles de particules alors que la méthode des pesées les sous-évalue légèrement. Ceci provient de deux raisons principales : pour les grandes tailles de particules, les perspectives sont prises en compte alors que pour les petites tailles, le profil de surface maximum est le plus souvent pris en photo (impossibilité de faire tenir un morceau sur sa tranche la plus fine).

On compare le rapport des critères de perte d'intégrité PI_{photo}/PI_{masse} selon les terminologies présentées figure 3.21. Deux essais sont disponibles pour la comparaison des méthodes (tab.3.16).

	Essai 1	Essai2
Pompe doseuse	93%	90%
Mélangeur	94%	96%
Procédé	94%	94%

Tab. 3.16 Comparaison du rapport $\frac{PI_{photo}}{PI_{masse}}$ pour les différents éléments de procédé et la ligne totale selon la terminologie présentée fig. 3.21

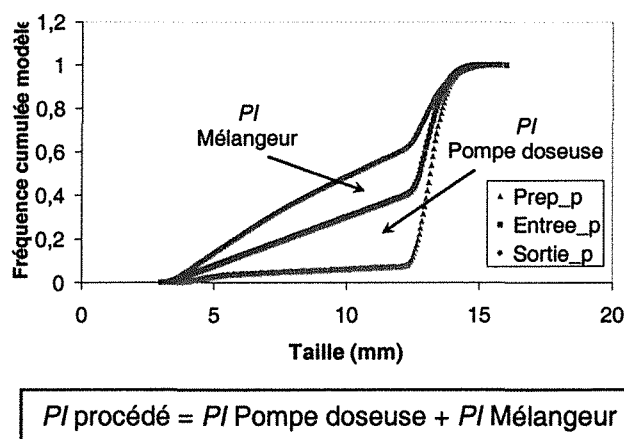
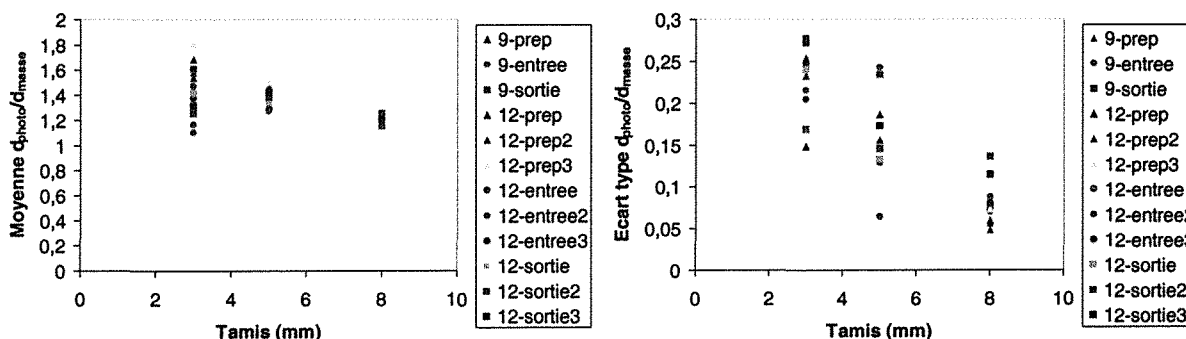


Fig. 3.21 Terminologie des différents critères de perte d'intégrité évalués

Les rapports de surface de perte d'intégrité obtenus sont équivalents compte tenu de la précision de la méthode d'analyse d'image. Cette méthode surévalue donc les tailles de particules mais toujours de façon équivalente. Elle permet alors l'évaluation et la comparaison de la perte d'intégrité des particules entre les différents essais pour peu que le même protocole soit toujours appliqué. On doit cependant garder à l'esprit que les tailles moyennes ou médianes obtenues avec cette méthode sont toujours supérieures à la taille réelle.

Pour quantifier cette surévaluation, on compare les rapports des tailles caractéristiques obtenues des deux façons différentes $d_{\text{photo}}/d_{\text{masse}}$ pour chaque particule. On remarque que certains petits morceaux sont comptabilisés par une méthode et non par l'autre et vice versa (critère de taille supérieure à 3 mm). La moyenne ainsi que l'écart type des rapports de taille obtenus sont représentés en fonction des taille de tamis (fig.3.22).

Plus les particules sont petites, plus le rapport $d_{\text{photo}}/d_{\text{masse}}$ est grand et plus la taille donnée par l'analyse d'image est surévaluée. Le rapport moyen est de 1,2 mais peut être supérieur lorsque la forme des particules s'éloigne fortement d'un cube ou d'une sphère. Il n'excède cependant pas 1,8 selon les résultats obtenus.

Fig. 3.22 Moyenne et écart type du rapport $d_{\text{photo}}/d_{\text{masse}}$ de lots de particules de 9 et 12mm

D'autre part, on observe également que l'écart type des rapports $d_{\text{photo}}/d_{\text{masse}}$ augmente avec la diminution de la taille des particules : ceci résulte de la diversité des formes liée à la dégradation des particules.

III.3.3 Conclusions

La méthode d'analyse d'image est un outil permettant la quantification de la perte d'intégrité de particules mais avec certaines restrictions dues à une précision moyenne :

- elle ne peut pas quantifier l'érosion des particules mais seulement la dégradation franche, par brisure notamment
- elle ne peut pas quantifier de façon précise de faibles pertes d'intégrité, dues notamment à une petite taille initiale de particule (6 mm, par exemple) ; l'allure de la courbe doit être fortement modifiée pour que l'on puisse conclure sur la dégradation
- les tailles moyenne et médiane données par cette méthode sont environ 1,2 fois supérieure à la taille réelle des particules. Cette surévaluation peut être encore plus importante pour les particules de forme non symétrique

Cette méthode permet tout de même de différencier les dégradations obtenues lors des différents essais, principalement lorsque celles-ci sont significatives.

IV. CARACTÉRISATION DE L'EFFICACITÉ DU MÉLANGE

IV.1 Quantification de l'homogénéisation par tomographie électrique

Pour interpréter le plan d'expériences, il est nécessaire de définir un ou plusieurs paramètres chiffrés caractérisant l'homogénéisation du mélange. Celle-ci se situe à deux niveaux :

- dans la section de conduite : il s'agit de savoir comment les deux phases (préparation de fruits et masse blanche modèles) sont réparties à l'entrée du mélangeur et à sa sortie.
- dans le temps : la préparation modèle est introduite sous forme de bouchons en flux discontinu dans la masse blanche ; il s'agit alors de déterminer jusqu'à quel point le mélangeur atténue cet écoulement en bouchons en un écoulement homogène. En effet, on souhaite obtenir une répartition homogène des particules dans le temps en sortie de mélangeur sans zone de rupture.

D'autre part, nous pouvons distinguer la capacité du mélangeur à homogénéiser le produit entrant et l'acceptabilité du degré de mélange en sortie, quelles que soient les conditions d'entrée. Dans le cas de gros bouchons de préparation de fruits par exemple, le mélangeur effectuera peut-être un bon travail d'homogénéisation mais le produit final ne satisfera pas aux spécifications requises.

Nous allons dans un premier temps présenter le matériel utilisé puis les données disponibles pour obtenir les informations recherchées.

IV.1.1 Dispositif expérimental

Les capteurs utilisés sont du même type que ceux représentés dans le Chapitre I fig.1.28. Ils comportent 16 électrodes de 2 cm de long environ placées sur les parois de la conduite (fig.3.23). Leur longueur est non négligeable et il faudra en tenir compte par la suite.



Fig. 3.23 Capteur de tomographie électrique

Un courant de 15 mA est injecté et 104 mesures de différences de potentiel entre électrodes adjacentes sont effectuées. Ces valeurs brutes sont ensuite envoyées au système de traitement des données et un algorithme de rétro-projection linéaire permet alors de reconstruire la cartographie des champs de conductivité et de représenter l'image associée en ligne (fig.3.24).

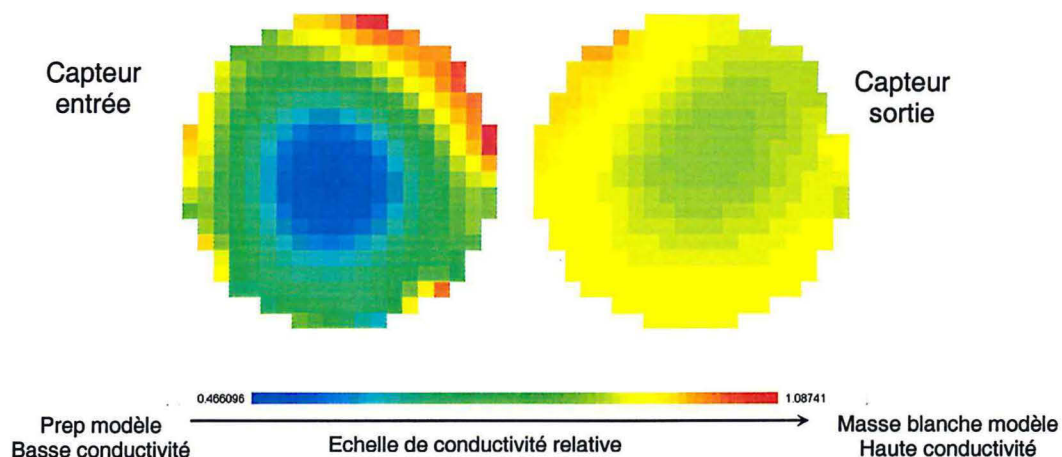


Fig. 3.24 Exemples de tomogrammes – Algorithme de rétro-projection linéaire

Le logiciel permet également de recalculer et de visualiser les cartographies de champs de conductivité à l'aide d'un algorithme à maillage plus serré appelé SCG (méthode des gradients conjugués) mais celui-ci n'est pas accessible en ligne (fig.3.25).

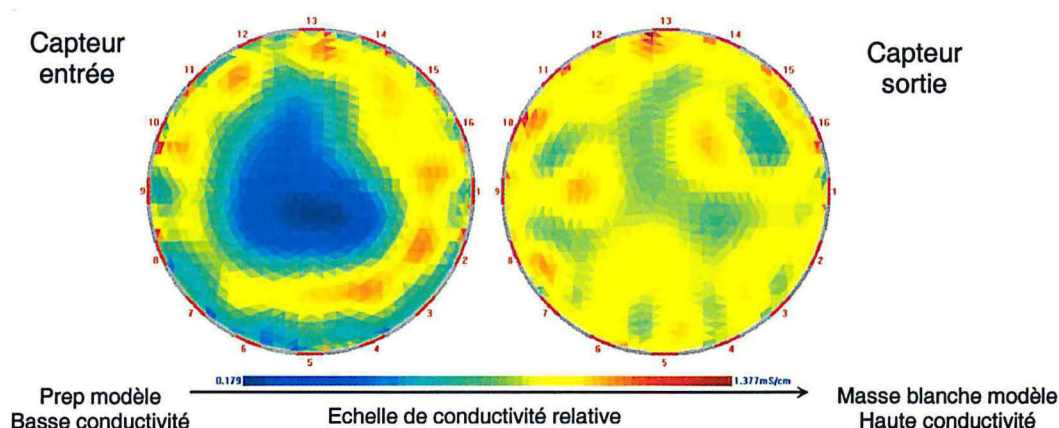


Fig. 3.25 Exemples de tomogrammes correspondant à la figure 3.24 – Algorithme des gradients conjugués (SCG)

Le temps d'acquisition peut être modifié via le paramètre « temps d'échantillonnage » de l'interface de commande. Cependant, s'il s'agit effectivement du paramètre permettant la commande d'une prise de mesure au système d'acquisition, celui-ci n'impose pas la vitesse générale d'acquisition, contrôlée également par d'autres paramètres tels que le nombre d'échantillons analysés pour une image, le nombre de capteurs, etc. Nous nous conformerons au conseil du fournisseur préconisant la mesure de deux échantillons pour donner une image, un temps d'échantillonnage de 60 ms induisant, en raison du choix des autres paramètres, un temps général d'acquisition de 0,5 s.

Pour la réalisation de la mesure, une référence doit être prise sur le fluide haute conductivité seul, c'est-à-dire la masse blanche modèle. Celle-ci est prise sur une moyenne de 50 mesures pendant la seule circulation de masse blanche modèle dans la ligne. La pompe doseuse est ensuite mise en marche sans que l'analyse ne soit interrompue. L'acquisition des données est arrêtée lorsqu'un nombre suffisant de points est obtenu une fois le régime permanent atteint (contrôle par visualisation des données de résistances moyennes en fonction du temps).

IV.1.2 Choix des données de travail

Le logiciel de traitement des données propose différentes analyses numériques et statistiques ainsi que différentes représentations visuelles dont les mieux adaptées au sujet d'étude sont les suivantes :

- données brutes de résistances moyennes sur le volume analysé (MBR pour « mutual bulk resistance ») : elles sont obtenues en divisant la moyenne des 104 mesures de tension réalisées pour chaque image par le courant d'injection. L'inverse de ces valeurs donne la conductivité moyenne du milieu.
- données reconstruites de concentrations moyennes à l'aide d'un modèle inclus dans le logiciel : à partir des données brutes précédentes, les concentrations moyennes sont calculées à l'aide du modèle de Maxwell (Cf. Chapitre I § II.2.1.2.3) pour une phase

dispersée dans une phase continue ou d'un modèle linéaire pour un mélange de phases miscibles.

- données reconstruites des champs de conductivité par l'algorithme de rétro-projection, visualisables en ligne (fig.3.24). Il faut cependant bien garder à l'esprit que l'image observée en sortie ne correspond pas à l'évolution du produit observé en entrée à travers le mélangeur. Il faut compter le temps de passage du mélange entre les deux capteurs pour comparer les images entrée et sortie. Les données de conductivités recalculées par la méthode SCG (fig.3.25) ne sont pas accessibles.
- images empilées en fonction du temps (fonction non accessible en ligne) : il s'agit de visualiser l'évolution de l'écoulement dans le temps en une seule vue ; pour cela, chaque image est représentée par deux coupes (une verticale et une horizontale) dont l'emplacement est défini selon le choix des abscisses et ordonnées sur la section de conduite (fig.3.26).

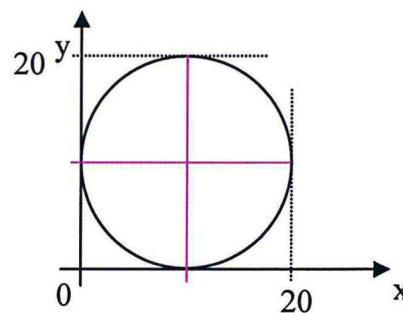


Fig. 3.26 Choix du placement de la découpe de section de conduite pour empiler les images

Il en résulte deux bandes représentant l'empilement de ces coupes (fig.3.27).

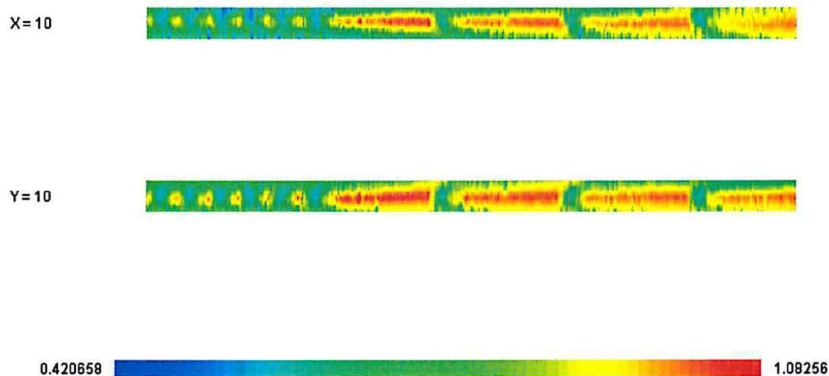


Fig. 3.27 Exemple d'empilement d'image permettant d'observer la mise en marche puis les coups de la pompe doseuse

On peut donc observer visuellement les deux informations relatives à l'homogénéisation dans le temps (fig.3.27) et sur la section de conduite (fig.3.24). Cependant, nous devons utiliser des données chiffrées. Les images empilées ne peuvent donc être utilisées que dans un objectif de contrôle. D'autre part, nous préférons travailler avec les données les

moins transformées par le logiciel ; nous n'utiliserons donc pas les données recalculées de concentrations.

Pour obtenir les informations recherchées, nous travaillerons avec les données suivantes :

- homogénéité dans le temps : données brutes de résistances moyennes (MBR) dont l'évolution dans le temps caractérise celle de la concentration moyenne en préparation modèle dans la section de conduite (fig.3.28).

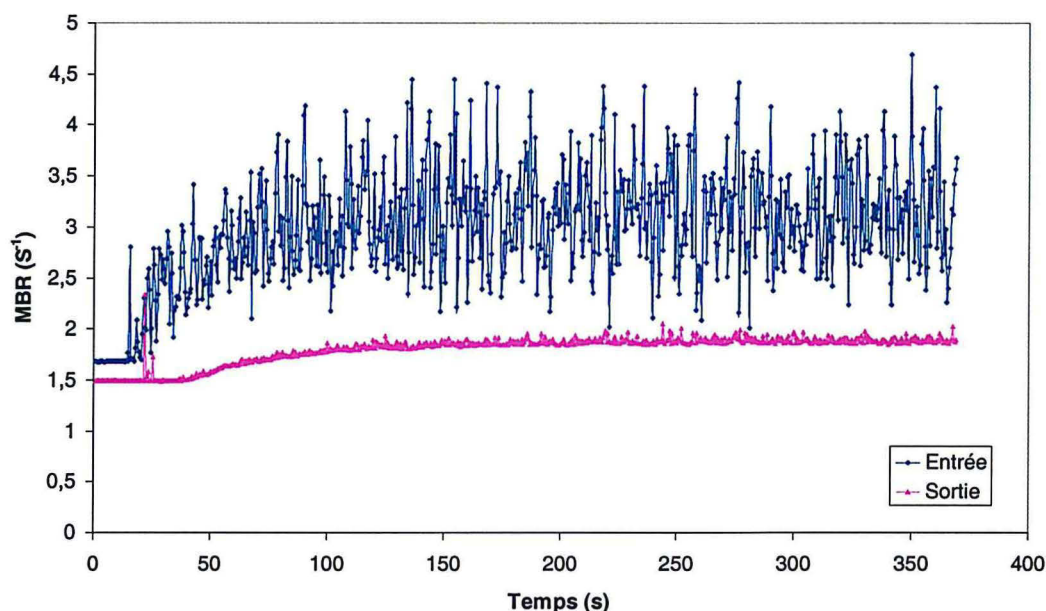


Fig. 3.28 Exemple de courbe d'évolution de la résistance électrique moyenne sur le volume de la conduite (MBR, «mutual bulk resistance») au cours d'un essai

Les valeurs moyennes de MBR atteintes en régime permanent diffèrent entre l'entrée et la sortie. Ceci est dû aux à-coups rapprochés de la pompe fruits (Cf. Annexes G). L'écart type des conductivités sur une section de conduite en fonction du temps permettrait également d'étudier l'homogénéité dans le temps ; cependant, les données sont reconstruites et nous préférons travailler, lorsque cela est possible, avec les données les moins transformées, en l'occurrence les données brutes de résistances moyennes.

- homogénéité sur la section : dans ce cas, les seules données exploitables sont les données reconstruites de conductivités sur la section de conduite.

IV.1.3 Méthodologies

IV.1.3.1 Efficacité du mélangeur dans le temps

Il s'agit de quantifier la capacité du mélangeur à harmoniser les concentrations au cours du temps. Ceci peut être caractérisé par la diminution de l'amplitude de variation du signal de résistance moyenne (MBR) entre l'entrée et la sortie. Pour représenter cette amplitude, l'écart type à la moyenne ne convient pas car la valeur dépend du nombre de

points considérés : en effet, entre deux signaux de même amplitude de variation mais disposant d'un nombre de points différents pour les caractériser, les écarts types seront différents. Nous choisissons de définir l'enveloppe du signal MBR en utilisant la moyenne des pics maximaux pour la valeur supérieure et la moyenne des pics minimaux pour la valeur inférieure (fig.3.29).

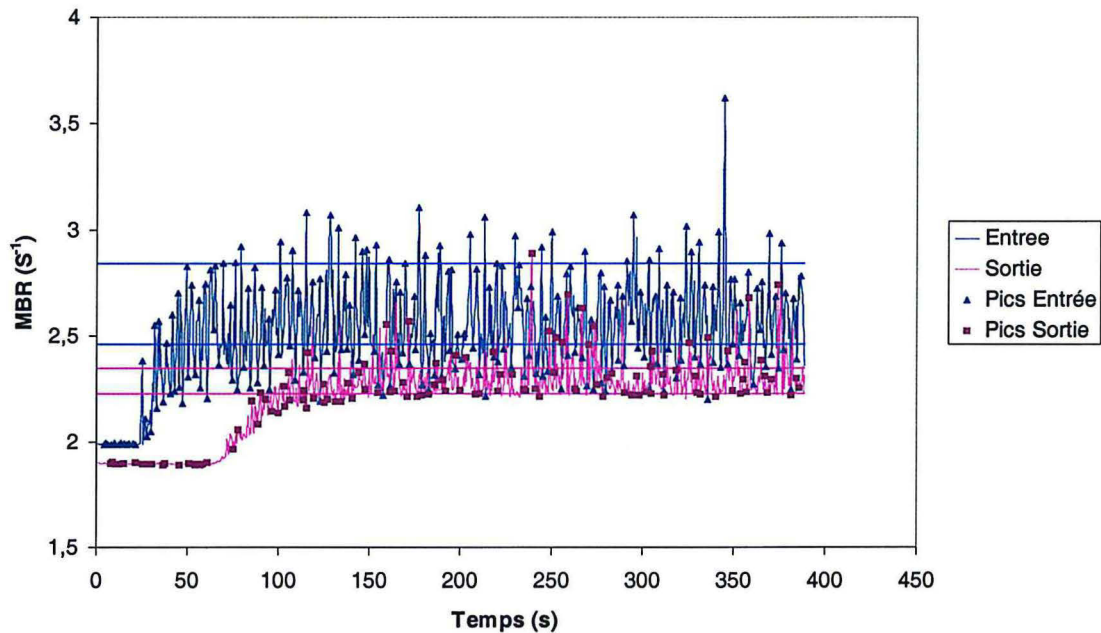


Fig. 3.29 Détermination de l'enveloppe du signal de MBR en entrée et sortie

Cette approche n'est certes pas optimale dans le sens où elle ne prend pas en compte la dispersion des valeurs autour de la moyenne. Elle offre cependant une évaluation moyenne de l'homogénéisation dans le temps.

Une fois les amplitudes des signaux entrée $A_{\text{entrée}}$ et sortie A_{sortie} calculées, on définit un indice d'homogénéisation IH_t des bouchons dans le temps de la façon suivante (fig.3.30) :

- mélange homogénéisé à 100% lorsque $A_{\text{sortie}} = A_{\text{résiduel}}$, $A_{\text{résiduel}}$ correspondant à l'amplitude du signal obtenu lors de la circulation de masse blanche seule
- mélange nul lorsque $A_{\text{sortie}} = A_{\text{entrée}}$ soit 0%
- mélange effectif :

$$IH_t = \frac{100}{A_{\text{entrée}} - A_{\text{résiduel}}} * (A_{\text{entrée}} - A_{\text{sortie}})$$

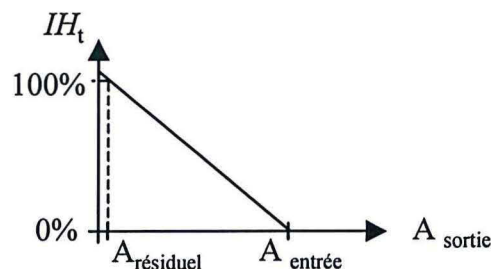


Fig. 3.30 Définition de l'indice d'homogénéisation dans le temps

IV.1.3.2 Efficacité du mélangeur sur la section de conduite

Les données utilisées sont les données reconstruites de conductivité sur la section. Elles ne correspondent pas aux valeurs vraies de conductivité dans le sens où l'algorithme de reconstruction utilise dans les calculs les valeurs attribuées dans l'interface de commande, c'est-à-dire 1 pour la masse blanche modèle et 0 pour la préparation modèle.

Le degré de mélange dans une section de conduite peut être quantifié par la déviation standard relative à la moyenne des conductivités σ_{rel} , définie par la relation :

$$\sigma_{rel} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n \left(\frac{C_i}{\bar{C}} - 1 \right)^2}$$

avec n le nombre de mesures,

C_i la conductivité au point i

et $\bar{C}$ la conductivité moyenne sur tous les C_i

Nous préférons cette définition à celle de l'écart type standard (c'est-à-dire non rapporté à la moyenne) car la valeur de la conductivité moyenne est susceptible de varier entre deux points, en raison de la variabilité du produit notamment.

La comparaison de cette déviation entre l'entrée et la sortie permet de quantifier la capacité du mélangeur à homogénéiser les deux phases. Cependant, il n'est pas simple de déterminer à quels points d'entrée et de sortie évaluer cette déviation standard relative. En effet, du fait du flux discontinu et donc de l'alternance de zones contenant peu de préparation à faible écart type relatif de conductivité et de zones à forte concentration avec un écart type relatif élevé, les valeurs de σ_{rel} varient fortement (fig.3.31). La situation idéale aurait été de connaître précisément l'écart type en sortie associé à celui de l'entrée. Cependant, compte tenu de la fréquence d'acquisition (0,5 s), ceci n'est pas possible. La valeur moyenne des déviations standards relatives dans le temps en régime permanent ne constitue pas non plus un bon choix ; dans l'exemple de la figure 3.31B, nous obtiendrions en effet une moyenne en sortie supérieure à celle de l'entrée signifiant que la sortie est moins bien mélangée que l'entrée, ce qui est impossible.

Nous cherchons à quantifier la capacité du mélangeur dans le cas le plus difficile, c'est-à-dire au niveau de déviation maximum. Le choix d'un point maximum n'est pas aisé dans le cas de certains essais en raison de la dispersion des valeurs. Une première approche sera alors effectuée en prenant la moyenne des pics maximaux.

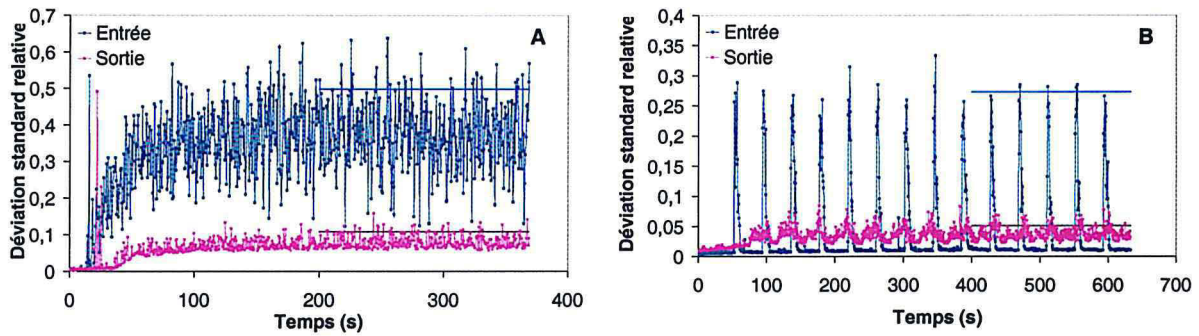


Fig. 3.31 Exemples de type de variation de la déviation standard relative à la moyenne des conductivités sur la section de conduite en fonction du temps

L'indice de mélange IH_s sur la section de conduite est ensuite obtenu selon le même principe que l'indice d'homogénéisation dans le temps (fig.3.32) :

- mélange homogénéisé à 100% lorsque $\sigma_{\text{sortie}} = \sigma_{\text{résiduel}}$, $\sigma_{\text{résiduel}}$ correspondant à l'amplitude du signal obtenu lors de la circulation de masse blanche seule
- mélange nul lorsque $\sigma_{\text{sortie}} = \sigma_{\text{entrée}}$ soit 0%
- mélange effectif :

$$IH_s = \frac{100}{\sigma_{\text{entrée}} - \sigma_{\text{résiduel}}} * (\sigma_{\text{entrée}} - \sigma_{\text{sortie}})$$

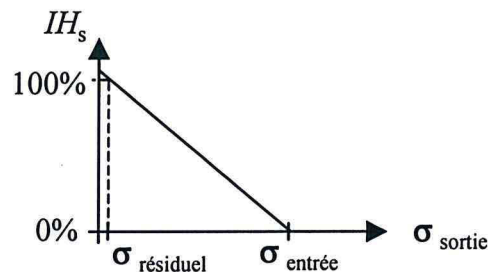


Fig. 3.32 Définition de l'indice d'homogénéisation dans la section de conduite

IV.1.4 Précision de la méthode

IV.1.4.1 Capteurs

Les capteurs ne peuvent être étalonnés manuellement (réglage obligatoire par le fournisseur). On observe cependant une différence de mesure entre les deux capteurs de tomographie. On vérifie alors que l'erreur de mesure observée est acceptable.

• Etude sur de l'eau salée

On compare les valeurs de MBR d'une eau salée, de conductivité équivalente à celle de la masse blanche modèle, obtenues par les capteurs de tomographie à celle mesurée par une sonde de conductivité. Pour déterminer la concentration en sel nécessaire à l'obtention

d'une solution de conductivité proche de celle de la masse blanche, soit $0,5 \text{ S.m}^{-1}$, on détermine une courbe d'étalonnage (fig.3.33). 100 kg de solution contenant 226 g de sel sont alors préparés. La conductivité mesurée par la sonde est de $0,47 \text{ S.m}^{-1}$, soit une valeur équivalente en MBR de $2,12 \text{ S}^{-1}$.

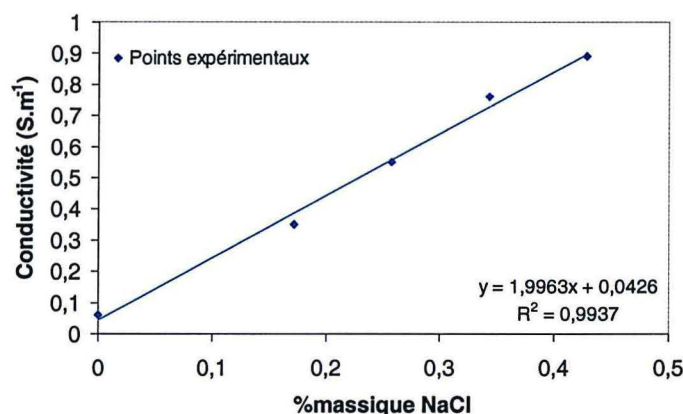


Fig. 3.33 Courbe d'étalonnage de conductivité de solutions salées

L'eau salée est circulée dans la ligne et différentes mesures sont effectuées. Les résultats sont représentés sur la figure 3.34.

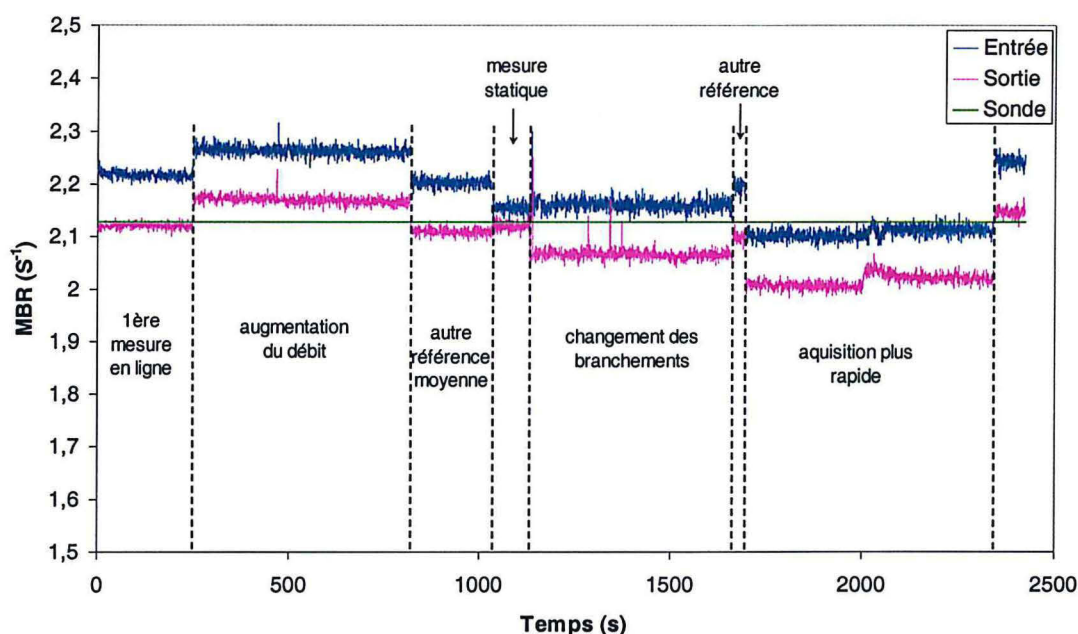


Fig. 3.34 Valeurs de MBR obtenues par les capteurs de tomographie sur de l'eau salée

L'acquisition des données est arrêtée entre chaque modification de paramètres. On constate que les valeurs de MBR ne se situent jamais au même niveau, même si les mesures ont la même référence. D'autre part, le capteur placé en entrée surévalue les valeurs de MBR alors que celui placé en sortie les sous-évalue. Les comparaisons des minima et maxima obtenus pour les deux capteurs sont récapitulées dans le tableau 3.17.

Capteur	Entrée	Sortie
Max (S^{-1})	2,26	2,17
Min (S^{-1})	2,11	2,02
Déviatio n %	7,1	7,3

Tab. 3.17 Valeurs maximales et minimales de MBR et écarts relatifs à la moyenne des deux pour les deux capteurs de tomographie (fig. 3.34)

La précision des capteurs (7%) est acceptable. L'écart maximum observé entre les deux capteurs est de 4,5%. Nous allons maintenant vérifier ces résultats sur la masse blanche modèle.

• *Etude en condition d'essai sur la masse blanche modèle*

On compare les valeurs de MBR obtenues en début de chaque essai sur la masse blanche modèle seule pour les deux capteurs entrée et sortie en déterminant l'écart rapporté à la moyenne des deux. Les résultats, classés par fréquence en fonction de l'importance de l'écart relatif, sont représentés sur la figure 3.35.

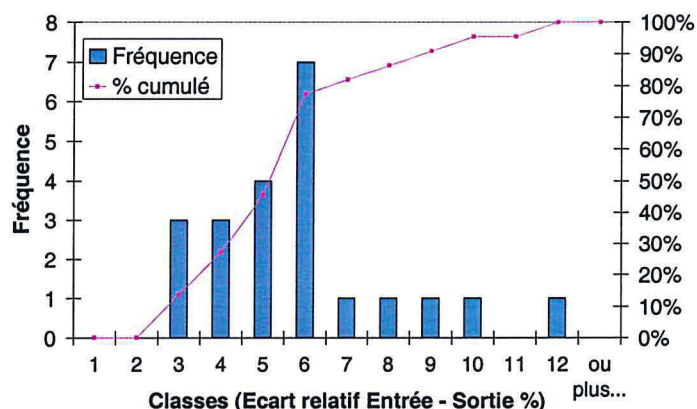


Fig. 3.35 Répartition des écarts relatifs entre les capteurs de tomographie Entrée et Sortie

L'écart constaté entre les deux capteurs est le plus souvent inférieur à 6% mais il est possible qu'il atteigne 12%. Ces valeurs sont supérieures à celle de 4,5% obtenue sur de l'eau salée. On considérera cependant cet écart acceptable (inférieur à 10% le plus souvent).

IV.1.4.2 Analyse

Pour vérifier la reproductibilité de la mesure de tomographie, nous disposons des données de trois essais différents du même point de plan d'expériences. Les signaux Entrée et Sortie de ces essais sont représentés sur la figure 3.36.

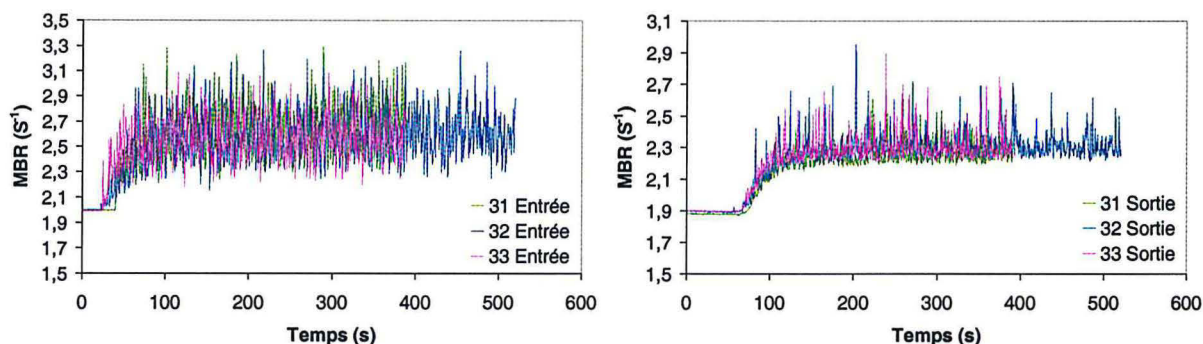


Fig. 3.36 Comparaison des signaux de MBR donnés par les capteurs de tomographie pour trois essais différents du même point de plan d'expériences

Les courbes se superposent bien et l'amplitude obtenue est du même ordre pour les trois essais. La méthode est donc bien reproductible.

IV.2 Evaluation de la dispersion des particules dans l'espace par une méthode visuelle

Après avoir quantifier l'efficacité du mélangeur, il s'agit également de vérifier l'acceptabilité du mélange en sortie. En effet, il ne doit plus subsister de bouchons de masse blanche seule et la répartition spatiale des particules doit être la plus homogène possible.

Pour évaluer ces deux aspects, les résultats obtenus en tomographie électrique sont vérifiés ou complétés par la visualisation des films du viseur placé en sortie de mélangeur. Il s'agit cette fois d'évaluer la dispersion spatiale et temporelle des particules et non de la préparation modèle (tomographie électrique).

IV.2.1 Acceptabilité du degré de mélange dans le temps

Pour déceler l'existence de zone sans particules, on observe tout d'abord les courbes de MBR en fonction du temps en sortie de mélangeur. Différentes situations sont possibles : deux essais différents pour lesquels l'amplitude de variation de MBR est la même sont représentés sur la figure 3.37. Ils ne peuvent cependant être considérés comme équivalents car dans le cas du signal de type A, il subsiste de grandes zones sans préparation et donc sans particules (retour à la ligne de base) alors que ce n'est pas le cas dans l'exemple B. Le mélange A ne sera pas acceptable alors que le B le sera.

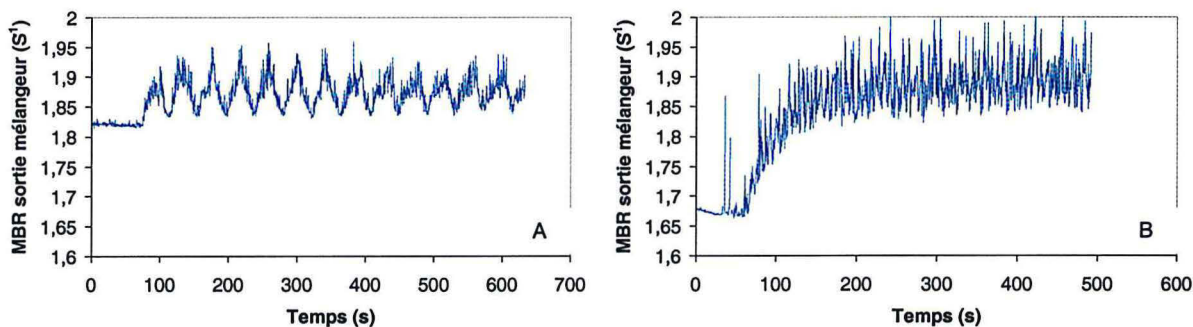


Fig. 3.37 Différents types de signaux de résistivité moyenne obtenus en sortie de mélangeur

Nous validons les observations effectuées sur les courbes de MBR par les films du viseur en sortie. Nous affecterons alors la valeur « oui » ou « +1 » aux signaux d'allure sinusoïdale et « non » ou « -1 » aux autres, le but étant de déterminer quelle combinaison de facteurs est à éviter pour ne pas se retrouver dans la configuration de type A.

Ceci est une approche visuelle. Dans certains essais, les films du viseur en sortie permettent d'observer également de courtes zones sans particules. Ceci ne peut cependant être visualisé par la tomographie électrique qui considère la préparation dans son ensemble et non les particules. D'autre part, une observation visuelle ne serait dans ce cas toutefois pas assez précise et plutôt dépendante de l'observation de l'opérateur. Les résultats donnés dans ce paragraphe concernent les conditions dans lesquelles il est sûr d'obtenir de gros bouchons en sortie.

IV.2.2 Acceptabilité du degré de mélange dans l'espace

Le viseur en sortie nous permet d'établir trois types d'écoulement, deux stratifiés et un relativement homogène. Ceux-ci sont récapitulés sur la figure 3.38.

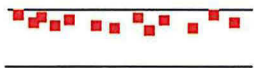
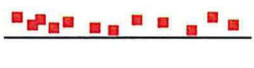
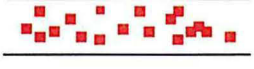
Type d'écoulement	Allure de l'écoulement	Réponse
Stratifié haut		« haut »
Stratifié bas		« bas »
Homogène		« milieu »

Fig. 3.38 Types d'écoulements rencontrés en sortie de mélangeur

Les réponses sont attribuées visuellement. Les qualifications d'écoulement stratifié, haut ou bas, sont effectuées que s'il n'y a aucun doute possible. Sinon, l'essai est qualifié d'homogène (« milieu ») en notant parallèlement la tendance observée pour la confirmation de l'impact des facteurs influents.

IV.3 Mesure de la dispersion des temps de séjours des particules

Lors de cette analyse, nous cherchons à quantifier le temps de séjour moyen des particules et leur dispersion. Les résultats pourront être mis en relation avec ceux de perte d'intégrité des particules et d'homogénéité du mélange pour déterminer s'il existe une interaction entre eux. Les paramètres influant sur le temps de séjour moyen et sur la

dispersion seront interprétés directement avec le plan d'expériences. Enfin, pour évaluer l'influence de paramètres autres que le débit total (ayant nécessairement un impact sur le temps de séjour), nous évaluerons également le temps de séjour des particules rapporté au temps de passage moyen de l'ensemble du mélange.

IV.3.1 Dispositif expérimental

- Capteurs

Pour mesurer les temps de séjour des particules, nous disposons des capteurs mis au point par Welfringer (1997). Comme nous l'avons présenté au Chapitre I (Cf. § II.2.2.3.2), le principe consiste à détecter le passage des particules tracées avec des billes de fer en mesurant les variations de courant induit par le passage de ces billes dans des bobines de cuivre.

Un capteur magnétique est constitué de deux demi-coquilles facilitant son installation sur la conduite (fig. 3.39). Chaque demi-coquille contient une bobine plate (1200 spires de fil de cuivre émaillé de 0,18 mm de diamètre) et un aimant en demi-cercle (céramique anisotrope, BLS Magnet) dont l'orientation est primordiale en ce qui concerne la sensibilité du capteur. C'est en effet d'elle que dépend la répartition des lignes de champs dans le disque intérieur du capteur.

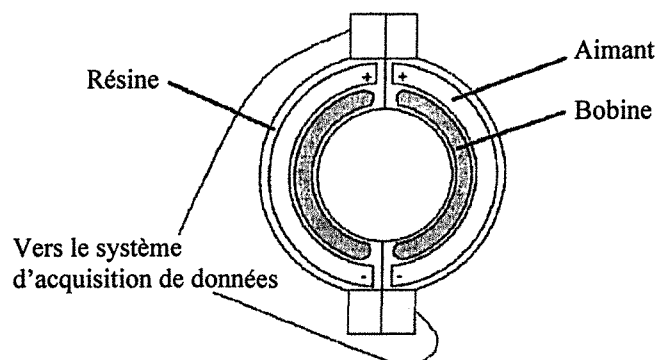


Fig. 3.39 Principe des capteurs magnétiques de mesure des temps de séjour

L'ensemble aimant-bobine est placé dans un support en fer doux et coulé dans une résine de façon à supprimer tout mouvement relatif des aimants par rapport aux bobines et des spires des bobines entre elles. Les capteurs ayant été développés pour des conduites de 50 mm alors que celles du pilote d'étude sont de 38 mm, des cales en téflon sont utilisées pour bien centrer le capteur autour de la conduite. Ceux-ci doivent notamment être bien serrés pour éviter un bruit trop important.

- Système d'acquisition

Le signal obtenu est tout d'abord filtré avant d'être amplifié 5000 fois. Il en résulte une sensibilité très élevée des capteurs ; tout parasite risque de masquer le signal. En ce sens, l'armoire de commande du mélangeur dynamique a dû être désolidarisée et éloignée de la ligne pilote pour éviter les interférences (fig.3.40).

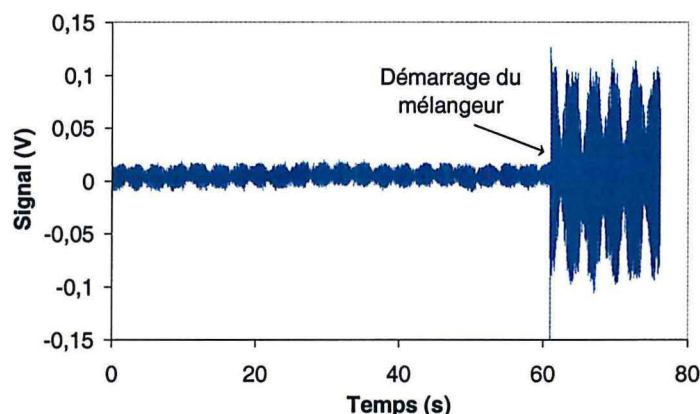


Fig. 3.40 Interférences dues au fonctionnement du mélangeur sur le signal des capteurs DTS (armoire de commande solidaire)

Le signal brut est transféré via des modules d'acquisition Fieldpoint au système de traitement des données utilisant l'environnement de programmation graphique Labview 6 (ensemble de National Instruments). Il permet le suivi du signal en temps réel pour vérifier le bon déroulement de l'analyse. Les fichiers de données générés sont compatibles avec Excel.

- Choix du type de traçage des particules

Les particules sont tracées en y insérant manuellement des billes d'acier. Les billes ont l'avantage d'être sphériques et calibrées et sont ainsi toujours observées de la même façon par les capteurs. Différentes tailles ont été testées (1,5 - 2 - 3 mm). Le choix s'est effectué en relation avec la variation de masse de particule engendrée par l'addition de la bille et avec l'amplitude du signal observé. Les billes de 3 mm entraînent une augmentation trop importante de la masse des particules de 6 mm (tab.3.17). Les deux autres tailles de billes semblent convenir avec une petite réserve pour les billes de 2 mm insérées dans les particules de 6 mm (14% d'augmentation de masse).

