



## 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](mailto: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.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

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

# THESE

Présentée à

L'UNIVERSITE HENRI POINCARÉ-NANCY I  
L.E.M.T.A UMR CNRS n°7563

Le 1<sup>er</sup> décembre 2000

Pour l'obtention du titre de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE NANCY I EN  
MECANIQUE-ENERGETIQUE

Par

Nicolas BELAUBRE

S.C.D. - U.H.P. NANCY 1  
BIBLIOTHÈQUE DES SCIENCES  
Rue du Jardin Botanique  
54600 VILLERS-LES-NANCY

Diplômé de l'Université de Bordeaux I  
en Mécanique des Fluides et des Solides (D.E.A.)

Sujet :

**ETUDE DE LA DEGRADATION DE SUSPENSIONS  
DE GROSSES PARTICULES FRAGILES LORS  
D'UN TRAITEMENT THERMIQUE EN CONTINU  
ET EN CUVES MECANIQUEMENT AGITEES**

Membres du jury :

Président du jury : O. SCRIVENER, Prof. IMF Strasbourg

Rapporteurs : A. ARHALIASS, Maître de Conf. GPEA St Nazaire  
O. SCRIVENER, Prof. IMF Strasbourg

Examinateur : AS Pernod-Ricard  
E, Prof. UHP Nancy (directeur de thèse)  
Dir. Rech. INRA Lille

BIBLIOTHEQUE SCIENCES NANCY 1



D 095 130366 7







S.C.D. - U.H.P. NANCY 1  
BIBLIOTHÈQUE DES SCIENCES  
Rue du Jardin Botanique  
54600 VILLERS-LES-NANCY

Monsieur BELAUBRE Nicolas

DOCTORAT de l'UNIVERSITE HENRI POINCARÉ, NANCY-I

en MECANIQUE - ENERGETIQUE

VU, APPROUVÉ ET PERMIS D'IMPRIMER

Nancy, le 18 DEC. 2003 n° 476

Le Président de l'Université





**S.C.D. - U.H.P. NANCY 1**  
BIBLIOTHÈQUE DES SCIENCES  
Rue du Jardin Botanique  
54600 VILLERS-LES-NANCY

## ***REMERCIEMENTS***

## REMERCIEMENTS

J'adresse mes remerciements à Mr LÉBOUCHE M. et à Mr MAINGONNAT J.F. respectivement, Professeur à l'Université Henri - Poincaré (U.H.P.) et Directeur du L.G.P.T.A., qui m'ont permis de réaliser cette thèse dans des conditions très favorables.

Je voudrais remercier plus particulièrement Mr LEULIET, Directeur de recherches au L.G.P.T.A. qui m'a encadré durant cette thèse. L'approche scientifique et les indications claires et précises de cet homme brillant ont grandement compté pour mener à bien cette étude.

J'exprime ma gratitude à Guillaume Delaplace, chargé de recherche au L.G.P.T.A., pour ses conseils et son aide précieuse.

En ce qui concerne la partie expérimentale réalisée dans le cadre de cette thèse, je tiens à remercier Nadia Camuel, la SIAS MPA, le Centre de Recherche Pernod Ricard et l'Institut Supérieur d'Agronomie.

Je tiens également à remercier toutes les personnes du L.G.P.T.A. qui par leur aide quotidienne ont contribué à la bonne avancée de ces travaux et plus particulièrement, Mr JACQUEMONT J., Mr RONSE G. et Mr SIX T.

Enfin j'adresse mes remerciements aux ateliers de Mécanique et d'Electronique pour leurs savoir-faire qui ont été déterminants lors de l'installation et l'instrumentation de la plateforme expérimentale.

# ***TABLE DES MATIERES***

**S.C.D. - U.H.P. NANCY 1**  
**BIBLIOTHÈQUE DES SCIENCES**  
Rue du Jardin Botanique  
**54600 VILLERS-LES-NANCY**



# TABLE DES MATIERES

*Résumé*

*Nomenclature*

INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE 1: BIBLIOGRAPHIE.....	4
<b>1.1 <u>PRODUITS UTILISES</u></b> .....	4
<b>1.1.1 <u>PRODUITS SOLIDES UTILISES</u></b> .....	4
1.1.1.1 <u>Généralités sur la structure des fraises</u> .....	4
1.1.1.2 <u>Généralités sur la structure des gels</u> .....	6
1.1.1.3 <u>Comparaison structurale des produits utilisés</u> .....	6
<b>1.1.2 <u>RHEOLOGIE DES FRAISES ET DES GELS</u></b> .....	7
1.1.2.1 <u>Aspect théorique</u> .....	7
1.1.2.2 <u>Tests de pénétration et de compression</u> .....	8
1.1.2.3 <u>Tests de compression-extrusion</u> .....	9
1.1.2.4 <u>Tests appliqués aux aliments</u> .....	10
1.1.2.5 <u>Discussion sur les tests appliqués aux aliments (Tableaux B3 à B8)</u> .....	14
1.1.2.6 <u>Tests appliqués aux gels solides</u> .....	14
1.1.2.7 <u>Discussion sur les tests appliqués aux gels solides (Tableau B9)</u> .....	16
1.1.2.7.1 <u>Tests et mesures</u> .....	16
1.1.2.7.2 <u>Intérêt des mesures - propriétés des gels</u> .....	16
1.1.2.8 <u>Comparaison tests produits réels / produits modèles</u> .....	17
<b>1.1.3 <u>CONCLUSION</u></b> .....	17
<b>1.1.4 <u>LES FLUIDES PORTEURS UTILISES</u></b> .....	17
1.1.4.1 <u>Rhéologie du fluide porteur</u> .....	17
1.1.4.1.1 <u>Généralités</u> .....	17
1.1.4.1.2 <u>Tests appliqués aux fluides porteurs de préparations de fruits</u> ....	18
1.1.4.1.3 <u>Discussions sur les tests appliqués aux fluides porteurs de préparations de fruits (Tableau B10)</u> .....	20
1.1.4.2 <u>Conclusion</u> .....	20

<b>1.2 <u>PROCEDES</u></b> .....	21
1.2.1 <u>Contexte général</u> .....	21
1.2.2 <u>Procédé discontinu (cuves mécaniquement agitées)</u> .....	21
1.2.2.1 <u>Caractéristiques hydrodynamiques</u> .....	22
1.2.2.1.1 <i>Régimes d'écoulement</i> .....	22
1.2.2.1.2 <i>Patrons d'écoulement</i> .....	22
1.2.2.1.3 <i>Le gradient de vitesse ou taux de cisaillement</i> .....	24
1.2.2.1.4 <i>Caractérisation du mélange</i> .....	24
1.2.2.1.6 <i>Conclusion</i> .....	26
1.2.2.2 <u>Mise en suspension de grosses particules en cuve mécaniquement agitée</u> .....	26
1.2.2.3 <u>Caractéristiques thermiques</u> .....	27
1.2.2.3.1 <i>Présentation classique des résultats</i> .....	27
1.2.2.3.2 <i>Résultats expérimentaux</i> .....	28
1.2.2.3.3 <i>Conclusion</i> .....	29
1.2.3 <u>PROCEDE CONTINU (ECHANGEURS TUBULAIRES)</u> .....	29
1.2.3.1 <u>Caractéristiques hydrodynamiques</u> .....	30
1.2.3.1.1 <i>Profil de vitesse et temps de séjour sans particules</i> .....	30
1.2.3.1.2 <i>Profil de vitesse et temps de séjour avec particules</i> .....	30
1.2.3.1.3 <i>Conclusion</i> .....	32
1.2.3.2 <u>Transferts thermiques</u> .....	32
1.2.3.2.1 <i>Equation de la chaleur</i> .....	32
1.2.3.2.2 <i>Détermination de <math>h_{fp}</math></i> .....	33
1.2.3.2.3 <i>Paramètres influençant le coefficient de transfert de chaleur à l'interface fluide/particules</i> .....	33
1.2.3.2.4 <i>Corrélations retenues</i> .....	35
1.2.3.2.5 <i>Conclusion</i> .....	35
<b>1.3 <u>POSITION DE L'ETUDE PAR RAPPORT A CE CONTEXTE BIBLIOGRAPHIQUE</u></b> .....	35
<b>CHAPITRE 2: MATERIEL ET METHODES</b> .....	37
2.1 <u>MATERIEL</u> .....	37
2.1.1 <u>PLATEFORMES EXPERIMENTALES</u> .....	37
2.1.1.1 <u>Le traitement en cuve agitée</u> .....	37
2.1.1.1.1 <i>Système d'agitation</i> .....	37

2.1.1.1.2 <i>Instrumentation de la cuve</i> .....	38
2.1.1.2 <b><u>Ligne de traitement en continu</u></b> .....	38
2.1.1.2.1 <i>Organes principaux</i> .....	38
2.1.1.2.2 <i>Instrumentation</i> .....	39
2.1.1.3 <b><u>Mesures sur produit</u></b> .....	40
2.1.1.3.1 <i>Mesures réalisées sur les particules</i> .....	40
2.1.1.3.2 <i>Mesures réalisées sur les liquides</i> .....	41
2.1.2. <b><u>PRODUITS</u></b> .....	41
2.1.2.1 <b><u>Les particules et leur caractérisation</u></b> .....	42
2.1.2.1.1 <i>Particules réelles</i> .....	42
2.1.2.1.2 <i>Particules modèles</i> .....	42
2.1.2.1.3 <i>Définition de critères de choix</i> .....	42
2.1.2.1.4 <i>Elaboration des particules modèles</i> .....	43
2.1.2.1.5 <i>Test de pénétration et test de compression</i> .....	43
2.1.2.1.6 <i>Exemple de tests de compression et de pénétration</i> .....	45
2.1.2.1.7 <i>Choix du gel modèle</i> .....	46
2.1.2.1.8 <i>Possibilités offertes par ce gel</i> .....	47
2.1.2.1.9 <i>Gels de pectine retenus pour les essais en cuve et en continu</i> .....	48
2.1.2.1.10 <i>Méthode de fabrication des particules modèles à l'échelle pilote</i>	51
2.1.2.2 <b><u>Les fluides et leur caractérisation</u></b> .....	53
2.1.2.2.1 <i>Les fluides réels</i> .....	53
2.1.2.2.1.1 <i>Les fluides porteurs réels et leur caractérisation rhéologique</i>	53
2.1.2.2.1.2 <i>Les fluides modèles</i> .....	55
2.1.2.3 <b><u>Interactions fluide/particules</u></b> .....	59
2.1.2.3.1 <i>Transfert de matière</i> .....	59
2.1.2.3.2 <i>Différence de densité et homogénéité en cuve</i> .....	59
2.1.2.4 <b><u>Fluides utilisés pour l'identification des appareils</u></b> .....	59
2.2 <b>METHODES</b> .....	61
2.2.1 <b><u>IDENTIFICATION THERMIQUE DU SYSTEME AGITE</u></b> .....	61
2.2.1.1 <b><u>Détermination du coefficient de transfert de chaleur interne (<math>h_{ci}</math>)</u></b> ... 61	
2.2.1.1.1 <i>Définition</i> .....	61
2.2.1.1.2 <i>Essais réalisés</i> .....	61
2.2.1.1.3 <i>Expression des résultats</i> .....	62
2.2.1.1.4 <i>Visualisation de la température de mélange grâce à la courbe de puissance</i> .....	62



<b><u>2.2.1 ESSAIS PRODUITS REELS</u></b> .....	62
2.2.2.1 <b><u>Buts</u></b> .....	62
2.2.2.2 <b><u>Description d'un essai “ type cuite ”</u></b> .....	63
2.2.2.2.1 <i>Ingrédients</i> .....	63
2.2.2.2.2 <i>Déroulement de l'essai</i> .....	63
2.2.2.2.3 <i>Cas de l'essai en cuve</i> .....	63
2.2.2.2.4 <i>Cas de l'essai en continu</i> .....	64
2.2.2.2.5 <i>Prélèvements</i> .....	65
<b><u>2.2.3 ESSAIS SUR PRODUITS MODELES</u></b> .....	66
2.2.3.1 <b><u>Buts</u></b> .....	66
2.2.3.2 <b><u>Description d'un essai</u></b> .....	66
2.2.3.2.1 <i>Ingrédients</i> .....	66
2.2.3.2.2 <i>Déroulement de l'essai</i> .....	66
2.2.3.2.3 <i>Cas de l'essai en cuve</i> .....	66
2.2.3.2.4 <i>Cas de l'essai en continu</i> .....	67
<b><u>2.2.4 ANALYSES REALISEES SUR LES ECHANTILLONS PRELEVES LORS DES ESSAIS AVEC PRODUITS REELS ET MODELES EN CUVE ET EN CONTINU</u></b> .....	67
2.2.4.1 <b><u>Analyses faites sur les particules</u></b> .....	67
2.2.4.1.1 <i>Test de fermeté</i> .....	67
2.2.4.1.2 <i>Estimation de la concentration résiduelle en particules</i> .....	68
2.2.4.1.3 <i>Distribution en taille</i> .....	69
2.2.4.2 <b><u>Analyses réalisées sur les fluides porteurs</u></b> .....	69
2.2.4.2.1 <i>Mesures rhéologiques</i> .....	69
2.2.4.2.2 <i>Densité</i> .....	70
<b><u>2.2.5 ESSAIS REALISES</u></b> .....	70
<b>CHAPITRE 3: RESULTATS ET DISCUSSIONS</b> .....	74
<b><u>INTRODUCTION</u></b> .....	74
<b><u>3.1 IDENTIFICATION THERMIQUE DE LA CUVE AGITEE</u></b> .....	75
3.1.1 <b><u>COMPARAISON ENTRE TEMPERATURE MESUREE ET CALCULEE</u></b> .....	75

3.1.2	<u>PERFORMANCES THERMIQUES</u> .....	75
3.1.3	<u>CONCLUSION</u> .....	75
3.2	<u>RESULTATS DES ESSAIS SUR PRODUITS REELS</u> .....	76
3.2.1	<u>REPETABILITE ET PRECISION DES ESSAIS</u> .....	76
3.2.1.1	<u>Concentration de fruits au départ de la phase de refroidissement</u> ....	76
3.2.1.2	<u>Taille des fruits au départ de la phase de refroidissement</u> .....	76
3.2.1.3	<u>Fermeté des fruits au départ du refroidissement</u> .....	77
3.2.1.4	<u>Viscosité du fluide porteur au départ du refroidissement</u> .....	77
3.2.1.5	<u>Conclusion</u> .....	78
3.2.2	<u>RESULTATS EXPERIMENTAUX OBTENUS SUR PRODUITS REELS</u> .....	78
3.2.2.1	<u>Destruction des particules</u> .....	78
3.2.2.1.1	<i>Essais en cuve : influence de la vitesse de rotation</i> .....	78
3.2.2.1.2	<i>Essai en continu : le moins destructeur</i> .....	79
3.2.2.2	<u>Taille des particules</u> .....	79
3.2.2.2.1	<i>Evaluation globale : méthode du tamisage</i> .....	79
3.2.2.2.2	<i>Evaluation plus fine : distribution en taille</i> .....	79
3.2.2.2.3	<i>Conclusion</i> .....	82
3.2.2.3	<u>Fermeté</u> .....	84
3.2.2.3.1	<i>Test de pénétration</i> .....	84
3.2.2.3.2	<i>Test de compression-extrusion</i> .....	85
3.2.2.3.3	<i>Tentative de comparaison entre les tests de pénétration et de compression-extrusion</i> .....	86
3.2.2.3.4	<i>Conclusion</i> .....	86
3.2.2.4	<u>Viscosité</u> .....	86
3.2.2.5	<u>Homogénéité de la suspension</u> .....	87
3.2.3	<u>CONCLUSION DES ESSAIS REALISES SUR PRODUITS REELS</u> .....	88
3.3	<u>RESULTATS DES ESSAIS SUR PRODUITS MODELES</u> .....	90
3.3.1	<u>INTRODUCTION</u> .....	90
3.3.2	<u>PRECISION ET REPETABILITE DES ESSAIS</u> .....	90
3.3.2.1	<u>Fermeté des particules</u> .....	90
3.3.2.1.1	<i>Test de pénétration</i> .....	91

3.3.2.1.2 <u>Test de compression-extrusion</u> .....	92
3.3.2.2 <u>Homogénéité en cuve et précision du tamisage</u> .....	93
3.3.2.3 <u>Conclusion : suspension homogène et précision sur la mesure de la concentration en particules</u> .....	95
3.3.2.4 <u>Concentration en particules au départ de la phase de refroidissement</u> .....	95
3.3.2.5 <u>Taille des particules en début de phase de refroidissement</u> .....	96
3.3.2.6 <u>Reproductibilité des essais</u> .....	97
3.3.2.7 <u>Conclusion concernant la précision et la reproductibilité des essais</u>	98
3.3.3 <u>RESULTATS EXPERIMENTAUX OBTENUS A PARTIR DES ESSAIS SUR PRODUITS MODELES</u> .....	100
3.3.3.1 <u>Influence de la viscosité du fluide porteur</u> .....	100
3.3.3.2 <u>Influence de la vitesse de rotation de l'agitateur</u> .....	102
3.3.3.3 <u>Influence de la concentration en particules</u> .....	104
3.3.3.4 <u>Influence de la taille des particules</u> .....	105
3.3.3.5 <u>Influence de la fermeté des particules</u> .....	105
3.3.3.6 <u>Résultats des essais réalisés sur la ligne continue</u> .....	107
3.3.4 <u>CONCLUSION CONCERNANT LES ESSAIS SUR PRODUITS MODELES</u> .....	109
3.4 <u>COMPARAISON ESSAIS MODELES ET ESSAIS REELS</u> .....	110
3.4.1 <u>MISE AU POINT DE LA SUSPENSION MODELE</u> .....	110
3.4.2 <u>RESULTATS DES ESSAIS</u> .....	110
3.4.3 <u>EXTRAPOLATION DES ESSAIS EN CUVE</u> .....	111
CONCLUSION ET PERSPECTIVES.....	113

### *Références Bibliographiques*

#### *Publications*



***RESUME***

Subject: PEB thèse  
To: <Service.Peb@scd.uhp-nancy.fr>

xmlns:ns0="urn:schemas-microsoft-com:office:smarts" xmlns:ns1="">  
Bonjour,

Pourriez-vous me transmettre en prêt entre bibliothèques l'ouvrage suivant trouvé sur SUDOC :

Numéro de notice : 043243533

**Titre :** ASPECTS BACTERIOLOGIQUES DU COMPOSTAGE DES BOUES RESIDUAIRES DE STATIONS D'EPURATION D'EAU / GILLES ALBERTI  
Mémoire ou thèse (version d'origine)

**Auteur(s) :** ALBERTI, GILLES. Auteur

**Date(s) :** 1984

**Langue(s) :** français

**Pays :** France

**Editeur(s) :** [S.l.] : [s.n.], 1984

**Description :** 211 F. ; 30 cm

**Thèse :** Thèse de 3e cycle : SCIENCES BIOLOGIQUES FONDAMENTALES ET APPLIQUEES, PSYCHOLOGIE : Nancy 1 : 1984

**Annexes :** 14 P

**Résumé :** TRAVAIL EXPERIMENTAL EN VUE D'ETUDIER LES ASPECTS BACTERIOLOGIQUES EN PARTICULIER LA DESTRUCTION DES GERMES PATHOGENES. ETUDE EN VUE DE CONTROLER L'EFFICACITE ET LES PERFORMANCES DE TROIS PROCEDES DE COMPOSTAGE EN ANDAINS (AERATION FORCEE, RETOURNEMENTS ET COMBINAISON DES 2 PRINCIPES). MET ET MEB

**Autre(s) titre(s) :** BACTERIOLOGICAL ASPECTS OF COMPOSTING OF SEWAGE SLUDGES OF TREATMENT PLANT

**Sujets :** SCIENCES BIOLOGIQUES FONDAMENTALES ET APPLIQUEES, PSYCHOLOGIE : SCIENCES BIOLOGIQUES FONDAMENTALES ET APPLIQUEES COMPOSTAGE/BOUE RESIDUAIRE/BACTERIE/PATHOGENE/ACTIVITE BIOLOGIQUE/PROCEDE/MICROSCOPIE ELECTRONIQUE BALAYAGE/MICROSCOPIE ELECTRONIQUE TRANSMISSION/SONICATION/RISQUE INFECTIEUX/DECHET INDUSTRIEL

Je vous remercie par avance.  
Cordialement.

**Candy BATTISTI**  
Assistante-Documetaliste  
Réseau IRIS - Veille et Documentation

**VEOLIA Environnement**  
CReeD - Centre de Recherche sur la Propreté et l'Energie  
Zone Portuaire - 291 Avenue Dreyfous Ducas - 78520 LIMAY  
☎ 01 30 98 32 89  
[candy.battisti@veolia.com](mailto:candy.battisti@veolia.com)

---

Protegeons ensemble l'environnement : avez-vous besoin d'imprimer ce courrier électronique ?

---

### *Résumé :*

L'objet de ce travail était d'étudier et si possible d'améliorer le procédé de fabrication de produits type fruits sur sucre. Ce produit est en fait une suspension composée d'un fluide porteur fortement visqueux et pseudoplastique et de particules (tranches de fraises) de taille importante (entre 10 et 20 mm), fragiles et de concentration élevée (> 20 % en poids). Les principaux critères de qualité pour le procédé et le produit fini étaient l'homogénéité de la suspension et l'intégrité des morceaux en fin de traitement. Deux types de technologies se devaient d'être comparées : une basée sur l'utilisation d'échangeurs de chaleur (traitement continu) et l'autre mettant en œuvre des cuves mécaniquement agitées (traitement discontinu).

Les principaux résultats issus de cette étude sont les suivants :

⇒ une suspension modèle a été mise au point et utilisée avec succès. Cette suspension simule à la fois les caractéristiques du fluide porteur (comportement rhéologique) et les particules réelles (taille, fermeté, dépendance avec la température).

⇒ des tests spécifiques permettant de quantifier la fermeté des particules ont été mis au point (tests de compression extrusion et de pénétration).

⇒ un traitement par analyse d'images a été élaboré permettant d'analyser et de quantifier la distribution en taille des particules avant et après traitement. Cette méthode, complétée par les mesures classiques par tamisage mécanique, a permis d'estimer la détérioration des morceaux due au traitement subi.

⇒ pour les systèmes mécaniquement agités, les paramètres limitants ont pu être mis en évidence : vitesse de rotation, "viscosité" du fluide porteur, concentration initiale en particules, taille de la particule (par rapport à la taille de l'entrefer) et fermeté de la particule.

⇒ pour les conditions opératoires retenues, le traitement en continu semble beaucoup plus efficace que celui en systèmes mécaniquement agités.

Ces principaux résultats sont surtout d'ordre méthodologique et les perspectives immédiates concernent :

- l'optimisation et les limites d'utilisation du traitement en continu
- l'amélioration des systèmes agités concernant notamment : le temps de fabrication (amélioration des performances thermiques), la géométrie (entrefer), les conditions opératoires (vitesse de rotation).
- l'extrapolation des résultats à l'échelle industrielle.

*Mots clés : Grosses particules fragiles - Systèmes continu et discontinu - Homogénéité - Intégrité des particules - Suspensions réelles et modèles.*



***NOMENCLATURE***

## NOMENCLATURE

$A_p$	surface de la particule	(m <sup>2</sup> )
$c$	entrefer de l'agitateur	(m)
$C_p$	chaleur spécifique	(J.kg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )
$D$	composante du tenseur des vitesses de déformation	(-)
$\overline{\overline{D}}$	tenseur des vitesses de déformation	(-)
$d$	diamètre de l'agitateur	(m)
$D_c$	diamètre de la cuve	(m)
$d_e$	densité	(-)
$d_p$	diamètre particule	(m)
$D_t$	diamètre tube	(m)
$\vec{e}_x$	Vecteur unitaire selon la direction x	(-)
$\vec{e}_y$	Vecteur unitaire selon la direction y	(-)
$\vec{e}_z$	Vecteur unitaire selon la direction z	(-)
$f$	particules de type "fragile"	(-)
$F$	force de compression ou de pénétration	(N)
$F_{\max}$	force maximale de compression ou de pénétration	(N)
$g$	accélération de la pesanteur	(m.s <sup>-2</sup> )
$h_{ci}$	coefficient de transfert de chaleur interne	(W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )
$h_{fp}$	coefficient de transfert de chaleur à la paroi de la particule	(W.m <sup>-2</sup> .K <sup>-1</sup> )
$k$	indice de consistance suivant la loi d'Ostwald	(Pa.s <sup>n</sup> )
$K_m$	constante liée à la géométrie de l'agitateur	(-)
$k_p$	conductivité thermique de la particule	(W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )
$K_s$	constante de Metzner et Otto	(-)
$l$	dimension caractéristique dans le nombre de Biot	(m)
$l_0$	hauteur initiale de l'échantillon	(m)
$m_p$	masse de la particule	(kg)
$n$	indice de comportement suivant la loi d'Ostwald	(-)
$N$	vitesse de rotation	(tr.s <sup>-1</sup> )
$p$	pas du ruban hélicoïdal	(m)
$p/p$	concentration en poids	(%)
$Q$	débit volumique	(m <sup>3</sup> .s <sup>-1</sup> )
$r$	coordonnée radiale en géométrie cylindrique	(m)
$R$	rayon du tube cylindrique à section circulaire	(m)
$S$	surface de la sonde	(m <sup>2</sup> )
$S_s$	paramètre caractéristique de la suspension	(-)
$T$	température absolue	(K)
$t_c$	temps de circulation	(s)
$t_m$	temps de mélange	(s)
$TSP_{\max}$	temps séjour maximal de la particule	(s)
$TSP_{\min}$	temps séjour minimal de la particule	(s)
$TSP_{\text{moy}}$	temps séjour moyen de la particule	(s)
$\overline{v}$	vitesse moyenne	(m.s <sup>-1</sup> )
$\overline{v}_f$	vitesse moyenne du fluide	(m.s <sup>-1</sup> )
$\overline{v}_p$	vitesse moyenne des particules	(m.s <sup>-1</sup> )
$\overline{v}_{p+f}$	vitesse moyenne de l'ensemble particules plus fluide	(m.s <sup>-1</sup> )

$V$	vitesse de déplacement du plongeur	$(m.s^{-1})$
$v/v$	concentration en volume	$(\%)$
$V_i$	rapport des viscosités	$(-)$
$v_{max}$	vitesse maximale	$(m.s^{-1})$
$v_{p\ max}$	vitesse maximale des particules	$(m.s^{-1})$
$v_{p\ min}$	vitesse minimale des particules	$(m.s^{-1})$
$V_\theta$	Composante tangentielle de la vitesse	$(m.s^{-1})$
$V_r$	Composante radiale de la vitesse	$(m.s^{-1})$
$V_x$	Vitesse selon la direction x	$(m.s^{-1})$
$V_y$	Vitesse selon la direction y	$(m.s^{-1})$
$V_z$	Vitesse selon la direction z	$(m.s^{-1})$
$X$	fraction solide	$(\%)$

### Lettres grecques

$\alpha_p$	diffusivité thermique dans la particule	$(m^2.s^{-1})$
$\Delta \bar{\tau}_r$	écart-type sur la contrainte moyenne à la rupture	$(Pa)$
$\Delta \bar{\epsilon}_r$	écart-type sur la déformation moyenne à la rupture	$(\%)$
$\delta_{ij}$	symbole de Kronecker	$(-)$
$\Delta l$	hauteur de l'échantillon compressé	$(m)$
$\Delta \rho$	différence de densité entre le fluide porteur et les particules	$(kg.m^{-3})$
$\epsilon$	déformation	$(-)$
$\bar{\epsilon}_r$	déformation moyenne à la rupture	$(\%)$
$\bar{\epsilon}$	tenseur des déformations	$(-)$
$\epsilon_t$	déformation réelle ("true strain")	$(-)$
$\dot{\gamma}$	gradient de vitesse	$(s^{-1})$
$\dot{\gamma}_{eq}$	gradient de vitesse équivalent	$(s^{-1})$
$\eta$	viscosité Newtonienne	$(Pa.s)$
$\eta_p$	viscosité plastique	$(Pa.s)$
$\lambda$	conductivité thermique	$(W.m^{-1}.K^{-1})$
$\lambda_L$	coefficient d'élasticité de Lamé	$(Pa)$
$\mu$	viscosité	$(Pa.s)$
$\mu_a$	viscosité apparente	$(Pa.s)$
$\mu_L$	coefficient d'élasticité de Lamé	$(Pa)$
$\mu_m$	viscosité calculée à la température de mélange	$(Pa.s)$
$\mu_p$	viscosité calculée à la température de paroi	$(Pa.s)$
$\nu$	viscosité cinématique	$(m^2.s^{-1})$
$\theta$	température	$(^\circ C)$
$\theta^*$	température normalisée	$(^\circ C)$
$\theta_f$	température en fin de refroidissement	$(^\circ C)$
$\theta_\Pi$	température du fluide porteur	$(^\circ C)$
$\theta_i$	température en début de refroidissement	$(^\circ C)$
$\theta_L$	dilatation cubique	$(-)$
$\theta_m$	température de mélange	$(^\circ C)$
$\theta_p$	température à la paroi	$(^\circ C)$
$\theta_{pa}$	température de la particule	$(^\circ C)$



$\theta_{pa0}$	température de la particule à l'instant $t = 0$	(°C)
$\rho$	masse volumique	(kg.m <sup>-3</sup> )
$\sigma$	composante tenseur des contraintes	(Pa)
$\sigma_t$	contrainte réelle ("true stress")	(Pa)
$\tau$	contrainte de cisaillement	(Pa)
$T^*$	température normalisée	(°C)
$\tau_c$	contrainte critique	(Pa)
$\tau_p$	contrainte de cisaillement à la paroi	(Pa)
$\bar{\tau}_r$	contrainte moyenne à la rupture	(Pa)
$\bar{\tau}$	contrainte moyenne de cisaillement	(Pa)

### Nombres adimensionnels

Bi	Nombre de Biot	(-)
Fr	Nombre de Froude	(-)
Gr	Nombre de Grashof	(-)
Np	Nombre de puissance	(-)
Nu	Nombre de Nusselt	(-)
Pr	Nombre de Prandtl	(-)
Re	Nombre de Reynolds	(-)

### Symboles

%lo	pourcentage de déformation	(%)
8*8	cube de 8mm de côté	(mm)

# ***INTRODUCTION***

## INTRODUCTION

Le secteur des industries agro-alimentaires est amené à élaborer des produits transformés de plus en plus complexes. Cette complexité intervient à la fois dans la nature et la composition des produits et dans les procédés de transformation mis en œuvre. Cette évolution est due en grande partie à celle des goûts et exigences des consommateurs.

Les produits s'apparentant à des suspensions comme les plats cuisinés, les sauces avec ou sans morceaux, les fruits sur sucre (produits type confitures) sont des exemples de ces produits complexes. La complexité de ces produits réside en plusieurs points :

- ✓ le fluide porteur lui-même a rarement un comportement rhéologique simple de type newtonien ; il faut savoir qu'aujourd'hui plus de 80 % des fluides alimentaires ont un comportement non-newtonien.

- ✓ la présence de particules ou morceaux de taille, fragilité et concentration variables augmente encore la complexité des procédés de transformation. Citons quelques unes de ces difficultés fréquemment rencontrées :

- la suspension se doit d'être la plus homogène possible, que ce soit pour la phase de mise en suspension (mélange des phases liquide et solide) que lors du traitement lui-même. L'objectif est d'obtenir lors de l'étape du conditionnement un produit homogène (tous les "échantillons" doivent être identiques).

- lorsqu'un traitement thermique est nécessaire dans la phase de transformation, ce qui est très souvent le cas (sécurité microbiologique du produit fini, cuisson, texturation...), il faut s'assurer que tous les éléments de la suspension, fluide et particules, ont reçu un traitement adéquat.

- lorsque les particules sont relativement fragiles, le traitement doit être capable de ne pas détruire ni même abîmer ces particules, que ce soit thermiquement ou mécaniquement.

Pour fabriquer industriellement des suspensions contenant des particules fragiles, deux grands modes de procédés sont aujourd'hui à la disposition des utilisateurs :

- ✓ le procédé continu : l'ensemble du produit est fabriqué en continu à partir de procédés mettant en œuvre des organes de pompage, des échangeurs de chaleur...

- ✓ le procédé discontinu basé sur la fabrication du produit en une ou plusieurs étapes et utilisant des cuves mécaniquement agitées. Ce procédé est généralement appelé procédé "batch".

Citons quelques avantages et inconvénients de chacun de ces procédés :



→ - Le procédé en continu permet :

- un traitement homogène de la suspension.
- une durée de production non limitée (si l'encrassement des surfaces est faible).
- un bon contrôle des paramètres de fabrication (températures, débit, temps de chambrage...).

Par contre, ce procédé nécessite des phases intermédiaires qui peuvent être pénalisantes (montée en température, nettoyage, basculement entre deux produits différents...).

On reconnaît aujourd'hui que ce traitement en continu n'est réellement intéressant que si les quantités à traiter sont conséquentes et si les recettes ne sont pas trop nombreuses.

→ Le procédé discontinu est quant à lui encore très largement utilisé dès lors que des quantités restreintes de produit sont à fabriquer et surtout que de nombreuses recettes doivent être réalisées (le cas du traiteur fabriquant un très grand nombre de sauces différentes est à cet égard très représentatif).

Néanmoins, d'un point de vue procédé, cette opération pose encore de nombreux problèmes :

- le traitement du produit n'est que rarement homogène.
- les durées de fabrication sont souvent importantes (temps de montée et de descente en température).
- les phases de charge, nettoyage, vidange sont souvent pénalisantes en terme de temps.

Les études portant sur la fabrication de suspensions avec des fluides porteurs très visqueux et des particules fragiles de grande taille sont très peu nombreuses. On s'aperçoit en effet que pour les cuves mécaniquement agitées, les études concernent généralement de très fines particules (quelques centaines de microns) dans des fluides très peu visqueux (ce qui amène à l'utilisation de mobiles d'agitation de type hélices ou turbines non adaptés au traitement de fluides visqueux). De même, si les études de traitement en continu de produits contenant des grosses particules sont plus nombreuses, celles-ci se focalisent généralement sur les aspects Dispersion des Temps de Séjour et coefficient de transfert de chaleur ; aucune étude n'aborde le problème de l'intégrité des morceaux, problème pourtant crucial dès lors que l'on traite des particules fragiles.

L'objectif de ce travail de thèse est donc de combler en partie ces lacunes ; les deux spécificités de l'étude sont :

- ✓ le type de fluide testé : la suspension envisagée sera à base d'un fluide porteur fortement visqueux et non-newtonien,

- ✓ cette suspension sera traitée dans les deux procédés précédemment cités (continu et discontinu) à des fins de comparaisons.

La suspension réelle qui servira de base à l'étude est une préparation dite de fruits sur sucre composée d'une solution très visqueuse à base de sucre notamment (ainsi que d'autres ingrédients qui seront décrits par la suite) et de tranches de fraises décongelées.

Le traitement subi classiquement par ce produit se décompose en plusieurs phases :

- incorporation et prémélange des ingrédients,
- montée en température de la suspension,
- pasteurisation / cuisson de la solution (maintien à un niveau élevé de température),
- refroidissement,
- conditionnement.

C'est pendant la phase de refroidissement qu'à priori les morceaux sont susceptibles de se dégrader le plus ; on admet en effet que les fraises s'abîment d'autant plus que le fluide porteur est visqueux (la destruction serait fonction essentiellement des contraintes) ; or, lors de la phase de refroidissement, outre les températures plus faibles, la cuisson du produit est déjà opérée (gonflement et éclatement des grains d'amidon), ces deux phénomènes concourant à une augmentation de la viscosité du fluide porteur. Tout ceci explique pourquoi, dans ce présent travail, seule la phase de refroidissement sera étudiée.

Le produit visé est un produit très complexe qui se caractérise surtout par une grande hétérogénéité : celle-ci concerne à la fois la structure même de la fraise et la grande variabilité (taille, fermeté) des morceaux au sein d'une même suspension. Pour pallier cette difficulté, il a été décidé de mettre au point dans un premier temps une suspension modèle susceptible de simuler "au mieux" le comportement de la solution réelle, en retenant comme principaux critères :

- les comportements visqueux des fluides porteurs et modèles ainsi que leur thermodépendance doivent être identiques,
- les particules modèles doivent être similaires aux morceaux de fraises en ce qui concerne la taille et la fermeté.

Après cette phase d'élaboration de suspensions modèles, une approche méthodologique a été développée visant à caractériser les particules et en particulier leur fermeté et à estimer par une méthode la plus précise possible la destruction des morceaux après traitement.

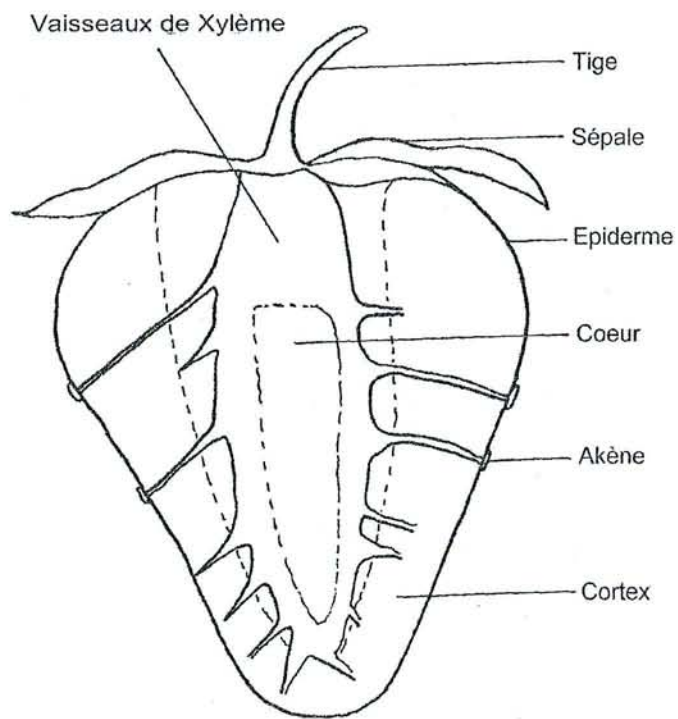
Un chapitre de cette thèse est consacré à la description du matériel utilisé et en particulier à l'instrumentation et aux techniques de mesures retenues . Après la description des essais expérimentaux, en continu ou en cuve agitée, une analyse des résultats est proposée visant d'une part à conclure quant à la validité et à la pertinence de notre suspension modèle et, d'autre part, à comparer les deux modes de préparation, le critère fondamental étant l'intégrité des morceaux après traitement.



***CHAPITRE 1***

***BIBLIOGRAPHIE***





*Figure B1* : Schéma d'une section longitudinale de fraise.

## 1.1 PRODUITS UTILISES

Cette partie recense les études faites sur la structure et tests rhéologiques réalisés sur les produits dit "réels" : types confitures (ou fruits sur sucre), ainsi que sur les produits dit "modèles" [définis dans l'introduction].

Ces deux produits étant des suspensions, les phases solides et liquides sont étudiées.

### 1.1.1 PRODUITS SOLIDES UTILISES

#### 1.1.1.1 Généralités sur la structure des fraises

##### *Une structure hétérogène*

D'après Szczesniak et Smith (1969) et Jewell et al. (1973) une fraise se compose des cinq parties suivantes (figure B1) :

- Epiderme : cellules polygonales + longs poils + akènes
- Hypoderme : cellules "méristématiques" et pas d'espace intercellulaire
- Cortex ou parenchyme ou "chair" : cellules rondes et espaces intercellulaires
- Vaisseaux de xylème
- Cœur

Ces différentes parties au sein d'un même fruit font de la fraise un fruit à la **structure hétérogène**.

##### *Une structure fragile*

Comme l'indique le tableau ci-dessous (chiffres cités par différents auteurs), la fraise est un fruit dont la fraction liquide est importante, de l'ordre de 90% :

	Fraction liquide (%)	Fraction solide (%)
Szczesniak et Smith (1969)	90	10
Miles et al. (1983)	92 (eau)	8 ("carbohydrates")
Delgado et al.(1990)	87 - 89	13 - 11

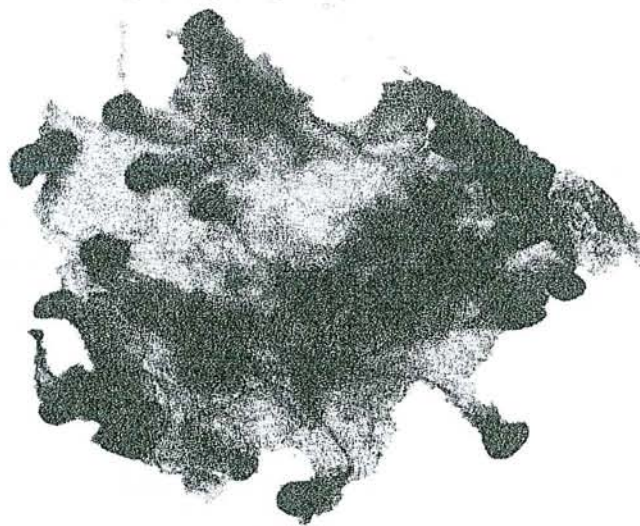
**Tableau B1:** pour la fraise, fractions liquide et solide citées par différents auteurs.

Pour retenir cette grande quantité de liquide, la fraise possède une structure faite de larges cellules et de fines parois cellulaires (Szczesniak et Smith (1969)). **De cette structure provient sa fragilité.**

En effet, la rigidité du fruit est maintenue seulement par la pression interne de ces larges cellules (pression de turgescence) et par les fines parois cellulaires (Edwards 1998). De plus, cette structure évolue avec l'état de maturation du fruit: plus la fraise est mûre, plus les parois cellulaires sont fines et moins les connections entre parois cellulaires sont importantes (Neal (1965)).



*Figure B2* : Morceau de fraise fraîche. Les vaisseaux de xylème sont reliés aux akènes.



*Figure B3* : Morceau de fraise provenant d'une confiture. Seuls les akènes et les vaisseaux de xylème ont gardé leur structure.



Il est à noter que la taille des cellules varie d'une variété de fraise à l'autre (Armbruster (1967)). Certaines fraises sont donc moins fragiles que d'autres et donc plus aptes à subir les traitements structurellement destructeurs que sont la congélation, la décongélation et la cuisson. Les effets de ces trois traitements sont les suivants :

### *Effet de la congélation et de la décongélation*

Lors de la congélation, la destruction des tissus végétaux des fruits est provoquée par la cristallisation des liquides cellulaires. La taille de ces cristaux est liée à la vitesse de congélation: plus la vitesse de congélation est importante, plus la taille des cristaux est petite et moins les tissus végétaux sont détruits (Hammami et René (1997)).

Lors de la phase de décongélation, cette destruction a lieu à cause d'une recristallisation partielle, c'est à dire qu'alors que l'eau passe de l'état solide à l'état liquide; en certaines zones du fruit il y a reformation de cristaux (Bianchi (1996)). Dans les deux cas, ces cristaux percent la membrane cellulaire, ce qui entraîne une perte de pression de turgescence et cause des dommages aux parois cellulaires (Edwards 1998).

Les différentes parties du fruit ne subissent pas les mêmes dommages. La congélation des fraises n'entraîne pas de changement de structure ni des cellules de l'épiderme ni des vaisseaux de xylème, mais il y a rupture des cellules du cortex (Armbruster (1967)). Les variétés de fraises ayant de petites cellules du parenchyme sont moins abîmées que celles à grandes cellules (Armbruster (1967)).

Naturellement, ces ruptures entraînent une perte de fermeté. Szczesniak et Smith (1969) comparent des demi-fraises fraîches et décongelées: ces dernières sont cinq fois moins fermes. D'après Lacroix et al. (1984) il y a non seulement une diminution de fermeté au coeur du fruit mais aussi au niveau de la peau du fruit.

Enfin, la décongélation cause aussi au fruit une importante perte en eau (Rao (1967), Szczesniak (1969) et Lacroix (1984)).

### *Effet de la cuisson*

L'examen microscopique de morceaux de fraises après cuisson montre (Jewell (1973)) Figures B2 et B3):

- Pour les morceaux de fruits détruits :
  - Intégrité conservée des akènes et des tissus vasculaires (xylème).
  - Intégrité de la majorité des cellules de l'épiderme.
  - Plasmolyse, destruction des cellules et des parois cellulaires pour les cellules du parenchyme et de l'hypoderme.
- Pour les fruits intacts :
  - Tissus de l'épiderme et vasculaire intacts et nombreuses ruptures de parois pour les cellules du cortex et du cœur.

### *Conclusion*

**La fraise est donc un fruit à la structure cellulaire hétérogène, riche en eau et fragile. Le fait de le congeler, de le décongeler et de le cuire (étapes qu'il va subir dans cette étude), le fragilise encore plus et naturellement favorise sa destruction.**

Nature (provenance)	Chaînes macromoléculaires	Mécanisme de gélification (zones de jonction)	Thermoréversibilité	Fermeté
Pectine LM (marc de pommes et écorces d'agrumes)	acides $\alpha$ -D-galacturonique et méthylpentose + ramifications (zones chevelues) de sucres neutres (galactanes, arabanes, xylanes,...)	jonctions type "boîte à œufs" par réactif $\text{Ca}^{++}$ <u>remarque 1</u> : une augmentation de pH de 4 à 7 rend les chaînes de pectine plus réceptrices à $\text{Ca}^{++}$ (Grosso (1997)) <u>remarque 2</u> : ajout de sucre non déterminant	En fonction de la concentration en $\text{Ca}^{++}$ et du degré de méthoxylation	augmente avec la concentration en $\text{Ca}^{++}$ et du degré de méthoxylation
Alginates (algues brunes)	acides $\beta$ -D-manuroniques (M) et $\alpha$ -L-guluroniques en blocs homogènes G-G et M-M ou alternés M-G-M-G	jonctions type "boîte à œufs" par $\text{Ca}^{++}$ avec acide guluronique	Oui si les forces d'agitation thermiques sont supérieures aux forces créées par le cation	augmente avec richesse en blocs homogènes d'acides guluroniques et de $\text{Ca}^{++}$
Carraghénanes (algues rouges)	disaccharides contenant des fonctions sulfates	au refroidissement, rapprochement spontané des macromolécules, d'où création de zones de jonction	oui $T_{\text{fusion}} \approx 40^{\circ}\text{C}$	augmente par traitement alcalin
Gélatine (peaux de bovins et de porcs, os)	séquence de type (glycine-X-Y) <sub>n</sub> X = proline Y = hydroproline	au refroidissement, jonction par liaisons hydrogènes impliquant ou non des molécules d'eau	oui $T_{\text{fusion}} \approx 30^{\circ}\text{C}$	—

**Tableau B2** : Les principales caractéristiques des gels retenus dans notre étude. (Source: SBI et Food polysaccharides and their applications).



### **1.1.1.2 Généralités sur la structure des gels**

Pour simuler ou imiter la texture des fraises cuites, des produits " modèles "se doivent d'être mis au point. Ces produits devant être des solides fragiles, des gels solides ou "solides mous" ont été retenus.

Une structure gel est une structure tridimensionnelle composée de chaînes de macromolécules reliées entre elles par des zones de jonction. Après dispersion des macromolécules dans un solvant, ces jonctions apparaissent en présence ou non de différents réactifs. A titre d'exemple, la Figure B4 montre la jonction type "boîte à oeufs" de pectine LM, où les deux chaînes macromoléculaires sont reliées entre elles par un réactif, l'ion  $Ca^{++}$ , qui neutralise deux charges négatives sur deux chaînes différentes.

Parmi ces gels, des gels de polysaccharides (Pectine LM, alginate, carraghénane) et de protéines (gélatine) ont été étudiés. Leur composition macromoléculaire, type de jonction, thermoréversibilité et degrés de fermeté sont résumés dans le Tableau B2.

### ***Conclusion***

Les gels de polysaccharides ou de protéines sont des chaînes de polymères reliées entre elles par des zones de jonction. La nature et le nombre de ces zones va déterminer la fermeté des gels. L'apparition de facteurs limitant comme la facilité de préparation, la reproductibilité et la température de fusion conditionneront le choix du gel qui servira de référence dans cette étude.

### **1.1.1.3 Comparaison structurale des produits utilisés**

Les paragraphes précédents indiquent que les deux produits qui vont être utilisés ( réels et modèles) ont des structures totalement différentes.

**La fraise à une structure cellulaire hétérogène tandis que les gels ont une structure réseau, macroscopique et homogène.**

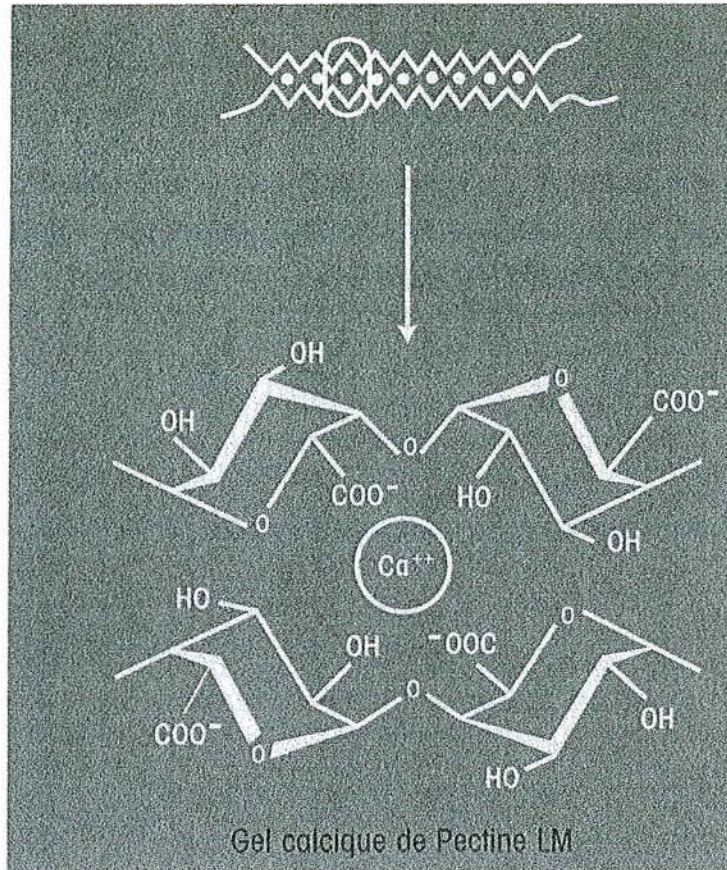
**La fragilité de la fraise évolue en fonction de son degré de maturation et de la variété des traitements qu'elle subit. La fragilité des gels est reliée à leur fermeté qui peut être contrôlée lors de leur fabrication.**

La connaissance de ces différences de structure est fondamentale car elle permet d'apprécier grossièrement les possibilités et les limites de la réalisation d'un produit voulant imiter la fermeté d'un produit réel aussi complexe physiquement qu'une fraise.

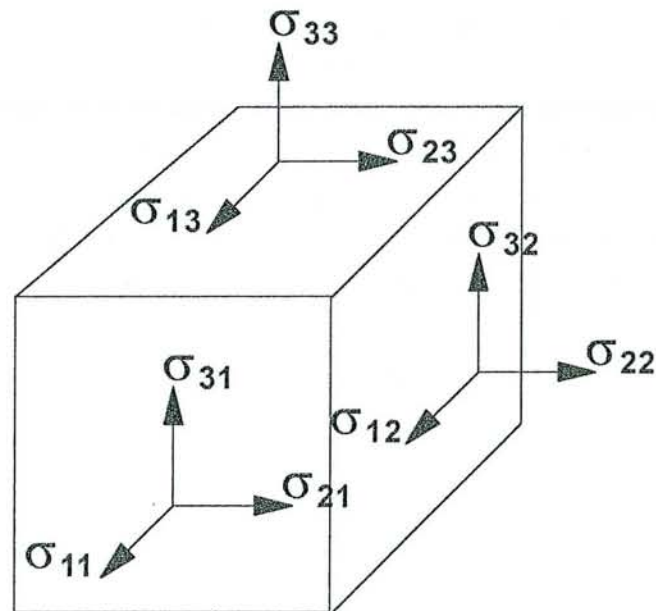
Néanmoins il faut pour les deux produits réussir à caractériser cette fermeté pour pouvoir ensuite établir une comparaison.

Les méthodes de mesure de fermeté et leurs applications sont étudiées dans la partie suivante.





*Figure B4* : Jonction type "boîte à œufs" de gel calcique de pectine LM.



*Figure B5* : Représentation des contraintes normales et tangentielles agissant sur un élément fini de matière.

## 1.1.2 RHEOLOGIE DES FRAISES ET DES GELS

La mesure de la texture de produits alimentaires se fait soit par des tests d'analyse sensorielle, soit par des tests objectifs, ou par ces deux types de tests simultanément.

Les tests d'analyse sensorielle sont réalisés par un panel de goûteurs sélectionnés et entraînés, qui évaluent les différentes qualités de texture d'un aliment.

Les tests objectifs sont principalement des tests mécaniques réalisés grâce à des instruments qui appliquent des contraintes de compression, cisaillement et torsion sur les produits concernés pour mesurer des propriétés rhéologiques bien définies.

### 1.1.2.1 Aspect théorique

La rhéologie est la science qui étudie le comportement de solides ou de liquides sous l'action de forces extérieures. Elle aboutit à des lois de comportement, permettant de caractériser l'état de contrainte d'un matériau soumis à une déformation. Pour ce faire, il faut d'abord représenter les déformations et les contraintes subies par le matériau.

#### Contraintes

Pour un élément fini de ce matériau (Figure B5), les contraintes internes résultant des déformations imposées, s'expriment sous la forme d'un tenseur, appelé tenseur des contraintes, qui s'écrit de la manière suivante:

$$\underline{\underline{\sigma}} = \sigma_{ij} = \begin{pmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \sigma_{21} & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ \sigma_{31} & \sigma_{32} & \sigma_{33} \end{pmatrix}$$

Le terme général  $\sigma_{ij}$  est la contrainte selon la direction  $i$  sur la facette de normale  $j$ . Les termes de la diagonale  $\sigma_{ii}$ , sont les contraintes normales, et les termes  $\sigma_{ij}$  ( $i \neq j$ ) sont les contraintes tangentielles ou de cisaillement.

Ce tenseur permet donc de connaître l'état de contraintes du matériau en tout point.

#### Déformations et vitesses de déformation

Les déformations du matériau sont représentées par le tenseur des déformations, noté  $\underline{\underline{\varepsilon}}$  :

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \varepsilon_{ij} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{21} & \varepsilon_{22} & \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{31} & \varepsilon_{32} & \varepsilon_{33} \end{pmatrix}$$

avec  $\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} \left\{ \frac{\partial X_i}{\partial x_j} + \frac{\partial X_j}{\partial x_i} \right\}$   $X_i$  est le déplacement d'un point du matériau selon, la direction

$\vec{Ox}_i$

Les termes de la diagonale  $\varepsilon_{ii}$  représentent les extensions selon  $\vec{Ox}_i$ , et les termes  $\varepsilon_{ij}$  ( $i \neq j$ ) caractérisent la déformation angulaire des directions initialement perpendiculaires  $\vec{Ox}_i$  et  $\vec{Ox}_j$ .

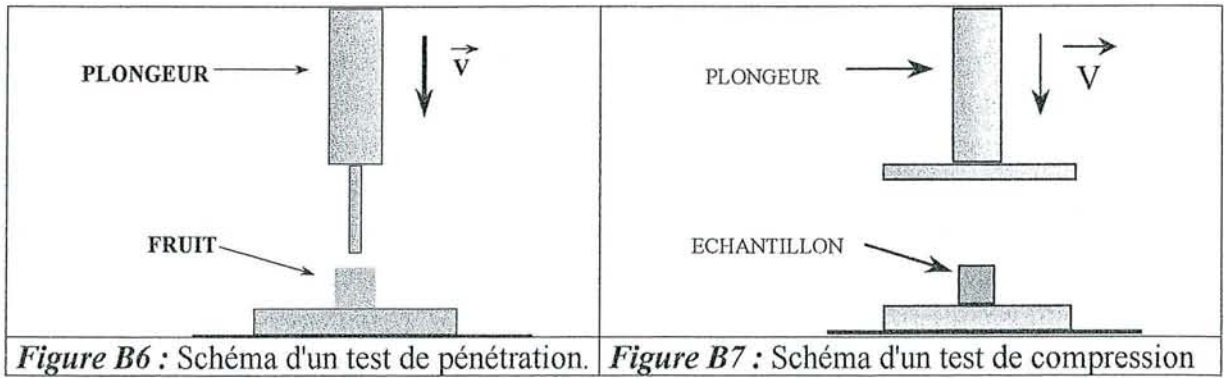


Figure B6 : Schéma d'un test de pénétration. Figure B7 : Schéma d'un test de compression

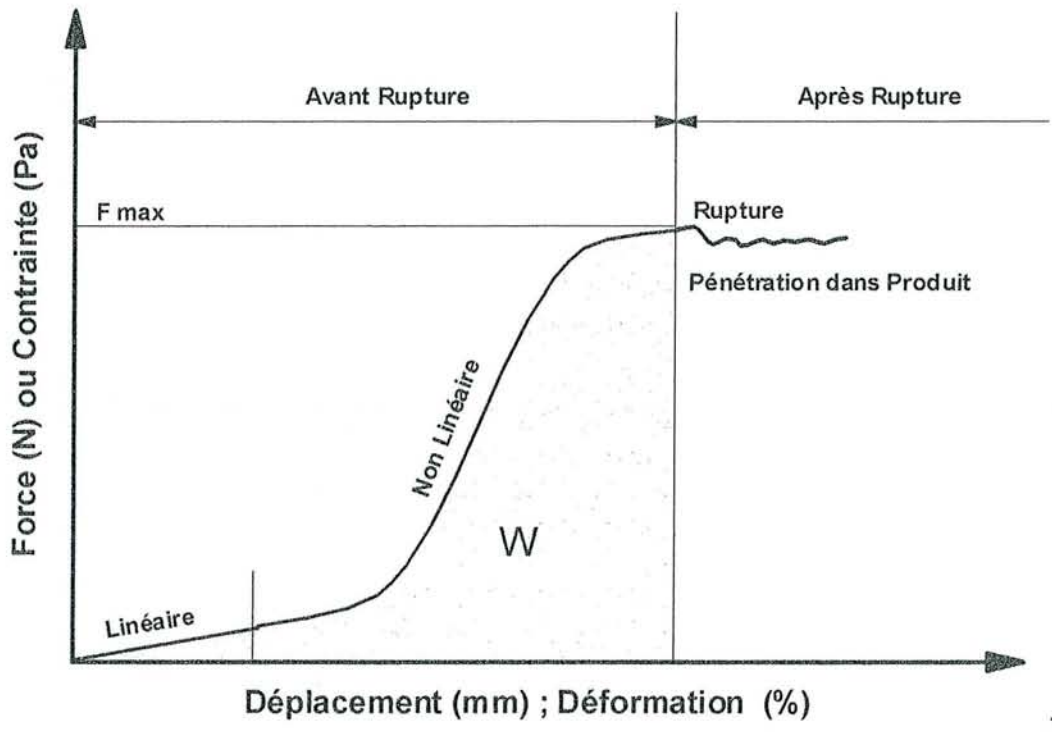


Figure B8 : couple contrainte-déformation typique d'un test de pénétration ou de compression.



La dérivée par rapport au temps du tenseur des déformations aboutit au tenseur des vitesses de déformation ( $\overline{\overline{D}} = \frac{\overline{\overline{\varepsilon}}}{dt}$ ) :

$$\overline{\overline{D}} = D_{ij} = \begin{pmatrix} D_{11} & D_{12} & D_{13} \\ D_{21} & D_{22} & D_{23} \\ D_{31} & D_{32} & D_{33} \end{pmatrix}$$

Les termes de la diagonale  $D_{ii}$  représentent les vitesses d'allongement unitaire selon  $\vec{Ox}_i$ , et les termes  $D_{ij}$  ( $i \neq j$ ) caractérisent les vitesses de déformation angulaire.

**Les relations liant le tenseur des contraintes au tenseur des déformations et/ou au tenseur des vitesses de déformation sont les lois de comportement des matériaux (fluides ou solides).**

Dans un exemple simple de loi de comportement correspondant au solide élastique classique (loi de Lamé); on a alors pour ce matériau:

$$\sigma_{ij} = \lambda_L \cdot \theta_L \cdot \delta_{ij} + 2\mu_L \cdot \varepsilon_{ij}$$

$\lambda_L$  et  $\mu_L$  sont les coefficients d'élasticité de Lamé,  $\delta_{ij}$  le symbole de Kronecker ( $\delta_{ij}=1$  si  $i = j$  et si  $\delta_{ij} = 0$  si  $i \neq j$ ) et  $\theta_L$  la dilatation cubique.

Ce modèle est valable dans l'hypothèse de petites déformations et d'un solide homogène et isotrope.

### **Conclusion**

Cet exemple montre que, si l'on connaît la loi de comportement, il est possible d'atteindre les contraintes au cœur du matériau à partir de la connaissance des déformations imposées. Des modèles de ce type existent pour des solides et des fluides plus complexes; néanmoins, devant la complexité des matériaux étudiés en agro-alimentaire (la fraise avec sa structure cellulaire n'est ni homogène ni isotrope), et en fonction de l'objectif recherché, les tests et les résultats obtenus dans la littérature sont généralement beaucoup plus simples du point de vue formulation mathématique. La présentation des tests et les résultats de leurs applications sur les produits alimentaires (fraises principalement) et les gels font l'objet du prochain paragraphe.

### **1.1.2.2 tests de pénétration et de compression**

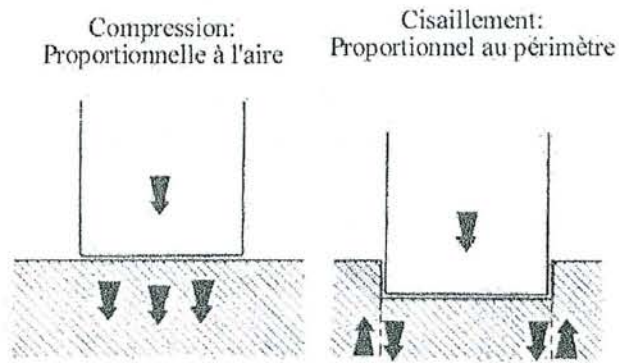
#### **Définitions**

Test de pénétration : L'échantillon est perforé par une sonde ou une aiguille (voir Figure B6). Le diamètre de la sonde est inférieur à celui de l'échantillon.