Taille des particules (mm)	Masse moyenne des particules (g)	% masse supplémentaire Billes 3 mm	% masse supplémentaire Billes 2 mm	% masse supplémentaire Billes 1,5 mm
6	0,26g	46,5	13,9	6,0
9	0,88	13,8	4,1	1,8
12	2,09	5,8	1,7	0,75

Tab. 3.17 Récapitulatif des valeurs d'augmentation de masse des particules modèles engendrée par la présence des billes d'acier

Cependant, le signal obtenu avec les billes de 1,5 mm est un peu faible en comparaison du bruit. Pour bien visualiser le passage des particules, on choisit alors de les tracer par des billes de 2 mm.

- Système d'injection des particules tracées

Welfringer (1997) propose un système de by-pass pour l'injection des particules tracées. Nous disposons cependant d'un autre système composé d'une colonne d'injection équipée d'un viseur et d'une vanne à air comprimé (fig.3.41). Une centaine de particules mélangées à de la masse blanche modèle sont introduites dans le système avant d'être injectées dans la ligne de mélange après ouverture de la vanne et par action de l'air comprimé sur le dessus. Cette méthode d'injection peut induire une perturbation ; les particules tracées seront alors injectées de façon à influencer le moins possible la concentration globale de particules et éviter l'introduction d'air dans la ligne de mélange (injection continue à vitesse contrôlée par le viseur).

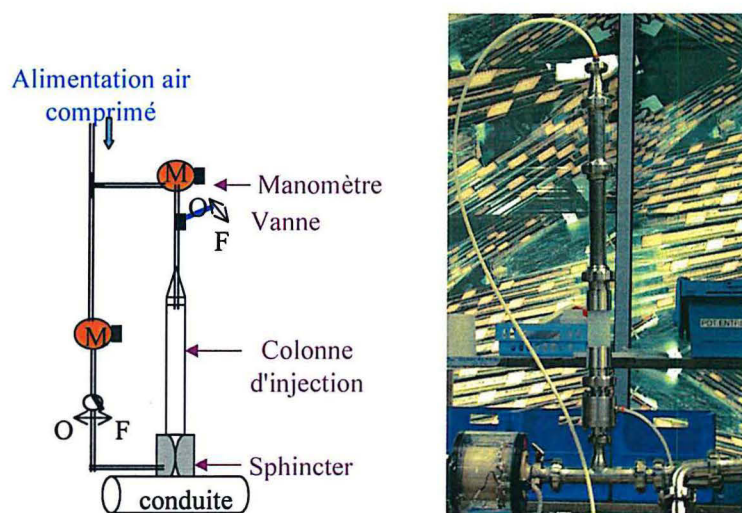


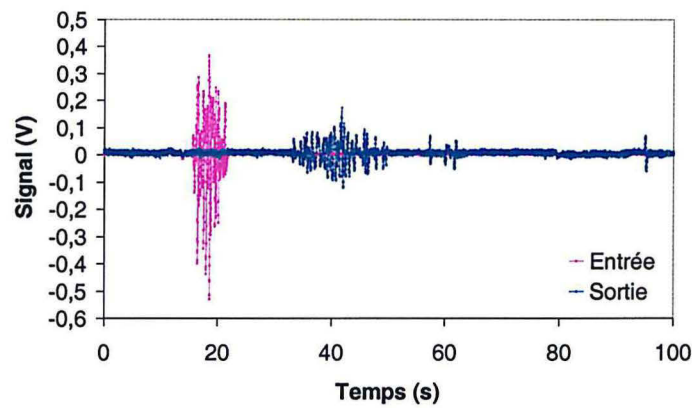
Fig. 3.41 Injecteur de particules – Principe et illustration

IV.3.2 Méthodologie

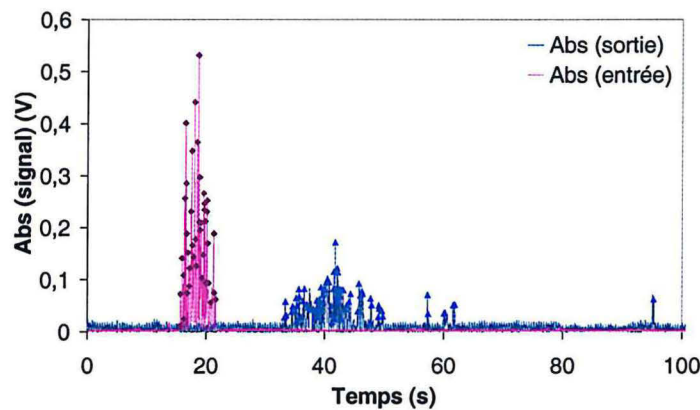
Le principe de détermination des temps de séjour moyens des particules $\bar{t}_s$ est récapitulé sur la figure 3.42. Le signal brut est pris en valeur absolue pour ne négliger aucune particule.

Les temps de séjour minimaux et maximaux des signaux entrée et sortie sont également relevés pour déterminer la dispersion. Celle-ci est définie comme le rapport de la dispersion du signal de sortie sur celle du signal d'entrée.

ETAPE 1 : OBTENTION DES COURBES BRUTES



ETAPE 2 : DÉTERMINATION DES PICS



ETAPE 3 : DÉTERMINATION DES TEMPS MOYENS – SIGNAUX ENTRÉE ET SORTIE

$$\overline{t}_{\text{entrée}} = \frac{\sum t * x_i^{\text{entrée}} * \Delta t}{\sum x_i^{\text{entrée}} * \Delta t} \quad \overline{t}_{\text{sortie}} = \frac{\sum t * x_i^{\text{sortie}} * \Delta t}{\sum x_i^{\text{sortie}} * \Delta t}$$

avec $x_i^{\text{entrée}}$ et x_i^{sortie} les valeurs des pics
et Δt l'intervalle de temps d'acquisition

ETAPE 4 : DÉTERMINATION DU TEMPS DE SÉJOUR MOYEN DES PARTICULES

Relation de Van der Laan :

$$\overline{t}_s = \overline{t}_{\text{sortie}} - \overline{t}_{\text{entrée}}$$

Fig. 3.42 Principe de détermination des temps de séjour moyens des particules

Le temps de séjour moyen est également comparé au temps de passage t_p de l'ensemble du mélange. Celui-ci est calculé de la façon suivante :

$$t_p = \frac{V}{Q}$$

avec V le volume libre entre les deux capteurs et Q le débit total

Le volume entre les capteurs magnétiques est égal au volume du mélangeur augmenté de celui des conduites, soit 4,525 l.

IV.3.3 Précision de la méthode

IV.3.3.1 Capteurs

Des études préliminaires ont été réalisées pour vérifier la linéarité des signaux avec la quantité de billes magnétisées. Pour ce faire, on injecte entre 1 et 40 particules de 12 mm tracées à l'aide de billes de 2 mm. Les particules s'écoulent dans de l'eau et le mélangeur a été retiré pour éviter que les particules ne restent coincées. Le débit est de 450 l.h⁻¹, correspondant à l'ordre de grandeur des débits étudiés.

Les pics (positifs et négatifs) obtenus lors du passage des billes sont additionnés en valeur absolue pour donner l'amplitude totale du signal correspondante. La proportionnalité de cette amplitude avec le nombre de billes est alors vérifiée (fig.3.43).

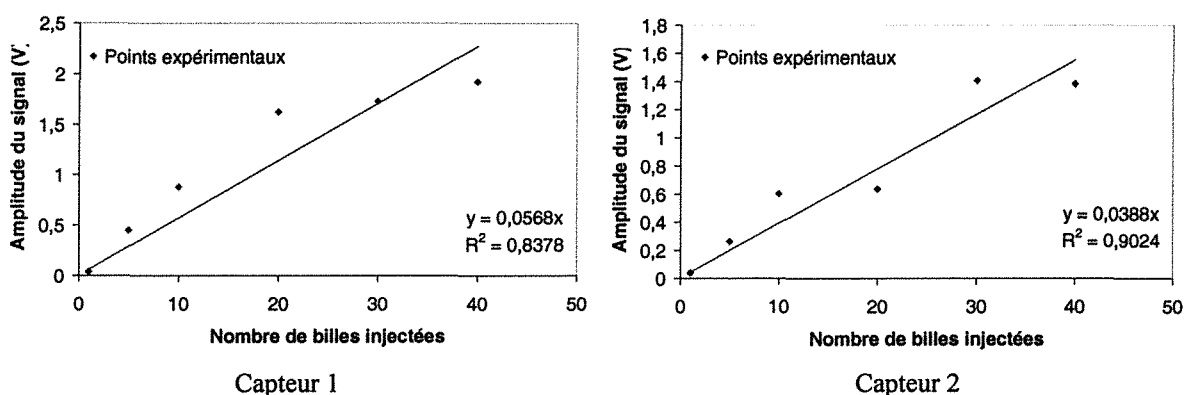


Fig. 3.43 Vérification de la linéarité du signal en fonction du nombre de billes injectées

La linéarité des capteurs est satisfaisante, avec des coefficients de régression supérieurs à 0,83. Les deux capteurs n'ont pas cependant pas la même précision, ceci rejoignant le fait qu'ils n'aient pas la même sensibilité. La différence entre les deux capteurs vient principalement du fait qu'il s'agit de produits développés artisanalement.

IV.3.3.2 Répétabilité

Pour vérifier la répétabilité des valeurs des temps de séjour moyens malgré une injection et une précision de capteurs perfectibles, trois mesures de temps de séjour moyen sont effectuées dans les mêmes conditions lors d'un essai. On obtient les valeurs regroupées dans le tableau 3.18.

Temps de séjour moyen (s)	
Essai 1	64,3
Essai 2	66,5
Essai 3	60,8
Moyenne	63,9
Ecart type	2,9
%	4,5

Tab. 3.18 Répétabilité de la détermination des temps de séjour moyens des particules

La détermination du temps de séjour moyen des particules effectuée à l'aide des capteurs magnétiques est bien répétable. La précision est d'environ 3 s.

CHAPITRE IV
RÉSULTATS
ANALYSE ET DISCUSSION

I. MISE EN SUSPENSION DES PARTICULES MODÈLES – OBSERVATIONS

Les conditions de mise en suspension des particules ont été optimisées à l'aide des résultats obtenus par Belaubre (2000) (Cf. Chapitre II § II.3.1). Il est nécessaire cependant de caractériser la préparation de fruits modèle fabriquée avant son utilisation dans la ligne pilote.

I.1. Qualité de la distribution en taille des particules

Une suspension de bonne qualité du point de vue de la distribution en taille des particules est une suspension pour laquelle la distribution est serrée autour de la valeur médiane. Lors des différentes fabrications, on observe cependant deux types de courbes, l'une correspondant à une distribution gaussienne (fig.4.1a) et l'autre proposant un palier au niveau des petites tailles (fig.4.1b). Dans le premier cas cité, l'échantillon de particules est très peu dégradé, notamment lorsque la pente de la distribution est élevée. Dans le deuxième cas, on constate l'existence de particules de taille inférieure à la cible ; les particules incorporées initialement dans le fluide suspensif ont été dégradées.

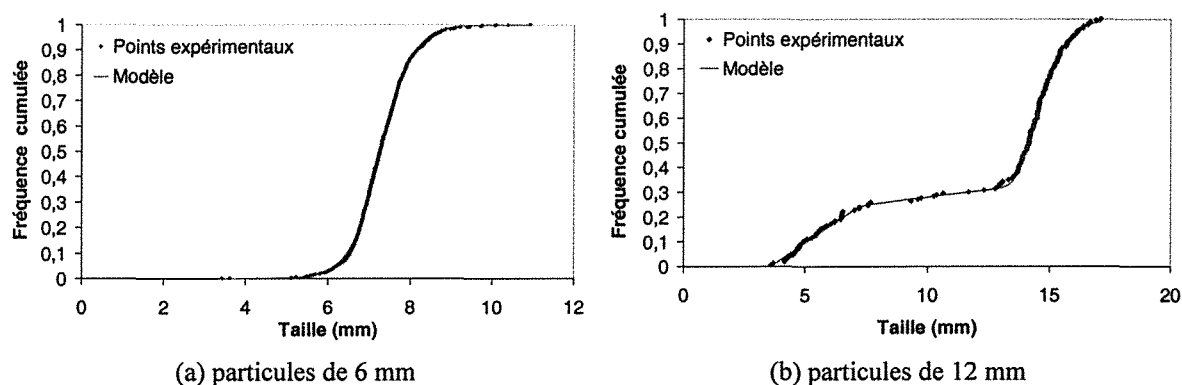


Fig. 4.1 Exemples de distribution de tailles obtenues sur deux échantillons de produits différents en sortie de cuve de préparation de fruits modèle

Nous avons présenté dans le chapitre III les différents paramètres caractérisant l'allure de la courbe de distribution de taille (Cf. fig.3.12). La présence des petites particules est caractérisée par la pente à l'origine de la courbe (coefficient a_1) : plus elle est importante et plus le nombre de petites particules est élevé. On relève alors les paramètres a_1 obtenus pour chacune des distributions de tailles de particules de préparations modèles fabriquées à l'aide du Paravisc® pour déterminer le ou les paramètres influant le plus sur la dégradation des particules lors de la mise en suspension.

On constate que la taille est le paramètre le plus critique (fig.4.2). Les particules de 6 mm présentent toujours une distribution de taille de forme gaussienne ($a_1 = 0$) alors que les grosses particules de 12 mm sont systématiquement dégradées ($a_1 \neq 0$). Les particules de 9 mm se situent dans une gamme de dégradation intermédiaire.

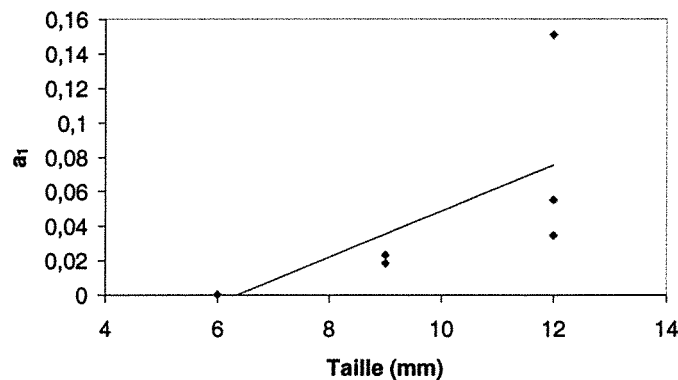


Fig. 4.2 Coefficient a_1 de distribution de tailles en fonction de la taille cible des particules – particules mises en suspension avec le Paravisc®

Dans une moindre mesure, l'indice de consistance k du fluide suspendant influe également sur la qualité de la préparation de fruits modèle. Dans le cas des grosses particules, plus le fluide est visqueux, plus les particules sont dégradées (fig.4.3).

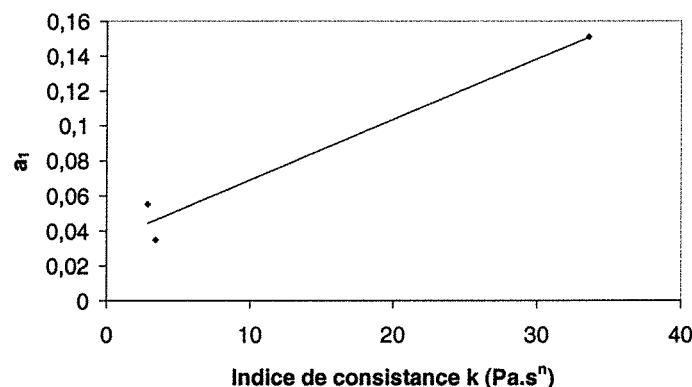


Fig. 4.3 Coefficient a_1 de distribution de tailles en fonction de l'indice de consistance k du fluide suspendant pour des échantillons de 12 mm de taille cible – particules mises en suspension avec le Paravisc®

Il est important de retenir que les distributions en taille des particules contenues dans les préparations de fruits modèles utilisées n'ont pas la même allure selon la taille cible de particule recherchée. Il est notamment difficile d'obtenir une préparation modèle de grosses particules non dégradées même si celle-ci reste tout de même acceptable pour la réalisation des plans d'expériences.

1.2 Qualité de l'homogénéité de la suspension

Il s'agit de vérifier que la concentration de la préparation modèle est uniforme dans la cuve. Lors de la réalisation des essais concernant l'étude de la dégradation des particules à travers la pompe doseuse, des échantillons de préparation modèle ont été prélevés à trois niveaux de la cuve (haut, milieu, bas). L'essai n°4 du plan A (étude de la pompe doseuse) a été reproduit trois fois (Essai 1, 2, 3 ; fig.4.4). Seule la fermeté des cubes de gel est différente entre les essais avec une concentration cible de 25% massique en particules. On constate alors que la suspension n'est pas tout à fait homogène. Les concentrations en particules en bas de la

cuve sont plus faibles, aux environs de 16,7% alors qu'elles sont proches de la cible au milieu et légèrement supérieures en haut de la cuve (fig.4.4).

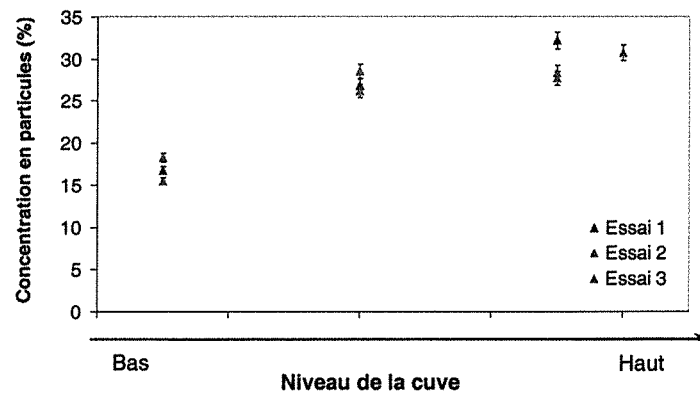


Fig. 4.4 Evolution de la concentration en particules dans la cuve de préparation
Plan A n°4 – Particules de 12 mm

La difficulté d'obtention d'un profil de concentration homogène à l'aide du Paravisc® dans la cuve se retrouve pour tous les essais de l'étude de la pompe doseuse, même si l'allure n'est pas toujours dans le même sens (fig.4.5).

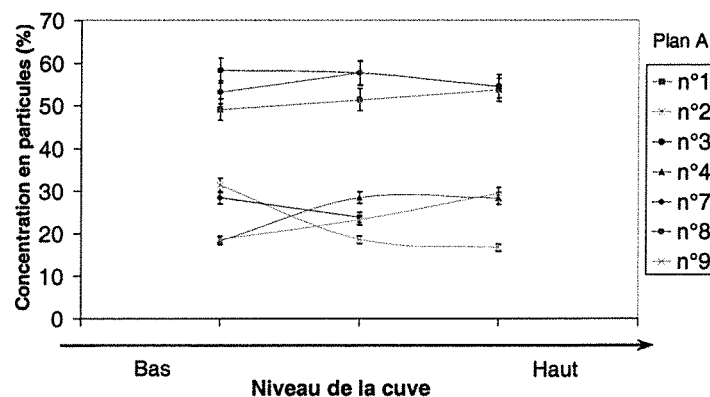


Fig. 4.5 Evolution de la concentration en particules dans la cuve pour les essais du plan A

Le facteur critique d'obtention d'une suspension homogène est l'indice de consistance k du fluide suspendant : plus il est visqueux et plus l'écart de la concentration mesurée à la concentration cible est élevé (fig.4.6).

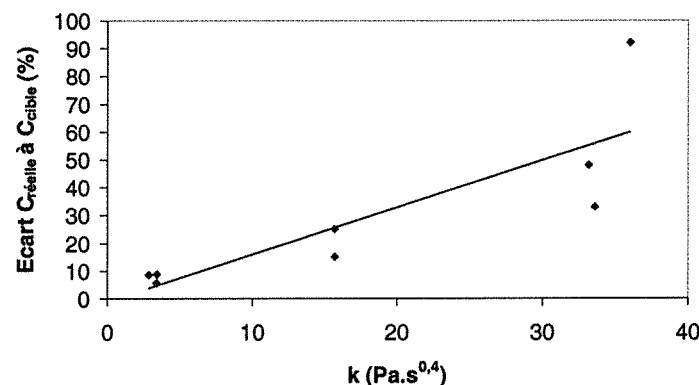


Fig. 4.6 Evolution de l'écart relatif entre la concentration mesurée et la concentration cible en fonction de l'indice de consistance du fluide suspendant – fabrications réalisées à l'aide du Paravisc®

On considère cependant que les concentrations obtenues atteignent raisonnablement les niveaux requis par le plan d'expériences (fig.4.5). Dans les cas où le mélange est difficile à obtenir (fluide visqueux, concentrations élevées), l'homogénéité de la suspension a été améliorée manuellement pour éviter de dégrader davantage les particules en agitant plus longtemps avec le mobile Paravisc®. Les valeurs réelles des concentrations seront utilisées pour l'interprétation des plans d'expériences.

1.3 Conclusions

Il n'y donc pas de garantie d'obtention d'une suspension d'excellente qualité en taille et en concentration. Les valeurs cibles, principalement en ce qui concerne les hautes concentrations, sont difficiles à atteindre. En conséquence, les valeurs réelles des concentrations seront prises en compte dans l'interprétation des plans d'expériences. En ce qui concerne la taille des particules, nous conserverons la taille cible comme facteur caractéristique de différenciation des échantillons de petites, moyennes et grosses particules, même si cette approche est quelque peu réductrice. L'allure de la distribution en taille ne peut pas être en effet décrite par un unique paramètre.

D'autre part, des petites fluctuations apparaissant entre les différentes fabrications, les valeurs de fermeté des gels et d'indice de consistance du fluide suspendant seront également prises à leur niveau réel.

II. RÉSULTATS

II.1 Plan d'expériences A – valeurs des facteurs et réponses

Le plan d'expériences A est lié à l'étude de la perte d'intégrité des particules dans la pompe doseuse. La seule réponse analysée dans le cadre de ce plan est donc le critère « *PI* Pompe doseuse » tel que défini dans le chapitre III.

Nous avons vu au paragraphe précédent que les valeurs cibles des facteurs produits n'étaient pas toujours atteintes de façon rigoureuse. Nous considérerons pour l'interprétation du plan les valeurs réelles de ces facteurs. L'ensemble des valeurs des facteurs et du critère de perte d'intégrité du plan d'expériences A est récapitulé dans le tableau 4.1.

N°	k (Pa.s ^{0,4})	Fermeté (kPa)	C _{cubes→prep} (%massique)	Taille cible (mm)	% Ouverture	Débit (l/h)	<i>PI</i> Pompe doseuse
1	3,05	11,3	51,4	12	70	20	0,51
2	30,6	26,3	18	6	70	20	0,00
3	3,8	24,8	57,7	6	30	150	0,24
4	3,91	28,2	28,5	12	30	20	3,12
5	14,99	22,1	38,1	9	50	80	0,93
6	37,4	13,7	49	6	30	20	0,15
7	24,2	13,2	28,4	12	30	150	0,82
8	35,002	29,0	53,2	12	70	150	1,55
9	3,4	13,7	20,1	6	70	150	0,00

Tab. 4.1 Plan d'expériences A pour l'étude de la pompe doseuse et réponse du critère de perte d'intégrité

II.2 Plan d'expériences B – valeurs des facteurs et réponses

En ce qui concerne le plan d'expériences B, un grand nombre de réponses est analysé : il s'agit principalement d'informations concernant le mélangeur dynamique mais il permet également d'analyser la perte d'intégrité des particules à travers la pompe doseuse. En effet, lors de la réalisation des essais du plan, des prélèvements d'échantillons de produits ont été effectués en sortie de cuve et en entrée de mélangeur. Entre ces deux points, le principal élément critique au niveau de la perte d'intégrité des particules est la pompe de la préparation de fruits modèle, l'hypothèse étant faite que les pertes sont négligeables dans les conduites et au niveau du té. On interprète alors également le plan B par rapport au critère « *PI* pompe doseuse ». Les paramètres concernant le mélangeur dynamique ne doivent pas, en toute logique, ressortir influents.

De même que pour le plan A, les valeurs des facteurs « produits » n'atteignent pas les niveaux cible de façon rigoureuse ; le plan sera interprété avec les valeurs réelles. Les valeurs des facteurs sont récapitulées dans le tableau 4.2 et celles des réponses dans le tableau 4.3. La colonne « Fréquence pompe » (tab.4.3) n'est pas une réponse à proprement dite dans le sens où l'on ne cherche pas à déterminer les paramètres influant sur cette valeur (elle est fixée par les contraintes de concentration en préparation et de pourcentage d'ouverture de la chambre de la pompe). Il s'agit dans ce cas de donner les éléments utilisés par la suite dans l'explication de certains résultats.

N° Essai	k (Pa.s ⁿ)	C _{cubes→prep} (%)	Taille (mm)	Fermeté (kPa)	C _{prep→MB} (%)	Débit (l/h)	Vitesse rotation (tr.min ⁻¹)	Sens rotation	Sens alim.	% Ouverture
1	3,71	23,4	12	15,7	5	598,6	90	L1	Haut	70
2	3,40	52,0	6	36,8	25	593,0	90	L1	Bas	70
3	14,40	35,1	9	21,8	15	501,1	145	L1	Haut	50
4	32,24	23,7	12	25,5	25	396,8	90	L2	Haut	30
5	2,87	22,9	12	15,3	25	600,0	200	L1	Bas	30
6	33,75	17,0	6	10,5	25	396,0	90	L2	Bas	70
7	37,10	44,6	12	17,0	5	395,1	200	L1	Bas	70
8	3,97	41,0	6	15,5	25	403,7	200	L1	Haut	30
9	31,12	19,0	6	27,2	5	594,5	200	L2	Bas	30
10	15,72	30,0	9	23,2	15	496,3	145	L2	Bas	50
11	34,70	42,0	6	14,3	5	596,8	90	L2	Haut	30
12	3,44	50,2	12	30,1	5	394,8	90	L2	Bas	30
13	15,72	34,0	9	23,2	15	501,2	145	L1	Bas	50
14	32,16	47,5	12	28,6	25	560,8	200	L1	Haut	70
15	4,32	26,7	6	30,0	5	395,6	200	L2	Haut	70
16	14,40	30,8	9	21,8	15	495,0	145	L2	Haut	50

*Sens de rotation : L2 = paroi ; L1 = centre

Tab. 4.2 Valeurs réelles des facteurs du plan d'expériences B

N° Essai	<i>PI</i> Pompe doseuse	<i>PI</i> Mélangeur	$\bar{t}_s$ (s)	t_{disp} (s)	IH_t (%)	IH_s (%)	Bouchons en sortie	Disposition particules	Fréquence pompe (coups/min)
1	1,00	1,75	24,9	5,8	92,4	70,1	Oui	Milieu	2,3
2	0,02	0,23	23,1	9,7	81,0	64,8	Non	Milieu	11,4
3	0,30	0,63	26,5	11,5	87,1	67,5	Non	Haut	8,0
4	2,10	2,22	36,9	5,1	53,9	52,3	Non	Milieu	17,8
5	0,50	2,09	22,5	5,1	91,1	78,2	Non	Milieu	26,7
6	0,02	0,44	64,3	9,2	92,7	83,8	Non	Milieu	7,6
7	1,10	2,15	38,6	8,1	92,2	80,2	Oui	Milieu	1,5
8	0,77	0,56	18,8	6,9	70,0	45,1	Non	Haut	17,8
9	0,20	0,00	41,9	14,7	88,5	72,1	Non	Bas	5,3
10	0,30	1,10	48,2	7,3	91,8	79,6	Non	Bas	8,0
11	0,91	0,00	30,8	11,7	85,4	73,1	Non	Milieu	5,3
12	2,44	2,01	56	18,8	89,6	60,7	Non	Milieu	3,6
13	0,45	0,15	23,6	4,9	87,8	74,0	Non	Milieu	8,0
14	2,46	0,74	22,3	4,3	42,9	43,8	Non	Haut	11,4
15	0,21	0,39	47,2	6,6	89,5	81,4	Oui	Milieu	1,5
16	0,51	0,92	23,7	7,9	91,0	77,8	Non	Milieu	8,0

Tab. 4.3 Valeurs des différentes réponses obtenues dans le cadre de la réalisation du plan d'expériences B

III. PERTE D'INTÉGRITÉ DES PARTICULES À TRAVERS LA POMPE DOSEUSE

III.1 Première étude – interprétation du plan d'expériences A

III.1.1 Résultats

Il s'agit de l'étude présentée dans le chapitre III (Cf. § I.2.1 et § II.2.3.1). Le plan d'expériences analysé ainsi que les valeurs du critère de perte d'intégrité « *PI* Pompe doseuse » obtenues pour chaque essai sont représentés dans le tableau 4.1.

Son interprétation, effectuée à l'aide du logiciel JMP de SAS Institute, donne les informations suivantes :

- la **taille** des particules est un facteur influant sur la perte d'intégrité ; plus les particules sont grosses et plus elles sont dégradées (fig.4.7 a).
- la **fermeté** des particules ressort également mais de façon moins marquée ; il s'agit plus d'une tendance. Le sens de variation est a priori étonnant : plus les particules sont fermes (au sens contrainte de rupture du test de pénétrométrie) et plus elles sont dégradées (fig.4.7 b).

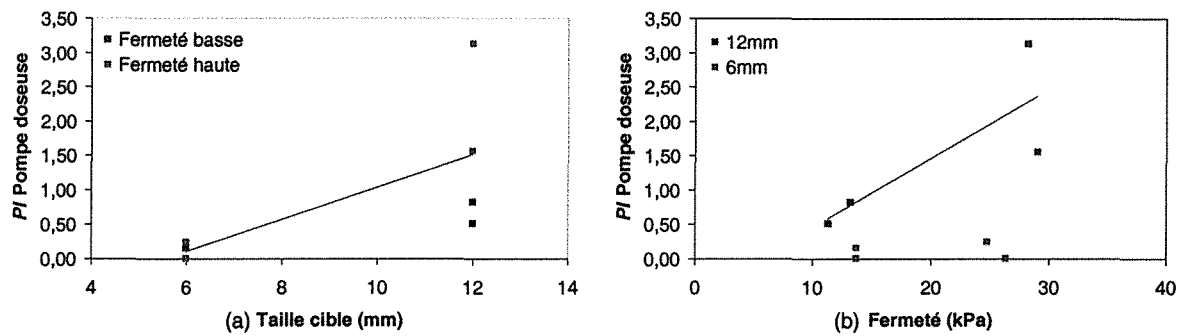


Fig. 4.7 Paramètres influant sur la perte d'intégrité des particules dans la pompe doseuse – Plan d'expériences A

On observe d'autre part une interaction entre les deux facteurs influents (fig.4.7b) : la fermeté influe fortement sur la dégradation des particules de 12 mm alors qu'elle n'a pas d'impact dans le cas des particules de 6 mm. Cette interaction est alors ajoutée au modèle.

On vérifie ensuite la position du point au centre : celui-ci est linéaire. On propose alors le modèle empirique suivant (tab.4.4 et validité fig.4.8) :

$$PI_{\text{pompe doseuse}} = \beta_0 + \beta_1 * d_p + \beta_2 * \sigma_{\text{rupt}} + \beta_3 * d_p * \sigma_{\text{rupt}} \quad (\text{Eq.4.1})$$

Indice i	Facteurs	β_i
0	Constante	0,9154
1	d_p , taille (mm)	-0,1097
2	σ_{rupt} , fermeté (kPa)	-0,1068
3	$d_p * \sigma_{\text{rupt}}$	0,01685

Tab. 4.4 Valeurs des coefficients du modèle empirique de perte d'intégrité des particules dans la pompe doseuse (eq.4.1) – Plan d'expériences A

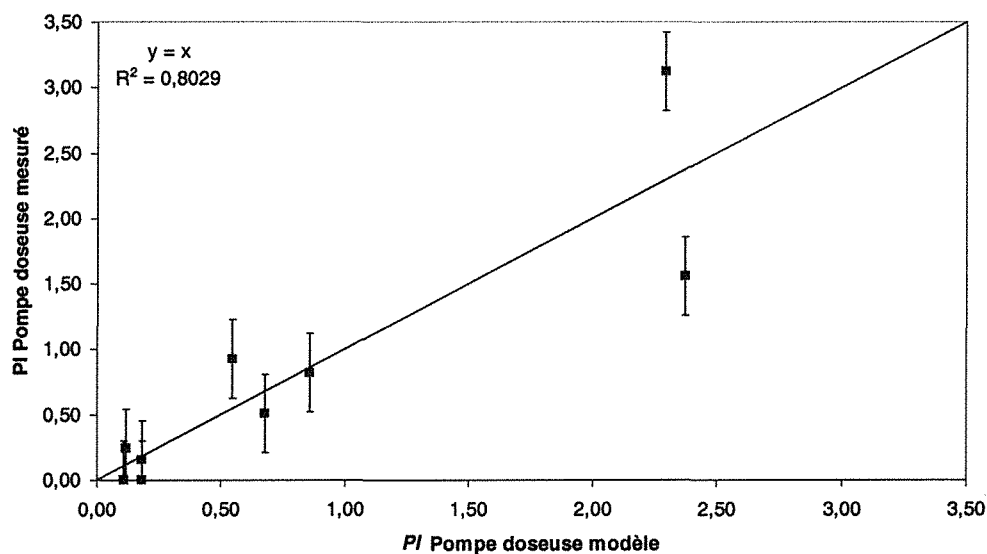


Fig. 4.8 Validité du premier modèle empirique de perte d'intégrité des particules dans la pompe doseuse (eq.4.1) – Plan d'expériences A

III.1.2 Discussion

Cette étude constitue une première approche de la détermination des paramètres influant sur la perte d'intégrité des particules dans la pompe doseuse. En effet, la méthodologie d'évaluation de la dégradation des morceaux a été mise en place lors de cette étude. Pour beaucoup d'essais, nous ne disposons que d'une seule courbe de distribution en taille. Comme nous l'avons vu au chapitre précédent, la précision évaluée à 0,6 en critère *PI* lorsque trois courbes sont disponibles est alors inférieure.

Deux paramètres ressortent tout de même : il s'agit de la taille et de la fermeté des particules. Compte-tenu des dimensions de l'équipement (conduite de 1 pouce soit 25 mm en entrée de pompe), les grosses particules (tab.4.5) n'ont pas un grand degré de liberté au sein de la conduite pour éviter d'être brisées lors de la fermeture du clapet, ce qui explique l'influence de la taille des particules.

d_p (mm)	$\sqrt{3} \cdot d_p$, taille max. (mm)
6	10,4
9	15,6
12	20,8

Tab. 4.5 Valeurs caractéristiques de la dimension des particules

En ce qui concerne la fermeté, on aurait plutôt attendu une dégradation plus importante pour les particules fragiles que pour les particules fermes. Cette observation doit être vérifiée.

Le modèle empirique proposé pose un problème physique du fait de la présence de la constante β_0 . Ceci indique qu'il y aurait perte d'intégrité même sans particules, ce qui est impossible. Celui-ci n'est cependant valable que dans le domaine de variation considéré. L'étude ne permet pas de connaître l'allure de la dépendance de la perte d'intégrité pour des tailles inférieures à 6 mm et supérieures à 12 mm et des fermetés extérieures au domaine 15 - 30 kPa.

Nous allons valider ces premiers résultats par une deuxième étude utilisant les résultats de l'analyse du plan d'expériences B.

III.2 Seconde étude – interprétation du plan d'expériences B

III.2.1 Résultats

Les valeurs réelles du plan d'expériences B ainsi que les valeurs du critère de perte d'intégrité « *PI* Pompe doseuse » sont regroupées dans les tableaux 4.2 et 4.3.

L'interprétation donne les informations suivantes :

- la taille et la fermeté des particules sont des paramètres influents (fig.4.9a,b). On retrouve donc les mêmes facteurs que ceux ressortis lors de l'étude précédente avec un sens de variation identique. On observe également une interaction forte entre taille et fermeté (fig.4.9b).
- la concentration en particules apparaît cette fois comme légèrement influente : plus la préparation est concentrée et plus les particules sont dégradées (fig.4.9c).

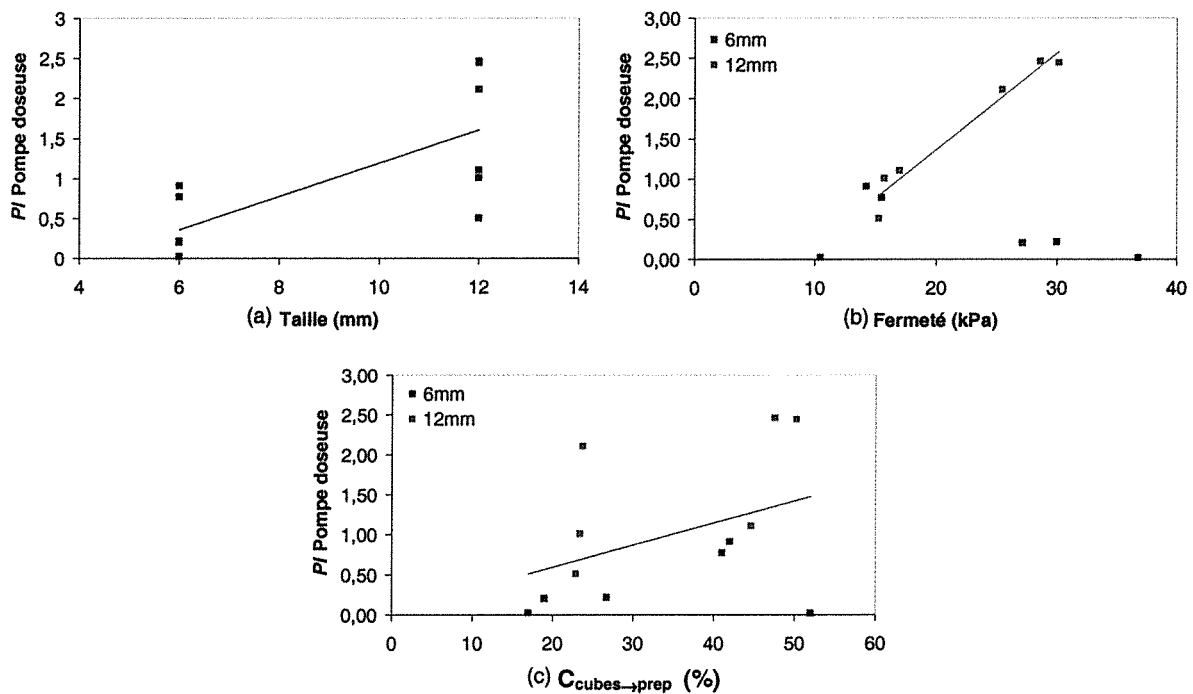


Fig. 4.9 Paramètres influant sur la perte d'intégrité dans la pompe doseuse – Plan d'expériences B

Le point au centre fait apparaître également un effet quadratique sur la taille (fig.4.10).

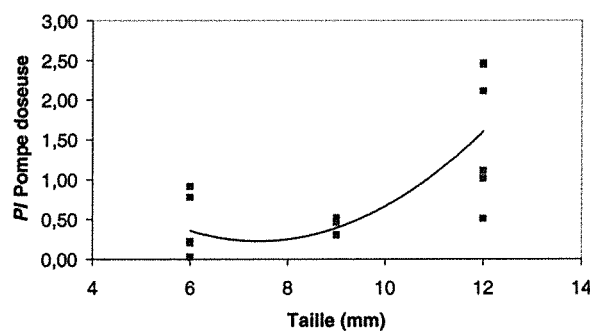


Fig. 4.10 Effet quadratique de la taille sur la perte d'intégrité des particules dans la pompe doseuse

On obtient alors un modèle empirique un peu plus développé que lors de la première étude (tab.4.6 et validité fig.4.11) :

$$PI_{\text{pompe doseuse}} = \beta_0 + \beta_1 * d_p + \beta_2 * \sigma_{\text{rupt}} + \beta_3 * C_{\text{cubes} \rightarrow \text{prep}} + \beta_4 * d_p * \sigma_{\text{rupt}} + \beta_5 * d_p^2 \quad (\text{Eq.4.2})$$

Indice i	Facteurs	β_i
0	Constante	6,965E+00
1	d_p , taille (mm)	9,894E-03
2	σ_{rupt} , fermeté (kPa)	-1,469E+00
3	$C_{cubes \rightarrow prep}$	-2,174E+01
4	$d_p * \sigma_{rupt}$	3,091E+00
5	d_p^2	6,611E-02

Tab. 4.6 Valeurs des coefficients du modèle empirique de perte d'intégrité des particules dans la pompe doseuse (eq.4.2) – Plan d'expériences B

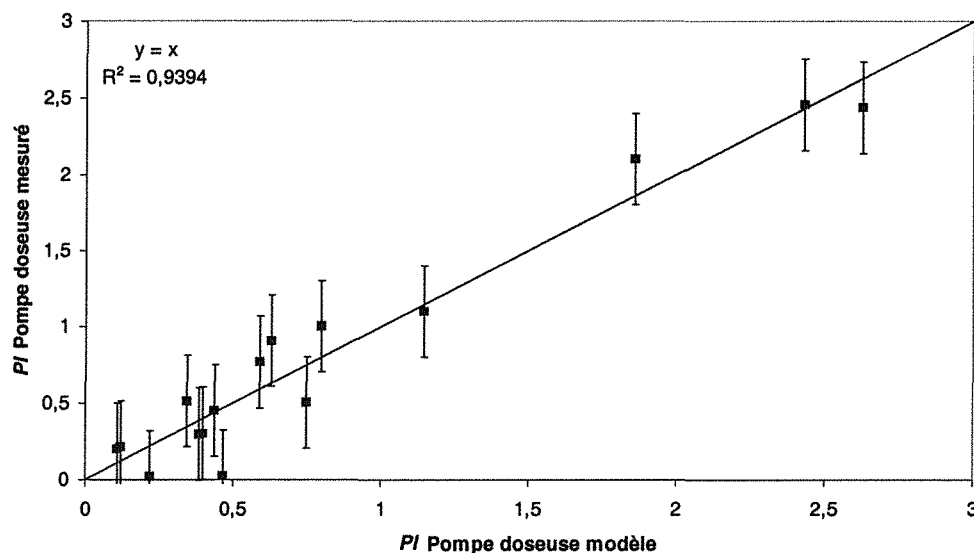


Fig. 4.11 Validité du modèle empirique de perte d'intégrité des particules dans la pompe doseuse (eq.4.2) – Plan d'expériences B

III.2.2 Discussion

On retrouve des résultats similaires à la première étude. Une plus grande précision permet toutefois de détecter un autre effet principal, la concentration en particules, et un effet quadratique sur la taille.

On retrouve le résultat étonnant concernant la perte d'intégrité des particules : les particules les plus fermes sont les plus dégradées, principalement pour les particules de 12 mm. Ceci confirme les résultats de la première étude réalisée à l'aide du plan d'expériences A.

Le modèle empirique proposé cette fois comporte également une constante comme dans l'étude précédente. Cependant, ce modèle n'est valable que sur le domaine d'étude considéré. Si l'on souhaite élargir ce domaine, des essais complémentaires ciblés sur l'étude des facteurs influents devront être réalisés en modifiant le domaine d'étude.

Pour vérifier le sens de l'impact de la fermeté, une analyse complémentaire est alors effectuée.

III.3 Analyse complémentaire – Influence de la fermeté sur la perte d'intégrité des particules dans la pompe doseuse

Nous disposons de trois essais issus du plan d'expériences A sur l'étude de la pompe doseuse où tous les paramètres sont identiques en dehors de la fermeté. Il s'agit de particules de 12 mm pour lesquelles la perte d'intégrité est significative. Les résultats sont représentés sur la figure 4.12

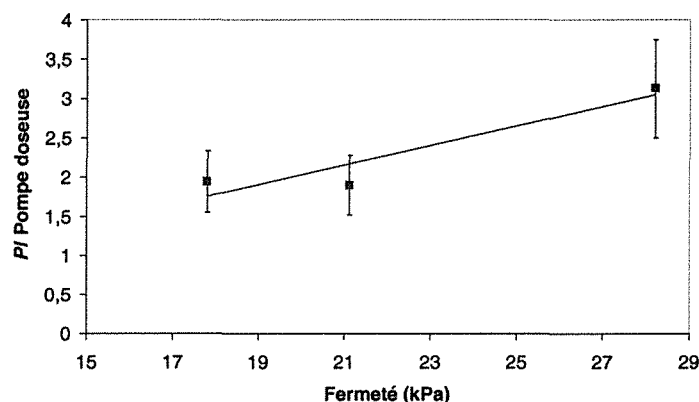


Fig. 4.12 Evolution de la perte d'intégrité de particules de 12 mm en fonction de la fermeté dans la pompe doseuse

La tendance obtenue est toujours la même : plus les particules sont fermes et plus elles sont dégradées.

III.4 Conclusions

En ce qui concerne la perte d'intégrité des particules, trois facteurs sont critiques à savoir la taille, la fermeté et la concentration en particules. La figure 4.13 résume les sens de variation de chacun des facteurs.

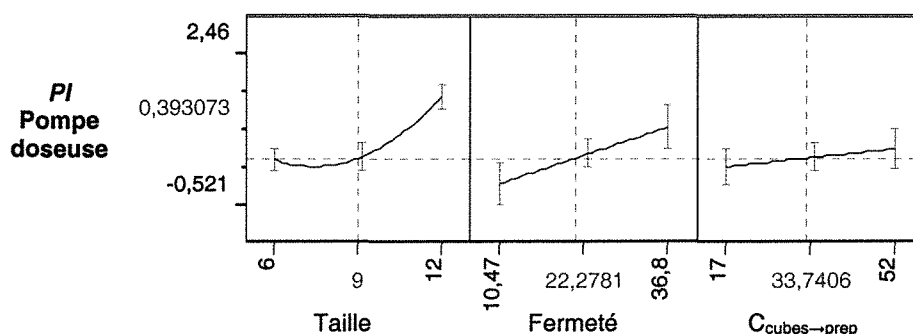


Fig. 4.13 Profil de variation de la perte d'intégrité des particules en fonction des différents paramètres influents

On obtient donc deux résultats logiques concernant la taille et la concentration des particules et un résultat a priori étonnant concernant la fermeté des particules.

La brisure dans la pompe doseuse vient principalement de la rotation du clapet permettant l'aspiration d'un côté et le refoulement de l'autre côté de la préparation de fruits

modèle. L'entrée de la pompe est de 1 pouce soit 25 mm. Les particules les plus fermes n'ont alors peut-être pas la possibilité de se déformer de la même façon que les particules fragiles pour éviter d'être coupées lors de la rotation du clapet. L'étude réalisée donne une conclusion dans ce sens mais elle nécessiterait des investigations supplémentaires. Une étude de l'impact de la fermeté sur la perte d'intégrité des particules devrait être réalisée sur un plus grand domaine de variation. De plus, il faut également rester prudent dans l'extrapolation des résultats aux fruits réels ; en effet, si le test de pénétrométrie caractérise bien une fermeté au sens compression, il ne caractérise pas leur comportement au cisaillement-rupture et celui-ci est différent entre les produits modèles et réels. Ceci a été observé lors du tamisage. Les fruits réels peuvent en effet être tamisés automatiquement par vibration des tamis. Ce n'est pas le cas des gels modèles qui sont partiellement cisailés.