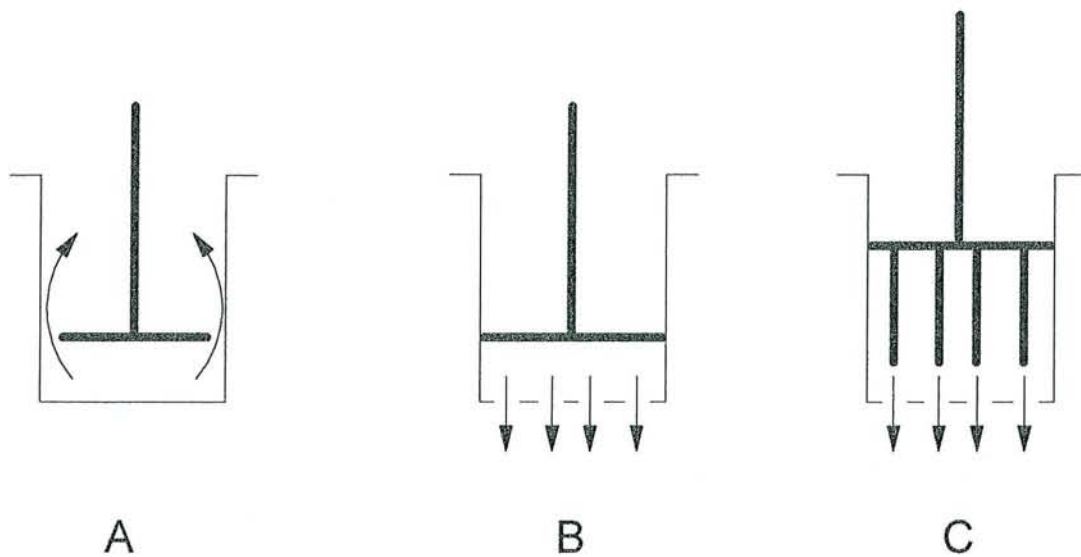
Test de compression : L'échantillon est comprimé entre deux plateaux (voir Figure B7). Le diamètre des plateaux est supérieur à celui de l'échantillon.

#### **Paramètres mesurés**

La mesure se fait soit à vitesse imposée, soit à contrainte imposée.



*Figure B9* : Représentation schématique d'un test de pénétration.



*Figure B10* : Schémas de tests de rétro-extrusion (A), compression-extrusion (B) et cisaillement-extrusion (C)

Généralement, l'évolution de la force de compression ou de pénétration avec le déplacement est recherchée.

Des tests de relaxation des contraintes (une déformation est imposée et la variation au cours du temps de la contrainte dans le matériau est mesurée) sont aussi réalisés.

**Suivant le but recherché, la mesure réalisée concerne : la déformation (linéaire ou non linéaire) avant rupture, la rupture, la déformation après rupture (voir Figure B8).**

Les différences principales entre ces deux tests sont :

- La nature des contraintes mises en jeu
- La surface de contact entre l'échantillon et la sonde

### *Contraintes mises en jeu*

Lors d'un test de compression, comme le diamètre de la sonde est supérieur à la taille de l'échantillon, l'unique contrainte appliquée à l'échantillon est une contrainte de compression.

Lors d'un test de pénétration, il y a compression avant rupture du matériau, et compression et cisaillement après rupture du matériau (voir Figure B9). Bourne (1966) a démontré que la force mise en jeu lors d'un test de pénétration est proportionnelle à l'aire et au périmètre de la sonde à une constante près (voir Figure B9).

### *Surface de contact entre l'aliment et la sonde*

Test de pénétration : Jusqu'à la rupture, la surface de contact est égale à la surface de la base de la sonde (voir Figure B9). Après la rupture, la paroi latérale de la sonde est en contact avec l'échantillon.

Test de compression : Durant la compression, la surface de contact entre la sonde et l'échantillon augmente. Il faut donc connaître en permanence l'évolution de cette surface pour pouvoir mesurer la contrainte appliquée.

## **1.1.2.3 Tests de compression-extrusion**

### *Principe du test*

Le test de compression-extrusion consiste à appliquer une force à un échantillon, jusqu'à ce qu'il s'écoule à travers une ou plusieurs ouvertures dans la cellule de mesure (Bourne (1982)).

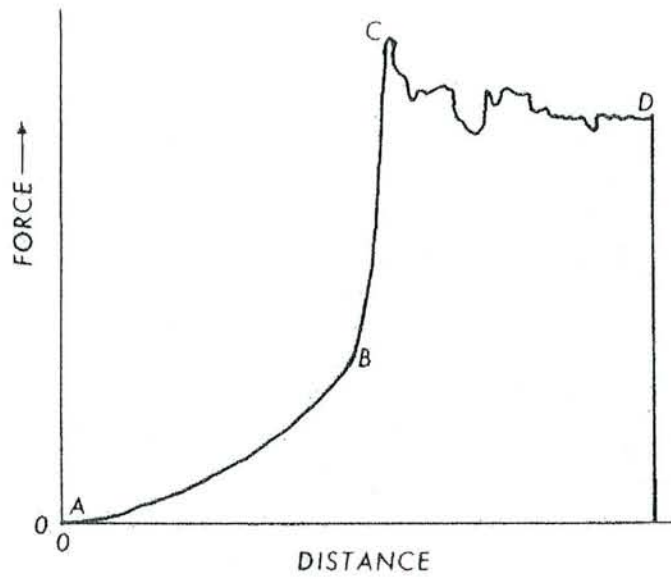
### *Types de tests (voir Figure B10)*

La surface de contact du plateau se déplaçant dans la cellule de mesure est circulaire ou rectangulaire. Respectivement, la cellule de mesure est cylindrique ou parallélépipédique.

Lorsque l'extrusion se fait par un espace annulaire entre le plateau et les parois de la cellule, le test est dit de **rétro-extrusion** ("Back-extrusion").

S'il n'y a pas d'espace annulaire et que la base de la cellule comprend des ouvertures, le test est dit de **compression-extrusion** ou de **cisaillement-extrusion** lorsque ces ouvertures sont des fentes parallèles dans lesquelles passent des lames fixées au plateau.





*Figure B11 : Résultat d'une mesure de test de compression-extrusion*

### *Mesures effectuées*

La mesure effectuée s'exprime sous forme de courbe force-distance. La Figure B11 représente une courbe réponse type.

Sur cette courbe type, les différentes phases sont (Bourne (1982)) :

De A à B : La force augmente peu, l'échantillon est déformé et compressé.

De B à C : La force augmente de façon abrupte, l'échantillon est quasiment incompressible.

De C à D : Il y a rupture de l'échantillon, puis un "plateau" qui correspond à l'extrusion.

### *Critères retenus pour la mesure de la fermeté*

La force maximale d'extrusion (en C) ainsi que l'énergie d'extrusion (aire sous la courbe (sous ABCD)) (Figure B11) sont employées pour caractériser la texture du produit.

#### **1.1.2.4 Tests appliqués aux aliments**

Les tableaux suivants décrivent les tests de pénétration, de compression et de compression-extrusion recensés dans la littérature, ces tests étant réalisés sur les fraises et sur d'autres aliments.

Référence	Produit		Mesure			Analyse	Résultat	autre test en parallèle sur même produit
	variété	état	type	Diamètre sonde (mm)	vitesse sonde (mm.min <sup>-1</sup> )			
Lacroix (1984)	25 variétés	Fraîches Décongelées	rupture peau + pénétration fruit	0.953 étoile 5 branches	1000	Force rupture peau + force max interne	baisse de fermeté pour peau et intérieur fraises congelées	non
Chambroy (1993)	Pajaro	Fraîches Traitées au CO <sub>2</sub>	rupture	8	120	Force rupture	plus grande fermeté fruits traités au CO <sub>2</sub>	non
Goto (1997)	Reïko Hokowase	Fraîches Traitées au CO <sub>2</sub> (1/2 fraises)	rupture	5	–	Force rupture	plus grande fermeté fruits traités au CO <sub>2</sub>	non
Hammami (1997)	Pajaro Aquitaine	Fraîches Réhydratées (coupées en 4)	rupture	8	60	Aire sous courbe à rupture	Texture fraises réhydratées = texture fraises fraîches	non

**Tableau B3:** Tests de pénétration réalisés sur des fraises



Référence	Produit		Mesure			Analyse	Résultat	autre test en parallèle sur même produit
	variété	état	type	diamètre sonde (mm)	vitesse sonde (mm.min <sup>-1</sup> )	critère de mesure		
Varoquaux(1975) (review)	pois	frais (entier)	rupture	3,18 1,8	- -	force rupture tégument et cotylédon	Meilleure résistance tégument que cotylédons	oui cisaillement- extrusion et compression- extrusion
Anzaldúa- Morales (1982)	haricot blanc	secs cuits	rupture	3,2	300 + vitesses lentes	force = f(distance mm)	208<F(N.g <sup>-1</sup> )<400 secs 0,4<F(N.g <sup>-1</sup> )<1,6 cuits	oui compression
Olthoff (1986)	Navet Carotte Gouda Cacahuète +aliment modèle	Produits frais	rupture	conique (pls angles)	1800	force = f(% déformation)	Les aliments sont comparés au produit modèle qui sert de standard	oui compression
Abbal (1990)	Pomme	Fraîches	Pénétration 10 mm	5,64 7,98	216	force = f(déplacement mm)	Les valeurs de forces sont proportionnelles aux surfaces des embouts	non
Duprat (1991)	Melon pomme Avocat	frais	Pénétration 1 à 4 mm profondeur	4 cylindre creux coupant	-	Force moyenne de cisaillement	Mise en évidence de gradients de fermeté radiaux et tangenciaux	non
Roudot (1996)	Fruits Légumes	frais	Perforation + pénétration des aliments			Force avant et après perforation	Avant la perforation, la force représente l'élasticité du tissu végétal; après elle représente l'hétérogénéité interne du produit testé	non

Tableau B4: Tests de pénétration réalisés sur d'autres aliments

Référence	Produit		Mesure		Analyse	Résultat	Autre test en parallèle sur même produit
	variété	état	type	vitesse sonde (mm. min <sup>-1</sup> )			
Szczesniak (1969)	sparkle Shasta Fancy North-West	<ul style="list-style-type: none"> <li>• (1/2 fraises)</li> <li>- fraîches</li> <li>- décongelées</li> <li>• (tranches)</li> <li>Réhydratées</li> </ul>	cycles de compressions imitant les mâchoires descente max=1.2 mm du plateau inférieur	12 mastications.m in <sup>-1</sup>	Force = f(temps) mesure fermeté croquant adhérence cohésion	<p>pertes fraises décongelées/fraîches :</p> <p>80 % fermeté 85 % croquant 50 à 150 % cohésion idem pour fraises rehydratées mais aucune cohésion</p>	non
Guichard (92)	Gariguette	Fraîches en atmosphère contrôlée ou non	Ecrasement	—	Fermeté	Fermeté atmosphère contrôlée . supérieure fermeté air libre	non

**Tableau B5 :** Tests de compression réalisés sur des fraises

Référence	Produit		Mesure		Analyse	Résultat	Autre test en parallèle sur même produit
	type	état	type	vitesse sonde (mm. min <sup>-1</sup> )	critère de mesure		
Anzaldua-Morales (1982)	Haricots blancs	secs cuits	compression jusqu'à ½ hauteur initiale	10	Force max = f(déplacement mm)	Grande perte de fermeté entre haricots secs et cuits pour les haricots secs: 356 < Fmax (N.g <sup>-1</sup> ) < 826 pour les haricots cuits: 1.8 < Fmax(N.g <sup>-1</sup> ) < 11.3	pénétration cisaillement back-extrusion
Olthoff (1986)	Navet Carotte Gouda Cacahouète +aliment modèle	frais	Compression	300 1800	Force = f (% déformation)	Les aliments sont comparés au produit modèle qui sert de standard	pénétration
Abbal (1990)	Abricots Cerises	frais	Compression : _ déplacement 2.5 mm (abricots) _ cerises compressées par une masse de 300g	36 -	Force  déplacement	La fermeté diminue quand le stade de maturation augmente  évolution fermeté variable	-
Jaros (1993)	Fromage		Compression force constante ou vitesse constante	2 à 15	fracture apparente	fracture à force plus faible quand essai à force constante car plus de temps pour relaxation des contraintes et propagation de la rupture	
Brennan (1994)	- fromage - saucisses de Frankfort		Compression ½ hauteur initiale plateaux et dents lubrifiés ou non	50 500	Force <sub>50%</sub> = f(déplacement mm)	Force <sub>50%</sub> ( non lubrifiés) > Force <sub>50%</sub> (lubrifiés) car friction si plateaux non lubrifiés  Force <sub>50%</sub> (500) > Force <sub>50%</sub> (50) car relaxation contraintes	
Ramesh (1996)	- pois - carottes - radis - "knolkol"	crus et γ degrés de cuisson	Compression ¼ hauteur initiale sauf pois ½ hauteur initiale	50	Force à 50% et 25%	Pour les 4 végétaux, diminution fermeté avec augmentation du temps de cuisson	

*Tableau B6: Tests de compression réalisés sur d'autres aliments.*

S.C.D. - U.H.P. NANCY 1  
 BIBLIOTHÈQUE DES SCIENCES  
 Rue du Jardin Botanique  
 54600 VILLERS-LES-NANCY



Référence	Produit		Mesure		Analyse	Résultat	Autre test en parallèle sur même produit
	variété	état	type	vitesse sonde (mm. min <sup>-1</sup> )			
Sistrunk (1967)	"non-mentionné"	fraîches	cisaillement-extrusion 240g	–	Fmax	comparaison entre les différentes variétés	
Bianchi (1996)	Darsanga	fruits sur sucre après congélation (par le vide et lit fluidisé)	compression-extrusion 30g	50	pente entre 1,5 et 6 mm de compression	pas de rupture à la compression	–
Mastrocola (97)	Fragaris vesca Selve	réhydratées coupées en 4	cisaillement-extrusion 50g	200	Fmax	fermeté identique pour fraises réhydratées et décongelées	–

**Tableau B7:** Tests de compression –extrusion réalisés sur des fraises.

Référence	Produit		Mesure		Analyse  critère de mesure	Résultat	Autre test en parallèle sur même produit
	type	état	type	vitesse sonde (mm. min <sup>-1</sup> )			
Szczesniak (1970)	multiples aliments différents	crus cuits congelé en boîte	cisaillement-extrusion	240	- énergie d'extrusion - Fmax	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Peu de produits subissent du cisaillement pur (Généralement combinaison compression cisaillement extrusion)</li> <li>• Produits cuits subissent compression</li> </ul>	-
Varoquaux (1975)	pois	frais entier	cisaillement-extrusion compression-extrusion rétro-extrusion	-	Fmax	Indice d'extrusion difficile à mesurer	pénétration
Anzaldumorales (1982)	haricot blancs	sec cuit	cisaillement-extrusion rétro-extrusion	10	- Fmax - énergie d'extrusion (plateau)	corrélation Fmax retro-extrusion avec fermeté analyse sensorielle	compression pénétration
Cagampang (1984)	sorgho	cuit	rétro-extrusion	100	- énergie d'extrusion - Fmax	<ul style="list-style-type: none"> <li>• système de mesure adapté au sorgho cuit</li> <li>• bonne corrélation Fmax et énergie</li> </ul>	-
Varoquaux (1995)	Lentilles	cuit	compression-extrusion	50	Fmax	La fermeté des lentilles diminue avec prise en eau	-

**Tableau B8:** Tests de compression-extrusion réalisés sur d'autres produits alimentaires

### **1.1.2.5 Discussion sur les tests appliqués aux aliments (Tableaux B3 à B8)**

#### ***Tests de pénétration (Tableaux B3 et B4)***

Ces tests sont utilisés principalement avec des produits frais ou pour comparer un produit avec un produit frais et s'appliquent jusqu'à la rupture du produit. Les diamètres des sondes varient de 3,18mm à 8mm.

#### ***Tests de compression (Tableaux B5 et B6)***

A la différence du test de pénétration, le test de compression se fait souvent pour une hauteur de compression déterminée et non jusqu'à la rupture du produit.

#### ***Tests d'extrusion (Tableaux B7 et B8)***

Contrairement aux deux tests précédents, les tests d'extrusion sont plus employés sur les produits cuits. Les échantillons étant plus ou moins détruits, ce test est dans ce cas plus pratique.

Néanmoins, Bourne (1972) démontre que les forces de friction peuvent fausser totalement une mesure, surtout sur des appareils type cellule de Kramer (voir figure B10) où les zones susceptibles de provoquer de la friction sont importantes.

#### ***Conclusion***

Les tests de fermeté sur produits réels sont utilisés pour comparer différentes variétés d'une même espèce ou différents états d'un même produit (frais, cuit, réhydraté, décongelé,...). La grande diversité des tests (vitesses, taille des sondes, critères de mesure) montre qu'il n'y a pas de test de référence. Les auteurs choisissent le test qui est pertinent pour leur étude.

Les tests sont parfois couplés pour mieux définir la grandeur à mesurer.

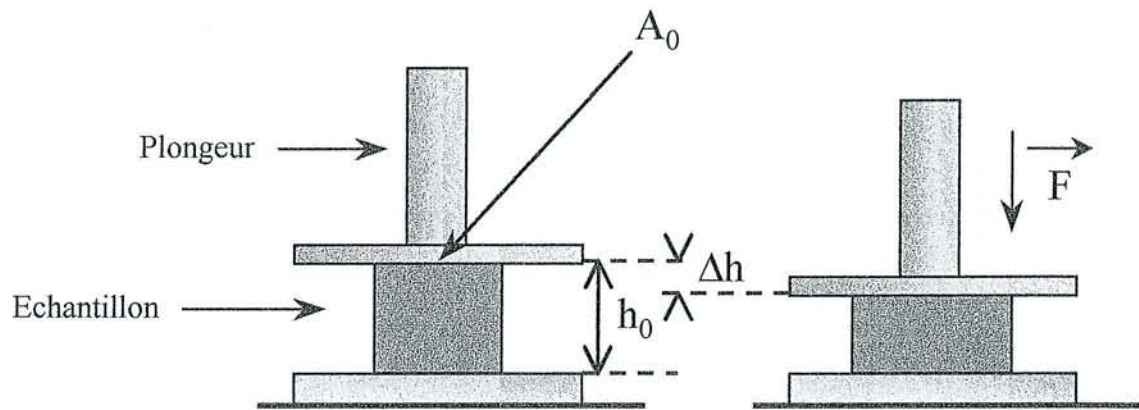
### **1.1.2.6. Tests appliqués aux gels solides**

Le Tableau B9 suivant décrit les tests appliqués aux gels solides recensés dans la littérature.



Référence	Produit		Mesure type	vitesse sonde (mm. min <sup>-1</sup> )	Analyse critère de mesure ( $\epsilon_T$ = déformation réelle $\sigma_T$ = contrainte réelle)	Résultat
	type	forme échantillon				
Lelièvre (1991)	"gellane" gel	cylindre	- compression rupture - tension - torsion	10 à 200	$\sigma_T$ vs $\epsilon_T$	la vitesse de compression influence le style de rupture
Aguilera (1993)	protéines de lait	cylindre	- compression 20% - oscillations	10	déformation élastique	-
Rohm (1995)	biopolymères, amidon, agar, carraghénane, "locust beam gum"	cylindre	compression rupture plateaux lubrifiés	10 40 déformation constante	$\sigma_T$ vs $\epsilon_T$	plus la vitesse est lente, plus la contrainte pour la rupture est faible
Bot (1996)	gélatine	cylindre	compression rupture plateaux lubrifiés cisaillement	0.1 à 50	$\sigma_T$ vs $\epsilon_T$	plus la vitesse est lente, plus la contrainte pour la rupture est faible aux plus faibles vitesses, reformation partielle du gel
Pons (1996) (review)	tous types de gels + aliments réels	cube cylindre	compression petites et grandes déformations rupture plateaux lubrifiés ou non pénétration	10 à 200 en général	$\sigma_T$ vs $\epsilon_T$	aux vitesses rapides + grande force à fournir aux vitesses lentes + grande relaxation des contraintes
Mancini (1999)	alginate	cylindre	compression rupture	-	$\sigma_T$ vs $\epsilon_T$ Energie à la rupture	description des contraintes dans matériau sous faibles et fortes déformations

**Tableau B9:** Tests de compressions sur des gels solides



Où  $A_0$  = Surface de contact entre l'échantillon et le plateau au départ de l'essai

**Figure B12** : Représentation des grandeurs mesurées lors d'un test de compression

## 1.1.2.7 Discussion sur les tests appliqués aux gels solides (Tableau B9)

### 1.1.2.7.1 *Tests et mesures*

Concernant les gels solides modèles, le test le plus employé est le test de compression, bien que Pons (1996)(review) note aussi la présence de tests de pénétration.

L'avantage de ce test est que la force appliquée est principalement de la compression uniaxiale. Des forces de friction apparaissent si les plateaux en contact avec l'échantillon ne sont pas lubrifiés ((Brenan (1994)) Tableau B6).

Les échantillons sont principalement cylindriques, mais des particules de forme cubiques sont aussi utilisés (Pons (1996))

Les gels sont des produits homogènes; ils peuvent être moulés ou découpés, et les échantillons étudiés ont tous une forme identique.

Un échantillon cylindrique permet d'avoir un disque pour surface de contact plateau-échantillon. L'évolution de cette surface de contact est contrôlable au cours de la compression, ce qui permet aux auteurs d'utiliser comme paramètre de mesure des courbes de contrainte-déformation plutôt que des courbes force-déplacement. Ces courbes sont plus représentatives des caractéristiques mécaniques du gel (Pons (96)).

Contrainte et déformation s'expriment généralement comme suit :

Déformation réelle ou "true strain" :

$$\varepsilon_T = \ln \left( \frac{h_0}{h_0 - \Delta h} \right)$$

Contrainte réelle ou "true stress" :

$$\sigma_T = F \cdot \frac{h_0 - \Delta h}{A_0 \cdot h_0}$$

Les notations sont représentées sur la Figure B12.

### 1.1.2.7.2 *Intérêt des mesures - propriétés des gels*

Connaissant la structure du gel, les auteurs cherchent à en étudier les propriétés viscoélastiques dans le cas de petites et de grandes déformations. Les mécanismes de rupture sont également analysés.

Il s'avère que l'influence de la vitesse de compression est primordiale. Les valeurs de vitesse de compression relevées dans la littérature varient de 0,1 mm.s<sup>-1</sup> à 200 mm.s<sup>-1</sup>.

Pour un même échantillon, la rupture a lieu pour une contrainte plus basse à faible vitesse de compression plutôt qu'à vitesse de compression élevée: l'explication est qu'aux basses vitesses de compression, la relaxation des contraintes est plus importante.

Bot (1996) étudie le mécanisme de rupture de cylindres de gels de gélatine pour des vitesses comprises entre 0,1 et 50 mm.s<sup>-1</sup>. Il montre qu'à hautes vitesses de déformation, il y a augmentation de la contrainte de rupture et de la déformation de rupture, car apparemment la déformation appliquée l'est plus rapidement que la vitesse à laquelle le réseau tridimensionnel de la gélatine peut se rompre (les jonctions ont besoin d'un temps de rupture).



### 1.1.2.8 Comparaison tests produits réels / produits modèles

#### *Des différences :*

Les fraises sont des fruits à la texture hétérogène. Les tests appliqués servent à mesurer leur fermeté pour comparer soit différentes variétés, soit différents états (produit frais, décongelé, cuit, ...).

Les gels solides sont des produits à la texture homogène. Les tests appliqués, (principalement de la compression) servent à étudier le comportement rhéologique de leur structure.

#### *Des ressemblances :*

- Pour les aliments comme pour les gels, les mesures de fermeté se font généralement jusqu'à la rupture.

- Les vitesses de fonctionnement sont voisines. Elles varient généralement de  $10\text{mm.s}^{-1}$  à  $200\text{mm.s}^{-1}$ .

La possibilité de jouer sur la fermeté d'un gel en faisant varier les concentrations de ses différents constituants permet de se rapprocher de la fermeté des aliments étudiés.

Apostolopoulos (1994) et Oltohoff (1986) ont mis au point des gels de ce type. Dans leurs deux études, ces gels devaient - grâce à leur grande reproductibilité - servir d'étalons par rapport auxquels la fermeté des produits alimentaires était comparée.

### 1.1.3 CONCLUSION

Les ressemblances sus-citées indiquent que la réalisation de produits modèles types gels "imitant" la fermeté d'une fraise cuite est possible, mais il faudra garder en mémoire, lors des mesures comparatives de fermeté des deux produits, leurs différences structurales car elles pourront être le facteur limitant de leur degré de ressemblance.

### 1.1.4 LES FLUIDES PORTEURS UTILISES

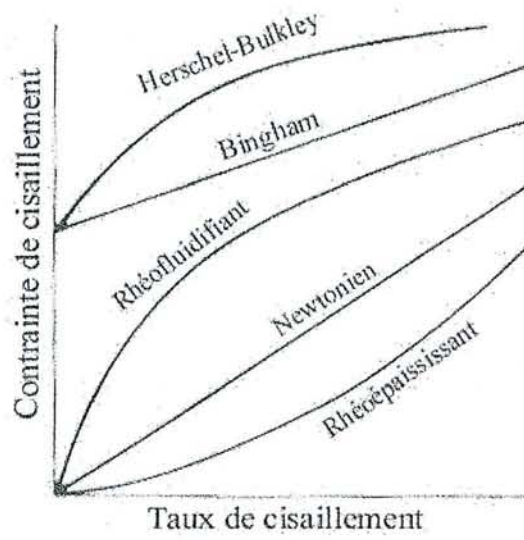
Lors de la réalisation de produits type fruits sur sucre ou confitures, les fruits sont cuits dans un fluide porteur composé d'eau, de sucre, et d'épaississant ou gélifiant. C'est la mesure des caractéristiques rhéologiques de ce produit ainsi que la possibilité de trouver un produit "imitant" ces caractéristiques qui sont discutées ici.

#### 1.1.4.1 Rhéologie du fluide porteur

##### *1.1.4.1.1 Généralités*

Le comportement rhéologique étudié ici est le comportement visqueux en cisaillement simple. La viscosité apparente,  $\mu_a$ , est définie comme le rapport contrainte de cisaillement sur vitesse de cisaillement.

$$\mu_a = \frac{\tau}{\dot{\gamma}}$$



**Figure B13 :** Contrainte de cisaillement en fonction du gradient de cisaillement pour différents types d'écoulements.

Exprimée en Pa.s, elle définit la résistance à l'écoulement. Elle est mesurée à l'aide de viscosimètres (voir paragraphe Matériel) qui imposent au fluide analysé une contrainte de cisaillement exprimée en Pa. Pour faire varier cette contrainte, il faut faire varier le gradient de cisaillement ou vitesse de cisaillement,  $\dot{\gamma}$  ( $s^{-1}$ ), qui est imposé au fluide.

Les résultats de cette mesure font apparaître l'existence de plusieurs types de fluides (voir représentation schématique des courbes d'écoulement sur la Figure B13).

#### *Le fluide newtonien*

Il se caractérise par le fait que la relation entre contrainte et vitesse de cisaillement est une relation de proportionnalité à température et pression fixées.

Sa viscosité dépend fortement de la température; la loi d'évolution la plus répandue pour représenter cette dépendance est une loi type loi d'Arrhénius :

$$\eta = a e^{-b/T}$$

où a et b sont des constantes et T la température absolue.

#### *Les fluides non newtoniens*

Contrairement au fluide newtonien, le rapport entre contrainte et vitesse de cisaillement n'est plus constant. Ce rapport est appelé ici viscosité apparente ( $\mu_a$ ).

$$\mu_a = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = f(\dot{\gamma}, \theta)$$

On distingue différents types de fluides non-newtoniens.

#### *Les fluides rhéofluidifiants ou pseudoplastiques*

Ces fluides voient leur viscosité diminuer lorsque la vitesse de cisaillement croît. La loi de comportement la plus utilisée pour la représenter est la loi d'Oswald ou loi puissance.

$$\tau = k\dot{\gamma}^n \quad \rightarrow \quad \mu_a = k\dot{\gamma}^{n-1} \quad 0 < n < 1$$

Notons que cette loi n'est valable que dans une plage restreinte de vitesses de cisaillement.

#### *Les fluides rhéoépaississants*

Ces fluides voient leur viscosité augmenter lorsque la vitesse de cisaillement croît. La loi d'Oswald s'applique également et  $n > 1$ .

#### *Les fluides à seuil*

Ces fluides possèdent un seuil d'écoulement, c'est à dire qu'ils ne s'écoulent qu'à partir d'une certaine contrainte appliquée appelée contrainte critique et notée  $\tau_c$ .

La viscosité appelée ici viscosité plastique s'écrit :

$$\eta_p = \frac{\tau - \tau_c}{\dot{\gamma}}$$

si  $\eta_p$  est constante, le fluide est dit de type Bingham

si  $\eta_p$  décroît avec la vitesse de cisaillement, le fluide est de type Herschel-Bulkley Le modèle de Casson est utilisé quelquefois. Il s'écrit  $\sqrt{\tau} = \sqrt{\tau_c} + \sqrt{\eta_p \cdot \dot{\gamma}}$ .

#### *1.1.4.1.2 Tests appliqués aux fluides porteurs de préparations de fruits.*

Le Tableau B10 recense les tests rhéologiques réalisés sur les **fluides porteurs** des préparations à base de fraises.



Référence	Produit type	(°Brix)*	Mesure		$\tau_c$ (Pa)	k (Pa.s <sup>n</sup> ) n (-)	Résultats discussion	Autres tests
			Modèle d'écoulement	$\dot{\gamma}$ (s <sup>-1</sup> )				
Carbonell (1990)	confiture : fraises pêches prunes abricots gélifiant : pectine	-	Herschel- Bulkley Casson	0.08-1.01 2.58-387.3	7.4- 29.33	3.07-3.58 0.72	- l'indice k augmente avec la teneur en fruit - l'indice n ne varie pas avec la teneur en fruit	- thyxotropie
Issanchou (1991)	confiture fraises gélifiant : pectine	40-60	Herschel- Bulkley	1, 10, 50, 100, 500	1-32	0.86-8.7 0.53-0.86	- $\tau_c$ augmente avec la concentration en pectine	- analyse sensorielle - thyxotropie
Costell (1991)	confiture fraises Gélifiant : pectine	61.8- 70.3	Herschel- Bulkley	-	4.82- 74.33	2.09-23.27 0.61-0.76	- plus la teneur en fruits est grande, plus $\eta_a$ est grande	
Crigelmo- miguel (1999)	confiture : fraises + fibres ajoutées épaississant : amidade de pectine	40-55	Loi puissance	-	<1	1.4-10.6 0.443-0.582	- l'indice k augmente avec la teneur en sucre et en fruits	
Carbonell (1991)	confiture : fraises pêches gélifiant : pectine	-	Pénétration 20mm Ø sonde = 12.7mm V = 30mm.min <sup>-1</sup> critère fermeté : Fmax		La force du gel est réglée par la teneur en pectine La fermeté du gel augmente avec la teneur en fruit l'augmentation du °Brix peut affaiblir le gel			

\* le "Brix" correspond à une concentration en poids (kg/kg).

**Tableau B10:** Comportement rhéologique des fluides porteurs de préparation de fruits.

### *1.1.4.1.3 Discussions sur les tests appliqués aux fluides porteurs de préparations de fruits (Tableau B10)*

#### *Caractéristiques générales*

Les fluides porteurs des préparations de fruits suivent généralement une loi type Herschel-Bulkley: ce sont donc des fluides rhéofluidifiants à seuil.

La contrainte critique varie de moins de 1 Pa à 74,3 Pa. Cette contrainte seuil est due à la présence de pectine (présente dans le fruit ou ajoutée) qui développe une structure de gel faible. La valeur de cette contrainte varie avec la concentration en pectine. Pour des valeurs de contraintes inférieures à 1 Pa, la loi en puissance peut être utilisée pour modéliser le comportement du fluide (Grigelmo-Miguel (1999)).

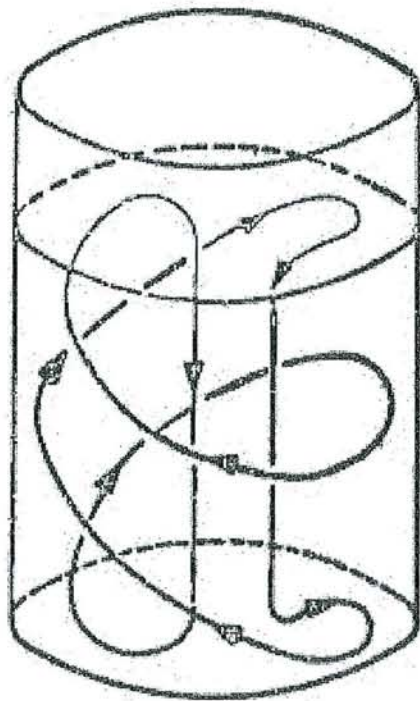
- L'indice de consistance varie de 0,86 à 23,27 Pa.s<sup>n</sup>: il augmente avec la teneur en sucre et en fruit.
- L'indice d'écoulement  $n$ , témoin de l'aspect rhéofluidifiant, varie de 0,443 à 0,86.
- Le produit est thixotrope, c'est à dire que sa viscosité évolue au cours du temps. En effet il y a reformation progressive de la structure gel. Avant de mesurer les indices d'écoulement et de consistance, les auteurs "cisailent" le produit (vitesses de rotation élevées) pour casser cette structure.
- L'influence de la température sur la viscosité du produit n'est quasiment jamais étudiée.

#### *Utilisation de ces mesures*

Les auteurs cherchent à savoir si à partir de tests rhéologiques, ils peuvent retrouver la teneur en fruits (Costell (1991)), établir des corrélations avec l'analyse sensorielle (Issanchou (1991)), évaluer la force de gel (Carbonell (1991)) ou voir l'influence de produits ajoutés (Grigelmo-Miguel (1999)).

### **1.1.4.2 Conclusion**

L'analyse de ces données indique que le fluide porteur (sans les particules) "modèle" imitant le fluide réel devra être rhéofluidifiant. L'amplitude du seuil d'écoulement du fluide réel devra être étudié pour savoir si celui-ci doit être considéré comme un paramètre à prendre en compte ou non. En outre, la connaissance de l'évolution de la viscosité du fluide réel avec la température est primordiale, car la viscosité du fluide modèle à mettre au point devra suivre la même thermodépendance.



*Figure B14* : Allure de l'écoulement primaire produit par un agitateur de type ruban hélicoïdal (Nagata et al. (1956)).



## **1.2 PROCÉDES**

### **1.2.1 Contexte général**

#### **Les étapes de fabrication :**

L'opération étudiée est une cuisson du produit avec pasteurisation.

Les différentes étapes de cette opération sont les suivantes :

- Introduction des ingrédients dans l'installation (préparation du mélange initial).
- Montée en température : la suspension est cuite et chauffée jusqu'à la température de pasteurisation.
- Palier de pasteurisation : la suspension est chambrée à la température de pasteurisation pendant une durée de pasteurisation déterminée, durée nécessaire pour pasteuriser le produit d'une part et parvenir au niveau de cuisson adéquat d'autre part.
- Descente en température : le produit final est refroidi avant d'être conditionné.

#### **Mise en oeuvre de cette fabrication :**

Pour réaliser cette opération de cuisson, deux procédés sont employés dans l'industrie :

- Le procédé discontinu : les différentes opérations sont réalisées en cuves mécaniquement agitées, ces cuves pouvant être différentes pour les phases de montée et de descente en température.
- Le procédé continu : les différentes opérations (chauffage, chambrage et refroidissement) sont réalisées en série au moyen d'échangeurs de chaleur tubulaire.

Pour ces deux procédés, les problèmes à résoudre sont les suivants :

#### **Hydrodynamique :**

- Maîtriser les contraintes dues à l'écoulement pour être sûr d'avoir un produit homogène.
- Obtenir l'intégrité du produit en fin de procédé car c'est un produit fragile.

#### **Transfert de chaleur :**

- Pasteuriser et cuire de façon à avoir un produit à propriétés homogènes et intègre (ces deux critères étant liés aux problèmes hydrodynamiques).

### **1.2.2 Procédé discontinu (cuves mécaniquement agitées)**

Le système d'agitation utilisé dans cette étude se compose d'une cuve cylindrique agitée par un agitateur de proximité de type ruban hélicoïdal ( Les caractéristiques de ce système d'agitation sont décrites dans le 2<sup>ème</sup> chapitre).

Ce type d'agitateur est utilisé pour homogénéiser des solutions fortement visqueuses car, de part sa configuration, il est capable de brasser la quasi totalité du volume en minimisant la présence de zones mortes. L'espace entre la pale de l'agitateur et la paroi de la cuve étant

Référence	Agitateur	Fluide	Vitesses locales	Écoulement
	type t/d s/d	type, régime		
Bourne et al. (1965)	2 rubans 1,16 0,34	pseudoplastique $0,41 < n < 0,62$	$0,05 < N < 1,83$ $V_{\theta} \gg V_z$ $V_r$ et $V_z$ dépendent plus de force centrifuge que du pompage quand $Fr > 0,04$ $89\% < V_{\theta} < 97\%$ de axe à lame $36\% < V_{\theta} < 38\%$ dans entrefer	pompage vers le haut : zone morte sous l'axe écoulements secondaires différents selon pompage vers le haut ou vers le bas
Murakami et al. (1972)	2 rubans 1,11	Newtonien (0,2 Pa.s)	$V_{\theta}$ = mouvement principal $V_r$ = vitesse la plus faible	
Carreau et al. (1976)	1 et 2 rubans 1,11 à 1,37 0,79 à 1,048	-Newtonien -pseudoplastique -viscoélastique	$0,67 < N < 1,33$ $V_{\theta}$ = mouvement principal. $> V_z$ $V_z$ 5 à 10 fois plus petit pour fluide viscoélastique que pour les autres $V_{\theta}$ influe sur rotation bloc dans région centrale et sur cisaillement dans entrefer $V_z$ affecte le taux de pompage	Agitateur efficace doit promouvoir grande déformation du fluide et pas de ligne de courant en circuit fermé, sinon grosses hétérogénéités de mélange. Quand l'élasticité augmente, le pompage diminue
Kaminoyama et Kamiwano (1994)	2 rubans 1,14 0,97	-Newtonien (1 Pa.s) -pseudoplastique	$V_{\theta}$ = mouvement principal Vitesses horizontales à peu près constantes sauf au niveau de la pale $V_z$ est inférieure pour fluides pseudoplastiques/newtoniens, sauf au voisinage de la pale ou le phénomène est opposé.	Écoulement dirigé vers le haut par la pale et redescendant le long de l'axe
Delaplace (2000)	2 demi-ellipses avec ancre 1,7 1,75	Newtonien (1,7 à 60Pa.s)	Vitesses maximales normées obtenues $V_{\theta} = 0,45$ , $V_z = 0,2$ et $V_r < 0,05$	$V_{\theta}$ est la vitesse dominante, mais l'écoulement axial est important

**Tableau B11** : Quelques références concernant les notions de composantes de vitesse dans les systèmes à ruban hélicoïdaux

étroit, la couche limite est souvent renouvelée, ce qui permet d'obtenir de bonnes performances en terme de coefficient de transfert de chaleur. Ce brassage efficace étant réalisé à de faibles vitesses de rotation, le ruban hélicoïdal semble particulièrement adapté à l'agitation-mélange de suspensions contenant des particules fragiles.

Dans ce paragraphe les principales caractéristiques hydrodynamiques et thermiques de ce type d'agitateur et le comportement des suspensions solides en cuves agitées vont être abordées.

### **1.2.2.1 Caractéristiques hydrodynamiques**

#### ***1.2.2.1.1 Régimes d'écoulement***

Les différents régimes d'écoulement sont classiquement délimités par des valeurs critiques du nombre de Reynolds  $Re$  défini pour un système d'agitation par : (définition valable pour un fluide newtonien)

$$Re = \frac{\rho \cdot N \cdot d^2}{\eta} = \frac{\rho \cdot \omega \cdot d \cdot d}{\eta} \quad (\text{Nombre de Reynolds de rotation})$$

Ce nombre traduit le rapport entre les forces d'inertie et les forces visqueuses. Pour le système d'agitation utilisé, Delaplace et al. (1998) ont identifié les valeurs critiques suivantes :

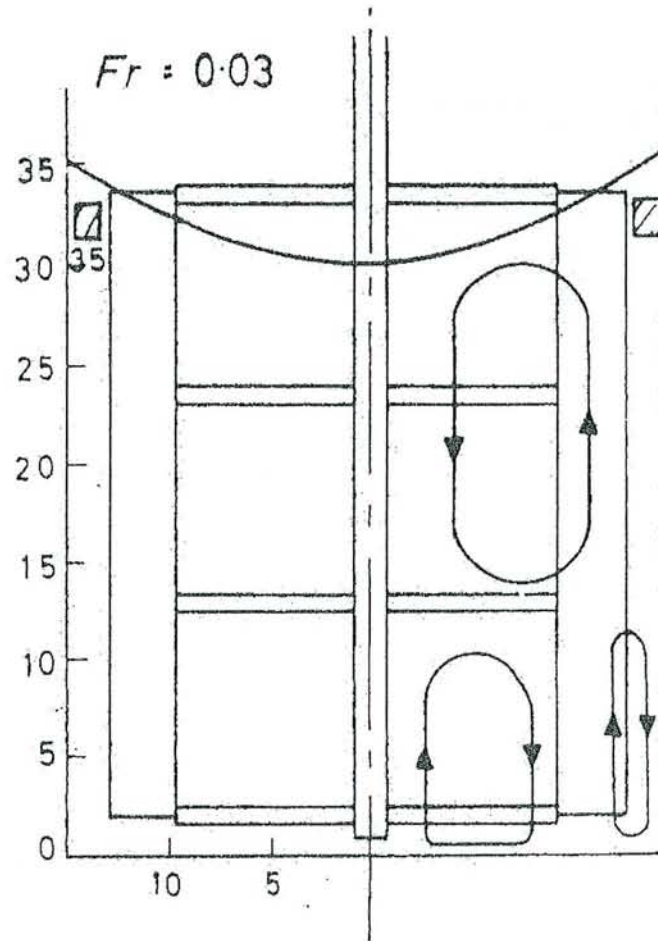
$Re < 60$	régime laminaire
$60 < Re < 200$	régime de transition
$Re > 200$	régime turbulent

Les agitateurs de type rubans hélicoïdaux sont plus souvent utilisés en régime laminaire, ce qui confère au fluide agité des schémas d'écoulement caractéristiques.

#### ***1.2.2.1.2 Schémas d'écoulement***

L'écoulement primaire, c'est à dire l'allure générale de l'écoulement, engendré par un système d'agitation équipé d'un ruban hélicoïdal a été bien décrit par Nagata et al. (1956). L'allure générale de cet écoulement primaire est illustré sur la figure B14 : lorsque le fluide est poussé par la pale du ruban vers le haut (mouvement de pompage), il monte le long de la paroi en décrivant une trajectoire spiralée puis redescend le long de l'axe plus ou moins verticalement. Cette allure générale a été confirmée par de nombreux auteurs travaillant sur l'agitation mélange au moyen d'un ruban hélicoïdal (voir Tableau B11). Cet écoulement est davantage détaillé par Bourne et al. (1965) qui expliquent la présence plus ou moins marquée d'écoulements secondaires (boucles de recirculation) (Figure B15) liée aux valeurs des nombres de Reynolds ( $Re$ ) et de Froude ( $Fr$ ). Ce dernier nombre sans dimension est défini par:





*Figure B15* : Schématisation de boucles de recirculation (Bourne et butler (1965)).

$$Fr = \frac{N^2 \cdot d}{g}$$

Le nombre de Froude est proportionnel au rapport des forces centrifuges par les forces gravitationnelles ; il intervient essentiellement pour prendre en compte la déformation de la surface libre. Bourne et al. (1965) montrent ainsi le rôle primordial de ce nombre de Froude (la valeur critique mentionnée par ce nombre de Fr étant de 0,04) et donc des forces centrifuges sur l'allure des schémas d'écoulement.

### Vitesses de déplacement du fluide agité :

Pour caractériser plus finement ce schéma d'écoulement au sein de la cuve agitée, certains auteurs ont mesuré les vitesses locales de déplacement du fluide agité et ce, par différentes techniques expérimentales (vélocimétrie laser par exemple). Les cuves étant généralement cylindriques, les coordonnées utilisées pour l'expression de ces vitesses sont les coordonnées cylindriques :

$$V(x, y, z) = V_x \bar{e}_x + V_y \bar{e}_y + V_z \bar{e}_z = V_r \bar{e}_r + V_\theta \bar{e}_\theta + V_z \bar{e}_z$$

$$V_r = \frac{\partial u}{\partial x} \cdot \frac{x}{r} + \frac{\partial u}{\partial y} \cdot \frac{y}{r} = \text{vitesse radiale}$$

$$V_\theta = \frac{-y}{r} \cdot \frac{\partial u}{\partial x} + \frac{\partial u}{\partial y} \cdot \frac{x}{r} = \text{vitesse tangentielle}$$

$$V_z = \frac{\partial u}{\partial z} = \text{vitesse axiale}$$

Pour différents auteurs, la contribution de ces différentes composantes de vitesses sur la vitesse totale est résumée dans le Tableau B11.

Il ressort de ce tableau que la composante tangentielle de vitesse ( $V_\theta$ ) est prépondérante, surtout dans la zone comprise entre l'axe et la pale. Dans cette zone, la vitesse tangentielle peut atteindre 97% de la vitesse totale (Bourne et al (1965)), la masse de fluide concernée évolue en rotation en bloc autour de l'axe. C'est ce que les auteurs nomment une zone morte, zone où le mélange est quasiment inexistant.

La composante axiale de la vitesse ( $V_z$ ) est directement liée à la capacité de pompage du mobile d'agitation. Elle est donc maximale le long de la pale, minimale entre la pale et l'axe et réaugmente le long de l'axe. Cette distribution a été confirmée par simulation numérique par Delaplace et al (2000).

Il semble que la nature du fluide influence celle de l'écoulement engendré par le ruban. Ainsi Carreau et al (1976) comparent des fluides Newtoniens, pseudoplastiques et viscoélastiques et notent que lorsque l'élasticité augmente, la capacité de pompage diminue.

D'après les résultats numériques de Kaminoyama et Kamiwano (1994) pour les mêmes conditions opératoires, la vitesse axiale est inférieure pour les fluides pseudoplastiques que pour les fluides Newtoniens, sauf au voisinage de la pale où le phénomène est inversé.

Les auteurs attribuent ce phénomène au comportement pseudoplastique lui-même du produit considéré.

Enfin, la vitesse radiale ( $V_r$ ) est la plus faible des trois composantes de la vitesse, aussi bien pour Murakami et al (1972) que pour Delaplace (2000).

#### *1.2.2.1.3 Le gradient de vitesse ou taux de cisaillement*

Un des buts de cette étude est d'évaluer la destruction des fruits au cours de la préparation. Si cette destruction est due à l'hydrodynamique en cuve, elle va se faire par l'intermédiaire de contraintes appliquées par le fluide sur le fruit. Ces contraintes (dans le cas de contraintes de cisaillement) sont directement liées au gradient de vitesse ; dans le cas d'agitateurs de proximité ce gradient de vitesse est maximal dans l'espace entre la pale et la paroi. Bourne et al (1965) mentionnent que ce taux de cisaillement est essentiellement dû à la vitesse tangentielle. Carreau et al (1976) et Murakami et al (1972) situent ce cisaillement élevé dans l'espace entre la pale et la paroi ainsi qu'au sein de la cuve entre une zone de grande circulation du fluide et le fluide au cœur. Devant la difficulté de calcul des vitesses locales en cuve, les valeurs locales du taux de cisaillement ne sont généralement pas étudiées.

On retiendra néanmoins que, dans le but de prédire la puissance consommée lors du mélange de fluides non Newtoniens, Metzner et Otto (1957) ont défini un taux de cisaillement représentatif du taux de cisaillement se produisant en cuve, appelé taux de cisaillement équivalent, défini par :

$$\dot{\gamma}_{eq} = K_s \cdot N$$

$K_s$  est, dans cette relation, une constante ne dépendant essentiellement que des caractéristiques géométriques du système.

Dans une revue bibliographique portant sur l'agitation-mélange opérée avec des rubans hélicoïdaux, Delaplace et al. (1999) ont répertorié 15 valeurs du paramètre  $K_s$  variant de 19,3 à 37,9.

Pour le système d'agitation utilisé dans cette étude,  $K_s = 32$ .

#### *1.2.2.1.4 Caractérisation du mélange*

Pour obtenir une cuisson homogène du produit en cuve, il faut un mélange performant. L'homogénéisation en régime laminaire est contrôlée par deux phénomènes (d'après la revue bibliographique de Delaplace et al (1999) portant sur 66 références) :

- **Le taux de cisaillement dans l'entrefer** : En effet, à un fort taux de cisaillement dans l'entrefer, correspondent des vitesses de déplacement très différentes des différentes couches de fluide dans l'entrefer, qui contribuent à un bon mélange.

- **Le renouvellement du fluide dans l'entrefer** : Il faut que le renouvellement du produit se fasse rapidement et que tout le volume de fluide circule dans l'entrefer. Pour se faire, il faut un agitateur efficace, capable de promouvoir de grandes déformations du fluide sans laisser de zones non mélangées dans la cuve (zones où les lignes de courant sont en circuit fermé)



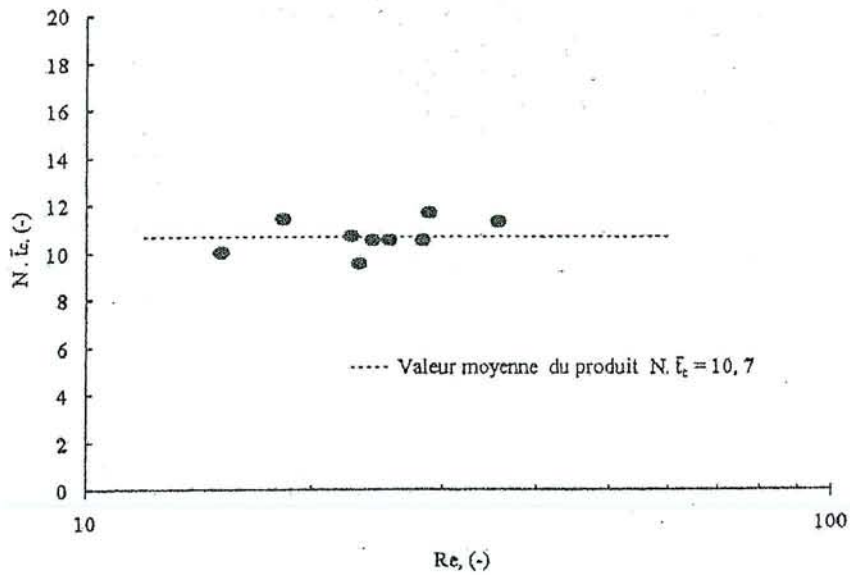


Figure B16 : Temps de circulation obtenus par suivi de particules (Delaplace et al. 1998).

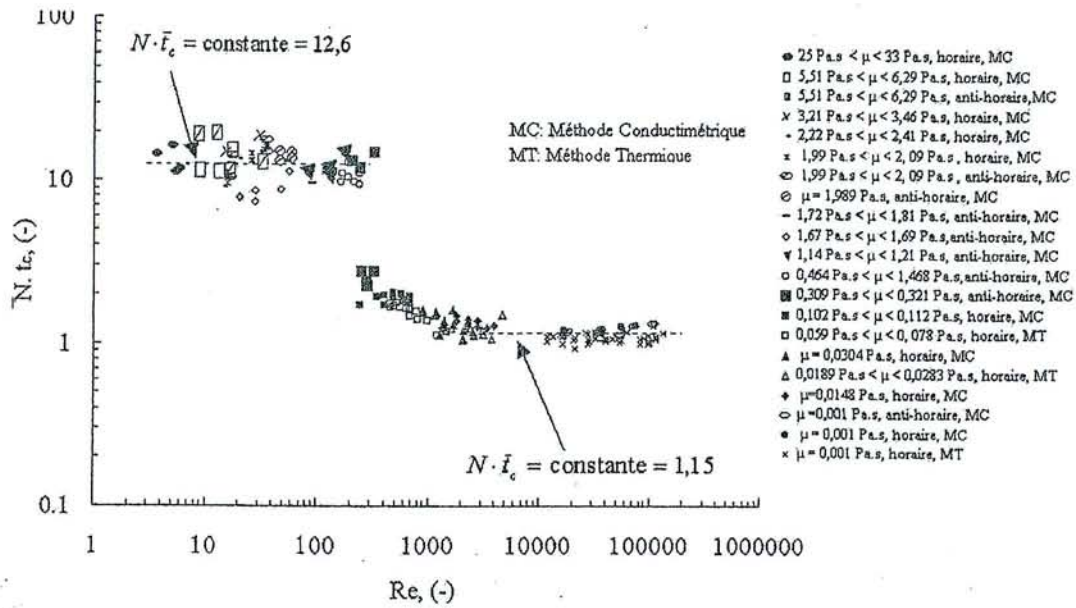


Figure B17 : Temps de circulation obtenus par méthodes thermiques et conductimétriques (Delaplace et al. 1998).

(Carreau et al (1976)). Cette efficacité va dépendre, en plus de la vitesse et du sens d'agitation, des caractéristiques géométriques du système d'agitation (taille de l'entrefer, nombre, pas et largeur du ou des ruban).

Pour apprécier et quantifier l'efficacité du mélange en cuve agitée, les auteurs utilisent le plus souvent deux critères : le temps de mélange et le temps de circulation .

**Temps de mélange ( $t_m$ ) :** Le temps de mélange correspond à l'intervalle de temps séparant le début d'une perturbation de l'obtention d'un certain degré d'homogénéité au sein du fluide agité. Il existe plusieurs définitions et méthodes de caractérisation de ce degré d'homogénéité, ce qui rend difficile la comparaison des résultats des tests réalisés par les différents auteurs. Néanmoins, il est établi que le temps de mélange pour un fluide Newtonien agité par un ruban hélicoïdal donné en régime laminaire est défini par la relation :

$$N.t_m = K_m$$

Dans cette relation,  $K_m$  est une constante liée à la géométrie du système d'agitation.

A titre d'exemple, pour le système d'agitation utilisé dans cette étude, cette constante  $K_m$  vaut 67 pour une valeur du nombre de Reynolds inférieure à 60, et donc en régime laminaire (Delaplace 1999).

Le produit  $N.t_m$  reste également constant pour les fluides pseudoplastiques s'écoulant en régime laminaire (Ulbrecht et Carreau (1985)) ; mais Carreau et al (1976) notent cependant un temps de mélange multiplié par deux ou trois pour ces mêmes fluides par rapport aux valeurs obtenues pour un fluide Newtonien.

### **Temps de circulation ( $t_c$ )**

#### **Définition :**

Le temps de circulation est défini comme l'intervalle de temps nécessaire à un élément de fluide pour traverser deux fois dans le même sens un lieu géométrique de la cuve préalablement fixé.

La mesure du temps de circulation n'est pas une mesure du mélange puisqu'elle reflète seulement l'intensité de l'écoulement tangentiel, radial et axial au niveau macroscopique (Ulbrecht and Carreau (1985)).

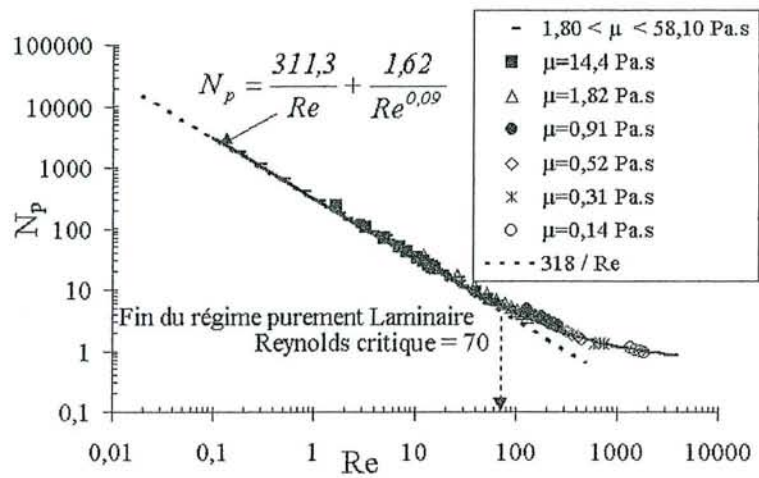
Comme pour le temps de mélange, le temps de circulation s'exprime sous forme adimensionnelle par le produit  $N.t_c$ .

#### **Cas des rubans hélicoïdaux :**

Appliqué aux rubans hélicoïdaux, ce produit est associé à la capacité de pompage de l'agitateur (capacité du ruban à pousser le fluide pour engendrer un écoulement axial).

Cette capacité de pompage a été démontrée comme constante ( $N.t_c = Cte$ ) ; en régime laminaire pour des fluides Newtoniens et pour un système d'agitation donné, pour la première fois par Nagata et al. (1956).

Pour le système d'agitation utilisé dans cette étude, Delaplace et al. (1998) trouvent (régime laminaire et fluides Newtoniens) une valeur de  $N.t_c$  de 10,7 lorsque le temps de circulation est calculé par suivi de particule, et de 12,6 lorsqu'il est calculé à partir de méthodes thermique ou conductimétrique (voir Figures B16 et B17).



**Figure B18** : Courbe de puissance isotherme du système d'agitation étudié



### Influence de la nature du fluide :

Guérin et al. (1984) constatent que dans les mêmes conditions d'agitation, les temps de circulation sont plus dispersés pour un fluide Newtonien que pour un fluide pseudoplastique. Ils en déduisent que les fluides pseudoplastiques ont des chemins de circulation plus marqués.

### **Consommation de puissance**

Pour caractériser la consommation de puissance d'un système d'agitation, la courbe de puissance donnant l'évolution du nombre de puissance  $N_p = P.(\rho.N^3.d^5)^{-1}$  avec le nombre de Reynolds  $Re = \rho.N.d^2.\mu^{-1}$  est utilisée. Lors du mélange de fluides Newtoniens, de nombreuses études expérimentales ont - depuis Nagata (1975) - établi que la courbe de puissance du système d'agitation pouvait se modéliser indépendamment du régime d'écoulement par une relation du type :

$$N_p = \alpha.Re^{-1} + \beta.Re^{-\delta}$$

Dans cette relation,  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\delta$  sont des composantes géométriques caractéristiques du système d'agitation étudié.

D'après les résultats antérieurs réalisés au laboratoire (Delaplace (1998)), la corrélation de la courbe de puissance Newtonienne en régime isotherme (Figure B18) pour le système d'agitation utilisé dans cette étude vaut :  $N_p = 311,3.Re^{-1} + 1,62.Re^{-0,09}$  (Le premier terme représente la contribution du régime laminaire ; le second, celle du régime turbulent).

#### ***1.2.2.1.6 Conclusion***

Pour avoir un mélange efficace et rapide, associé à un temps de mélange court, il faut à la fois :

- Une constante  $K_s$  de valeur élevée, ce qui équivaut à un fort taux de cisaillement dans l'entrefer et donc à un bon mélange dans cette zone.
- Un produit  $N.t_c$  petit, garant d'un renouvellement rapide du fluide dans l'entrefer.

Des temps de circulation étalés, ce qui correspond à des irrégularités de chemins de circulation et donc à davantage d'échanges entre zones bien et mal agitées.

#### **1.2.2.2 Mise en suspension de grosses particules en cuve mécaniquement agitée**

##### **Contexte général :**

Aucune publication traitant de l'agitation-mélange de suspensions au moyen d'un ruban hélicoïdal n'a pu être recensée pour cette opération. Les agitateurs étudiés sont généralement de type hélices marines ou turbines.

Dans ce cas, les particules agitées ont des tailles variant du micromètre à la centaine de micromètre et plus rarement de l'ordre du millimètre ; en général, il s'agit plutôt de la dispersion d'une poudre dans une phase liquide en vue d'une réaction, plutôt que d'un brassage. Le régime d'écoulement dans cette situation est turbulent.

##### **Caractéristiques principales :**

Bien que les conditions décrites ci-dessus soient totalement différentes de celles abordées dans cette étude, il est intéressant de connaître les paramètres qui gouvernent l'hydrodynamique des suspensions.

L'objectif à atteindre est une mise en suspension **complète** et **homogène**, afin de parvenir à une surface de contact maximale entre les particules et le milieu suspensif.

### Mise en suspension complète

Bourne (1988) la définit comme la mise en mouvement de toutes les particules et l'obligation pour celles-ci de ne pas demeurer au fond de la cuve plus de quelques secondes. Elle est caractérisée par la vitesse de rotation minimale de mise en suspension  $N_{js}$ . Parmi les différentes corrélations explicitant cette vitesse de rotation minimale, Chapman et al. (1983) et Bourne (1988) retiennent celle de Zwietering qui s'écrit :

$$N_{js} = S_s \cdot \nu^{0,1} \cdot d_p^{0,2} \cdot (g \cdot \Delta\rho / \rho)^{0,45} \cdot X^{0,13} \cdot d^{-0,85}$$

$N_{js}$  augmente avec la viscosité cinématique ( $\nu$ ) du milieu, la taille de la particule ( $d_p$ ), la différence de densité entre le fluide et les particules ( $\Delta\rho$ ) et la fraction solide ( $X$ ).  $N_{js}$  diminue par contre lorsque le diamètre de l'agitateur ( $d$ ) croît.

### **Conclusion :**

Aucune comparaison n'est à priori possible avec notre système d'agitation utilisé. Il faudra, lors des essais mettant en oeuvre des produits réels ou modèles, veiller à la bonne mise en suspension des particules.

### 1.2.2.3 Caractéristiques thermiques

Comme cela a déjà été mentionné, lors des tests réalisés, le produit va être chauffé, maintenu en température et refroidi ; le transfert de chaleur sera réalisé grâce à un fluide caloporteur.

Dans cette partie vont être recensés les principales caractéristiques en terme de transfert de chaleur des cuves agitées par les agitateurs de type rubans hélicoïdaux rencontrés dans la littérature.

#### *1.2.2.3.1 Présentation classique des résultats*

Il est utopique de vouloir résoudre analytiquement les diverses équations régissant le transfert de chaleur dans un système aussi complexe qu'une cuve mécaniquement agitée. De ce fait la mise sous forme adimensionnelle des résultats de performances thermiques est très largement utilisée par les auteurs.

Le traitement adimensionnel des résultats expérimentaux conduit à une relation entre divers groupes comprenant toutes les variables (indépendantes) intervenant dans le transfert de chaleur.

Les corrélations finales obtenues sont classiquement du type :



Référence	Fluide type ----- écoulement	Système		Chauffe Refroidissement	Corrélations	Re	Remarques
		Description	D <sub>j</sub> /d ----- p/d				
Mitsubishi and Miyairi (1973)	Non Newtonien ----- laminaire et turbulent	2 rubans	1,052	C	$\text{Nu} = 0,78\text{Re}^{0,33}\text{Pr}^{0,33}\text{Vi}^{0,14}$ $\text{Nu} = 0,53\text{Re}^{0,5}\text{Pr}^{0,33}\text{Vi}^{0,14}$ $\text{Nu} = 0,23\text{Re}^{0,67}\text{Pr}^{0,33}\text{Vi}^{0,14}$ $\text{Nu} = 6,6\text{Re}^{0,33}\text{Pr}^{0,33}\text{Vi}^{0,14}$ $\text{Nu} = 3,1\text{Re}^{0,5}\text{Pr}^{0,33}\text{Vi}^{0,14}$	1,5-10	Corrélations coïncident avec celles réalisées sur fluides Newtoniens
		chauffe double enveloppe	1	C		10-180	
		refroidissement intérieur ruban		C		180-4000	
				R		1-100	
Nagata (1975)	Pseudoplastique ----- laminaire et turbulent	2 rubans	1.07	C	$\text{Nu} = 4,2\text{Re}^{0,33}\text{Pr}^{0,33}\text{Vi}^{0,14}$ $\text{Nu} = 0,42\text{Re}^{0,67}\text{Pr}^{0,33}\text{Vi}^{0,14}$	1-1000	—
		chauffe double enveloppe	1	C		1000- 100000	
Kuriyama et al (1981)	Newtonien ----- Laminaire	2 rubans	1,048	C	$\text{Nu} = 0,64\text{Re}^{0,33}\text{Pr}^{0,33}\text{Vi}^{0,2} \left( \frac{D_c^2 p}{d_c^2} \right)^{0,33}$		Description des allures d'écoulement par visualisation des températures en cuve
			1,136	+			
			1,152	R			
			0,9				
Blasinski et Kuncewicz (1981)	Pseudoplastique ----- laminaire et turbulent	1 ruban	1,0172 à 1,056	C	$\text{Nu} = 0,218\text{Re}^{0,5}\text{Pr}^{0,33}\text{Vi}^{0,14} \left( \frac{c}{d} \right)^{-0,22} \left( \frac{p}{d} \right)^{-0,28}$ $\text{Nu} = 0,238\text{Re}^{0,67}\text{Pr}^{0,33}\text{Vi}^{0,14} \left( \frac{p}{d} \right)^{-0,25}$	<130	plus le pas est petit, plus transfert chaleur efficace. plus l'entrefer est étroit, plus transfert chaleur efficace en laminaire.
		double enveloppe	0,357 à 0,894			>130	
Shamlou et Edwards (1986)	Newtonien non newtonien ----- laminaire et turbulent	1 et 2 rubans	1,0526 à 1,3274	C	$\text{Nu} = ,17\text{Re}^{0,17}\text{Pr}^{0,33}\text{Vi}^{0,2} \left( \frac{\text{nbrubans}}{\left( \frac{p}{D_c} \right) \left( \frac{c}{D_c} \right)^2} \right)^{0,22}$ $\text{Nu} = 0,45\text{Re}^{0,6}\text{Pr}^{0,33}\text{Vi}^{0,2}$	<1	ruban plus adapté : nb = 2, p/D=0,5 En laminaire, la géométrie de l'agitateur (p et c) joue un rôle, pas en turbulent.
		double enveloppe et serpentin	0,5 à 1,02			10-1000	

**Tableau B12** : Les principales corrélations thermiques pour les systèmes d'agitation à rubans hélicoïdaux



$$Nu = f(Re, Pr, Vi, (...))$$

avec

$$Nu = \frac{h \cdot D_c}{\lambda}, \text{ nombre de Nusselt incluant le coefficient de transfert de chaleur (h)}$$

$$Re = \frac{\rho \cdot N \cdot d^2}{\mu}, \text{ nombre de Reynolds, rapport des forces d'inertie sur les forces visqueuses}$$

$$Pr = \frac{\mu \cdot C_p}{\lambda}, \text{ nombre de Prantl, prenant en compte les propriétés physiques du fluide}$$

$$Vi = \frac{\mu_m}{\mu_p}, \text{ rapport des viscosités calculées aux températures de mélange et de paroi}$$

(...) = autres groupements adimensionnels faisant intervenir les caractéristiques géométriques du système d'agitation.

### 1.2.2.3.2 Résultats expérimentaux

Les corrélations établies par les auteurs sont regroupées dans le Tableau B12. Différents commentaires peuvent être émis au vu de ce tableau :

- Quelque soit le régime d'écoulement, l'exposant du nombre de Prandtl est de 0,33, et celui de Vi de 0,14 sauf pour Kuriyama et al. (1981) où il vaut 0,2.
- En régime laminaire l'exposant du nombre de Reynolds varie de 0,17 à 0,5 ; 4 auteurs sur 6 optent néanmoins pour la valeur 0,33.
- Ce même exposant augmente en régime turbulent, où il vaut généralement 0,67, sauf en refroidissement pour Mitsubishi and Miyairi (1973) où il vaut 0,5 et pour Shamlou et Edwards (1986) où il vaut 0,6.
- La constante varie de 0,17 à 4,2, mais ici, abstraction est faite du résultat de Mitsubishi et Miyairi (1973) qui, en refroidissement font passer le fluide secondaire à l'intérieur du ruban. Dans ce cas, la constante vaut 6,6 en régime d'écoulement laminaire et 3,1 en régime turbulent ce qui tend à prouver d'après les auteurs que ce système est plus efficace.
- Les valeurs de ces exposants et de cette constante se retrouvent dans la publication de Shamlou et Edwards (1986) qui passent en revue 5 publications non citées ici.
- Il est à noter que Kuriyama et al. (1981), Shamlou et Edwards (1986) et Blasinski et Kunczewicz (1981) ont intégré dans leurs corrélations des groupes adimensionnels faisant intervenir uniquement des variables géométriques. Ils démontrent que ces paramètres influencent le transfert de chaleur comme suit :

**- rôle de l'entrefer :**

Plus l'entrefer est petit, plus le transfert de chaleur s'améliore. Ce résultat est logique car étant donné que le chauffage se fait par double enveloppe, la couche limite thermique est emportée plus aisément avec un petit entrefer.

**- Rôle du pas de l'agitateur :**

Plus le pas est petit, meilleur est le transfert de chaleur.

La relation de Kuriyama et al. (1981) indique le contraire, mais ces auteurs, contrairement aux autres n'ont pas fait varier ce pas expérimentalement.

**- Rôle du fluide utilisé :**

Mitsubishi and Miyairi (1973) ne notent aucune différence entre fluides Newtoniens et non Newtoniens. Shamlou et Edwards (1986) utilisent également la même corrélation que le fluide soit Newtonien ou non.

Ces résultats vont quelque peu à l'encontre de ceux trouvés en hydrodynamique où les auteurs notaient des différences d'écoulement entre ces deux comportements de fluide, ce qui aurait pu laisser présager des différences également au niveau du transfert de chaleur.

***1.2.2.3.3 Conclusion***

- Le transfert de chaleur en une cuve agitée mécaniquement par des rubans hélicoïdaux est décrit dans la littérature à l'aide de corrélations dont les coefficients et exposants sont voisins d'une étude à l'autre.

- Les paramètres influençant un meilleur transfert thermique sont des entrefers et des pas petits.

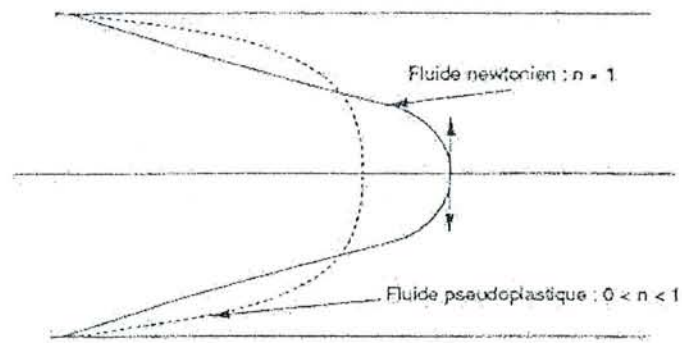
- Les auteurs utilisent les mêmes corrélations que les fluides soient Newtoniens ou non.

**1.2.3 PROCÉDE CONTINU (ECHANGEURS TUBULAIRES)**

L'avantage du procédé continu par rapport au procédé discontinu est certainement lié à un temps de séjour plus faible du produit dans l'installation. En effet, le chauffage et le refroidissement du produit se faisant par la paroi du tube et le diamètre de celui-ci étant très inférieur à celui d'une cuve, la température désirée au centre du tube est obtenue plus rapidement qu'au centre d'une cuve agitée. Ceci permet d'atteindre plus rapidement les barèmes de pasteurisation et de stérilisation à respecter.

Néanmoins, un temps de séjour minimum doit être respecté pour pasteuriser ou stériliser le produit. Dans le cas de suspensions contenant de grosses particules (15 à 25 mm de diamètre), et pour que la totalité du produit soit traitée, il faut que le centre de ces particules soit amené et maintenu à la température de traitement.

Il faut donc maîtriser les différents coefficients de transferts de chaleur de la paroi du tube au fluide, à l'interface fluide - particule et à l'intérieur de la particule pour pouvoir prédire le temps de séjour minimum dans l'installation permettant de respecter ces barèmes.



*Figure B19* : profil de vitesse dans une conduite circulaire



Cette maîtrise passe par la connaissance des paramètres influençant ces transferts de chaleur : caractéristiques physiques des produits (liquides et solides employés) et type d'écoulements engendrés par ces suspensions.

Dans les paragraphes suivants, les principales grandeurs gouvernant l'hydrodynamique et les transferts de chaleur des suspensions de produits alimentaires passant dans des échangeurs tubulaires relevés dans la littérature vont être étudiées.

### **1.2.3.1 Caractéristiques hydrodynamiques**

#### ***1.2.3.1.1 Profil de vitesse et temps de séjour sans particules***

Pour un fluide pseudoplastique ( $0 < n < 1$ ), s'écoulant en régime laminaire dans une conduite circulaire, ce profil de vitesse est décrit analytiquement par la relation suivante :

$$v_z(r) = \left( \frac{n}{n+1} \right) \left( \frac{\tau_p}{R.k} \right)^{1/n} \left( R^{\frac{n+1}{n}} - r^{\frac{n+1}{n}} \right)$$

Lorsque  $n = 1$ , on retrouve le profil parabolique classique rencontré dans le cas du fluide newtonien.

La comparaison des profils de vitesse entre un fluide Newtonien et un fluide pseudoplastique (Figure B19) montre un aplatissement de ce profil quand l'indice de comportement  $n$  diminue. La vitesse maximale dans la conduite est donc plus faible pour un fluide pseudoplastique que pour un fluide Newtonien. Cette vitesse maximale peut se calculer à l'aide de l'expression suivante :

$$\frac{v_{\max}}{\bar{v}} = \frac{3n+1}{n+1}$$

où  $\bar{v}$  est la vitesse moyenne de passage :

$$\bar{v} = \frac{Q}{\pi.R^2}$$

Le rapport  $\frac{v_{\max}}{\bar{v}}$  est égal à 2 pour un fluide Newtonien et il diminue quand  $n$  diminue.

Ce rapport tend vers un quand  $n$  tend vers zéro; l'écoulement tend alors vers l'écoulement piston idéal (profil de vitesse uniforme).

#### ***1.2.3.1.2 Profil de vitesse et temps de séjour avec particules***

L'allure du profil de vitesse précédemment décrit fait qu'en présence de particules, ces dernières peuvent avoir chacune des vitesses de circulation différentes dans l'installation. Pour

	Fluide type/viscosité (k en Pa.s <sup>n</sup> )	Particules			Mélange vitesse moyenne (m.s <sup>-1</sup> )	Tube diamètre (mm)	Résultats
		Type	Diamètre ou arête (mm)	Concentration			
Salengke et Sastry (1994)	CMC / k=0,297, n=0,7025	cylindre de gel d'agar	d=h=11	20/20 v/v	0,38 0,47 0,56	47 (tube courbe de 220mm de rayon)	TSP <sub>moy</sub> diminue avec augmentation taille particules $\bar{V}_p > \bar{V}_{p+f}$ Ecart type + petit qd grandes particules (on tend vers écoulement piston) et qd Q augmente
Lee et al.(1995)	Eau / 0,001 Pa.s	cubes de pommes de terre	12,7	0-10-20-30	0,22	52,5	$1.057 < \frac{\bar{V}_p}{\bar{V}_f} < 1.081$ (augmente légèrement qd C <sub>p</sub> augmente) dispersion + petite qd C <sub>p</sub> augmente
Chandarana et Unverferth (1996)	Amidon / k=3,1-3,86, n=0,45-0,47 (à 120°C)	cubes de pommes de terre + alginate	12,7	15 w/w	0,21	47.5	En laminaire $\frac{\bar{V}_{p\max}}{\bar{V}_{p+f}} = 2$
Tucker et Heydon (1998)	essais pilote Amidon 5% / k=8.29 à 19.71, n=0,23 à 0,36 (50°C) essais industriels / k=10,52 à 17,5, n=0,31 à 0,39 (50°C)	cubes de carottes  cubes de pêches	9  9	5-10-15-22,5 w/w  30w/w	0,147  0,104	34  48.2	TSP <sub>refroid</sub> < TSP <sub>chauffe</sub> TSP <sub>tubes spirales</sub> < TSP <sub>tubes lisses</sub> qd viscosité augmente, TSP <sub>moy,max,min</sub> diminuent TSP <sub>New calculé</sub> < TSP <sub>pseudo calculé</sub> < TSP <sub>expérimental</sub>
Fairhurst et Pain (1999)	CMC / 0,029 à 0,507 Pa.s	billes d'alginate	5-10	16 à 51 w/w	77 - 150 - 230	48	4 types de DTS dont un écoulement bimodal région annulaire et région centrale $\frac{\bar{V}_p}{\bar{V}_{p+f}}$ diminue quand C <sub>p</sub> augmente

**Tableau B13 :** Quelques résultats sur la dispersion des temps de séjour des particules en écoulement dans un tube.

pouvoir stériliser ou pasteuriser efficacement ces morceaux les auteurs cherchent à connaître leur temps de séjour dans l'installation. L'analyse des temps de séjour se fait par différentes méthodes expérimentales, elle aboutit à la distribution des temps de séjour, où les grandeurs principales très utiles en pratique sont les temps de séjour de particules minimal, moyen et maximal. ( $TSP_{\min, \text{ moy, max}}$ ) et la dispersion des temps de séjour ( $\sigma^2$ ). Ces distributions sont directement reliées aux vitesses maximale, moyenne et minimale des particules ( $v_{p\text{max}}, \bar{v}_p, v_{p\text{min}}$ ).

Le tableau B13 résume les conditions opératoires et les résultats principaux de différents tests réalisés sur des suspensions contenant de grosses particules passant dans des échangeurs tubulaires relevés dans la littérature.

Les résultats majeurs sont les suivants :

#### □ **Vitesse des particules**

- La vitesse moyenne des particules ( $\bar{v}_p$ ) est supérieure à la vitesse moyenne de la suspension ( $\bar{v}_{p+f}$ ), donc à la vitesse moyenne du fluide. Cela vient du fait que les particules (dont la densité est proche de celle du fluide porteur) tendent à se placer vers le centre du tube, c'est à dire la ou la résistance à l'écoulement est la plus faible, et où les vitesses locales sont les plus importantes (voir profils de vitesse décrits plus haut).
- Avec l'augmentation de la fraction solide, le rapport de vitesse ( $\frac{\bar{v}_p}{\bar{v}_{p+f}}$ ) s'accroît légèrement d'après Lee et al. (1995) qui utilisent de l'eau comme fluide porteur alors qu'il diminue pour Fairhurst et Pain (1999) qui utilisent une solution à base de CMC.

#### □ **Dispersion des particules**

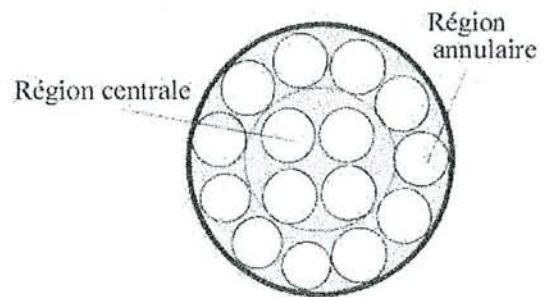
La dispersion des temps de séjour des particules diminue avec l'augmentation de leur taille, de leur concentration et du débit.

Fairhurst et Pain (1999) démontrent que pour une fraction solide (billes d'alginate de 10mm de diamètre) inférieure à 40-45% l'écoulement est bimodal (Figure B20), c'est à dire composé d'une région centrale d'écoulement rapide des particules, et d'une région annulaire où l'écoulement est plus lent. Pour des particules de 5mm de diamètre le phénomène se reproduit, mais pour des fractions solides différentes les deux régions ont des tailles différentes (non précisées).

#### □ **Rôle de la viscosité**

L'augmentation de la viscosité entraîne pour les particules une diminution des temps de séjour moyen, minimum et maximum (Tucker et Heydon (1998)).





*Figure B20* : Répartition des particules lors d'un écoulement bimodal (Fairhurst et Pain (1999)).

### 1.2.3.1.3 Conclusion

Les études récentes réalisées sur les suspensions à fortes concentrations de grosses particules permettent de caractériser le rôle des différents paramètres influant sur les temps de séjour de ces particules. Mais le nombre élevé de ces paramètres et les actions du type interactions particule-particule ou particule-paroi obligent encore à passer par l'expérience pour définir ces temps de séjour. Aucun modèle complet de prédiction de la dispersion des temps de séjour n'existe encore à ce jour.

### 1.2.3.2 Transferts thermiques

Lors d'un traitement thermique de suspensions par échangeurs tubulaires, le transfert de chaleur se fait par convection de la paroi du tube au fluide porteur, puis du fluide porteur à la surface de la particule, puis par conduction de la surface vers le centre de la particule.

Le process doit donc durer jusqu'à ce que le cœur de la particule soit traité.

Si la conductivité thermique ( $k_p$ ) dans la particule est faible, la durée de conduction est longue, c'est elle qui va déterminer la durée du process. Si cette conductivité thermique est forte, la durée de conduction dans la particule est courte, c'est le coefficient de transfert de chaleur du fluide à la paroi de la particule ( $h_{fp}$ ) qui va déterminer la durée du process.

Le nombre de Biot exprime cette dualité ; ce nombre est en effet défini par :

$$Bi = \frac{h_{fp} \cdot x}{k_p}$$

Si  $Bi < 0,1$ , la résistance interne de la particule est faible ( $k_p$  grand) :  $h_{fp}$  gouverne donc la durée du transfert de chaleur.

Si  $Bi > 10$ , la résistance interne de la particule est forte, c'est elle qui gouverne la durée du transfert de chaleur.

Si  $0,1 < Bi < 10$ , il y a compétition entre  $k_p$  et  $h_{fp}$ .

#### 1.2.3.2.1 Equation de la chaleur

Les équations de la chaleur permettant d'atteindre la température au cœur de la particule ( $\theta_{pa}$ ) sont de deux types :

- 1) Si la résistance interne de la particule est négligeable ( $Bi$  tend vers zéro), le flux thermique à travers l'interface fluide-particule (Loi de Newton) est égal au flux thermique augmentant la température de la particule pendant le même instant :

$$\Phi = h_{fp} \cdot A_p \cdot (\theta_f - \theta_{pa}) = m_p \cdot C_p \cdot \left(\frac{d\theta}{dt}\right)$$

Par intégration, la solution est :

$$\frac{m_p C_p}{A_p} \ln \left( \frac{\theta_{pa} - \theta_{fl}}{\theta_{pa0} - \theta_{fl}} \right) = -h_{fp} t$$

2) Si la résistance interne de la particule n'est pas négligeable, il faut prendre en compte la conduction dans la particule.

Par exemple dans le cas d'une particule sphérique (Astrom et Bark 1994); l'équation de conduction s'écrit (en coordonnées sphériques) :

$$\frac{\partial^2 (r\theta_{pa})}{\partial r^2} = \frac{1}{\alpha_p} \frac{\partial (r\theta_{pa})}{\partial t}$$

avec pour condition initiale

$$\theta_{pa}(r,0) = \theta_{pa0}$$

et pour condition aux limites

$$-k_p \left[ \frac{\partial \theta_{pa}}{\partial r} \right]_{r=R} = h_{fp} [\theta_{pa}(R,t) - \theta_{fl}]$$

La principale difficulté réside dans la connaissance et la détermination du coefficient de transfert de chaleur à l'interface,  $h_{fp}$ .

#### 1.2.3.2.2 Détermination de $h_{fp}$

Les auteurs déterminent le coefficient de transfert de chaleur à l'interface fluide/particules soit en se servant des équations de la chaleur décrites ci-dessus (report des valeurs des paramètres et des températures expérimentaux dans ces équations de la chaleur), soit en utilisant les corrélations sous formes adimensionnelles existantes.

Dans ce cas, le coefficient  $h_{fp}$  est explicité dans le nombre de Nusselt.

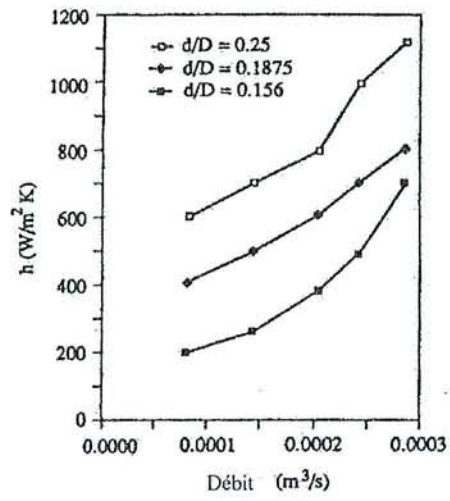
$$Nu = \frac{h_{fp} L}{k_f}$$

et les relations obtenues sont du type :

$$Nu = Nu(Re, Pr, Gr, Fr, \dots)$$

Dans une récente revue bibliographique (123 références), portant sur le transfert de chaleur entre fluide et particules dans le cas de suspensions alimentaires contenant de grosses particules, Barigou et al. (1998) recensent les méthodes, les difficultés à prendre en compte et les corrélations obtenues lors du calcul de  $h_{fp}$ . Les conclusions tirées de cette revue sont décrites dans le paragraphe suivant.





*Figure B21* : Evolution du coefficient de transfert de chaleur fluide-particule avec la taille des particules (Mwangi et al. (1993)).

### *1.2.3.2.3 Paramètres influençant le coefficient de transfert de chaleur à l'interface fluide/particules*

#### Vitesse de glissement

Comme cela a été vu dans le paragraphe précédent, les particules ont une vitesse moyenne supérieure à celle du fluide, ce qui entraîne une vitesse de glissement fluide/particule de l'ordre de  $0,1$  à  $1 \text{ cm.s}^{-1}$ ; cela se traduit par une augmentation de la convection à l'interface fluide/particule et donc par une augmentation du coefficient  $h_{fp}$  qui peut être significative.

#### Vitesse de rotation

En plus de cette vitesse de glissement par translation, la rotation de la particule demeure possible (vitesse angulaire maximum de  $2\text{s}^{-1}$ ), mais cette possibilité de rotation est à confirmer dans le cas de fortes concentrations en particules.

#### Viscosité du fluide porteur

Tous les auteurs reportent une diminution de  $h_{fp}$  avec l'augmentation de la viscosité du fluide porteur. Par exemple, Lenz et Lund (1978) obtiennent des valeurs de  $h_{fp}$  plus basses de 60% dans une solution de sucrose que dans l'eau. Chandarana et al. (1990) obtiennent quant à eux pour des cubes d'aluminium dans de l'eau des  $h_{fp}$  de 65,67 à 107,11  $\text{W.m}^{-2}\text{K}^{-1}$  et dans des solutions d'amidon de 55,63 à 89,5  $\text{W.m}^{-2}\text{K}^{-1}$ .

#### Concentration en particules et interaction entre particules

La concentration en particules et les interactions particule/particule sont les paramètres dont les effets sur  $h_{fp}$  sont les moins étudiés. Quand la concentration en particules est forte, des zones préférentielles d'écoulement du fluide entre les particules peuvent apparaître ce qui entraîne la naissance de zones à fortes et à faibles valeurs de  $h_{fp}$ .

Localement, les interactions entre particules peuvent perturber les lignes d'écoulement du fluide, et ainsi modifier les valeurs de  $h_{fp}$  auprès des particules adjacentes.

#### La taille des particules

La taille des particules joue un rôle important sur la valeur de  $h_{fp}$  surtout si la section de passage du tube est faible. En effet, si le rapport  $d_p/D_t$  augmente, la section d'écoulement diminue et donc  $h_{fp}$  augmente. Mwangi et al. (1993) en utilisant des particules de 8 à 12,7 mm de diamètre dans des solutions de glycérine notent ainsi une augmentation de  $h_{fp}$  avec  $d_p/D_t$  comme le montre la Figure B21.

#### Erreurs dues aux méthodes de mesure

Ces erreurs proviennent de la difficulté de connaître la température au cœur de la particule pendant son passage dans l'installation. Plusieurs méthodes de mesure ont été développées.

- Dans certaines méthodes, la particule est libre de son mouvement dans l'installation. Il est alors possible par exemple d'incorporer au préalable dans une particule une concentration de spores microbiennes connue et de voir le pourcentage de spore détruites à la fin du

Référence	Particule forme taille (mm)	fluide porteur	Plage de variation de $h_{fp}$ ( $Wm^{-2}K^{-1}$ )	gamme de Reynolds	Pr	Nu	Corrélation	méthode de mesure
Mankad et al. (1997)	Sphere 15	glycerol 83% w/w		$5 < Re_p < 97$		9-34	$Nu = 2 + 5.67 Re_p^{0.49}$	thermocouple
Zuritz et al. (1990)	Champignon (aluminium) 20,6-28.2	CMC	548-1175	0,123-1,94	1,14-7.22	17.2-50,29	$Nu = 2 + 28.37 Re^{0.233} Pr^{0.143} (d_p/d_i)^{1.787}$ $d_p = \text{diamètre du chapeau}$	thermocouple
Chandarana et Gavin (1990)	Cube (silicone)	amidon (2-3% w/w)	55.63-89.5	1,23-27.38	9.5-376,2	-	$Nu = 2 + 0,0282 Re^{1.6} Pr^{0.89}$	thermocouple
Chandarana et al. (1998)	Cube (silicone)	amidon (2-3% w/w)	55.63-89.5	5.6-141,8	40,8-1564		$Nu = 0,55 Re^{0.438} Pr^{0.349}$	

**Tableau B14 :** corrélations adimensionnelles permettant de calculer le coefficient de transfert de chaleur à l'interface fluide/particule.

\* Carboxymethylcellulose



process pour juger de l'efficacité de la stérilisation. Il est aussi possible d'entourer la particule d'un cristal liquide qui change de couleur avec la température (couleur difficile à calibrer et nécessité d'avoir un fluide transparent). Une autre méthode consiste à incorporer un quartz entrant en résonance à une certaine température (méthode précise, mais pour l'instant limitée car la taille des quartz impose des particules de grande taille).

- Dans certaines méthodes, la particule n'est pas libre de son mouvement. Il s'agit en fait d'incorporer un thermocouple jusqu'au centre de la particule (celle-ci étant fixe par rapport au tube) et de reproduire le plus fidèlement possible l'écoulement réel se produisant autour de la particule. Cette méthode est plus simple à mettre en œuvre et peut être utilisée avec des fluides opaques, mais l'écoulement est plus ou moins différent de celui se produisant dans une installation réelle.

#### *1.2.3.2.4 Corrélations retenues*

Dans la partie expérimentale qui sera présentée dans ce rapport, nous verrons que les principales caractéristiques de la suspension utilisée sont les suivantes :

Le fluide porteur à base d'amidon est très visqueux ( $10 \text{ Pa.s} < \eta < 20 \text{ Pa.s}$ ,  $0,4 < n < 0,5$ ), et les particules sont de grande taille ( $10 \text{ mm} < d_p < 20 \text{ mm}$ ,  $5 \text{ mm} < h < 10 \text{ mm}$ ).

Les corrélations adimensionnelles les plus proches des conditions expérimentales suscitées sont résumées dans le Tableau B14 (ces corrélations peuvent être retrouvées dans la revue bibliographique de Barigou et al. (1998)).

#### *1.2.3.2.5 Conclusion*

Lors d'essais industriels, pour assurer la sécurité bactériologique, la valeur  $Nu = 2$  est retenue la plupart du temps (conduction pure pour une sphère). Cette valeur correspondant à une particule à l'arrêt dans un fluide au repos entraîne des valeurs très faibles du coefficient  $h_{fp}$ . Cela conduit à des installations surdimensionnées, un traitement thermique plus long que nécessaire et donc dans bien des cas à une altération des qualités organoleptiques du produit. Les corrélations observées aboutissent à des valeurs de  $Nu$  plus élevées et donc prédisent des temps de process plus courts.

Néanmoins, le nombre de paramètres en présence et la difficulté de mesurer des températures doit inciter à la prudence (marge d'erreur) lors de l'extrapolation de ces corrélations pour paramétrer le traitement de suspensions de même type que celles rencontrées dans la littérature.

### **1.3 POSITIONNEMENT DE L'ETUDE PAR RAPPORT A CE CONTEXTE BIBLIOGRAPHIQUE**

D'un point de vue produit, la bibliographie montre que la fraise est un produit complexe de par sa structure et sa grande teneur en eau entraîne sa fragilité. Cette fragilité augmente suite

aux phases de congélation et de décongélation. De plus, le degré de maturation entraîne lui aussi des variations au niveau de la fragilité du fruit.

Lors des essais de pasteurisation et de cuisson, il faudra donc s'attendre à une importante variabilité en taille, fermeté et teneur en eau d'un lot initial de fraises à l'autre.

La littérature montre qu'un produit de type gel solide semble adapté à la réalisation de grosses particules fragiles imitant la fermeté des fraises cuites. La structure uniforme du gel doit de plus être garante d'une faible variabilité en terme de fermeté initiale des particules au départ d'un essai.

Il en va de même pour la réalisation d'un fluide porteur 'modèle', où plusieurs épaississants sont disponibles.

Les tests rhéologiques permettant de mesurer la fermeté d'un produit solide sont nombreux et largement décrits dans la littérature. Il n'existe pas de test universel, et seule l'expérience permet de déterminer le ou les tests les plus adaptés aux produits étudiés.

D'un point de vue procédés, la recherche bibliographique a été axée en premier lieu sur les systèmes d'agitation mélange équipés d'agitateurs de proximité, car la majorité des essais va être réalisée avec cette technologie. Il en ressort que les facteurs caractérisant mélange et transferts de chaleurs sont largement décrits dans la littérature. Cependant, aucune étude ne traite de suspension contenant de grosses particules fragiles ou non.

Le procédé continu est largement étudié d'un point de vue hydrodynamique et thermique. Ici, de nombreux articles concernant les suspensions de grosses particules existent, mais il n'y a pas de littérature concernant la destruction de ces particules.

**Les intérêts de la présente étude par rapport à ce contexte bibliographique sont donc :**

**De réussir à mettre au point des suspensions fortement visqueuses contenant de grosses particules fragiles imitant la suspension réelle de type 'confiture', pour avoir un produit initial aux caractéristiques physiques constantes.**

**De définir des tests de mesure de fermeté pertinents adaptés aux produits précédemment réalisés.**

**D'étudier la dégradation de ces produits lors de traitements thermiques avec les deux procédés – continu et discontinu- et ainsi, tenter d'améliorer les connaissances concernant les causes de dégradations de ces produits.**

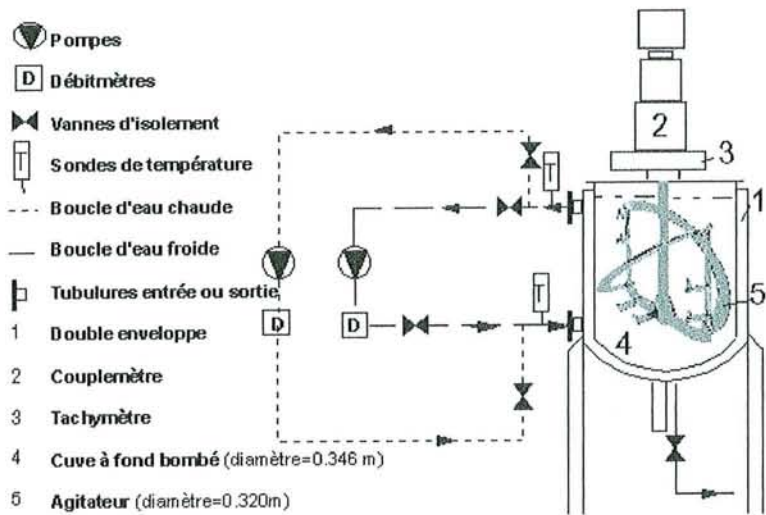
## ***CHAPITRE 2***

### ***MATERIELS ET METHODES***

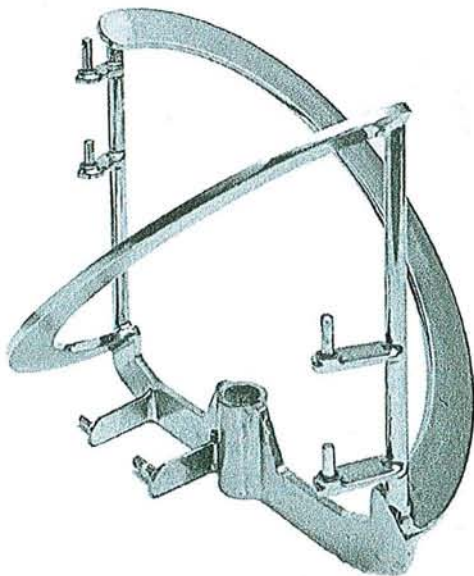




**Figure M1** :Plate-forme d'agitation-mélange



**Figure M2**: Circuit de chauffage et de refroidissement de cuve d'agitation



**Figure M3** : Mobile d'agitation Paravisc®

Paramètres géométriques	Dimensions (m)
Diamètre agitateur	0,320
Largeur du ruban	0,032
Pas de l'hélice	0,560
Hauteur de l'hélice	0,280
Hauteur de l'agitateur	0,340

**Tableau M1** : Caractéristiques géométriques du mobile d'agitation.

## **2.1 MATERIEL**

### **2.1.1 PLATEFORMES EXPERIMENTALES**

#### **2.1.1.1 Le traitement en cuve agitée**

##### ***2.1.1.1.1 Système d'agitation***

###### ***La Cuve:***

Celle-ci apparaît sur la Figure M1. Sa forme générale est une cuve cylindrique (constructeur: Ekato). Deux viroles interchangeables sont disponibles (cylindre de 0,346 m de diamètre et de 0,550 m de hauteur): pour les essais de visualisation, il est ainsi possible d'utiliser une virole transparente en Altuglass; celle-ci n'autorise que des essais en isotherme, à des températures voisines de l'ambiance. Pour les essais de chauffage et/ou de refroidissement, la virole est en acier inoxydable et pourvue d'une double enveloppe pour la circulation du fluide caloporteur (eau chaude ou eau glycolée). Cette double enveloppe est pourvue de chicanes et est isolée thermiquement. Pour les essais réalisés dans cette étude, le fluide caloporteur est toujours entré par le bas de la double enveloppe, pour éviter tout problème de remplissage (voir Figure M2).

Le fond de la cuve est bombé et possède une vanne de vidange (voir détails sur Figure M1). Le volume utile choisi est de 34 litres, ce qui correspond à une hauteur de fluide de 0,402 mètre.

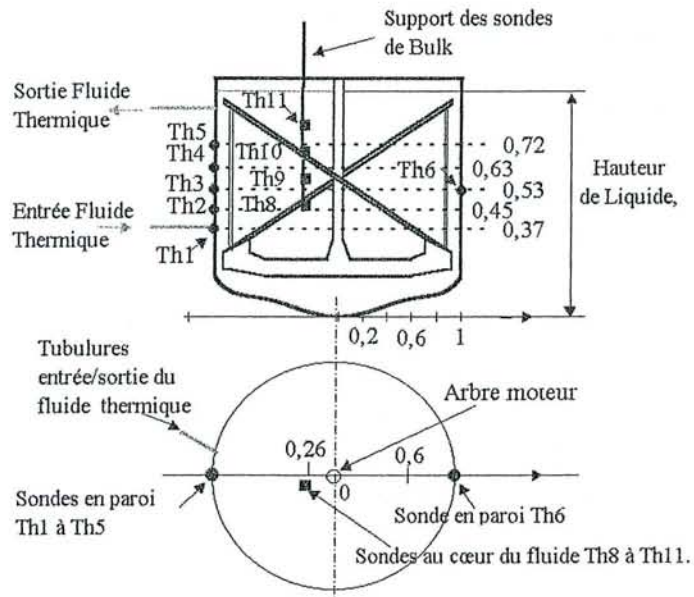
Le couvercle de la cuve supporte le moteur d'agitation, le couplemètre et le tachymètre. Il est percé de différents piquages (permettant l'insertion de différentes sondes de mesure); d'un hublot et d'une ouverture permettant par exemple d'introduire des ingrédients ou de réaliser des prélèvements.

###### ***L'agitateur:***

L'agitateur utilisé pour les essais est de type ruban hélicoïdal (système Paravisc® de la société Ekato). Il est composé de deux demi ellipses et sa partie inférieure comporte une ancre (voir Figure M3). Ces dimensions caractéristiques sont résumées dans le Tableau M1.

###### ***Motorisation:***

Pour entraîner l'agitateur, deux moteurs interchangeables de puissances différentes sont disponibles: l'un de 2,2 kW (Flender), l'autre de 3 kW (BEW. Eurodrive). La viscosité du fluide à agiter guide le choix de l'un ou l'autre de ces deux moteurs. Un variateur de fréquence (5 à 87 Hz) permet de faire varier et de contrôler la vitesse de rotation de ces moteurs. Cette vitesse de rotation est mesurée à l'aide d'un tachymètre électronique (Dimelco – Série F90) avec une précision de 3%; à noter qu'aux faibles vitesses de rotation ( $\leq 40$  trs/min) une mesure "manuelle" (à l'aide d'un chronomètre et d'un repère visible sur l'axe) est réalisée systématiquement en parallèle.



**Figure M4:** Vue de face et vue de dessus du système d'agitation : emplacements des thermocouples en paroi (Th1 à Th6) et au cœur du fluide (Th8 à Th11).



### **2.1.1.1.2 Instrumentation de la cuve**

#### **Mesure de température:**

Les capteurs de température utilisés pour l'entrée et la sortie du fluide caloporteur sont des sondes à résistance de platine (100 Ohms à 0°C, Précision :  $\pm 0,1$  °C). A l'intérieur de la cuve, des thermocouples type J, précision  $\pm 0,3$ °C) sont brasés le long de la paroi interne. Une sonde mobile (thermocouple) - dont le déplacement radial est possible de l'axe de la cuve à la face interne du ruban de l'agitateur - permet la mesure de température au sein du fluide. L'ensemble de ces capteurs ainsi que leur localisation précise apparaissent sur la Figure M4.

#### **Mesure du couple:**

Le couple est mesuré par un couplemètre à jauges de contraintes monté sur l'arbre. Il est connecté à un amplificateur de mesures AE301 pour pont de jauges HBM. Deux couplemètres différents correspondant aux plages de fonctionnement des deux moteurs ont été employés (0-20N.m et 0-100N.m), en fonction de la viscosité du fluide agité.

#### **Acquisition des données:**

Durant les essais, les températures, couple et vitesse de rotation sont acquis en temps réel à l'aide d'un système d'acquisition de données (Nokéval).

#### **Prise de vues et film:**

Certains essais réalisés en cuve transparente ont été photographiés (boîtier Nikon FA, Objectif 55mm) et/ou filmés (caméscope Canon).

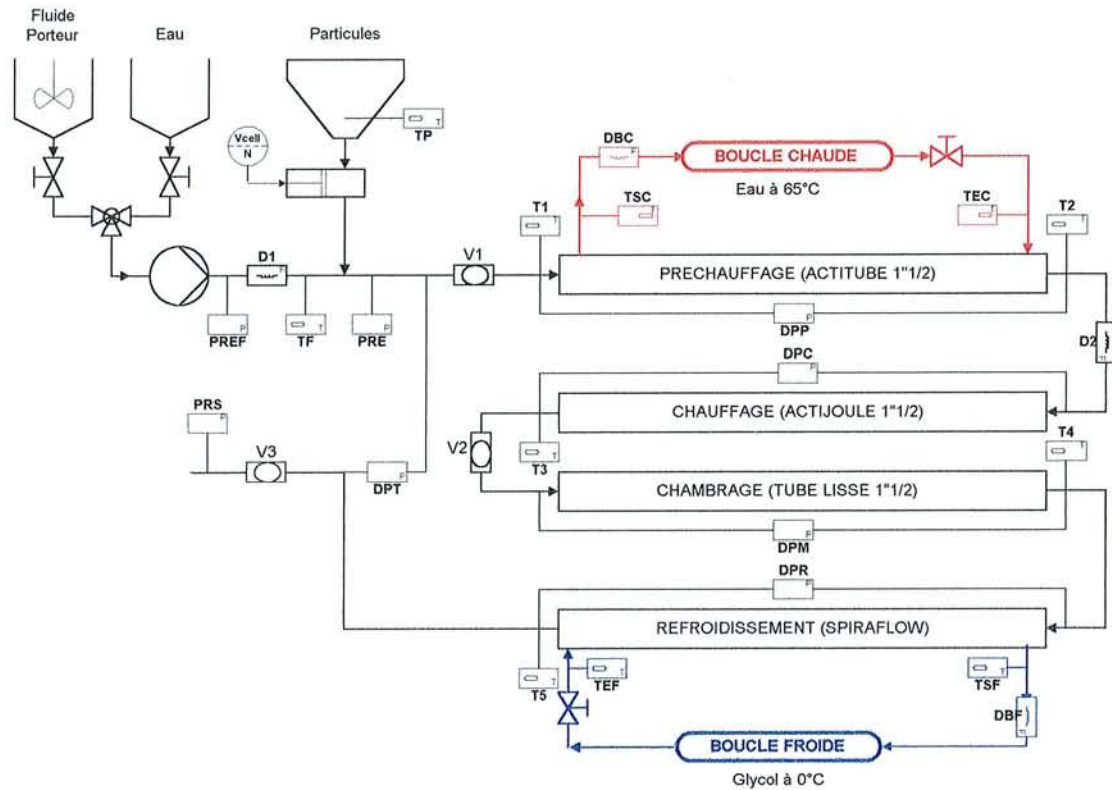
### **2.1.1.2 Ligne de traitement en continu**

#### **2.1.1.2.1 Organes principaux**

La ligne de traitement en continu mise au point pour les essais sur produits réels et modèles est représentée schématiquement sur la Figure M5.

Lors d'un essai, le fluide porteur (uniquement) est préalablement préparé dans le bac de lancement; il est pompé et refoulé dans l'installation à l'aide d'une pompe volumétrique (type PCM-Moineau). Les particules sont injectées au refoulement de la pompe volumétrique grâce à une pompe doseuse (Système PCM Dosys). Par ce système, les particules sont aspirées dans une chambre cylindrique, puis refoulées dans l'installation. Le volume de la chambre est de 72ml, et la pression de refoulement est de 6 bars. Il est à noter que la principale originalité de ce système réside dans le fait que les particules ne traversent jamais l'organe de pompage réputé destructeur pour les morceaux fragiles.

La suspension est d'abord préchauffée dans un échangeur tubulaire à contre courant, puis elle est chauffée par effet Joule dans des tubes à passage de courant ; elle est ensuite chambrée dans des tubes calorifugés, et enfin refroidie dans un échangeur tubulaire à tubes spiralés. Tous les tubes utilisés sont lisses (mis à part la zone de refroidissement composée de tubes à nervures hélicoïdales ) et ont un diamètre interne de 36mm.



DEBITS		TEMPERATURES		PRESSIONS	
Symboles	Légende	Symboles	Légende	Symboles	Légende
D1	Débit fluide porteur	TF	Température fluide porteur	PREF	Pression relative entrée fluide
D2	Débit total	T1	Température entrée préchauffage	PRE	Pression relative entrée
DBC	Débit boucle chaude	T2	Température sortie préchauffage	DPP	Différence de pression préchauffage
DBF	Débit boucle froid	TEC	Température entrée chaud	DPC	Différence de pression chauffage
		TSC	Température sortie chaud	DPM	Différence de pression chambrage
		T3	Température sortie chauffage	DPR	Différence de pression refroidissement
		T4	Température sortie chambrage	DPT	Différence de pression totale
		T5	Température sortie refroidissement	PRS	Pression relative sortie installation
		TEF	Température entrée froid		
		TSF	Température sortie froid		

**Figure M5** :Ligne de traitement en continu. Schéma de l’installation et signification des symboles



Les principales caractéristiques de chacune des zones précédemment décrites apparaissent sur le tableau M2.

Parties de l'installation	Diamètre en m	Longueur en m	Volume en m <sup>3</sup>
De la pompe à l'injecteur	0,023	2,08	0,0009
De l'Injecteur à l'entrée préchauffage :	0,036	4,85	0,0049
Préchauffage :	0,036	25,40	0,0259
De sortie préchauffage à entrée actijoule :	0,036	2,34	0,0024
Actijoule :	0,036	29,88	0,0304
Chambrage :	0,036	28,19	0,0287
Refroidisseur :	0,036	26,38	0,0269
Sortie refroidisseur :	0,036	1,95	0,0020
Longueur totale de l' installation		118,99	
Volume total :			0,1220

Tableau M2 :Caractéristiques géométriques de l'installation

#### 2.1.1.2.2 Instrumentation

##### Température:

La température est mesurée en entrée et en sortie de chaque partie de l'installation par des thermocouples (type J, précision  $\pm 0.3^{\circ}\text{C}$ ) brasés sur la paroi extérieure des tubes. Ils sont désignés par "T1, T2, T3, T4, T5" sur la Figure M5. Sur certaines sections, deux thermocouples sont brasés en haut et en bas du tube pour voir la présence éventuelle de la convection mixte que pourrait engendrer un gradient de température dans la section du tube. Dans ce cas, la température retenue pour les calculs est la moyenne des deux températures mesurées.

Les sondes de température désignées par "TF, TEC, TSC, TEF, TSF" sont des sondes de platine (100 Ohms à  $0^{\circ}\text{C}$ , précision  $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$ ) insérées dans des doigts de gant, permettant la mesure au centre de la section du tube.

##### Pression:

Les capteurs utilisés (repérés sur la Figure M5 par les initiales "PREF, PRE, DPP, DPC, DPM, DPR, DPT, PRS) - sont des capteurs de pression différentielle ou relative à membranes (précision :  $\pm 1\%$  de la pleine échelle)

##### Débit:

Les débitmètres utilisés sont des débitmètres électromagnétiques. Ils sont repérés sur la Figure M5 par les initiales "D1, D2, DBF, DBC". Ils permettent de mesurer les débits de fluides caloporteurs, du fluide porteur et de la suspension (liquide + solide) (précision :  $\pm 0,1\%$  de la pleine échelle).



### *Visualisation du produit:*

L'écoulement de la suspension est visualisé grâce à des viseurs en verre placés avant le préchauffage, après le chauffage et en sortie d'installation. Ils sont repérés sur la Figure M5 par les initiales V1, V2, V3.

### *Acquisition des données:*

Les valeurs de température, de pression et de débit sont relevées, calculées et stockées par un système d'acquisition ( $\mu$ Mac 4000 ,Analog Devices).

### **2.1.1.3 Mesures sur produit**

Différentes mesures vont être réalisées sur les particules et fluides mis au point et/ou prélevés lors des essais expérimentaux. Les appareils utilisés pour ces tests sont énumérés dans la partie suivante.

#### *2.1.1.3.1 Mesures réalisées sur les particules*

##### *Test de fermeté*

Des tests de pénétration, de compression et de compression-extrusion (cellules de Kramer, Ottawa et de back-extrusion) ont été réalisés sur les particules.

Pour les tests de pénétration, de compression et de back-extrusion une presse de traction compression de type DY30 fabriquée par Adamel Lhomargy est utilisée (précision  $\pm 0,5\%$  de la pleine échelle). Elle est pilotée par le logiciel de pilotage Autotrac.

Les plongeurs utilisés sont une sonde de section circulaire de 3mm de diamètre pour le test de pénétration et un plateau de 70mm de diamètre pour le test de pénétration. Ce même plateau est utilisé lors du test de back-extrusion; il plonge alors dans une cuve cylindrique de 80mm de diamètre, ce qui donne alors un espace annulaire de 5mm.

Les tests de cisaillement-extrusion sont réalisés à l'ISA (Institut Supérieur Agricole) avec une cellule de Kramer. Cette cellule est schématisée à la Figure B10c. Dans le cas présent, les lames attachées au piston sont au nombre de dix et font 3mm d'épaisseur.

Les tests de compression-extrusion sont réalisés à la SIAS et au CRPR. La cellule de mesure est une cellule de type "Ottawa". Cette cellule est schématisée à la figure B10b. Dans le cas présent, la cellule est cylindrique, et les trous de la grille d'extrusion font 6,5mm de diamètre. La presse de traction-compression est de type TA-XT2, fabriquée par Stable Micro Systems (précision  $\pm 0,1\%$  de la pleine échelle).

##### *Tamissage*

Le tamissage des particules avant et après la phase de refroidissement pour mesurer le pourcentage et la taille de la fraction solide se fait à l'aide de deux tamis de maille de 8 et 5mm. La méthode de tamissage est empirique mais répétable; elle est décrite au chapitre méthodes.

### *Densité*

La mesure de densité des particules se fait à l'aide d'une éprouvette graduée. Celle-ci est remplie d'un volume d'eau connu. L'ajout d'une masse connue de particules déplace le niveau d'eau. La lecture de ce niveau permet de calculer le volume des particules et donc leur densité.

### *Distribution en taille*

Pour quantifier la distribution en taille de la fraction solide, les particules sont photographiées (boîtier Nikon FA, objectif Nikon 50mm). Le cliché est ensuite analysé grâce au logiciel de traitement d'image Optimas. La méthode détaillée allant de la prise d'échantillon à l'analyse d'image est décrite dans la partie méthode.

#### **2.1.1.3.2 Mesures réalisées sur les liquides**

Les mesures appliquées aux liquides utilisés sont des mesures de viscosité, de chaleur spécifique, de conductivité thermique et de densité.

### *Viscosité*

Les courbes d'écoulement sont réalisées avec les viscosimètres à vitesse imposée Rhéomat 30 et RM260 (Mettler) (précision  $\pm 1\%$  de la pleine échelle). Les corps de mesure sont des cylindres coaxiaux. Les seuils d'écoulement sont mesurés avec un viscosimètre à contrainte imposée AR1000 (TA Instrument). Les corps de mesure sont des cônes plans. Les cônes ont un angle de  $2^\circ$  et font 4cm de diamètre.

### *Chaleur spécifique*

Pour les mesures de chaleur spécifique, le calorimètre utilisé est un micro-calorimètre différentiel de type C80 (Sétaram) (précision  $\pm 0,1\%$  de la pleine échelle).

### *Conductivité thermique*

La mesure de la conductivité thermique a été confiée à un laboratoire extérieur (HEI) (précision  $\pm 0,1\%$  de la pleine échelle). Le "conductimètre" utilisé est un prototype spécifique.

### *Densité*

La densité est mesurée par un densimètre de type DMA 45E (ANTON PAAR).

## **2.1.2. PRODUITS**

Les produits utilisés lors des essais sur les lignes continues et discontinues sont des préparations de fruits sur sucre. Le produit fini est un produit type "confiture de fraise" où les morceaux de fruits doivent être le moins détruits possible en fin de process.

Au départ du traitement, une tranche de fraise décongelée est déjà une particule très fragile. Les contraintes mécaniques, thermiques et les transferts de matière qu'elle subit lors de la pasteurisation et de la cuisson entraînent sa destruction. La complexité du fruit et sa grande variabilité d'un fruit à l'autre notamment au niveau de la fermeté et de la taille, conduisent à



une grande perte de précision lors de la recherche des causes de destruction de ce fruit. Pour augmenter cette précision, il est déjà indispensable d'avoir au départ une particule de taille et de fermeté connues de manière très précise : ce n'est qu'à cette condition qu'il sera possible par la suite d'apprécier et de quantifier sa destruction et de voir ainsi quels sont les différents facteurs favorisant cette destruction.

Cette remarque s'applique également au fluide porteur; à ce titre, il faut par exemple pouvoir faire varier la viscosité du fluide porteur et voir ainsi l'impact éventuel de cette viscosité sur la dégradation du fruit.

La démarche optant pour la réalisation de produits "modèles" solides et liquides permettant de faire varier les grandeurs précédemment citées a été retenue.

Dans le paragraphe suivant, les produits réels et modèles ainsi que la méthode utilisée pour les obtenir sont décrits.

### **2.1.2.1 Les particules et leur caractérisation**

#### ***2.1.2.1.1 Particules réelles***

##### ***Les fruits à simuler***

Les fruits utilisés lors des essais sont des fraises de la variété Senga Sengana. Après récolte, ces fraises sont découpées en tranches de 10 mm d'épaisseur, conditionnées par quantité de 10 kilogrammes dans des seaux et congelées.

#### ***2.1.2.1.2 Particules modèles***

##### ***Méthode de réalisation de particules modèles***

Pour réaliser et mettre au point ces particules modèles, la démarche suivante a été retenue:

Il faut tout d'abord réaliser une cuisson du produit réel, prélever des fraises cuites avant et après la phase de refroidissement et leur appliquer un test de mesure de fermeté. Cette fermeté, qui exprime en fait la "fragilité" du fruit cuit va servir de critère de référence.

A partir de cette référence, les particules "modèles" simulant au mieux la fermeté du fruit en fin de cuisson vont être mises au point.

Ce sont ces différentes étapes qui sont décrites dans les paragraphes suivants.

#### ***2.1.2.1.3 Définition de critères de choix***

Ces critères définissent les caractéristiques auxquelles le produit doit ou ne doit pas répondre.

Les critères retenus sont :

Fermeté : Les particules modèles doivent se situer dans la même gamme de "fragilité" que les fraises cuites.



Taille : La taille des particules doit refléter la taille moyenne des fraises lors de la phase de refroidissement.

Réalisation : Il faut pouvoir fabriquer les particules modèles en grande série, rapidement et aisément, sachant qu'un essai en cuve nécessite une moyenne de 10kg de particules et qu'un essai en continu en nécessite à peu près 100kg. Il faut en plus que les particules aient les mêmes propriétés d'une fabrication à l'autre.

Conservation : Entre la date de fabrication des particules et celle de leur utilisation pour un essai, elles doivent être conservées sans que leurs propriétés de départ ne soient altérées.

Couleur : La coloration des particules doit permettre une meilleure visualisation lors des essais et des prises de vues.

Les critères suivants n'ont par contre pas été retenus :

La fraise, comme cela a été vu dans la partie bibliographique, est un fruit à la structure hétérogène. Cette structure cellulaire complexe ne peut être reproduite. Le gel qui va servir de particule modèle va avoir une texture homogène à l'échelle macroscopique, donc différente de celle d'une fraise cuite.

De plus, les cubes de gel modèle vont être tous identiques au départ d'un essai, alors qu'une grande disparité de forme et de taille caractérise les fruits réels.

#### *2.1.2.1.4 Elaboration des particules modèles*

Pour mesurer la fermeté des fraises cuites et des différents gels réalisés, plusieurs tests ont été employés. Il s'agit des tests de compression, pénétration, compression-extrusion et cisaillement-extrusion.

Lors de la phase d'élaboration des particules modèles, les tests retenus pour mesurer la fermeté des fraises et des gels de référence sont les tests de pénétration et de compression.

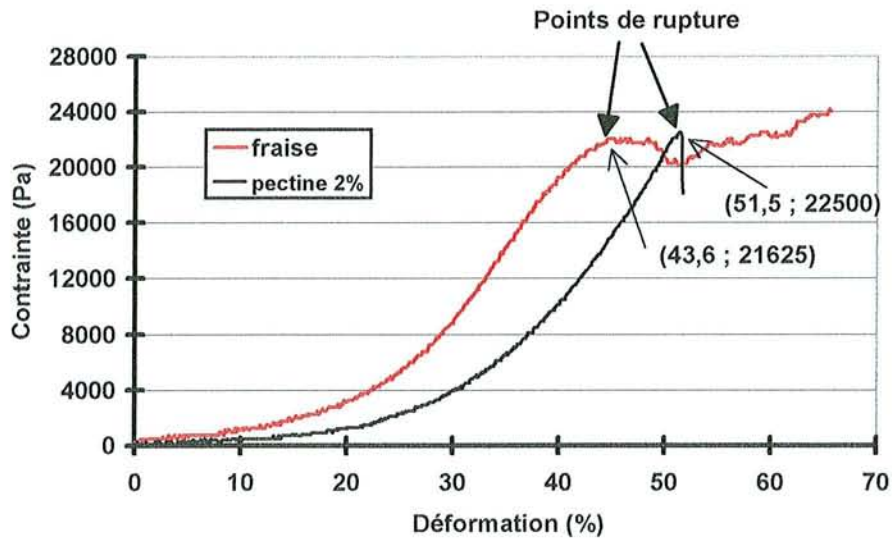
Durant les essais en cuve et en continu, les tests réalisés sur les échantillons de fraises et de particules modèles sont des tests de **pénétration** et de **compression-extrusion**.

#### *2.1.2.1.5 Test de pénétration et test de compression*

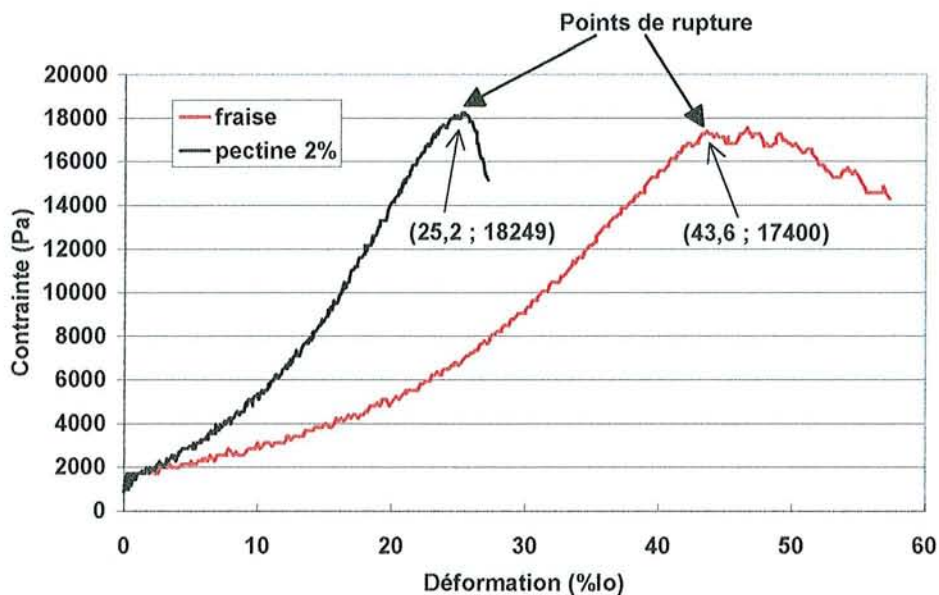
Dans le cas d'une compression uniaxiale, l'échantillon est placé entre deux plateaux et est comprimé jusqu'à la rupture à une vitesse de descente du plateau supérieur déterminée (cf. Chapitre 1).

Dans le cas d'une pénétration, l'échantillon est placé sur le plateau inférieur et est pénétré à une vitesse déterminée jusqu'à la rupture par une sonde de 3 mm de diamètre (cf. Chapitre 1).

*Mesures effectuées:*



**Figure M6:** Courbes de compression données à titre d'exemples. Comparaison entre une fraise cuite et un gel modèle de pectine. La compression est faite à la vitesse de  $10\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$ , à  $20^{\circ}\text{C}$ . La cuisson de la fraise et la composition du gel sont explicitées dans les tableaux M3 et M4.



**Figure M7:** Courbes de pénétration données à titre d'exemple. Comparaison entre une fraise cuite et un gel modèle de pectine. La méthode d'obtention de la fraise cuite et la composition du gel de pectine sont résumées dans les Tableaux M3 et M4.

Lors d'un test de pénétration ou de compression, le système d'acquisition de la presse de traction compression permet d'enregistrer la force exercée sur l'échantillon et le déplacement de la sonde à chaque instant.

L'exploitation des données se traduit alors par un graphe exprimant l'évolution de la contrainte appliquée à l'échantillon en fonction du pourcentage de déformation de cet échantillon.

- Expression de la contrainte ( $\sigma$ ) : la contrainte est le rapport de la force appliquée sur la surface de contact entre l'échantillon et la sonde.

$$\sigma = \frac{F}{S}$$

Dans le cas des tests de compression la surface de contact entre l'échantillon et la sonde augmente au cours de l'essai. Devant l'impossibilité de connaître exactement l'évolution de cette surface (La fraise cuite est un produit à la structure très complexe qui s'écrase sans suivre de loi physique précise permettant d'exprimer cette déformation). La surface de contact retenue pour les calculs et représentations graphiques est celle du départ de l'essai, quand l'échantillon n'est pas encore compressé.

Dans le cas des tests de pénétration, la surface de contact entre l'échantillon et la sonde est la section de la sonde, qui est ici de 7,069 mm<sup>2</sup>.

*Remarque :* Le fait d'utiliser la contrainte comme unité de grandeur peut permettre de comparer les deux types de tests entre eux.

- Expression du pourcentage de déformation (% $l_0$ ) :

Le pourcentage de déformation(% $l_0$ ) représente la hauteur d'échantillon compressé ( $\Delta l$ ) rapporté à la hauteur initiale ( $l_0$ ).

$$\%l_0 = \frac{\Delta l}{l_0} \times 100$$

- Paramètre de référence exprimant la fermeté :

Le paramètre retenu pour exprimer la fermeté de la particule est la contrainte à rupture. Ce paramètre est couramment utilisé comme référence de fermeté (cf. Chapitre 1).

- Vitesse de descente :

Comme cela a été vu dans la partie bibliographique, les vitesses de déplacement de la sonde utilisées lors d'un test de mesure de fermeté sont généralement comprises entre 10 et 200 mm.min<sup>-1</sup>. Des essais préliminaires, réalisés en compression sur des cubes de gel de pectine ont montré des contraintes de rupture de l'ordre de 25600 Pa en moyenne à une vitesse de 50 mm.min<sup>-1</sup>, et d'environ 20500 Pa à une vitesse de 10mm.min<sup>-1</sup>. La vitesse de 10mm.min<sup>-1</sup> est une vitesse lente, qui permet donc une plus grande relaxation des contraintes, et laisse plus de "temps d'ouverture" (Ce phénomène est décrit dans l'article de A. Bot (1996) au gel qu'une vitesse plus rapide. C'est cette vitesse qui est retenue pour les tests de fermeté de cette étude.



Produit	Composition (p/p)	Réalisation
fruits sur sucre	<ul style="list-style-type: none"> <li>• fraises (Senga sengana cubes de 10mm de côté) 40%</li> <li>• sucre 40%</li> <li>• acide citrique 0,05%</li> <li>• amidon(Firmtex) 3%</li> <li>• sorbate de potassium 0,16%</li> <li>• eau qsp 100</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• fraises décongelées + eau + agitation montée de 10 à 35°C sous 20tr.min<sup>-1</sup></li> <li>• à 50°C, +50% sucre + sorbate de K + agitation 40 tr.min<sup>-1</sup></li> <li>• à 70°C + lait d'amidon (amidon + eau) puis 50% sucre</li> <li>• à 82°C, palier de pasteurisation 15min</li> <li>• prélèvement échantillons</li> <li>• refroidissement jusqu'à 40°C</li> <li>• prélèvement échantillons</li> </ul>

**Tableau M3:** Composition et mode de fabrication du produit réel.

Produit	Composition (p/p)	Réalisation
gel d'alginate	alginate (Cecalgum S500) 0,2 ou 0,5% CaCl <sub>2</sub> 0,5% eau qsp 100	<ul style="list-style-type: none"> <li>• mélanger eau + alginate à 40°C</li> <li>• remplir boudins à dialyse</li> <li>• plonger ds eau + CaCl<sub>2</sub></li> <li>• laisser dialyser 3 heures</li> </ul>
gel de iota-carraghénane	Iota-carraghénane (SBI E407) 4% NaCl 2% eau 96%	<ul style="list-style-type: none"> <li>• eau + NaCl à 40°C</li> <li>• mélanger à carraghénane</li> </ul>
gel de gélatine	gélatine (SBI Rousselot® 150B30) 2 ; 3 ; 5% eau qsp 100	<ul style="list-style-type: none"> <li>• eau à 90°C</li> <li>• disperser gélatine puis agitation lente</li> </ul>
gel de pectine LM	pectine LM (SBI Unipectine™ OF805) 1.5 ; 2 ; 5% acide citrique 1.5% CaCl <sub>2</sub> 0.33% eau qsp 100	<ul style="list-style-type: none"> <li>• eau à 65°C</li> <li>• + CaCl<sub>2</sub></li> <li>• + Acide citrique</li> <li>• + pectine</li> </ul>

**Tableau M4:** Composition et mode de fabrication de diverses particules modèles susceptibles de simuler le produit réel.