Un modèle de perte d'intégrité des particules dans la pompe doseuse (Eq.4.2) est proposé (fig.4.14). Il ne s'agit que d'une première proposition obtenue à partir d'un plan à objectif de criblage. Des essais complémentaires ciblés sur les paramètres influents doivent ensuite être réalisés pour améliorer et éventuellement valider ce modèle.

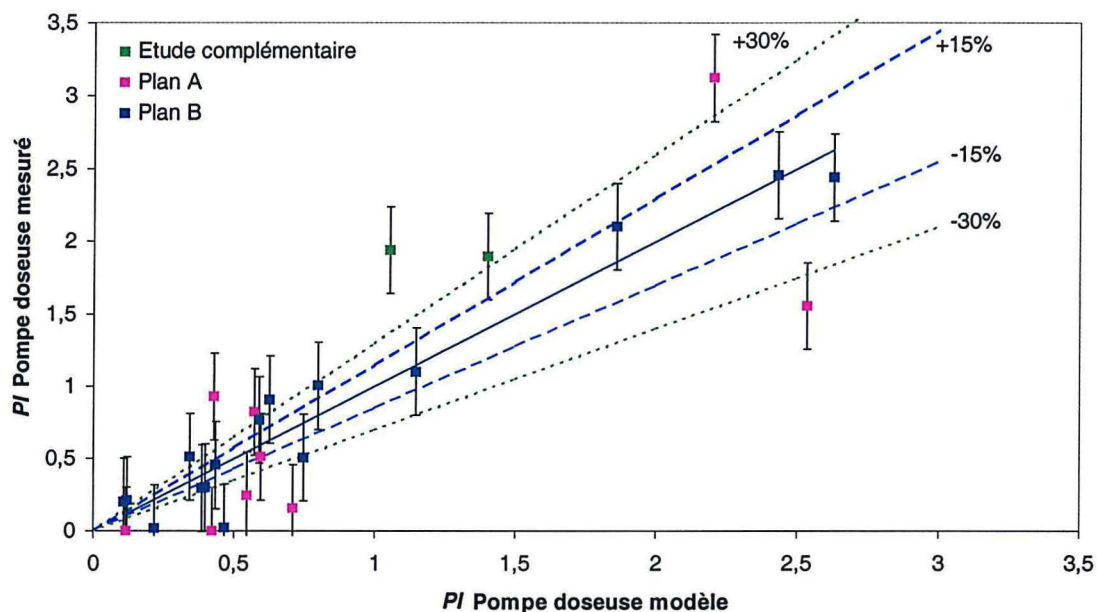


Fig. 4.14 Modèle empirique (Eq.4.2) appliqué à tous les points de l'étude de la pompe doseuse

D'autre part, et cette observation sera également valable pour l'étude de la perte d'intégrité dans le mélangeur, le choix de la valeur cible pour caractériser la taille des particules est réducteur. En effet, celle-ci étant un facteur critique, un échantillon de grosses particules préalablement dégradées avant passage dans la pompe aura une perte d'intégrité (ou critère PI) plus faible qu'un échantillon moins dégradé. Les petites particules contenues dans cet échantillon ne seront en effet pas dégradées davantage. Le problème est de représenter la taille des particules par un seul paramètre. Nous avons choisi de garder la valeur cible pour différencier les lots de petites, moyennes et grosses particules. Ceci mériterait cependant d'être affiné, principalement dans l'optique d'une transposition des résultats à des morceaux de fruits réels où la distribution en taille comporte une grande partie de petites particules.

IV. MÉLANGEUR DYNAMIQUE – PERTE D'INTÉGRITÉ DES PARTICULES ET QUALITÉ DU MÉLANGE

IV.1 Dispersion des temps de séjour des particules dans le mélangeur

Nous étudions dans un premier temps les facteurs influant sur les temps de séjour moyens des particules et sur leur dispersion pour pouvoir ensuite relier ces résultats à ceux de perte d'intégrité et d'homogénéité.

IV.1.1 Temps de séjour moyen des particules

Les valeurs des temps de séjour moyens des particules dans le mélangeur sont récapitulées dans la colonne $\bar{t}_s$ du tableau 4.3. L'interprétation du plan d'expériences donne trois facteurs influents et une tendance :

- le **débit** : plus le débit est lent et plus les particules restent longtemps dans le mélangeur (fig.4.15a)
- le **sens d'alimentation** : quand l'alimentation se fait par le bas, les particules ne bénéficient pas de la gravité pour sortir du mélangeur et y séjournent donc plus longtemps (fig.4.15b)
- le **sens de rotation** : quand le flux passe préférentiellement au centre du mélangeur, les particules peuvent rester coincées entre les hélices. Leurs temps de séjour moyens sont alors plus longs (fig.4.15c)
- le **pourcentage d'ouverture** de la chambre de la pompe doseuse : il s'agit plus d'une tendance. Plus celui-ci est grand et plus les particules séjournent dans le mélangeur (fig.4.15d). Ceci vient du fait que ce facteur influe sur le débit total. Lorsque le pourcentage d'ouverture est grand, le débit total, pulsé du fait de l'incorporation de la préparation modèle dans la masse blanche, reste égal à celui de la masse blanche plus longtemps que pour un faible pourcentage d'ouverture. La poussée due à l'incorporation des bouchons est plus forte mais le débit reste au niveau bas plus longtemps. Ceci explique la légère influence de ce facteur, se recoupant avec l'influence du débit.

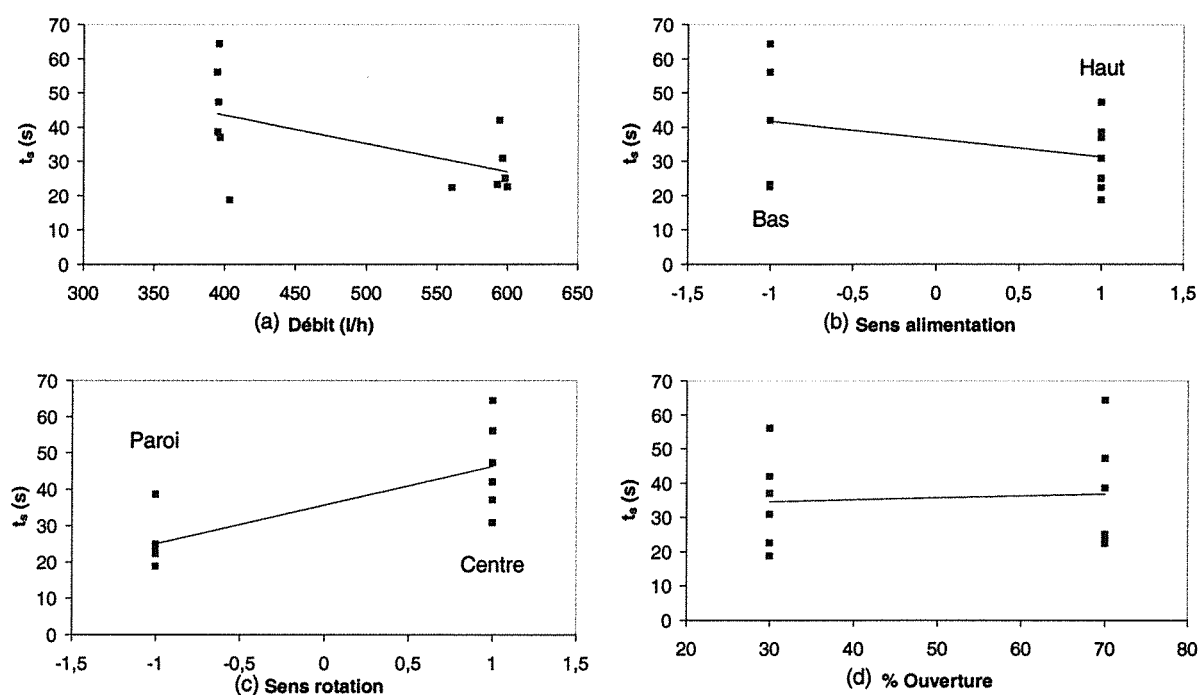


Fig. 4.15 Facteurs influant sur le temps de séjour moyen des particules dans le mélangeur

Sens alimentation : « -1 » = bas ; « +1 » = haut

Sens rotation : « -1 » = paroi ; « +1 » = centre

On n'observe pas d'interaction entre les facteurs ou d'effet quadratique. Le modèle empirique proposé est alors le suivant (tab.4.6 et validité fig.4.16) :

$$\bar{t}_s = \beta_0 + \beta_1 * Q + \beta_2 * S_a + \beta_3 * S_r + \beta_4 * \theta \quad (\text{Eq.4.3})$$

Indice i	Facteurs	β_i
0	Constante	6,965E+00
1	Q, débit (l/h)	9,894E-03
2	S_a , sens alimentation	-1,469E+00
3	S_r , sens rotation	-2,174E+01
4	θ , % ouverture/100	3,091E+00

Tab. 4.6 Valeurs des coefficients du modèle empirique du temps de séjour moyen des particules dans le mélangeur

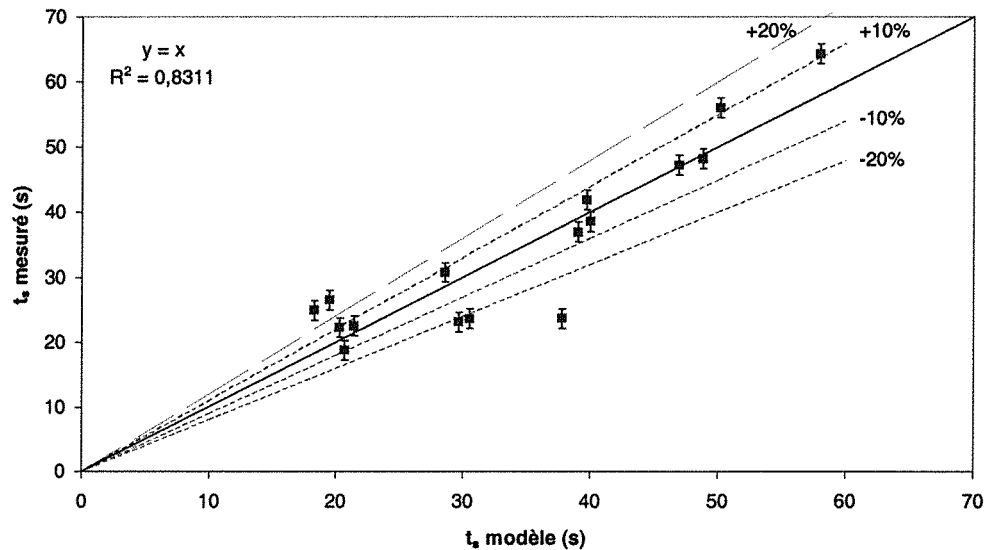


Fig. 4.16 Validité du modèle empirique du temps de séjour moyen des particules en fonction des facteurs influents

Ces résultats seront à corrélérer avec la perte d'intégrité des particules et l'homogénéité de mélange en sortie.

IV.1.2 Dispersion des temps de séjour

Les résultats de chaque essai sont regroupés dans la colonne t_{disp} du tableau 4.3. La dispersion des temps de séjour des particules est influencée par les facteurs suivants :

- la concentration en préparation modèle $C_{prep-MB}$: moins il y a de préparation de fruits et plus les temps de séjour des particules sont dispersés (fig.4.16a). L'arrivée de nouvelles particules permet de « pousser » plus facilement celles qui sont déjà à l'intérieur du mélangeur.
- la concentration en particules $C_{cubes-prep}$: il existe cependant quelques réserves quant au sens de variation. En effet, un seul point à forte concentration et à dispersion élevée entraîne le sens de variation représenté (fig.4.16b). Si l'on regarde cependant l'ensemble des autres points, le sens de variation semble être inverse, ce qui serait plus logique. Plus il y a de particules et moins la dispersion est élevée, sens qui rejoindrait celui de la concentration en préparation.
- le **sens de rotation** : lors de leur passage au travers du mélangeur, les particules peuvent plus facilement être retenues entre les hélices que près des parois. La dispersion des temps de séjour est alors plus grande lorsque le flux passe par le centre du mélangeur (fig.4.16c).
- le **sens d'alimentation** : lorsque le mélangeur est alimenté par le bas, les temps de séjour des particules sont plus dispersés car elles ne bénéficient pas de la gravité pour sortir du mélangeur (fig.4.16d).

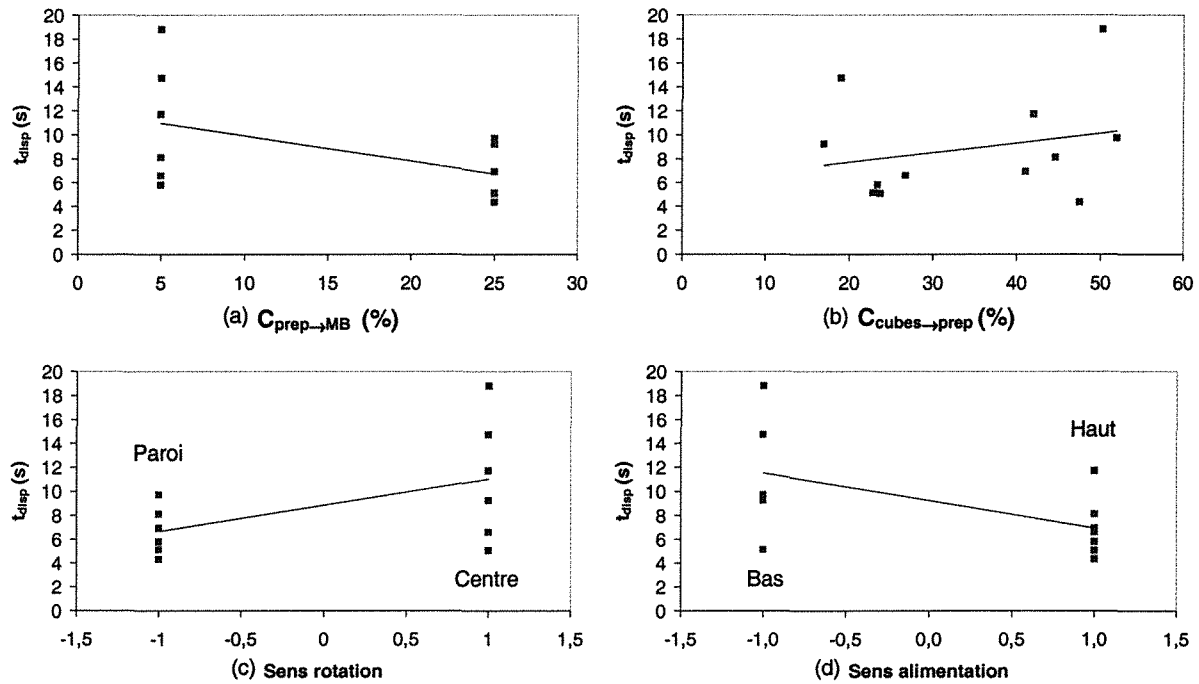


Fig. 4.16 Facteurs influant sur la dispersion des temps de séjour des particules dans le mélangeur

Sens alimentation : « -1 » = bas ; « +1 » = haut

Sens rotation : « -1 » = paroi ; « +1 » = centre

N'ayant observé aucune interaction entre facteurs ou quelconque effet quadratique, on propose alors le modèle empirique suivant (coefficient tab.4.7 et validité fig.4.17) :

$$t_{\text{disp}} = \beta_0 + \beta_1 * C_{\text{cubes} \rightarrow \text{prep}} + \beta_2 * C_{\text{prep} \rightarrow \text{MB}} + \beta_3 * S_r + \beta_4 * S_a \quad (\text{Eq.4.4})$$

Indice i	Facteurs	β_i
0	Constante	6,245E+00
1	$C_{\text{cubes} \rightarrow \text{prep}}$	1,374E-01
2	$C_{\text{prep} \rightarrow \text{MB}}$	-1,521E-01
3	S_r , sens rotation	1,709E+00
4	S_a , sens d'alimentation	-1,132E+00

Tab. 4.7 Valeurs des coefficients du modèle empirique de dispersion des temps de séjour des particules dans le mélangeur (Eq.4.4)

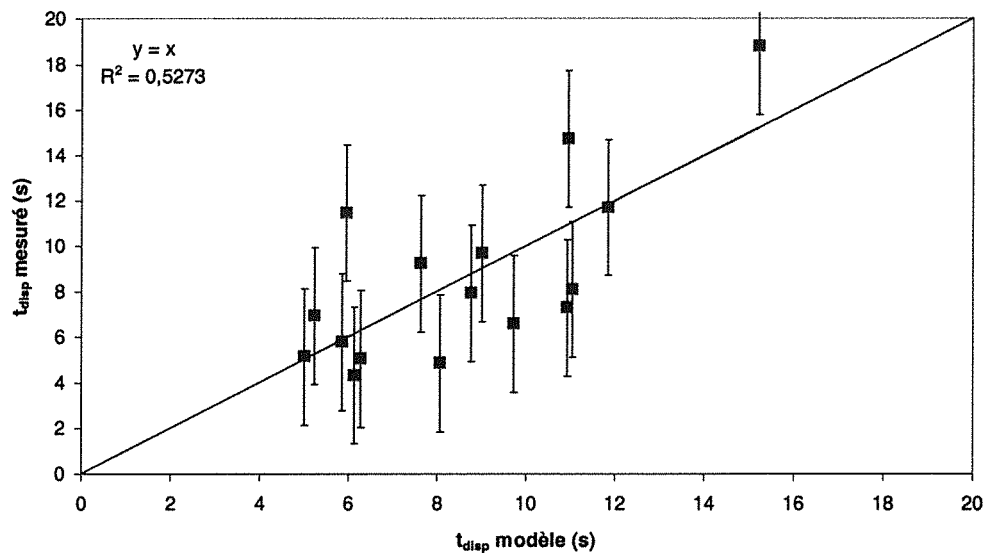


Fig. 4.17 Validité du modèle empirique de dispersion des temps de séjour des particules dans le mélangeur (Eq.4.4)

Les remarques effectuées au précédent paragraphe sur la présence d'une constante dans le modèle proposé sont également valables ici.

IV.2 Perte d'intégrité des particules à travers le mélangeur dynamique

IV.2.1 Résultats

La perte d'intégrité des particules à travers le mélangeur dynamique est évaluée à l'aide des prélèvements d'échantillons effectués au niveau de la vanne trois voies en amont du mélangeur et en sortie de ligne. Les résultats de la perte d'intégrité des particules dans le mélangeur sont récapitulés dans la colonne **PI Mélangeur** du tableau 4.3.

L'interprétation du plan fait ressortir un facteur influent, la **taille** des particules et une tendance, le **débit total**. La perte d'intégrité des particules augmente avec leur taille et la diminution du débit total (fig.4.18).

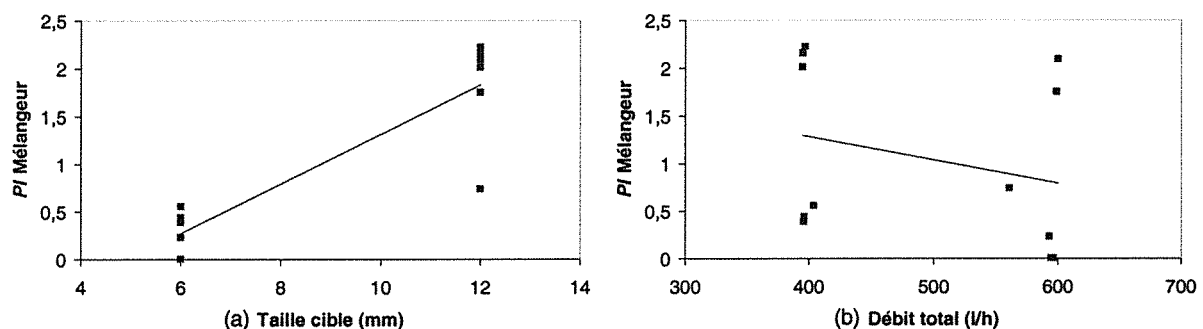


Fig. 4.18 Paramètres influant sur la perte d'intégrité des particules dans le mélangeur dynamique

L'étude plus précise de l'influence de la taille considérant également les points au centre donne des informations complémentaires (fig.4.19) :

- la taille est un facteur particulièrement critique : quelles que soient les conditions, les petites particules de 6 mm sont très peu dégradées alors que les grosses particules de 12 mm le sont systématiquement. On observe cependant un point étonnant ; il s'agit du point n°14 où tous les facteurs sont au niveau maximum. Contrairement à ce que l'on pourrait attendre, la perte d'intégrité est bien inférieure aux autres points à 12 mm. Il faut cependant noter que ce point fut difficile à réaliser. Le niveau de consistance de la préparation modèle (fluide haute viscosité, haute concentration en grosses particules fermes) est trop élevé pour la pompe doseuse qui dans la configuration utilisée (temps aspiration – refoulement) ne peut pomper correctement la préparation. Le débit fruits et donc le débit total ainsi que la concentration sont donc inférieurs au niveau requis.
- un autre facteur est visiblement influent mais ne ressort pas directement de l'interprétation du plan d'expériences : il s'agit du sens de rotation. Les essais des points au centre ont en effet été réalisés par deux (même sens d'alimentation) ; lorsque le sens de rotation a été changé, le viseur permettait d'observer une différence dans la qualité des morceaux obtenus en sortie. Cependant, compte-tenu de l'impact de la taille, l'influence de ce paramètre n'est observable que sur les particules de 9 mm. Il existe donc une interaction entre taille des particules et sens de rotation.

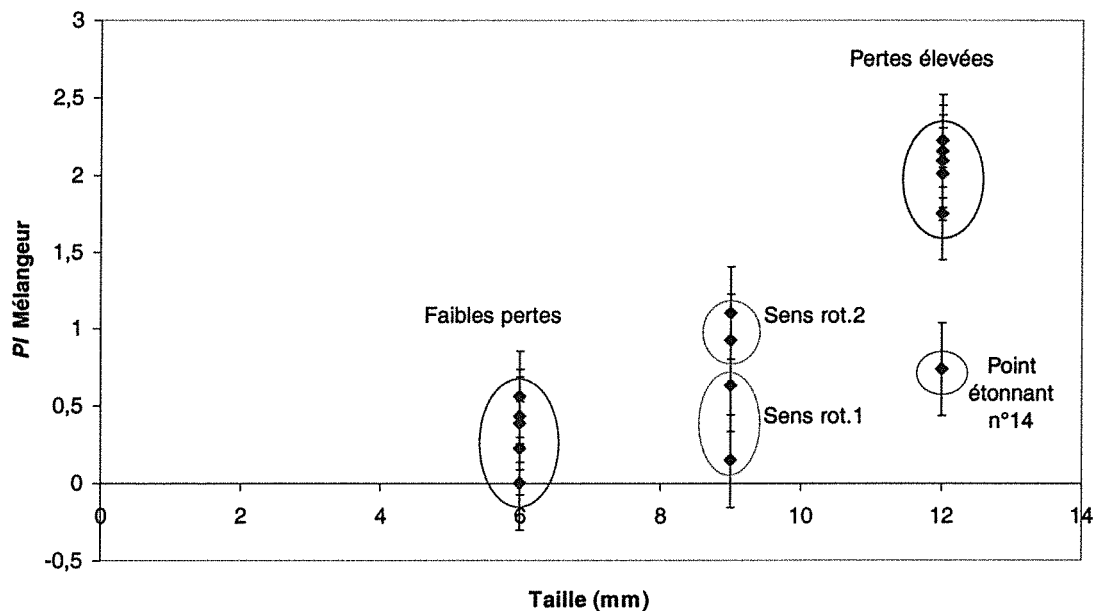


Fig. 4.19 Influence du facteur taille sur la perte d'intégrité des particules dans le mélangeur
 Sens rotation 1 : flux vers la paroi
 Sens rotation 2 : flux vers le centre du mélangeur

La figure 4.19 permet également d'observer un léger effet quadratique sur la taille dans un des sens de rotation. A partir de l'interprétation du plan et de l'observation des résultats, on en déduit le modèle empirique suivant, le point n°14 étant exclu lors de l'optimisation du modèle (tab.4.8 et validité fig.4.20) :

$$PI_{\text{mélangeur}} = \beta_0 + \beta_1 * d_p + \beta_2 * Q + \beta_3 * S_r + \beta_4 * d_p * S_r + \beta_5 * d_p^2 \quad (\text{Eq. 4.5})$$

Indice i	Facteurs	β_i
0	Constante	2,684E+00
1	d_p , taille (mm)	-5,775E-01
2	Q, débit (l/h)	-1,381E-03
3	S_r , sens rot.	1,925E-01
4	$d_p * S_r$	-2,023E-02
5	d_p^2	4,820E-02

$S_r = -1$, flux vers la paroi ; $S_r = 1$, flux vers le centre du mélangeur

$S_a = -1$, alimentation par le bas ; $S_a = 1$, alimentation par le haut

Tab. 4.8 Valeurs des coefficients du premier modèle empirique de perte d'intégrité des particules dans le mélangeur dynamique (Eq.4.5)

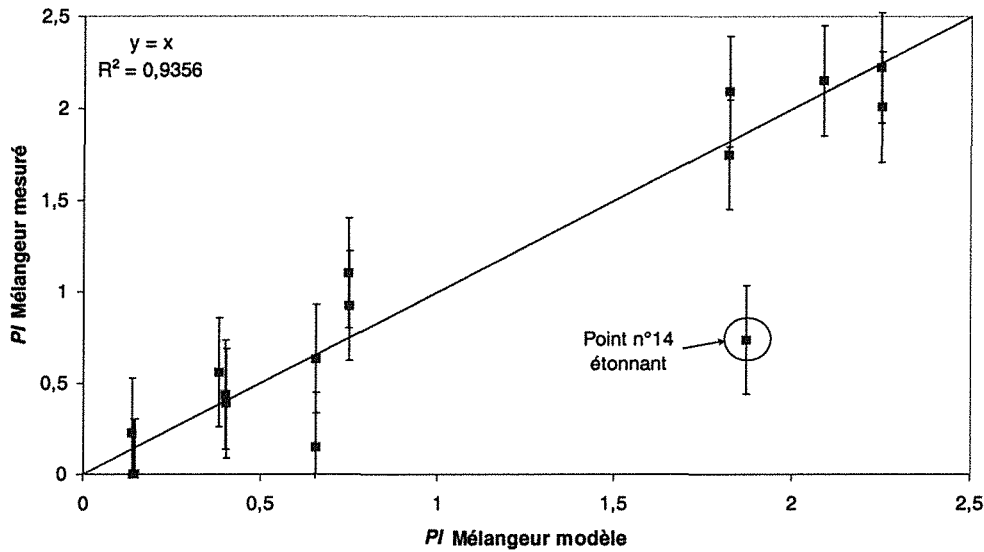


Fig. 4.20 Validité du modèle empirique (Eq.4.5) de la perte d'intégrité des particules dans le mélangeur dynamique – Optimisation et régression sans le point n°14

On propose une évolution à ce modèle en intégrant une interaction moins classique entre l'effet quadratique sur la taille et le sens de rotation (Eq.4.4 et fig.4.21). En effet, dans le sens de rotation 1 (flux vers la paroi), l'effet de la taille est plutôt quadratique alors qu'il est linéaire dans l'autre sens (Cf. fig.4.19). On obtient le modèle suivant (tab.4.9 et validité fig.4.21) :

$$PI_{\text{mélangeur}} = \beta_0 + \beta_1 * d_p + \beta_2 * Q + \beta_3 * S_r + \beta_4 * d_p * S_r + \beta_5 * d_p^2 + \beta_6 * d_p^2 * S_r \quad (\text{Eq.4.6})$$

Indice i	Facteurs	β_i
0	Constante	2,999E+00
1	d_p , taille (mm)	-6,071E-01
2	Q, débit (l/h)	-1,688E-03
3	S_r , sens rot.	-3,201E+00
4	$d_p * S_r$	7,733E-01
5	d_p^2	4,948E-02
6	$d_p^2 * S_r$	-4,259E-02

$S_r = -1$, flux vers la paroi ; $S_r = 1$, flux vers le centre du mélangeur

$S_a = -1$, alimentation par le bas ; $S_a = 1$, alimentation par le haut

Tab. 4.9 Valeurs des coefficients du modèle empirique complet de perte d'intégrité des particules dans le mélangeur dynamique (Eq.4.6)

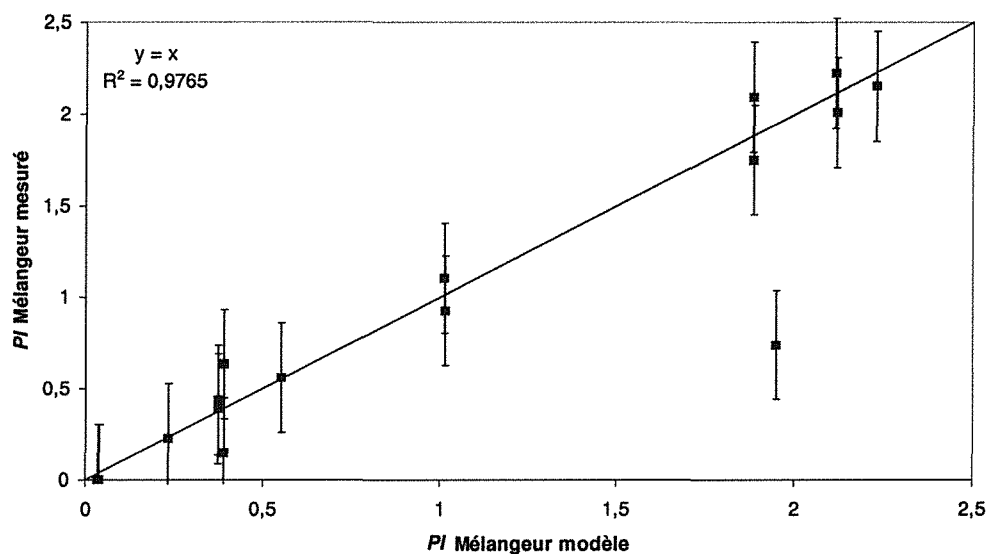


Fig. 4.21 Validité du modèle empirique complet (Eq.4.6) de la perte d'intégrité des particules dans le mélangeur dynamique – Optimisation et régression sans le point n°14

IV.2.2 Discussion

• facteurs influents

La perte d'intégrité diminue avec l'augmentation du débit. Ceci s'explique par le fait que les particules séjournant plus longtemps à l'intérieur du mélangeur risquent d'être dégradées davantage. On a vu au paragraphe précédent que le temps de séjour des particules dépendait particulièrement du débit total, mais également du sens de rotation. Les particules restent plus longtemps dans le mélangeur lorsque le flux passe par le centre or ce sens de circulation dégrade davantage les particules de 9 mm. Pour éviter que les particules ne se

dégradent de trop, celles-ci doivent donc rester le minimum de temps dans le mélangeur. Cependant, la taille reste le facteur prépondérant : en effet, quel que soit le temps passé dans le mélangeur, les grosses particules sont dégradées alors que les petites sont conservées (fig.4.22). Le temps de séjour n'est pas le seul responsable de la perte d'intégrité des particules.

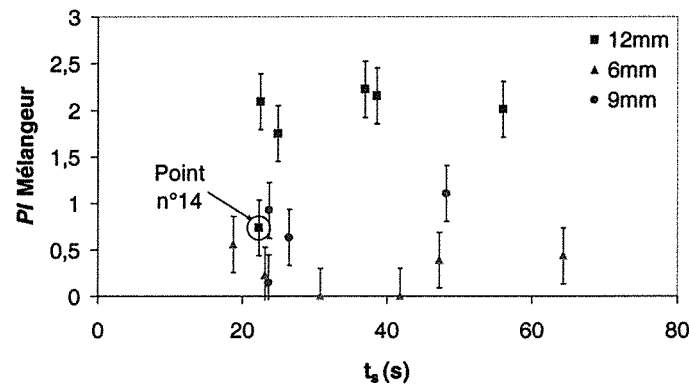


Fig. 4.22 Perte d'intégrité des particules en fonction du temps de séjour dans le mélangeur

La taille des particules fait intervenir quant à elle la notion d'entrefer dans le mélangeur : en dessous d'une certaine taille, les particules ne sont quasiment pas dégradées ; au dessus, elles sont systématiquement dégradées et, au niveau d'une certaine taille critique, les autres facteurs permettent de diminuer ou d'augmenter cette perte d'intégrité. En reprenant les tailles des entrefers dans le mélangeur présentées sur la figure 3.6 (Chapitre III), on calcule alors les différents rapports entrefer / taille de particules e de la façon suivante :

$$e_{\min} = \frac{l_{\min}}{d_p} \quad ; \quad e_{\max} = \frac{l_{\max}}{d_p} \quad ; \quad e_{\text{hélice}} = \frac{l_{\text{hélice}}}{d_p}$$

avec $l_{\min} = 14,6$ mm au niveau de la contre-pale

$l_{\max} = 24,6$ mm entre l'hélice et le capot

$l_{\text{hélice}} = 17$ mm, entrefer minimum dans la double hélice et le doigt

Les valeurs de ces rapports sont récapitulées dans le tableau 4.10.

d_p (mm)	$e_{\min}$	$e_{\text{hélice}}$	$e_{\max}$
6	2,4	2,9	4,1
9	1,6	1,9	2,7
12	1,2	1,4	2,0

Tab. 4.10 Valeurs des rapports entrefer - taille de particule dans le mélangeur dynamique

On déduit du tableau 4.10 les informations suivantes :

- $e \leq 2$: les particules sont dégradées (particules de 12 mm)
- $e \geq 2,4$: les particules sont relativement bien conservées (particules de 6 mm)

Pour les particules de 9 mm, si le flux passe préférentiellement à l'intérieur du mélangeur où $e_{\text{hélice}} < 2$, les particules seront dégradées. Par contre, s'il passe près de la paroi

où $e = 2,7$ donc supérieur à 2,4, elles seront mieux conservées. La contre-pale imposant un e de 1,6 induira toutefois une légère perte à ce niveau.

On en conclut que si la taille des particules est supérieure à la moitié de l'entrefer, celles-ci seront dégradées et que si le rapport entrefer / taille des particules est supérieur à 2,5, il n'y aura pas de perte d'intégrité. L'équipement considéré n'est donc pas adapté à la conservation totale des grosses particules de 12 mm car il n'est pas possible d'optimiser les paramètres « procédé » pour diminuer cette perte d'intégrité.

- modèle empirique

Le modèle empirique proposé ne constitue qu'une première approche et doit être approfondi pour pouvoir être extrapolé aux distributions de taille de fruits réels. En effet, comme dans le cas de la pompe doseuse, le problème de la définition d'un unique paramètre taille pour l'interprétation du plan d'expériences n'est pas satisfaisant lorsqu'un échantillon de particules est particulièrement dégradé. Nous disposons de deux essais pour lesquels tous les facteurs sont identiques. Les particules du premier essai ont cependant été particulièrement dégradées lors de leur mise en suspension. Les pertes d'intégrité obtenues sont alors différentes (fig.4.23 et tab.4.11).

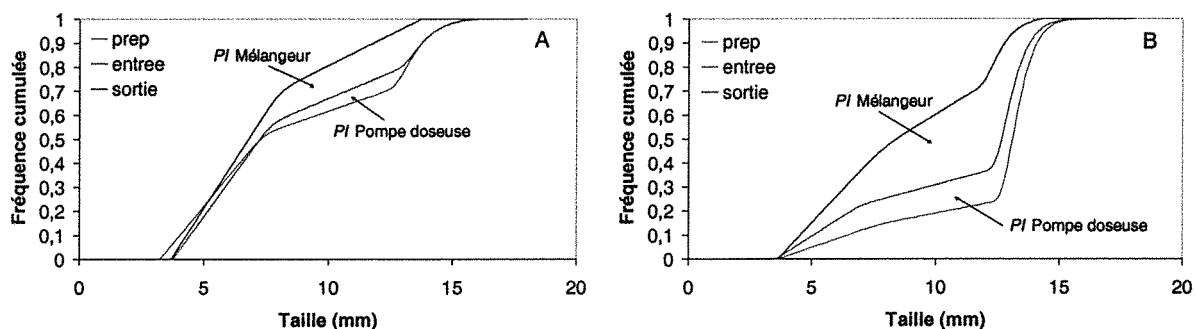


Fig. 4.23 Comparaison des pertes d'intégrité obtenues pour des échantillons de particules dégradées différemment en entrée de procédé

n°	PI Pompe doseuse	PI Mélangeur	PI Procédé
A	0,16	1,08	1,24
B	1,10	2,15	3,25

Tab. 4.11 Comparaison des critères de perte d'intégrité associés aux courbes de la figure 4.23

Pour l'échantillon A particulièrement dégradé, les pertes d'intégrité observées sont beaucoup plus faibles que pour l'échantillon B peu abîmé. Dans notre interprétation du plan, les distributions de taille de particules en entrée de procédé se rapprochaient cependant de l'exemple B, que l'on peut encore considérer comme ayant une taille cible de 12 mm. Par contre, dans le cas de fruits réels, la distribution de taille se rapprochera de celle de l'échantillon A. Dans ce cas, l'approche considérant un paramètre taille unique ne sera pas adaptée.

IV.3 Homogénéité du mélange

IV.3.1 Capacité d'homogénéisation du mélangeur dans le temps

Il s'agit de quantifier la capacité du mélangeur à atténuer les bouchons de préparation modèle introduits en entrée. L'indice IH_t nous permet de quantifier l'atténuation de la variation de concentration moyenne dans le temps sous l'effet du mélangeur (Cf. Chapitre III § IV.1.3.1).

IV.3.1.1 Résultats

Les valeurs d'indice d'homogénéisation sont regroupées dans la colonne IH_t du tableau 4.3. Les paramètres influant sur la capacité d'homogénéisation du mélangeur sont l'indice de consistance du fluide porteur k , la **fermeté** des particules, la concentration en préparation dans la masse blanche $C_{\text{prep} \rightarrow \text{MB}}$ et le **sens d'alimentation**. La taille des particules influe également légèrement (fig.4.24).

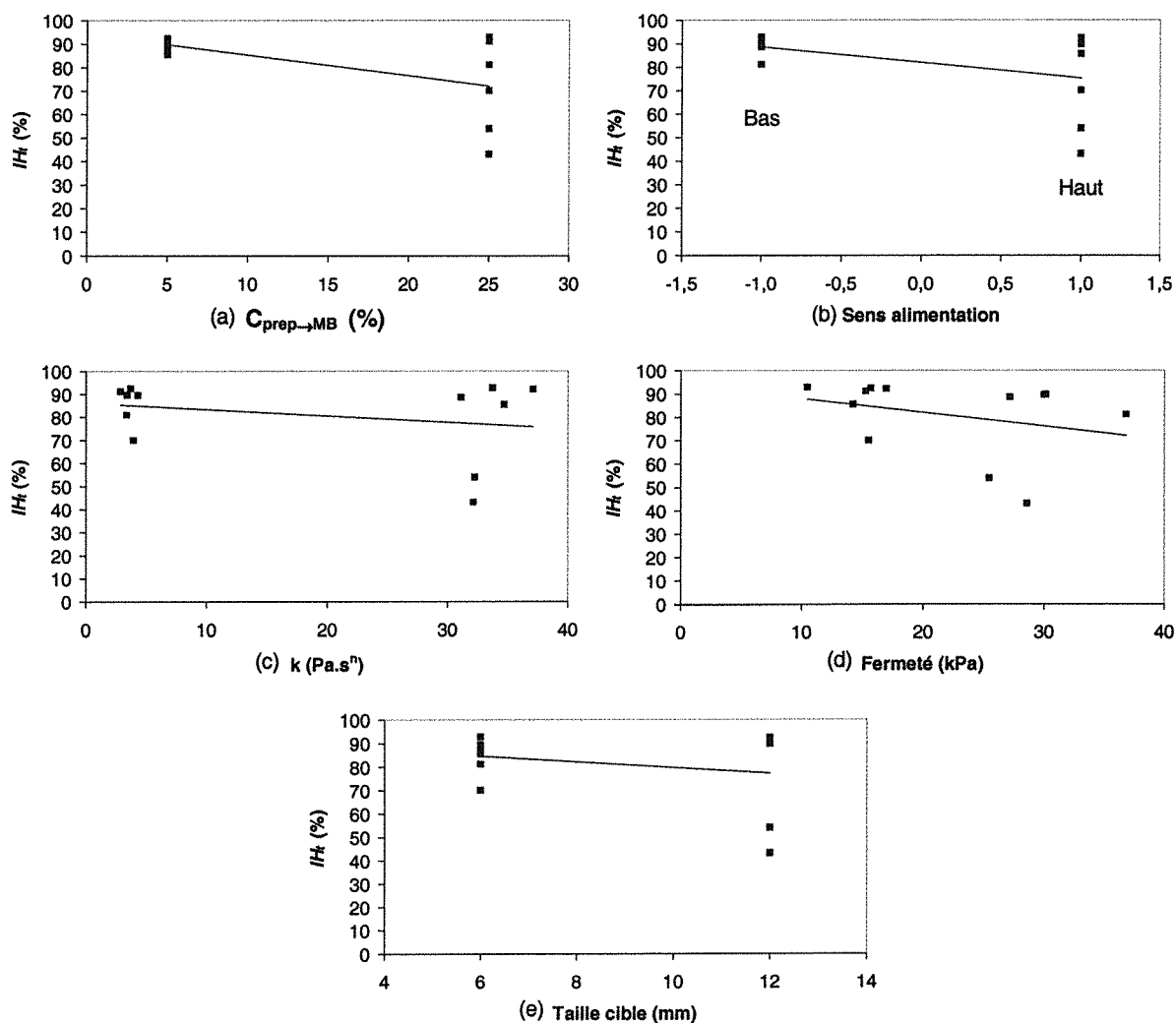


Fig. 4.24 Facteurs influant sur la capacité d'homogénéisation du mélangeur – Interprétation du plan B

Ce mode d'interprétation pose cependant problème. On constate en effet que la capacité du mélangeur à atténuer l'effet « bouchons » dépend de la fréquence d'injection de la préparation modèle (fig.4.25). L'indice IH_t correspond en effet davantage au travail réalisé par le mélangeur : lorsque la fréquence des à-coups de la pompe doseuse est élevée, les bouchons arrivant en entrée de mélangeur sont très rapprochés ; le travail à réaliser pour en atténuer l'effet sera alors beaucoup moins important, d'où un IH_t faible. L'efficacité du mélangeur ne peut alors être évaluée sur les points où la fréquence d'injection est trop élevée.

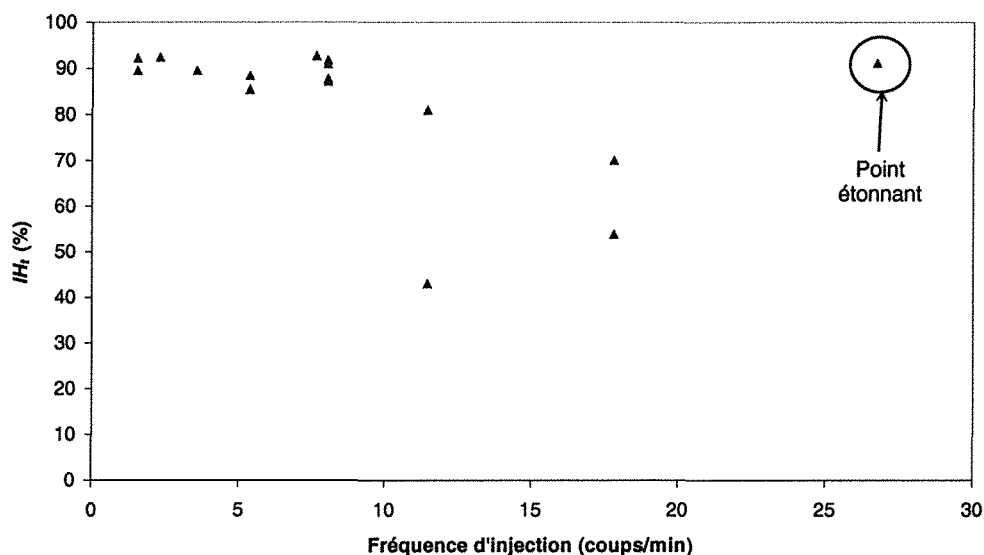


Fig. 4.25 Evolution de l'indice d'homogénéisation dans le temps en fonction de la fréquence des à-coups de la pompe

On nuance alors l'étude en ne considérant dans un deuxième temps que les points ayant une fréquence d'injection inférieure ou égale à 8 coups/min, correspondant à des bouchons bien réguliers en entrée.

Les résultats sont récapitulés sur la figure 4.26. On retrouve certains paramètres de la première interprétation à savoir la concentration en préparation modèle $C_{\text{prep} \rightarrow \text{MB}}$, même si nous ne disposons pas de données suffisantes (principalement pour les fréquences d'injection rapides) et s'il ne s'agit ici que d'une tendance ; la taille des particules d_p , avec un sens de variation différent et le sens d'alimentation de façon identique. D'autres facteurs ressortent également avec le pourcentage d'ouverture de la chambre de la pompe et le débit total.