### 2.1.2.1.6 Exemple de tests de compression et de pénétration

#### *Analyse de la mesure*

Les graphiques (Figures M6 et M7) illustrent deux tests de compression et de pénétration sur des échantillons cubiques (10mm de côté) de fraise cuite et de gel de pectine. Dans les deux cas, après une courte phase de déformation linéaire ( $\cong 10\%$ ), une déformation non linéaire du produit apparaît jusqu'à la rupture. Cette rupture est beaucoup plus nette pour le gel de pectine que pour le cube de fraise cuite.

En effet, dès que la structure gel est rompue, l'échantillon "s'ouvre " totalement et n'oppose plus de résistance à la sonde, d'où la chute brutale de la contrainte. Par contre, lorsque l'échantillon de fruit se rompt, la sonde entre en contact avec d'autres cellules du fruit qui elles sont encore intactes, d'où ces ondulations irrégulières de la courbe après la rupture.

*Remarque :* Sur les deux graphiques précédents, les contraintes à la rupture sont très proches que ce soit lors d'un test de compression uniaxiale ou lors d'un test de pénétration. La comparaison des pourcentages de déformation à la rupture entre la compression et la pénétration d'un gel de pectine, montre une rupture pour un pourcentage de déformation à peu près deux fois plus faible en pénétration (51,5% en compression contre 25.2% en pénétration). Cet écart ne se retrouve pas entre une compression et une pénétration de fraise cuite, ce qui peut s'expliquer par une distribution des contraintes différente dans le fruit et dans le gel.

- Test retenu

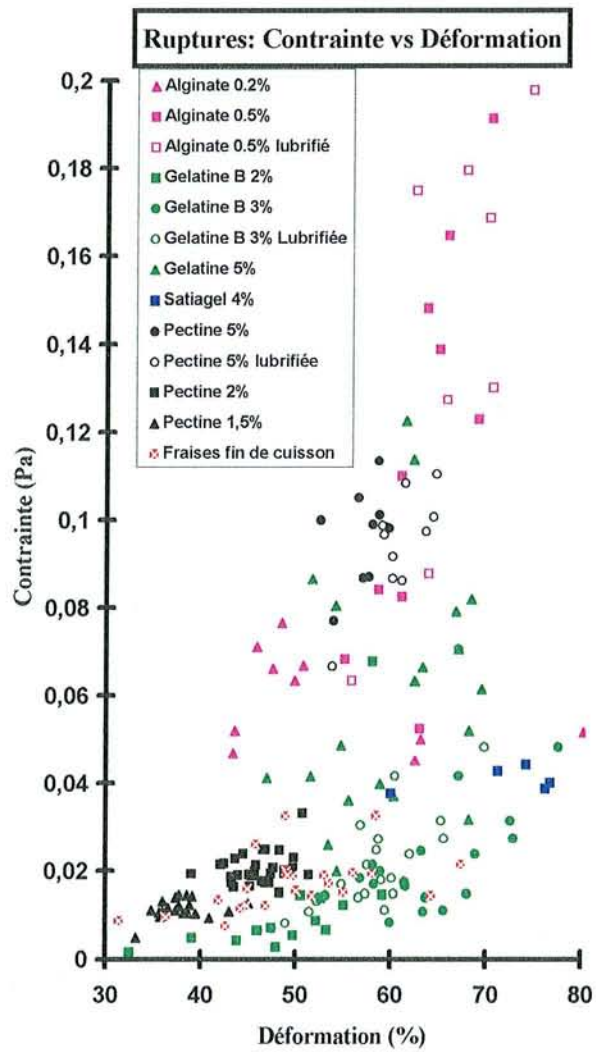
Le test retenu pour la suite de l'étude, lorsqu'il faudra comparer les particules réelles et modèles, est le **test de pénétration**. Sa pertinence est identique à celle d'un test de compression, mais il est plus rapide et certainement plus précis. En effet, pour chaque compression, il faut mesurer la surface de contact échantillon/plateau de compression. Cette mesure, faite à l'aide d'un réglet, prend du temps et n'est guère précise lorsqu'il s'agit de mesurer la surface d'un morceau de fraise cuite car celui-ci est souvent très abîmé. L'avantage du test de pénétration est que, jusqu'à la rupture du produit, la surface de contact échantillon/sonde est celle de la section de sonde (7,069mm<sup>2</sup>).

#### *Traitement des résultats*

Les coordonnées des points de rupture (contrainte – déformation au point de rupture comme indiqué sur un exemple sur la Figure M7) de chaque échantillon sont relevées pour tous les échantillons représentatifs d'un test. Ces points de rupture sont ensuite regroupés sur un même graphique sous la forme d'un nuage de points.

Pour certains tests et lorsque le gel modèle aura été choisi, un traitement du nuage de points sera réalisé (notions de valeur moyenne et d'écart type).

Le choix de ce gel modèle et ses principales caractéristiques sont décrits dans les paragraphes suivants.



**Figure M8:** Comparaison des points de rupture pour la fraise en fin de cuisson et les gels modèles testés.



### 2.1.2.1.7 Choix du gel modèle

#### *Les gels testés*

Une première série de tests de compression a été effectuée pour comparer la fermeté des fraises cuites à celle de gels susceptibles de reproduire la fragilité de ces fraises cuites. Les produits testés, leur composition et les méthodes de fabrication sont résumés dans les Tableaux M3 et M4 :

#### *Procédure de test*

Tous les échantillons à compresser sont des cubes de 10mm de côté. Ces cubes sont découpés dans la masse pour les gels et sont choisis parmi les morceaux ayant le mieux conservé leur forme cubique pour les fraises. Les surfaces de contact sont mesurées avant chaque test. Certains tests ont été réalisés avec et sans lubrification des plateaux avec de l'huile de vaseline, pour apprécier l'influence éventuelle des forces de friction échantillon/plateau sur la force nécessaire à la rupture comme cela a été vu dans la partie bibliographie.

#### *Gel modèle retenu*

Sur la Figure M8, sont rassemblés à des fins de comparaison, les points de rupture lors de compression des différents gels testés et de fraises en fin de cuisson.

Comme le montre cette Figure M8, les gels simulant le mieux la fermeté du fruit sont les gels de pectine et de gélatine. Le fait de faire varier la concentration en gélatine ou en pectine permet de se placer dans la gamme de fermeté des fraises cuites. Les meilleurs exemples sont les gels de gélatine à 3% et de pectine à 1,5% et 2%.

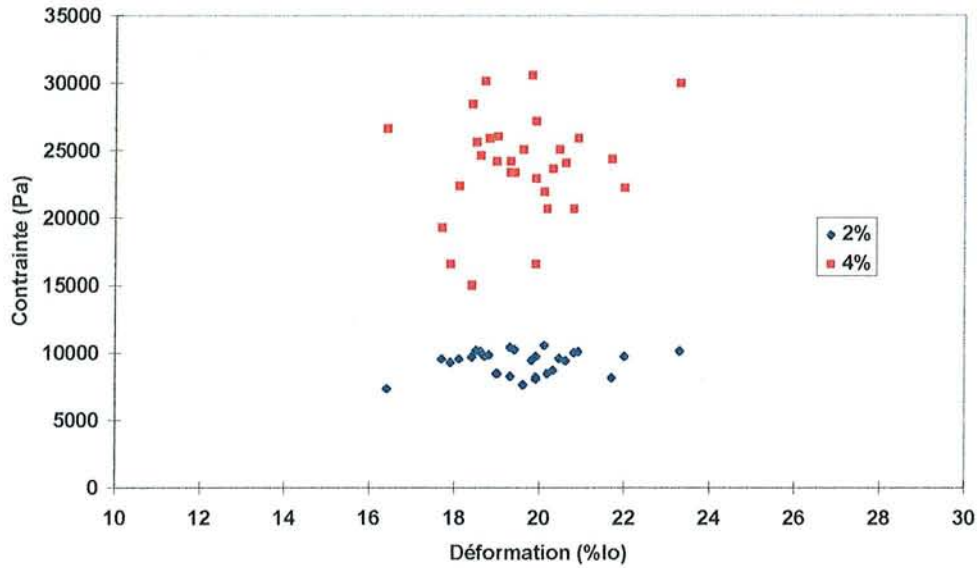
Un autre avantage pour retenir la gélatine et la pectine est la plus grande facilité de réalisation par rapport à l'alginate et aux carraghénanes. En effet, la fabrication du gel d'alginate nécessite l'utilisation de boudins à dialyse et donc le passage par les étapes de remplissage et de découpe de ces boudins, ce qui ne permet pas la production en grande série dans un laps de temps relativement court. Le carraghénane a pour principal inconvénient la grande rapidité de prise en gel (la gélification se produit dès que le gel est coulé et dès qu'il entre en contact avec l'air ambiant), ce qui rend plus difficile sa manipulation.

Il est à remarquer que le fait de lubrifier les plateaux n'entraîne pas de différence notable sur les valeurs de rupture à la compression. Cela est dû au fait que lors de la compression, le gel relargue de l'eau et donc, un film liquide apparaît aux interfaces échantillon/plateaux, empêchant ainsi la naissance de toute force de friction (Ce film liquide provenant du produit lui-même joue le rôle de lubrification).

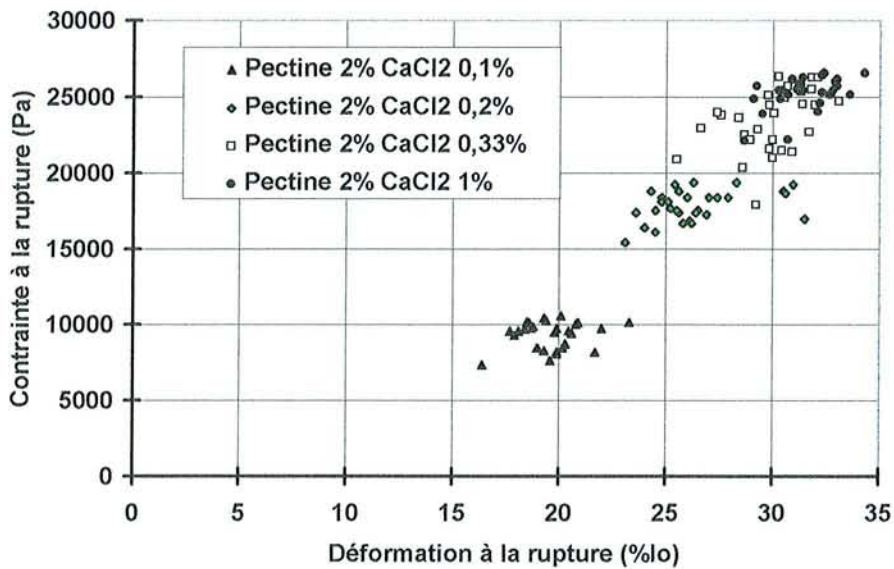
La comparaison en terme de points de rupture entre les gels de pectine et de gélatine (Figure M8) indique une plus grande dispersion pour les gels de gélatine quelle que soit la concentration en gélatine par rapport à ceux obtenus pour les gels de pectine qui eux sont très regroupés.

De plus, la découpe du gel de pectine est plus aisée que celle du gel de gélatine.

Comparaison pts rupture cubes de pectine à différentes concentrations.



**Figure M9:** Influence de la concentration en Pectine sur la fermeté des gels obtenus. Comparaison des points de rupture pour 2 concentrations en Pectine (2 et 4%). Autres composants intervenant dans la composition du gel : voir Tableau M4.



**Figure M10:** Influence de la concentration en CaCl<sub>2</sub> sur la fermeté des gels obtenus. Comparaison des points de rupture pour 4 concentrations en CaCl<sub>2</sub> (0,1, 0,2, 0,33 et 1%). Le test effectué est un test de pénétration (vitesse 10mm.min<sup>-1</sup>). La composition du gel est explicité dans le tableau M4.

En conclusion, au vu des résultats des tests de rupture et de la facilité de réalisation, le produit modèle retenu pour simuler la fermeté des fraises en fin de cuisson est donc **un gel à base de pectine**.

Il faut donc maintenant connaître plus finement les possibilités et les limites d'utilisation de ce produit modèle.

### 2.1.2.1.8 Possibilités offertes par ce gel

Maintenant que le gel de pectine est choisi comme gel de référence, il faut maîtriser les paramètres relatifs à ce gel utiles pour la suite de l'étude. Il s'agit de pouvoir mesurer précisément et de faire varier facilement la fermeté du gel, de pouvoir le fabriquer rapidement et en grande quantité tout en calibrant la taille des particules réalisées et de pouvoir le conserver sans modifier sa fermeté.

#### Fermeté

La fermeté du gel de pectine est due à sa structure type "boîte à œufs" (voir bibliographie). Plus les liaisons entre les chaînes de polymères seront nombreuses, ou plus la densité de ces chaînes sera grande, plus le gel sera ferme. La fermeté du gel augmente donc avec la concentration en pectine comme cela est illustré sur la Figure M9 et le Tableau M5. Elle augmente également avec la concentration en Chlorure de Calcium ( $\text{CaCl}_2$ ) entrant dans sa composition, comme le montrent clairement la Figure M10 et le tableau M6. Il est à noter que si la concentration en  $\text{CaCl}_2$  est trop forte, toutes les chaînes de pectine sont saturées en  $\text{CaCl}_2$ , elles ne peuvent donc plus se lier entre elles pour réaliser la structure gel: le produit obtenu dans ce cas est de type "compote".

% pectine	$\bar{\varepsilon}_r$	$\Delta\bar{\varepsilon}_r$	$\bar{\tau}_r$	$\Delta\bar{\tau}_r$
2	19,56	1,4	9312	887
4	26,74	1,93	23869	3798

*Tableau M5:* Analyse des points de rupture pour 2 concentrations en Pectine: 2 et 4% (voir Figure M9)

% $\text{CaCl}_2$	$\bar{\varepsilon}_r$ (% lo)	$\Delta\bar{\varepsilon}_r$ (% lo)	$\bar{\tau}_r$ (Pa)	$\Delta\bar{\tau}_r$ (Pa)
0,1	19,56	1,4	9312	887
0,2	26,35	2,17	17848	1022
0,33	29,93	1,72	23492	2046
1	31,55	1,4	25288	1066

*Tableau M6:* Analyse des points de rupture pour 4 concentrations en  $\text{CaCl}_2$ (voir Figure M10)





La possibilité d'ajuster relativement facilement ces deux paramètres qui sont la contrainte et la déformation à la rupture va permettre de simuler au mieux la fermeté du produit modèle par rapport à celle du produit réel.

#### 2.1.2.1.9 Gels de pectine retenus pour les essais en cuve et en continu.

##### Fermeté des fraises en fin de cuisson

La première étape nécessaire pour finaliser le choix du gel modèle est de mesurer précisément la fermeté des fraises en fin de cuisson. Pour se faire, des tests de pénétration ont été réalisés sur des échantillons de fraises prélevés avant l'essai et avant et après la phase de cuisson (la suspension de fruits sur sucre étant portée à 82°C pendant dix minutes). Les tests sont réalisés à chaud et après refroidissement des morceaux de fraise. L'impossibilité technique de maintenir le produit à 82°C lors des essais sur la presse de traction-compression fait que les tests représentant la fermeté du fruit chaud sont réalisés sur des produits dont la température se situe entre 40°C et 60°C.

Les valeurs des points de rupture obtenus dans ces conditions sont regroupées sur la Figure M11. Le résultat le plus marquant est la grande dispersion de ces points de rupture tant au niveau de la déformation de l'échantillon que de la contrainte nécessaire à la rupture (voir Tableau M7). La valeur de l'écart type est très importante dans les trois cas. Cette dispersion reflète bien l'hétérogénéité du produit réel.

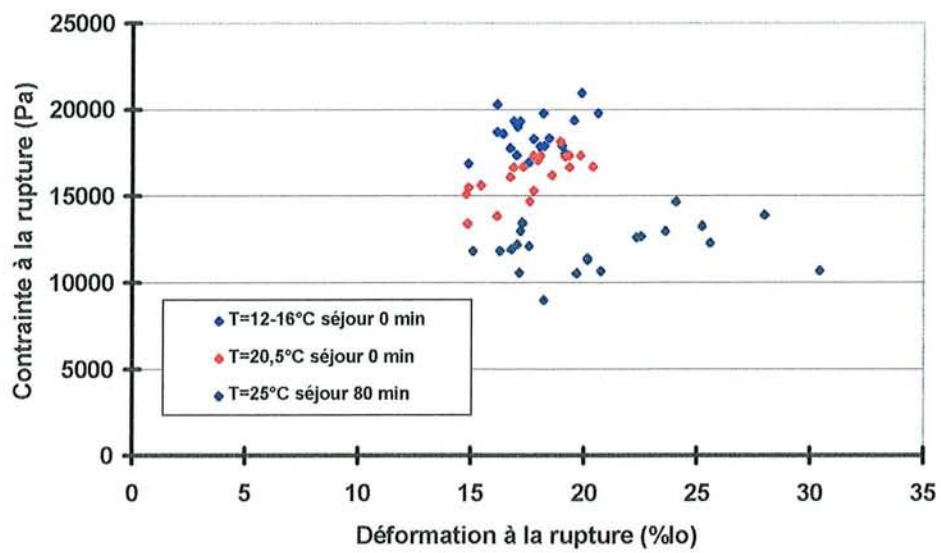
L'étude des valeurs moyennes de fermeté sur le produit cuit (voir tableau M7) indique une augmentation de fermeté de 41.5% du produit lors de la phase de refroidissement. Il faudra donc veiller à ce que, lors de leur refroidissement, les particules modèles connaissent aussi cette augmentation de fermeté.

fraise	$\bar{\varepsilon}_r$ (%lo)	$\Delta\bar{\varepsilon}_r$ (% lo)	$\bar{\tau}_r$ (Pa)	$\Delta\bar{\tau}_r$ (Pa)
Décongelées	59,5	16,8	18773	12404
40-60°C	50,1	11,6	16196	12859
23°C	54,5	11,7	22919	17951

*Tableau M7* : analyse des points de rupture pour les fraises (points expérimentaux représentés sur la figure M11).

##### Particules modèles retenues

Les particules modèles retenues pour simuler la fermeté moyenne des fraises en fin de cuisson, ont la composition présentée dans le tableau M8 :



*Figure M12* : Couples contrainte-déformation à la rupture pour le cube de gel de pectine modèle. Influence de la température.



Constituants	Quantité (p/p)
Sucre	40
CaCl <sub>2</sub>	0.09
Acide citrique	1.4
Pectine	2
Rouge de methyl	0.001
Eau distillée	qsp 100

**Tableau M8** : composition finale retenue pour les particules modèles.

Dans le paragraphe suivant, la façon dont ces particules modèles ont répondu aux principales contraintes initialement fixées, va être étudiée.

- Fermeté et température

Il à été vu précédemment que, pour que les viscosités des fluides réels et modèles coïncident lors de la phase de refroidissement, il fallait que le fluide modèle soit refroidi de 25 à 15°C (Il faut rappeler que pour le fluide réel ces températures étaient respectivement de 82 à 40°C). Il faudra donc s'assurer que ce même type de résultat soit obtenu concernant la fermeté des particules réelles et modèles. Les particules modèles doivent donc avoir une fermeté moyenne à la rupture proche de 16200 Pa en début de refroidissement (25°C) et proche de 22900 Pa en fin de refroidissement.(15°C).

La figure M12 représente une série de tests réalisés sur des cubes de pectine baignant dans une solution de fluide porteur modèle à différentes températures. Le Tableau M9 résume les données présentées sur ce graphe.

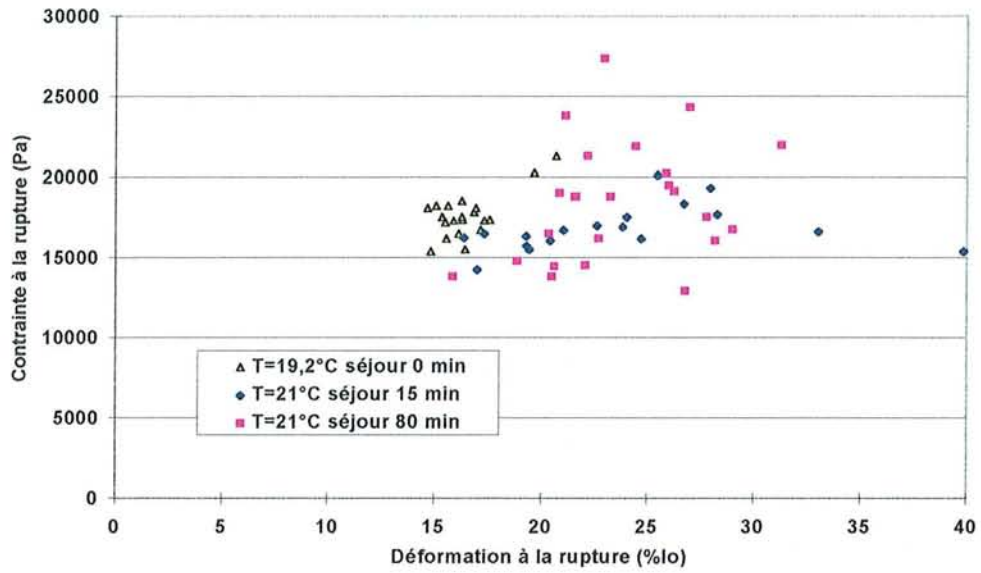
Température particules	$\bar{\epsilon}_r$ (% lo)	$\Delta\bar{\epsilon}_r$ (% lo)	$\bar{\tau}_r$ (Pa)	$\Delta\bar{\tau}_r$ (Pa)
12,5 à 16°C	17,7	1,4	18599	1124
20,5°C	17,6	1,7	16214	1260
25°C	20,7	4,2	12062	1319

**Tableau M9** : analyse des différents points rupture pour les cubes de gel de pectine à différentes températures (voir Figure M12).

Les particules modèles composées de 2% de pectine, 40% de sucre, 0.09% de CaCl<sub>2</sub> et 42.09% d'eau, ont une fermeté moyenne de 12062 Pa à 25°C et 18599 Pa entre 12.5 et 16°C. Ces valeurs sont légèrement plus faibles que celles obtenues avec les fraises en début et en fin de refroidissement, respectivement 16196 et 22919 Pa.

L'augmentation de fermeté est de 54% pour les particules modèles contre 41.5% pour les fraises ; ces deux évolutions sont donc très proches.

Le pourcentage de déformation des particules modèles (au point de rupture) est beaucoup plus faible que celui des fraises, respectivement 20.7% contre 50.05% en début de



**Figure M13 :** résultats des tests de pénétration réalisés sur des cubes de pectine en suspension dans le fluide porteur modèle. Influence des temps de séjour de ces particules dans le fluide.

refroidissement et 17.7% contre 54.46% en fin de refroidissement. Cela est dû essentiellement à la différence structurelle entre les deux produits.

Les écarts types en % de déformation et contrainte sont beaucoup plus faibles pour les produits modèles que pour les fraises. **Cet écart type plus faible traduit une meilleure reproductibilité du produit modèle, ce qui est primordial pour les essais comparatifs.**

- Transfert de matière

Lors d'une cuisson de fruits sur sucre, des transferts de matière s'opèrent. Le fruit perd de l'eau et absorbe du sucre. Ces transferts s'opèrent majoritairement pendant les phases de chauffage et de cuisson du produit. **Ils seront donc considérés comme terminés lors de la phase de refroidissement.** Pour les essais sur produits modèles il faut donc qu'il n'y ait pas de transfert de matière entre les fractions solides et liquides puisque c'est, rappelons le, uniquement la phase de refroidissement qui est étudiée.

Les concentrations en sucre (40%) et en CaCl<sub>2</sub> (0.09%) entrant dans la composition du fluide et des particules modèles sont identiques, cela afin d'éviter les transferts de matière et de conserver la fermeté du gel (des tests réalisés avec un fluide porteur ne contenant pas de CaCl<sub>2</sub> a montré une perte de fermeté des particules).

Les premiers essais de mise au point sur produits réels ont montré un temps de refroidissement de la suspension compris entre 40 et 60 minutes. Il a donc été décidé de voir quelle pouvait être l'ampleur du transfert de matière se produisant sur les particules réelles pendant 65 minutes.

La procédure employée est la suivante : la suspension modèle de cubes de gels de pectine et de fluides porteurs est préparée et maintenue agitée. Au bout de 15 minutes, un premier prélèvement de particules subit un test de pénétration. 65 minutes plus tard, un deuxième échantillon est prélevé et subit le même test. Un échantillon est aussi testé au départ de l'essai.

Les résultats de ces tests de pénétration opérés sur les trois échantillons apparaissent sur la Figure M13 et dans le Tableau M10.

Temps de séjour	$\bar{\epsilon}_r$ (%lo)	$\Delta\bar{\epsilon}_r$ (% lo)	$\bar{\tau}_r$ (Pa)	$\Delta\bar{\tau}_r$ (Pa)
0 min	16,5	1,5	17604	1392
15 min	19,4	6,2	16832	2873
80 min	23,6	3,7	18400	3712

**Tableau M10 :** analyse des tests de pénétration réalisés sur les cubes modèles présents sur la Figure M13.

Les résultats des tests indiquent une légère augmentation de la déformation à la rupture du produit initial (0 minute) par rapport au produit final (80 minutes). La fermeté diminue de 4.4% entre les cubes de gel initiaux et ceux plongés 15 minutes dans la solution : cette baisse apparaît donc comme négligeable. Durant les 65 minutes suivantes, l'augmentation de fermeté est de 9.3%. cette valeur traduit peu de changement du produit lors de l'essai du point de vue



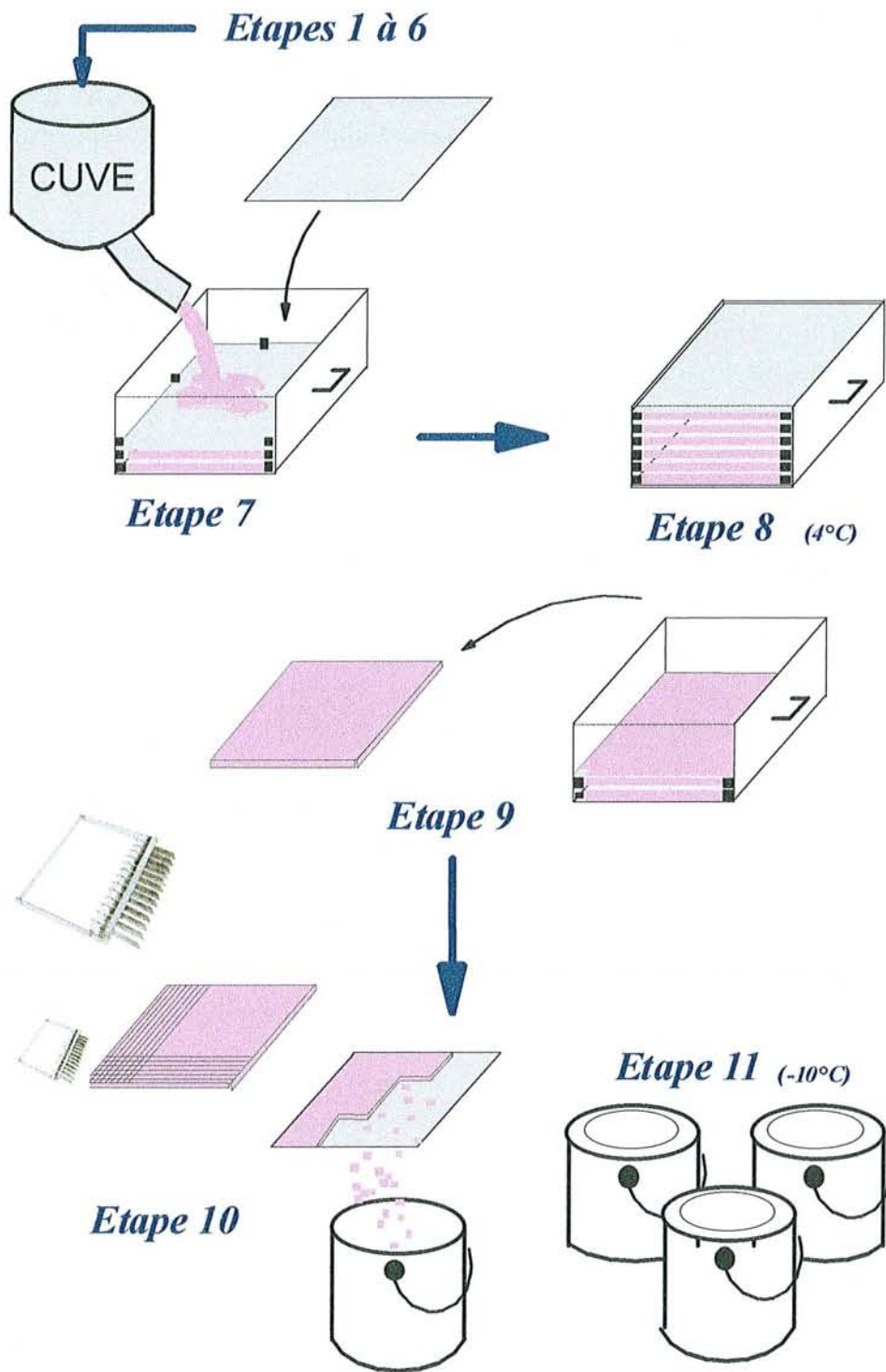


Figure M14: Etapes de la fabrication des particules modèles

fermeté, donc peu de transfert de matière. Néanmoins, des tests de fermeté seront réalisés avant et après la phase de refroidissement, à chaque essai, pour contrôler cette fermeté.

- Fabrication en grande série

*Critères à observer*

Lors de sa réalisation en laboratoire, le gel de pectine est coulé à chaud dans des bacs. Après refroidissement, le gel est découpé puis démoulé. Ces trois étapes se réalisent aisément et rapidement, ce qui est essentiel car les quantités à réaliser pour les essais sont de l'ordre de 10 kg pour les essais en cuves agitées et de 100 kg pour les essais de traitement en continu.

### ***2.1.2.1.10 Méthode de fabrication des particules modèles à l'échelle pilote***

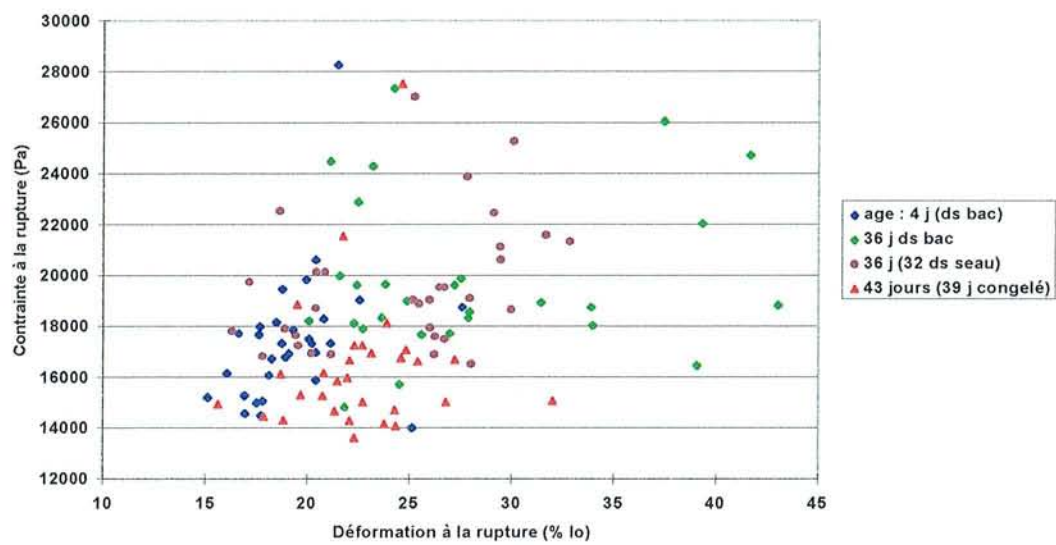
*Méthode de réalisation*

La solution de base est réalisée dans la cuve d'agitation mélange (34 litres). Les agitateurs employés sont deux hélices marines et une turbine Rushton régulièrement espacés sur l'axe. La vitesse de rotation a été fixée à 700tr.min<sup>-1</sup>.

Les étapes sont les suivantes :

- 1 L'eau est portée à 65°C
- 2 Ajout du CaCl<sub>2</sub> + mélange 1 minute
- 3 Ajout de l'acide citrique + mélange 1 minute
- 4 Ajout de la pectine + mélange 15 minutes
- 5 Ajout de rouge de méthyl (colorant) (0,001%)
- 6 Ajout très progressif du sucre (en 10 minutes) + mélange pendant 10 minutes. Pour réduire la présence de bulles dans le produit final, la vitesse de rotation est ramenée à 100 tr/mn pendant les deux dernières minutes.
- 7 Le gel est ensuite coulé à chaud dans un bac (voir Figure M14). Cette coulée est interrompue pour insérer une plaque distante de 1 cm du fond du bac. L'opération se répète. Au final, les plaques sont empilées dans le bac les unes sur les autres, espacées de 1 cm, et entre chaque plaque se trouve une couche de gel de 50 cm de côté, et de 1 cm d'épaisseur.
- 8 Refroidissement du produit pendant un minimum de 12 heures, à 4°C.
- 9 Démoulage des plaques supportant chacune une couche de gel. Pour un démoulage plus aisé, le dessous des plaques a été lubrifié (huile de vaseline) empêchant la couche de gel située en dessous de s'y coller.
- 10 Découpe des couches de gel en cubes. L'outil de découpe se compose de 25 lames de cutter parallèles espacées d'1 cm. En découpant la couche de gel dans deux directions perpendiculaire on obtient des cubes de 1 cm de côté.
- 11 Les cubes de gels obtenus sont conservés dans des seaux par quantité de 10 kg en chambre froide, à -10°C. Cette méthode de conservation a fait l'objet d'une étude spécifique.

*Remarque :* L'ajout du sucre se fait très progressivement (en 10 minutes) pour ne pas faire chuter la température du milieu en dessous de 56°C, température à laquelle une prise en gel partielle peut se produire, ce qui avait pour conséquence de faire diminuer la fermeté des particules obtenues. Certaines des préparations de particules ne respectant pas ce critère de



*Figure M15* : influence du mode de conservation sur la fermeté des particules modèles préparées. Test de pénétration à 20°C.



température minimale ont été néanmoins réalisées ; la fermeté de ces particules "non standard" a été quantifiée par tests de pénétration et elles ont été utilisées pour certains essais spécifiques qui seront précisés ultérieurement.

- Taille

L'arête des cubes "standard" fabriqués est de 10mm. L'avantage du système de découpe mis au point est la possibilité de régler facilement l'espace inter-plaques, ainsi que l'écartement de lames de l'outil de découpe.

A titre d'exemple des particules cubiques de 8mm d'arête ont été réalisées (il sera vu par la suite que cela a permis de cerner l'influence de la taille de la particule sur les performances en terme de destruction des particules).

- Conservation

Les cubes modèles étant réalisés, il faut maintenant pouvoir les conserver de la date de fabrication jusqu'à celle de l'essai sans que leur fermeté ne varie trop fortement. Trois méthodes de conservation ont été préalablement testées :

- 1) le produit est conservé dans le bac de fabrication à 4°C.
- 2) le gel est découpé (au bout de 4 jours) en cubes, mis en seau et conservé à 4°C.
- 3) il est découpé en cubes (au bout de 4 jours), mis en seau et conservé à -10°C.

La fermeté des différents cubes ainsi conservée est ensuite analysée à l'aide du test de pénétration à 20°C.

Les résultats des tests (voir Figure M15 et tableau M11) montrent par rapport au produit initial (4 jours dans bac) une augmentation du pourcentage de déformation de 44,54%, 27,34% et 16,88% respectivement pour les particules demeurées dans le bac à 4°C, celles demeurées dans le seau à 4°C et celles congelées. Pour ces trois catégories de particules et dans le même ordre, la fermeté par rapport au produit initial augmente de 14,05%, 12,35% et diminue de 6,19%.

Au vu des résultats présentés, nous avons retenu que le mode de conservation dans cette étude est la congélation à -10°C, car celui-ci ne modifie que très légèrement à la fois la déformation et la contrainte (et donc la fermeté) à la rupture des particules. Il est de plus le mode de conservation qui permet la plus faible perte en eau des particules.

Moyen de conservation	$\bar{\epsilon}_r$ (% lo)	$\Delta\bar{\epsilon}_r$ (% lo)	$\bar{\tau}_r$ (Pa)	$\Delta\bar{\tau}_r$ (Pa)
4jours dans bac de fabrication : produit initial	19,3	2,6	17414	2629
32 jours ds bac de fabrication	27,9	6,8	19860	3101
32 jours 4 °C	24,6	4,67	19565	2550
39 jours à -10°C	22,6	3,2	16336	2684

Tableau M11 : analyse des résultats présentés sur la figure M15

## **Conclusion sur les particules modèles**

Un gel modèle simulant en terme de fermeté les fraises en fin de cuisson a pu être mis au point dans cette étude. Ce gel possède sur les particules réelles plusieurs avantages qui seront utiles pour les essais. Il est réalisable facilement. Les tests de fermeté indiquent que sur un même lot de fabrication, les différences d'une particule à l'autre sont faibles. La fermeté de ce gel peut être modifiée soit en changeant la composition (teneur en pectine ou en  $\text{CaCl}_2$ ), soit en changeant le mode de fabrication (températures).

- La répétabilité lors de la fabrication est bonne en ce qui concerne la fermeté, comme cela sera démontré lors des essais (notons cependant que des différences de fermeté peuvent apparaître en fonction des lots de pectine utilisés).

- Les transferts de matière avec le fluide porteur modèle sont maîtrisés. La fabrication en grande série est possible et différentes tailles et formes de particules sont réalisables grâce à la modularité des outils utilisés.

- Enfin, sa conservation est possible sans altérer ses propriétés.

### **2.1.2.2 Les fluides et leur caractérisation**

La démarche retenue pour la mise au point du fluide porteur modèle est identique à celle adoptée pour les particules : dans un premier temps, le comportement rhéologique du fluide porteur réel est analysé et quantifié, puis les principaux critères ou paramètres à obtenir sur le fluide modèle sont définis et enfin ce fluide modèle est mis au point, en le comparant bien entendu au fluide réel.

#### ***2.1.2.2.1 Les fluides réels***

##### ***2.1.2.2.1.1 Les fluides porteurs réels et leur caractérisation rhéologique***

#### ***Réalisation du fluide porteur réel***

Le mode de fabrication du fluide réel est décrit dans le Tableau M3.

Le prélèvement du fluide porteur (c'est à dire le fluide sans les particules) s'est opéré par tamisage des échantillons récupérés avant et après refroidissement, au travers d'un tamis de maille 1mm.

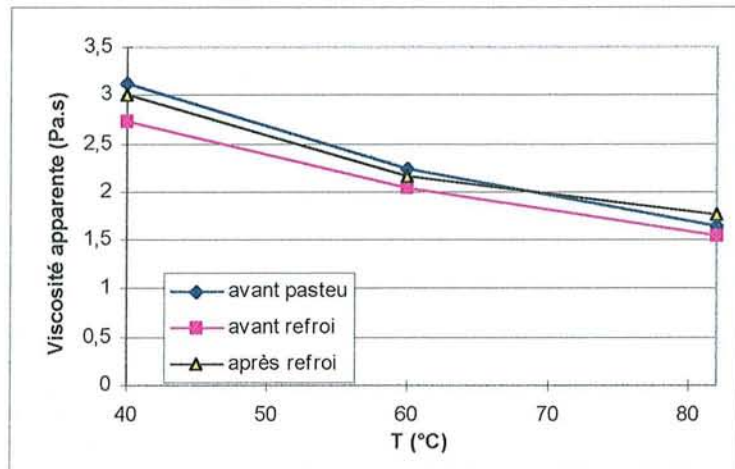
#### ***Analyse rhéologique du fluide porteur réel***

##### **Courbes d'écoulement**

##### ***Procédure***

La procédure utilisée pour l'obtention des courbes d'écoulement est la suivante :

- 1 Le produit est inséré dans le corps de mesure après avoir été mélangé.
- 2 Il est amené à la température souhaité à une vitesse de cisaillement de  $10 \text{ s}^{-1}$ . Les températures retenues sont 40, 60 et  $82^\circ\text{C}$ .
- 3 Rampe de montée : Le gradient de cisaillement est amené à  $111 \text{ s}^{-1}$  en 60s.
- 4 Plateau : Le produit reste cisailé à  $111 \text{ s}^{-1}$  pendant 60s



**Figure M16** : Evolution de la viscosité apparente du fluide porteur réel avec la température, à une vitesse de cisaillement de  $21.33s^{-1}$ . Comparaison entre les échantillons prélevés avant la phase de pasteurisation, avant et après la phase de refroidissement.



5 Rampe de descente : Le gradient de cisaillement passe de  $111\text{s}^{-1}$  à  $2.78\text{s}^{-1}$  en 1200s

Pour caractériser le comportement de ces fluides qui se sont avérés pseudoplastique, le modèle que nous avons retenu est le modèle de la loi en puissance ou loi d'Oswald :

$$\mu_a = k \cdot \dot{\gamma}^{n-1}$$

k étant l'indice de consistance et n l'indice de comportement.

*Choix d'un taux de cisaillement de référence*

**Dans un but comparatif, toutes les mesures de viscosité seront exprimées pour un taux de cisaillement de  $21,33\text{s}^{-1}$**

$$\dot{\gamma}_{\text{eq}} = K_s \cdot N = 32 \times \frac{40}{60} = 21,33\text{s}^{-1}$$

avec  $K_s = 32$  pour le système d'agitation utilisé (cf. paragraphe 1.2.2.1.3), et  $N = 40/60 \text{ tr.s}^{-1}$ , vitesse de rotation de l'agitateur choisie comme référence.

*Résultats*

Les résultats de l'analyse rhéologique du fluide porteur réel sont résumés dans le tableau M12.

Températures à $\pm 1^\circ\text{C}$	Avant pasteurisation		Avant refroidissement		Après refroidissement	
	k (Pa.s <sup>n</sup> )	n	k (Pa.s <sup>n</sup> )	n	k (Pa.s <sup>n</sup> )	n
40	16,3	0,46	13,4	0,48	16.2	0.45
60	11	0,48	9,67	0,49	11.6	0.45
82	7,57	0,50	7,77	0,47	8.88	0.47

**Tableau M12.:** Analyse rhéologique du fluide porteur réel avant la phase de pasteurisation et avant et après la phase de refroidissement.

Au vu de ces résultats et notamment des coefficients de corrélations, on peut voir que les fluides en présence sont bien des fluides pseudoplastiques, qui obéissent au modèle de la loi puissance, du moins sur la plage de cisaillement couverte.

Que cela soit avant le palier de pasteurisation, avant ou après la phase de refroidissement, l'évolution des indices de consistance et d'écoulement en fonction de la température est similaire. L'augmentation de température entraîne une chute de l'indice de consistance et une stabilité de l'indice d'écoulement.

La consistance finale du fluide porteur est due à la présence d'amidon dont les grains éclatent à une température voisine de  $70^\circ\text{C}$ , et donc pendant la phase de montée en température. Cela explique pourquoi, comme le montre la Figure M16, ne sont seulement décelés que de très faibles différences entre les trois échantillons prélevés juste avant la phase de chambrage ou pasteurisation (maintient du produit à  $82^\circ\text{C}$ ), avant et après la phase de refroidissement: durant ces 3 phases, le produit a déjà acquis sa consistance.

#### Seuil d'écoulement

*Procédure :* La détection de la présence d'un seuil d'écoulement est faite à l'aide du rhéomètre à contrainte imposée équipé du corps de mesure de type "cône-plan". La procédure

consiste à imposer des valeurs croissantes de contraintes au fluide porteur réel et de déterminer la limite au delà de laquelle un écoulement est obtenu.

*Résultats* : Les résultats des mesures indiquent la présence de seuils d'écoulement compris entre 2 et 9 Pa.

#### 2.1.2.2.1.2 Les fluides modèles

##### Définition de critères de choix

###### Comportement rhéologique

Le type de fluide modèle recherché doit à l'instar du fluide réel être un fluide au comportement pseudoplatique. dont la viscosité apparente doit évoluer avec la température et la vitesse de cisaillement comme celle du fluide réel. **Comme la phase étudiée est la phase de refroidissement, les indices de structure et d'écoulement de référence sont ceux du fluide réel avant refroidissement pour la température de 82°C et ceux du fluide réel après refroidissement pour la température de 40°C. Pour les valeurs à 60°C, les moyennes des indices k et n avant et après le refroidissement ont été retenues (voir Tableau M13).** Lors du refroidissement de 82°C à 40°C, l'indice de consistance (k) a plus que doublé (+108.5%) alors que l'indice d'écoulement n'a pratiquement pas varié (-4.3%).

T (°C)	82	60	40
k (Pa.s <sup>n</sup> )	7,77	10,64	16,2
n (-)	0,47	0,47	0,45
Viscosité apparente en Pa.s $\dot{\gamma} = 21,3 \text{ s}^{-1}$	1,53	2,10	3,01

*Tableau M13:* Valeurs des indices de consistance et de structure pour le fluide porteur réel lors de son refroidissement de 82 à 40°C.

Les valeurs de seuils observées avec le fluide réel n'ont pas été jugées significatives et de ce fait n'ont pas été retenues comme critère pour la réalisation du fluide modèle (d'où l'utilisation du modèle d'Ostwald et non pas le modèle d'Herschel-Bulkley).

##### Plage de température retenue pour le fluide modèle

Si pour le produit réel, le refroidissement s'opère entre 82 et 40°C, dans les paragraphes précédents il a été vu que les particules modèles n'étaient pas assez fermes au dessus de 30°C et au contraire trop fermes en dessous de 10°C (en comparaison toujours avec les véritables morceaux de fruits): **pour le produit modèle (fluide + particules), le refroidissement devra donc s'opérer dans cette plage de 30°C à 10°C.**

##### Fluide transparent

Certains essais isothermes sont réalisés avec la virole transparente dans le but de visualiser l'écoulement de la suspension. Pour bien visualiser les trajectoires des particules



Fluide modèle	Courbe d'écoulement (Loi d'Ostwald $\tau = k\dot{\gamma}^n$ )									Evolution des paramètres $k$ , $n$ et $\eta_a$ lors du refroidissement		
Composition	k (indice de consistance) (Pa.s <sup>n</sup> ) n (indice d'écoulement) (-) viscosité apparente (Pa.s) à 21,33s <sup>-1</sup> (domaine de validité de la loi d'Ostwald (plage de $\dot{\gamma}$ ))									-30°C à 10°C pour les fluides modèles -82°C à 40°C pour le fluide réel		
Remarque												
T (°C) (+-1°C)	30 (82°C fluide réel de réf.)			20 (60°C fluide réel de réf.)			10 (40°C fluide réel de réf.)			k (%)	n (%)	$\eta_a$ (%)
	k	n	$\eta_a$ (plage de $\dot{\gamma}$ )	k	n	$\eta_a$ (plage de $\dot{\gamma}$ )	k	n	$\eta_a$ (plage de $\dot{\gamma}$ )			
<b>Guar</b> (0,99%), <b>saccharose</b> (66,34%), eau distillée (32,7%) Fluide opaque	2,18	0,5	<b>0,47</b> (10-1000)	3,14	0,49	<b>0,66</b> (1-1000)	5,08	0,44	<b>0,92</b> (1-1000)	133	-12	95,7
<b>Guar</b> (1,5%) Eau (98,5%) Fluide opaque	24,5	0,24	<b>2,39</b> (1-1000)	30,7	0,21	<b>2,74</b> (10-1000)	35,8	0,20	<b>3,10</b> (10-1000)	46,1	-16,7	29,7
<b>Pectine HM</b> (mrs150)(1,2%) <b>Amidon CH20</b> (adipate de di-amidon acétylé) (0,35% sucre (49%) CAHPO4 (0,085%) Acide citrique (0,35%) eau distillée (48,9%) Fluide opaque	1,19	0,75	<b>0,55</b> (1-1000)	3,62	0,64	<b>1,20</b> (1-1000)	13,4	0,49	<b>2,81</b> (1-1000)	1026	-34,7	411
<b>Guar</b> (1,25%) <b>Protéines de lait</b> (1%) Eau (97,75%) Fluide opaque	10,2	0,28	<b>1,13</b> (10-1000)	12,2	0,27	<b>1,31</b> (10-1000)	14,2	0,26	<b>1,48</b> (10-1000)	39,2	-7,1	31
<b>CMC</b> (4%) eau distillée (96%) Fluide transparent	6,05	0,63	<b>1,95</b> (20-500)	8,27	0,64	<b>2,75</b> (10-200)	17,3	0,54	<b>4,23</b> (10-500)	186	-14,3	116,9
<b>Fluide réel de référence</b>	7,77	0,47	<b>1,53</b>	10,64	0,47	<b>2,10</b>	16,2	0,45	<b>3,01</b>	108	-4,3	96,7

**Tableau M14:** Paramètres rhéologiques des fluides porteurs modèles testés : Variation de ces paramètres lors du refroidissement. Comparaison avec le fluide porteur réel.



lors de l'agitation de la suspension, il est nécessaire de procéder - si sa réalisation est possible - avec un fluide porteur transparent.

### *Transfert de matière*

Pendant un essai avec produits réels, les transferts de matière entre les fraises et le fluide porteur sont de deux types. Les fraises cèdent de l'eau au fluide porteur et pendant le même temps se chargent en sucre. En phase de refroidissement, ces transferts sont quasiment terminés car un équilibre des concentrations est atteint. **Il faudra donc qu'il y ait un minimum voire aucun transfert de matière entre le fluide et les particules.**

### *Réalisation*

A l'instar des particules modèles, il faudra pouvoir réaliser le fluide porteur en grande quantité, facilement, rapidement et de façon reproductible.

### *Conservation*

Le fluide porteur modèle se doit de conserver ses propriétés physiques essentielles au cours du temps et notamment pendant le stockage.

### *Elaboration des fluides porteurs modèles*

L'élaboration des fluides porteurs modèles se fait en deux étapes et simultanément à l'élaboration des particules modèles. La première étape consiste à définir le type de fluide porteur à utiliser, c'est à dire à définir l'épaississant permettant de simuler la viscosité du fluide réel. Lors de cette étape, les particules modèles ne sont pas encore réalisées et il est décidé de simuler le refroidissement du produit réel sur une plage de température allant de 30°C à 10°C.

La seconde étape consiste à ajuster le plus finement possible la "viscosité" du produit modèle retenu à celle du produit réel. Lors de cette étape, les particules modèles sont réalisées; la forte dépendance à la température des propriétés de ces particules (fermeté essentiellement) nous a contraint à un refroidissement de 10°C seulement sur la suspension modèle. La plage de température finale retenue pour la suspension modèle est de 25°C à 15°C.

### *Première étape: choix d'un épaississant*

La première étape de l'élaboration d'un fluide modèle est le choix d'un épaississant permettant de se rapprocher des valeurs de viscosité de référence du fluide réel dans la gamme de température retenue (entre 10°C et 30°C).

Parmi les épaississants utilisés, les résultats les plus probants ont été obtenus avec de la gomme guar, de la gomme guar associé à des protéines de lait, de la pectine hautement méthoxylée associée à de l'amidon, de la gomme adragante et du carboxyméthylcellulose (CMC).

Une fois les produits réalisés, leur viscosité est analysée par une courbe d'écoulement. La courbe est modélisée par la loi d'Ostwald. Les résultats obtenus avec ces différentes préparations sont rassemblés dans le Tableau M14.

Pour une vitesse de cisaillement de 21,33 s<sup>-1</sup>, l'évolution de la viscosité apparente avec la température a été reportée sur la Figure M17 pour les différents fluides modèles testés (voir

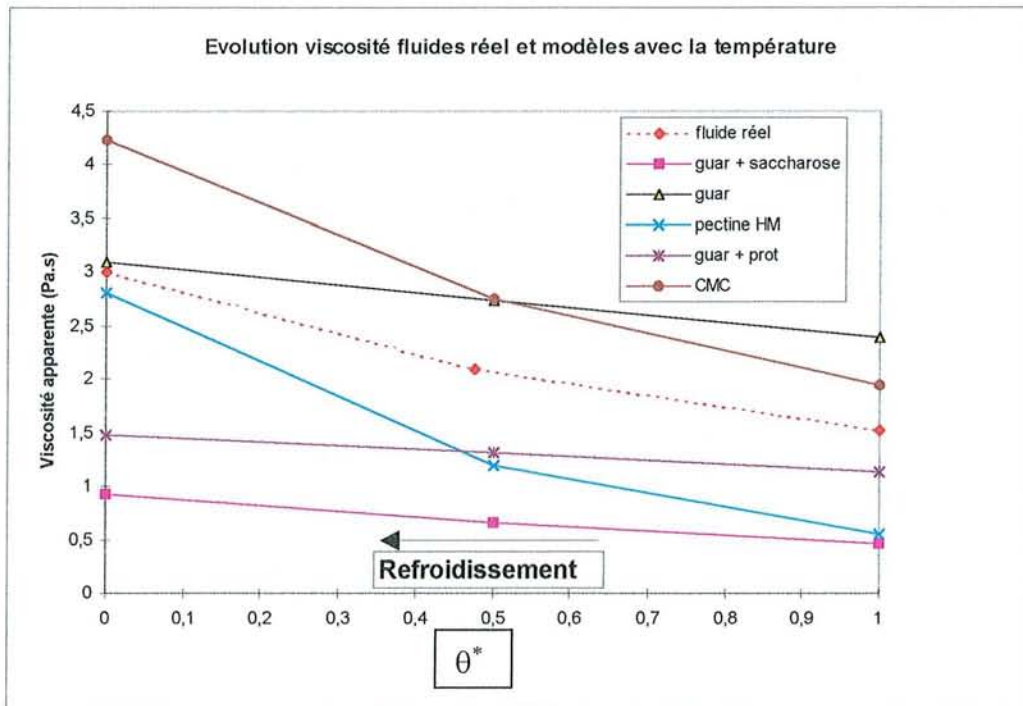


Figure M17: Evolution avec la température de la viscosité apparente (à  $21,3 \text{ s}^{-1}$ ) des différents fluides modèles testés. Comparaison avec le fluide porteur réel.

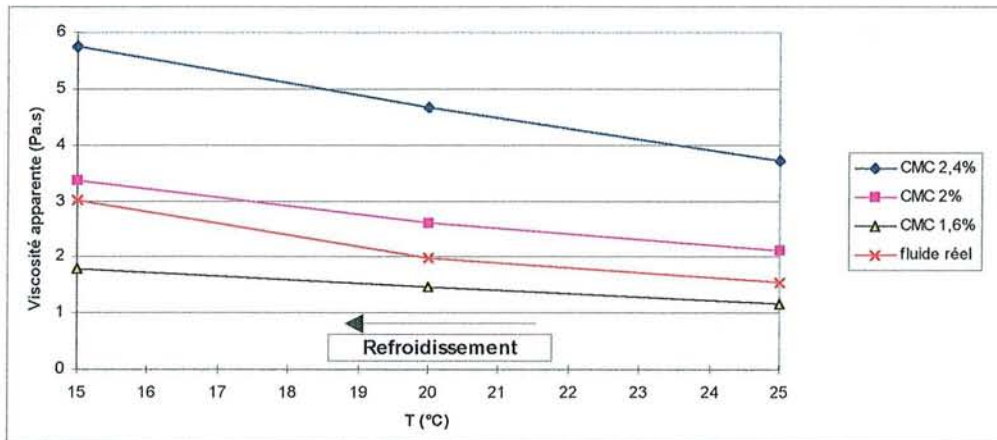


Figure M18 : Comparaison des trois fluides modèles retenus lors du refroidissement de 25 à 15°C, avec le fluide réel de référence (rapporté aux mêmes conditions de températures). La vitesse de cisaillement est de  $21,33 \text{ s}^{-1}$

Tableau M14) et pour le fluide porteur réel. Pour pouvoir visualiser plus facilement et comparer, la température a été normée de la manière suivante:

$$\theta^* = \frac{\theta - \theta_f}{\theta_i - \theta_f}$$

avec:  $\theta_i$ : température en début de refroidissement

$\theta_f$ : température en fin de refroidissement

Le Tableau M14 permet de comparer les valeurs et les évolutions des indices de consistance et de structure et la viscosité apparente des fluides modèles testés par rapport au fluide réel de référence.

#### Indice de consistance

Les valeurs d'indice de consistance les plus proches du fluide de référence (16,2 ; 10,64 ; 7,77) sont celles du fluide modèle à base de CMC (17,3 ; 8,27 ; 6,05) et celles du fluide à base de guar + protéines de lait (14,2 ; 12,2 ; 10,2). L'indice le moins bon est celui du "guar + saccharose" (5,08 ; 3,14 ; 2,18).

La meilleure évolution de cet indice par rapport au fluide de référence (108%) est celle du "guar + saccharose" (133%) devant le "CMC" (186%).

#### Indice d'écoulement

Les valeurs de l'indice d'écoulement du "guar" (0,5 ; 0,49 ; 0,44) sont quasi identiques à celles du fluide de référence (0,47 ; 0,47 ; 0,45). Celles du "CMC" sont légèrement supérieures (0,63 ; 0,64 ; 0,54)

Au cours du refroidissement, aucun des fluides modèles n'atteint la stabilité du fluide de référence (-4.3%), mais seul l'indice de structure du fluide base "pectine + amidon" subit une dérive importante (-34.7%)

#### Viscosité apparente

Le Tableau M14 et la Figure M17 permettent de visualiser l'évolution de la viscosité des différents fluides porteurs avec la température et de comparer ces évolutions avec celle du fluide réel. Les résultats obtenus pour le "guar + saccharose" sont de loin les pires (à cause de la faible valeur de l'indice de consistance).

Par contre, ce même fluide obtient la meilleure variation de viscosité (95,7%), comparée à 96.7% pour le fluide réel. Le fluide à base de CMC est bien placé aussi avec 116,9%.

#### Transparence

Seul le fluide à base de CMC est transparent, ce qui est un avantage non négligeable.

#### *Deuxième étape, fluide modèle retenu*

**Au vu des différents résultats, le fluide à base de CMC semble être celui ayant le plus de critères de similitude vis à vis du fluide réel. Il a donc été retenu pour élaborer le fluide modèle définitif. Il a fallu ensuite faire varier les proportions des ingrédients**



Fluide modèle	Ecoulement (Loi d'Oswald $\tau = k\dot{\gamma}^n$ )									Evolution des paramètres k, n et $\eta_a$ lors du refroidissement		
	k (indice de consistance) (Pa.s <sup>n</sup> ) n (indice d'écoulement) (-) <b>viscosité apparente (Pa.s) à 21,33s<sup>-1</sup></b> (domaine de validité de la loi d'Ostwald (plage de $\dot{\gamma}$ ))									c'est à dire de 25°C à 15°C pour les fluides modèles, et de 82°C à 40°C pour le fluide réel		
T (°C) (+-1°C)	25 (modèle) 82 (réel)			20 (modèle) 60 (réel)			15 (modèle) 40 (réel)			k (%)	n (%)	$\eta_a$ (%)
	k	n	$\eta_a$ (plage de $\dot{\gamma}$ )	k	n	$\eta_a$ (plage de $\dot{\gamma}$ )	k	n	$\eta_a$ (plage de $\dot{\gamma}$ )			
CMC (1,6%), eau distillée (58,31%), sucre (40%), CaCl2 (0,09%)	3,09	0,68	1,16 (20-111)	4,27	0,65	1,46 (20-111)	5,92	0,61	1,79 (20-111)	91,6	-10,3	<b>54,6</b>
CMC (2%), eau distillée (57,91%), sucre (40%), CaCl2 (0,09%)	5,44	0,69	2,11 (10-111)	8,9	0,60	2,62 (10-111)	12,2	0,58	3,37 (10-111)	124,3	-15,9	<b>60,2</b>
CMC (2,4%), eau distillée (57,51%), sucre (40%), CaCl2 (0,09%)	12,3	0,61	4,21 (10-111)	18	0,56	4,68 (10-111)	25	0,52	5,75 (10-111)	103,3	-14,8	<b>54,3</b>
Fluide réel de référence	7,77	0,47	1,53	10,64	0,47	2,10	16,2	0,45	3,01	108	-4,3	<b>96,7</b>

**Tableau M15:** Caractéristiques rhéologiques des trois fluides porteurs modèles retenus. Tous ces fluides sont à base de CMC (Carboxyméthylcellulose). Comparaison avec le fluide réel.

**entrant dans sa composition, analyser son action sur les particules modèles (transfert de matière) tout en respectant la gamme de température dans laquelle il va être utilisé (de 25°C à 15°C) pour qu'il soit ajusté au fluide de référence.**

Trois fluides ont été retenus. Leur composition et leurs caractéristiques rhéologiques sont résumées dans le Tableau M15.

### Rôle des différents ingrédients

Chaque ingrédient entrant dans la composition du fluide porteur modèle a une influence sur les caractéristiques rhéologiques de celui-ci. Ces caractéristiques sont les suivantes :

**CMC** : Le CMC permet d'épaissir le fluide et lui donne son caractère rhéofluidifiant.

**Sucre** : La présence du sucre permet d'avoir des indices d'écoulement proches (écart sur  $n < 0,1$ ) lorsque la concentration en CMC varie de 1,6% à 2,4%. **Cette concentration en sucre doit se retrouver dans les particules modèles pour qu'il n'y ait pas de transfert de matière entre les particules et le fluide modèle du au sucre.**

**CaCl<sub>2</sub>** : La concentration en CaCl<sub>2</sub>, identique à celle présente dans les particules modèles, permet également de réduire les transferts de matière entre les particules et le fluide modèle.

### Gamme de fluides modèles

Trois fluides modèles dont les caractéristiques sont résumées dans le Tableau M15 ont été retenus.

Le fait de choisir trois fluides modèles de viscosités différentes doit permettre :

- **De représenter la viscosité du fluide porteur réel.** C'est le rôle du fluide porteur contenant 2% de CMC. Sa viscosité en début et fin de refroidissement évolue de 2.11 Pa.s à 3.37Pa.s (+60.3%) contre 1.53 à 3.01 (+ 96.7%) pour le fluide réel (Figure M18).
- **De quantifier l'effet de la viscosité sur la destruction des particules.** C'est le rôle des trois fluides porteurs retenus, qui vont être utilisés dans les mêmes conditions opératoires. Les résultats de ces essais du point de vue état final des particules, indiquera l'influence de la viscosité et donc des contraintes de cisaillement susceptibles de nuire à l'intégrité des "fruits".
- **De couvrir la gamme de viscosité décrite lors de la phase de refroidissement par les essais réels;** le fluide porteur modèle contenant 1,6% de CMC représentant la limite inférieure, et le fluide modèle contenant 2,4% de CMC représentant la limite supérieure de cette gamme (Figure M18).

L'utilisation de fluides modèles permet une reproductibilité lors de la fabrication et donc une constance de la viscosité de la suspension d'un essai à l'autre. Cette précision nécessaire sera à comparer à celle obtenue avec les produits réels.

### Conclusion sur les fluides porteurs modèles

Un fluide porteur modèle a été réalisé. Il reproduit l'évolution de la viscosité du fluide réel lors de la phase de refroidissement. Sa composition interfère très peu sur la fermeté des particules modèles.

La maîtrise de la viscosité du fluide porteur modèle permet de faire varier celle-ci avec précision, dans le but de quantifier son influence sur la destruction des particules.



### **2.1.2.3 Interactions fluide/particules**

Après avoir réalisé les particules et les fluides porteurs modèles, il faut quantifier les facteurs dus au mélange de ces produits modèles. **Il s'agit de surtout de bien maîtriser les éventuels transferts de matière et la différence de densité entre les fractions solide et liquide.**

#### ***2.1.2.3.1 Transfert de matière***

La conséquence du mélange fluide-particule modèle sur la fermeté des particules est décrite dans le paragraphe 2.1.2.1.9. Un mélange à 20°C pendant 65 minutes a provoqué une augmentation de fermeté des particules modèles de 9,3%.

Le mélange pendant 40 minutes de 30% de particules modèles avec 70% de fluide porteur à 2% de CMC de viscosité 3,4 Pa.s (à un gradient de cisaillement de  $21,33s^{-1}$ ), a fait passer la viscosité de celui-ci à 3,21 Pa.s, soit une diminution de 5,6%. La prise de mesure de viscosité avant et après essai sur produit réel et modèle sera faite pour évaluer l'action des transferts de matière sur la viscosité.

#### ***2.1.2.3.2 Différence de densité et homogénéité en cuve***

L'un des problèmes majeurs se présentant lors de l'agitation-mélange des suspensions est l'homogénéité du produit pendant la durée du traitement, c'est à dire une distribution uniforme des particules dans la cuve.

Durant la phase de refroidissement, l'écart de densité entre les fraises et le fluide porteur réel est de l'ordre de 0,1. Cet écart peu entraîner des différences de concentration au sein de la cuve. Ces différences de concentration en particules, si elles existent, seront mises en évidence par la prise d'échantillons en 5 zones de la cuve (voir paragraphe 2.2.2.2.5).

Les fluides porteurs et particules modèles ont des différences de densité très faibles  $\Delta d \leq 0,02$ , car leur teneur en eau est très proche et leur teneur en sucre est identique. Pour les essais réalisés avec ces produits, la prise d'échantillons en 5 zones de la cuve sera néanmoins effectuée.

#### **2.1.2.4 Fluides utilisés pour l'identification des appareils**

Pour identifier les performances thermiques de la cuve munie de l'agitateur de proximité de type ruban hélicoïdal, trois fluides newtoniens ont été utilisés. Les propriétés physiques de ces trois fluides sont résumées dans les deux tableaux suivants. Le Tableau M16 traite de la densité, de la chaleur spécifique et de la conductivité thermique et le tableau M17 traite de la viscosité.



Fluide	$\rho$ (kg.m <sup>-3</sup> ); domaine de validité: (°C ≤ $\theta$ ≤ °C)	$C_p$ (J.kg <sup>-1</sup> .°C <sup>-1</sup> )	$\lambda$ (W.m <sup>-1</sup> .°C <sup>-1</sup> )
Fld1	-0,5018 $\theta$ + 1384 ; 5-65	2623	0,388
Fl1623	-0,4479 $\theta$ + 1424 ; 5-70	2079	0,378
G1493	-0,5399 $\theta$ + 1426 ; 5-70	2272	0,377

**Tableau MI6:** Masse volumique, chaleur spécifique et conductivité thermique des trois fluides newtoniens utilisés pour l'identification des performances thermiques du système agité.

$\mu$	Loi $\mu = f(\theta)$ $\mu$ en Pa.s et $\theta$ en °C	Domaine de validité (°C ≤ $\theta$ ≤ °C)
Fld1	24,96exp(-0,1161 $\theta$ )	3 - 19,3
	2738,3 $\theta^{-2,34}$	19,3 - 28,5
	11029 $\theta^{-2,76}$	28,5 - 83,8
Fl1623	943,4exp(-0,1719 $\theta$ )	3 - 14,7
	151183 $\theta^{-2,83}$	14,7 - 34,5
	10963762 $\theta^{-4,04}$	34,5 - 81,4
G1493	3798exp(-0,1802 $\theta$ )	2,9 - 14,77
	1398648 $\theta^{-3,18}$	14,77 - 27,74
	8142332 $\theta^{-3,71}$	27,74 - 82,9

**Tableau MI7:** Viscosité et thermodépendance de cette viscosité pour les trois fluides newtoniens utilisés pour l'identification des performances thermiques du système agité.

## 2.2 METHODES

### 2.2.1 IDENTIFICATION THERMIQUE DU SYSTEME AGITE

L'agitation mécanique de la suspension a pour but de maintenir au sein de la cuve un degré d'homogénéité suffisant pour obtenir en fin de process un produit uniforme du point de vue traitement thermique, texture et concentration en particules.

Les performances thermiques du système d'agitation utilisé (cuve munie d'une double enveloppe et agitée par un ruban hélicoïdal) doivent donc être quantifiées.

Le fluide caloporteur circule dans la double enveloppe : la chaleur se propage donc de la paroi vers le cœur du fluide. De ce fait, l'étude des performances thermiques d'un tel dispositif se ramène à celle du coefficient de transfert de chaleur entre la paroi et le fluide.

#### 2.2.1.1 Détermination du coefficient de transfert de chaleur interne ( $h_{ci}$ )

##### 2.2.1.1.1 *Définition*

Dans cette étude, la chaleur qui traverse la paroi est considérée comme se transmettant intégralement au fluide agité (l'isolation thermique autour de la double enveloppe a été vérifiée et est très efficace). Dès lors, il est possible d'écrire que le flux de chaleur qui élève la température du milieu agité de la température  $\theta_m$  à la température  $\theta_m + d\theta_m$  pendant l'intervalle de temps  $dt$  est égal au flux traversant la couche limite adjacente à la paroi pendant le même intervalle de temps. Le coefficient  $h_{ci}$  se déduit alors :

$$h_{ci} = \frac{mC_p (d\theta_m / dt)_{\theta_m}}{S(\theta_m - \theta_{paroi})}$$

Dans cette relation  $m$  est la masse du fluide,  $C_p$  sa chaleur massique,  $(d\theta_m / dt)$  la valeur de la dérivée de la courbe de chauffage ou de refroidissement (évolution de  $\theta_m$  en fonction du temps) et  $S$  la surface d'échange de la paroi interne de la double enveloppe ( $S=0,243m^2$ ).

##### 2.2.1.1.2 *Essais réalisés*

Les fluides utilisés sont les fluides Newtoniens décrits dans le chapitre matériel au paragraphe 2.1.2.4. Chaque fluide est soumis à un chauffage ( $\theta_{paroi} = 80^\circ C$ ) puis à un refroidissement ( $\theta_{paroi} = 5^\circ C$ ). L'essai dure jusqu'à l'équilibre de la température au sein de la cuve. Toutes les 15 secondes, les températures à la paroi et au cœur du fluide sont enregistrées. Les essais sont réalisés à 10, 20, 40, 60 et 80  $tr.min^{-1}$ .

Par la suite, il sera vu que l'estimation du coefficient de transfert de chaleur est faite à la fois pour le mode de chauffage et pour le mode de refroidissement.

### 2.2.1.1.3 Expression des résultats

L'exploitation des résultats aboutira à des relations classiques entre invariants de similitude ; cet aspect est détaillé dans le chapitre bibliographie au paragraphe 1.2.2.3.1. On voit que la gamme de viscosité et de vitesse de rotation a permis de couvrir une grande plage de nombres de Reynolds (entre 1 et 1000), permettant ainsi d'aborder à la fois le régime laminaire et le régime turbulent.

#### *2.2.1.1.4 Visualisation de la température de mélange grâce à la courbe de puissance*

La corrélation de la courbe de consommation de puissance newtonienne valable pour ce système d'agitation (cf. chapitre bibliographie paragraphe 1.2.2.1.6) est utilisée pour calculer la température de mélange.

La méthode utilisée est la suivante. La connaissance du couple et de la vitesse de rotation permet de calculer la puissance consommée et donc de connaître  $N_p$ . La corrélation de la courbe de consommation de puissance newtonienne permet de remonter à  $Re$ , et donc à la viscosité newtonienne. A cette viscosité, qui peut être considérée comme une viscosité moyenne représentative du fluide agité, correspond une température, appelée température "effective".

Cette température, calculée finalement à partir des mesures du couple et de la vitesse de rotation sera comparée à la température de mélange mesurée  $\theta_m$ .

## **2.2.1 ESSAIS PRODUITS REELS**

### **2.2.2.1 Buts**

La réalisation d'essais expérimentaux à l'échelle pilote avec des produits réels est indispensable pour les raisons suivantes :

- Ces essais permettent de voir s'il est possible de reproduire les essais industriels dans différentes conditions opératoires (viscosité du fluide porteur, concentration en fruit, vitesse de rotation de l'agitateur (essai en cuve) ou débit (essai continu))
- Ils permettent d'analyser l'état des morceaux de fruit et la viscosité du fluide porteur avant et après la phase de refroidissement. Il s'agit en fait de quantifier la dégradation des fruits au cours du refroidissement et de voir l'action des différentes conditions opératoires sur cette dégradation.
- Le fait de réaliser plusieurs fois un même essai doit permettre de quantifier sa répétabilité.
- Les analyses réalisées à partir de ces essais permettront aussi de collecter les données utilisées pour la mise au point de produits modèles.



## 2.2.2.2 Description d'un essai " type cuite "

### 2.2.2.2.1 Ingrédients

Les différents ingrédients et les quantités utilisés pour les essais sont résumés dans le tableau M18 suivant.

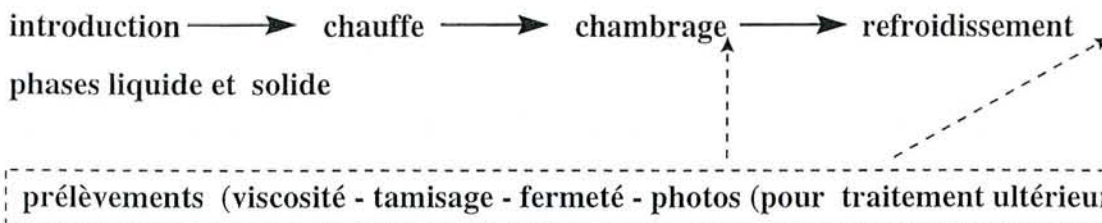
Ingrédients	Nature	Concentration % (p/p)
Fruits	Fraises Senga congelées en tranches 10 mm	40 et 60
Sucres	Saccharose	40 et 20
Epaississant	Amidon Firmtex	3 et 3.5
Régulateur pH	Acide citrique 50%	0.1
Conservateur	Sorbate de potassium 20%	0.8
Eau	Adoucie	qsp 100

*Tableau M18* : ingrédients utilisés et leurs proportions lors des essais pilote sur fluide réel.

### 2.2.2.2.2 Déroulement de l'essai

Que ce soit en cuve ou en continu, le produit doit être cuit et pasteurisé. La Figure M19 décrit schématiquement les différentes étapes permettant de réaliser ce process.

## procédure d'essai



*Figure M19* : Les différentes étapes de la préparation des produits réels type fruits sur sucre.

Ce sont ces étapes qui sont maintenant détaillées dans le cas d'un essai réalisé en cuve et d'un essai réalisé avec des échangeurs tubulaire.

**Il faut rappeler que dans ce travail, c'est la phase de refroidissement qui est essentiellement étudiée, ce qui explique les prélèvements réalisés avant et après cette phase.**

### 2.2.2.2.3 Cas de l'essai en cuve

#### Introduction des phases liquides et solides

Les fraises, décongelées au préalable (température d'introduction voisine de 0°C), et l'eau sont introduites dans la cuve sous très faible agitation (10 tr.min<sup>-1</sup>) pour ne pas détruire les fruits.

A ce stade, le cœur de la cuve est à une température comprise entre 3°C et 15°C.

### Chauffage

Pendant l'introduction des fruits et de l'eau, le chauffage par la double enveloppe est mis en œuvre. Lorsque la température au sein de la cuve dépasse 25-30°C l'agitation est portée à 20 tr.min<sup>-1</sup>.

- A 40°C, la cuve est vidangée, les fruits sont récupérés par tamisage et mis à l'étuve à 82°C. Ils seront réintroduits lors de la phase de refroidissement. Le liquide est réintroduit dans la cuve et la vitesse de rotation de l'agitateur est portée à 40 tr.min<sup>-1</sup>. Cette manipulation a pour but de ne pas détruire les fruits lors de la montée en température de ces derniers.
- A 50°C, 50% du sucre sont ajoutés (100% dans le cas où la proportion en sucre au départ est de 20%).
- A 70°C, le lait d'amidon est ajouté. Ce lait d'amidon est constitué du mélange de l'amidon avec 2,5 litres d'eau.
- A 75°C, ajout des 50% de sucre restants.
- A 82°C, ajout de l'acide citrique.

### Chambrage

Le liquide est maintenu 15 minutes à 82°C.

Les fruits sont alors sortis de l'étuve et remis en cuve. Cette opération a tendance à diminuer la température du mélange. Il faut entre 20 et 30 minutes pour que le mélange soit porté à 82°C.

### Refroidissement

Lorsque le mélange atteint 82°C, un premier prélèvement est effectué. Ensuite, le refroidissement en tant que tel débute. La double enveloppe est vidangée puis connectée au circuit de refroidissement ; le fluide secondaire est de l'eau glycolée circulant à 0°C.

Lorsque le mélange atteint 40°C, un second prélèvement est effectué.

#### ***2.2.2.2.4 Cas de l'essai en continu***

##### Introduction des phases liquide et solide

Les ingrédients composant le fluide porteur (c'est à dire tous les ingrédients sauf les fraises) sont préparés et mélangés dans le bac de lancement à la température de 40°C (voir Figure M5). Les fraises décongelées sont injectées dans l'installation par la pompe doseuse. La fréquence d'injection est préalablement réglée pour obtenir la proportion de fruits désirée (en l'occurrence 40%).

##### Chauffage

La suspension est chauffée en deux temps. Elle passe d'abord dans un échangeur de chaleur conventionnel (doubles tubes concentriques) ; sa température de sortie atteint alors 65°C. Ensuite elle est chauffée dans les tubes à passage de courant : sa température de sortie est de 95°C.

La durée totale de chauffage est de 13 minutes et 30 secondes.

## Chambrage

Le chambrage se fait dans des tubes circulaires calorifugés. Lors de ce chambrage, la température passe de 95°C à 91°C (pertes thermiques avec l'atmosphère). La durée du chambrage est de 6 minutes et 54 secondes.

## Refroidissement

Juste avant la zone de refroidissement, donc à 91°C, un prélèvement de la suspension est effectué. Le produit est refroidi à la température de 40°C en 6 minutes et 24 secondes. En fin de refroidissement, un second prélèvement est effectué.

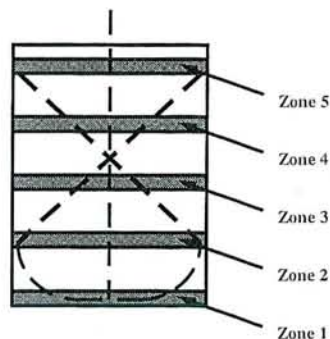
### **2.2.2.2.5 Prélèvements**

Les prélèvements d'échantillons sont effectués en début et en fin de refroidissement. La façon de prélever le produit est différente qu'il s'agisse des essais en cuve ou en continu.

#### Prélèvements lors d'un essai en cuve

Les prélèvements se font par l'intermédiaire de la vanne de vidange située en fond de cuve (voir Figure M1).

Chaque prélèvement correspond à un volume de 1 litre. Pour prendre en compte l'éventuelle hétérogénéité de la suspension dans la cuve, ces prélèvements sont réalisés en 5 endroits, représentés schématiquement sur la Figure M20.



*Figure M20* : Représentation schématique des 5 zones de la cuve où sont prélevés les échantillons destinés aux analyses ultérieures.

Le premier prélèvement a lieu dès l'ouverture de la vanne. Il correspond à la zone 1 sur la Figure M20. Ensuite une quantité de 7,25 litres s'écoule jusqu'au deuxième prélèvement. L'opération est répétée cinq fois, ce qui correspond aux cinq zones de la cuve représentées sur la Figure M20.

Le fluide non prélevé est remis en cuve et la phase de refroidissement commence. Suite à ces différents prélèvements, le volume de produit en cuve passe de 34 litres à 29 litres.

En fin de refroidissement le même type de prélèvements en cinq zones est reconduit, avec entre chaque zone un volume de fluide de 6 litres.

#### Prélèvements lors d'un essai en continu

Lors d'un essai en continu la prise d'échantillon située avant le refroidisseur s'opère en fermant la vanne située à l'entrée de celui-ci (voir Figure M5) et en ouvrant celle communiquant avec l'extérieur du circuit. Les volumes prélevés vont de 4 à 10 litres.

En fin de refroidissement, le prélèvement s'opère directement en sortie d'installation.



## **2.2.3 ESSAIS SUR PRODUITS MODELES**

### **2.2.3.1 Buts**

Les essais avec les produits modèles mis au point précédemment doivent permettre :

- De reproduire l'essai réel le plus fidèlement possible aussi bien au niveau des conditions opératoires qu'au niveau de la similitude des produits ; bien entendu les différences obtenues entre les essais sur fluides réels et modèles seront quantifiées.
- D'obtenir des essais plus reproductibles qu'avec les suspensions réelles.
- De faire varier les paramètres aisément (viscosité du fluide porteur, fermeté et taille des particules).
- De repérer la ou les causes de destruction des fruits de façon plus précise qu'avec les produits réels.
- D'extrapoler les résultats de l'échelle pilote à l'échelle industrielle.

### **2.2.3.2 Description d'un essai**

#### ***2.2.3.2.1 Ingrédients***

Les ingrédients et quantités utilisées pour les essais sur produits modèles sont présentés dans le Tableau M19 suivant.

<b>Ingrédients</b>	<b>Nature</b>	<b>Concentration (% p/p)</b>
Particules	Base pectine	20 et 30
Fluide porteur	Base CMC	80 et 70

*Tableau M19* : Composition globale des suspensions modèles utilisées. La composition précise des particules et fluide modèle est donnée par ailleurs (Tableaux M8 et M15).

#### ***2.2.3.2.2 Déroulement de l'essai***

Contrairement aux essais sur produits réels, les produits modèles préparés correspondent aux fruits et fluide réel porteur en fin de cuisson, c'est à dire au départ de la phase refroidissement. L'étape du refroidissement est donc la seule étape à reproduire. La méthode employée pour reproduire cette étape diffère entre les essais en cuve et ceux en continu.

#### ***2.2.3.2.3 Cas de l'essai en cuve***

##### ***Protocole d'essai***

Les différentes étapes réalisées lors d'un essai en cuve avec produits modèles sont les suivantes :

- 1** Remplir la cuve avec le fluide porteur et amener sa température à 26-27°C. La vitesse d'agitation utilisée est celle retenue pour l'essai.
- 2** Ajouter les particules préalablement décongelées, égouttées (légère perte en eau) et pesées.

- 3 Quant la température au sein de la cuve est de 25°C, réaliser un prélèvement (méthode identique que lors des prélèvements sur produits réels).
- 4 Refroidissement de la suspension modèle de 25°C à 15°C en 40 minutes.
- 5 Réaliser le deuxième prélèvement.

#### *2.2.3.2.4 Cas de l'essai en continu*

##### *Introduction des phases liquide et solide*

Le bac de lancement contient initialement 91,43% du volume total de fluide. Le reste du fluide porteur est mélangé aux particules décongelées et égouttées. Les proportions du mélange particules – fluide porteur sont de 80% de particules et 20% de fluide porteur. Cet ajout de liquide aux particules permet une lubrification des particules et par là même le passage sans blocage des particules par la trémie de la pompe doseuse.

Les débits de la pompe introduisant le fluide dans l'installation et de la pompe doseuse sont réglés pour obtenir un débit total de la suspension de 250l.h<sup>-1</sup>. La suspension présente dans l'installation contient 70% de fluide porteur et 30% de particules (toutes les concentrations sont données en poids).

##### *Chauffage*

Contrairement à l'essai sur produits réels, le produit n'est chauffé que grâce à l'échangeur par effet Joule. La température du mélange est portée à 27°C et l'opération de chauffage dure 7 minutes et 18 secondes.

##### *Chambrage*

Lors du chambrage en tube calorifugés, le fluide passe de 27°C à 25°C (2°C de pertes thermiques) en 3 minutes et 27 secondes.

##### *Refroidissement*

Au départ de la zone de refroidissement un prélèvement identique à celui effectué sur produit réel est effectué. Le refroidissement s'effectue en 6 minutes et 24 secondes, et la température de sortie est de 15°C. Un deuxième prélèvement est réalisé à cette température.

### **2.2.4 ANALYSES REALISEES SUR LES ECHANTILLONS PRELEVES LORS DES ESSAIS AVEC PRODUITS REELS ET MODELES EN CUVE ET EN CONTINU.**

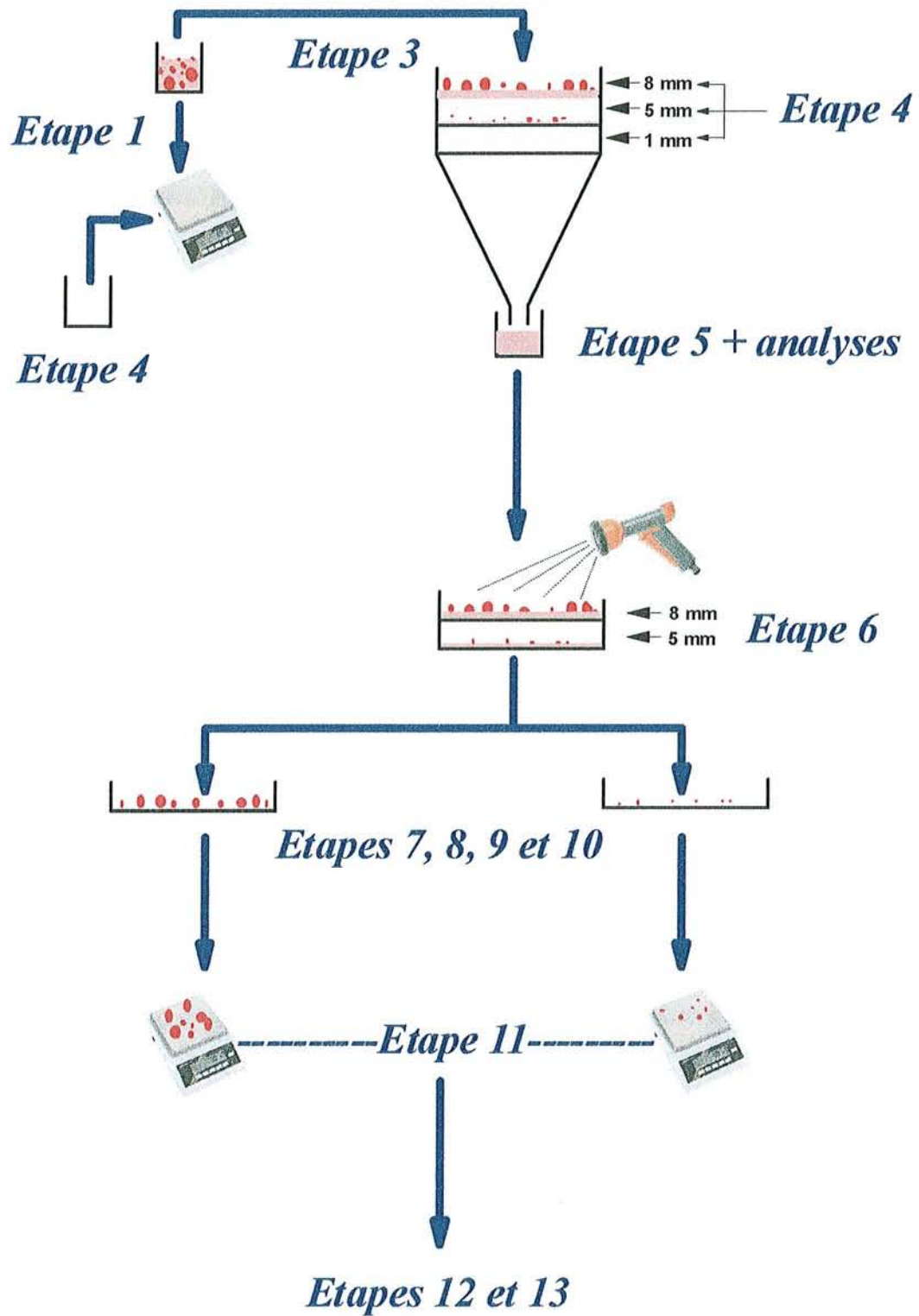
Les échantillons prélevés lors des essais subissent tous les mêmes tests, qu'il s'agisse des produits réels ou modèles, des essais en cuve ou en continu.

#### **2.2.4.1 Analyses faites sur les particules**

##### *2.2.4.1.1 Test de fermeté*

##### *Test de pénétration*

Sur chaque échantillon prélevé, une population jugée représentative de 20 à 30 morceaux de fruits ou de particules modèles est testée. Le test de pénétration est réalisé à la



*Figure M21:* Déroulement de la mesure de la concentration en particules



vitesse de  $10\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$  et la sonde de pénétration est de section circulaire de diamètre 3mm. Les tests sont réalisés à température ambiante.

La mesure retenue est la valeur du couple (**contrainte** – déplacement de la sonde) au point de rupture de la particule.

Une valeur moyenne et un écart type sont ensuite calculés pour l'ensemble de la population.

#### *Test de compression-extrusion*

100 grammes de morceaux de fruits ou de particules modèles sont prélevés dans l'échantillon et placés dans la cellule d'Ottawa. La compression-extrusion de l'échantillon se fait à la vitesse de  $90\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$ . Le test est réalisé à température ambiante et est répété trois fois.

La mesure retenue est la valeur de l'aire sous la courbe représentant la force en fonction du déplacement .

La valeur retenue est la moyenne des trois mesures.

### **2.2.4.1.2 Estimation de la concentration résiduelle en particules**

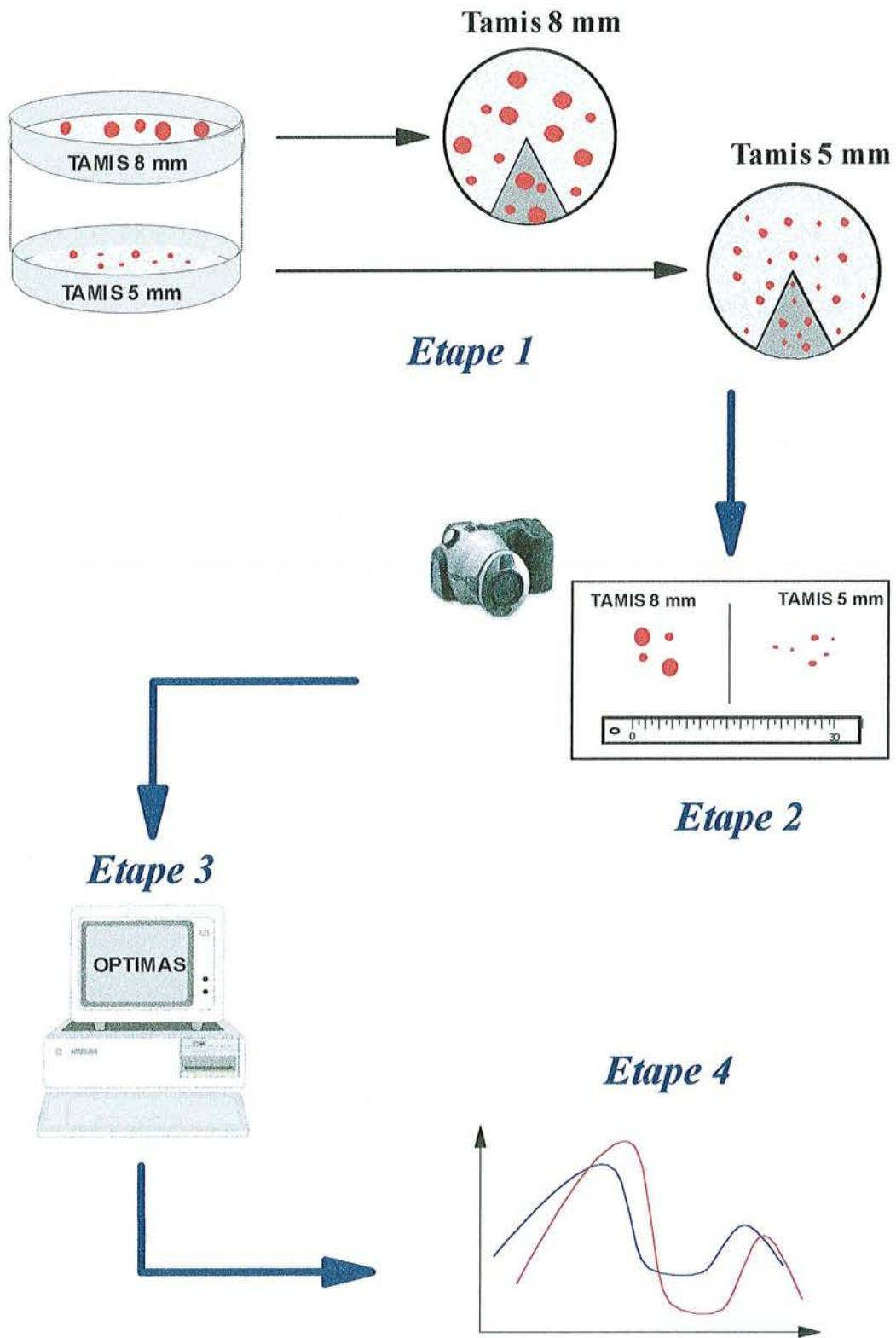
#### *Tamissage*

Le tamissage est une opération délicate. Les opérations réalisées pour obtenir les tamisages les plus reproductibles et représentatifs possibles sont (voir Figure M21) :

- 1 Peser l'échantillon au départ.
- 2 Superposer les tamis de 8, 5, et 1mm au-dessus d'un entonnoir.
- 3 Verser un litre d'échantillon sur le tamis de 8 mm en répartissant uniformément le produit.
- 4 Peser le récipient dans lequel était l'échantillon.
- 5 Récupérer le fluide porteur dans un flacon de 500ml
- 6 Arroser délicatement les morceaux sur les tamis pour les séparer du fluide qui les enrobe (distance d'arrosage 30cm, durée d'arrosage 1min)
- 7 Egoutter et essuyer les tamis de 8 et 5mm séparément.
- 8 Peser chaque tamis avec son contenu. La masse de morceaux est obtenue en retranchant la masse du tamis.
- 9 Retourner successivement les tamis de 8 et 5 mm au-dessus d'un plan.
- 10 Taper sur les tamis pour récupérer sur le plan tous les morceaux.
- 11 Peser séparément les morceaux récupérés sur le tamis de 8 mm et de 5mm.
- 12 Laver et sécher chaque tamis.
- 13 Renouveler l'opération avec un nouvel échantillon.

La comparaison des pesées réalisées aux étapes 8 et 10 fait apparaître des masses légèrement supérieures pour l'étape 8 : de l'eau et des traces de fluide porteur demeurent lors de la pesée avec tamis (étape 8). La pesée effectuée à l'étape 10 sera par la suite toujours considérée comme la plus précise et sera prise comme référence.

La valeur finale retenue est la moyenne des valeurs des échantillons d'un même prélèvement.



*Figure M22:* Etapes de l'analyse des tailles de particules

### 2.2.4.1.3 Distribution en taille

En plus de la connaissance de la concentration en particules en début et en fin de refroidissement, une étude de la taille de ces particules est réalisée. Cette distribution en taille est quantifiée par deux méthodes : le tamisage d'une part et la mesure de la taille des particules.

#### *Tamisage*

Le tamisage ne permet de faire apparaître que deux classes de particules : Celle dont la taille est supérieure à une maille de 8 mm de côté et celle dont la taille est comprise entre une maille de 8mm et 5mm de côté. Cette distribution en taille est très sommaire même si d'un point de vue pratique elle peut revêtir une certaine importance. Une autre méthode de classification a été mise au point, basée sur la mesure des surfaces des particules.

#### *Mesure de la répartition des dimensions caractéristiques des particules.*

Les étapes permettant de parvenir à cette mesure sont (voir Figure M22) :

1 Lors du tamisage (après étape 8), des morceaux (entre 30 et 50) sont prélevés sur un secteur du tamis de 8mm et disposés sur une feuille blanche. Cette opération est ensuite effectuée sur un secteur du tamis de 5mm équivalent en taille et situé sous le secteur de référence appartenant au tamis de 8mm.

Remarque : Le fait de choisir deux secteurs identiques et superposés permet d'englober l'ensemble des particules ayant traversé la même surface sur chaque tamis.

2 Les particules récoltées et étalées sont photographiées. Sur chaque prise de vue, un triple décimètre est présent pour étalonner la taille de l'image.

3 La mesure de la surface de chaque particule se fait à l'aide du logiciel d'analyse d'images Optimas. L'image est traitée de façon à obtenir des contours de particules très nets. La connaissance de ces contours aboutit au calcul de la surface projetée de chaque particule.

4 Par la suite, des classes de surfaces sont choisies, et pour un lot de particules, la fréquence d'apparition dans chaque classe permet d'établir une distribution en taille.

### 2.2.4.2 Analyses réalisées sur les fluides porteurs

Des mesures de viscosité apparente sont réalisées sur tous les échantillons prélevés avant et après refroidissement. Sur certains échantillons, des mesure de densité sont réalisés.

#### *2.2.4.2.1 Mesures rhéologiques*

La procédure retenue pour la détermination des courbes d'écoulement est la suivante pour les fluides réels :

1 Le produit est inséré dans le corps de mesure après avoir été préalablement bien homogénéisé.

2 Le produit est amené à la température de mesure à une vitesse de cisaillement égale à  $10s^{-1}$ . Les températures retenues sont 40, 60 et 82°C.

3 Rampe de montée : La vitesse de cisaillement est amenée à  $111s^{-1}$  en 60s.

4 Plateau : plateau de 60s à  $111s^{-1}$

5 Rampe de descente : La vitesse de cisaillement passe de  $111s^{-1}$  à  $2,78s^{-1}$  en 1200s



- 6 Les courbes d'écoulements obtenues sont ensuite modélisées en utilisant la loi d'Ostwald  
( $\mu_a = k \cdot \dot{\gamma}^{n-1}$ ), pour une plage de cisaillement allant de 2,78 à 111 s<sup>-1</sup>.

Contrairement au fluide réel qui est stable au cours du temps, le fluide modèle semble évoluer après avoir été mélangé aux particules modèles. La procédure de mesure de viscosité a alors été simplifiée pour pouvoir être réalisée directement après l'essai : seule la viscosité apparente à 21,33 s<sup>-1</sup> a été mesurée, avant la phase de refroidissement (25°C) et après cette phase (15°C).

#### 2.2.4.2.2 Densité

Les densités ont été mesurées aux températures de 20, 40, 60 et 70°C.

### 2.2,5 ESSAIS REALISES

Le Tableau M20 suivant résume les protocoles d'essais retenus pour les produits réels et modèles.

Le fait de faire varier les différents paramètres en présence doit permettre de déterminer leur influence sur la dégradation des particules.

Dans ce tableau M20, les différentes colonnes ont la signification suivante :

#### **Dénomination de l'essai (Colonne 1) :**

Le nom de l'essai est désigné par une succession de nombres et/ou de lettres séparés par des virgules.

- Le premier nombre désigne la vitesse de rotation de l'agitateur en tr.min<sup>-1</sup>, ce nombre peut être remplacé par la lettre C indiquant qu'il s'agit d'un essai réalisé en continu.
- Le deuxième nombre est la concentration en fruits contenus dans la suspension en début de refroidissement.
- Le troisième nombre donne une valeur moyenne de la viscosité apparente du fluide porteur (valeur prise à 60°C et  $\dot{\gamma} = 21,33\text{s}^{-1}$  pour les fluides réels et à 20°C et  $\dot{\gamma} = 21,33\text{s}^{-1}$  pour les fluides modèles).
- Pour les essais réalisés avec les produits modèles, un quatrième symbole apparaît parfois. Sa signification est la suivante :
  - La présence de la lettre f en quatrième position indique que les particules utilisées sont plus "fragiles" que les fraises qu'elles sont censées représenter. Lorsque cette lettre f n'apparaît pas, les fermetés sont semblables.
  - La présence en quatrième position du symbole 8\*8 indique que les particules sont des cubes de 8mm de côté. Dans le cas contraire, la dimension caractéristique est toujours de 10mm.

La signification des autres colonnes permet de justifier le choix des essais.

ESSAIS PRODUITS REELS						
Dénomination de l'essai (C = continu)	Vitesse rotation agitateur (tr.min <sup>-1</sup> ) ou débit (l.h <sup>-1</sup> )	Concentrations de fruits ou de particules en début du refroidissement (%)	Viscosité en Pa.s fluide porteur (valeur moyenne à 60°C et $\dot{\gamma} = 21,33s^{-1}$ )	Taille particules au départ de l'essai	Fermeté	Nombre d'essais
40,20,2,5	40 tr.min <sup>-1</sup>	20	2,5	tranche 10mm	fraises cuites	3
40,30,2,5	40 tr.min <sup>-1</sup>	30	2,5	"	"	2
20,20,2,5	20 tr.min <sup>-1</sup>	20	2,5	"	"	1
20,30,2,5	20 tr.min <sup>-1</sup>	30	2,5	"	"	2
C,20,2,5	250 l.h <sup>-1</sup>	20	2,5	"	"	2
ESSAIS PRODUITS MODELES						
40,20,2,5	40	20	2,5	cubes 10 mm	identité	3
40,20,2,5,f	40	20	2,5	"	fragile	1
40,20,2,5,8*8	40	20	2,5	cubes 8 mm	identité	1
40,20,1	40	20	1	cubes 10 mm	"	1
40,20,5	40	20	5	"	"	1
40,30,2,5	40	30	2,5	"	"	1
20,20,2,5,f	20	20	2,5	"	fragile	1
20,30,2,5	20	30	2,5	"	identité	1
30,30,2,5	30	30	2,5	"	"	1
C,30,5	250	30	5	"	"	1

Tableau M20 : récapitulatif des essais pilote réalisés sur les fluides réels et les suspensions modèles.



## Justification du choix des essais

### Choix des vitesses de rotation et du débit (colonne 2)

Les essais sur produits réels sont réalisés à des vitesses de rotation de 40 et 20tr.min<sup>-1</sup> et à un débit de 250l.h<sup>-1</sup>. La vitesse de 40tr.min<sup>-1</sup> a été choisie pour avoir un renouvellement fréquent de la couche limite, et donc une cuisson rapide, tout en restant en régime d'écoulement laminaire. La vitesse de 20 tr.min<sup>-1</sup> a été choisie pour évaluer le rôle de la vitesse de rotation sur la destruction des fruits en comparant les résultats obtenus à ceux obtenus à 40tr.min<sup>-1</sup>. L'essai en continu se déroule au débit de 250l.h<sup>-1</sup>. Ce débit a été choisi pour reproduire au mieux les conditions de l'essai industriel (débit, temps de séjour dans l'installation,...).

Les essais en cuve sur produits modèles se sont opérés à des vitesses de rotations de 40,30 et 20tr.min<sup>-1</sup>. **Ces vitesses permettent de voir le rôle de la vitesse d'agitation sur la dégradation des particules et de comparer les résultats avec les essais réalisés sur produits réels.** L'essai en continu est réalisé à un débit de 250l.h<sup>-1</sup> par similitude avec l'essai sur produit réel.

### Choix de la concentration de particules (colonne 3)

Avant toute chose, il faut mentionner que, lorsqu'en début d'essai, 40% de fraises sont introduites en cuve, ce chiffre de 40% représente la quantité de fraises congelées. La décongélation et les phases de chauffage et chambrage font que la quantité de fruits en début de refroidissement est de 20%. De la même manière, 60% de fruits congelés amènent à 30% de fruits en début de refroidissement. Ces quantités ont été définies en accord avec le partenaire industriel.

Ces quantités sont reprises pour les essais sur produits modèles pour évaluer le rôle de cette concentration sur la destruction des particules et bien évidemment à des fins de comparaison avec les essais sur produit réel.

### Choix de la viscosité du fluide porteur (colonne 4)

Ce paramètre est imposé de par la formulation de la recette des produits réels qui contiennent tous 3% d'amidon. Le chiffre de 2,5 Pa.s permet de se faire une idée de la viscosité à 60°C et sous un cisaillement de 21,33s<sup>-1</sup> et représente la viscosité de référence des produits réels. Les essais sur produits modèles reproduisant cette viscosité de référence sont représentés par le même chiffre ; celui utilisant un fluide porteur moins visqueux est représenté par le chiffre 1, et ceux utilisant un fluide porteur plus visqueux que le fluide réel sont représentés par le chiffre 5. **Le fait de choisir cette gamme de viscosité pour les essais sur produits modèles permet de voir l'influence de ce niveau de viscosité sur la destruction des fruits.**

### Choix de la taille des particules (colonne 5)

Les fruits retenus sont des fraises coupées en tranches de 10mm d'épaisseur. Cette découpe pour un tel fruit fait que, dès le départ, la disparité en taille est très grande. Lors de la décongélation et de la cuisson, la taille moyenne diminue mais la disparité en taille demeure.

La forme retenue pour les particules modèles pour imiter ces morceaux de fruit sont des cubes de 10 et 8mm de côté. **Ces deux dimensions doivent permettre d'analyser le rôle de**



**la taille de l'entrefefer sur la destruction des fruits** (rôle surtout du rapport entre la taille de l'entrefefer et la taille de la particule).

Choix de la fermeté (colonne 6)

La fermeté des fraises est évaluée avant et après refroidissement par tests de pénétration comme cela a été vu précédemment. Les particules modèles ayant cette même valeur de fermeté sont appelées "identité"; les particules moins fermes que les fraises sont appelées "fragiles". **Ces deux gammes de fermeté doivent permettre d'évaluer le rôle de la fermeté sur la destruction des fruits.**

Choix du nombre d'essais (colonne 7)

Que ce soit pour les produits réels ou modèles, un essai a été réalisé trois fois (essai 40,20,2,5) pour évaluer la répétabilité du procédé. Les autres essais sur produits réels ont été réalisés une ou deux fois. Les autres essais sur produits modèles ont été réalisés une seule fois.

***CHAPITRE 3***

***RESULTATS ET DISCUSSIONS***

## **INTRODUCTION**

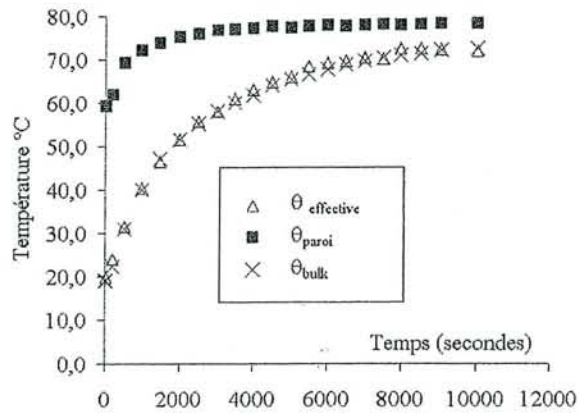
Ce troisième chapitre consacré aux résultats obtenus et aux commentaires qu'ils appellent, est composé de quatre parties.

La première partie est consacrée à l'identification thermique de la cuve agitée, qui est la technologie employée pour la grande majorité des essais de cette étude.

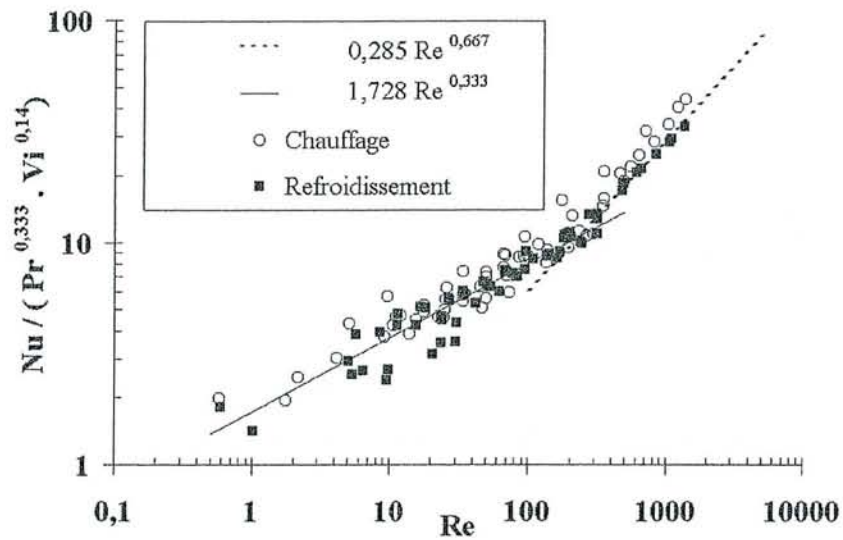
La deuxième partie regroupe l'ensemble des essais réalisés avec les produits réels. Dans un premier temps, la répétabilité et la précision des essais est discutée ; ensuite les apports et les limites de ces essais sont analysés. Cette structure est reprise pour la troisième partie, qui traite les essais réalisés avec les produits modèles.

Enfin, la quatrième et dernière partie compare les résultats obtenus avec les produits réels et les produits modèles.





**Figure R1** : Comparaison des températures de mélange (« bulk »), de paroi et « effective lors d'une opération de chauffage d'un milieu Newtonien mécaniquement agité ( $N = 0.33 \text{ tr.s}^{-1}$ )



**Figure R2** : Performances thermiques (Chauffage et refroidissement) du système agité obtenues pour l'ensemble des fluides testés.

## **3.1 IDENTIFICATION THERMIQUE DE LA CUVE AGITEE**

### **3.1.1 COMPARAISON ENTRE TEMPERATURE MESUREE ET CALCULEE**

Pour l'ensemble des essais réalisés, l'écart entre la température du fluide mesurée expérimentalement et celle déterminée de manière indirecte par la viscosité moyenne représentative du fluide agité (température "effective") (cf. chapitre méthode, paragraphe 2.2.1.1.4) n'a jamais excédé 1°C (Figure R1). Ce résultat tend à démontrer que les sondes situées au cœur de la cuve se situent dans des zones de mélange et non dans des zones mortes.

### **3.1.2 PERFORMANCES THERMIQUES**

Sur la Figure R2, apparaissent les résultats expérimentaux relatifs aux performances thermiques en chauffage et en refroidissement du système agité étudié. Les résultats sont présentés sous forme de corrélations classiques entre nombres sans dimension Nu, Re, Pr et Vi. Les valeurs du nombre de Reynolds ont varié au cours des essais de 0.5 à 2000. Cette plage est suffisante pour détecter les changements de régime d'écoulement (Figure R2). L'analyse de la Figure R2 permet de constater que :

Pour des valeurs du nombre de Reynolds comprises entre 0.5 et 200 (régime laminaire), le rapport adimensionnel  $Nu.(Pr^{0.333}.Vi^{0.14})^{-1}$ , évolue comme le nombre de Reynolds à la puissance un tiers ( $Nu.(Pr^{0.333}.Vi^{0.14})^{-1} = 0.285.Re^{1/3}$ )

Pour des valeurs du nombre de Reynolds supérieures à 200 (régime turbulent), ce rapport évolue comme  $Re^{2/3}$ , ( $Nu.(Pr^{0.333}.Vi^{0.14})^{-1} = 1.728.Re^{2/3}$ ). Ces résultats sont comparables aux résultats expérimentaux obtenus par d'autres auteurs , pour des systèmes d'agitation à rubans hélicoïdaux classiques chauffés ou refroidi par la double enveloppe de la cuve (cf. Chapitre bibliographique, Tableau B12).

### **3.1.3 CONCLUSION**

Les performances thermiques (en chauffage et refroidissement) d'une cuve agitée munie d'une double enveloppe et équipée d'un agitateur de proximité particulier de type hélicoïdal ont été réalisées et se sont révélées proches de celles obtenues pour des agitateurs à rubans classiques. La température "effective" recalculée tout au long des essais à partir des mesures de couple et de vitesse de rotation correspond à la température de mélange mesurée expérimentalement.

essai n° + date	DEPART REFROIDISSEMENT				Total
	% (supposé)	% (expérimental)	8mm	5mm	
40,20,2,5 A*	20*		8,42	4,98	13,40
40,20,2,5 B	20		19,99	6,78	26,77
40,20,2,5 C	20		14,79	5,73	20,52
40,30,2,5 A	30		16,92	7,43	24,35
40,30,2,5 B	30		8,63	10,13	18,76
20,20,2,5	20		23,00	3,00	26,00
20,30,2,5 A	30		19,20	7,74	26,94
20,30,2,5 B	30		21,92	4,32	26,24
C,20,2,5 A	20				
C,20,2,5 B	20		16,58	3,12	19,70
*sans enlever fruits					
moyenne			15,08	7,52	22,60
ecart moyen			3,37	1,31	2,96
moyenne			21,37	5,02	26,39
ecart moyen			1,45	1,81	0,36

**Tableau R1** : Concentrations en fruits relevées sur les tamis de 8mm, 5mm et au total, au départ de la phase de refroidissement pour l'ensemble des essais sur produits réels. Les moyennes et écarts moyens par rapport à cette moyenne sont calculés pour les essais en cuve réalisés à 40tr.min<sup>-1</sup> (surlignés en vert) et ceux réalisés à 20tr.min<sup>-1</sup> (surlignés en jaune).

nom de l'essai	DISTRIBUTION EN TAILLE (longueur caractéristique en mm)					
	Avant refroidissement tamis 8mm		tamis 5mm		TOTAL	
	moy	ecartype	moy	ecartype	moyenne	ecartype
40,20,2,5 A*					13,88	4,20
40,20,2,5 B					12,60	3,38
40,20,2,5 C	14,23	3,20	10,12	1,86	11,79	3,33
40,30,2,5 A	14,01	2,79	9,20	1,57	10,90	2,56
40,30,2,5 B					15,93	4,56
20,20,2,5	17,87	3,30	10,24	2,47	11,73	3,40
20,30,2,5 A	13,97	2,72	9,11	1,81	12,96	4,38
20,30,2,5 B	15,06	3,93	9,12	1,80		
C,20,2,5 A					12,72	3,77
C,20,2,5 B	14,78	3,25	9,06	1,08		
*sans enlever fruits						
moyenne	14,99	3,20	9,48	1,77	12,81	3,70
ecart moyen	1,35		0,53		1,58	

**Tableau R2** : Distribution en taille de fruits sur les tamis de 8, 5mm et au total, au départ des essais, pour l'ensemble des essais sur produits réels.



## **3.2 RESULTATS DES ESSAIS SUR PRODUITS REELS**

Dans cette partie, les expériences réalisées sur les suspensions réelles (fruits sur sucre) vont être décrites et analysées, que ce soit en cuve agitée ou en continu. Les principaux paramètres qui seront retenus pour l'analyse seront : 1) la destruction des fraises ; 2) la «viscosité» du fluide porteur ; 3) l'homogénéité de la suspension.

La comparaison entre ces essais sur produits réels et ceux sur produits modèles sera effectuée dans un paragraphe spécifique.

### **3.2.1 REPETABILITE ET PRECISION DES ESSAIS**

Pour juger de la répétabilité des essais entrepris sur les suspensions réelles, les critères retenus sont les suivant :

- Concentration de fruit au départ de l'essai.
- Taille et fermeté de ces fruits.
- Comportement visqueux du fluide porteur.

#### **3.2.1.1 Concentration de fruits au départ de la phase de refroidissement**

La comparaison des concentrations de fruits supposées et celles mesurées expérimentalement au départ de la phase de refroidissement (Tableau R1) montre que pour une concentration escomptée de 20% de fruits, les quantités réellement en présence sont selon les essais de 26,8%, 20,5% et 26,0%. Dans le cas où la valeur escomptée est de 30%, les valeurs expérimentales sont 24,4%, 18,8%, 26,9% et 26,2%.

**Ces écarts importants par rapport à la valeur de référence indiquent que la concentration de fruits au départ de l'essai n'est pas une grandeur maîtrisable.**

La différence de qualité des fruits d'un essai à l'autre (teneur en eau, taille moyenne, fermeté), peut expliquer ces différences.

*Remarque* : l'essai nommé 40;20;2.5 A\* est un exemple parmi les essais réalisés où les fruits ont été laissé en cuve durant la totalité du process. Dans ce cas, on voit que la concentration de fruits au départ de l'essai n'est que de 13,4% au lieu des 20% supposés. C'est cette faible valeur, typique de ce mode de fabrication, qui explique la façon d'opérer dans la partie «Méthodes» (retrait des fruits lors de la phase de chauffage).

#### **3.2.1.2 Taille des fruits au départ de la phase de refroidissement**

La grandeur caractéristique retenue pour quantifier la taille d'un morceau de fruit est la racine carrée de sa surface projetée calculée à l'aide du logiciel Optimas.

Le tableau R2 résume les résultats obtenus pour la totalité des essais sur produits réels. Les longueurs caractéristiques moyennes relevées sont de 14.99mm, 9.48 mm et 12.81 mm, pour les fruits présents respectivement sur les tamis de 8mm, 5mm et au total (ensemble des particules présentes sur les 2 tamis). Les écarts moyens respectifs sont de 1,35mm, 0,53mm et 1,58mm. Ces valeurs traduisent des tailles de fruits assez proches d'un essai à l'autre. Seul l'essai dénommé

nom de l'essai	PENETRATION		COMPRESSION-EXTRU.	
	Avant refroidissement		Avant refroidissement	
	Pa		N.m	
	moy	ecartype	moy	ecart moyen
40,20,2,5 A*				
40,20,2,5 B				
40,20,2,5 C	25691	17957	0,714	0,02
40,30,2,5 A			0,529	0,01
40,30,2,5 B				
20,20,2,5	23258	10124		
20,30,2,5 A	15802	6639	0,565	0,03
20,30,2,5 B	24147	12516		
C,20,2,5 A			0,430	0,08
C,20,2,5 B	20315	17953	0,570	0,08
*sans enlever fruits				
moyenne	21843	13038	0,562	0,043
ecart moyen	6163	5451	0,049	

**Tableau R3** : Résultat des mesures de fermeté (tests de pénétration et de compression-extrusion), réalisés au départ de la phase de refroidissement, pour l'ensemble des essais sur produits réels.

essai n° + date	VISCOSITE	ECART/MOY	ECART/MOY	Visco 20%	Visco 30%
	Pa.s 82°C	Pa.s	%	Pa.s	Pa.s
40,20,2,5 A*	(1,53)	(0,24)			
40,20,2,5 B	1,26	0,65	33,88	1,26	
40,20,2,5 C	3,31	1,40	73,70	3,31	
40,30,2,5 A	1,59	0,32	16,56		1,59
40,30,2,5 B	1,88	0,03	1,34		1,88
20,20,2,5	2,43	0,52	27,52	2,43	
20,30,2,5 A	1,75	0,16	8,16		1,75
20,30,2,5 B	1,2	0,71	37,03		1,2
C,20,2,5 A	1,77	0,14	7,11	1,77	
C,20,2,5 B	1,96	0,05	2,86	1,96	
*sans enlever fruits					
moyenne totale sauf *	1,91		moyenne	2,15	1,61
ecart moyen	0,44				
% ecart	23,13				
moyenne	2,01				
moyenne	1,79				

**Tableau R4** : Résultats des mesures de viscosité réalisées au départ de la phase de refroidissement. Les moyennes des essais réalisés à 40 et 20 tr.min<sup>-1</sup> sont surlignées respectivement en vert et en jaune.



20;20;2.5 se démarque avec des morceaux de fruits réellement plus gros; à savoir 17,87mm, 10,24mm et 15,93mm.

La moyenne des écarts types est élevée ( $\pm 3.20\text{mm}$  pour le tamis de 8mm,  $\pm 1.76\text{mm}$  pour le tamis de 5mm et  $\pm 3.70\text{mm}$  au total). Cela est du à la **grande disparité de forme et de taille des morceaux de fraises au départ de l'essai.**

### 3.2.1.3 Fermeté des fruits au départ du refroidissement

#### Test de pénétration

Pour les essais sur lesquels des tests de pénétration ont été réalisés, la moyenne des valeurs de fermeté est de 21843 Pa (Tableau R3). L'écart moyen par rapport à la moyenne est de 6163 Pa, ce qui indique une grande variation de fermeté des fruits d'un essai à l'autre. La moyenne des écarts types est de 13038Pa, traduisant la **grande variabilité de fermeté d'un fruit à l'autre.**

#### Test de compression-extrusion

Pour les essais sur lesquels des tests compression-extrusion ont été réalisés, la moyenne des valeurs de fermeté est de 0.562 N.m (Tableau R3). L'écart moyen par rapport à la moyenne est de 0.049 N.m. et la moyenne des écarts moyens est de 0.043N.m. **Ces deux valeurs indiquent une plus grande précision des résultats par rapport au test de pénétration. En effet, le fait de travailler avec 100 grammes d'échantillon au lieu de tester les morceaux un à un comme lors du test de pénétration, permet de travailler directement sur un échantillon moyen et est plus représentatif des fruits en présence.**

A noter que la fermeté de l'échantillon le plus ferme (essai 40,20,2,5 B) est supérieurs de 21,3% à la fermeté moyenne, et que celle de l'échantillon le moins ferme (essai C;20;2.5 A), lui est inférieure de 23,5%.

### 3.2.1.4 Viscosité du fluide porteur au départ du refroidissement

La viscosité de référence est prise à 82°C (température de départ de refroidissement en cuve) pour une vitesse de cisaillement de  $21,33 \text{ s}^{-1}$  (cisaillement de référence, cf paragraphe 2.1.2.2.1.1). Les viscosités mesurées pour les essais réalisés en continu sont analysées dans les mêmes conditions dans un but de comparaison. **La viscosité moyenne ainsi définie est de 1.91 Pa.s sur l'ensemble des essais (voir Tableau R4). L'écart moyen par rapport à cette moyenne est de 0.44 Pa.s, (23,13%).** Néanmoins, certains essais s'écartent largement de cette valeur moyenne, notamment l'essai dénommé 40;20;2,5 C, qui culmine à 3,31 Pa.s, et l'essai numéro 20,30,2,5 B dont la viscosité de 1,2 Pa.s **la variation de viscosité sur l'ensemble des essais va du simple au triple.**

Ces écarts de viscosité sont dus d'une part à la variabilité du produit initial ainsi qu'à une plus ou moins bonne cuisson de l'amidon, et d'autre part aux compositions différentes des deux recettes utilisées. En effet, pour les essais où la concentration en fruits congelés est de 40% (20% théorique en début de refroidissement) et celle en sucre de 40%, la moyenne des viscosités est de 2,15 Pa.s ; lorsque la concentration en fruits congelés est de 60% et celle de sucre de 20%, la moyenne des viscosités est de 1.61 Pa.s. Cette perte en viscosité d'une composition à l'autre peut s'expliquer par l'augmentation de la teneur en eau et la diminution de la teneur en sucre. **Il n'est cependant pas possible d'en déduire la présence de deux gammes de viscosités séparées par une frontière nette.**



nom de l'essai	DÉPART REFROIDISSEMENT			FIN REFROIDISSEMENT			FIN/DÉPART REFROIDISSEMENT			
	Concentration supposée %	Concentration % (expérimental)		Concentration % (expérimental)		Concentration % (expérimental)	Concentration % (expérimental)			
		8mm	5mm	Total	8mm	5mm	Total	8mm	5mm	Total
40,20,2,5 A*	20*	8,42	4,98	13,40	6,05	5,55	11,60	71,85	111,45	86,57
40,20,2,5 B	20	19,99	6,78	26,77	6,58	6,06	12,64	32,92	89,38	47,22
40,20,2,5 C	20	14,79	5,73	20,52	8,33	6,09	14,42	56,32	106,28	70,27
40,30,2,5 A	30	16,92	7,43	24,35	10,74	10,11	20,85	63,48	136,07	85,63
40,30,2,5 B	30	8,63	10,13	18,76	6,78	9,35	16,13	78,56	92,30	85,98
20,20,2,5	20	23,00	3,00	26,00	17,10	5,58	22,68	74,35	186,00	87,23
20,30,2,5 A	30	19,20	7,74	26,94	16,14	9,10	25,24	84,06	117,57	93,69
20,30,2,5 B	30	21,92	4,32	26,24	16,44	5,29	21,73	75,00	122,45	82,81
C,20,2,5 A	20									
C,20,2,5 B	20	16,58	3,12	19,70	14,62	3,86	18,48	88,18	123,72	93,81
*sans enlever fruits										
moyenne		15,08	7,52	22,60	8,11	7,90	16,01	57,82	106,01	72,27
écart moyen		3,37	1,31	2,96	1,43	1,83	2,48	13,20	15,17	13,53
moyenne		21,37	5,02	26,39	16,56	6,66	23,22	77,80	142,01	87,91
écart moyen		1,45	1,81	0,36	0,36	1,63	1,35	4,17	29,33	3,85

**Tableau R5 :** Concentration en fruits relevées sur les tamis de 8, 5mm et au total, pour l'ensemble des essais sur produits réels, au départ et en fin de refroidissement (ainsi qu'évolution fin/départ refroidissement). Les moyennes et écarts moyens par rapport à cette moyenne sont calculés pour les essais en cuve réalisés à 40tr.min<sup>-1</sup> (surlignés en vert) et ceux réalisés à 20tr.min<sup>-1</sup> (surlignés en jaune).

### 3.2.1.5 Conclusion

Lors d'un essai sur produits réels, la concentration en fraises en début de refroidissement n'est pas maîtrisée et la gamme de taille de ces fruits est très étendue. La mesure de fermeté la plus adaptée à l'hétérogénéité du produit semble être le test de compression-extrusion. Avec ce test, les écarts de fermeté remarqués d'une préparation de fruits sur sucre à l'autre sont de l'ordre de 40% au maximum. Les valeurs de viscosité mesurées varient de 1,2 à 3,31 Pa.s.

## 3.2.2 RESULTATS EXPERIMENTAUX OBTENUS SUR PRODUITS REELS

### 3.2.2.1 Destruction des particules

Les résultats des tests de tamisage sont résumés dans le Tableau R5. Ce tableau permet de comparer, pour tous les essais, la concentration initiale en fruits et la concentration en fin de la phase de refroidissement, sur les tamis de 8 et 5mm et au total.

#### 3.2.2.1.1 *Essais en cuve : influence de la vitesse de rotation*

La grande dispersion en quantité de fruits au départ des essais réduit les possibilités d'exploitation du Tableau R5.