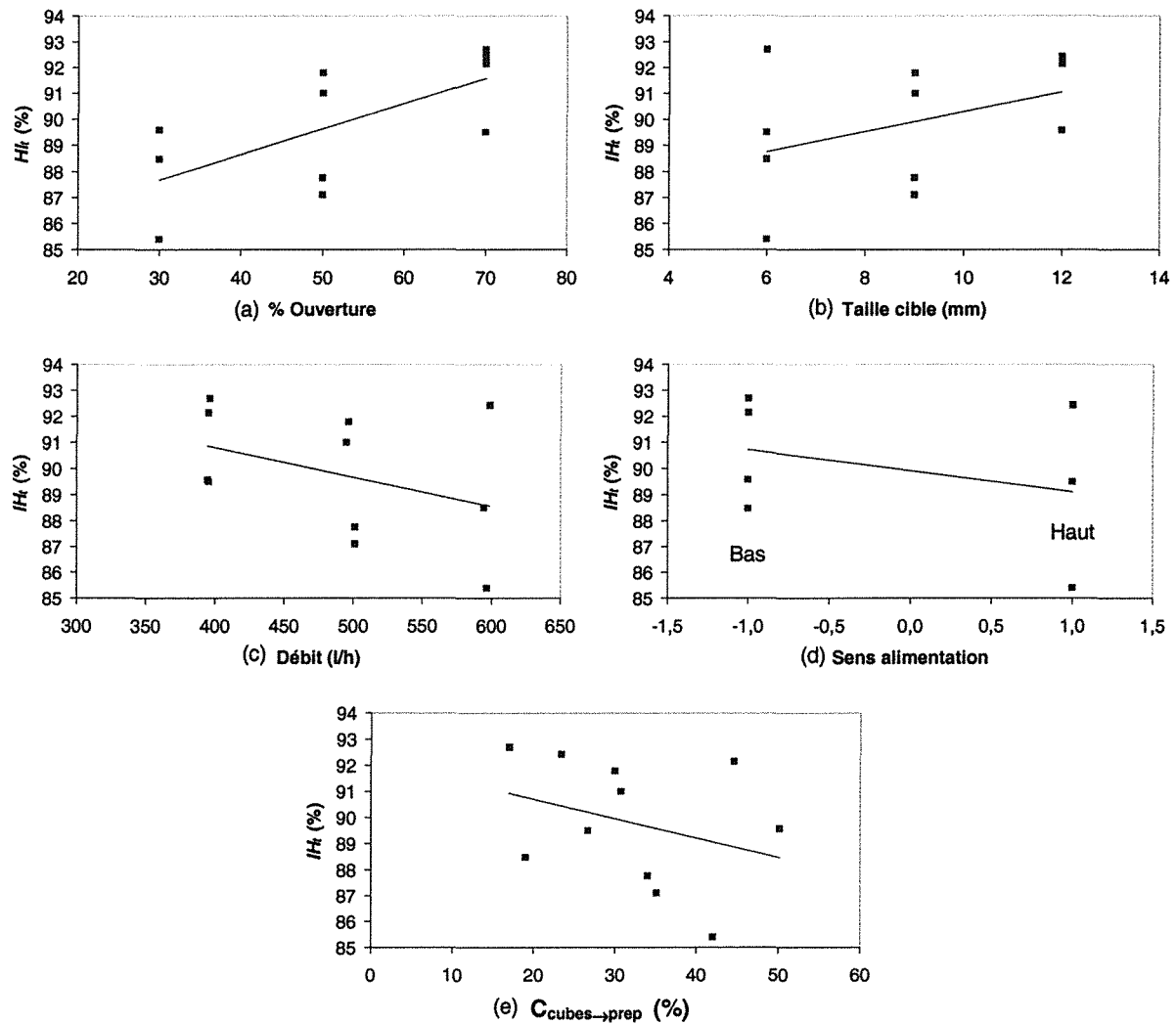


Fig. 4.26 Paramètres influant sur l'efficacité du mélangeur à atténuer l'effet « bouchons » – Essais ayant une fréquence d'injection de pompe inférieure ou égale à 8 coups/min

IV.3.1.2 Discussion

Les paramètres obtenus dans la deuxième interprétation ont plus de sens. Plus le débit est lent et plus le mélangeur a le temps d'homogénéiser les concentrations. En ce qui concerne le pourcentage d'ouverture, il paraît plus facile au premier abord d'homogénéiser les bouchons de petite amplitude. Cependant, les grandes amplitudes de variation de concentration liées à un grand pourcentage d'ouverture ont une marge plus grande pour être réduites. Le travail à réaliser pour atténuer ces bouchons est plus important, d'où un IH_t plus élevé (fig.4.26a). On constate également que le mélangeur réussit bien à atténuer ces grandes variations de concentration quelles que soient les conditions d'entrée (fig.4.27).

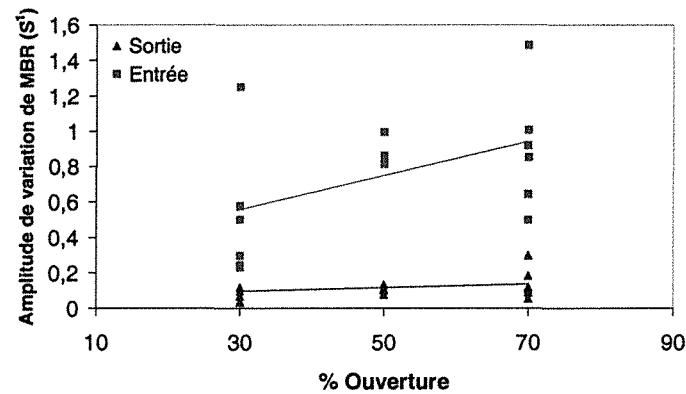


Fig. 4.27 Evolution de l'amplitude de la variation de concentration (ou de résistance MBR) en fonction du pourcentage d'ouverture de la pompe doseuse

On en conclut que l'amplitude de la variation de concentration en entrée ne pose pas de problème au mélangeur qui homogénéise les différents flux de la même façon dans le temps.

D'autre part, le travail effectué par le mélangeur est plus important quand celui-ci est alimenté par le bas. La gravité favorise un séjour plus long de l'ensemble dans le mélangeur.

Il semble également plus facile d'atténuer les bouchons de grosses particules que de petites (Cf. 4.26b). L'amplitude de la variation de concentration est en effet influencée par la taille des particules en entrée alors qu'elle ne l'est plus en sortie (fig.4.28). Ceci est peut-être un artéfact dû à la dégradation des grosses particules dans le mélangeur. Cette observation est à vérifier.

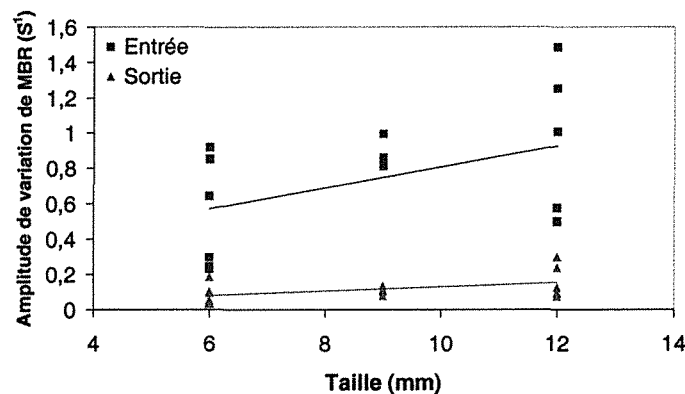


Fig.4.28 Influence de la taille des particules sur l'amplitude de la variation de résistance moyenne en entrée et sortie de mélangeur

Pour finir, nous observons une légère tendance : plus la concentration en particules est élevée et plus le travail réalisé par le mélangeur est important. La variation de l'amplitude dépend en effet de la quantité de particules présentes. Avec la technique de mesure utilisée (tomographie électrique), le mélange serait idéal avec des particules totalement broyées ; la conductivité serait alors uniforme. Cependant, lors de la présence de particules, il reste des zones à faible conductivité ou haute résistance. Plus la concentration en particules est importante et moins il est possible de visualiser une bonne homogénéisation. Ceci est cependant un artéfact dû à la technique de mesure.

En conclusion, on constate principalement que l'amplitude de la variation de concentration dans le temps est du même ordre en sortie pour tous les essais. Le mélangeur est relativement efficace en ce sens et ce, quelles que soient les conditions d'entrée (fig.4.29).

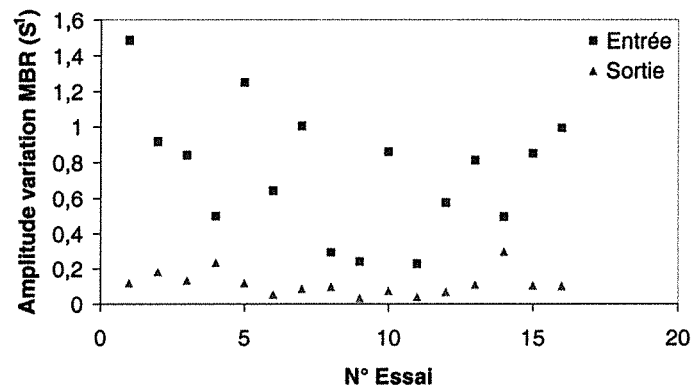


Fig. 4.29 Niveau de l'amplitude de variation de la résistance moyenne dans le temps en entrée et sortie de mélangeur pour chaque essai de plan réalisé

IV.3.2 Acceptabilité du degré de mélange en sortie – Existence de bouchons

Comme on vient de le voir, le mélangeur est relativement efficace pour atténuer l'effet bouchon en préparation modèle. Cependant, l'amplitude de la variation de concentration peut très bien diminuer considérablement sans que ceux-ci disparaissent complètement (Cf. Chapitre III § IV.2.1). Les valeurs réponses sont récapitulées dans la colonne « Bouchons en sortie » du tableau 4.3. On affecte la valeur « 1 » à la réponse « oui » et « -1 » à la réponse « non ». Les facteurs influents sont représentés sur la figure 4.30 : il s'agit de la concentration en préparation modèle dans la masse blanche $C_{\text{prep} \rightarrow \text{MB}}$ et du pourcentage d'ouverture de la pompe.

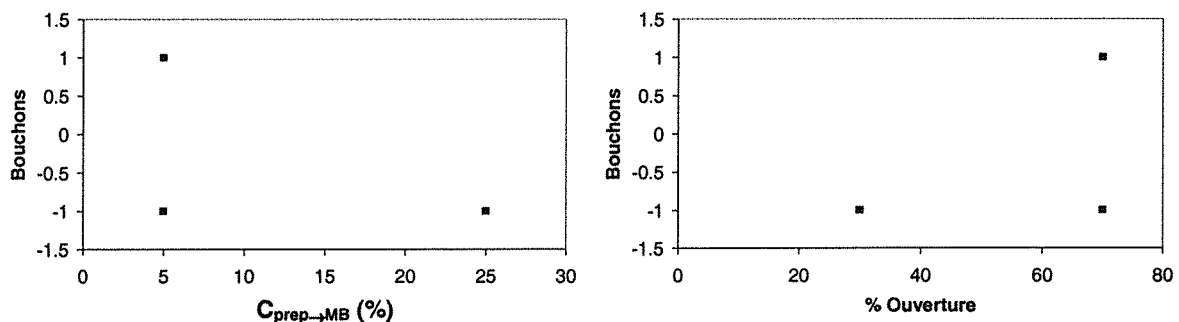


Fig. 4.30 Facteurs influençant la présence de bouchons en sortie de mélangeur

Pour ne pas conserver de bouchons en sortie de mélangeur, il faut éviter un couplage faible concentration en préparation modèle et pourcentage d'ouverture élevé.

Ceci s'explique par le fait que la combinaison de ces deux niveaux de facteurs induira une fréquence lente des à-coups de la pompe doseuse et donc un temps relativement long entre les injections. On détermine pour chaque essai les valeurs des temps entre injections ainsi que le temps de passage global du mélange dans le mélangeur ($V_{\text{mélangeur}} = 3,5 \text{ l}$). Pour

que le mélangeur effectue correctement sa fonction et supprime l'existence de bouchons en sortie, le temps entre les injections doit être inférieur au temps de passage de l'ensemble masse blanche et préparation modèle dans le mélangeur (fig.4.31). Dans le cas contraire, il n'est pas possible d'effacer l'effet bouchons.

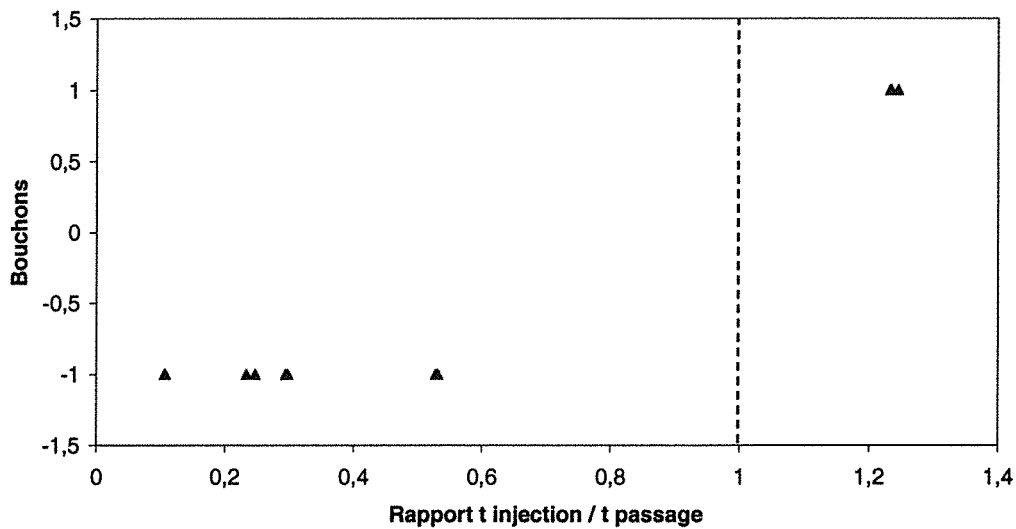


Fig. 4.31 Influence du rapport (temps entre injections) / (temps de passage de l'ensemble dans le mélangeur) sur la présence de bouchons en sortie

Il doit également être inférieur au temps de séjour moyen des particules dans le mélangeur (voire même à la moitié) (fig.4.32).

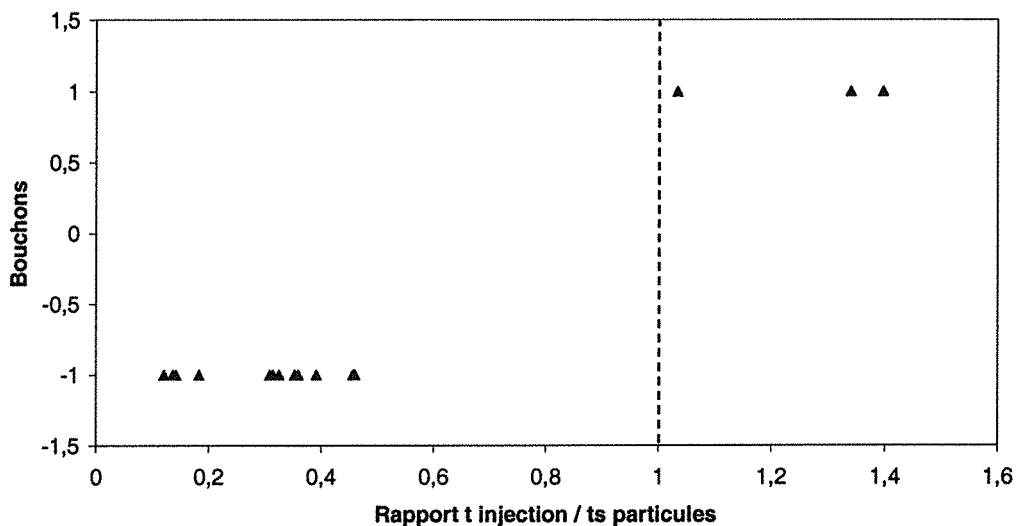


Fig. 4.32 Influence du rapport (temps entre injections) / (temps de séjour moyen des particules dans le mélangeur) sur la présence de bouchons en sortie

IV.3.3 Capacité d'homogénéisation du mélangeur dans la section de conduite

Les valeurs correspondant à l'évaluation de la capacité du mélangeur à homogénéiser dans la section de conduite sont récapitulées dans la colonne IH_s du tableau 4.3. Les facteurs influents sont les suivants :

- la concentration en préparation modèle $C_{prep \rightarrow MB}$ et la concentration en particules $C_{cubes \rightarrow prep}$: moins le mélange est concentré en morceaux et en préparation et plus il est aisé de bien homogénéiser l'ensemble sur la section de conduite (fig.4.33a,b).
- le **sens d'alimentation** : lorsque l'alimentation se fait par le bas, l'ensemble des particules tend à séjourner plus longtemps dans le mélangeur et l'homogénéisation se fait également mieux (fig.4.33c).
- la **fermeté** des particules : il s'agit plus d'une tendance. Le mélangeur homogénéise mieux les mélanges à base de particules fragiles (fig.4.33d). Ceci provient peut-être du résultat de la dégradation de celles-ci même si la fermeté n'est pas apparue comme un facteur influant sur la perte d'intégrité dans le mélangeur.

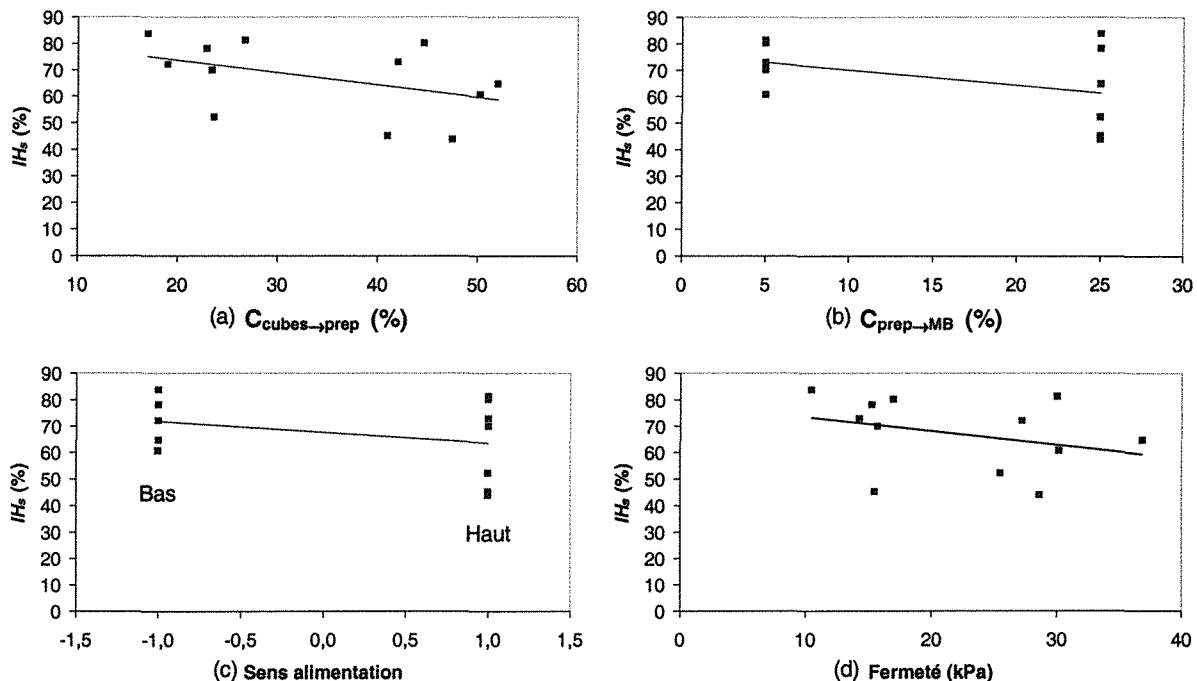


Fig. 4.33 Facteurs influençant la capacité d'homogénéisation dans l'espace du mélangeur

La capacité d'homogénéisation du mélangeur dans la section de conduite dépend principalement des paramètres « produits ». Il est donc difficile d'optimiser l'efficacité du mélangeur. Seul le sens d'alimentation influe parmi les paramètres « procédé ».

IV.3.4 Acceptabilité de la répartition des particules dans l'espace en sortie de mélangeur

La visualisation de l'écoulement en sortie de mélangeur nous a permis de différencier trois types différents : deux écoulements stratifiés avec circulation des particules en haut ou bas de la conduite et un écoulement relativement homogène avec circulation équilibrée des

particules dans la conduite (Cf. Chapitre III § IV.2.2). Pour déterminer quels facteurs induisent un type d'écoulement particulier, on caractérise numériquement les réponses regroupées dans la colonne « Disposition particules » du tableau 4.3 : bas = -1 ; milieu = 0 ; haut = +1.

L'allure de l'écoulement en sortie dépend principalement du sens d'alimentation et de la vitesse de rotation (fig.4.34).

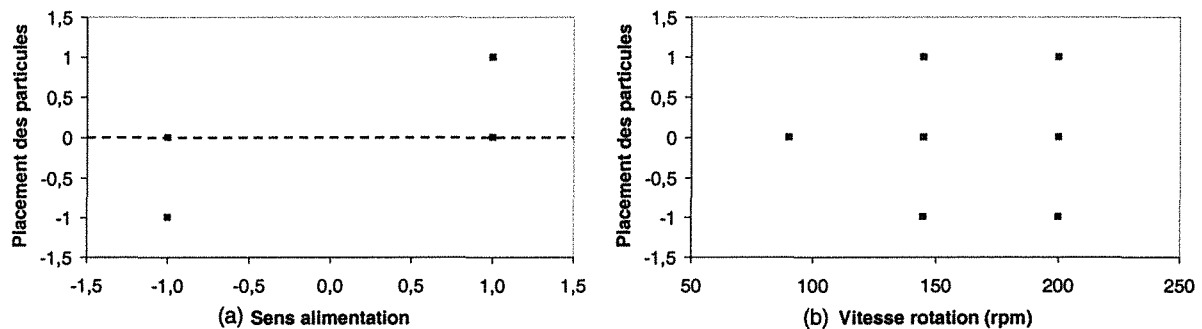


Fig. 4.34 Facteurs influençant l'allure de la dispersion des particules sur une section de conduite en sortie

On observe un phénomène particulier : lorsque l'on alimente le mélangeur par le haut, les particules sont soit bien dispersées soit circulent en haut de la conduite (fig.4.35A). Lorsque l'on alimente par le bas, la dispersion des particules est soit relativement homogène soit distribuée en bas de la conduite (fig.4.35B).

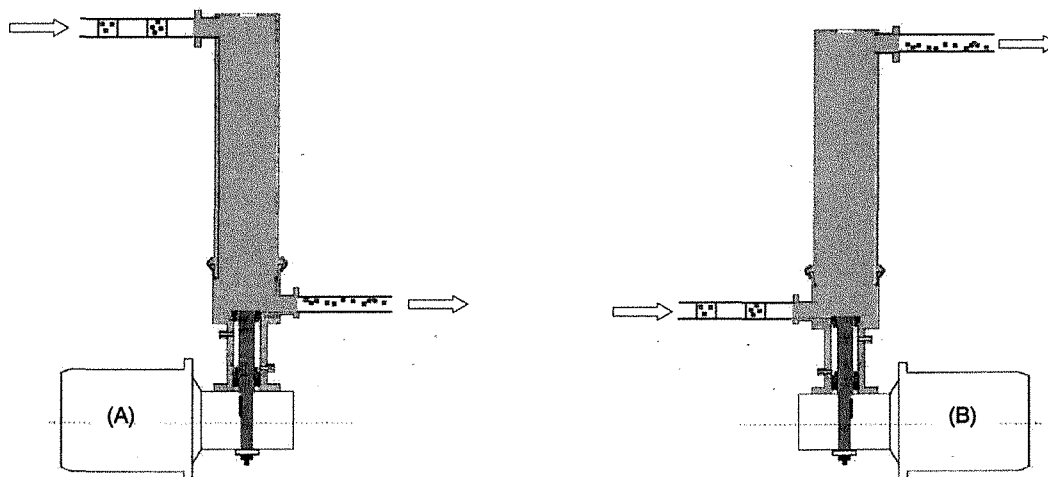


Fig. 4.35 Impact du sens l'alimentation sur l'allure de l'écoulement des particules dans le cas d'une mauvaise dispersion

Il est cependant possible de se trouver dans le cas d'une bonne dispersion quel que soit le sens d'alimentation : *le mélange doit être effectué doucement*. Les indicateurs donnent un meilleur mélange pour une plus faible vitesse de rotation, observation confirmée par l'étude des tendances d'écoulement visualisées sur les essais dits « homogènes ». Ceci peut s'expliquer par le fait que les particules sont difficilement dispersées lorsque les hélices tournent trop vite ; elles n'ont pas la possibilité de s'insérer entre les spires alors qu'elles peuvent le faire plus facilement à vitesse lente.

V. CONCLUSIONS DE L'IMPACT DES DIFFÉRENTS FACTEURS ET RECOMMANDATIONS ÉVENTUELLES

Les différentes techniques d'analyse ont permis de déterminer l'influence, plus ou moins grande, des paramètres « produits » et « procédé » sur la perte d'intégrité des particules dans la pompe doseuse et dans le mélangeur ainsi que sur la qualité du mélange en sortie. Il est intéressant de remarquer que la dégradation des particules et l'homogénéité de mélange ne dépendent pas des mêmes paramètres et peuvent donc être découplées. Les résultats sont résumés dans le tableau 4.12.

Facteurs	PI Pompe doseuse	PI Mélangeur	Bouchons temporels	Homogénéité dans la conduite	Capacité du mélangeur
Indice de consistance, k	–	–	–	–	–
Fermeté	+	–	–	–	+
$C_{\text{cubes} \rightarrow \text{prep}}$	+	–	–	–	+
$C_{\text{prep} \rightarrow \text{MB}}$	–	–	*	–	+
Taille	+++	+++	–	–	–
% Ouverture	–	–	*	–	+
Débit	–	+	–	–	+
Vitesse rotation	–	–	–	++	–
Sens rotation	–	+	–	+	–
Sens alimentation	–	–	–	+	+

– pas d'influence ; + influence ; * couplage influent

Tab. 4.12 Récapitulatif de l'impact des facteurs « produits » et « procédé » sur la perte d'intégrité des particules et sur l'homogénéité de mélange

Cette étude permet de tirer les conclusions suivantes pour les différents facteurs étudiés :

- *indice de consistance k* du fluide suspendant : ce facteur a peu d'influence globale sur les deux sujets d'étude. Ceci est peut être dû au fait que l'indice de consistance de la masse blanche, relativement élevé, est supérieur ou équivalent à celui du fluide suspendant.
- *fermeté* : ce facteur intervient de façon à priori étonnante dans le cadre du pompage de la préparation modèle (les particules les plus fragiles sont les moins dégradées) mais les résultats sont confirmés par différentes analyses. Une première explication de cette perte d'intégrité supérieure des particules fragiles pourrait être le fait qu'elles sont légèrement plus dégradées

lors de la fabrication que les particules fermes et donc de taille globalement inférieures. Ceci doit cependant être vérifié. La fermeté ressort également sous forme de tendance dans la capacité du mélangeur à homogénéiser dans l'espace. On en conclut que les particules fragiles semblent plus faciles à mélanger que les fermes (moins de dégradation et meilleure efficacité du mélangeur dans l'espace). Tous ces résultats devraient cependant bénéficier d'une étude plus approfondie et ciblée.

- $C_{cubes \rightarrow prep}$: ce facteur n'affecte pas la perte d'intégrité des particules même s'il influence la dispersion des temps de séjour des particules. Il apparaît dans l'évaluation de la capacité du mélangeur mais ceci peut être un artéfact dû à la technique de mesure tomographique.
- $C_{prep \rightarrow MB}$: ce paramètre intervient dans la dispersion des temps de séjour et dans la capacité d'homogénéisation dans l'espace. Il est plus facile d'homogénéiser un mélange moins concentré que l'inverse. D'autre part, l'utilisation industrielle plus probable de faibles concentrations entraîne la recommandation de l'utilisation d'une petite ouverture de la chambre de la pompe doseuse (Cf. % ouverture).
- *taille des particules* : ce facteur est particulièrement critique en ce qui concerne la perte d'intégrité des particules dans l'ensemble du procédé (pompe + mélangeur). L'équipement utilisé (notamment une pompe doseuse avec une entrée de 1 pouce) ne semble pas adapté pour les grosses particules de 12 mm car il n'est pas possible de minimiser la dégradation en modifiant les paramètres « procédé ». Le problème rencontré d'autre part est de représenter la taille des particules par un seul paramètre. Nous avons choisi de garder la valeur cible pour différencier les lots de petites, moyennes et grosses particules. Ceci mériterait cependant d'être affiné, principalement dans l'optique d'une transposition des résultats à des morceaux de fruits réels où la distribution en taille comporte une grande partie de petites particules.
- *% ouverture* : une trop grande ouverture couplée à une faible concentration en préparation entraîne la subsistance de bouchons en sortie de mélangeur. Ce facteur n'influence pas de façon prépondérante la perte d'intégrité des particules (taille facteur prépondérant). On peut alors recommander d'éviter de choisir une fréquence d'incorporation des bouchons de préparation (et donc un pourcentage d'ouverture) induisant des temps d'injection supérieurs au temps de passage et au temps de séjour des particules. Il serait cependant intéressant de vérifier l'impact de ce facteur sur la perte d'intégrité de particules de taille critique comme les 9 mm.
- *débit* : un débit lent entraîne une grande perte d'intégrité mais un meilleur mélange dans le temps, ceci pouvant être relié au temps de séjour des particules. Un compromis doit alors être trouvé. Dans les deux cas, l'influence n'est cependant pas prépondérante, principalement en ce qui concerne la dégradation des particules.

- *vitesse de rotation* : ce facteur n'intervient que dans la dispersion spatiale des particules en sortie de mélangeur. Il est cependant important : une vitesse de 90 tr.min^{-1} permet d'obtenir une dispersion des particules quasiment toujours correcte sur la section de conduite, contrairement aux deux autres niveaux.
- *sens de rotation* : le mélange est meilleur lorsque le flux passe par le centre du mélangeur au détriment de la perte d'intégrité des particules. Cependant, si l'on se trouve dans le cas d'un rapport entrefers/taille de particules supérieur à 2,5 (particules conservées), le sens favorisant l'homogénéité peut être recommandé. Si la taille des particules est à un niveau critique par rapport à la taille des entrefers, il faut trouver un compromis entre la qualité de l'homogénéité du mélange ou la conservation des particules.
- *sens d'alimentation* : ce facteur intervient souvent dans l'influence des réponses liées à l'homogénéité du mélange. Il n'est donc pas équivalent d'alimenter par le bas ou par le haut. En liaison avec ce sujet, il influe également sur le temps de séjour des particules et sur leur dispersion. L'alimentation par le bas induit une meilleure homogénéité en sortie. N'apparaissant pas comme facteur critique de perte d'intégrité, on peut alors conseiller d'alimenter le mélangeur de cette façon plutôt que par le haut.

En conclusion, on constate que l'optimisation du procédé est difficile en ce qui concerne la perte d'intégrité des particules. Par contre, il est possible d'améliorer l'homogénéité du mélange dans l'espace et dans le temps en évitant certaines combinaisons de facteurs et en utilisant celles recommandées.

CHAPITRE V

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Dans ce travail, nous avons étudié le procédé de fabrication de yoghourts aux fraises en relation avec la perte d'intégrité des particules de fruits et l'homogénéité du mélange et ce, à deux étapes jugées critiques du procédé, à savoir le pompage des fruits et le mélange fruits – masse blanche réalisé à l'aide d'un mélangeur dynamique. Dans un souci de compréhension des phénomènes, l'étude a été réalisée à l'aide de produits modèles, tant pour la préparation de fruits (fluide suspendant et morceaux) que pour la masse blanche, développés spécialement pour encadrer les caractéristiques des produits réels. Il s'agissait de déterminer les facteurs influant sur la dégradation des particules dans la pompe doseuse ainsi que ceux influant sur la perte d'intégrité et sur l'homogénéité du mélange au niveau du mélangeur dynamique.

Pour quantifier les différents points étudiés, deux techniques de mesure ont été utilisées et évaluées :

- il s'agit tout d'abord du « tamisage/analyse d'image/modélisation » pour l'évaluation de la perte d'intégrité des particules : la méthode proposée dans la littérature (Belaubre, 2000) a été affinée et développée. L'originalité du travail effectué consiste en la modélisation de la courbe de fréquence cumulée de la distribution en taille des particules. Elle permet une quantification de la perte d'intégrité des particules à travers la définition d'un critère permettant une comparaison entre les essais (différence de surface entre les courbes avant et après l'étape de procédé étudié) et ainsi la détermination des paramètres influant sur cette perte d'intégrité. Cette modélisation permet également d'envisager par la suite la prédiction de l'allure de la distribution en taille des particules en sortie en fonction de celle de l'entrée et des autres paramètres influents. En effet, les premiers modèles de perte d'intégrité proposés dans ce travail prennent en compte une caractérisation de la taille des particules par un paramètre unique et nous avons montré quelles en étaient les limites, principalement pour une transposition des résultats aux produits réels. La modélisation des courbes proposée comporte six paramètres (en fixant les nombres de puissance des fonctions de liaison), nombre relativement élevé mais cependant nécessaire pour caractériser toute leur allure. Chaque paramètre du modèle de distribution en taille ainsi que le critère de surface défini dans cette étude pourraient alors être évalués en fonction des paramètres de l'entrée pour déterminer un modèle global contenant les modélisations spécifiques de chacun des paramètres affinées par l'évaluation prédictive du critère de surface entre les courbes entrée et sortie. Ce modèle global pourrait être estimé en réalisant des essais supplémentaires ciblés sur les paramètres influents et en travaillant avec différentes allures de distributions en taille. L'évaluation de la précision de la méthode a permis de montrer qu'il n'était pas possible de quantifier de l'érosion. Cette précision est moyenne mais reste suffisante d'un point de vue statistique pour une comparaison entre les essais.

- il s'agit ensuite de la mesure de tomographie électrique pour étudier l'homogénéité de mélange : elle permet de quantifier la capacité du mélangeur à homogénéiser le mélange dans le temps et dans l'espace en comparant les flux en entrée et sortie. L'originalité du travail réside principalement dans l'utilisation et l'évaluation de la technique en elle-même, très

récente et en plein développement. Le flux discontinu dû à la pompe doseuse a cependant rendu l'interprétation très difficile car il n'est pas possible d'atteindre un régime permanent où l'image observée en sortie correspondrait à la variation du flux observé simultanément en entrée. Complétée par la visualisation filmée de l'écoulement en sortie d'installation, la tomographie électrique a permis de quantifier certains phénomènes comme la subsistance de bouchons de préparation dans le flux en sortie de mélangeur. Dans ce travail, nous avons choisi d'évaluer le mélange préparation de fruits modèle / masse blanche en le complétant par une détermination des temps de séjour spécifiques des particules. Différents développements peuvent être envisagés. Une configuration différente des conductivités électriques, avec les particules modèles d'un côté et l'ensemble fluide suspendant - masse blanche de l'autre, permettrait peut-être de visualiser et de quantifier la disposition des particules en sortie de mélangeur pour affiner l'approche visuelle réalisée à l'aide de la caméra fixée sur le viseur en sortie de ligne. D'autre part, la technique étant basée sur une différence de conductivité, elle semble pouvoir constituer également un bon capteur pour la détermination des temps de séjour des produits en présence. En effet, il pourrait être également intéressant de comparer les temps de séjour des deux fluides entre eux et avec celui des particules. Le capteur de tomographie semble pouvoir être en mesure de réaliser ces mesures moyennant quelques adaptations en ce qui concerne la conductivité des produits.

Ce travail a également permis de déterminer les paramètres influant sur la perte d'intégrité des particules et sur l'homogénéité de mélange. L'efficacité des équipements par rapport au type de produit utilisé a ainsi pu être évaluée :

- il a été montré que la taille jouait un rôle particulièrement critique au niveau de la perte d'intégrité des particules et que l'équipement utilisé (pompe doseuse et mélangeur dynamique) ne permettait pas la conservation de l'intégrité des grosses particules. Il n'est d'autre part pas possible d'optimiser cet équipement par rapport au produit utilisé en vue de diminuer la dégradation des particules, celle-ci dépendant principalement des paramètres produits. Il serait alors intéressant de comparer la perte d'intégrité des particules obtenue dans ce type d'équipement à celle induite par différentes pompes et d'autres mélangeurs (autre mobile d'agitation, mélangeurs statiques) pour permettre de mieux juger leur qualité. En ce qui concerne le matériel utilisé, des premiers modèles empiriques de perte d'intégrité ont été proposés. Il ne s'agit bien sûr que de premières propositions, valables uniquement dans le domaine d'étude. Ces modèles doivent être validés par des essais complémentaires ciblés sur les facteurs influents et éventuellement développés en prenant en compte la complexité de la distribution en taille d'un échantillon de particules.
- en ce qui concerne l'homogénéité de mélange, les techniques de mesure utilisées (tomographie électrique et observations visuelles) combinées à un flux discontinu n'ont pas permis de proposer de modèle. Cependant, l'optimisation du mélangeur est possible : des recommandations sur l'utilisation et le réglage de la pompe et du mélangeur en fonction des produits utilisés ont en effet pu être proposées. Ces résultats doivent toutefois être validés par

des essais plus ciblés sur les facteurs influents. Les techniques de mesure et les méthodologies d'analyse devront également être développées avant de pouvoir proposer des modèles prédictifs.

BIBLIOGRAPHIE

- ABDELRAHIM K.A., RAMASWAMY H.S., MARCOTTE M., TOUPIN C., *Mathematical Characterization of Residence Time Distribution Curves of Carrot Cubes in a Pilot Scale Aseptic Processing System*, *Lebensm.-Wiss. U.-Technol.* **26** (1993) 498-504
- ABDELRAHIM K.A., RAMASWAMY H.S., DOYON G., TOUPIN C., *Effects of Concentration and Temperature on Carboxymethylcellulose Rheology*, *International Journal of Food Science and Technology* **29** (1994) 243-253
- ABDELRAHIM K.A., RAMASWAMY H.S., *High Temperature / Pressure Rheology of Carboxymethyl Cellulose (CMC)*, *Food Research International* **28** (3) (1995)a 285-290
- ABDELRAHIM K.A., RAMASWAMY H.S., Van De VOORT F.R. (1995)b, *Rheological Properties of Starch Solutions Under Aseptic Processing Temperatures*, *Food Research International* **28** (5) 473-480
- ABDELRAHIM K.A., RAMASWAMY H.S., MARCOTTE M., *Residence Time Distributions of Meat and Carrot Cubes in the Holding Tube of an Aseptic Processing System*, *Lebensmittel- Wissenschaft und Technologie* **30** (1) (1997) 9-22
- AFONSO I.M., MAIA J.M., *Rheological Monitoring of Structure Evolution and Development in Stirred Yoghurt*, *Journal of Food Engineering* **42** (1999) 183-190
- AGUILERA J.M., XIONG Y.L., KINSELLA J.E., *Viscoelastic Properties of Mixed Dairy Gels*, *Food Research International* **26** (1993) 11-17
- AHMED E.M., DENNISON R.A., FLUCK R.C., *Textural Properties of Stored and Irradiated Tioga Strawberries*, *Journal of Texture Studies* **3** (1972)a 80-88
- AHMED E.M., FLUCK R.C., *Puncture Testing of Tioga Strawberries*, *Journal of Texture Studies* **3** (1972)b 165-172
- AHMED E.M., DENNISON R.A., FLUCK R.C., *Textural Properties of Stored and Irradiated Peaches*, *Journal of Texture Studies* **3** (1972)c 310-318
- ALHAMDAN A., SASTRY S., *Residence Time Distribution of Food and Simulated Particles in a Holding Tube*, *Journal of Food Engineering* **34** (1997) 271-292
- ALONSO-MOUGÁN M., MEIJIDE F., JOVER A., RODRÍGUEZ-NÚÑEZ E., VÁSQUEZ-TATO A., *Rheological Behavior of an Amide Pectin*, *Journal of Food Engineering* **55** (2002) 123-129
- ALVAREZ M.D., SAUNDERS D.E.J., VINCENT J.F.V., JERONIMIDIS G., *An Engineering Method to Evaluate the Crisp Texture of Fruit and Vegetables*, *Journal of Texture Studies* **31** (2000) 457-473
- APOSTOLOPOULOS C., BRENNAN J.G., *Interrelationships between Sensory and Mechanical Characteristics of Canned Peaches*, *Journal of Texture Studies* **25** (1994)a 191-206
- APOSTOLOPOULOS C., BRENNAN J.G., *Identification of the Main Textural Characteristics of Canned Peaches and the Effects of Processing Variables*, *Journal of Texture Studies* **25** (1994)b 383-402
- AXELOS M.A.V., THIBAUT J.-F., *The Chemistry of Low-Methoxyl Pectin Gelation*, in *The Chemistry and Technology of Pectin*, Ed. by Regina H. WALTER, Academic Press Inc. (1991)
- BADIER A., *Danone, Chambourcy, Yoplait et les autres*, *Process* **1085** (1993) 22-25
- BAGLEY E.B., *Large Deformations in Testing and Processing of Food Materials*, in *Physical Properties of Foods* (BAGLEY E.B. AND PELEG M., eds) (1983) pp 351-383, AVI Publishing Co., Westport, Connecticut
- BAPTISTA P.N., OLIVEIRA F.A.R., OLIVEIRA J.C., *Optimum Feed – and Tank – Operating Conditions to Maintain Constant Particle Concentration in Feed Streams of Particulate Fluid Food Suspensions*, *International Journal of Food Science and Technology* **29** (1994) 415-428

- BAPTISTA P.N., OLIVEIRA F.A.R., SANNERVIK J., OLIVEIRA J.C., *The Effect of Mixing Particles with Different Characteristics on the Residence Time Distribution of Particles in Two-Phase Flow in a Tubular System*, Journal of Food Engineering **29** (1996) 361-373
- BARIGOU M., FAIRHURST P.G., FRYER P.J., PAIN J.-P., *Concentric Flow Regime of Solid – Liquid Food Suspensions : Theory and Experiment*, Chemical Engineering Science (2003) 1671-1686
- BARNES H.A., HUTTON J.F., WALTERS K., *An Introduction to Rheology*, Rheology Series 3, Elsevier Science Publishers, Amsterdam (1989)
- BASAK S., RAMASWAMY H.S., *Simultaneous Evaluation of Shear Rate and Time Dependency of Stirred Yogurt Rheology as Influenced by Added Pectin and Strawberry Concentrate*, Journal of Food Engineering **21** (3) (1994) 385-393
- BEAULIEU M., TURGEON S.L., DOUBLIER J.-L., *Rheology, Texture and Microstructure of Whey Proteins/low Methoxyl Pectins Mixed Gels with Added Calcium*, International Dairy Journal **11** (2001) 961-967
- BELAUBRE N.(2000), *Etude de la Dégradation de Suspensions de Grosses Particules Fragiles lors d'un Traitement Thermique en Continu et en Cuves Mécaniquement Agitées*, Thèse Nancy I-LEMTA
- BEN-ZION O., NUSSINOVITCH A., *Predicting the Deformability Modulus of Multi-layered Texturized Fruits and Gels*, Lebensm. -Wiss. u.-Technol. **29** (1996) 129-134
- BERRY N., *Predicting Fastest Particle Residence Time*, First Int. Congress in Aseptic Processing Technologies, Indianapolis, (1989) 19-21
- BEZENECH T., MAINGONNAT J.F., *Characterization of the rheological properties of yogurt – a review.*, Journal of Food Engineering **21** (4) (1994) 447-472
- BEZENECH T., MAINGONNAT J.F., *Flow Properties of Stirred Yoghurt : Structural Parameter Approach in Describing Time-Dependency.*, Journal of Texture Studies **24** (4) (1993) 455-473
- BHAMIDIPATI S., SINGH R.K., *Flow Behaviour of Tomato Sauce with or without Particulates in Tube Flow*, Journal of Food Process Engineering **12** (12) (1990) 275-293
- BLAHOVEC J., VACEK J., PATOČKA K., *Texture of Fried Potato Tissue as Affected by Pre-Blanching in Some Salt Solutions*, Journal of Texture Studies **30** (1999) 493-507
- BOURNE M.C., *Measurement of Shear and Compression Components of Puncture Tests*, Journal of Food Science **31** (1966) 282-291
- BOURNE M.C., *Texture Profile Analysis*, Food Technology (1978) 62-72
- BOURNE M.C., *Theory and Application of the Puncture Test in Food Texture Measurement*, in SHERMAN P., *Food Texture and Rheology* Academic Press Inc., (1979) 95-142
- BOURNE M.C., *Food Texture and Viscosity : Concept and Measurement*, Academic Press San Diego (1982)
- BOURNE M.C., *Calibration of Rheological Techniques Used for Foods*, Journal of Food Engineering **16** (1992) 151-163
- BOURNE M.C., MOYER J.C., *The Extrusion Principle in Texture Measurement of Fresh Peas*, Food Technology **22** (1968) 81-86
- BRUCATO A., BRUCATO V., RIZZUTI L., *Residence Time Distribution of Solid Particles in Stirred Vessels*, Chem. Eng. Comm. **115** (1992) 161-181
- BRUSEWITZ G.H., YU H., *Back-Extrusion Method for Determining Properties of Mustard Slurry*, Journal of Food Engineering **27** (1996) 259-265

- BÜTTNER R., UHLEMANN K., SCHULZE P., *Penetrometrische Festigkeitsuntersuchungen an Früchten eines Erdbeersortimentes*, Arch. Gartenbau Berlin **35** (3) (1987) 115-128
- CARBONELL E., COSTELL E., DURÁN L., *Rheological Behaviour of Sheared Jams. Relation with Fruit Content*, Journal of Texture Studies **22** (1991)a 33-43
- CARBONELL E., COSTELL E., DURÁN L., *Rheological Indices of Fruit Content in Jams : Influence of Formulation on Time-Dependent Flow of Sheared Strawberry and Peach Jams*, Journal of Texture Studies **22** (1991)b 457-471
- CARRIERE C.J., AMIS E.J., SCHRAG J.L., FERRY J.D., *Dilute – Solution Dynamic Viscoelastic Properties of Xanthan Polysaccharide*, Journal of Rheology **37** (3) (1993) 469-478
- CARLE R., *Frucht mit « Biss » : Maßnahmen zur Verbesserung der Stückigkeit von Fruchtzubereitungen*, Dmz Lebensmittelindustrie und Michwirtschaft **121** (21) (2000) 900-907
- CARLE R., BORZYCH P., DUBB P., SILIHA H., MAIER O., *A New Process for Firmer Canned Cherries and Strawberries*, Food Austria **53** (8) (2001) 343-348
- CASTELAIN C., BERGER D., LEGENTILHOMME P., MOKRANI A., PEERHOSSAINI H., *Experimental and Numerical Characterisation of Mixing in a Steady Spatially Chaotic Flow by Means of Residence Time Distribution Measurements*, International Journal of Heat and Mass Transfer **43** (2000) 3687-3700
- CHANDARANA D.I., UNVERFERTH J.A., *Residence Time Distribution of Particulate Foods at Aseptic Processing Temperatures*, Journal of Food Engineering **28** (1996) 349-360
- CHEN C.R., RAMASWAMY H.S., *A Neuro-Computing Approach for Modeling of Residence Time Distribution (RTD) of Carrot Cubes in a Vertical Scrapped Surface Heat Exchanger (SSHE)*, Food Research International **33** (2000) 549-556
- CHIAMPO F., TASSO M., OCELLI A., CONTI R., *Proprieta rheologiche di puree di frutta*, Industria Conserve **7** (3) (1996) 331-336
- CHO Y.-J., HAN Y. J., *Nondestructive Characterization of the Apple Firmness by Quantitation of Laser Scatter*, Journal of Texture Studies **30** (1999) 625-638
- CLARK R.C., RAO V.N.M., *Dynamic Testing of Fresh Peach Texture*, Transactions of the ASAE (1978) 777-780
- CLARK A.H., ROSS-MURPHY S.B., *Structural and Mechanical Properties of Biopolymer Gels*, Advances in Polymer Science **83** (1987) 57-192
- COOK F.M., FEAR C.D., *Evaluation of Methods for Testing Fruit Strength in Red Raspberry*, Acta Horticulturae **505** (1999) 87-90
- COSTELL E., CARBONELL E., DURÁN L., *Chemical Composition and Rheological Behaviour of Strawberry Jams*, Acta Alimentaria (Budapest) **16** (4) (1987) 319-330
- COSTELL E., CARBONELL E., DURÁN L., *Rheological Indices of Fruit Content in Jams : Effect of Formulation on Flow Plasticity of Sheared Strawberry and Peach Jams*, Journal of Texture Studies **24** (1993) 375-390
- DAUBERT C.R., TKACHUK J.A., TRUONG V.D., *Quantitative Measurement of Food Spreadability Using the Vane Method*, Journal of Texture Studies **29** (1998) 427-435
- DE KEE D., CODE R.K., TURCOTTE G., *Flow Properties of Time-Dependent Foodstuffs*, Journal of Rheology **27** (1983) 581-604
- DELONG J.M., PRANGE R.K., HARRISON P.A., McRAE K.B., *Comparison of a New Apple Firmness Penetrometer with Three Standard Instruments*, Postharvest Biology and Technology **19** (2000) 201-209