**Néanmoins, la différence la plus nette sur l'état de conservation des tranches de fraises est due à la vitesse de rotation de l'agitateur.** Dans le Tableau R5, les essais réalisés à 40 tr.min<sup>-1</sup> sont surlignés en vert, et ceux réalisés à 20 tr.min<sup>-1</sup> sont surlignés en jaune.

**Il apparaît très clairement qu'en fin de refroidissement, la concentration en fruits est plus élevée, lors des essais effectués à la vitesse de rotation de 20 tr.min<sup>-1</sup>.**

Au total, la moyenne est de 23,22% ( $\pm 1,34\%$ ) à 20 tr.min<sup>-1</sup> contre 16,01% ( $\pm 2,48\%$ ) à 40 tr.min<sup>-1</sup>. Les "beaux" morceaux de fruits - c'est à dire ceux demeurant sur le tamis de 8mm - sont présents en moyenne à hauteur de 16,56% ( $\pm 0,36\%$ ) à 20 tr.min<sup>-1</sup> contre 8,11% ( $\pm 1,43\%$ ) à 40 tr.min<sup>-1</sup>; **ce qui donne en pourcentage une conservation lors de la phase de refroidissement de 77,80% ( $\pm 4,17\%$ ) à 20 tr.min<sup>-1</sup> contre 57,82% ( $\pm 13,20\%$ ) à 40 tr.min<sup>-1</sup>, soit une différence de l'ordre de 20%.**

Pour l'ensemble des fruits tamisés, ce même pourcentage est de 87,91% ( $\pm 3,85\%$ ) à 20 tr.min<sup>-1</sup> et de 72,27% ( $\pm 13,53\%$ ) à 40 tr.min<sup>-1</sup>, soit une différence de l'ordre de 14%.

L'exploitation des valeurs relevées sur le tamis de 5mm est plus délicate. En effet, contrairement au tamis de 8mm où les quantités de fruits entre le début et la fin du refroidissement ne peuvent que décroître (ou rester stable si la destruction est nulle), sur le tamis de 5mm ces valeurs peuvent augmenter. En effet; les fruits récoltés sur le tamis de 5mm après refroidissement proviennent en partie des fruits qui étaient de taille à rester sur le tamis de 8mm avant cette phase de refroidissement, et qui une fois détruits, passent à travers les mailles de ce même tamis.

La conservation des morceaux de fraises sur le tamis de 5mm tourne là encore à l'avantage des essais réalisés à la vitesse de 20 tr.min<sup>-1</sup>, puisque pour cette vitesse d'agitation, entre le début et la fin du refroidissement, le taux de variation est de 142,01% ( $\pm 29,33\%$ ) à 20 tr.min<sup>-1</sup>, contre 106,01% ( $\pm 15,17\%$ ) à 40tr.min<sup>-1</sup>.

nom de l'essai	DEPART REFROIDISSEMENT				FIN REFROIDISSEMENT			FIN/DEPART REFROIDISSEMENT		
	Concentration supposée %	Concentration % (expérimental)			Concentration % (expérimental)			% (expérimental)		
		8mm	5mm	Total	8mm	5mm	Total	8mm	5mm	Total
40,20,2,5 A*	20*	62,84	37,16	100,00	52,16	47,84	100,00	83,00	128,74	100,00
40,20,2,5 B	20	74,67	25,33	100,00	52,06	47,94	100,00	69,71	189,30	100,00
40,20,2,5 C	20	72,08	27,92	100,00	57,77	42,23	100,00	80,15	151,24	100,00
40,30,2,5 A	30	69,49	30,51	100,00	51,51	48,49	100,00	74,13	158,91	100,00
40,30,5 B	30	46,00	54,00	100,00	42,03	57,97	100,00	91,37	107,35	100,00
20,20,2,5	20	88,46	11,54	100,00	75,40	24,60	100,00	85,23	213,23	100,00
20,30,2,5 A	30	71,27	28,73	100,00	63,95	36,05	100,00	89,72	125,49	100,00
20,30,2,5 B	30	83,54	16,46	100,00	75,66	24,34	100,00	90,57	147,87	100,00
C,20,2,5 A	20									
C,20,2,5 B	20	84,16	15,84	100,00	79,11	20,89	100,00	94,00	131,89	100,00
*sans enlever fruits										
moyenne		65,56	34,44	100,00	50,84	49,16	100,00	78,84	151,70	100,00
moyenne		81,09	18,91	100,00	71,67	28,33	100,00	88,51	162,20	100,00

**Tableau R6 :** Concentrations en fruits identiques à celles du Tableau R5, mais ici le total des fruits représente 100%.

**S.C.D. - I.H.P. NANCY 1**  
**BIBLIOTHÈQUE DES SCIENCES**  
 Rue du Jardin Botanique  
 54600 VILLERS-LES-NANCY



### *3.2.2.1.2 Essai en continu : le moins destructeur*

**Avec un taux de conservation des fruits de 93,81%, l'essai réalisé avec la ligne continue est le moins destructeur.** Cette faible destruction est surtout visible au niveau des fruits en présence sur le tamis de 8mm, où le taux de conservation est de 88,18%.

Remarque : A la différence des essais réalisés en cuve où les particules ont été retirées de la cuve lors de la phase de cuisson, celles-ci subissent la totalité du process en continu.

Pour comparer les deux procédés sur la totalité d'un essai, il faut comparer l'essai en continu à l'essai 40 ; 20 ; 2,5 A\* où l'état de destruction des fruits est caractéristique d'un essai en cuve sans retrait des fruits. Cet essai avec 13,40% de fruits au départ du refroidissement et 11,60% à la fin prouve une grande destruction avant cette phase de refroidissement, et par la même, accentu la supériorité de la ligne continue.

### **3.2.2.2 Taille des particules**

#### *3.2.2.2.1 Evaluation globale : méthode du tamisage*

Le tamisage permet de classer les particules en deux catégories : celles demeurant sur le tamis de 8mm, et celles demeurant sur le tamis de 5mm. Les valeurs de concentration en particules présentes sur ces deux tamis en fonction de la concentration totale de particules sont reportées dans le Tableau R6.

Les morceaux présents sur le tamis de 8mm sont qualifiables de "grosses" particules et les morceaux présents sur le tamis de 5mm de particules "moyennes".

**D'après les valeurs moyennes présentées dans le Tableau R6, un essai réalisé à 40tr.min<sup>-1</sup> permet d'obtenir en fin de process de l'ordre de 50% de grosses particules et 50% de particules moyennes ; un essai réalisé à de 20tr.min<sup>-1</sup> permet d'obtenir en fin de process de l'ordre de 70% de grosses particules et 30% de particules moyennes et un essai sur ligne continue de l'ordre de 80% de grosses particules et 20% de particules moyennes.**

#### *3.2.2.2.2 Evaluation plus fine : distribution en taille*

Chaque taille de fraise est définie comme cela a été vu, par une longueur caractéristique. Pour évaluer la distribution de taille d'un échantillon de fruits, deux moyens sont utilisés. Le premier est la comparaison des **tailles moyennes** avant et après refroidissement ; le deuxième est la visualisation graphique de la **répartition en taille pour l'ensemble de l'échantillon**.

#### Taille moyenne : rôle de la taille initiale

Le Tableau R7 suivant regroupe les valeurs de tailles moyennes et les écarts types pour les échantillons de particules prélevés pendant les essais. Ces valeurs sont calculées pour les échantillons prélevés avant et après la phase de refroidissement ; dans la deuxième colonne apparaît le rapport entre ces deux séries de valeurs.

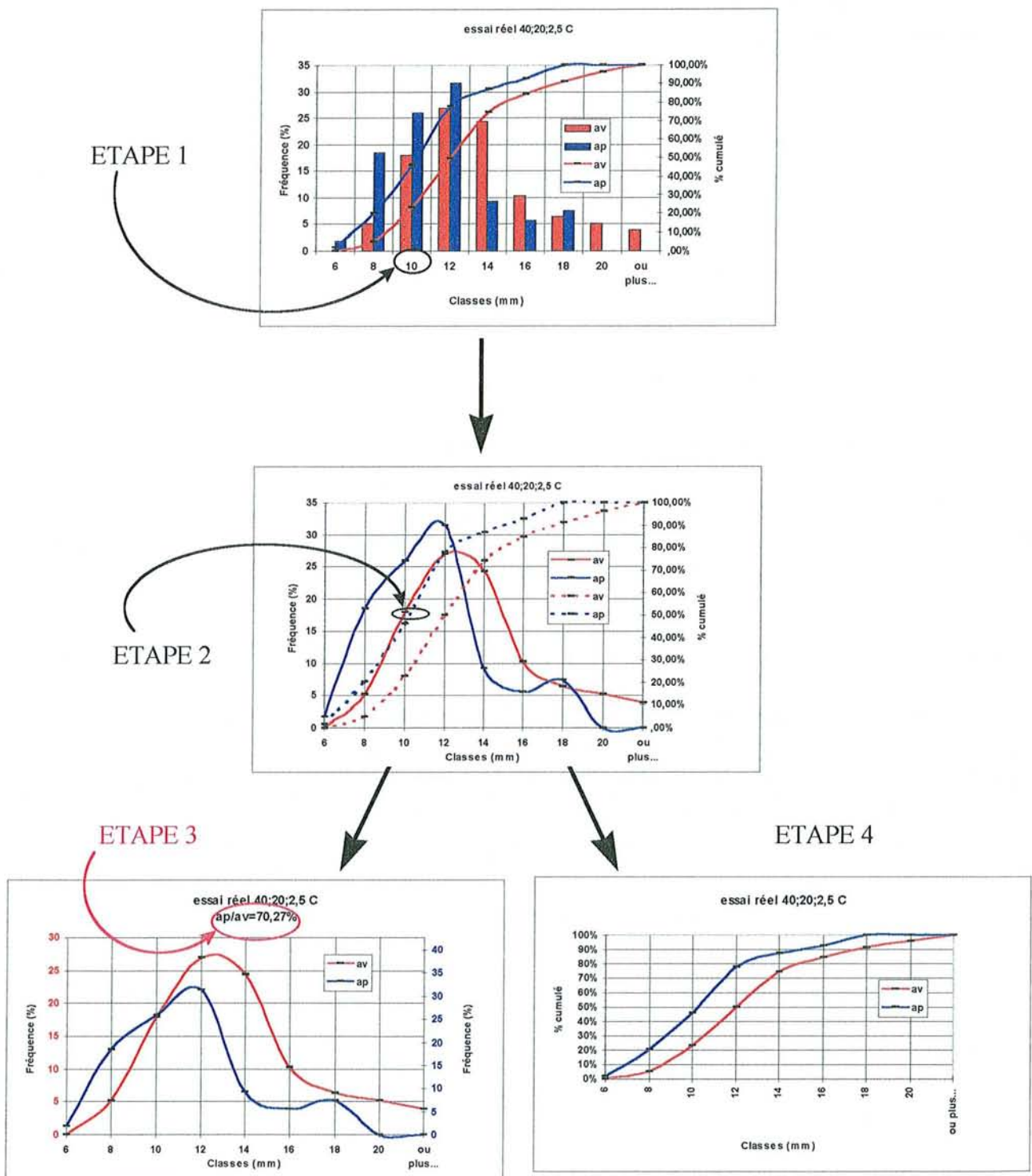


Figure R3 : Histogrammes de distribution en taille, étapes de passage d'une représentation à l'autre



nom de l'essai	DISTRIBUTION EN TAILLE (longueur caractéristique en mm)					
	Avant refroidissement (mm)		Après refroidissement (mm)		Après/Avant (%)	
	moyenne	ecartype	moyenne	ecartype	moyenne	ecartype
40,20,2,5 A*						
40,20,2,5 B	<u>13,88</u>	<u>4,20</u>	<u>12,09</u>	<u>3,14</u>	<u>-12,90</u>	<u>-25,24</u>
40,20,2,5 C	<u>12,60</u>	<u>3,38</u>	<u>10,38</u>	<u>2,84</u>	<u>-17,62</u>	<u>-15,98</u>
40,30,2,5 A	<u>11,79</u>	<u>3,33</u>	<u>11,40</u>	<u>2,70</u>	<u>-3,31</u>	<u>-18,92</u>
40,30,2,5 B	<u>10,90</u>	<u>2,56</u>	<u>10,75</u>	<u>2,20</u>	<u>-1,38</u>	<u>-14,06</u>
20,20,2,5	<u>15,93</u>	<u>4,56</u>	<u>12,55</u>	<u>3,19</u>	<u>-21,22</u>	<u>-30,04</u>
20,30,2,5 A	<u>11,73</u>	<u>3,40</u>	<u>11,48</u>	<u>3,34</u>	<u>-2,13</u>	<u>-1,76</u>
20,30,2,5 B	<u>12,96</u>	<u>4,38</u>	<u>11,65</u>	<u>3,10</u>	<u>-10,11</u>	<u>-29,22</u>
C,20,2,5 A						
C,20,2,5 B	<u>12,72</u>	<u>3,84</u>	<u>12,20</u>	<u>4,11</u>	<u>-4,09</u>	<u>7,03</u>
*sans enlever fruits						
moyenne (sauf Continu)	<u>12,83</u>	<u>3,69</u>	<u>11,47</u>	<u>2,93</u>	<u>-9,81</u>	<u>-19,32</u>
ecart moyen (sauf Continu)	<u>1,23</u>		<u>0,54</u>			

**Tableau R7** : Taille moyenne des particules pour l'ensemble des essais réels, avant et après refroidissement et évolution après/avant refroidissement.

### ① Essais en cuve

Les tailles moyennes au départ des essais en cuve peuvent être classées en trois catégories. Celles comprises entre 10 et 12mm (non soulignées dans le Tableau R7), celles comprises entre 12 et 14mm (soulignées une fois), et celles comprises entre 14 et 16mm (soulignées deux fois).

**Les trois essais pour lesquels au départ les tailles moyennes de particules sont comprises entre 10 et 12mm, connaissent une faible diminution de taille (de 1,38 à 3,31%).**

**Les trois essais pour lesquels, les tailles moyennes initiales de particules sont comprises entre 12 et 14mm, connaissent une plus forte diminution de taille (de 10,11 à 17,62%).**

**L'essai pour lequel initialement, la taille moyenne des particules est de 15,93mm, connaît la plus forte diminution en taille (21,22%).**

Pour tous les essais, les écarts types diminuent ce qui peut - être du à la destructions des particules. en effet, l'essai en cuve le moins destructeur - essai 20;30;2.5 A -(cf. tableau 5.5) est celui dont l'écart type sur la taille des morceaux, ne varie pratiquement pas (-1,76%).

- Essai en continu

Cet essai, très peu destructeur de particules, connaît une très faible diminution de la taille de ces particules (-4,09%) et une augmentation de l'écart type (+7,03%).

### Visualisation par histogramme

Les longueurs caractéristiques des morceaux sont regroupées par classes de taille, l'ensemble des classes étant présenté sous forme d'histogramme.

- Type de représentation retenue

Un exemple d'histogramme est représenté sur la Figure R3. Chaque classe est espacée de 2mm. Par exemple, la classe 10 représente tous les morceaux de fruits dont la longueur caractéristique est comprise entre 8 et 10mm.

La première classe comprend tous les morceaux de taille inférieurs à 6mm, et la dernière classe tous ceux supérieurs à 20mm.

La **fréquence d'apparition** (ordonnée) est exprimée en %. L'exemple (classe 10) montre qu'il y a 18% de fruits avant la phase de refroidissement (barre rouge) d'une longueur caractéristique comprise entre 8 et 10mm.



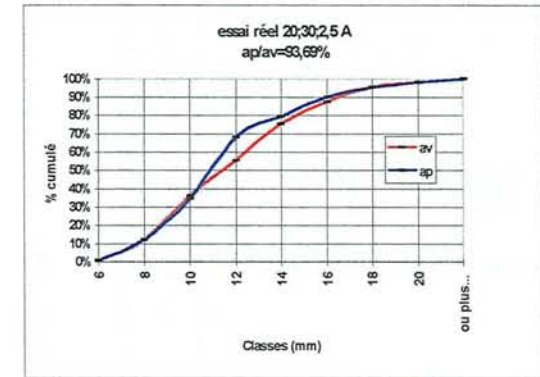
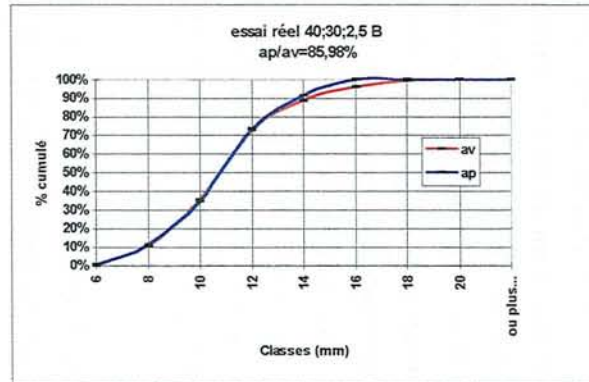
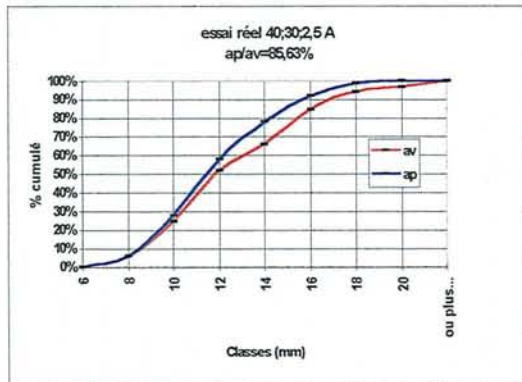
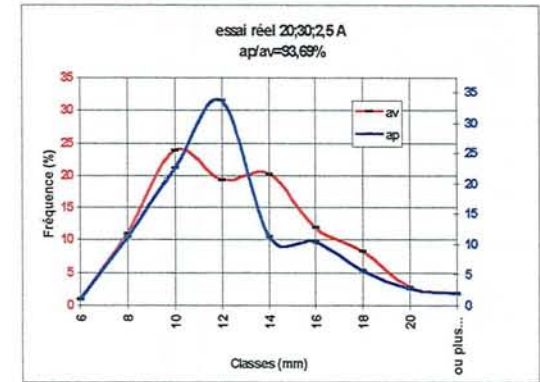
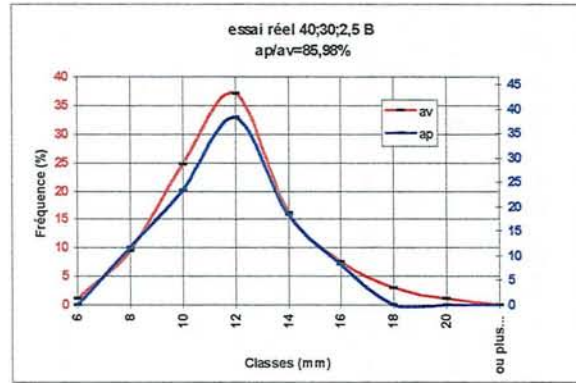
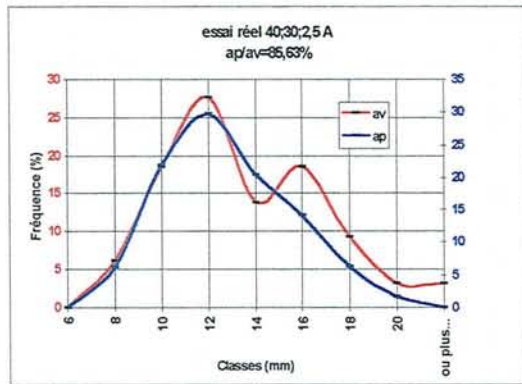


Figure R4. : Histogrammes du couplage distribution en taille-concentration en particules des essais 40;30;2,5 A et B et 20;30;2,5 A, ainsi qu'histogrammes cumulés

Les tailles de fruits présentes avant le refroidissement sont représentées en rouge, et celles présentes en fin de refroidissement sont représentées en bleu.

Le **pourcentage cumulé** de fruits est aussi représenté (axe des ordonnées secondaire). En prenant le même exemple (classe 10), il y a 23% de fruits dont la longueur caractéristique est comprise entre 0 et 10mm, avant la phase de refroidissement.

#### Présentation modifiée de la distribution en taille

Pour une meilleure visualisation de l'évolution de la répartition en taille des particules entre le début et la fin du refroidissement, **une autre représentation de l'histogramme** est proposée (Figure R3, étapes 2, 3 et 4).

Les valeurs des barres d'histogrammes sont représentées par un tiret noir (étape 2), et reliées entre elles par une courbe lissée. **La courbe lissée ne sert qu'à la représentation graphique. Les seules valeurs de concentration de fruits par classe sont les tirets noirs présents sur la courbe.** La lecture de cette concentration de fruits est la même que celle faite à l'étape n°1.

#### Couplage distribution en taille et concentration en particules

**L'idée est ici de faire apparaître la variation de la quantité de particules entre le début et la fin du refroidissement sur le graphique de distribution de taille.** Pour se faire, l'aire sous la courbe de distribution en taille avant la phase de refroidissement représente 100% des particules en présence, et l'aire sous la courbe de distribution en taille après la phase de refroidissement représente la proportion de particules conservées après refroidissement (étape n°3). Sur l'exemple présenté, 70,27% des fruits sont conservés.

Les valeurs présentes sur cette dernière courbe sont lues sur l'axe secondaire des ordonnées. Les concentrations cumulées sont exploitées séparément (étape 4).

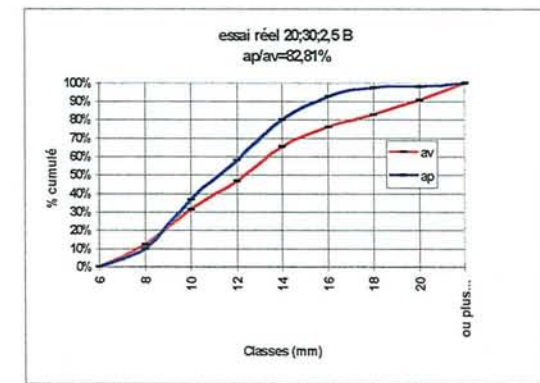
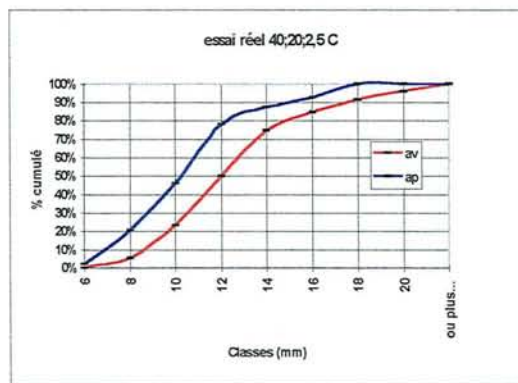
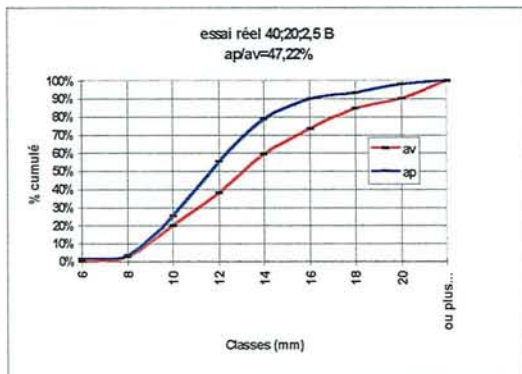
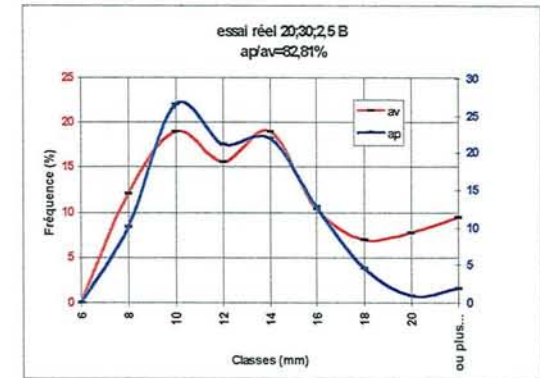
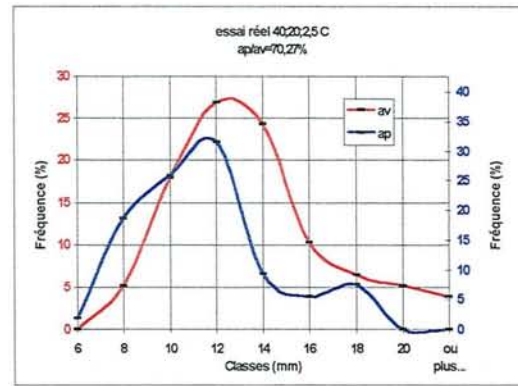
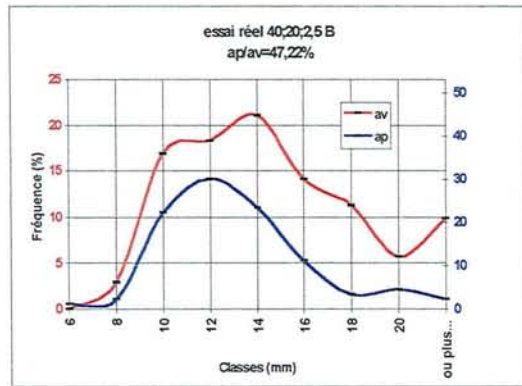
#### Histogrammes essais en cuve

**Les histogrammes décrivant les essais en cuve sont classés en trois catégories correspondant aux trois catégories de tailles moyennes définies précédemment.**

Les références des essais et les histogrammes correspondant sont résumés dans le tableau R8 suivant.

Plage de taille moyenne au départ de l'essai	référence de l'essai	Figure n°
10 à 12mm	40;30;2.5 A / 40;30;2.5 B / 20;30;2.5 A	R4
12 à 14mm	40;20;2.5 B / 40;20;2.5 C / 20;30;2.5 B	R5
14 à 16mm	20;20;2.5	R6

**Tableau R8** : descriptif des essais représentés sur les Figures R4, R5 et R6.



**Figure R5.** : Histogrammes du couplage distribution en taille-concentration en particules des essais réels 40;20;2,5 B et C et 20;30;2,5 B. ainsi qu'histogrammes cumulés



- **Discussion**

Essais avec une taille moyenne initiale comprise entre 10 et 12mm (Figure R4) :

Dans les trois cas, la courbe bleue montrant la distribution en taille après la phase de refroidissement n'est pas décalée vers la gauche, c'est à dire vers des classes de taille inférieure par rapport à la courbe rouge. **Cela signifie donc très peu de perte de taille comme cela a été vu au paragraphe précédent.**

Cette faible perte de taille se visualise par les histogrammes cumulés où les deux courbes sont pratiquement confondues.

Essais avec une taille moyenne initiale comprise entre 12 et 14mm (Figure R5) :

**Sur les histogrammes de distribution en taille, la perte de taille s'exprime par le décalage de la courbe "après refroidissement" vers la gauche.**

Evidemment, dans ce cas, les courbes de distribution cumulées ne sont plus superposées, mais la courbe "après refroidissement" est décalée de la courbe rouge vers la gauche (donc vers les plus faibles tailles).

Essai avec une taille moyenne initiale comprise entre 14 et 16mm (Figure R6) :

**Comme pour la catégorie précédente, il y a diminution en taille, mais le phénomène est plus marqué.** Il est à remarquer que les grosses particules au départ (> 16mm) sont partiellement détruites et se retrouvent en fin de refroidissement à l'état de particules plus petites (<12mm). Ce fort décalage se traduit par deux courbes très espacées sur le graphique exprimant la distribution cumulée.

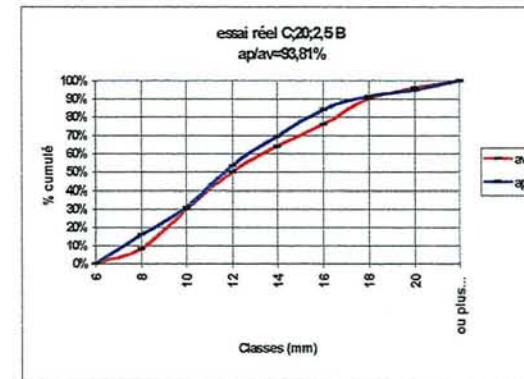
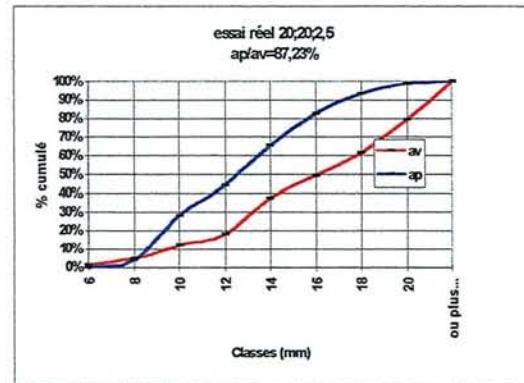
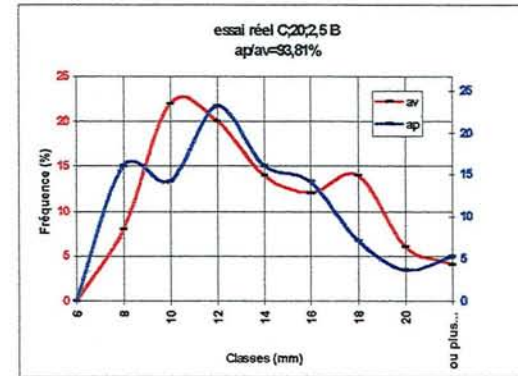
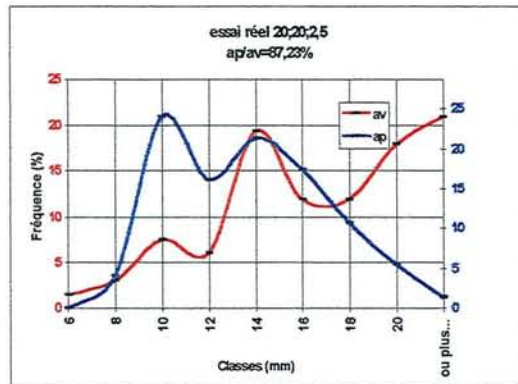
### *② Essai continu*

Le résultat de cet essai est représenté sur la Figure R7 les deux courbes (distributions en taille et cumulée) sont très similaires de celles obtenues lors des essais en cuve avec des particules de taille moyenne initiale 10 à 12mm, avec peu de décalage des deux courbes de distribution en taille et des courbes de distribution cumulée presque superposées. **Mais, comme la taille initiale des particules est, pour cet essai, de 12 à 14mm, on peut en déduire que l'essai en continu permet une meilleure conservation de la taille des particules.**

### *3.2.2.2.3 CONCLUSION*

Plus que la vitesse de rotation, il semble que la **taille initiale** des particules soit responsable d'une plus ou moins grande **conservation en taille** de ces même particules.

Le lieu le plus probable de cette réduction en taille est l'entrefer, car c'est dans cette zone qu'ont lieu les contraintes les plus fortes, et, de plus, la taille de celui-ci est de 13mm. La combinaison de ces deux facteurs entraîne probablement la réduction en taille des morceaux de fruits.



**Figure R6.** : Histogrammes du couplage distribution en taille-concentration en particules de l'essai réel 20;20;2,5 ainsi qu'histogrammes cumulés

**Figure R7.** : Histogrammes modifiés du couplage distribution en taille-concentration en particules de l'essai réel C; 20;2,5 B ainsi qu'histogrammes cumulés

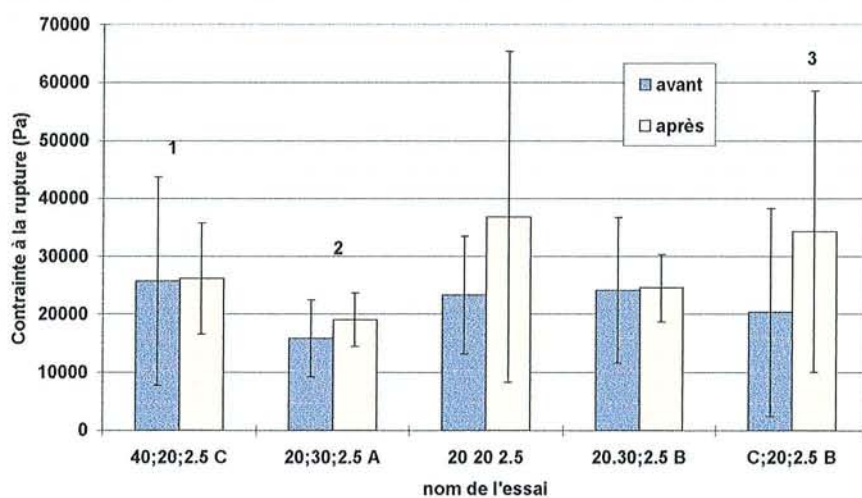
### 3.2.2.3 Fermeté

#### 3.2.2.3.1 Test de pénétration

Le Tableau R9 et la Figure R8 représentent les résultats des tests de pénétration réalisés sur les échantillons de fruits prélevés lors des essais en cuve et en continu, avant et après la phase de refroidissement.

nom de l'essai	PENETRATION				Evolution Fin/Départ %	
	Départ refroidissement Pa		Fin refroidissement Pa		moyenne	ecart-type
40,20,2,5 A*						
40,20,2,5 B						
40,20,2,5 C	25691	17987	26133	9608	1,72	-46,58
40,30,2,5 A						
40,30,2,5 B						
20,20,2,5	23258	10124	36800	28540	58,23	181,90
20,30,2,5 A	15802	6639	19034	4598	20,45	-30,74
20,30,2,5 B	24147	12516	24527	5812	1,57	-53,56
C,20,2,5 A						
C,20,2,5 B	20315	17953	34262	24220	68,65	34,91
*sans enlever fruits						
moyenne	21843	13044	28151	14556	30,13	17,18
ecart moyen	3027	3941	5904	9460		

**Tableau R9 :** Résultats des tests de pénétration réalisés sur l'ensemble des essais sur produits réels au départ et en fin de refroidissement et pourcentage d'évolution entre le départ et la fin du refroidissement. Les contraintes exprimées sont les contraintes à la rupture.

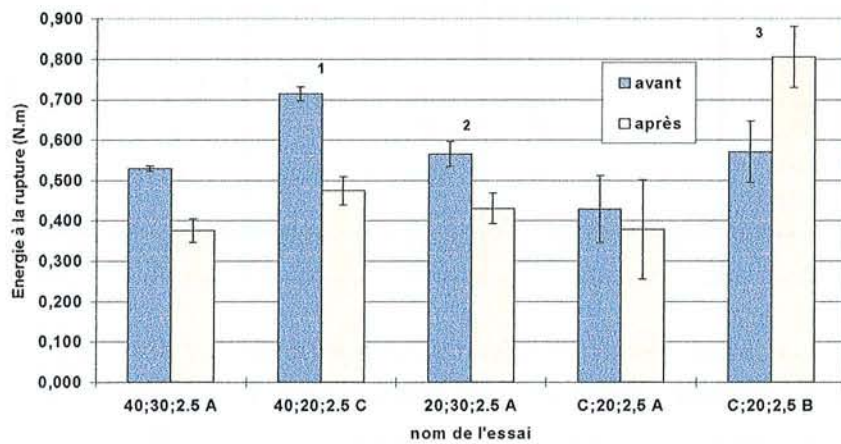


**Figure R8 :** Comparaison de la fermeté (test de pénétration) des particules réelles avant et après la phase de refroidissement. Les chiffres 1, 2 et 3 correspondent aux essais testés aussi en compression-extrusion (cf. Figure R9).

#### Discussion

La variabilité d'un essai à l'autre est grande, puisqu'avant la phase de refroidissement, les valeurs de fermeté varient d'environ 15800 à 25800 Pa, et après la phase de refroidissement, elles varient d'environ 19000 à 36800Pa.





**Figure R9** : Comparaison de la fermeté (test de compression-extrusion) des particules réelles avant et après la phase de refroidissement. Les chiffres 1, 2 et 3 correspondent aux essais testés aussi en pénétration (cf. Figure R8).

Les valeurs moyennes sont de 21843 avant refroidissement, et de 28151 après refroidissement, soit une augmentation de 30,13%. Cette augmentation peut être due à une augmentation de la fermeté des fruits au cours du refroidissement, mais aussi au fait que les morceaux de fruits choisis pour les tests de pénétration sont les morceaux les moins détruits : les morceaux de fruits testés en fin de refroidissement ont "résisté" au process et sont probablement les plus fermes.

Les écart types relevés sont en moyenne de 13044 Pa avant refroidissement et de 14556 Pa après, soit 59,72% et 51,71% des valeurs moyennes. **Ces écarts types importants témoignent de la grande hétérogénéité de fermeté d'un fruit à l'autre à l'intérieur d'un même échantillon.**

### 3.2.2.3.2 Test de compression-extrusion

Le Tableau R10 et la Figure R9 représentent les résultats des tests de compression-extrusion réalisés sur les échantillons de fruits prélevés lors des essais en cuve et en continu, avant et après la phase de refroidissement.

nom de l'essai	COMPRESSION-EXTRUSION				Evolution Fin/Départ %	
	Départ refroidissement (N.m)		Fin refroidissement (N.m)		moyenne	ecart moyen
	moyenne	ecart moyen	moyenne	ecart moyen		
40,20,2,5 A*						
40,20,2,5 B						
40,20,2,5 C	0,714	0,017	0,474	0,035	-33,61	105,88
40,30,2,5 A	0,529	0,007	0,375	0,029	-29,11	314,29
40,30,2,5 B						
20,20,2,5						
20,30,2,5 A	0,565	0,031	0,430	0,038	-23,89	22,58
20,30,2,5 B						
C,20,2,5 A	0,429	0,083	0,378	0,123	-11,89	48,19
C,20,2,5 B	0,570	0,076	0,805	0,075	41,23	-1,32
*sans enlever fruits						
moyenne	0,561	0,043	0,492	0,060		
ecart moyen	0,066	0,029	0,125	0,031		

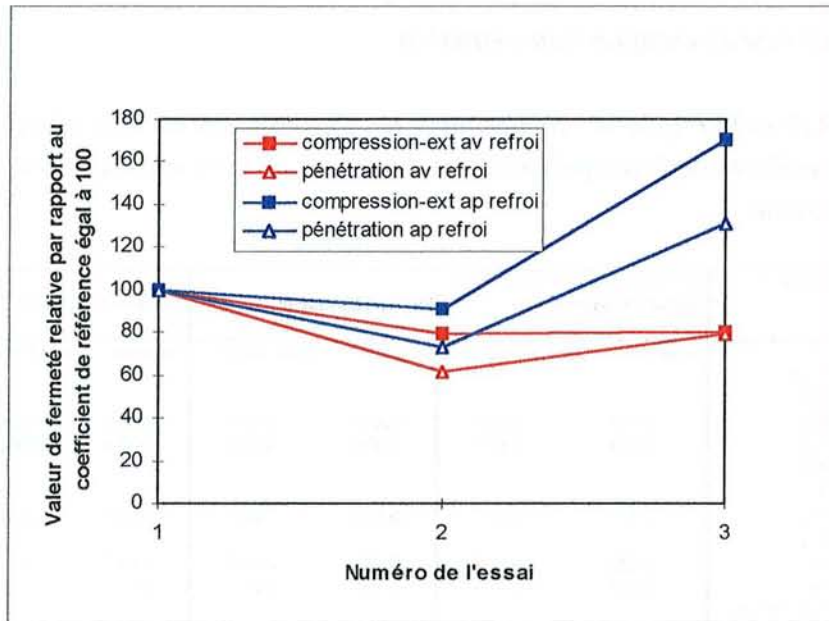
**Tableau R10 :** Résultats des tests de compression-extrusion réalisés sur l'ensemble des essais sur produits réels au départ et en fin de refroidissement et pourcentage d'évolution entre le départ et la fin du refroidissement. Les énergies exprimées représentent les valeurs des aires sous la courbe force vs déplacement) à la rupture.

### Discussion

La variabilité d'un essai à l'autre est grande, puisqu'avant la phase de refroidissement, les valeurs de fermeté varient de 0,429 à 0,714 N.m, et après la phase de refroidissement, elles varient de 0,375 à 0,805N.m.

Les valeurs moyennes sont de 0,561N.m avant refroidissement, et de 0,492N.m après refroidissement, soit une diminution de 12,30%. **Cette diminution peut être causée par une baisse de fermeté au cours de la phase de refroidissement, mais aussi par le fait qu'étant donné que la taille moyenne des fruits est plus petite en fin de refroidissement, l'extrusion à travers les trous de la cellule d'extrusion pourrait être facilitée.**

Les écarts moyens relevés sont en moyenne de 0,043 N.m avant refroidissement et de 0,060 N.m, soit 7,66% et 12,20% des valeurs moyennes. Ces faibles valeurs montrent que le test est répétable. **Cela vient du fait, que contrairement au test de pénétration, ici chaque compression extrusion prend en compte la globalité en taille et en fermeté de l'échantillon de fruits, et donc les hétérogénéité inhérentes aux morceaux seuls sont gommées.**



**Figure R10** : Comparaison des tests de pénétration et de compression-extrusion : représentation graphique du Tableau R11.



### 3.2.2.3.3 Tentative de comparaison entre les tests de pénétration et de compression-extrusion

Les deux méthodes de mesure de fermeté ont été réalisées sur trois essais. Il s'agit des essais 40;20;2.5 C, 20;30;2.5 A, C;20;2.5 B. Ces essais sont désignés sur les Figures R.8 et R.9 par les numéros 1, 2 et 3.

Une comparaison peut-être réalisée entre les deux méthodes de test. Si dans les deux cas, aux valeurs relevées lors de l'essai numéro 1, est affecté le coefficient 100, les valeurs des essais 2 et 3 peuvent être recalculées proportionnellement à ce coefficient (voir Tableau R11).

n° de l'essai nom de l'essai		1 40;20;2,5 C	2 20;30;2,5 A	3 C;20;2,5 B
Compression-extrusion (N.m)	Départ refroidissement	0,714	0,565	0,570
	Fin refroidissement	0,474	0,430	0,805
si essai n°1 = 100	Départ refroidissement	100,00	79,13	100,88
	Fin refroidissement	100,00	90,72	187,21
Pénétration (Pa)	Départ refroidissement	25691,000	15802,000	20315,000
	Fin refroidissement	26133,000	19034,000	34262,000
si essai n°1 = 100	Départ refroidissement	100,00	61,51	128,56
	Fin refroidissement	100,00	72,84	180,00

**Tableau R11** : Comparaison des trois essais où les particules ont subi et des tests de pénétration et des tests de compression-extrusion. L'essai 1 sert de référence et les valeurs de fermeté mesurées pour cet essai sont affectées du coefficient 100. Les valeurs obtenues pour les deux autres essais sont exprimées par rapport à cette référence.

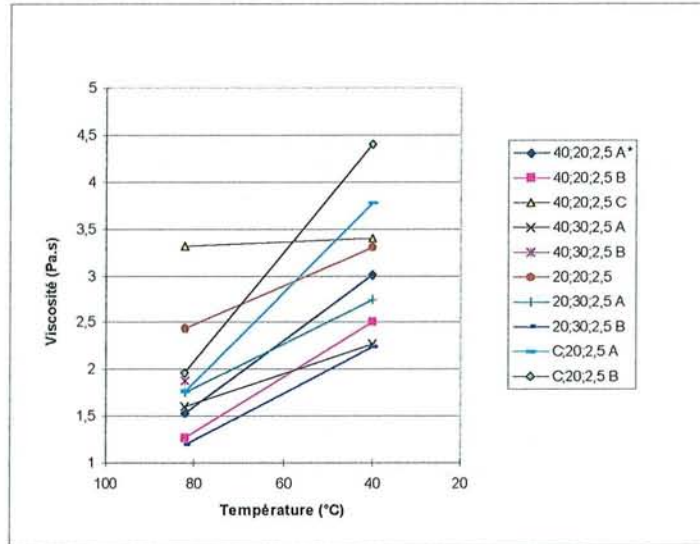
La Figure R10 permet de visualiser cette comparaison. Il apparaît que pour les deux tests, les évolutions suivent la même tendance, ce qui tendrait à prouver une certaine fiabilité de chaque test. Néanmoins, le manque de mesures comparatives empêche toute affirmation définitive.

### 3.2.2.3.4 Conclusion

Il a été vu que les deux méthodes employées possèdent leurs avantages et leurs inconvénients. **Pourtant la plus grande reproductibilité du test de compression-extrusion et sa mise en œuvre plus aisée font de celui-ci le test le mieux adapté au produit utilisé.**

### 3.2.2.4 Viscosité

Le Tableau R12 résume l'ensemble des valeurs de viscosités des fluides porteurs mesurées en fin de phase de refroidissement. Les conditions opératoires sont identiques à celles utilisées au départ du refroidissement (cf. paragraphe 3.2.1.4). Seule la température de mesure est différente, en l'occurrence elle est ici de 40°C.



**Figure R11** : Evolution de la viscosité des fluides porteurs "réels" lors de la phase de refroidissement. Mesures réalisées à 82°C (départ refroidissement) et 40°C (fin refroidissement). Gradient de cisaillement  $21.33s^{-1}$ .

nom de l'essai	VISCOSITE Pa.s 40°C	ECART/MOY en Pa.s	ECART/MOY en %	Visco 20%	Visco 30%
40,20,2,5 A*	(3,01)				
40,20,2,5 B	2,50	0,58	18,80	2,5	
40,20,2,5 C	3,40	0,32	10,43	3,4	
40,30,2,5 A	2,27	0,81	26,27		2,27
40,30,2,5 B					
20,20,2,5	3,30	0,22	7,19	3,3	
20,30,2,5 A	2,74	0,34	11,00		2,74
20,30,2,5 B	2,24	0,84	27,24		2,24
C,20,2,5 A	3,77	0,69	22,45	3,77	
C,20,2,5 B	4,41	1,33	43,24	4,41	
*sans enlever fruits					
moyenne totale sauf *	3,08		moyenne	3,48	2,42
ecart moyen	0,64				
% ecart	20,83				
moyenne	2,72				
ecart moyen					
moyenne	2,76				
ecart moyen					

**Tableau R12 :** Viscosité des fluides porteurs en fin de refroidissement pour l'ensemble des essais sur produits réels. Gradient de cisaillement  $21.33s^{-1}$ . Température  $40^{\circ}C$ .

La Figure R11 rassemble les valeurs de viscosités mesurées avant ( $82^{\circ}C$ ), et après ( $40^{\circ}C$ ) la phase de refroidissement.

### Discussion

La viscosité moyenne en fin de refroidissement est de  $3,08Pa.s$ . Sur l'ensemble des essais, l'écart moyen par rapport à cette moyenne est de  $0,64 Pa.s$ , soit  $20,78\%$  ce qui est très proche de l'écart observé en début de refroidissement qui était de  $23,1\%$ . **La variabilité d'un essai à l'autre rencontrée au départ du refroidissement est donc conservée en fin d'essai.**

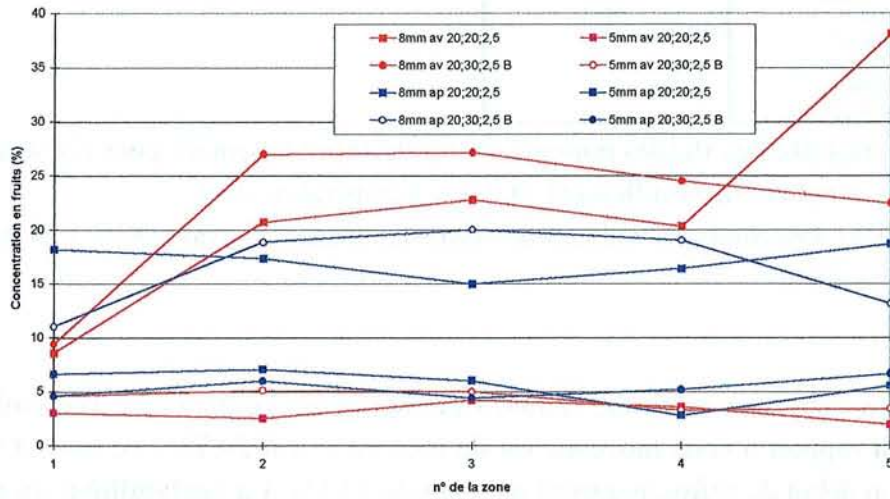
Comme au départ du refroidissement, les essais pour lesquels la concentration en fruits congelés est de  $40\%$ , amènent à une viscosité moyenne supérieure ( $3,48 Pa.s$ ) à ceux contenant  $60\%$  de fruits congelés ( $2,42 Pa.s$ ). **Il n'est cependant pas possible de séparer ces deux types d'essais par une frontière nette** (voir Figure R11).

**En fin de process, les essais réalisés sur ligne continue amènent aux plus fortes valeurs de viscosité ( $3,77 Pa.s$  et  $4,41 Pa.s$ ). La différence de cuisson (température maximale  $95^{\circ}C$  au lieu de  $82^{\circ}C$ ) peut expliquer ces écarts.**

#### 3.2.2.5 Homogénéité de la suspension

Les différences de densité entre les morceaux de fruits ( $1,06 < d < 1,08$ ) et le fluide porteur ( $1,14 < d < 1,20$ ). peuvent entraîner une non-homogénéisation de la suspension. Le prélèvement opéré en cinq zones de la cuve permet de savoir s'il y a la même quantité de particules en chacune des zones, et donc homogénéité de la suspension. Sur deux essais, les cinq zones ont été pesées séparément. Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau R13 et la Figure R12.





**Figure R12 :** Visualisation des concentrations en fruits explicitées dans le Tableau R13 pour les cinq zones de la cuve.

nom de l'essai	zone tamisée	Concentration par zone (%)		Concentration par zone (%)	
		Départ refroidissement		Fin refroidissement	
		8mm	5mm	8mm	5mm
20;20;2,5	1	8,55	3,01	18,16	6,60
	2	20,69	2,49	17,32	7,05
	3	22,75	4,17	14,95	5,98
	4	20,30	3,55	16,37	2,75
	5	38,13	1,88	18,67	5,51
	moyenne	22,08	3,02	17,09	5,58
20;30;2,5 B	1	9,41	4,58	11,01	4,56
	2	26,98	5,10	18,83	5,97
	3	27,14	4,98	19,98	4,37
	4	24,48	3,25	18,99	5,15
	5	22,42	3,38	13,12	6,62
	moyenne	22,08	4,26	16,39	5,33

**Tableau R13** : Concentration en fruits sur les tamis de 8 et 5mm pour les cinq zones de référence de la cuve au départ et en fin de refroidissement

Les résultats obtenus sur le tamis de 8mm pour les zones numérotées 2, 3 et 4 montrent l'homogénéité de la suspension. Ce n'est pas le cas pour la zone n°1, où la concentration en fruits est inférieure aux autres zones. Cette quantité inférieure de particules dans cette zone peut être due à la différence de densité entre le fluide porteur et les particules, mais aussi à l'étroitesse de l'ouverture de fond de cuve qui combinée au temps d'ouverture pourrait réduire la quantité initiale de particules en retenant partiellement celles-ci, et en favorisant par là même le passage du fluide porteur. En zone n°5, la valeur de départ de l'essai 20;20;2.5 est très supérieure aux autres valeurs. Trois phénomènes peuvent expliquer cette abondance de fruits.

- La taille de ceux-ci étant supérieure à celle des autres essais (17,87mm sur le tamis de 8mm), leur écoulement a été limité au niveau de la vanne, pour donc se retrouver plus présent en zone n°5.
- Le fait qu'il s'agit de la dernière fraction de produit en cuve, les gros morceaux tapissant le fond de cuve, glissent sur celui-ci moins rapidement que le fluide porteur qui circule plus aisément et donc se retrouvent en majorité dans l'échantillon.
- La différence de densité entre le fluide porteur et les particules peut aussi expliquer la concentration importante de fruits en zone n°5.

### **3.2.3 CONCLUSION DES ESSAIS REALISES SUR PRODUITS REELS**

**Les essais réalisés sur les préparations de fraises ont permis de mettre en évidence le rôle de la vitesse de rotation de l'agitateur sur la destruction des particules. Cet effet destructeur de l'agitateur dépend de la taille initiale des particules.** En effet, les morceaux de fruits les plus petits ( $10\text{mm} < \text{longueur caractéristique} < 12\text{mm}$ ) sont les moins détruits. Ceci permet de mettre en évidence le rôle majeur de la taille de l'entrefer sur cette destruction, car sa dimension (13mm) est du même ordre de grandeur que la longueur caractéristique des particules.

**Les essais réalisés avec les échangeurs tubulaires s'affranchissant de ces contraintes sont les plus performants en terme de conservation des particules.**

Le fait que la quantité de particules au départ d'un essai n'est pas contrôlable (la qualité des fruits décongelés est très variable), empêche de quantifier son rôle sur la destruction. De plus les écarts de densité (et leurs variations) entre le fluide porteur et les particules peuvent nuire à la précision du tamisage.

Il en va de même pour la viscosité du fluide porteur et la fermeté des particules, dont les écarts d'un essai à l'autre peuvent nuire à la précision des résultats.

Le test le mieux adapté à la mesure de la fermeté des fraises en fin de cuisson est le test de compression-extrusion car il mesure la totalité de l'échantillon représentatif de la population. Il est malgré tout limité par la dimension des particules en lien avec la taille des ouvertures dans la grille d'extrusion.



### **3.3 RESULTATS DES ESSAIS SUR PRODUITS MODELES**

#### **3.3.1 INTRODUCTION**

Les essais réalisés en cuve avec les produits réels ont permis de mettre en évidence le rôle de la vitesse de rotation de l'agitateur, et le rôle de la taille initiale des particules sur leur destruction. La meilleure conservation de ces particules avec l'utilisation de la ligne continue a aussi été démontrée. **Néanmoins, l'influence d'autres paramètres sur la destruction des particules n'a pu être démontrée à cause du manque de précision de ceux-ci. Il s'agit de l'influence de la viscosité du fluide porteur et de la concentration initiale en particules.**

La difficulté à mesurer la fermeté des particules a aussi été un handicap.

**Les essais réalisés avec les produits modèles mis au point ont donc plusieurs buts. Il va s'agir d'améliorer la précision des essais, qu'il s'agisse de la taille, de la fermeté, de la concentration en particules, de l'homogénéité en cuve ou de la viscosité du fluide porteur.** Ces améliorations doivent permettre une plus grande reproductibilité des essais. **Les rôles de la vitesse de rotation de l'agitateur et de la taille initiale des particules doivent être confirmés. Les influences de la viscosité, de la concentration initiale en particules et de la fermeté de celles-ci doivent être évaluées.**

- La précision de la mesure de fermeté doit être améliorée.
- Les résultats obtenus seront comparés avec ceux obtenus avec les produits réels. Ces résultats sont donc traités suivant les mêmes méthodes que celles employées pour les produits réels.

#### **3.3.2 PRECISION ET REPETABILITE DES ESSAIS**

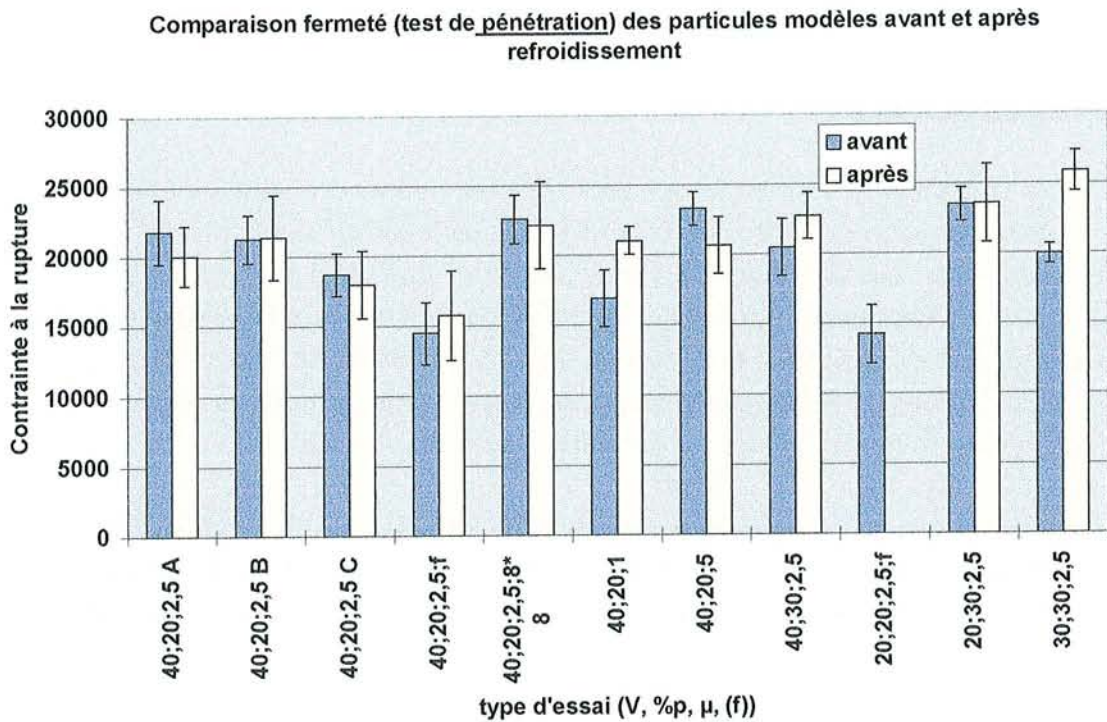
Dans cette partie, deux types de paramètres sont analysés :

- 1) **Les paramètres devant rester constants durant l'essai : il s'agit de la fermeté des particules, de la viscosité du fluide et de l'homogénéité en cuve.** Ces paramètres sont donc comparés entre le début et la fin de l'essai pour connaître leur évolution.
- 2) **Les paramètres variables durant l'essai : il s'agit de la concentration et de la taille des particules.** Un des objectifs est ici de savoir si au départ de chaque essai, la concentration et la taille des particules sont maîtrisées.

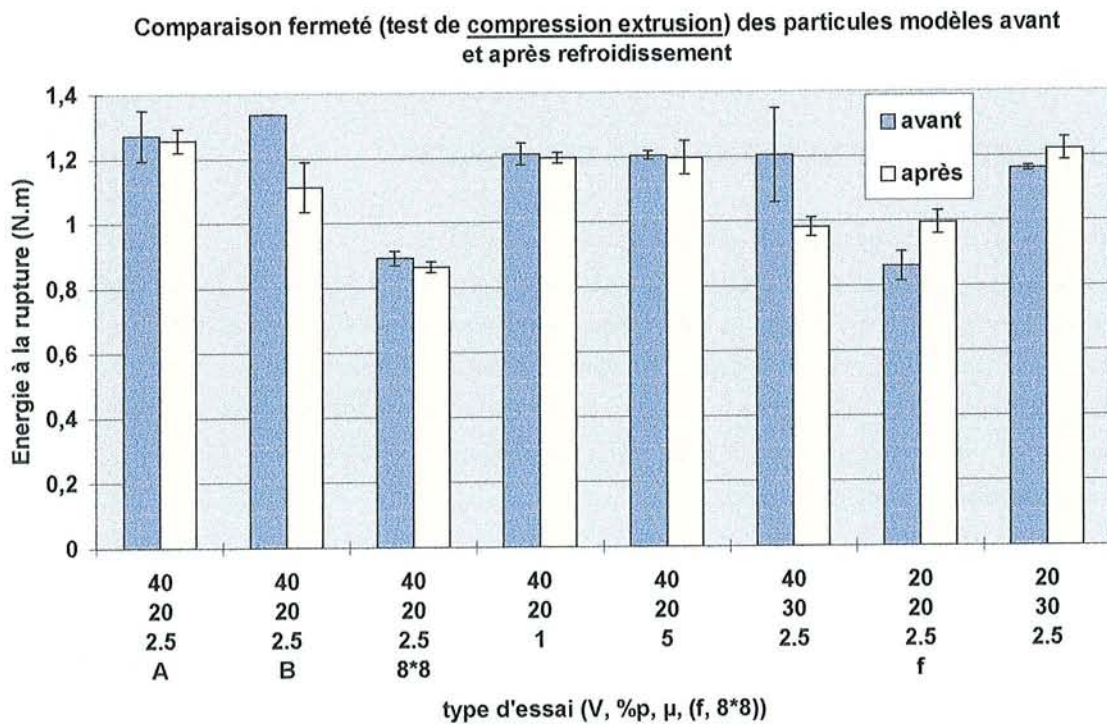
##### **3.3.2.1 Fermeté des particules**

Une des caractéristiques souhaitée pour les particules modèles est la constance de la fermeté pendant la durée d'un essai.

Le Tableau R14 et les figures R13 et R14 résument les valeurs de fermeté relevées lors des essais sur produits modèles au départ et à la fin de la phase de refroidissement, au moyen des tests de pénétration et de compression-extrusion.



**Figure R13 :** Comparaison de la fermeté (test de pénétration) des particules modèles avant et après la phase de refroidissement.



**Figure R14 :** Comparaison de la fermeté (test de compression-extrusion) des particules modèles avant et après la phase de refroidissement.



nom de l'essai	PENETRATION Départ refroidissement		COMPR-EXTRU Départ refroidissement		PENETRATION Fin refroidissement		COMPR-EXTRU Fin refroidissement		EVOLUTION fin/départ refroidissement	
	Pa		N.m		Pa		N.m		Pénétration %	Compr-extru %
	moyenne	ecart type	moyenne	ecart type	moyenne	ecart type	moyenne	ecart type		
40,20,2,5 A	21786	4131	1,272	0,046	20059	2581	1,257	0,036	-7,93	-1,18
40,20,2,5 B	21268	3035	1,336	0,022	21364	4789	1,112	0,017	0,45	-16,77
40,20,2,5 C	18686	2585			17965	3199			-3,86	
40,20,2,5,f	14457	1392			15745	2898			8,91	
40,20,2,5,8*8	22579	3107	0,892	0,004	22159	3470	0,864	0,019	-1,86	-3,14
40,20,1	16903	2416	1,211	0,013	21011	4063	1,199	0,052	24,30	-0,99
40,20,5	23260	4087	1,205	0,145	20650	3356	1,198	0,028	-11,22	-0,58
40,30,2,5	20461	4582	1,204	0,079	22718	4275	0,982	0,036	11,03	-18,44
20,20,2,5,f	14223	2378	0,86	0,008	24197*	5601	0,995	0,036		15,70
20,30,2,5	23472	3421	1,161	0,001	23550	6082	1,221	0,077		5,17
30,30,2,5	19943	4380			25860	6349			29,67	
C,30,5	28311*	3481	1,389	0,034	32068*	6218	1,519	0,017		
C,30,5,f	18012*	4057			15493*	1998				
moyenne "identité"	20929	3527	1,183	0,044	21704	4240	1,119	0,038	moyenne	4,98
ecart type	2177		0,140		2245		0,145		ecart type	13,46
moyenne "fragile"	14340	1885	0,860	0,008	15745	4250	0,995	0,036		-2,53
ecart type	165									11,06

\* suite à un problème technique, ces valeurs sont supérieures aux valeurs des particules réelles en question et donc difficilement exploitable.

**Tableau R14** : Résultats des tests de pénétration réalisés sur l'ensemble des essais sur produits réels au départ et en fin de refroidissement et pourcentage d'évolution entre le départ et la fin du refroidissement. Les contraintes exprimées sont les contraintes à la rupture.

**Code de couleurs :** vert = essais particules fragiles

mauve = essais à viscosités "1 et 5 Pa.s"

jaune = essais avec concentration en particules au départ de 30%

### 3.3.2.1.1 Test de pénétration

#### La fermeté est conservée

Lors de la phase de mise au point des particules modèles, deux types de particules de fermeté différente ont été réalisés. Le premier doit avoir la fermeté moyenne des fraises au départ du refroidissement, c'est le type "**identité**". Le deuxième doit être moins ferme : c'est le type "**fragile**".

La fermeté moyenne pour le total des essais en cuve réalisés avec des particules "identité" a une valeur de 20929 Pa au départ du refroidissement et de 21704 Pa en fin de refroidissement. Cela conduit à une augmentation moyenne de fermeté de 4,98% ( $\pm 13,46\%$ ) : cette augmentation est faible, il y a donc bien conservation de la fermeté pendant l'essai.

#### Le produit réel est imité

Les valeurs moyennes précitées sont proches des valeurs moyennes obtenues (surtout au départ du refroidissement) avec les fraises qui sont respectivement de 21843 Pa et 28151 Pa. **La fermeté du produit réel référencée par le test de pénétration est bien simulée par les particules modèles.**

#### La fermeté du produit est reproductible

Les écarts-type d'un essai à l'autre avant et après refroidissement sont de 2177 Pa et 2245 Pa, ce qui démontre une bonne répétabilité concernant les valeurs de la fermeté.

#### L'homogénéité de l'échantillon est vérifiée

Au sein d'un même essai, les écarts-type sont très inférieurs à ceux obtenus avec les fraises, cela démontre **l'homogénéité de l'échantillon** composé de particules modèles.

### Les produits "identité" et "fragile" sont de fermetés bien distinctes

Pour les particules de type "fragile", la moyenne de fermeté est de 14340 Pa avant refroidissement, et de 15745 Pa après refroidissement : comme pour les particules types "identité", il y a conservation de la fermeté durant l'essai.



Ces valeurs inférieures de 31,5% et 27,46% à celles de type "identité" nous permettent bien de définir une gamme de fermeté plus fragile.

### 3.3.2.1.2 Test de compression-extrusion

#### La fermeté du produit est conservée et reproductible

Ces tests aboutissent à une fermeté moyenne des particules type "identité" de 1,183 ( $\pm 0,14$ ) N.m au départ du refroidissement et de 1,119 ( $\pm 0,145$ ) N.m en fin de refroidissement.

**Ces valeurs moyennes proches (évolution = -2.53%) ainsi que la valeur des écarts-type permettent de considérer la fermeté des particules comme constante au cours de l'essai et reproductible d'un essai à l'autre.**

#### Le produit réel est-il bien simulé?

Ces valeurs sont très supérieures à celles obtenues avec les fraises, respectivement 0,601 N.m et 0,521 N.m après refroidissement. Cette différence qui apparaît avec ce test de compression-extrusion, mais pas avec le test de pénétration, peut être due à la différence de taille entre les tranches de fraises et les cubes de gels, ou bien au fait que le produit modèle ait évolué au cours du temps, puisque les tests ont été faits plusieurs jours après les essais, (envoi des échantillons à la SIAS).

**Néanmoins, il est possible que les particules réelles et modèles, de part leur forme et leur structure différentes, ne réagissent pas de la même façon lorsque deux types de contraintes différentes leurs sont appliqués via les deux tests différents que sont les tests de pénétration et de compression-extrusion.**

#### L'homogénéité de l'échantillon est vérifiée

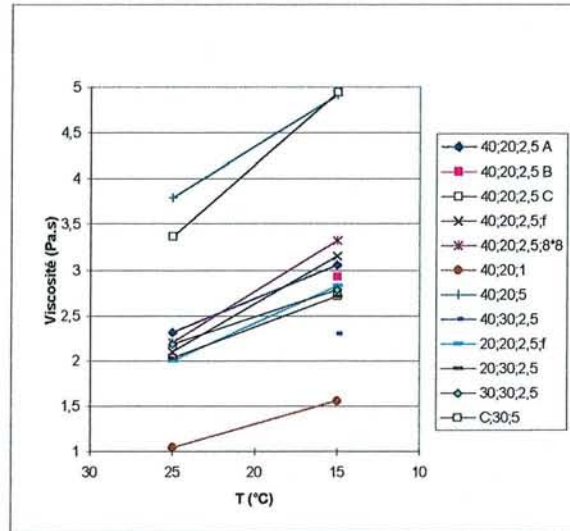
Pour l'ensemble des essais, la moyenne des écarts types est de 0,044 ( $\pm 0,052$ ) N.m avant le refroidissement, et de 0,038 ( $\pm 0,021$ ) N.m après le refroidissement.

Le test a été appliqué trois fois sur chaque échantillon ; sur l'ensemble des échantillons, les écart-types avant et après refroidissement sont de 0,044 ( $\pm 0,052$ ) N.m et 0,038 ( $\pm 0,021$ ) N.m. Ces valeurs, faibles, indiquent que **le test est donc fiable.**

#### Le test de compression-extrusion est limité par la taille des particules

Avec le test de compression-extrusion on trouve une valeur de fermeté plus faible (0,892 N.m) pour l'essai 40;20;2,5;8\*8, bien que ces particules soient aussi de type "identité". Lors de ce test, les particules étant de taille inférieure (8mm au lieu de 10mm), elles sont extrudées plus facilement à travers les trous de la grille d'extrusion : **la taille des particules est donc un facteur limitant pour ce type de test.**

Si l'on excepte ce test, la moyenne de fermeté des particules "identité" est de 1,231 N.m. Pour les particules "fragiles", la valeur était de 0,860 N.m ; l'écart entre ces deux valeurs est de 30,2%, écart très proche de celui obtenu avec l'essai de pénétration (31,5%). Cela indique non seulement la présence de deux gammes de fermeté, mais aussi **la concordance des deux tests lorsque les particules sont de taille identique, homogènes (peu d'écart de fermeté d'un individu à l'autre) et de même structure.**



**Figure R15** : Evolution de la viscosité des fluides porteurs "modèles" lors de la phase de refroidissement. Mesures réalisées à 25°C (départ refroidissement) et 15°C (fin refroidissement). Gradient de cisaillement  $21.33s^{-1}$



### Viscosité du fluide porteur

Le Tableau R15 résume les valeurs de viscosités obtenues au départ et en fin de refroidissement, c'est à dire à 25 et 15°C, et pour un gradient de cisaillement de 21,33s<sup>-1</sup>.

Ces résultats sont représentés graphiquement sur la figure R15.

nom de l'essai	VISCOSITE (Pa.s)	
	Avant refroi 25°C	Après refroi 15°C
40,20,2,5 A	2,31	3,05
40,20,2,5 B		2,92
40,20,2,5 C	2,02	2,71
40,20,2,5,f	2,10	3,15
40,20,2,5,8*8	2,19	3,32
40,20,1	1,04	1,55
40,20,5	3,79	4,91
40,30,2,5		2,30
20,20,2,5,f	1,99	2,82
20,30,2,5	2,03	2,71
30,30,2,5	2,18	2,78
C,30,5	3,37	4,95
C,30,5,f		
moyenne "1 Pa.s"	1,04	1,55
écart type		
moyenne "2,5 Pa.s"	2,12	2,93
écart type	0,12	0,32
moyenne "5 Pa.s"	3,58	4,93
écart type	0,30	0,03

**Tableau R15 :** Viscosité des fluides porteurs en fin de refroidissement pour l'ensemble des essais sur produits modèles. Gradient de cisaillement 21.33s<sup>-1</sup>. Températures 25 et 15°C respectivement au départ et en fin de refroidissement.

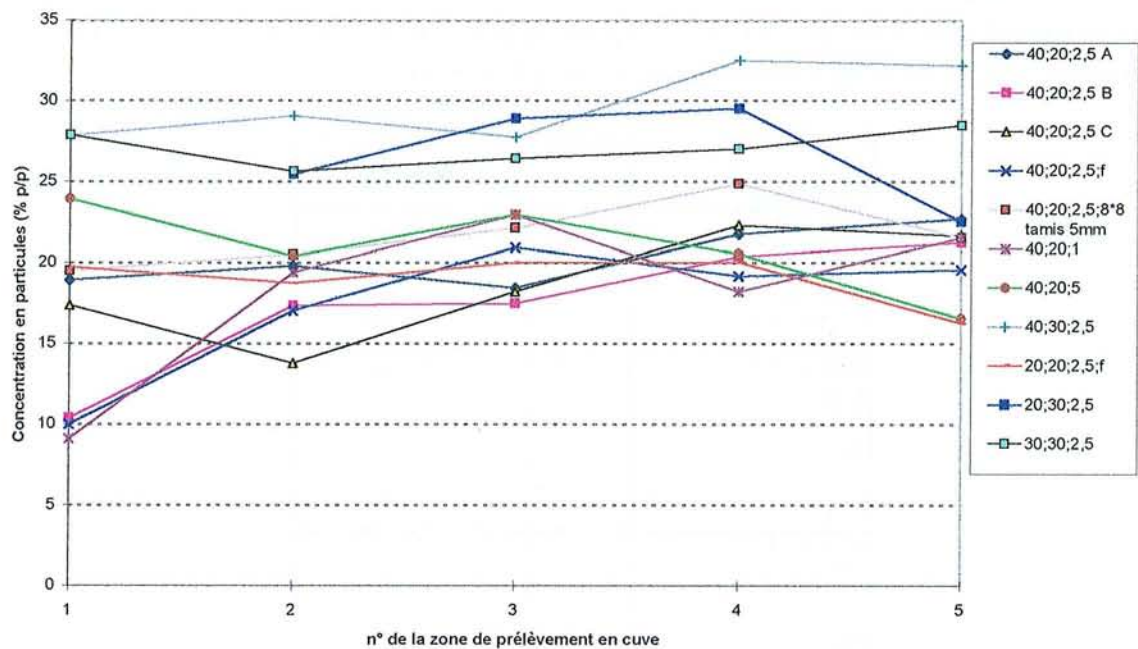
Un des objectifs de la mise au point du fluide porteur modèle est de pouvoir contrôler sa viscosité, de manière à obtenir une gamme maîtrisable de viscosités. Cet objectif est atteint, puisque au départ et à la fin de l'essai, les trois viscosités différentes sont obtenues. **La viscosité devant représenter le fluide porteur réel et nommé "2,5 Pa.s", est bien représentative**, puisque les valeurs moyennes sont de 2,12 Pa.s (avant refroidissement) et 2,93 Pa.s (après refroidissement), proches des valeurs moyennes obtenues sur produit réel qui sont de 1,91 Pa.s (avant refroidissement) et de 3,08 Pa.s (après refroidissement). Les écarts-types sont de 0,12 Pa.s (avant refroidissement) et de 0,32 Pa.s (après refroidissement), ce qui prouve la **bonne reproductibilité du produit**. Les deux autres viscosités retenues, nommées "1 Pa.s" et "5Pa.s", correspondent plus précisément à des valeurs de 1,04 Pa.s et 3,58 Pa.s. Ces deux valeurs choisies pour voir respectivement l'effet d'une viscosité plus faible et plus forte sur la destruction des particules encadrent bien la valeur de référence (voir figure R15).

#### 3.3.2.2 Homogénéité en cuve et précision du tamisage

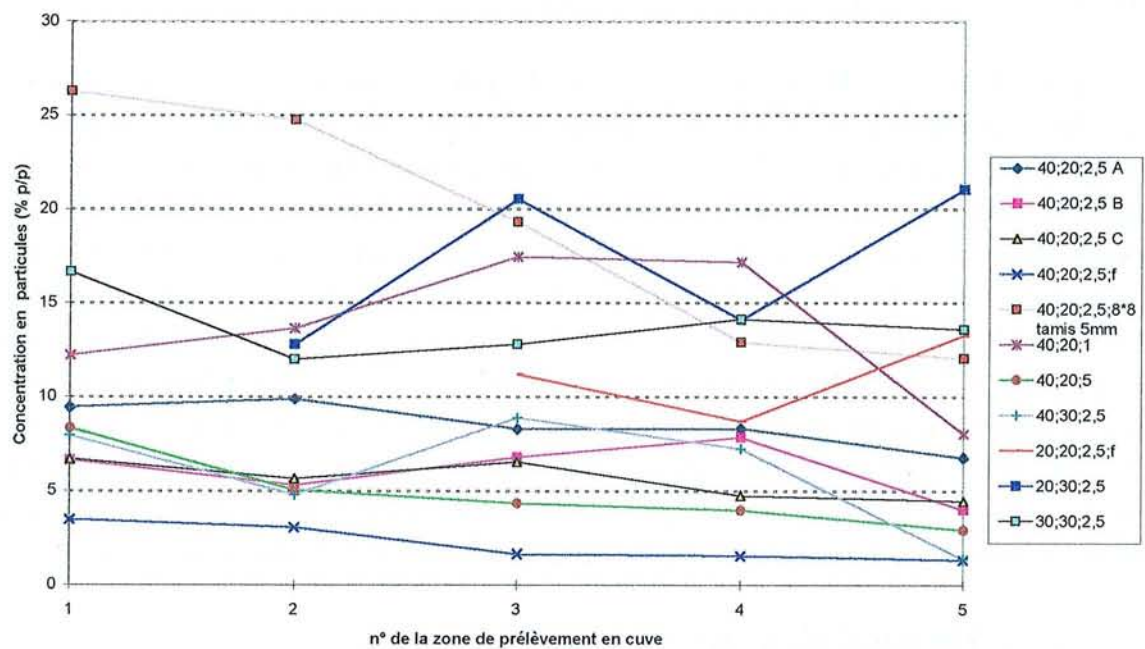
De part leur composition, les particules et le fluide porteur modèles sont de densité identique ( $1,16 < d_c < 1,18$ ).

Cette caractéristique doit aboutir à une bonne homogénéité en cuve. Cette homogénéité, si elle existe, est vérifiée par le tamisage séparé des 5 zones décrites dans le chapitre matériels et méthodes au paragraphe 2.2.2.2.5.





**Figure R16 :** Concentration en particules sur le tamis de 8mm au départ du refroidissement en fonction des 5 zones de prélèvement en cuve.



**Figure R17 :** Concentration en particules sur le tamis de 8mm en fin de refroidissement en fonction des 5 zones de prélèvement en cuve.

Les résultats obtenus sur les tamis de 8 et 5mm avant et après la phase de refroidissement sont représentés sur les Figures R16 à R19. et résumés dans le Tableau R16.

#### Résultats obtenus sur le tamis de 8mm avant la phase de refroidissement (figure R16 et Tableau R16)

Les essais dont la suspension est composée au départ du refroidissement de 30% de particules (40;30;2,5, 20;30;2,5, 30;30;2,5) se distinguent nettement sur la Figure R16 de ceux contenant 20% de particules.

Sur l'ensemble des essais, **il y a homogénéité entre les zones** (aucun écart significatif et régulier n'apparaît entre les zones). Cependant, la zone 1, donne trois valeurs de concentration en particules de l'ordre de 10% au lieu des 20% escomptés. Ce problème, également rencontré avec les particules réelles, semble du au mécanisme d'ouverture de la vanne de fond de cuve qui fournit une ouverture lente et progressive, ce qui aboutit à un blocage partiel des particules.

#### Résultats obtenus sur le tamis de 8mm après la phase de refroidissement (Figure R17 et Tableau R16)

Par rapport à la figure précédente, suite à la destruction des particules due à l'essai, faire la distinction entre les essais avec 30 et 20% de particules au départ n'est évidemment plus possible (Figure R17).

Pour un même essai, les fluctuations d'une zone à l'autre sont contenues. En effet, le coefficient de variation (coefficient de variation = écart type/moyenne\*100) le plus grand, est celui obtenu pour l'essai 40;30;2,5 et est de 48,01%.

*Remarque* : la concentration en particules pour l'essai 40;20;2,5;8\*8 (particules tamisées sur le tamis de 5mm mais essai regroupé avec les autres essais pour une meilleure lisibilité) décroît fortement en zones 4 et 5, tandis qu'avant le refroidissement, ce phénomène n'apparaissait pas.

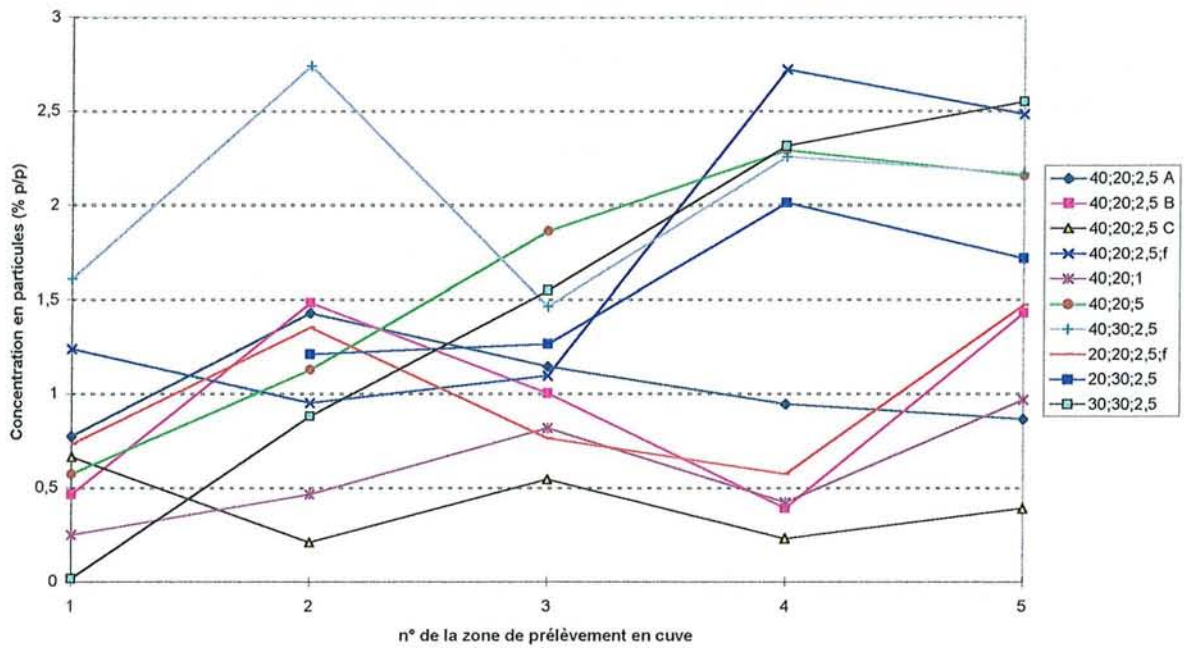
#### Résultats obtenus sur le tamis de 5mm avant la phase de refroidissement (Figure R18 et Tableau R16)

Ici, la concentration en particules représente moins de 3% du total de la suspension (Tableau R16). Les fluctuations importantes d'une zone à l'autre pour un même essai, sont dues à ces très petites quantités de particules. **La quantité de particules sur le tamis est donc le facteur limitant à la précision de la mesure de tamisage**, sur ce tamis de 5mm.

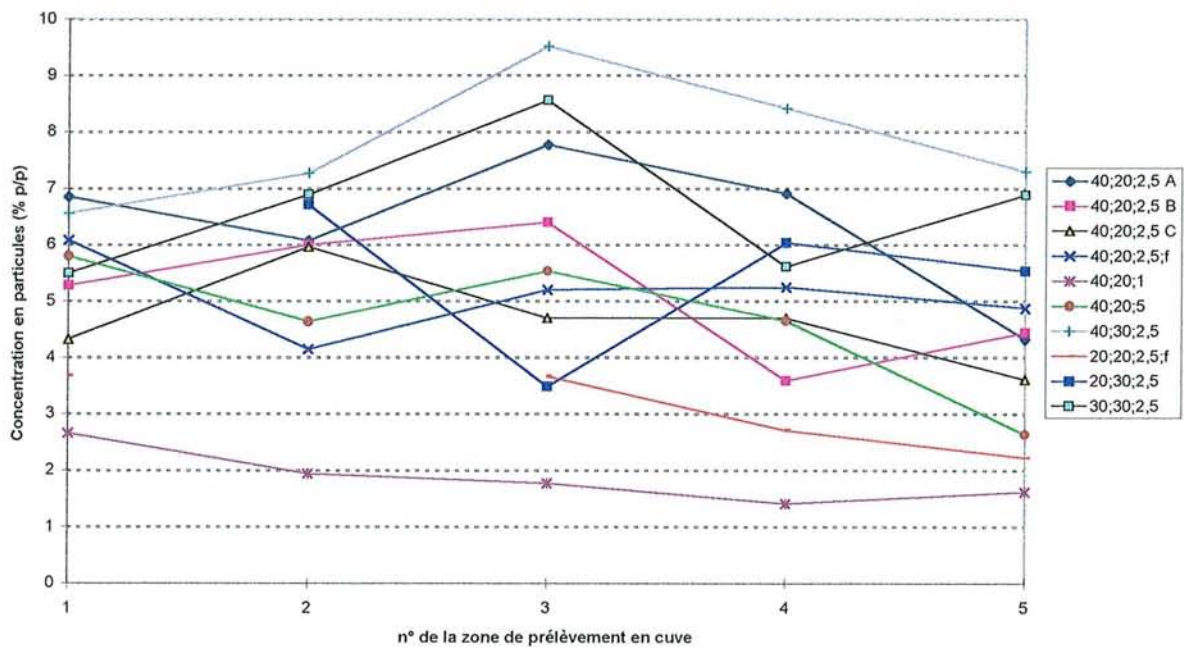
#### Résultats obtenus sur le tamis de 5mm après la phase de refroidissement (Figure R19 et Tableau R16)

La concentration en particules est ici inférieure à 10% (voir Tableau R16). Le phénomène de fluctuation est donc inférieur à celui rencontré avant le refroidissement.





**Figure R18 :** Concentration en particules sur le tamis de 5mm au départ du refroidissement en fonction des 5 zones de prélèvement en cuve.



**Figure R19 :** Concentration en particules sur le tamis de 5mm en fin de refroidissement en fonction des 5 zones de prélèvement en cuve.



nom de l'essai	TAMIS 8mm concentration en particules sur 5 zones				TAMIS 5mm concentration en particules sur 5 zones			
	Départ refroidissement		Fin refroidissement		Départ refroidissement		Fin refroidissement	
	moyenne	ecart type	moyenne	ecart type	moyenne	ecart type	moyenne	ecart type
40,20,2,5 A	20,31	1,82	8,59	1,21	1,04	0,26	6,38	1,30
40,20,2,5 B	17,00	4,26	6,23	1,49	0,94	0,52	5,35	1,14
40,20,2,5 C	18,56	3,45	5,64	1,02	0,42	0,20	4,68	0,85
40,20,2,5,f	17,21	4,33	2,32	0,98	1,67	0,84	5,14	0,70
40,20,2,5,8*8					21,61	2,04	19,36	6,55
40,20,1	17,52	5,43	14,05	3,89	0,55	0,30	1,91	0,48
40,20,5	20,92	2,86	5,02	2,06	1,58	0,73	4,69	1,24
40,30,2,5	29,77	2,33	6,29	3,02	2,05	0,52	7,86	1,16
20,20,2,5,f	19,01	1,60	9,06	1,96	0,98	0,40	2,46	0,73
20,30,2,5	26,77	3,26	17,60	3,85	1,52	0,38	5,44	1,20
30,30,2,5	26,98	1,14	13,77	1,78	1,36	1,04	6,83	1,24
C,30,5								
moyenne 20%	18,65	3,39	7,27	1,80	3,60	0,66	6,25	1,62
coeff de variation		18,20		24,77		18,37		26,00
moyenne 30%	27,84	2,24	12,55	2,88	1,64	0,65	6,71	1,20
coeff de variation		8,06		22,97		39,35		17,88

**Tableau R16** : Concentration en fruits sur les tamis de 8 et 5mm au départ et à la fin du refroidissement pour l'ensemble des essais modèles Les moyennes des trois essais comprenant 30% de particules au départ sont surlignées en jaune. Les moyennes des essais comprenant 20% de particules au départ apparaissent sur fond blanc.

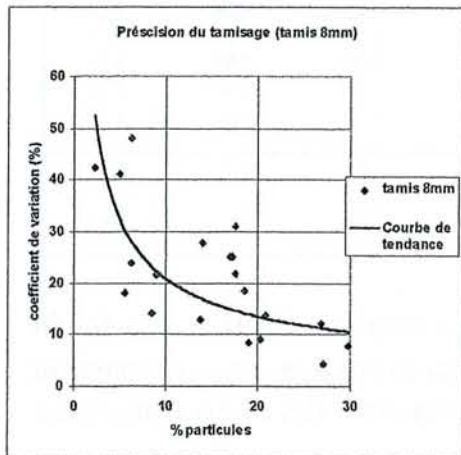
### **3.3.2.3 Conclusion : suspension homogène et précision sur la mesure de la concentration en particules**

D'un point de vue global, les différents tamisages réalisés montrent que la suspension dans la cuve est homogène. Néanmoins il a été constaté que les concentrations mesurées pour les zones 1 à 5 (voir Figures R16 à R19) ne sont pas parfaitement identiques (notamment pour la zone n°1) et que certaines variations existaient. Les Figures R20 et R21 mettent de plus en évidence que la variabilité est d'autant plus importante entre les zones 1 à 5 que la concentration totale en particules est faible. Cette dernière conclusion est valable quelque soit le tamis utilisé (8 et 5mm).

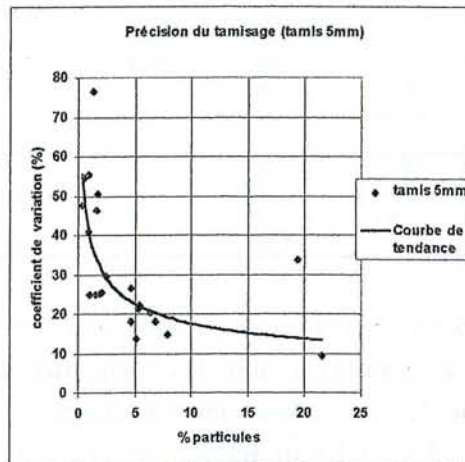
### **3.3.2.4 Concentration en particules au départ de la phase de refroidissement**

Le Tableau R17 compare les concentrations en particules supposées et mesurées expérimentalement au départ de la phase de refroidissement. Pour les essais en cuve, la correspondance entre les valeurs expérimentales et celles présumées est excellente, que ce soit avec 20 ou 30% de particules. En effet, l'écart moyen est de 6,85%. De plus, la majorité des particules se situe sur le tamis de 8mm ; il y a donc très peu de destruction au départ de l'essai. **La valeur de concentration en particules au départ de l'essai est donc maîtrisée.**

Cette maîtrise n'est plus vraie dans le cas de l'essai en continu, pour lequel l'écart entre la concentration escomptée et la valeur réelle est de 34,67%. Cela s'explique certainement par la présence de la pompe doseuse, qui détruit partiellement ces particules lors de l'injection dans la ligne continue. Des essais complémentaires seraient nécessaires pour valider cette conclusion.



**Figure R20**



**Figure.R21**

**Figures R20 et R21 :** Evolution de la précision du tamisage sur les tamis de 8mm (Figure R20) et de 5mm (Figure R21) avec la concentration en particules. Le coefficient de variation (coeff. Variation =  $\frac{\text{Ecart-type}}{\text{moyenne}}$  (des 5 zones tamisées de la cuve)  $\times 100$ ) permet de définir la précision de la mesure. Un coefficient de variation important equivaut à un écart-type important par rapport à la moyenne, et donc à des imprécisions importantes.



nom de l'essai	DEPART REFROIDISSEMENT					Ecart entre concentration supposée et mesurée (%)
	Concentration supposée (%)	Concentration mesurée expérimentalement (%)				
	Total	8mm	5mm	Total	ecart type	
40,20,2,5 A	20	20,31	1,04	21,35	1,76	6,75
40,20,2,5 B	20	17	0,94	17,94	4,49	10,30
40,20,2,5 C	20	18,56	0,42	18,98	3,45	5,10
40,20,2,5,f	20	17,21	1,67	18,88	4,69	5,60
40,20,2,5,8*8	20		21,61	21,61	2,04	8,05
40,20,1	20	17,52	0,55	18,07	5,88	9,65
40,20,5	20	20,92	1,58	22,5	2,49	12,50
40,30,2,5	30	29,77	2,05	31,82	2,62	6,07
20,20,2,5,f	20	19,01	0,98	19,99	1,26	0,05
20,30,2,5	30	26,77	1,52	28,29	3,32	5,70
30,30,2,5	30	26,98	1,36	28,34	1,71	5,53
C,30,5	30	16,09	3,51	19,6	2,01	34,67

**Tableau R17 :** Concentrations en fruits relevées sur les tamis de 8mm, 5mm et au total, au départ de la phase de refroidissement pour l'ensemble des essais sur produits modèles.

### 3.3.2.5 Taille des particules en début de phase de refroidissement

Le tableau R18, résume les longueurs caractéristiques des particules au départ de la phase de refroidissement pour l'ensemble des essais réalisés avec les produits modèles.

nom de l'essai	DEPART REFROIDISSEMENT					
	longueur caractéristique en mm		tamis 5mm		Total	
	tamis 8mm		tamis 8mm		tamis 8mm	
	moyenne	ecart type	moyenne	ecart type	moyenne	ecart type
40,20,2,5 A	9,70	1,23			9,45	1,40
40,20,2,5 B	10,24	0,79			10,09	1,01
40,20,2,5 C	10,62	0,94			10,53	1,07
40,20,2,5,f	11,90	1,13			11,09	1,78
40,20,2,5,8*8			8,14	0,69		
40,20,1	10,82	0,67			10,56	1,17
40,20,5	10,31	1,23			9,84	1,64
40,30,2,5	10,09	0,70			9,83	1,19
20,20,2,5,f	11,25	0,92			10,69	1,72
20,30,2,5	10,51	0,76			10,00	1,30
30,30,2,5	10,79	0,65			10,33	1,23
C,30,5	10,40	1,11	8,13	1,36	9,29	1,70
C;30;5;f	10,66	1,26	7,93	1,36	9,20	1,80
moyenne sans essai 40;20;2,5,8*8	10,61	0,95			10,08	1,42
ecart moyen					0,47	

**Tableau R18 :** Distribution en taille de fruits sur les tamis de 8, 5mm et au total, au départ des essais, pour l'ensemble des essais sur produits modèles.

La quasi-absence de particules sur le tamis de 5mm (entre 1 et 10 particules) au départ du refroidissement n'a pas permis d'établir une moyenne significative sur ce tamis.

Sur l'ensemble des essais où les particules sont calibrées pour être des cubes de 10mm de côté, la longueur caractéristique moyenne (qui correspond ici au côté du cube) est de 10,08mm. L'écart-type moyen est de 1,42mm, ce qui est une valeur beaucoup plus faible que celle obtenue avec les particules réelles. Cela n'est pas surprenant, étant donné l'hétérogénéité en taille des fruits.



L'écart moyen par rapport à la moyenne est de 0,47mm, ce qui prouve la précision du système de découpe. De plus, lors des deux essais réalisés avec les particules plus fragiles (40;20;2,5;f et 20;20;2,5;f) ces particules ont été découpées avec un outil moins précis, et ont donc des tailles moyennes supérieures ; respectivement 11,09 et 10,69mm. En continu, la destruction due au système d'injection amène à des particules de taille moyenne inférieure à celles rencontrées en cuve (9,29 et 9,20mm).

L'essai 40;20;2,5;8\*8 concerne des particules calibrées pour être des cubes de 8mm de côté : la taille moyenne de 8,14mm prouve la précision du système de découpe.

### 3.3.2.6 Reproductibilité des essais

Le paragraphe précédent montre, d'un essai à l'autre, l'existence, bien que minime, d'écarts sur la fermeté des particules, la viscosité du fluide porteur, la précision du tamisage (concentration en particules) et la taille des particules au départ du refroidissement.

Un des buts de la réalisation des produits modèles est de pouvoir répéter à l'identique un essai. Pour valider cet aspect, un essai est répété trois fois.

Pour chacune des répétitions, des particules et du fluide porteur modèle ont été réalisés séparément pour apprécier les différences possibles d'une réalisation à l'autre.

L'essai triplé se caractérise par une vitesse de rotation de l'agitateur de 40tr.min<sup>-1</sup>, une concentration de 20% de particules au départ du refroidissement, une fermeté de type "identité" et une viscosité de type "2,5 Pa.s". Les références de ces essais sont :40;20;2,5 A,B et C.

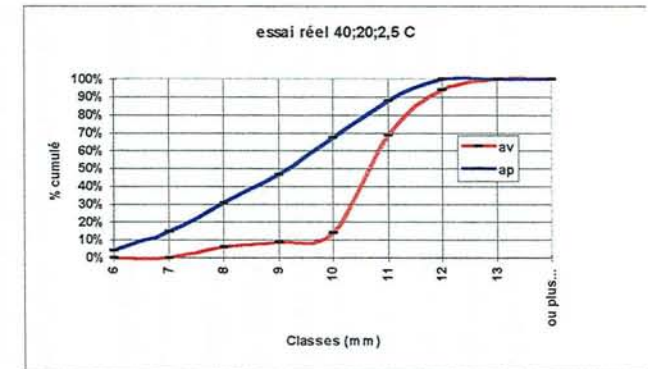
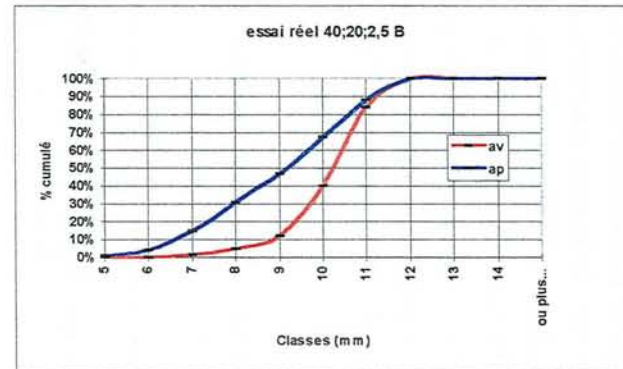
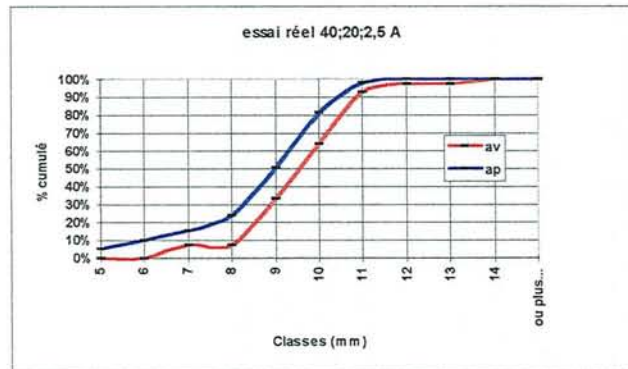
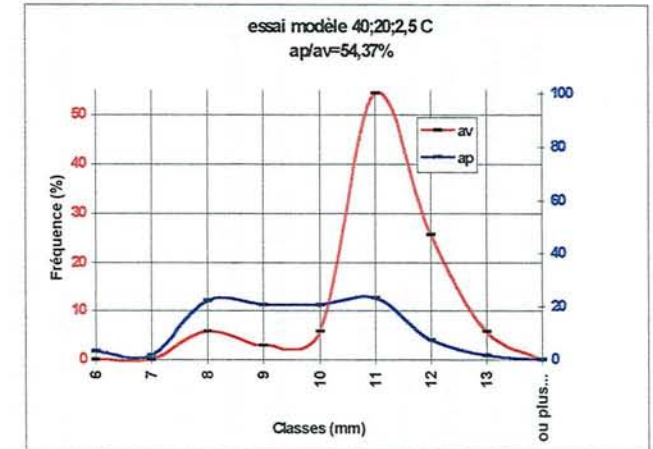
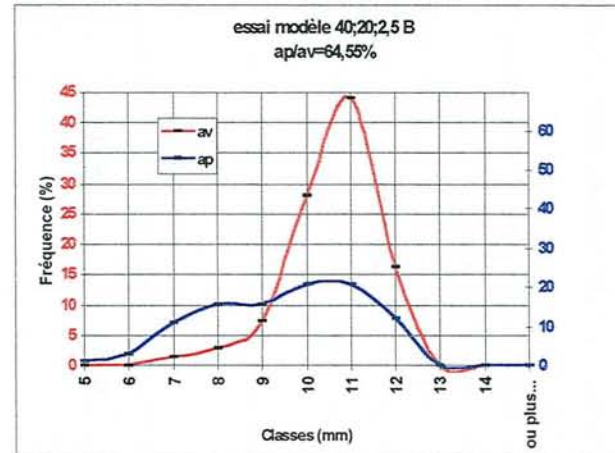
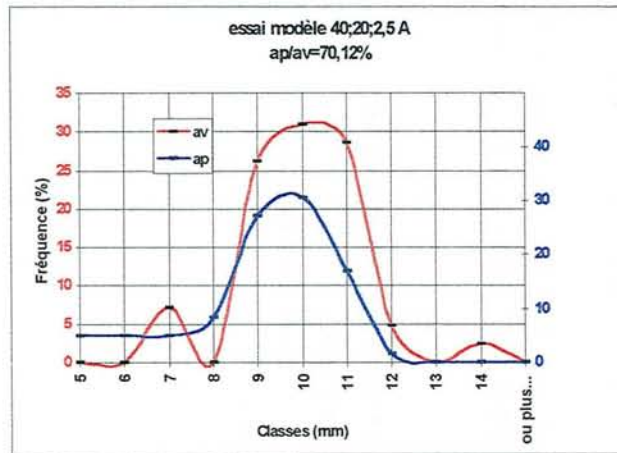
Les valeurs moyennes des principaux paramètres entrant en jeu sur les trois essais sont représentées dans le Tableau R19

nom essai	fermeté (Pa)		viscosité (Pa.s)		Concentration en particules (%)		taille (mm)		% particules conservées (%)
	Av refroid	Ap refroid	Av refroid 25°C	Ap refroid 15°C	Av refroid	Ap refroid	Av refroid	Ap refroid	
40;20;2,5 A	21786	20059	2,31	3,05	21,35	14,97	9,45	9,17	70,12
40;20;2,5 B	21268	21364		2,92	17,94	11,58	10,09	9,35	64,65
40;20;2,5 C	18686	17965	2,02	2,71	18,98	10,32	10,53	9,76	54,37
moyenne	20580	19796	2,17	2,89	19,42	12,29	10,02	9,43	63,01
écart type	1661	1715	0,21	0,17	1,75	2,40	0,54	0,30	7,99
coeff variation	8,07	8,66	9,47	5,93	9,00	19,57	5,42	3,21	12,67

**Tableau R19** : Valeurs de fermeté, de viscosité, de concentration en particules, de taille et de pourcentage de particules conservées entre le départ et la fin du refroidissement pour les essais 40;20;2,5,A,B et C.

Sur cet exemple, le pourcentage de conservation des particules qui varie de 70,12% à 54,37%, illustre bien la limite de précision d'un essai.

Le coefficient de variation de 12,67%, peut donc être pris comme une valeur de référence pour la précision sur l'ensemble d'un essai.



**Figure R22** : Histogrammes du couplage distribution en taille-concentration en particules des essais modèles 40;20;2,5A,B et C. ainsi qu'histogrammes cumulés



### Remarque : Couplage distribution en taille et fraction de particules conservées

Le Tableau R19 révèle qu'à une augmentation de la taille des particules, correspond une augmentation de la destruction de celles-ci. Dans le Tableau R20 sont rassemblées pour les trois essais les tailles des particules obtenues avant et après refroidissement, et ce pour les deux tamis (5 et 8mm).

nom essai	Départ refroidissement mm			Fin refroidissement mm			Evolution (% taille conservé) %		
	8mm	5mm	Total	8mm	5mm	Total	8mm	5mm	TOTAL
40,20,2,5 A	9,70		9,45	9,57	7,82	9,17	98,66		97,04
40,20,2,5 B	10,24		10,09	10,14	7,87	9,35	99,02		92,67
40,20,2,5 C	10,62		10,53	10,69	8,36	9,76	100,66		92,69
moyenne	10,19		10,02	10,13	8,02	9,43	99,45		94,13
ecart type	0,46		0,54	0,56	0,30	0,30	1,06		2,52

**Tableau R20 :** Taille moyenne de particules au départ et à la fin de la phase de refroidissement pour les essais 40;20;2,5 A,B et C.

Ce Tableau R.20 montre que la conservation en taille de particules est meilleure pour l'essai 40;20;2.5 A, où elle est de 97,04%, que pour les deux autres essais, où elle est sensiblement identique, 92,67% et 92,69%.

Il est à noter que pour cet essai, les particules ont au départ de l'essai la plus petite taille moyenne (9,45mm).

L'allure de la distribution en taille, couplée à la destruction, est représentée sur la Figure R22. **La signification des graphiques est identique à celle utilisée pour les particules réelles ; cependant, étant donné la distribution en taille plus réduite des particules modèles par rapport à celle des fraises, chaque classe de longueur est de 1mm, au lieu de 2mm comme précédemment.**

Cette Figure R22, montre bien la différence de distribution en taille entre l'essai 40;20;2,5 A, et les essais 40;20;2,5 B et C, que ce soit au niveau de la répartition par classe ou du total cumulé. En effet, la taille des particules de l'essai 40;20;2,5 A subit une diminution moins grande (décalage de la courbe bleue par rapport à la rouge) que les deux autres essais. Ces deux essais ont des évolutions de distribution en taille plus similaires, et l'écart de conservation de particules (10,18%) peut en plus de la différence de taille des particules, être influencé par la précision du tamisage. En effet, l'essai 40;20;2,5 B fait partie des trois essais où avant la phase de refroidissement, le tamisage de la zone 1 de la cuve (cf. Figure R16) présente un déficit important en particules (8 à 10%). Sans cette imprécision de mesure, il y aurait eu une concentration en particules plus élevée au départ de cet essai 40;20;2,5 B et donc au final une conservation des particules plus faible et donc plus proche de celle de l'essai 40;20;2,5 C.

### **3.3.2.7 Conclusion concernant la précision et la reproductibilité des essais**

Les objectifs fixés lors de la réalisation des produits modèles sont atteints.

- Les produits réalisés sont reproductibles du point de vue fermeté et taille des particules, ainsi que du point de vue viscosité du fluide porteur.
- Il est de plus possible de faire varier et de contrôler la valeur de ces trois paramètres de



façon précise et de disposer ainsi de gammes de taille et de fermeté de particules, ainsi que d'une gamme de viscosité de fluides porteurs.

- Lors de l'essai, la concentration en particules est contrôlée et il y a homogénéité de la suspension.
- En ce qui concerne les mesures faites sur les particules, le test de pénétration est plus efficace que le test de compression-extrusion, car il s'affranchit du problème de la taille des particules. La concentration en particules (tamisage) est la mesure la moins précise, dû en partie au mode de prélèvement en cuve. De plus, la précision du tamisage diminue avec la masse de particules en présence sur le tamis.

En triplant un essai, la précision sur la fraction détruite de particules a été déterminée.

**La connaissance de cette limite de précision va permettre de valider et de nuancer les résultats des essais réalisés pour quantifier le rôle de la viscosité du fluide porteur, de la vitesse de rotation de l'agitateur, de la concentration, de la taille et de la fermeté des particules, sur la destruction de celles-ci.**

L'influence de ces paramètres sur la destruction des particules ainsi que les performances de l'essai réalisé en continu sont discutées dans les paragraphes qui suivent.

### 3.3.3 RESULTATS EXPERIMENTAUX OBTENUS A PARTIR DES ESSAIS SUR PRODUITS MODELES

#### 3.3.3.1 Influence de la viscosité du fluide porteur

##### Viscosité et destruction des particules

Pour étudier l'action de ce paramètre, des essais ont été réalisés pour trois viscosités différentes du fluide porteur. Ces essais sont les essais 40;20;1, 40;20;2,5 A,B,C et 40;20;5. Les trois gammes de viscosité sont, pour mémoire, nommées "1Pa.s", "2,5 Pa.s" et "5 Pa.s". L'essai 40;20;2,5A,B,C est la moyenne des trois essais de référence.

Les résultats obtenus concernant la destruction des particules et les viscosités des fluides porteurs sont résumés dans les Tableaux R21, R22 et sur la Figure R23.

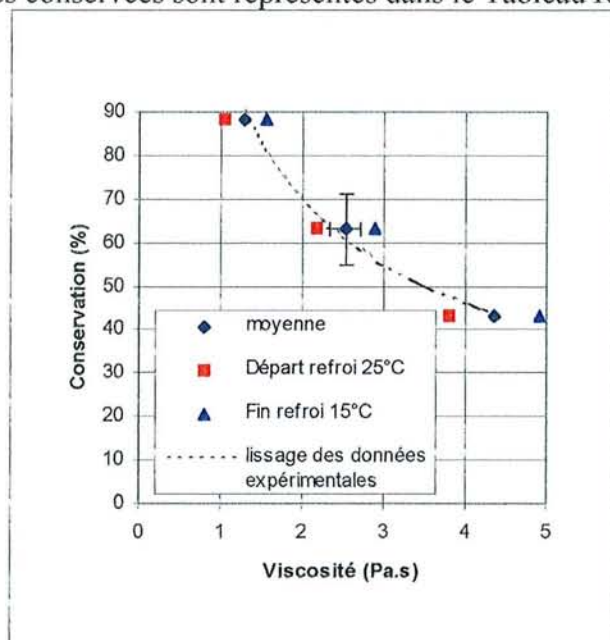
Pour des viscosités moyennes (moyenne de viscosité calculée à 15 et 25°C) allant de 1,295 Pa.s à 4,35 Pa.s, la conservation des particules passe de 88,32% à 43,16%. **La destruction des particules augmente donc avec la viscosité du fluide porteur.**

Sur la plage de viscosité étudiée, lorsque celle-ci est multipliée par 3,4, la conservation de particules est divisée par deux.

Ce résultat est à nuancer par les erreurs sur la viscosité et le pourcentage de conservation de particules représentées par des barres d'erreur sur la viscosité moyenne de l'essai de référence (voir figure R23). Sur cette figure, sont aussi représentées les viscosités avant et après refroidissement, ainsi qu'une tendance de l'évolution de la conservation de particules en fonction de la viscosité.

##### Couple distribution en taille-destruction et viscosité

Les tailles moyennes de particules et les graphiques couplant la distribution en taille et la fraction de particules conservées sont représentés dans le Tableau R23 et sur la Figure R24.



**Figure R23** : Pourcentage de particules modèles conservées au cours de la phase de refroidissement en fonction de la viscosité de fluide porteur

nom essai	Départ refroidissement %						Fin refroidissement %					
	8mm		5mm		Total		8mm		5mm		Total	
	moyenne	écart type	moyenne	écart type	moyenne	écart type	moyenne	écart type	moyenne	écart type	moyenne	écart type
40,20,1	17,52	5,43	0,55	0,30	18,07	5,68	14,05	3,89	1,91	0,48	15,96	3,80
40;20;2,5 A B C moyenne	18,62	3,18	0,80	0,33	19,42	3,23	6,82	1,24	5,47	1,10	12,29	1,80
40,20,5	20,92	2,86	1,58	0,73	22,50	2,49	5,02	2,06	4,69	1,24	9,71	3,09

nom essai	% Particules conservées			
	8mm moyenne	5mm moyenne	Total moyenne	ecart type
40,20,1	80,19	347,27	88,32	
40;20;2,5 A B C moyenne	36,44	765,63	63,01	7,98
40,20,5	24,00	296,84	43,16	

**Tableau R21 :** Valeurs de concentration en particules en fonction de la viscosité du fluide porteur. Valeurs moyennes et écart-types au départ et en fin de refroidissement et pourcentage de particules conservées au cours de l'essai

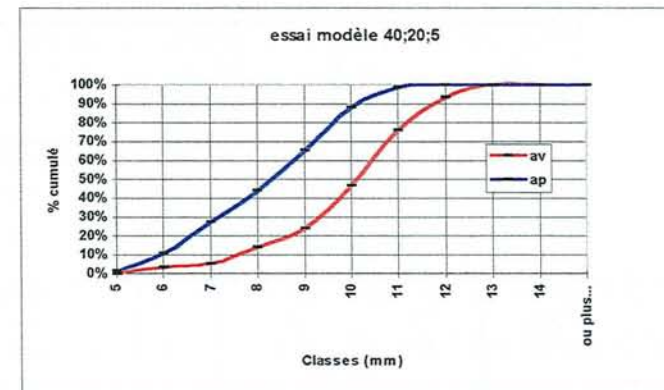
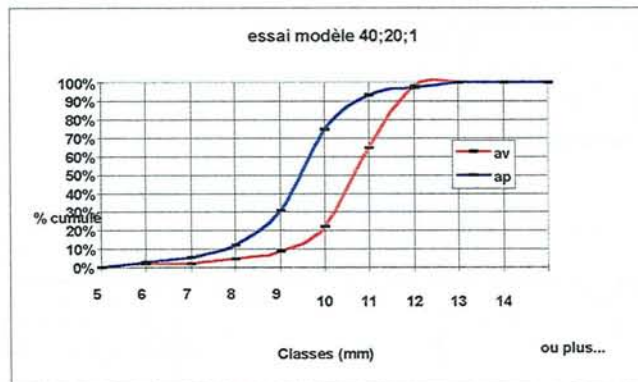
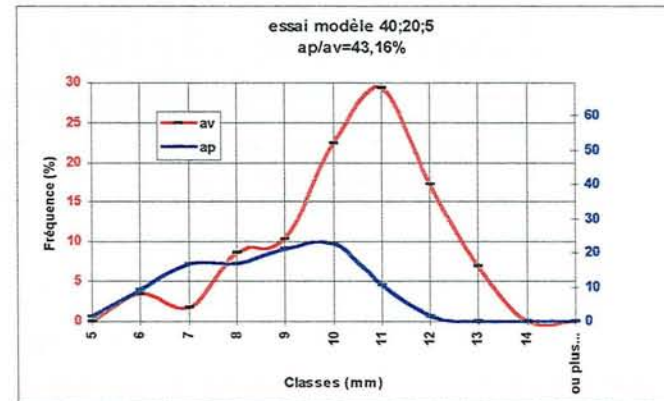
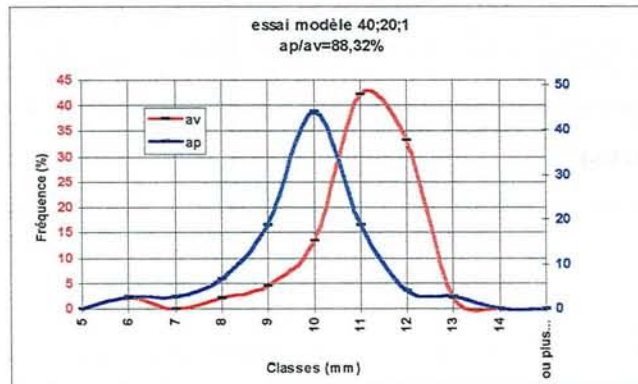
nom essai	VISCOSITE (Pa.s)				Viscosité moyenne	
	Départ refroi 25°C		Fin refroi 15°C		moyenne	écart type
	moyenne	écart type	moyenne	écart type		
40,20,1	1,04		1,55		1,295	
40;20;2,5 A B C moyenne	2,17	0,21	2,89	0,17	2,53	0,19
40,20,5	3,79		4,91		4,35	

**Tableau R22 :** Valeurs de viscosité de fluides porteurs modèles au départ du refroidissement à 25°C, en fin de refroidissement à 15°C et moyenne de ces deux viscosités



**Tableau R23 :** Valeurs de tailles moyennes au départ et en fin de refroidissement et pourcentage de conservation de ces tailles moyennes entre le départ et la fin du refroidissement pour les les essais réalisés à différentes viscosités de fluides porteurs

nom essai	Départ refroidissement		Fin refroidissement		Evolution %
	mm	écart-type	mm	écart-type	
40,20,1	10,56	1,17	9,32	1,25	88,26
40,20,2,5 A	9,45	1,40	9,17	1,31	97,04
40,20,2,5 B	10,09	1,01	9,35	1,58	92,67
40,20,2,5 C	10,53	1,07	9,76	1,43	92,69
40,20,5	9,84	1,64	8,20	1,67	83,33



**Figure R24 :** Histogrammes du couplage distribution en taille-concentration en particules des essais modèles 40;20;1 et 5 ainsi qu'histogrammes cumulés

- Comparaison de l'essai "1 Pa.s" (40;20;1) avec l'essai "2,5 Pa.s" (40;20;2,5 A B C)

Du point de vue distribution en taille, l'essai à "faible" viscosité 40;20;1, est à comparer parmi les trois essais de viscosité "moyenne" à l'essai 40;20;2,5 C. En effet, les tailles moyennes de particules dans ce cas sont très voisines : 10,56mm contre 10,53mm (voir Tableau R23).

La distribution en taille de l'essai 40;20;1, présente un "pic" avant et après la phase de refroidissement, ce qui est en accord avec le peu de destruction de cet essai (88,32% de particules conservées). L'essai 40;20;2,5 C voit disparaître son "pic" après le refroidissement (Figure R22). **A taille de particules identique, il y a bien une meilleure conservation des particules quand le fluide porteur est moins visqueux.**

Remarque

L'essai 40;20;1 fait partie des essais connaissant un déficit de particules sur la zone 1 de prélèvement en cuve (voir Figure R16). Sans prendre en compte cette zone, la concentration de particules au départ de cet essai serait de 21,35% au lieu de 18,98%. Le pourcentage de particules conservées passerait de 88,32% à 74,71%. Certes, cette conservation est toujours meilleure que les taux de particules conservées avec les essais à viscosité "moyenne", mais se rapproche de l'essai 40;20;2,5 A (Figure R22), essai qui conserve un "pic" après refroidissement, mais dont les particules au départ de l'essai sont de taille inférieure à celles de l'essai 40;20;1.

- Comparaison de l'essai "5 Pa.s" (40;20;5) avec les essais "2,5 Pa.s" (40;20;2,5 A B C)

L'essai 40;20;5, se situe du point de vue distribution en taille au départ de l'essai entre les essais 40;20;2,5 A et B. Ces tailles moyennes respectives sont 9,84mm contre 9,45 et 10,09mm. En fin de refroidissement, l'essai viscosité "5Pa.s", présente non seulement une moins bonne conservation des particules (43,18% contre 70,12% et 64,55%), mais aussi la plus petite taille moyenne de particules avec 8,20mm. **Le fluide le plus visqueux est bien le plus destructeur en particules.**

### 3.3.3.2 Influence de la vitesse de rotation de l'agitateur

Vitesse de rotation et destruction de particules

Les vitesses de rotation retenues sont 20,30 et 40tr.min<sup>-1</sup>. Les essais correspondants sont les essais dénommés 20;30;2,5, 30;30;2,5 et 40;30;2,5. Les résultats en terme de particules détruites et l'influence de la vitesse de rotation sur cette destruction sont représentés dans le Tableau R24 et sur la Figure R25.

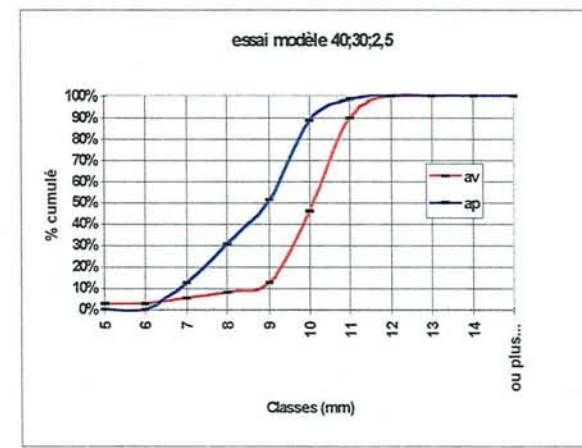
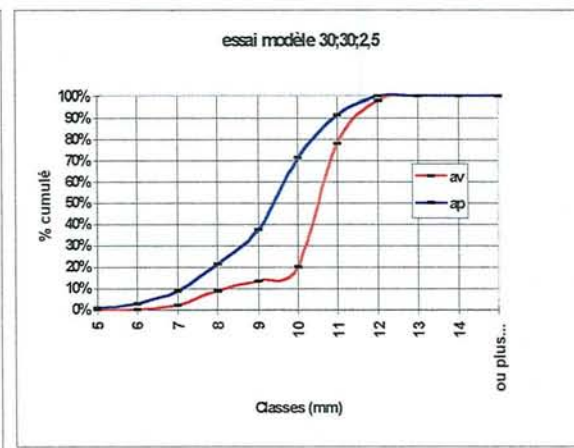
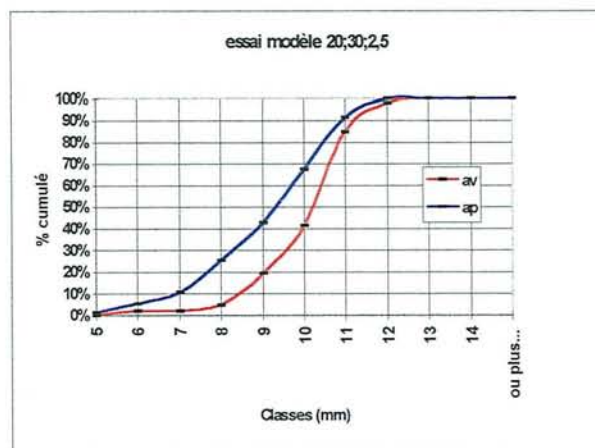
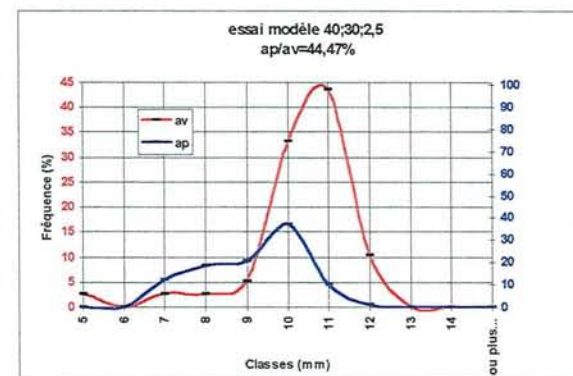
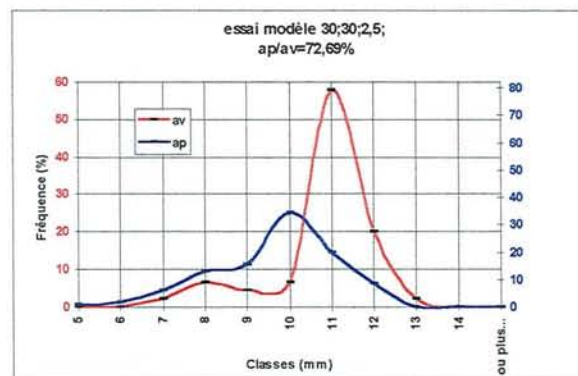
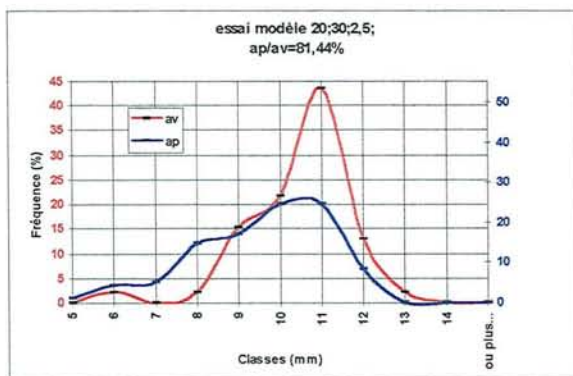
**Ces résultats indiquent une augmentation de la destruction de particules avec la vitesse de rotation.** En effet, pour la gamme de vitesses de rotation étudiées, quand cette vitesse est multipliée par deux, la conservation de particules est divisée par 1,83.

Relation entre distribution en taille-destruction et vitesse de rotation

Le Tableau R25 et la Figure R26 regroupent les résultats de taille moyenne de particules et de couplage distribution en taille-destruction pour les trois essais étudiés.

Ces trois essais ont des tailles moyennes de particules au départ de l'essai très proches (l'écart maximal est de 0,5mm entre l'essai 30;30;2,5 et l'essai 40;30;2,5).





**Figure R26** : Histogrammes du couplage distribution en taille-concentration en particules des essais 20;30;2,5, 30;30;2,5, 40;30;2,5, ainsi qu'histogrammes cumulés

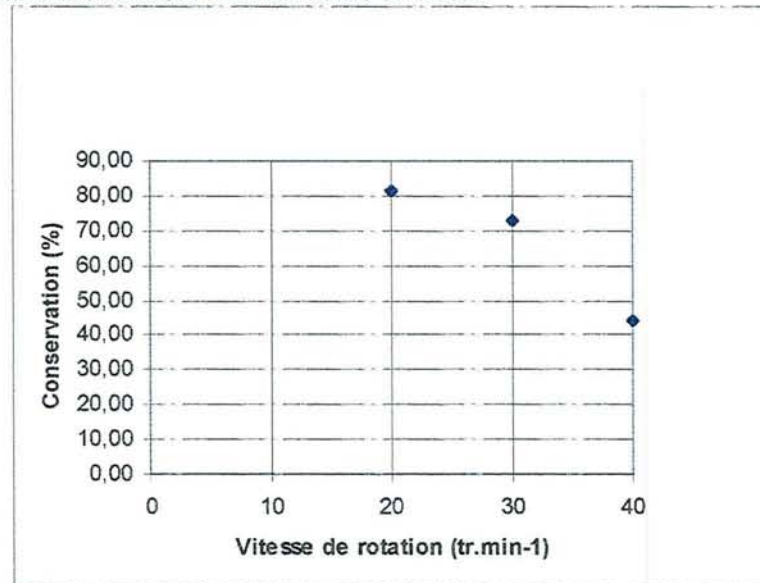


nom essai	Départ refroidissement %						Fin refroidissement %					
	8mm		5mm		Total		8mm		5mm		Total	
	moyenne	écart type	moyenne	écart type	moyenne	écart type	moyenne	écart type	moyenne	écart type	moyenne	écart type
20,30,2,5	26,77	3,26	1,52	0,38	28,29	3,32	17,60	3,85	5,44	1,20	23,04	3,07
30,30,2,5	26,98	1,14	1,36	1,04	28,34	1,71	13,77	1,78	6,83	1,24	20,60	1,29
40,30,2,5	29,77	2,33	2,05	0,52	31,82	2,62	6,29	3,02	7,86	1,16	14,15	3,69

nom essai	% de particules conservées %		
	8mm	5mm	Total
	moyenne	moyenne	moyenne
20,30,2,5	65,75	357,89	81,44
30,30,2,5	51,04	502,21	72,69
40,30,2,5	21,13	383,41	44,47

**Tableau R24 :** Valeurs de concentration en particules en fonction de la vitesse de rotation de l'agitateur. Valeurs moyennes et écart-types au départ et en fin de refroidissement et pourcentage de particules conservées au cours de l'essai



**Figure R25 :** Pourcentage de particules modèles conservées au cours de la phase de refroidissement en fonction de la vitesse de rotation de l'agitateur

Le constat est le même pour l'allure des distributions en taille et les profils de pourcentage cumulé. Les courbes représentatives de la distribution en taille montrent, après le refroidissement, la disparition du pic initial et un décalage de l'ensemble de la courbe vers la gauche. Les courbes de pourcentage cumulé, montrent l'accroissement de la destruction avec la vitesse de rotation par un décalage plus marqué entre le départ et la fin du refroidissement (respectivement courbes rouges et bleues).

nom essai	AVANT REFROI		APRES REFROI		EVOLUTION %
	mm moyenne	écart type	mm moyenne	écart type	
20,30,2,5	10	1,3	9,05	1,6	90,50
30,30,2,5	10,33	1,23	9,16	1,41	88,67
40,30,2,5	9,83	1,19	8,72	1,22	88,71

**Tableau R25** : Valeurs de tailles moyennes au départ et en fin de refroidissement et pourcentage de conservation de ces tailles moyennes entre le départ et la fin du refroidissement pour les essais réalisés à différentes vitesses de rotation de l'agitateur

Ce décalage n'est pas flagrant, notamment pour les essais à 30 et 40tr.mn<sup>-1</sup> (30;30;2,5 et 40;30;2,5), alors que les pourcentages de conservation de particules pour ces deux essais sont très différents (respectivement 72,69 et 44,47%). De plus, ces deux essais ne sont pas affectés par un déficit de particules en zone 1 lors du tamisage (voir Figure R16).