- DEMARS L.L., ZIEGLER G.R., *Texture and Structure of Gelatin/Pectin – based Gummy Confections*, Food Hydrocolloids **15** (2001) 643-653
- DURAND D., BERTRAND C., CLARK A.H., LIPS A., *Calcium-Induced Gelation of Low Methoxy Pectin Solutions – Thermodynamic and Rheological Considerations*, Int. J. Biol. Macromol. **12** (1) (1990) 14-18
- DYAKOWSKI T., JEANMEURE L. F.C., JAWORSKI A.J., *Applications of Electrical Tomography for Gas – Solids and Liquid – Solids Flows – a Review*, Powder Technology **112** (2000) 174-192
- ELIOT – GODEREAUX S.C., FAIRHURST P.G., GOULLIEUX A., PAIN J.-P., *Passage Time Distribution of Cubes and Spherical Particles in an Ohmic Heating Pilot Plant*, Journal of Food Engineering **47** (2001) 11-22
- EL-NAWAWI S.A., HEIKAL Y.A., *Factors Affecting the Production of Low-Ester Pectin Gels*, Carbohydrate Polymers **26** (1995) 189-193
- ESCUDIER M.P., GOULDSON I.W., PEREIRA A.S., PINHO F.T., POOLE R.J., *On the Reproducibility of the Rheology of Shear-Thinning Liquids*, Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics **97** (2001) 99-124
- FADERANI S., TÜZÜN U., THORPE R.B., SMITH D.L.O., *Discharge and Transport of Nearly Buoyant Granular Solids in Liquids – Part II: An Investigation of the Effects of Particle Properties on Mixture – Discharge Rates and Pore – Pressure Profiles*, Chemical Engineering Science **53** (1998) 575-598
- FAIRHURST P.G., BARIGOU M., FRYER P.J., PAIN J.-P., *Particle Passage Time Distributions in Vertical Pipe Flow of Solid-Liquid Food Mixtures*, Trans. IChemE, Food & Bioproducts Processing (2000)
- FAIRHURST P.G., PAIN J.-P., *Passage Time Distributions for High Solid Fraction Solid-Liquid Food Mixtures in Horizontal Flow: Unimodal Size Particle Distributions*, Journal of Food Engineering **39** (1999) 345-357
- FAIRHURST P.G., ELIOT S., GOULLIEUX A., PAIN J.-P., *Hall Effect Sensors: a Simple Method to Measure Passage Time Distributions of Solid Particles in Solid-Liquid Flow*, In Proceedings Sensoral 98, France: Montpellier, 24-27 February (1998)
- FANGARY Y.S., WILLIAMS R.A., NEIL W.A., BOND J., FAULKS I., *Application of Electrical Resistance Tomography to Detect Deposition in Hydraulic Conveying Systems*, Powder Technology **95** (1998) 61-66
- FISZMAN S.M., DAMÁSIO M.H., *Suitability of Single- Compression and TPA Tests to Determine Adhesiveness in Solid and Semi-Solid Foods*, Journal of Texture Studies **31** (2000)a 55-68
- FISZMAN S.M., DAMÁSIO M.H., *Instrumental Measurement of Adhesiveness in Solid and Semi-Solid Foods. A Survey*, Journal of Texture Studies **31** (2000)b 69-91
- FU J.-T., RAO M.A., *The Influence of Sucrose and Sorbitol on Gel-Sol Transition of Low-Methoxyl Pectin +Ca²⁺ Gels*, Food Hydrocolloids **13** (1999) 371-380
- FU J.-T. , RAO M.A., *Rheology and Structure Development During Gelation of Low-Methoxyl Pectin Gels : the Effect of Sucrose*, Food Hydrocolloids **15** (2001) 93-100
- FUJIWARA J., IWANAMI T., TAKAHASHI M., TANAKA R., HATAKEYAMA T., HATAKEYAMA H., *Structural Changes of Xanthan Gum Association in Aqueous Solutions*, Thermochimica Acta **352-353** (2000) 241-246
- GABRIELE D., de CINDIO B., D'ANTONA P., *A Weak Gel Model for Foods*, Rheologica Acta **40** (2001) 120-127
- GARCIA-OCHOA F., SANTOS V.E., CASAS J.A., GOMEZ E., *Xanthan Gum : Production, Recovery, and Properties*, Biotechnology Advances **18** (2000) 549-579
- GARNIER C., AXELOS M.A.V., THIBAUT J.-F., *Dynamic Viscoelasticity and Thermal Behaviour of Pectin-Calcium Gels*, Food Hydrocolloids **5** (1991) 105-108

- GERDES D.L., BURNS E.E., HARROW L.S., *Some Effects of Gelling Agents and Sweeteners on High and Low Sugar Content Carbohydrate Gels*, *Lebensm.-Wiss. u. Technol.* **20** (1987) 282-286
- GILSENAN P.M., RICHARDSON R.K., MORRIS E.R., *Thermally Reversible Acid-Induced Gelation of Low-Methoxyl Pectin*, *Carbohydrate Polymers* **41** (2000) 339-349
- GOH S.M., CHARALAMBIDES M.N., WILLIAMS J.G., *Fracture Mechanics of Food Products*, *Proceedings of the 2nd International Symposium on Food Rheology and Structure*, Zürich, (2000) 259-263
- GOMEZ-DIAZ D., NAVAZA J.M., *Rheology of Aqueous Solutions of Food Additives – Effects of Concentration, Temperature, Blending*, *Journal of Food Engineering* **56** (2003) 387-392
- GRABOWSKI S., RAMASWAMY H.S., *Incipient Carrier Fluid Velocity for Particulate Flow in a Holding Tube*, *Journal of Food Engineering* **24** (1995) 123-136
- GRANT G.T., MORRIS E.R., REES D.A., SMITH P.J.C., THOM D., *Biological Interactions Between Polysaccharides and Divalent Cations : the Egg-Box Model*, *FEBS Letters* **32** (1973) 195-198
- GREGSON C.M., HILL S.E., MITCHELL J.R., SMEWING J., *Measurement of the Rheology of Polysaccharide Gels by Penetration*, *Carbohydrate Polymers* **38** (1999) 255-259
- GRIGELMO-MIGUEL N., MARTIN-BELLOSO O., *Influence of Fruit Dietary Fibre Addition on Physical and Sensorial Properties of Strawberry Jams*, *Journal of Food Engineering* **41** (1999) 13-21
- GRIGELMO-MIGUEL N., IBARZ-RIBAS A., MARTIN-BELLOSO O., *Flow Properties of Orange Dietary Fiber Suspensions*, *Journal of Texture Studies* **30** (1999) 245-257
- GREVE L.C., SHACKEL K.A., AHMADI H., McARDLE R.N., GOHLKE J.R., LABAVITCH J.M., *Impact of Heating on Carrot Firmness: Contribution of Cellular Turgor*, *Journal of Agric. Food Chem.* **42** (1994)a 2896-2899
- GREVE L.C., McARDLE R.N., GOHLKE J.R., LABAVITCH J.M., *Impact of Heating on Carrot Firmness: Changes in Cell Wall Components*, *Journal of Agric. Food Chem.* **42** (1994)b 2900-2906
- GROSS M.O., RAO V.N.M., SMIT C.J.B., *Rheological Characterization of Low-Methoxyl Pectin Gel by Normal Creep and Relaxation*, *Journal of Texture Studies* **11** (3) (1980) 271-290
- GROSS M.O., RAO V.N.M., SMIT C.J.B., *Direct Stress-Strain Dynamic Characteristics of Low-Methoxyl Pectin Gels*, *Journal of Texture Studies* **13** (1982) 97-114
- GROSSO C.R.F., RAO M.A., *Dynamic Rheology of Structure Development in Low-Methoxyl Pectin+Ca²⁺ + Sugar Gels*, *Food Hydrocolloids* **12** (1998) 357-363
- GUNASEKARAN S., AK M.M., *Dynamic Oscillatory Shear Testing of Foods – Selected Applications*, *Trends in Food Science and Technology* **11** (2000) 115-127
- GUPTA R.K., DAS S.K., *Fracture Resistance of Sunflower Seed and Kernel to Compressive Loading*, *Journal of Food Engineering* **46** (2000) 1-8
- HAMANN D.D., *Analysis of Stress during Impact of Fruit Considered to be Viscoelastic*, *Transactions of the ASAE* **13** (6) (1970) 893-900
- HAMANN D.D., *Structural Failure in Solid Foods*, in *Physical Properties of Foods*, ed. BAGLEY E.B. AND PELEG M., AVI Publishing Co., Westport, Connecticut, (1983) 351-383
- HARKER F.R., SUTHERLAND P.W., *Physiological Changes Associated with Fruit Ripening and the Development of Mealy Texture during Storage of Nectarine*, *Postharvest Biology and Technology* **2** (1993) 269-277

- HARKER F.R., MAINDONALD J.H., JACKSON P.J., *Penetrometer Measurement of Apple and Kiwifruit Firmness : Operator and Instrument Differences*, J. Amer. Soc. Hort. Sci. **121** (5) (1996) 927-936
- HARKER F.D., STEC M.G.H., HALLETT I.C., BENNETT C., *Texture of Parenchymatous Plant Tissue : a Comparison between Tensile and Other Instrumental and Sensory Measurements of Tissue Strength and Juiciness*, Postharvest Biology and Technology **11** (1997) 63-72
- HARKER F.R., ELGAR H.J., WATKINS C.B., JACKSON P.J., HALLETT I.C., *Physical and Mechanical Changes in Strawberry Fruit after High Carbon Dioxide Treatments*, Postharvest Biology and Technology **19** (2000) 139-146
- HARRIS A.T., DAVIDSON J.F., THORPE R.B., *A Novel Method for Measuring the Residence Time Distribution in Short Time Scale Particulate System*, Chemical Engineering Journal **89** (2002) 127-142
- HELLINGA C., SOMSEN D.J., KOENRAADS J.P.J.M., *Viscosity of Stirred Yogurt : Modern Techniques Useful in Analysing and Improving Routine Measurements*, Netherlands Milk Dairy Journal **40** (1986) 217-240
- HIETARANTA T., LINNA M.-M., *Penetrometric Measurement of Strawberry Fruit Firmness : Device Testing*, Hort. Technology **9** (1) (1999) 103-105
- HUNG Y.-C., PRUSSIA S.E., EZEIKE G.O.I., *Nondestructive Firmness Sensing Using a Laser Air-Puff Detector*, Postharvest Biology and Technology **16** (1999) 15-25
- IBARZ A., GINER J., PAGAN J., GIMENO V., GARZA S., *Research Note: Rheological Behaviour of Kiwi Fruit Juice Concentrates*, Journal of Texture Studies **26** (1995) 137-145
- IBARZ A., *Rheological Behaviour of Sloe (Prunus Spinosa) Fruit Juices*, Journal of Food Engineering **27** (1996) 423-430
- JEWELL G.C., RANTSIOS A., SCHOLEY J., *Factors Influencing the Breakdown of Fruit in Strawberry Jam*, Journal of Texture Studies **4** (1973) 363-370
- KAMYAB I., CHAKRABARTI S., WILLIAMS J.G., *Cutting Cheese with Wire*, Journal of Materials Science **33** (11) (1998) 2763-2770
- KARLSEN A.M., AABY K., SIVERTSEN H., BAARDSEYH P., ELLEKJÆR M.R., *Instrumental and Sensory Analysis of Fresh Norwegian and Imported Apples*, Food Quality and Preference **10** (1999) 305-314
- KEOGH M.K., O'KENNEDY B.T., *Rheology of Stirred Yogurt as Affected by Added Milk Fat, Protein and Hydrocolloids*, Journal of Food Science **63** (1) (1998) 108-112
- KRAMER A., HAWBECKER J.V., *Measuring and Recording Rheological Properties of Gels*, Food Technology **20** (1966) 111-115
- KRATZ R., DENGLER K., *Fruchtzubereitungen für Joghurts – Anforderungen an das Verdickungsmittel Pektin seitens der Hersteller von Fruchtzubereitungen und Joghurts*, Dmz Lebensmittelindustrie und Milchwirtschaft **116** (14) (1995)a 640-647
- KRATZ R., DENGLER K., *Fruit Preparations for Yogurts. Pectin as a Thickener – Requirements Posed by Producers of Fruit Preparations and Yogurts*, Food Technology Europe **2** (2) (1995)b 130-137
- KROKIDA M.K., MAROULIS Z.B., *The Effects of Drying Methods on Viscoelastic Behaviour of dehydrated Fruits and Vegetables*, International Journal of Food Science and Technology **35** (2000) 391-400
- LACROIX C., CASTAIGNE F., ROUTHIER B., *Evaluation du Comportement Textural à la Congélation de Diverses Espèces de Fraises*, Lebensm.-Wiss.u.-Technol. **18** (1985) 35-42
- LANIER T.C., *Measurement of Fracture of Solid and Semi-solid Foods with the Hamann Torsion Gelometer*, Proceedings of the 2nd International Symposium on Food Rheology and Structure, Zürich, (2000) 121-125

- LAREO C., BRANCH C.A., FRYER P.J., *Particle Velocity Profiles for Solid-Liquid Food Flows in Vertical Pipes – Part I. Single Particles*, Powder Technology **93** (1997)a 23-34
- LAREO C., NEDDERMAN R.M., FRYER P.J., *Particle Velocity Profiles for Solid-Liquid Food Flows in Vertical Pipes – Part II. Multiple Particles*, Powder Technology **93** (1997)b 35-45
- LEE S.-Y., LUNA-GUZMAN I., CHANG S., BARRETT D.M., GUINARD J.-X., *Relative Descriptive Analysis and Instrumental Texture Data of Processed Diced Tomatoes*, Food Quality and Preference **10** (1999) 447-455
- LIU S., PAIN J.-P., PROCTOR J., DE ALWIS A.A.P., FRYER P.J., *An Experimental Study of Particle Flow Velocities in Solid-Liquid Food Mixtures*, Chem. Eng. Comm. **124** (1993) 97-114
- LOH W.W., WATERFALL R.C., CORY J., LUCAS G.P., *Using ERT for Multi-Phase Flow Monitoring*, Proceedings of the 1st World Congress on Industrial Process Tomography, Buxton, Greater Manchester, April 14-17 (1999)
- LU R., ABBOTT J.A., *A Transient Method for Determining Dynamic Viscoelastic Properties of Solid Foods*, Transactions of the ASAE **39** (4) (1996) 1461-1467
- LU R., GUYER D.E., BEAUDRY R.M., *Determination of Firmness and Sugar Content of Apples Using Near-Infrared Diffuse Reflectance*, Journal of Texture Studies **31** (2000) 615-630
- LUCAS G.P., CORY J., WATERFALL R.C., LOH W.W., DICKIN F.J., *Measurement of the Solids Volume Fraction and Velocity Distributions in Solids-Liquid Flows Using Dual-Plane Electrical Resistance Tomography*, Flow Measurement and Instrumentation **10** (1999) 249-258
- MA Y., ZHENG Z., XU L.-A., LIU X., WU Y., *Application of Electrical Tomography System to Monitor Gas/Liquid Two-Phase Flow in a Horizontal Pipe*, Flow Measurement and Instrumentation **12** (2001) 259-265
- MACOSKO C. W., *Rheology : Principles, Measurements, and Applications*, VCH Publishers (1994)
- MAINGONNAT J.F., BEZENECH T., KOROLCZUK J., *Influence de la Thixotropie des Fluides Alimentaires sur les Procédés de Transformation*, Les Cahiers de Rhéologie , Vol XIII, (1994) n°1-2
- MANCINI M., MORESI M., RANCINI R., *Uniaxial Compression and Stress Relaxation Tests on Alginate Gels*, Journal of Texture Studies **30** (1999)a 639-657
- MANCINI M., MORESI M., RANCINI R., *Mechanical Properties of Alginate Gels: Empirical Characterisation*, Journal of Food Engineering **39** (1999)b 369-378
- MAO R., TANG J., SWANSON B.G., *Texture Properties of High and Low Acyl Mixed Gellan Gels*, Carbohydrate Polymers **41** (2000) 331-338
- MARCOTTE M., PIETTE J.P.G., *Electrical Conductivities of Hydrocolloid Solutions*, Journal of Food Process Engineering **21** (1998) 503-520
- MARCOTTE M., TRIGUI M., TATIBOUËT J., RAMASWAMY H.S., *An Ultrasonic Method for Assessing the Residence Time Distribution of Particulate Foods During Ohmic Heating*, Journal of Food Science **65** (7) (2000) 1180-1186
- MARCOTTE M., TAHERIAN A.R., TRIGUI M., RAMASWAMY H.S., *Evaluation of Rheological Properties of Selected Salt Enriched Food Hydrocolloids*, Journal of Food Engineering **48** (2001)a 157-167
- MARCOTTE M., TAHERIAN A.R., RAMASWAMY H.S., *Rheological Properties of Selected Hydrocolloids as a Function of Concentration and Temperature*, Food Research International **34** (2001)b 695-703
- MARTIN R., DAWSON D., SAKURAI N., NEVINS D.J., *Evaluation of Rheological Properties Contributing to Fruit Texture*, Acta Horticulturae **464** (1998) 405-410

- McCABE W.L., SMITH J.C., HARRIOT P., *Unit Operations in Chemical Engineering*, McGraw-Hill, New York (1985)
- McCOY S.C., ZURITZ C.A., SASTRY S.K., *Residence Time Distributions of Simulated Food Particles in a Holding Tube*, Trans. ASAE Paper n°87-6536
- McEVOY H., ROSS-MURPHY S.B., CLARK A.H., *Large Deformation and Ultimate Properties of Biopolymer Gels: 1. Single Biopolymer Component Systems*, Polymer **26** (1985)a 1483-1492
- McEVOY H., ROSS-MURPHY S.B., CLARK A.H., *Large Deformation and Ultimate Properties of Biopolymer Gels: 2. Mixed Gel Systems*, Polymer **26** (1985)b 1493-1500
- McGLONE V.A., JORDAN R.B., *Kiwifruit and Apricot Firmness Measurements by the Non-Contact Laser Air-Puff Method*, Postharvest Biology and Technology **19** (2000) 47-54
- McKEE S.L., WILLIAMS R.A., BOXMAN A., *Development of Solid – Liquid Mixing Models Using Tomographic Techniques*, The Chemical Engineering Journal **56** (1995) 101-107
- MEDINA-TORRES L., BRITO-DE LA FUENTE E., TORRESTIANA-SANCHEZ B., ALONSO S., *Mechanical Properties of Gels Formed by Mixtures of Mucilage Gum (Opuntia Ficus Indica) and Carrageenans*, Carbohydrate Polymers **52** (2003) 143-150
- MERMELSTEIN N.H., *Measuring Temperature and Residence Time Distribution with Magnets*, Food Technology **53** (10) (1999) 86-90
- MEULLENET J-F.C., GROSS J., *Instrumental Single and Double Compression Tests to Predict Sensory Texture Characteristics of Foods*, Journal of Texture Studies **30** (1999) 167-180
- MILAS M., RINAUDO M., *Flow and Viscoelastic Properties of Xanthan Gum Solutions*, Macromolecules **23** (1990) 2506-2511
- MILAS M., REED W.F., PRINTZ S., *Conformations and Flexibility of Native and Re-natured Xanthan in Aqueous Solutions*, International Journal of Biological Macromolecules **18** (1996) 211-221
- MIZRACH A., FLITSANOV U., AKERMAN M., ZAUBERMAN G., *Monitoring Avocado Softening in Low-Temperature Storage Using Ultrasonic Measurements*, Computers and Electronics in Agriculture **26** (2000) 199-207
- MONTGOMERY D.C., *Design and Analysis of Experiments*, John Wiley&Sons, Inc. (2001) Fifth Edition New York
- MORRIS E.R., *Polysaccharide Rheology and In-Mouth Perception*, in Food Polysaccharides and their Applications, edited by Alistair M. STEPHEN, Ed. Dekker, (1995) 517-546
- MURPHY O., *Processed Fruit that Tastes fresh from the tree*, Food Ingredients and Analysis International (2000) 31-36
- NIELSEN M., MARTENS H.J., *Low Frequency Ultrasonics for Texture Measurements in Cooked Carrots*, Journal of Food Science **62** (6) (1997) 1167-1175
- OLKKU J.E., SHERMAN P., *Compression Testing of Cylindrical samples with an Instron Universal Machine*, in SHERMAN P., *Food Texture and Rheology*, Academic Press, (1979) 157-175
- OUDET C., *Polymères – Structure et propriétés – Introduction*, Ed. Masson (1994)
- OURECKY D.K., BOURNE M.C., *Measurement of Strawberry Texture with an Instron Machine*, Proc. Am. Soc. Hortic. Sci. **93** (1968) 317-325
- PAHL M., GLEISSLE W., LAUN H.-M., *Praktische Rheologie der Kunststoffe und Elastomere*, VDI-Verlag (1991)

- PAIN J.P., FRYER P.J., SHI LIU, ZHANG, *Velocity and Temperature Distributions of Particle – Liquid Two Phase Food Flows in Horizontal Pipes*, TIFAN vol. V (1992)
- PALANIAPPAN S., SASTRY S.K., *Electrical Conductivities of Selected Solid Foods during Ohmic Heating*, Journal of Food Process Engineering **14** (1991)a 221-236
- PALANIAPPAN S., SASTRY S.K., *Modelling of Electrical Conductivity of Liquid-Particle Mixtures*, Trans Icheme **69** (1991)b 167-174
- PALANIAPPAN S., SASTRY S.K., *Electrical Conductivity of Selected Juices: Influences of Temperature, Solids Content, Applied Voltage and Particle Size*, Journal of Food Process Engineering **14** (1991)c 247-260
- PALMIERI L., CACACE D., DIPOLLINA G., DALL'AGLIO G., *Residence Time Distribution of Food Suspensions Containing Large Particles When Flowing in Tubular Systems*, Journal of Food Engineering **17** (1992) 225-239
- PAREEK V.K., YAP Z., BRUNGS M.P., ADESINA A.A., *Particle Residence Time Distribution (RTD) un Three-Phase Annular Bubble Column Reactor*, Chemical Engineering Science **56** (2001) 6063-6071
- PATEL N., McGLONE A., SCHAARE P., *"Berrybounce": a Technique for the Rapid and non-destructive Measurement of Firmness in Small Fruit*, Acta Horticulturae **352** (1993) 189-198
- PEKSA A., APELAND J., GRONNEROD S., MAGNUS E.-M., *Comparison of the Consistencies of Cooked Mashed Potato Prepared from Seven Varieties of Potatoes*, Food Chemistry **76** (2002) 311-317
- PELEG K., *Non-Destructive Measurement of Fruit Firmness*, Food Processing Automation III, Proceedings of the FPAC III Conference Orlando, USA, (1994) 336-345
- PESENTI V., LUGINBÜHL W., *Assessment of Cohesion in Gruyere-Type Cheese by Rheological Methods*, Journal of Texture Studies **30** (1999) 1-16
- POMERANZ, MELOAN, *Food Analysis, Theory and practise*, 2nd ed, Van Nostrand Rheinhold Company Inc. (1987)
- PORDESIMO L.O., ZURITZ C.A., SHARMA M.G., *Flow Behaviour of Coarse Solid-Liquid Food Mixtures*, Journal of Food Engineering **21** (1994) 495-511
- PRENTICE J.H., *Dairy Rheology : a Concise Guide*, VCH Publishers Inc., New York (1992)
- RAO M.A., *Predicting the Flow Properties of Food Suspensions of Plant Origin*, Food Technology (1987) 85-88
- RAO M.A., STEFFE J.F., *Measuring Yield Stress of Fluid Foods*, Food Technology **51** (2) (1997) 50-52
- RAHMAN S., *Food Properties Handbook*, CRC Press, Boca Raton (1995)
- RAMASWAMY H.S., ABDELRAHIM K.A., MARCOTTE M., CLAVIER P., *Residence Time Distribution (RTD) Characteristics of Meat and Carrot Cubes in Starch Solutions in a Vertical Scraped Surface Heat Exchanger(SSHE)*, Food Research International **28** (4) (1995) 331-342
- RAMASWAMY H.S., ABDELRAHIM K.A., SIMPSON B.K., SMITH J.P., *Residence Time Distribution (RTD) in Aseptic Processing of Particulate Foods : a Review*, Food Research International **28** (3) (1995) 291-310
- RAMASWAMY H.S., BASAK S., *Rheology of Stirred Yoghurts*, Journal of Texture Studies **22** (2) (1991) 231-241
- RAMASWAMY H.S., BASAK S., *Time dependent stress decay rheology of stirred yoghurt*, International Dairy Journal **2** (1992)a 17-31

- RAMASWAMY H.S., BASAK S., *Pectin and Raspberry Concentrate Effects on the Rheology of Stirred Commercial Yogurt*, Journal of Food Science **57** (2) (1992)b 357-360
- RODD A.B., DUNSTAN D.E., BOGER D.V., *Characterisation of Xanthan Gum Solutions Using Dynamic Light Scattering and Rheology*, Carbohydrate Polymers **42** (2000) 159-174
- ROHM H., *Viskosität und Thixotropie von Joghurt*, Milchwissenschaft **44** (6) (1989) 340-342
- ROHM H., *Viscosity Determination of Stirred Yoghurt*, Lebensm. Wiss. Technol. **25** (1992) 297-301
- ROHM H., JAROS D., deHAAN M., *A Video-based Method for Determination of Average Stress-Strain Relations in Uniaxial Compression of Selected Foods*, Journal of Texture Studies **28** (1997) 245-255
- RÖNNEGÅRD E., DEJMEK P., *Development and Breakdown of Structure in Yoghurt Studied by Oscillatory Rheological Measurements*, Lait **73** (1993) 371-379
- ROSENTHAL A.J., *Food Texture : Measurement and Perception*, Aspen Publishers Inc., Gaithersburg (1999)
- ROSS-MURPHY S.B., MORRIS V.J., MORRIS E.R., *Molecular Viscoelasticity of Xanthan Polysaccharide*, Faraday Symp. Chem. Soc. **18** (1983) 115-129
- ROSS-MURPHY S.B., *Rheological Characterization of Polymer Gels and Network*, Polymer Gels and Networks **2** (1994) 229-237
- ROSS-MURPHY S.B., *Structure – Property Relationships in Food Biopolymer Gels and Solutions*, Journal of Rheology **39** (1995) 1451-1463
- ROSS-MURPHY S.B., *Rheological Characterisation of Gels*, Journal of Texture Studies **26** (1995) 391-400
- ROUDOT A.-C., *Essai d'Interprétation Physique des Mesures de Pénétrométrie sur Fruits et Légumes*, Ind. Alim. Agr. **113** (6) (1996) 428-431
- SALENGKE S., SASTRY S.K., *Residence Time Distribution of Cylindrical Particles in a Curved Section of Holding Tube: the Effect of Particle Concentration and Bend Radius of Curvature*, Journal of Food Engineering **27** (1996) 159-176
- SANDEEP K.P., ZURITZ C.A., *Residence Times of Multiple Particles in Non-Newtonian Holding Tube Flow: Effect of Process Parameters and Development of Dimensionsless Correlations*, Journal of Food Engineering **25** (1995) 31-44
- SASTRY S.K., ZURITZ C.A., *A Review of Particle Behavior in Tube Flow : Application to Aseptic Processing*, Journal Food of Process Engineering **10** (1987) 27-52
- SASTRY S.K., PALANIAPPAN S., *Influence of Particle Orientation on the Effective Electrical Resistance and Ohmic Heating of a Liquid-Particle Mixture*, Journal of Process Engineering **15** (1992) 213-227
- SCHMITT L., GHNASSIA G., BIMBENET J.J. & CUVELIER G., *Flow Properties of Stirred Yogurt : Calculation of the Pressure Drop for a Thixotropic Fluid*, Journal of Food Engineering **37** (1998) 367-388
- SCHMITZ F., LENZ F., *Einfaches Gerät zur Messung der Festigkeit von Erdbeerfrüchten*, Gartenbauwissenschaft **50** (6) (1985) 261-264
- SCHULTZ H., *Bestimmung der Gewebefestigkeit von Kernobstfrüchten mit einem Mechanisch Arbeitendem Penetrometer mit Motorantrieb ; I. Beschreibung des Penetrometers mit Motorantrieb*, Gartenbauwissenschaft **56** (6) (1991) 279-282
- SHERMAN P., *Food Texture and Rheology*, Academic Press Inc. London (1979)
- SHERMAN P., *Structure and Textural Properties of Foods*, in KRAMER A., SZCESNIAK A.S., *Texture Measurements of Foods*, D. Reidel Publishing Company, Holland (1993)

- SHOEMAKER C.F., NANTZ J., BONNAN S., NOBLE A.C., *Rheological Characterization of Dairy Products*, Food Technology (Chicago) **46** (1) (1992) 98-104
- SHOOK C.A., ROCO M.C., *Slurry Flow – Principles and Practice*, Butterworth-Heinemann Series in Chemical Engineering, Boston (1991)
- SKRIVER A., ROEMER H., QVIST K.B., *Rheological Characterization of Stirred Yogurt : Viscometry*, Journal of Texture Studies **24** (2) (1993) 185-198
- SKRIVER A., HOLSTBORG J., QVIST K.B., *Relation Between Sensory Texture Analysis and Rheological Properties of Stirred Yoghurt.*, Journal of Dairy Research **66** (4) (1999) 609-618
- SMEWING J., *How Firm is Your Fruit ?*, Fruit Processing **4** (1996) 142-144
- SORMANI A., MAFFI D., BERTOLO G., TORREGIANI D., *Textural and Structural Changes of Dehydrofreeze-Thawed Strawberry Slices : Effects of Different Dehydration Pretreatments*, Food Science Technology International **5** (6) (1999) 479-485
- SPEERS R.A., TUNG M.A., *Concentration and Temperature Dependence of Flow Behavior of Xanthan Gum Dispersions*, Journal of Food Science **51** (1) (1986) 96-98
- STEFFE J.F., *Rheological Methods in Food Process Engineering*, 2nd Edition, Freeman Press, East Lansing, MI, USA (1996)
<http://www.egr.msu.edu/~steffe/freebook/offer.html>
- STUDMAN C.J., YUWANA, *Twist Test for Measuring Fruit Firmness*, Journal of Texture Studies **23** (1992) 215-227
- SUWONICHON T., PELEG M., *Rheological Characterisation of Almost Intact and Stirred Yogurt by Imperfect Squeezing Flow Viscometry*, Journal of Sci. Food Agric. **79** (1999) 911-921
- SYNDIFRAIS, *Produits Laitiers Frais, Yaourts et Laites Fermentés, Desserts Lactés Frais, Fromages Frais, Crèmes*, Syndicat National des Fabricants de Produits Laitiers Frais (2001)
- SZCZESNIAK A.S., SMITH B.J., *Observations on Strawberry Texture – A Three-Pronged Approach*, Journal of Texture Studies **1** (1969) 65-89
- TAMIME A.Y., DEETH H.C., *Yogurt : Technology and Biochemistry*, Journal of Food Protection **43** (12) (1980) 939-977
- TAMIME A.Y., ROBINSON R.K., *Yoghurt : Science and Technology*, CRC Press 2nd Edition, Cambridge (1999)
- TANG J., TUNG M.A., LELIEVRE J., ZENG Y., *Stress-Strain Relationships for Gellan Gels in Tension, Compression and Torsion*, Journal of Food Engineering **31** (1997) 511-529
- TEGGATZ J.A., MORRIS H.A., *Changes in the Rheology and Microstructure of Ropy Yogurt during Shearing*, Food Structure **9** (1990) 133-138
- THYBO A.K., MARTENS M., *Instrumental and Sensory Characterization of Cooked Potato Texture*, Journal of Texture Studies **30** (1999) 259-278
- THYBO A.K., NIELSEN M., MARTENS M., *Influence of Uniaxial Compression Rate on Rheological Parameters and Sensory Texture Prediction of Cooked Potatoes*, Journal of Texture Studies **31** (2000) 25-40
- TODA M., ISHIKAWA T., SAITO S., MAEDA S., *On the Particle Velocities in Solid – Liquid Two – Phase Flow through Straight Pipes and Bends*, Journal of Chemical Engineering Japan **6** (2) (1973) 140-146

- TORRES A. P., OLIVEIRA F.A.R., FORTUNA S.P., *Residence Time Distribution of Liquids in a Continuous Tubular Thermal Processing System, Part I : Relating RTD to Processing Conditions*, Journal of Food Engineering **35** (1998) 147-163
- TRUONG V.D., DAUBERT C.R., *Comparative Study of Large Strain Methods for Assessing Failure Characteristics of Selected Food Gels*, Journal of Texture Studies **31** (3) (2000) 335-353
- TRUONG V.D., WALTER W.M., HAMANN D.D., *Relationship between Instrumental and Sensory Parameters of Cooked Sweetpotato Texture*, Journal of Texture Studies **28** (1997) 163-185
- TUCKER G. HEYDON., *Food Particle Residence Time Measurement for the Design of Commercial Tubular Heat Exchangers Suitable for Processing Suspensions of Solids in Liquids*, Trans IchemeE **76** (1998) 208-216
- TUCKER G. S., WITHERS P.M., *Determination of Residence Time Distribution of Nonsettling Food Particles in Viscous Food Carrier Fluids Using Hall Effect Sensors*, Journal of Food Process Engineering **17** (1994) 401-422
- TUNICK M.H., *Symposium : Dairy Products Rheology ; Rheology of Dairy Foods that Gel, Stretch, and Fracture*, Journal of Dairy Science **83** (2000) 1892-1898
- TURIAN R.M., *Thermal Phenomena and non-Newtonian Viscometry*, Ph.D Thesis, Madison : University of Wisconsin (1964)
- UNLU E., FALLER J.F., *RTD in Twin-Screw Food Extrusion*, Journal of Food Engineering **53** (2002) 115-131
- VAN MARLE M.E., *Structure and Rheological Properties of Yoghurt and Gels and Stirred Yoghurts*, Ph.D. Thesis, University of Twente, The Netherlands (1998)
- VAN MARLE M.E., VAN DEN ENDE D., DE KRUIF C.G., MELLEMA J., *Steady- Shear Viscosity of Stirred Yoghurts with Varying Ropiness*, Journal of Rheology **43** (6) (1999) 1643-1662
- VAN VLIET T., *On the Relation between Texture Perception and Fundamental Mechanical Parameters for Liquids and Time Dependent Solids*, Food Quality and Preference **13** (2002) 227-236
- VILLERMAUX J., *Génie de la Réaction Chimique – Conception et Fonctionnement des Réacteurs*, Tec & Doc, Lavoisier, 2^{ème} Edition (1993)
- VINCENT J.F.V., JERONIMIDIS, KHAN A.A., LUYTEN H., *The Wedge Fracture Test : a New Method for Measurement of Food Texture*, Journal of Texture Studies **22** (1991) 45-57
- VORAGEN A.G.J., PILNIK W., THIBAUT J.F., AXELOS M.A.V. RENARD C.M.G.C., *Pectins*, in Food Polysaccharides and their Applications, edited by Alistair M. STEPHEN, Ed. Dekker, (1995) 311-316
- WALCH K.L., DIEULESAINT Y., MCCARTHY K., SOMMER K., *Residence Time Distribution and Mixing Behavior of Particles in a Continuous High Speed Rotary Mixer*, Recents Progrès en Génie des Procédés **13** (67) (1999) 41-46
- WALTER R.H., *The Chemistry and Technology of Pectin*, Academic Press, Inc. (1991)
- WANG M., *Sensitivity Theorem Based Inverse Solution Using Conjugate Gradients Methods for Electrical Impedance Tomography*, 2nd Worl Congress on Industrial ProcessTomography, Hannover, Germany, 29th – 31st 2001
- WANG M., DORWARD A., VLAIEV D., MANN R., *Measurements of Gas-Liquid Mixing in a Stirred Vessel Using Electrical Resistance Tomography (ERT)*, Chemical Engineering Journal **77** (2000) 93-98
- WATKINSON P.J., JACKSON L.F., *New Procedure for Estimating the Modulus of Deformability of Cheese from Uniaxial Compression Tests*, Journal of Texture Studies, **30** (1999) 563-580

-
- WELFRINGER B., *Hydrodynamique et Transfert de Chaleur dans un Procédé de Traitement Aseptique de Fluides Alimentaires Chargés de Particules*, (1999) Thèse INPL
- WHITCOMB P.J., MACOSKO C.W., *Rheology of Xanthan Gum*, Journal of Rheology **22** (5) (1978) 493-505
- WHITE C.H., *Manufacture of High Quality Yogurt*, Cultured Dairy Products Journal **30** (2) (1995) 18-26
- WHORLOW R.W., *Rheological Techniques*, Ellis Horwood Publishers (1980)
- WILLIAMS R.A., JIA X., McKEE S.L., *Development of Slurry Mixing Models Using Resistance Tomography*, Powder Technology **87** (1996) 21-27p
- WIUM H., GROSS M., QVIST K.B., *Uniaxial Compression of UF-Feta Cheese Related to Sensory Texture Analysis*, Journal of Texture Studies **28** (1997)a 455-476
- WIUM H., QVIST K.B., *Rheological Properties of UF-FETA Cheese Determined by Uniaxial Compression and Dynamic Testing*, Journal of Texture Studies **28** (1997)b 435-454
- World Pumps, *Complete Process Pumping Solutions*, (1995) 22-25
- YANG B.B., SWARTZEL K.R., *Particle Residence Time Distributions in Two-phase Flow in Straight Round Conduit*, Journal of Food Science **57** (2) (1992) 497-502
- YU L., REITMEIER C.A., LOVE M.H., *Strawberry Texture and Pectin Content as Affected by Electron Beam Irradiation*, Journal of Food Science **61** (4) (1996) 844-846
- ZAMORANO J. P., ALIQUE R., CANET W., *Mechanical parameters to assess quality changes in Cherimoya Fruits*, Z. Lebensm. Unters. Forsch. A. **208** (2) (1999) 125-129
- ZAREIFARD M.R., RAMASWAMY H.S., TRIGUI M., MARCOTTE M., *Ohmic Heating Behaviour and Electrical Conductivity of Two-Phase Food Systems*, Innovative Food Science & Emerging Technologies **4** (2003) 45-55
- ZLOKRNIK M., *Mixing*, Wiley-VCH Ed., Weinheim (2001)
- ZWEITERING Th.N., *Suspending of Solid Particles in Liquid by Agitators*, Chemical Engineering Science **8** (1958) 244-253

ANNEXES

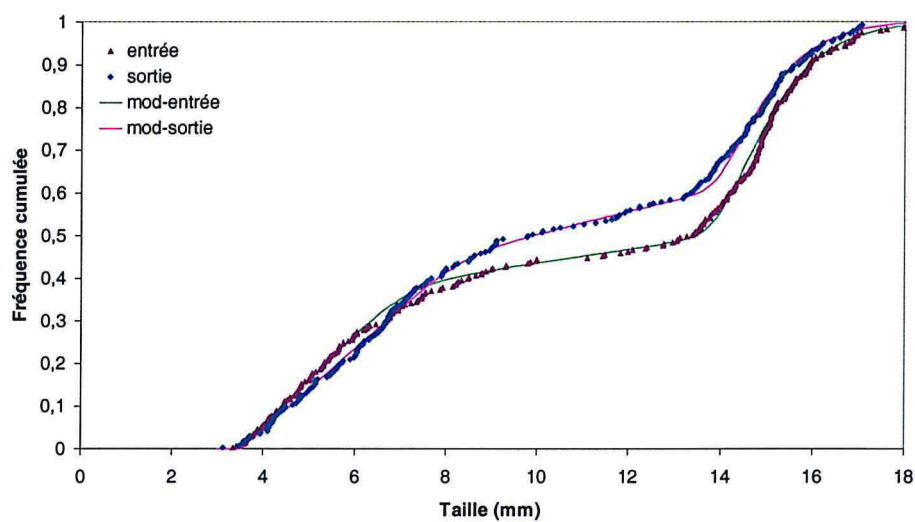
SOMMAIRE

A - Courbes de perte d'intégrité des particules à travers la pompe doseuse – plan A	191
B - Courbes de perte d'intégrité des particules à travers l'installation (mélangeur + pompe) – plan B	195
C - Courbes de résistivité par tomographie électrique – plan B	201
D - Courbes de déviation standard par tomographie électrique –plan B	207
E - Courbes de dispersion des temps de séjour – plan B	213
F - Dispersion des particules en sortie de mélangeur – Plan B	219
G - Compréhension du signal d'entrée de MBR par simulation (moyenne surélevée)	224
H - Sédimentation des particules de gel contenant des billes de fer	225
I - Conservation des particules de gel dans le mélange fluide suspendant – masse blanche..	226
J - Caractérisation des gels de pectine par spectroscopie mécanique	227

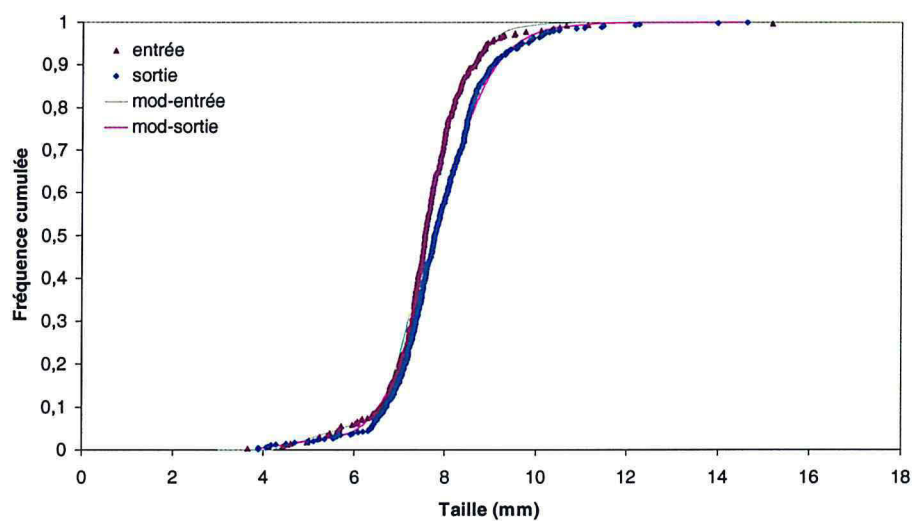
ANNEXES A

COURBES DE PERTE D'INTÉGRITÉ DES PARTICULES À TRAVERS LA POMPE DOSEUSE – PLAN A

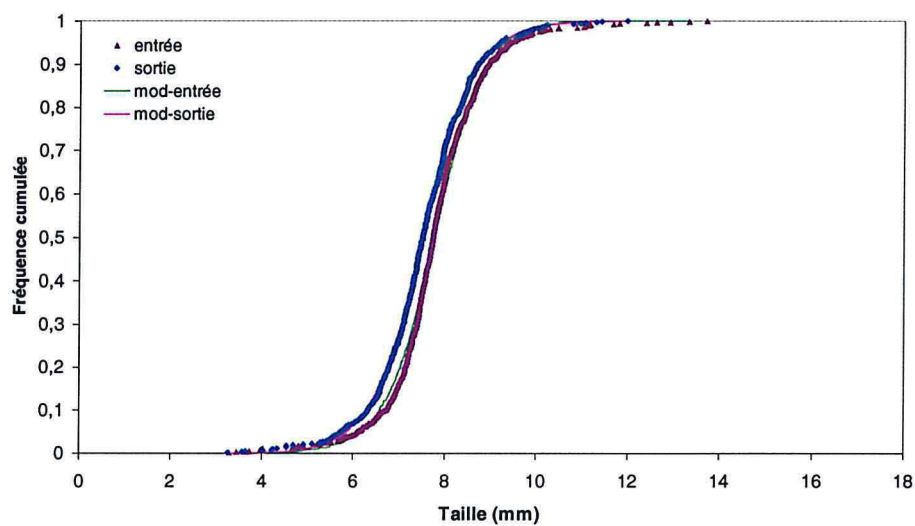
Plan A n°1



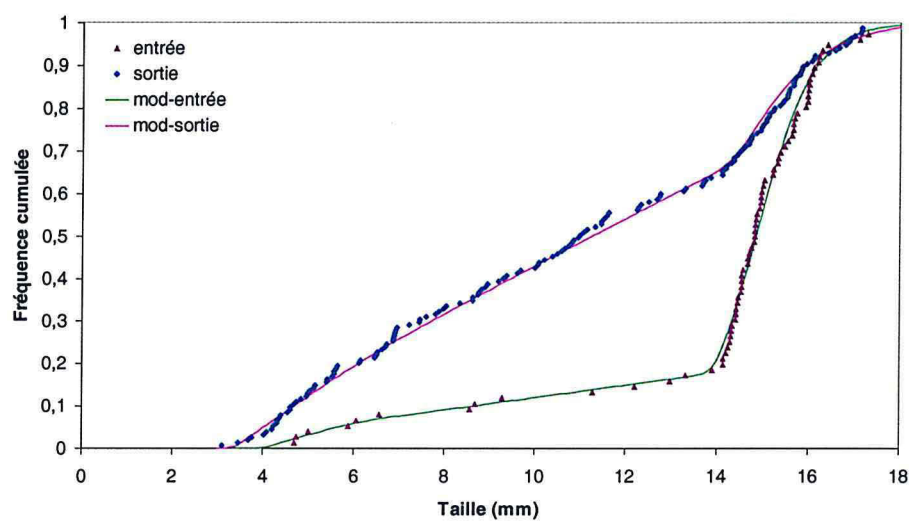
Plan A n°2



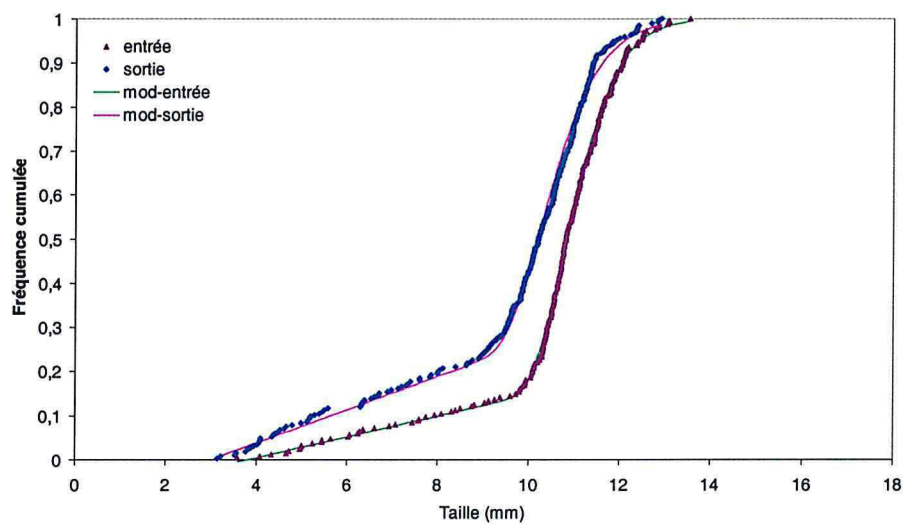
Plan A n°3



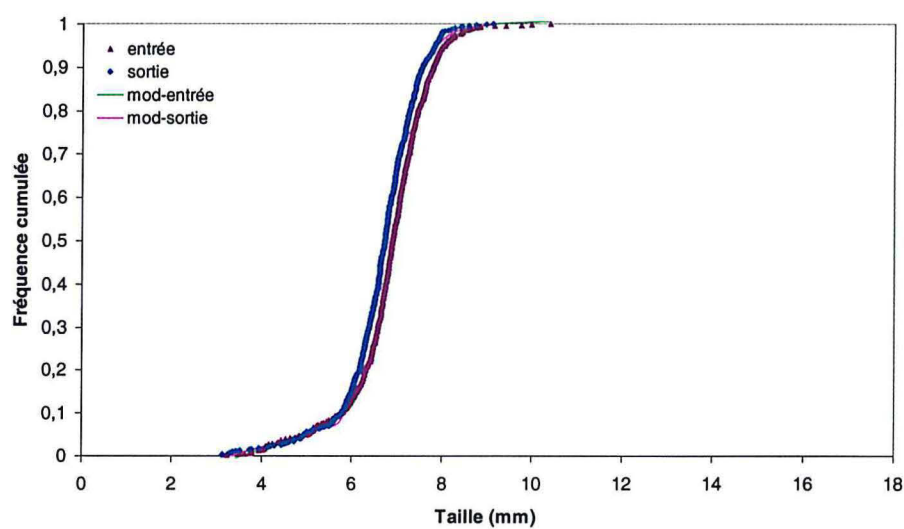
Plan A n°4



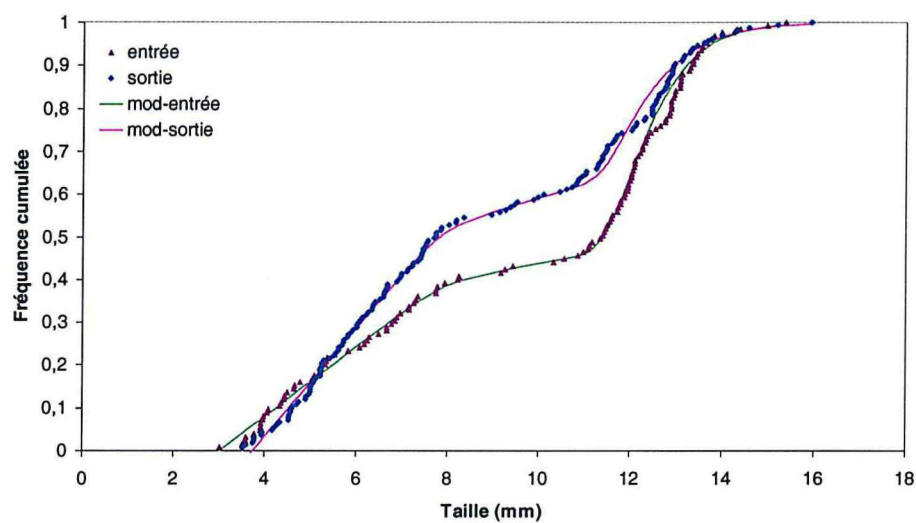
Plan A n°5



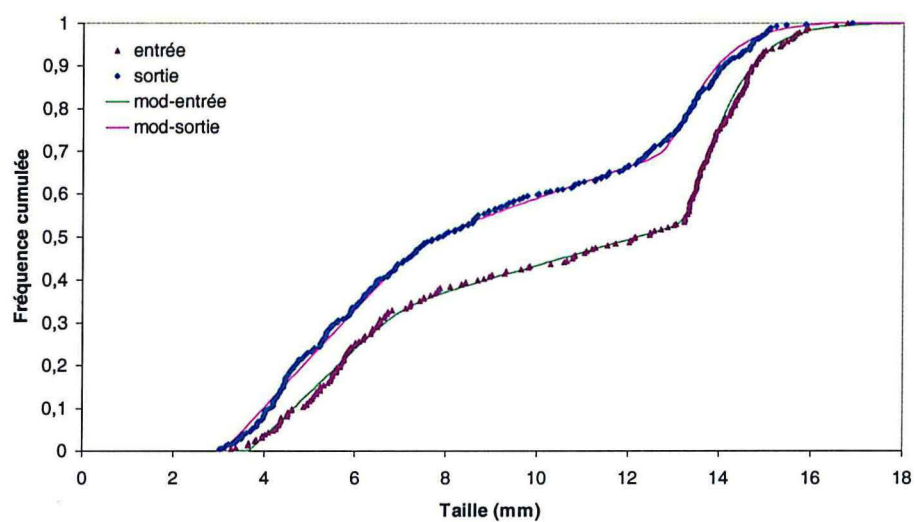
Plan A n°6



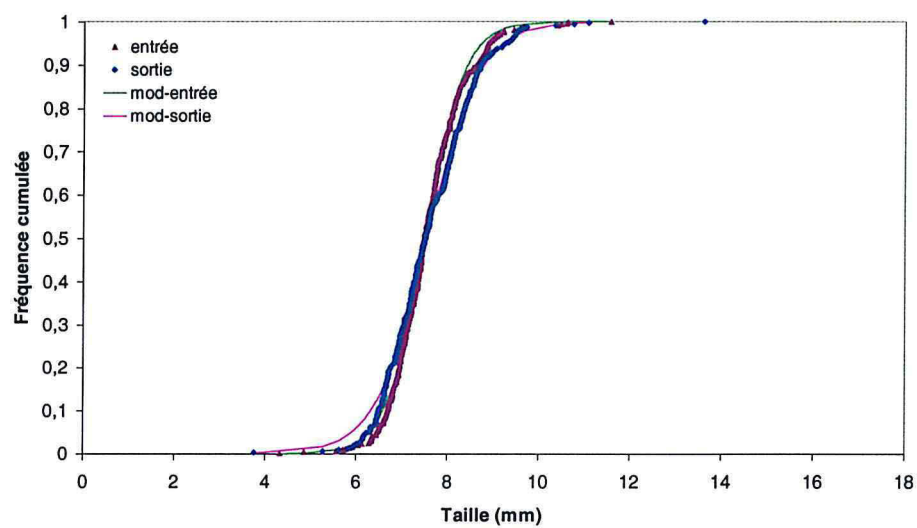
Plan A n°7



Plan A n°8



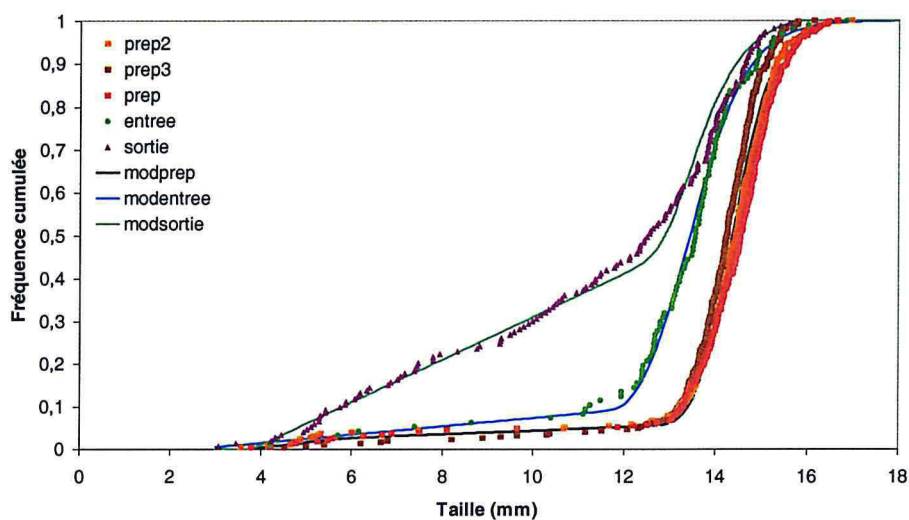
Plan A n°9



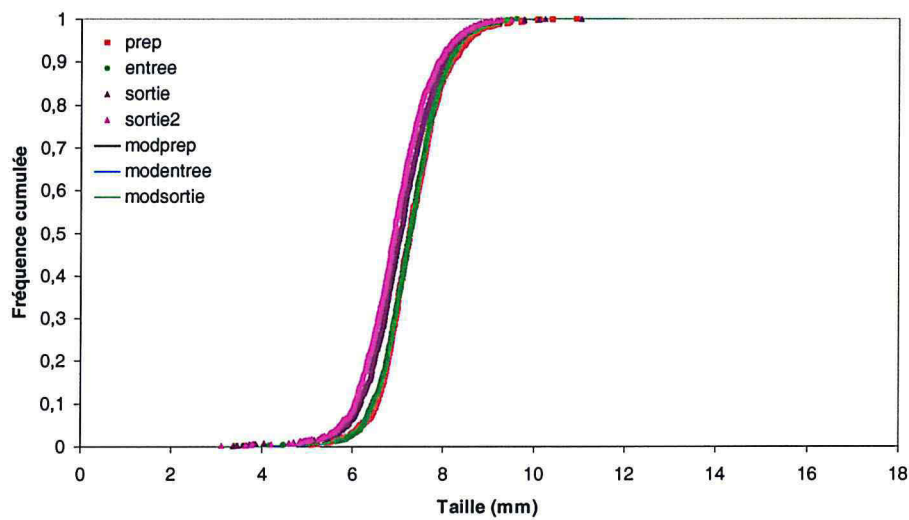
ANNEXES B

COURBES DE PERTE D'INTÉGRITÉ DES PARTICULES À TRAVERS L'INSTALLATION (MÉLANGEUR + POMPE) – PLAN B

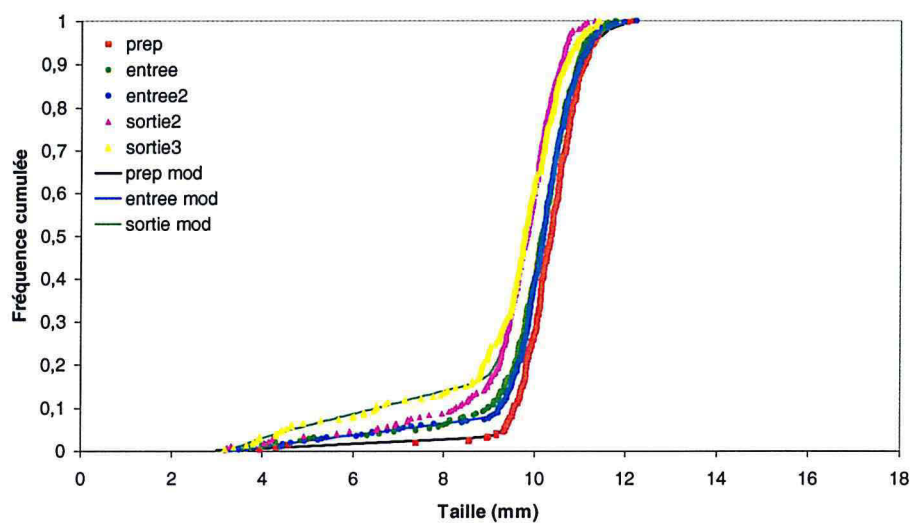
Plan B n°1



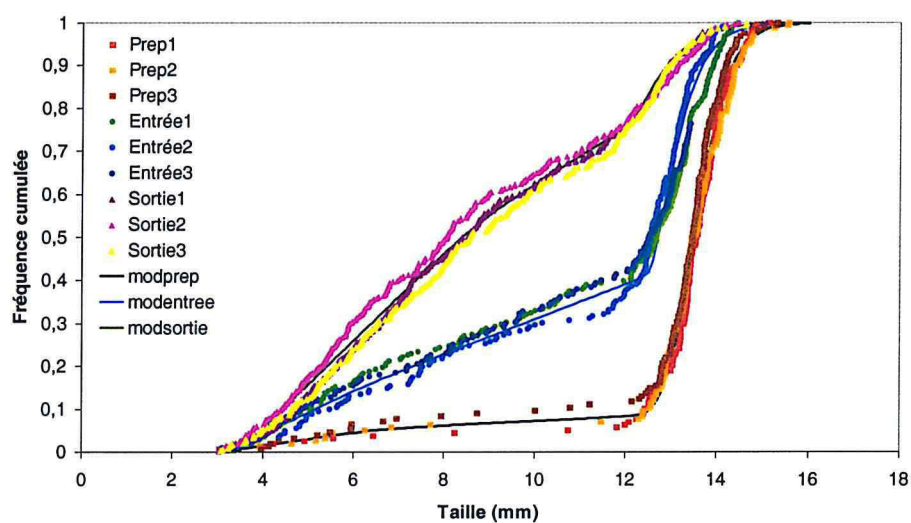
Plan B n°2



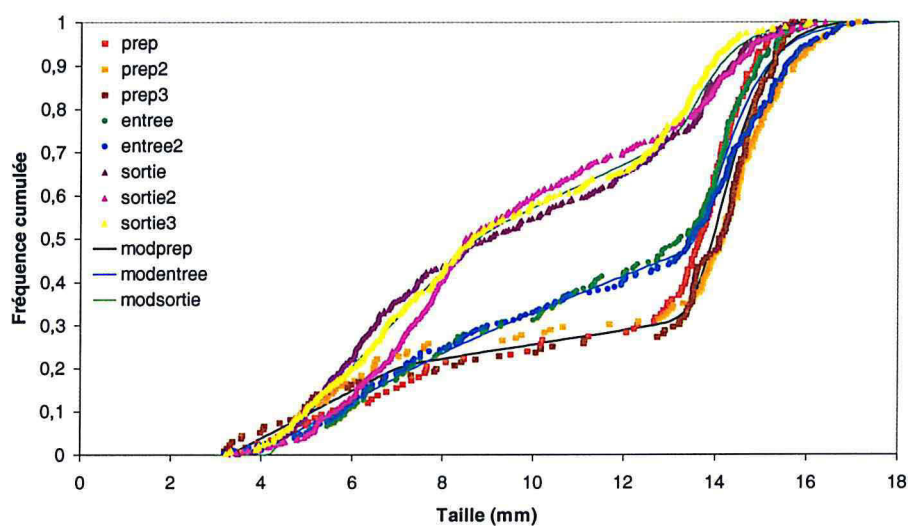
Plan B n°3



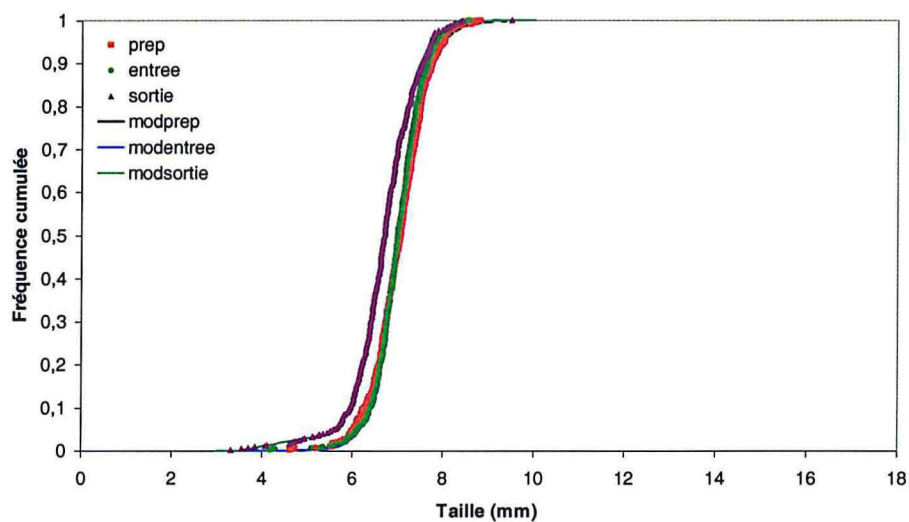
Plan B n°4



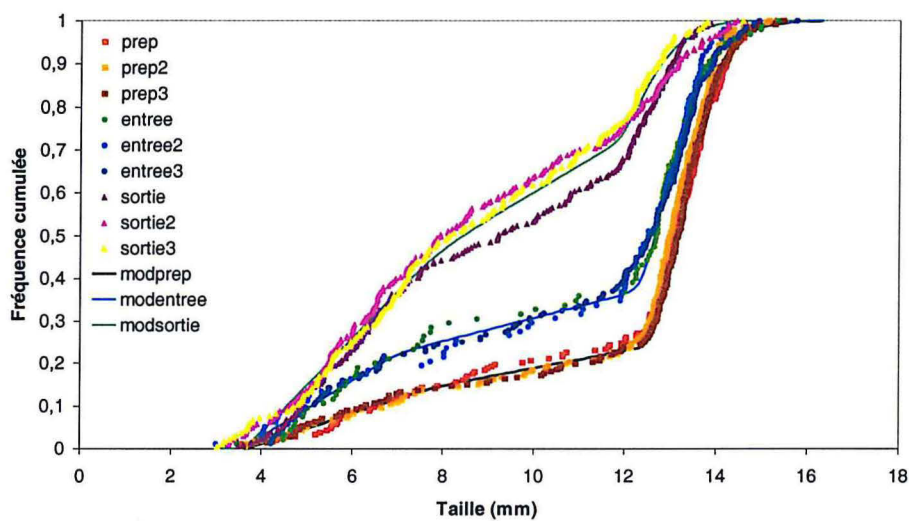
Plan B n°5



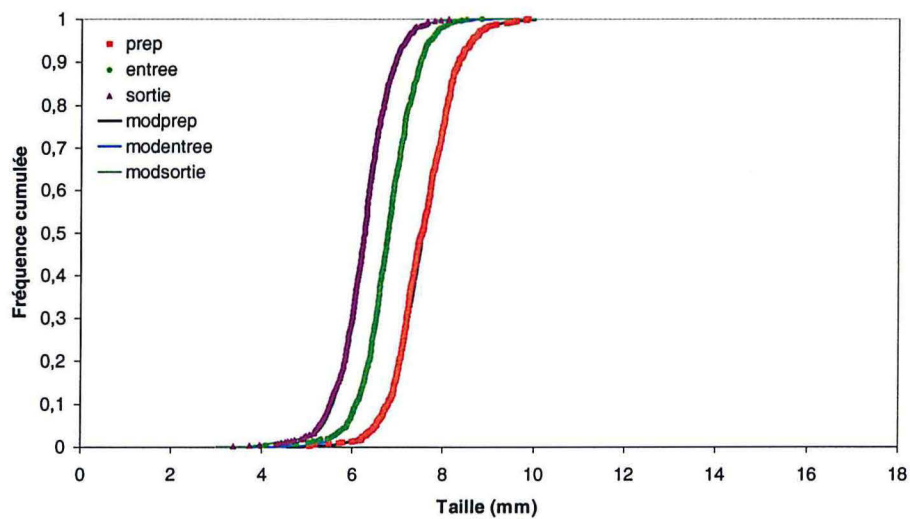
Plan B n°6



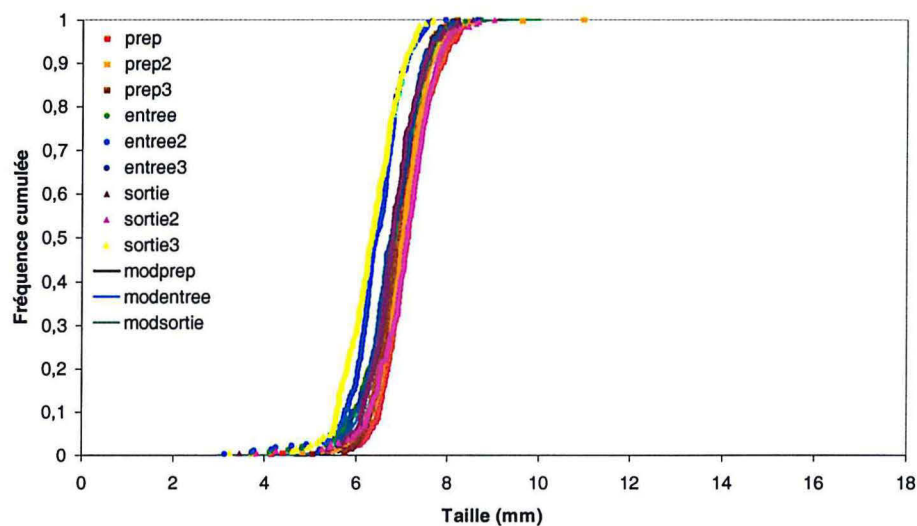
Plan B n°7



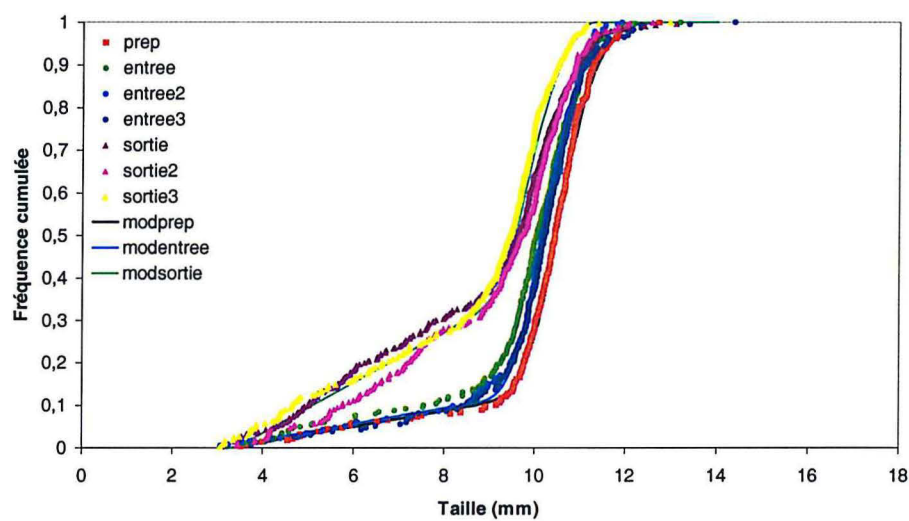
Plan B n°8



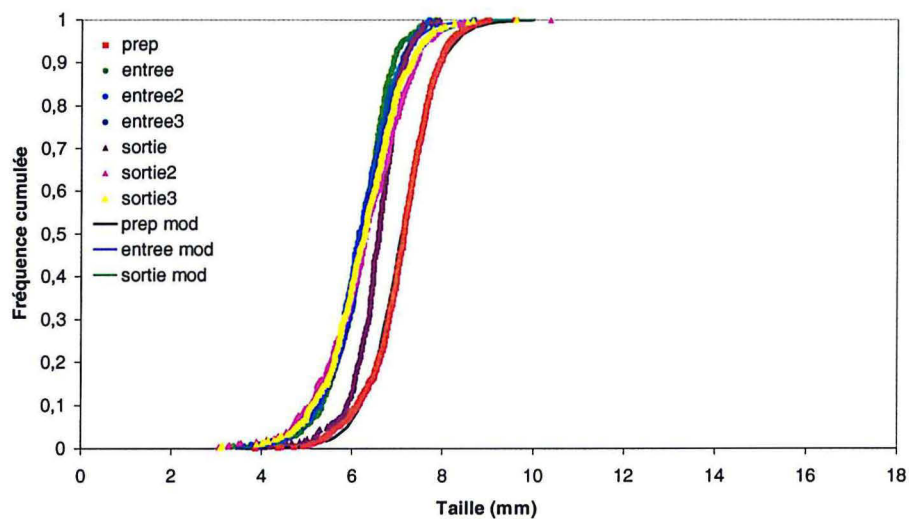
Plan B n°9



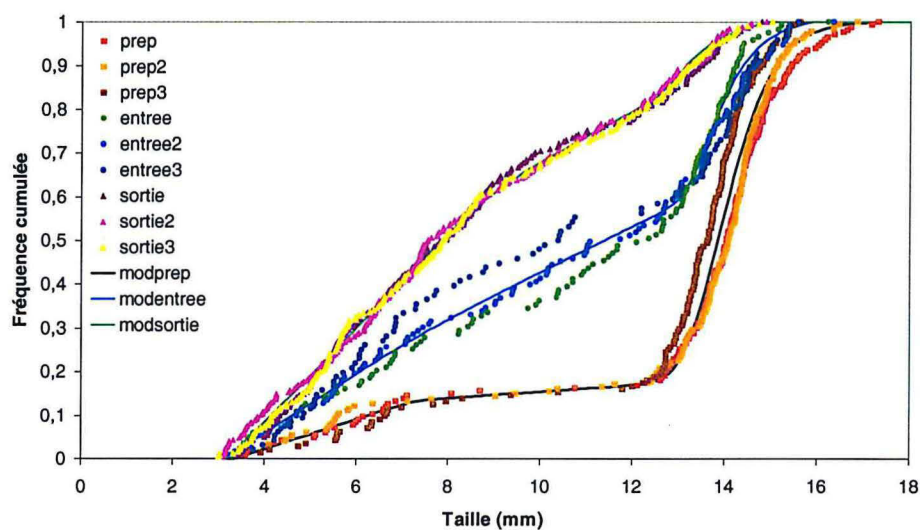
Plan B n°10



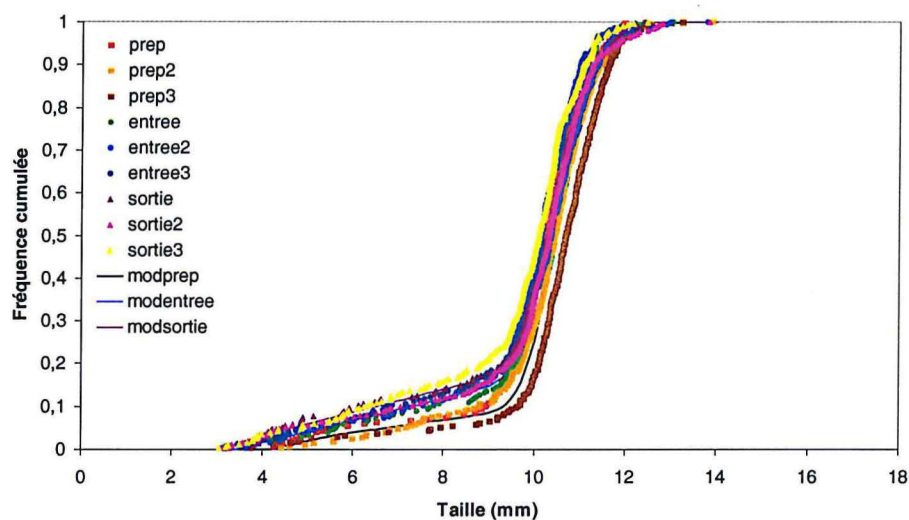
Plan B n°11



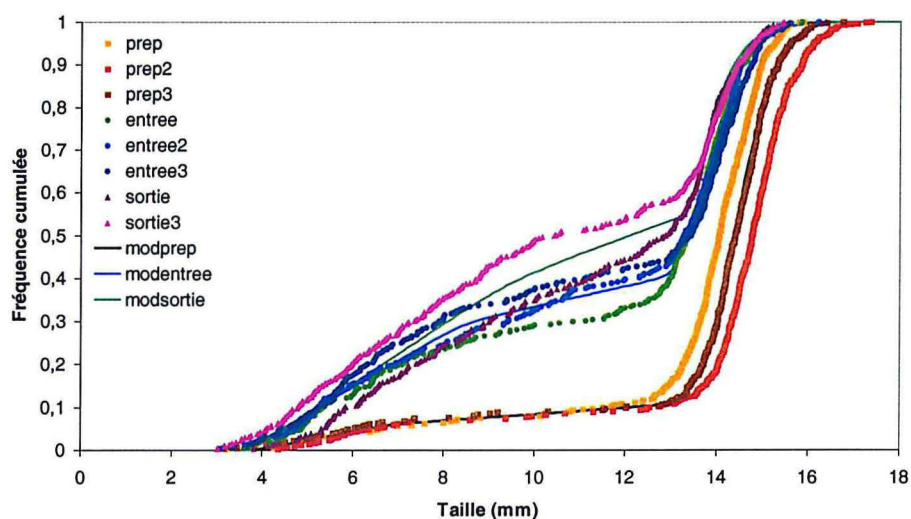
Plan B n°12



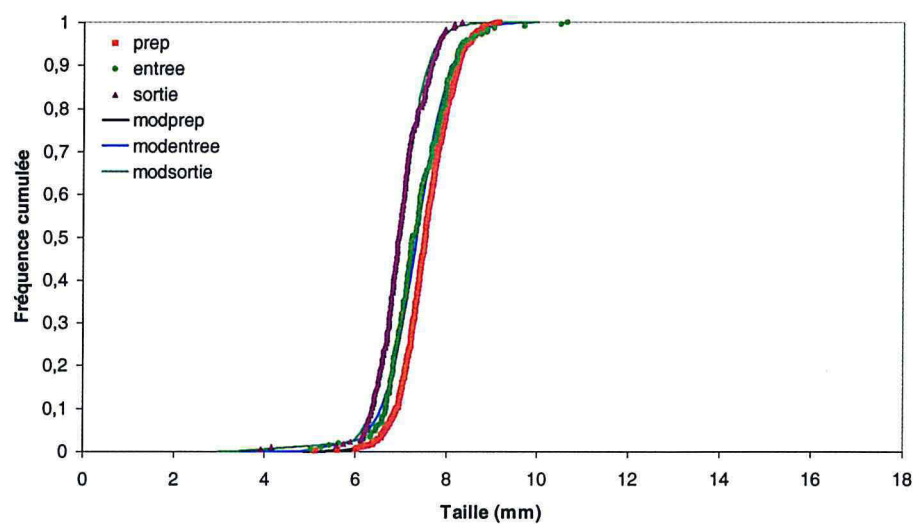
Plan B n°13



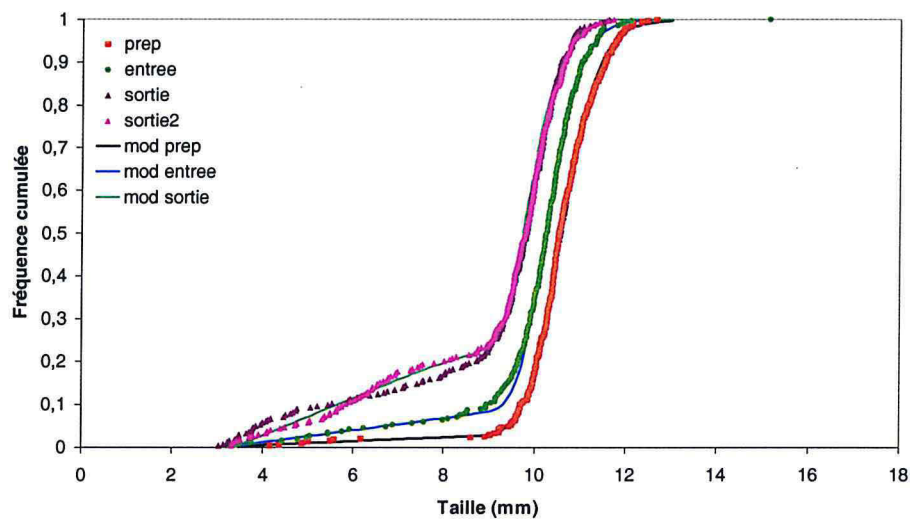
Plan B n°14



Plan B n°15



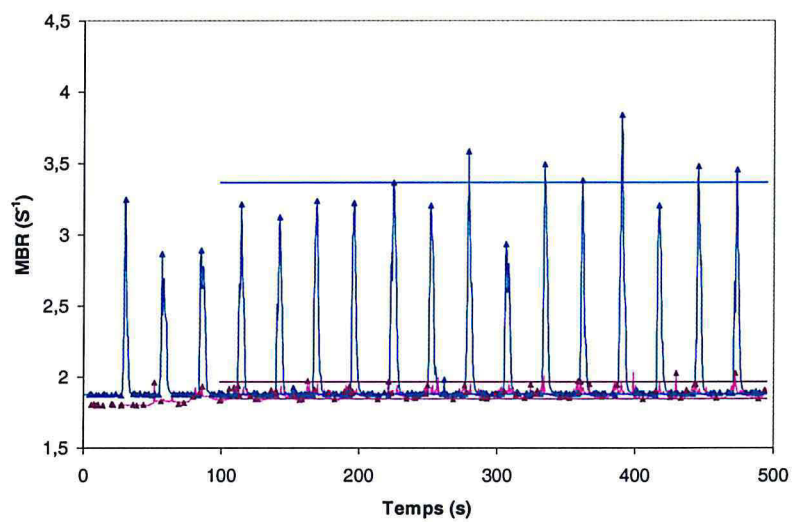
Plan B n°16



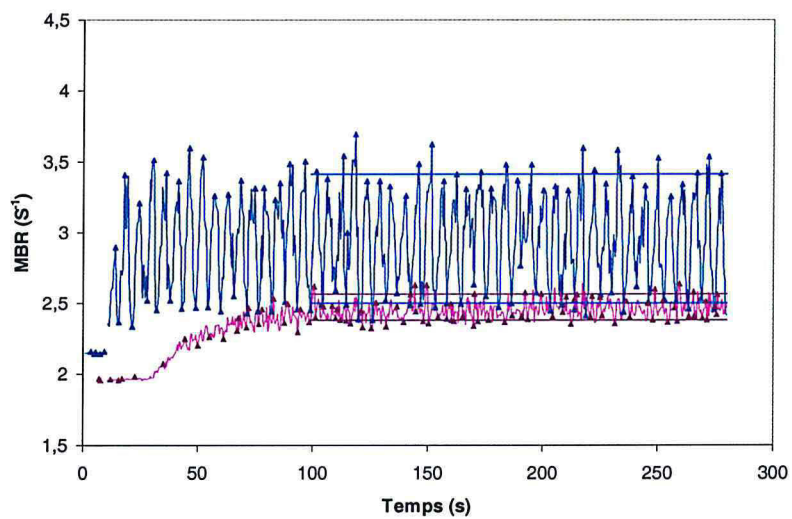
ANNEXES C

COURBES DE RÉSISTIVITÉ PAR TOMOGRAPHIE ÉLECTRIQUE – PLAN B

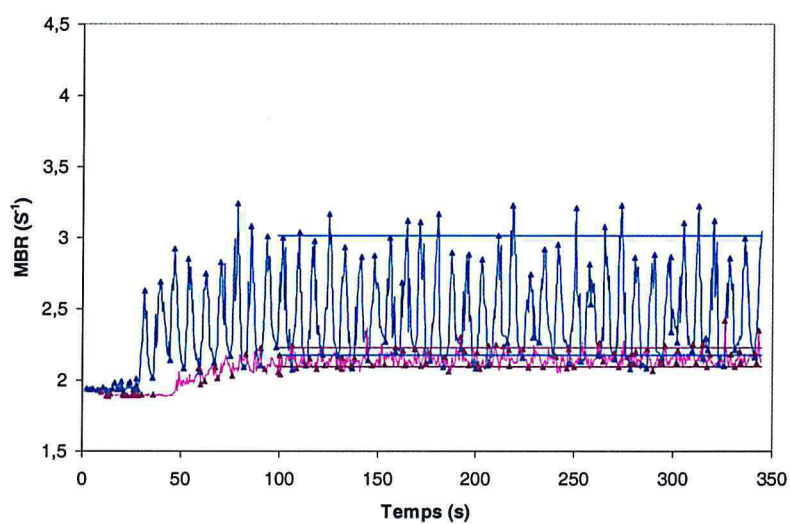
Plan B n°1



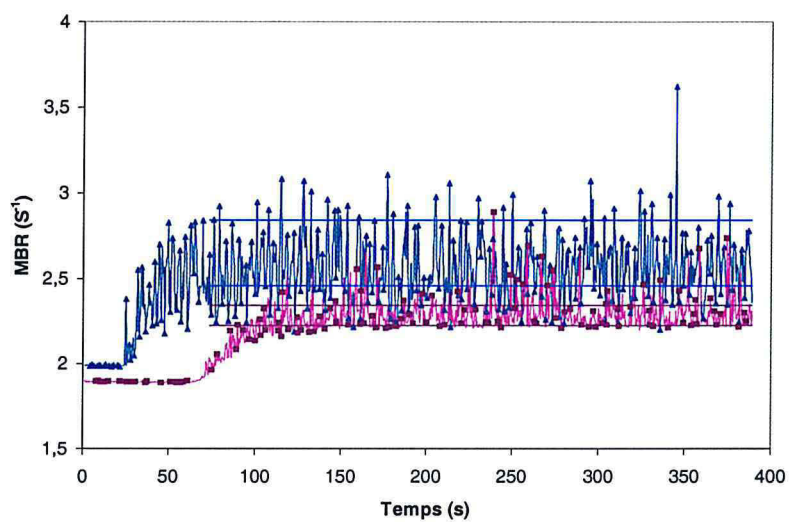
Plan B n°2



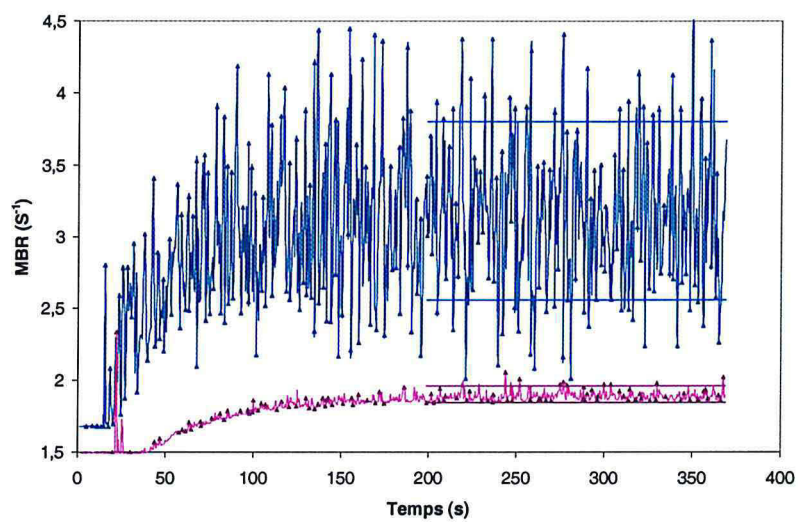
Plan B n°3



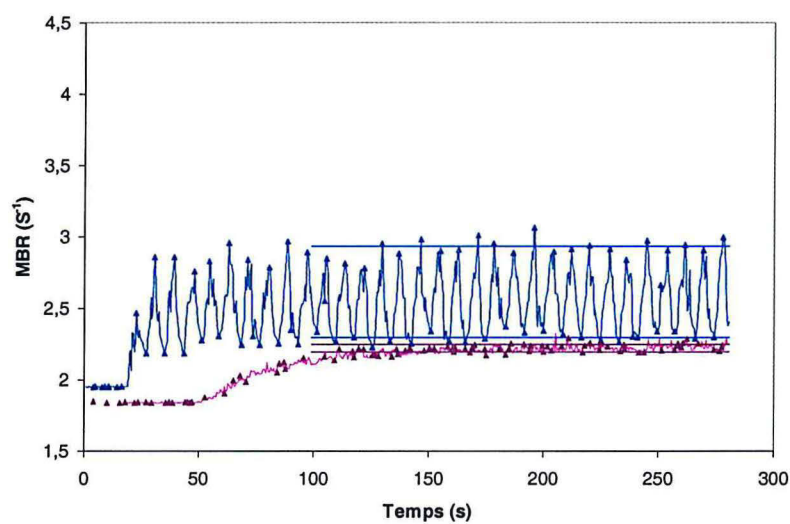
Plan B n°4



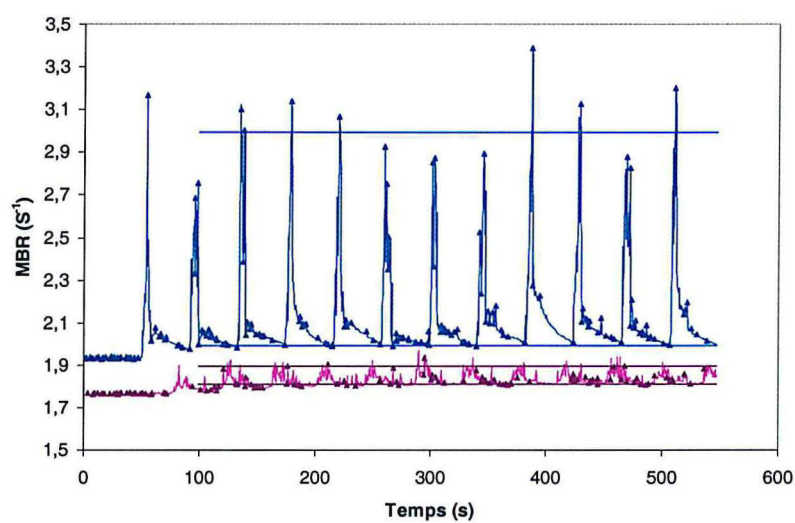
Plan B n°5



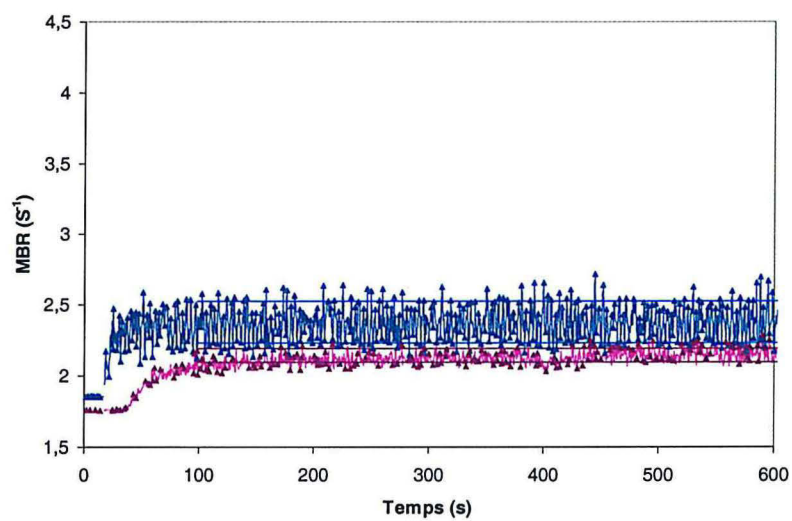
Plan B n°6



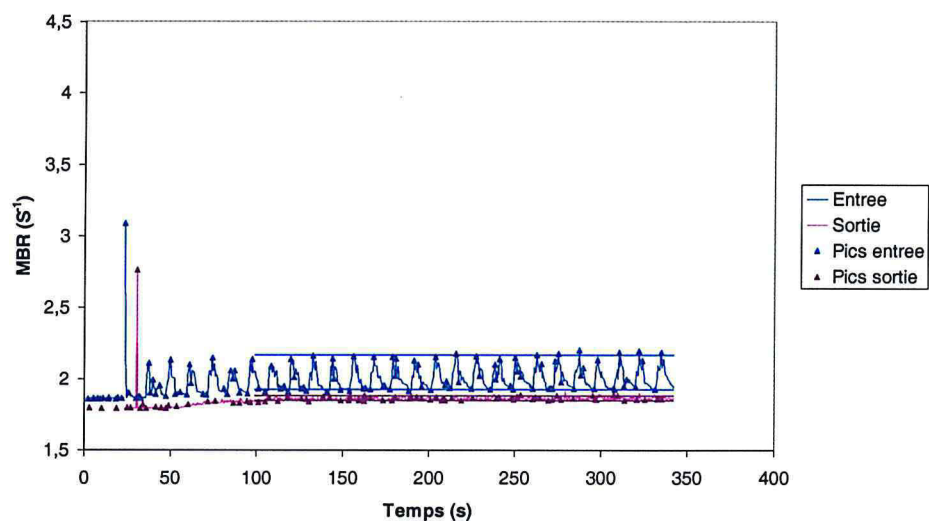
Plan B n°7



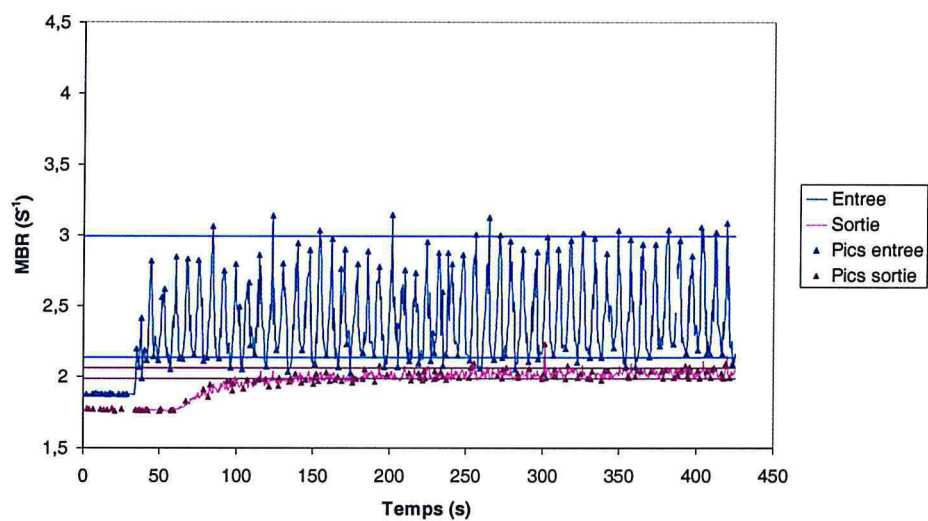
Plan B n°8



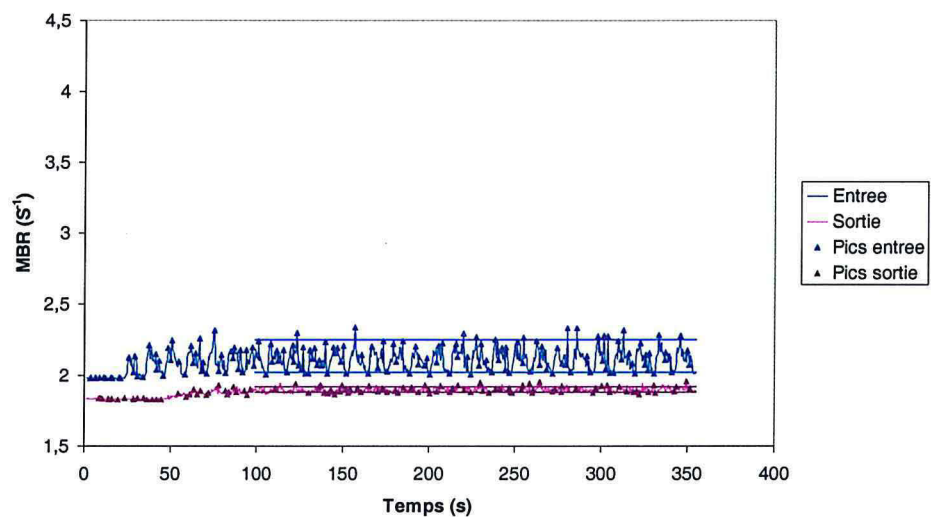
Plan B n°9



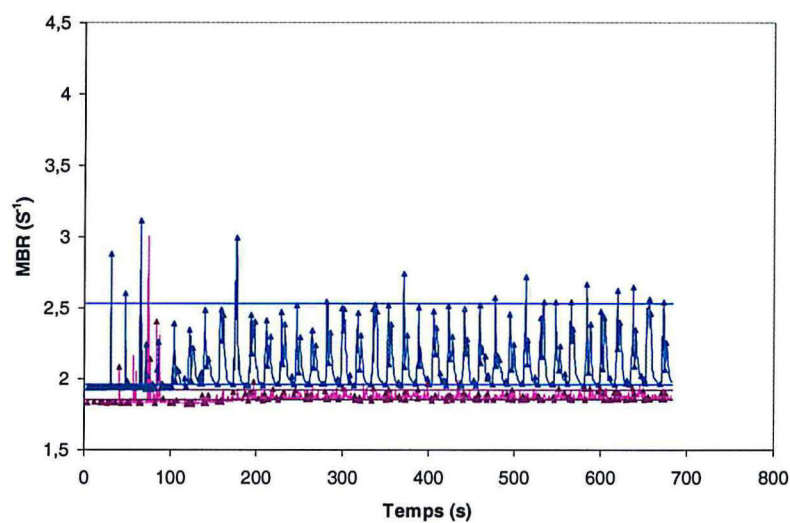
Plan B n°10



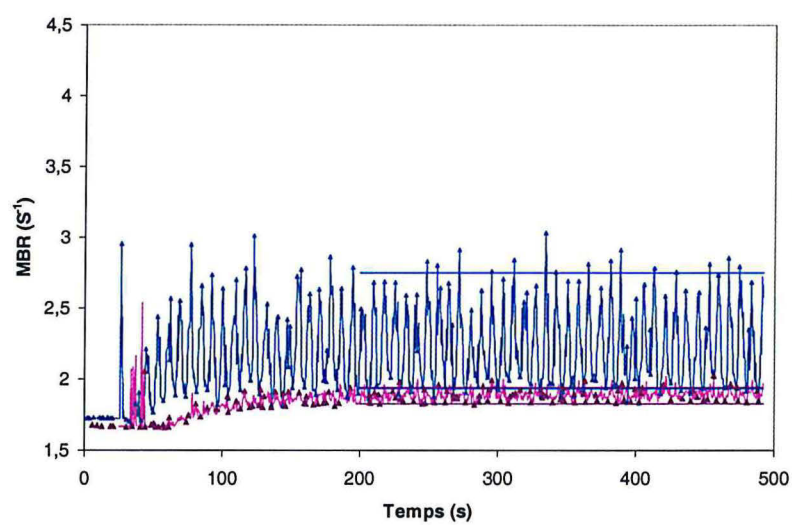
Plan B n°11



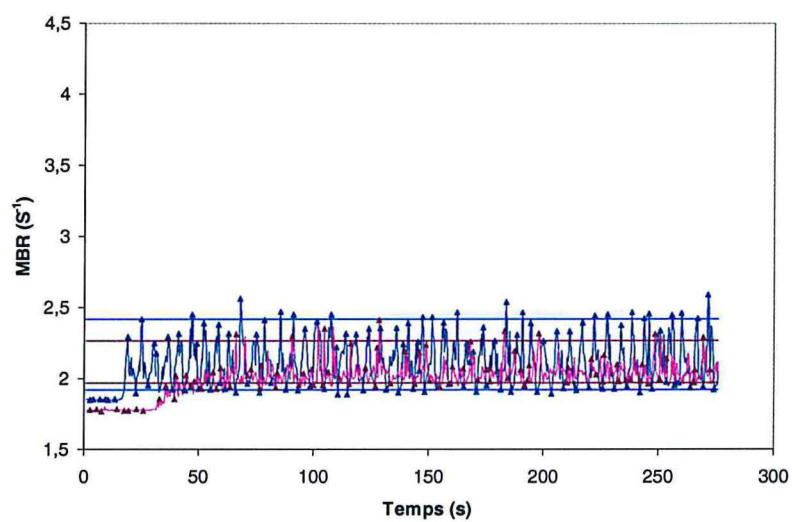
Plan B n°12



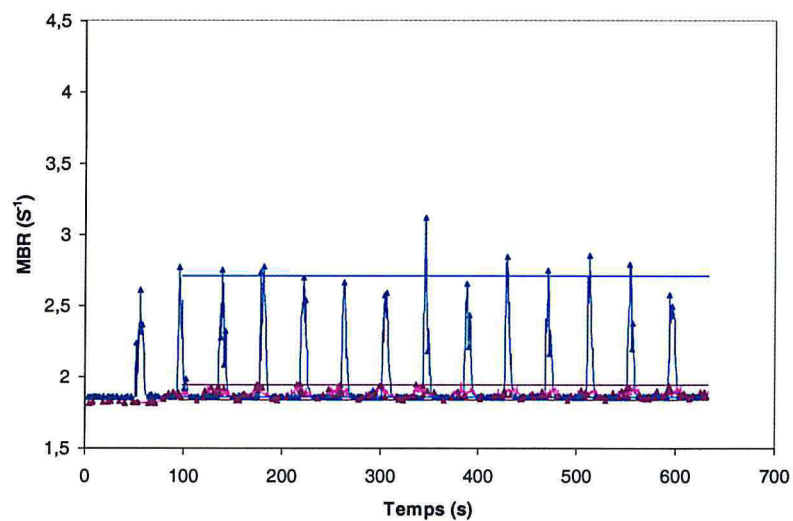
Plan B n°13



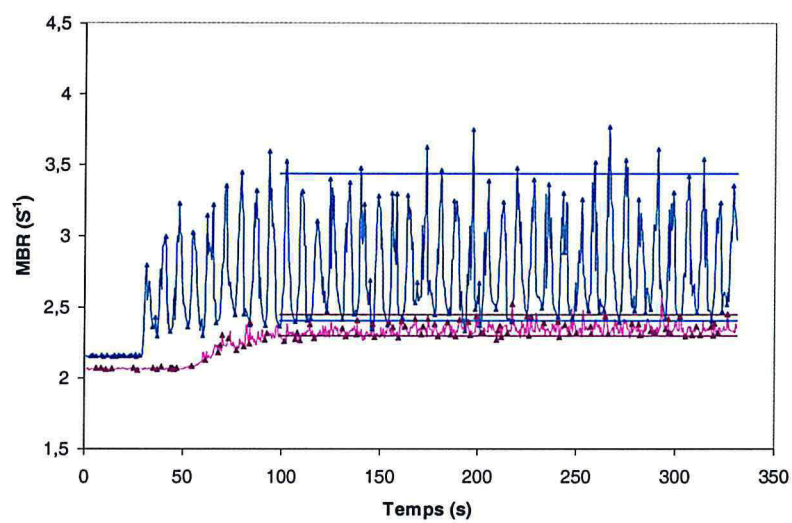
Plan B n°14



Plan B n°15



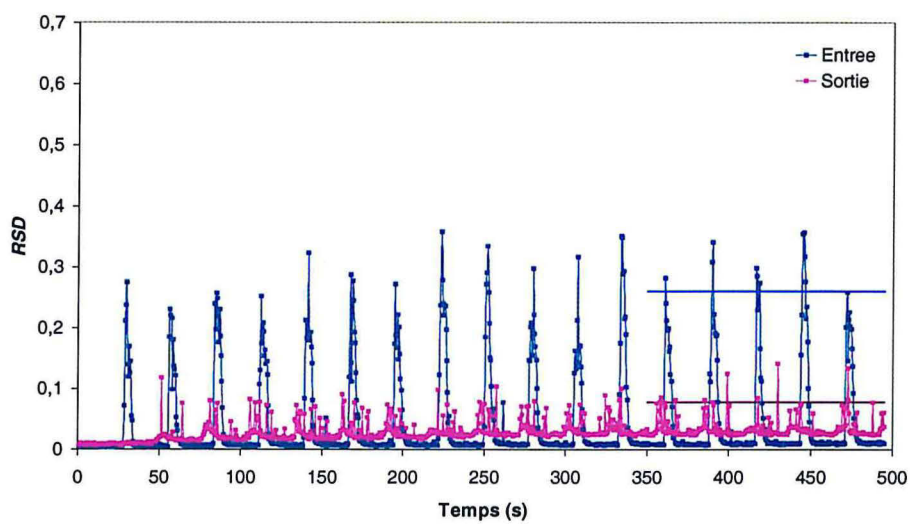
Plan B n°16



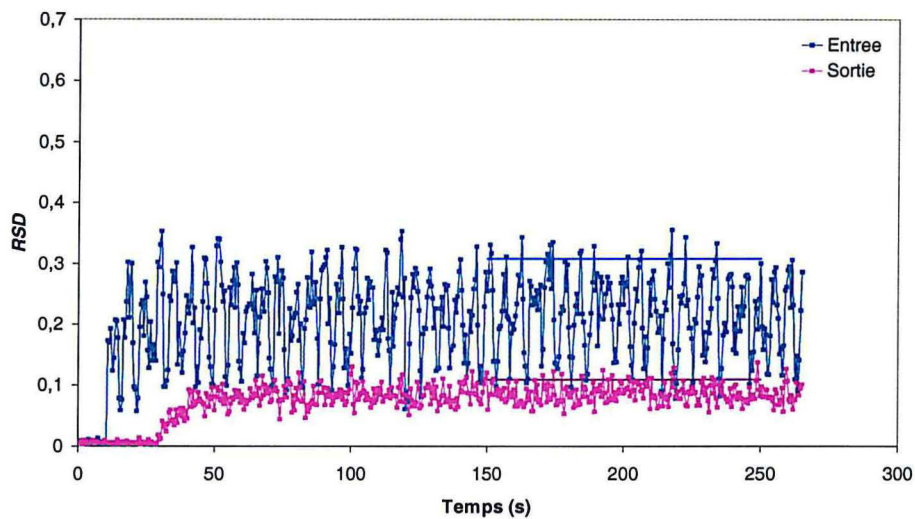
ANNEXES D

COURBES DE DEVIATION STANDARD PAR TOMOGRAPHIE ÉLECTRIQUE – PLAN B

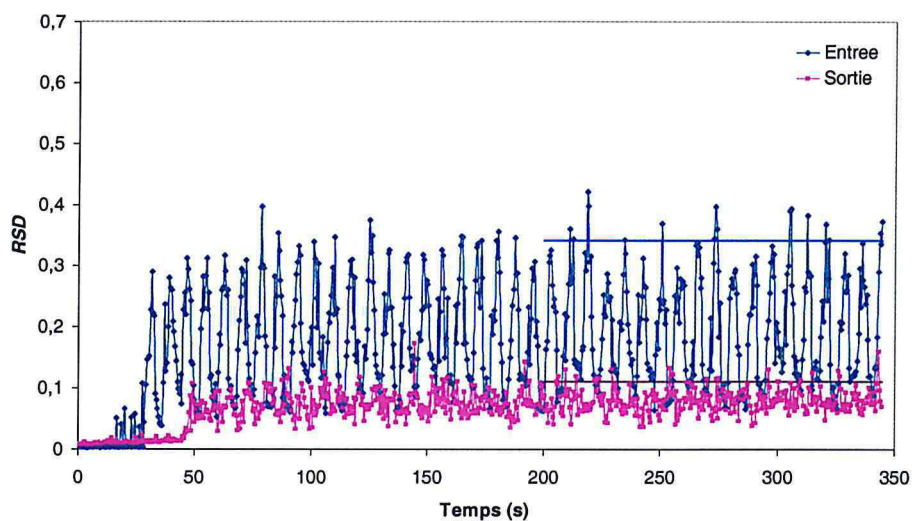
Plan B n°1



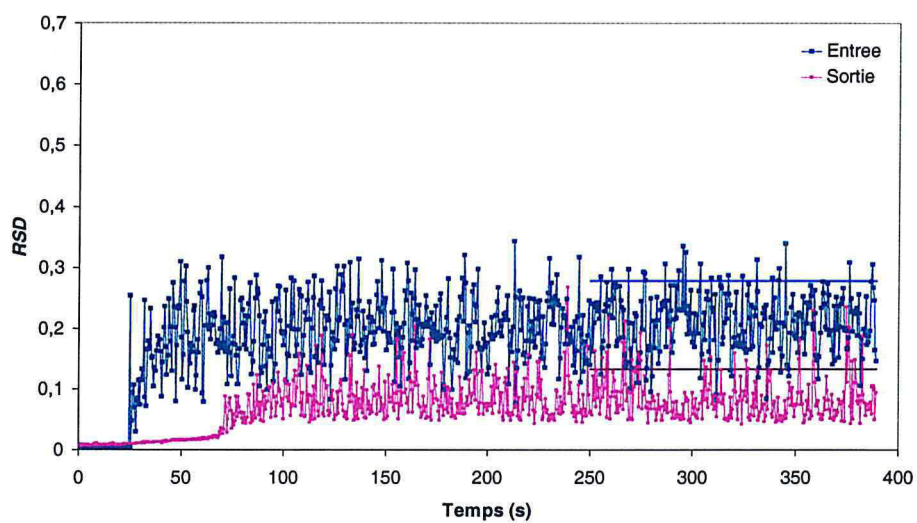
Plan B n°2



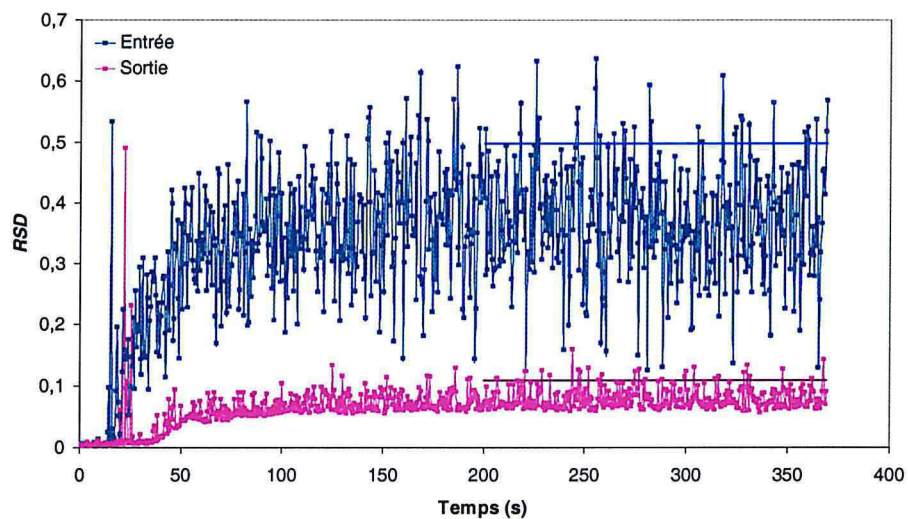
Plan B n°3



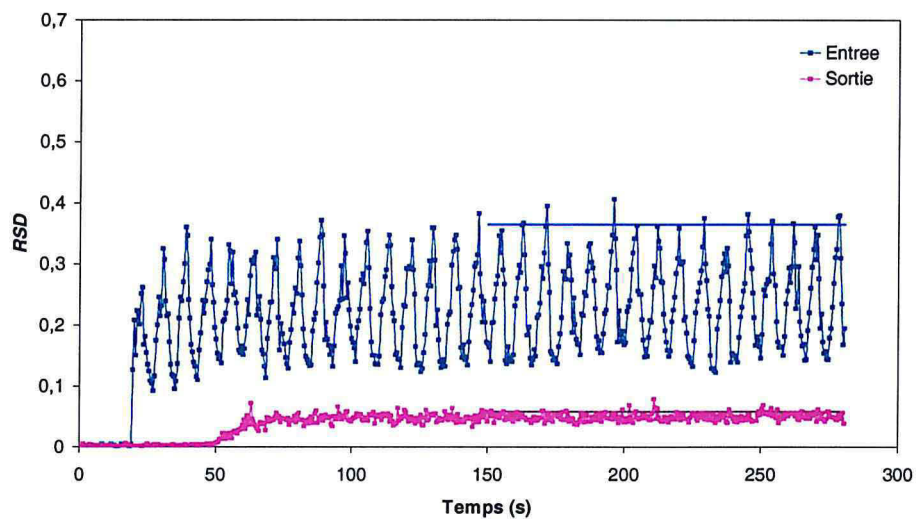
Plan B n°4



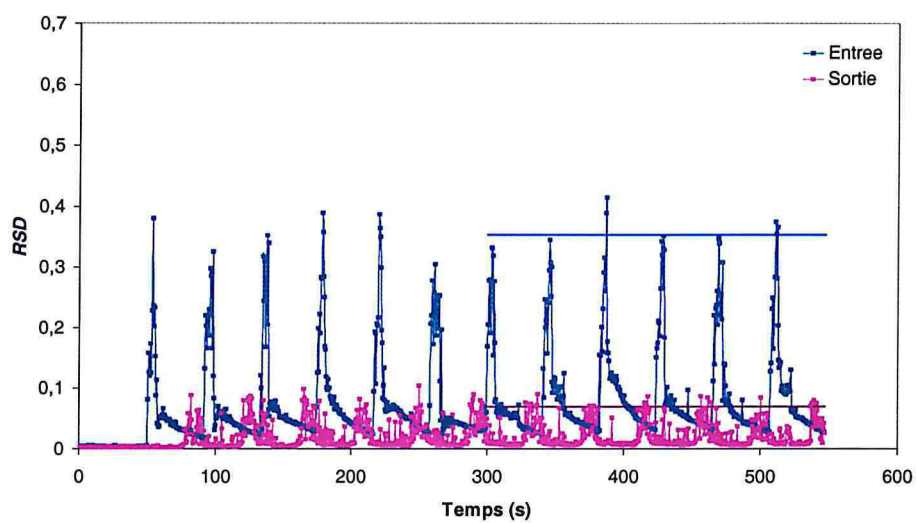
Plan B n°5



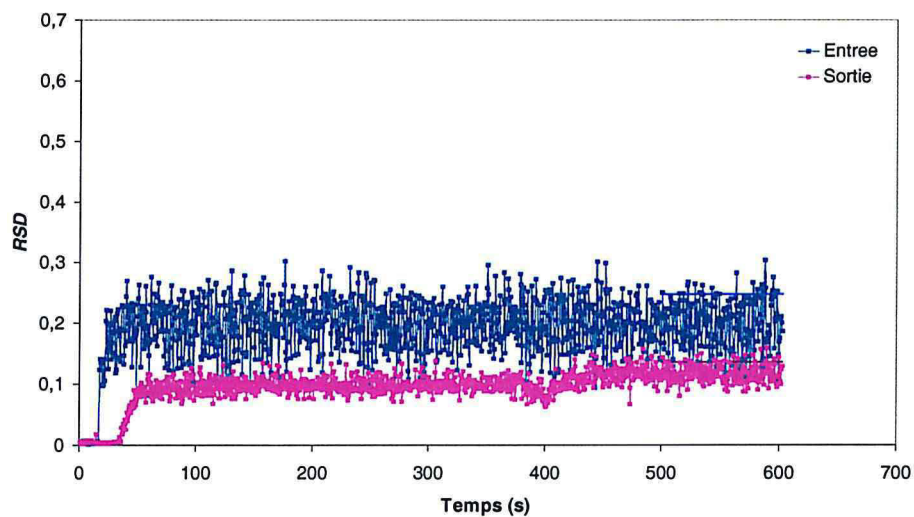
Plan B n°6



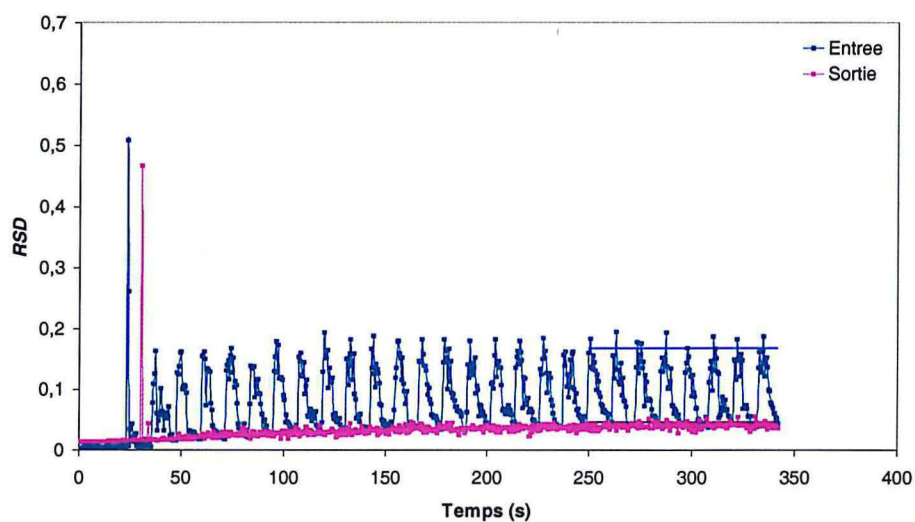
Plan B n°7



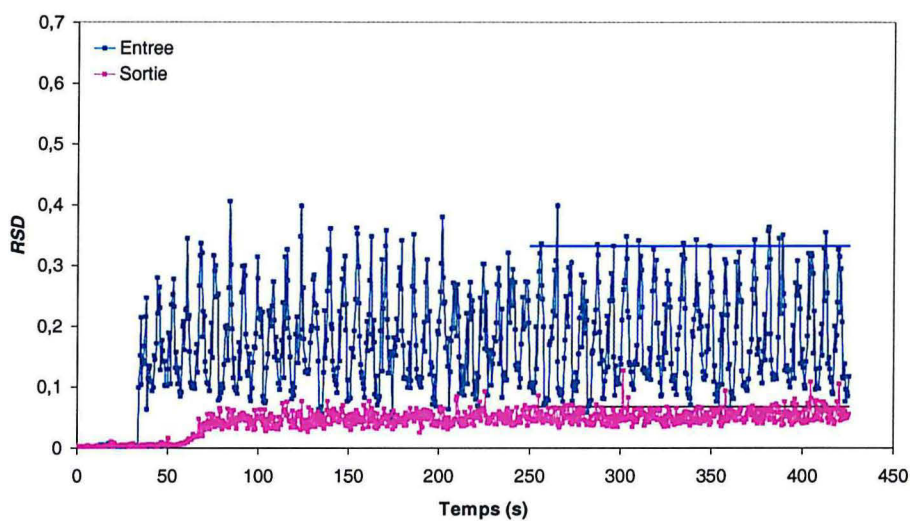
Plan B n°8



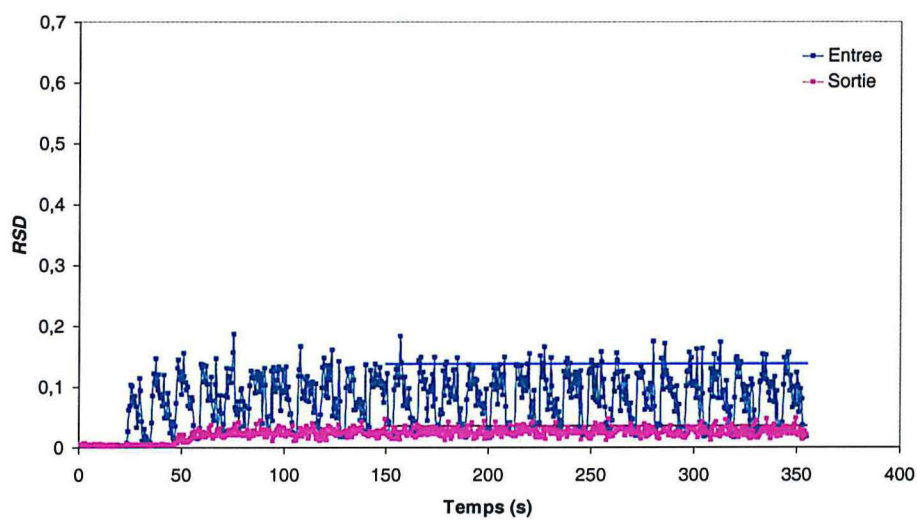
Plan B n°9



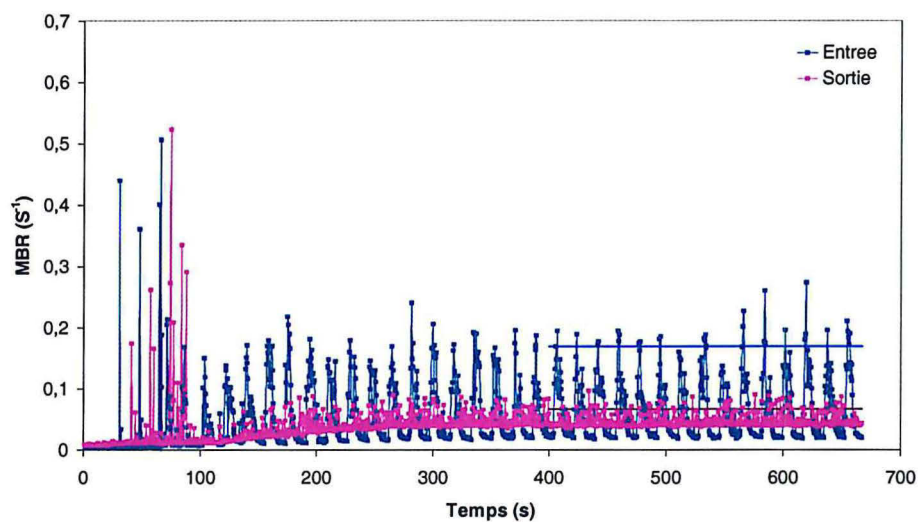
Plan B n°10



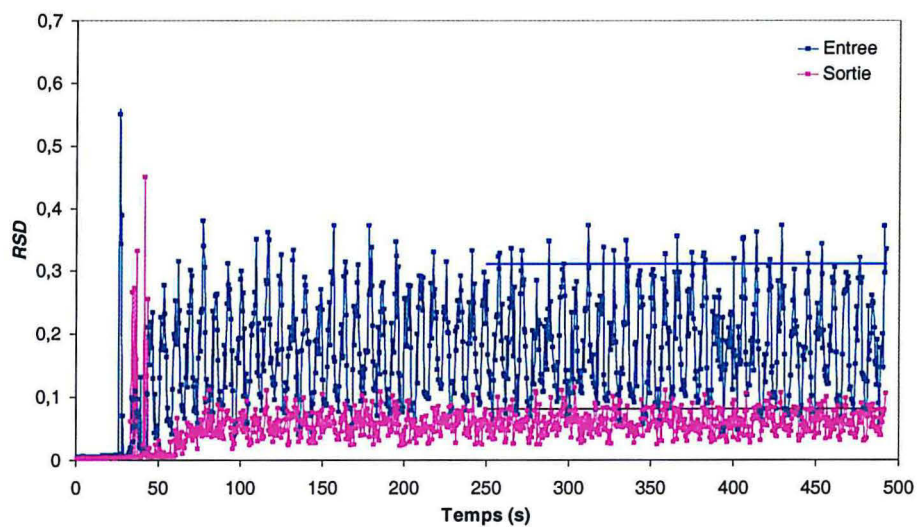
Plan B n°11



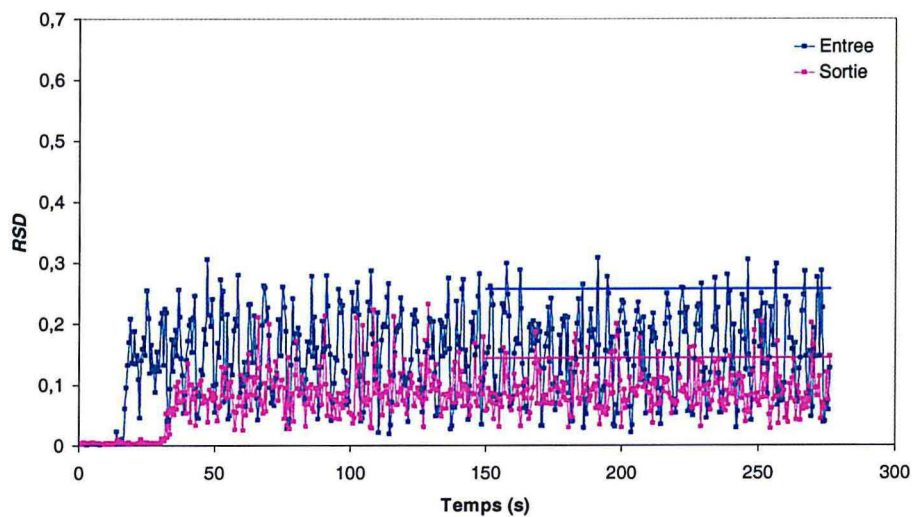
Plan B n°12



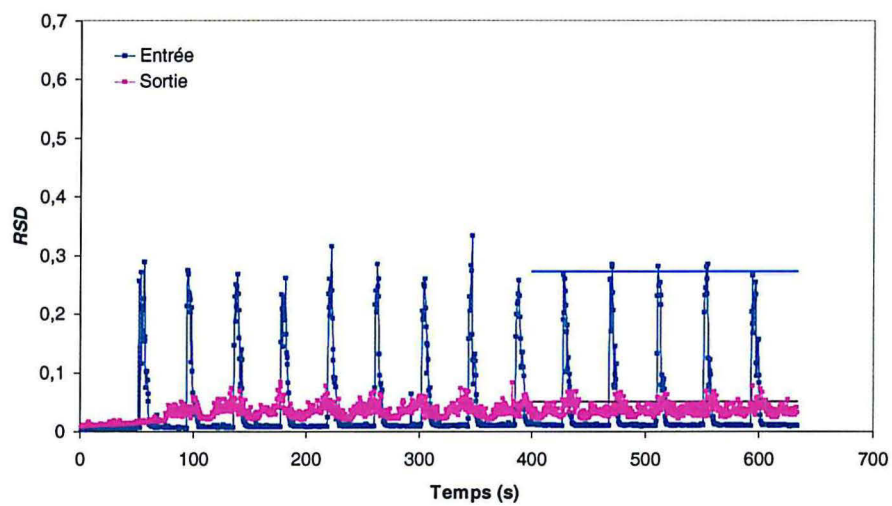
Plan B n°13



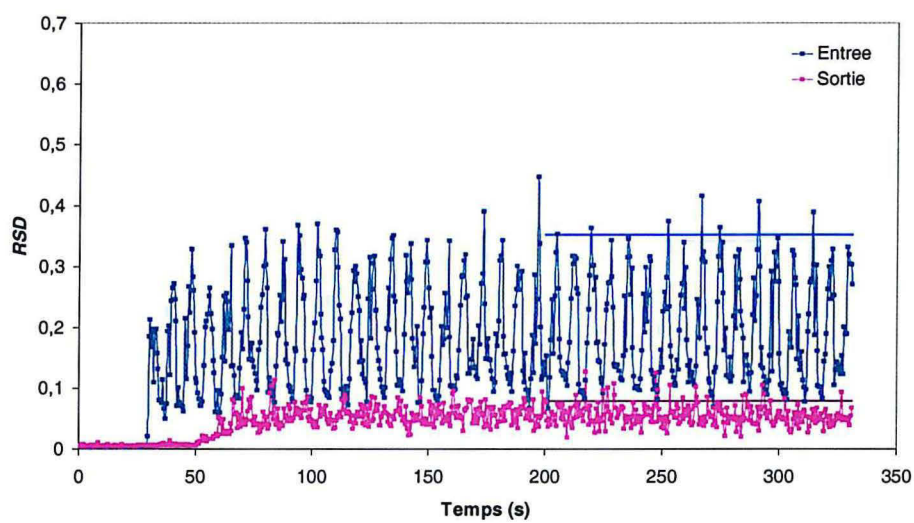
Plan B n°14



Plan B n°15



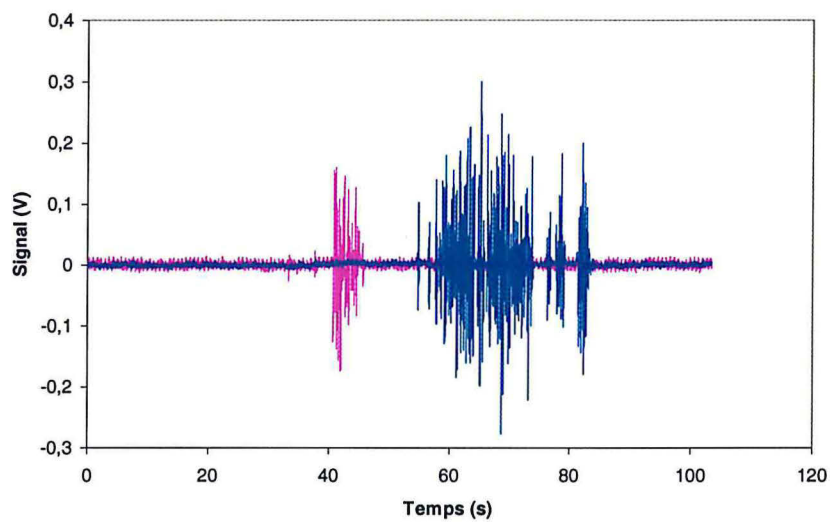
Plan B n°16



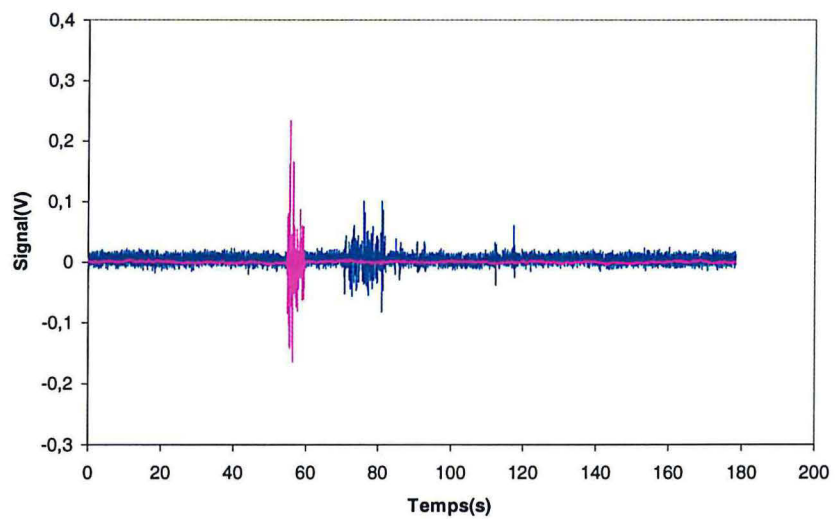
ANNEXES E

COURBES DE DISPERSION DES TEMPS DE SÉJOUR – PLAN B

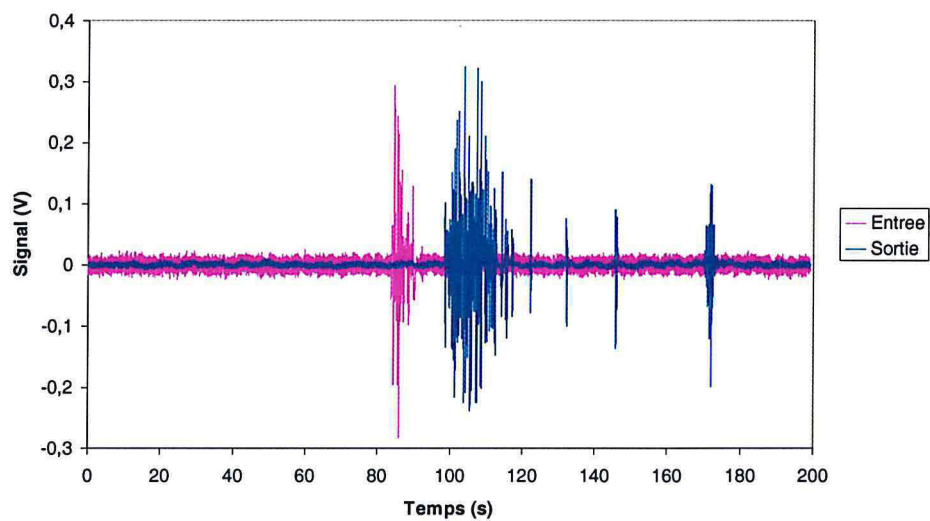
Plan B n°1



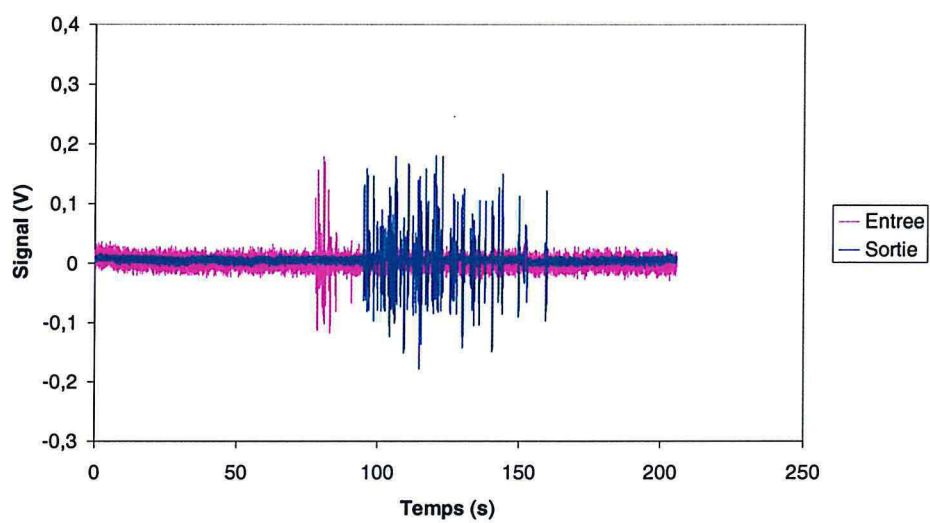
Plan B n°2



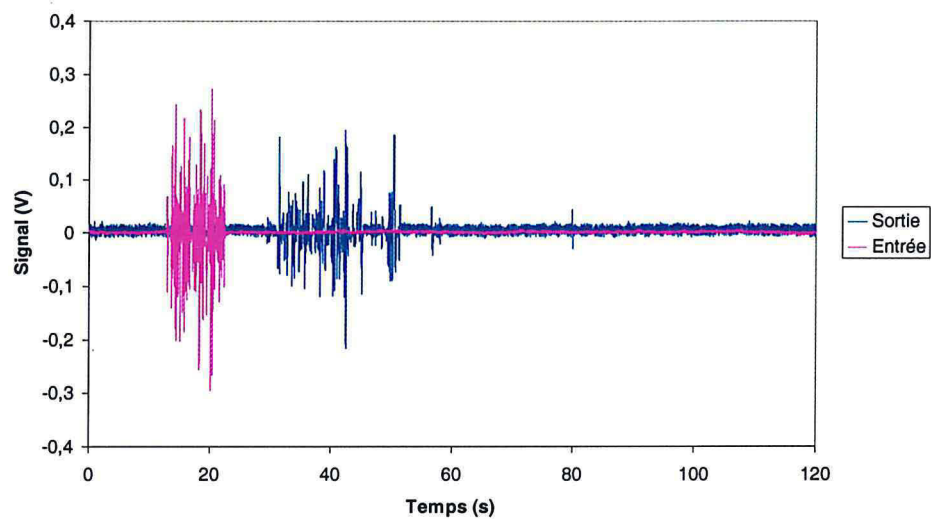
Plan B n°3



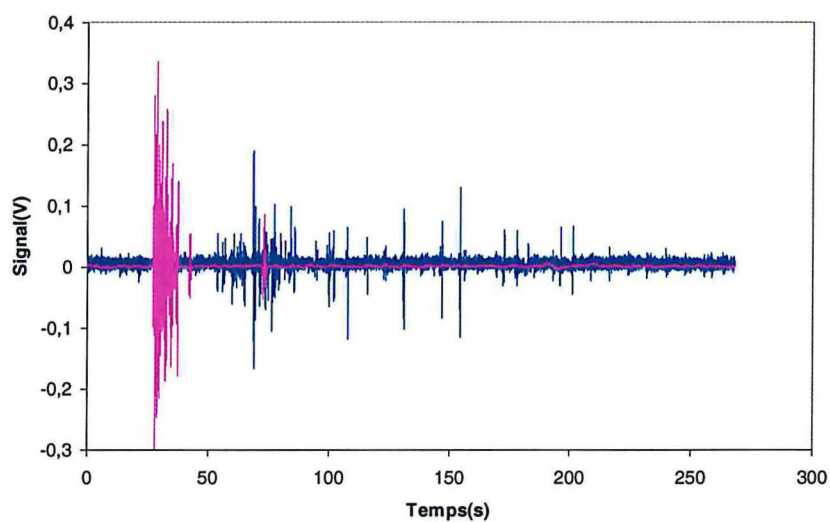
Plan B n°4



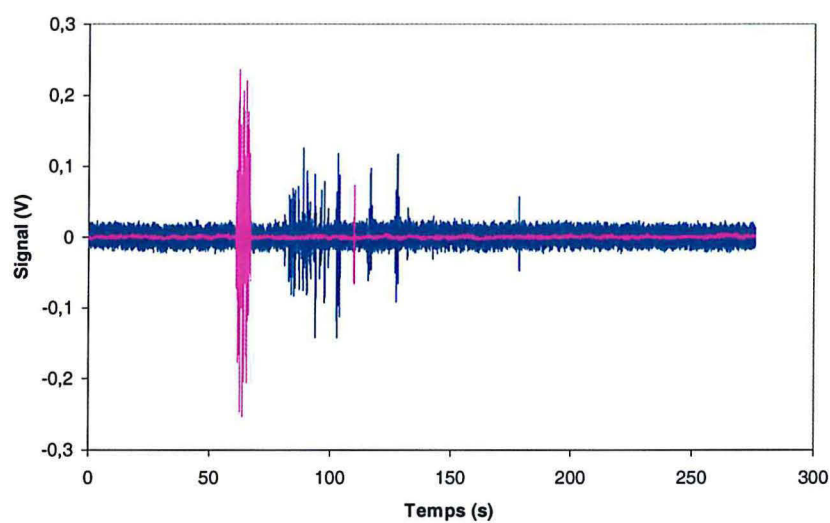
Plan B n°5



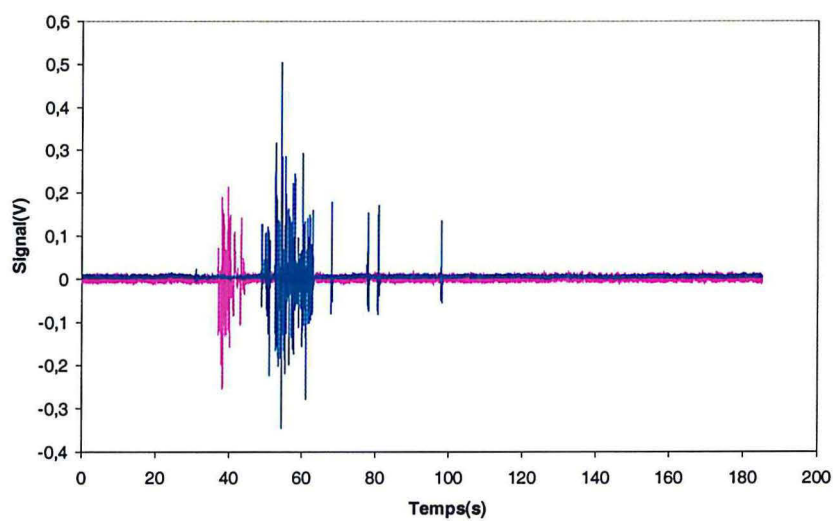
Plan B n°6



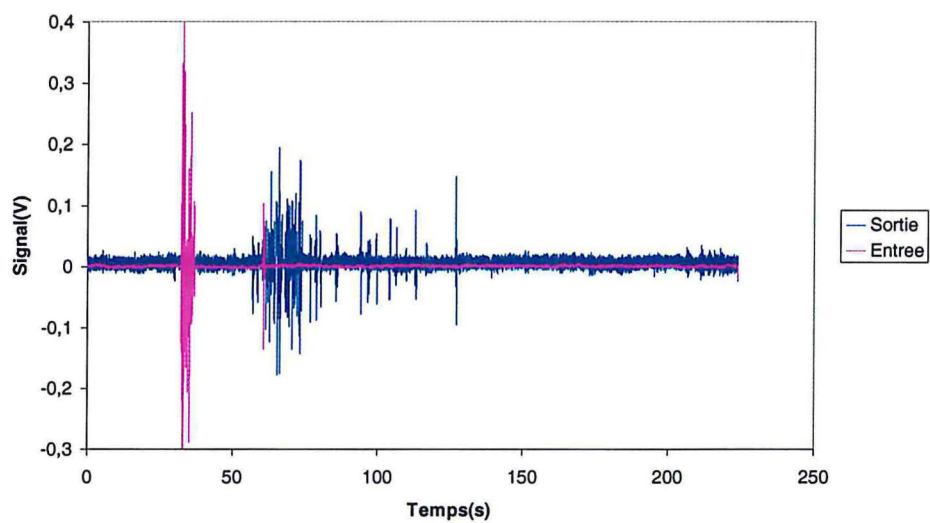
Plan B n°7



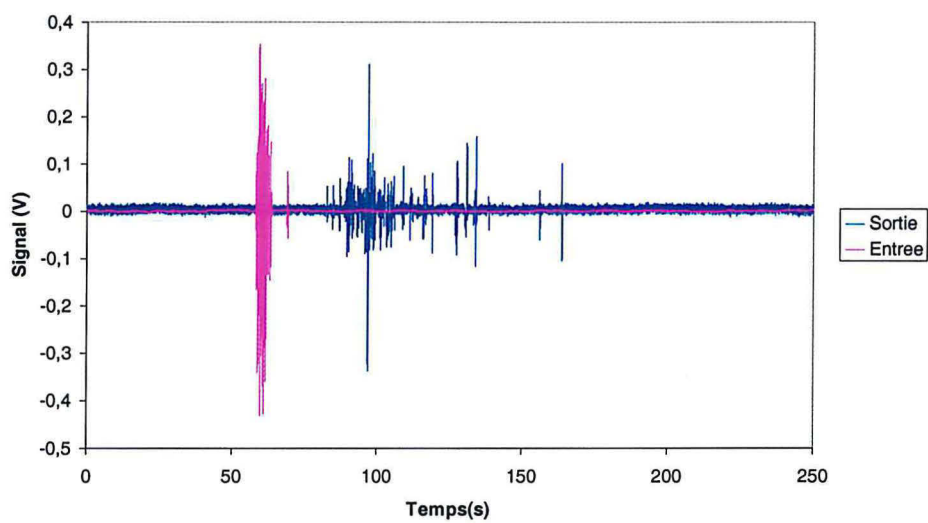
Plan B n°8



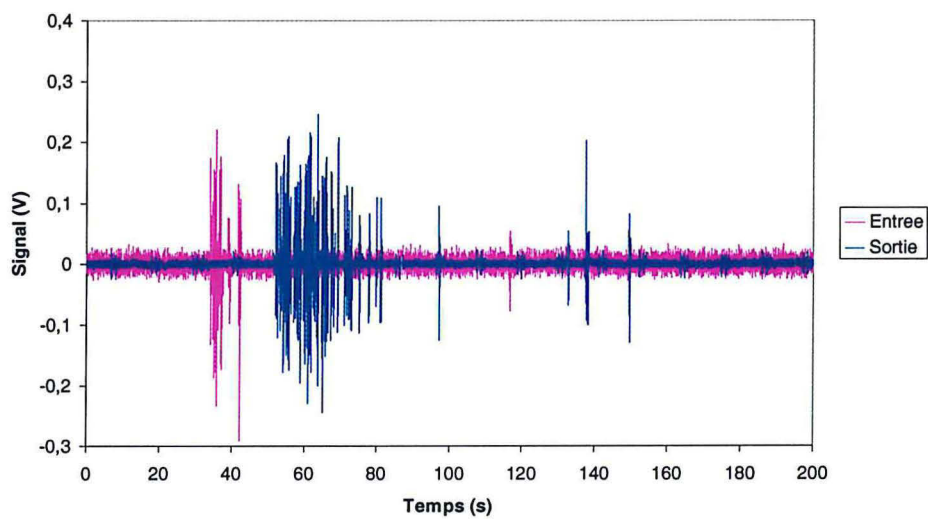
Plan B n°9



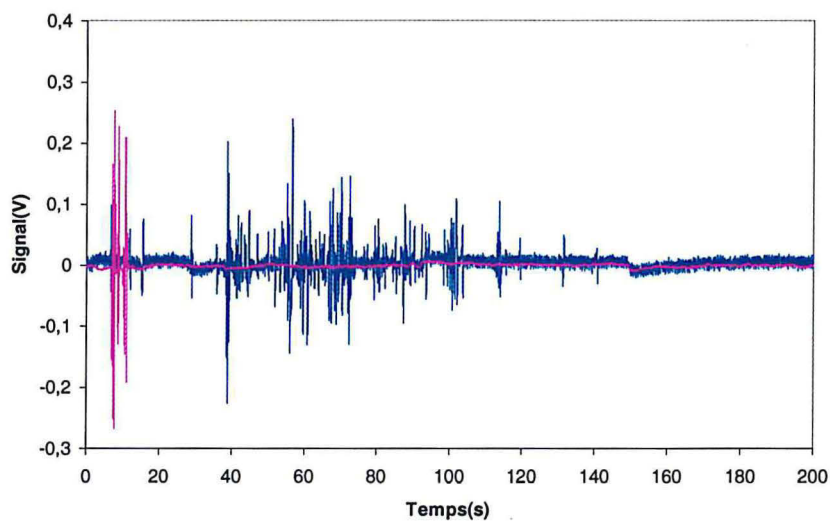
Plan B n°10



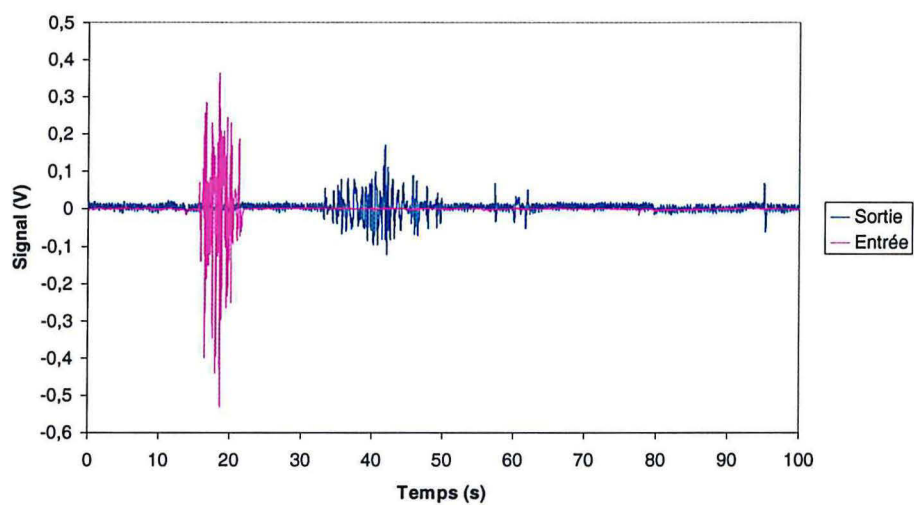
Plan B n°11



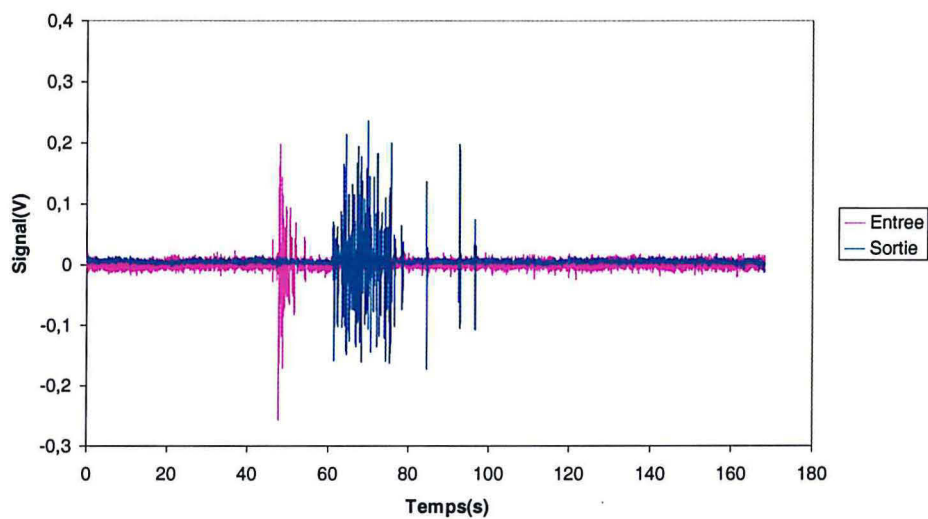
Plan B n°12



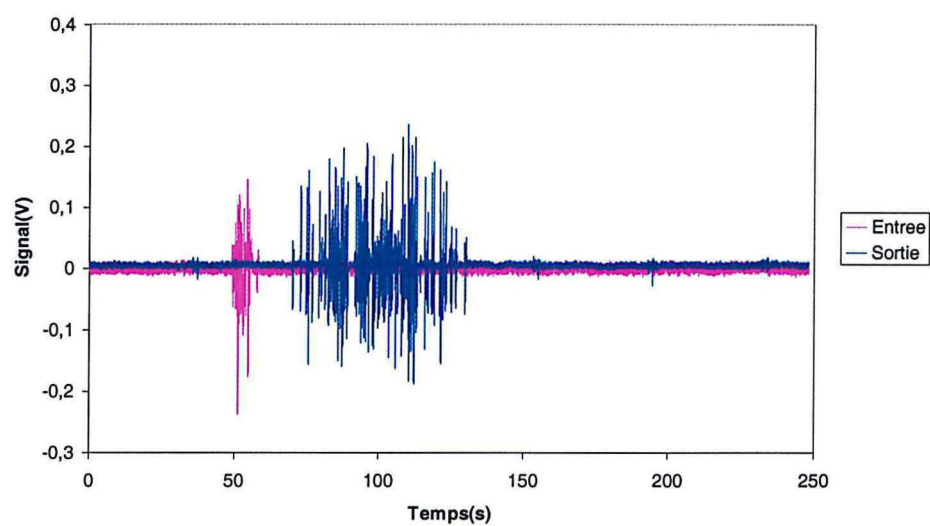
Plan B n°13



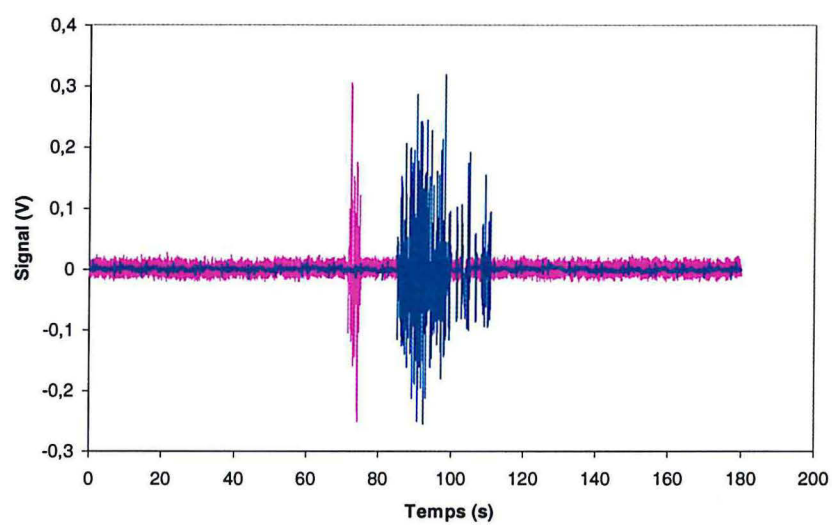
Plan B n°14



Plan B n°15



Plan B n°16

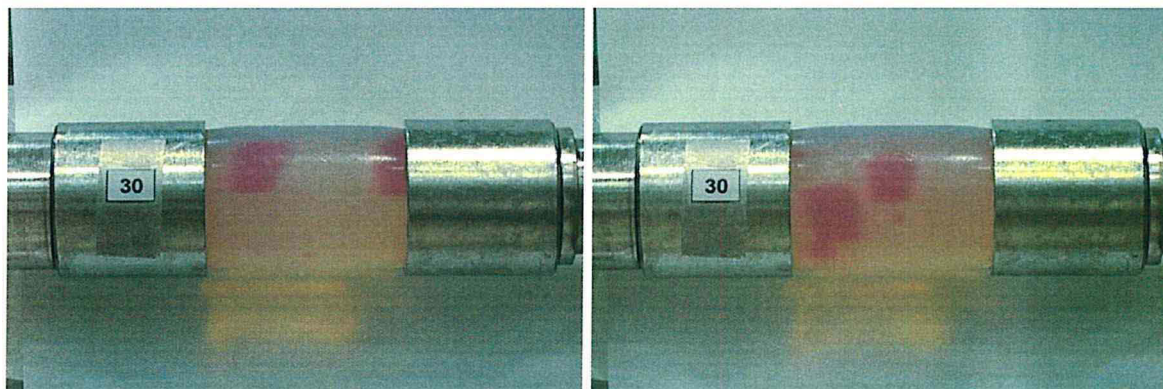


ANNEXES F

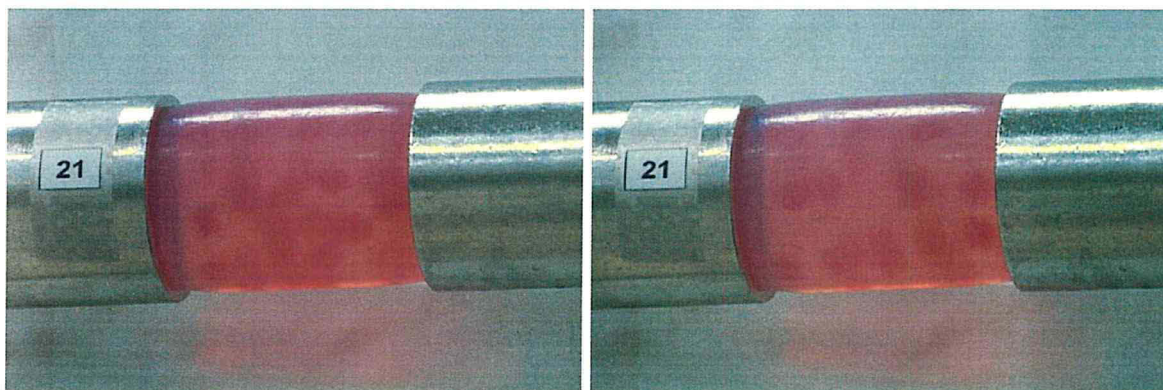
DISPERSION DES PARTICULES EN SORTIE DE MÉLANGEUR – PLAN B