### **3.3.3.3 Influence de la concentration en particules**

Les concentrations retenues pour discuter de ce paramètre sont égales à **20** et **30%**. Les essais correspondant sont les essais référencés 40;**20**;2,5 A, B et C et 40;**30**;2,5. Du point de vue distribution en taille de particules au départ de l'essai, l'essai 40;**30**;2,5 se situe entre les essais 40;**20**;2,5 A et B. Ces tailles sont respectivement 9,83 (Tableau R25), 9,45 et 10,09mm (Tableau R20).

L'essai 40;**30**;2,5 est donc à comparer avec les essais 40;**20**;2,5 A et B.

Le pourcentage de particules conservées pour l'essai contenant 30% de particules est de 44,47% contre 70,12 et 64,55% pour les deux essais contenant 20% de particules.

**Pour la gamme concernée, l'augmentation de la concentration en particules entraîne une augmentation du taux de destruction de celles-ci.**

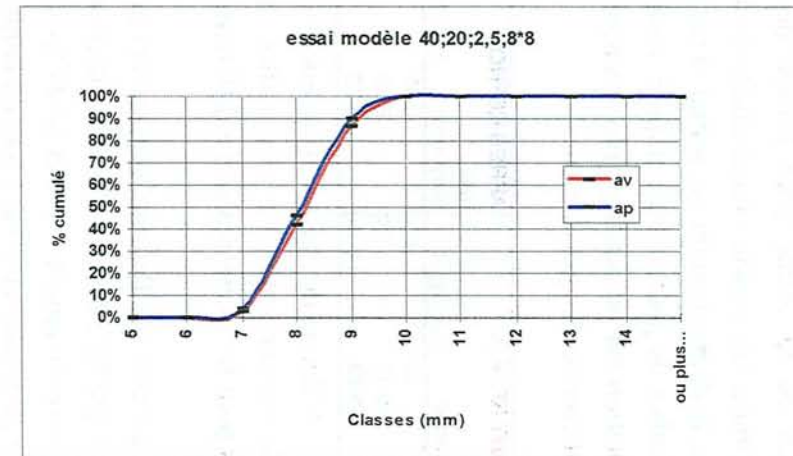
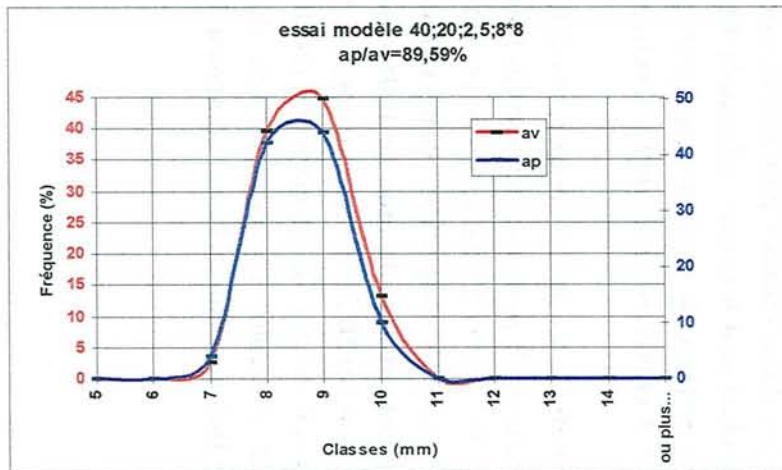
*Remarque* : l'essai 40;**20**;2,5 B connaît lors du tamisage un déficit de particules avant le refroidissement en zone 1 de la cuve (Figure R16). Sans tenir compte de cette zone, le pourcentage de particules conservées passe de 64,55 à 57,46%. Ce pourcentage reste cependant plus fort que celui de l'essai contenant 30% de particules.

nom essai	Départ refroidissement						Fin refroidissement					
	Concentration en particule (%)						Concentration en particules (%)					
	8mm		5mm		Total		8mm		5mm		Total	
	moyenne	écart type	moyenne	écart type	moyenne	écart type	moyenne	écart type	moyenne	écart type	moyenne	écart type
40,20,2,5 A	20,31	1,82	1,04	0,26	21,35	1,76	8,59	1,21	6,38	1,30	14,97	2,18
40,20,2,5 B	17,00	4,26	0,94	0,52	17,94	4,49	6,23	1,49	5,35	1,14	11,58	1,73
40,20,2,5 C	18,56	3,45	0,42	0,20	18,98	3,45	5,64	1,02	4,68	0,85	10,32	1,49
40,20,2,5,8*8			21,61	2,04	21,61	2,04			19,36	6,55	19,36	6,55

nom essai	Particules conservées		
	%		
	8mm	5mm	Total
	moyenne	moyenne	moyenne
40,20,2,5 A	42,29	613,46	70,12
40,20,2,5 B	36,65	569,15	64,55
40,20,2,5 C	30,39	1114,29	54,37
40,20,2,5,8*8		89,59	89,59

**Tableau R26 :** Valeurs de concentration en particules en fonction de la taille initiale des particules. Valeurs moyennes et écarts-type au départ et en fin de refroidissement et pourcentage de particules conservées au cours de chaque essai



**Figure R27 :** Histogrammes du couplage distribution en taille-concentration en particules de l'essai 20;20;2,5,8\*8, ainsi qu'histogrammes cumulés



### **3.3.3.4 Influence de la taille des particules**

Pour apprécier cette influence sur la destruction des particules, des particules modèles cubiques de 8mm de côté ont été fabriquées. L'essai mettant en œuvre ces particules est dénommé 40;20;2,5;8\*8, et est à comparer avec les essais de référence 40;20;2,5 A, B et C.

Le Tableau R26 compare ces deux catégories d'essais en terme de conservation de particules. **Avec 89.59% de particules conservées, l'essai utilisant des particules de 8mm de côté est le moins destructeur.** C'est d'ailleurs l'essai en cuve possédant le meilleur taux de conservation de particules tous essais confondus.

#### Remarque

L'analyse de la distribution en taille (Figure R27) et le pourcentage cumulé de particules montre des courbes avant et après refroidissement quasiment superposées. De plus, visuellement, les particules prélevées après le refroidissement sont pratiquement toutes intactes.

Ces deux remarques tendent à prouver une conservation des particules supérieure à 89,59%. Ce pourcentage "légèrement faible" peut être du en partie aux écarts importants lors du tamisage de l'essai 40;20;2,5;8\*8 entre les zones 1 et 2 et les zones 4 et 5 (cf. Figure R17).

### **3.3.3.5 Influence de la fermeté des particules**

Deux essais avec les particules de la gamme "fragile" ont été réalisés à deux vitesses de rotation différentes, 20 et 40 tr.min<sup>-1</sup>. Il s'agit des essais 40;20;2,5;f et 20;20;2,5;f.

Les résultats obtenus concernant le taux de particules conservées au cours de ces essais ainsi que la distribution en taille sont résumés dans les Tableaux R27 et R28 et sur la Figure R28.

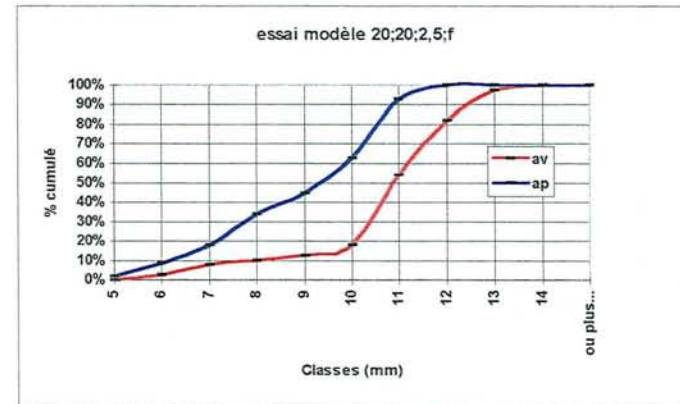
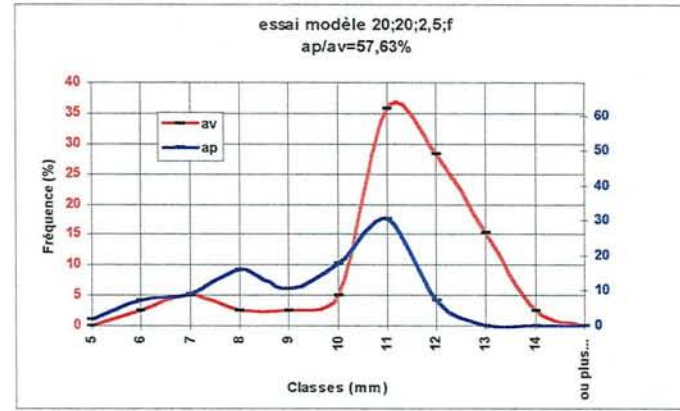
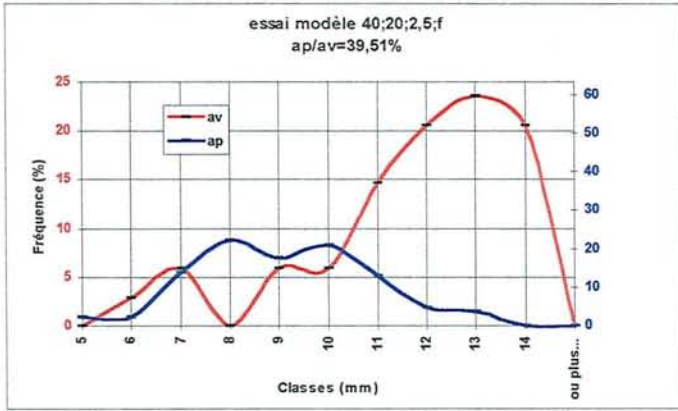
#### Attention

Ces particules ont été découpées avec un outil de découpe antérieur à l'outil utilisé pour les autres essais avec suspensions modèle. Il en résulte une précision de découpe moindre, et des particules de tailles initiale moyenne supérieures, soit 11,09 et 10,69mm pour les essais 40;20;2,5;f et 20;20;2,5;f. La distribution en taille relate bien ces tailles de particules plus grosses (voir courbes en rouge sur la Figure R28).

#### Comparaison des deux essais entre eux : influence de la vitesse de rotation sur la conservation des particules

**A l'instar des essais réalisés avec les particules de type "identité", l'augmentation de la vitesse de rotation entraîne une plus forte destruction de particules** (Tableau R27). La vitesse est multipliée par deux et la conservation de particules est divisée par 1,46.

De plus lors du tamisage, l'essai 40;20;2,5;f, a connu un déficit de particules dans la zone 1 de la cuve (Figure R16). Sans tenir compte de cette zone, le pourcentage de conservation de particules serait de 35,02%. La multiplication de la vitesse de rotation de l'agitateur par deux divise la conservation de particules par 1,65.



**Figure R28** : Histogrammes du couplage distribution en taille-concentration en particules des essais avec particules modèles fragiles 40;20;2,5;f et 20;20;2,5;f, ainsi qu'histogrammes cumulés



nom essai	Départ refroidissement						Fin refroidissement					
	Concentration en particules (%)						Concentration en particules (%)					
	8mm		5mm		Total		8mm		5mm		Total	
	moyenne	écart type	moyenne	écart type	moyenne	écart type	moyenne	écart type	moyenne	écart type	moyenne	écart type
40,20,2,5 A	20,31	1,82	1,04	0,26	21,35	1,76	8,59	1,21	6,38	1,3	14,97	2,18
40,20,2,5 B	17,00	4,26	0,94	0,52	17,94	4,49	6,23	1,49	5,35	1,14	11,58	1,73
40,20,2,5 C	18,56	3,45	0,42	0,2	18,98	3,45	5,64	1,02	4,68	0,85	10,32	1,49
40,20,2,5,f	17,21	4,33	1,67	0,84	18,88	4,69	2,32	0,98	5,14	0,7	7,46	1,31
20,20,2,5,f	19,01	1,60	0,98	0,4	19,99	1,26	9,06	1,96	2,46	0,73	11,52	2,05
20,30,2,5	26,77	3,26	1,52	0,38	28,29	3,32	17,6	3,85	5,44	1,2	23,04	3,07

nom essai	% CONSERVATION PARTICULES		
	%		
	8mm	5mm	Total
	moyenne	moyenne	moyenne
40,20,2,5 A	42,29	613,46	70,12
40,20,2,5 B	36,65	569,15	64,55
40,20,2,5 C	30,39	1114,29	54,37
40,20,2,5,f	13,48	307,78	39,51
20,20,2,5,f	47,66	251,02	57,63
20,30,2,5	65,75	357,89	81,44

Tableau R27 : Valeurs de concentration en particules pour les essais comparatifs sur les tailles de particules. Valeurs moyennes et écart-types au départ et en fin de refroidissement et pourcentage de particules conservées au cours de chaque essai

nom essai	Départ refroidissement			Fin refroidissement			Evolution		
	mm			mm			%		
	8mm	5mm	Total	8mm	5mm	Total	8mm	5mm	TOTAL
40,20,2,5 A	9,70		9,45	9,57	7,82	9,17	98,66		97,04
40,20,2,5 B	10,24		10,09	10,14	7,87	9,35	99,02		92,67
40,20,2,5 C	10,62		10,53	10,69	8,36	9,76	100,66		92,69
40,20,2,5,f	11,90		11,09	10,45	7,86	8,59	87,82		77,46
20,20,2,5,f	11,25		10,69	10,08	7,53	8,85	89,60		82,79
20,30,2,5	10,51		10,00	9,94	8,09	9,05	94,58		90,50

Tableau R28 : Valeurs de tailles moyennes au départ et en fin de refroidissement et pourcentage de conservation de ces tailles moyennes entre le départ et la fin du refroidissement pour les essais comparatifs sur les tailles de particules



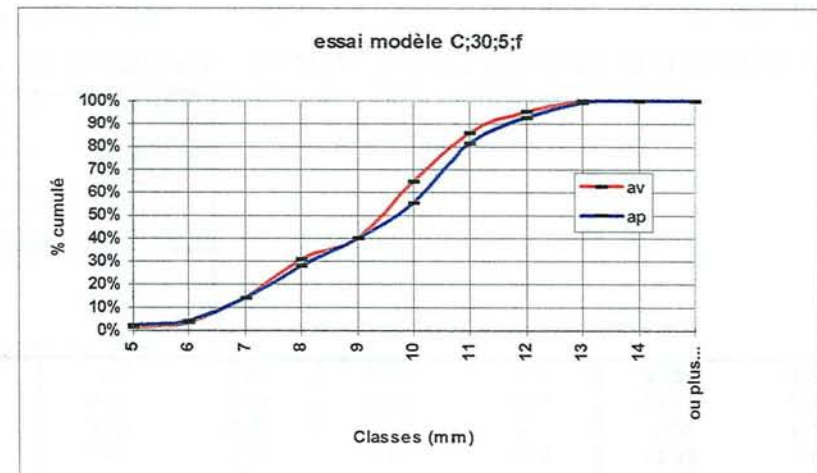
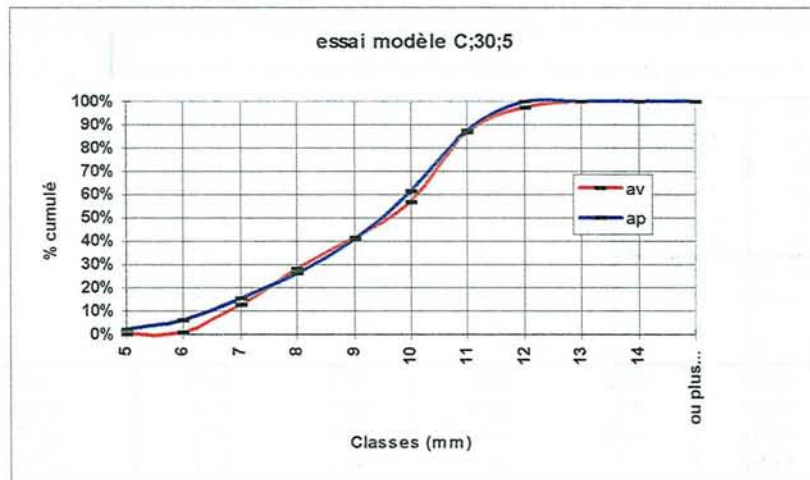
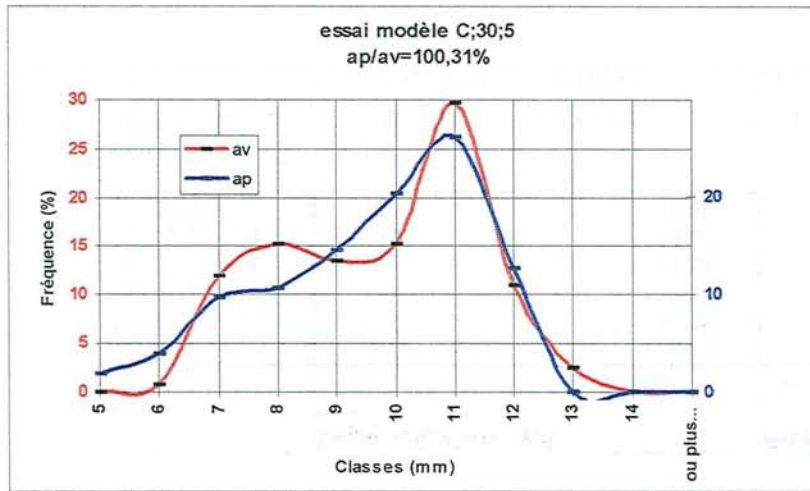


Figure R29 : Histogrammes du couplage distribution en taille-concentration en particules de l'essai en continu (particules "identité"), ainsi qu'histogrammes cumulés (particules "identité" et "fragile").

### Comparaison essais particules "fragiles" et essais particules "identité"

- Comparaison essais réalisés à 40tr.min<sup>-1</sup>

A cette vitesse de rotation, l'essai 40;20;2,5,f est à comparer avec les essais de référence 40;20;2,5 A, B et C, et notamment à l'essai 40;20;2,5 C, puisque la taille moyenne des particules de cet essai est la plus proche de celle de l'essai avec particules "fragiles", respectivement 10,53 et 11,09mm. La conservation est meilleure lorsque les particules "identité" sont utilisées (54,37% contre 39,51%).

- Comparaison essais réalisés à 20tr.min<sup>-1</sup>

Ici, l'essai 20;20;2,5,f est comparé avec l'essai 20;30;2,5, cet essai étant le seul essai en cuve à 20 tr.min<sup>-1</sup> contenant des particules de type "identité". Le taux de conservation de particules est là aussi favorable à l'essai comportant des particules de type "identité" (bien que plus riche en particules au départ de l'essai : 28,29% contre 19,99% (Tableau R27)). Il est de 81,44%, contre 57,63% pour les particules de type "fragile".

- Conclusion évidente

**L'augmentation de la fermeté des particules (dans ces gammes de fermeté), entraîne une meilleure conservation de celles-ci au cours d'un essai en cuve.** Cependant les écarts de taille moyenne initiale entre les particules "fragiles" et "identité" empêchent une comparaison plus fine.

### 3.3.3.6 Résultats des essais réalisés sur la ligne continue

Les résultats obtenus du point de vue taille et conservation des particules sont regroupés dans les Tableaux R28 et R29 et sur la Figure R29.

**Le taux de conservation de particules est de 100,31%, ce qui prouve la supériorité de ce process par rapport au process discontinu (les incertitudes de mesures expliquent pourquoi nous parvenons à une valeur supérieure à 100%).** De plus l'essai est réalisé dans les conditions supposées les plus néfastes pour les particules, c'est à dire avec 30% de particules et une viscosité forte (4,95Pa.s en fin de refroidissement à 15°C (gradient de cisaillement 21,33s<sup>-1</sup>)).

En plus des particules de type "identité", un échantillon de particules "fragiles" a subi le process. Les distributions en taille avant et après le refroidissement, regroupées sur la Figure R29 montrent, pour les deux types de particules, une gamme de taille très étendue, ce qui correspond probablement à la destruction des particules par la pompe doseuse lors de l'injection. Les courbes de pourcentage cumulé, sont superposées dans les deux cas, ce qui prouve la conservation de la taille des particules et donc la non destruction de celles-ci durant le process.

nom essai	AVANT REFROI						APRES REFROI					
	%		5mm		Total		%		5mm		Total	
	8mm	écart type	moyenne	écart type	moyenne	écart type	8mm	écart type	moyenne	écart type	moyenne	écart type
C,30,5	16,09	1,93	3,51	0,1	19,6	2,01	15,75	3,48	3,91	0,64	19,66	2,86

nom essai	FIN/DEPART REFROI		
	8mm	5mm	Total
	moyenne	moyenne	moyenne
C,30,5	97,89	111,40	100,31

**Tableau R28 :** Valeurs de concentration en particules pour l'essai en continu (particules "identité" et "fragile"). Valeurs moyennes et écart-types au départ et en fin de refroidissement et pourcentage de particules conservées au cours de l'essai

nom essai	Départ refroidissement		Fin refroidissement		Evolution %
	Total	écart type	Total	écart type	
	moyenne		moyenne		
C,30,5	9,29	1,70	9,12	1,81	98,17
C;30;5,f	9,20	1,80	9,33	2,00	101,41

**Tableau R29 :** Valeurs de tailles moyennes au départ et en fin de refroidissement et pourcentage de conservation de ces tailles moyennes entre le départ et la fin du refroidissement pour l'essai continu (particules "identité" et "fragile").



### **3.3.4 CONCLUSION CONCERNANT LES ESSAIS SUR PRODUITS MODELES**

Les essais réalisés en cuve agitée ont permis de démontrer que la destruction des particules augmente avec :

- la viscosité du fluide porteur
- la vitesse de rotation de l'agitateur
- la concentration en particules au départ de l'essai
- la taille des particules
- la fragilité des particules.

Le rapport taille des particules sur taille de l'entrefer semble être prépondérant sur cette destruction, car c'est dans l'entrefer qu'elle se produit. Cette destruction est due aux contraintes mise en jeu dans l'entrefer.

**Il s'agit très certainement des contraintes visqueuses ( $\tau = \mu_a \dot{\gamma}$ ), puisque la destruction augmente avec la viscosité du fluide porteur et la vitesse de rotation de l'agitateur.**

Il s'agit très certainement des contraintes de friction. Ces frictions peuvent se produire entre l'agitateur ou la paroi de la cuve et les particules, ou alors entre les particules entre elles. Elles augmentent avec la vitesse de rotation de l'agitateur, la viscosité du fluide porteur (plus le fluide est visqueux, plus il va retenir la particule), la taille et le pourcentage en particules (plus les particules sont grosses ou nombreuses dans l'entrefer, plus les chances de friction sont importantes).

L'essai réalisé avec la ligne continue confirme la supériorité de ce process pour ce type de produit du point de vue conservation des particules et temps de traitement.

### **3.4 COMPARAISON ESSAIS MODELES ET ESSAIS REELS**

#### **3.4.1 MISE AU POINT DE LA SUSPENSION MODELE :**

##### **La suspension réelle paraît bien reproduite**

Le fluide modèle semble bien simuler le fluide réel au regard de l'évolution de la viscosité avec la température ; les particules modèles quant à elles sont dans la même gamme de fragilité que les tranches de fraises en fin de cuisson.

**Cependant, des différences certainement inévitables entre produit réel et produit modèle sont apparues au cours de cette étude.**

Du point de vue structure, les particules modèles sont plus homogènes que les particules réelles. Il en va de même concernant la taille, les cubes modèles étant quasiment tous identiques alors que les tranches de fraises sont de forme hétérogène. Ces différences entraînent des réponses différentes aux tests de fermeté.

#### **3.4.2 RESULTATS DES ESSAIS**

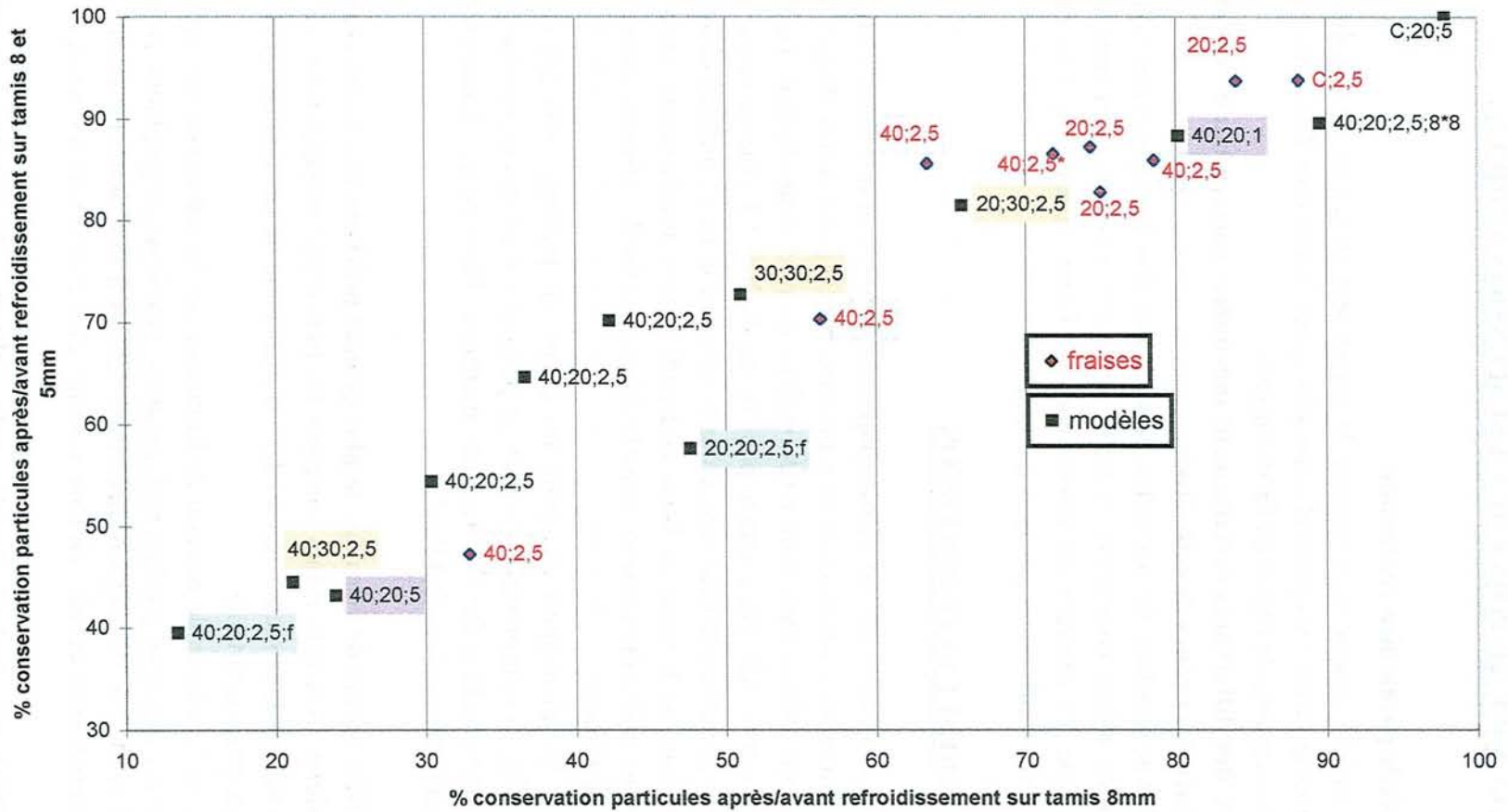
La Figure R30 résume sur un même graphique tous les essais réalisés en terme de conservation de particules. Chaque essai est représenté par un point, à côté duquel la légende reprenant la notation utilisée dans cette étude indique de quel essai il s'agit. La lecture du graphique se fait comme suit. Par exemple pour l'essai 40;20;2,5;f situé en bas à gauche du graphique, il a été conservé (en abscisse), entre le début et la fin du refroidissement 13,5% des morceaux présents sur le tamis de 8mm au départ, (c'est à dire de beaux morceaux) ; en ordonné, on peut lire qu'il a été conservé entre le début et la fin du refroidissement 39,5% du total des morceaux initiaux

*Remarque :* les annotations désignant les essais sur produits réels (en rouge) sont simplifiées. En effet, la concentration initiale en particules n'est pas mentionnée, car cette concentration, comme cela a été vu, n'est pas maîtrisée. Dans ce cas, l'annotation **40;2,5** signifie simplement  $40\text{tr.min}^{-1}$  et "2,5 Pa.s".

La Figure R30 permet de visualiser la **plus grande précision des essais réalisés avec les produits modèles**. Pour cela il faut comparer les trois essais modèles notés 40;20;2,5 et les quatre essais sur produits réels notés 40;2,5.: la dispersion de ces derniers essais est sans contexte beaucoup plus importante.

L'influence de la vitesse de rotation de l'agitateur sur la destruction des morceaux de fruits révélée lors des essais sur produits réels est aussi visible sur ce graphique en comparant les essais **40;2,5** et **20;2,5**. Par rapport aux essais réalisés à  $40\text{tr.min}^{-1}$ , les essais réalisés à  $20\text{tr.min}^{-1}$  sont globalement décalés en haut à droite, c'est à dire vers les zones de moindre destruction.

Pour les essais sur produits modèles, cette influence de la vitesse de rotation de l'agitateur est aussi représentée par la comparaison des essais 20;30;2,5, 30;30;2,5 et 20;30;2,5. Les autres paramètres faisant varier le pourcentage de destruction sont aussi mis en évidence Il s'agit de la plus grande destruction de particules avec les particules fragiles



**Figure R30 :** Visualisation des pourcentages de particules conservées lors de la phase de refroidissement sur les tamis de 8mm et au total (tamis 8 + 5mm)



(40;20;2,5;f et 20;20;2,5;f), avec l'augmentation de viscosité du fluide porteur (40;20;5, 40;20;2,5 et 40;20;1).

Les essais très peu destructeurs de particules sont situés en haut à droite du graphique. Il s'agit de l'essai modèle utilisant les particules de petite taille 40;20;2,5;8\*8 et des essais réels et modèles sur ligne continue C;2,5 et C;20;5.

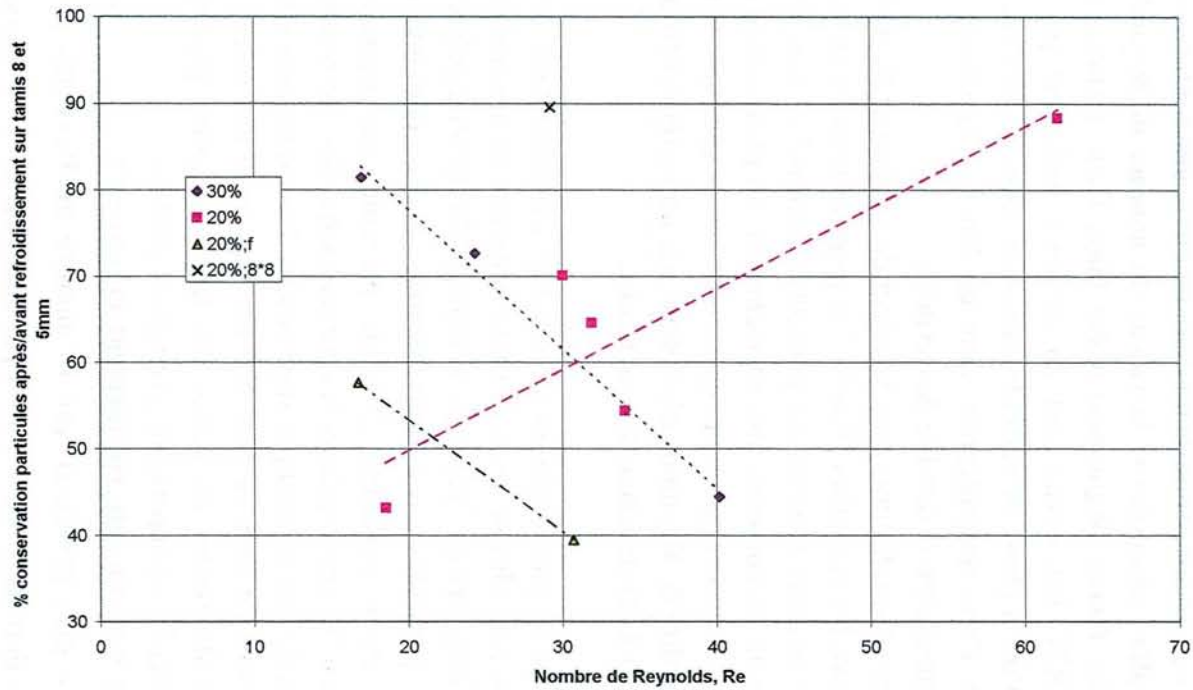
### **3.4.3 EXTRAPOLATION DES ESSAIS EN CUVE**

En se basant sur la précision des essais sur **produits modèles en cuve, une tentative de lien entre le pourcentage de particules conservées et la valeur du nombre de Reynolds (rapport des forces d'inertie sur les forces visqueuses) a été faite.** Cette tentative de corrélation apparaît sur la Figure R31. Les essais sont ici désignés seulement par la concentration en particules au départ de la phase de refroidissement et selon les cas, par la taille des particules ou leur fermeté. Cette simplification vient du fait que la vitesse de rotation et la viscosité sont déjà exprimées dans le nombre de Reynolds.

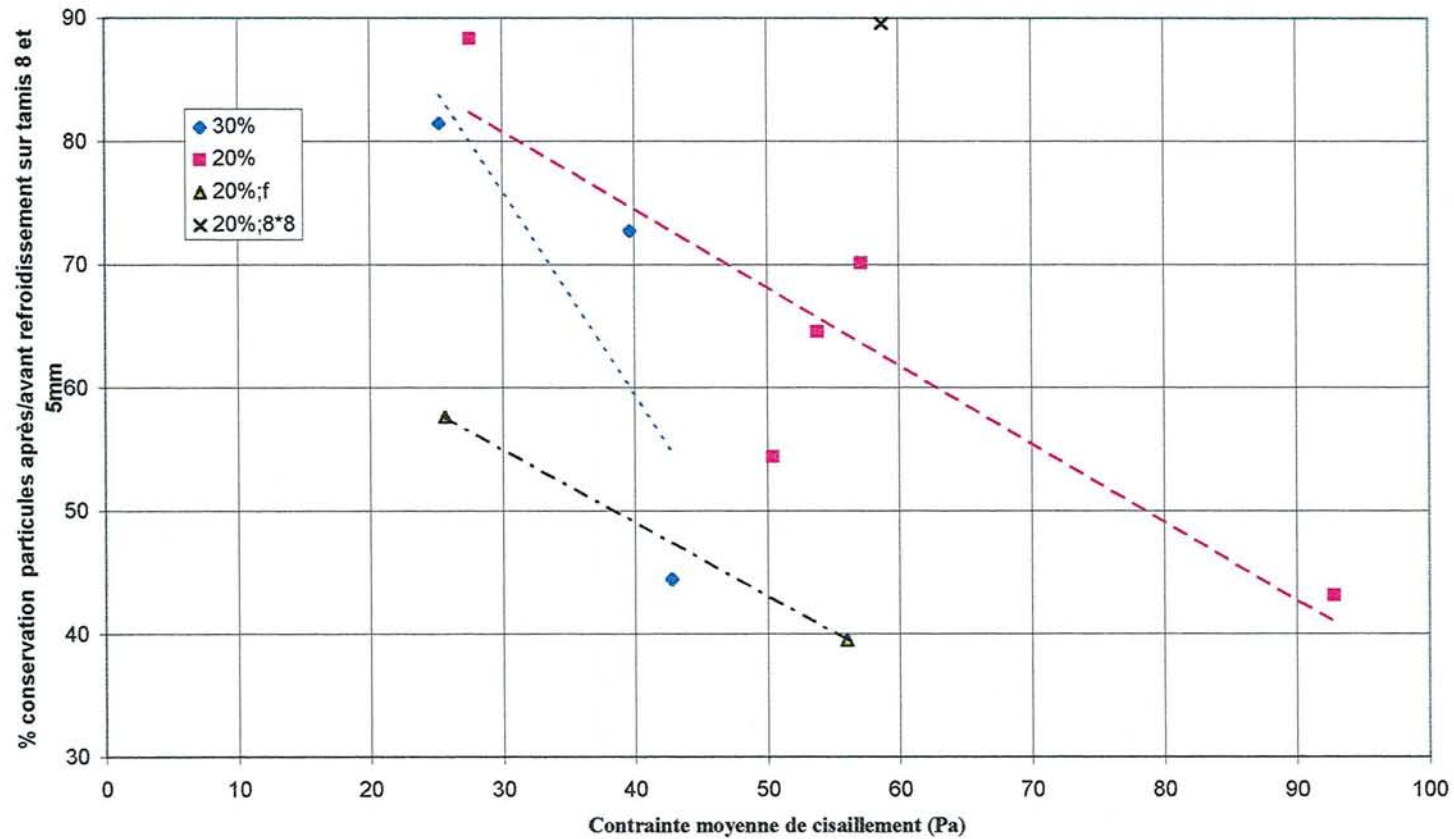
Le pourcentage de particules conservées diminue avec la valeur du nombre de Reynolds dans le cas des deux essais réalisés avec les particules "fragiles" et pour les trois essais avec 30% de particules (voir Figure R31). Les essais utilisant des particules "identité" et avec 20% de particules au départ de l'essai, voient au contraire une augmentation du pourcentage de particules conservées avec Re. Cela vient du fait que pour ces essais la viscosité a aussi varié (essais à "1", "2,5" et "5" Pa.s). **Le nombre de Reynolds n'est donc pas un critère suffisant permettant de corréler voir de prédire la destruction des particules.**

Sur la Figure R32, un autre mode de représentation des résultats expérimentaux a été tenté. Au lieu du nombre de Reynolds, pour chaque essai, la valeur moyenne de la contrainte de cisaillement a été portée en abscisse. Sur ce graphique (Figure R32), la tendance à la diminution de la conservation des particules avec l'augmentation de la contrainte de cisaillement est observée avec les essais contenant 20% de particules au départ du refroidissement, avec ceux en contenant 30% ainsi qu'avec les particules fragiles. Néanmoins, les tendances pour ces trois catégories d'essais ne sont pas superposées. La constatation est la même pour l'essai dont les particules sont de 8mm de côté. Sur cet essai, pour une valeur de contrainte moyenne de cisaillement de l'ordre de celles des trois catégories précitées ( $50 < \bar{\tau} \text{ (Pa)} < 60$ ) la conservation en particules est supérieure (pratiquement 90%).

**Par conséquent, la contrainte moyenne de cisaillement en cuve ( $\tau = \mu_a \cdot \dot{\gamma}$  avec  $\dot{\gamma} = K_s \cdot N$ ) semble être un critère plus pertinent que le nombre de Reynolds pour estimer le pourcentage de particules détruites, mais il n'est pas suffisant car il ne permet pas de dégager une tendance unique pour toutes les catégories d'essais.**



**Figure R31 :** Graphique représentant la conservation des particules lors de la phase de refroidissement en fonction du nombre de Reynolds. Les essais représentés sont ceux réalisés en cuve avec 30 et 20% de particules, avec les particules fragiles et avec les particules de 8mm de côté. Les traits en pointillés représentent les tendances.



**Figure R32** : Graphique représentant la conservation des particules lors de la phase de refroidissement en fonction de la contrainte moyenne de cisaillement,  $\bar{\tau}$  (Pa). Les essais représentés sont ceux réalisés en cuve avec 30 et 20% de particules, avec les particules fragiles et avec les particules de 8mm de côté. Les traits en pointillés représentent les tendances.



CONCLUSION

***CONCLUSION***  
***ET PERSPECTIVES***

## CONCLUSION ET PERSPECTIVES

L'objet principal de ce travail était de cerner l'influence des conditions opératoires sur la qualité d'une suspension de grosses particules dans un fluide porteur visqueux après une opération de refroidissement ; les principaux critères recherchés étaient la bonne homogénéité du produit fini et une destruction moindre des morceaux après traitement.

Les principaux résultats marquants cette étude sont les suivants :

- De l'état de l'art sur le sujet, il ressort que la fraise (particule réelle visée) est un fruit complexe et hétérogène et que de ce fait, il n'existe pas de test standard ou universel permettant de quantifier précisément la fermeté de ce fruit. Il existe en fait plusieurs types de tests qui, utilisés seuls ou de manière complémentaire, permettent d'amener des éléments de réponse suffisants concernant la fermeté ; le choix de ce ou ces test(s) dépend de l'opération considérée (test sur un morceau ou plusieurs par exemple). La littérature fait également ressortir de grosses lacunes concernant l'aspect fragilité et/ou destruction des grosses particules lors de leur traitement.
- Une suspension modèle a été mise au point et utilisée dans le cadre de cette étude. Cette suspension a permis de simuler très finement le produit réel, tant au niveau du comportement visqueux du fluide porteur (comportement de fluide très visqueux pseudoplastique) que de la fermeté des particules. A noter que la thermodépendance de ces deux paramètres a également été respectée entre suspensions réelle et modèle. Les avantages de cette suspension modèle sont indéniables : nous avons ainsi pu maîtriser, contrôler et faire varier de manière précise les paramètres tels que la viscosité du fluide porteur, la taille, la fermeté et la concentration des particules. A noter que si la forme des particules aurait également pu être facilement modifiée, nous avons choisi de garder des particules de forme cubique tout au long de l'étude.
- Différentes méthodes ont été utilisées pour mesurer et quantifier la fermeté des différentes particules. L'analyse des résultats donnés par ces méthodes a confirmé qu'aucune d'entre elles n'était universelle ; ainsi, nous avons montré que le test de compression-extrusion était adapté pour les fraises cuites alors que le test de pénétration l'était lui davantage pour les particules modèle (gels à base de pectine).
- Pour analyser le plus finement possible la destruction ou détérioration des particules au cours du refroidissement, il semble que la méthode par analyse d'images soit relativement performante et précise. Cette méthode semble plus puissante que la méthode classique par "tamisage" car, si elle permet également d'estimer la concentration finale des particules, elle donne en plus une excellente image de la distribution en taille des particules après le traitement subi.



- Les résultats expérimentaux obtenus sur produits réels, confirmés de manière plus précise avec les suspensions modèles, ont permis de dégager les conclusions suivantes :

✓ la vitesse de rotation, la taille initiale des morceaux et la "viscosité" du fluide porteur semblent avoir un rôle considérable sur la détérioration des particules.

✓ le rapport entre la longueur caractéristique de la particule et la taille de l'entrefer (espace entre le mobile d'agitation et la paroi de la cuve) semble également être un paramètre primordial quant aux dommages subis par les particules.

✓ une augmentation de la concentration en particules ou de leur "fragilité" contribuent fortement à leur détérioration au cours du refroidissement.

✓ dans le cadre des essais effectués et donc pour les conditions opératoires retenues, le procédé continu paraît beaucoup plus efficace et prometteur que le procédé discontinu, en ce qui concerne en tout cas l'intégrité des morceaux.

Si la plupart de ces conclusions peuvent paraître répondre "au bon sens" et étaient par là-même prévisibles, l'originalité de ce travail réside dans la démonstration et la quantification (notamment grâce à l'analyse d'images) de l'influence des différents paramètres.

Bien entendu ce travail ne peut pas être considéré à l'heure actuelle comme complètement achevé et nécessiterait de nombreuses études complémentaires avant d'aboutir à une réelle optimisation du procédé de préparation de produits type fruits sur sucre. En effet, le nombre de paramètres susceptibles de varier est considérable : citons la taille, la forme, la fermeté, la concentration, la densité des particules, la nature et le comportement visqueux du fluide porteur, les conditions opératoires (notamment la vitesse de rotation), la géométrie des systèmes retenus (système d'agitation ou échangeurs de chaleur), etc... La mise au point de notre suspension modèle et par là-même la variation et le contrôle possible de nombreux paramètres précités devrait aider à accomplir cette tâche.

A plus court terme les essais qui pourraient être accomplis devraient s'intéresser aux problèmes suivants :

✓ le système de traitement en continu semble a priori efficace tel qu'il a été mis en œuvre ; des études plus ciblées sur ce type de procédé devraient permettre d'une part, de délimiter les limites d'utilisation de ce mode de traitement et d'autre part, de voir dans quelle mesure l'utilisation d'échangeurs de géométrie autre que tubulaire permettrait encore d'améliorer les résultats, en terme notamment d'homogénéité de traitement et de respect de l'intégrité des particules.



✓ concernant les traitements en cuves mécaniquement agitées, des études plus complètes devraient être entreprises pour en toute fin diminuer les temps de traitement pour l'ensemble des phases de chauffage, chambrage et refroidissement ; si l'on peut admettre facilement que la détérioration des fruits est d'autant plus faible que le temps de traitement est court, une étude plus complète sur l'optimisation de la géométrie liée aux conditions opératoires et visant à une amélioration des performances thermiques se devrait d'être entreprise (en considérant toujours comme critère déterminant la qualité du produit fini).

✓ enfin, le problème de l'extrapolation des résultats concernant surtout les systèmes agités mécaniquement se doit absolument d'être abordé. Nous avons par exemple souligné l'importance considérable jouée par la valeur du rapport longueur caractéristique de la particule sur taille de l'entrefer.

***REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES***

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Abbal P. et Planton G. (1990), "La mesure objective de la fermeté des fruits et légumes", 9<sup>o</sup> colloque sur les recherches fruitières.

Aguilera J.M., Xiiong Y.L. et Kinsella J.E., (1993), "Viscoelastic properties of mixed dairy gels", *Food Reseach International*, Vol 26, 11-17.

Anzaldua-Morales A. et Brennan J.G. (1982), "Relationship between the physical properties of dried beans and their textural characteristic after processing", *J. of Texture Studies*, Vol 13, 229-240.

Apostolopoulos C. et Brennan J.G., ((1994), "Identification of the main textural characteristics of canned peaches and the effects of processing variables", *J. of Texture Studies*, Vol. 25, 383-402.

Armbruster G. (1967) "Cellular and Textural Changes in Three Varities of Strawberries As a Result of Pre-freezing Treatments", *Am. Soc. for Horticultural Sciences*, Vol 91, 876-880.

Astrom A. et Bark G., (1994), "Heat tranfert between fluid and particles in aseptic processing". *J. of Food Engineering*, Vol. 21, 97-125.

Barigou M., Mankad S. et Fryer P.J., (1998), "Heat transfert in two phase solid-liquid food flow: a review" *TransIChemE*, Vol 76, Part C, March.

Bianchi C., (1996), "La surgélation des produits végétaux par le vide", Stage de fin d'étude.

Blasinski H. et Kuncewicz C., (1981), "Heat transfert during the mixing of pseudoplastic fluids with ribbon agitators", *International Chem. Eng.*, Vol. 21, No. 4, (679-683).

Bot.A. Van Amerongen A. Groot R.D., Hoekstra N.L. et Agterof W.G.M., (1996), "Large Deformation Rheology of Gelatin Gel", *Polymer Gels and Networks*. Vol. 4, 189-227.

Bot.A. Van Amerongen A. Groot R.D., Hoekstra N.L. et Agterof W.G.M., (1996), "Effect of deformation rate on the stress-strain curves of gelatin gels.*J. Chim. Phys.* Vol. 93, 837-849.

Bourne J.R. et Butler H., (1965) "Some characteristics of helical impellers in viscous liquids", *AIChE Symposium Series*, N°10, 89-96.

Bourne J.R., (1988), "The processing of fine chemicals", London, England.

Bourne M. C., (1966) "Measurement of shear and compression components of puncture tests". *J. Food Sci.* Vol. 32, 282-291.

Bourne M.C., (1972), "Standardization of Texture Measuring Instruments", *J. of Texture Studies*, Vol. 3, 379-384.

Bourne M.C., (1982), Food Texture and Viscosity, Ed. Academic Press.



Brennan J.G. et Bourne M.C., (1994) "Effect of lubrication on the compression behaviour of cheese and frankfurters", Vol. 25, 139-150.

Cagampang G.B., Kirleis A.W. et Marks J.S., (1984) "Application of Small Sample Back Extrusion Test for Measuring Texture of Cooked Sorghum Grain", J. of Food Sciences. Vol. 49, 278-280.

Carbonell E., Costell E. et Duran L., (1991), "Fruit content influence on gel strength of strawberry and peach jams.", J. of food sciences, Vol. 56, No. 5, 1991.

Carbonell E., Costell E. et Duran L., (1991), "Rheological behaviour of sheared jams. Relation with fruit content.", J. of Texture Studies, Vol. 22, 33-43.

Carreau P.J., Patterson I. et Yap C.Y., (1976) "Mixing of viscoelastic fluids with helical-ribbon agitators - I. Mixing time and flow patterns", The Can. J. of Chem. Eng., Vol 54, 135-142.

Chambroy Y., Guinebretière M.H., Jaquemin G., Reich M., Breuils L. et Souty M., (1993). "Effects of carbon dioxide on shelf-life and post harvest decay of strawberries fruit", Sci. Des Aliments, Vol. 13, 409-423.

Chandarana D.I. et Unveerferth J.A., (1996), "Residence time distribution of particulate foods at aseptic processing temperatures", J. of food Eng., Vol. 28, 349-360.

Chandarana D.I., Gavin A. et Wheaton F.W. (1988), "Particle/fluid interface heat transfert during aseptic processing of food", ASAE paper No. 88-6599,1-19, St Joseph Michigan, USA.

Chandarana D.I., Gavin A. et Wheaton F.W. (1990), "Particle/fluid interface heat transfert under UHT conditions at low particle/fluid relative velocities", J. of Food Process Eng., Vol. 13, 191-206.

Chapman C.M., A.W. Nienow, Cooke M. et Middleton J.C., (1983), "Particle-gas-liquid mixing in stirred vessels Part. 1", Chem. Eng. Res. Des., Vol. 61,71-81.

Costell E., Carbonell E., et Duran L., (1987), "Chemical composition and rheological behaviour of strawberry jams", Acta Alimentaria, Vol. 16, No 4, 319-330.

Delaplace G., (1998), "Agitation de fluides fortement visqueux newtoniens ou non, par des agitateurs de proximité, types ancre et rubans hélicoïdaux." Thèse, Univ. H. Poincaré-Nancy 1.

Delaplace G., Belaubre N., Leuliet J.C., Dieulot J.Y., (1998), "Confrontation expérimentale de trois méthodes de traçage pour la détermination du temps de circulation axial moyen d'un agitateur hélicoïdal", Récents Progrès en Génie des Procédés (ISBN 2-910239-35-7), Vol; 12, No. 61, 273-278.

Delaplace G., Leuliet J.C. et Relandeau V., (2000), "Circulation and mixing times for helical ribbon impellers - Review and experiments", Experiments in fluids, Vol. 28, No.-2, 170-182.

Delaplace G., Torrez C., André C., Belaubre N. et Loisel P., (2000), "Numerical simulation of flow of Newtonian fluids in an agitated vessel equipped with a non standard helical ribbon impeller", 10<sup>th</sup> European Conference on Mixing, Delft, The Netherlands, H.E.A. van den Akker and J.J. Derksen (editors) © 2000 Elsevier Science B.V. (ISBN 0-444-50476-1), 289-296

Delgado A.E., Rubiolo A.C. et Gribaudo L.M., (1990) "Effective Heat Capacity for Strawberry Freezing and Thawing Calculations" J. of Food Engineering Vol 12, 165-175.

Duprat F., Roudot F., Grotte-Nicolas M. et Roudot A.C., (1991), "De l'hétérogénéité des fruits", Sci. Des Aliments, Vol. 11, 613-626.

Edwards M., (1998) dans "Food Texture, Measurement and Perception" ed. An Aspen Publication, p. 259.

Fairhurst P.G. et Pain J.P., (1999), "Passage time distribution for high solid fraction solid-liquid food mixtures in horizontal flow : unimodal size particle distributions", J. of food Eng., Vol. 39, 3454-357.

Food Polysaccharides and their application.(1995), Stephen A.M., ed. Dekker.

Goto T., Goto M., Chachin K et Iwata T., (1996), "The Mechanism of the Increase of Firmness in Strawberry Fruit Treated with 100% CO<sub>2</sub>.", Nippon Shokuhin Kagaku Kogaku Kaishi, Vol. 10, No. 10, 1158-1162.

Grigelmo-Miguel N. et Martin-Belloso, (1999), "Influence of fruit dietary fibre addition on physical and sensorial properties of strawberry jams", J. of food Engineering, Vol. 41, 13-21.

Grosso C.R.F. et Rao M.A., (1998), "Dynamic rheology of structure development in low-methoxyl pectin + Ca<sup>2+</sup> + sugar gels", Food Hydrocolloids, Vol 12, 357-363.

Guichard E., Chambroy Y., Reich M., Fournier N. et Souty M., (1992), "Influence de la concentration en dioxyde de carbone sur la qualité aromatique des fraises après entreposage", Sci. Des Aliments, Vol. 12, 83-100.

Hammami C. et René F., (1997), "Determination of Freeze-drying Process Variables for Strawberries." J. of Food Eng., Vol 32, 133-154.

Issanchou N., Maingonnat J.F., Guichard E.A., et Etievant P.X., (1991), "Oral consistency and simple rheological measurement of strawberry jams", Sciences des Aliments, Vol. 11, 85-98.

Jaros D. et Rohm H., (1994), "Uniaxiale Compression of Cheese at Constant Strain Rate", Rheology 94, Juin, 78-82.

Jewell G.G., Rantsios A. et Scholey J., (1973) "Factors influencing the breakdown of fruits in strawberry jam", "J. of Texture Studies Vol 4, 363-370.

Kaminoyama M. et Kamiwano M. (1994) "Numerical analysis of reaction process of highly viscous liquids in a stirred vessel equipped with a double helical ribbon impeller", Icheme Symposium Series No. 36, 541-548.



Kuriyama M., Ohta M., Yanagawa K., Arai K. et Saito S., (1981), "Heat transfert and temperature distribution in an agitated tank equipped with helical ribbon impeller", J. of Chem. Eng. Of Japan, Vol. 14, No. 4, 323-330.

Lacroix C., Castaigne F. et Routhier B.(1985), "Evaluation du Comportement Textural à la Congélation De Diverses Espèces de Fraises", ,Vol 18 n°1,35-42.

Lee J.H., Singh R.K. et Lineback D.S., (1995), "Particle concentration influence on liquid residence time distributions in a model aseptic processing system", J. of food Process Eng., Vol. 18, 119-133.

Lelievre J. et Mirza I. A., (1992), "Failure testing of gellan gels", J. of Food Engineering, Vol 16, 25-37.

Lenz M.K. et Lund D. B., (1978), "The lethality-Fourier number method, Heating rate variations and lethality confidence intervals for force-convection heated foods in containers", J. Food Proc. Eng., Vol. 2, 227-271.

Mancini M., Moresi M. et Rancini R., (1999), "Mechanical properties of alginate gels : empirical characterisation", J. of Food Engineering, Vol. 39, 369-378.

Mankad S., Nixon K.M. et Fryer P.J., (1997), "Measurements of particle-liquid heat transfert in systems of varied solids fraction", J. of food Eng., Vol 31, 9-33.

Mastrocola D., Dalla Rosa M. et Massini R., (1997), "Freeze-dried strawberries rehydrated in sugar solutions : mass transfers and characteristics of final products", Vol. 30, No. 5, 359-364.

Metzner A.B. et Otto R.E., (1957) "Agitation of non-newtonian fluids", AIChE J., Vol 3, N°1, 3-10.

Miles C.A., Van Beek G. et Veerkamp C.H., (1983) dans "Physical properties of food" ed. Applied Sciences publishers, p.308.

Mitsubishi N. et Miyairi Y., (1973), Heat transfert to non-Newtonian fluids in an agitated vessel", J. of Chem. Eng. of Japan, Vol. 6, No. 5, 415-420.

Murakami Y., Katsumasa F.,Takafumi S., Yamada A., Asano K., (1972) "Evaluation of performance of mixing apparatus for high viscosity fluids", J. of Chem. Eng. of Japan, Vol 5, N°3, 297-303.

Mwangi J.M., Rizvi S.S.H. et Datta A.K., (1993), "Heat transfert to particle in shear flow: Application in aseptic processing", J. of Food Eng., Vol. 19, 55-74.

Nagata S., (1975), "Mixing principles and applications", published in japan by kodansha Ltd.

Nagata S., Yanagimoto M. et Yokoyama T., (1956) "Studies on the mixing of high viscous liquids", Memoirs of the faculty of engineering - Kyoto University, Vol 18, 444-460.

Neal G.E., (1965), "Changes Occuring in the Cell Walls of Strawberries during Ripening", J. fo Sci. Food Agr. Vol 16, 604.



Olthoff L. W., Van Der Bilt A., De Boer A. et Bosman F., (1986), "Comparison of force-deformation characteristics of artificial and several natural foods for chewing experiments", *J. of Texture Studies.*, Vol. 17, 275-289.

Pons. M., et Fiszman S.M., (1996), "Instrumental texture profile analysis with particular reference to gelled systems", *J. of Texture studies.* Vol 27, 597-624.

Ramesh M.N., Sathyanarayana K. et Girish A.B., (1996), "Kinetic modeling of vegetable cooking at 100°C", *J. of Texture Studies*, Vol. 27, 257-264.

Rao A.V., (1967), "The Effect of Freezing and Freeze-Drying on the Physicochemical Changes in Northwest Strawberries" Ph.D. Thesis, Oregon State University.

Rohm H., Jaros D. et Benedikt J., (1995), "Constant Strain Rate Compression of Biopolymer Gels", *J. of Texture Studies*, Vol. 26, 665-674.

Roudot A.C., (1996), "Essai d'interprétation physique des mesures de pénétration sur fruits et légumes", *Ind. Alim. Agr.*, Vol.113, 428-431.

Salengke S. et Sastry S.K., (1995), "Residence time distribution of cylindrical particles in a curved section of a holding tube: The effect of particle size and flow rate", *J. of food Process Eng.*, Vol. 18, 363-381.

Shamlou P.A. et Edwards M.F., (1986), "Heat transfert to viscous Newtonian and Non-Newtonian Fluids for helical ribbon mixers", *Chem. Eng. Sci.*, Vol. 41, No. 8, 1957-1967.

Sistrunk W.A. et Moore J.N., (1967), "Assessment of Strawberry Quality-Fresh and Frozen", *Food Technology*, Vol. 21, 449-453.

Szczesniak A.S. et Smith B.J., (1969) "Observations on strawberry texture, a three-pronged approach", *J. of Texture Studies* Vol 1, 65-89.

Szczesniak A.S., Humbaugh P. R. et Block H., (1970), "Behavior of different foods in the standard shear compression cell of the shear press and the effect of sample weight on peak area and maximum force", *J. of Texture Studies*, Vol. 1, 356-378.

Tucker G. et Heydon C. (1998), "Food particle residence time measurement for the design of commercial tubular heat exchangers suitable for processing suspensions of solids in liquids", *Trans. IChemE*, Vol 76, Part C, 208-216.

Ulbrecht J. et Carreau P., (1985) "Mixing of viscous non-newtonian liquids", mixing of liquids by mechanical agitation", Vol 1, chapter 4, Patterson ed., Gordon and Breach Science Publishers, New York.

Varoquaux P. et Cousin R., (1975), "la tendérométrie du pois", *Cahiers de l'ENSBANA*, Vol.1, 11-17.

Varoquaux P., Offant P. et Varoquaux F., (1995), "Firmness, seed wholeness and water uptake during the cooking of lentils (*lens culinaris* cv. Anicia) for 'sous vide' and catering preparations", *Int. J. of Food Sci. And Tech.* Vol. 30, 215-220.

Zuritz C.A., McCoy S.C. et Sastry S.K., (1990), "Convective heat transfert coefficients for irregular particles immersed in non-Newtonian fluid during tube flow", J. of food Eng., Vol. 11, 159-174.

***PUBLICATIONS***



## PUBLICATIONS ET COMMUNICATIONS PERSONNELLES

### Articles

**- Confrontation expérimentale de trois méthodes de traçage pour la détermination du temps de circulation axial moyen d'un agitateur hélicoïdal**

G. DELAPLACE, N. BELAUBRE, J.C. LEULIET, J.Y. DIEULOT

Récents Progrès en Génie des Procédés (ISBN 2-910239-35-7), 1998, vol 12, n°61, 273-278.

**- Performance thermique d'une cuve agitée à double enveloppe munie d'un agitateur de proximité de type hélicoïdal traitant des fluides alimentaires Newtoniens,**

G. DELAPLACE, N. BELAUBRE and J.C LEULIET.

Congrès Français de Thermique (ISBN 2-84299-200-8), 2000, edited by Elsevier, 47-52.

**- Numerical simulation of flow of Newtonian fluids in an agitated vessel equipped with a non standard helical ribbon impeller**

G. DELAPLACE, C. TORREZ, C. ANDRÉ, N. BELAUBRE and P. LOISEL

10<sup>th</sup> European Conference on Mixing, Delft, The Netherlands, H.E.A. van den Akker and J.J. Derksen (editors) © 2000 Elsevier Science B.V. (ISBN 0-444-50476-1), 2000, 289-296

**- Effet de la position du mobile par rapport au fond de cuve sur la consommation de puissance de différents agitateurs plans verticaux**

G. DELAPLACE, A. MOREAU, N. BELAUBRE et J.C LEULIET.,

5<sup>ème</sup> Colloque PROSETIA, Toulouse, France, 1<sup>er</sup> et 2 février 2000 (p109-114).

### Communication orale

**Etude de l'agitation/mélange de grosses particules dans des solutions sucrées – Problèmes liés aux transferts de chaleur**

N. BELAUBRE

Premier Colloque Programme de Recherche Concertée. PACTE., C.N.R.S., Paris, France, 05.05.99.

### Communications par affiche

**Confrontation expérimentale de 3 méthodes de traçage pour la détermination du temps moyen de circulation axiale d'un agitateur hélicoïdal.**

G. DELAPLACE, N. BELAUBRE, J.C. LEULIET, J.Y. DIEULOT

Congrès "Traceurs et méthodes de traçage", Nancy, France, 1998

**Etude de l'agitation mélange de grosses particules fragiles dans des solutions sucrées – Problèmes liés aux transferts de chaleur**

N. BELAUBRE

Premier Colloque Programme de Recherche Concertée. PACTE., C.N.R.S., Paris, France, 05.05.99.