Attention : ces images donnent un aperçu le plus représentatif possible mais ne représentent pas l'écoulement dans son ensemble

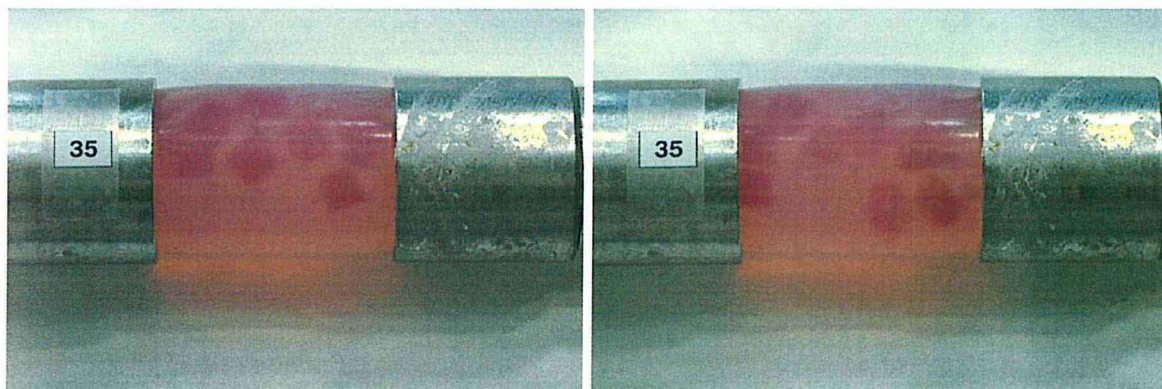
Plan B n°1



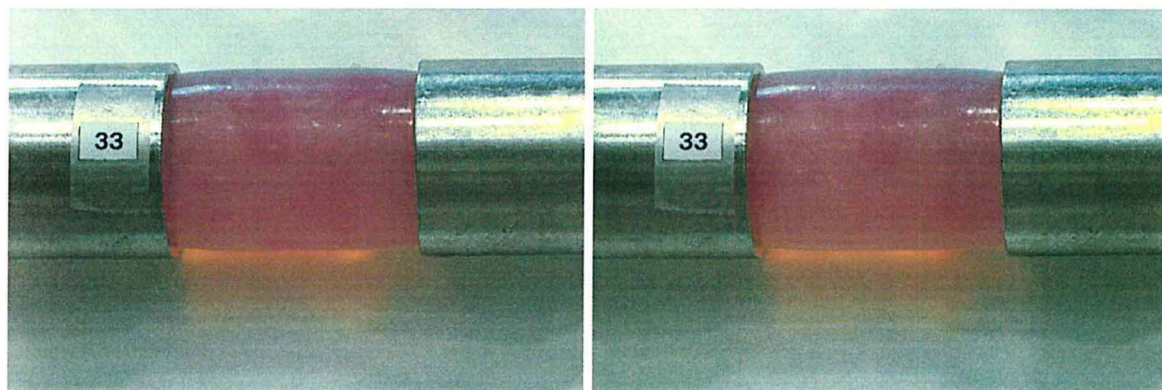
Plan B n°2



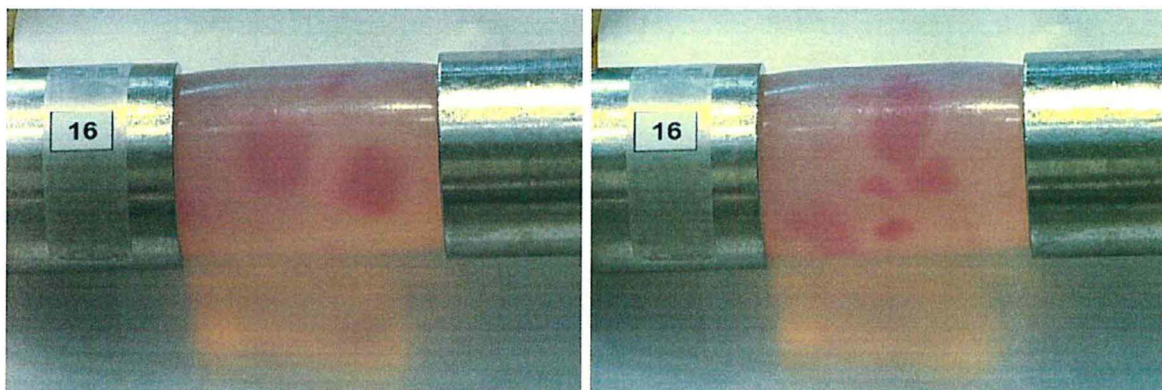
Plan B n°3



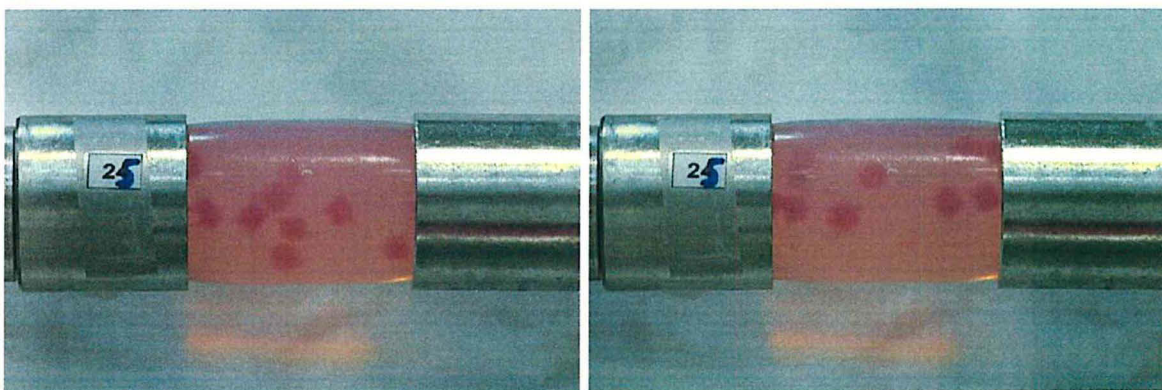
Plan B n°4



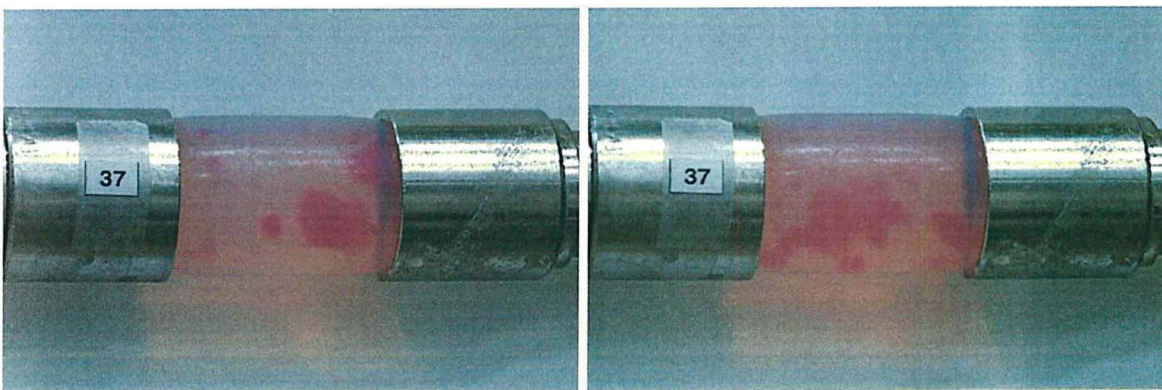
Plan B n°5



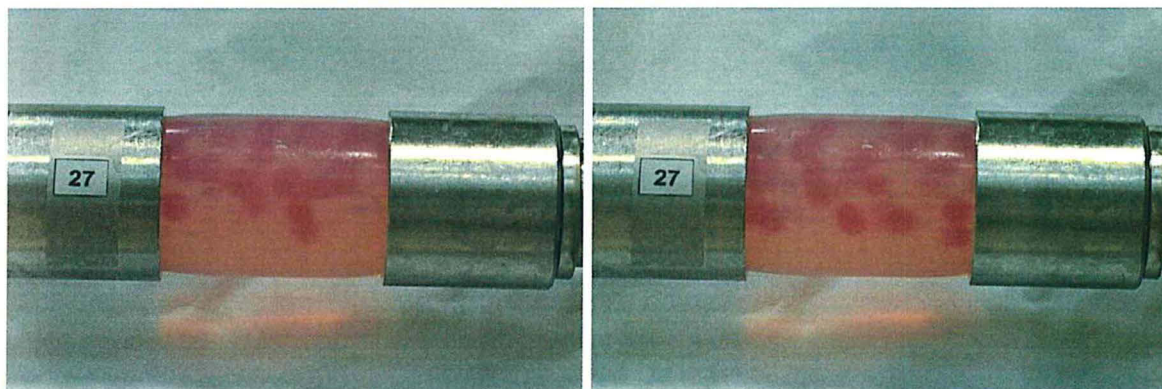
Plan B n°6



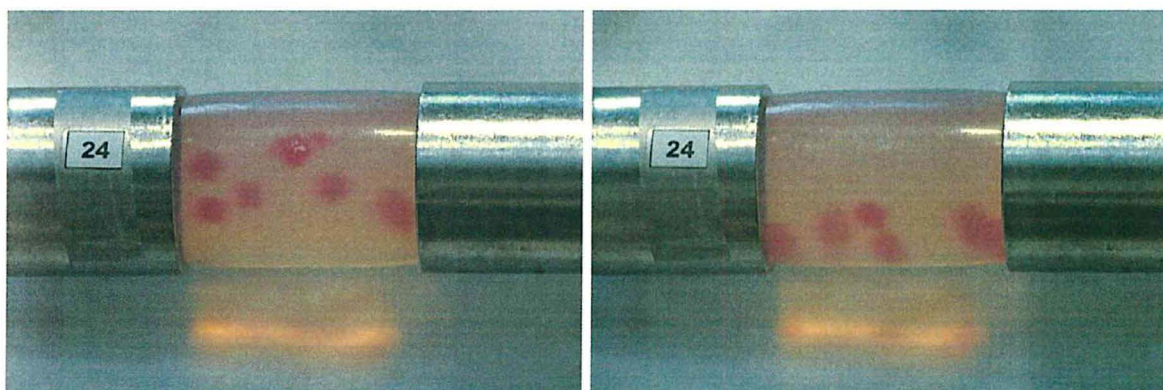
Plan B n°7



Plan B n°8



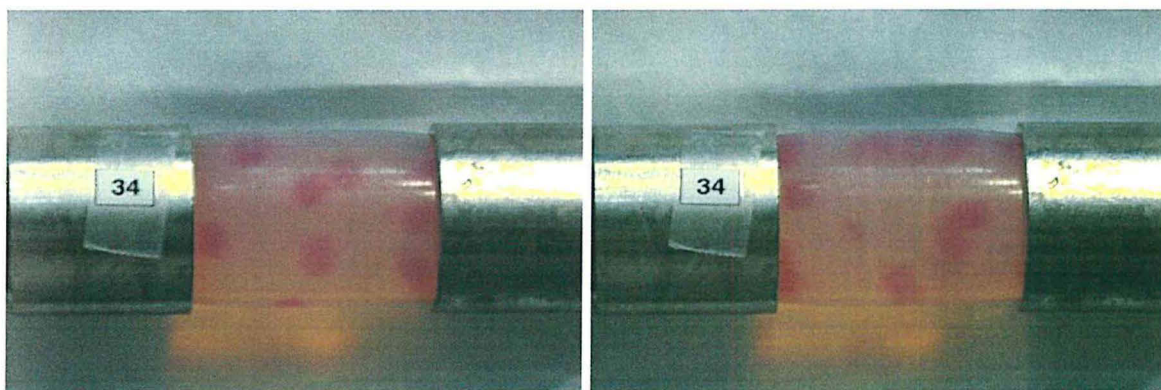
Plan B n°9



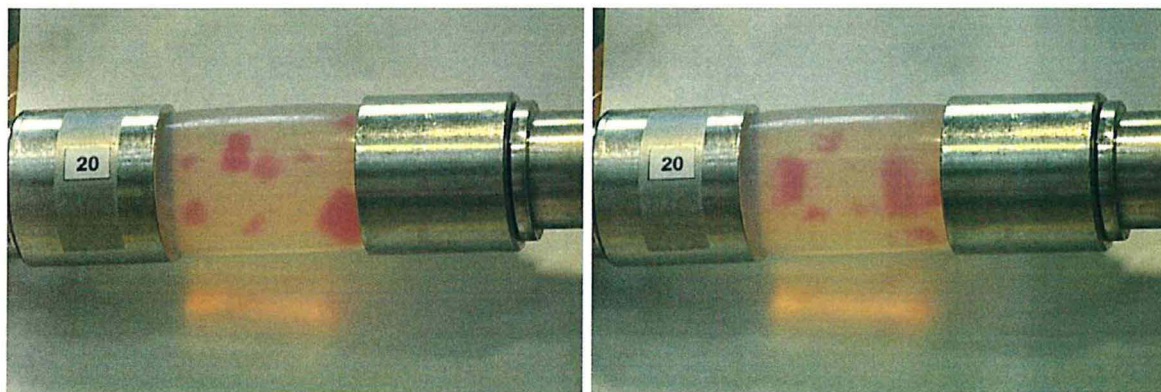
Plan B n°10



Plan B n°11



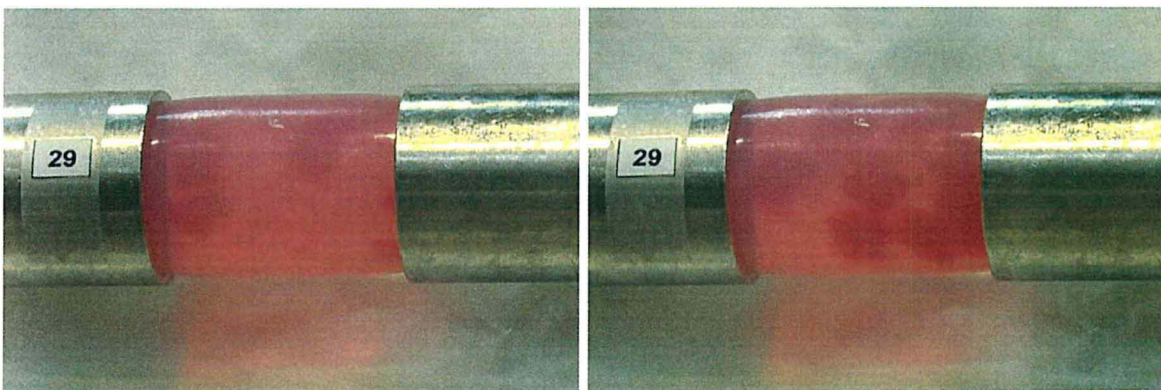
Plan B n°12



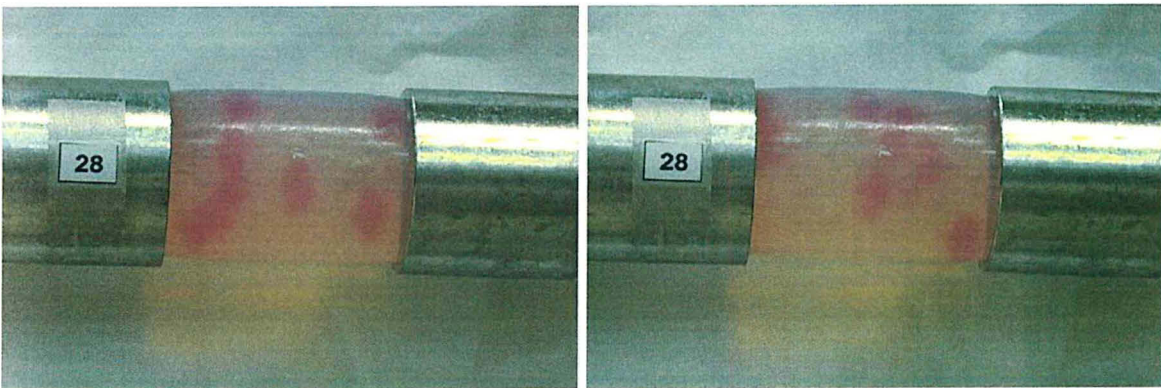
Plan B n°13



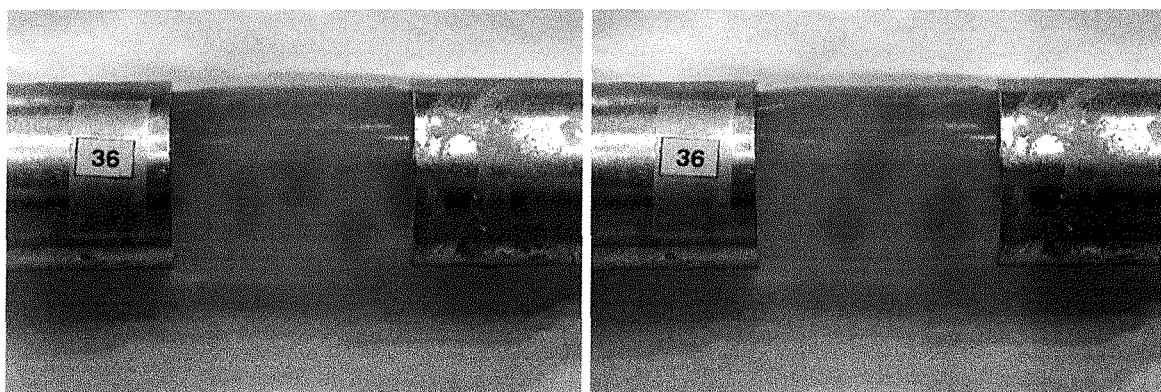
Plan B n°14



Plan B n°15



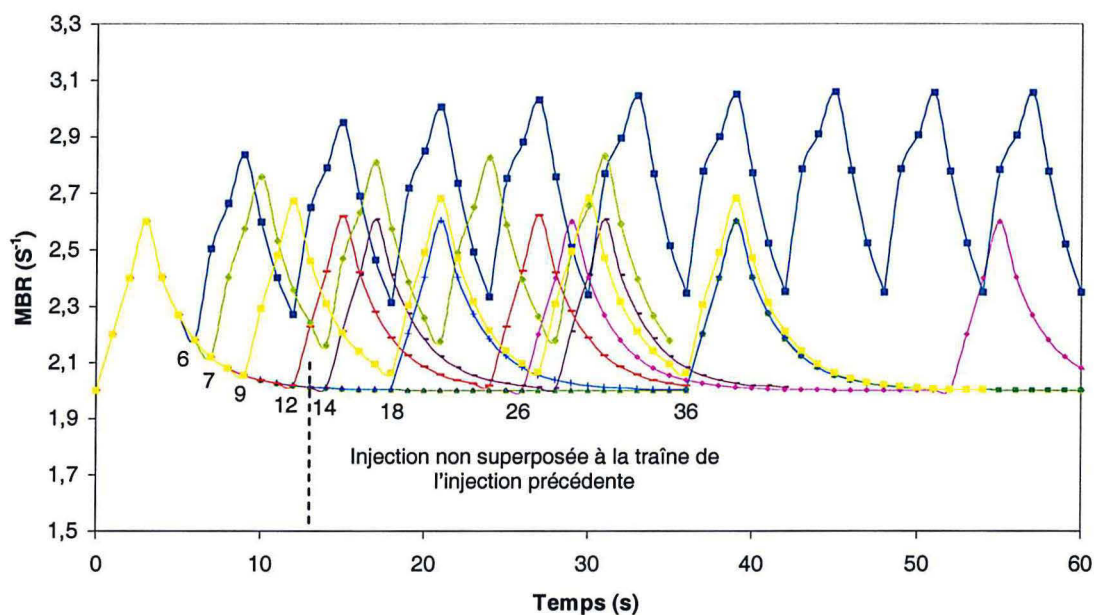
Plan B n°16



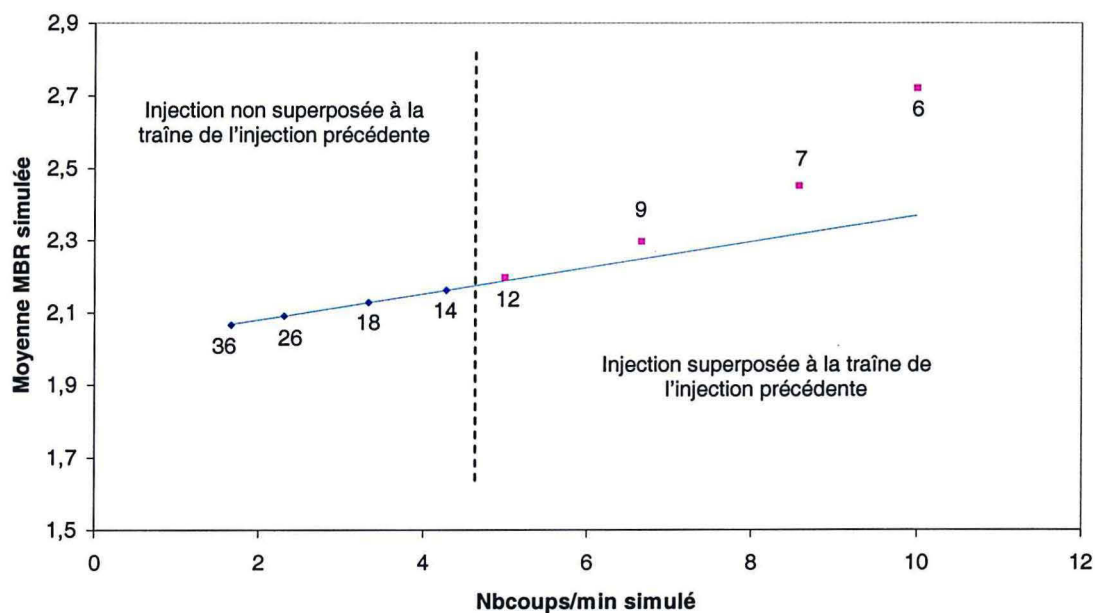
ANNEXES G

COMPRÉHENSION DU SIGNAL D'ENTRÉE DE MBR PAR SIMULATION (MOYENNE SURÉLEVÉE) (Courbes annexes C)

- Modélisation du signal MBR par une fonction ascendante linéaire et une fonction décroissante exponentielle
- Simulation du signal de MBR en modifiant le temps entre les injections



- Moyenne de résistance obtenue (MBR) en fonction des cadences d'injection de la pompe



Conclusion : quand une injection se superpose à la traîne de la précédente, le signal est supérieur à ce qu'il devrait être du fait de la prise en compte du reste de l'injection

ANNEXES H

SÉDIMENTATION DES PARTICULES DE GEL CONTENANT DES BILLES DE FER

• But de l'étude

Le phénomène de sédimentation peut modifier la DTS des particules quand celles-ci traversent une section verticale, comme c'est le cas dans le mélangeur dynamique. Des positions d'équilibre peuvent même être créées. La sédimentation peut également expliquer la répartition spatiale des particules dans un écoulement en conduite horizontale. Il s'agit alors de s'assurer que la sédimentation des particules est négligeable.

• Méthodologie

Des particules de gel contenant des billes de fer de 2mm de diamètre ont été placées dans des éprouvettes graduées contenant un mélange représentatif de fluide suspendant et de masse blanche. Le niveau initial des particules est relevé et la distance parcourue par les particules pendant 14h (temps largement supérieur à la durée d'un essai d'environ 1h) est mesurée.

• Résultats

Aucune variation de position des particules n'est observée pendant le temps d'observation (fig.H.1). Il n'y a donc pas de sédimentation.

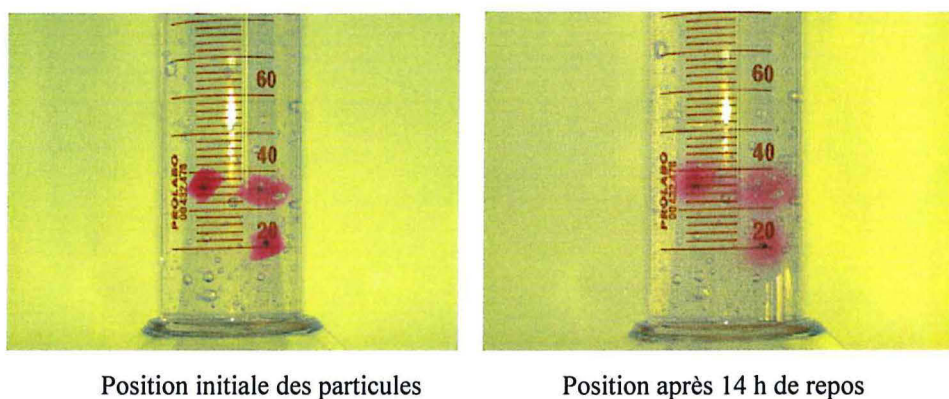


Fig. H.1 Sédimentation des particules de 6 mm contenant des billes de 2mm

ANNEXES I

CONSERVATION DES PARTICULES DE GEL DANS LE MÉLANGE FLUIDE SUSPENDANT – MASSE BLANCHE

• But de l'étude

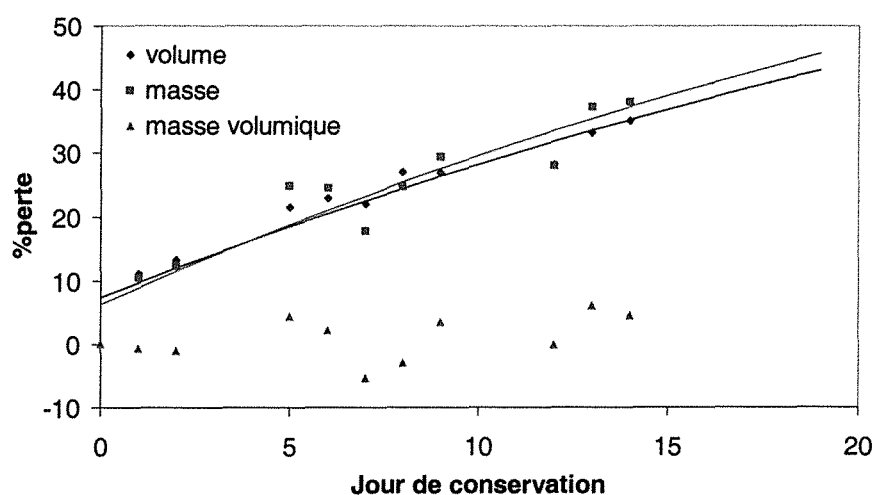
La modification de la formulation de la masse blanche modèle a permis de diminuer le transfert de matière avec les particules de gel. Cependant, ce transfert existe toujours et doit être quantifié pour permettre une comparaison entre les échantillons. Les produits sont en effet conservés pendant 24h à 4°C avant d'être analysés. Cependant, il n'est pas possible dans certains cas d'effectuer toutes les analyses le jour suivant. On étudie alors la variation en masse et en volume (et par conséquent en masse volumique) des particules de gel au cours du temps de conservation pour pouvoir effectuer des corrections.

• Méthodologie

15 lots d'une dizaine de particules de gel haute fermeté (cubes de 12mm) sont conservés dans de la masse blanche à 4°C. Leur masse et leur volume sont préalablement mesurés. Un lot de particules est ensuite analysé chaque jour suivant en mesurant masse et volume au jour i . Le pourcentage de perte est alors déterminé par rapport à la masse, au volume et à la densité.

• Résultats

On constate une forte perte en masse et en volume dès le premier jour de conservation. Les variations de masse et de volume sont similaires pour une masse volumique relativement stable sur la durée d'observation. Pour l'évaluation de la perte d'intégrité, on rapporte tous les échantillons au jour $j1$ en effectuant une correction à l'aide du modèle de %perte en volume (équivalent taille).



• Courbes modèles

$$\%perte_{\text{volume}} = \left(1 - e^{-(0,0256 \cdot \text{jour} + 0,076)}\right) * 100$$

$$\%perte_{\text{masse}} = \left(1 - e^{-(0,0287 \cdot \text{jour} + 0,0642)}\right) * 100$$

ANNEXES J

CARACTÉRISATION DES GELS DE PECTINE PAR SPECTROSCOPIE MECANIQUE

Pour compléter les tests de pénétrométrie, les gels sont également caractérisés par un test en cisaillement oscillatoire permettant de vérifier l'ordre de fermeté des gels.

• Matériel

Les gels sont coulés en forme de cylindre et découpés en lamelles (fig.J.1) avant d'être soumis à un balayage en déformation (dispositif fig.J.2). Les trois niveaux de fermeté sont réalisés.



Fig. J.1 Matériel de découpe des gels en lamelles

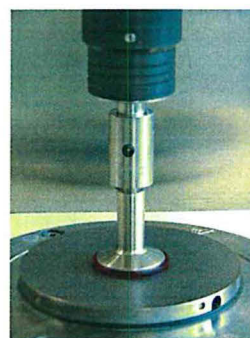


Fig. J.2 Dispositif d'analyse du gel

• Résultats

Le test utilisé ne permet pas une différenciation aussi nette que la pénétrométrie. Les courbes sont très proches (fig. J.3) et la précision de la mesure n'est pas très bonne : 20% d'erreur pour le module G' et 25% pour le module G'' (trois analyses ont été réalisées par type de gel).

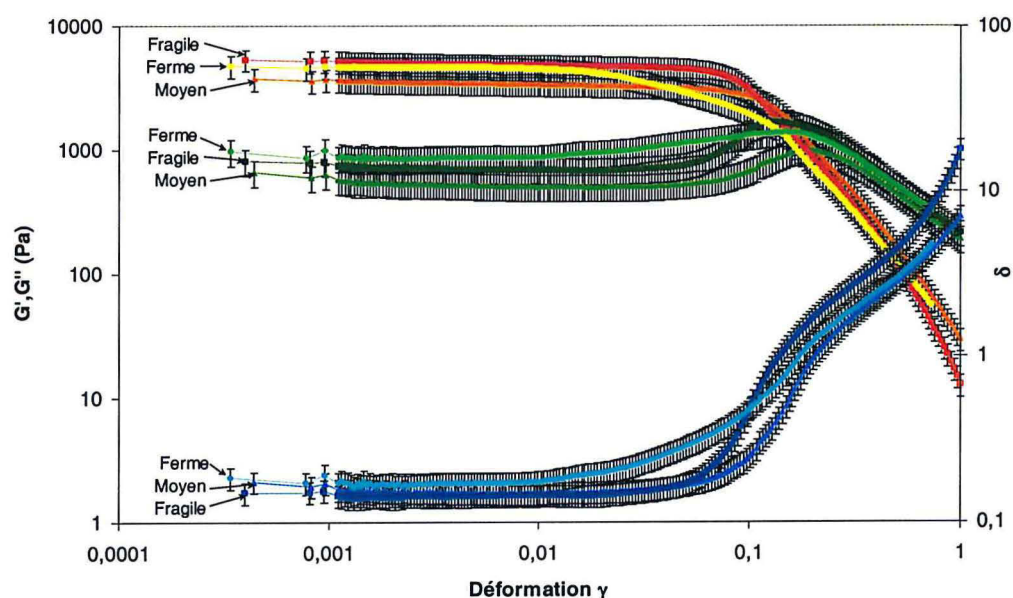


Fig. J.3 Balayage en déformation des trois formulations de gel retenues

On observe tout de même une différence à l'approche du point critique, croisement entre G' et G'' : le sursaut du module G'' est plus marqué pour le gel fragile, un peu moins pour le gel moyen et encore moins pour le gel ferme. Cette propriété se relie toutefois plus difficilement avec la fermeté. Le concept du test de pénétrométrie est plus proche de la perception de la fermeté et caractérise bien l'approche empirique de la fermeté des gels.

AUTORISATION DE SOUTENANCE DE THESE
DU DOCTORAT DE L'INSTITUT NATIONAL
POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

o0o

VU LES RAPPORTS ETABLIS PAR :

Madame Catherine XUEREB, Directeur de Recherche, Laboratoire de Génie Chimique, Toulouse

Monsieur Jean-Jacques BIMBENET, Professeur, ENSIA, Massy

Le Président de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, autorise :

Madame BLANCHEMAIN Maud

à soutenir devant un jury de l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE,
une thèse intitulée :

**"Hydrodynamique d'un procédé de mélange de fluides alimentaires chargés de
particules macroscopiques"**

NANCY BRABOIS
2, AVENUE DE LA
FORET-DE-HAYE
BOITE POSTALE 3
F - 54501
VANCEUVRE CEDEX

en vue de l'obtention du titre de :

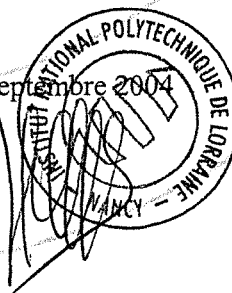
DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

Spécialité : « Génie des procédés »

Fait à Vandoeuvre, le 24 septembre 2004

Le Président de l'I.N.P.L.,

L. SCHUFFENECKER



RESUME

L'objectif de ce travail consiste à optimiser le procédé d'incorporation d'une préparation de grosses particules fragiles (fraises sur sucre) dans une masse blanche (yoghourt) en termes d'homogénéité du mélange et de perte d'intégrité des particules. Des produits modèles ont été utilisés, tant pour la préparation de particules fragiles que pour la masse blanche sur une ligne pilote instrumentée. L'étude a été focalisée sur deux éléments-clefs : une pompe doseuse et un mélangeur dynamique. La méthodologie des plans d'expériences a été utilisée. L'analyse d'images a été employée pour quantifier la perte d'intégrité des particules fragiles ; l'homogénéité du mélange a été évaluée à l'aide de la tomographie électrique, de la mesure de la dispersion des temps de séjour des particules fragiles par une méthode magnétique, ainsi que d'observations visuelles. Des modèles empiriques ainsi que des recommandations spécifiques sont proposés.

TITLE : HYDRODYNAMICS OF A MIXING PROCESS BETWEEN FOOD FLUIDS AND LARGE FRAGILE PARTICLES

ABSTRACT

This work aims at optimising the incorporation process of a large fragile particle (strawberry) preparation into a white mass (yogurt) in terms of the mechanical damage suffered by the particles and of the mixture homogeneity. Model products for both particle preparation and white mass have been used in a pilot plant. The study has been focused on two key elements : the pumping of the particle preparation and the dynamic mixer. The methodology of experimental design has also been used.

Image analysis was used for quantifying the mechanical damage to fragile particles, whereas electrical tomography, residence time distribution for particles via a magnetic technique and visual observations were used for evaluating the mixture homogeneity. Empirical models as well as specific recommendations have been proposed.

DISCIPLINE : Génie des Procédés

MOTS-CLES : Grosses particules fragiles, perte d'intégrité, procédé de mélange, pompage, analyse d'images, tomographie électrique, distribution de temps de séjour, plans d'expériences.

INTITULE et ADRESSE du LABORATOIRE : Centre de Génie Chimique des Milieux Rhéologiquement Complexes - GEMICO - 1, rue Grandville - BP 451 - 54001 NANCY, FRANCE